Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»

> Институт новых материалов и технологий Кафедра «Термообработки и физики металлов»

Израильский институт металлов Техниона

На правах рукописи

КАМСКИЙ ГРИГОРИЙ ВЛАДИМИРОВИЧ

ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ СЕЛЕКТИВНОГО ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО СПЕКАНИЯ И ГОРЯЧЕГО ИЗОСТАТИЧЕСКОГО ПРЕССОВАНИЯ НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СПЛАВА Ті-6АІ-4V МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Научные руководители: Доктор технических наук, проф. Попов А.А. Кандидат технических наук Попов В.В.

Екатеринбург 2021

оглавление

Стр.
ОГЛАВЛЕНИЕ
СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЙ 5
ВВЕДЕНИЕ7
ГЛАВА 1. НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ОБЗОР СУЩЕСТВУЮЩИХ ТЕХНОЛОГИЙ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ
1.1 Аддитивное производство титановых сплавов
1.1.1 Применение аддитивного производства титановых сплавов в медицине 19
1.1.2 Особенности сплава Ti-6Al-4V25
1.1.3 Изготовление порошков для аддитивного производства
1.1.4 Ключевые свойства порошков для аддитивного производства
1.2 Аддитивная технология селективного электронно-лучевого спекания 31
1.2.1 Оборудование для селективного электронно-лучевого спекания
1.2.2 Описание процесса селективного электронно-лучевого спекания
1.2.3 Рециркуляция порошка в процессе селективного электронно-лучевого спекания
1.2.4 Математическое описание селективного электронно-лучевого спекания
1.2.5 Параметры процесса селективного электронно-лучевого спекания 41
 1.3 Горячее изостатическое прессование для аддитивно произведенных компонентов
1.4 Выводы и постановка целей и задач исследования 54
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1. Материал исследования
2.2 Селективное электронно-лучевое спекание сплава Ti-6Al-4V 58
2.3 Параметры горячего изостатического прессования
2.4 Моделирование селективного электронно-лучевого спекания
2.5 Методы исследования микроструктуры
2.6 Методы исследования порошка65
2.7 Методы исследования механических свойств
ГЛАВА 3. ВЛИЯНИЕ СЕЛЕКТИВНОГО ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО
СПЕКАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВА Ті-6АІ-4V 67
3.1 Моделирование селективного электронно-лучевого спекания Ti-6Al-4V 67
3.2 Формирование структуры сплава Ti-6Al-4V70
3.3 Свойства аддитивно произведенного сплава Ti-6Al-4V74
3.4 Выводы
ГЛАВА 4. ВЛИЯНИЕ ОСНОВНЫХ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА СЕЛЕКТИВНОГО ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО СПЕКАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВА Ті-6А1-4V
4.1 Влияние используемого порошка на формирование структуры и свойства сплава Ti-6Al-4V
4.1.1 Классификация морфологических дефектов порошка Ti-6Al-4V 81
4.1.2 Изменение содержания кислорода в аддитивном процессе
4.1.3 Сравнение микроструктуры и механических свойств образцов, изготовленных из первичного и многократно использованного порошка Ti-6Al-4V
4.2 Влияние расстояния шага электронного луча на структуру и свойства сплава
Ti-6Al-4V

4.3 Влияние ориентации и позиционирования аддитивно произведенных
образцов Ti-6Al-4V на структуру и свойства сплава103
4.4 Выводы109
ГЛАВА 5. ВЛИЯНИЕ ГОРЯЧЕГО ИЗОСТАТИЧЕСКОГО ПРЕСОВАНИЯ НА
ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СПЛАВА Ті-6АІ-4V ПОЛУЧЕННОГО
МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО СПЕКАНИЯ 111
5.1 Изменение микроструктуры образцов Ti-6Al-4V под влиянием горячего
изостатического прессования111
5.2 Исследование пористости образцов Ti-6Al-4V до и после горячего
изостатического прессования методом компьютерной микротомографии 116
5.3 Эволюция механических свойств образцов Ti-6Al-4V под влиянием горячего
изостатического прессования117
5.4 Выводы
ЗАКЛЮЧЕНИЕ
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ
ПРИЛОЖЕНИЯ
Приложение А. Акт использования результатов диссертационной работы 149
Приложение Б. Хирургическая имплантация индивидуальных медицинских
изделий по результатам диссертационной работы 150
Приложение В. Новации в аддитивные производства имплантатов методом
СЭЛС сплава Ti-6Al-4V (Израильский институт металлов Технион) 154

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЙ

СЭЛС	Селективное Электронно-Лучевое Спекание	
АП	Аддитивное Производство	
ГИП	Горячее Изостатическое Прессование	
ТО	Термическая Обработка	
СЛС	Селективное Лазерное Сплавление	
ASTM	American Society for Testing and Materials – международная организация стандартов	
ШЛ	Шаг смещения электронного Луча	
РЭМ	Растровая Электронная Микроскопия	
МКЭ	Метод Конечных Элементов	
ДМА	Динамический Механический Анализ	
DED	Direct Energy Deposition - прямой подвод энергии и материала	
PBF	Powder Bed Fusion: синтез на подложке	
КТ	Компьютерная томография CT – computed tomography	
ОМ	Оптическая Микроскопия	
ОЦК	Объемно-центрированная кубическая (решетка)	
OC	Ориентационные Соотношения	
ППФ	Прямые Полюсные Фигуры	

EBSD	Electron Backscatter Diffraction - дифракция отражённых электронов		
STL	Stereolithography - формат файла, широко используемый для хранения трёхмерных моделей объектов для использования в аддитивных технологиях		
Заготовка АП (as built)	Образец изготовленный аддитивным процессом, без какой-либо постобработки, кроме, при необходимости, удаления со строительной платформы, удаления структур поддержек и неиспользованного сырья (порошка). (согласно ASTM 52900:2015)		
первичный порошок (virgin powder)	Неиспользованный порошок из одной партии порошка. (согласно ASTM 52900:2015)		
использованный порошок (used powder)	Порошок, который использован в качестве сырья для установки АП как минимум в одном цикле построения. (согласно ASTM 52900:2015)		

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования. На сегодняшний день поиск новых энерго-эффективных и экологичных способов производства металлических компонентов, обладающих высокими механическими свойствами и сложной геометрией, остро стоит во многих отраслях промышленности: в медицине, в аэрокосмической отрасли, в автомобилестроении.

Аддитивные производственные методы, начавшись с прототипирования, на данный момент представляют реальную альтернативу традиционным промышленным методам производства. Эти новые методы позволяют работать с широким спектром материалов, включая высокотемпературные и рефракторные сплавы стратегического назначения, такие как, например, титановые сплавы. Более того, для ряда технических задач, аддитивное производство обладает уникальными преимуществами, в первую очередь, в плане изготовления сложногеометрических компонентов.

По сравнению с традиционными (субтрактивными) технологиями производства металла, которые подразумевают механическую обработку для придания конечной формы изделия, аддитивные технологии имеют ряд принципиальных преимуществ.

- экономия сырья: аддитивное построение детали позволяет свести потери металла к минимуму, при традиционных методах такие потери сырья могут составлять до 85%;

 - форм фактор: аддитивные технологии позволяют производить изделия с максимально сложной геометрией, что при изготовлении медицинских имплантатов позволяет более полно учитывать антропометрические особенности пациента;

- генеративный дизайн: аддитивные технологии дают обширные возможности по использованию ячеистых структур в конструкции имплантата для более эффективного прорастания тканей;

7

- скорость производства: аддитивный процесс построения персонализированных имплантатов позволяет значительно сократить цикл от разработки проекта до готового изделия.

Дополнительно к перечисленным выше преимуществам, следует учитывать высокую потребность промышленности в металлических сплавах с определенным набором механических и физических свойств. Например, на данный момент более 70% костных имплантатов изготавливаются из металлов и сплавов. Соотношение остается неизменным благодаря их высокой прочности и долговечности, а также относительной доступности материала, поэтому в данный момент современные металлические материалы невозможно полностью заменить керамиками или полимерными материалами. В случае использования титановых сплавов в медицине, прежде всего сплава Ti-6A1-4V, ключевым свойством является также его биосовместимость.

Двухфазные (α+β)-титановые сплавы, такие как сплав Ti-6Al-4V, широко используются для аддитивного производства медицинских изделий благодаря уникальному сочетанию высокой удельной прочности, стабильности свойств при различных температурно-временных параметрах обработки, коррозионной стойкости, низкого модуля упругости, биосовместимости и отсутствию токсичности. Необходимый уровень свойств сплава обеспечивается в результате формирования структурного и фазового состояний в результате аддитивного процесса, а также методами термической и термо-деформационной постобработок.

В области медицины и в аэрокосмической отрасли получили развитие ряд аддитивных технологий, использующие в качестве сырья проволоку или порошок Ti-6Al-4V, а в качестве источника энергии лазер, электронный луч, или электрическую дугу. Среди промышленно работающих аддитивных процессов Селективное Электронно-Лучевое Спекание (СЭЛС) отличается следующими технологическими преимуществами: высокомощный электронный луч обеспечивает более эффективное и быстрое проплавление материала; возможность построения при минимальном количестве поддержек; печатный материал не имеет остаточных напряжений (либо они пренебрежимо малы); меньшая пористость и

8

более чистая по примесям технология по сравнению с лазерным процессом; а также порошки для СЭЛС не являются воспламеняемыми в воздухе как порошки для лазерной печати.

Сырьем для процесса СЭЛС являются металлические порошки, к которым предъявляются особые требования по фракционному и химическому составу, структуре, качеству поверхности, текучести и насыпной плотности. Основные требования к порошку регулируются стандартом ASTM F3049 (руководство по характеристике металлических порошков для аддитивного производства) [1], что позволяет наряду с контролем параметров процесса СЭЛС, а также соблюдением требований к переработке использованного порошка, обеспечить необходимую структуру и свойства индивидуализированных титановых компонентов наряду с повторяемостью свойств при аддитивном процессе.

Важным является также понимание того факта, что АП является этапом производственного процесса, а не самим конечным таковым процессом. Это значит, что необходимо понимание и исследование материала как до СЭЛС (разработка, изучение, и контроль свойств порошков), в самом аддитивном процессе (параметры процесса), а также разработка эффективных процедур постобработки до повышения плотности и механических свойств до требований стандартов. На каждом этапе этой производственной цепочки происходит изменение микроструктуры и макроструктуры материала.

Степень разработанности темы исследования.

В настоящее время процессу СЭЛС сплава титановых сплавов посвящено достаточно много работ. Активно проводят исследования влияния параметров аддитивного процесса на структуру и свойства титановых сплавов. Среди исследований следует выделить работы А. Корtyug, J. Karlsson, P. Wang, H. Gong, L. Rannar, E. Tiferet, V. Petrovic, H. Gong, A.A. Antonysamy. В работах рассматриваются различные вопросы, в частности механические свойства титановых сплавов изготовленных методом СЭЛС, шероховатость поверхности, соответствие размеров CAD (Computer-Aided Design) и синтезированных образцов, а также влияние качества исходного порошка на аддитивный процесс,

составляются карты зависимости механических свойств образцов от расположения на платформе построения. Исследуются параметры термической и термодеформационной обработок для постобработки титановых сплавов изготовленных методом СЭЛС.

На сегодняшний день имеется крайне малое количество исследований влияния особенностей переработки порошка Ti-6Al-4V в процессе СЭЛС на механические свойства синтезируемого справа. Отсутствуют данные по влиянию морфологических дефектов использованного в СЭЛС порошка на структуру и механические свойства сплава Ti-6Al-4V.

Отсутствуют сравнительные данные по фазообразованию, протекающие в сплаве Ti-6Al-4V при применении первичного и использованного порошка, в качестве сырья для аддитивного процесса.

Целью настоящей работы является комплексное изучение закономерностей формирования структуры и фазового состава сплава Ti-6Al-4V, полученного методом аддитивного производства, а именно селективного электронно-лучевого спекания (СЭЛС) с последующим горячим изостатическим прессованием (ГИП) для обеспечения формирования высокого комплекса механических свойств при производстве персонализированных изделий медицинского назначения.

В работе поставлены и решены следующие задачи:

1. Исследовать процессы фазообразования и формирования текстуры, протекающие в сплаве Ti-6Al-4V в процессе СЭЛС и под воздействием ГИП;

2. Установить влияние технологических параметров процесса СЭЛС на формирование структуры и механические свойства сплава Ti-6Al-4V;

3. Изучить влияние морфологии и химического состава исходного порошка на структуру и механические свойства сплава Ti-6Al-4V;

4. Исследовать влияние ГИП на структуру и свойства сплава Ti-6Al-4V, изготовленного методом СЭЛС.

Научная новизна и теоретическая значимость работы:

1. Методом ориентационной микроскопии установлены закономерности формирования текстуры α и β-фаз, как при синтезе изделия методом СЭЛС из сплава Ti-6Al-4V, так и при его дальнейшей обработке методом ГИП.

2. Произведено моделирование процесса СЭЛС на основе метода конечных элементов (МКЭ). С помощью которого была составлена карта распределения температур в верхнем слое изделия, а также схема термоциклирования кристаллизовавшегося слоя (циклы нагрева/охлаждения) в процессе СЭЛС.

3. Впервые экспериментально установлено влияние морфологических дефектов использованного в СЭЛС порошка на структуру и механические свойства сплава Ti-6Al-4V.

4. Установлены особенности разрушения сплава Ti-6Al-4V после СЭЛС и ГИП как при статическом, так и при многоцикловом нагружении.

Практическая значимость работы:

Разработка и усовершенствование новых технологий направлены на обеспечение нужд промышленности в сложных компонентах с прогнозируемыми высокими механическими свойствами. Аддитивные технологии проходят активное внедрение в разных отраслях промышленности, причем касаемо титановых сплавов, речь идет о критически важных отраслях – медицине, космосе, авиапромышленности и автомобильной отрасли. Реализация и внедрение предлагаемых подходов к параметризации процесса СЭЛС, стандартизации рециркуляции и повторного использования порошковых материалов, оптимизации и контролю термической постобработки, будут способствовать повышению качества титановых компонентов, удешевлению аддитивного производства, и повышению эффективного использования титановых материалов.

О реальной практической значимости проведенной работы свидетельствует тот факт, что ее промежуточные результаты способствовали успешной международной сертификации по стандарту ISO 13485:2003 изготовления титановых имплантатов процессом СЭЛС в Израильском институте металлов.

С помощью полученных экспериментальных данных, были:

1. Разработаны режимы АП СЭЛС, позволяющие получить персонализированные медицинские изделия с минимальной пористостью, а также с микроструктурой, обеспечивающей высокие механические свойства.

11

2. Разработаны рекомендации по позиционированию персонализированных медицинских изделий на платформе построения (в том числе, компоновка АП из нескольких изделий для повышения производительности аддитивного процесса) позволяющие сохранить достаточную однородность структуры и комплекс свойств.

3. Установлено влияние переработки порошка после СЭЛС, на изменение химического состава и механических свойств сплава Ti-6Al-4V. Разработаны подходы к повторному применению использованного порошка для достижения заданного набора свойств персонализированных медицинских изделий, с применением ГИП. (допустимое количество циклов СЭЛС с учетом последующей переработки, критерии утилизации порошка).

4. Установлен режим, ГИП приводящий к значительному повышению усталостных свойств изделий СЭЛС за счет устранения остаточной пористости после АП.

Материалы диссертационной работы используются в учебном процессе Техниона – Израильского технологического института, в рамках курса «Аддитивное производство для инженеров», а также в процессе планирования и разработки индивидуальных медицинских изделий ветеринарного госпиталя «Сколково-Вет», г. Москва (см. Приложение А).

Методология и методы диссертационного исследования.

Методологической основой исследования послужили работы ведущих зарубежных и российских ученых в области титановых сплавов, а также аддитивной технологии СЭЛС, государственные стандарты American Society for Testing and Materials (ASTM). Для достижения поставленной цели и задач в диссертационной работе были использованы следующие методы исследования: растровая электронная микроскопия с использованием ориентационной микроскопии, основанной на анализе дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD), инструментальные методы измерения механических свойств, а также математическое моделирование аддитивного процесса методом конечных элементов.

Положения, выносимые на защиту

1. Структура, текстура, фазовый состав и уровень механических характеристик сплава Ti-6Al-4V, изготовленного методом СЭЛС.

2. Зависимость микроструктуры сплава Ti-6Al-4V от технологических параметров процесса СЭЛС.

3. Зависимость микроструктуры и механических характеристик сплава Ti-6Al-4V, изготовленного методом СЭЛС, от морфологии и химического состава используемого порошка.

4. Влияние ГИП на микроструктуру, текстуру и механические характеристики сплава Ti-6Al-4V.

Степень достоверности результатов, полученных в работе, обеспечена большим объемом проведенных исследований с использованием современного высокоточного оборудования, применением взаимодополняющих методов исследований и испытаний, а также апробацией результатов работы. Работа соответствует современным научным представлениям.

Апробация результатов работы. Работа выполнялась В рамках сотрудничества между Израильским институтом металлов Технион - Израильский технологический институт (Израиль) и ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина» (Российская (Договор 01.01.2020). Также работа была Федерация) ОТ частично профинансирована правительством Государства Израиль по программе поддержки молодых ученых в области технических наук.

Результаты работы докладывались и обсуждались на следующих международных конференциях:

1. Доклад «Effect of build orientation in Electron Beam Melting of Ti-6Al-4V» specimens на IEEE международной конференции «Nanomaterials: Applications & Properties» (г. Суммы, Украина, 9 - 13 ноября 2020).

 Доклад «Additive Manufacturing of titanium medical implants» на международной конференции «18th Israel Materials Engineering Conference (IMEC-18)» (Мертвое Море, Израиль, 6 - 8 февраля 2018 г.). 3. Доклад «Application of Additive Manufacturing for Veterinary Medical Implants» на международной конференции «Technological Innovation in Metals Engineering (TIME-2018)» (г. Хайфа, Израиль, 30 - 31 мая 2018 г.).

4. Доклад «3D printing of titanium medical implants applied to the veterinary cases» на международной конференции «AEAI 35th Israeli Conference on Mechanical Engineering» (г. Беэр-Шева, Израиль, 9 - 10 октября 2018 г.).

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, и списка литературы. Объем работы 154 страниц, и она включает 77 рисунков, 20 таблиц и приложения. Список цитированной литературы включает 183 наименования работ отечественных и зарубежных авторов.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 11 печатных работ, в том числе 1 статья в журнале из перечня ВАК РФ, 10 статей в изданиях, индексируемых базами Web of Science и Scopus.

Личный вклад автора. Ha основании задач исследования сформулированных научным руководителем А.А. Поповым, автор провел планирование необходимых экспериментов. Анализ полученных результатов автор выполнял при участии научного руководителя В.В. Попова, научного руководителя А.А. Попова и сотрудников кафедры термообработки и физики Этапы диссертационного исследования выполнены металлов. автором самостоятельно, либо при непосредственном его участии, в том числе: анализ научно-технической литературы; анализ морфологии порошка Ti-6Al-4V; выбор параметров СЭЛС и термомеханической обработки.

Автор непосредственно участвовал в процессе аддитивного построения, в постобработке и переработке порошка, а также анализе результатов ориентационной и растровой электронной микроскопии, в подготовке к публикации полученных экспериментальных и научных результатов.

Диссертационная работа выполнена на кафедре Термообработки и физики металлов ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина». Лабораторные эксперименты по аддитивному производству образцов из сплава Ti-6Al-4V и исследование их механических

свойств, проведены в центре Аддитивного Производства Израильского института металлов Техниона - Израильского технологического института (ИИМ). Весь комплекс исследований по микроструктуре сплава Ti-6Al-4V, включая анализ и обобщение результатов ориентационной микроскопии (EBSD), проводился в ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина» (УрФУ).

Научный руководитель А.А. Попов (УрФУ) осуществлял научное руководство, оказывал помощь в анализе и обобщении результатов исследований, подготовке статей. В.В. Попов (ИИМ) осуществлял научное руководство, оказывал помощь в планировании и организации экспериментов и механических испытаний, в обобщении результатов исследований, и в подготовке статей. Автор выражает благодарность С.И. Степанову (УрФУ) за помощь в анализе, расчёте и обсуждении полученных результатов и за совместную работу над публикациями. Также автор благодарит за помощь В проведении экспериментов, измерений, И микроструктурных исследований – профессора д.т.н. М.Л. Лобанова (УрФУ), профессора Яньшень Ки (GTIIT-Technion, China), д.т.н. А. Кац-Демьянеца (ИИМ), и руководителя лаборатории передовых производственных процессов к.т.н. А.Г. Флейшера (ИИМ).

ГЛАВА 1. НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ОБЗОР СУЩЕСТВУЮЩИХ ТЕХНОЛОГИЙ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ

1.1 Аддитивное производство титановых сплавов

Титан и титановые сплавы это хорошо известные и широко применяемые в Превосходные промышленности конструкционные материалы. свойства титановых сплавов востребованы и в медицине, в химической обработке, морской, автомобильной технологиях, И аэрокосмической спортивных промышленности [2]. По сравнению с другими металлами титан и титановые сплавы обладают высокой коррозионной стойкостью и высоким удельным отношением прочности к массе (strength-to-weight ratio) [3, 4]. На сегодняшний день Ti-6Al-4V является наиболее широко используемым титановым сплавом [2]. Этот сплав имеет сбалансированное сочетание механических свойств и обрабатываемости и широко исследуется разными международными научными коллективами [2, 5, 6]. Компоненты из титановых сплавов сложно обрабатывать традиционной механической обработкой или фрезерованием из-за относительно низкой теплопроводности, что делает аддитивное производство особенно привлекательным для изготовления титановых компонентов [7].

Титановые сплавы заняли особую нишу в АП, благодаря превосходным механическим и физическим свойствам [3, 4]. Титановые сплавы используются для биомедицинских имплантатов [8–10], для стоматологического применения [11, 12], для изготовления инструментов [13], для аэрокосмической промышленности [6, 14–16], музыкальных инструментов [7], и для автомобильных нужд [17] (см. Рисунок 1.1.1). АП титановых сплавов является одним из наиболее успешных в промышленном отношении благодаря уникальных свойств титановых сплавов [2].

Технологии АП титановых сплавов можно разделить на категории согласно Рисунку 1.1.2. Две основные группы - это прямой подвод энергии и материала

(Direct Energy Deposition - DED) [18] и синтез на подложке (Powder Bed Fusion - PBF) [2].



Рисунок 1.1.1 – Промышленное применение АП титановых сплавов [19]

Технологии DED обычно подразделяются в зависимости от используемого источника энергии - лазера, электронного луча или дуги - а также от используемого сырья - порошка, как в LENS-процессе [3, 20] или металлической проволоки, как в процесса WAAM [21–23].



Рисунок 1.1.2 – Технологии АП для производства титановых изделий [24]

Технологии DED привлекательны для промышленности из-за возможности производства средних и крупных деталей намного быстрее, чем при использовании других технологий [22]. Однако все методы DED ограничены в производстве тонкостенных элементов и решетчатых структур чистой формы, особенно востребованных в области современных медицинских имплантатов.

Технологии синтеза на подложке PBF также можно разделить на две основные группы в зависимости от используемого источника энергии - лазер для селективного лазерного сплавления (СЛС); и электронный луч для СЭЛС.

Существуют десятки производителей СЛС-машин [19, 25]. Этот процесс довольно хорошо известен, и для него есть много доступных материалов. СЛС использует лазер, работающий в атмосфере инертного газа [26–29].

Этот процесс обычно характеризуется способностью воспроизводить детали с высокой точностью, сложной геометрии, внутренних каналов, и тонких элементов [30, 31]. Однако, есть некоторые особенности процесса, усложняющие его использование в промышленности. Например, частью процесса является обязательная термическая обработка печатных компонентов для снятия остаточных напряжений, что удлиняет производственный процесс. Еще один пример недостатков процесса СЛС - большое количество поддерживающих структур, которые необходимы для успешного построения деталей. Практически все внешние элементы СЛС детали «приварены» к стартовой пластине. Это, в свою очередь, требует дополнительной механической обработки и срезания деталей со стартовой платы. Таким образом, в процессе СЛС дополнительная постобработка увеличивает стоимость процесса АП.

Процесс СЭЛС, с одной точки зрения, является довольно известным процессом, поскольку в нем используется тот же принцип, что и в электроннолучевой сварке, когда электронный луч используется в качестве источника энергии для плавления металлического сырья. Но именно в области порошкового АП, технология СЭЛС достаточно уникальна, и на рынке есть только один успешный промышленный производитель СЭЛС-машин. [19, 32].

18

1.1.1 Применение аддитивного производства титановых сплавов в медицине

АП (3Д печать) применяется в самых разных областях биомедицины [15, 19, 33]. Медицинские области применения быстро расширяются и, как ожидается, произведут революцию в здравоохранении. Использование АП в медицине можно разделить на следующие категории (см. Рисунок 1.1.1.1):



Рисунок 1.1.1.1 – Классификация применения технологий АП в медицине [33]

Для биомедицинского АП любого типа необходимо подготовить 3D-модель CAD. Модель CAD преобразуется в файл STL, пригодный для печати [10, 34].

Как показано на Рисунке 1.1.1.1, существуют различные биомедицинские применения АП, от индивидуальных протезов и биомедицинских моделей до печатного синтеза тканей и человеческих органов.

Изготовление тканей и органов - это во многом самый сложный и инновационный участок биомедицинской 3D-печати [35, 36]. Основные успехи были достигнуты в области био-печати тканей и сосудистых структур. Материалы, используемые для био-печати - это био-чернила и био-гидрогели. Обычно они обрабатываются с использованием индивидуальных систем био-печати.

Фармацевтические исследования, касающиеся лекарственных форм, доставки до очага проблемы - еще одно медицинское применение АП [33, 37].

Анатомические модели – это широкая область применения АП в медицине [33, 38, 39]. Здесь могут применяться различные методы на основе полимеров. Они дают возможность изготавливать многоцветные / полноцветные / прозрачные модели [40]. Эти модели используются в образовательных целях для студентов-медиков. Печатные анатомические модели обычно служат предварительным этапом перед имплантацией индивидуальных ортопедических печатных имплантатов [41, 42].

Индивидуальное протезирование - это уже сейчас промышленное применение АП, позволяющее значительно повысить качество жизни тысяч пациентов, которым требуется протезирование рук, пальцев, ног, или ступней. Здесь АП это часть производственного процесса, для которого также необходимы роботизированные и сенсорные компоненты [43]. АП здесь отвечает за максимальное удобство и индивидуализацию, чтобы сделать эти протезы особенно подходящими по форме и цвету для конкретного пациента [44]. Протезы для конкретных пациентов могут быть изготовлены из твердой пластмассы и металлов, например, титана (см. Рисунок 1.1.1.2). [45].



Рисунок 1.1.1.2 – Протез из титанового сплава изготовленный АП, дизайн выполнен William Root [45]

Персонализированные ортопедические имплантаты – именно для этой категории медицинского применения АП, представленная диссертационная работа

наиболее важна, так как именно персонализированные имплантаты производятся из титановых сплавов методами синтеза на подложке, и в частности по технологии СЭЛС.

Основными группами металлов, используемых для изготовления персонализированных имплантатов, являются нержавеющая сталь 316 (SS316) [46, 47], кобальтохромовые сплавы (Co-Cr) [48–50]; и титановые сплавы [2, 5, 10] (см. Таблицу 1.1.1.1). Все они обладают высокой коррозионной стойкостью и биосовместимостью, что имеет решающее значение для правильной остео-интеграции и естественного восстановления пациента.

Таблица 1.1.1.1 – Биосовместимые материалы применяемые в АП для персонализированных имплантатов [51]

Материал	Аббревиатура /	Применение	
	обозначение	•	
	CP-Ti	Фиксация кости	
		Искусственный клапан, стенты,	
	11-0A1-4 V	костная фиксация	
	Ti 641 7Nb	Стоматология, коленный и	
Титан и сплавы	11-07 M-7140	тазобедренный суставы	
на его основе	Ti-5Al-2.5Fe	Спинные имплантаты	
	Ti-15Zr-4Nb-2Ta-0.2Pd	Стоматология	
	Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr	Стоматология	
	83%-87%Ti-13%-	CTONSTOTOFUL	
	17%Zr (Roxolid)	Стоматология	
Нержавеющая	3161	Стоматология, хирургические	
сталь	510L	инструменты, коленные суставы	
Кобалит	Co Cr Mo Co Ni Cr	Искусственный клапан, фиксация	
	Mo	кости, стоматология, коленный и	
хромовые сплавы	IVIO	тазобедренный суставы	
Сплавы с			
эффектом памяти	Ni-Ti	Катетеры, стенты	
формы			
		Стоматология, суставной хрящ,	
Полимеры	PMMA, PE, PEEK	опорная поверхность	
		тазобедренного сустава, опорная	

Материал	Аббревиатура / обозначение	Применение	
		поверхность коленного сустава, мягкие ткани	
Био-стекло SiO2/CaO/Na2O/		Стоматология, ортопедические	
	5102, 040,1,420,1200	имплантаты	
Оксил ниркония	Zirconia	Пористые имплантаты,	
Оксид циркония	Ziicoina	Стоматология	
Оксид алюминия	А12О3 Стоматология		
Гипроконополит	Ca5(PO4)3(OH)	Стоматология, материал	
т идроксианатит		покрытия имплантата	

Однако только титановые имплантаты сочетают в себе преимущества высокой коррозионной стойкости и биосовместимости с легковесностью и высокой прочностью, которые также являются очень ценными свойствами для ортопедических имплантатов.



Индивидуальные медицинские имплантаты

Рисунок 1.1.1.3 – Классификация персонализированных металлических имплантатов, изготавливаемых АП, [24]

Согласно классификации, представленной на Рисунке 1.1.1.3, можно выделить четыре основных категории печатных имплантатов:

- Стоматологические имплантаты: коронки, мосты, скобки, выравниватели [12]

- Суставы: Эта группа является наиболее сложной для замены, поскольку здесь возникает проблема с сохранением функциональности колена, тазобедренного сустава или плеча. Таким образом, этот тип имплантата сложен и включает несколько компонентов, часто изготовленных из разных материалов [52]. Одним из важнейших факторов для суставных имплантатов является износостойкость, поэтому наряду с использованием титановых сплавов, их также изготавливают из сплавов Co-Cr с высокими износостойкими свойствами [48].
- Спинные имплантаты обычно делятся на две категории. Наиболее распространенным типом спинных имплантатов являются "кейджи" (клетки) для замены межпозвонкового диска [53, 54]. Но в тяжелых случаях может понадобиться замена всего позвонка. Для этого типа имплантатов применяются титановые решетчатые конструкции, которые особенно удобно производить методами АП [42, 54, 55].
- Травматология: В эту категорию входят такие случаи, как переломы черепа (изготовление индивидуальных пластин) и замена участков кости, поврежденных вследствие рака или других опухолей [10, 34, 56].

Технологии АП имеют особые преимущества для изготовления и трансплантации сложных имплантатов. Основным преимуществом является возможность настройки имплантата под конкретного пациента, причем эта индивидуализация не требует дополнительных затрат.

Дополнительным достоинством АП является возможность изготовления решетчатых структур для дополнительной легкости, что способствует остеоинтеграции. Решетчатые конструкции могут быть спроектированы таким образом, чтобы имитировать прочность костей и, следовательно, минимизировать разницу напряжений. Используя компьютерную томографию (КТ) и другие методы визуализации можно создавать модели САПР для АП [10, 38, 54].

Преимущество синтеза на подложке заключается в его быстром отклике при необходимости хирургического вмешательства и создании необходимых сложных сетчатых структур. Развитие технологий медицинской визуализации обеспечивает

легкий доступ к объемной визуализации костей пациента, по которой врач может планировать имплантат, который затем изготавливается АП [34, 57].

Титановый имплантат должен идеально подходить пациенту. Процесс планирования операции дает хирургу возможность четко визуализировать этапы операции, что значительно сокращает время. В настоящее время уже существует достаточно большое количество производителей 3D-принтеров, пригодных для изготовления биомедицинских имплантатов.

Механические свойства готовых деталей СЭЛС достаточны для биомедицинского применения, однако, необходим контроль параметров процесса и постобработка для прогнозируемости свойств [10, 58].

Использование АП для медицинского применения дает новые возможности для хирургов. Например, преимущества предоперационного планирования и относительно низкая стоимость прототипирования имплантата. Стоимость АП имплантатов уже вполне конкурентоспособна, обеспечивая хорошее соотношение цены и качества. Технология СЭЛС может значительно сократить время операции и в то же время ускорить выздоровление пациентов [5, 9, 10, 58].

Однако из-за новизны технологии АП (особенно СЭЛС) для изготовления медицинских имплантатов из титановых сплавов существует проблема отсутствия базовых научных знаний о процессе (фазообразование, влияние примесей, параметров процесса, и т.д.) и необходимых процедурах постобработки (контроль поверхности, уплотнение материала, стерилизация, полировка, заполнение решетчатых структур в имплантатах, и т.д.) [5]. Поэтому крайне необходим вклад исследовательских центров в понимание и развитие аддитивного производства, и укрепления материаловедческой базы АП.

1.1.2 Особенности сплава Ті-6АІ-4V

Титан и его сплавы широко используются для изготовления медицинских имплантатов ввиду сочетания высоких механических свойств, сравнительно малой плотности, хорошей биосовместимости, высокой коррозионной стойкости и относительной доступности. Сплав Ti-6Al-4V также широко используется в судостроении, благодаря низкой склонности к коррозии, а агрессивных средах. Этот сплав считается хорошо свариваемым промышленными способами сварки, в том числе методом диффузионной сварки [59, 60]. Для аэрокосмической отрасли и для авиационной промышленности важны такие свойства этого сплава, как низкий удельный вес наряду с высокой механической и усталостной прочностью, и высокой коррозионной и эрозионной стойкостью [61].

Благодаря столь широкому промышленному применению сплава Ti-6Al-4V, его свойства, микроструктурные/фазовые превращения достаточно хорошо изучены и продолжают изучаться по всему миру.

Ti-6Al-4V – является самой популярной порошковой композицией для металлических аддитивных технологий, в том числе и для производства медицинских имплантатов [62], аэрокосмических компонентов [6] и автомобильных деталей [63, 64]. Для большинства областей применения титановых порошков требуется, чтобы содержание кислорода было менее 0,15 вес.% [65].

В системе Ti-Al-V могут образовываться как твердые растворы на основе титана, ванадия и алюминия, так и интерметаллидные фазы. Образование таких интерметаллидных фаз прежде всего связано с высокой химической активностью алюминия [66].

Бинарный (или квазибинарный) α (ГПУ) + β (ОЦК) сплав Ti-6Al-4V широко применяется в промышленности, благодаря высокой прочности при повышенных температурах [67, 68]. ГПУ фаза α имеет пространственную группу *P*6₃/*mmc*. В свою очередь, ОЦК фаза β имеет пространственную группу *Im*-3*m*. Алюминий и ванадий являются основными легирующими элементами сплава Ti-6Al-4V. Причем, алюминий стабилизирует α-фазу в то время как ванадий стабилизирует βфазу [69]. Выделение α-фазы за счет легирования алюминием способствует повышению прочности и жаропрочности титанового сплава. Образование β-фазы при легировании сплава ванадием повышает пластичность и механическую прочность материала [70]. При этом, есть и негативный эффект этих фаз. Так, фаза α способствует увеличению твердости и прочности, в то же время приводит к охрупчиванию материала, в то же время β-фаза улучшает пластичность, но снижает твердость и прочность на растяжение.

Сплав Ti-6Al-4V называют также квазибинарным из-за его склонности к образованию промежуточных фаз в неравновесном состоянии (см. Рисунок 1.1.2.1).



Рисунок 1.1.2.1 – Квазибинарный разрез для сплава Ti-6Al-4V [71]

К этим промежуточным или неравновесным фазам относятся метастабильные мартенситные фазы и интерметаллидная ГПУ фаза Ti₃Al (α_2 , D0₁₉, a=0,574 нм c=0,498 нм, пространственная группа $P6_3/mmc$, прототип Mg₃Cd) [66, 72]. Для понимания и моделирования фазовых превращений в сплаве Ti-6Al-4V, важно учитывать, что температура фазового $\beta \rightarrow \alpha$ превращения в сплаве Ti-6Al-4V проходит в диапазоне 980-1000 °C и напрямую зависит от содержания легирующих элементов. Например, рост содержания кислорода в сплаве способствует увеличению температуры полиморфного превращения, так как он является стабилизатором α -фазы. Аналогично, добавка железа работает как стабилизатор β -

фазы, и при увеличении содержания этой добавки, температура полиморфного превращения снижается [66, 73].

В аддитивном процессе таком как СЭЛС, из-за высоких скоростей охлаждения во время процесса синтеза, β-фаза при дальнейшем охлаждении трансформируется в мартенситную α'-микроструктуру. Это приводит к охрупчиванию и уменьшению вытягиванию [74, 75]. Мартенситная фаза имеет тот же химический состав, что и β-фаза, но ее кристаллическая структура является гексагональной псевдокомпактной, что приводит к высоким остаточным напряжениям [76].

Можно сказать, что образованию α' -фазы способствует закалка из высокотемпературной β -области (выше температуры $\alpha \rightarrow \beta$ полиморфного превращения). Фаза α'' имеющая базоцентрированную орторомбическую решетку образуется при закалке из промежуточной α + β области (750-850 °C) [66, 77, 78]. α' -микроструктура образуется при снижении содержания ванадия ниже 4,65 мас.% [78]. Фаза α'' в свою очередь, является «пересыщенной ванадием» с содержанием ванадия 5,45–8,0 мас.% [79].

Постобработка сплава Ti-6Al-4V, направленная на старение приводит к распаду обеих мартенситных фаз (α' - и α'') с образованием равновесных α - и β – фаз [66, 72].

1.1.3 Изготовление порошков для аддитивного производства

Основным методом производства порошка для АП СЭЛС, исследованного в данной работе, является газовая атомизация (GA). Методы GA, как правило, отличаются высокой производительностью и используются для производства больших объемов порошковых материалов [80]. Технологический процесс газового распыления представляет собой расплавление металла в плавильной камере, сливание его в управляемом режиме через форсунку (распылитель), где производится разрушение потока жидкого металла потоком инертного газа, воды

или воздуха [81–83]. Промышленные сплавы на никелевой и титановой основе обычно рассеивают потоком аргона. При применении газа-энергоносителя принципиально возможны три схемы диспергирования струи расплава: поток газа обтекает струю расплава соосно; поток газа направлен к струе расплава под прямым углом; поток газа направлен к струе расплава под некоторым углом (от 20 до 90°). Наиболее распространено распыление с углом встречи от 30 до 90° [84].



Рисунок 1.1.3.1 – Схематическое изображение процесса атомизации: a) GA; б) EIGA; в) PERP; г) PA [85]

Основными технологиями атомизации (Рисунок 1.1.3.1), для производства титанового порошка для аддитивного производства являются: GA (Gas Atomization) - газовая атомизация, EIGA (Electrode Induction Melting Gas Atomization) - распыление электродов инертным газом, PERP (Plasma Rotating Electrode Process) - центробежного распыления электрода под воздействием плазменного потока инертного газа (Рисунок 1.1.3.2 a), PA (Plasma Atomization) - плазменное распыление [65, 86–89].

На Рисунке 1.1.3.2 б показано распределение порошка по типу производства с размером частиц от 0-30 мкм до 40-120 мкм. Порошок PERP имеет самый большой размер частиц, порошок PA обладает самым узким диапазоном размеров частиц, а порошок EIGA обладает самой высокой долей частиц от 0 до 30 мкм [85].



Рисунок 1.1.3.2 – а) атомайзер РА – АТО Lab [90]; б) распределение атомизированного порошка Ti-6Al-4V [85]

1.1.4 Ключевые свойства порошков для аддитивного производства

Понимание ключевых свойств порошковых материалов необходимо для успешных АП металлических сплавов. Морфология, размер частиц, включение посторонних элементов, образование агломератов – все эти факторы влияют на однородное распределение порошкового слоя, плотность синтезируемых изделий, и на их конечные механические и физические свойства.

Текучесть и распределение порошка, могут оказать существенное влияние на формирование слоя порошка в аддитивном процессе и, следовательно, на формирование ванны расплава и гомогенность слоя [91]. Чрезмерные изменения характеристик порошка могут привести к неравномерному нанесению слоя, непостоянной плотности, дефектам механических свойств и плохому качеству поверхности. Следовательно, важно иметь возможность идентифицировать различные характеристики порошка, которые могут обеспечить стабильный аддитивный процесс, особенно в случаях использования, менее сфероидального порошка [92].

29

Необходимо учитывать, ЧТО металлические аддитивные технологии неразрывно связанны с переработкой и последующим использованием порошка, Количество циклов переработки порошка напрямую влияет на доступность титановых деталей, изготовленных аддитивным методом. Влияние количества циклов повторного использования порошка на характеристики порошка Ti-6Al-4V, включая состав, распределение частиц по размерам, теоретическую и насыпную плотность, текучесть и морфологию частиц. Исследования заготовок АП на растяжение и оценка с точки зрения количества циклов использования порошка, после 21 цикла аддитивного процесса СЭЛС. При котором отмечается, что содержание кислорода постепенно увеличивалось по мере увеличения количества циклов переработки, содержание Al и V показывает небольшое уменьшение. По мере прохождения циклов переработки порошок теряет сфероидальную форму, приобретают существенную некоторые искажаются И частицы заметно шероховатость поверхности, уже после прохождения 16 циклов переработки [93].

Описание характерных особенностей порошка и его обработка являются важными вопросами в порошковой металлургии. Свойства порошка варьируются в зависимости от процесса производства. Понимая и управляя этими процессами, можно улучшить конечные свойства материалов для различных отраслей промышленности [94]. Исследование металлических порошков, используемых в аддитивном производстве, с точки СЭЛС и СЛС в отношении размера и формы частиц, текучести и насыпной плотности. В результатах которого была обнаружена корреляция между формой частиц и характеристиками текучести, что могло бы объяснить определённые эффекты в нанесении слоя порошка в АП методом PBF [95].

АП металлов оказывает огромное влияние на промышленность позволяя изготавливать детали в частности с ранее не доступной геометрической формой или структурой, что особенно важно для при производстве изделий медицинского назначения [96]. Однако существует ряд технических проблем, накладывающих ограничение на развитие технологии, в том числе проблемы, связанные с адаптацией порошка для аддитивного процесса, а также сложности в соотношении

30

между свойствами порошка и свойствами заготовки АП. Технические требования и перспективные характеристики металлических порошков, особенности их использования в АП одно из наиболее перспективных направлений в металлических аддитивных технология, на сегодняшний день [94].

1.2 Аддитивная технология селективного электронно-лучевого спекания

Технология СЭЛС позволяет изготавливать, геометрические сложные, сетчатые, легковесные изделия, которые вряд ли можно изготовить традиционными способами [97]. Сегодня СЭЛС используется в двух основных областях: биомедицинская промышленность - производство костных имплантатов (например, эндо-протезирование тазобедренного сустава) [98]; космическая и авиационная промышленность, благодаря сочетанию хороших механических свойств и сложной геометрии. При этом мелкосерийное производство является дополнительным преимуществом технологии СЭЛС [99].

СЭЛС представляет собой разновидность процесса синтеза на подложке, в ходе которого изготовление деталей осуществляется путем послойного избирательного сплавления частиц металлического порошка электронным лучом в вакууме [100].

Технология СЭЛС - является перспективным методом для промышленности, благодаря таким особенностям, как:

- Высокомощный электронный луч (3-8 кВт) позволяет работать с металлическими сплавами с температурой плавления вплоть до 3400 °С, как, например, вольфрам [91];
- Технологическая среда СЭЛС представляет собой вакуум, который обеспечивает более чистый печатный материал, без примесей газа [26, 101];
- Процесс проходит при повышенных температурах, что обеспечивает снятие напряжения в процессе АП, и позволяет в большинстве случаев избежать дополнительной термической обработки СЭЛС компонентов;

 Во время СЭЛС порошок вокруг печатного компонента становится полуспеченным из-за повышенных температур в рабочей камере установки. Полуспеченный порошок служит опорным материалом для СЭЛС компонента, радикально уменьшая количество требуемых поддерживающих структур. Это позволяет изготавливать сложные геометрические конструкции с минимальным количеством поддержек. [102].

1.2.1 Оборудование для селективного электронно-лучевого спекания

В начале 2000-х годов шведская компания Arcam AB (впоследствии GE-Arcam) представила на рынке первую установку СЭЛС. На Рисунке 1.2.1.1 представлена одна из самых популярных установок СЭЛС на сегодняшний день в мире – установка Arcam c.



Рисунок 1.2.1.1 – Установка электронно-лучевого сплавления Arcam A2X EBM: а) шкаф управления: содержит компьютер, ПЛК, электронные модули, высоковольтный блок питания; б) шкаф с камерой содержит вакуумную камеру, компоненты вакуумной системы, а также электронно-лучевую пушку [32]. Двухмодульная структура установок Arcam сохраняется и в новых установках серии Q и Spectra. В такой структуре в одном модуле установки размещен компьютер с оригинальным программным обеспечением, электронные модули, и высоковольтный блок питания. Во втором модуле установки размещается, в свою очередь, вакуумная рабочая камера АП и сверху электроннолучевая пушка. Оборудование СЭЛС предназначено для послойного синтеза изделий сложной геометрической формы посредством электронно-лучевого спекания/сплавления металлического порошка в вакууме.

В Таблице 1.2.1.1 представлена вся линейка оборудования СЭЛС на сегодняшний день, а также официально доступные материалы для аддитивного процесса СЭЛС. Компания GE-Arcam, отдельно разрабатывает набор параметров аддитивного процесса СЭЛС для каждого нового материала [32, 103].

Таблица 1.2.1.1 – Установки СЭЛС GE-Arcam и поставляемые к ним порошковые материалы [32]

Тип	Описание	Доступные
установки	Описание	материалы
A2X	Максимальный размер детали: 200×200×380 мм. Мощность пучка: 50-3500 Вт. Минимальный диаметр пучка: 250 мкм.	Ti6Al4V Grade 5 Ti6Al4V Grade 23 Nickel alloy 718 TiAl
Q10	Максимальный размер детали: 200×200×180 мм. Мощность пучка: 50-3000 Вт. Минимальный диаметр пучка: 140 мкм.	Ti6Al4V Grade 5 Ti6Al4V Copt 23 Ti Grade 2 CoCr Pure Copper
Q20	Максимальный размер детали: 380×350D мм. Мощность пучка: 50-3000 Вт. Минимальный диаметр пучка: 140 мкм.	Ti6Al4V Grade 5 Ti6Al4V Сорт 23

Тип	Описание	Доступные
установки		материалы
Spectra H		Ti6Al4V Grade 5
	Максимальный размер детали: 250×430 D мм.	TiAl
	Мощность пучка: 50-6000 Вт.	Nickel alloy
		Tool Steel
Spectra L	Максимальный размер детали: 350×430D мм.	Ti6Al4V Grade 5
	Мощность пучка: 50-4500 Вт	Ti6Al4V Grade 23

Электронный луч в процессе СЭЛС представляет собой поток электронов, (заряженных частиц, ускоренных в электрическом поле), при попадании на материал значительная часть его кинетической энергии переходит в тепло, в результате происходит расплавление частиц материала в локальной области [104]. Электроны имеют отрицательный заряд, поэтому фокусировка и управление электронным лучом возможна с помощью электромагнитного поля. Так как электромагнитные дефлекторы имеют почти мгновенный отклик к изменяющимся условиям ввода, скорость сканирования электронным пучком может меняется в широком диапазоне.



Рисунок 1.2.1.2 – Сравнение в распределения энергии порошок Ti-6Al-4V, технологий СЭЛС и СЛС [105]

Поглощение энергии в случае с электронным лучом лимитируется электрической проводимостью материала, в связи с чем, методом СЭЛС возможно использование только проводящих металлов и сплавов [105, 106].

Кроме того, размер пятна электронного пучка в зоне расплава составляет в диаметре 0,1-1,0 мм, тогда как при использовании лазера эта величина значительно меньше (Рисунок 1.2.1.2). Это в частности способствует большей шероховатости поверхности компонентов, полученных СЭЛС [107].

1.2.2 Описание процесса селективного электронно-лучевого спекания

Процессу СЭЛС предшествует подготовка САД-модели. В программном комплексе Materialise Magics модель может быть оптимизирована, изменена, и размножена [33, 42]. Оптимизация может включать в себя позиционирование и ориентацию детали на платформе построения, а также структуры детали, например, интеграция встроенной решетчатой структуры. В программе Magics для каждого компонента выбираются оптимальные структуры поддержек. После чего структуры поддержек, решетчатые структуры и цельно-плотная часть детали сохраняются отдельными файлами в формате STL. Файлы STL загружаются на компьютер установки СЭЛС, и там его разделяют на слои определенной толщины с помощью оригинального программного обеспечения Arcam Build Assembler.

В процессе СЭЛС, установка воспринимает синтезируемый объект именно как набор слоев, каждый из которых должен быть последовательно нанесен в виде порошка на стартовую платформу, а затем проплавлен в соответствие поперечным сечением модели.

Производственный процесс начинается с откачки вакуума и последующего прогрева стартовой платформы до начальной температуры процесса 750°С. После этого наносится первый слой порошка и начинается непосредственно сам процесс СЭЛС. В отличие от похожего процесса СЛС, в процессе СЭЛС есть дополнительный этап прогрева подушки порошка перед проплавлением его согласно модели. Этот дополнительный прогрев порошка дает значительные

технологические преимущества, упомянутые выше – значительно снижает количество необходимых поддержек и избавляет материал от остаточных напряжений.

Сфокусированный электронный пучок проходит по выбранным областям и происходит плавление порошка в заданной области согласно соответствующему сечению (слою) модели. Затем происходит процесс затвердевания вследствие охлаждения. После формирования слоя платформа построения опускается ровно на выбранную толщину слоя, и наносится следующий слой порошка. Процесс продолжается до тех пор, пока не будет построена конечная деталь [99].





б)

Рисунок 1.2.2.1– Установка СЭЛС Arcam A2X: а) схема оборудования СЭЛС; б) фотография рабочей камеры установки [32]

В рабочей камере установки СЭЛС (Рисунок 1.2.2.1) производится постоянный подогрев до температуры 700-1000 °С, что уменьшает термические напряжения в синтезированном изделии. Вакуум поддерживается на уровне 1х10⁻⁸ МПа, обеспечивая чистоту процесса и незначительный объем включений газа, что создает благоприятные условия для работы с титановыми сплавами. Кроме того,
стоит принять во внимание высокую производительность СЭЛС-машин – 55-80 см³/ч в сравнении с 2-20 см³/ч у аналогичных по размерам СЛС машин [108]. Детали из сплава Ti-6Al-4V, изготовленные методом СЭЛС, демонстрируют механические свойства, которые аналогичны другим методам изготовления, таким как, например, литье [99].

1.2.3 Рециркуляция порошка в процессе селективного электроннолучевого спекания

Процесс СЭЛС ввиду своих технологических особенностей связан с переработкой и последующим использованием порошка (Рисунок 1.2.3.1). Основной объем порошка, используемый в АП, в рамках одного цикла построения, не участвует в синтезе изделия, а выполняет вспомогательную функцию поддержания однородной температуры и поддержки синтезируемых структур.



Рисунок 1.2.3.1 – Схема распределения порошка в процессе СЭЛС [102]

Порошок, окружающий синтезируемые структуры, частично спечен в результате высокотемпературного характера процесса СЭЛС. Существует возможность дальнейшего использования этого порошка после прохождения определенной процедуры переработки. На Рисунке 1.2.3.1 можно увидеть распределение порошка из бункера вокруг синтезируемой детали. Порошок, под стартовой платформой и в прямом контакте с синтезируемой деталью, будет имеет более высокую степень спекания в силу воздействия более высоких температур.

Процедура просеивания, прежде всего, связана с необходимостью разбить «температурные мостики» между частицами порошка. Кроме этого, необходимо провести просеивание порошка для удаления крупных металлизованных частиц и агломератов.

Каждая установка СЭЛС комплектуется системой переработки порошка. Системы рециркуляции порошка, представленная на Рисунок 1.2.3.2 состоит из вибрационного сита с размером ячейки 150 мкм, вакуумного пылесоса для чистого порошка, а также камеры для отчистки порошка (Powder Recovery System – PRS).



Рисунок 1.2.3.2 – Оборудование для переработки порошка установки СЭЛС: а) камера отчистки порошка PRS; б) вакуумный пылесос; в) вибрационное сито [102]

Учитывая то, что процесс СЭЛС проходит при температуре ~750°С, в результате аддитивного процесса образуется частично спеченный порошковый массив с синтезированной деталью. В результате нагрева подушки из порошка образуются «мостики» между частицами, не участвующими в процессе спекания, такие соединение между частицами порошка легко разрушаются. После окончания аддитивного процесса, платформу построения вместе с порошковым массивом с

деталью помещают в систему PRS (Рисунок 1.2.3.2 а). В камере системы PRS частично спеченный (агломерированный) порошок разбивают и подают для последующего просеивания на вибрационное сито, после чего порошок можно повторно использовать.

В зависимости от задачи аддитивного процесса, микроклимата в зоне размещения оборудования (контроль температуры и влажности), допускается многократное применение порошка в процессе СЭЛС (от 15 до 30 циклов переработки) без существенного влияния на микроструктуру и механические свойства синтезируемых деталей [102].

1.2.4 Математическое описание селективного электронно-лучевого спекания

Проблема моделирования АП является актуальной задачей для многих международных групп, работающих по этой тематике [98, 109, 110]. Такая задачи требует разностороннего понимания процесса АП, включая инженернофизико-термические технологические аспекты, процессы, И особенности используемого материала. Кроме того, в случае СЭЛС, математическое описание процесса должно включать расчет мощности и скорости движения луча, размер фокусного пятна, стратегию движения луча (стратегия проплавления слоев), расчет магнитных И электрических параметров, таких как электропроводность синтезируемого материала. Необходим учет разницы теплопроводности и скорости теплопереноса в зависимости от состояния материала в процессе СЭЛС – порошок, расплав, спеченный порошок, твердый синтезированный материал (см. Рисунок 1.2.4.1). Для решения уравнения теплопроводности нужно рассчитывать удельную мощность электронного луча [111]. В математическом выражении (1) q – это удельная поверхностная мощность пучка в месте его встречи с поверхностью материала, A(T) – это эффективный коэффициент полезного действия нагрева, S и *j* — площадь и плотность тока пучка в месте его контакта с материалом [111].

$$q = \frac{A(T)UI}{S} = \frac{4A(T)UI}{\pi d^2} = A(T)Uj,$$
 (1)

Поглощательная способность материала порошка А является функцией температуры[111–113].

Специфическим параметром процесса АП является также направление синтеза и его послойный характер [114].

С учетом того факта, что источником нагрева и плавления в процессе СЭЛС является пучок направленных электронов, математическое описание процесса должно учитывать специфику движения электронов в вакууме, их столкновение с частицами порошка, и зависимость их проникновения в глубь материала от его плотности (Рисунок 1.2.4.1). Величину проникновения потока электронов внутрь материала называют пробегом электронов [115]. Математически она может быть задана через следующее выражение:

$$\delta = 2.1 \cdot 10^{-12} U^2 / \rho \tag{2}$$

где δ — глубина проникновения, г.; *U* — ускоряющее напряжение, V; *ρ* — плотность металла, г/см³.



Рисунок 1.2.4.1 – Схема плотности распределения заряда в процессе СЭЛС [116]

Параметрами, характеризующими тот или иной процесс электронно-лучевой технологии, в первую очередь являются: мощность электронного пучка W, удельная поверхностная мощность в месте встречи пучка с объектом q, ускоряющее напряжение U, диаметр пучка в месте его контакта с материалом, связывающий значения W и q [117].

Основным математическим выражением для моделирования процесса СЭЛС является выражения для мощности электронного пучка, определяемой как произведение ускоряющего напряжения *U* на ток пучка *I*:

$$W = UI \tag{3}$$

Для СЭЛС это формула меняется исходя из специфики процесса. Между слоями основное направление сканирования (движения луча) меняется от оси х к оси у. Ток электронного пучка для СЭЛС титановых сплавов может составлять от 3 до 24 мА и скорость сканирования от 0,5 до 16 м/с. Энергия линии луча E_l может быть рассчитана как [118]:

$$E_l = \frac{U_e \cdot I_b}{v} \tag{4}$$

где U_e - напряжение ускорения, I_b - ток пучка, а v - скорость сканирования.

1.2.5 Параметры процесса селективного электронно-лучевого спекания

Установка СЭЛС Arcam A2X обладает большим набором параметров управления аддитивным процессом. Более того, будучи очень сложной системой, изменение одного параметра будет влиять на многие другие. Следовательно, неконтролируемое изменение параметров обязательно приведет сбою К аддитивного процесса [119]. В одном из наиболее подробных литературных источников [120] был сделан установка СЭЛС вывод, что имеет саморегулирующуюся систему для параметризации процесса АП. Параметрами, которые можно регулировать и изменять, для достижения лучших механических свойств, являются параметры расстояния шага смещения электронного луча (ШЛ) и изменение пятна фокуса [121].

Расстояние ШЛ это расстояние между двумя линиями штриховки в процессе СЭЛС. Согласно уравнению плотности энергии, увеличенное расстояние ШЛ уменьшит значение плотности энергии. Изменение пятна фокуса осуществляется путем изменения тока, что приводит к смещению фокальной плоскости от ее нулевого положения и, следовательно, к изменению площади луча. Увеличенное расстояния ШЛ приводит к снижению плотности энергии, которая образует пустоты (зоны непроплава). Увеличенное пятно фокуса увеличивает диаметр луча, тем самым снижая энергию, тем самым создавая пористость [121].

Скорость сканирования в установке СЭЛС динамически контролируется с помощью «функции скорости» во время процесса для достижения правильного размера ванны расплава. Функция скорости связана с максимальным током и индексом функции скорости. Кроме того, ШЛ и изменение пятна фокуса луча также являются важными параметрами процесса СЭЛС. Поэтому в литературе исследовано использование максимального тока, ШЛ, размера пятна фокуса и индекс функции скорости в качестве основных экспериментальных факторов [122]. Как показано в Таблице 1.2.5.1, три значения для каждого параметра были выбраны для изучения их влияния на образование дефектов по методу Тагути.

Таблица 1.2.5.1 – Факторы и степень влияния параметров установки СЭЛС на аддитивный процесс Ti-6Al-4V (Эксперимент Тагути) [120].

Параметры С'ЭПС	Значения параметров СЭЛС			
	1	2	3	
Максимальный ток, мА	10	20	30	
Расстояние ШЛ, мкм	150	200	250	
Изменение пятна фокуса, мА	5	10	15	
Индекс функции скорости	60	120	180	

Для оценки влияния доступных к изменению параметров СЭЛС на формирование сплава Ti-6Al-4V был использован метод дисперсионного анализа (ANOVA).

Пористость заготовок АП СЭЛС в зависимости от значения параметров показана на Рисунке 1.2.5.1 - 1.2.5.2.



Рисунок 1.2.5.1 – Зависимость пористости в образцах СЭЛС от параметров процесса: а) максимальный ток, б) изменение пятна фокуса [120]

Можно видеть, что распределение пористости напрямую связано с изменением параметров электронного луча, увеличение пятна фокуса, уменьшение максимального тока, равно как и увеличение расстояния ШЛ и функции скорости электронного луча в процессе СЭЛС, увеличивают распределении пористости в изделии.



Рисунок 1.2.5.2 – Зависимость пористости в образцах СЭЛС от параметров процесса: а) расстояние ШЛ, б) индекс функции скорости [120]

Результаты дисперсионного анализа представлены в Таблице 1.2.5.2, можно видеть, что все значения F превышают $F_{0,05}$, _{2, 27}. Таким образом, все экспериментальные параметры могут рассматриваться как значимые факторы, влияющие на пористость.

	Степень	Суммы	Средняя	Значение,	
Параметр процесса	свободы	квадратов	площадь	F	
Максимальный ток, мА	2	0,04	0,02	58,94	
Расстояние ШЛ, мкм	2	0,06	0,03	93,14	
Изменение пятна фокуса, мА	2	0,06	0,03	102,02	
Индекс функции скорости	2	0,23	0,12	376,73	
Ошибка	27	0,01	0,00		
Итог	35	0,40			
$F_{0,05, 2, 27} = 3,35$					

Таблица 1.2.5.2 – Результаты дисперсионного анализа СЭЛС Ті-6АІ-4V [120]

Расстояние ШЛ, изменение пятна фокуса и максимальный ток были изучены с использованием метода OFAT (One-factor-at-a-time) с индексом функции постоянной скорости (98 по умолчанию, для порошка Ti-6Al-4V) при толщине слоя 50 мкм. Эксперименты OFAT также иллюстрируют значимость расстояния ШЛ и изменение пятна фокуса для изменения пористости. Исходя из распределения пористости, увеличенное расстояние ШЛ и изменение пятна фокуса также могут рассматриваться как ключевые параметры. Переменна параметра максимального тока не создает видимой пористости в процессе СЭЛС.

Предполагается, что установка СЭЛС способна автоматически регулировать скорость сканирования в соответствии с температурой слоя порошка даже при уменьшенном токе пучка [120]. Таким образом, анализ и обсуждение параметров СЭЛС в основном сосредоточены на расстояния ШЛ и изменении пятна фокуса. Распределение пористости в зависимости от увеличения расстояния ШЛ показано на Рисунке 1.2.5.3. Видно, что пористость увеличивается за счет увеличения расстояния ШЛ, особенно когда это расстояние больше 180 мкм [121].



Рисунок 1.2.5.3 – Зависимость пористости от расстояния ШЛ [120]

Результаты эксперимента OFAT показывают, что пористость резко увеличивается, когда значение расстояния между линиями штриховки при изменении параметра ШЛ, больше 180 мкм. При расстоянии ШЛ равном 100 мкм (значение по умолчанию), затвердевшие линии штриховки располагаются одинаково. Нет видимых пор или дефектов между линиями штриховки. Однако перекрытие между линиями штриховки будет уменьшено, если расстояние ШЛ увеличится до 140 мкм и 180 мкм. Это можно отнести к нерасплавленному порошку между соседними линиями штриховки, как показано на Рисунке 1.2.5.4. Нерасплавленный порошок остается внутри детали образуя дефект. Это означает, что не весь порошок плавится во время процесса СЭЛС, это напрямую зависит от значения параметра ШЛ [121].



Рисунок 1.2.5.4 – Схематическое изображение изменения ванны расплава с увеличением расстоянием ШЛ [120]

Распределение пористости значительно увеличивается при увеличении расстоянии между линиями штриховки более 200 мкм. Видимые дефекты наблюдаются на поверхности, когда расстоянием ШЛ увеличивается до 260-300 мкм, при таком расстоянии ванна расплава не попадает на предыдущую линию штриховки, что приводит к появлению зон непроплава [123]. По затвердевшей поверхности можно сделать вывод, что ширина ванны расплава больше 180 мкм, но меньше 220 мкм [121].



Рисунок 1.2.5.5 – Зависимость пористости от изменения пятная фокуса электронного луча [120]

Распределение пористости в зависимости от изменения пятна фокуса электронного луча показано на Рисунке 1.2.5.5. Значение пятна фокуса до 16 мА существенно не меняет пористость.



Рисунок 1.2.5.6 – Схематическое изображение изменения ванны расплава с увеличением пятна фокуса [120]

Увеличение значения пятна фокуса луча приводит к увеличению диаметра луча во время процесса СЭЛС [124]. Это может привести к увеличению пятна луча, но меньшей концентрации энергии. Таким образом, плотность энергии уменьшается [125].

Небольшое значение пятна фокуса луча приводит к образованию пятна концентрированного электронного пучка и большей глубине плавления. Таким образом, глубина проникновения электронного луча в слой порошка больше, чем глубина проникновения луча [120]. Предыдущий спеченный слой также расплавляется, образуя ванны расплава, которые перекрывают друг друга. Каждая спеченная линия в штриховке образует форму гребня и создает шероховатую поверхность [97]. При увеличении пятна фокуса геометрия ванны расплава изменяется. Как показано на Рисунке 1.2.5.6 горизонтальной размер ванны расплава увеличивается, а глубина плавления уменьшается [126].

Увеличенная площадь перекрытия значительно улучшает шероховатость поверхности. Но небольшие поры могут образовываться на локализованных участках. Когда значение пятна фокуса выше 16 мА, увеличенная площадь перекрытия и уменьшенная глубина плавления создают нестабильную ванну расплава из-за непроплавленного порошка, как показано на Рисунке 1.2.5.6. Снижение текучести расплавленного порошка вызывает дефицит порошка внутри слоя, который отражается в увеличении пористости [121].

Промежутки между нерасплавленными частицами обусловливают определенную пористость в образцах, в то время как поврежденные линии штриховки усугубляют появление дефектов.

Однако расстояние ШЛ и изменение пятна фокуса электронного луча можно варьировать для получения пористых образцов. Смещение фокуса является дополнительным током, проходящим через соответствующую электромагнитную катушку, и может быть преобразовано в смещение фокальной плоскости от ее нулевого положения и, таким образом, изменение площади луча [125]. Увеличенное расстояние ШЛ приводит к снижению плотности энергии, которая образует пустоты в образцах Ti-6Al-4V. Увеличенное пятно фокуса увеличивает диаметр луча, что снижает плотность энергии и создает пористость. Значение пористости увеличивается, когда значение расстояние ШЛ увеличивается, особенно когда это расстояние превышает 180 мкм. Пористость (> 0,5%) появляется, когда смещение фокуса больше 16 мА. В частности, при 20 мА и 24 мА, увеличенное пятно фокуса вызывает резкое увеличение пористости в образцах Ti-6Al-4V.

В процессе СЭЛС можно использовать ряд параметров процесса для создания образцов с определенными свойствами, таких как увеличенное расстояния ШЛ и изменение пятна фокуса [127]. Изменение данных параметров имеет критическое значение для микроструктуры и свойств заготовок АП СЭЛС [128–130].

1.3 Горячее изостатическое прессование для аддитивно произведенных компонентов

На сегодняшний день, тепловая, механическая и термомеханическая обработка — это стандартный этап при изготовлении металлических изделий самыми разными технологиями, включая литье, машинную обработку, или АП.

В технологиях синтеза на подложке есть определенное разграничение, при котором рекомендуется проводить постобработку, и при котором это не обязательно. Например, в процессе СЛС всегда рекомендуется снятие остаточных напряжений в синтезируемом материале, в котором они традиционно присутствуют, так как в СЛС АП происходит в холодной камере [131]. Например, для Ti-6Al-4V синтезированном в процессе СЛС, до снятия деталей с платформы построения и удаления структур поддержек, вся платформа с деталями заходит в вакуумную печь на термообработку при 800 ⁰C в течении 1.5 часа, в вакууме 1,5 × 10^{-8} МПа. Только после такой термообработки, детали срезаются с платформы построения, удаляются структуры поддержки и производится необходимая финишная обработка.

В процессе СЭЛС ситуация кардинально отличается, так как титановые детали, синтезированные таким способом, не имеют остаточных напряжений (либо они пренебрежимо малы). Дополнительная термообработка деталей СЭЛС не требуется для многих областей применения, включая ряд медицинских применений, например, персонализированные черепные пластины. Однако, есть области применения и в медицине, и в аэрокосмической отрасли, где к титановым компонентам есть повышенные требования, в частности, к устойчивости к усталостным напряжениям. В этом случае применяется термомеханическая обработка ГИП. ГИП применяется для титановых компонентов, произведенных практически всеми промышленными способами. Его основной назначение — это повышение плотности, и пропорциональное снижение пористости титановых (и не только) деталей.

Механизмами заваривания технологической пористости являются пластическая деформация и диффузия; последняя обеспечивает как вакансионное растворение микропор, так и диффузионную сварку стенок пор, состыкованных деформацией [132].

Прогнозируя влияние ГИП на структуру и свойства материала, следует иметь в виду, что в процессе ГИП в материале могут происходить как позитивные, так и негативные изменения с точки зрения эксплуатационных характеристик. Опыт ГИП литейных сплавов на основе цветных металлов показывает [133–136], что позитивным является как полное, так и частичное удаление усадочных и технологических закрытых вакуумных пор. В результате происходит существенное повышение усталостной прочности материала. Однако в процессе ГИП при высоких температурах и нагрузках может происходить огрубление исходной микроструктуры, например, рост зерен в поликристалле [137]. Рост зерен в матрице сплава может вызывать уменьшение кратковременной прочности. Огрубление зеренной структуры при ГИП особенно неблагоприятно для сплавов, склонных к охрупчиванию, интерметаллидных сплавов [138]. Поэтому подбор оптимального режима ГИП аддитивного материала должен обеспечивать закрытие пористости при минимальных негативных изменениях микроструктуры [139]. ГИП динамично развивается, и его потенциал далеко не исчерпан во многом благодаря совершенствованию оборудования, что в течение последних лет привело к значительному снижению стоимости ГИП-обработки и, несомненно, способствовало расширению сферы его промышленного использования.

Изостатическое прессование требует сосудов высокого давления (СВД), в которых создают давление сжатого инертного газа или жидкости, приложенное непосредственно к обрабатываемому объекту. Газ, находящийся при высоком давлении, имеет высокую плотность, и ведет себя подобно жидкости, проникая в любые сообщающиеся с поверхностью отверстия или каналы, которые могут находиться в обрабатываемом объекте. Если предотвратить это проникновение, после баротермической обработки форма объекта или капсулы остается неизменной [140].



Рисунок 1.3.1 – Установка газостатической обработки материалов: а) внешний вид печи ГИП [139]; б) внутренняя камера печи ГИП;

Параметры баротермической обработки – давление, температура и время подбирают так, чтобы объект приобретал в результате этого воздействия полную плотность. В зависимости от целей проведения процесса, давление и температура в современной аппаратуре ГИП могут достигать 200 МПа и 2000 °С, (Рисунок 1.3.1), но для специальных применений разработано оборудование, которое

позволяет создавать в рабочем объеме температуры до 3000 ° С и давления до 300 МПа [140].

Как уже упоминалось, ГИП является достаточно известным и широко применяемым способом уплотнения структуры за счет минимизации усадочной пористости, например, в литейных сплавах на основе титана и алюминия [134–136]. Именно поэтому с промышленным развитием АП, и с повышением требований к механическим свойствам аддитивных компонентов представляется целесообразным использование ГИП и для АП. Производитель СЭЛС установок GE-Arcam также рекомендует ГИП для повышения усталостных свойств титановых СЭЛС компонентов. Тем не менее, из-за относительной новизны процесса СЭЛС, количество научных публикаций, исследующих эффективность закрытия пор в образцах СЭЛС, прошедших ГИП, ограничено [141, 142].

АΠ себя процессы включает В последовательного расплавления кристаллизации слоев материала. При соединении слоев между ними возникает граница раздела, которая является структурным дефектом и может содержать несплошности технологического характера [143]. Технологическими дефектами являются также неполное расплавление частиц порошка, наличие наследственных границ порошка в слое и некоторые другие. Кроме этого, при затвердевании слоя усадочная микропористость, расплава может возникать поскольку ДЛЯ металлических сплавов удельный объем фазы всегда больше объема твердой фазы, и разница объемов компенсируется образованием микропор [143].

Структурные дефекты могут оказывать существенное влияние на механические свойства и эксплуатационные характеристики аддитивных объектов. Влияние пор и несплошностей в аддитивных объектах может быть аналогичным тому, которое оказывает усадочная пористость на свойства литейных сплавов [143].

При оценке эффективности термомеханической обработки следует иметь в виду, что не все виды пор могут быть ликвидированы с помощью ГИП. ГИП направлен прежде всего, на закрытие поверхностных пор. В наименьшей степени влиянию ГИП подвержены газовые поры, расположенные в глубине объекта [144]. Одним из основных видов дефектов в слоистых структурах является пористость, на образование которой влияют технологические факторы. Пористость может быть газовой и вакуумной [145], то есть при воздействии ГИП в аддитивных компонентах следует ожидать удаления только вакуумной пористости.

В литературе можно найти ряд работ, посвященных исследованию влияния ГИП на механические свойства образцов титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных с помощью аддитивных технологий СЛС и СЭЛС (Рисунок 1.3.2). Например, в работе [139], в качестве исходного материала использовали порошки размером менее 80 мкм. Оценивались плотность, механические свойства (при испытаниях на растяжение и усталость) образцов в двух состояниях: без обработки (заготовок АП) металлографическое ГИП: проводили И подвергнутых дополнительно поперечных сечений образцов. Подготовленные обеим исследование ПО технологиям образцы для испытаний подвергали ГИП по режиму 920°С-100 МПа - 2 часа [139]. В исходном состоянии не обнаружено большого различия в механических свойствах аддитивных образцов, изготовленных различными методами АП. Однако, в процессе СЛС образцы после АП должны проходить дополнительную термообработку для снятия остаточных напряжений.



Рисунок 1.3.2 – Влияние ГИП на механические свойства СЛС сплава Ti-6Al-4V: а) кривые растяжения в различных состояниях, б) усталостная прочность [146]

После ГИП были получены близкие результаты для обеих технологий. СЭЛС образцы, прошедшие ГИП имели $\sigma_{\rm B} = 986$ МПа, $\delta = 22$ %, а СЛС-образцы – $\sigma_{\rm B} = 980$

МПа, δ = 22 %. Было установлено, что ГИП обеспечивает значительное улучшение усталостной прочности, при этом механические свойства при кратковременных испытаниях изменяются незначительно [139].

В обобщенном виде влияние ГИП на механические свойства СЛС образцов на примере образцов титанового сплава Ti-6AI-4V показано на Рисунке 1.3.3 [146].

Авторы [137] заключают, что ГИП и ТО при 1040 °С аддитивных образцов жаропрочного сплава IN625 позволяют повысить пластичность за счет некоторой потери прочности.

Универсальность ГИП определяется термодинамической природой процесса уплотнения: при наложении давления всестороннего сжатия при ГИП происходящих самопроизвольных процессах, которые должны способствовать повышению плотности системы в результате заваривания пор. Однако следует иметь в виду, что с помощью ГИП могут быть ликвидированы только закрытые вакуумные поры и трещины [147]. В порошковой металлургии пористые порошковые структуры изолируют от внешней среды при помощи специальных вакуумированных капсул. Аналогичным образом для удаления открытой пористости в аддитивных объектах их следует защитить от воздействия внешней среды в газостате [139].

Исследование пористости материала может проводиться методами электронной микроскопии или 2D-имидж анализа, которые позволяют оценить процент пористости в срезе образца. Однако, более эффективным методом исследования пористости является неразрушающий метод компьютерной микротомографии (µСТ). Причем, данный метод может быть использован для анализа пористости и в литых, и в АП образцах Ti-6Al-4V, до и после термообработки. µСТ повышает репрезентативность исследования эффективности выбранных параметров для закрытия пор [148]. Однако для оценки эффективности ГИП с точки зрения улучшения механических свойств синтезированных изделий следует проводить испытания на усталостные свойства [142, 149].

Существует несколько стандартов ASTM для АП, регулирующих параметры ГИП. Однако проблема данных стандартов заключается в том, что они, вероятно,

53

были заимствованы со стандартов для отливок Ti-6Al-4V, (AMS 4991). Соответственно для использования ГИП параметров для обработки заготовок АП требуется их адаптация исходя из особенностей технологии [150].

1.4 Выводы и постановка целей и задач исследования

Проведенный анализ литературных источников показал, что АП и в частности технология СЭЛС являются перспективной промышленной технологией для изготовления компонентов с высокими механическими свойствами из титанового сплава Ti-6Al-4V. Окончательный комплекс свойств в сплаве в процессе СЭЛС формируется в результате параметризации АП, переработки порошка, а также последующей термомеханической обработки ГИП.

Однако к настоящему времени все еще присутствуют значительные научные пробелы по обозначенное теме. В частности:

1. Ограниченное количество открытых научных публикаций по исследованию изменения фазового состава, структуры и физико-механических свойств сплава Ti-6Al-4V, и влияния параметров СЭЛС на эти изменения. Стремительное развитие методов визуализации микроструктуры и внутренних дефектов, методов просвечивающей электронной микроскопии, динамического механического анализа также позволяют продвинуть имеющиеся знания на новый уровень.

2. Современные тенденции по экологизации производства требуют понимая взаимосвязей структурного состояния и свойств с качеством и процессом переработки/рециркуляции порошка Ti-6Al-4V в результате АП.

3. Изучение процессов деградации порошков в процессе СЭЛС необходимо для продления их срока службы и повышения энерго-экономической эффективности АП.

4. Процессы термомеханической обработки, включая ГИП, расширяют применения АП титановых сплавов на компоненты с повышенной усталостной прочностью. Поэтому влияние ГИП на изменения фазового состава, структуры и

физико-механических свойств сплава Ti-6Al-4V при СЭЛС необходимо всесторонне изучать.

Перечисленные факторы свидетельствуют о высокой актуальности развития процессов СЭЛС для изготовления титановых компонентов для критически важных отраслей, в первую очередь, для медицины.

В связи с этим целью настоящей работы является комплексное изучение закономерностей формирования структуры и фазового состава сплава Ti-6Al-4V, полученного методом СЭЛС с последующим ГИП для обеспечения формирования высоких механических свойств при производстве персонализированных изделий медицинского назначения.

Задачами работы являются:

1. Исследовать процессы, протекающие в сплаве Ti-6Al-4V в процессе СЭЛС и под воздействием ГИП.

2. Определить влияние параметров процесса СЭЛС на структуру и свойства сплава Ti-6Al-4V.

3. Изучить особенности порошка и его влияние на структуру и механические свойства сплава Ti-6Al-4V

4. Исследовать влияние ГИП на структуру и свойства сплава Ti-6Al-4V изготовленного методом АП СЭЛС

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Как было заявлено выше, цель данного исследования представить комплексный подход к изучению процесса СЭЛС титановых сплавов. Для такого комплексного подхода оптимальной является методика, предложенная [151] – Дизайн материалов с использованием АП. (Materials Design by Additive Manufacturing). Как видно из Рисунка 2.1, данная методика предусматривает изучение процесса АП совместно с подготовкой/разработкой материала, и подбором/оптимизацией постобработки.



Рисунок 2.1 – Методика разработки материалов для АП [151]

Этап предобработки, посвящен дизайну материала. На этом этапе необходимо выбрать наиболее подходящий порошок (морфологию, размер частиц, химический состав). В данной диссертационной работе на этом этапе был выбран коммерчески доступный порошок Ti-6Al-4V, проведено его полное описание, и в

плане свойств исходного порошка, и изучение факторов, влияющих на деградацию его свойств.

Второй этап – сам процесс АП – включает контроль параметров процесса, с целью получения определенной микроструктуры и свойств.

Третий этап – постобработка – свидетельствует о том, что даже для синтезированного материала можно оказать влияние на его микроструктуру, пористость/плотность, текстуру и размер зерен, а в некоторых случаях на сам тип материала (например, перевести композит в сплав, или наоборот из керамической/металлической матрицы сделать композит [151, 152]).

2.1. Материал исследования

Материалом для исследования в данной работе послужил сплав Ti-6Al-4V, Grade 5 [153], используемый для СЭЛС, поставляемый GE-Arcam, с нормальным распределением частиц (Рисунок 2.1.1), произведенный по технологии газового распыления [154]. Значение текучести порошка 26 гр./сек., значение насыпной плотности 2,57 гр./см³.

Процесс спекания проводился оборудовании Arcam A2X EBM (GE Additive Company) [32]. Химический состав сплава Ti-6Al-4V приведен в Таблице 2.1.1.



Рисунок 2.1.1 – Распределение по размерам частиц первичного порошка Ti-6Al-4V (D10=51 мкм; D50=73 мкм; D90=98 мкм) [155]

Содержание элементов, масс., %								Т _{ПП} , °С	
П/ф	Al.	V	Fe	0	Н	C	Ν	Ti	
Ti-6Al-4V	6,42	3,88	0,18	0,133	0,002	0,01	<0,001		000
ASTM F1108 [156]	5,5-6,75	3,5-4,5	<0,3	<0,2	<0,015	<0,01	<0,005	осн.	999 ±14
ASTM F1472 [157]	5,5-6,75	3,5-4,5	<0,3	<0,2	<0,015	<0,01	<0,005		

Таблица. 2.1.1 – Химический состав порошка Ti-6Al-4V [32]

2.2 Селективное электронно-лучевое спекание сплава Ti-6Al-4V

Для определения влияния технологических параметров на процесс СЭЛС было изготовлено 7 производственных партий образцов (Таблица 2.2.1) методом спекания порошка Ti-6Al-4V в рабочей камере аддитивной установки Arcam A2X, с размерами области построения 200х200х380 мм.

Таблица 2.2.1 – Характеристики СЭЛС образцов Ti-6Al-4V

N⁰	Производ.	Ширина,	Длина,	Высота,	Угол образца
п/п	партия	ММ	MM	ММ	относительно платформы, °
1	А	10	10	100	90
2	Б	Ø5		100	45,60,90
3	В	Ø9,5		120	90
4	Г	Ø10		100	90
6	Д	Ø12		160	90
7	E	Ø10		100	90

Параметры аддитивного процесса СЭЛС для сплава Ti-6Al-4V представлены в Таблице 2.2.2. Следует отметить, что в данной таблице не указан параметр «функции скорости» (Таблица 1.2.5.1), связующий параметр для «скорости сканирования» и «мощности луча в процессе спекания» для достижения правильного размера ванны расплава в процессе СЭЛС.

Параметры процесса	Режим процесса СЭЛС
Температура в рабочей камере	700 – 750 °C
Давление в рабочей камере (P_{κ})	1,5 × 10 ⁻⁸ МПа
Высота слоя порошка	50 мкм
Мощность луча в процессе спекания	1,25 кВт
Скорость сканирования (V _o)	3,2 м/с
Пятно фокуса (d)	200-400 мкм
Шаг смещения электронного луча (ШЛ)	50-400 мкм

Таблица 2.2.2 – Параметры аддитивного процесса СЭЛС

Образцы всех производственных партий, исключая партию «А», были свободно размещены на платформе построения, в рамках одного пространства построения.

Образцы производственной партии «А» были разделены на наборы образцов: №1, №2 и №3, в каждом наборе было изготовлено 6 групп по 9 образцов, таким образом, чтобы расстояние между образцами внутри каждой группы составляло: 10 мм для набора №1, 5 мм для набора №2 и 2 мм для набора №3. Для каждой группы в наборах образцов было задано свое расстояние ШЛ (Рисунок 2.2.1. а).



Рисунок 2.2.1 – а) расстояние ШЛ для каждой группы СЭЛС образцов всех наборов производственной партии «А»;

 б) фотография заготовок АП, производственной партии «А», набор образцов №1 (расстояние между образцами – 10 мм.) [130] Были проведены также дополнительные эксперименты, включавшие построение образцов с сильно уменьшенным расстоянием ШЛ, равным 80 и 50 мкм, при расстоянии между образцами внутри групп - 10 мм, для этого в рамках производственной партии «А» был подготовлен набор №4



Рисунок 2.2.2 – Результаты компьютерного моделирования размещения образцов производственной партии «Б» на платформе построения с помощью программного комплекса Materialize

Образцы производственной партии «Б» были разделены на 3 группы (Рисунок 2.2.2) по типу ориентации относительно платформы построения. Были выбраны 3 типа углов, соответственно для каждой группы образцов (45°, 60°, 90°).



Рисунок 2.2.3 – а) размещение образцов производственной партии «В» на платформе построения; б) фотография образцов партии «В» [155]

Производственная партия «В», состоящая из 3 образцов (Рисунок 2.2.3), размещалась в пространстве построения таким образом, чтобы ориентация образцов соответствовала осям системы координат установки (x, y, z).

2.3 Параметры горячего изостатического прессования

Часть образцов производственной партии «Г», «Б» и «Е» прошли ГИП в соответствии со схемой, представленной на Рисунке 2.3.1: Режим термообработки был предложен в основе работы по Ti-6Al-4V [130]. ГИП проводилось в среде Ar чистотой 99,99% при давлении 120 МПа при 920 °C в течение 2 часов в соответствии со стандартом ASTM F2924-14 [153].



Рисунок 2.3.1 – Схема ГИП для образцов, произведенных методом СЭЛС Ті-6АІ-4V [130].

2.4 Моделирование селективного электронно-лучевого спекания

Моделирование процесса СЭЛС было произведено в многоцелевом конечноэлементном комплексе для инженерного анализа ABAQUS [158]. Входной файл для конечно-элементного анализа требует определения всех входных параметров АП: свойств материалов, граничных условий и т.д. (Рисунок 2.4.1) В ABAQUS используются глобальные декартовы координаты, заданные по правилу правой руки, с осями х, у и z [159]. Архитектура ABAQUS может моделировать послойное построение объекта при послойном нанесении материала [160].



Рисунок 2.4.1 – Архитектура системы ABAQUS [161]

2.5 Методы исследования микроструктуры

Основными методами исследования служили растровая электронная микроскопия (РЭМ), компьютерная микротомография, дюрометрия, микродюрометрия, и испытания механических свойств.

При проведении текстурного анализа в качестве лабораторной принята система координат (х, у, z) [155]. На всех рисунках ось X параллельна горизонтальной оси образца, а также сонаправлена с движением каретки при распределении порошка по платформе построения, ось Y параллельна вертикальной оси образца, ось Z направлена нормально плоскости рисунка, то есть плоскости, с которой производилась съемка. Также ось z совпадает с направлением электронного луча при синтезировании изделия. Относительна данной системы координат, при необходимости, определялись ориентации компонент текстуры в индексах Миллера.

Для анализа локальных текстурных состояний использовались ориентационные карты, расшифровка которых производилась в соответствии со стандартными стереографическими треугольниками с цветовой дифференциацией кристаллографических направлений (Рисунок 2.5.1.).

62



Рисунок 2.5.1 – Стандартные стереографические треугольники с цветовой дифференциацией кристаллографических направлений для: а) кубических кристаллических решеток; б) гексагональной кристаллической решетки

Идентификация фаз и их ориентаций проводилась для всех исследованных областей со степенью распознавания выше 96%. При построении ориентационных карт проводилось «восстановление» нераспознанных элементов, с использованием процедуры устранения единичных точек.

В работе было задействовано программное обеспечение Oxford Instruments (Англия), позволяющее анализировать наличие и точность выполнения заданных ориентационных соотношений (OC) между β- и α-фазами и строить распределения межфазных границ по углам их отклонения от идеальных. При анализе задавались OC Бюргерса: {1-10}<111>β|{0001}<11-20>α. На фазовых картах области β-фазы обозначены синим цветом.

Предварительный анализ спектров межкристаллитных границ показал, что в них помимо малоугловых границ, характеризующихся углами разориентаций до 4°, также наблюдается небольшое количество границ с углом разориентации 10±2°. По этой причине анализа морфологии зеренной структуры строились ДЛЯ ориентационные карты построением межкристаллитных с границ, 8°. Толщина характеризующихся разориентации \geq границ углом на ориентационных картах составляет 1 пиксель. Программное обеспечение Oxford Instruments также было использовано для определения среднего размера кристаллитов (d), характеризующихся углами разориентации больше 8°, как диаметра окружности, эквивалентной средней площади кристаллитов.

63



Рисунок 2.5.2 – Схема определения основных ориентаций α-фазы с использованием ΠΠΦ {0001} α

При текстурном анализе, проводимом для обеих фаз, помимо ориентационных карт, использовались прямые полюсные фигуры (ППФ), фигуры (ППФ) в виде распределений полюсной плотности (Рисунок 2.4.2) двух типов: 1) в виде проекций выходов полюсов (показывают все присутствующие ориентировки в области, подвергнутой анализу; 2) в виде распределений полюсной плотности (показывают основные ориентировки и степень их рассеяния).

Металлографический анализ осуществляли с применением РЭМ FEI Quanta 200 Inspect (Япония). Для визуализации топографического контраста большинство растровых изображений получены в режиме регистрации вторичных электронов (BSE), при ускоряющем напряжении 20 кВ/м, рабочий отрезок 10 мм (образцы для исследования были вырезаны из средней части, чтобы избежать влияния различий в тепловых режимах в начале и в конце АП), также для анализа использовался оптический микроскоп Olympus BX51 Light (Япония) при увеличениях 100 – 500 крат. Для выявления структуры образцы подвергались травлению в 4%-ном растворе азотной кислоты в этиловом спирте в течение 10 секунд.

Химический состав измеряли методом оптического эмиссионного спектрального анализа с использованием спектрометра Spectrolab (Германия) в спектральном диапазоне 120 - 780 нм.

Аппарат компьютерной микротомографии Bruker (США) использован в качестве эффективного метода неразрушающего контроля внутренних дефектов.

Был выполнен ряд 2D-изображений ступенчато поворачивающегося на 360° объекта, затем 2D-изображения были объединены в 3D-модель. Разрешение используемого детектора составило 2000 × 2000 пикселей.

2.6 Методы исследования порошка

Анализ на содержание газов был проведен на анализаторе Leco ONH836 (США) при температуре 21°С и относительной влажности 40%.

Распределение частиц по размеру и форме (PSSD) оценивали с использованием прибора CAMSIZER X2 (Япония), методом сухого анализа, свободным падением, в течении 120 секунд, в соответствии со стандартом ISO 13322-1.

Для измерения плотности порошка был использован газовый пикнометр Руспотаtic (Италия), исследования проведены при температуре 21°C и относительной влажности 40%, в диапазоне измерений плотности 2-23 г/см^{3,} при диапазоне задаваемых температур внутри измерительной ячейки 20-35°C в атмосфере гелия.

2.7 Методы исследования механических свойств

Механические испытания проводились на универсальной сервогидравлической системе Instron 8801 (США) (Dynacell, датчик нагрузки +/- 100 кН) в соответствии с стандартом ASTM E466 [162]. Образцы для механических испытаний (Рисунок 2.7.1) вырезались на электроискровом станке Struers Discotom (Дания), из отпечатанных образцов, диаметром D \approx 6,00 мм (площадь поперечного сечения $\sim 28,3$ мм²). Образцы для испытаний были обработаны до поверхности Ra = 0,4 - 0,6 <1 мкм. Циклическая нагрузка применялась с коэффициентом асимметрии R = 0,1. Усталостные испытания осуществлялись на воздухе с помощью системы Instron 8801, при температуре 23 ± 2 ° C и частоте 25 Гц, вплоть до разрыва образца.



Рисунок 2.7.1 – Стандартный образец для усталостных тестов в соответствии со стандартом ASTM E466 [162]

Поверхность разрушения анализировалась на растровом электронном микроскопе. Детектор обратно рассеянных электронов (BSE) был использован для получения фазового контраста, при ускоряющем напряжении 20 кВ/м, рабочий отрезок 10 мм.



Рисунок 2.7.2 – Выбранные сечения СЭЛС образцов для измерения микротвёрдости

Для испытаний на твердость образцы были разрезаны в трех плоскостях, как показано на Рисунке 2.7.2. Измерения выполнены на микротвердомере Future-Tech FM-110 (Англия), при температуре 21°C, нагрузке 100 грамм и выдержке 10 секунд.

ГЛАВА 3. ВЛИЯНИЕ СЕЛЕКТИВНОГО ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО СПЕКАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВА Ті-6АІ-4V

Данная глава посвящена описанию модели процесса СЭЛС, определению основных параметров, ответственных за микроструктуру материала, а также расчету границ температурного циклирования. Для исследования структуры и свойств сплава Ti-6Al-4V, полученного методом СЭЛС, были использованы образцы производственной партии «Е» (Таблица 2.2.1)

3.1 Моделирование селективного электронно-лучевого спекания Ti-6Al-4V

При моделировании АП СЭЛС Ті-6Аl-4V программное обеспечение моделирует послойное построение образца цилиндрической формы. Начальные и граничные условия, а также теплофизические свойства материалов участвующих в процессе СЭЛС следующие. Слой заданной толщины и температуры наносят поверх слоя порошка при постоянной температуре в рабочей камере. Температура в слое и в окружающей среде (в рабочей камере) рассчитывается как функция времени. Через определенное время следующий слой распределяется поверх предыдущего, и рассчитывается температура обоих слоев, а также температура окружающей среды. Процесс моделирования повторяется до тех пор, пока образец не будет полностью построен [104]. Состояние материала определяется как: при температуре ниже 700 °C материал остается порошком, при температуре 700 °C – 1605 °C материал находится в твердой фазе, при температуре 1605 °C – 1655 °C твердая и жидкая фаза, и выше 1655 °C материал находится в жидкой фазе. Свойства материала заданы в модели в соответствии с [163].

Данная модель не учитывает выделение скрытой теплоты во время затвердевания. Учет поглощаемой теплоты при изменении состояния требует дополнительных подробных расчетов, что может быть реализовано в будущих исследованиях. Моделирование процесса СЭЛС было выполнено для образца диаметром 10 мм, высота слоя распределения составила 100 мкм, так как размер частиц порошка исходя из распределения по размерам (Рисунок 2.1.1) в среднем составляет 105 мкм в диаметре [93, 164]. Модель составлена таким образом, что один слой распределения порошка Ti-6Al-4V составлял 30 × 30 × 0,1 мм, согласно математической модели, порошок распределялся при температуре 700 °C, в центре площадки находился расплавленный диск равный сечению детали, при температуре 2000 °C. Программное обеспечение рассчитывает температуру расплавленного диска и порошка, распределенного на платформе построения образующую подложку. Через 30 секунд новый слой распределятся поверх текущего, и измерение температуры повторяется в обоих слоях.

На Рисунке 3.1.1 приведено температурное поле, на поверхности которого можно наблюдать, что температура слоя в области образца составляет 2000 °C, а в пределах 7,5 мм от его центра температура опускается до 700 °C. На Рисунке 3.1.2 приведено изменение температурного поля на поверхности, вдоль линии от центра диска.



Рисунке 3.1.1– Моделирование распределение температуры в верхней части слоя порошкового массива с образцом в процессе СЭЛС



Рисунке 3.1.2 – Изменение температуры вдоль линии от центра образца, при моделировании процессе СЭЛС

В первом слое (Рисунок 3.1.3) температура увеличивается с добавлением и последующим сплавлением нового слоя, при этом максимальная температура слоя не достигает 2000 °C. На изменение температуры первого слоя в процессе построения влияет общая высота образца, чем больше общая высота образца, тем меньше температура первого слоя.



Рисунок 3.1.3 – Изменение температуры в первом слое при добавлении новых слоев в зависимости от времени, смоделированного процесса СЭЛС

Модель позволяет рассчитать температуру первого слоя (начальную и текущую) по текущей температуре выбранного слоя, также при добавлении второго слоя, первый слой переплавляется, тогда как последующие слои создают цикл нагрева-охлаждения в твердом состоянии. Данные моделирования

согласуются с экспериментальными данными, а также с раннее опубликованными данными [165, 166].

3.2 Формирование структуры сплава Ti-6Al-4V

Структура сплава Ti-6Al-4V после СЭЛС представлена столбчатыми зернами β-фазы, формирующимися посредством эпитаксиального роста (Рисунок 3.2.1 а). Длина зерен достигает нескольких миллиметров, толщина составляет в среднем 100 мкм. Микроструктура представлена α-фазой пластинчатой формы, разделенной β-прослойками. Причем, средняя толщина пластин β-фазы составила 1,8±0,3 мкм. (Рисунок 3.2.1 б). Фазовый ориентационный анализ, показал во всех исследуемых областях наличие небольшого (2...5%), но достаточного для достоверной идентификации, количества β-фазы (3.3±0.3%).



a)

б)

Рисунок 3.2.1 – Микроструктура СЭЛС образца Ti-6Al-4V: а) оптическое изображение столбчатых зерен исходной β-фазы; б) РЭМ-изображение

Кроме колоний пластин α-фазы (Рисунки 3.2.1 б, 3.2.2), в структуре также наблюдаются более крупные кристаллиты α-фазы, частично или полностью «утратившие» в анализируемом сечении форму пластин (Рисунок 3.2.2 б), что свидетельствует о протекании процессов сфероидизации в α-фазе при охлаждении.

Пластины различных ориентаций в пределах одной колонии преимущественно разделены высокоугловыми границами с углами разориентации близкими к 60° (Рисунок 3.2.3 а).



a)



Рисунок 3.2.2 – Микроструктура СЭЛС образца Ti-6Al-4V (EBSD): а) ориентационная карта α-фазы в направлении синтеза; б) фазовая карта, на которой α-фаза белым; β-фаза – синим

Кроме них в спектре высокоугловых границ фиксируется максимум, расположенный на угле разориентации около 90°, и также наблюдается едва заметный максимум в районе углов разориентаций 10±2° (Рисунок 3.2.3 а).





72

Рисунок 3.2.3 – Спектры для СЭЛС образцов Ti-6Al-4V: а) границ зерен по разориентации в α-фазе; б) отклонений межфазных β-α границ от ОС Бюргерса

Такая дискретность в спектре межкристаллитных границ свидетельствует об их едином кристаллографическом происхождении в результате сдвигового фазового превращения [167].

Специально проведенный ориентационный анализ между β- и α-фазами (Рисунок 3.2.3 б) показал, что подавляющее большинство кристаллитов β-фазы находится с кристаллитами α-фазы в практически точных ОС Бюргерса. Ось распределения отклонений (ось симметрии гауссовского распределения) сдвинута от нуля на 1°, основная часть отклонений не превышает $\pm 3^{\circ}$. Однако в спектре имеются дискретные разориентации, на углах 10-15°, 25-30 ° и 40 ° которые отличаются от ОС Бюргерса. Данный факт позволяет предположить, что формирование данной β_{tr}-фазы (трансформированной) происходило при повторных нагревах и охлаждениях в процессе СЭЛС, так как ее ориентация отличается от исходной текстуры кристализации.

Основное количество β_{tr} -фазы фиксируется на межпластинчатых границах как в виде отдельных «мелких» (два пикселя), так и в виде сравнительно «крупных» выделений (Рисунок 3.2.2 б). Причем достаточно часто данные выделения образуют определенные последовательности («цепочки»), не привязанные к межкристаллитным границам. Наличие «цепочек» β_{tr} -фазы в наиболее крупных зернах α -фазы позволяет предположить, что выделение β -фазы происходит на межкристаллитных границах α -фазы с последующей коагуляцией выделений и развитием рекристаллизации в α -фазе.


Рисунок 3.2.4 – ППФ для СЭЛС образцов Ti-6Al-4V: a) <0001>, <11-20> и <10-10> для α-фазы; б) <100>, <110> и <111> для β-фазы

Важно подчеркнуть, что предварительный текстурный анализ всех исследуемых областей по обеим фазам (во всех образцах) проводился для малого количества зерен исходной β-фазы – 1–3 (Рисунок 3.2.4). То есть судить по данным съемкам о кристаллографической текстуре изделия в целом (об «интегральной» текстуре) можно только предположительно.

Согласно анализу ППФ (Рисунок 3.2.4 б), кристаллографическая текстура β фазы во всех исследуемых областях представляется одной-тремя ограниченными ориентациями, причем в большинстве случаев являющихся очень близкими друг к другу. Ось <001> ориентаций оказывается близкой (почти параллельной) к оси z. Во всех исследуемых случаях кристаллографическая текстура α -фазы является многокомпонентной, состоящей из дискретного количества от 6 до 12 ограниченных ориентаций (количество основных рефлексов на ППФ {0001} для α фазы, Рисунок 3.2.4 а). Частичное, но достаточно точное совпадение основных полюсов на ППФ <110> β и <0001> α , а также на ППФ <111> β и <11-20> α , позволяют уже на данной стадии исследования предположить наличие ориентационной связи между ориентировками β и α -фаз в виде ОС Бюргерса. Таким образом, можно практически однозначно утверждать, что все проанализированные пространственные области с одинаковыми по ориентации выделениями β_{tr}-фазы, находящимися между и внутри кристаллитов α-фазы, связанными с ориентировкой β-фазы ОС Бюргерса наследуют ориентацию крупных зерен исходной, высокотемпературной β-фазы.

Установленный факт параллельности осей <001> в β-фазе и оси z, совпадающей с направлением подачи энергии, и, соответственно, преимущественного теплоотвода, хорошо коррелирует с общеизвестным фактом роста ОЦК-кристаллов тугоплавких металлов при их кристаллизации в направлении <001>. Также полученные данные согласуются с результатами работ [168] по формированию текстуры в титановых сплавах при производстве изделий с использованием аддитивных технологий.

Следовательно, ОЦК-материале, В исходно имеющем текстуру кристаллизации, неоднократно подвергавшемся термическим обработкам (повторные нагревы при СЭЛС и ГИП), включавшим фазовые перекристаллизации и рекристаллизации, кристаллографическая текстура наследуется по достаточно строгим законам и, соответственно «воссоздаётся» при переходе материала в высокотемпературное ОЦК-состояние. Учет этого при формировании изделия из титанового сплава Ti-6Al-4V методом СЭЛС позволяет предполагать реализацию структурно-текстурной наследственности, неоднократно наблюдавшейся в сталях [169, 170].

3.3 Свойства аддитивно произведенного сплава Ti-6Al-4V

С учетом выбранных к исследованию ключевых механических свойств, таких как прочность на растяжение и усталостная прочность, СЭЛС образцы были изготовлены согласно стандарту ASTM E466 для проведения данных механических тестов.

Результаты механических испытаний образцов Ti-6Al-4V изготовленных методом СЭЛС, показали, что временное сопротивление разрушению составляет

74

971 МПа, предел текучести 873 МПа, относительное удлинение и сужение составляет 18,7 и 50.4% соответственно. Минимальное относительное удлинение для данного титанового сплава согласно стандарту ASTM E466, составляет 10 %. Как видно из Таблицы 3.3.1 СЭЛС образцы демонстрируют почти двукратное превосходство по отношению к требованиям этого стандарта.

Образец	Диаметр образца, мм	σ _{0,2} , МПа	σ _в , МПа	δ, % А (L ₀ =20 мм)	ψ, %
N1	4,99	852	953	20,3	52
N2	5,01	882	978	18,3	40
N3	4,97	868	959	18,3	57
N4	4,96	908	1001	18,3	50
N5	4,98	853	966	18,5	53
Стат	ист.	872,6±23,3	971,4±19,0	18,7±0,9	50,4±6,3
ASTM	F3001	795 мин.	860 мин.	10 мин.	25 мин.
ASTM	F2924	825 мин.	895 мин.	10 мин.	15 мин.

Таблица 3.3.1 – Результаты испытания на растяжение СЭЛС образцов Ti-6Al-4V

Усталостные испытания СЭЛС образцы были проведены при одинаковой максимальной нагрузке, и показали положительные результаты – образцы прошли более 6 млн циклов нагружения (см. Таблица 3.3.2).

Таблица 3.3.2 – Ре	зультаты усталостных	испытаний СЭЛ	С образцов	Ti-6Al-4V
	2 2		1	

Ofmanau	Площадь	Макс	Кол-во		Макс.
Ооразец	образца, мм ²	нагрузка, кН	циклов	Log (IN)	напряж., МПа
N1	19,25	13	3809288	6,58	675
N2	19,25	13	1747075	6,24	675
N3	19,25	13	1102860	6,04	675
N4	19,25	13	373003	5,57	675
N5	19,25	13	2449555	6,39	675

Фрактографическое исследование показало, что разрушение начинается вблизи оси образца (обозначено красным кругом на Рисунке 3.3.1) и распространяется по направлению к поверхности. Излом имеет характерную усталостную зону и зону долома, образовавшуюся в результате статического разрушения.



Рисунок 3.3.1 – РЭМ-изображения области зарождения трещины на СЭЛС образце Ti-6Al-4V в результате усталостных испытаний (красный круг), зона вязкого разрушения (оранжевый овал)

Вязкий характер разрушения и отсутствие поверхностных пор наглядно показывают, что материал был однородно проплавлен, и имеет высокую усталостную прочность.



Рисунок 3.3.2 – РЭМ-изображения поверхности разрушения СЭЛС образца Ti-6Al-4V, после испытания на растяжение: в оранжевом круге обозначены дефекты невязкого разрушения; в красном круге показано наличие пористости в материале

На Рисунке 3.3.2 видно, что в СЭЛС образцах, синтезированных из порошка Ti-6Al-4V соответствующего по химическому составу требованиям стандарта, могут наблюдаться не упорядоченные дефекты и поры. Это говорит о том, что даже при использовании порошка, отвечающего требованиям стандарта, необходима дополнительная оптимизация и изучение параметров процесса СЭЛС, для обеспечения необходимой плотности и для контроля микроструктуры.

3.4 Выводы

Анализ полученных результатов позволил сделать следующие выводы о структуре и свойствах сплава Ti-6Al-4V, полученном методом СЭЛС:

1. Изучены особенности формирования структуры титанового сплава Ti-6Al-4V в ходе АП методом СЭЛС. Показано, что исходные столбчатые β -зерна являются результатом эпитаксиального роста на подложке из ранее сплавленных слоев, что приводит к формированию текстуры кристаллизации <001> β в направлении синтеза изделия, совпадающего с направлением теплоотвода. Установлено, что в процессе СЭЛС формируется достаточно равновесная (α + β)пластинчатая микроструктура со средней толщиной пластин β -фазы 1,8±0,3мкм и объемной долей V_β=3,3±0,3%.

2. Показано, что, интегральная текстура α-фазы в сплаве Ti-6Al-4V, полученном методом СЭЛС наследуется от высокотемпературной β-фазы в соответствии с ориентационным соотношением Бюргерса. Текстура β_{tr}-фазы в процессе многократных фазовых перекристаллизаций частично сохраняет текстуру <001>β –высокотемпературной. В результате фазовой перекристаллизации также образуются β_{tr}-фазы, отличные от ориентаций высокотемпературной β, но связанные с α-фазой ОС Бюргерса.

3. Фрактографическое исследование образцов СЭЛС показало, что разрушение начинается вблизи оси образца и распространяется по направлению к поверхности. Проведенные испытания показали, что при поддержании корректных эксплуатационных условий, а также качества порошка, и правильном подборе параметров АП, механические свойства соответствуют требованиям к компонентам Ti-6Al-4V стандарта ASTM [153].

Полученные экспериментальные результаты согласуются с опубликованными данными [171, 172].

78

ГЛАВА 4. ВЛИЯНИЕ ОСНОВНЫХ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА СЕЛЕКТИВНОГО ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО СПЕКАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВА Ті-6АІ-4V

Глава посвящена исследованию влияния параметров процесса СЭЛС, и состояния порошка Ti-6Al-4V на механические свойства и микроструктуру материала. Исследованные параметры СЭЛС включают в себя характеристики порошка (морфология, окисление, наличие дефектов), стратегию сканирования электронным лучом, а также факторы ориентации и позиционирования на платформе построения. Для исследования параметров, были использованы образцы производственной партии «А,Б,В,Д» (Таблица 2.2.1).

4.1 Влияние используемого порошка на формирование структуры и свойства сплава Ti-6Al-4V

Для проведения комплекса исследований была изучена морфология первичного и использованного порошка Ti-6Al-4V с целью выяснения скрытых дефектов, а также дефектов использованного порошка, вызванных влиянием аддитивного процесса и последующей переработки на его качество. Основная задача исследования определить степень влияния дефектов порошка на качество сплава Ti-6Al-4V, полученного методом СЭЛС.

В данной работе под первичным порошком (согласно ASTM 52900:2015) понимается порошок при использовании в первом цикле. Термином «использованный порошок» обозначается порошок, который использован в качестве сырья для установки АП как минимум в одном цикле построения и отвечающий терминам стандарта по химическому составу и примесям (ASTM 52900:2015). Многократно использованным порошком обозначен порошок, прошедший 70 циклов СЭЛС.

Морфология первичного порошка представлена на Рисунке 4.1.1 а. Частицы первичного порошка сфероидальные с гладкой поверхностью (Рисунок 4.1.1 б).

Были выделены основные морфологические дефекты первичного порошка, влияющие на аддитивный технологический процесс: размер и форма частиц, степень агломерации, а также дефекты, вызванные способом производства порошка методом газовой атомизации (Раздел 1.1.3).

Сателлиты – небольшие частицы порошка (Рисунок 4.1.2 а). Наличие большого количества сателлитов в порошке может привести к снижению его текучести и как следствие проблем в распределении порошка на подложке, также наличие сателлитов приводит к образованию агломератов в процессе СЭЛС.



Рисунок 4.1.1 – РЭМ-изображение первичного порошка Ti-6Al-4V: а) размер частиц, морфология, распределение порошка; б) частица первичного порошка

«Супер-частицы» – частицы порошка размером 120 мкм и более (Рисунок 4.1.2 б). Наличие крупных частиц с одной стороны может приводить к образованию зон непроплава, в результате проблем в распределении порошка на подложке, однако также можно отметить, что наличие в загрузочной партии порошка частиц большого размера может положительно сказываться на текучести порошка.

Внутренняя пористость частиц – специфичный, скрытый дефект первичного порошка, произведенного методом газового распыления (Рисунок 4.1.2 в-г) [154]. Внутренняя пористость частиц приводит к образованию пор и локальных зон непроплава в процессе СЭЛС.



Рисунок 4.1.2 – РЭМ-изображения морфологических дефектов первичного порошка Ti-6Al-4V: а) сателлиты; б) «супер-частицы»; д, е) внутренняя пористость.

4.1.1 Классификация морфологических дефектов порошка Ti-6Al-4V

Принимая во внимание, что аддитивный процесс СЭЛС подразумевает работу как с первичным, так и с использованным порошком, необходимо, ответить на вопрос, как АП и последующая переработка влияет на морфологию порошка Ti-6Al-4V в рамках одной порошковой композиции АП.

Было проведено исследование порошковой композиции Ti-6Al-4V на протяжении 70 циклов СЭЛС, в результате исследования были выявлены основные морфологические дефекты и причины их возникновения. РЭМ-исследование многократно использованного порошка представлено на Рисунках 4.1.1.1 а-б. По

результатам исследования можно наблюдать как типичные морфологические дефекты порошка, так и дефекты образующееся в результате процесса СЭЛС, и в результате последующей переработки.

Основными причинами повреждения порошка в процессе СЭЛС являются механические. Повреждения вызваны процедурой переработки порошка, рекомендованной производителем аддитивной установки СЭЛС (Раздел 1.2.3), а также температурными условиями процесса, а именно: перегревом, сплавлением частиц порошка и сателлитов. Учитывая механические и температурные повреждения, можно выделить следующие группы морфологических дефектов, исходя из причин, приводящих к их появлению:



Рисунок 4.1.1.1 – РЭМ-изображение многократно использованного порошка Ti-6Al-4V после 70 циклов СЭЛС: а) морфология; б) частица порошка

Механические повреждения порошка – это морфологические дефекты, обусловленные механическими повреждениями в процессе отчистки синтезированных деталей, и в процессе просеивания порошка для последующего применения в следующем цикле СЭЛС. (Рисунки 4.1.1.2 а-г). К механическим дефектам порошка относятся: раздробленные, вытянутые и деформированные частицы порошка, а также раздробленные сателлиты.

Температурные повреждения порошка – это морфологические дефекты, вызванные нагревом порошка в процессе СЭЛС, температура подложки в процессе СЭСЛ составляет около 750 °C (Рисунки 4.1.1.2 д, е, ж, з). К температурным

дефектам порошка относятся: частицы с приплавленными сателлитами, сплавленные сателлиты и разрушенные частицы .

Комплексные повреждения порошка можно наблюдать на частицах, подвергшихся последовательному механическому и термическому воздействию (Рисунки 4.1.1.2 и, к, л). Это приводит к образованию агломератов и «частицнаростов». Наличие агломератов (размером более 120 мкм) может привести к проблемам в распределении порошка по подложке и образованию зон непроплава.











д)

e)



л)

Рисунок 4.1.1.2 – РЭМ-изображение многократно использованного порошка Ti-6Al-4V после 70 циклов СЭЛС: а) раздробленные частицы; б) вытянутые частицы; в) деформированные частицы; г) раздробленные сателлиты;

д) частицы с приплавленными сателлитами; е) сплавленные сателлиты;

ж) и з) разрушенные частицы; и, к) агломераты; л) «частицы-наросты»

Процедура переработки, включает в себя просеивание порошка через вибрационное сито с размером ячейки 150 мкм.

4.1.2 Изменение содержания кислорода в аддитивном процессе

Дополнительное исследование было проведено, чтобы понять влияние аддитивного процесса и процесса переработки на химический состав порошка. Спектральный химический анализ первичного порошка Ti-6Al-4V, а также порошка после 10, 25 и 70 циклов СЭЛС, и последующей переработки, показал, что содержание всех элементов кроме кислорода в составе порошка после 70 цикла АП соответствует стандарту ASTM F3049 (Таблица 4.1.2.1).

Таблица 4.1.2.1 – Данные спектрального химического анализа порошка Ti-6Al-4V после процесса СЭЛС: первичного порошка, после 10, 25 и 70 циклов переработки

Элемент	Циклы і	Требования			
JICMCHI	0 (первич.)	10	25	70	ASTM, %
Алюминий (Al)	6,44	6,47	6,53	6,42	5,50-6,75
Ванадий (V)	4,01	4,03	4,00	4,10	3,50-4,50
Углерод (С)	0,015	0,015	0,015	0,022	<0,10
Железо (Fe)	0,20	0,21	0,20	0,22	<0,30
Кислород (О)	0,124	0,132	0,167	0,324	<0,20
Азот (N)	0,015	0,016	0,018	0,017	<0,05.
Водород (Н)	0,0012	0,0018	0,0012	0,0013	<0,015.
Титан (Ti)	осн.	осн.	осн.	осн.	осн.

На рисунке 4.1.2.1 построен график зависимости содержания кислорода от увеличения количества циклов повторного использования порошка согласно Таблице 4.1.2.1. График проецирует допустимое по стандарту ASTM количество циклов СЭЛС. Увеличение содержания кислорода вызвано прежде всего процедурой отчистки и процедурой просеивания, рекомендованной производителем установок СЭЛС (см. Раздел 1.2.3). Отчистка изделий после СЭЛС проводится в рабочей камере установки (PRS), а также с помощью вибросита в атмосфере воздуха.



Рисунок 4.1.2.1 – Зависимость содержания кислорода от количества циклов СЭЛС (согласно данным Таблицы 4.1.2.1), (линией обозначены требования стандарта ASTM для порошка Ti-6Al-4V) [153].

Процедура отчистки порошка от агломератов оказывает отрицательное влияние как на образование морфологических дефектов порошка, так и на содержание кислорода, однако необходимо учитывать, что особенностью процесса СЭЛС, является то, что порошковый массив с образцами является частично спеченным (Рисунки 4.1.2.2 а-б).



Рисунок 4.1.2.2 – Заготовки АП производственной партии «А»: а) порошковый массив с образцами, окруженными частично спеченным порошком;

б) частичное разрушение порошкового массива в камере переработке порошка

(PRS) (красным кругом обозначена область перегрева порошка).

В результате нагрева каждого слоя распределенным пучком электронов до температуры 750 °C, образуются «мостики» между частицами порошка [149]. Такие соединения между частицами относительно легко разрушаются при их последующей переработке и, в большинстве случаев, не оказывают существенного влияния на образование морфологических дефектов при последующих аддитивных процессах.

Уменьшение расстояния между образцами на платформе построения при существенном сокращении времени производства, может привести к дополнительному нагреву порошка между близко расположенными образцами. РЭМ-исследование частично спеченного порошка, взятого из порошкового массива вокруг образцов производственной партии «А» на средней высоте, показало, что наблюдается некоторое влияния процесса СЭЛС на морфологию порошка, количество температурных дефектов увеличивается за счёт перегрева областей порошкового слоя, при построении близко размещенных на платформе построения образцов (Рисунок 4.1.2.2 б).

Анализ порошкового массива с образцами производственной партии «А» с расстоянием 2 мм между образцами на платформе построения показал увеличение количества температурных и комплексных морфологических дефектов в результате перегрева областей вокруг образцов (Рисунки 4.1.2.3 а-б).



Рисунок 4.1.2.3 – РЭМ-изображение морфологических дефектов (обозначены стрелками) частично спеченного порошка в порошковом массиве с разным расстоянием между образцами на платформе построения: а) 10 мм; б) 2 мм

4.1.3 Сравнение микроструктуры и механических свойств образцов, изготовленных из первичного и многократно использованного порошка Ti-6Al-4V

Для оценки влияния параметров порошка на структуру сплава Ti-6Al-4V, изготовленного методом СЭЛС, были исследованы образцы производственной партии «Б» (Таблица 2.2.1), изготовленные из первичного и многократно использованного порошка (70 циклов АП СЭЛС). Изображение микроструктуры СЭЛС образцов, изготовленных из первичного и многократно использованного порошка, представлены на Рисунке 4.1.3.1



Рисунок 4.1.3.1 – РЭМ-изображения микроструктуры СЭЛС образцов Ti-6Al-4V из: а) первичного порошка; б) многократно использованного порошка

Структурно-текстурные исследования не показали заметной разницы между применением первичного и многократно использованного порошка (Рисунок 4.1.3.2). Однако, представляется любопытным появление в образце из многократно использованного порошка зерна β-фазы, кристаллографическая ориентация которого существенно отличается от текстуры роста ОЦК-металлов, а именно рост зерна происходил в направлении <111>, а не <001>. Вероятно, данный эффект может быть объяснен модифицирующим эффектом окисленной поверхности многократно использованного порошка. То есть предполагается, что в этом случае

более важным при кристаллизации является кристаллографическое сопряжение решеток β-фазы и оксида титана, чем направление теплоотвода [173].



Рисунок 4.1.3.2 – РЭМ-изображения микроструктуры СЭЛС образцов Ti-6Al-4V из: а) первичного порошка; б) многократно использованного порошка (d_β= 1,5±0,3 мкм, V_β, = 1,7±0,1%)

Пластические свойства образцов Ti-6Al-4V, выполненные из многократно использованного порошка, значительно снизились. При применении многократно использованного порошка образцы продемонстрировали временное сопротивление разрушению 1134 Мпа и предел текучести 1029 МПа, относительное удлинение и сужение снизилось до 10,6 и 15,6 % соответственно. (Таблица 4.1.3.1).

Таблица 4.1.3.1 – Результаты механических испытаний на растяжение образцов Ti-6Al-4V из многократно использованного порошка (70 циклов АП)

Образец	Диаметр	σ _{0,2} ,	σ₅, МПа	δ, %	Ψ. %	
	образца, мм МПа		- 57	А (L ₀ =20 мм)	1,,,,	
R1	4,97	988	1125	8	9	
R2	4,91	1035	1142	8	10	
R3	4,95	1025	1125	10	12	
R4	4,95	1061	1146	12	17	
R5	4,95	1034	1130	14	30	

Образец	Диаметр образца, мм	σ _{0,2} , МПа	$\sigma_{\scriptscriptstyle B}, M\Pi a$	δ, % А (L ₀ =20 мм)	ψ, %
Ст	атист.	1030±26	1134±9	11±9	16±8
ASTM F3001		795 мин.	860 мин.	10 мин.	25 мин.
ASTM F2924		825 мин.	895 мин.	10 мин.	15 мин.

Усталостные испытания показали, что образцы изготовленные с применением многократно использованного порошка (Таблица 4.1.3.2) прошли меньшее количество циклов до разрушения, чем образцы изготовленные из первичного порошка. Рисунок 4.1.3.3 илююстрирует сравнение результатов усталостных испытаний СЭЛС образцов из первичного и многокоатно использованного порошков и образцов изготовленных из стандартного порошка.



Рисунок 4.1.3.3 – Результаты усталостных испытаний СЭЛС образцов Ti-6Al-4V, изготовленные из: 1) первичного порошка; 2) многократно использованного порошка

Таблица 4.1.3.2 показывает, что СЭЛС образцы из многократно использованного порошка при той же максимальной нагрузке (13 кН) продемонстрировали неоднородность результатов, что является недопустимым для промышленного применения. Большая часть образцов не смогла пройти более одного миллиона циклов нагружения.

Ofmanau	Макс	Кол-во	Log	Макс. напряж.,
Ооразец	нагрузка, кН	циклов	(N)	МПа
R1	13	61674	4,79	675
R2	13	74800	4,87	675
R3	13	1468000	6,17	675
R4	13	24741	4,39	675
R5	13	1739439	6,24	675

Таблица 4.1.3.2 – Результаты усталостных испытаний образцов Ti-6Al-4V из многократно использованного порошка (70 циклов АП)

Снижение пластических свойств и результаты усталостных испытаний образцов прежде всего связаны с поверхностным окислением и дефектами частиц порошка, которые привели к образованию локальных зон непроплава.

Фрактографическое исследование выявило закономерности в разрушении образцов, изготовленных из многократно использованного порошка, разрушение которых начинается с поверхностных дефектов (см. Рисунок 4.1.3.4).



Рисунок 4.1.3.4 – РЭМ-изображения поверхности разрушения СЭЛС образцов Ti-6Al-4V, изготовленных из многократно использованного порошка, после испытания на растяжение где: оранжевый овал обозначает поверхность разрушения образцов, с большим количеством газовых пор; красный круг обозначает наличие зоны непроплава



Рисунок 4.1.3.5 – Область зарождения трещины СЭЛС образца Ti-6Al-4V, изготовленного из многократно использованного порошка в результате усталостных испытаний (красный круг), зона долома (оранжевый овал) с различными типами дефектов (зеленые круги)

Усталостная трещина распространяется от поверхности к центру образца, что в конечном итоге приводит к вязкому долому. Поры, частично расплавленные частицы и зоны непроплава равномерно распределены по поверхности образца (Рисунок 4.1.3.5). 4.2 Влияние расстояния шага электронного луча на структуру и свойства сплава Ti-6Al-4V

Оптимизация параметров процесса СЭЛС, оказывает решающее влияние на микроструктуру и свойства изделий. Параметры электронного луча аддитивной установки, такие как мощность электронного луча в процессе спекания, диаметр пятна фокуса, скорость сканирования и ШЛ являются основными параметрами процесса СЭЛС (Таблица 2.2.2). В данном разделе было изучено влияние изменения расстояние ШЛ, в сочетании с изменением расстояния между образцами на подложке. Для исследования была использованы образцы производственной партии «А» (Таблица 2.2.1).

Можно видеть (Рисунок 4.2.1 б), что увеличение расстояния ШЛ при расстоянии 10 мм между образцами на платформе построения приводит к формированию более дисперсной микроструктуры α-пластин в результате меньшей температуры нагрева слоя, вызванной увеличением расстояния между проходами электронного луча в процессе спекания и большей скорости теплоотвода, обусловленных меньшей плотностью энергии, сообщаемой материалу.





93

a)



Рисунок 4.2.1 – РЭМ-изображения микроструктуры СЭЛС образцов Ti-6Al-4V с расстоянием ШЛ 100 и 400 мкм при расстоянии между образцами: а, б) 10 мм; в, г) 2 мм

Уменьшение расстояния между образцами на платформе построения до 2 мм приводит к дополнительному нагреву порошка между близко расположенными образцами за счёт перегрева областей порошкового слоя, при построении близко размещенных образцов [174]. Хорошо видно микроструктурное укрупнение в образцах с одинаковым расстоянием ШЛ и меньшим расстоянием между образцами (Рисунки 4.2.1 а-б по сравнению с в-г).

Анализ РЭМ-изображения типичных дефектов микроструктуры с различным расстоянием ШЛ показал, что при увеличении расстояния, пористость материала увеличивается за счет увеличения количества зон непроплава (Рисунок 4.2.2). Пористость материала можно уменьшить за счет уменьшения расстояния между образцами на платформе построения (Рисунок 4.2.2 б, г, е, з), что связано с повторным плавлением ранее кристаллизовавшихся областей.

Таким образом можно достигать баланса между микроструктурным укрупнением, пористостью материала (количеством зон непроплава) и компоновкой АП, позволяющий увеличивать производительность аддитивного процесса СЭЛС.



б)



в)

a)



e)



Рисунок 4.2.2 – РЭМ-изображение типичных дефектов микроструктуры СЭЛС образцов Ti-6Al-4V, с разным расстоянием между образцами на платформе построения: а, б) ШЛ = 100 мкм; в, г) ШЛ = 200 мкм; д, е) ШЛ = 300 мкм; ж, з) ШЛ = 400 мкм

Дальнейшее уменьшение расстояния ШЛ с 100 до 80 и 50 мкм приводит к большему укрупнению микроструктуры материала (Рисунки 4.2.3 и 4.2.4), что может отрицательно повлиять на механические свойства образцов. Но, в то же время, количество зон непроплава также уменьшается.



Рисунок 4.2.3 – РЭМ-изображение микроструктуры СЭЛС образцов Ti-6Al-4V, с расстоянием 10 мм между образцами при расстоянии ШЛ: а) 50 мкм; б) 80 мкм;



Рисунок 4.2.4 – РЭМ-изображение пористости СЭЛС образцов Ti-6Al-4V, с расстоянием 10 мм между образцами при расстоянии ШЛ: а) 50 мкм; б) 80 мкм; в) 100 мкм

Для определения механических свойств образцы с различным расстоянием ШЛ и различным расстоянием между образцами на платформе построения были механически обработаны и протестированы в соответствии со стандартом ASTM E1012 [175]. Можно видеть, что образцы, построенные с меньшим расстоянием ШЛ (до 100 мкм) (Таблица 4.2.1), демонстрируют лучшие механические свойства (временное сопротивление, предел текучести, относительное удлинение и сужение).

Расстояние	ШЛ,	σ MΠο	σ MΠο	δ, %	NG 0/2
между образцами	МКМ	$0_{0,2}$, will la	$O_{\rm B}$, IVII Ia	А (L ₀ =20 мм)	ψ, 70
	100	967±0	1034±4,4	18,3±0,7	42±6,5
Набор №1	200	958±4,9	1022±8,5	2,3±0,4	0
10 мм	300	425±11	455±9,1	0	0
	400	173±28	187±38,2	0	0
Habon No?	100	963±5,5	1034±2,9	18,7±0,5	43±6,2
5 мм	200	957±5,5	1008±5,7	3,4±0,5	0
	300	398±23	412±25	0	0

Таблица 4.2.1 – Результаты испытания на растяжение образцов в зависимости от расстояния между образцами и расстоянием ШЛ в наборах №1, №2, №3

Расстояние	ШЛ,	σ ΜΠο	σ ΜΠο	δ, %	NG 0/	
между образцами	МКМ	$O_{0,2}$, will la	$O_{\rm B}$, IVII Ia	А (L ₀ =20 мм)	ψ, ⁄0	
	400	184±0,7	206±2,8	0	0	
	100	983±8,2	1044±8,4	17,7±0,2	42±0,6	
Набор №3	200	931±6,7	1008±4,9	18,8±0,5	42±6,3	
2 мм	300	831±8,6	884±6,6	0,8±0,1	0	
	400	435±30	454±57	0	0	

Увеличение расстояния ШЛ до 400 мкм характеризуется, прежде всего, уменьшением относительного сужения и удлинения, наиболее вероятно, из-за большего количества зон непроплава и высокой пористости материала. Уменьшение расстояния между образцами приводит к улучшению свойств при растяжении. Это можно объяснить их взаимным термическим влиянием, что обеспечивает более грубую микроструктуру. Под термическим влиянием в данном случае понимается теплопередача от печатаемого образца соседнему образцу, за счет того, что расстояние между образцами становится соразмерным расстоянию распространения тепла (энергии) при СЭЛС.

С другой стороны, уменьшение расстояния ШЛ до 50 мкм вызвало снижение прочностных свойств наряду с пластическими (Таблица 4.2.2), что с большой вероятностью, связанно с перегревом материала, вызванного повторным переплавом ранее проплавленных областей.

Таблица 4.2.2 – Результаты испытания на растяжение образцов набора №4 (10 мм между образцами) с различным расстоянием ШЛ

ШЛ, мкм	σ _{0,2} , ΜΠα	$σ_{\scriptscriptstyle B}, MΠ$ а	δ, % А (L ₀ =20 мм)	ψ, %
100	1079,0±7,1	1146,0±5,7	5,5±1,6	8,0±0,0
80	1159,5±4,9	1083,5±9,2	7,6±0,3	11,0±0,0
50	996,5±51,6	994,0±52,3	0,0±0,0	0,0±0,0

Поверхности разрушения образцов при испытании на растяжение, в различных сочетаниях (расстояния между образцами 10, 5 и 2 мм) и с различным расстоянием ШЛ (100, 200, 300 мкм), показаны на Рисунках 4.2.5 – 4.2.7.









Рисунок 4.2.5 – РЭМ-изображения поверхности разрушения СЭЛС образца Ті-6Al-4V из набора №1 (расстояние 10 мм между образцами), при расстоянии ШЛ а, б) 100 мкм; в, г) 200 мкм; д, е) 300 мкм.

Сравнение поверхности разрушения образцов, построенных с различным расстоянием ШЛ, продемонстрировало тенденцию к увеличению зон непроплава с увеличением расстояния между проходами электронного луча. С другой стороны, для образцов, изготовленных с одинаковым расстоянием ШЛ, но с разным расстоянием между образцами, количество зон непроплава уменьшается с уменьшением расстояния между образцами, что указывает на большую плотность материала. При расстоянии ШЛ = 300 мкм, а также с большим расстоянием 10 мм между образцами, на поверхности разрушения после испытаний на растяжение наблюдались области с не расплавленными частицами порошка (Рисунок 4.2.5 д, е). Несмотря на это, образцы, изготовленные с расстоянием ШЛ = 300 мкм и меньшим расстоянием между образцами 5 и 2 мм и, следовательно, более плотные, все еще имели большое количество зон непроплава, что приводило к низкой плотности образцов (Рисунок 4.2.6, 4.2.7 д, е).

100





в)

б)





101

Рисунок 4.2.6 – РЭМ-изображения поверхности разрушения СЭЛС образца Ті-6АІ-4V из набора №2 (расстояние 5 мм между образцами) и расстоянием ШЛ: а, б) 100 мкм; в, г) 200 мкм; д, е) 300 мкм





Рисунок 4.2.7 – РЭМ-изображения поверхности разрушения СЭЛС образца Ті-6Al-4V из набора №2 (расстояние 2 мм между образцами) и расстоянием ШЛ: а, б) 100 мкм; в, г) 200 мкм; д, е) 300 мкм

Как видно на представленных выше РЭМ-изображениях (например, Рисунок 4.2.6 е), увеличение расстояния ШЛ приводит к непроплаву материала вплоть до наличия не проплавленных групп частиц порошка внутри образца. Изображения больших поверхностей разрушения, полученные при увеличениях, свидетельствуют о том, что большое расстояние ШЛ наряду с большим расстоянием между образцами на платформе построения, может приводить к более низким средним температурам верхних слоев образцов в процессе СЭЛС и как следствие, ведет к увеличению количества различных дефектов плавления (Рисунок 4.2.5 г, е и 4.2.6 е), отрицательно сказывающееся на пластических свойствах, упомянутых выше. Только в образцах, построенных с небольшим расстоянием ШЛ и небольшим расстоянием между образцами на подложке, на их поверхностях разрушения видны типичные ямки вязкого разрушения (Рисунки 4.2.5 б, 4.2.6 б, ги 4.2.7 б, г, е).

4.3 Влияние ориентации и позиционирования аддитивно произведенных образцов Ti-6Al-4V на структуру и свойства сплава

Оптимизация процесса СЭЛС, с точки зрения увеличения скорости производства, при сохранении требуемых свойств изделия, с учетом отсутствия возможности длительной остановки и перезапуска АП, предъявляет особые требования к циклу построения и компоновки АП, выраженные в размещении максимального количества изделий в рамках одного пространства построения с учетом влияния ориентации изделия на платформе построения на свойства и структуру каждого изделия в отдельности в процессе СЭЛС.



Рисунок 4.3.1 – Микроструктура различных областей СЭЛС образцов Ti-6Al-4V в продольном сечении: а, в, д) РЭМ-изображение; б, г, е) оптическое изображение столбчатых зерен исходной β-фазы

В данном разделе будут рассмотрены основные ориентационные параметры, влияющие на компоновку АП: положение изделия относительно системы координат установки (x, y, z), дополнительно в данном разделе будет частично рассмотрено влияние угла наклона изделия относительно платформы построения, для чего были исследованы образцы производственной партии «В и Б».

Ориентационные параметры процесса СЭЛС играют определяющую роль при компоновке АП. Различия в микроструктуре для верхней, средней и нижней частей вертикально ориентированного образца (Рисунок 4.3.1) указывают на влияние ориентации образца и разницу в скорости охлаждения в областях разной высоты. В частности, на микроструктурном уровне нижняя часть образца одновременно имеет более грубую пластинчатую структуру (Рисунок 4.3.1 д) и не столь выраженную столбчатую структуру (Рисунок 4.3.1 е) по сравнению с верхней и средней частью образца (Рисунок 4.3.1 б, г).

Без учета влияния термоциклирования в процессе СЭЛС, а также влияния расстояния между образцами на платформе построения рассмотренном в разделе 4.2 и потенциального влияния положения изделия на платформе построения (с учетом угла наклона относительно платформы). Ориентация изделия в процессе СЭЛС напрямую влияет на необходимость применения и количество структур поддержки. Структуры поддержки, в свою очередь, влияют на внешнюю поверхность изделия. Зона удаления структур поддержки, требует дополнительной механической обработки изделия, что увеличивает энергозатраты и время изготовления. На Рисунке 4.3.2 можно увидеть зону соприкосновения поддерживавших структур с имплантатом. Количество и способ крепления структур поддержки напрямую зависят от форм-фактора изделия, ошибки, связанные с недостаточным количеством поддержек, могут полностью остановить АП без возможности последующего перезапуска, по причине отрыва их от поверхности изделия. Увеличение структур поддержки сверх необходимого количества может сделать постобработку длительным и сложным процессом, в которого потребуется поверхностей результате полная полировка соприкосновения.

Вертикальная ориентация образцов на платформе построения оптимальна с точки зрения уменьшения количества поддерживающих структур. При этом ориентация изделия с учетом одного влияния поддерживающих структур не охватывает механические свойства и структурные изменения в результате различного расположения изделия на платформе построения.



Рисунок 4.3.2 – Индивидуальные изделия медицинского назначения, изготовленные из сплава Ti-6Al-4V по технологии СЭЛС: а) имплантат для протезирования тазобедренного сустава со структурами поддержки, где показаны точки крепления изделия к поддерживающим структурам; б) имплантат ключицы, с обозначением дефектов поверхности после удаления структур поддержки

Изучение РЭМ-изображений микроструктуры образцов с разным положением относительно системы координат установки СЭЛС, а также относительно направлению распределения порошка (направление движения каретки) по подложке не показало заметных различий в микроструктуре горизонтально ориентированных образцов расположенных по осям х и у (см. Рисунок 2.2.3), как в продольном, так и в поперечном сечении на одной высоте (Рисунок 4.3.3).



Рисунок 4.3.3 – РЭМ-изображения микроструктуры СЭЛС образцов Ti-6Al-4V в поперечном сечении (левая колонка) в продольном сечении (правая колонка) по осям: а, б) ось у; в, г) ось z; д, е) ось х

В Таблице 4.3.1 приведены значения микротвердости для образцов, построенных в трех различных ориентациях (x, y, z) как показано на Рисунке 2.2.3. Можно отметить, что в середине горизонтально ориентированных образцов в продольном и поперечно сечении значения микротвердости схожи для осей x и y и соответствуют значениям микротвердости для нижней части вертикального образца (ось z), для продольного и поперечного сечения. Для верхней и средней части вертикально ориентированного образца значения микротвердости выше, что объясняются более дисперсной микроструктурой (Рисунок 4.3.1 a, в), а также в меньшей степени меньшей толщиной столбчатых β-зерен.

Характеристики микроструктуры и значение микротвердости для верхней части образца хорошо коррелируют с данными математического моделирования послойного процесса СЭЛС (Глава 3.1).

Таблица	4.3.1	– Значение	микротвердос	ти для	СЭЛС	образцов	Ti-6Al-4V,
позицион	ирован	ные на платф	орме построен	ия по ос	ям х, у,	Z	

Позиционирование	Направлен плоскост	ние реза и ь образца	Микротвердость HRV,
ооразца	продольный	поперечный	(среднее)
	вершина		359
		вершина	334
7	середина		346
		середина	351
	основание		328
		основание	357
Y	середина		322
Δ		середина	325
V	середина		330
1		середина	322

В таблице 4.3.2 приведены результаты исследования химического состава различных фаз для РЭМ-изображений.

Область	Элемент	Светлая зона,	Темная зона,	Все изображение,
образца		ω(Э) %	ω(Э), %	ω(Э), %
Вершина	V	4,28	3,62	4,0
	Al	5,92	5,13	5,25
	Ti	89,8	91,24	90,74
Середина	V	4,2	4,73	4,04
	Al	6,3	5,38	5,21
	Ti	89,5	89,88	90,5
Основание	V	4,95	3,19	4,03
	Al	6,52	5,19	5,25
	Ti	88,53	89,8	90,73

Таблица 4.3.2 – Исследование химического состава в различных плоскостях вертикально ориентированной СЭЛС образцов Ti-6Al-4V

Из таблицы видно, что нет существенной разницы в химическом составе в различных зонах вертикально ориентированного образца.

Результаты испытаний на механические свойства образцов расположенных под углами: 45°,60°,90° представлены в Таблице 4.3.3 не показали значительного различия в свойствах. Это доказывает, что при контроле качества порошка и правильно подобранных параметрах СЭЛС, можно обеспечить однородную микроструктуру и в объектах со сложной геометрией, а также с разнонаправленными элементами.

Таблица 4.3.3 – Результаты испытания на растяжение СЭЛС образцов Ti-6Al-4V расположенных под различным углом к платформе построения

Угол построения	σ _{0,2} , МПа	$\sigma_{\scriptscriptstyle B}, M\Pi a$	δ, % А (L ₀ =20 мм)	ψ, %
45°	882	978	18,3	40
60°	908	1001	18,3	50
90°	853	966	18,5	53
4.4 Выводы

Анализ полученных результатов позволил сделать следующие выводы о влияниях параметров АП СЭЛС на структуру и свойствах сплава Ti-6Al-4V:

1. Изучены и классифицированы морфологические дефекты, вызванные механическим повреждением первичного порошка, дефекты, вызванные перегревом в процессе СЭЛС, а также способом производства порошка (методом газовой атомизации) и многократной (70 циклов АП) переработкой. Полученные результаты согласуются с работами других исследователей причин и влияния деградации порошка в процессе СЭЛС [176, 177].

2. Показано, что содержание кислорода в порошке до 35 циклов процесса СЭЛС, соответствует стандарту ASTM F2924. В зависимости от требований к конструкционной прочности, возможно многократное использование порошка, при условии соблюдении технологии переработки (контроля температуры и влажности) что согласуется с [178].

3. Показано, что применение многократно использованного порошка (70 циклов АП) приводит к снижению механических свойств изделия. В образцах наблюдается увеличение количества пор и зон непроплава. Кроме того, многократное использование порошка приводит к увеличению содержания кислорода в образцах СЭЛС более чем в 2 раза по сравнению с образцами выращенными из первичного порошка. Окисление порошка приводит к снижению пластичности образцов СЭЛС (относительного удлинения в среднем на 76%, относительного сужения в среднем на 65%.

4. Структурно-текстурные исследования не показали заметной разницы между применением первичного и многократно использованного порошка, средняя толщина пластин β-фазы составила 1,5±0,3 мкм, объемная доля V_β=1,7±0,1%.

5. Фрактографическое исследование образцов СЭЛС выявило закономерности разрушения, изготовленных из первичного и многократно использованного порошка, в первом случае разрушение началось ближе к центру

109

образца, во втором – ближе к поверхности. Образцы, изготовленные с применением многократно использованного порошка, прошли меньшее количество циклов до разрушения. Снижение пластических свойств и результаты усталостных испытаний образцов прежде всего связаны с поверхностным окислением и дефектами частиц порошка, которые привели к образованию локальных зон непроплава.

6. Установлено, что увеличение расстояния ШЛ свыше рекомендуемого значения в 100 мкм, до 400 мкм, приводит к формированию более дисперсной микроструктуры α-пластин в результате меньшей температуры нагрева слоя, вызванной увеличением расстояния между проходами электронного луча в процессе спекания, при этом наблюдается увеличение пористости материала за счет увеличения количества зон непроплава. При этом, уменьшение расстояние ШЛ со 100 мкм до 50 мкм приводит к большему укрупнению микроструктуры материала, что может отрицательно повлиять на механические свойства образцов, в то же время количество зон непроплава уменьшается.

7. Установлено, что вертикальная ориентация образцов предпочтительна как с точки зрения микротвердости, так с точки зрения минимизации количества поддерживающих структур. Для повышения производительности процесса СЭЛС необходимо вертикально ориентировать детали на платформе построения с расстоянием не менее 2 мм между деталями, что позволяет не допускать перегрева зоны построения. Уменьшение расстояния менее 2 мм нужно совмещать с большими расстояниями ШЛ (200 мкм), тем самым можно дополнительно повысить производительность аддитивного процесса.

Полученные рекомендации по ориентации деталей в процессе СЭЛС согласуются с данными [172, 179].

ГЛАВА 5. ВЛИЯНИЕ ГОРЯЧЕГО ИЗОСТАТИЧЕСКОГО ПРЕСОВАНИЯ НА ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СПЛАВА Ті-6АІ-4V ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО СПЕКАНИЯ

Эта глава посвящена исследованию термообработки ГИП и ее влиянию на структуру и плотность СЭЛС образцов. Сравнение и анализ микроструктуры сплава Ti-6Al-4V после СЭЛС и после ГИП, а также проведение механических тестов, дают полную картину как можно и нужно применять ГИП для титановых компонентов, изготовленных методами АП.

Было продемонстрировано, как ГИП может использоваться для повышения долговечности титановых порошков. Для этого были проанализированы образцы производственных партий «Б, Г и Е», синтезированные из первичного и многократно использованного порошка, после чего часть образцов из каждого типа порошка была подвергнута ГИП.

5.1 Изменение микроструктуры образцов Ti-6Al-4V под влиянием горячего изостатического прессования.

Характерная $\alpha+\beta$ -микроструктура СЭЛС образцов до ГИП показана на Рисунках 5.1.1 а, 5.1.2 а, б, 5.1.3 а. На этих рисунках можно увидеть, что в СЭЛС образцах, не прошедших ГИП, наблюдается остаточная пористость, причем, поры в основном сферической формы, диаметром от 10 до 100 мкм. Следует отметить, что такие размеры пор соответствуют частицам порошка, которые, по всей вероятности, улетают с поверхности, при нанесении очередного слоя, будучи не полностью расплавленными в ходе процесса СЭЛС. Другой возможной причиной образования пор сферической формы является газ, остающийся в частицах порошка, в следствии газовой атомизации (см. Раздел 4.1), несмотря на давление в вакуумной камере ($P_{\rm k}$) = 1,5 × 10⁻⁸ МПа.

Образцы СЭЛС Ті-6АІ-4V после обработки ГИП сохраняют α+β-структуру (см. Рисунки 5.1.1 б, 5.1.2 в, 5.1.3 б). Однако, микроструктура образцов, прошедших

ГИП, демонстрирует очевидное укрупнение пластин α-фазы. Кроме того, пористость в этих образцах практически отсутствует.

Рисунок 5.1.1. демонстрирует укрупнение микроструктуры СЭЛС образцов вследствие ГИП. Причем сам характер микроструктуры наследуется, без образования видимых новых фаз.



Рисунок 5.1.1 – Оптические изображение микроструктуры сплава Ti-6Al-4V: а) заготовки АП, б) после ГИП

Рисунок 5.1.2. демонстрирует уменьшение пористости в образцах, прошедших ГИП (Рис. 5.1.2.в), по сравнению с СЭЛС образцами до обработки (Рис. 5.1.2. а-б).



Рисунок 5.1.2 – РЭМ-изображение микроструктуры СЭЛС образцов Ti-6Al-4V: а) и б) заготовки АП, в) после ГИП

Как было сказано в Главе 1, назначение ГИП прежде всего закрытие поверхностных пор, так как именно они негативно снижают усталостную прочность [132, 180]. Проведенные эксперименты показывают, что удалось добиться требуемого результата. Однако, говорить о полном отсутствии пористости было бы некорректно, так как поры и непроплавы в глубине образца не могут быть полностью ликвидированы с помощью ГИП.

На Рисунке 5.1.3. видно, что укрупнение микроструктуры вследствие ГИП приводит к пропорциональному росту α и β фаз. На Рисунке 5.1.3 б, естественно, речь идет о β_{tr}-фазе.



Рисунок 5.1.3 – РЭМ-изображение микроструктуры СЭЛС образца Ti-6Al-4V: а) заготовки АП, б) после ГИП



Рисунок 5.1.4 – РЭМ-изображение микроструктуры СЭЛС образца Ti-6Al-4V после ГИП (d_{β} = 2,5±0,3 мкм, V_{β} , = 4,7±0,3%)

Применение дополнительной ГИП обработки (всестороннее обжатие в высокотемпературной β+α-области) не приводит к заметным изменениям в структуре изделий, однако в текстурном состоянии материала по сравнению с заготовками АП наблюдаются существенные отличия.

Микроструктура всех исследуемых СЭЛС образцов, прошедших постобработку ГИП, преимущественно характеризуется наличием колоний пластин α-фазы. Кроме собственно пластин, в структуре также наблюдаются более крупные кристаллиты α-фазы. Наличие последних свидетельствует о протекании в ней процесса сфероидизации и коагуляции. Несколько больший размер d_β (2.5±0.3 мкм) после ГИП по сравнению с СЭЛС (Рисунки 5.1.4, 5.1.5 б), по-видимому, также предполагает более глубокое развитие рекристаллизационных процессов.



Рисунок 5.1.5 – Микроструктура СЭЛС образца Ті-6АІ-4V (EBSD) после ГИП: а) ориентационная карта α-фазы в направлении синтеза;

б) фазовая карта, на которой α-фаза – белая; β-фаза – синяя

Образцы, подвергнутые ГИП, характеризуются более рассеянной текстурой (Рисунок 5.1.6 а, б в сравнении с в, г): 1) на ППФ, представляющих выходы полюсов, наблюдается большое количество случайных ориентаций; 2) на ППФ, представляющих распределение полюсной плотности, наблюдается ее падение

более чем в два раза. Очевидно, что подобное рассеяние текстуры связано с процессами, дополнительно реализующимися в материале подвергнутому ГИП: частичным фазовым перекристаллизациям при нагреве и охлаждении, деформации и, возможно, динамической рекристаллизации β- и α-фаз.



Рисунок 5.1.6 – ППФ <0001> и <11-20>, <10-10> для α -фазы:

а, б) заготовки АП; в, г) после ГИП



Рисунок 5.1.7 – Измерение микротвёрдости СЭЛС образцов Ti-6Al-4V после ГИП, синтезированных из первичного и многократно использованного порошка, с различных сечений образцов (см. Рисунок 2.7.2).

Измерение микротвердости выполненное с различных направлений (Рисунки 5.1.7 а-б) показало практическую изотропию свойств в пределах каждого конкретного образца. Очевидно, что это объясняется многокомпонентностью кристаллографической текстуры α-фазы, с достаточно равномерным

распределением ориентаций пластин в пространстве (Рисунок 5.1.3), которые формируются в результате сдвигового β-α-превращения в соответствии с ОС Бюргерса, - из одной ориентации β возможно образование 12 ориентаций α-фазы.

5.2 Исследование пористости образцов Ti-6Al-4V до и после горячего изостатического прессования методом компьютерной микротомографии.

Как отмечалось выше в литературном обзоре, компьютерная микротомография является наиболее современным и эффективным неразрушающим методом для исследования пористости металлических изделий [142, 181, 182].

В исследовании была проведена микротомография для определения пористости в СЭЛС образцов Ti-6Al-4V до и после обработки ГИП. Преимущество этого метода заключается в его неразрушающем характере, который позволяет оценить эффективность обработки ГИП путем прямого сравнения размеров пор и дисперсии до и после обработки.

На Рисунках 5.2.1 а, б - хорошо видны дефекты пористости в заготовках АП. Распределение дефектов является однородным.



Рисунок 5.2.1 – Результаты микротомографии СЭЛС образцов Ti-6Al-4V: а) заготовка АП; б) однородная пористость в заготовке АП; в-г) образец после ГИП – поры закрыты. (направление синтеза (z-ось) перпендикулярна плоскости страницы). После обработки ГИП имеет место закрытие пор, что хорошо видно на Рисунках 5.2.1 в-г. Образцы, прошедшие ГИП, не содержат пор и зон непроплава [164, 180]. Закрытие ранее существовавших пор и нерасплавленных поверхностей может быть объяснено высокотемпературным и деформационным воздействием ГИП [142].

5.3 Эволюция механических свойств образцов Ti-6Al-4V под влиянием горячего изостатического прессования.

Все группы СЭЛС образцов синтезированные из первичного и использованного порошка, до и после применения ГИП, прошли испытания механических свойств.

Кроме того, для всех четырех групп образцов был проведен спектральный химический анализ. Данные, представленные в Таблице 5.3.1 указывают на критический рост содержания кислорода в образцах СЭЛС в следствие многократного использования порошка (70 циклов АП СЭЛС). Содержание кислорода в полтора раза выше допустимого по стандарту ASTM [153].

Таблица 5.3.1 – Данные спектрального химического анализа СЭЛС образцов сплава Ti-6Al-4V синтезированные из первичного и многократно использованного порошка, с применением ГИП, и без него.

210	СЭЛС,	СЭЛС,	СЭЛС и ГИП,	СЭЛС и ГИП,	Стандарт
	первичн.	использ.	первичн.	использ.	ASTM, %
MCHT	порошок, %	порошок, %	порошок, %	порошок, %	[157]
Al	5.86	5.76	5.88	5.81	5.50-6.75
Fe	0.20	0.21	0.21	0.40	0.30 макс.
V	4.06	4.17	4.17	4.16	3.50-4.50
Y	< 0.001	< 0.001	< 0.001	< 0.001	0.005 макс.
C	0.016	0.024	0.016	0.025	0.08 макс.
Н	0.0018	0.0021	0.0029	0.0036	0.015 макс.
0	0.116	0.336	0.126	0.350	0.20 макс.
N	0.021	0.022	0.017	0.021	0.05 макс.

Пластические свойства образцов СЭЛС, выполненные из многократно использованного порошка, показали увеличение после обработки ГИП. При применении ГИП для образцов СЭЛС из многократно использованного порошка временное сопротивление разрушению составляет 1107 МПа, предел текучести 981 МПа, относительное удлинение и сужение 18 и 30% соответственно (см. Таблицу 5.3.2).

Таблица 5.3.2 – Результаты испытаний на растяжение СЭЛС образцов Ti-6Al-4V после ГИП из первичного и многократно использованного порошка

Образец	σ _{0,2} , МПа	σ _в , МПа	δ, % А (L ₀ =20 мм)	ψ, %				
Образцы из первичного порошка								
N1	800	939	17,8	45				
N2	838	971	21,5	50				
N3	846	975	21,5	48				
N4	832	953	20,5	43				
N5	777	913	19	40				
Статист.	819±29	950±25	20±2	45,2±4				
Образцы из многократно использованного порошка (70 циклов АП)								
R1	966	1095	20,5	35				
R2	1014	1131	17	27				
R3	1006	1130	12	14				
R4	957	1092	20,5	29				
R5	963	1087	20	45				
Статист.	981±27	1107±22	18±4	30±11				
ASTM F3001	≥795	≥860	≥10	≥25				
ASTM F2924	≥825	≥895	≥10	≥15				

Испытания на усталостное разрушение образцов, прошедших ГИП (см. Таблицу 5.3.3) показали, что образцы, после ГИП выдерживают значительно большее количество циклов нагружения, чем заготовки АП. Повышение выносливости, наблюдаемое в сплаве Ti-6Al-4V, прошедших ГИП, очевидно

обусловлено повышением трещиностойкости посредством закрытия остаточной пористости.[142].

Таблица 5.3.3 – Результаты усталостных испытаний СЭЛС образцов Ti-6Al-4V после ГИП из первичного и многократно использованного порошка

Образец	Макс нагрузка, кН	Кол-во циклов	Log (N)	Макс. напряжение, МПа				
Образцы из первичного порошка								
N1	13	10781259	7,03	675				
N2	13	10652764	7,02	675				
N3	13	1000000	7,00	675				
N4	13	14648545	7,17	675				
N5	13	11759914	7,07	675				
Образцы из многократно использованного порошка (70 циклов АП)								
R1	13	3459853	6,53	675				
R2	13	215680	5,33	675				
R3	13	1074767	6,03	675				
R4	13	2879720	6,46	675				
R5	13	10281906	7,01	675				



Рисунок 5.3.1 – Результаты испытаний на усталостное разрушение СЭЛС образцов Ti-6Al-4V до и после ГИП.

Три СЭЛС образца, прошедшие ГИП были разрушены при проведении тестирования в следствии распространения трещины по механически необработанной внешней поверхности в районе зажима образцов в испытательном стенде (Отмечено синими ромбами на Рисунке 5.3.1). Остальные образцы были дополнительно отполированы до минимального диаметра в зоне проведения теста чтобы избежать подобных разрушений.

Как видно из Рисунка 5.3.1., применение ГИП за счет эффективного закрытия пор и мелких дефектов непроплава значительно увеличивает усталостную прочность. Это говорит о том, что ГИП можно применять и для изделий, синтезированных из многократно использованного порошка, для повышения их механических свойств в соответствии с требованиями стандартов.

Как видно из Рисунка 5.3.2, СЭЛС образцы, синтезированные из первичного порошка и прошедшие ГИП, имеют вязкий характер зоны долома [164]. В зоне зарождения трещины можно различить дефект, с которого началось разрушение.



Рисунок 5.3.2 – РЭМ-изображения поверхности разрушения в результате усталостных испытаний СЭЛС образца сплава Ti-6Al-4V из первичного порошка после ГИП. Оранжевым цветом обозначена область вязкого разрушения; зеленым цветом – зона долома образца; красным цветом – незакрытая пора, послужившая источником возникновения и распространения трещины

В СЭЛС образцах, синтезированных из многократно использованного порошка и прошедших ГИП, трещина зарождается на дефекте в центре образца

(Рисунок 5.3.3). Причем, как можно увидеть на Рисунке 5.3.3 б, что дефект послуживший причиной разрушения, это не пора, а видимо, участок непроплава. Непроплавы, особенно в глубине образцов, сложно ликвидировать даже методами ГИП. Однако, полученные результаты наглядно показывают, что ГИП является эффективным методом для закрытия поверхностной пористости с большой глубиной воздействия и, следовательно, для повышения усталостного прочности СЭЛС образцов.



Рисунок 5.3.3 – РЭМ-изображения поверхности разрушения в результате усталостных испытаний СЭЛС образца Ti-6Al-4V из многократно использованного порошка после ГИП. Красным цветом обозначено зарождение и рост усталостной трещины.

СЭЛС образцы, синтезированные из первичного и многократно использованного порошка, также прошли испытания на растяжение. На Рисунках 5.3.4 и 5.3.5 показаны области разрушения образцов из первичного и многократно использованного порошка соответственно.





б)

Рисунок 5.3.4 – а-б) РЭМ-изображения поверхности разрушения в результате испытаний на растяжение СЭЛС образца Ti-6Al-4V, изготовленного из первичного порошка после ГИП. Оранжевым цветом обозначена поверхность разрушения; красным цветом обозначена область непроплава/перегрев.

Как видно из представленных рисунков, после обработки ГИП, СЭЛС образцы, синтезированные из многократно использованного порошка, имеют схожий характер разрушения с образцами из нового порошка. Это соответствует полученным результатам, представленным в Таблице 5.3.2. Из этой таблицы видно, что даже СЭЛС образцы из старого порошка показали минимальное относительное удлинение выше требуемого по стандарту. Однако, проблема образцов из многократно использованного порошка заключается в том, что их результаты имеют сильный разброс механических свойств, что может быть допустимо не для всех областей применения.



a)



Рисунок 5.3.5 – а-б) РЭМ-изображения поверхности разрушения в результате испытаний на растяжение СЭЛС образцов Ті-6АІ-4V, изготовленного из многократно использованного порошка после ГИП где: оранжевым цветом обозначена поверхность разрушения; красным цветом обозначена дефекта.

5.4 Выводы

Анализ полученных результатов позволил сделать следующие выводы о влиянии ГИП на структуру и свойства сплава Ti-6Al-4V изготовленного методом СЭЛС:

1. Сплав, подвергнутый ГИП, характеризуются существенно более рассеянной текстурой α-фазы в результате протекания процессов сфероидизации и коагуляции, что сопровождается снижением микротвердости. Несколько большая средняя толщина пластин β-фазы 2.5±0.3 мкм, по-видимому, предполагает более глубокое развитие рекристаллизационных процессов.

2. Установлено, что ГИП уменьшает количество внутренних дефектов, что, в свою очередь, приводит к значительному повышению пластических свойств, а именно, относительное удлинение увеличивается в среднем на 41%, а относительное сужение на 48%, при любом уровне нагрузки, относительно заготовок АП. Кроме того, образцы после ГИП демонстрируют значительное снижение разброса механических свойств.

3. Показано, что ГИП значительно повышает усталостные свойства изделий СЭЛС из первичного и многократно использованного порошка, в среднем на ~80% при сохранении пластических свойств заготовок АП, свойств изделий из первичного порошка (в среднем на 83,6%).

Полученные результаты о благоприятном влиянии ГИП на повышение плотности и улучшение усталостной прочности образцов СЭЛС согласуются с [97, 180, 183].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Настоящая работа посвящена комплексному исследованию сплава Ti-6Al-4V, произведенного методом СЭЛС. В работе были изучены факторы влияния порошка на конечные свойства материала, а также использование термомеханической обработки для улучшения плотности сплава, снижение остаточной пористости, и, как результат, повышение механических усталостных свойств до необходимых показателей согласно требованиям стандартов к медицинским изделиям из этого сплава.

Результаты экспериментальных данных были проанализированы и с точки зрения математического моделирования, и проверены на соответствие данным литературного обзора.

В диссертационной работе выполнены все поставленные задачи и получены следующие результаты:

1. Механизмы фазообразования в сплаве Ti-6Al-4V, произведенного методом СЭЛС, были подробно изучены. Показано, что исходные столбчатые β -зерна являются результатом эпитаксиального роста на подложке из ранее сплавленных слоев, что приводит к формированию текстуры кристаллизации <001> β в направлении синтеза изделия, совпадающего с направлением теплоотвода. Установлено, что в процессе СЭЛС формируется достаточно равновесная (α + β)-пластинчатая микроструктура со средней толщиной пластин β -фазы 1,8±0,3 мкм и объемной долей V_β=3,3±0,3%.

Текстура α-фазы в сплаве Ti-6Al-4V, полученном методом СЭЛС, наследуется от высокотемпературной β-фазы в соответствии с ОС Бюргерса. Текстура β_{tr}-фазы в процессе многократных фазовых перекристаллизаций частично сохраняет текстуру <001>β –высокотемпературной. В результате фазовой перекристаллизации также образуются β_{tr}-фазы, отличные от ориентаций высокотемпературной β, но связанные с α-фазой ОС Бюргерса.

2. Было проанализировано влияние ряда параметров процесса СЭЛС на микроструктуру сплава Ti-6Al-4V и его механические свойства.

Установлено, что увеличение расстояния ШЛ свыше рекомендуемого значения в 100 мкм, до 400 мкм, приводит к формированию более дисперсной микроструктуры α-пластин в результате меньшей температуры нагрева слоя, вызванной увеличением расстояния между проходами электронного луча в процессе спекания, при этом наблюдается увеличение пористости материала за счет увеличения количества зон непроплава. Уменьшение расстояния ШЛ со 100 мкм до 50 мкм приводит к большему укрупнению микроструктуры материала, что может отрицательно повлиять на механические свойства образцов, в то же время количество зон непроплава уменьшается.

Установлено, что вертикальная ориентация образцов предпочтительна как точки зрения значений микротвердости, так с точки зрения минимизации количества поддерживающих структур. Для повышения производительности процесса СЭЛС необходимо вертикально ориентировать детали на платформе построения с расстоянием не менее 2 мм между деталями, что позволяет не допускать перегрева зоны построения, при этом уменьшение расстояние менее 2 мм нужно совмещать с большими расстояниями ШЛ (200 мкм), тем самым, дополнительно повышая производительность аддитивного процесса.

3. Морфологические дефекты порошка, возникающие в процессе СЭЛС, в результате термических и механических причин, были изучены и охарактеризованы. Установлено влияние переработки порошка после СЭЛС на изменение химического состава и механических свойств сплава Ti-6Al-4V.

Показано, что содержание кислорода в порошке до 35 циклов переработки в процессе СЭЛС соответствует стандарту ASTM F2924. В зависимости от требований к конструкционной прочности, возможно многократное использование порошка, при условии соблюдении технологии переработки (контроль температуры и влажности).

Для порошка после 70 циклов переработки в процессе СЭЛС показано, что применение многократно использованного порошка приводит к снижению механических свойств изделия в следствии увеличения количества пор и зон непроплава, а также увеличению содержания кислорода более чем в 2 раза от показателей первичного порошка, выраженном в увеличении степени окисления

частиц, что сопровождается снижением пластичности (относительного удлинения в среднем на 76%, относительного сужения в среднем на 69%), а также снижением количества циклов до разрушения в среднем на 65%.

Выявлены закономерности разрушения образцов изготовленных из первичного и многократно использованного порошка, в первом случае разрушение началось ближе к центральной оси образца, во втором ближе к поверхности.

4. Было проведено исследование влияния ГИП на микроструктуру, и механические свойства сплава Ti-6Al-4V, изготовленного методом СЭЛС. Выбранный режим ГИП приводит к значительному повышению усталостных свойств изделий СЭЛС, что обусловлено повышением трещиностойкости посредством закрытия остаточной пористости.

Показано, что сплав, подвергнутый ГИП, характеризуются существенно более рассеянной текстурой α -фазы в результате протекания процессов сфероидизации и коагуляции, что сопровождается снижением микротвердости. Несколько больший размер d_β (2.5±0.3 мкм), по-видимому, предполагает более глубокое развитие рекристаллизационных процессов.

Установлено, что ГИП уменьшает количество внутренних дефектов, что, в свою очередь, приводит к значительному повышению пластических свойств, а именно относительное удлинение увеличивается в среднем на 41%, а относительное сужение на 48%, при любом уровне нагрузки, относительно заготовок АП. Кроме того, образцы после ГИП демонстрируют значительное снижение разброса механических свойств.

Показано, что ГИП значительно повышает усталостные свойства изделий СЭЛС из первичного и многократно использованного порошка, в среднем на ~80% при сохранении пластических свойств заготовок АП, свойств изделий из первичного порошка (в среднем на 83,6%).

Полученные результаты свидетельствуют о целесообразности применения аддитивной технологии СЭЛС и последующей постобработки ГИП для изготовления индивидуальных медицинских изделий из сплава Ti-6Al-4V.

Успешное практическое использование разработанных режимов СЭЛС и ГИП подтверждено актами внедрения и использования на профильных предприятиях отрасли (см. Приложение А).

Направления дальнейшей разработки темы исследования

1. Исследование биосовместимых сплавов на основе титана с легирующими добавками, циркония, тантала и ниобия.

2. Создание функционально-градиентных материалов и конструкций медицинского назначения на основе титана.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] ASTM International, Standard Guide for Characterizing Properties of Metal Powders Used for Additive Manufacturing Processes. 2014.
- [2] Dutta B. Additive Manufacturing Technology / B. Dutta, F. H. Froes // Additive Manufacturing of Titanium Alloys, Elsevier Inc., 2016, P. 25–40.
- [3] Attar H. Evaluation of the mechanical and wear properties of titanium produced by three different additive manufacturing methods for biomedical application / M. J. Bermingham, S. Ehtemam-Haghighi, A. Dehghan-Manshadi, D. Kent, M. S. Dargusch // Mater. Sci. Eng. A, V. 760, P. 339–345, Jul. 2019.
- [4] Sarma J. Enhancement of material properties of titanium alloys through heat treatment process: A brief review / J. Sarma, R. Kumar, A. K. Sahoo, A. Panda // Mater. Today Proc., V. 23, P. 561–564, 2020.
- [5] Koptyug A. Additive Manufacturing Technology Applications Targeting Practical Surgery / A. Koptyug, L. E. Rännar, M. Backstorm, S. F. Franzen // Int. J. Life Sci. Med. Res., V. 3, № 1, P. 15–24, 2013.
- [6] Katz-Demyanetz A. Powder-bed additive manufacturing for aerospace application: Techniques, metallic and metal/ceramic composite materials and trends / A. Katz-Demyanetz, V. Popov, A. Kovalevsky, D. Safranchik, A. Koptyug // Manuf. Rev., V. 6, P. 5, 2019.
- [7] Kolomiets A. The Titanium 3D Printed Flute: new prospects of Additive Manufacturing for Musical Wind Instruments Design / A. Kolomiets, Y. Grobman, V. Popov, E. Strokin, G. Senchikhin, E. Tarazi // J. New Music Res., 2020.
- [8] Wang X. Topological design and additive manufacturing of porous metals for bone scaffolds and orthopaedic implants: A review / X.Wang, S.Xu, S.Zhou, W.Xu, M.Leary, P.Choongc, M.Qian, M.Brandt, Y.M.Xie // Biomaterials, V. 83, P. 127–141, 2016.
- [9] Saenz de Viteri V. Titanium and Titanium alloys as Biomaterials / V. Saenz de Viteri, E. Fuentes // Tribology - Fundamentals and Advancements, Intech, 2013, P.

13.

- [10] Cronskär M. Patient-Specific Clavicle Reconstruction Using Digital Design and Additive Manufacturing / M. Cronskär, L.-E. Rännar, M. Bäckström, K. G. Nilsson, B. Samuelsson // J. Mech. Des. Trans. ASME, V. 137, № 11, P. 1–4, 2015.
- [11] Berman B. 3-D printing: The new industrial revolution / B. Berman // Bus. Horiz.,
 V. 55, № 2, P. 155–162, 2012.
- [12] Zhou H. 3D reconstruction and SLM survey for dental implants / H. Zhou, Q. Fan
 // J. Mech. Med. Biol., V. 17, № 3, P. 1–11, 2017.
- [13] Rayna T. From rapid prototyping to home fabrication: How 3D printing is changing business model innovation / T. Rayna, L. Striukova // Technol. Forecast. Soc. Change, V. 102, P. 214–224, 2016.
- [14] Khajavi S. H. Additive manufacturing in the spare parts supply chain / S. H. Khajavi, J. Partanen, J. Holmström // Comput. Ind., V. 65, № 1, P. 50–63, 2014.
- [15] Ngo T. D. Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges / T. D. Ngo, A. Kashani, G. Imbalzano, K. T. Q. Q. Nguyen, D. Hui // Compos. Part B Eng., V. 143, № December 2017, P. 172–196, 2018.
- [16] Liu R. 13 Aerospace applications of laser additive manufacturing / R. Liu, Z. Wang, T. Sparks, F. Liou, J. Newkirk // in Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials, M. B. T.-L. A. M. Brandt, Ed. Cambridge, MA, USA: Woodhead Publishing, 2017, P. 351–371.
- [17] Gebler M. A global sustainability perspective on 3D printing technologies / M. Gebler, A. J. M. Schoot Uiterkamp, C. Visser // Energy Policy, V. 74, № C, P. 158– 167, 2014.
- [18] Shi X. Selective laser melting-wire arc additive manufacturing hybrid fabrication of Ti-6Al-4V alloy : Microstructure and mechanical properties / X. Shi, S. Ma, C. Liu, Q. Wu, J. Lu, Y. Liu, W. Shi // Mater. Sci. Eng. A, V. 684, № November 2016, P. 196–204, Jan. 2017.
- [19] Wohlers Associates, Wohlers Report 2018, № May. P. 276, 2018.
- [20] Unocic R. R. Process Efficiency Measurements in the Laser Engineered Net

Shaping Process / R. R. Unocic, J. N. DuPont // Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci., V. 35, № 1, P. 143–152, 2004.

- [21] Greer C. Introduction to the design rules for Metal Big Area Additive Manufacturing / C. Greer, A. Nycz, M. Noakes и др. // Addit. Manuf., V. 27, P. 159–166, May 2019.
- [22] Davis A. E. Mechanical performance and microstructural characterisation of titanium alloy-alloy composites built by Wire-Arc additive manufacture Materials Science & Engineering A Mechanical performance and microstructural characterisation of titanium alloy-alloy com / A.E. Davis, C.I. Breheny, J. Fellowes, U. Nwankpa, F.Martina, J. Ding, T. Machry, P. B. Prangnell // Mater. Sci. Eng. A, V. 765, № August, P. 138289, 2019.
- [23] Ding D. A multi-bead overlapping model for robotic wire and arc additive manufacturing (WAAM) / D. Ding, Z. Pan, D. Cuiuri, H. Li // Robot. Comput. Integr. Manuf., V. 31, P. 101–110, Feb. 2015.
- [24] Kolomiets A. Benefits of Titanium Additive Manufacturing for wind instrument development: Titanium 3D Printed Flute as a case-study / A. Kolomiets // Technion Israel Institute of Technology, 2020.
- [25] Kamsky G. V. Review of the Main Producers of 3D-Machines for Metals, Characteristics of the Machines, and Directions of Development / G. V. Kamsky, A. A. Kolomiets, V. V. Ророv и др. // Int. Res. J., V. №8 (50), P. 48–55, 2016.
- [26] Kellens K. Environmental Impact of Additive Manufacturing Processes: Does AM Contribute to a More Sustainable Way of Part Manufacturing? / K. Kellens, R. Mertens, D. Paraskevas, W. Dewulf, J. R. Duflou // in Procedia CIRP, 2017, V. 61, no. Section 3, P. 582–587.
- [27] Torres-Carrillo S. Environmental analysis of selective laser melting in the manufacturing of aeronautical turbine blades / S. Torres-Carrillo, H. R. Siller, C. Vila, C. López, C. A. Rodríguez // J. Clean. Prod., P. 119068, Oct. 2019.
- [28] Sun D. Selective laser melting of titanium parts: Influence of laser process parameters on macro- and microstructures and tensile property / D. Sun, D. Gu, K. Lin и др. // Powder Technol., V. 342, P. 371–379, Jan. 2019.

- [29] Li J. Finite element analysis of thermal behavior and experimental investigation of Ti6Al4V in selective laser melting / J. Li, Z. Wei, L. Yang, и др. // Optik (Stuttg)., P. 163760, Nov. 2019.
- [30] Oliveira T. T. Fabrication of dental implants by the additive manufacturing method: A systematic review / T. T. Oliveira, A. C. Reis // J. Prosthet. Dent., V. 122, № 3, P. 270–274, Sep. 2019.
- [31] Graziosi S. Designing for Metal Additive Manufacturing: A Case Study in the Professional Sports Equipment Field / S. Graziosi, F. Rosa, R. Casati, P. Solarino, M. Vedani, M. Bordegoni // in Procedia Manufacturing, 2017, V. 11, P. 1544–1551.
- [32] GE-Arcam EBM, "EBM Hardware." [Электронный ресурс]. Доступ: http://www.arcam.com/technology/electron-beam-melting/hardware/.
- [33] Kudryavtseva E. Advantages of 3D Printing for Gynecology and Obstetrics: Brief Review of Applications, Technologies, and Prospects / E. Kudryavtseva, V. Popov, G. Muller-Kamskii, E. Zakurinova, V. Kovalev // in 2020 IEEE 10th International Conference Nanomaterials: Applications & Properties (NAP), 2020, P. 02SAMA09-1-02SAMA09-5.
- [34] Jardini A. L. Cranial reconstruction: 3D biomodel and custom-built implant created using additive manufacturing / A. L. Jardini, M. A. Larosa, R. M. Filho и др. // J. Cranio-Maxillofacial Surg., V. 42, № 8, P. 1877–1884, Dec. 2014.
- [35] Ozbolat I. A review on design for bioprinting / I. Ozbolat, H. Gudapati // Bioprinting, V. 3, № November, P. 1–14, Sep. 2016.
- [36] Digital Podcast MedTalk. Regenerative Medicine and 3D Bioprinting: Polymers Sow the Seed of Life Bioprinting. Med. Plast. News, P. 1–8, 2013.
- [37] Larush L. 3D printing of responsive hydrogels for drug-delivery systems / L. Larush, I. Kaner, A. Fluksman, A. Tamsut, A. A. Pawar // J. 3D Print. Med., V. 1, P. 219–229, 2017.
- [38] Birbara N. S. 3D Modelling and Printing Technology to Produce Patient-Specific 3D Models / N. S. Birbara, J. M. Otton, N. Pather // Hear. Lung Circ., V. 28, № 2, P. 302–313, Feb. 2019.
- [39] Chen J. H. A Roadmap from Idea to Implementation 3D Printing for Pre-Surgical

Applications / J. H. Chen, M. Gariel // 2015.

- [40] Kuroda S. 3D printing model of the intrahepatic vessels for navigation during anatomical resection of hepatocellular carcinoma/ S. Kuroda, T. Kobayashi, H. Ohdan // Int. J. Surg. Case Rep., V. 41, P. 219–222, Jan. 2017.
- [41] Srao S. 3D printing of mandibular condyle anatomical models using low cost fused deposition modelling / S. Srao, A. Artopoulos // Br. J. Oral Maxillofac. Surg., V. 55, № 10, P. e181, Dec. 2017.
- [42] Popov V. Design and 3D-printing of titanium bone implants: brief review of approach and clinical cases / V. Popov, G. Muller-Kamskii, A. Kovalevsky и др. // Biomed. Eng. Lett., V. 8, № 4, P. 337–344, 2018.
- [43] Kumar D. K. Prosthetic hand control: A multidisciplinary review to identify strengths, shortcomings, and the future / D. K. Kumar, B. Jelfs, X. Sui, S. P. Arjunan // Biomed. Signal Process. Control, V. 53, Aug. 2019.
- [44] Steely M. E. Poster 160: Custom-made 3D Printed Finger Prosthetics with Haptic Feedback: A Case Report / M. E. Steely, S. Merrill, J. D'Amaro, C. Colasante, M. M. Blum, M. A. Turk // in PM&R, 2018, V. 10, № 9, P. S54.
- [45] Root W. Exo Prosthetic Leg. 2019. [Электронный ресурс]. Доступ: https://www.behance.net/gallery/20696469/Exo-Prosthetic-Leg.
- [46] Ren Y. Biomechanical compatibility of high strength nickel free stainless steel bone plate under lightweight design / Y. Ren, H. Zhao, K. Yang, Y. Zhang // Mater. Sci. Eng. C, V. 101, P. 415–422, Aug. 2019.
- [47] Fini M. A new austenitic stainless steel with negligible nickel content: an in vitro and in vivo comparative investigation / M. Fini, N. Nicoli Aldini, P. Torricelli и др. // Biomaterials, V. 24, № 27, P. 4929–4939, 2003.
- [48] F. Jiang A strong, wear- and corrosion-resistant, and antibacterial Co–30 at.% Cr– 5 at.% Ag ternary alloy for medical implants / F. Jiang, W. Zhu, C. Zhao и др. // Mater. Des., V. 184, P. 108190, Dec. 2019.
- [49] Xiang D. D. Anisotropic microstructure and mechanical properties of additively manufactured Co–Cr–Mo alloy using selective electron beam melting for orthopedic implants / D. D. Xiang, P. Wang, X. P. Тап и др. // Mater. Sci. Eng. A,

V. 765, P. 138270, Sep. 2019.

- [50] Hsu R. W.-W. Electrochemical corrosion studies on Co–Cr–Mo implant alloy in biological solutions / R. W.-W. Hsu, C.-C. Yang, C.-A. Huang, Y.-S. Chen // Mater. Chem. Phys., V. 93, № 2–3, P. 531–538, Oct. 2005.
- [51] Singh S. Material issues in additive manufacturing: A review / S. Singh, S. Ramakrishna, R. Singh // J. Manuf. Process., V. 25, P. 185–200, 2017.
- [52] Korytkin A. A. Custom triflange acetabular components in revision hip / A. A. Korytkin, D. V. Zaharova, Y. S. Novikova, R. O. Gorbatov, K. A. Kovaldov, Y. M. El Moudni // Novie Technol. v Travmatol. i Ortop., V. 23, P. 101–111, 2018.
- [53] Niinomi M. Titanium spinal-fixation implants / M. Niinomi // Titan. Med. Dent. Appl., P. 347–369, 2018.
- [54] Siu T. L. Custom-Made Titanium 3-Dimensional Printed Interbody Cages for Treatment of Osteoporotic Fracture–Related Spinal Deformit / T. L. Siu, J. M. Rogers, K. Lin, R. Thompson, M. Owbridge // World Neurosurg., V. 111, P. 1–5, Mar. 2018.
- [55] Choy W. J. Reconstruction of Thoracic Spine Using a Personalized 3D-Printed Vertebral Body in Adolescent with T9 Primary Bone Tumor / W. J. Choy, R. J. Mobbs, B. Wilcox, S. Phan, K. Phan, C. E. Sutterlin // World Neurosurg., V. 105, P. 1032.e13-1032.e17, 2017.
- [56] Milewski J. O. Additive Manufacturing Metal , the Art of the Possible / J. O. Milewski // Additive Manufacturing of Metals, 2017, P. 7–33.
- [57] Haleem A. Polyether ether ketone (PEEK) and its 3D printed implants applications in medical field: An overview / A. Haleem, M. Javaid // Clin. Epidemiol. Glob. Heal., V. 7, № 4, P. 571–577, 2019.
- [58] Chudinova E. Additive manufactured Ti6Al4V scaffolds with the RF- magnetron sputter deposited hydroxyapatite coating / E. Chudinova, M. Surmeneva, A. Koptyug, P. Scoglund, R. Surmenev // Journal of Physics: Conference Series, 2016, V. 669, № 1, P. 0–6.
- [59] Илларионов. А. Г. Технологические и эксплуатационные свойства титановых сплавов: учебное пособие / А. Г. Илларионов, А. А. Попов // Екатеринбург:

Изд-во Урал. ун-та, 2014.

- [60] Колачев Б. А. Титановые сплавы разных стран / Б. А. Колачев, И. С. Полькин,В. Д. Талалаев // Москва ВИЛС, С. 316, 2000.
- [61] Гецов Л. Б. Материалы и прочность деталей газовых турбин / Л. Б. Гецов // Москва: Недра, С. 591, 1996.
- [62] Antonysamy A. A. Microstructure, Texture and Mechanical Property Evolution during Additive Manufacturing of Ti6Al4V Alloy for Aerospace Applications / A.
 A. Antonysamy // University of Manchester, Manchester, UK, 2012.
- [63] S. G. Sarvankar. Additive Manufacturing in Automobile Industry / S. G. Sarvankar,
 S. N. Yewale // Int. J. Res. Aeronaut. Mech. Eng., V. 7, № 4, P. 1–10, 2019.
- [64] Scott C. BMW Impresses with 3D Printed Roof Bracket for BMW i8 Roadster / C. Scott // 2018. [Электронный ресурс] Доступ: https://3dprint.com/222268/bmw-3d-printed-roof-bracket/.
- [65] Sun P. Review of the Methods for Production of Spherical Ti and Ti Alloy Powder
 / P. Sun, Z. Z. Fang, Y. Zhang, Y. Xia // JOM, V. 69, № 10, P. 1853–1860, 2017.
- [66] Казанцева Н. В. Лазерная аддитивная 3D-печать титановых сплавов: современное состояние, проблемы, тенденции / Н. В. Казанцева, П. В. Крахмалев, И. А. Ядройцев, И. А. Ядройцева// Физика металлов и металловедение, V. 122, P. 8–30, 2021.
- [67] Illarionov A. G. Structure, Phase Composition, and Mechanical Properties of Biocompatible Titanium Alloys of Different Types / A. G. Illarionov, A. G. Nezhdanov, S. I. Stepanov, G. Muller-Kamskii, A. A. Popov // Phys. Met. Metallogr., V. 121, № 4, P. 367–373, 2020.
- [68] ГОСТ 19807-91, Титан и сплавы титановые деформируемые, 1991.
- [69] Sahoo R. Effect of primary alpha phase variation on mechanical behaviour of Ti– 6Al–4V alloy / R. Sahoo, B. B. Jha, T. K. Sahoo // Mater. Sci. Technol., V. 31, № 12, P. 1486–1494, 2015.
- [70] Цвикер У. Титан и его сплавы. Москва: Металлургия. 1979. 511 с.
- [71] Babu B. Physically based model for plasticity and creep of Ti-6Al-4V / B. Babu // Luleå University of Technology, Sweden, 2008.

- [72] Carreon H. Study of Aging Effects in a Ti-6Al-4V Alloy with Widmanstätten and Equiaxed Microstructures by Non-Destructive Means / H. Carreon, A. Ruiz, B. Santoveña // AIP Conference Proceedings, 2014, P. 739.
- [73] Prasad Y. V. R. K. A study of beta processing of Ti-6Al-4V: Is it trivial? / Y. V. R.
 K. Prasad, T. Seshacharyulu, S. C. Medeiros, and W. G. Frazier // J. Eng. Mater.
 Technol., V. 123, № 3, P. 355–360, 2001.
- [74] Dietrich K. The influence of oxygen on the chemical composition and mechanical properties of Ti-6Al-4V during laser powder bed fusion (L-PBF) / K. Dietrich, J. Diller, S. Dubiez-Le Goff, D. Bauer, P. Forêt, G. Witt // Addit. Manuf., V. 32, 2020.
- [75] Leyens C. Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications / C. Leyens, M. Peters // Weinheim, Germany: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2003.
- [76] Boyer G. W. Military Handbook Titanium and Titanium Alloys, Department., no. MIL-DBK-697 a. Washington, D.C., USA, 1974.
- [77] Wielewski E. On the correlation between macrozones and twinning in Ti–6Al–4V at very high strain rates / E. Wielewski, C. R. Siviour, N. Petrinic // Scr. Mater., V. 67, P. 229–232, 2012.
- [78] Boyer R. Materials Properties / R. Boyer, G. Welsch, E. W. Collings // Handbook: Titanium Alloys, Metals Park, Ohio: ASM International., 1994, P. 1079–1082.
- [79] Moffat D. L. The competition between martensite and omega in quenched Ti-Nb alloys / D. L. Moffat, D. C. Larbeliestier // Met. Trans., V. 19, P. 1677–1686, 1988.
- [80] Dunkley J., Advances in atomisation techniques for the formation of metal powders. Cambridge, MA, USA: Woodhead Publishing Limited, 2013.
- [81] Donachie M. J. Superalloys: A Technical Guide / M. J. Donachie, S. J. Donachie // 2nd Editio. ASM International, 2002.
- [82] Angelo P. C. Powder Metallurgy: Science, Technology and Applications / P. C. Angelo and R. Subramanian // PHI Learning Pvt. Ltd., 2008.
- [83] Behúlová M. Analysis of the influence of the gas velocity, particle size and nucleation temperature on the thermal history and microstructure development in the tool steel during atomization / M. Behúlová, J. Mesárošová, P. Grgač // J. Alloys

Compd., V. 615, № 1, P. S217–S223, 2014.

- [84] Г. А. Либенсон, В. Ю. Лопатин, Г. В. Комарницкий, Процессы порошковой металлургии. В 2-х т. Том 1. Производство металлических порошков: Учебник для вузов. – М.: МИСИС, 2001. – 368 с.
- [85] Liu Z. Characterization of Ti6Al4V powders produced by different methods for selective electron beam melting / Z. Liu, C. Huang, C. Gao, R. Liu, J. Chen, Z. Xiao // J. Min. Metall. Sect. B Metall., V. 55, № 1, P. 121–128, 2019.
- [86] Heidloff A. J. Advanced gas atomization processing for Ti and Ti alloy powder manufacturing / A. J. Heidloff, J. R. Rieken, I. E. Anderson, D. Byrd, J. Sears, M. Glynn // JOM, V. 62, № 5, P. 35–41, 2010.
- [87] Gerling R. Gas Atomization of High Melting Reactive Metals by a Crucible- and Ceramic-Free Technique / R. Gerling, M. Hohmann // in Mater Sci Forum, 2007, V. 539, P. 2693–2698.
- [88] Tsantrizos P. G. Methos of production of metal and ceramic powders by plasma atomization / P. G. Tsantrizos, F. Allaire, M. Entezarian // 1998.
- [89] Entezarian M. Plasma atomization: A new process for the production of fine, spherical powders / M. Entezarian, F. Allaire, P. Tsantrizos, R. A. L. Drew // JOM, V. 48, P. 53–55, 1996.
- [90] ATO LAB, "ATO LAB Atomizer," 2021. [Электронный ресурс]. Доступ: https://metalatomizer.com/#:~:text=ATO metal powder atomizer,with narrow particle size distribution.
- [91] Karlsson J. Characterization and comparison of materials produced by Electron Beam Melting (EBM) of two different Ti-6Al-4V powder fractions / J. Karlsson, A. Snis, H. Engqvist, J. Lausmaa // J. Mater. Process. Technol., V. 213, № 12, P. 2109–2118, 2013.
- [92] Qian M. Metal Powder for Additive Manufacturing / M. Qian // Jom, V. 67, № 3,
 P. 536–537, 2015.
- [93] Tang H. P. Effect of powder reuse times on additive manufacturing of Ti-6Al-4V by sensitive electron beam melting / H. P. Tang, M. Qian, N. Liu, X. Z. Zhang, G. Y. Yang, J. Wang // JOM, V. 67, № 3, P. 555–563, 2015.

- [94] Slotwinski J. A. Metrology needs for metal additive manufacturing powders / J. A. Slotwinski, E. J. Garboczi // JOM, V. 67, № 3, P. 538–543, 2015.
- [95] Strondl A. Characterization and control of powder properties for additive manufacturing / A. Strondl, O. Lyckfeldt, H. Brodin, U. Ackelid / JOM 67 (3) (2015) 549–554.
- [96] Koptyug A. Additive manufacturing for medical and biomedical applications: advances and challenges / A. Koptyug, L. Rännar, M. Bäckström, M. Cronskär // Mater. Sci. forum, P. 1286–1291, 2014.
- [97] Tiferet E. Mapping the Tray of Electron Beam Melting of Ti-6Al-4V : Properties and Microstructure / E. Tiferet, M. Ganor, D. Zolotaryov и др. // Materials (Basel)., V. 12, № 1470, P. 1–14, 2019.
- [98] Scharowsky T. Influence of the hatching strategy on consolidation during selective electron beam melting of Ti-6Al-4V, / T. Scharowsky, A. Bauereiß, C. Körner // Int. J. Adv. Manuf. Technol., V. 92, № 5–8, P. 2809–2818, 2017.
- [99] DebRoy T. Additive manufacturing of metallic components Process, structure and properties / T. DebRoy, H. L. Wei, J. S. Zuback и др. // Prog. Mater. Sci., V. 92, P. 112–224, 2018.
- [100] ГОСТ Р 57558, Аддитивные технологические процессы. Базовые принципы. Термины и определения, 2017.
- [101] Koptyug A. Developing New Materials for Electron Beam Melting: Experiences and Challenges / A. Koptyug, M. Bäckström, C. A. Botero Vega, V. Popov, E. Chudinova // Materials Science Forum, 2018, V. 941, P. 2190–2195.
- [102] Petrovic V. Powder recyclability in electron beam melting for aeronautical use / V. Petrovic, R. Niñerola // Aircr. Eng. Aerosp. Technol. An Int. J., V. 87, № 2, P. 147– 155, 2016.
- [103] Popov V. Prospects of additive manufacturing of rare-earth and non-rare-earth permanent magnets / V. Popov, A. Koptyug, I. Radulov, F. Maccari, G. Muller // Procedia Manuf., V. 21, № 2017, P. 100–108, 2018.
- [104] Popov V. Heat transfer and phase formation through EBM 3D-printing of Ti-6Al-4V cylindrical parts / V. Popov, A. Katz-Demyanetz, M. Bamberger и др. // Defect

Diffus. Forum, V. 383, P. 190–195, 2018.

- [105]Gibson I. Additive Manufacturing Technologies: Rapid Prototyping to Direct Digital Manufacturing / I. Gibson, D. W. Rosen, B. Stucker // Springer Science & Business Media, 2009.
- [106] Attar E. Simulation of Selective Electron Beam Melting Processes / E. Attar // Universitat Erlangen-Nurnberg, 2011.
- [107] Зленко М. А. Аддитивные технологии в машиностроении / М. А. Зленко, А. А. Попович, И. Н. Мутылина // Ч. 221. СПбГУ, 2013.
- [108] Umaras E. Additive Manufacturing Considerations on Geometric Accuracy and Factors of Influence / E. Umaras, M. S. G. Tsuzuki // IFAC-PapersOnLine, V. 50, no. 1, P. 14940–14945, 2017.
- [109] Knapp G. L. Experiments and simulations on solidification microstructure for Inconel 718 in powder bed fusion electron beam additive manufacturing / G. L. Knapp, N. Raghavan, A. Plotkowski, T. DebRoy // Addit. Manuf., V. 25, no. November 2018, P. 511–521, 2019.
- [110] Rannar L. E. Efficient cooling with tool inserts manufactured by electron beam melting / L. E. Rannar, A. Glad, C. G. Gustafson // Rapid Prototyp. J., V. 13, no. 3, P. 128–135, 2007.
- [111] Рудской А. И. Особенности моделирования процесса послойного синтеза изделий электронным лучом / А. И. Рудской, С. Ю. Кондратьев, Ю. А. Соколов, and В. Н. Копаев // Журнал технической физики, Ч. 85, № 11,С. 91– 96, 2015.
- [112]Веденов А. А. Физические процессы при ла- зерной обработке материалов / А. А. Веденов, Г. Г. Гладуш // М.: Энергоатомиздат, 1985.
- [113] Углов А. А. Моделирование теплофизических процессов импульсного лазерного воздействия на металлы / А. А. Углов, И. Ю. Смуров, А. М. Лашин, А. Г. Гуськов // М.: Наука, 1991.
- [114] Kazantseva N. V. Effect of Built Geometry on the Microstructure and Strength Characteristics of the Ti–6Al–4V Alloy Prepared by the Selective Laser Melting / N. V. Kazantseva, I. V. Ezhov, N. I. Vinogradova и др.// Phys. Met. Metallogr., V.

119, № 11, P. 1079–1086, 2018.

- [115] Будкин Ю. В. Электроннолучевая сварка / Ю. В. Будкин, Е. Н. Сивов, and Ю. А. Соколов // М. ДПК Пресс, С. 96, 2010.
- [116] Medina F. Optimizing EBM Alloy 718 Material for Aerospace Components / F. Medina, B. Baughman, D. Godfrey, N. // Menon World, V. 2, P. 3, 2016.
- [117] Довбыш В. М. Аддитивные технологии и изделия из металла / В. М. Довбыш, П. В. Забеднов, М. А. Зленко // Библиотечка литейщика, Ч. 8–9, 2014.
- [118] Kirchner A. Process window for electron beam melting of Ti-6Al-4V / A. Kirchner,
 B. Klöden, J. Luft, T. Weißgärber, B. Kieback // Euro PM 2014 Congress and Exhibition, Proceedings, 2014, № 9.
- [119] Wang P. Effects of processing parameters on surface roughness of additive manufactured Ti-6Al-4V via electron beam melting / P. Wang, W. J. Sin, M. L. S. Nai, J. Wei // Materials (Basel)., V. 10, № 10, P. 8–14, 2017.
- [120] Gong H. Generation and detection of defects in metallic parts fabricated by selective laser melting and electron beam melting and their effects on mechanical properties / H. Gong, K. Rafi, T. Starr, B. Stucker // Solid Free. Fabr., P. 424–439, 2013.
- [121]Popov V. Arcam EBM parameters, influencing the structure and mechanical properties of the product. Technical report / V. Popov, J. Ramon, H. Rosenson // 2016.
- [122] Safdar A. Effect of process parameters settings and thickness on surface roughness of EBM produced Ti-6Al-4V / A. Safdar, H. Z. He, L.-Y. Wei, A. Snis, L. E. C. de Paz // Rapid Prototyp. J., V. 18, № 5.
- [123] Dinwiddie R. B. Thermographic in-situ process monitoring of the electron beam melting technology used in additive manufacturing / R. B. Dinwiddie, R. R. Dehoff, P. D. Lloyd, L. E. Lowe, J. B. Ulrich // SPIE The International Society for Optical Engineering, 2013.
- [124] C. J. Smith, F. Derguti, E. Hernandez Nava, and et al., "Dimensional accuracy of Electron Beam Melting (EBM) additive manufacture with regard to weight optimized truss structures," J. Mater. Process. Technol., V. 229, P. 128–138, Mar. 2016.

- [125] Schwerdtfeger J. In situ flaw detection by IR-imaging during electron beam melting / J. Schwerdtfeger, R. F. Singer, C. Körner // Rapid Prototyp. J., V. 18, № 4, P. 259– 263, 2012.
- [126]Zäh M. F. Modelling and simulation of electron beam melting / M. F. Zäh, S. Lutzmann // Prod. Eng., V. 4, № 1, P. 15–23, 2010.
- [127] Al-Bermani S. The origin of microstructural diversity, texture, and mechanical properties in electron beam melted Ti-6Al-4V / S. Al-Bermani, M. Blackmore, W. Zhang, I. Todd // Metall. Mater. Trans. A, V. 41, P. 3422–3434, 2010.
- [128] Antonysamy A. A. Effect of build geometry on the β-grain structure and texture in additive manufacture of Ti6Al4V by selective electron beam melting / A. A. Antonysamy, J. Meyer, P. B. Prangnell // Mater. Charact., V. 84, P. 153–168, 2013.
- [129] Everhart W. The Effect of Scan Length on the Structure and Mechanical Properties of Electron Beam-Melted Ti-6Al-4V / W. Everhart, J. Dinardo, C. Barr // Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci., V. 48, № 2, P. 697–705, 2017.
- [130] Popov V. Effect of the hatching strategies on mechanical properties and microstructure of SEBM manufactured Ti-6Al-4V specimens / V. Popov, A. Katz-Demyanetz, A. Kovalevsky // Lett. Mater., V. 8, № 4, P. 468–472, 2018.
- [131] Kazantseva N. Comparative analysis of the structure and internal stress in Ti-6Al-4V alloys manufactured by 3D printing and processing with screw extrusion / N. Kazantseva, I. Ezhov, N. Vinogradova и др. // J. Phys. Conf. Ser., V. 1115, P. 42007, 2018.
- [132]Zhao X. The effect of hot isostatic pressing on crack healing, microstructure, mechanical properties of Rene88DT superalloy prepared by laser solid forming / X. Zhao, X. Lin, J. Chen, L. Xue, W. Huang // Mater. Sci. Eng. A, V. 504, № 1–2, P. 129–134, 2009.
- [133] Береснев А. Г. Конструкции из композиционных материалов / А. Г. Береснев, С. Ф. Маринин, И. М. Разумовский // Горячее изостатическое прессование монокристаллических лопаток газотурбинных двигателей с защитными композиционными покрытиями, Ч. 2, 2014, С. 20–23.
- [134] Тихонов А. А. Опыт повышения качества и работоспособности отливок

сложной конфигурации из сплава АК9ч / А. А. Тихонов, С. Ф. Маринин, В. Н. Бутрим, А. Г. Береснев, В. А. Дубровск, В. А. Переславцев // Литейщик России, Ч. 2, С. 24–26, 2012.

- [135]Береснев А. Г. Горячее изостатическое прессование отливок из титановых сплавов / А. Г. Береснев, С. Ф. Маринин, И. М. Разумовский, В. Н. Бутрим, А. А. Тихонов // Литейное производство, Ч. 7, С. 20–24, 2012.
- [136]Берсенев А. Г. Влияние горячего изостатического прессования на структуру и свойства литых поликристаллических лопаток газотрубинных дивгателей из жаропрочных никелевых сплавов, Металлы, Ч. 3, 2012.
- [137] Kreitcberg A. Influence of thermo- and HIP treatments on the microstructure and mechanical properties of IN625 alloy parts produced by selective laser melting: A comparative study / A. Kreitcberg, V. Brailovski, S. Turenne, C. Chanal, V. Urlea // Mater. Sci. Forum, V. 879, P. 1008–1013, 2017.
- [138] Pérez P. Microstructural characterization of P/M Ni3Al consolidated by HIP / P. Pérez, J. L. González-Carrasco, G. Caruana, M. Lieblich, P. Adeva // Mater. Charact., V. 33, №. 4, P. 349–356, 1994.
- [139]Береснев А. Г. Горячее изостатическое прессование для аддитивного производства / А. Г. Береснев, И. М. Разумовский // Аддитивные технологии, Ч. 4, С. 44–48, 2017.
- [140]ОАО "ВНИИР," Изостатические прессы промышленного назначения, Москва, 2021.
- [141] Donahue M. J. J., Titanium A Technical Guide, 2nd ed. Materials Park, OH: ASM International, 2000.
- [142] Popov V. Effect of Hot Isostatic Pressure treatment on the Electron-Beam Melted Ti-6Al-4V specimens / V. Popov, A. Katz-Demyanetz, A. Garkun, G. Muller-Kamskii, E. Strokin, H. Rosenson // Procedia Manuf., V. 21, P. 125–132, 2018.
- [143]Gong H. Influence of defects on mechanical properties of Ti-6Al-4V components produced by selective laser melting and electron beam melting / H. Gong, K. Rafi, H. Gu, G. D. Janaki Ram, T. Starr, B. Stucker // Mater. Des., V. 86, P. 545–554, 2015.

- [144]Fousová M. Influence of inherent surface and internal defects on mechanical properties of additively manufactured Ti6Al4V alloy: Comparison between selective laser melting and electron beam melting / M. Fousová, D. Vojtěch, K. Doubrava, M. Daniel, C. F. Lin // Materials (Basel)., V. 11, №. 4, 2018.
- [145] Huang S. H. Microstructure and porous defects of a spray-formed and hot worked 7000 aluminum alloy / S. H. Huang, Z. H. Li, B. Q. Xiong и др. // Mater. Sci. Forum, V. 879, P. 1778–1782, 2017.
- [146] Leuders S. On the fatigue properties of metals manufactured by selective laser melting - The role of ductility / S. Leuders, T. Lieneke, S. Lammers, T. Tröster, T. Niendorf // J. Mater. Res., V. 29, №. 17, P. 1911–1919, 2014.
- [147] Mohammadhosseini A. Mechanical properties investigation of HIP and as-built EBM parts / A. Mohammadhosseini, S. H. Masood, D. Fraser, M. Jahedi // Adv. Mater. Res., V. 576, P. 216–219, 2012.
- [148] Gong H. Micro-CT Evaluation of Defects in Ti-6Al-4V Parts Fabricated by Metal Additive Manufacturing / H. Gong, V. K. Nadimpalli, K. Rafi, T. Starr, B. Stucker // Technologies, V. 7, №. 2, P. 44, 2019.
- [149] Gruber H. Effect of Powder Recycling in Electron Beam Melting on the Surface Chemistry of Alloy 718 Powder / H. Gruber, M. Henriksson, M. Hryha и др. // Metall Mater Trans A 50, 4410–4422, 2019
- [150] ASTM International, ASTM F1108 97a Standard Specification for Ti6Al4V Alloy Castings for Surgical Implants (UNS R56406).
- [151]Katz-Demyanetz A. In-situ Alloying as a Novel Methodology in Additive Manufacturing / A. Katz-Demyanetz, A. Koptyug, V. V Popov // 2020 IEEE 10th International Conference Nanomaterials: Applications & Properties (NAP), 2020, P. 02SAMA05-1-02SAMA05-4.
- [152]Fleisher A. Reaction bonding of silicon carbides by Binder Jet 3D-Printing, phenolic resin binder impregnation and capillary liquid silicon infiltration / A. Fleisher, D. Zolotaryov, A. Kovalevsky, G. Muller-Kamskii и др.// Ceram. Int., V. 45, №. 14, P. 18023–18029, Oct. 2019.
- [153] ASTM International, ASTM F2924-14, Standard Specification for Additive

Manufacturing Titanium-6 Aluminum-4 Vanadium with Powder Bed Fusion, P. 9, 2014.

- [154] Antony L. V. M. Processes for production of high-purity metal powders / L. V. M. Antony, R. G. Reddy // JOM, V. 55, №. 3, P. 14–18, 2003.
- [155] Muller-Kamskii G. Effect of Build Orientation in Electron Beam Melting of Ti-6Al-4V Specimens / G. Muller-Kamskii, S. Stepanov, E. Strokin, A. Kolomiets, I. Kovalevskyi, A. Popov // 2020 IEEE 10th International Conference Nanomaterials: Applications & Properties (NAP), 2020, P. 02SAMA08-1-02SAMA08-4.
- [156] ASTM International, F1108 Standard Specification for Titanium-6Aluminum-4Vanadium Alloy Castings for Surgical, 2004.
- [157] ASTM International, Standard Specification for Wrought Titanium-6Aluminum-4Vanadium Alloy for Surgical Implant Applications (UNS R56400) 1, 2015.
- [158] Yaakoubi M. Simulation of the thermomechanical and metallurgical behavior of steels by using ABAQUS software / M. Yaakoubi, M. Kchaou, F. Dammak // Computational Materials Science, V. 68, P. 297-306, 2013.
- [159] Суперкомпьютерный центр, Introduction to ABAQUS, Челябинск, 2004.
- [160] Galati M. Finite Element Simulation of Multilayer Electron Beam Melting for the Improvement of Build Quality / M. Galati, O. Di Mauro, L. Iuliano // Crystals, V. 10, № 6. 2020.
- [161] South Ural State University, Supercomputer Simulation Laboratory. [Электронный ресурс]. Доступ: https://supercomputer.susu.ru/en/.
- [162] ASTM International, E466-15 Standard Practice for Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials., West Conshohocken, PA, 2015.
- [163] Arce A. N. Thermal Modeling and Simulation of Electron Beam Melting for Rapid Prototyping on Ti6Al4V Alloys, 2012.
- [164] Popov V. V. The effect of powder recycling on the mechanical properties and microstructure of electron beam melted Ti-6Al-4 V specimens / V. V. Popov, A. Katz-Demyanetz, A. Garkun, M. Bamberger // Addit. Manuf., V. 22, №. May,P. 834–843, 2018.
- [165] Rafi H. K. Microstructures and Mechanical Properties of Ti6Al4V Parts Fabricated by Selective Laser Melting and Electron Beam Melting / H. K. Rafi, N. V Karthik, H. Gong, T. L. Starr, B. E. Stucker // J. Mater. Eng. Perform., V. 22, № 12, P. 3872– 3883, 2013.
- [166] Liu S. Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: A review / S. Liu, Y. C. Shin // Mater. Des., V. 164, P. 107552, 2019.
- [167] Wang S. C. Effect of self-accommodation on α/α boundary populations in pure titanium / S. C. Wang, M. Aindow, M. J. Starink // Acta Mater., V. 51, № 9, P. 2485–2503, 2003.
- [168] de Formanoir C. Electron beam melted Ti–6Al–4V: Microstructure, texture and mechanical behavior of the as-built and heat-treated material / C. de Formanoir, S. Michotte, O. Rigo, L. Germain, S. Godet // Mater. Sci. Eng. A, V. 652, P. 105–119, 2016.
- [169]Садовский В. Д. Структурная наследственность в стали. Москва: Металлургия, 1973.
- [170] Лобанов М. Л. Текстурная наследственность при фазовых превращениях в малоуглеродистой низколегированной трубной стали после контролируемой термомеханической обработки / М. Л. Лобанов, М. Д. Бородина, С. В. Данилов, И. Ю. Пышминцев, А. О. Струин // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия, Ч. 60, по. 11, С. 910–918, 2017.
- [171] Mower T. M. Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laserfused materials / T. M. Mower, M. J. Long // Mater. Sci. Eng. A, Vl. 651, P. 198– 213, 2016.
- [172] Dharmendra C. Deformation mechanisms and fracture of electron beam melted Ti–
 6Al–4V / C. Dharmendra, A. Hadadzadeh, B. S. Amirkhiz, A. Lloyd, M. Mohammadi // Mater. Sci. Eng. A, V. 771, P. 138652, 2020.
- [173] Kuznetsov A. Y. Size dependence of rutile TiO2 lattice parameters determined via simultaneous size, strain, and shape modeling / A. Y. Kuznetsov, R. Machado, L. S. Gomes и др. // Appl. Phys. Lett., V. 94, № 19, p. 193117, May 2009.
- [174] Markl M. Improving Hatching Strategies for Powder Bed Based Additive

Manufacturing with an Electron Beam by 3D Simulations / M. Markl, R. Ammer, U. Rüde, C. Körner //, The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, V. 78, I. 1, P. 239-247, 2015

- [175] Standard Practice for Verification of Testing Frame and Specimen Alignment Under Tensile and Compressive Axial Force Application.
- [176] Shanbhag G. The effect of reuse cycles on Ti-6Al-4V powder properties processed by electron beam powder bed fusion / G. Shanbhag, M. Vlasea // Manuf. Lett., V. 25, P. 60–63, 2020.
- [177] Ghods S. Electron beam additive manufacturing of Ti6Al4V: Evolution of powder morphology and part microstructure with powder reuse / S. Ghods, E. Schultz, C. Wisdom и др. // Materialia, V. 9, P. 100631, 2020.
- [178] Powell D. Understanding powder degradation in metal additive manufacturing to allow the upcycling of recycled powders / D. Powell, A. E. W. Rennie, L. Geekie, N. Burns // J. Clean. Prod., V. 268, P. 122077, 2020.
- [179] Schur R. Mechanical anisotropy and its evolution with powder reuse in Electron Beam Melting AM of Ti6Al4V / R. Schur, S. Ghods, C. Wisdom и др. // Mater. Des., V. 200, P. 109450, 2021.
- [180] Ganor Y. I. Tailoring Microstructure and Mechanical Properties of Additively-Manufactured Ti6Al4V Using Post Processing / Y. I. Ganor, E. Tiferet, S. C. Vogel, D. W. Brown // Materials, V. 14, №. 3. 2021.
- [181]Pan X. Internal crack characteristics in very-high-cycle fatigue of a gradient structured titanium alloy / X. Pan, G. Qian, S. Wu, Y. Fu, Y. Hong // Sci. Rep., V. 10, №. 1, P. 1–6, 2020.
- [182] Fischer M. In situ elaboration of a binary Ti–26Nb alloy by selective laser melting of elemental titanium and niobium mixed powders / M. Fischer, D. Joguet, G. Robin, L. Peltier, and P. Laheurte // Mater. Sci. Eng. C, V. 62, P. 852–859, 2016.
- [183] Hernández-Nava E. Additive manufacturing titanium components with isotropic or graded properties by hybrid electron beam melting/hot isostatic pressing powder processing / E. Hernández-Nava, P. Mahoney, C. J. Smith, J. Donoghue, I. Todd, S. Tammas-Williams // Sci. Rep., V. 9, №. 1, P. 1–11, 2019.

Статьи автора, опубликованные в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УРФУ:

1. Popov, V. Novel hybrid method to additively manufacture denser graphite structures using Binder Jetting / V. Popov, A. Fleisher, G. Muller-Kamskii, и др. // Sci Rep., V. 11, №1, P. 2438, 2021.

2. Muller-Kamskii G. Effect of build orientation in Electron Beam Melting of Ti-6Al-4V specimens / G. Muller-Kamskii, S. I. Stepanov, A. A. Popov и др. // 2020 IEEE 10th International Conference Nanomaterials: Applications & Properties (NAP), Sumy, Ukraine, 2020, 9309718.

3. Illarionov A. G. Structure, Phase Composition, and Mechanical Properties of Biocompatible Titanium Alloys of Different Types / A. G. Illarionov, A. G. Nezhdanov, S. I. Stepanov, G. Muller-Kamskii, A. A. Popov // Phys. Metals Metallurgy. V. 121, № 4, P. 367–373, 2020.

4. Kudryavtseva E. Advantages of 3D Printing for Gynecology and Obstetrics: Brief Review of Applications, Technologies, and Prospects / E. Kudryavtseva, V. Popov,
G. Muller-Kamskii, E. Zakurinova, V. Kovalev // 2020 IEEE 10th International Conference Nanomaterials: Applications & Properties (NAP), Sumy, Ukraine, 2020; 9309602.

5. Loginov Y. N. Anisotropy of additively manufactured Ti-6-4 lattice structure / Y. N. Loginov, S. I. Stepanov, I. A. Naschetnikova, G. Muller-Kamskii // AIP Conf. Proc. American Institute of Physics, 2019. V. 2176, № 1. P. 20002, 2019.

6. Fleisher A. Reaction bonding of silicon carbides by Binder Jet 3D-Printing, phenolic resin binder impregnation and capillary liquid silicon infiltration / A. Fleisher, D. Zolotaryov, A. Kovalevsky, G. Muller-Kamskii и др.// Ceram. Int., V. 45, №. 14, P. 18023–18029, Oct. 2019.

7. Popov V. V. Additive manufacturing to veterinary practice: recovery of bony defects after the osteosarcoma resection in canines / V. V. Popov, G. Muller-Kamskii, A. Katz-Demyanetz, S. Usov, G. Dzhenzhera, A. Koptyug и др. // Biomed. Eng.

Lett. The Korean Society of Medical and Biological Engineering, V. 9, 1. P. 97–108, 2019.

8. Popov V. V. Effect of Hot Isostatic Pressure treatment on the Electron-Beam Melted Ti-6Al-4V specimens / V. V. Popov, A. Katz-Demyanetz, G. Muller-Kamskii, H. Rosenson и др. // Procedia Manuf. V. 21. P. 125–132, 2018.

9. Popov V.V. Design and 3D-printing of titanium bone implants: brief review of approach and clinical cases / V. V. Popov, G. Muller-Kamskii и др. // Biomed. Eng. Lett. V. 8, № 4, P. 337–344 2018.

10. Popov V.V. Prospects of additive manufacturing of rare-earth and non-rareearth permanent magnets / V. V. Popov, A. Koptyug, I. Radulov, F. Maccari, G. Muller // Procedia Manufacturing V. 21, P. 100-108. 2018.

11. Kamsky G. V. Review of the Main Producers of 3D-Machines for Metals, Characteristics of the Machines, and Directions of Development / G. V. Kamsky, A. A. Kolomiets, V. V. Popov // Int. Res. J. V. №8 (50). P. 48–55. 2016.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение А. Акт использования результатов диссертационной работы. Акт об использовании результатов кандидатской диссертации Камского Г.В. СКОЛКОВО ВЕТ

Утверждаю, главный врач THEFT Ветеринарного госпиталя Сколково Вет Бойкова А.В. 24.01.21 год

Акт об использовании результатов кандидатской диссертации Камского Г.В. в рабочем процессе.

Диссертационная работа Г.В. Камского* «Влияние технологических параметров селективного электронно-лучевого спекания и горячего изостатического прессования на формирование структуры и свойства сплава Ti-6Al-4V медицинского назначения», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – металловедение и термическая обработка металлов и сплавов направлена на решение проблем, связанных с разработкой индивидуальных медицинских изделий (имплантов). В процессе выполнения работы Г.В. Камским были получены новые научные результаты, соответствующие мировому уровню и представляющий практический интерес. Предложенный подход к технологии производства и дизайну ветеринарных имплантов был успешно реализован в рабочем процессе.

Руководитель отделения хирургии ветеринарного поспиталя Сколково Вет _____ Акимов А.В.

*Камский Григорий Владимирович – в Израиле официально изменил имя на Гари Муллер (Gary Muller) согласно документу №29436940

Приложение Б. Хирургическая имплантация индивидуальных медицинских изделий по результатам диссертационной работы.

Хирургическая имплантация №1 – Медицинский центр РАМБАМ (Хайфа, Израиль)



Дата операции	26.06.2018	Примечание	
Врач	Проф. Рахмиель А. Др. Эмоди О.	Медицинский центр РАМБАМ (Хайфа, Израиль)	
Инженерная группа	Др. Рамон Ж. к.т.н. Попов В.В. Камский Г.В. Строкин Е. И. Дженжера Г.Е.	Израильский институт металлов Технион (Хайфа, Израиль)	
Пациент	муж.	45 лет	
Диагноз	Амелобластома	Опухоль, разрушение правой стороны нижней челюсти	
Аддитивная технология	СЭЛС Ті-6А1-4V	Установка Arcam A2X	
Имплантат	Персонал.	Ячеистая структура, частичная полировка	
Постобработка	-		
Покрытие имплантата	Без покрытия		
Данные	Компьютерная томография	Рентгенография	
Программный	Polygon		
пакет	Materialise		
Результат	Успешная операция		

Хирургическая имплантация №2 – Ветеринарная клиника ЛенОблВет (Санкт-Петербург, Россия)

Дата операции	21.01.2018	Примечание	
Врач	Др. Усов С.Ю.	ЛенОблВет (Санкт-Петербург, Россия)	
Инженерная группа	Др. Рамон Ж. Камский Г.В. к.т.н. Попов В.В. Строкин Е. И. Дженжера Г.Е.	Израильский институт металлов Технион (Израиль, Хайфа)	
Пациент	Собака (кобель)	Порода - Московская сторожевая (кличка Барон), 9 лет, 50 кг.	
Диагноз	Остеосаркома	Разрушение кости левой задней конечности	
Аддитивная технология	СЭЛС Ti-6Al-4V	Установка Arcam A2x	
Имплантат	Персонал.	Латтис структура	
Постобработка	-	Блокированные отверстия для кортикальных винтов	
Покрытие имплантата	Без покрытия		
Данные	Компьютерная томография		
Программный	Polygon		
пакет	Materialise		
Результат	Имплантат установлен	Частичное восстановление подвижности на 4 день после операции, инфицирование поверхности имплантата	

Хирургическая имплантация №4 – Ветеринарная клиника Bonematrix (Гимараинш, Португалия)

Дата операции 04.05.2018		Примечание	
Врач	Др. Леите Х.	Bonematrix (Гимараинш, Португалия)	
Инусанариза	Камский Г.В.		
тнженерная	к.т.н. Попов В.В.	Израильский институт металлов	
Tpymia	Строкин Е. И.	Технион (Израиль, Хайфа)	
	Дженжера Г.Е.		
Политонт	Cobarra (avrea)	Порода – Лабрадор ретривер (кличка	
Пациент	Cooaka (Cyka)	Пипа), 5 лет, 30 кг.	
Диагноз	Остеосаркома	Разрушение кости коленного сустава правой задней конечности	
Аддитивная		Установка Arcam A2x	
технология	СЭЛС Ті-6Al-4V		
Имплантат	Персонал.	Решетчатое противонекрозное покрытие поверхностей имплантата примыкания к кости	
Постобработка		Блокированные отверстия для	
постобработка	-	кортикальных винтов	
Покрытие	Geo normutur		
имплантата	всз покрытия		
Данные	Компьютерная		
	томография		
Программный	Polygon		
пакет	Materialise		
Результат	Успешная операция	Восстановление подвижности через 6	
		дней после операции	

Хирургическая имплантация №3 – Инновационный ветеринарный центр Академии им. К.И. Скрябина (Москва, Россия)

E I			
Дата операции	22.06.2018	Примечание	
Врач	Др. Акимов А.В.	Инновационный ветеринарный центр Академии им. К.И. Скрябина (Москва, Россия)	
Инженерная группа	Камский Г.В. к.т.н. Попов. В.В. Строкин Е. И. Дженжера Г.Е.	Израильский институт металлов Технион (Израиль, Хайфа)	
Пациент	Собака (сука)	Порода – Далматинец, 10 лет, 30 кг	
Диагноз	Остеосаркома	Разрушение кости плечевого сустава правой конечности	
Аддитивная технология	СЭЛС Ті-6А1-4V	Arcam A2x	
Имплантат	Персонал.	Ячеистое покрытие поверхностей примыкания к кости	
Постобработка	-	Частичная полировка соединения плечевого сустава, отверстия в имплантате для соединения связок	
Покрытие имплантата	Без покрытия		
Данные	Компьютерная томография		
Программный пакет	Polygon Materialise		
Результат Установлен		Обрыв связок на 2 день физиотерапии	

Приложение В. Новации в аддитивные производства имплантатов методом

п/п	новация	описание	фотография
1	Решетчатые структуры (случай №1,№2)	использование различных конфигураций решетчатых структур: - открытый/закрытый контур - симметричные/несимметричные - размер секции 0,7 – 5 мм	
2	Решетчатое покрытие (кейсы №3,№4)	покрытие поверхности соприкосновения имплантата с костью 2 мм слоем закрытой решетчатой структуры	
3	Интрамед. решетчатые штифты (случай №2)	покрытие поверхности интрамедуллярного штифта 1,5 мм слоем закрытой решетчатой структуры	
4	Подвижные соединения (случай №4)	 частичная полировка поверхности для подвижных соединений механика соединения связок с имплантатом 	
5	Противонекрозная поверхность (случай №3)	поверхность с частичным примыканием к кости (места крепления кортикальными винтами)для предотвращения отмирания костных тканей	
6	Остео- метрический дизайн (случай №2)	соответствие имплантата оригинальной форме кости	
7	Оптимизация шаблонов (случай №2,№3,№4)	технология и материалы изготовления шаблонов для распила и сверления костей	

СЭЛС сплава Ti-6Al-4V (Израильский институт металлов Технион)