

УДК 621.922

ЗАСТОСУВАННЯ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛІЗУ ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ СУБМІКРОКРИСТАЛІЧНОГО ТЕХНІЧНО ЧИСТОГО ТИТАНУ ВТ1-0

А. В. Лазар, А. А. Симонова

Кременчуцький національний університет імені Михайла Остроградського
вул. Першотравнева, 20, м. Кременчук, 39600, Україна. E-mail: NSymonova@gmail.com

Розглянуто особливості рентгенограм технічно чистого титану з різними типами кристалічної решітки. Аналіз рентгенівських піків титану ВТ1-0 з субмікроструктурною структурою показав, що форма профілю, головним чином описується функцією Лоренца (~ 90-95%) і інтегральна ширина фізичного профілю піку перевищує відповідне значення для крупнокристалічного зразка в приблизно 1,2-1,5 рази. Встановлено, що величина пружних мікрореформацій решітки помітно вище у зразка з субмікроструктурною структурою, що отримана методом всебічного кування. Виявлено різницю в розмірі зерен-кристалітів, що були визначені рентгенівським і електронно-мікроскопічними методами. Проаналізовано можливі причини, що викликають зазначені невідповідності.

Ключові слова: субмікроструктурний, титан, рентгеноструктурний, аналіз, мікрореформація, розмір, зерно-кристаліт.

ПРИМЕНЕНИЕ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ТЕХНИЧЕСКИ ЧИСТОГО ТИТАНА ВТ1-0

А. В. Лазар, А. А. Симонова

Кременчугский национальный университет имени Михаила Остроградского
ул. Первомайская, 20, г. Кременчуг, 39600, Украина. E-mail: NSymonova@gmail.com

Рассмотрены особенности рентгенограмм технически чистого титана с различными типами кристаллической решетки. Анализ рентгеновских пиков исследованного титана ВТ1-0 с субмикроструктурной структурой показал, что форма профиля, преимущественно описываемая функцией Лоренца (~90-95%) и интегральная ширина физического профиля пика превышает соответствующее значение для крупнокристаллического образца в приблизительно 1,2-1,5 раза. Установлено, что величина упругих микродеформаций решетки заметно выше у образца с субмикроструктурной структурой, полученной методом всестороннейковки. Обнаружена разница в размере зерен-кристаллитов, определенном рентгеновским и электронно-микроскопическими методами. Проанализированы возможные причины, вызывающие указанные несоответствия.

Ключевые слова: субмикроструктурный, титан, рентгеноструктурный, анализ, микродеформация, размер, зерно-кристаллит.

АКТУАЛЬНІСТЬ РОБОТИ. В останні роки розробка способів отримання та дослідження структури та властивостей субмікроструктурних (СМК) металів є актуальним напрямком фізики твердого тіла і фізичного матеріалознавства. Це пов'язано з тим, що даний тип матеріалів має унікальний комплекс фізичних і механічних властивостей і, як наслідок, досить привабливий для широкого використання в промисловості та медицині. Зокрема, СМК метали мають змінні фундаментальні, зазвичай структурно-нечутливі властивості, серед яких пружні модулі, температури Кюрі та Дсбая, намагніченість насичення і інші, у порівнянні із крупнокристалічним (КК) станом. Перспективними способами формування в металах СМК структур є методи інтенсивної пластичної деформації (ІПД). Головними перевагами останніх є можливість отримання масивних СМК зразків з різних металів і сплавів та повна відсутність в них пористості [1].

Особлива роль в дослідженні ІПД матеріалів відводиться методом рентгеноструктурного аналізу (РСА), оскільки СМК структура є ідеально мозаїчною з точки зору умов розсіювання рентгенівських променів в рамках кінематичної теорії дифракції, коли завдяки малості областей когерентного розсіювання (розмірів зерен-кристалітів) можна знехтувати взаємодією падаючої і розсіяних хвиль. У той же

час, настільки дрібнодисперсна структура сильно ускладнює застосування методів просвічуючої електронної мікроскопії, що створює передумови для більш активного розвитку і застосування методів РСА щодо вивчення СМК металів [2]. Численні рентгенівські дослідження дозволили виявити значні відмінності рентгенограм СМК металів, отриманих ІПД, від рентгенограм відповідних крупнокристалічних металів. Ці відмінності полягають, перш за все, в значному зменшенні інтенсивності рентгенівських піків і їх сильному розширенні. Про це свідчить, зокрема, порівняння профілів рентгенівських піків в наноструктурних і крупнозернистих зразках міді [3]. Відомо, що аналіз розширення рентгенівських піків може дати цінну інформацію про величину пружних деформацій і розмір зерен-кристалітів в полікристалічних матеріалах. В роботі [4] було розглянуто питання про можливість застосування традиційних методик РСА для визначення пружних деформацій і розміру зерна в СМК металах з урахування сформованої специфічної структури.

Метою роботи є вивчення зміни різних структурних параметрів в чистих металах, отриманих методами ІПД, за допомогою рентгеноструктурного аналізу, таких як розмір зерен-кристалітів, мікрорівняння кристалічної решітки, тощо.

МАТЕРІАЛ ТА РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ. Об'єктом дослідження було обрано технічно чистий

титан ВТ1-00, Т, G1 (США), з хімічним складом (% по масі): С - 0,07; Fe - 0,18; О - 0,12; N - 0,03; Н - 0,01; Ti - 99,5.

Фізико-механічні властивості технічно чистого титану ВТ1-00 представлені у табл. 1 [5].

Таблиця 1 – Фізико-механічні властивості крупнокристалічних зразків

Властивості	Метал ВТ1-00
Теплопровідність λ , Вт/(м·град)	18,85
Густина ρ , кг\м ³	4505
Межа міцності σ_b , МПа	300-450
Межа плинності σ_T , МПа	250-380
Відносне подовження δ , %	30
Поперечне звуження ψ , %	60
Температура плавлення, °С	1668
Твердість НВ, МПа	1430

Аналіз елементного складу зразків проводився за допомогою системи локального рентгеноспектрального мікроаналізу марки Quantax, Bruker AXS, Німеччина.

Спектри елементного аналізу, отримані рентгеноструктурним аналізом складу, доводять високу ступінь чистоти титану (99,9 %), що використовується в якості зразків (рис. 1).

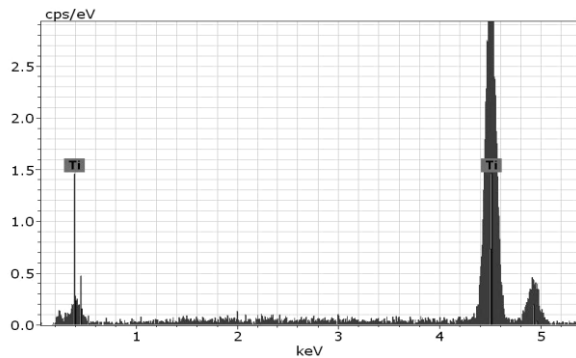


Рисунок 1 – Спектри елементного аналізу титану

Для отримання високоміцного титану в субмікроструктурному стані був використаний метод інтенсивної пластичної деформації, що представляє собою всебічну ковку, яка включає в себе багаторазове повторення певної послідовності простих операцій вільного кування (рис. 2), що не вимагає складного дорогого інструменту і дозволяє використовувати існуюче технологічне і пресове обладнання [6].

Процес всебічного кування виконувався при нагріванні заготовки титану до 773К в індукційній печі. Після чотирьох проходів, що включають в себе операції осадка - протягування, отримані поковки охолоджували в сухому піску.

Зразки у субмікроструктурному стані отримано на ХМЗ «ФЕД».

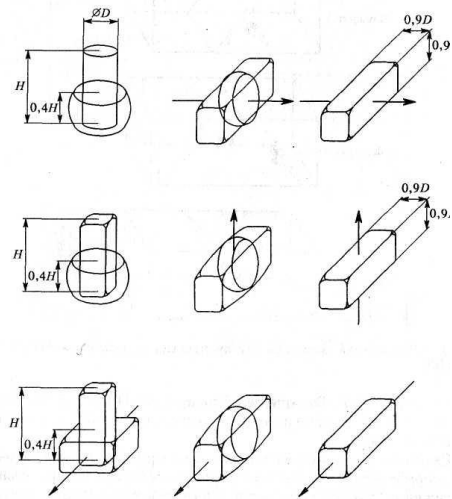


Рисунок 2 – Схема процесу всебічного кування

Важлива інформація про еволюцію структури в процесі інтенсивної деформації нами отримана методом рентгеноструктурного аналізу (РСА). Цей метод дозволяє отримувати статистично надійну інформацію про параметр решітки, фазовий склад, розмір зерен-кристалітів (областей когерентного розсіювання – ОКР), мікровикривлення решітки тощо [7].

Дані про фазовий склад зразків отримані на дифрактометрі рентгенівських променів типу D8 Advance, Bruker AXS, Німеччина.

Джерелом рентгенівського випромінювання є рентгенівська трубка, що представляє собою потужний діод, в якій потік прискорених електронів бомбардує матеріал анода.

Катодом рентгенівської трубки служить вольфрамова нитка розжарення, розташована на відстані 5-10 мм від анода. Робоча частина анода виготовлена з кобальту, довжина хвилі якого 1,79026 Å.

Кількісна залежність ширини інтерференційної лінії від розміру кристалітів була отримана на основі рівняння Шеррера - Селякова [8]:

$$\beta(2\theta) = \frac{k\lambda}{D \cos\theta}, \quad (1)$$

де D – величина області когерентного розсіювання; λ – довжина хвилі рентгенівського випромінювання; θ – кут Вульфа - Брегга; $\beta(2\theta)$ – ширина інтерференційної лінії; k – коефіцієнт, що залежить від форми кристалітів.

Для обробки експериментальних даних, отриманих у вигляді інтерференційних ліній, використовувався програма *New Profile*.

Розглянемо рентгенівські спектри, отримані для зразка титану з КК (рис. 3) структурою і СМК структурою (рис. 4).

Розширення інтерференційної лінії, що спостерігається на рентгенограмах, відбувається при зменшенні області ОКР (дрібнодисперсності) та при наявності мікронапруг, які локалізовані в об'ємі. На практиці лінії розширюються, як правило, за рахунок одночасного впливу цих двох факторів.

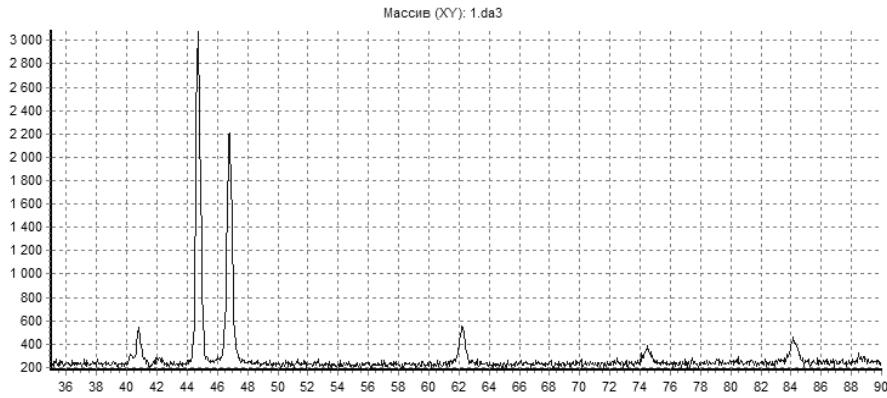


Рисунок 3 – Рентгенівські спектри для зразка з КК структурою

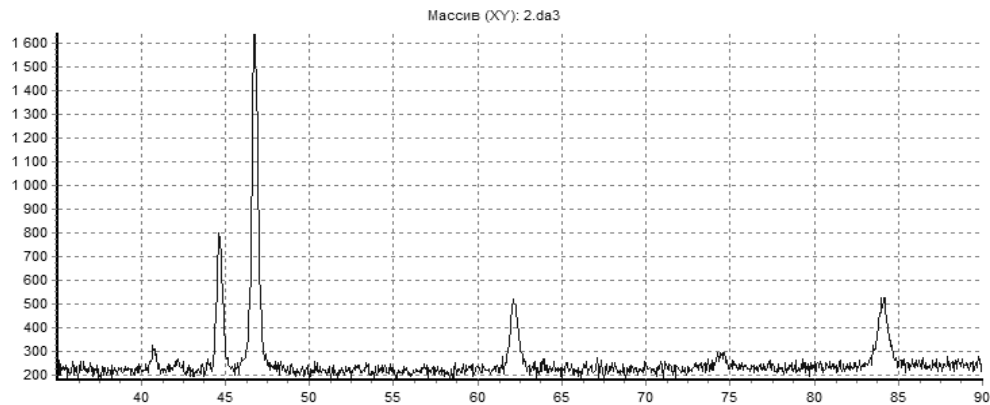


Рисунок 4 – Рентгенівські спектри для зразка з СМК структурою

Таким чином, розширення інтерференційних ліній на рентгенівському спектрі, отриманому для СМК титану (рис. 4), вказує на наявність в структурі дрібнодисперсності та мікронапруг.

Було встановлено, що загальний вигляд рентгенограм в ході зміни структури титану істотно змінюється в порівнянні з вихідним крупнокристалічним станом. Охарактеризуємо ці зміни кількісно. Форму профілю рентгенівських піків зазвичай описують за допомогою показником що є лінійною комбінацією функцій Лоренца і Гаусса, функції Фойгта [9].

$$PV_k(2\theta) = \Phi_k \eta_L \left[1 + \frac{(2\theta - C_k)^2}{W_{kL}^2} \right] + \Phi_k (1 - \eta_L) \cdot \exp \left[-\frac{\ln 2(2\theta - C_k)^2}{W_{kL}^2} \right], 2\theta \leq C_k, \quad (2)$$

$$PV_k(2\theta) = \Phi_k \eta_R \left[1 + \frac{(2\theta - C_k)^2}{W_{kL}^2} \right] + \Phi_k (1 - \eta_R) \cdot \exp \left[-\frac{\ln 2(2\theta - C_k)^2}{W_{kL}^2} \right], 2\theta \geq C_k, \quad (3)$$

де Φ_k , W_k і C_k – інтегральна інтенсивність, напівширина (ширина на половині максимальної інтенсивності) і положення центра ваги k -го рентгенівського піку відповідно. Параметр η відповідає відносній частці лоренцевої і гауссової компонент у формі

профілю рентгенівського піку. Якщо $\eta = 1$, форма профілю описується тільки функцією Лоренца (довгі хвости); якщо $\eta = 0$, – то тільки функцією Гаусса (короткі хвости).

При аналізі форми профілю рентгенівських піків слід мати на увазі, що логнормальний закон розподілу зерен або кристалітів малого розміру (областей когерентного розсіювання) за розміром призводить до лоренцевої форми профілю рентгенівських піків [2]. Дислокації, хаотично розподілені в тілі зерен, призводять до гауссової форми профілю.

Проведені розрахунки показали, що усереднена по різним піках частка Лоренцевої компоненти в функції Фойгта поступово зростає від 54% в крупнокристалічному стані практично до 100% в СМК стані (рис. 5).

Отримані результати корелюються з результатами, отриманими для технічно чистих міді і нікелю, які наведені в роботах [6].

Для визначення розміру зерен-кристалітів та мікрODEформацій в матеріалах використовують різні методи аналізу фізичного профілю рентгенівських піків [10].

Зменшення розміру зерен і збільшення мікрODEформацій призводять до розширення рентгенівських піків. Ступінь розширення оцінюється по напівширині піку або за допомогою відносини інтегральної інтенсивності рентгенівського піку до його висоти (інтегральна ширина).

В даному випадку в СМК титані встановлено зростання інтегральної ширини рентгенівських піків.

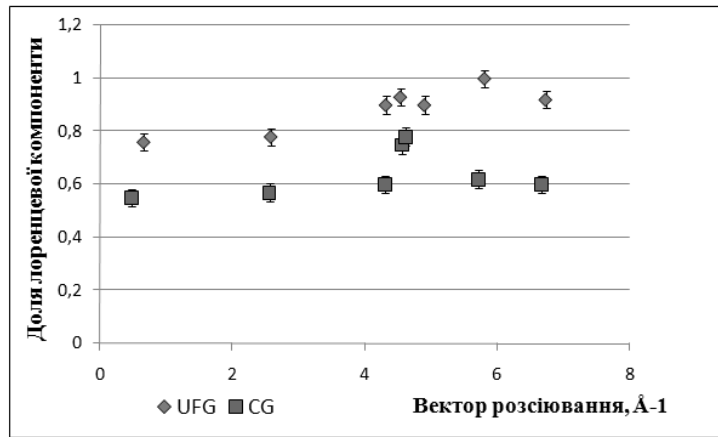


Рисунок 5 – Частка лоренцевої компоненти η в формі профілю рентгенівських піків в залежності від величини вектора розсіювання τ

Дані, представлені на рис. 6, свідчать про посилення цієї тенденції у міру зростання вектора розсіювання, що відповідає тому чи іншому рентгенівському піку.

На підставі кількісної залежності Шеррера – Селякова був отриманий розмір області когерентного розсіювання (ОКР). ОКР – ділянки кристаліта з

правильним періодичним розташуванням атомів або з невеликим відхиленням від цієї будови, які не порушують когерентного розсіювання рентгенівських променів. Для КК зразка розмір ОКР становить 1 - 1,5 мкм, розмір ОКР для зразка з СМК структурою – 150 - 200 нм.

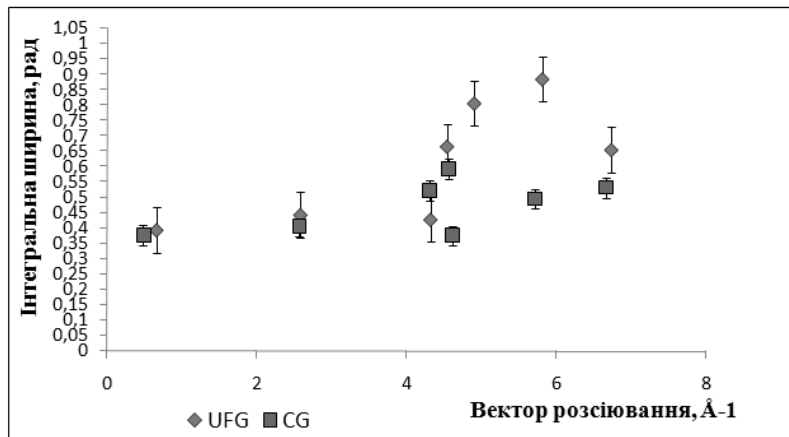


Рисунок 6 – Залежність інтегральної ширини рентгенівських піків β від вектора розсіювання τ

Розглянемо структуру титану на основі мікрофотографій, отриманих на скануючому електронному мікроскопі Hitachi S-4800 та рентгенівських спектрів на основі рентгеноструктурного аналізу.

Мікроскоп Hitachi S-4800 призначений для комплексного вивчення структури різних твердих речовин. Являє собою скануючий електронний мікроскоп, який використовує електронний промінь, що отримується при прискорюючій напрузі від 300 В до 30 кВ. Ступінь збільшення від 5 до 300 000 (найбільша і найнижча ступеня збільшення залежать від прискорюючої напруги, робочої відстані і швидкості сканування).

У наших дослідженнях використовували збільшення до 100 000 разів.

Шліфи зразків для структурного аналізу отримували методом шліфування і наступного полірування.

Механічне полірування проводили на верстатах, забезпечених обертовим кругом, на який натягнутий полірувальний матеріал – фетр. На нього наносили-

ся дрібні частинки абразивних матеріалів – оксид хрому у вигляді водної суспензії.

Операція полірування зразка поєднувалася з операцією травлення.

В якості реактиву для виявлення мікроструктури титану використовувався розчин, що складається з 10% плавикової кислоти, 3% азотної кислоти та води [11].

Визначення середнього умовного діаметра зерен проводилось методом підрахунку перетинів кордонів зерен відрізками прямих [12].

Метод полягає в підрахунку зерен, які перетнуті відрізком прямої, і визначенні середнього умовного діаметра. Підрахунок перетинів проводиться на мікрофотографіях, на яких проводять кілька відрізків довільної довжини. Довжину відрізків вибирають з таким розрахунком, щоб кожен з них перетинав не менше 10 зерен, при цьому збільшення підбирають так, щоб на досліджуваній поверхні було не менше 50 зерен.

Підрахунок кількості перетнутих зерен проводять на десяти взаємно перпендикулярних відрізках прямих.

Підраховувалися точки перетинів відрізків прямих ліній з межами зерен. Зерна, що знаходяться на кінцях прямої і не пересічені прямою цілком, брали за одне зерно.

Середній умовний діаметр зерна вираховували за формулою [12]:

$$d_L = \frac{L}{N}, \text{ мкм} \quad (4)$$

де L – сумарна довжина відрізків (мкм); N – сумарне число перетнутих зерен.

Виміри проводилися не менше ніж в п'яти характерних місцях шліфа.

Встановлено, що у вихідній структурі титану розмір зерна близько 15 мкм [13].

Металографічний аналіз крупнокристалічного зразка (рис. 7) виявив витягнутість в одному напрямку зерен металу, що обумовлено методом отримання вихідної заготовки (холоднокатаний пруток з технічно чистого титану).

Структура титану, отриманого методом всебічного кування, показана на рис. 8. Середній розмір зерна структури титану становить 250 ± 50 нм.

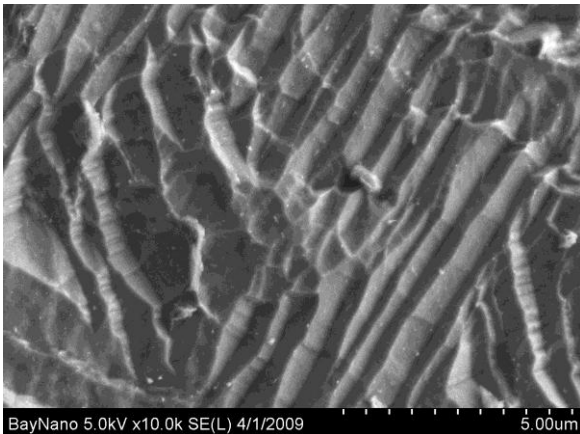


Рисунок 7 – Вихідна крупнокристалічна структура титану

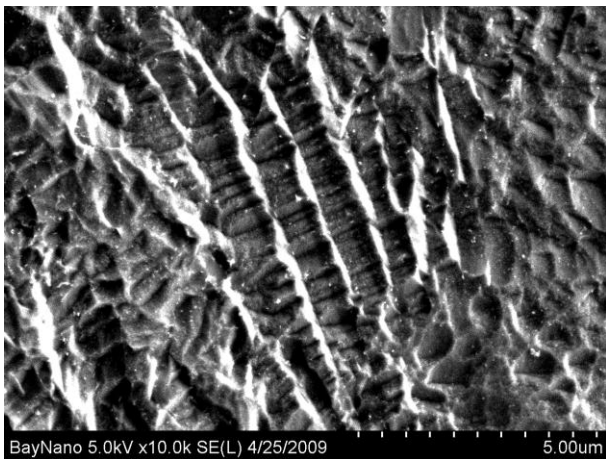


Рисунок 8 – Структура титану, яка отримана методом всебічного кування

При деформації α -пластини згинаються, витягуються вздовж напрямку течії металу. Для внутрішньої будови горячедеформованих α -пластин характерна субзерена структура. Межі субзерен часто прагнуть розташуватися перпендикулярно кордонів α -пластин, утворюючи «бамбукову структуру».

Виділимо можливі причини, що призводять до виявленої різниці в розмірі зерен, визначеному рентгенівським і електронно-мікроскопічним методами. По-перше, кожне зерно в залежності від його розміру може складатися з одного або декількох кристалітів (ОКР). По-друге, метод рентгеноструктурного аналізу, заснований на вимірюванні інтегрального розширення профілів рентгенівських піків, дозволяє визначати розмір областей когерентного розсіювання, які відповідають внутрішній області зерен, що не включає в себе прикордонні сильно викривлені райони, що існують в наноструктурних матеріалах, отриманих ІПД [9]. Ширина таких районів складає 6-10 нм. Їх наявність призводить до зменшення розміру ОКР і, отже, до зменшення вимірюваного розміру зерен [2].

Не слід також забувати, що за допомогою просвічуючої електронної мікроскопії зазвичай вимірюється усереднений розмір зерен в площині, що збігається з поверхнею зразка. Рентгеноструктурний аналіз дає усереднений по поверхні або обсягу розмір зерен-кристалітів, виміряний в напрямку, перпендикулярному поверхні зразка [4].

Значення розміру зерен-кристалітів та мікровикривлень кристалічної решітки, розраховані за допомогою відомих рівнянь Шеррера і Вільсона [6]:

$$\beta_\tau = \frac{\pi}{D_{hkl}} + \langle \varepsilon_{hkl}^2 \rangle \tau, \quad (5)$$

де $\beta_\tau = \beta_p \pi \cos(\theta / \tau)$, β_p – інтегральна ширина фізичного профілю, $\tau = 4 \sin(\theta / \lambda)$ – вектор розсіювання, D_{hkl} – розмір кристалітів, $\langle \varepsilon_{hkl}^2 \rangle^{1/2}$ – пружні мікровикривлення решітки.

Результати розрахунків пружні мікровикривлень решітки в залежності від вектора розсіювання приведені на рис. 9. Величина пружних мікровикривлень решітки помітно вище у зразка з СМК структурою, які отримані всебічним куванням.

Наявність внутрішніх мікронапруг, великокутових кордонів зерен-кристалітів і висока щільність дефектів, є типовими для металів, отриманих ІПД [6].

Інші чисельні роботи також показують [2, 3, 6], що величина мікровикривлень в наноструктурних ІПД матеріалах велика і значно перевищує відповідну величину в крупнокристалічних матеріалах.

Таким чином, розглянуті вище результати показують, що методи рентгеноструктурного аналізу активно застосовуються для визначення розміру зерен і мікрореформацій в наноструктурних матеріалах. Однак в ряді випадків має місце розкид в аб-

солотних значеннях цих параметрів, отриманих різними методами. У зв'язку з цим важливим є вдосконалення методик для отримання більш достовірної інформації про розміри зерен та мікродеформацій в наноструктурних матеріалах.

ної інформації про розміри зерен та мікродеформацій в наноструктурних матеріалах.

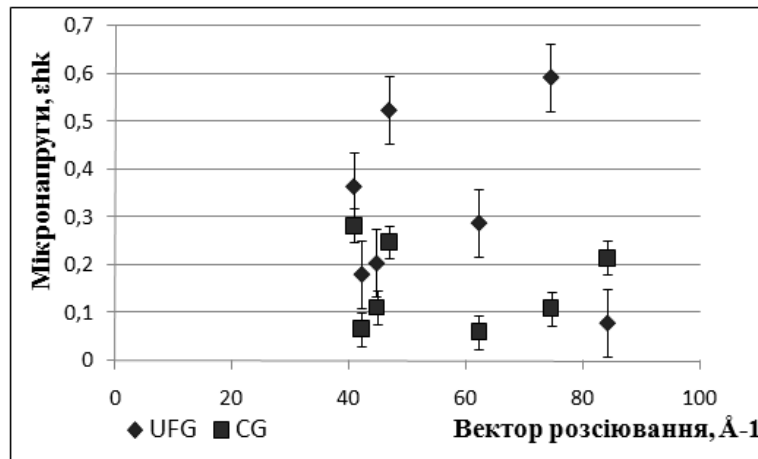


Рисунок 9 – Залежність мікронапруг від вектора розсіювання τ

ВИСНОВКИ. Встановлено особливості рентгенограм технічно чистого титану з різними типами кристалічної решітки. Для рентгенівських піків дослідженого титану VT1-0, отриманого методом всебічного кування характерно: форма профілю, переважно описується функцією Лоренца (~ 90-95%); інтегральна ширина фізичного профілю піку перевищує відповідне значення для крупнокристалічного зразка приблизно в 1,2-1,5 рази. Величина пружних мікротисків решітки помітно вище у зразка з СМК структурою, отриманої ПД.

Чисельні оцінки розмір зерен-кристалітів, засновані на аналізі піків, отриманих в результаті рентгеноструктурного аналізу, показали, що для крупнокристалічного зразка розмір області когерентного розсіювання становить 1 - 1,5 мкм, а розмір області когерентного розсіювання для зразка з СМК структурою – 150 – 200 нм. У той же час мікροструктурний аналіз виявив, що вихідний зразок до ПД має пластинчасту структуру з середнім розміром зерна 1,5 – 2 мкм, середній розмір зерна структури титану, отриманого методом всебічного кування, становить 250 ± 50 нм.

ЛІТЕРАТУРА

1. Valiev R.Z. Nanostructuring of Metals by Several Plastic Deformation for Advanced Properties // *Nature Materials*. – 2004. – Vol. 3. – PP. 511–516.
2. Цыбуля С.В., Черепанов С.В. Ведение в структурный анализ нанокристаллов. – Новосибирск.: Издательство Новосибирского государственного университета, 2008 – 92 с.
3. The X-ray characterization of the ultrafine-grained Cu processed by different methods of severe plastic deformation / I.V. Alexandrov, K. Zhang,

A.R. Kilmametov and et. // *Mater. Sci. Eng.* – 1997. – A. 234–236. – PP. 331–334.

4. Рентгеновская диагностика наносистем / И.И. Тимофеев, А.И. Быкова, Л.А. Клочков, М.А. Васильковская // *Нанотехнологии: наука и производство*. – 2009. – 2(3). – С. 77–87.

5. Хвойка И. Цветные металлы и их сплавы: пер. с чеш. – М.: Металлургия, 1973 – 102 с.

6. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. – М.: Логос, 2000. – 271 с.

7. Бородин М.М., Спиктор Э.Н. Рентгенографический анализ текстуры металлов и сплавов. – М.: Металлургия, 1981. – 272 с.

8. Миркин Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. – М.: Физматгиз, 1961. – 863 с.

9. Microhardness evolution and mechanical characteristics of commercial purity titanium processed by high-pressure torsion / M. Shirooyeh, J. Xu, T.G. Langdon // *Materials Science and Engineering A*. – 2014. – Vol. 614. – PP. 223–231.

10. Андриевский Р.А. Основные проблемы наноструктурного материаловедения // *Нанотехнологии: наука и производство*. – 2009. – 2(3). – С. 3–6.

11. Беккерт М.Н. Справочник по металлографическому тралению: пер. с англ. – М.: Металлургия, 1979 – 340 с.

12. Титановые сплавы. Металлография титановых сплавов / Е.А. Борисова, Г.А. Бочвар, М.Я. Брун – М.: Металлургия, 1980 – 464 с.

13. Deformation mechanisms in nanocrystalline metals: Insights from in-situ diffraction and crystal plasticity modelling / S. Van Petegem, L. Li, P.M. Anderson, H. Van Swygenhoven // *Thin Solid Films*. – 2013. – Vol. 530. – PP. 20–24.

APPLICATION OF X-RAY ANALYSIS FOR VT1-0 SUBMICROCRYSTALLINE COMMERCIALY PURE TITANIUM RESEARCH

A. Lazar, A. Symonova

Kremenchuk Mykhailo Ostrohradskyi National University

vul. Pershotravneva, 20, Kremenchuk, 39600, Ukraine. E-mail: NSymonova@gmail.com

Purpose. The study of the structural changes in various parameters such as the size of the grains-crystallites micro distortions crystal lattice, et al. in pure metals obtained by method of intensive plastic deformation, using X-ray analysis is the aim of this article. **Methodology.** We used as a research object commercially pure titanium. Titanium with sub microcrystalline structure has been obtained by overall forging. We have used X-ray microanalysis system research brand Quantax, Bruker AXS, diffract meter D8 Advance X-ray type, a Bruker AXS and scanning electron microscope Hitachi S-4800. The program of *New Profile* has been used for the processing of the experimental data obtained in the form of interference lines. **Results.** Features of the X-ray of commercially pure titanium with different types of crystal lattice have been installed. Basic characteristics of X-ray peaks of titanium VT1-0 obtained by overall forging have been identified. Profile form mostly described by Lorentz function (~ 90-95%) and integrated physical width of the peak profile greater corresponds value than for coarse sample of about 1.2-1.5 times. The magnitude of the elastic lattice micro distortions has been higher in the sample with sub microcrystalline structure, obtained intensive plastic deformation. Numerical analysis of the grain-size of the crystallites have showed that for coarse sample size of the coherent scattering of 1 - 1,5 μ m and the size of the coherent scattering sample with sub micro crystalline structure - 150 - 200nm. At the same time micro structural analysis has revealed that sample initial to intensive plastic deformation has a lamellar structure with an average grain size of 1.5 - 2 μ m, the average grain size of the titanium structure obtained by an overall forging is 250 \pm 50 nm. **Originality.** Studies of the effect of severe plastic deformation on the structure of commercially pure titanium have been carried on. The possible reasons leading to the detected differences in grain size, a certain X-ray and electron microscopic methods have been identified. **Practical value.** The studies allow analyzing the changes that occur in the metal structure. These changes affect the physical, mechanical and performance properties of metals. We can predict the life cycle of products which are made of metal sub microcrystal. References 14, tables 2, figures 9.

Key words: sub microcrystalline, titanium, X-ray diffraction, analysis, microstrain, size, grain-crystals.

REFERENCES

1. Valiev, R.Z. (2004) "Nanostructuring of Metals by Several Plastic Deformation for Advanced Properties", *Nature Materials*, vol. 3, pp. 511–516.
2. Tsybul'ya, S.V., Cherepanov, S.V. (2008), *Vedenie v strukturnyy analiz nanokristallov* [Introduction to the structural analysis of nanocrystals], Izdatelstvo Novosibirskogo gosudarstvennogo universiteta, Novosibirsk, Russia.
3. Alexandrov, I.V., Zhang, K., Kilmametov, A.R. and et. (1997) "The X-ray characterization of the ultrafine-grained Cu processed by different methods of severe plastic deformation", *Mater. Sci. Eng., A*. 234–236, pp. 331–334.
4. Timofeev, I.I., Byikova, A.I., Klochkov, L.A., Vasilkovskaya, M.A. (2009), *Rentgenovskaya diagnostika nanosistem* [X-ray diagnostics of nanosystems], *Nanotekhnologii: nauka i proizvodstvo* [Nanotechnology: Science and Production], no. 2(3), pp. 77–87.
5. Hvoyka, I. (1973), *Tsvetnyie metally i ih splavy* [Non-ferrous metals and their alloys], Metallurgiya, Moscow, Russia.
6. Valiev, R.Z., Aleksandrov, I.V. (2000), *Nanostrukturnyie materialy, poluchennyye intensivnoy plasticheskoy deformatsiyey* [Nanostructured materials produced by severe plastic deformation], Logos, Moscow, Russia.
7. Borodkina, M.M., Spiktor, E.N. (1981), *Rentgenograficheskiy analiz tekstury metallov i splavov* [Radiographic analysis of the texture of metals and alloys], Metallurgiya, Moscow, Russia.
8. Mirkin, L.I. (1961), *Spravochnik po rentgenostrukturnomu analizu polikristallov* [Handbook of X-ray analysis of polycrystalline], Fizmatgiz, Moscow, Russia.
9. Shirooyeh, M., Xu, J., Langdon, T.G. (2014) "Microhardness evolution and mechanical characteristics of commercial purity titanium processed by high-pressure torsion", *Materials Science and Engineering A*, vol. 614. – pp. 223–231.
10. Andrievskiy, R.A. (2009), *Osnovnyie problemy nanostrukturnogo materialovedeniya* [The main problems of nanostructured materials science], *Nanotekhnologii: nauka i proizvodstvo* [Nanotechnology: Science and Production], no. 2(3), pp. 3–6.
11. Bekkert, M.N. (1979), *Spravochnik po metallograficheskomu traleniyu* [Handbook of metallographic trawling], Metallurgiya, Moscow, Russia.
12. Borisova, E.A., Bochvar, G.A., Brun, M.Ya. (1980), *Titanovyye splavy. Metallografiya titanovyih splavov* [Titanium alloys. Metallography titanium alloys], Metallurgiya, Moscow, Russia.
13. Van Petegem, S., Li, L., Anderson, P.M., Van Swygenhoven, H. (2013) "Deformation mechanisms in nanocrystalline metals: Insights from in-situ diffraction and crystal plasticity modelling", *Thin Solid Films*, vol. 530, pp. 20–24.

Стаття надійшла 14.10.2016.