

УДК 539.2 669.295

**ОСОБЕННОСТИ МИКРОСТРУКТУРЫ, ФАЗОВОГО И ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА СПЛАВА  
TI-NB-ZR-TA, ИЗГОТОВЛЕННОГО МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО ПЛАВЛЕНИЯ**

А.П. Волкова, Д. Храпов, И.Ю. Грубова

Научный руководитель: к.ф.-м.н М.А. Сурменева

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: [anastasiavolkova17298@gmail.com](mailto:anastasiavolkova17298@gmail.com)**FEATURES OF MICROSTRUCTURE, PHASE AND ELEMENTAL COMPOSITION OF TI-NB-ZR-  
TA ALLOY PRODUCED BY ELECTRON BEAM MELTING**

A.P. Volkova, D. Khrapov, I.Yu. Grubova

Scientific supervisor: PhD M.A. Surmeneva

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: [anastasiavolkova17298@gmail.com](mailto:anastasiavolkova17298@gmail.com)

**Abstract.** Present work describes the fabrication of a low modulus  $\beta$ -Ti alloy, Ti-35Nb-7Zr-5Ta (TNZT), by electron beam melting (EBM) with optimized laser parameters. The physical and mechanical performance of the as-printed TNZT has been examined and is correlated to the microstructure (phase and elemental composition). The results indicate the titanium alloy exhibited a microstructure consisting of bcc beta phases. The elemental composition corresponds to the mass content of the Ti-35Nb-7Zr-5Ta alloy.

**Введение.** В настоящее время разработка бета титановых сплавов является перспективным направлением исследований в области создания биомедицинских материалов с заданными свойствами. В последние годы большой интерес вызывают сплавы системы Ti-35Nb-7Zr-5Ta (TNZT), благодаря уникальному сочетанию приемлемой прочности и низкого модуля упругости (55 ГПа), что является важным требованием, предъявляемым к конструкциям высоконагруженных имплантатов [1]. Электронно-лучевое плавление (ЭЛП) является одним из самых перспективных методов производства титановых сплавов, позволяющих получать образцы различной структуры и пористости, что приводит к хорошим физико-механическим свойствам. Однако при воздействии электронного луча на образец образуется градиент температур, оказываемый влияние на структуру изготавливаемых сплавов и образование тех или иных фаз. В связи с этим появляется необходимость следить за стабильностью исследуемых образцов. Исходя из этого, целью исследования являлась оценка элементного и фазового состава TNZT.

**Материалы и методы исследования.** Исследуемые образцы TNZT изготавливались из предварительно легированного порошка сферической формы (Tosh SMD Inc. Гроув-Сити, Пенсильвания, США), на установке Argam EBM S12 (Стокгольм, Швеция) методом электронно-лучевого плавления (ЭЛП). При подготовке образцов были заданы следующие параметры печати ЭЛП:  $\delta=100$  мкм,  $T=520-610^\circ\text{C}$ ,  $I=3$  мА,  $v=407$  мм/с,  $h=0,1$  мкм,  $E_A=4,4$  Дж/мм<sup>2</sup>, используемые в работе [2] и показавшие наилучшие физико-механические характеристики изготовленных образцов. Подготовка образцов титанового сплава проводилась на шлифовально-полировальной машине (Saphir 320, АТА, Mammelzen,

Germany). В связи с этим образцы были инкапсулированы в эпоксидную смолу (Technovit EPOX, Heraeus Kulzer, Wehrheim, Germany) для облегчения обращения с ними в процессе шлифовки и полировки. Титановые сплавы подвергались полировке с водяным охлаждением, дисками из карбида кремния зернистостью # 320, 600, 800, 1200 и 2000. Давление притирки составляло 10-20 кПа, а продолжительность варьировалась от 2 до 3 минут на каждом диске. Далее перед обработкой ионным пучком (Quanta 200 3d FEI Company, USA) поверхность образцов механически полировалась до зеркального блеска одним миллилитром суспензии коллоидного кварца col-k (nc) с дисперсностью частиц 0,06 мкм в качестве завершающего этапа полировки.

Исследование морфологии поверхности и структуры сплава проводилось методом энергодисперсионного анализа (ЭДПА) на микроскопе с катодом Шоттки Tescan MIRA 3 LMU (TESCAN ORSAY HOLDING, Brno, Czech Republic). Фазовый состав сплава TNZT оценивали с помощью измерения дифракции рентгеновских лучей (XRD) на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD-7000S, ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ , напряжение = 40 кВ, ток = 30 мА) в диапазоне  $2\theta$  от 10 до 90°, скорость сканирования составляла 10°/мин.

**Результаты.** На рисунке 1 представлены рефлексы, полученные с помощью рентгеновской дифракции.

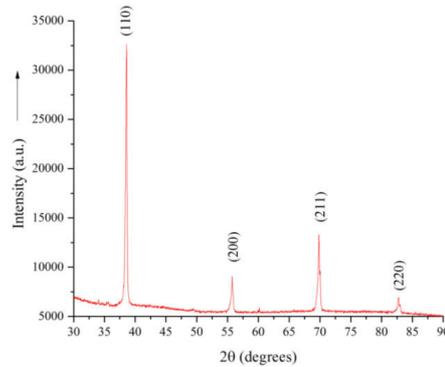


Рис. 1. Результаты РФА сплава TNZT, изготовленного методом ЭЛП

На рисунке 1 представлены рентенограммы сплава TNZT изготовленного методом ЭЛП. Исследуемый сплав имеет четыре основных рентгеновских пика в плоскостях (110), (200), (211) и (220), которые соответствуют  $\beta$  фазе Ti с ОЦК структурой, имеющей следующие параметры решетки:  $a = 3,2958 \text{ \AA}$ .

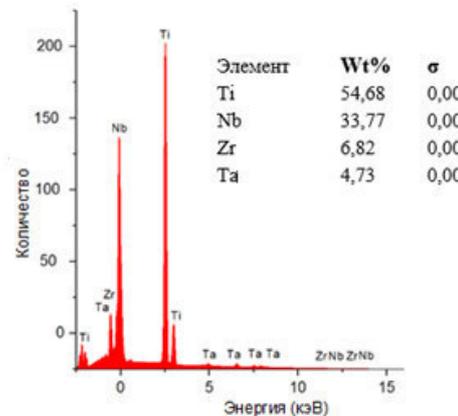
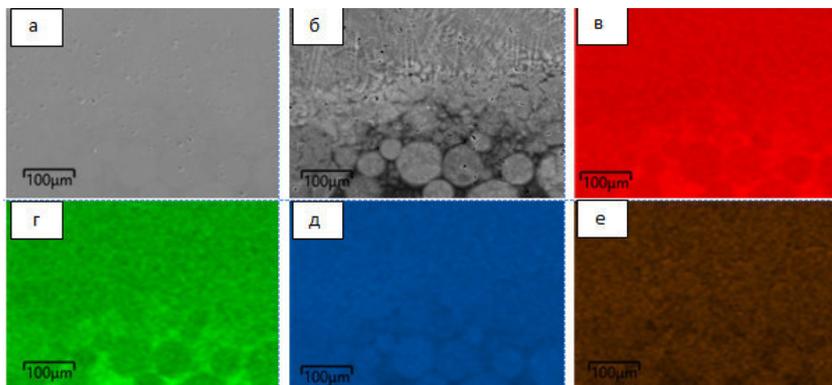


Рис. 2. ЭДПА образца сплава TNZT

Исследование количественного элементного состава образца показало композиционную однородность в соответствии с номинальным составом сплава с массовым % содержанием Ti 54,68 %, Nb 33,77 %, Zr 6,82 % и Ta 4,73 %.



*Рис. 3. СЭМ-изображения SE (а), BSE (б) и картирование легирующих элементов Ti (с), Zr (д), Nb (е) и Ta (ф) для исследуемого образца TNZT*

На рисунке 3 представлены СЭМ изображения с SE и BSE детекторов, а также ЭДРА-картирование Ti, Nb, Zr и Ta для сплава TNZT. Как мы видим, на рисунке (а) и (б) структура образцов достаточно однородна, в сплаве имеется некоторое количество пор размером от 5 до 12 мкм и небольшое количество нерасплавленных частиц порошка (размер 40–70 мкм). Результаты СЭМ/ЭДРА для объемного сплава TNZT (в-е) показали наличие трех областей светло-серая, серая и темно-серая, серая область на СЭМ характеризует матрицу с равномерно распределенными элементами, темно-серые области, обогащенные такими элементами как Zr-Ti, междендритная область, состоящая из большого количества Ti, и светло-серая область дендритов с высокой концентрацией Ta.

**Заключение.** В ходе работы из  $\beta$  – порошков TNZT с помощью метода ЭЛП были получены образцы  $\beta$ -титанового сплава, фазовый и элементный состав которых соответствует Ti-35Nb-7Zr-5Ta. Результаты проведения ЭДРА показали присутствие таких элементов, как Ti, Nb, Zr и Ta с массовым % содержанием Ti 54,68 %, Nb 33,77 %, Zr 6,82 % и Ta 4,73 %, они являются основными компонентами сплава, из которого изготовлены исследуемые образцы, что говорит о том, что метод ЭЛП позволяет получать образцы с составом исходного порошка, не меняет состав. Дифракционные картины рентгеновских лучей показали пики в плоскостях (110), (200), (211) и (220), что говорит об отсутствии нежелательных фаз и соответствует наличию  $\beta$  – фазы ОЦК.

*Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ 20-73-10223. При использовании оборудования Томского регионального центра коллективного пользования ТГУ. Автор выражает благодарность Иванову Е. (Tosoh SMD Inc., USA) за предоставленный порошок TNZT, профессора и кандидата физико-математических наук Коптюга А.В. за изготовление образцов.*

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Taddei E.B. Production of new titanium alloy for orthopedic implants // Materials Science and Engineering –2004. – V. 24(5). – P. 683-687.
2. Surmeneva M. New Ti-35Nb-7Zr-5Ta alloy manufacturing by electron beam melting for medical application followed by high current pulsed electron beam treatment //Metals. – 2021. – V. 11 (7). – P. 1066.