

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

На правах рукописи



КАМСКИЙ ГРИГОРИЙ ВЛАДИМИРОВИЧ

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

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

**АВТОРЕФЕРАТ**  
диссертации на соискание ученой степени кандидата  
технических наук

Екатеринбург – 2021

Работа выполнена на кафедре «Термообработка и физика металлов» Института новых материалов и технологий ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» и в Израильском институте металлов Техниона.

Научные руководители: доктор технических наук, профессор,  
**Попов Артемий Александрович**

кандидат технических наук,  
**Попов Владимир Владимирович**

Официальные оппоненты: **Скворцова Светлана Владимировна**,  
доктор технических наук, профессор, ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)», г. Москва, профессор кафедры «Материаловедение и технология обработки материалов» Института материаловедения и технологий материалов;

**Казанцева Наталия Васильевна**,  
доктор физико-математических наук, ФГБУН Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург, главный научный сотрудник лаборатории магнитного структурного анализа;

**Щетников Николай Васильевич**,  
кандидат технических наук, ПАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА», г. Верхняя Салда Свердловской обл., главный специалист по металловедению.

Защита состоится «10» июня 2021 г. в 16:00 ч на заседании диссертационного совета УрФУ 05.04.08 по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, ауд. И-420 (зал Ученого совета).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», <https://dissovet2.urfu.ru/mod/data/view.php?d=12&rid=2174>.

Автореферат разослан «\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2021 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета



Селиванова Ольга Владимировна

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность и степень разработанности темы исследования

На сегодняшний день перспективным способом производства индивидуализированных медицинских имплантатов являются аддитивные технологии. По сравнению с традиционными (субтрактивными) технологиями производства металла, которые подразумевают механическую обработку для придания конечной формы изделия, аддитивные технологии имеют ряд принципиальных преимуществ, таких как: экономия сырья, сложная геометрия изделий, применение генеративного дизайна, а также скорость производства.

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 биоматериалы невозможно полностью заменить керамиками или полимерными материалами.

Двухфазные ( $\alpha+\beta$ )-титановые сплавы, в частности сплав Ti-6Al-4V, на текущий момент считаются оптимальными 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 механических свойств сплава обеспечивается в результате формирования структурного и фазового состояний в результате аддитивного процесса селективного электронно-лучевого спекания, а также методами термической и термо-деформационной постобработки.

Сырьем для аддитивного 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), что позволяет наряду с контролем параметров процесса СЭЛС, а также соблюдением требований к переработке использованного порошка,

обеспечить необходимую структуру и свойства индивидуализированных медицинских имплантатов наряду с повторяемостью свойств при аддитивном процессе.

**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  $\alpha$  и  $\beta$ -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:**

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

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.

#### **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.

## **Апробация результатов работы**

Результаты работы докладывались и обсуждались на следующих международных конференциях: IEEE «Nanomaterials: Applications & Properties» (г. Суммы, Украина, 9-13 ноября 2020), «18<sup>th</sup> Israel Materials Engineering Conference (IMEC-18)» (Мертвое Море, Израиль, 6-8 февраля 2018 г.), «Technological Innovation in Metals Engineering (TIME-2018)» (г. Хайфа, Израиль, 30-31 мая 2018 г.), «AEAI 35th Israeli Conference on Mechanical Engineering» (г. Беэр-Шева, Израиль, 9-10 октября 2018 г.).

**Степень достоверности результатов** определяется использованием при проведении экспериментов современных методов исследований, сертифицированного оборудования, современных средств и достоверных методик исследований и измерений, а также апробацией результатов работы. Работа соответствует современным научным представлениям.

**Структура и объем работы.** Диссертация состоит из введения, 5 глав, библиографического списка из 183 наименований; изложена на 154 страницах, включает 77 рисунков, 22 таблицы и приложения.

**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**

Этапы диссертационного исследования выполнены 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. Работа выполнена при научной и методической консультации профессора, д.т.н. Лобанова М.Л. и к.т.н. Степанова С.И.

Автор выражает благодарность директору Израильского института металлов Техниона, Хаиму Розензону, а также д.т.н. А. Кац-Демьянецу, и д.т.н. А.Г. Флейшеру.

## СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность выбранной темы, дано общее направление работы, а также сформулированы цели и задачи работы.

В **первой главе** представлен аналитический обзор литературы по исследуемой проблеме. Дана общая характеристика ( $\alpha+\beta$ )-титановых сплавов, а также подробная характеристика сплава Ti-6Al-4V. Также представлена характеристика и описание процесса и оборудования СЭЛС и ГИП. Систематизированы данные об особенностях формирования структуры, текстуры, механизме и кинетике фазовых превращений, протекающих в сплаве Ti-6Al-4V в процессе СЭЛС. Проанализировано влияние термообработки и термомеханической обработки (ГИП) на структуру и физико-механические свойства сплава Ti-6Al-4V произведенного методом СЭЛС. Поставлена цель работы и сформулированы конкретные задачи исследований.

Во **второй главе** описаны материалы и методы исследования. Материалом для исследования в данной работе послужил порошок из сплава Ti-6Al-4V, (Grade 5, российский аналог ВТ6) используемый для аддитивного производства методом СЭЛС, с нормальным распределением частиц:  $D_{10}=51\text{мкм}$ ;  $D_{50}=73\text{мкм}$ ;  $D_{90}=98\text{мкм}$ , произведенный по технологии газового распыления. Процесс спекания проводился на оборудовании Arcam A2x EBM (GE Additive Company). Химический состав сплава Ti-6Al-4V приведен в табл. 1.

Таблица 1 – Химический состав порошка Ti-6Al-4V (GE Additive Company)

Содержание элементов, масс., %									$T_{\text{пп}}, ^\circ\text{C}$
П/ф	Al	V	Fe	O	H	C	N	Ti	999±14
Ti-6Al-4V	6,42	3,88	0,18	0,133	0,002	0,01	0,01	осн.	

Технологические параметры аддитивного процесса СЭЛС представлены в табл. 2. Процесс ГИП провели в среде аргона высокой чистоты (чистота 99,99%), при следующих параметрах процесса: давление 120 МПа при 920 °С в течение 2 часов.

Таблица 2 – Параметры аддитивного процесса СЭЛС

Параметры процесса	Режим процесса СЭЛС
Температура в рабочей камере	700 – 750 °С
Давление в рабочей камере ( $P_k$ )	$1,5 \times 10^{-8}$ МПа
Высота слоя порошка	50 мкм
Мощность луча в процессе спекания	1,25 кВт
Скорость сканирования ( $V_0$ )	3,2 м/с
Пятно фокуса ( $d$ )	200 – 400 мкм
Шаг смещения электронного луча (ШЛ)	50 – 400 мкм

Моделирование процесса СЭЛС Ti-6Al-4V было выполнено с помощью программного конечно-элементного комплекса ABAQUS, который основан на методе конечных элементов (МКЭ).

Металлографический анализ осуществляли с применением оптического микроскопа Olympus BX51 Light при увеличениях 100 – 500 крат. Исследование структуры проводилось методами ориентационной микроскопии и растровой электронной микроскопии (Quanta 200 Inspect). Микродюрометрия (HV0,5) была произведена с помощью Future-Tech FM-110. Анализ на содержание примесей был проведен на Leco ONH836. Фракционный состав порошка (PSSD) оценивали с использованием прибора CAMSIZER X2. Для измерения плотности порошка был использован пикнометр Руспоматик. Аппарат компьютерной микротомографии использован в качестве эффективного метода неразрушающего контроля внутренних дефектов. Механические испытания проводились на электромеханической разрывной машине Instron 8801 (DynaCell, датчик нагрузки +/- 100 кН) в соответствии с ASTM F2924 - 14.

В третьей главе проведено математическое моделирование процесса СЭЛС, установлены закономерности формирования структуры, фазового состава и физико-механических свойств сплава Ti-6Al-4V при СЭЛС.

Свойства материала принимаются следующими: при температуре ниже 700 °С материал остается порошком, при температуре 700 °С – 1605 °С материал находится

в твердой фазе, при температуре 1605 °С – 1655 °С сочетание твердой и жидкой фаз, и выше 1655 °С материал находится в жидкой фазе.

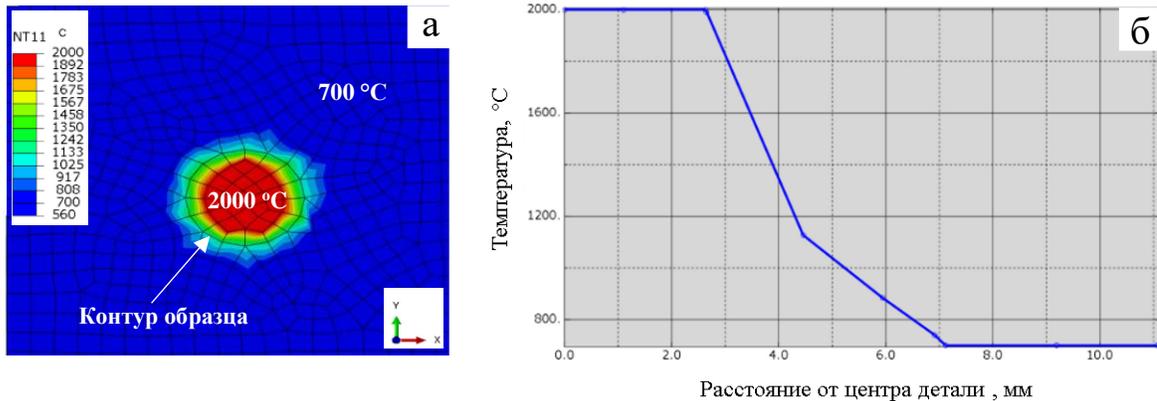


Рис. 1 – а) моделирование распределение температуры в верхней части слоя порошкового массива с образцом; б) изменение температуры вдоль линии от центра образца

На поверхности температурного поля можно наблюдать, что температура слоя в области образца диаметром 10 мм, составляет 2000 °С, а в пределах 7,5 мм от его центра температура опускается до 700 °С (рис. 1). В первом слое (рис. 2) температура увеличивается с добавлением и последующим сплавлением нового слоя, при этом максимальная температура слоя не достигает 2000 °С. На изменение температуры первого слоя в процессе построения влияет общая высота образца, чем больше общая высота образца, тем меньше температура первого слоя. Модель позволяет рассчитать

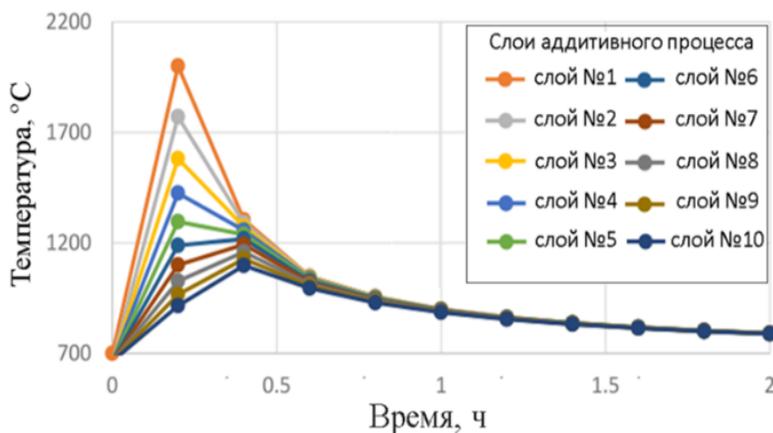


Рис. 2 – Изменение температуры в первом слое, в области образца, при добавлении последующих слоев как функция времени

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.

Структура сплава Ti-6Al-4V после СЭЛС представлена столбчатыми зёрнами  $\beta$ -фазы, формирующимися посредством эпитаксиального роста (рис. 3 а). Длина зёрен достигает нескольких миллиметров, толщина составляет в среднем 100 мкм. Микроструктура представлена  $\alpha$ -фазой пластинчатой формы, разделенной  $\beta$ -прослойками (рис. 3 б).

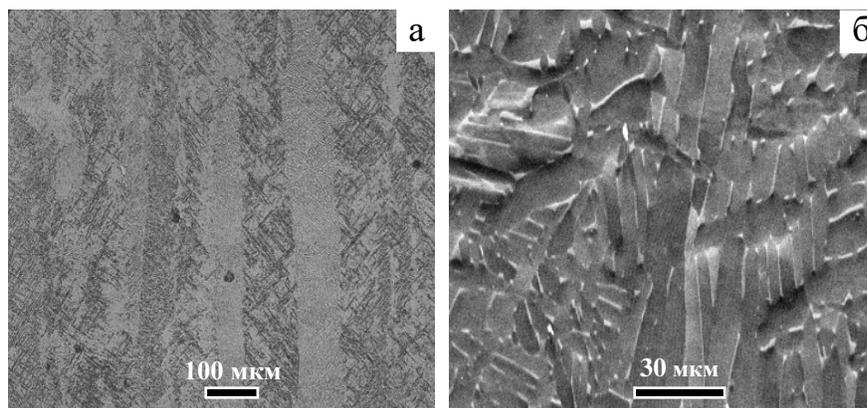


Рис. 3 – Микроструктура СЭЛС образца Ti-6Al-4V: а) оптическое изображение столбчатых зёрен исходной  $\beta$ -фазы; б) РЭМ-изображение ( $d_\alpha = 1,8 \pm 0,3$  мкм,  $V_\beta = 3,3 \pm 0,3\%$ )

Кроме колоний пластин  $\alpha$ -фазы (рис. 3 б, 4 а, б), в структуре также наблюдаются более крупные кристаллиты  $\alpha$ -фазы, частично или полностью «утратившие» в анализируемом сечении форму пластин (рис. 4 б), что свидетельствует о протекании процессов сфероидизации  $\alpha$ -фазе при охлаждении.

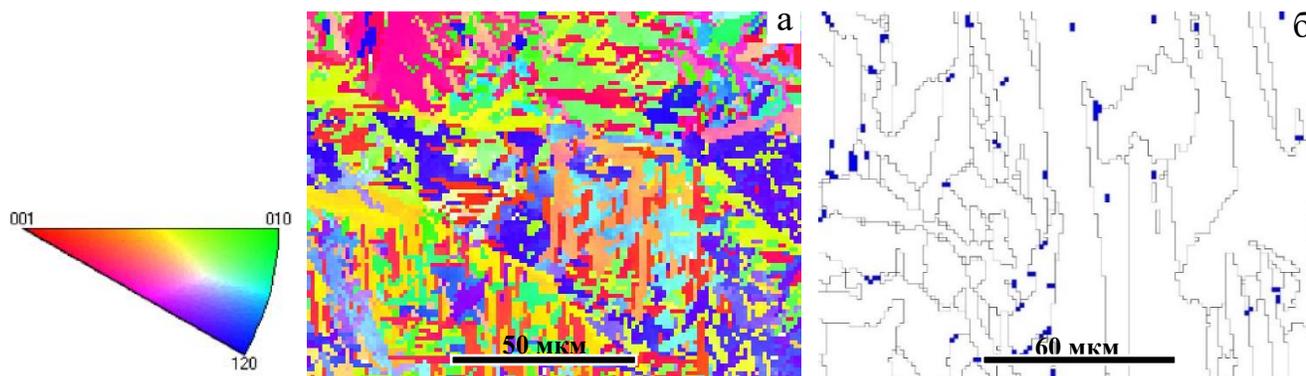


Рис. 4 – Микроструктура СЭЛС образца Ti-6Al-4V (EBSD): а) ориентационная карта  $\alpha$ -фазы в направлении синтеза; б) фазовая карта, на которой  $\alpha$ -фаза белым;  $\beta$ -фаза – синим

Пластины различных ориентаций в пределах одной колонии преимущественно разделены высокоугловыми границами с углами разориентации близкими к  $60^\circ$  (рис. 5 а). Кроме них, в спектре высокоугловых границ фиксируется максимум, расположенный на угле разориентации около  $90^\circ$ , и также наблюдается едва заметный максимум в районе углов разориентаций  $10 \pm 2^\circ$  (рис. 5 а). Такая дискретность в спектре межкристаллитных границ свидетельствует об их едином кристаллографическом происхождении в результате сдвигового фазового превращения.

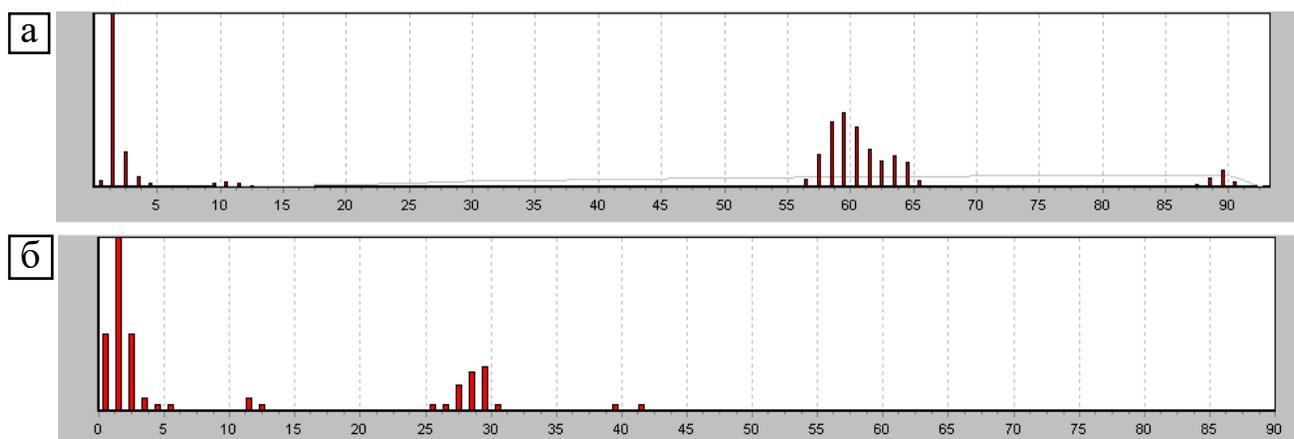


Рис. 5 – Спектры для СЭЛС образцов Ti-6Al-4V: а) границ зерен по разориентации в  $\alpha$ -фазе; б) отклонений межфазных  $\beta$ - $\alpha$  границ от ОС Бюргерса

Специально проведенный ориентационный анализ между  $\beta$ - и  $\alpha$ -фазами (рис. 5 б) показал, что подавляющее большинство кристаллитов  $\beta$ -фазы находится с кристаллитами  $\alpha$ -фазы в практически точных ОС Бюргерса. Ось распределения отклонений (ось симметрии гауссовского распределения) сдвинута от нуля на  $1^\circ$ , основная часть отклонений не превышает  $\pm 3^\circ$ . Однако в спектре имеются дискретные разориентации, на углах  $10 - 15^\circ$ ,  $25 - 30^\circ$  и  $40^\circ$  которые отличаются от ОС Бюргерса (рис. 5 б). Этот факт позволяет предположить, что формирование данной  $\beta_{tr}$ -фазы (трансформированной) происходило при повторных нагревах и охлаждениях в процессе СЭЛС, так как ее ориентация отличается от исходной текстуры кристаллизации.

Основное количество  $\beta_{tr}$ -фазы фиксируется на межпластинчатых границах как в виде отдельных «мелких» (два пикселя), так и в виде сравнительно «крупных»

выделений (рис. 4 б). Причем достаточно часто данные выделения образуют определенные последовательности («цепочки»), не привязанные к межкристаллитным границам. Наличие «цепочек»  $\beta_{Ti}$ -фазы в наиболее крупных зернах  $\alpha$ -фазы позволяет предположить, что выделение  $\beta$ -фазы происходит на межкристаллитных границах  $\alpha$ -фазы с последующей коагуляцией выделений и развитием рекристаллизации в  $\alpha$ -фазе.

Согласно анализу прямых полюсных фигур (ППФ) (рис. 6 б), кристаллографическая текстура  $\beta$ -фазы во всех исследуемых областях представлена одной-тремя ограниченными ориентациями, причем в большинстве случаев являющихся очень близкими друг к другу. Ось  $\langle 001 \rangle$  ориентаций оказывается близкой (почти параллельной) к оси Z совпадающей с направлением подачи энергии, и, соответственно, преимущественного теплоотвода, что хорошо соотносится с общеизвестным фактом роста ОЦК-кристаллов тугоплавких металлов при их кристаллизации в направлении  $\langle 001 \rangle$ . Во всех исследуемых случаях кристаллографическая текстура  $\alpha$ -фазы является многокомпонентной, состоящей из дискретного количества от 6 до 12 ограниченных ориентаций (количество основных рефлексов на ППФ  $\{0001\}$  для  $\alpha$ -фазы (рис. 6 а).

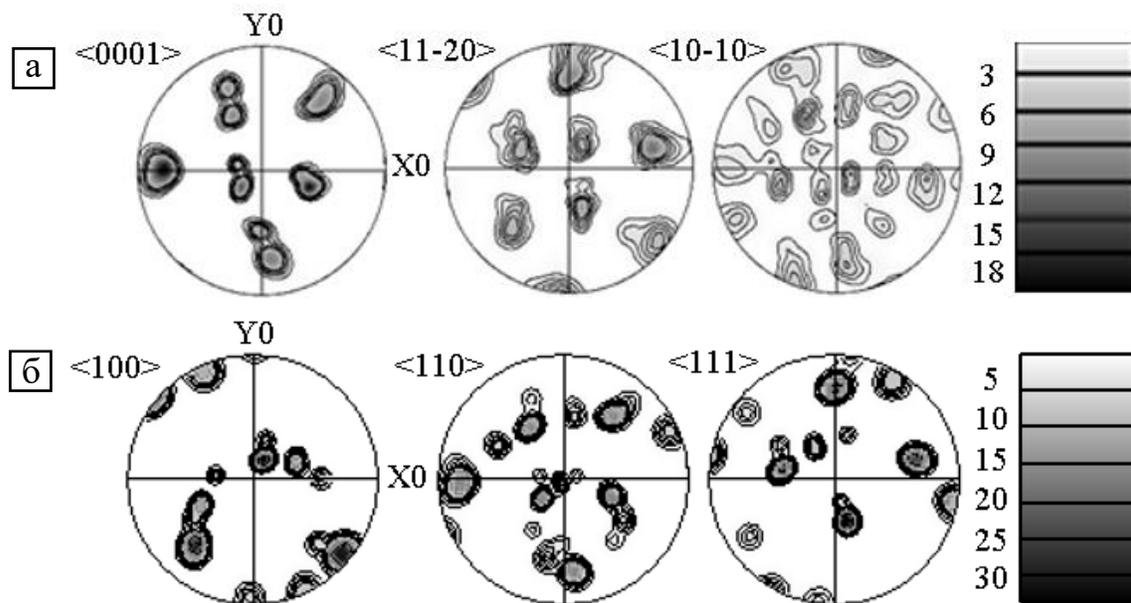


Рис. 6 – ППФ для СЭЛС образцов Ti-6Al-4V: а)  $\langle 0001 \rangle$ ,  $\langle 11-20 \rangle$  и  $\langle 10-10 \rangle$  для  $\alpha$ -фазы; б)  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$  для  $\beta$ -фазы

Таким образом, можно утверждать, что все проанализированные пространственные области с одинаковыми по ориентации выделениями  $\beta_{\text{т}}$ -фазы, находящимися между и внутри кристаллитов  $\alpha$ -фазы, связанными с ориентировкой  $\beta$ -фазы ОС Бюржера наследуют ориентацию крупных зерен исходной, высокотемпературной  $\beta$ -фазы.

Следовательно, в ОЦК-материале, исходно имеющем текстуру кристаллизации, неоднократно подвергнувшись 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.

Результаты механических испытаний образцов Ti-6Al-4V, выполненные методом СЭЛС, показали, что временное сопротивление разрыву составляет 971 МПа, предел текучести 873 МПа, относительное удлинение и сужение составляет 19 и 50% соответственно.

Фрактографическое исследование показало, что разрушение в целом имеет вязкий характер, начинается вблизи оси образца и распространяется по направлению к поверхности (рис. 7).

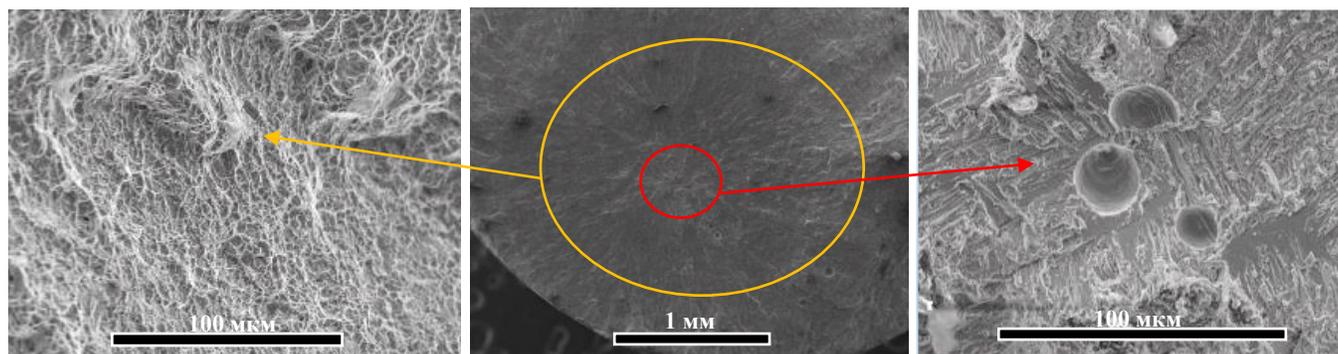


Рис. 7 – Область зарождения трещины на СЭЛС образце Ti-6Al-4V (красный круг), зона вязкого разрушения (оранжевый овал)

Таким образом на данном этапе работы, проведено комплексное изучение влияния СЭЛС на фазовый состав и механические свойства сплава Ti-6Al-4V.

В четвертой главе было изучено влияние технологических параметров процесса СЭЛС на формирование структуры и механические свойства. В качестве объекта исследования был использован порошок Ti-6Al-4V с распределением частиц по размерам 45-120 мкм. Значение текучести для первичного порошка 26 гр./сек., значение насыпной плотности 2,57 гр./см<sup>3</sup>.

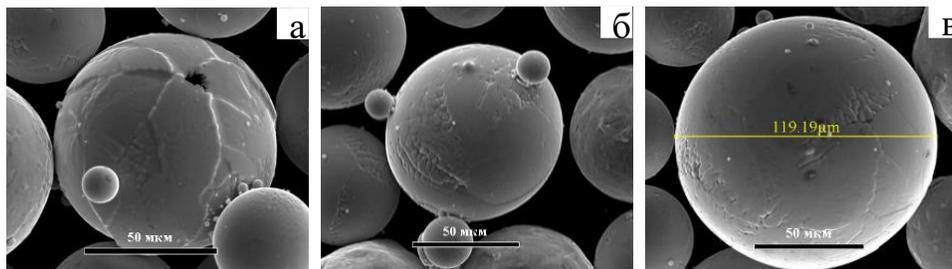


Рис. 8 – РЭМ-изображения морфологических дефектов первичного порошка Ti-6Al-4V: а) внутренняя пористость; в) сателлиты; г) «супер-частицы»

Была изучена морфология первичного и многократно использованного порошка Ti-6Al-4V (после 70 циклов АП) с целью выяснения морфологических дефектов первичного порошка (рис. 8 а, б, в), а также многократно использованного порошка (рис. 9 а, б, в, г, д, е), вызванных влиянием СЭЛС и последующей переработкой, на его качество.

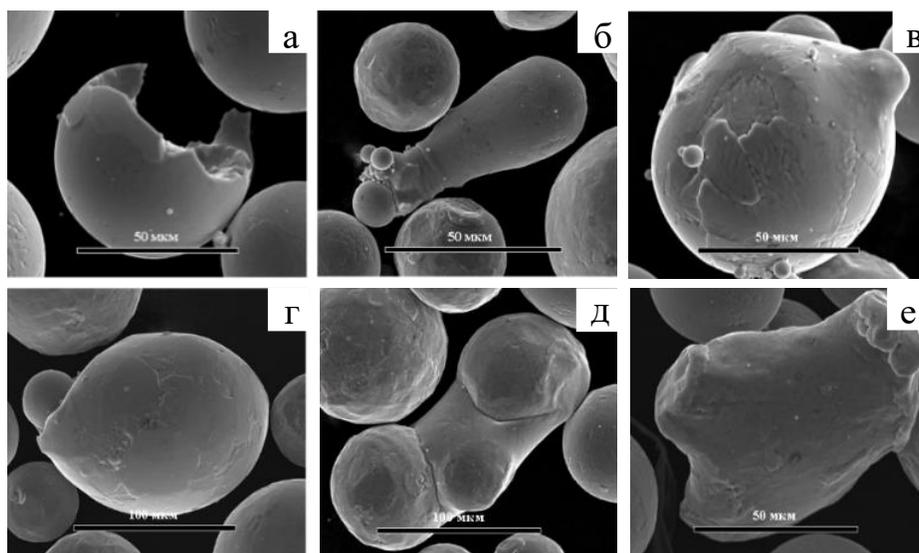


Рис. 9 – РЭМ-изображения морфологических дефектов многократно использованного порошка Ti-6Al-4V: а) раздробленные частицы; б) вытянутые частицы; в) частицы с приплавленными сателлитами; г) деформированные частицы; д) агломераты; е) металлизация

Были выделены основные характеристики порошка, влияющие на аддитивный процесс: размер и форма частиц, степень агломерации, внутренняя пористость.

Также была проведена оценка влияния процесса переработки на химический состав порошка. Порошок Ti-6Al-4V был изучен после, 10-го, 25-го и 70-го циклов СЭЛС. Показано, что содержание кислорода увеличивается с увеличением количества циклов повторного использования (рис. 10).

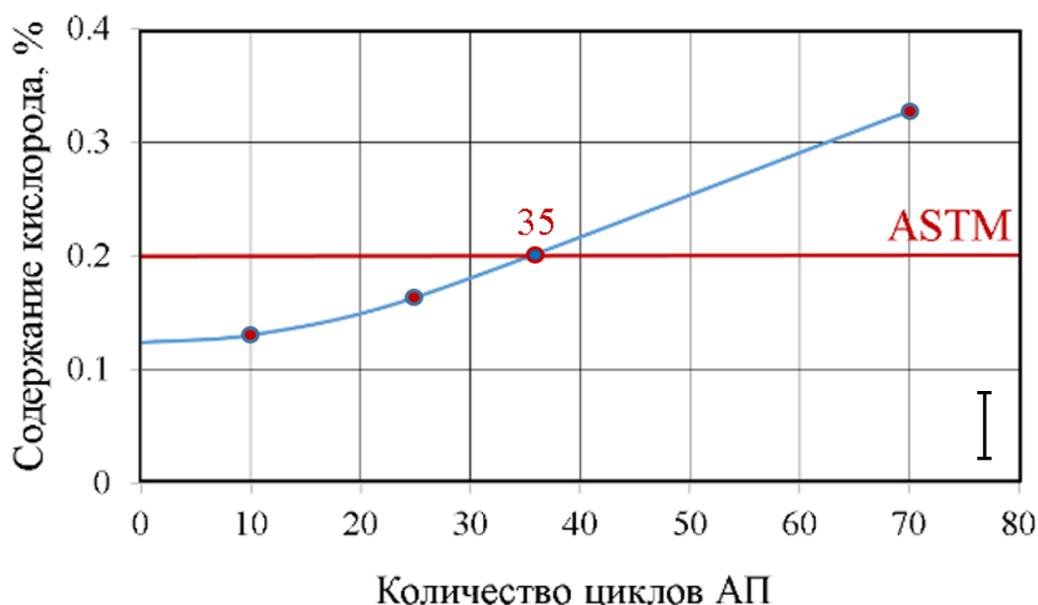


Рис. 10 – Зависимость содержания кислорода от количества циклов СЭЛС, (линией обозначены требования стандарта ASTM F2924-14 для порошка Ti-6Al-4V)

Структурно-текстурные исследования не показали заметной разницы между использованием первичного и многократно использованного порошка. За исключением закономерного незначительного уменьшения объемной доли  $\beta$ -фазы до 1,7% в результате стабилизации  $\alpha$ -фазы кислородом.

Пластические свойства образцов, выполненных 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. Установлено, что такие образцы выдерживают меньшее количество циклов до разрушения (рис. 11).

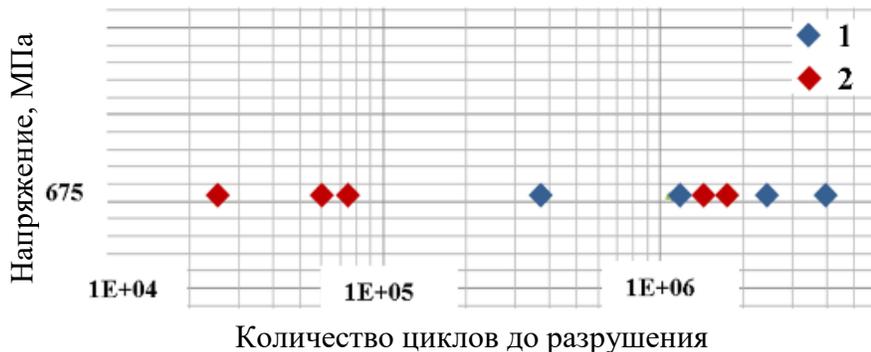


Рис. 11 – Результаты усталостных испытаний образцов: 1) первичный порошок;  
2) многократно использованный порошок

Снижение пластических свойств и результаты усталостных испытаний образцов наряду с растворением кислорода в  $\alpha$ -фазе связаны с поверхностным окислением и дефектами частиц порошка, которые, в свою очередь, привели к образованию локальных зон непроплава.

Фрактографическое исследование выявило закономерности в разрушении образцов, изготовленных из многократно использованного порошка, разрушение начинается с поверхностных дефектов, затем магистральная трещина распространялась от поверхности к центру, что в конечном итоге привело к вязкому долому. Поры, частично расплавленные частицы и зоны непроплава равномерно распределены по поверхности разрушения образца (рис.12).

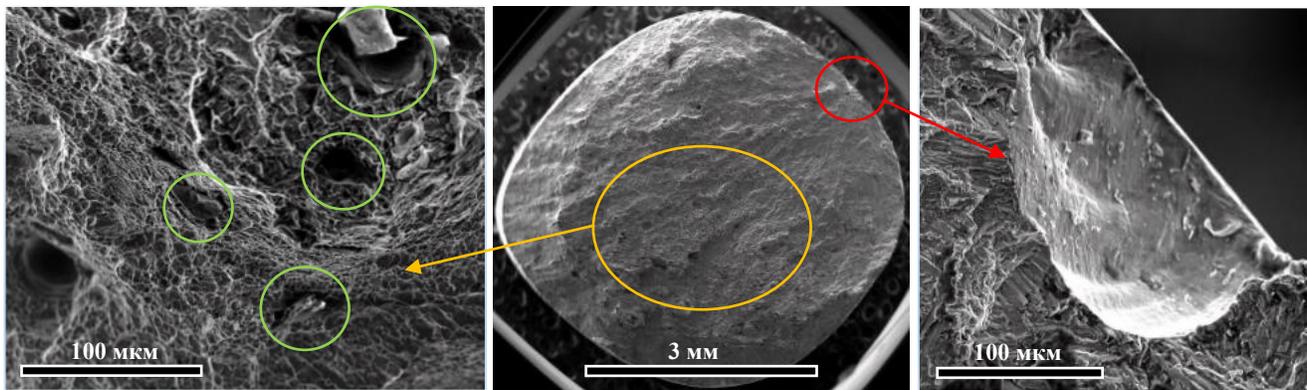


Рис. 12 – Область зарождения трещины образца, изготовленного из многократно использованного порошка (красный круг), зона долома (оранжевый овал) с различными типами дефектов (зеленые круги)

Увеличение расстояния шага электронного луча (ШЛ) до 400 мкм по сравнению со стандартным значением в 100 мкм приводит к формированию более

дисперсной микроструктуры  $\alpha$ -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. При этом пористость материала увеличивается с увеличением расстояния ШЛ, в основном из-за большего количества дефектов плавления, что приводит к, уменьшению относительного сужения и удлинения (табл. 3)

С другой стороны, уменьшение расстояния ШЛ до 50 мкм вызвало снижение прочностных свойств наряду с пластическими (табл. 3), что с большой вероятностью связано с перегревом материала, вызванного повторным плавлением ранее кристаллизовавшихся областей.

Таблица 3 – Результаты испытания на растяжение образцов в зависимости от ШЛ

ШЛ, мкм	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_b$ , МПа	$\delta$ , % A ( $L_0=20$ мм)	$\psi$ , %
50	996 $\pm$ 52	994 $\pm$ 52	0*	0*
80	1159 $\pm$ 5	1083 $\pm$ 9	11 $\pm$ 0	7,6 $\pm$ 0,3
100	967 $\pm$ 0	1034 $\pm$ 4	42 $\pm$ 6	18,3 $\pm$ 0,7
200	958 $\pm$ 5	1022 $\pm$ 9	0*	2,3 $\pm$ 0,4
400	173 $\pm$ 28	187 $\pm$ 38	0*	0*

\*хрупкое разрушение

Ориентационные параметры процесса СЭЛС играют определяющую роль при компоновке АП. Различия в микроструктуре для верхней, средней и нижней частей вертикально ориентированного образца (рис. 14) 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 (рис. 14 д) и не столь выраженную столбчатую структуру (рис. 14 е) по сравнению с верхней и средней частью образца (рис. 14 б, г).

Микротвердость при вертикально ориентации в продольном сечении для верхней и средней части образца 359 и 346 соответственно, для нижней части образца 328. Более высокие значения микротвердости объясняются более дисперсной

микроструктурой (рис. 14 а, в), а также в меньшей степени меньшей толщиной столбчатых  $\beta$ -зерен.

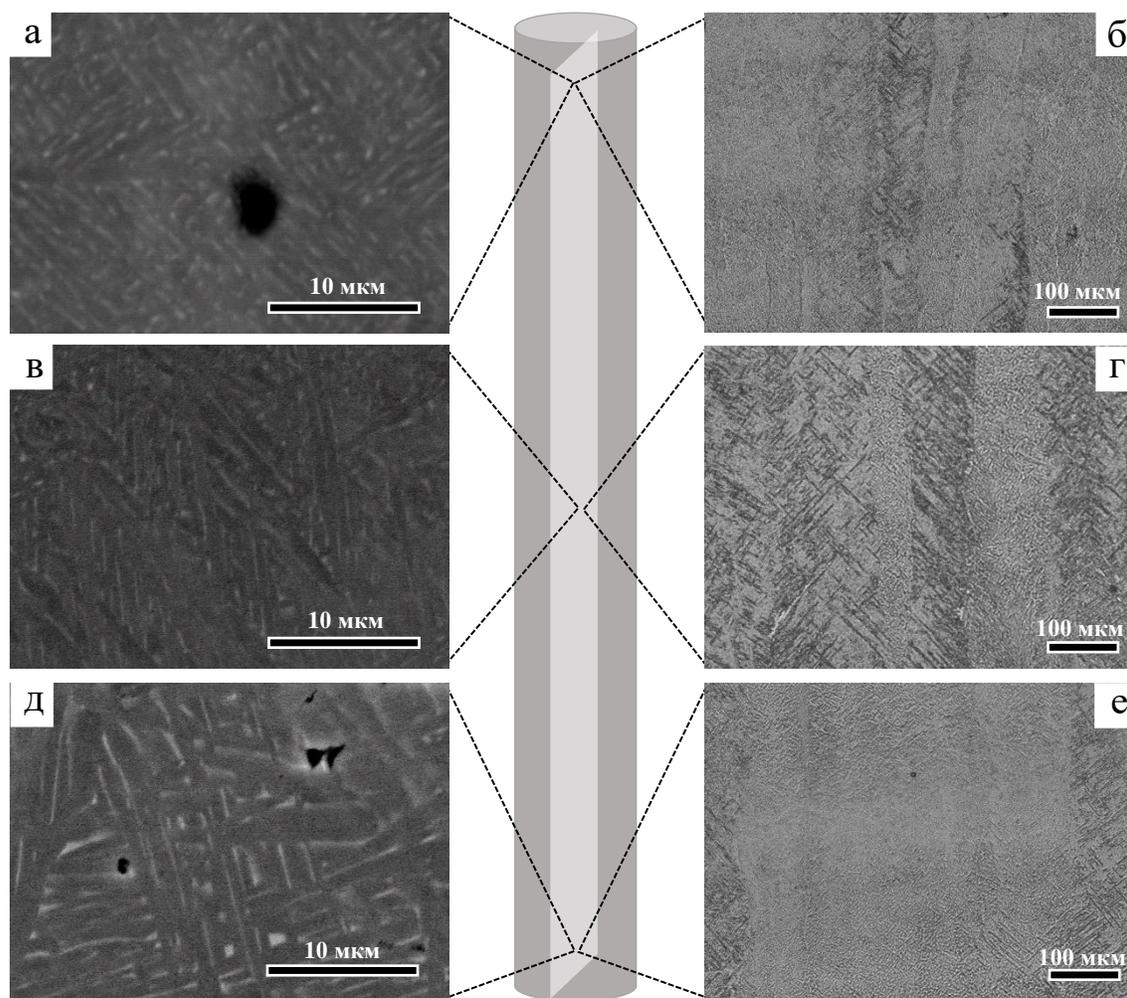


Рис. 14 – Микроструктура различных областей образца СЭЛС Ti-6Al-4V в продольном сечении: а, в, д) РЭМ-изображение; б, г, е) оптическое изображение столбчатых зерен исходной  $\beta$ -фазы

Характеристики микроструктуры и значения микротвердости для верхней части образца хорошо коррелируют с данными математического моделирования послойного процесса СЭЛС (глава 3).

В **пятой главе** исследовано влияние ГИП на структуру и свойства сплава Ti-6Al-4V, изготовленного методом СЭЛС. Применение дополнительной термодеформационной обработки в высокотемпературной  $\beta+\alpha$ -области в результате протекания рекристаллизационных процессов приводит к некоторому укрупнению

микроструктуры и уменьшению остроты текстуры по сравнению с образцами после СЭЛС.

Микроструктура всех исследуемых образцов, как прошедших СЭЛС, так и постобработку ГИП, преимущественно характеризуется наличием колоний пластин  $\alpha$ -фазы. Кроме собственно пластин, в структуре также наблюдаются более крупные кристаллиты  $\alpha$ -фазы. Наличие последних свидетельствует о протекании у ней процесса сфероидизации и коагуляции. Несколько больший размер  $d_\alpha$  ( $2.5 \pm 0.3$  мкм) после ГИП по сравнению с СЭЛС (рис. 3 а), по-видимому, также предполагает более глубокое развитие рекристаллизационных процессов.

Образцы, подвергнутые ГИП, характеризуются более рассеянной текстурой (рис. 15 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 и протекании процесса сфероидизации и коагуляции в  $\alpha$ -фазе.

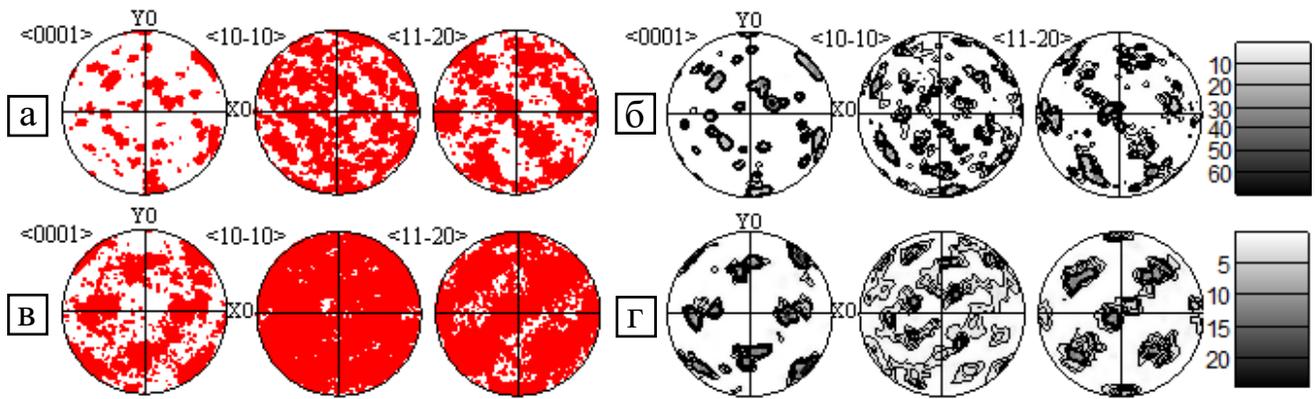


Рис. 15 – ППФ  $\langle 0001 \rangle$  и  $\langle 11-20 \rangle$ ,  $\langle 10-10 \rangle$  для  $\alpha$ -фазы: а, б) после СЭЛС; в, г) после ГИП

Измерение микротвердости, выполненное для образцов, изготовленных из первичного и многократно использованного порошка после СЭЛС, а также после ГИП с различных направлений (рис. 16 а, б), показало практическую изотропию свойств в пределах каждого конкретного образца.

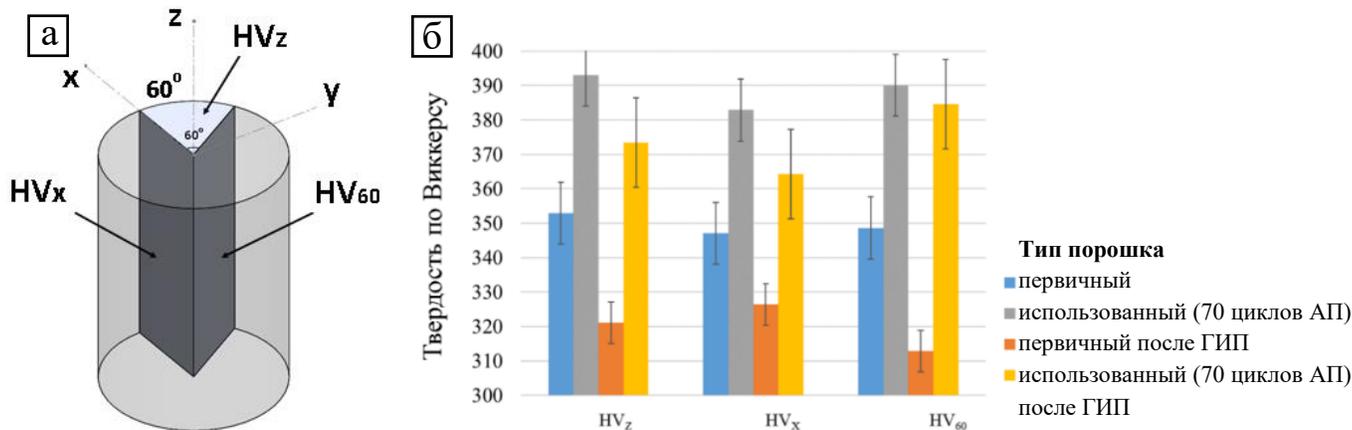


Рис. 16 – а) схема измерения микротвёрдости по Виккерсу на СЭЛС образцах Ti-6Al-4V после ГИП; б) измерение микротвёрдости для различных направлений в системе координат АТ

Это объясняется многокомпонентностью кристаллографической текстуры  $\alpha$ -фазы, с достаточно равномерным распределением ориентаций пластин в пространстве (рис. 15), которые формируются в соответствии с ОС Бюргера. Более того, в каждой ориентации  $\beta$  возможно образование 12 ориентаций  $\alpha$ -фазы.

Усталостные испытания сплава Ti-6Al-4V после ГИП (рис. 17) показали, что образцы выдерживают значительно большее количество циклов нагружения, чем после СЭЛС без постобработки. Повышение выносливости, наблюдаемое в сплаве Ti-6Al-4V, прошедшем ГИП, очевидно обусловлено повышением трещиностойкости посредством закрытия остаточной пористости.

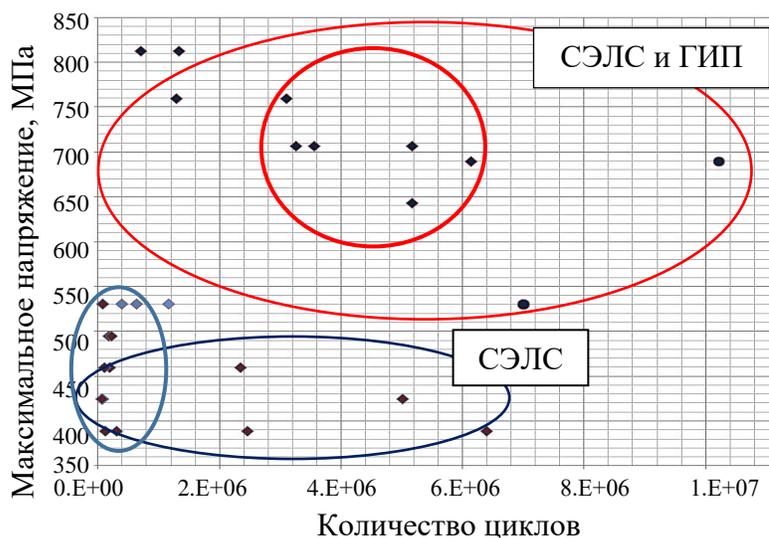


Рис. 17 – Результаты усталостных испытаний образцов после СЭЛС и ГИП

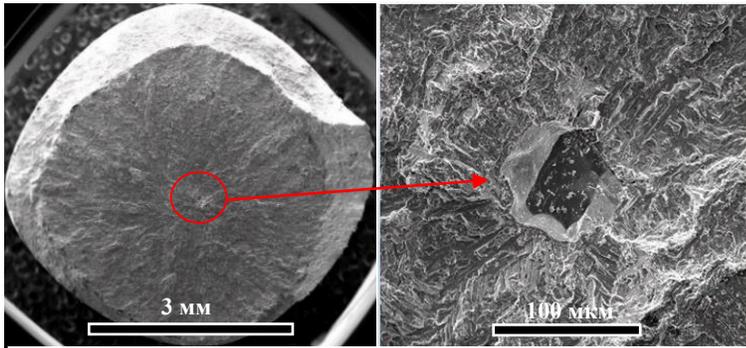


Рис. 18 – РЭМ-изображения поверхности разрушения СЭЛС образцов Ti-6Al-4V, показывающие зарождение и рост усталостной трещины (красный круг)

После ГИП трещина зарождается на дефекте в центре образца (рис. 18). Полученные результаты наглядно показывают, что ГИП является эффективным методом для закрытия пористости и, следовательно, предотвращения усталостного разрушения в деталях, изготовленных методом СЭЛС.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

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  $\beta$ -зерна являются результатом эпитаксиального роста на подложке из ранее сплавленных слоев, что приводит к формированию текстуры кристаллизации  $\langle 001 \rangle \beta$  в направлении синтеза изделия, совпадающего с направлением теплоотвода. Установлено, что в процессе СЭЛС формируется достаточно равновесная ( $\alpha + \beta$ )-пластинчатая микроструктура со средней толщиной пластин  $\beta$ -фазы  $1,8 \pm 0,3$  мкм и объемной долей  $V_\beta = 3,3 \pm 0,3\%$ .

Текстура  $\alpha$ -фазы в сплаве Ti-6Al-4V, полученном методом СЭЛС наследуется от высокотемпературной  $\beta$ -фазы в соответствии с ОС Бюргерса. Текстура  $\beta$ -фазы в процессе многократных фазовых перекристаллизаций частично сохраняет текстуру  $\langle 001 \rangle \beta$  –высокотемпературной. В результате фазовой перекристаллизации также образуются  $\beta_{\text{н}}$ -фазы, отличные от ориентаций высокотемпературной  $\beta$ , но связанные с  $\alpha$ -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  $\alpha$ -пластин, при этом наблюдается увеличение пористости материала за счет увеличения количества зон непроплава. Уменьшение расстояния ШЛ до 50 мкм приводит к большему укрупнению микроструктуры, в то же время количество зон непроплава уменьшается.

Установлено, что вертикальная ориентация образцов предпочтительна с точки зрения значений микротвердости, а также минимизации количества поддерживающих структур.

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. Использование порошка после 70 циклов 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, что сопровождается снижением пластичности (относительного удлинения и сужения в среднем на 76% и 69% соответственно) 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. Выбранный режим ГИП приводит к значительному повышению усталостных свойств изделий СЭЛС из сплава Ti-6Al-4V, что обусловлено повышением трещиностойкости посредством закрытия остаточной пористости.

Показано, что сплав, подвергнутый ГИП, характеризуются существенно более рассеянной текстурой  $\alpha$ -фазы в результате протекания процессов сфероидизации и коагуляции что сопровождается снижением микротвердости. Несколько большая

средняя толщина пластин  $\beta$ -фазы  $2.5 \pm 0.3$  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, кроме того, образцы 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% и 83,6% соответственно).

**Направления дальнейшей разработки темы исследования.** Исследование биосовместимых сплавов на основе титана с легирующими добавками, циркония, тантала и ниобия, а также создание функционально-градиентных материалов и конструкций медицинского назначения на основе титана.

**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; (0,5 п.л. / 0,1 п.л.); (WoS, Scopus).

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; (0,3 п.л. / 0,18 п.л.); (Scopus).

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; (0,5 п.л. / 0,1 п.л.); (WoS, Scopus).

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; (0,4 п.л. / 0,1 п.л.); (Scopus).

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; (0,3 п.л. / 0,05 п.л.); (WoS, Scopus).

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; (0,8 п.л. / 0,2 п.л.); (WoS, Scopus).

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; (0,9 п.л. / 0,3 п.л.); (WoS, Scopus).

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; (0,45 п.л. / 0,1 п.л.); (Scopus).

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; 0,4 п.л. / 0,1 п.л. (WoS, Scopus).

10. Popov V.V. Prospects of additive manufacturing of rare-earth and non-rare-earth permanent magnets / V. V. Popov, A. Koptyug, I. Radulov, F. Maccari, G. Muller // Procedia Manufacturing V. 21, P. 100-108. 2018; (0,55 п.л. / 0,1 п.л.); (Scopus).

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; (0,45 п.л. / 0,3 п.л.).

Подписано в печать 2021г. Объем – 1 п.л. Тираж – 100 экз. Заказ №

620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19