

## Исследование старения и механических свойств наноструктурного титана

© 2021

*Реязпова Луиза Рустамовна*<sup>\*1</sup>, аспирант, инженер ЦКП «Нанотех»

*Валиев Роман Русланович*<sup>2</sup>, кандидат технических наук,  
научный сотрудник НИИ физики перспективных материалов

*Усманов Эмиль Ильдарович*<sup>3</sup>, бакалавр

*Валиев Руслан Зуфарович*<sup>4</sup>, доктор физико-математических наук, профессор,  
директор НИИ физики перспективных материалов

*Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа (Россия)*

\*E-mail: [luiza.rezyapova.97@mail.ru](mailto:luiza.rezyapova.97@mail.ru)

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5582-104X>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1584-2385>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1725-4651>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4340-4067>

**Аннотация:** Известно, что титан и его сплавы являются одними из перспективных материалов в промышленности и особенно в медицине за счет своей превосходной биосовместимости и коррозионностойкости. Новейшие современные оборудования и инструменты, используемые в травматологии, ортопедии, стоматологии и т. д. запрашивают всё более высокие механические характеристики для материалов. Сплавы, по сравнению с технически чистым титаном, обладают не такими высокими коррозионностойкими свойствами и биосовместимостью. В связи с этим повышение механических характеристик чистого материала является актуальным вопросом. Исследовано влияние отжига на структуру и свойства технически чистого титана Grade 4 в крупнозернистом и ультрамелкозернистом состоянии. Ультрамелкозернистое состояние было получено с помощью интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) под давлением 6 ГПа на N=10 оборотов при комнатной температуре. В микроструктуре, исследованной с помощью просвечивающей электронной микроскопии, удалось обнаружить частицы выделившихся фаз после отжига, имеющие различную морфологию. Деформация приводит к увеличению выделившихся частиц после отжига. Был проведен рентгенофазовый анализ, который показал приближение параметров решетки  $\alpha$ -фазы после деформации и отжига при 700 °С к значениям параметров чистого титана. Таким образом, в материале происходят процессы старения, сопровождающиеся распадом пересыщенного твердого раствора и выделением частиц вторых фаз. Показаны результаты измерения микротвердости титана при различных состояниях. Комбинированная обработка, состоящая из ИПДК при N=5 оборотов, отжига при 700 °С и дополнительной деформации ИПДК при N=5 оборотов, позволила получить рекордную прочность для технически чистого титана Grade 4.

**Ключевые слова:** технически чистый титан Grade 4; ультрамелкозернистая структура; интенсивная пластическая деформация кручением; наночастицы; старение.

**Благодарности:** Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 20-03-00614). Авторы благодарят научных сотрудников НИИ ФПМ УГАТУ А.В. Ганеева и В.Д. Ситдикова за помощь в проведении экспериментальной части работы. Исследования выполнены с использованием оборудования центра коллективного пользования «Нанотех» УГАТУ.

Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

**Для цитирования:** Реязпова Л.Р., Валиев Р.Р., Усманов Э.И., Валиев Р.З. Исследование старения и механических свойств наноструктурного титана // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2021. № 3. С. 67–73. DOI: 10.18323/2073-5073-2021-3-67-73.

### ВВЕДЕНИЕ

В медицинской промышленности требуются инструменты, обладающие повышенными свойствами, такими как прочность, пластичность коррозионностойкость и т. п. Титан и его сплавы являются весьма подходящими материалами для медицинского применения, совмещая в себе высокие механические свойства, отличную коррозионную стойкость и биосовместимость [1–3]. При этом возникает потребность в повышении предела прочности чистых титанов. Процессы легирования позволяют повысить предел прочности титанов,

но понижают качество коррозионной стойкости. Помимо легирования одним из возможных способов повышения прочности является создание ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры с использованием интенсивных пластических деформаций (ИПД) [4; 5]. В качестве методов пластической деформации применяются равноканальное угловое прессование [6; 7] и интенсивная пластическая деформация кручением (ИПДК) [8; 9].

Несмотря на высокие показатели твердости и прочности после ИПД, пластичность в материале не удовлетворяет запрашиваемым свойствам. В связи с этим существует необходимость повысить пластические свойства

с сохранением уровня прочности. Увеличения пластичности без потери прочности можно достичь термическим воздействием. Так, в работе [10] с помощью низкотемпературного отжига авторы добились одновременного увеличения пластичности субмикроструктурного материала VT1-0 (после деформационной обработки) при сохранении его высокой прочности. Оптимальные механические свойства получены в результате отжига при 450 °С в течение 1 ч за счет выделения второй фазы на границах зерен в процессе термообработки. VT1-0 является аналогом исследуемого в данной работе титана Grade 4. Отличие состоит в большем содержании железа в составе титана Grade 4. В работе [11] в титане класса 4 при 600 °С и более высоких температурах наблюдали растворение частиц, богатых железом. Это способствовало частичному превращению  $\alpha \rightarrow \beta$  и привело к выделению наноразмерных частиц  $\beta$ -фазы, которые придали существенное упрочнение материалу после термической обработки.

С учетом вышесказанного целесообразно исследовать процессы выделений частиц в чистых титанах для повышения механических свойств без потери биосовместимости и коррозионной стойкости. На сегодняшний день в открытом доступе имеется очень мало литературы, где описывается влияние высокотемпературных отжигов на структуру и свойства УМЗ чистых титанов. В данной работе изучается природа выделений в технически чистом титане Grade 4, имеющем малое процентное содержание железа в количестве 0,4 % вес.

Цель работы – исследование комплексного воздействия деформации и термической обработки на технически чистый титан Grade 4.

## ОБРАЗЦЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве материала для исследований использовался технически чистый титан Grade 4 в горячекатаном состоянии, химический состав, вес. %: 99,65 Ti; 0,4 Fe; 0,01 Si; 0,07 C; 0,01 Co; 0,02 Sn и 0,07 Cr.

Цилиндрические образцы с размерами  $\varnothing 12 \times 3,5$  мм<sup>2</sup> деформировали на установке интенсивной пластической деформации кручения под гидростатическим давлением СКРУДЖ-200. Деформация при комнатной температуре и давлении 6 ГПа проводилась при следующем режиме:  $N=10$  оборотов (количество оборотов); скорость вращения пуансона – 0,2 об/мин. После деформации были получены образцы диаметром 20 мм и высотой 1,1 мм.

Измерение микротвердости проводилось методом Виккерса с индентором алмазной пирамидкой на приборе Duramin. Для получения среднего значения для каждого состояния было измерено не менее 40 отпечатков.

Структуру изучали в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEOL JEM-2100. Образцы для микроскопа предварительно были утонены с помощью абразивной бумаги до толщин 100–150 мкм. Для окончательной обработки образцов применили электрохимическое полирование, осуществленное на TenuPol-5 фирмы Struers. Обработка заключается в утонении с противоположных сторон образца-анода двумя струями электролита. Электролит составом  $\text{CH}_3\text{OH}$ ,  $\text{C}_4\text{H}_9\text{OH}$ ,  $\text{HCl}$  (59:35:6) охлаждался с помощью жидкого азота до температуры –30 °С.

Рентгенофазовый анализ (РФА) провели на рентгеновском дифрактометре Rigaku Ultima IV. В эксперименте применена рентгеновская трубка с медным катодом ( $\lambda = 1,540562 \cdot \text{Å}$ ). Сканирование  $2\theta$  проводилось от  $2\theta=30$ – $120^\circ$  с шагом сканирования  $0,02^\circ$  и выдержкой на точке 2 с. Образцы для рентгеноструктурного анализа готовили по стандартным методикам полирования металлов, исключив операцию травления. Качественный состав определяли сравнением интенсивностей линий и межплоскостных расстояний  $d_{hkl}$  с эталонными значениями.

Механические испытания на одноосное растяжение проводили на универсальной испытательной машине Instron 5982 со скоростью перемещения траверсы 0,024 мм/мин на образцах с рабочей длиной 4 мм.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для выбора термической обработки горячекатаные образцы и образцы после ИПДК были подвергнуты отжигам на различные температуры в течение 30 мин.

На горячекатаном материале наблюдается высокая микротвердость при 700 °С, постепенный спад значений начинается при 750 °С. В процессе увеличения температуры отжига деформированного материала выше 350 °С происходит снижение микротвердости, связанное с ростом зерен в структуре образца [12]. Однако при температуре выше 600 °С и до 700 °С значения твердости повышаются довольно резко. Далее с повышением температуры микротвердость изменяется незначительно, несмотря на то, что в структуре при температуре 700 °С происходит интенсивный рост зерен. Средний размер зерен после данного отжига превысил 5 мкм. В обоих состояниях происходит рост микротвердости при 700 °С, что говорит об упрочняющих процессах при такой температуре.

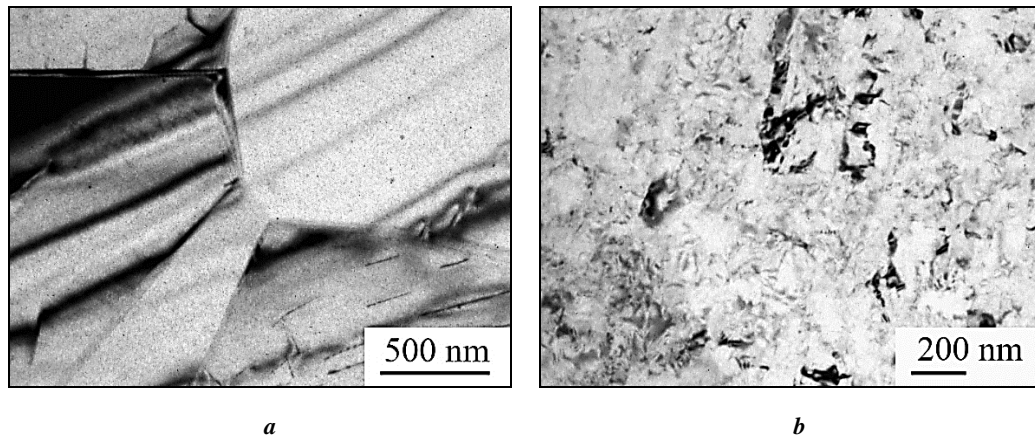
Таким образом, для дальнейшего изучения была выбрана температура отжига титана 700 °С.

В горячекатаном состоянии в структуре титана наблюдаются неравноосные зерна, размеры варьируются от 5 мкм и выше (рис. 1 а). ИПДК привело к формированию ультрамелкозернистой однородной структуры с размером зерен около 100 нм и высокой плотностью дислокаций (рис. 1 б) [13–15]. В обоих случаях не наблюдается выделение частиц.

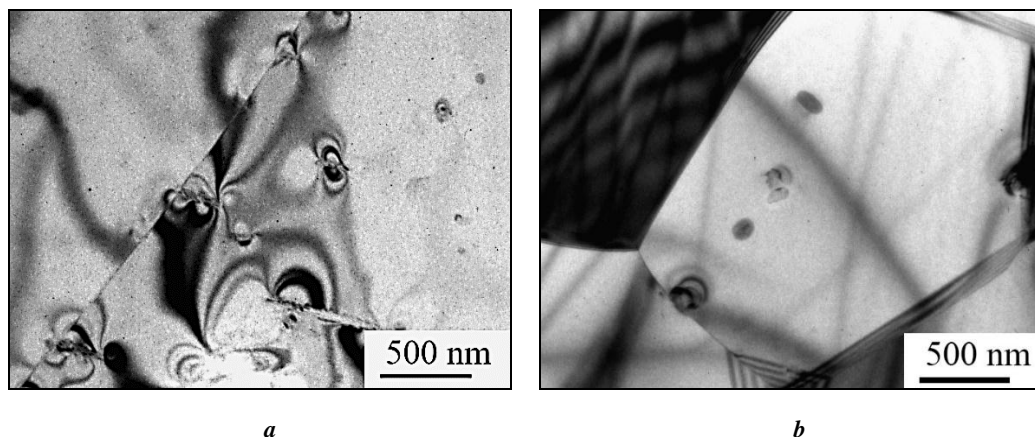
После отжига при 700 °С горячекатаного титана наблюдается рекристаллизованная структура, состоящая из крупных зерен около 5 мкм. В некоторых областях находятся мелкие выделения в форме пластин средней ширины 30 нм и длины 300 нм. Они расположены по телу зерна и на границах (рис. 2 а). Присутствуют сферические выделения среднего размера 50 нм, расположенные неравномерно по материалу.

На деформированном титане после отжига наблюдаются выделения эллипсоидной формы и мелкие сферические выделения (рис. 2 б). Мелкие выделения среднего размера 70 нм расположены как в теле зерна, так и по его границам, но при этом находятся лишь в некоторых областях, в каждом зерне не наблюдаются. Ширина эллипсоидных выделений варьируется от 40 до 150 нм, а длина – от 100 до 350 нм.

По данным ПЭМ был произведен расчет объемной доли выделившихся выделений: для отожженного



**Рис. 1.** Типичный вид микроструктуры горячекатаного (а) и деформированного методом ИПДК (b) титана Grade 4  
**Fig. 1.** Typical appearance of the microstructure of hot-rolled (a) and HPT-deformed (b) Grade 4 titanium



**Рис. 2.** ПЭМ-изображения отожженного горячекатаного (а) и отожженного деформированного (b) титана Grade 4  
**Fig. 2.** TEM-images of the annealed hot-rolled (a) and annealed deformed (b) Grade 4 titanium

горячекатаного состояния – 5 %, для отожженного деформированного – 6,9 %. Для всех состояний был проведен рентгенофазовый анализ (РФА), который показал изменение решетки  $\alpha$ -фазы (таблица 1).

После отжига горячекатаного материала и после ИПДК происходит уменьшение параметра решетки  $\alpha$ -фазы [16]. Деформация с последующим отжигом приводит к самому сильному изменению решетки, по сравнению с горячекатаным состоянием, и значения параметров становятся наиболее близкими к чистому титану.

После отжига горячекатаного титана произошло некоторое увеличение микротвердости с 237 до 250 HV. Формирование ультрамелкозернистой структуры после деформации кручением привело к значительному повышению микротвердости до 353 HV. После отжига деформированного состояния микротвердость понизилась вплоть до 266 HV, при этом она всё же остается больше, чем отожженном горячекатаном состоянии.

Для того чтобы получить еще более высокие значения прочностных характеристик, была применена комбинированная обработка материала в виде деформации и термического отжига титана Grade 4: ИПДК  $n=5$  оборотов, отжиг при 700 °С и дополнительная деформация ИПДК  $n=5$  оборотов. Таким образом, удалось получить

высокое значение микротвердости, которое составило  $423 \pm 8$  HV.

Для сравнения прочности и пластичности были проведены механические испытания на одноосное растяжение всех пяти состояний (рис. 3, таблица 2).

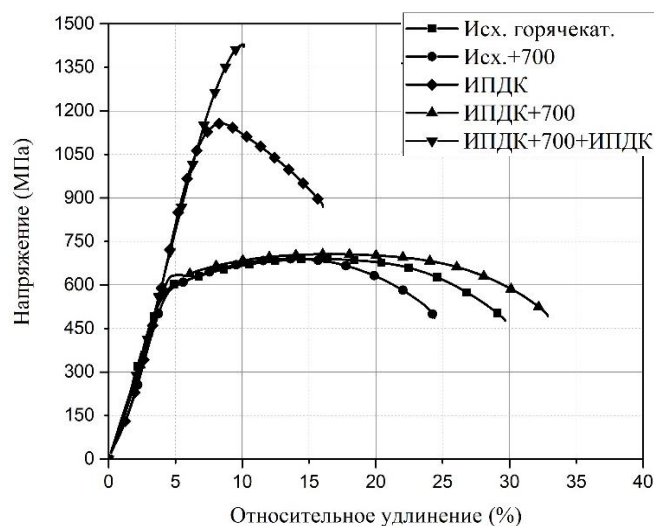
Отжиг горячекатаного материала приводит к повышению механических свойств. После ИПДК наблюдается высокая прочность в сочетании с малой пластичностью [17–19]. Дальнейший отжиг деформированного состояния привел к увеличению пластичных свойств с заметной потерей прочности. Наибольшую прочность имеет материал в состоянии комбинированной обработки деформации и отжига с последующей дополнительной деформацией, достигая высоких значений 1335 МПа, при этом он имеет самую низкую пластичность. Самые высокие значения пластичности наблюдаются у состояний, подверженных отжигу.

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

При изучении микроструктур отожженных состояний, как горячекатаного, так и деформированного, наблюдаются выделившиеся частицы различной морфологии. После отжига деформированного материала объемная доля этих выделений больше, по сравнению

**Таблица 1.** Результаты РФА и микротвердости титана Grade 4 в различных состояниях структуры  
**Table 1.** The results of XPA and microhardness of Grade 4 titanium in various structure states

Состояние	Микротвердость, HV	Параметры решетки, нм
Горячекатаный	237±2	a=0,2953 c=0,4693
ИПДК	353±7	a=0,2959 c=0,4689
Горячекатаный + отжиг 700 °С	250±6	a=0,2951 c=0,4689
ИПДК + отжиг 700 °С	266±5	a=0,2950 c=0,4687
BT1-0 (Бюро национальных стандартов)		a=0,2950 c=0,4687



**Рис. 3.** Кривые «напряжение – деформация» титана Grade 4 в различных структурном состоянии  
**Fig. 3.** Stress-strain curves of Grade 4 titanium in various structure states

**Таблица 2.** Механические свойства титана Grade 4 в различных структурном состоянии  
**Table 2.** Mechanical properties of Grade 4 titanium in various structure states

Состояние	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_b$ , МПа	$\epsilon$ , %
Горячекатаный	504,3	679,6	23,9
Горячекатаный + отжиг 700 °С	541,8	727,5	27,4
ИПДК	1015,2	1172,8	8,9
ИПДК + отжиг 700 °С	603,9	716,9	30,8
ИПДК + отжиг 700 °С + ИПДК	1203,9	1335,9	0,9

с горячекатаным состоянием после отжига. ИПДК способствует выделению большего количества частиц (рис. 2). В работе [10] при высоких температурах отжига в деформированном ВТ1-0 выделились частицы, которые были индентифицированы как соединения нитрида титана  $TiN_{0,26}$  и  $TiC_{0,3}N_{0,7}$ , а авторами [20] в микроструктуре деформированного образца ВТ1-0 при 450 °С и выше обнаружены дисперсные частицы интерметаллидов  $Ti_5Si_3$ ,  $Ti_2Fe$  и  $TiSi_2$ .

В данном исследовании рентгенофазовый анализ показал изменение параметров решетки  $\alpha$ -фазы, а именно максимальное приближение параметров к чистому титану после отжига (таблица 1), связанное с распадом пересыщенного твердого раствора. Данные процессы обусловлены присутствием в материале примесей Fe, которые способствуют выделению частиц вторых фаз. Определение точного химического состава частиц требует дальнейших экспериментов, так как рентгенофазовый анализ и снятые с найденных частиц электронограммы в ПЭМ указывают на то, что частицы не относятся к соединениям, найденным в работах [10; 20].

Результаты проведенных исследований технически чистого титана Grade 4 позволяют сделать выводы о протекающих процессах старения в материале после отжига при 700 °С.

Формирование УМЗ структуры приводит к повышению прочностных характеристик. Несмотря на потерю прочности после отжига ИПДК титана, твердость остается высокой для такого состояния, что говорит о влиянии выделившихся частиц на свойства титана Grade 4.

Деформация кручением с отжигом при 700 °С и дополнительной деформацией позволила получить сочетание УМЗ структуры с выделившимися из твердого раствора наночастицами. Такая комбинированная обработка сопровождается увеличением прочности до рекордных для технически чистого титана значений.

## ВЫВОДЫ

1. Показано, что при отжиге 700 °С в технически чистом титане Grade 4 возможны процессы старения, сопровождающиеся выделением наночастиц вторых фаз из твердого раствора.

2. Объемная доля выделившихся наночастиц в деформированном состоянии после отжига увеличивается, что, скорее всего, является следствием ускоренной диффузии в УМЗ титане при его нагреве.

3. Комбинированная обработка, состоящая из ИПДК, отжига и последующей ИПДК-обработки, приводит к увеличению прочности до рекордных значений для технически чистого титана Grade 4 – 1200 МПа, с потерей пластических свойств. Отожженные состояния в горячекатаном и УМЗ материале показали высокую пластичность, что говорит о возможности повышения пластичности после комбинированной обработки. Дальнейшее исследование будет направлено на преобразование режима комбинированной обработки для получения высокой прочности с сохранением на высоком уровне пластичности.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Valiev R.Z., Parfenov E.V., Raab G.I., Semenova I.P. Study and development of nanostructured metals for production of medical implants and equipment // *Materials. Technologies. Design*. 2019. Vol. 1. № 1. P. 42–47.
2. Блинова А.В., Румянцев В.А. Наноматериалы в практике современной стоматологии (Обзор литературы) // *Стоматология*. 2021. № 100. С. 103–109. DOI: [10.17116/stomat2021100021103](https://doi.org/10.17116/stomat2021100021103).
3. Froes F.H., Qian M. *Titanium in Medical and Dental Applications*. Duxford: Woodhead Publishing, 2018. 630 p. DOI: [10.1016/B978-0-12-812456-7.00014-7](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-812456-7.00014-7).
4. Кардашев Б.К., Нарыкова М.В., Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г. Влияние интенсивной пластической деформации на упругие свойства Ti и его сплавов // *Физическая мезомеханика*. 2019. Т. 22. № 3. С. 71–76.
5. Рааб Г.И., Алешин Г.Н., Фахретдинова Э.И., Рааб А.Г., Асфандияров Р.Н., Аксенов Д.А., Кодиров И.С. Перспективы развития новых опытных коммерческих методов интенсивной пластической деформации // *Materials. Technologies. Design*. 2019. Т. 1. № 2. С. 48–57.
6. Евдокимова Ю.А. Изучение структуры и механических свойств материалов после равноканального углового прессования // *Актуальные исследования*. 2020. № 10-1. С. 71–75.
7. Фаизова С.Н., Рааб Г.И., Аксенов Д.А., Фаизов И.А., Зарипов Н.Г., Семенов В.И., Фаизов Р.А. Неоднородность деформации при равноканальном угловом прессовании и влияние геометрии оснастки на пластическое течение // *Деформация и разрушение материалов*. 2015. № 1. С. 15–20.
8. Valiev R.Z. Superior strength in ultrafine-grained materials produced by SPD processing // *Materials Transactions*. 2014. Vol. 55. № 1. P. 13–18.
9. Zhilyaev A.P., Sergeev S.N., Langdon T.G. Electron backscatter diffraction (EBSD) microstructure evolution in HPT copper annealed at a low temperature // *Journal of Materials Research and Technology - JMR&T*. 2014. Vol. 53. № 4. P. 338–343. DOI: [10.1016/j.jmrt.2014.06.008](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2014.06.008).
10. Казаченок М.С., Панин А.В., Иванов Ю.Ф., Почивалов Ю.И., Валиев Р.З. Влияние термического отжига на механическое поведение технического титана ВТ1-0, имеющего субмикроструктурную структуру в поверхностном слое или в объеме материала // *Физическая мезомеханика*. 2005. Т. 8. № 4. С. 37–47.
11. Dyakonov G.S., Mironov S., Enikeev N., Semenova I.P., Valiev R.Z., Semiatin S.L. Annealing behavior of severely-deformed titanium Grade 4 // *Materials science and engineering A-structural materials properties microstructure and processing*. 2019. Vol. 742. P. 89–101. DOI: [10.1016/j.msea.2018.10.122](https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.10.122).
12. Ибатуллин А.Р., Дьяконов Г.С. Микроструктура и механические свойства ультрамелкозернистого сплава ВТ8М-1 при горячей деформации и отжигах // *Молодежный вестник Уфимского государственного авиационного технического университета*. 2020. № 2. С. 47–51.

13. Андриященко В.А. Роль интенсивной пластической деформации при получении наноструктурных материалов // Труды университета. 2019. № 1. С. 35–39.
  14. Latysh V.V., Burlakov I.A., Zabel'yan D.M., Alimov A.I., Petrov P.A., Stepanov B.A., Chong B.V. Increasing the Strength of Commercial Titanium VT1-0 Using the Method of Severe Plastic Deformation // Journal of Machinery Manufacture and Reliability. 2018. Vol. 47. № 6. P. 525–531. DOI: [10.3103/S1052618818060079](https://doi.org/10.3103/S1052618818060079).
  15. Борисов А.С., Наумов А.А., Борисова А.Ю., Зотов О.Г., Цеменко В.Н. Влияние интенсивной пластической деформации на формирование микроstructures сплавов цветных металлов // Технология металлов. 2020. № 10. С. 40–47.
  16. Zhou W.C., Sahara R., Tsuchiya K. First-principles study of the phase stability and elastic properties of Ti-X alloys (X = Mo, Nb, Al, Sn, Zr, Fe, Co, and O) // Journal of Alloys and Compounds. 2017. Vol. 727. P. 579–595. DOI: [10.1016/j.jallcom.2017.08.128](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.08.128).
  17. Останина Т.В., Швейкин А.И., Трусов П.В. Измельчение зеренной структуры металлов и сплавов при интенсивном пластическом деформировании: экспериментальные данные и анализ механизмов // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. 2020. № 2. С. 85–111. DOI: [10.15593/perm.mech/2020.2.08](https://doi.org/10.15593/perm.mech/2020.2.08).
  18. Шарифуллина Э.Р., Швейкин А.И., Трусов П.В. Обзор экспериментальных исследований структурной сверхпластичности: эволюция микроstructures материалов и механизмы деформирования // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. 2018. № 3. С. 103–127. DOI: [10.15593/perm.mech/2018.3.11](https://doi.org/10.15593/perm.mech/2018.3.11).
  19. Черетаева А.О., Шурыгина Н.А., Глезер А.М. Влияние мегапластической деформации в камере Бриджмена на фазовые превращения, коррозионное поведение и микротвердость титана марок VT1-00 и VT1-0 // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2020. № 1. С. 77–85. DOI: [10.18323/2073-5073-2020-1-77-85](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2020-1-77-85).
  20. Малышева С.П., Салищев Г.А., Галеев Р.М., Даниленко В.Н., Мышляев М.М., Попов А.А. Особенности изменения структуры и механических свойств субмикроструктурного титана при деформации в интервале температур (0,15 - 0,45)Тпл // Физика металлов и металловедение. 2003. Т. 95. № 4. С. 98–105.
- REFERENCES**
1. Valiev R.Z., Parfenov E.V., Raab G.I., Semenova I.P. Study and development of nanostructured metals for production of medical implants and equipment. *Materials. Technologies. Design*, 2019, vol. 1, no. 1, pp. 42–47.
  2. Blinova A.V., Rumyantsev V.A. Nanomaterials in the modern dentistry (review). *Stomatologiya*, 2021, no. 100, pp. 103–109. DOI: [10.17116/stomat2021100021103](https://doi.org/10.17116/stomat2021100021103).
  3. Froes F.H., Qian M. *Titanium in Medical and Dental Applications*. Duxford, Woodhead Publ., 2018. 630 p. DOI: [10.1016/B978-0-12-812456-7.00014-7](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-812456-7.00014-7).
  4. Kardashev B.K., Narykova M.V., Betekhtin V.I., Kadomtsev A.G. Evolution of elastic properties of Ti and its alloys due to severe plastic deformation. *Fizicheskaya mezomekhanika*, 2019, vol. 22, no. 3, pp. 71–76.
  5. Raab G.I., Aleshin G.N., Fakhretdinova E.I., Raab A.G., Asfandiyarov R.N., Aksenov D.A., Kodirov I.S. Prospects of development of new pilot-commercial SPD methods. *Materials. Technologies. Design*, 2019, vol. 1, no. 2, pp. 48–57.
  6. Evdokimova Yu.A. Studying the structure and mechanical properties of materials after equal channel angular press. *Aktualnye issledovaniya*, 2020, no. 10-1, pp. 71–75.
  7. Faizova S.N., Raab G.I., Aksenov D.A., Faizov I.A., Zaripov N.G., Semenov V.I., Faizov R.A. Strain heterogeneity during ecap and effect of rig geometry on plastic flow. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2015, no. 1, pp. 15–20.
  8. Valiev R.Z. Superior strength in ultrafine-grained materials produced by SPD processing. *Materials Transactions*, 2014, vol. 55, no. 1, pp. 13–18.
  9. Zhilyaev A.P., Sergeev S.N., Langdon T.G. Electron backscatter diffraction (EBSD) microstructure evolution in HPT copper annealed at a low temperature. *Journal of Materials Research and Technology - JMR&T*, 2014, vol. 53, no. 4, pp. 338–343. DOI: [10.1016/j.jmrt.2014.06.008](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2014.06.008).
  10. Kazachenok M.C., Panin A.V., Ivanov Yu.F., Pochivalov Yu.I., Valiev R.Z. Effect of thermal annealing on the mechanical behavior of commercial titanium VTL-0 with submicrocrystalline structure in the surface layer or material bulk. *Fizicheskaya mezomekhanika*, 2005, vol. 8, no. 4, pp. 37–47.
  11. Dyakonov G.S., Mironov S., Enikeev N., Semenova I.P., Valiev R.Z., Semiatin S.L. Annealing behavior of severely-deformed titanium Grade 4. *Materials science and engineering A-structural materials properties microstructure and processing*, 2019, vol. 742, pp. 89–101. DOI: [10.1016/j.msea.2018.10.122](https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.10.122).
  12. Ibatullin A.R., Dyakonov G.S. Microstructure and mechanical properties of VT8M-1 ultrafine-grained alloy with hot deformation and annealing. *Molodezhnyy vestnik Ufimskogo gosudarstvennogo aviatsionnogo tekhnicheskogo universiteta*, 2020, no. 2, pp. 47–51.
  13. Andreyashchenko V.A. The role of severe plastic deformation when obtaining nanostructural materials. *Trudy universiteta*, 2019, no. 1, pp. 35–39.
  14. Latysh V.V., Burlakov I.A., Zabel'yan D.M., Alimov A.I., Petrov P.A., Stepanov B.A., Chong B.V. Increasing the Strength of Commercial Titanium VT1-0 Using the Method of Severe Plastic Deformation. *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*, 2018, vol. 47, no. 6, pp. 525–531. DOI: [10.3103/S1052618818060079](https://doi.org/10.3103/S1052618818060079).
  15. Borisov A.S., Naumov A.A., Borisova A.Yu., Zotov O.G., Tsemenko V.N. Effect of severe plastic deformation on formation of microstructure of non-ferrous metal alloys. *Tekhnologiya metallov*, 2020, no. 10, pp. 40–47.
  16. Zhou W.C., Sahara R., Tsuchiya K. First-principles study of the phase stability and elastic properties of Ti-X alloys (X = Mo, Nb, Al, Sn, Zr, Fe, Co, and O). *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, vol. 727, pp. 579–595. DOI: [10.1016/j.jallcom.2017.08.128](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.08.128).
  17. Ostanina T.V., Shveykin A.I., Trusov P.V. The grain structure refinement of metals and alloys under severe

- plastic deformation: experimental data and analysis of mechanisms. *Vestnik Permskogo natsionalnogo issledovatel'skogo politekhnicheskogo universiteta. Mekhanika*, 2020, no. 2, pp. 85–111. DOI: [10.15593/perm.mech/2020.2.08](https://doi.org/10.15593/perm.mech/2020.2.08).
18. Sharifullina E.R., Shveykin A.I., Trusov P.V. Review of experimental studies on structural superplasticity: internal structure evolution of material and deformation mechanisms. *Vestnik Permskogo natsionalnogo issledovatel'skogo politekhnicheskogo universiteta. Mekhanika*, 2018, no. 3, pp. 103–127. DOI: [10.15593/perm.mech/2018.3.11](https://doi.org/10.15593/perm.mech/2018.3.11).
19. Cheretaeva A.O., Shurygina N.A., Glezer A.M. The effect of megaplastic deformation in the bridgman chamber on the phase transformations, corrosion behavior, and microhardness of pure VT1-00 and VT1-0 titanium. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2020, no. 1, pp. 77–85. DOI: [10.18323/2073-5073-2020-1-77-85](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2020-1-77-85).
20. Malysheva S.P., Salishchev G.A., Galeev R.M., Danilenko V.N., Myshlyaev M.M., Popov A.A. changes in the structure and mechanical properties of sub-microcrystalline titanium during deformation in a temperature range of (0.15-0.45)T<sub>m</sub>. *The Physics of Metals and Metallography*, 2003, vol. 95, no. 4, pp. 390–397.

## The research of aging and mechanical properties of nanostructural titanium

© 2021

**Luiza R. Rezyapova**<sup>\*1</sup>, postgraduate student, engineer of Core Facilities Center “Nanotech”

**Roman R. Valiev**<sup>2</sup>, PhD (Engineering),

researcher of the Research Institute of Physics of Advanced Materials

**Emil I. Usmanov**<sup>3</sup>, bachelor of sciences

**Ruslan Z. Valiev**<sup>4</sup>, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,

Director of the Research Institute of Physics of Advanced Materials

*Ufa State Aviation Technical University, Ufa (Russia)*

\*E-mail: [luiza.rezyapova.97@mail.ru](mailto:luiza.rezyapova.97@mail.ru)

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5582-104X>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1584-2385>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1725-4651>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4340-4067>

**Abstract:** It is known that titanium and its alloys are one of the promising materials in the industry, especially in medicine, due to their excellent biocompatibility and corrosion resistance. The latest modern equipment and instruments used in traumatology, orthopedics, dentistry, etc. demand increasingly higher mechanical properties for materials. In comparison with commercially pure titanium, alloys do not have such high corrosion-resistant properties and biocompatibility. In this regard, improving the mechanical characteristics of a pure material is an urgent issue. The authors studied the effect of annealing on the structure and properties of commercially pure grade 4 titanium in the coarse-grained and ultrafine-grained states. The ultrafine-grained state was obtained using high-pressure torsion (HPT) under the pressure of 6 GPa at N=10 revolutions at room temperature. In the microstructure investigated using transmission electron microscopy, the authors could detect particles of precipitated phases after annealing, which had different morphologies. Deformation leads to an increase in the precipitated particles after annealing. The authors carried out an X-ray phase analysis, which showed the approximation of the lattice parameters of the  $\alpha$ -phase after deformation and annealing at 700 °C to the values of the parameters of pure titanium. Thus, aging processes occur in the material, accompanied by the decomposition of the super-saturated solid solution and the release of particles of the second phase. The paper shows the results of titanium microhardness measurements in different states. The combined treatment, consisting of HPT at N=5 revolutions, annealing at 700 °C, and additional HPT deformation at N=5 revolutions, allowed obtaining the record strength for commercially pure grade 4 titanium.

**Keywords:** commercially pure Grade 4 titanium; ultrafine-grained structure; severe plastic torsion deformation; nanoparticles; aging.

**Acknowledgments:** The work was financially supported by the Russian Foundation of Fundamental Research (grant No. 20-03-00614). The authors express their gratitude to A.V. Ganeev and V.D. Sitdikov, the researchers of the Research Institute of Physics of Advanced Materials of Ufa State Aviation Technical University, for their assistance in carrying out the experimental part of the work. The research is carried out using the equipment of the Core Facilities enter “Nanotech”.

The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

**For citation:** Rezyapova L.R., Valiev R.R., Usmanov E.I., Valiev R.Z. The research of aging and mechanical properties of nanostructural titanium. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2021, no. 3, pp. 67–73. DOI: [10.18323/2073-5073-2021-3-67-73](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2021-3-67-73).