



Ferdowsi University
of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

<https://jmme.um.ac.ir>



Iron & Steel
Society of Iran

Nanopowder Produced from Machining Chips of Ti6Al4V: Effect of Ball-to-Powder Weight Ratio in the Mechanical Alloying Process

Research Article

Seyyed Amirreza Alavizadeh¹, Sevda Teimoorpour², Mehrdad Shahbaz³ , Majid Kavanlouei⁴, Hossein Abdollahi⁵

 10.22067/jmme.2025.95283.1221

Abstract: This study aims to optimize the recycling of Ti6Al4V machining waste by investigating mechanical milling as a novel approach for producing nanopowders. Ti6Al4V chips were subjected to planetary ball milling. The effect of varying the weight ratio of milling balls of two different sizes (14 and 10 mm) on the morphology, crystallite size, and phase composition of the resulting powders, while keeping the total ball weight constant at 25-75, 50-50, and 75-25 ratios, was examined. XRD results revealed that the milled powders contained titanium oxide phases, along with minor iron impurities, and had crystallite sizes of less than 100 nm. Furthermore, the quantitative phase fractions and crystallite sizes of the powders were determined by the Rietveld refinement method. An increased proportion of smaller balls in the milling media resulted in a reduction of crystallite size and an improved particle size distribution. This study highlights the feasibility of producing TiO₂ nanopowders via a cost-effective mechanical milling method while optimizing the controlling parameters, making it suitable for potential applications in industries such as paints and construction.

Keywords: Mechanical Alloying, Nanopowder, Recycling, Chips, Ti6Al4V

1- Introduction

Titanium alloys, especially Ti6Al4V, are widely used in the aerospace, biomedical, and automotive industries due to their excellent strength-to-weight ratio, good formability, and superior corrosion resistance [1]. However, machining these alloys generates a significant amount of waste in the form of chips. Finding an appropriate method for recycling and reusing these chips is of high economic, strategic, and environmental

importance. Among various recycling techniques, mechanical alloying has emerged as an efficient, cost-effective, and scalable method to convert machining chips directly into nanostructured powders [2]. This technique involves repeated cold welding, fracturing, and re-welding powder particles, resulting in the formation of nanocrystalline structures. While several studies have investigated the effects of milling time, speed, and ball size, a systematic examination of the ball-size distribution under a constant total ball weight remains lacking [3, 4]. This study provides a comprehensive analysis of how the size ratio of balls influences the morphology, crystallite size, and chemical composition of Ti6Al4V-derived nanopowders.

2- Experimental Procedure

Ti6Al4V machining chips from medical implant production were used as the starting material. The chips were cleaned by washing with water, immersion in an acetone solution, and ultrasonic treatment in a mixed solution of 2 wt% HCl and 8 wt% H₂ SO₄ for 20 minutes, followed by drying at 60°C for 4 hours. Mechanical milling was performed using a planetary ball mill with a hardened chromium steel vial. The milling conditions are summarized in Table 1.

* Manuscript received September 06, 2025, Revised September 28, 2025, Accepted December 11, 2025.

¹ MSc Graduate in Metallurgical and Materials Engineering, Urmia University, Urmia.

² MSc Graduate in Metallurgical and Materials Engineering, Urmia University, Urmia.

³ Corresponding Author: Associate Professor of Metallurgical and Materials Engineering, Urmia University, Urmia.

Email: m.shahbaz@urmia.ac.ir

⁴ Assistant Professor of Metallurgical and Materials Engineering, Urmia University, Urmia.

⁵ Associate Professor of Polymer Engineering, Faculty of Engineering, Urmia University, Urmia.

Table 1. Milling parameters used in the experimental design

Experiment	Ball-to-Powder Ratio (BPR)	Ball Weight Ratio (B1 14 mm: B2 10mm)
1	20:1	25:75
2	20:1	50:50
3	20:1	75:25

The structural and phase evolution of the powders during milling was analyzed using XRD (Bruker D8-Advanced) with $\text{CuK}\alpha$ radiation. Crystallite size, microstrain, and phase weight fractions were determined by Rietveld refinement using MAUD software and the Williamson-Hall method. Morphology and chemical composition were examined using SEM (Leica Cambridge, Stereoscan S360) and EDS, respectively.

3- Results and Discussion

3-1- Structural and Phase Analysis

The XRD patterns of the powders milled for 10 hours under different ball weight ratios are shown in Fig. 1. All samples exhibited peaks corresponding to the TiO phase, with minor iron impurities. The sample with a 25-75 ratio showed broader peaks with lower intensity, indicating a smaller crystallite size and higher lattice strain [5]. In contrast, the 75-25 sample showed sharper peaks with higher intensity, suggesting a larger crystallite size.

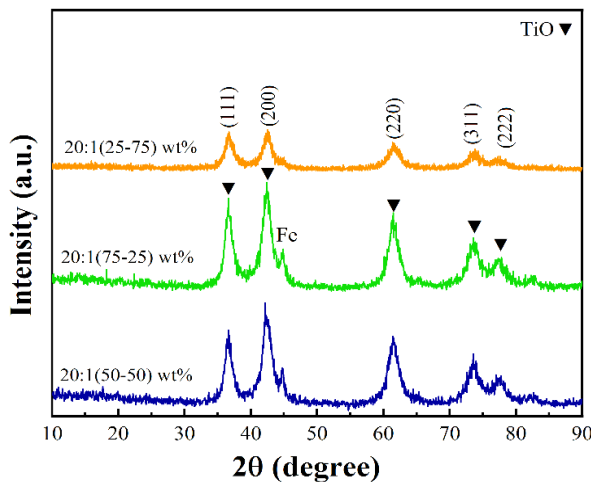


Fig 1. XRD patterns of powders milled with a constant BPR of 20:1 and different ball weight ratios (B1:14mm, B2:10mm)

The lattice strain, crystallite size, and weight percent of TiO_2 and Fe were determined based on Rietveld analysis. These findings were shown in Fig. 2. The smallest crystallite size of 57 nm was observed in the 25-75 sample, which is in agreement with the XRD patterns and the lowest peak intensity. By increasing the ratio of the larger balls (75-25), the crystallite size increased to 61 nm. The results are in total agreement with previous studies on the dependence of the crystallite size on using different balls in milling [6].

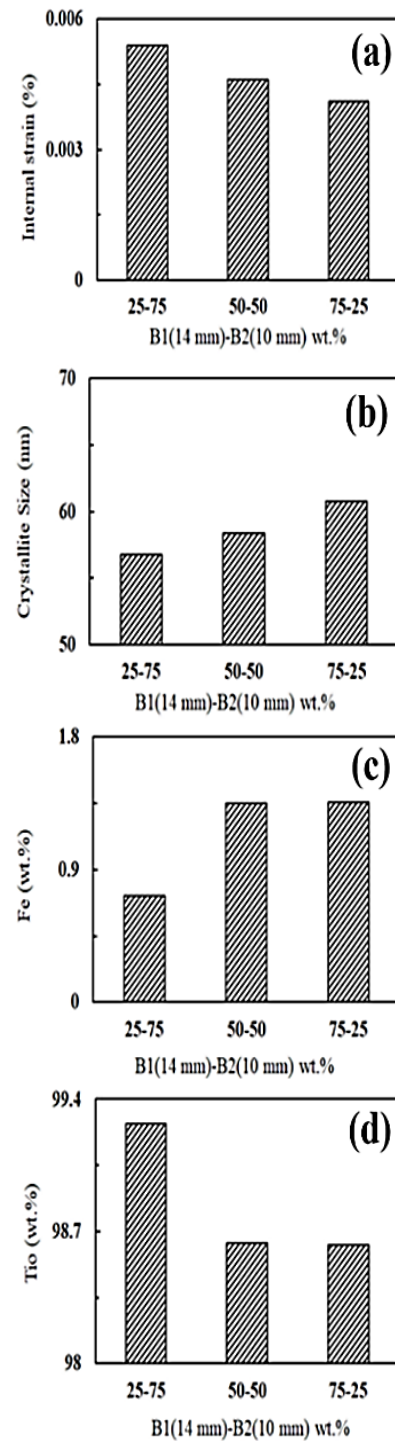


Fig 2. The effects of different ball weight ratios using the Rietveld method on (A): internal strain, (B): crystallite size, (C): Fe weight ratio, and (D): TiO weight ratio

Fig. 3 shows Williamson-Hall graphs of three different weight ratios of the balls. In these graphs, the slope of the line shows the lattice strain, and the y-intercept indicates the crystallite size. As can be seen, the sample 75-25 has the lowest slope and highest y-intercept, which indicates the lowest lattice strain and highest crystallite size among the samples.

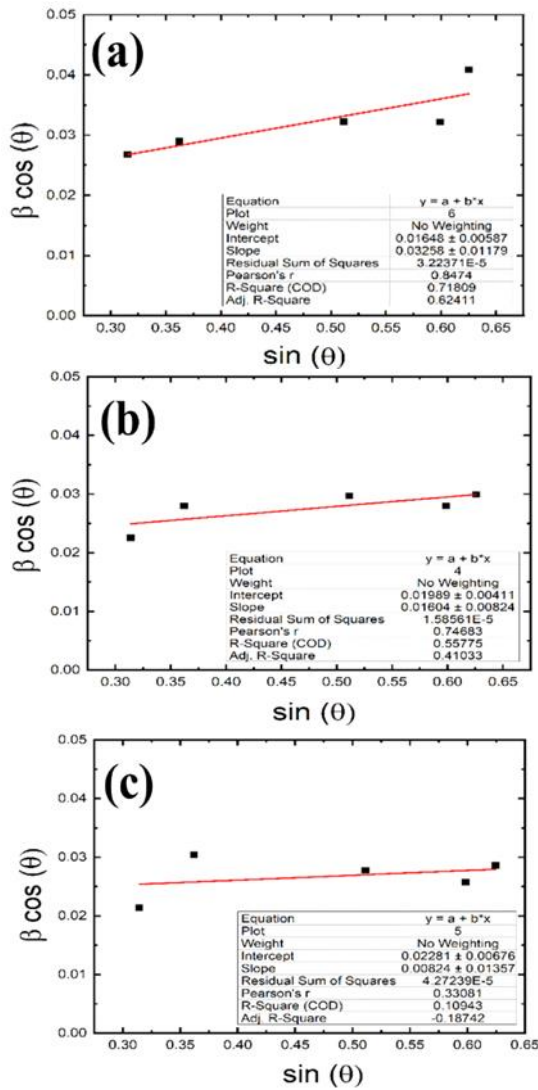


Fig 3. Williamson-Hall graphs of nanopowders. (A): 25-75, (B): 50-50, and (C): 75-25.

3-2- Morphology

SEM images of the milled powders (Fig. 4) revealed spherical and highly agglomerated particles, which are typical in high-energy ball milling. The use of smaller balls resulted in a more uniform particle-size distribution [7].

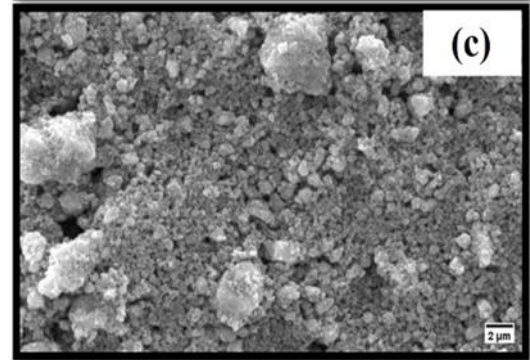
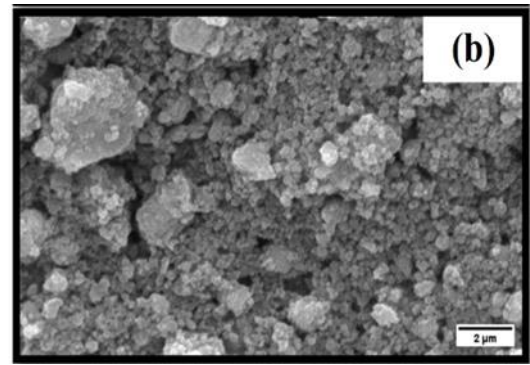
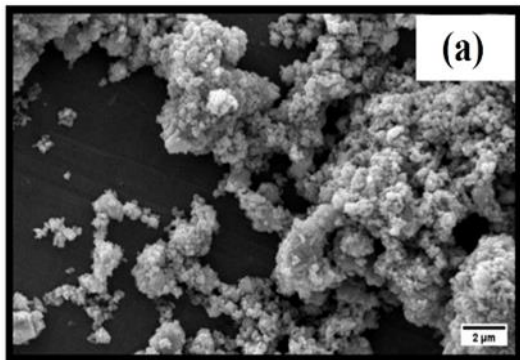


Fig 4. SEM images of milled powders: (a) 25-75, (b) 50-50, (c) 75-25.

4- Conclusion

Nanopowders were successfully produced from Ti6Al4V machining chips via mechanical milling. The ball size ratio significantly influenced the crystallite size, particle distribution, and chemical purity of the powders. A higher proportion of small balls (25-75) resulted in finer crystallites, lower iron contamination, and improved powder purity. This approach offers a sustainable and economical pathway for recycling titanium alloy waste into valuable nanomaterials for industrial applications such as paints and construction.

5- References

- [1] K. Arkusz, K. Pasik, M. Nowak, and M. Jurczyk, "Structural, electrical and corrosion properties of bulk Ti-Cu alloys produced by mechanical alloying and powder metallurgy," *Materials*, vol. 17, no. 7, p. 1473, 2024. <https://doi.org/10.3390/ma17071473>
- [2] E. Teke, E. Alyamaç-Seydibeyoğlu, M. Mocan, and M. Ö. Seydibeyoğlu, "Valorization of waste Ti6Al4V chips for epoxy composite production: a circular economy approach," *Polymer Composites*, vol. 45, no. 16, pp. 14620–14632, 2024. <https://doi.org/10.1002/pc.28787>
- [3] A. Soufiani, M. Enayati, and F. Karimzadeh, "Mechanical alloying behavior of Ti6Al4V residual

- scraps with addition of Al_2O_3 to produce nanostructured powder,” *Materials & Design*, vol. 31, no. 8, pp. 3954–3959, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.03.037>
- [4] T. Dikici and M. Sutcu, “Effects of disc milling parameters on the physical properties and microstructural characteristics of Ti6Al4V powders,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 723, pp. 395–400, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.06.202>
- [5] S. A. Alavizadeh, M. Shahbaz, M. Kavanlouei, and S. S. Kim, “The effect of mechanical milling for enhanced recycling Ti6Al4V powder from machining chips,” *Scientific Reports*, vol. 15, no. 1, p. 444, 2025. <https://doi.org/10.1038/s41598-024-84913-z>
- [6] F. Hirose, T. Iwasaki, and M. Iwata, “Particle impact energy variation with the size and number of particles in a planetary ball mill,” *MATEC Web of Conferences*, vol. 333, p. 02016, 2021. <https://doi.org/10.1051/mateconf/202133302016>
- [7] S. Shamsudin, M. A. Lajis, and Z. W. Zhong, “Solid-state recycling of light metals: A review,” *Advances in Mechanical Engineering*, vol. 8, no. 8, p. 1687814016661921, 2016. <https://doi.org/10.1177/1687814016661921>
-



نانوپودر تولیدی از براده حاصل از ماشین کاری Ti6Al4V: اثر ترکیب درصد وزنی گلوله‌ها در فرایند آلیاژسازی مکانیکی*

مقاله پژوهشی

سیدامیررضا علوی‌زاده^(۱) سودا تیمورپور^(۲) مهرداد شهباز^(۳) مجید کاوانلویی^(۴) حسین عبداللهی^(۵)

doi 10.22067/jmme.2025.95283.1221

چکیده این تحقیق با هدف بهینه‌سازی فرایند بازیافت ضایعات ماشین‌کاری آلیاژ Ti6Al4V، به بررسی عملکرد آسیاب مکانیکی به عنوان روشی نوین در تولید نانوپودر پرداخته است. براده‌های آلیاژ Ti6Al4V با کمک آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای پودر شدند. در این تحقیق تأثیر ترکیب درصد وزنی گلوله‌ها با دو اندازه مختلف ۱۴mm و ۱۰mm، در حالی که مجموع وزن کل گلوله‌ها ثابت است با درصد وزنی ۲۵ - ۷۵، ۵۰ - ۵۰ و ۷۵ - ۲۵، بر مورفولوژی، اندازه کریستالیت و ترکیب فازی پودر تولیدی مورد بررسی قرار گرفت. پودر تولید شده با استفاده از آنالیز پراش اشعه ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی و طیف‌سنجی انرژی پراش اشعه ایکس ارزیابی شد. نتایج پراش اشعه ایکس نشان داد که پودر حاصل از آسیاب کاری حاوی فاز اکسید تیتانیوم به همراه ناخالصی جزئی آهن است و اندازه کریستالیت در محدوده زیر ۱۰۰ nm می‌باشد. همچنین درصد فازها و اندازه کریستالیت در ترکیب پودر تولید شده با استفاده از روش ریتولد مشخصه‌یابی شد. افزایش درصد وزنی گلوله‌های ریز در ترکیب موجب کاهش اندازه کریستالیت و بهبود توزیع اندازه ذرات پودر گردید. آنالیز طیف‌سنجی انرژی پراش اشعه ایکس نشان داد که پارامترهای تغییر داده شده روی خلوص پودر تولیدی اثرگذار هستند به نحوی که در نمونه با نسبت ۷۵ - ۲۵ میزان تیتانیوم ۶۹/۹ درصد وزنی است. این مطالعه نشان می‌دهد که امکان تولید نانوپودر TiO₂ با استفاده از روش اقتصادی آسیاب‌کاری مکانیکی و همچنین بهینه کردن عوامل مؤثر بر آن فراهم است که در کاربردهای مختلف نظیر صنعت رنگ و ساختمان قابل استفاده است.

واژه‌های کلیدی آلیاژسازی مکانیکی، نانوپودر، بازیافت، براده، Ti6Al4V.

Nanopowder Produced from Machining Chips of Ti6Al4V: Effect of Ball-to-Powder Weight Ratio in the Mechanical Alloying Process

Seyyed Amirreza Alavizadeh Sevda Teimoorpour Mehrdad Shahbaz Majid Kavanlouei Hossein Abdollahi

Abstract This study aims to optimize the recycling process of Ti6Al4V machining waste by investigating mechanical milling as a novel approach for producing nanopowders. The Ti6Al4V chips were subjected to planetary ball milling. The effect of varying the weight ratio of milling balls with two different sizes (14 and 10 mm) on the morphology, crystallite size, and phase composition of the resulting powders, while keeping the total ball weight constant at 25-75, 50-50, and 75-25 ratios, was examined. The produced powders were characterized using X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), and energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDAX). XRD results revealed that the milled powders contained titanium oxide phases, along with minor iron impurities, and had crystallite sizes of less than 100 nm. Furthermore, the quantitative phase fractions and crystallite sizes of the powders were determined by the Rietveld refinement method. An increased proportion of smaller balls in the milling media resulted in a reduction of crystallite size and an improved particle size distribution. EDS analysis demonstrated that the milling parameters influenced the purity of the powders, with the sample produced under the 25-75 ball ratio exhibiting a titanium content of 69.9 wt%. This study highlights the feasibility of producing TiO₂ nanopowders via a cost-effective mechanical milling method while optimizing the controlling parameters, making it suitable for potential applications in industries such as paints and construction.

Keywords Mechanical Alloying, Nanopowder, Recycling, Chips, Ti6Al4V.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۴/۶/۱۵ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۹/۲۰ می‌باشد.

(۱) فارغ‌التحصیل کارشناسی ارشد رشته مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه ارومیه، ارومیه.

(۲) فارغ‌التحصیل کارشناسی ارشد رشته مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه ارومیه، ارومیه.

(۳) نویسنده مسئول، دانشیار گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه ارومیه، ارومیه.

(۴) استادیار گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه ارومیه، ارومیه.

(۵) دانشیار گروه مهندسی پلیمر، دانشکده مهندسی، دانشگاه ارومیه، ارومیه.

مقدمه

مواد نانوکریستال (Nanocrystalline materials) به دلیل خواص فیزیکی، شیمیایی و مکانیکی فوق العاده مورد توجه محققان قرار گرفته است. برای این منظور، تحقیقات گسترده‌ای برای تولید، ارزیابی خواص مکانیکی، حرارتی و مغناطیسی آن‌ها انجام شده است. آلیاژهای تیتانیوم، به ویژه Ti6Al4V نسبت مقاومت به وزن بالا و شکل پذیری عالی و مقاومت در برابر خوردگی عالی را نشان می‌دهند. به این دلایل، آن‌ها به طور گسترده در صنایع هوافضا و خودرو، محیط‌های دریایی و کاربردهای بیولوژیکی استفاده می‌شوند [1-3]. فرایندهای تولید مختلفی برای تولید قطعات مختلف برای کاربردهای مختلف استفاده می‌شود که تقریباً در نهایت با استفاده از فرایند ماشین کاری شکل می‌گیرند. یافتن روشی مناسب برای بازیافت (Recycling) و استفاده مجدد از ماشین کاری تراشه‌های (Scrap) تولید شده از اهمیت اقتصادی، استراتژیک و زیست محیطی بالایی برخوردار است. محققان برای دستیابی به این هدف روش‌های مختلفی را از جمله استفاده از تغییر شکل شدید پلاستیک (Severe plastic deformation) و روش آسیاب کاری، پیشنهاد کرده‌اند [4-6]. با استفاده از روش‌های مختلفی مانند تغییر شکل پلاستیک شدید، آسیاب کاری، فورج، نورد، متالورژی پودر و اکستروژن می‌توان از براده به محصول دست یافت [7,8]. یکی از مزایای روش آسیاب کاری، صنعتی بودن و ارزان بودن آن است [9,10]. در جریان آلیاژسازی مکانیکی ((Mechanical alloying (MA)، پدیده‌های مختلفی در ذرات پودر مشاهده می‌شود که از مهم‌ترین آن‌ها می‌توان به افزایش چگالی عیوب کریستالی (Crystal defects) به ویژه ناب‌جایی‌ها (Dislocations) و افزایش کرنش در ذرات پودر و نفوذ متقابل عناصر اشاره کرد [11,12].

محبوبی و همکاران [13]، در یک کار تحقیقاتی در سال ۲۰۱۱ از روش آسیاب مکانیکی برای تولید پودر نانوکریستالی از تراشه‌های ماشین کاری Ti6Al4V استفاده کردند. آن‌ها برای این منظور از دو روش سیاره‌ای و شیکر استفاده کردند. در روش سیاره‌ای از ۵ گلوله ساخته شده از فولاد کربنی سخت شده با قطر ۲۰ mm در نسبت گلوله به پودر ۱۰:۱ استفاده شد. نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی (Scanning electron microscopy (SEM) و آنالیز لیزری اندازه پودر نشان داد که پس از ۵۰ ساعت آسیاب کاری، اندازه خوشه‌های آگلومره μm

۸۰ شد که شامل ذرات پودری با اندازه $1\mu\text{m}$ بود. نتایج ریزسختی همچنین افزایش سختی را از ۴۰۰HV برای براده‌های اولیه به ۵۳۶HV برای پودر به دست آمده پس از ۵۰h آسیاب کاری نشان داد.

محبوبی و همکارانش [14] در سال ۲۰۱۰ رفتار آسیاب کاری تراشه‌های ماشین کاری آلیاژ Ti6Al4V را در حضور ۱۰ درصد وزنی نانوپودر Al_2O_3 در یک آسیاب سیاره‌ای با انرژی بالا مورد بررسی قرار دادند. نتایج نشان داد که حضور نانوذرات Al_2O_3 اندازه پودر Ti6Al4V را پس از ۳۰h آسیاب کاری به $4\mu\text{m}$ کاهش داد. با این حال پس از ۵۰h آسیاب کاری، بدون حضور نانو پودر Al_2O_3 اندازه ذرات $8\mu\text{m}$ گزارش شد. همچنین نتیجه گیری شد که وجود این نانوذرات باعث بهبود کارسختی و در نتیجه افزایش میکروسختی پودر و کامپوزیت تولید شده می‌شود. دیکجی و سوتجو [15]، در سال ۲۰۱۷ تأثیر سرعت و زمان آسیاب دیسکی را بر روی خواص پودر براده‌های ماشین کاری آلیاژ Ti6Al4V بررسی کردند. نتایج نشان داد که اندازه پودر پولکی حاصل با افزایش سرعت آسیاب از ۸۰۰ به ۱۴۰۰ rpm در زمان ثابت ۴min افزایش یافته و با افزایش زمان آسیاب کاری از ۴ به ۲۴min با سرعت ثابت ۱۲۰۰ rpm کاهش می‌یابد. رضوی و همکاران [16] نشان دادند که پس از ۱۵h آسیاب کاری براده تیتانیوم و کربن با استفاده از گلوله‌های ۲۰mm می‌توان به نانوپودر TiC با اندازه زیر ۵۰nm دست یافت. همچنین آن‌ها در تحقیق دیگری نشان دادند که با افزودن آلومینیوم می‌توان در زمان‌های کمتر آسیاب کاری (۱۰h) کامپوزیت نانوکریستال TiC- Al_2O_3 را تولید کرد [17]. اشرفی زاده و همکاران [18] اثر پارامترهای مختلف در آسیاب کاری را مورد مطالعه قرار دادند و نتایج مدل سازی نشان داد که استفاده از گلوله‌هایی با اندازه مختلف می‌تواند باعث ریزتر شدن بیشتر ذرات شود.

در سایر کارهای تحقیقاتی، تولید پودر از براده‌های آلیاژی ماشین کاری شده Ti6Al4V با استفاده از عملیات حرارتی در اتمسفر هیدروژنی [19]، تولید پودر تیتانیوم از براده‌های ماشین کاری شده و سپس استفاده از آن برای پوشش بر پایه تیتانیوم [20]، و تولید تیتانیوم بالک با دانسیته بالا با استفاده از فرایند تغییر شکل پلاستیک شدید براده‌های تیتانیوم [21]، مورد بررسی قرار گرفت.

با وجود مطالعات متعددی که بر فرایند آسیاب کاری مکانیکی

آب، به مدت ۲۰min در دمای اتاق در حمام اولتراسونیک با محلول مخلوط شده هیدروکلریک اسید ۲ درصد وزنی (HCl)، سولفوریک اسید ۸ درصد وزنی (H₂SO₄) و آب قرار گرفتند. در نهایت در آن با دمای ۶۰ °C به مدت ۴h خشک شدند. سپس براده‌های تمیز شده قبل از آسیاب‌کاری و بعد از تمیز کردن کامل به دقت در یک هاون خرد شدند. آسیاب‌کاری براده‌ها با استفاده از آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای (کارخانه ابزارآلات امین آسیاب) با محفظه فولادی کروم سخت انجام شد. گلوله‌ها از فولاد کربنی سخت شده تشکیل شدند. آسیاب‌کاری در اتمسفر کنترل نشده در دمای اتاق انجام شد. دلیل این امر همراستا بودن شرایط تحقیق با کاربردهای صنعتی و واقعی بازیافت مواد در مقیاس نیمه‌صنعتی بوده است، چرا که استفاده از گازهای خنثی مانند آرگون در شرایط واقعی تولید، هزینه‌بر و محدود کننده است. نسبت گلوله به پودر ۲۰:۱ در نظر گرفته شد. فرایند آسیاب‌کاری با استفاده از گلوله‌هایی در اندازه‌های مخلوط ۱۴ و ۱۰mm با سرعت ثابت ۵۰۰rpm در ۱۰h انجام شد (جدول ۲). آزمایش‌ها مطابق جدول (۲) انجام شد و تغییر ترکیب درصد وزنی به منظور مطالعه دقیق‌تر اثر اندازه غالب گلوله‌ها بر ساختار و ترکیب نهایی پودر انجام شده و سایر شرایط مانند وزن کل گلوله‌ها و نسبت گلوله به پودر در تمامی نمونه‌ها ثابت نگه داشته شده است (جدول ۳).

براده‌های آلیاژ Ti6Al4V انجام شده است، تمرکز ویژه بر تأثیر ترکیب درصد وزنی گلوله‌ها با اندازه متفاوت و تحلیل ساختاری ترکیبی دقیق در یک شرایط عملیاتی ثابت، هنوز نیاز به بررسی عمیق‌تر دارد؛ تحقیق حاضر در همین راستا طراحی شده است. در مطالعه حاضر، تولید نانوپودر از براده‌های ماشین‌کاری ایمپلنت‌های تیتانیوم (Ti6Al4V) با استفاده از روش آسیاب‌کاری مکانیکی سیاره‌ای با گلوله‌هایی با اندازه‌های مختلف و با درصد‌های وزنی متفاوت مورد بررسی قرار گرفت. برای بررسی پودر حاصل از آنالیز پراش اشعه ایکس (X-Ray diffraction) (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی و طیف‌سنجی انرژی پراش اشعه ایکس (Energy dispersive X-ray spectroscopy) (EDAX) استفاده شد.

مواد و روش تحقیق

در این مطالعه از براده‌های تولید شده در حین ماشین‌کاری ایمپلنت‌های پزشکی Ti6Al4V استفاده شد. جدول (۱) ترکیب شیمیایی میله‌های مورد استفاده برای تولید براده‌ها را که با استفاده از آنالیز کوانتومتری تعیین شده‌اند، نشان می‌دهد. به منظور حذف روغن و ناخالصی‌ها از براده، شستشو در سه مرحله انجام شد که عبارتند از: (۱) براده‌ها ابتدا با آب شسته شدند، (۲) سپس در محلول استون غوطه‌ور شدند و (۳) پس از شستشوی مجدد با

جدول ۱ ترکیب شیمیایی میله‌های مورد استفاده برای تولید براده‌های اولیه

عنصر	Ti	Al	V	Fe	O	H	C	N
درصد وزنی	۸۷/۸۵	۶/۰۹	۳/۱۲	۰/۳۱۱	۰/۱۳	۰/۰۱۲	۰/۰۸	۰/۰۵

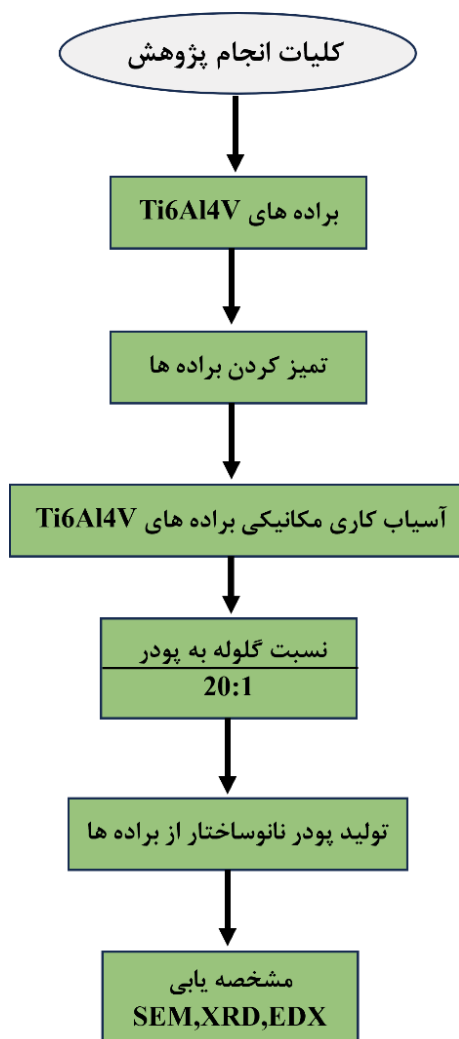
جدول ۲ پارامترهای آسیاب‌کاری

سرعت چرخش	۵۰۰rpm
جنس محفظه	فولاد کروم سخت شده
ظرفیت محفظه	۲۵۰mm
جنس گلوله‌ها	فولاد کربنی سخت شده
قطر گلوله‌ها	۱۰ و ۱۴mm
نسبت گلوله به پودر	۲۰:۱
جرم کل پودر	۱۴gr

جدول ۳ آزمایش‌های طراحی شده برای مطالعه حاضر

آزمایش	نسبت گلوله به پودر (BPR)	ترکیب درصد وزنی گلوله‌ها B1 (۱۴mm) : B2 (۱۰mm)
۱	۲۰:۱	۲۵:۷۵
۲	۲۰:۱	۵۰:۵۰
۳	۲۰:۱	۷۵:۲۵

را رسم کرد. در این نمودار، شیب خط ترسیم شده معادل کرنش شبکه و عرض از مبدا y معادل اندازه کریستالیت است. طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس و تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (Leica Cambridge, Stereoscan S360) برای تعیین مورفولوژی سطح و ترکیب شیمیایی پودر استفاده شد. شکل (۱) فلوجارت کلیات انجام پژوهش صورت گرفته در این مطالعه را نشان می‌دهد.



شکل ۱ فلوجارت از کلیات انجام پژوهش

تغییرات ساختاری و فازی پودر در طول فرایند آسیاب کاری توسط آنالیز پراش اشعه ایکس با استفاده از دستگاه Brucker CuK α tube D8-Advanced مورد بررسی قرار گرفت. اندازه کریستالیت، میکروکرنش شبکه و درصد وزنی فازها با استفاده از نرم افزار MAUD محاسبه شدند. این نرم افزار از روش ریتولد استفاده می‌کند. روش ریتولد یک روش محاسباتی کمی و ساختاری برای تحلیل کل الگوی XRD است که برخلاف روش‌های ساده‌ای مانند دبابی - شرر، تنها به چند پیک محدود نمی‌شود بلکه کل طیف پراش (شامل شدت، موقعیت، پهنا و شکل پیک‌ها) را مدل سازی می‌کند. در این روش، الگوی تجربی با الگوی محاسباتی حاصل از داده‌های کریستالوگرافی هر فاز (پارامتر شبکه، موقعیت اتم‌ها، ضرایب دمایی و غیره) تطبیق داده می‌شود.

همچنین برای بررسی ویژگی‌های ریزساختاری مانند اندازه کریستالیت، روش‌های مختلفی در دسترس است که در میان آن ها روش ویلیامسون - هال رایج ترین است. برخلاف روش دبابی - شرر که تغییرات عرض پیک را فقط به اندازه دانه نسبت می‌دهد، روش ویلیامسون - هال اثر کرنش‌های شبکه را با در نظر گرفتن تغییرات عرض پیک به اندازه دانه و کرنش‌های موجود در شبکه بررسی می‌کند. طبق نظریه ارائه شده توسط ویلیامسون و هال، مطابق معادله (۱) عرض کامل در نیمه حداکثر قله (FWHM) تابعی از اندازه دانه و همچنین کرنش‌های درون شبکه است [22].

$$\beta \cos \theta = \frac{K\lambda}{D} + 4\epsilon \sin \theta \quad (1)$$

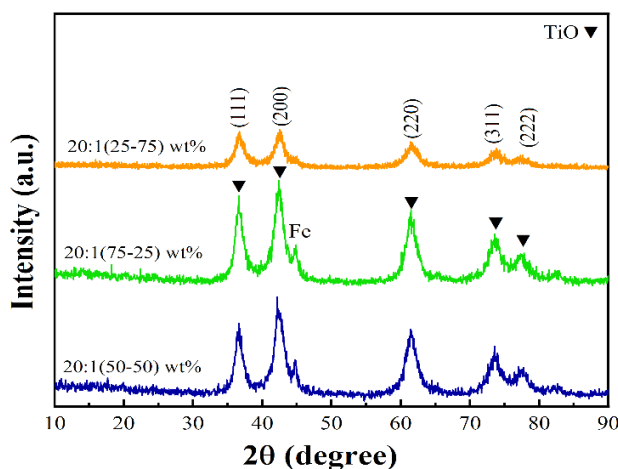
در معادله (۱) β عرض پیک در نیمه ارتفاع $(^\circ)$ ، λ طول موج پرتو ایکس (nm)، D اندازه دانه (nm)، θ زاویه براگ $(^\circ)$ و ϵ کرنش شبکه است. با استفاده از داده‌های استخراج شده از الگوی پراش و پیک‌های طیف XRD، می‌توان نمودار معادله (۱)

نتایج و بحث

بررسی مقادیر ثابت نسبت گلوله به پودر (۲۰:۱) در مقادیر مختلف درصد گلوله‌ها

در شکل (۲) پیک‌های مربوط به پراش پرتوی ایکس پودر به دست آمده از آسیاب کاری ۱۰h براده‌ها نشان داده شده است. در فرایند آسیاب کاری تعداد گلوله‌های ریز و درشت و مخلوط آن‌ها به صورت درصدهای وزنی متفاوت (B1:14mm, B2:10mm) است اما باقی شرایط یکسان است. همان طور که از ظاهر پیک‌ها مشخص است در همه نمونه‌ها، پیک‌های الگوی پراش، مربوط به فاز TiO با فایل تفرق (۲۳۵۲-۰۸۶-۰۱) است و فاز ثانویه دیگری غیر از ناخالصی آهن با فایل تفرق (۴۹۰۵-۷۲۰-۹۶) مشاهده نمی‌شود. همچنین شدت پیک و پهنای پیک‌ها در نمونه‌های مختلف متفاوت است. در نمونه (۲۵-۷۵) پیک‌های پهن‌تر با شدت کم‌تر مشاهده شد در حالی که بالاترین شدت مربوط به نمونه (۲۵-۷۵) است. کاهش شدت پیک و افزایش پهنای پیک‌ها به طور کلی به عیوب بلوری و اندازه کریستالیت مرتبط است. در واقع می‌توان گفت افزایش گلوله‌هایی با قطر کم‌تر منجر به افزایش تعداد برخورد در واحد زمان می‌شود و در نتیجه انرژی شکست بیشتری به ذرات منتقل می‌شود. این موضوع باعث شکستن بیشتر ذرات، افزایش کرنش در شبکه بلوری، و در نهایت کاهش اندازه کریستالیت شده است. از طرفی افزایش شدت پیک ناخالصی آهن به دلیل سایش ناشی از گلوله‌های بزرگ‌تر است [8]. از لحاظ موقعیت پیک‌ها، جابه‌جایی مختصری مشاهده می‌شود که ناشی از تغییرات کرنش شبکه‌ای است. برای آنالیز دقیق‌تر محاسبات مربوط به دبای‌شرر،

ویلیامسون‌هال و همچنین ریتولد (Rietveld) در جدول (۴) ارائه شده است. همان طور که در این جدول مشاهده می‌شود کوچک‌ترین اندازه کریستالیت مربوط به نمونه (۲۵-۷۵) است که با تصاویر الگوی پراش اشعه ایکس نیز (شدت پیک کم‌تر) هم‌خوانی دارد. بزرگ‌ترین اندازه کریستالیت نیز مربوط به نمونه (۲۵-۷۵) است. روش دبای - شرر برای مقایسه آورده شده است اما با توجه به اینکه در فرایند آسیاب کاری، پودر دچار کرنش می‌شود از روش‌های دقیق‌تر استفاده شد. در هر دو روش ریتولد و ویلیامسون‌هال اندازه کریستالیت در نمونه (۲۵-۷۵) بزرگ‌تر از سایر نمونه‌ها است. این مطلب از شدت بالای الگوی پراش اشعه ایکس در این نمونه نیز نتیجه گرفته می‌شود. البته مقادیر به دست آمده در روش ریتولد بسیار نزدیک به هم هستند و در ویلیامسون - هال تفاوت بیشتر است که می‌تواند به جزئیات محاسباتی دو روش مربوط باشد. روش ویلیامسون - هال یک روش ساده‌سازی شده است که تنها بر اساس پهنای پیک‌ها و جابه‌جایی زاویه پراش عمل می‌کند و تفکیک بین کرنش و اندازه کریستالیت را با استفاده از نمودارهای خطی انجام می‌دهد. در روش ریتولد کل الگوی پراش XRD به طور همزمان فیت شده و علاوه بر اندازه کریستالیت و کرنش، پارامترهای شبکه، درصد فازها و حتی توزیع اندازه بلورها را با دقت بسیار بالاتر محاسبه می‌کند. به طور کلی با استفاده از محاسبات انجام شده می‌توان گفت هر چه تعداد گلوله‌ها با ابعاد بزرگ‌تر بیش‌تر باشد، اندازه کریستالیت نیز بزرگ‌تر خواهد بود.



شکل ۲ الگوی پراش پرتوی ایکس پودر آسیاب شده با نسبت گلوله به پودر ثابت ۲۰:۱ با درصدهای وزنی مختلف گلوله‌ها (B1:14mm, B2:10mm)

جدول ۴ محاسبات مربوط به نمونه‌های مختلف با استفاده از روش‌های دبی - شرر، ویلیامسون هال و همچنین ریتولد

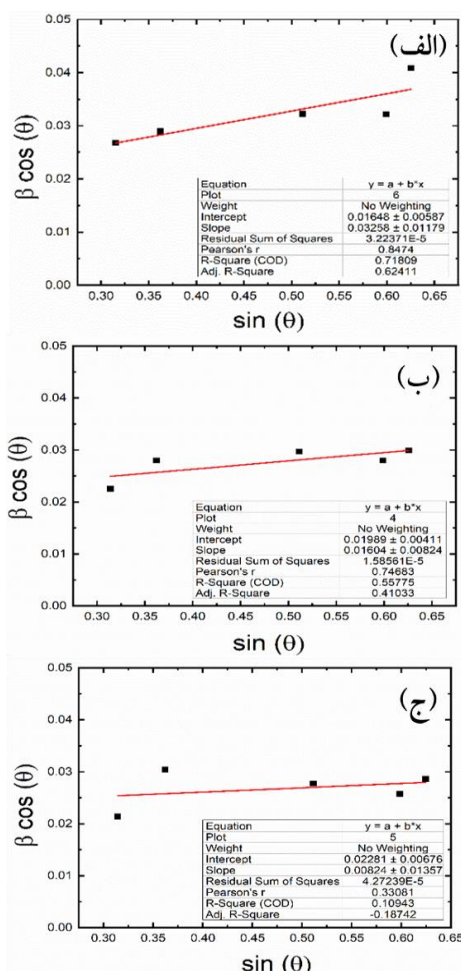
پارامتر شبکه (A°)	درصد وزنی Fe	درصد وزنی TiO ₂	روش ریتولد		روش ویلیامسون - هال		روش دبی - شرر
			کرنش داخلی %	اندازه دانه (nm)	کرنش داخلی %	اندازه دانه (nm)	نمونه ترکیب درصد وزنی
۴/۲۷۱	۱/۳۵	۹۸/۶۳	۰/۰۰۴۱	۶۰/۷۸	۰/۰۰۳۴	۶۶/۲۵	(۷۵ - ۲۵)
۴/۲۷۲	۱/۳۶	۹۸/۶۴	۰/۰۰۵۱	۵۸/۳۹	۰/۰۰۴۹	۶۴/۳۹	(۵۰ - ۵۰)
۴/۲۷۶	۰/۷۲	۹۹/۲۷	۰/۰۰۵۴	۵۶/۸۰	۰/۰۰۳۲	۵۵/۹	(۲۵ - ۷۵)

ناخالصی‌های آهن در پودر را تشدید می‌کند. مقدار ناخالصی Fe در نمونه (۵۰ - ۵۰) کم‌تر از (۷۵ - ۲۵) و بیشتر از (۲۵ - ۷۵) است، که با میزان نرخ سایش گلوله‌ها همخوانی دارد. در شکل (۴ - د) مشاهده می‌شود، با افزایش درصد وزنی گلوله‌های بزرگ‌تر در ترکیب، درصد وزنی TiO₂ کاهش یافته است. روش ریتولد یک روش محاسباتی کمی است و در ادامه با استفاده از آنالیز EDAX مقادیر دقیق عناصر نیز محاسبه شده است.

شکل (۳) نمودار ویلیامسون هال برای سه ترکیب مختلف درصد وزنی گلوله‌ها را نشان می‌دهد. در این نمودارها، شیب خط نشان دهنده میزان کرنش شبکه و عرض از مبدأ نشان دهنده اندازه کریستالیت است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، نمونه (۷۵ - ۲۵) دارای کم‌ترین شیب و بیش‌ترین عرض از مبدأ است که نشان دهنده پایین‌ترین میزان کرنش شبکه و بزرگ‌ترین اندازه کریستالیت در بین نمونه‌ها است. برعکس، نمونه (۲۵ - ۷۵) بیش‌ترین شیب و کم‌ترین عرض از مبدأ را دارد که نشان دهنده بالاترین کرنش شبکه‌ای و کوچک‌ترین اندازه کریستالیت است. این تحلیل با نتایج جدول (۴) نیز همخوانی کامل دارد.

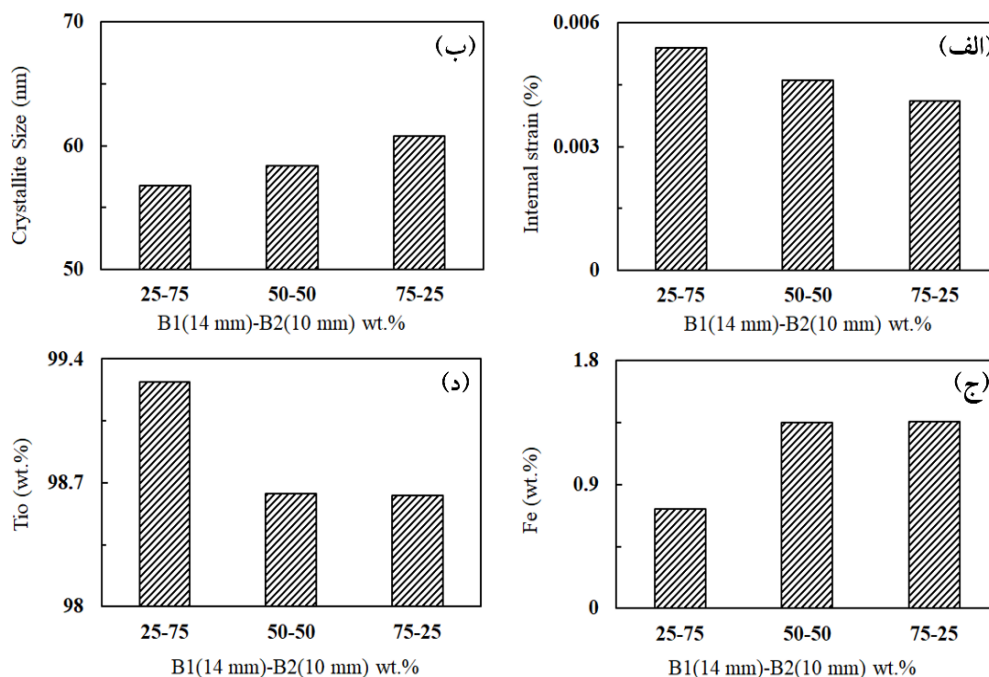
از طریق تجزیه و تحلیل دقیق ریتولد، کرنش شبکه، اندازه کریستالیت، و درصد وزنی TiO₂ و Fe به دقت تعیین شد؛ این یافته‌ها در شکل (۴) نشان داده شده است. کوچک‌ترین اندازه کریستالیت ۵۷nm در نمونه (۲۵ - ۷۵) مشاهده شد، که با نتایج به دست آمده از الگوی XRD (شدت پیک کاملاً پایین‌تر) مطابقت دارد. با افزایش گلوله‌های بزرگ‌تر در نمونه (۷۵ - ۲۵) اندازه کریستالیت به ۶۱nm افزایش می‌یابد. نتایج به دست آمده با گزارش مطالعات قبلی در خصوص وابستگی اندازه کریستالیت به استفاده از گلوله‌های مختلف در آسیاب کاری مطابقت دارد. هیروساوا و همکاران نیز کوچک شدن اندازه کریستالیت پودر تولید شده را به اثر افزایش فرکانس برخورد با استفاده از آسیاب کاری با گلوله‌های ریزتر نسبت دادند [23].

همان‌گونه که در شکل (۴ - ج) نشان داده شده است، در نمونه‌هایی که درصد گلوله‌های درشت (قطر ۱۴mm) بیشتر بوده، درصد وزنی عنصر آهن (Fe) در ترکیب پودر نهایی افزایش یافته است. این پدیده به وضوح بیانگر سایش مکانیکی بیشتر گلوله‌ها با محفظه آسیاب کاری است. نتایج مشابه توسط سایر محققان در آلودگی بیشتر ناشی از آسیاب کاری با گلوله‌های بزرگ‌تر گزارش شده است [18]. افزایش درصد گلوله‌های بزرگ‌تر، در حالی که باعث کاهش اندازه نمی‌شود، بلکه



شکل ۳ نمودار ویلیامسون - هال برای نمونه‌های نانوپودر (الف) (۷۵ - ۲۵)

(ب) (۵۰ - ۵۰) و (ج) (۲۵ - ۷۵)

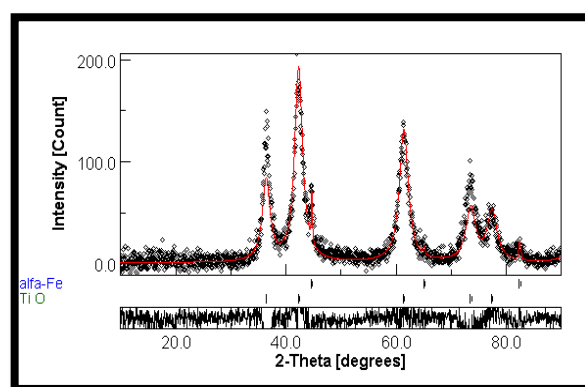


شکل ۴ تأثیر درصد‌های وزنی مختلف گلوله با استفاده از روش ریتولد بر (الف) میکروکرنش شبکه، (ب) اندازه کریستال، (ج) درصد وزنی آهن، و (د) درصد وزنی TiO

نمونه‌ای از داده خروجی حاصل از آنالیز ریتولد مربوط به نمونه (۵۰ - ۵۰) ۲۰:۱ ترکیب درصد وزنی در شکل (۵) نشان داده شده است. همان طور که در شکل زیر نشان داده شده است انطباق خوبی بین داده‌های تجربی و گراف انطباق داده وجود دارد که نشان دهنده آنالیز مناسب است. نتایج مربوط به این گراف در جدول (۴) و همچنین شکل (۵) ارائه شده است.

نمونه‌های پودری با درصد‌های وزنی مختلف گلوله‌ها نشان می‌دهد. همچنان که در این تصاویر مشاهده می‌شود ذرات به صورت تقریباً کروی و به شدت آگلومره هستند. در فرایند آسیاب‌کاری پرانرژی به دلیل ماهیت این روش، نانوپودر تولیدی سطوح بسیار فعال پرانرژی دارند و ذرات به شدت تمایل به چسبیدن و تشکیل کلوخه دارند. به طور کلی سه سازوکار اصلی برای تغییرات مورفولوژیکی ذرات در فرایند آسیاب‌کاری مکانیکی وجود دارد: (الف) سازوکار تغییر شکل پلاستیک، (ب) جوش سرد و (ج) شکست در مرحله نخست. ذرات پودر تحت اثر شکست و تغییر شکل پلاستیک روی یکدیگر می‌لغزند و دچار تغییر ابعاد می‌شوند. در مرحله دوم، ذرات تغییر شکل یافته با یکدیگر تماس پیدا می‌کنند و علاوه بر تغییر شکل الاستیک و پلاستیک، فرایند جوش سرد بین آن‌ها رخ می‌دهد. در مرحله سوم، ذرات پودری به دلیل کارسختی ایجاد شده، وارد تعادلی میان دو فرایند شکست و جوش سرد می‌شوند [25]. استفاده از گلوله‌های بزرگ برای مراحل اولیه (شکست سریع) و استفاده از گلوله‌های کوچک یا ترکیبی از آن‌ها برای مراحل میانی تا پایانی (همگن‌سازی و نانو کردن) یک استراتژی رایج و مؤثر در بهینه‌سازی فرایند آسیاب‌کاری مکانیکی برای رسیدن به اندازه ذرات مطلوب است [7]. وانگ و همکاران با استفاده از تغییر اتمسفر حین آسیاب‌کاری (شوکه‌دهی نیتروژنی) و فرایند تف جوشی تخلیه پالسی بعدی

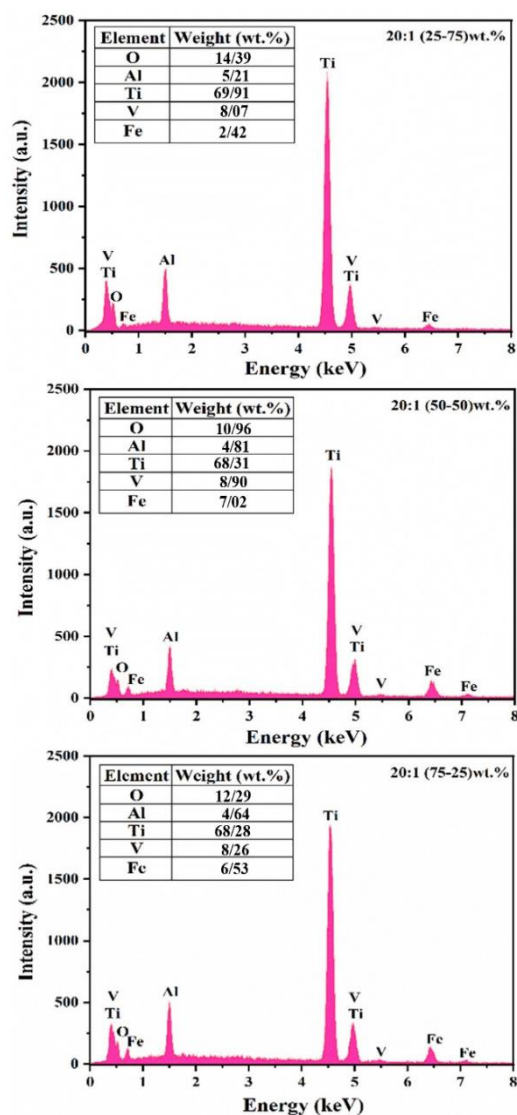
نمونه‌ای از داده خروجی حاصل از آنالیز ریتولد مربوط به نمونه (۵۰ - ۵۰) ۲۰:۱ ترکیب درصد وزنی در شکل (۵) نشان داده شده است. همان طور که در شکل زیر نشان داده شده است انطباق خوبی بین داده‌های تجربی و گراف انطباق داده وجود دارد که نشان دهنده آنالیز مناسب است. نتایج مربوط به این گراف در جدول (۴) و همچنین شکل (۵) ارائه شده است.



شکل ۵ آنالیز ریتولد از پرتو پراش ایکس نمونه (۵۰ - ۵۰) ۲۰:۱ ترکیب درصد وزن

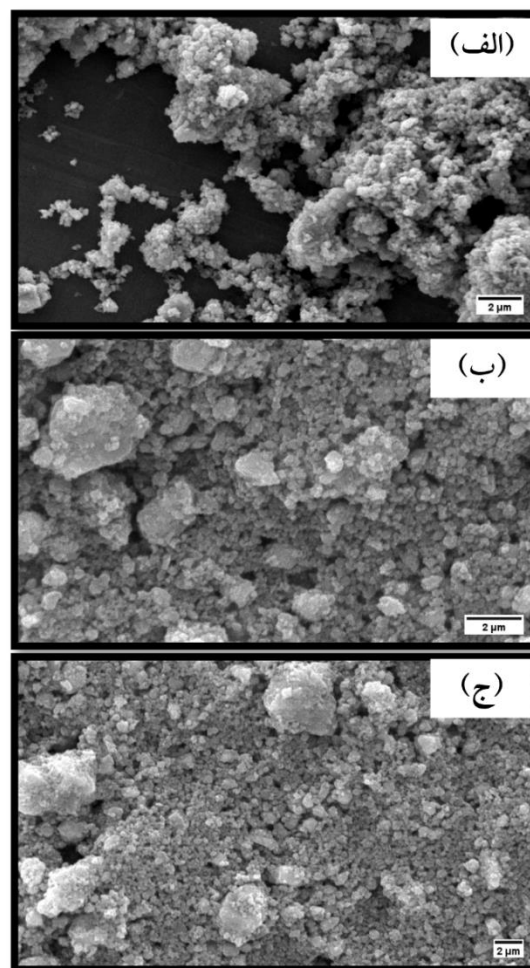
شکل (۶) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی را از

تحلیل ریتولد همخوانی دارد. افزایش درصد وزنی گلوله‌های بزرگ‌تر ترکیب در محفظه آسیاب‌کاری مستقیماً با افزایش محتوای ناخالصی آهن رابطه مستقیم دارد. این رابطه با فعل و انفعال بین دینامیک برخورد ذرات، سایش و تعامل سطح منجر می‌شود، که در نهایت بر ترکیب پودر حاصل تأثیر می‌گذارد. تجزیه و تحلیل طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس وجود ناخالصی کم‌تر آهن را در پودر آسیاب شده در نمونه (۷۵ - ۲۵) در مقایسه با دو نمونه دیگر نشان داد، که نشان دهنده این موضوع است که هر چه درصد گلوله‌های کوچک بیشتر باشد، سایش گلوله کم‌تر خواهد شد و در نتیجه ناخالصی آهن کم‌تری وارد سیستم می‌شود [27].



شکل ۷ تصاویر طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس از پودر آسیاب شده با درصدهای وزنی مختلف گلوله‌ها

توانستند آلیاژهای TiAl با کیفیت مناسب برای صنایع خودروسازی تولید کنند [26].



شکل ۶ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های پودر شده: (الف) (۷۵ - ۲۵)، (ب) (۵۰ - ۵۰) و (ج) (۷۵ - ۲۵)

با استفاده از آنالیز عنصری EDAX مطالعات تکمیلی روی پودر به دست آمده انجام شد که در شکل (۷) نشان داده شده است.

همچنان که در این تصاویر مشخص است پیک‌های مربوط به عناصر تیتانیوم آلیاژی به همراه آهن و اکسیژن مشاهده می‌شود. اکسیژن به عنوان تنها ماده اضافی فراتر از ماده اولیه مانند Ti، Al، V و Fe ثبت شد. با این حال، علت وجود اکسیژن می‌تواند به لایه‌های اکسید سطحی که ذرات را در بر می‌گیرد نسبت داد. تفاوت بین مقادیر V در ماده اولیه و نمونه نهایی احتمالاً ناشی از محدودیت‌های روش EDAX و غیریکنواختی توزیع عناصر در سطح ذرات است. تجزیه و تحلیل طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس به طور هماهنگ با نتایج به دست آمده توسط تجزیه و

نتیجه‌گیری

پودر نانوذرات با موفقیت با استفاده از روش ارزان و صنعتی آسیاب‌کاری مکانیکی از ضایعات آلیاژ $Ti6Al4V$ تولید شد که در صنایع مختلف از جمله رنگ و صنعت ساختمان کاربرد دارد. همچنین اثر پارامتر گلوله‌هایی با اندازه‌های مختلف و با درصد‌های وزنی متفاوت بر خواص پودر تولید شده مورد بررسی و تجزیه تحلیل قرار گرفت. بر اساس نتایج الگوی پراش اشعه ایکس، استفاده از ترکیب مختلف از گلوله‌های ریز و درشت روی شدت و پهنای پیک‌ها اثر دارد و فاز تولید شده TiO به همراه ناخالصی آهن است. نتایج مربوط به تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داد که ذرات پودر به صورت تقریباً کروی هستند و به شدت آگلومره شده‌اند. همچنین نتایج مربوط به آنالیز عنصری، نتایج محاسبات ریتولد را تأیید کرد و نشان داد که با افزایش گلوله‌های بزرگ‌تر در ترکیب، میزان ناخالصی آهن به دلیل سایش بیشتر افزایش می‌یابد. ترکیب درصد وزنی سائزهای مختلف گلوله‌ها در محفظه آسیاب نیز به طور قابل توجهی بر

اندازه و توزیع ذرات تأثیر گذاشت. درصد‌های وزنی بالاتر گلوله‌های کوچک‌تر منجر به یکنواختی بیشتر در توزیع ذرات و مورفولوژی کروی‌تر شد. برعکس، افزایش درصد وزنی گلوله‌های بزرگ‌تر در ترکیب به دلیل افزایش اصطکاک و سایش منجر به افزایش اندازه کریستالیت و افزایش محتوای ناخالصی آهن شدند. کم‌ترین میزان اندازه کریستالیت (57 nm) با تجزیه تحلیل ریتولد و بالاترین درصد وزنی Ti ($69/91\text{ nm}$) با تجزیه و تحلیل EDAX در نمونه ($25 - 75$) مشاهده شد. نمونه ($50 - 75$) از نظر رفتار ساختاری و شیمیایی بین دو حالت ($25 - 75$) و ($25 - 75$) قرار دارد. این تحقیق راه را برای تولید نانوپودر از براده‌ها و ضایعات صنعتی و استفاده از آن‌ها در کاربردهای مختلف، هموار می‌کند.

تقدیر و تشکر

مراجع

- [1] D. H. Tien and N. D. Trinh, "Novel hybrid chemical magnetorheological fluid for polishing Ti-6Al-4V alloy," *Materials and Manufacturing Processes*, vol. 39, no. 1, pp. 1-18, 2024. <https://doi.org/10.1080/10426914.2024.2334674>
- [2] K. Arkusz, K. Pasik, M. Nowak, and M. Jurczyk, "Structural, electrical and corrosion properties of bulk Ti-Cu alloys produced by mechanical alloying and powder metallurgy," *Materials*, vol. 17, no. 7, p. 1473, 2024. <https://doi.org/10.3390/ma17071473>
- [3] L. Zhang and L. Chen, "A review on biomedical titanium alloys: recent progress and prospect," *Advanced Engineering Materials*, vol. 21, no. 4, p. 1801215, 2019. <https://doi.org/10.1002/adem.201801215>
- [4] K. Topolski, "Analysis of densification and consolidation during the solid-state recycling of high purity titanium chips," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 31, no. 7, pp. 5382-5391, 2022. <https://doi.org/10.1007/s11665-022-06704-9>
- [5] E. Teke, E. Alyamaç-Seydibeyoğlu, M. Mocan, and M. Ö. Seydibeyoğlu, "Valorization of waste Ti6Al4V chips for epoxy composite production: a circular economy approach," *Polymer Composites*, vol. 45, no. 16, pp. 14620-14632, 2024. <https://doi.org/10.1002/pc.28787>
- [6] E. Teke, E. Seydibeyoğlu, and M. Seydibeyoğlu, "The effect of various Ti6Al4V powders on the behavior of particle-reinforced polyester matrix composites," *Polymers*, vol. 15, no. 13, p. 2904, 2023. <https://doi.org/10.3390/polym15132904>
- [7] S. Shamsudin, M. A. Lajis, and Z. W. Zhong, "Solid-state recycling of light metals: A review," *Advances in Mechanical Engineering*, vol. 8, no. 8, p. 1687814016661921, 2016. <https://doi.org/10.1177/1687814016661921>

- [8] S. A. Alavizadeh, M. Shahbaz, M. Kavanlouei, and S. S. Kim, "The effect of mechanical milling for enhanced recycling Ti6Al4V powder from machining chips," *Scientific Reports*, vol. 15, no. 1, p. 444, 2025. <https://doi.org/10.1038/s41598-024-84913-z>
- [9] K. Kiani, N. Sozio, and M. Acocella, "Sustainable functionalization of carbon black via dry ball milling," *Molecular Systems Design & Engineering*, vol. 8, no. 7, pp. 942–949, 2023. <https://doi.org/10.1039/D3ME00042G>
- [10] M. Enayati and F. Mohamed, "Application of mechanical alloying/milling for synthesis of nanocrystalline and amorphous materials," *International Materials Reviews*, vol. 59, no. 7, pp. 394–416, 2014. <https://doi.org/10.34133/2019/4219812>
- [11] C. Suryanarayana, "Mechanical alloying: a novel technique to synthesize advanced materials," *Research*, vol. 2019, p. 4219812, 2019. <https://doi.org/10.1007/s12540-021-00998-5>
- [12] C. Suryanarayana, A. Al-Joubori, and Z. Wang, "Nanostructured materials and nanocomposites by mechanical alloying: an overview," *Metals and Materials International*, vol. 28, no. 1, pp. 41–53, 2022. <https://doi.org/10.1007/s12540-021-00998-5>
- [13] A. M. Soufiani, M. H. Enayati, and F. Karimzadeh, "Fabrication and characterization of nanostructured Ti6Al4V powder from machining scraps," *Advanced Powder Technology*, vol. 21, no. 3, pp. 336–340, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2009.12.018>
- [14] A. Soufiani, M. Enayati, and F. Karimzadeh, "Mechanical alloying behavior of Ti6Al4V residual scraps with addition of Al₂ O₃ to produce nanostructured powder," *Materials & Design*, vol. 31, no. 8, pp. 3954–3959, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.03.037>
- [15] T. Dikici and M. Sutcu, "Effects of disc milling parameters on the physical properties and microstructural characteristics of Ti6Al4V powders," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 723, pp. 395–400, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.06.202>
- [16] M. Razavi, M. R. Rahimpour, and A. H. Rajabi-Zamani, "Synthesis of nanocrystalline TiC powder from impure Ti chips via mechanical alloying," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 436, no. 1–2, pp. 142–145, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.07.018>
- [17] M. Razavi, M. R. Rahimpour, and R. Mansoori, "Synthesis of TiC–Al₂ O₃ nanocomposite powder from impure Ti chips, Al and carbon black by mechanical alloying," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 450, no. 1–2, pp. 463–467, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.11.013>
- [18] H. Ashrafizadeh and M. Ashrafizaadeh, "Influence of processing parameters on grinding mechanism in planetary mill by employing discrete element method," *Advanced Powder Technology*, vol. 23, no. 6, pp. 708–716, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2011.09.002>
- [19] J. Umeda, T. Mimoto, H. Imai, and K. Kondoh, "Powder forming process from machined titanium chips via heat treatment in hydrogen atmosphere," *Materials Transactions*, vol. 58, no. 12, pp. 1702–1707, 2017. <https://doi.org/10.2320/matertrans.Y-M2017833>
- [20] K. Nazari, R. Rashid, S. Palanisamy, K. Xia, and M. Dargusch, "A novel Ti–Fe composite coating deposited using laser cladding of low cost recycled nano-crystalline titanium powder," *Materials Letters*, vol. 229, pp. 301–304, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.07.038>
- [21] P. Luo, H. Xie, M. Paladugu, S. Palanisamy, M. S. Dargusch, and K. Xia, "Recycling of titanium machining chips by severe plastic deformation consolidation," *Journal of Materials Science*, vol. 45, no. 17, pp. 4606–4612, 2010. <https://doi.org/10.1007/s10853-010-4443-2>

- [22] M. Abbasi, F. Ahmadi, and M. Farzin, "Production of ultrafine-grained titanium with suitable properties for dental implant applications by RS-ECAP process," *Metals and Materials International*, vol. 27, pp. 705–716, 2021. <https://doi.org/10.1007/s12540-020-00796-5>
- [23] F. Hirose, T. Iwasaki, and M. Iwata, "Particle impact energy variation with the size and number of particles in a planetary ball mill," *MATEC Web of Conferences*, vol. 333, p. 02016, 2021. <https://doi.org/10.1051/matecconf/202133302016>
- [24] J. Zhang, Y. Bai, H. Dong, Q. Wu, and X. Ye, "Influence of ball size distribution on grinding effect in horizontal planetary ball mill," *Advanced Powder Technology*, vol. 25, no. 3, pp. 983–990, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2014.01.018>
- [25] Y. Shi, L. Li, W. Zhou, S. Li, and W. X. Zhang, "Regulating the surface area increase of zero-valent iron (ZVI) during ball milling: a study of the mechanical mechanism and low-carbon milling," *Powder Technology*, vol. 446, p. 120177, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2024.120177>
- [26] Q. Wang, Z. Sun, H. Hashimoto, S. Tada, Y. H. Park, S. H. Ko, and T. Abe, "Synthesis of TiAl from sponge Ti and chip Al through a mechanical alloying–pulse discharge sintering process," *Materials Transactions*, vol. 41, no. 5, pp. 551–554, 2000. <https://doi.org/10.2320/matertrans1989.41.551>
- [27] L. K. Wei, S. Z. Abd Rahim, M. M. Al Bakri Abdullah, A. T. Yin, M. F. Ghazali, M. F. Omar, O. Nemeş , A. V. Sandu, P. Vizureanu, and A. E. Abdellah, "Producing metal powder from machining chips using ball milling process: a review," *Materials*, vol. 16, no. 13, p. 4635, 2023. <https://doi.org/10.3390/ma16134635>

