

СТРУКТУРА,
ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФФУЗИЯ

УДК 669.295'269:536.424.1

КАЛОРИМЕТРИЯ И ОСОБЕННОСТИ
ОБРАТНОГО $\omega \rightarrow \alpha$ -ФАЗОВОГО ПРЕВРАЩЕНИЯ
В ПСЕВДОМОНОКРИСТАЛЛАХ Zr и Ti

© 2022 г. Л. Ю. Егорова^{а, *}, Ю. В. Хлебникова^а, В. П. Пилюгин^а, Н. Н. Реснина^б

^аИнститут физики металлов УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия

^бСанкт-Петербургский государственный университет,
Университетская набережная, 7–9, Санкт-Петербург, 199034 Россия

*e-mail: egorova@imp.uran.ru

Поступила в редакцию 09.07.2021 г.

После доработки 26.12.2021 г.

Принята к публикации 10.01.2022 г.

С использованием методов дифференциальной сканирующей калориметрии, рентгеновской дифрактометрии, просвечивающей электронной микроскопии, микротвердости проведены исследования обратного $\omega \rightarrow \alpha$ -фазового перехода в титане и цирконии, продеформированных в камере Бриджмена при близких условиях нагружения, с целью получения дополнительных сведений о степени стабильности исследуемых металлов. Было установлено, что, несмотря на качественное сходство протекания процессов тепловыделения в исследуемых металлах, регистрируемых методом дифференциальной сканирующей калориметрии, обратное фазовое превращение в титане, в отличие от циркония, реализуется при более низких температурах и в более узком температурном интервале во всём диапазоне величин предварительной деформации. Выявлено, что такие характеристики как температура начала обратного фазового превращения и величина выделившейся тепловой энергии стабилизируются при достижении определенной истинной деформации ($e \approx 9$), когда в обоих металлах формируется смешанная нано- субмикроструктурная структура, при которой наибольший энергетический вклад в систему вносят деформационные дефекты и протяженные межфазные границы.

Ключевые слова: интенсивная пластическая деформация, фазовое превращение, метастабильная ω -фаза, дифференциальная сканирующая калориметрия

DOI: 10.31857/S0015323022050023

ВВЕДЕНИЕ

В современном мире интенсивные воздействия на материал с целью получения высоких эксплуатационных свойств приобретают все большее распространение. В связи с этим возникают новые проблемы – не приведет ли такое воздействие к появлению в материале структурных особенностей или метастабильных фаз, которые окажут негативное влияние на физико-механические свойства. Наиболее интересными в этом плане являются такие материалы, в структуре которых в результате интенсивных воздействий образуются устойчивые метастабильные фазы. К ним относятся, например, переходные металлы IV группы, в частности, титан и цирконий, широко применяемые в авиационной и атомной энергетике. В чистых металлах при сдвиговых деформациях под давлением, а в легированных при воздействии только давления свыше 2 ГПа, образуется хрупкая, метастабильная ω -фаза, имеющая гексагональную ре-

шетку с соотношением параметров $c/a \approx 0.61$, которая сохраняется при комнатной температуре после снятия нагрузки [1, 2]. Известно, что при облучении быстрыми тяжелыми ионами в титане и цирконии (в цирконии в меньшей степени, вследствие большего атомного веса) образуются дефекты, связанные с возникновением метастабильной ω -фазы [3]. Недавние исследования авторов [4] показали повышение стабильности барической ω -фазы, образовавшейся при испытании монокристаллического циркония в камере Бриджмена при температуре 70°C.

Исследованиям ω -фазы в α -ГПУ-металлах посвящено немало экспериментальных и теоретических работ [5–13], в ряде которых предложен механизм обратного $\omega \rightarrow \alpha$ превращения. Но в литературе недостаточно сведений о характере перехода ω -фазы, полученной путем интенсивной пластической деформации под давлением (ИПД), в α -фазу. И практически отсутствует, за ис-

ключением теоретических работ [12, 13], сравнительный анализ термодинамических характеристик обратного фазового $\omega \rightarrow \alpha$ -превращения в титане и цирконии, испытанных в наковальнях Бриджмена. Результаты работ, полученных разными авторами, не всегда согласуются между собой, к тому же подавляющее число исследований выполнено на поликристаллических образцах. В настоящей работе исследование проведено на псевдомонотекстурных образцах титана и циркония, что позволяет исключить из рассмотрения влияние исходных границ зерен на картину эволюции структуры металла в ходе деформации. К тому же псевдомонотекстурное состояние, характеризующееся формированием α -пакетной структуры, сказывается на кристаллографии прямого $\alpha \rightarrow \omega$ -превращения, как было показано в [14].

Целью настоящей работы было получение дополнительных сведений об особенностях и кинетике обратного $\omega \rightarrow \alpha$ -фазового перехода в псевдомонотекстурных родственных металлах: титана и циркония, с использованием метода дифференциальной сканирующей калориметрии.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Псевдомонотекстуры титана и циркония были выращены методом бестигельной электронно-лучевой зонной плавки из заготовок горячекованных прутков иодидных титана и циркония чистотой 99.9%. Псевдомонотекстуры представляли собой цилиндрические слитки длиной около 120 мм, диаметром 13 мм. С одной стороны, в процессе зонного переплава происходит очистка металла от примесей и оттеснение их к концу прутка, который затем удаляется. С другой стороны, поверхностные слои металла активно насыщаются водородом, и в периферийной зоне стержнеобразного кристалла образуются гидриды. Поэтому все образцы вырезали из центральной зоны кристалла.

Пластическую деформацию дисковых образцов диаметром $d = 5$ мм и толщиной $h_0 = 0.3$ мм осуществляли в твердосплавных (ВК-6, HRC = 92) наковальнях Бриджмена при комнатной температуре и давлении 8 ГПа с угловой скоростью кручения $\omega = 0.3$ об./мин. Использованы углы поворота наковален: $\varphi = 0^\circ, 5^\circ, 15^\circ, 45^\circ, 90^\circ, 180^\circ, 360^\circ$ и 1080° .

Истинную деформацию (e) рассчитывали на середине радиуса образцов по формуле [15]:

$$e = e_{oc} + e_{cd} = \ln(h_0/h_{r_i}) + \frac{2}{\sqrt{3}} \ln(1 + (\varphi r/h_{r_i})^2)^{1/2}, \quad (1)$$

где e_{oc} — деформация осадки, e_{cd} — деформация сдвига, φ — угол поворота наковальни, h_0, h_{r_i} — толщина образца до и после деформирования на расстоянии r_i от центра образца или оси вращения

наковальни. Измерения микротвердости проводили на середине радиуса образца на микротвердометре ПМТ-3 при нагрузке 0.98 Н. Фазовый состав псевдомонотекстурных после ИПД исследовали методом рентгеновской дифрактометрии, используя аппарат ДРОН-3М в излучении $Cu-K_\alpha$ с автоматической регистрацией данных. Структурное состояние изучали электронно-микроскопически на просвет тонких фольг в микроскопе JEM-200CX. Методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) регистрировали изменения теплового потока при нагреве исследуемых образцов. В камере калориметра METTLER TOLEDO 822e со скоростью $50^\circ\text{C}/\text{мин}$ от 20 до 550°C нагревали образцы массой $20\text{--}40$ мг. При первом нагревании на калориметрических кривых регистрировали пики выделения тепла. Температуры начала (T_n) и конца (T_k) обратного превращения определяли методом касательных, а величину выделившейся энергии — как величину площади под калориметрическим пиком. После первого нагрева образцы охлаждали до комнатной температуры и проводили повторный нагрев в том же диапазоне температур для того, чтобы убедиться, что процесс выделения тепла был необратимым и полным, погрешность измерений не превышала 2.5%.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

После деформации осадкой на дифрактограммах циркония регистрируются пики $(11\bar{2}0)$ и $(20\bar{2}1)$ ω -фазы, находящиеся в интервале углов 2Θ , где нет перекрытия пиков от α и ω -фаз (рис. 1а). В титане после осадки наблюдается меньшее количество ω -фазы, чем в цирконии. При снятии нагрузки она претерпела обратное превращение в α -фазу, поэтому на дифрактограмме, снятой с образца после осадки, не регистрируются пики ω -фазы.

При съемке дифрактограмм с образцов титана после осадки с поворотом на 5 град. обнаружено появление уширенных пиков, соответствующих линиям $(11\bar{2}1)$, $(20\bar{2}1)$ и (0002) ω -фазы (рис. 1б). Рентгеновские данные указывают на тот факт, что ω -фаза в цирконии обладает более высокой устойчивостью и при снятии нагрузки в большем количестве сохраняется в образце. Возможно, что некоторое количество ω -фазы в образце титана после осадки под давлением 8 ГПа присутствует, но его недостаточно для получения отличных от уровня фона пиков на дифрактограмме (в случае, меньшего 3–5 мас. %).

В результате проведенных исследований образцов титана и циркония, подвергнутых ИПД в камере Бриджмена при близких условиях нагружения, были получены кривые ДСК (рис. 2). Отметим, что при построении графиков кривые

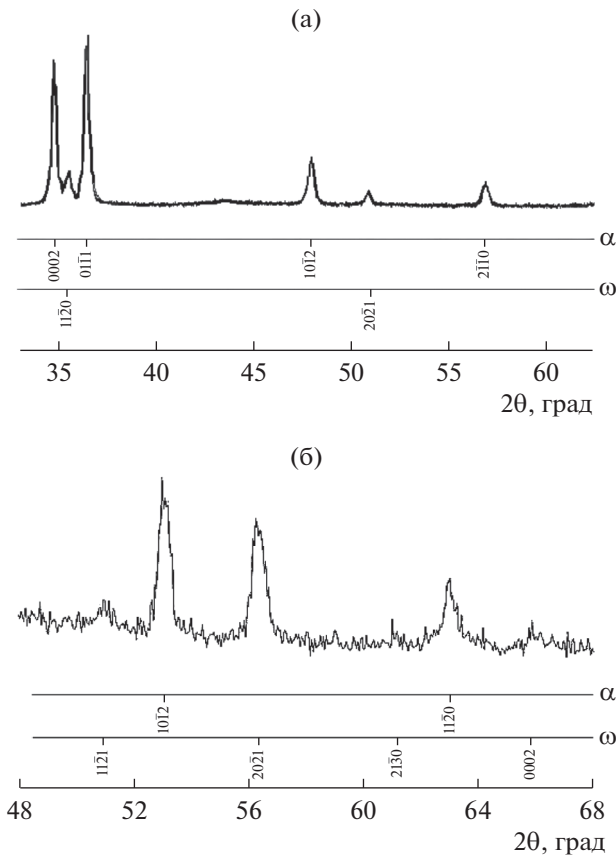


Рис. 1. Фрагменты дифрактограмм псевдомонокристаллического циркония после осадки (а) и титана после осадки с поворотом на 5 град (б).

ДСК обозначены значениями угла поворота наковальни Бриджмена в градусах, а не значениями истинной деформации. Для исследования тепловых эффектов методом ДСК был выбран интервал температур от 20 до 350°C, в котором, по литературным данным [16–18], при нагреве возможно обратное $\omega \rightarrow \alpha$ -фазовое превращение в титане и цирконии, деформированных сдвигом под давлением.

На кривых первого цикла нагрева наблюдаются в основном экзотермические пики, но для образцов после небольшой деформации – от $\varphi = 0$ до $\varphi = 45$ град, видны дополнительные эндотермические пики (на рис. 2а, 2б указаны стрелками). Затем, при увеличении деформации (от $\varphi = 180$ до $\varphi = 1080$ град), приводящей к образованию фрагментированной дефектной структуры, этот эффект нивелируется.

Несмотря на близкие физико-химические характеристики, титан и цирконий при переходе к равновесному состоянию в процессе нагрева в калориметре показывают разную фазовую устойчивость. На рис. 3 можно видеть, что температурный интервал ($\Delta T = T_k - T_n$) обратного $\omega \rightarrow \alpha$ -превращения в титане существенно уже, чем в цирко-

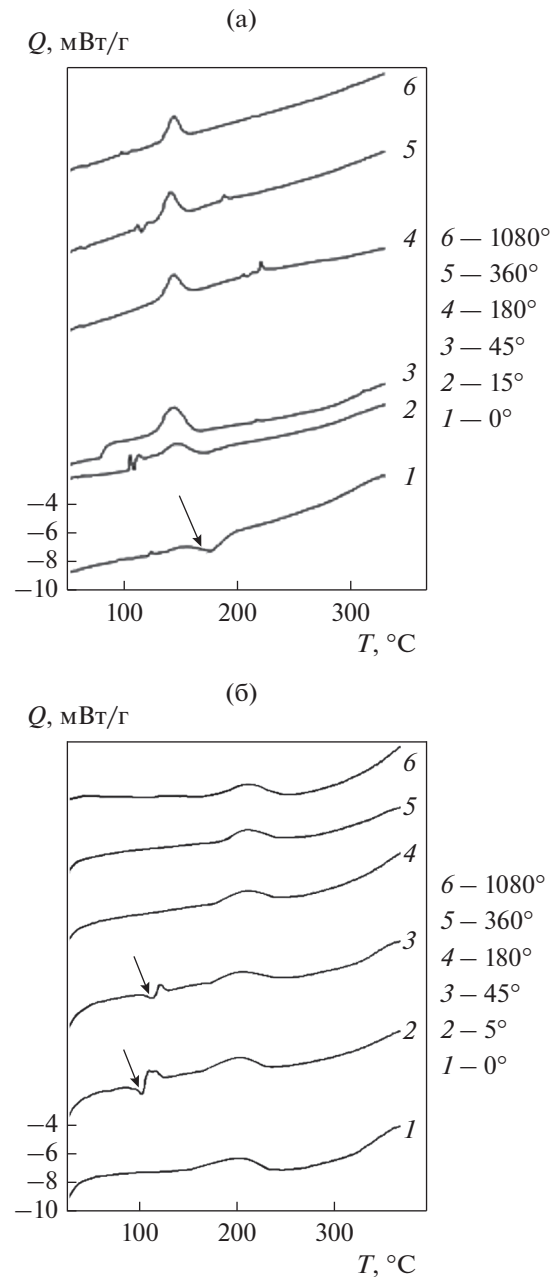


Рис. 2. Кривые ДСК: а – Ti, б – Zr. ДСК кривые приведены со сдвигом по оси ординат.

нии. Так, для всех образцов титана $\Delta T = 25^\circ\text{C}$. Для образца циркония, деформированного только осадкой ($\varphi = 0$ град, что соответствует $e \approx 0.2\text{--}0.5$), $\Delta T = 100^\circ\text{C}$. При увеличении истинной деформации ($\varphi = 180$ град, $e \approx 4.3\text{--}4.8$) интервал превращения в цирконии заметно сужается до $\Delta T = 50^\circ\text{C}$, но тем не менее остается вдвое шире, чем для титана. Следовательно, процесс обратного фазового превращения в деформированном титане реализуется в более узком температурном диапазоне независимо от величины предварительной деформации.

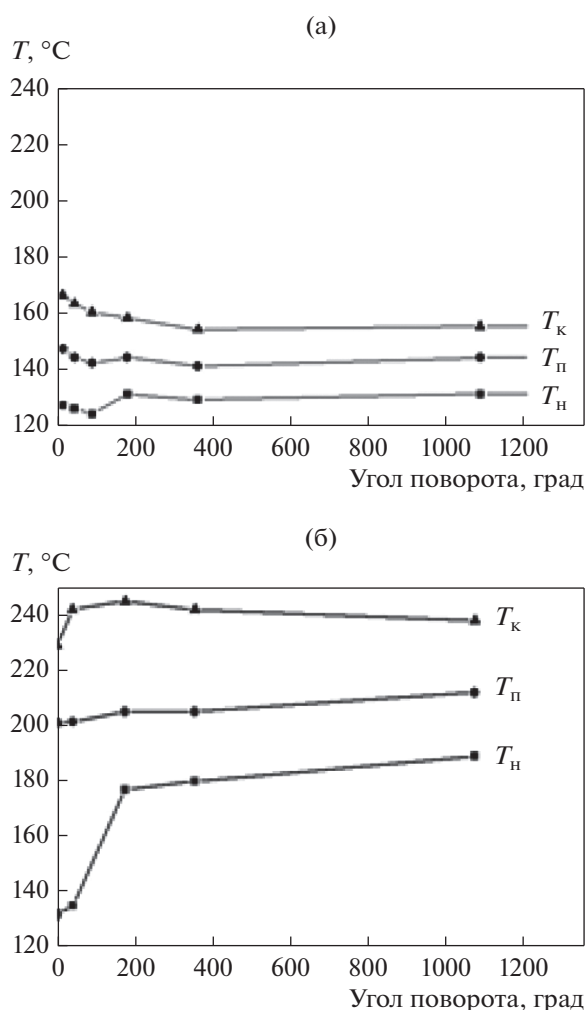


Рис. 3. Зависимость характеристических температур фазового $\omega \rightarrow \alpha$ превращения от угла поворота наковальни: а – в титане, б – в цирконии. T_n – температура начала превращения, T_p – температура пика превращения, T_k – температура конца превращения.

Наблюдаемое различие в фазовой устойчивости титана и циркония можно объяснить тем, что титан является менее “инерционным” элементом по сравнению с цирконием. Титан имеет меньший атомный вес 47.88 а. е. м. (Zr 91.22 а. е. м.) и более низкую энергию связи кристаллической решетки α -фазы $E_{кр} = 470$ мкДж/кмоль (у Zr $E_{кр} = 584$ мкДж/кмоль) по данным [19]. И поэтому превращение в титане происходит при более низких температурах.

Известно [20], что начало обратного фазового превращения в наших объектах исследования сдерживается деформационными дефектами кристаллической решетки. Из рис. 3 следует, что при небольших углах поворота наковальни (до 180 град, что соответствует деформации до $e \approx 4.3$ –4.8) обратное $\omega \rightarrow \alpha$ -превращение начинается при более низких температурах.

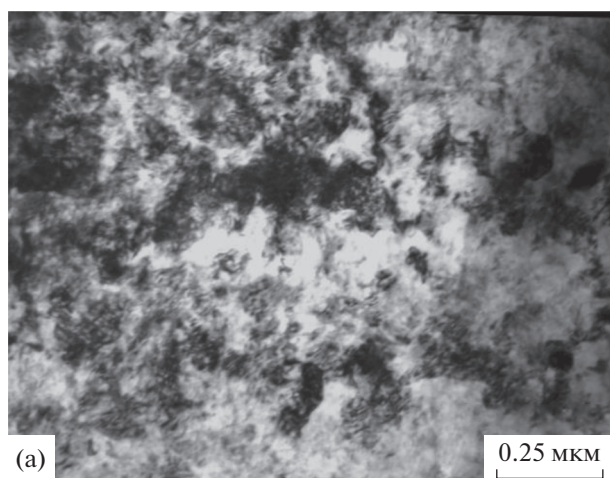
Вероятно, как было показано ранее [14], при небольших степенях деформации сохраняется достаточно совершенная речечная морфология исходной α -фазы, и в структуре барической ω -фазы не происходят заметные текстурные изменения, поскольку на данном этапе наблюдается лишь стадия зарождения кристаллитов ω -фазы в определенных кристаллографических условиях, облегчающих обратное превращение.

Начиная с угла поворота $\varphi = 180$ град, температура T_n начала обратного $\omega \rightarrow \alpha$ -фазового превращения в исследуемых металлах скачкообразно возрастает, т. е. превращение затрудняется, а при дальнейшем увеличении степени деформации характеристические температуры превращения изменяются незначительно (рис. 3).

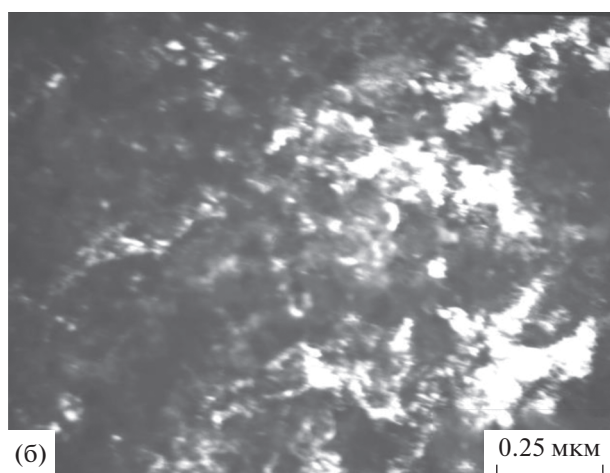
При росте величины деформации при сдвиге под давлением до $\varphi \geq 180$ град накопление и перераспределение дефектов между сосуществующими α - и ω -фазами, их фрагментация, появление новых межфазных границ стабилизируются, как и формирующаяся смешанная нано- субмикроструктурная разориентированная структура с высокоугловыми границами, фиксируемыми электронно-микроскопически (рис. 4, 5). Это приводит к стабилизации температуры обратного фазового превращения при увеличении деформации.

Данный вывод подтверждается результатами измерений микротвердости ($H\mu$), а именно, в указанном интервале углов поворота прекращается рост микротвердости, отмеченный в начале (рис. 6).

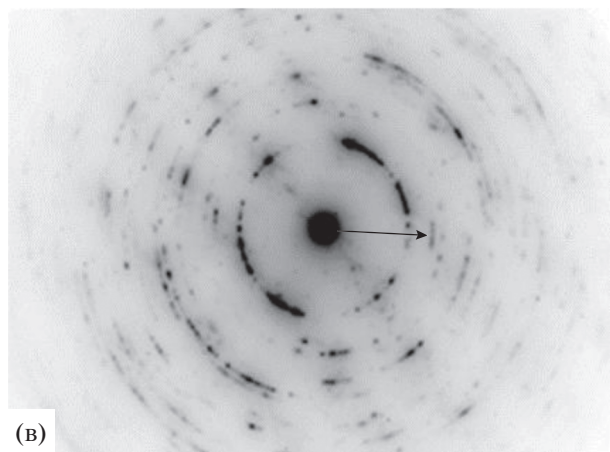
Зависимость удельной энтальпии обратного $\omega \rightarrow \alpha$ -фазового превращения, рассчитанной по площадям под калориметрическими пиками, от степени предварительной деформации представлена на рис. 7. Полученные зависимости, как и зависимости температуры начала фазового превращения и микротвердости, демонстрируют немонотонный рост. При этом для углов поворота наковальни при кручении $\varphi = 5^\circ$ –360° ($e \approx 4$ –7) значения удельной энтальпии для титана больше, чем для циркония. Вероятно, на этом этапе данная величина в значительной степени определяется количеством ω -фазы. В процессе прямого $\alpha \rightarrow \omega$ -фазового превращения в Ti образуется большее количество барообратимой ω -фазы, так как величина необходимого для ее образования давления в 1.5–2 раза меньше, чем в цирконии [16]. С увеличением деформации до величины $\varphi = 1080$ град ($e \approx 9$) значения удельной энтальпии становятся близкими для обоих металлов. Данный факт можно объяснить тем, что при большой деформации в титане, как и в цирконии, количественное соотношение ω/α -фаз выходит на насыщение и становится близким к максимальному [21, 22].



(a)



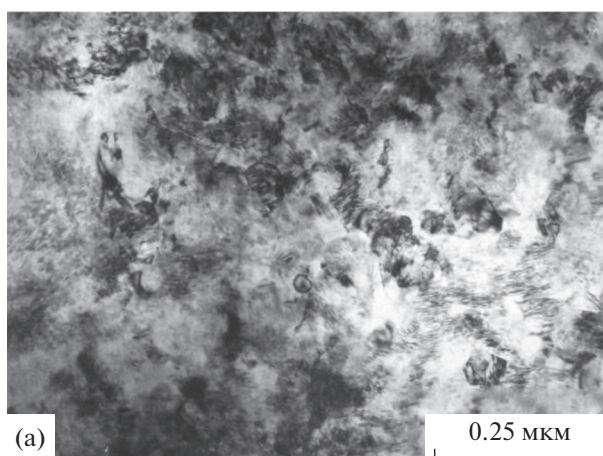
(б)



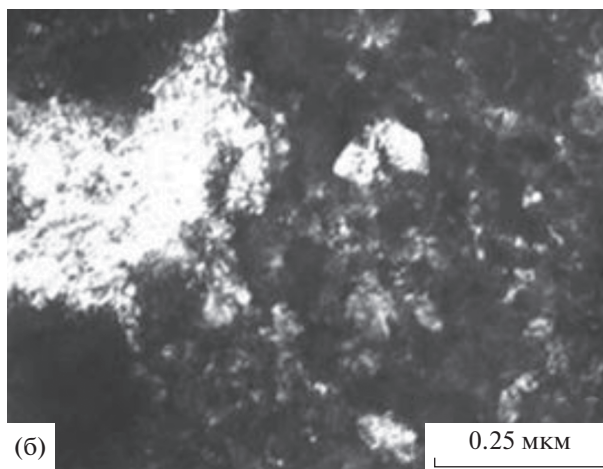
(в)

Рис. 4. Микроструктура, испытанных в камере Бриджмена ($P = 8$ ГПа, $\varphi = 1080$ град), образцов титана: а – светлопольное изображение б – темнопольное изображение в рефлексе ω -фазы $g = 12\bar{3}0$, в – микроэлектронграмма.

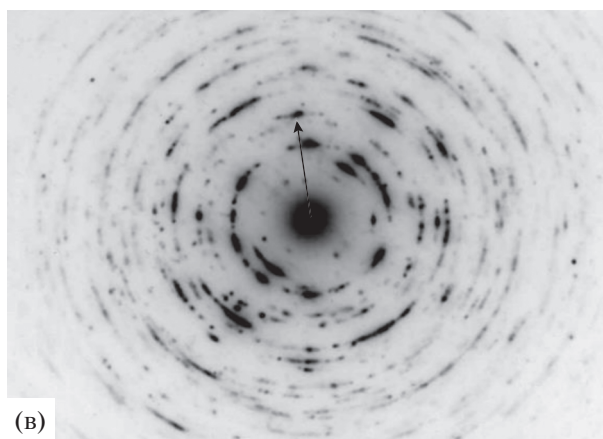
Уже отмечалось, что кинетика изменения удельной энтальпии коррелирует с такой механической характеристикой, как микротвердость (рис. 6). В титане она возрастает от 2000 МПа для исходного



(a)



(б)



(в)

Рис. 5. Микроструктура, испытанных в камере Бриджмена ($P = 8$ ГПа, $\varphi = 1080$ град), образцов циркония: а – светлопольное изображение б – темнопольное изображение в рефлексе ω -фазы $g = 12\bar{3}0$, в – микроэлектронграмма.

состояния до 3800 МПа для $\varphi = 1080$ град; в цирконии: с 1700 до 3000 МПа в том же угловом диапазоне. Упрочнение титана в процессе деформирования при росте угла поворота от $\varphi = 0$ до $\varphi = 1080$ град

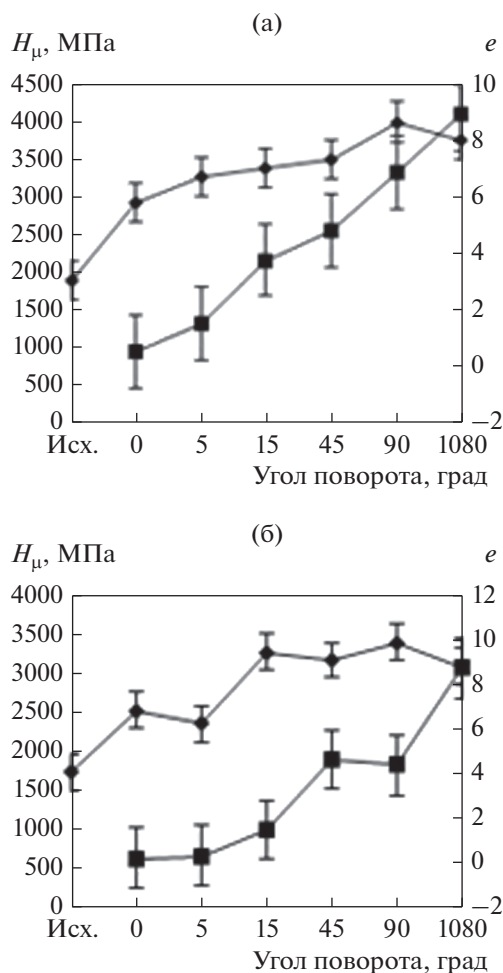


Рис. 6. Зависимость микротвердости (H_{μ} —◆—) и истинной деформации (e —■—) от угла поворота накопальни: а — в титане, б — в цирконии.

несколько выше по сравнению с цирконием (рис. 6).

Несмотря на схожие зависимости температуры обратного $\omega \rightarrow \alpha$ -превращения от деформации, нельзя не заметить, что для циркония эта температура выше, т.е. деформированная структура циркония более стабильна по сравнению со структурой титана по отношению к $\omega \rightarrow \alpha$ -превращению.

Полученные нами экспериментальные данные о кинетике обратного $\omega \rightarrow \alpha$ -превращения в исследуемых металлах хорошо согласуются с расчетными термодинамическими данными, полученными в работе [13] методом DFT (density functional theory — теория функционала плотности). Расчет производили с учетом того, что и в Ti и в Zr данное фазовое превращение при приложении давления до 10 ГПа может идти с выполнением разных ориентационных соотношений: ОС I — Trinkle et al. $(0001)\alpha \parallel (01\bar{1}1)\omega$ и $[11\bar{2}0]\alpha \parallel [\bar{1}011]\omega$ [23] и ОС II —

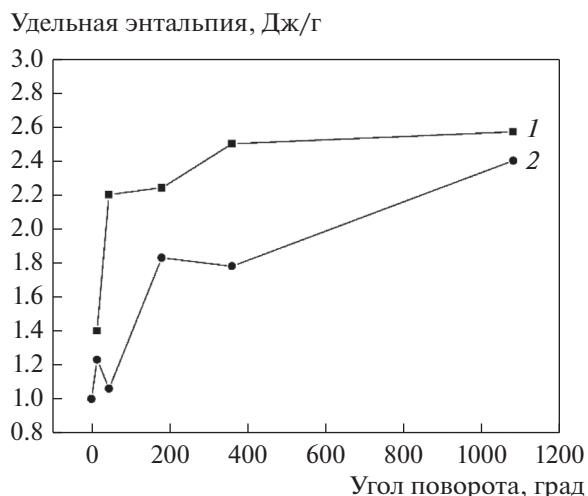


Рис. 7. Зависимость удельной энтальпии обратного фазового $\alpha \rightarrow \omega$ превращения, от угла поворота накопальни: 1 — для титана, 2 — для циркония.

Silcock: $(0001)\alpha \parallel (11\bar{2}0)\omega$ и $[11\bar{2}0]\alpha \parallel [0001]\omega$ [24]. Авторы представили вычисления энтальпии активации фазового превращения $\alpha \rightarrow \omega$ в Ti и Zr. Было показано, что значение энергетического барьера, который необходимо преодолеть для реализации обратного $\omega \rightarrow \alpha$ перехода, в Ti меньше ($\Delta H \approx 25$ мЭв/атом), чем в Zr ($\Delta H \approx 35$ мЭв/атом). Ранее в работе [25] были определены ориентационные соотношения, выполняемые для α - и ω -фаз в псевдомоноткристаллическом цирконии, исследуемом в настоящей работе. Расчеты на основе электронно-дифракционных данных показали выполнение других ориентационных соотношений: $[10\bar{1}0]\alpha \parallel [0001]\omega$, соответствующих установленным в работе [26]. Но и в этом случае предложенный в [13] расчет согласуется с полученными ДСК зависимостями. Подобные данные о меньшей на $\sim 25\%$ величине энергетического барьера, необходимого для реализации атермического мартенситного $\omega \rightarrow \alpha$ -перехода в титане по сравнению с цирконием, приведены в обзоре [17].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. При калориметрических измерениях теплового эффекта обратного $\omega \rightarrow \alpha$ -превращения остаточной метастабильной барической ω -фазы при нагреве предварительно сильнодеформированных под давлением образцов титана и циркония установлено качественное сходство протекания процессов тепловыделения в обоих металлах.

2. Установлено, что выраженные экзоэффекты фазового $\omega \rightarrow \alpha$ -превращения при нагреве для титана лежат в более узком интервале температур $\Delta T = 25^\circ\text{C}$, чем для циркония (при осадке $\Delta T =$

= 100°C, при всех других степенях деформации $\Delta T = 50^\circ\text{C}$), при этом температуры начала и конца превращения в цирконии выше, чем в титане на $\sim 60^\circ\text{C}$.

3. Выявлено, что такие характеристики как температура начала обратного фазового превращения и величина выделившейся тепловой энергии стабилизируются при достижении определенной истинной деформации ($e \approx 9$), когда в обоих металлах формируется смешанная нано- субмикроструктурная структура, при которой наибольший энергетический вклад в систему вносят деформационные дефекты и межфазные границы.

Работа выполнена в рамках государственного задания по темам: “Структура” (№ АААА-А18-118020190116-6) и “Давление” (№ АААА-А18-118020190104-3).

Электронно-микроскопическое исследование выполнено на просвечивающем электронном микроскопе JEM-200 CX в ЦКП “Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов” ИФМ УрО РАН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Jamieson J.C. Crystal Structures of Titanium, Zirconium, and Hafnium at High Pressures // *Science*. 1963. V. 140. № 3562. P. 72–73.
2. Pe' rez-Prado M.T., Gimazov A.A., Ruano O.A., Kassner M.E., Zhilyaev A.P. Bulk nanocrystalline α -Zr by high-pressure torsion // *Scripta Mater*. 2008. V. 58. P. 219–222.
3. Damn-d H., Dunlop A., Lesueur D. Phase transformation induced by swift heavy ion irradiation of pure metals // *Nucl. Inst. Methods in Phys. Research B*. 1996. № 107. P. 204–211.
4. Egorova L.Yu., Khlebnikova Yu.V., Pilyugin V.P. On the Issue of Stability of the Metastable ω Phase in Pseudo-Single-Crystalline Zirconium // *Techn. Phys.* 2020. V. 65. P. 96–100.
5. Dobromyslov A.V., Kazantseva N.V. Formation of ω -phase in Zr–4 at % Cr alloy // *Scripta Mater*. 1996. T. 35. № 7. P. 811–815A.
6. Zhilyaev A.P., Popov V.A., Sharafutdinov A.R., Danilenko V.N. Shear induced ω -phase in titanium // *Letters Mater*. 2011. V. 1. P. 203–207.
7. Добромыслов А.В., Талуц Н.И. Механосплавление в системе Ti–Fe путем интенсивной пластической деформации под давлением // *ФММ*. 2018. V. 119. P. 1186–1192.
8. Добромыслов А.В., Талуц Н.И., Пилюгин В.П. Механосплавление в системе Zr–Fe путем интенсивной пластической деформации под давлением // *ФММ*. 2020. V. 121. P. 165–171.
9. Зильберштейн В.А., Носова Г.И., Эстрин Э.И. Альфа-омега превращение в титане и цирконии // *Физика металлов и металловедение*. 1973. Т. 35. № 3. С. 584–589.
10. Зельдович В.И., Фролова Н.Ю., Пацелов А.М., Гундырев В.М., Хейфец А.Э., Пилюгин В.П. Образование омега-фазы в титане при деформации под давлением // *ФММ*. 2010. Т. 109. № 1. С. 33–42.
11. Hongxiang Zong, Turab Lookman, Xiangdong Ding, Cristiano Nisoli, Don Brown, Stephen R. Niezgoda, Sun Jun. The kinetics of the ω to α phase transformation in Zr, Ti: Analysis of data from shock-recovered samples and atomistic simulations // *Acta Mater*. 2014. V. 77. P. 191–199.
12. Kumar A., Bronkhorst C.A., Lookman T. First-principles study of the α - ω Phase transformation in Ti and Zr coupled to slip modes // *J. Appl. Phys.* 2018. V. 123. №4. P. 045903.
13. Lei Gao, Xiangdong Ding, Turab Lookman, Jun Sun, Salje E.K.H. Metastable phase transformation and hcp- ω transformation pathways in Ti and Zr under high hydrostatic pressures // *Appl. Phys. Lett.* 2016. V. 109. P. 031912.
14. Egorova L.Yu., Khlebnikova Yu.V., Pilyugin V.P., Chernyshev E.G. Structural-phase transformations in the zirconium single crystal under the pressure of the deformation // *Letters Mater*. 2018. V. 8. № 1. P. 94–99.
15. Десярьев М.В., Чащухина Т.И., Воронова Л.М., Давыдова Л.С., Пилюгин В.П. Деформационное упрочнение и структура конструкционной стали при сдвиге под давлением // *ФММ*. 2000. Т. 90. Вып. 6. С. 83–90.
16. Тонков Е.Ю. Фазовые диаграммы элементов при высоком давлении. М.: Наука, 1979. 192 с.
17. Sikka S.K., Vohra Y.K., Chidambaram R. Omega phase in materials // *Progress in Mater. Sci.* 1982. V. 27. № 3–4. P. 245–310.
18. Бланк В.Д., Эстрин Э.И. Фазовые превращения в твердых телах при высоком давлении. Изд-во “Физматлит”, 2011. 412 с.
19. Свойства элементов: Справочное издание / Под ред. М.Е. Дрица. М.: Металлургия, 1985. 672 с.
20. Edalati K., Horita Z., Yagi S. Allotropic phase transformation of pure zirconium by high-pressure torsion // *Mater. Sci. Engineering A*. 2009. V. 523. P. 277–281.
21. Nozomu Adachi, Yoshikazu Todaka, Kenshu Irie, Minoru Umemoto Phase transformation kinetics of ω -phase in pure Ti formed by high-pressure torsion // *J. Mater. Sci.* 2016. V. 51. P. 2608–2615.
22. Brown D., Almer J., Balogh L., Cerreta E., Clausen B., Escobedo-Diaz J., Sisneros T., Mosbrucker P., Tulk E., Vogel S. Stability of the two-phase (α/ω) microstructure of shocked zirconium // *Acta Mater*. 2014. V. 67. P. 383–394.
23. Trinkle D.R., Hennig R.G., Srinivasan S.G., Hatch D.M., Jones M.D., Stokes H.T., Albers R.C., Wilkins J.W. New Mechanism for the α to ω Martensitic Transformation in Pure Titanium // *Phys. Rev. Lett.* 2003. V. 91. P. 025701.
24. Silcock J.M. An X-Ray Examination of the ω Phase in TiV, TiMo and TiCr Alloys // *Acta Metall.* 1958. V. 6. № 7. P. 481–493.
25. Egorova L.J., Khlebnikova Y.V., Pilyugin V.P. Influence value of deformation on the evolution of structure of monocrystal zirconium shear pressure // *Letters on Mater*. 2016. V. 6. № 3. P. 237–242.
26. Rabinkin A., Talianker M., Botstein O. Crystallography and a model of the $\alpha \rightarrow \omega$ phase transformation in zirconium // *Acta Metal.* 1981. V. 29. № 4. P. 691–698.