

# ИССЛЕДОВАНИЕ СТРОЕНИЯ ПОРОШКОВОГО СПЛАВА Ti-40 Nb, ПОЛУЧЕННОГО МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИЕЙ\*

*Ж.Г. КОВАЛЕВСКАЯ<sup>1,2</sup>, канд. техн. наук, доцент,  
ведущий инженер*

*Ю.П. ШАРКЕЕВ<sup>2,1</sup>, доктор физ.-мат. наук,  
заведующий лабораторией, профессор*

*М.А. КОРЧАГИН<sup>3,4</sup>, доктор техн. наук, профессор,  
ведущий научный сотрудник*

*М.А. ХИМИЧ<sup>4,2</sup>, аспирант, инженер*

*Е.А. ИБРАГИМОВ<sup>5</sup>, старший преподаватель*

*А.А. САПРЫКИН<sup>5</sup>, канд. техн. наук,  
заведующий кафедрой*

*В.А. БАТАЕВ<sup>6</sup>, доктор техн. наук, профессор*

*(<sup>1</sup>НИ ТПУ, г. Томск,*

*<sup>2</sup>ИФПМ СО РАН, г. Томск,*

*<sup>3</sup>ИХТТМ СО РАН, г. Новосибирск,*

*<sup>4</sup>НИ ТГУ, г. Томск,*

*<sup>5</sup>ЮТИ ТПУ, г. Юрга,*

*<sup>6</sup>НГТУ, г. Новосибирск)*

Поступила 5 сентября 2016

Рецензирование 21 сентября 2016

Принята к печати 17 октября 2016

**Ковалевская Ж.Г.** – 634055, г. Томск, пр. Академический, 2/4,  
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,  
e-mail: zhanna\_kovalevskaya@mail.ru

В планетарной шаровой мельнице АГО-2С в защитной атмосфере аргона из смеси порошков в массовом соотношении 60 % Ti и 40 % Nb получен порошковый сплав Ti-Nb. В интервале времени активации от 3 до 20 мин преобладает процесс агломерации частиц до среднего значения 66 мкм. Форма частиц меняется с чешуек на окатыши. При времени активации 25 мин происходит уравнивание процессов агломерации и разрушения получаемых частиц, что приводит к снижению их среднего размера в два раза. С ростом времени активации в сплаве увеличивается доля общего твердого раствора компонентов Ti и Nb. При времени активации 20 мин рентгеноструктурно идентифицируется однофазный  $\beta$ -сплав. Таким образом, оптимальный для селективного лазерного сплавления гранулометрический и фазовый состав достигается при времени обработки 25 мин. Технологические ограничения по времени работы планетарной мельницы требуют дальнейшего поиска параметров механической активации.

**Ключевые слова:** титан, ниобий, смесь порошков, механическая активация, интенсивная пластическая деформация, агломерация, фазовый состав, сплав Ti-40 Nb.

DOI: 10.17212/1994-6309-2016-4-34-42

\* Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №15-19-00191).

## Введение

В аддитивной технологии, в том числе селективного лазерного спекания (СЛС), нашли применение порошки металлических сплавов, получаемые различными способами [1–3]. Обычно для изготовления порошка используется метод газовой атомизации [1]. Этим способом получают частицы, соответствующие требованиям СЛС-технологии – сферической формы с варьируемым гранулометрическим составом от 5 до 70 мкм. Сложность технологического процесса, большой парк необходимого оснащения и дороговизна оборудования ограничивают возможность использования данного метода.

Альтернативным методом получения порошка является механическая активация, или иначе механическое легирование [2–3]. Данный метод обеспечивает смешивание компонентов сплава, их взаимную диффузию и растворение, что в конечном итоге приводит к формированию сплава с фазовым составом, соответствующим аналогу, полученному металлургической плавкой [4, 5]. Получаемый материал может иметь широкий гранулометрический состав и форму частиц, близкую к сферической.

Обычно механическую активацию проводят в планетарных шаровых мельницах различных конструкций. Завершенность процесса определяется в первую очередь временем смешивания. Из литературных источников [6–10] известно, что при получении композитных порошков на основе Ti, в том числе системы Ti-Nb, время смешивания составляет от 20 до 40 часов. При использовании планетарной мельницы АГО-2С время смешивания можно сократить до нескольких десятков минут [11–16]. Тем самым затраты на производство порошка значительно снижаются.

Авторы статьи в ранее опубликованной работе показали [17], что при механической активации смеси порошков титана и ниобия в соотношении Ti – 40 мас. % Nb в планетарной мельнице АГО-2С на воздухе получается порошок двухкомпонентного сплава Ti-Nb. Вместо исходных фаз  $\alpha$ -Ti и  $\beta$ -Nb формируется твердый раствор Ti и Nb –  $\beta$ -TiNb. С увеличением времени активации от 10 до 20 мин доля  $\beta$ -фазы возрастает. Однако полного фазового превращения не происходит. В получаемом порошке рентгенографически идентифицируется также  $\alpha$ -фаза, характерная для Ti.

В данной работе продолжено исследование процесса механической активации порошков Ti и Nb в планетарной мельнице АГО-2С с целью получения однофазного  $\beta$ -сплава для СЛС.

## Материал и методика исследования

В эксперименте смешивались порошки технически чистого титана марки ПТМ и ниобия марки НПБ-а в массовом соотношении 60 % Ti и 40 % Nb [17].

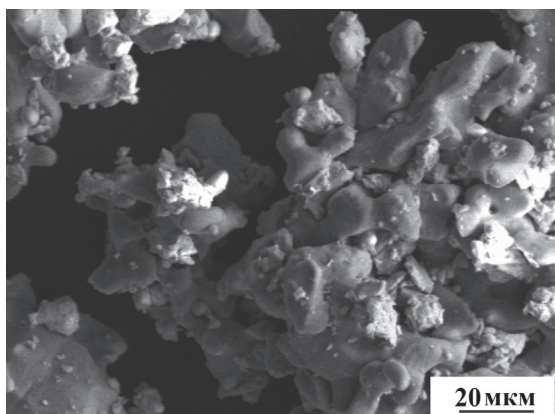
Механическая активация порошков проводилась в Институте химии твердого тела и механохимии СО РАН. Для этого использовалась планетарная мельница АГО-2С [11]. Активация осуществлялась в атмосфере аргона при центробежном ускорении мелющих тел  $400 \text{ м/с}^2$  с продолжительностью от 3 до 25 мин. В роли агента, контролирующего процесс (АКП), в смесь порошков добавлялся этиловый спирт. Для проведения сравнительного анализа использовалась смесь порошков Ti и Nb, полученная при ручном растирании в ступке в течение 3 мин.

Исследования порошков проводились на растровом электронном микроскопе (РЭМ) LEO EVO 50 (Zeiss, Германия), оснащенном энергодисперсионным микроанализатором (ЭДМА). Рентгеноструктурный анализ (РСА) – на рентгеновском дифрактометре ДРОН-4 (Буревестник, Россия) в монохроматическом  $\text{CoK}_\alpha$ -излучении по схеме Брегга–Брентано. Исследования проводились в ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН (г. Томск), ЦКП «Лаборатория электронной микроскопии» НГТУ (г. Новосибирск) и ИХТТМ СО РАН (г. Новосибирск).

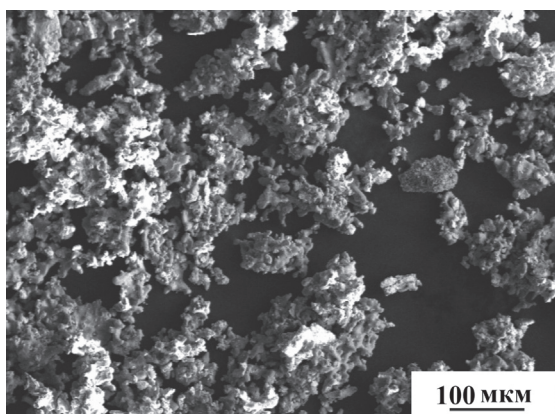
## Результаты эксперимента

При ручном растирании в ступке порошки Ti и Nb успешно смешиваются. Мелкие (2...8 мкм) частицы Nb осколочной формы закрепляются в неровностях поверхности более крупных (до 20 мкм) губчатых частиц Ti (рис. 1, а). Образовавшаяся смесь агломерирует в крупные рыхлые фрагменты размером до 300 мкм (рис. 1, б).

Следовательно, при ручном перемешивании частицы Nb оказываются зажатыми внутри образовавшихся фрагментов или осаждаются на их внешней поверхности. Образовавшиеся связи между частицами Ti и Nb могут быть резуль-



а



б

Рис. 1. РЭМ-изображение смеси порошка Ti и Nb после растирания в ступке

татом механического зацепления, а также действия сил Ван-дер-Ваальса.

Как показал ЭДМА, разброс значений концентрации Nb на поверхности сформировавшихся фрагментов меняется от 2 до 96 %. По результатам картирования соотношение компонентов Ti и Nb составляет 70 и 30 % соответственно. При общем содержании ниобия 40 % можно предположить, что внутри фрагментов доля частиц Nb больше, чем на их поверхности.

При этом в образовавшейся смеси порошков взаимодействия компонентов не произошло. На дифрактограмме идентифицируются пики двух фаз  $\alpha$ -Ti и  $\beta$ -Nb (рис. 2).

В процессе механической активации порошки Ti и Nb взаимодействуют между собой, формируя агломераты, размер и форма которых зависит от времени обработки (рис. 3 и 4).

После трех минут механической активации формируются частицы с размером в интервале от 10 до 100 мкм и средним значением 67 мкм (рис. 4, а). Большинство частиц имеют чешуйча-

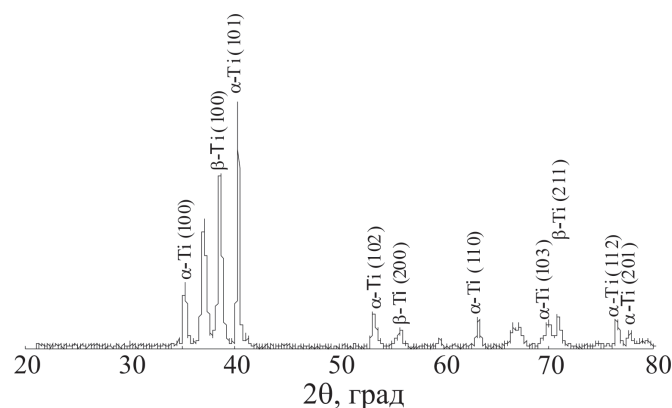


Рис. 2. Дифрактограмма смеси порошка Ti и Nb после растирания в ступке

тое строение (рис. 3, а). С увеличением времени обработки до 5 мин форма получаемых частиц не меняется (рис. 3, б). Средний размер частиц снижается до 45 мкм. Увеличивается доля частиц мелкой фракции – менее 30 мкм (рис. 4, б). При 10 мин обработки наряду с чешуйчатыми частицами наблюдаются частицы-агломераты, близкие к равноосной форме в виде окатышей (рис. 3, в). При этом средний размер частиц не меняется и составляет 41 мкм (рис. 4, в).

Дальнейшее увеличение времени до 15 мин характеризуется усилением тенденции к окатыванию частиц (рис. 3, г). Средний размер частиц увеличивается до 55 мкм в первую очередь за счет образования агломератов с размерами 80...100 мкм (рис. 4, г). Начинает проявляться эффект налипания порошкового материала к стенкам барабана. Для очистки барабанов вводилась дополнительная порция АКП с дополнительным перемешиванием в течение 30 с. Это приводило к очистке барабанов и полному выходу активированного порошка.

Активация в течение 20 мин также сопровождается эффектом налипания порошка и требует операции очистки. При этом получаемые частицы-агломераты увеличиваются до среднего размера 67 мкм (рис. 3, д и 4, д). Доля крупных частиц с размером от 80 до 110 мкм возрастает. При времени активации 25 мин получаемые частицы значительно измельчаются (рис. 3, е). Их средний размер уменьшается до 28 мкм (рис. 4, е). Размер основной части частиц составляет 5...40 мкм. При этом большинство частиц имеют форму окатышей.

Результаты ЭДМА показали, что с увеличением времени обработки сужается интервал разброса концентрации компонентов на поверх-



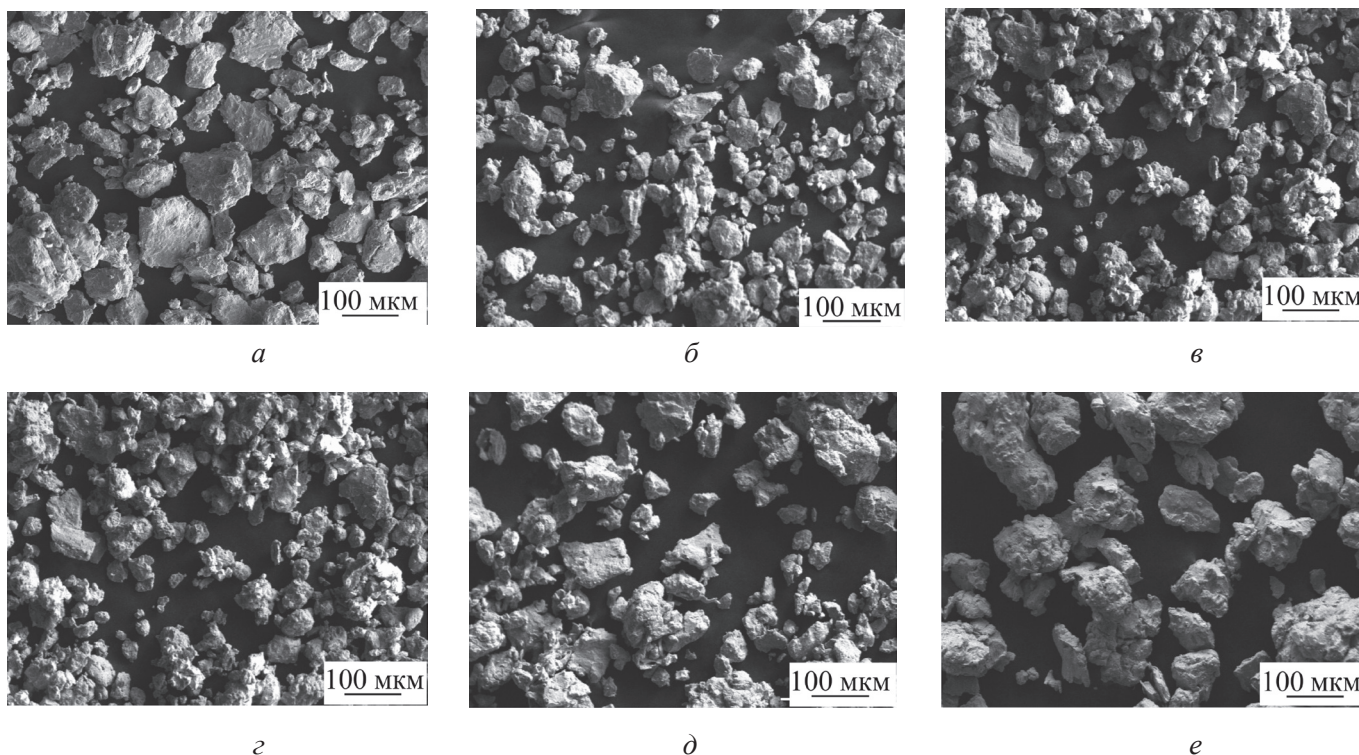


Рис. 3. РЭМ-изображение порошка после механоактивации:  
 а – в течение 3 мин; б – 5 мин; в – 10 мин; з – 15 мин; д – 20 мин; е – 25 мин

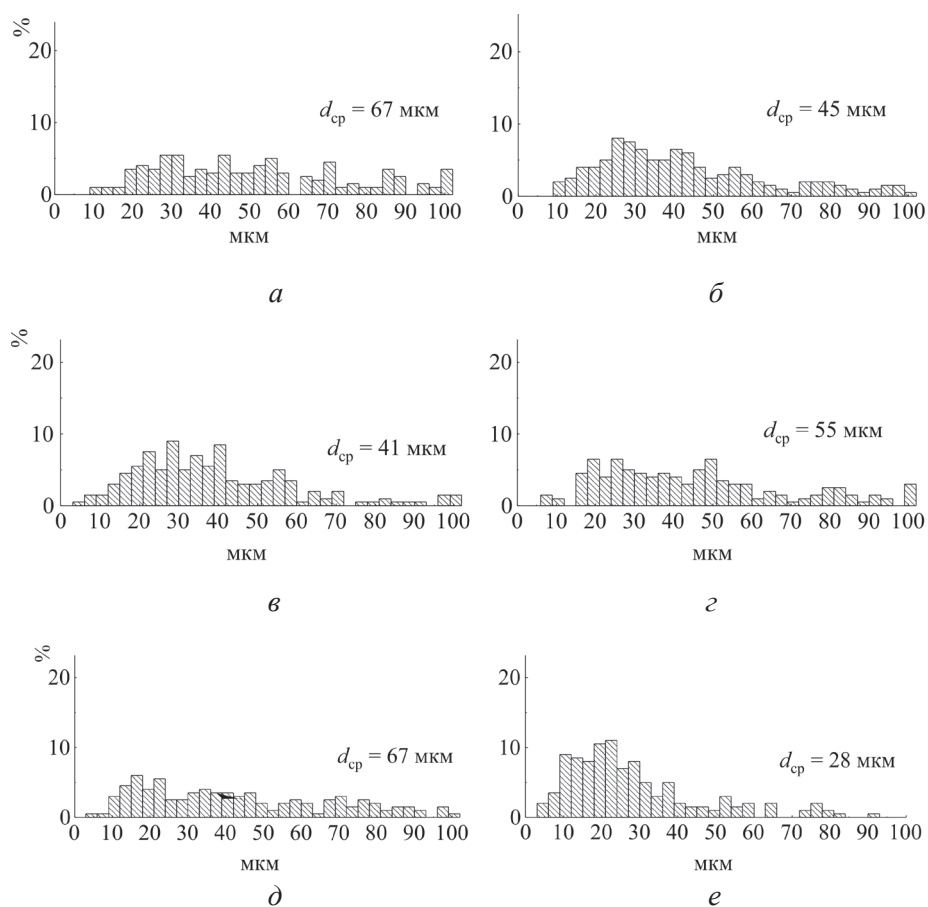


Рис. 4. Гистограммы распределения по размерам частиц порошка, полученного механической активацией:

а – в течение 3 мин; б – 5 мин; в – 10 мин; з – 15 мин; д – 20 мин; е – 25 мин

ности частиц-агломератов. При времени обработки 5 мин разброс значений концентрации Nb составляет 23...35 %. При времени обработки 20 мин – 32...40 %. Следовательно, с увеличением времени обработки взаимная растворимость компонентов друг в друге увеличивается. Это подтверждают результаты картирования. При времени активации 5 мин среднее количество Nb на поверхности частиц составляет 33 % и при увеличении времени активации до 20 мин возрастает до 37 %. Время обработки 25 мин дает тот же результат.

Механическая активация приводит к изменению фазового состава сплава. На дифрактограммах порошков-агломератов максимальная интенсивность характерна для пиков  $\beta$ -TiNb (рис. 5). Пики  $\alpha$ -Ti присутствуют на дифрактограммах порошка, обработанного в интервале времени до 15 мин. С увеличением времени обработки их интенсивность снижается. На дифрактограмме порошка, обработанного в течение 20 мин, пики  $\alpha$ -Ti исчезают. Таким образом, в порошке, механически активированном в течение 20 мин, рентгеноструктурно идентифицируется только одна фаза – твердый раствор Ti и Nb –  $\beta$ -TiNb (рис. 5).

При механической активации порошка наблюдается уширение пиков основной  $\beta$ -фазы, что свидетельствует об увеличении количества дефектов кристаллического строения и формировании внутренних напряжений. Подобные структурные превращения характерны для процессов, сопровождающихся

интенсивной пластической деформацией, к которым и относится механическая активация [3].

## Обсуждение результатов

Анализ РЭМ-изображений и гранулометрических данных получаемых порошков показал, что форма и размер исходных частиц порошка Ti и Nb способствуют их смешиванию даже при ручном растирании в ступке. Более мелкие осколочные частицы Nb проникают в полости и углубления губчатых частиц Ti, равномерно распределяясь по их поверхности и внутри агломерированных фрагментов. Отсутствие сегрегации порошков двух исходных металлов обеспечивает их быстрое успешное взаимодействие и диффузию при последующей механической активации.

Механическая активация в течение 3 и 5 мин создает условия для формирования агломератов чешуйчатой формы. При этом средний размер частиц несколько снижается, скорее всего, за счет «доллома» исходных агломерированных фрагментов. Увеличение времени активации в интервале от 10 до 20 мин приводит к формированию в получаемом порошке частиц-окатышей равноосной формы большего размера. В этом же временном интервале снижается выход порошка, что требует введения АКП для очистки барабана. Самые значительные изменения в форме и в размере получаемого порошка связаны с временем активации 25 мин. Порошок значительно измельчается, снижается разброс гранулометрического состава. Так, при изменении времени активации с 20 на 25 мин средний размер частиц уменьшается более чем в два раза – с 66 до 28 мкм.

При механической активации порошка на воздухе, описанной в работе [17], наблюдалась та же зависимость изменения формы и размера активированных частиц с той лишь разницей, что указанные превращения происходили при меньшем времени активации и получаемые частицы порошка во всем временном интервале обработки имели меньший размер. При активации на воздухе частицы приобретали средний размер 33 мкм при времени обработки 10 мин, а при 20 мин их размер снижался до 18 мкм. Как показали дальнейшие исследования, увеличение времени обработки до 30 мин приводило к ста-

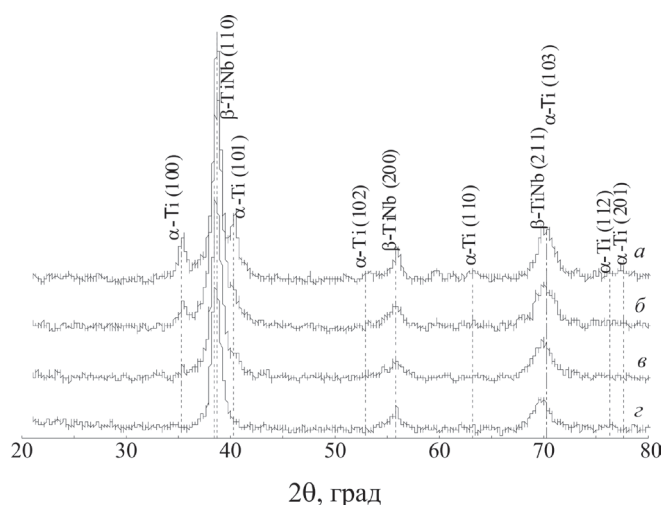


Рис. 5. Дифрактограммы порошка, полученного механической активацией:

а – в течение 5 мин; б – 10 мин; в – 15 мин; г – 20 мин

билизации среднего размера частиц, который составлял 15 мкм.

Значительно больший размер частиц порошка, получаемого при обработке в защитной атмосфере, обусловлен изменением условий взаимодействия металлов при активации без доступа воздуха. С этим же связано увеличение времени обработки при получении порошка мелкой фракции.

Как известно, в основе процесса легирования в шаровой мельнице лежит механизм холодной сварки в условиях интенсивной пластической деформации. Механическая активация обеспечивает смешивание материала компонентов и формирование сильно дефектных структурных состояний с высокими значениями кривизны кристаллической решетки [14]. Это, в свою очередь, способствует значительному увеличению запасенной энергии деформации и создает условия для аномального массопереноса атомов компонентов в кристаллическую решетку друг друга и формирования общего твердого раствора [15].

Порошок сплава образуется за счет соединения все большего числа деформированных фрагментов частиц исходных компонентов (в нашем случае Ti и Nb), а степень пластической деформации до момента разрушения агломератов определяется условиями протекания процесса деформации. При механической активации в шаровой мельнице в защитной атмосфере аргона создаются условия пластической деформации, сопровождающейся релаксационными процессами диффузионного типа [14, 15]. Процесс агломерации начинает преобладать над процессом разрушения. Как следствие, с увеличением времени обработки увеличивается средний размер получившихся частиц порошка и наблюдается процесс налипания порошкового материала к стенкам барабана. При времени активации 25 мин происходит уравнивание процесса агломерации и разрушения, что приводит к снижению среднего размера получаемых частиц.

Условия получения легированного порошка меняются при механической активации с доступом воздуха. Примесные атомы, внедряющиеся в твердый раствор из газовой среды, подавляют релаксационные способности материала и уравнивают процесс агломерации и разрушения за меньший отрезок времени [16]. Однако пода-

вление диффузионных процессов ограничивает и процесс формирования сплава, что подтверждается в работе [17]. Формирования однофазного сплава Ti-Nb не происходит.

В случае механической активации в защитной среде при времени обработки 20 мин в порошке рентгеноструктурно идентифицируется одна фаза – твердый раствор  $\beta$ -TiNb. Таким образом, из порошка двух отдельных компонентов формируется однофазный порошковый  $\beta$ -сплав.

Для использования порошка в СЛС-технологии форма частиц должна быть близкой к сферической с размером от 10 до 50 мкм [18]. Всем перечисленным требованиям соответствует порошковый сплав, полученный при времени активации 25 мин. Однако использование данного времени работы шаровой мельницы является нерациональным: снижается выход готового продукта, увеличивается вероятность повреждения деталей корпуса мельницы. Для оптимизации производства порошкового сплава требуется снижение времени активации до 15 мин.

## Выводы

С помощью механической активации порошков Ti и Nb в планетарной мельнице АГО-2С в защитной атмосфере аргона получен порошковый сплав Ti40Nb. Для получения однофазного состояния  $\beta$ -сплава требуется 20 мин времени обработки. В то же время оптимальный для селективного лазерного сплавления гранулометрический состав порошка (10...50 мкм) достигается при времени обработки 25 мин. Технологические ограничения по времени работы планетарной мельницы не более 15 мин требуют дальнейшей оптимизации параметров механической активации и дальнейших исследований.

## Список литературы

1. Зленко М.А., Попович А.А., Мутылина И.Н. Аддитивные технологии в машиностроении. – СПб.: Изд-во политехн. ун-та, 2013. – 222 с.
2. Saprykin A.A., Ibragimov E.A., Yakovlev V.I. Influence of mechanical activation of powder on SLS process // Applied Mechanics and Materials. – 2014. – Vol. 682. – P. 143–147. – doi: 10.4028/www.scientific.net/AMM.682.143.
3. Mechanical alloying of  $\beta$ -type Ti-Nb for biomedical applications / K. Zhuravleva, S. Scudino, M.S. Khoshkhoo, A. Gebert, M. Calin, L. Schultz.



- Advanced Engineering Materials. – 2013. – Vol. 15, no. 4. – P. 262–268. – doi: 10.1002/adem.201200117.
4. *Suryanarayana C.* Mechanical alloying and milling // Progress in materials science. – 2001. – Vol. 46, iss. 1–2. – P. 1–184.
5. Механическое легирование / Ю.В. Кузьмич, И.Т. Колесникова, В.И. Серб, Б.М. Фрейдин. – М: Наука, 2005. – 213 с. – ISBN 5-02-033726-9.
6. *Maweja K., Phasha M., Berg N. van der.* Microstructure and crystal structure of an equimolar Mg-Ti alloy processed by simoloyer high-energy ball mill // Powder technology. – 2010. – Vol. 199, iss. 3. – P. 256–263. – doi: 10.1016/j.powtec.2010.01.014.
7. *Rhosroshahi R.A., Ahmadi N.P., Samadzaden S.* Effect of silicon on nanostructure TiAl( $\gamma$ ) formation kinetic via mechanical alloying method // Journal of Applied Sciences. – 2008. – Vol. 8, iss. 20. – P. 3727–3732.
8. Parametric optimization of Ti-Ni powder mixtures produced by mechanical alloying / F. Neves, F.M. Braz Fernandes, I. Martins, J.B. Correia // Journal of Alloys and Compounds. – 2011. – Vol. 509. – P. 271–274. – doi: 10.1016/j.jallcom.2010.11.036.
9. Structural evaluation of mechanically alloyed Ti-Nb powders / Y.A. Giffoni, E.C.T. Ramos, H.R.Z. Sandim, M.T.T. Pacheco, G. Silva, A.S. Ramos // Materials Science Forum. – 2008. – Vol. 591–593. – P. 141–146. – doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.591-593.141.
10. Preparation of Nb40Ti powders by high-energy milling / Y.A. Giffoni, E.C.T. Ramos, A.S. Ramos, H.R.Z. Sandim, M.T.T. Pacheco, G. Silva // Materials Science Forum. – 2005. – Vol. 498–499. – P. 146–151. – doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.498-499.146.
11. А. с. 975068 (СССР). Планетарная мельница / Е.Г. Аввакумов, А.Р. Поткин, О.И. Самарин. – № 3310409/29-43; опубл. 23.11.82, Бюл. № 43.
12. High temperature synthesis of single-phase  $Ti_3Al$  intermetallic compound in mechanically activated powder mixture / V.Y. Filimonov, M.A. Korchagin, N.Z. Lyakhov, I.A. Ditenberg, A.N. Tyumentsev // Powder Technology. – 2013. – Vol. 235. – P. 606–613. – doi: 10.1016/j.powtec.2012.11.022.
13. Особенности структурно-фазовых переходов в механоактивированной порошковой смеси 3Ti+Al при высокотемпературном синтезе в условиях нагрева высокочастотными электромагнитными полями / В.Ю. Филимонов, А.А. Ситников, М.В. Логинова, А.З. Негодяев, В.И. Яковлев, Д.В. Шрейфер // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2015. – Т. 12, № 1. – С. 16–25.
14. *Денисов К.И., Дитенберг И.А.* Комплексное изучение параметров микроструктуры и свойств порошка Nb в зависимости от интенсивности деформационного воздействия в планетарной шаровой мельнице // Известия вузов. Физика. – 2010. – Т. 53, № 11/3. – С. 46–49.
15. Peculiarities of the formation of high-defect states in mechanocomposites and powders of niobium and aluminum under severe deformation in planetary ball mills / I.A. Ditenberg, A.N. Tyumentsev, K.I. Denisov, M.A. Korchagin // Physical Mesomechanics. – 2013. – Vol. 16, N 1. – P. 84–92.
16. Особенности микроструктуры и упрочнения Nb после механической активации и последующей консолидации кручением под давлением / И.А. Дитенберг, К.И. Денисов, А.Н. Тюменцев, М.А. Корчагин, А.В. Корзников // Известия вузов. Физика. – 2014. – Т. 57, № 7. – С. 68–75.
17. Исследование строения и фазового состава порошков Ti и Nb после механической активации / Ю.П. Шаркеев, Ж.Г. Ковалевская, М.А. Химич, Е.А. Ибрагимов, А.А. Сапрыкин, В.И. Яковлев, В.А. Батаев // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2016. – № 1 (70). – С. 42–51. – doi: 10.17212/1994-6309-2016-1-42-51.
18. *Шишковский И.В.* Лазерный синтез функционально-градиентных мезоструктур и объемных изделий. – М.: Физматлит, 2009. – 421 с. – ISBN 978-5-9221-1122-5.

## OBRAOTKA METALLOV

(METAL WORKING AND MATERIAL SCIENCE)

N 4(73), October – December 2016, Pages 34–42

### Investigation of the structure of Ti-40Nb powder alloy obtained by mechanical activation

**Kovalevskaya Zh.G.**<sup>1, 2</sup>, Ph.D. (Engineering), Associate Professor, principal engineer, e-mail: zhanna\_kovalevskaya@mail.ru

**Sharkeev Yu.P.**<sup>2, 1</sup>, D.Sc. (Physics and Mathematics), Head of Laboratory, Professor, e-mail: sharkeev@ispms.tsc.ru

**Korchagin M.A.**<sup>3, 4</sup> D.Sc. (Engineering), leading researcher, Professor, e-mail: korchag@solid.nsc.ru

**Khimich M.A.**<sup>4, 2</sup>, Ph.D. student, Engineer, e-mail: khimich@ispms.tsc.ru

**Ibragimov E.A.**<sup>5</sup>, Senior Lecturer, e-mail: egor83@lisy.ru

Saprykin A.A.<sup>5</sup>, Ph.D. (Engineering), Head of FM, e-mail: sapraa@tpu.ru

Bataev V.A.<sup>6</sup>, D.Sc. (Engineering) Professor, e-mail: bataev@adm.nstu.ru

<sup>1</sup>National Research Tomsk Polytechnic University, 30 Lenin Avenue, Tomsk, 634050, Russian Federation

<sup>2</sup>Institute of Strength Physics and Materials Science Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, 2/4 pr. Akademicheskii, Tomsk, 634055, Russian Federation

<sup>3</sup>Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, 18 Kutateladze st., Novosibirsk, 630128, Russian Federation

<sup>4</sup>National Research Tomsk State University, 36 Lenin Avenue, Tomsk, 634050, Russian Federation

<sup>5</sup>Yurga Technical Institute of Tomsk Polytechnic University, 26 Leningradskaya st., Yurga, 652055, Russian Federation

<sup>6</sup>Novosibirsk State Technical University, 20 Prospekt K. Marksa, Novosibirsk, 630073, Russian Federation

### Abstract

Powder alloys obtained by mechanical activation are widely used in different fields. One of these fields is additive technology. The resulting material for such purpose should have a size distribution of 10...50  $\mu\text{m}$ , nearly spherical particles shape and phase composition close to the composition of the alloy obtained by melting.

The powder Ti-Nb alloy is consisted of Ti and Nb powders mixture with weight ratio of 60:40 respectively, grind-ed in a planetary ball mill AGO-2C in argon atmosphere. The structure and phase composition of obtained powder alloy are defined by mechanical activation time and the presence of protective gas environment. The size of formed particles increases up to average value of 66  $\mu\text{m}$  at activation time increasing from 3 to 20 minutes and it decreases twice at activation time of 25 minutes. The shape of particles changes from scaly to pellet. The quantity of total solid solution of Ti and Nb components increases in the alloy with increasing the activation time. The  $\beta$ -single phase alloy is identified by x-ray at activation time of 20 minutes. Plastic deformation is accompanied by relaxation processes of diffusion type and occurs during mechanical activation. The process of agglomeration begins to predominate over the process of destruction. As a result, the average size of resulting powder particles increases with increasing the treatment time and sticking of powder material to the vial walls is observed. The balancing of agglomeration and destruction process occurs at activation time of 25 minutes. This leads to the average size of obtained particles decreasing. Significant increment of accumulated strain energy creates conditions for abnormal mass transfer of components atoms into the crystal lattice of each other. Also it creates conditions for the formation of monophase alloy, which consists of a total solid solution of  $\beta$ -TiNb. This solid solution exists in a range of concentrations. It is necessary to investigate ratio of technological parameters of mechanical activation, granulometric and phase composition of resulting powder in case when investigated powder is used in the process of selective laser melting.

### Keywords

titanium, niobium, powder mixture, mechanical activation, severe plastic deformation, agglomeration, phase composition, Ti-40Nb alloy

DOI: 10.17212/1994-6309-2016-4-34-42

### References

1. Zlenko M.A., Popovich A.A., Mutylyna I.N. *Additivnye tekhnologii v mashinostroenii* [Additive technologies in engineering]. St. Petersburg, St. Petersburg Polytechnic University Publ., 2013. 222 p.
2. Saprykin A.A., Ibragimov E.A., Yakovlev V.I. Influence of mechanical activation of powder on SLS process. *Applied Mechanics and Materials*, 2014, vol. 682, pp. 143–147. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMM.682.143
3. Zhuravleva K., Scudino S., Khoshkhoo M.S., Gebert A., Calin M., Schultz L. Mechanical alloying of  $\beta$ -type Ti-Nb for biomedical applications. *Advanced Engineering Materials*, 2013, vol. 15, no. 4, pp. 262–268. doi: 10.1002/adem.201200117
4. Suryanarayana C. Mechanical alloying and milling. *Progress in materials science*, 2001, vol. 46, iss. 1–2, pp. 1–184. doi: 10.1016/S0079-6425(99)00010-9
5. Kuz'mich Yu.V., Kolesnikova I.T., Serba V.I., Freidin B.M. *Mekhanicheskoe legirovanie* [Mechanical alloying]. Moscow, Nauka Publ., 2005. 213 p. ISBN 5-02-033726-9
6. Mawaja K., Phasha M., Berg N. van der. Microstructure and crystal structure of an equimolar Mg-Ti alloy processed by simoloyer high-energy ball mill. *Powder technology*, 2010, vol. 199, iss. 3, pp. 256–263. doi: 10.1016/j.powtec.2010.01.014



7. Rhosroshahi R.A., Ahmadi N.P., Samadzaden S. Effect of silicon on nanostructure TiAl( $\gamma$ ) formation kinetic via mechanical alloying method. *Journal of Applied Sciences*, 2008, vol. 8, iss. 20, pp. 3727–3732.
8. Nevesa F., Fernandes F.M. Braz, Martinsb I., Correiab J.B. Parametric optimization of Ti-Ni powder mixtures produced by mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*, 2011, vol. 509, pp. 271–274. doi: 10.1016/j.jallcom.2010.11.036
9. Giffoni Y.A., Ramos E.C.T., Sandim H.R.Z., Pacheco M.T.T., Silva G., Ramos A.S. Structural evaluation of mechanically alloyed Ti-Nb powders. *Materials Science Forum*, 2008, vol. 591–593. pp. 141–146. doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.591-593.141
10. Giffoni Y.A., Ramos E.C.T., Ramos A.S., Sandim H.R.Z., Pacheco M.T.T., Silva G. Preparation of Nb40Ti powders by high-energy milling. *Materials Science Forum*, 2005, vol. 498–499. pp. 146–151. doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.498-499.146
11. Avvakumov E.G., Potkin A.R., Samarin O.I. *Planetarnaya mel'nitsa* [Planetary ball mill]. Inventor's Certificate USSR, no. 975068, 1982.
12. Filimonov V.Y., Korchagin M.A., Lyakhov N.Z., Ditenberg I.A., Tyumentsev A.N. High temperature synthesis of single-phase  $Ti_3Al$  intermetallic compound in mechanically activated powder mixture. *Powder Technology*, 2013, vol. 235, pp. 606–613. doi: 10.1016/j.powtec.2012.11.022
13. Filimonov V.Yu., Sitnikov A.A., Loginova M.V., Yakovlev V.I., Negodyaev A.Z., Schreifer D.V. Osobennosti struktural'no-fazovykh perekhodov v mekhanooaktivirovannoi poroshkovoii smesi 3Ti+Al pri vysokotemperaturnom sinteze v usloviyakh nagreva vysokochastotnymi elektromagnitnymi pol'yami [Features of the structural phase transition in the mechanically activated powder mixtures 3Ti + Al at high-temperature synthesis under heat of high-frequency electromagnetic fields]. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya – Basic Problems of Material Science*, 2015, vol. 12, no. 1, pp. 16–25.
14. Denisov K.I., Ditenberg I.A. Kompleksnoe izuchenie parametrov mikrostruktury i svoystv poroshka Nb v zavisimosti ot intensivnosti deformatsionnogo vozdeystviya v planetarnoi sharovoi mel'nitse [Complex study of the microstructure parameters and Nb powder properties depending on the intensity of strain effects in a planetary ball mill]. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Fizika – Russian Physics Journal*, 2010, vol. 53, no. 11 (3), pp. 46–49. (In Russian)
15. Ditenberg I.A., Tyumentsev A.N., Denisov K.I., Korchagin M.A. Peculiarities of the formation of high-defect states in mechanocomposites and powders of niobium and aluminum under severe deformation in planetary ball mills. *Physical Mesomechanics*, 2013, vol. 16, no. 1, pp. 84–92. doi: 10.1134/S1029959913010098
16. Ditenberg I.A., Denisov K.I., Tyumentsev A.N., Korchagin M.A., Korznikov A.V. Osobennosti mikrostruktury i uprochneniya Nb posle mekhanicheskoi aktivatsii i posleduyushchei konsolidatsii krucheniem pod davleniem [Microstructural peculiarities and hardening of Nb after mechanical activation and subsequent consolidation by torsion under pressure]. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Fizika – Russian Physics Journal*, 2014, vol. 57, no. 7, pp. 68–75. (In Russian)
17. Sharkeev Yu.P., Kovalevskaya Zh.G., Khimich M.A., Ibragimov E.A., Saprykin A.A., Yakovlev V.I., Baetaev V.A. Issledovanie stroeniya i fazovogo sostava poroshkov Ti i Nb posle mekhanicheskoi aktivatsii [Investigation of the structure and phase composition of Ti and Nb powders after mechanical activation]. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) – Metal Working and Material Science*, 2016, no. 1 (70), pp. 42–51. doi: 10.17212/1994-6309-2016-1-42-51
18. Shishkovskii I.V. *Lazernyi sintez funktsional'no-gradientnykh mezostruktur i ob'emnykh izdelii* [Laser synthesis of functionally graded mesostructures and bulk products]. Moscow, Fizmatlit Publ., 2009. 421 p. ISBN 978-5-9221-1122-5.

## Funding

The investigation was performed by the grant of Russian Scientific Foundation (project No. 15-19-00191).

## Article history

Received 5 September 2016

Revised 21 September 2016

Accepted 17 October 2016