

СТРУКТУРА,
ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФФУЗИЯ

УДК 669.295:539.25

ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ ТЕХНИЧЕСКИ ЧИСТОГО ТИТАНА
В ХОДЕ КРИОГЕННОЙ ПРОКАТКИ

© 2015 г. Г. С. Дьяконов*, С. В. Жеребцов**, М. В. Климова**, Г. А. Салищев**

*Институт Физики Перспективных Материалов ФГБОУ ВПО
“Уфимский государственный авиационный технический университет”,
450000 Уфа, ул. К. Маркса, д. 12

**Лаборатория объемных наноструктурных материалов
ФГАОУ ВПО “Белгородский государственный национальный исследовательский университет”
308015 Белгород, ул. Победы, д. 85
e-mail: dgr84@mail.ru

Поступила в редакцию 07.02.2014 г.;
в окончательном варианте 12.03.2014 г.

С использованием метода дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) и просвечивающей электронной микроскопии проведен анализ эволюции микроструктуры титана в ходе прокатки при криогенной температуре ($T = -196^\circ\text{C}$). Обнаружено, что интенсивное развитие двойникования при криогенной температуре деформации ускоряет кинетику измельчения микроструктуры. Проведен количественный анализ эволюции микроструктуры титана при криогенной прокатке, показано, что на начальных этапах эволюция структуры в основном связана с механическим двойникованием. В области средних и больших степеней деформации происходит развитие субструктуры и формирование высокоугловых границ деформационного происхождения. Установлено, что прокатка до суммарной степени деформации $\varepsilon = 93\%$ ($e = 2.6$) при $T = -196^\circ\text{C}$ приводит к формированию в титане микроструктуры с размером зерен/субзерен около ~ 80 нм. Обсуждается вклад механического двойникования и дислокационного скольжения в структурные преобразования титана при криогенной прокатке с ростом степени деформации.

Ключевые слова: титан, криогенная прокатка; двойникование, дислокационное скольжение, измельчение микроструктуры, EBSD.

DOI: 10.7868/S0015323014090034

ВВЕДЕНИЕ

Деформационная обработка металлов до больших степеней при пониженных температурах может сопровождаться уменьшением размера зерен и значительным повышением прочностных свойств [1]. Разработаны ряд методов так называемой интенсивной пластической деформации (ИПД), которые позволяют добиться больших накопленных степеней деформации в образце без его разрушения. В их числе: равноканальное угловое прессование (РКУП) [2], сдвиг под давлением [3], всесторонняя ковка [4], винтовая экструзия [5] и др. Основной подход, используемый в методах ИПД, основан на достижении больших накопленных степеней деформации и развитии процессов динамической рекристаллизации структуры [1]. Между тем, существенного измельчения микроструктуры некоторых металлов возможно достичь без привлечения трудоемких методов ИПД, если учесть особенности действующих механизмов деформации и эволюции микроструктуры. В титане, при пластической деформации, активны

как механическое двойникование, так и дислокационное скольжение [6, 7]. Причем двойникование возможно рассматривать в качестве процесса, интенсифицирующего измельчение микроструктуры, поскольку оно характеризуется формированием новых границ с высокоугловой разориентировкой. Подобную особенность эволюции микроструктуры титана возможно выгодно использовать для получения ультрамелкозернистого или наностояния [8–10] при сравнительно небольших степенях деформации, используя, при этом, стандартные методы обработки металлов давлением. Например, микроструктура с размером зерна 100–200 нм была достигнута в ходе листовой прокатки при комнатной температуре до истинной степени деформации $\varepsilon \approx 2.6$ [9].

Как известно, действие дислокационного скольжения и механического двойникования в титане зависит от ряда факторов, таких как: степень [11], температура [12, 13] и скорость деформации, количество примесей [6, 7] и особенности текстуры [6, 14]. При этом, в зависимости от комбинации дан-

Таблица 1. Химический состав титана VT1-0 (вес. %) в исходном состоянии

Ti	Al	Si	Fe	C	O	N	H
Основа	0.01	0.1	0.18	0.07	0.12	0.04	0.01

ных факторов, деформация может осуществляться за счет действия двух механизмов, либо один из механизмов деформации в силу тех или иных причин будет подавлен. В данной работе на основании результатов растровой и просвечивающей электронной микроскопии было проанализировано развитие дислокационного скольжения и механического двойникования при криогенной прокатке. В частности, новизной обладают результаты количественного анализа развития механического двойникования и кинетики прироста мало- и высокоугловых границ в титане при криогенной деформации титана.

В одной из предыдущих работ было показано, что эволюция микроструктуры титана в ходе деформации при комнатной температуре, связана сначала с двойникованием, и затем с образованием деформационных большеугловых границ при больших деформациях [9]. Снижение температуры деформации [15] приводит к повышению критических напряжений сдвига (КНС) для дислокационного скольжения, практически не влияя на напряжение двойникования. В этой связи следует ожидать интенсификацию двойникования, а также перераспределение вкладов механического двойникования и дислокационного скольжения в эволюцию микроструктуры. В свою очередь это должно отразиться на кинетике эволюции структуры титана при деформации. Таким образом, в настоящей работе, особое внимание было уделено кинетике развития механического двойникования и установлению влияния процесса двойникования на эволюцию микроструктуры титана в ходе прокатки при $T = -196^\circ\text{C}$. Представлены результаты кинетики прироста мало- и высокоугловых границ, которые указывают на активность механического двойникования и дислокационного скольжения с ростом степени деформации при криогенной деформации титана.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала исследования был взят лист титана VT1-0 толщиной 4 мм, химический состав которого представлен в табл. 1.

В исходном состоянии микроструктура представляла собой рекристаллизованные равноосные зерна со средним размером 15 мкм. Вырезанные из листа образцы, размером $4 \times 10 \times 30 \text{ мм}^3$, помещали в контейнер из титана для обеспечения изотермических условий в ходе прокатки. Непосредственно перед прокаткой, пакет с образцом внутри, погру-

жали в жидкий азот (-196°C) и выдерживали в нем до полного охлаждения. В ходе прокатки пакета температура образца повышалась не более чем на 20°C . После каждого прохода пакет охлаждали в жидком азоте. Микроструктурные исследования проводили в плоскости прокатки на полутолщине образца методами оптической (Olympus GX71), растровой (Quanta 600FEG) и просвечивающей электронной микроскопии (JEOL JEM-2100FX).

Плотность дислокаций в локальном участке фольги определяли путем подсчета отдельных дислокаций внутри зерен/субзерен по стандартной методике, представленной в [16], с использованием, по меньшей мере, шести произвольно выбранных изображений ПЭМ для каждого образца. Плотность дислокаций рассчитывалась по формуле $\rho = 2N/Lt$, где N – число пересечений дислокаций со случайными линиями на исследуемой площади S ; L – общая длина случайных линий; t – толщина фольги. Толщину фольги t определяли по методу экстинкционных контуров, по формуле $t = n\xi_g$ [16], где n – число экстинкционных контуров, ξ_g – экстинкционная длина.

Обработка EBSD-карт, полученных при помощи растрового электронного микроскопа Quanta 600FEG, проводили при помощи программы TSL OIMTM. На картах EBSD серыми и черными линиями изображены малоугловые границы (МУГ) и высокоугловые границы (ВУГ), соответственно. В связи с ограничениями метода EBSD, разориентировки величиной менее 2° , были исключены из анализа данных. Плотность высоко- и малоугловых границ считалась как отношение их протяженности к площади EBSD-карты, что давало размерность мкм^{-1} . Двойниковые границы анализировались при помощи метода EBSD. Долю двойниковых границ в общем количестве высокоугловых границ определяли по разориентировке; т.е. все те границы, разориентировка которых не отклонялась от идеальной двойниковой больше, чем на $\pm\Delta\theta = 15^\circ/\sqrt{\Sigma}$, приписывали определенной системе двойникования (критерий Брэндона [17]).

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

На рис. 1 представлена микроструктура титана в исходном состоянии и после криогенной прокатки на 10, 30, 60 и 93%.

Исходная микроструктура представляет собой практически равноосные зерна со средним разме-

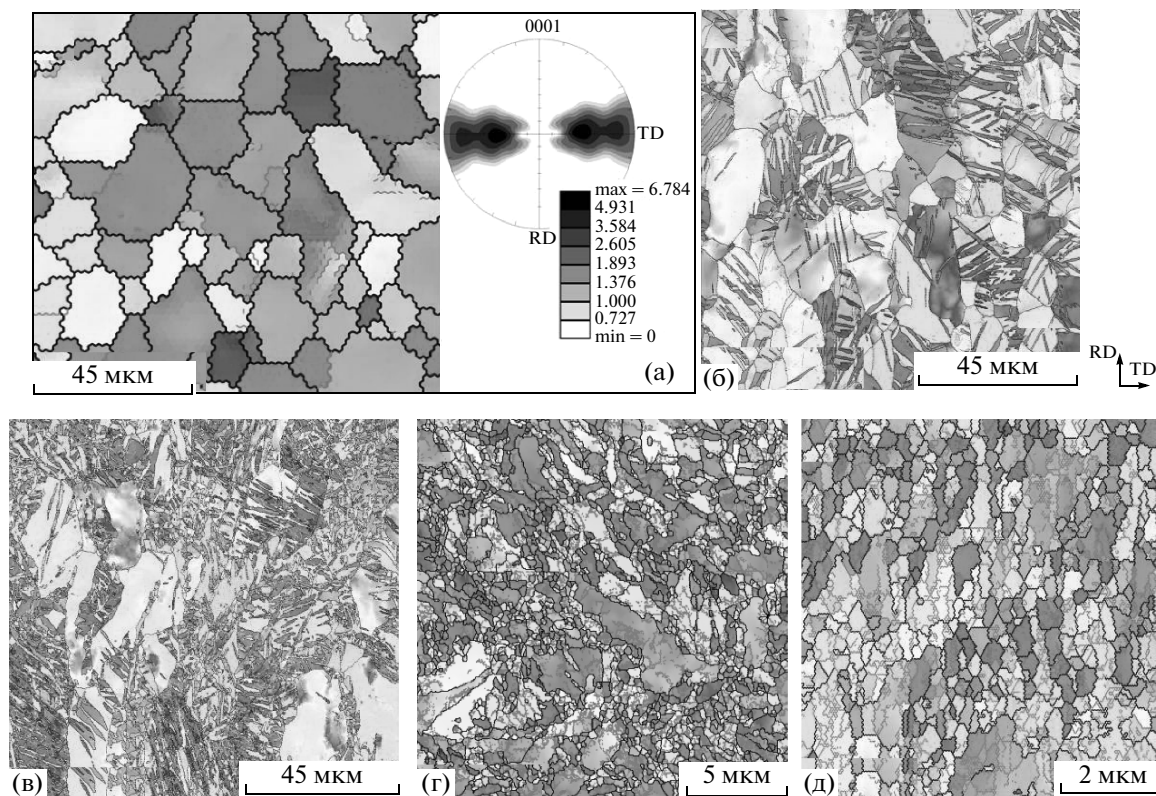


Рис. 1. EBSD-карты микроструктуры титана в исходном состоянии (а) и в плоскости прокатки после криогенной деформации на 10% (б); 30% (в); 60% (г); 93% (д).

ром 15 мкм (рис. 1а). После прокатки на 10% микроструктура существенно изменяется благодаря формированию множества двойников, которые рассекают зерно и иногда пересекаются между собой (рис. 1б). Практически все зерна вовлечены в процесс двойникования, в некоторых наблюдается вторичное двойникование. Повышение степени деформации до 30% приводит к значительному увеличению количества двойников в структуре (рис. 1в). В большинстве кристаллитов количество двойников настолько велико, что практически весь объем зерна заполнен двойниками. В то же время, наблюдаются зерна, в которых двойникование прошло менее активно. После прокатки на 60% формируется гетерогенная структура, состоящая из остатков двойников, мелких кристаллитов, а также более крупных вытянутых зерен (рис. 1г). Мелкие зерна размером от 0.2 до 1 мкм по форме близки к равноосной и имеют высокоугловую разориентировку, при этом такие зерна иногда содержат единичные субграницы. Крупные зерна размером ≥ 2 мкм разделены более протяженными и разветвленными субграницами (рис. 1г). С ростом степени деформации до 93% формируется микроструктура, которая представляет собой зеренно-субзеренную смесь.

Просвечивающая электронная микроскопия показывает, что после прокатки титана на 10%

пы двойников имеют разную ширину (рис. 2а). Средняя ширина двойников составила 1.2 мкм (табл. 2).

Плотность дислокаций в различных участках структуры изменяется весьма сильно: от единичных дислокаций до плотных дислокационных скоплений. С ростом степени деформации до 30% (рис. 2б) количество двойников возрастает, а их средняя ширина уменьшается до 0.7 мкм. Пересечение двойников и вторичное двойникование (рис. 2б) разбивает структуру на фрагменты размером от 0.4 мкм. При степени деформации 40% в структуре отмечается резкий рост плотности дислокаций.

Таблица 2. Ширина двойников и расстояние между двойниками в зависимости от степени криогенной прокатки титана

Степень деформации, %	Средняя ширина двойников, мкм	Среднее расстояние между двойниками, мкм
10	1.2	3.5
20	1	3
30	0.7	2.8

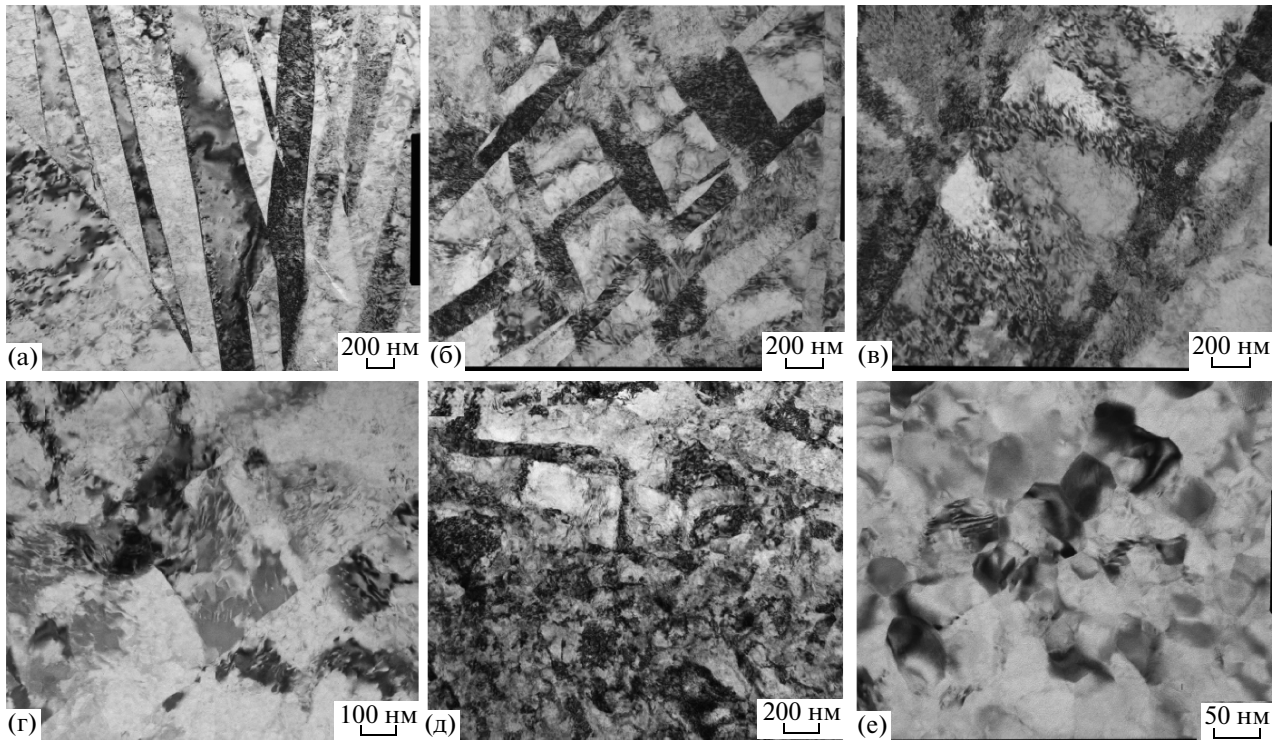


Рис. 2. Микроструктура титана после криогенной деформации на 10% (а); 30% (б); 40% (в); 60% (г, д); 93% (просвечивающая электронная микроскопия в плоскости прокатки) (е).

В междвойниковом пространстве формируется субструктура, образованная довольно широкими и рыхлыми дислокационными границами (рис. 2в). Двойники по длине делятся на участки с разным контрастом. Прокатка титана на 60% при криогенной температуре приводит к образованию субзерен по различным механизмам: в результате деления двойников поперечными границами (рис. 2г) и за счет образования субграниц и дислокационных стенок. В результате формируется неоднородная структура, содержащая зерна и субзерна различной величины (от 50 до 500 нм), а также фрагменты двойников (рис. 2д). В целом результаты исследования методом EBSD (рис. 1г) и ПЭМ (рис. 2д) не противоречат и взаимно дополняют друг друга. Увеличение степени деформации до 93% приводит к повышению однородности и существенному измельчению микроструктуры, средний размер зерен/субзерен составил 80 нм (рис. 2е). Следует отметить наличие в структуре равноосных, свободных от дислокаций зерен/субзерен с тонкими прямыми границами (рис. 2е), что представляется нетипичным для низкотемпературной деформации и больше характерно для структуры, формирующейся под воздействием процессов возврата и рекристаллизации.

Структурные преобразования титана в ходе криогенной прокатки были проанализированы по изменению плотности высоко- и малоугловых

границ (данные EBSD на рис. 3а) и среднего размера зерен (данные EBSD и ПЭМ на рис. 3б). Из полученных данных видно, что повышение плотности малоугловых границ в ходе криогенной прокатки происходит сначала медленно (до ~10% деформации), а затем возрастает почти линейно, достигая при максимальной степени деформации значения $\sim 6 \text{ мкм}^{-1}$. В изменении плотности высокоугловых границ выделяются 3 характерные стадии. На первой стадии при степенях деформации $\leq 20\%$ определяющим процессом является механическое двойникование, за счет которого наблюдается прирост специальных границ с высокоугловой разориентировкой (рис. 3а) и интенсивное измельчение микроструктуры (рис. 3б).

На второй стадии в интервале $20\% \leq \varepsilon \leq 40\%$ прирост ВУГ заметно снижается, что связано с подавлением двойникования при измельчении структуры [18]. По этой же причине замедляется уменьшение среднего размера зерен по сравнению с первой стадией (рис. 3б). Третья стадия при $\varepsilon > 40\%$ характеризуется образованием высокоугловых границ деформационного происхождения и сопровождается более интенсивным ростом плотности высокоугловых границ деформационного происхождения и уменьшением размера зерен.

Стоит отметить, что по результатам ПЭМ формирующаяся после 93% криогенной прокатки микроструктура, характеризуется более мелким

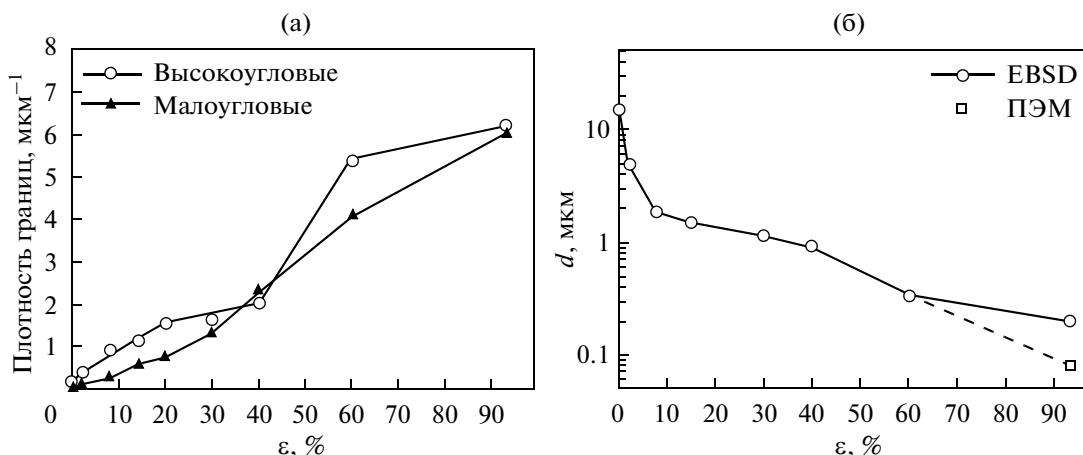


Рис. 3. Зависимость плотности мало- и высокоугловых границ (а) и среднего размера зерна (б) от степени деформации при криогенной прокатке титана.

размером зерен/субзерен по сравнению с данными EBSD (рис. 2е, 3б). Поскольку для таких, очень малых размеров зерен, оценка структуры с помощью ПЭМ дает большую точность (хотя и в локальных областях), можно предположить, что и “истинная” плотность ВУГ для прокатки на 93% будет несколько выше, чем это показано на рис. 3а. Важно, что величина плотности ВУГ (рис. 3а), на всем исследуемом интервале степеней деформации, была выше, чем плотность МУГ. В случае прокатки при комнатной температуре наблюдалась прямо противоположная картина [9]. Таким образом, результаты данной работы указывают на то, что снижение температуры деформации отражается на вкладе действующих механизмов деформации, контролирурующих структурные преобразования в титане.

Стадийность эволюции структуры титана при криогенной температуре прокатки подтверждается также зависимостью плотности дислокаций от степени деформации, оцененную в матрице и в двойниках (рис. 4). На той и на другой выделяются три характерных участка, как и на кривой изменения плотности высокоугловых границ (рис. 3а). Вплоть до 30% деформации, на первой стадии, наблюдается слабый прирост плотности дислокаций как внутри двойников, так и в матрице. Очевидно, это связано с тем, что при пониженных температурах двойникование более активно, чем скольжение, поэтому деформация, в основном, реализуется через двойникование. В интервале степеней деформации 30–40% после завершения двойникования различается вторая стадия с интенсивным ростом плотности дислокаций в объеме материала. При деформации свыше 40% существует протяженная третья стадия со слабо изменяющейся величиной плотности дислокаций. Отметим, что на начальных этапах деформации плотность дислокаций в двойниках выше, чем в

матрице, из-за преобразования подвижных дислокаций в неподвижные в двойникованных областях (эффект Басинского [19]) и необходимости образования новых подвижных дислокаций; однако после $\epsilon = 30\%$ (т.е. после окончания двойникования) плотность дислокаций выравнивается.

Согласно данным EBSD, в ходе криогенной прокатки титана образовывалось большое количество высокоугловых границ с разориентировками, соответствующими идеальным двойниковым, причем наиболее активно формировались двойники сжатия $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}\bar{3} \rangle$ (разориентировка матрица/двойник – 64°) (рис. 5а). К 20% деформации также возрастает доля двойников растяжения $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}\bar{1} \rangle$ (84°). Из рис. 5б следует, что доля двойниковых разориентировок с ростом степени деформации постепенно снижается, что связано, во-первых, с затуханием двойникования к $\epsilon = 20\%$, во-вторых, с изменением ориентировки

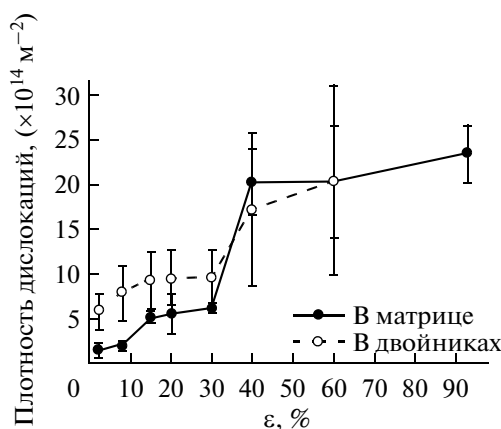


Рис. 4. Изменение плотности дислокаций в матрице и двойниках при криогенной прокатке титана.

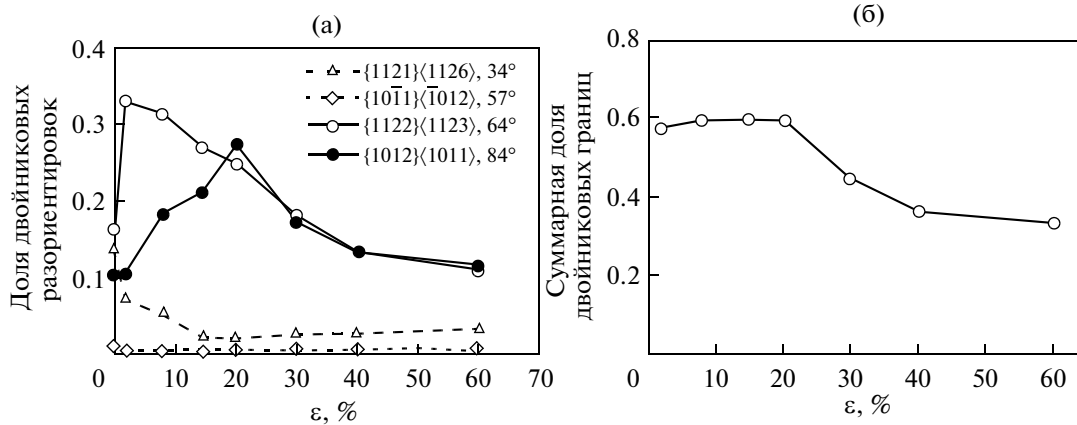


Рис. 5. Действующие системы двойникового (а) и доля двойниковых границ в титане (б) с ростом степени криогенной деформации.

границ двойников вследствие взаимодействия с решеточными дислокациями [20] и выхода из интервала Брендона. При этом отметим, что снижение температуры деформации до криогенной увеличивает протяженность и интенсивность двойникового по сравнению с комнатной температурой [9]. Как видно из рис. 5б, даже после 60% деформации в объеме материала присутствуют двойниковые разориентировки. А результаты, приведенные в табл. 2, показывают, что и ширина двойников, и междвойниковое расстояние снижается с ростом степени криогенной прокатки, по крайней мере, до 30%. Причем происходит не уменьшение уже образовавшихся двойников, а формирование новых, более тонких.

ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты данной работы позволили оценить влияние температуры на активные механизмы деформации и продемонстрировали возможность значительного измельчения микроструктуры титана методом прокатки в условиях криогенной деформации. При этом было показано, что, такой механизм пластической деформации как механическое двойникование, и влияние на него температуры деформации, играет важную роль в процессе формирования мелкозернистой структуры. Увеличение значения КНС дислокационного скольжения при снижении температуры деформации приводит к изменению кинетики развития скольжения и двойникового в процессе пластической деформации титана. При пониженных температурах деформации разница величин КНС для дислокационного скольжения и механического двойникового уменьшается, как это показано в [15]. В связи с этим, вклад механического двойникового в эволюцию микроструктуры при

криогенной температуре деформации возрастет и будет выше, чем, например, при комнатной.

Как следует из полученных результатов, активное развитие двойникового при $e \leq 10\%$ приводит к приросту ВУГ, тогда как плотность малоугловых границ остается практически на том же уровне, что подтверждает пониженную активность дислокационного скольжения на начальном этапе пластической деформации (рис. 3а). К тому же реализация пластической деформации при криогенной температуре приводит к росту протяженности стадии двойникового. Так, по результатам [8, 11] в области комнатной температуры двойникование затухает уже к 40% деформации. А в [9], доля двойниковых границ после 20 и 60% прокатки при комнатной температуре была соответственно в 2.5 и 1.8 раза ниже, чем после криогенной деформации.

Формирование новых высокоугловых границ вследствие двойникового приводит к уменьшению среднего размера зерна при прокатке (см. рис. 3). Известно, что напряжение, необходимое для зарождения двойника, с уменьшением размера зерна возрастает быстрее, чем напряжение, необходимое для активации скольжения [15, 21–23]. Это приводит к подавлению двойникового при некотором критическом размере зерна. В области комнатной температуры деформации критический размер зерна в титане, по данным [23], составляет около 0.7 мкм, а по результатам [18] – 0.6 мкм. При криогенной прокатке повышенное значение КНС дислокационного скольжения, по сравнению с комнатной деформацией, приводит к смещению величины критического размера зерна, в котором еще возможно двойникование, в сторону меньших величин и к увеличению протяженности стадии двойникового, что и наблюдается в результатах данной работы.

Как следует из микроструктурных исследований (см. рис. 1 и 2) активное развитие двойникования при криогенной прокатке эффективно измельчает микроструктуру уже на ранних этапах деформации. При этом криогенная температура деформации приводит не только к увеличению двойникованного объема, но и несколько изменяет характер развития двойникования. Для криогенной прокатки характерно множественное пересечение двойников между собой (см. рис. 1в, 2б). В результате таких пересечений формируются практически равноосные фрагменты с высокоугловой разориентировкой (см. рис. 2б). Для случая прокатки при комнатной температуре [9] подобное активное пересечение двойников не характерно. Дополнительный вклад в измельчение микроструктуры титана при криогенной прокатке вносит развитие вторичного двойникования.

Активность действующих механизмов деформации при криогенной прокатке отражается в стадийности изменения плотности высокоугловых границ и плотности дислокаций (см. рис. 3а и 4). Повышение значения КНС дислокационного скольжения при криогенной температуре деформации приводит к перераспределению вклада дислокационного скольжения и механического двойникования в общую деформацию. Активизация двойникования обеспечивает прирост ВУГ (рис. 3а), и некоторое подавление процесса дислокационного скольжения (см. рис. 4) на первой стадии.

На второй стадии при степенях деформации $20\% \leq \varepsilon \leq 40\%$ (см. рис. 3а), происходит изменение основного механизма деформации с двойникования на дислокационное скольжение вследствие измельчения структуры. Окончание двойникования отражается в менее интенсивном, чем на первой стадии, приросте ВУГ, а об активизации дислокационного скольжения свидетельствует возрастающая плотность дислокаций (см. рис. 4) при $30\% \leq \varepsilon \leq 40\%$. В свою очередь, возрастающая роль дислокационного скольжения способствует развитию субструктуры (см. рис. 3а).

Очередной прирост ВУГ наблюдается при $\varepsilon \geq 40\%$ и обусловлен формированием высокоугловых границ деформационного происхождения. Можно предполагать, что стесненность деформации и повышенные локальные напряжения активизируют множественное скольжение, в результате чего формируются и повышают свою разориентировку разветвленные малоугловые границы в недавно измельченных зернах (см. рис. 1г). При этом плотность дислокаций на третьей стадии ($\varepsilon \geq 40\%$) изменяется не значительно, что может быть обусловлено развитием процессов возврата и рекристаллизации. На это же указывает наличие в структуре, равноосных, свободных от дислокаций зерен/субзерен с тонкими прямыми границами (см. рис. 2д). Формирование таких зерен/субзерен в хо-

де теплой деформации обычно приписывается развитию непрерывной динамической рекристаллизации, однако для случая низких температур это представляется довольно необычным, из-за отсутствия достаточной термической активации процесса. В то же время, данные литературы показывают возможность осуществления рекристаллизации и локальной миграции границ зерен и при низкой температуре в условиях высокого напряжения [24–26]. Одним из условий, способствующих реализации динамической рекристаллизации при низких температурах в сильнодеформированных материалах, является высокая концентрация вакансий [27, 28].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе была проанализирована эволюция структуры титана в ходе криогенной прокатки при $T = -196^\circ\text{C}$ до степени деформации $\varepsilon = 93\%$. Были сделаны следующие выводы:

1) Пластическая деформация титана при криогенной температуре приводит к активизации двойникования и увеличению протяженности стадии двойникования по сравнению с деформацией при комнатной температуре.

2) Увеличение протяженности стадии двойникования в титане при криогенной температуре деформации смещает начало образования границ деформационного происхождения в область больших степеней деформации.

3) Активное развитие двойникования и формирование специфической измельченной структуры на начальных этапах деформации способствует приросту границ деформационного происхождения при дальнейшей криогенной деформации.

4) Изменение плотности высокоугловых границ с ростом степени криогенной деформации указывает на наличие трех характерных стадий: Первая стадия характеризуется активным развитием двойникования, за счет которого наблюдается существенный прирост ВУГ. На второй стадии двойникование затухает и возрастает роль дислокационного скольжения. Третья стадия характеризуется приростом ВУГ деформационного происхождения за счет активного дислокационного скольжения.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Валиев Р.З., Александров И.В.* Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства. М.: ИКЦ “Академкнига”, 2007. 398 с.
2. *Valiev R.Z., Langdon T.G.* Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement // *Progr. Mater. Sci.* 2006. V. 51. P. 881–981.

3. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications // *Progr. Mater. Sci.* 2008. V. 53. P. 893–979.
4. Salishchev G.A., Mironov S.Yu., Zherebtsov S.V. Mechanisms of submicrocrystalline structure formation in titanium and two-phase titanium alloy during warm severe processing // *Rev. Adv. Mater. Sci.* 2006. № 11. P. 152–158.
5. Beygelzimer Y., Varyukhin V., Synkov S., Orlov D. Useful properties of twist extrusion // *Mater. Sci. Eng. A.* 2009. V. 503. P. 14–17.
6. Conrad H. Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium // *Prog. Mater. Sci.* 1981. V. 26. P. 123–403.
7. Колачев Б.А. Физическое металловедение титана. М.: Металлургия, 1976. 184 с.
8. Chun Y.B., Yu S.H., Semiatin S.L., Hwang S.K. Effect of deformation twinning on microstructure and texture evolution during cold rolling of CP-titanium // *Mater. Sci. Eng. A.* 2005. V. 398. P. 209–219.
9. Zherebtsov S.V., Dyakonov G.S., Salem A.A., Malysheva S.P., Salishchev G.A., Semiatin S.L. Evolution of Grain and Subgrain Structure during Cold Rolling of Commercial-Purity Titanium // *Mater. Sci. Eng. A.* 2011. V. 528. № 9. P. 3474–3479.
10. Moskalenko V.A., Smirnov A.R., Moskalenko A.V. Cryomechanically obtained nanocrystalline titanium: microstructure and mechanical properties // *Low Temp. Phys.* 2009. V. 35. P. 905–907.
11. Нестерова Е.В., Рыбин В.В. Механическое двойникование и фрагментация технически чистого титана на стадии развитой пластической деформации // *ФММ.* 1985. Т. 59. № 2. С. 395–406.
12. Цвиккер У. Титан и его сплавы. Пер. с нем. М.: Металлургия, 1979. 510 с.
13. Glavicic M.G., Salem A.A., Semiatin S.L. X-ray line-broadening analysis of deformation mechanisms during rolling of commercial-purity titanium // *Acta Mater.* 2004. V. 52. P. 647–655.
14. Pochettino A.A., Gannio N., Vial Edwards C., Penelle R. Texture and pyramidal slip in Ti, Zr and their alloys // *Scr. Metal. Mater.* 1992. V. 27. P. 1859–1863.
15. Meyers M.A., Vöhringer O., Lubarda V.A. The onset of twinning in metals: A constitutive description // *Acta mater.* 2001. V. 49. P. 4025–4039.
16. Хурш П., Хови А., Николсон Р., Пэшли Д., Уэлан М. Электронная микроскопия тонких кристаллов. М.: Мир, 1968. 574 с.
17. Brandon D.G. The structure of high-angle grain boundaries // *Acta Metall.* 1966. V. 14. P. 1479–1484.
18. Zherebtsov S.V., Dyakonov G.S., Salem A.A., Sokolenko V.I., Salishchev G.A., Semiatin S.L. Formation of nanostructures in commercial-purity titanium via cryorolling // *Acta Mater.* 2013. V. 61. P. 1167–1178.
19. Basinski Z.S., Szczerba M.S., Niewczas M., Embury J.D., Basinski S.J. The transformation of slip dislocations during twinning of copper–aluminum alloy crystals // *Rev. Metall.* 1997. V. 94. P. 1037–1043.
20. Salishchev G., Mironov S., Zherebtsov S., Belyakov A. Changes in misorientations of grain boundaries in titanium during deformation // *Mater. Characterization.* 2010. V. 61. P. 732–739.
21. Stanford N., Carlson U., Barnett M.R. Deformation Twinning and the Hall–Petch Relation in Commercial Purity Ti // *Metallurgical and materials trans. A.* 2008. V. 39A. P. 934–944.
22. Barnett M.R., Keshavarz Z., Beer A.G., Atwell D. Influence of grain size on the compressive deformation of wrought Mg–3Al–1Zn // *Acta Mater.* 2004. V. 52. P. 5093–5103.
23. Yu Qian, Shan Zhi-Wei, Li Ju, Huang X., Xiao Lin, Sun Jun, Ma Evan. Strong crystal size effect on deformation twinning // *Nature.* 2010. V. 463. P. 335–338.
24. Molodov D.A., Ivanov A.V., Gottstein G. Low angle tilt boundary migration coupled to shear deformation // *Acta Mater.* 2007. V. 55. P. 1843–1848.
25. Winning M., Rollet A.D. Transition between low and high angle grain boundaries // *Acta Mater.* 2005. V. 53. P. 2901–2907.
26. Cahn J.W., Mishin Y. Recrystallization initiated by low-temperature grain boundary motion coupled to stress // *Int. J. Mater. Res.* 2009. V. 100. P. 510–515.
27. Штремель М.А. Прочность сплавов. Ч. II. Деформация. М.: МИСИС, 1997. 527 с.
28. Humphreys F., Hatherly M. Recrystallization and related annealing phenomena. Second ed. Oxford: Elsevier, 2004. 497 p.