

УДК 539.424:669.295:621.762.1:538.951

DOI: 10.32326/1814-9146-2022-84-4-570-581

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НЕЛЕГИРОВАННОГО ТИТАНА VT1-0, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДАМИ ПОСЛОЙНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ И ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ*

© 2022 г. **Грязнов М.Ю., Шотин С.В., Чувильдеев В.Н.,
Сысоев А.Н., Пискунов А.В., Котков Д.Н., Семенычева А.В.,
Сахаров Н.В., Мурашов А.А.**

*Национальный исследовательский Нижегородский государственный
университет им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Российская Федерация*

gryaznov@nifti.unn.ru

Поступила в редакцию 01.08.2022

При использовании технологий послойного лазерного сплавления и ротационной ковки получен нелегированный титан VT1-0, обладающий рекордными прочностными свойствами: предел прочности составляет 1350 МПа, а это превосходит в 3 раза значения для титана, полученного с использованием стандартных технологий, и превышает значения для высоколегированного сплава Ti-6%Al-4%V типа VT6. Причинами повышения прочностных характеристик титана VT1-0 являются мелкодисперсная мартенситная микроструктура, которая возникает вследствие высоких скоростей кристаллизации в процессе послойного лазерного сплавления, и ее дополнительное измельчение в процессе ротационной ковки. С целью изучения термической стабильности механических свойств титана VT1-0, полученного с использованием различных технологий, проведены исследования влияния температуры отжига в диапазоне 100–800 °С на предел прочности и относительное удлинение после разрыва. Исследования показали, что зависимость предела прочности от температуры отжига для образцов титана VT1-0 после послойного лазерного сплавления и ротационной ковки имеет три стадии. После термической обработки при 800 °С значения предела прочности снижаются на 25–35%. Значения удлинения в результате разрыва для образцов титана VT1-0 после послойного лазерного сплавления и ротационной ковки монотонно увеличиваются от 8–12 до 18–23% при увеличении температуры отжига в интервале 100–800 °С. Продемонстрированы возможности методов послойного лазерного сплавления, ротационной ковки и термической обработки, позволяющие эффективно управлять механическими характеристиками титана VT1-0 – перспективного материала для изготовления остеоинтегрируемых медицинских изделий. Совместное применение указанных методов позволяет получать титан VT1-0 с заданным в широком диапазоне сочетанием прочностных и пластических характеристик.

* Выполнено при поддержке РФФ (грант №22-19-00271).

Ключевые слова: нелегированный титан ВТ1-0, механические свойства, аддитивная технология, послойное лазерное сплавление, ротационная ковка, термическая обработка, материалы для имплантатов.

Введение

В последние годы важным вектором развития материаловедения для медицины являются исследования и разработки, направленные на создание персонализированных медицинских изделий для остеоинтеграции, учитывающих анатомо-физиологические особенности каждого пациента [1, 2]. Для изготовления таких медицинских изделий может быть эффективно использована технология послойного лазерного сплавления (ПЛС) – активно развивающаяся аддитивная технология 3D-печати, позволяющая создавать прецизионные изделия сложной формы [3, 4]. В настоящее время одним из наиболее востребованных медициной металлических материалов является титановый сплав Ti-6Al-4V [5], который используется, в частности, для аддитивного производства имплантатов и эндопротезов. Хорошо известно, что наличие в этом сплаве ванадия и алюминия с течением времени может оказывать негативное комплексное воздействие на здоровье пациентов [6]. В связи с этим нелегированный титан (например, Grade 1, Grade 2, ВТ1-0, ВТ1-00) мог бы найти самое широкое применение для медицинских приложений благодаря прекрасному сочетанию биосовместимости и коррозионностойкости, а также высокой чистоте по примесям, оказывающим токсичное действие на биологические объекты [5, 7]. Главным препятствием для использования нелегированного титана в качестве материала для эндопротезов и имплантатов являются его низкие механические свойства. Повышение механических характеристик нелегированного титана до уровня высокопрочного сплава Ti-6Al-4V является важной задачей, поскольку это значительно расширит область применения титана в медицине.

Исследования, представленные в настоящей статье, направлены на повышение прочностных характеристик нелегированного титана, в том числе с использованием аддитивных технологий, позволяющих получать изделия сложной формы по САД-моделям. В последнее время большое количество исследований [8–15] посвящено повышению механических характеристик ПЛС-титана. В [8] излагается, как методом ПЛС изготовлены образцы титана (grade 1) со значениями предела прочности около 600 МПа и рекордными значениями удлинения после разрыва 35%. В [10] описано получение высоких прочностных характеристик ПЛС-титана (предел прочности 750 МПа), которые авторы связывают с неконтролируемым повышением содержания кислорода в материале в процессе ПЛС. При использовании метода ПЛС были созданы образцы нелегированного титана [13, 14], обладающие высокими механическими характеристиками (предел прочности 730–750 МПа, относительное удлинение 19–20%). В [15] при варьировании мощностью лазерного излучения предел прочности титана (grade 1) изменялся от 410 до 510 МПа, удлинение после разрыва от 8 до 12%. В [9] для получения титана (grade 1) было использовано несколько аддитивных технологий (ПЛС, лазерная наплавка и электродуговое наплавление проволоки). Наилучшие механические характеристики титана были выявлены после ПЛС: предел прочности составил 509 МПа, удлинение после разрыва 18%. Следует отметить, что во всех указанных публикациях не уделялось должного внимания оптимизации режимов ПЛС, которая является основным ключом к решению задачи повышения прочности нелегированного титана.

Хорошо известно, что одним из эффективных способов повышения прочностных характеристик металлических материалов являются методы интенсивной пластической деформации (ИПД) [16]. В [17, 18] описано создание и исследование образцов нелегированного титана, обладающих, благодаря формированию ультрамелкозернистой микроструктуры, высокими механическими свойствами. Одним из традиционных методов ИПД является технология ротационной ковки (РК), позволяющая существенно повысить прочностные характеристики широкого спектра металлов и сплавов [19]. В настоящей статье приведены результаты обработки ПЛС-образцов методом РК с целью получения высоких прочностных характеристик нелегированного титана, сопоставимых с характеристиками высокопрочных титановых сплавов. Показано, как методами ПЛС и ИПД созданы образцы нелегированного титана VT1-0, обладающие в 2-3 раза более высокой прочностью по сравнению с образцами титана, получаемыми традиционными металлургическими методами, а также проведены сравнительные исследования механических свойств титана VT1-0, созданного с использованием различных технологий, и изучено влияние на его характеристики термообработок в широком диапазоне температур.

1. Методика получения и исследования материала

Объектами исследований являются образцы нелегированного титана VT1-0 (далее ПЛС-титан VT1-0), изготовленные по технологии ПЛС на модернизированной установке MTT Realizer SLM100 из порошка производства ООО «НОРМИН». Химический состав в массовых процентах: Fe – 0,14, O – 0,16, Si – 0,01, C – 0,021, N – 0,03, H – 0,006, Ti – основа. Частицы порошка имеют сферическую форму и средний размер 35 мкм.

Несколько серий образцов титана VT1-0 было изготовлено при использовании различных режимов ПЛС: мощность лазерного излучения (далее мощность лазера) варьировалась от 70 до 100 Вт, скорость перемещения лазерного луча (далее скорость сканирования) – от 30 до 500 мм/с. Остальные параметры ПЛС оставались постоянными при построении всех образцов: толщина слоя порошка 70 мкм, расстояние между линиями штриховки сечения 120 мкм. Процесс ПЛС и термообработка образцов реализовывались в среде высокочистого аргона (99,998 массовых процентов).

Для сравнительных исследований были использованы образцы, изготовленные из горячекатаного прутка титана VT1-0 (далее КП-титан VT1-0) диаметром 20 мм (производитель ВСМПО-АВИСМА). Для ротационнойковки образцов ПЛС и КП-титана VT1-0 диаметром 20 мм и длиной 80 мм была использована установка HMP R5-4-21H. Редуцирование диаметра заготовки от 20 до 6 мм было выполнено с использованием 10 комплектов бойков с шагом уменьшения диаметра 0,6–2,0 мм.

Испытания на растяжение проведены с использованием установки Tinius Olsen H25K-S при комнатной температуре на цилиндрических образцах с рабочей частью диаметром и длиной, равными 3 и 15 мм соответственно. Испытания проводились с постоянной скоростью деформирования 0,01 мм/с. Образцы для механических испытаний были построены на платформе ПЛС-установки в вертикальной ориентации (продольная ось образцов располагалась параллельно оси лазерного луча – XZ-направление). Структурные исследования проведены с использованием сканирующих электронных микроскопов Jeol JSM 6490 и Tescan Vega 2. Для металлографических исследований кубические образцы размерами 10×10×10 мм разрезались

электроэрозионной резкой по центральной плоскости (XU -плоскость сканирования лазерного луча при ПЛС), затем поверхность механически полировалась с использованием алмазных паст и подвергалась электрохимическому травлению.

2. Результаты экспериментальных исследований

Результаты исследований влияния параметров процесса ПЛС на прочностные и пластические характеристики титана ВТ1-0 представлены на рис. 1 в виде диаграмм зависимости предела прочности и удлинения после разрыва от мощности лазерного излучения и скорости сканирования. Как видно из рис. 1а, максимальная прочность 810–820 МПа наблюдается при параметрах ПЛС 90–100 Вт и 100–150 мм/с, минимальные значения предела прочности 640–690 МПа получены при параметрах 70–75 Вт, 400–500 мм/с. Максимальные значения удлинения после разрыва 16–17% получены в области параметров ПЛС 90–100 Вт и 100–150 мм/с (рис. 1б), минимальные значения 8–10% – при параметрах ПЛС 70–75 Вт, 400–500 мм/с и 95–100 Вт, 30–60 мм/с.

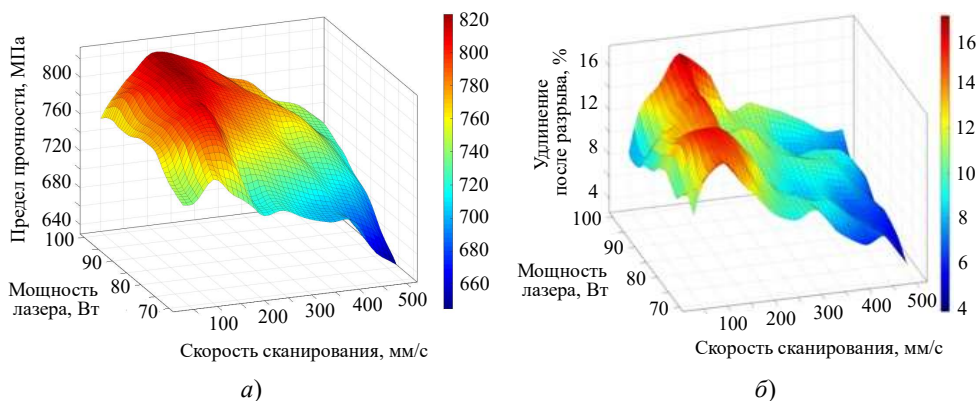


Рис. 1. Зависимости предела прочности (а) и относительного удлинения после разрыва (б) ПЛС-титана ВТ1-0 от мощности лазерного излучения и скорости сканирования

Для повышения прочностных характеристик ПЛС-титана проведена обработка образцов методом РК. Обрабатываемые образцы были изготовлены при оптимальных режимах ПЛС – мощности лазерного излучения 100 Вт и скорости сканирования 150 мм/с. Исследование ПЛС-титана после РК (далее ПЛС+РК титан ВТ1-0) показало, что комбинированное использование технологий ПЛС и РК позволяет получить рекордные значения предела прочности нелегированного титана – 1350 МПа (удлинение после разрыва составляет 8%). Для оценки роли технологии ПЛС в получении высоких прочностных характеристик была проведена обработка образцов КП-титана ВТ1-0 с использованием технологии РК. Сравнительные исследования механических свойств образцов при растяжении показали, что предел прочности исходного КП-титана ВТ1-0 составляет 470 МПа, удлинение после разрыва – 23%; характеристики горячекатаного прутка после РК (далее КП+РК титан ВТ1-0): предел прочности – 890 МПа, удлинение после разрыва – 12%.

Результаты исследования влияния температуры деформации на прочностные и пластические свойства образцов титана ВТ1-0, полученных с использованием различных технологий, приведены на рис. 2. Как видно из рис. 2а, при комнатной температуре значения предела прочности титана ВТ1-0 существенно отличаются

(от 450 до 1350 МПа), при повышении температуры значения монотонно снижаются до уровня 30–40 МПа (при 800 °С). На рис. 2б приведены температурные зависимости относительного удлинения после разрыва в интервале 20–800 °С. На всех зависимостях для титана ВТ1-0, полученного различными методами, можно выделить три стадии: стадия незначительного изменения значений в диапазоне температур 20–400 °С, интенсивное увеличение удлинения после разрыва от 40–70 до 200–300% в интервале 500–700 °С и стадия слабого роста значений в диапазоне 700–800 °С. Следует отметить, что ПЛС-титан имеет самую высокую пластичность по сравнению с материалами, полученными другими методами: удлинение до разрыва достигает 325% при температуре деформации 800 °С.

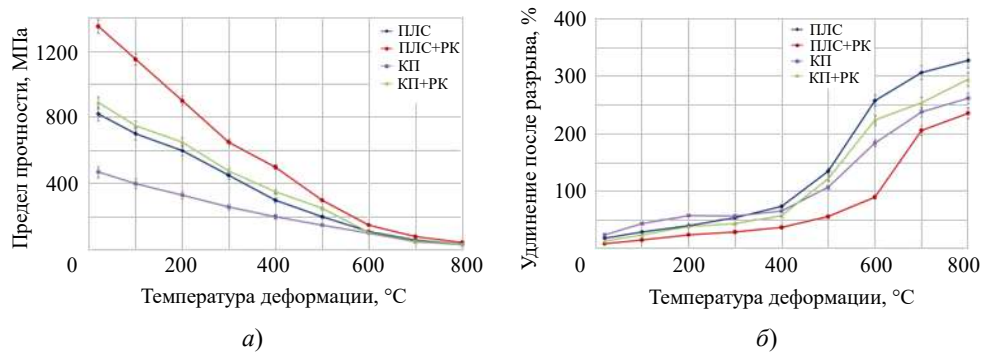


Рис. 2. Температурная зависимость предела прочности (а) и удлинения после разрыва (б) титана ВТ1-0, полученного различными методами

С целью изучения термической стабильности механических свойств титана ВТ1-0, полученного с использованием различных технологий, проведены исследования влияния температуры отжига на предел прочности и относительное удлинение после разрыва (рис. 3). Как видно из рис. 3а, предел прочности КП-титана ВТ1-0 не зависит от температуры отжига во всем диапазоне 20–800 °С и составляет 460–500 МПа. Зависимость предела прочности от температуры отжига для образцов КП+РК, ПЛС и ПЛС+РК титана ВТ1-0 имеет три стадии: 20–500 °С – слабое уменьшение; 500–700 °С – интенсивное падение, 700–800 °С – незначительное снижение. После отжига при 800 °С образцы ПЛС+РК титана имеют наибольшие значения предела прочности (880 МПа) по сравнению с титаном, полученным другими методами.

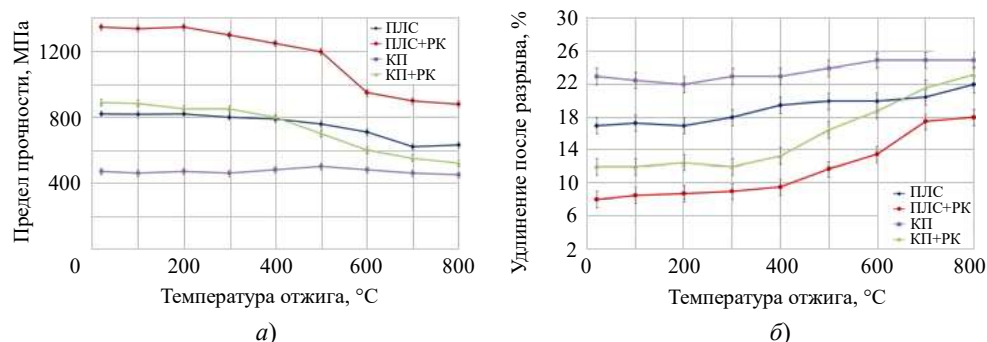


Рис. 3. Зависимость предела прочности (а) и удлинения после разрыва (б) титана ВТ1-0 от температуры отжига

Как показано на рис. 3б, значение удлинения после разрыва КП-титана ВТ1-0 слабо зависит от температуры предварительного отжига в диапазоне 20–800 °С и составляет 22–25%. Для зависимости удлинения после разрыва КП+РК, ПЛС и ПЛС+РК титана ВТ1-0 характерны две стадии: 20–300 °С – слабое изменение, 400–800 °С – монотонное увеличение значений до 18–23%.

Типичные изображения микроструктуры образцов титана ВТ1-0, полученные с использованием методов растровой электронной микроскопии, приведены на рис. 4. В процессе ПЛС в титане формируется игольчатая микроструктура мартенситного типа со средней длиной игл 12 мкм, толщиной 1,5 мкм и расстоянием между ними около 1,5 мкм (рис. 4а). Подобный тип структуры является характерным для ПЛС-титана [7, 9, 11, 20]. После ротационнойковки ПЛС-титана наблюдается уменьшение длины игл мартенситной фазы до средних значений 5 мкм (рис. 4б). Образцы КП и КП+РК титана, полученные методами интенсивной пластической деформации, имеют структуру с полиэдрическими зёрнами со средним размером 30 и 7 мкм соответственно (рис. 4в, г).

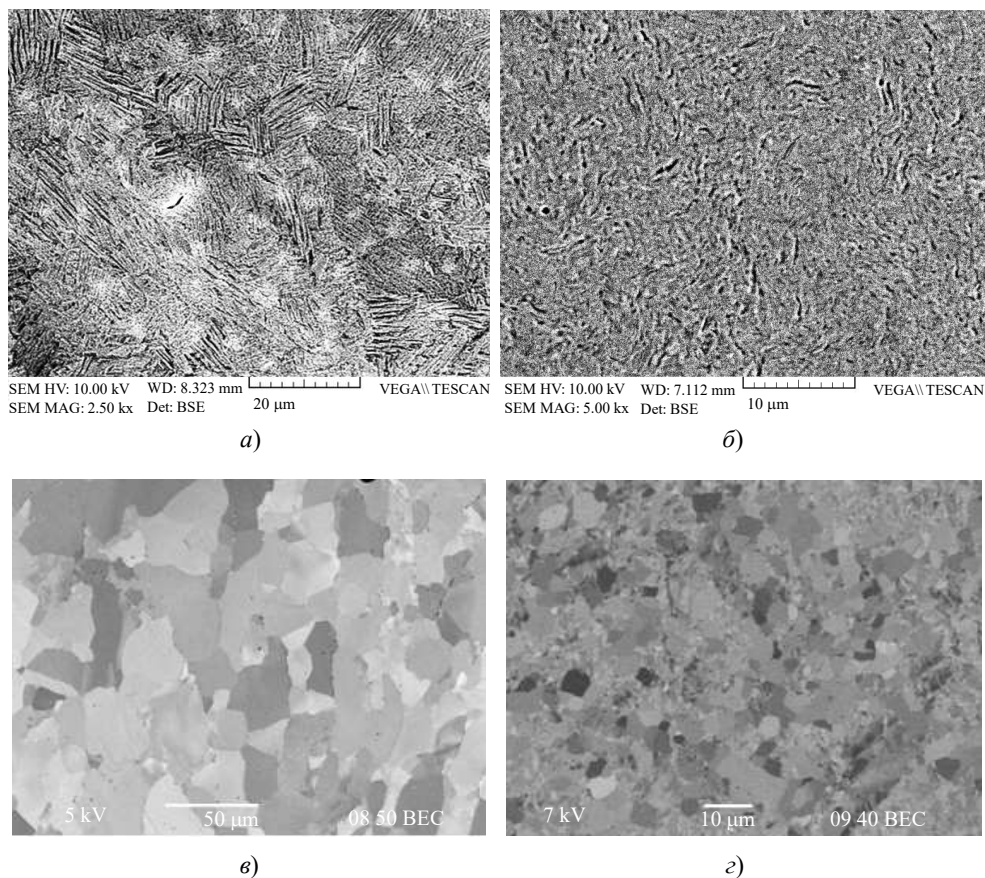


Рис. 4. Микроструктура образцов титана ВТ1-0, полученных различными методами: а) ПЛС, б) ПЛС+РК, в) КП, г) КП+РК

3. Обсуждение результатов

Прежде всего, обсуждения заслуживают высокие механические характеристики образцов титана VT1-0. Как известно, для титана VT1-0, полученного традиционными методами, значения предела прочности составляют 400–500 МПа [21, 22]. При оптимальных режимах ПЛС максимальные значения предела прочности (820 МПа) могут быть объяснены наличием мартенситной структуры, которое традиционно связывают с высокой скоростью кристаллизации материалов (10^5 – 10^7 К /с) [12, 23], созданных методами ПЛС. Вместе с тем для решения задачи замещения титановых сплавов в медицинских приложениях нелегированным титаном достижение рекордных механических характеристик в ПЛС-титане после РК (предел прочности 1350 МПа) является многообещающим результатом. Высокие значения предела прочности позволяют сравнивать полученный нелегированный титан с высоколегированными сплавами системы Ti-6%Al-4%V типа VT6 (предел прочности в закаленном состоянии 1050 МПа [21]), традиционно используемыми для изготовления имплантатов и эндопротезов. При этом следует обратить внимание, что пластичность ПЛС-титана после РК (удлинение после разрыва 8%) соответствует требованиям, предъявляемым к стандартным высокопрочным титановым сплавам типа VT6, Ti-6Al-4V и др. [21]. В таблице 1 приведены механические характеристики нелегированного титана, созданного с использованием различных технологий.

Таблица 1

Механические характеристики нелегированного титана

Марка титана/сплава	Предел прочности, МПа	Удлинение после разрыва, %	Источник
ПЛС-Ti grade 2	509	18	[9]
ПЛС-Ti grade 2	757	19	[13]
ПЛС-Ti grade 3	750	12	[10]
ПЛС-Ti grade 1	730	20	[14]
КП VT1-0	400–500	20–25	[21]
ПЛС-Ti grade 2	510	7,5	[15]
КП VT1-0	470	23	Настоящая статья
КП+РК VT1-0	890	12	Настоящая статья
ПЛС VT1-0	820	17	Настоящая статья
ПЛС+РК VT1-0	1350	8	Настоящая статья

Для анализа результатов на рис. 5 приведены все полученные данные в координатах предел прочности–удлинение после разрыва. Как видно из рисунка, все данные можно сгруппировать в две области: первая область – это совокупность значений механических характеристик, полученных при различных режимах ПЛС и приведенных на рис. 1; вторая область – это набор значений для образцов титана VT1-0, изготовленных различными методами и подвергнутых термообработкам в диапазоне 100–800 °С, которые приведены на рис. 3. Как известно, в процессе ПЛС основным физическим параметром, влияющим на механические свойства материалов, является его плотность. Варьирование параметрами ПЛС в широком диапазоне позволяет получить образцы материала с различной плотностью. При высокой плотности, близкой к теоретическим значениям, достигаются высокие механические характеристики; при низкой плотности, как правило, наблюдается одновременное снижение прочности и пластичности материала. В статье [24] детально описано влияние порис-

тости на механические характеристики ПЛС-материала: при увеличении объемной доли пор в 10 раз прочность материала уменьшается на 15–20% при одновременном снижении относительного удлинения в 4 раза.

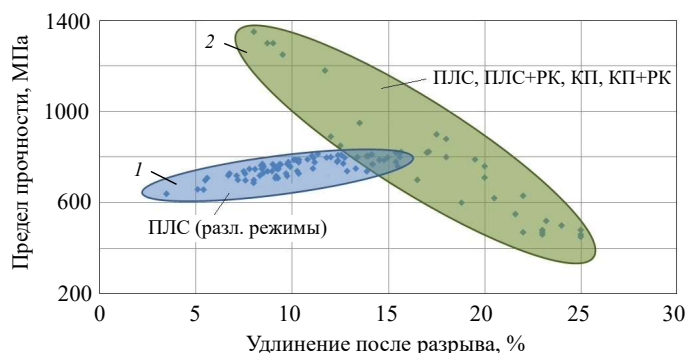


Рис. 5. Механические характеристики образцов нелегированного титана VT1-0, полученных с использованием технологий ПЛС и РК и термообработок

Аналогичное поведение демонстрирует ПЛС-титан VT1-0 (см. рис. 5): в первой области наблюдается незначительное уменьшение предела прочности, сопровождающееся резким снижением удлинения после разрыва. Во второй области объединены значения механических характеристик образцов титана VT1-0, полученных в оптимальных режимах ПЛС и подвергнутых РК и/или термообработке, которые имели высокую плотность (более 99,5%). Воздействие интенсивной пластической деформации и последующих отжигов позволяет управлять микроструктурой материала, влияя на размер мартенситных игл в случае ПЛС-титана и на размер зерна в случае КП-образцов. В [14] показано, что обработка титана с использованием различных технологий (в том числе ПЛС) позволяет повысить предел прочности материала при одновременном снижении его относительного удлинения, что традиционно отмечается при деформационной и термической обработке материалов на основе титана [21, 22]. Во второй области на рис. 5 наблюдается аналогичное поведение титана VT1-0: прослеживается увеличение удлинения после разрыва при одновременном снижении предела прочности.

В настоящей статье продемонстрированы возможности технологий ПЛС и РК, позволяющие эффективно управлять механическими характеристиками титана VT1-0 – перспективного материала для изготовления остеоинтегрируемых медицинских изделий. Как видно из рис. 5, совместное применение методов ПЛС, РК и термической обработки позволяет получать титан VT1-0 с заданным сочетанием в широком диапазоне прочностных и пластических характеристик, конкретные требования к которым должны определяться в рамках расчетов напряженно-деформированного состояния системы медицинский имплантат – костная структура.

Заключение

При использовании технологий ПЛС и РК получен нелегированный титан VT1-0, обладающий рекордными прочностными свойствами: предел прочности составляет 1350 МПа, он превосходит в 3 раза значения для титана, созданного с использованием стандартных технологий, и превышает значения для высоколегированного сплава Ti-6%Al-4%V типа VT6.

Причинами повышения механических характеристик титана ВТ1-0 являются мартенситная микроструктура, возникающая вследствие высоких скоростей кристаллизации в процессе ПЛС, и ее измельчение в процессе РК.

Совместное применение ПЛС, РК и термической обработки позволяет эффективно управлять механическими характеристиками титана ВТ1-0 и получать материал с заданным сочетанием в широком диапазоне прочностных и пластических характеристик.

Список литературы

1. Mazurek-Popczyk J., Palka L., Arkusz K., Dalewski B., Baldy-Chudzik K. Personalized, 3D-printed fracture fixation plates versus commonly used orthopedic implant materials-biomaterials characteristics and bacterial biofilm formation. *Injury*. 2022. Vol. 53. Iss. 3. P. 938–946. <https://doi.org/10.1016/j.injury.2021.12.020>.
2. Guo A.X.Y., Cheng L., Zhan S., Zhang S., Xiong W., Wang Z., Wang G., Cao S.C. Biomedical applications of the powder-based 3D printed titanium alloys: A review. *Journal of Materials Science & Technology*. 2022. Vol. 125. P. 252–264. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.11.084>.
3. Bo S., Wen S., Yan C., Wei Q., Shi Y. *Selective Laser Melting for Metal and Metal Matrix Composites*. Academic Press, 2020. 280 p.
4. Atae A., Li Y., Brandt M., Wen C. Ultrahigh-strength titanium gyroid scaffolds manufactured by selective laser melting (SLM) for bone implant applications. *Acta Materialia*. 2018. Vol. 158. P. 354–368. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.08.005>.
5. *Titanium in Medical and Dental Applications*. Eds. by Froes F.H., Qian M. Woodhead Publishing, 2018. 654 p.
6. Geetha M., Singh A., Asokamani R., Gogia A. Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – a review. *Progress in Materials Science*. 2009. Vol. 54. Iss. 3. P. 397–425. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.06.004>.
7. Depboylu F., Yasa E., Poyraz Ö., Minguella-Canela J., Korkusuz F., De los Santos López M.A. Titanium based bone implants production using laser powder bed fusion technology. *Journal of Materials Research and Technology*. 2022. Vol. 17. P. 1408–1426. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.01.087>.
8. Zhang J., Liu Y., Bayat M., Tan Q., Yin Y., Fan Z., Liu S., Hattel J.H., Dargusch M., Zhang M.-X. Achieving high ductility in a selectively laser melted commercial pure-titanium via in-situ grain refinement. *Scripta Materialia*. 2021. Vol. 191. P. 155–160. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.09.023>.
9. Attar H., Bermingham M.J., Ehtemam-Haghighi S., Dehghan-Manshadi A., Kent D., Dargusch M.S. Evaluation of the mechanical and wear properties of titanium produced by three different additive manufacturing methods for biomedical application. *Materials Science and Engineering: A*. 2019. Vol. 760. P. 339–345. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.06.024>.
10. Wysocki B., Maj P., Krawczyńska A., Roźniatowski K., Zdunek J., Kurzydłowski K.J., Świeszkowski W. Microstructure and mechanical properties investigation of CP titanium processed by selective laser melting (SLM). *Journal of Materials Processing Technology*. 2017. Vol. 241. P. 13–23. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.10.022>.
11. Li C.-L., Won J.W., Choi S.-W., Choe J.-H., Lee S., Park C.H., Yeom J.-T., Hong J.K. Simultaneous achievement of equi axed grain structure and weak texture in pure titanium via selective laser melting and subsequent heat treatment. *Journal of Alloys and Compounds*. 2019. Vol. 803. P. 407–412. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.06.305>.
12. Gu D., Hagedorn Y.-C., Meiners W., Meng G., Batista R.J.S., Wissenbach K., Poprawe R. Densification behavior, microstructure evolution, and wear performance of selective laser melting processed commercially pure titanium. *Acta Materialia*. 2012. Vol. 60. Iss. 9. P. 3849–3860. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.04.006>.
13. Attar H., Calin M., Zhang L.C., Scudino S., Eckert J. Manufacture by selective laser melting and mechanical behavior of commercially pure titanium. *Materials Science and Engineering: A*. 2014. Vol. 593. P. 170–177. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.11.038>.

14. Tao Q., Wang Z., Chen G. et al. Selective laser melting of CP-Ti to overcome the low cost and high performance trade-off. *Additive Manufacturing*. 2020. Vol. 34. Article No 101198. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101198>.
15. Na T.-W., Kim W.R., Yang S.-M. et al. Effect of laser power on oxygen and nitrogen concentration of commercially pure titanium manufactured by selective laser melting. *Materials Characterization*. 2018. Vol. 143. P. 110–117. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.03.003>.
16. Faraji G., Kim H.S., Kashi H.T. *Severe Plastic Deformation. Methods, Processing and Properties*. Elsevier, 2018. 315 p.
17. Choi S.-W., Jeong J.S., Won J.W., Hong J.K., Choi Y.S. Grade-4 commercially pure titanium with ultrahigh strength achieved by twinning-induced grain refinement through cryogenic deformation. *Journal of Materials Science & Technology*. 2021. Vol. 66. P. 193–201. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.04.082>.
18. Shirooyeh M., Xu J., Langdon T.G. Microhardness evolution and mechanical characteristics of commercial purity titanium processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*. 2014. Vol. 614. P. 223–231. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.07.030>.
19. Mao Q., Liu Y., Zhao Y. A review on mechanical properties and microstructure of ultrafine grained metals and alloys processed by rotary swaging. *Journal of Alloys and Compounds*. 2022. Vol. 896. Article No 163122. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.163122>.
20. Attar H., Ehtemam-Haghighi S., Kent D., Wu X., Dargusch M.S. Comparative study of commercially pure titanium produced by laser engineered net shaping, selective laser melting and casting processes. *Materials Science and Engineering: A*. 2017. Vol. 705. P. 385–393. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.103>.
21. Фридляндер И.Н., Сенаторова О.Г., Осинцев О.Е. и др. *Машиностроение. Энциклопедия: Цветные металлы и сплавы. Композиционные металлические материалы*. В 40 т. Т. 2-3. М.: Машиностроение, 2001. 880 с.
22. Глазунов С.Г., Моисеев В.Н. *Титановые сплавы. Конструкционные титановые сплавы*. М.: Металлургия, 1974. 368 с.
23. He Y., Ma Y., Zhang W., Wang Z. Effects of build direction on thermal exposure and creep performance of SLM Ti6Al4V titanium alloy. *Engineering Failure Analysis*. 2022. Vol. 135. Article No 106063. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2022.106063>.
24. Wilson-Heid A.E., Beese A.M. Combined effects of porosity and stress state on the failure behavior of laser powder bed fusion stainless steel 316L. *Additive Manufacturing*. 2021. Vol. 39. Article No 101862. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.101862>.

References

1. Mazurek-Popczyk J., Palka L., Arkusz K., Dalewski B., Baldy-Chudzik K. Personalized, 3D-printed fracture fixation plates versus commonly used orthopedic implant materials-biomaterials characteristics and bacterial biofilm formation. *Injury*. 2022. Vol. 53. Iss. 3. P. 938–946. <https://doi.org/10.1016/j.injury.2021.12.020>.
2. Guo A.X.Y., Cheng L., Zhan S., Zhang S., Xiong W., Wang Z., Wang G., Cao S.C. Biomedical applications of the powder-based 3D printed titanium alloys: A review. *J. Mater. Sci. Technol*. 2022. Vol. 125. P. 252–264. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.11.084>.
3. Bo S., Wen S., Wen S., Yan C., Wei Q., Shi Y. *Selective Laser Melting for Metal and Metal Matrix Composites*. Academic Press. 2020. 280 p.
4. Ataee A., Li Y., Brandt M., Wen C. Ultrahigh-strength titanium gyroid scaffolds manufactured by selective laser melting (SLM) for bone implant applications. *Acta Mater*. 2018. Vol. 158. P. 354–368. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.08.005>.
5. *Titanium in Medical and Dental Applications*. Eds. by Froes F.H., Qian M. Woodhead Publishing. 2018. 654 p.
6. Geetha M., Singh A., Asokamani R., Gogia A. Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – a review. *Prog. Mater. Sci*. 2009. Vol. 54. Iss. 3. P. 397–425. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.06.004>.
7. Depboylu F., Yasa E., Poyraz Ö., Minguella-Canela J., Korkusuz F., De los Santos López M.A. Titanium based bone implants production using laser powder bed fusion technology. *J. Mater. Res. Technol*. 2022. Vol. 17. P. 1408–1426. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.01.087>.

8. Zhang J., Liu Y., Bayat M., Tan Q., Yin Y., Fan Z., Liu S., Hattel J.H., Dargusch M., Zhang M.-X. Achieving high ductility in a selectively laser melted commercial pure-titanium via in-situ grain refinement. *Scr. Mater.* 2021. Vol. 191. P. 155–160. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.09.023>.
9. Attar H., Bermingham M.J., Ehtemam-Haghighi S., Dehghan-Manshadi A., Kent D., Dargusch M.S. Evaluation of the mechanical and wear properties of titanium produced by three different additive manufacturing methods for biomedical application. *Mater. Sci. Eng. A.* 2019. Vol. 760. P. 339–345. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.06.024>.
10. Wysocki B., Maj P., Krawczyńska A., Roźniatowski K., Zdunek J., Kurzydłowski K.J., Świeszkowski W. Microstructure and mechanical properties investigation of CP titanium processed by selective laser melting (SLM). *J. Mater. Process. Technol.* 2017. Vol. 241. P. 13–23. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.10.022>.
11. Li C.-L., Won J.W., Choi S.-W., Choe J.-H., Lee S., Park C.H., Yeom J.-T., Hong J.K. Simultaneous achievement of equi axed grain structure and weak texture in pure titanium via selective laser melting and subsequent heat treatment. *J. Alloys and Compd.* 2019. Vol. 803. P. 407–412. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.06.305>.
12. Gu D., Hagedorn Y.-C., Meiners W., Meng G., Batista R.J.S., Wissenbach K., Poprawe R. Densification behavior, microstructure evolution, and wear performance of selective laser melting processed commercially pure titanium. *Acta Mater.* 2012. Vol. 60. Iss. 9. P. 3849–3860. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.04.006>.
13. Attar H., Calin M., Zhang L.C., Scudino S., Eckert J. Manufacture by selective laser melting and mechanical behavior of commercially pure titanium. *Mater. Sci. Eng. A.* 2014. Vol. 593. P. 170–177. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.11.038>.
14. Tao Q., Wang Z., Chen G. et al. Selective laser melting of CP-Ti to overcome the low cost and high performance trade-off. *Addit. Manuf.* 2020. Vol. 34. Article No 101198. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101198>.
15. Na T.-W., Kim W.R., Yang S.-M. et al. Effect of laser power on oxygen and nitrogen concentration of commercially pure titanium manufactured by selective laser melting. *Mater. Charact.* 2018. Vol. 143. P. 110–117. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.03.003>.
16. Faraji G., Kim H.S., Kashi H.T. *Severe Plastic Deformation. Methods, Processing and Properties*. Elsevier. 2018. 315 p.
17. Choi S.-W., Jeong J.S., Won J.W., Hong J.K., Choi Y.S. Grade-4 commercially pure titanium with ultrahigh strength achieved by twinning-induced grain refinement through cryogenic deformation. *J. Mater. Sci. Technol.* 2021. Vol. 66. P. 193–201. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.04.082>.
18. Shirooyeh M., Xu J., Langdon T.G. Microhardness evolution and mechanical characteristics of commercial purity titanium processed by high-pressure torsion. *Mater. Sci. Eng. A.* 2014. Vol. 614. P. 223–231. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.07.030>.
19. Mao Q., Liu Y., Zhao Y. A review on mechanical properties and microstructure of ultrafine grained metals and alloys processed by rotary swaging. *J. Alloys Compd.* 2022. Vol. 896. Article No 163122. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.163122>.
20. Attar H., Ehtemam-Haghighi S., Kent D., Wu X., Dargusch M.S. Comparative study of commercially pure titanium produced by laser engineered net shaping, selective laser melting and casting processes. *Mater. Sci. Eng. A.* 2017. Vol. 705. P. 385–393. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.103>.
21. Fridlyander I.N., Senatorova O.G., Osintsev O.E. et al. *Mashinostroenie. Entsiklopediya: Tsvetnye metally i splavy. Kompozitsionnye metallicheskie materialy [Mechanical Engineering. Encyclopedia: Non-Ferrous Metals and Alloys. Composite Metal Materials]*. In 40 vols. Vol. 2-3. Moscow. Mashinostroenie Publ. 2001. 880 p. (In Russian).
22. Glazunov S.G., Moiseev V.N. *Titanovye splavy. Konstruktsionnye titanovye splavy [Titanium Alloys. Structural Titanium Alloys]*. Moscow. Metallurgiya Publ. 1974. 368 p. (In Russian).
23. He Y., Ma Y., Zhang W., Wang Z. Effects of build direction on thermal exposure and creep performance of SLM Ti6Al4V titanium alloy. *Eng. Fail. Anal.* 2022. Vol. 135. Article No 106063. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2022.106063>.
24. Wilson-Heid A.E., Beese A.M. Combined effects of porosity and stress state on the failure

MECHANICAL PROPERTIES OF UNALLOYED TITANIUM VT1-0 PROCESSED USING SELECTIVE LASER MELTING AND SEVERE PLASTIC DEFORMATION*

**Gryaznov M.Yu., Shotin S.V., Chuvil'deev V.N., Sysoev A.N., Piskunov A.V.,
Kotkov D.N., Semenycheva A.V., Sakharov N.V., Murashov A.A.**

*National Research Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod,
Nizhny Novgorod, Russian Federation*

gryaznov@nifti.unn.ru

Received by the Editor 2022/08/01

Unalloyed titanium VT1-0 with a record value of the ultimate tensile strength of 1350 MPa obtained using technologies of selective laser melting and rotary swaging. This value exceeds by 3 times the tensile strength of commercially pure titanium produced using conventional technologies and also exceeds the strength values of Ti-6Al-4V (grade 5) high strength titanium alloy. The reasons of the increase in the strength characteristics of titanium VT1-0 are the fine-dispersed marten site obtained due to high crystallization rates in the process of selective laser melting, and its additional refinement during the rotary swaging process. To study the thermal stability of the mechanical properties of titanium VT1-0 processed using various technologies, research of the effect of annealing temperature in the range of 100–800 °C on the ultimate tensile strength and elongation to failure were carried out. Results have shown that the dependence of the ultimate tensile strength on the annealing temperature for VT1-0 titanium samples after selective laser melting and rotary swaging has a three-stage behavior. The ultimate tensile strength decrease by 25–35% after heat treatment at 800 °C. The values of elongation to failure for VT1-0 titanium samples processed by selective laser melting and rotary swaging monotonically increase from 8–12 to 18–23% when the annealing temperature grows up to 800 °C. The possibilities of methods of selective laser melting, rotary swaging and heat treatment to control the mechanical characteristics of titanium VT1-0, which is a promising material for the manufacture of osteointegrable medical implants, are demonstrated. The combined application of the above-mentioned methods makes it possible to produce VT1-0 titanium with a given combination of strength and plastic characteristics in a wide range of values.

Keywords: unalloyed titanium VT1-0, mechanical properties, additive technology, selective laser melting, rotary swaging, heat treatment, materials for implants.

*The research was supported by Russian Science Foundation (grant No 22-19-00271).