УДК 539.424:669.295:538.951 DOI: 10.32326/1814-9146-2023-85-4-447-460

УСТАЛОСТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТИТАНОВОГО СПЛАВА Ті-6АІ-4V, ПОЛУЧЕННОГО С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕХНОЛОГИИ ПОСЛОЙНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ^{*}

© 2023 г. Грязнов М.Ю., Шотин С.В., Чувильдеев В.Н., Семенычева А.В., Берендеев Н.Н.

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

semenycheva@nifti.unn.ru

Поступила в редакцию 10.09.2023

Проведены комплексные исследования физико-механических свойств и усталостных характеристик образцов из титанового сплава Ti-6Al-4V, полученного с использованием технологии послойного лазерного сплавления и технологии горячей прокатки. Определены значения условного предела текучести и предела прочности при растяжении, удлинения после разрыва, условного предела текучести при сжатии, предела макроупругости, микротвердости, модуля Юнга и плотности исследуемых материалов. Показано, что величина предела прочности образцов, полученных методом послойного лазерного сплавления, составляет 1300 МПа и превышает на 30% соответствующее значение для образцов, полученных методом горячей прокатки. Плотность образцов, созданных в оптимальных режимах послойного лазерного сплавления, достигает 99,3% от плотности образцов, полученных горячей прокаткой. Построены кривые малоцикловой усталости для образцов титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных по технологии послойного лазерного сплавления и горячей прокатки. Проведено сравнение характера разрушения на образцах, созданных с использованием указанных технологий. Показано, что при высоких напряжениях цикла (более 900 МПа) усталостная долговечность образцов, полученных методом послойного лазерного сплавления, существенно превышает долговечность образцов, созданных методом горячей прокатки. Материал с такими свойствами может быть использован в изделиях (деталях), кратковременно работающих в условиях экстремальных перегрузок. Высокие значения прочностных характеристик связаны с тонкой игольчатой микроструктурой мартенситного типа с большим содержанием α' -фазы, которая формируется в процессе послойного лазерного сплавления вследствие высокой скорости охлаждения, которая может достигать 10⁵–10⁷ К/с. Продемонстрированы возможности метода послойного лазерного сплавления при создании перспективного титанового сплава Ti-6Al-4V для изготовления остеоинтегрируемых медицинских изделий с характеристиками, соответствующими или превышающими характеристики материала, полученного традиционным методом горячей прокатки.

^{*}Выполнено при поддержке РНФ (грант №22-19-00271).

Ключевые слова: аддитивные технологии, послойное лазерное сплавление, сплав Ti-6Al-4V, усталостные свойства, микроструктура, медицинские имплантаты.

Введение

В последние годы наблюдается большой интерес к аддитивным технологиям, в частности, к технологиям изготовления изделий методами послойного лазерного сплавления (ПЛС) из труднообрабатываемых материалов, таких как титан и титановые сплавы [1–4]. В первую очередь повышенный интерес связан с высокими требованиями к физико-механическим характеристикам готовых изделий и их конфигурационной сложности, предъявляемыми, например, в аэрокосмической отрасли [5, 6]. Технология ПЛС наиболее полно отвечает этим требованиям. С точки зрения возможностей создания геометрически сложных изделий в настоящее время мало технологий, конкурирующих с ПЛС, поскольку при использовании традиционных методов механической обработки усложнение геометрии часто приводит к существенному росту затрат ресурсов и времени [7, 8]. При этом механические свойства материалов изделий, создаваемых по технологии ПЛС, превосходят характеристики литейных материалов и не уступают характеристикам материалов, полученных с использование малованием разнообразных методов интенсивной пластической деформации [9–11].

В качестве объекта исследований выбран титановый сплав Ti-6Al-4V, который широко используется в различных отраслях промышленности, включая авиацию и энергетику, в медицине и других областях [2, 5, 8, 12]. Однако при изготовлении деталей из титанового сплава с использованием традиционных методов механической обработки материалов возникают определенные трудности, связанные с высокой твердостью, прочностью материала, а также склонностью к деформационному упрочнению и активной химической реакции с кислородом в процессе термообработки [13, 14]. В настоящее время титановый сплав Ti-6Al-4V является широко применяемым металлическим материалом в медицине [2, 13, 15, 16]. В основном он используется в восстановительной хирургии и ортопедии, в том числе для изготовления персонифицированных имплантатов и эндопротезов с применением аддитивных технологий. Использование в медицинских изделиях сплава Ti-6Al-4V, полученного методом ПЛС, налагает дополнительные требования на физико-механических характеристик, но и обеспечение высоких усталостных характеристик.

Несмотря на существенные достижения в развитии технологии ПЛС [17, 18], физико-механические характеристики титанового сплава Ti-6Al-4V требуют детального изучения. В настоящей статье проведено сравнение физико-механических свойств и усталостных характеристик материалов, полученных методом ПЛС и методом горячей прокатки.

Объект исследования

Объектами исследований являются образцы титанового сплава Ti-6Al-4V, изготовленные по технологии ПЛС из порошка фирмы TLS Technik GmbH на модернизированной установке MTT Realizer SLM 100 (ПЛС-образцы). Продольная ось цилиндрических ПЛС-образцов совпадает с осью лазерного луча (ось Z) (рис. 1).



Рис. 1. Образцы для усталостных испытаний и испытаний на растяжение, расположенные на платформе ПЛС-установки

Основные параметры ПЛС для получения образцов из порошка Ti-6Al-4V приведены в таблице 1.

Основные наражетры нате порошка ттогк чу						
Параметр	Значение					
Толщина слоя, мкм	30					
Мощность лазерного излучения, Вт	100					
Время экспозиции лазерного луча в точке, мкс	95					
Шаг смещения лазерного луча, мкм	30					
Диаметр пятна лазерного луча, мкм	60					
Расстояние между линиями штриховки, мкм	120					
Угол поворота штриховки между соседними слоями, град	90					
Температура платформы, °С	200					
Защитная среда	Аргон (99,998 об.%)					

Основные параметры ПЛС порошка Ti-6Al-4V

В качестве образцов для сравнения структуры и механических свойств использованы образцы, вырезанные из прутков титанового сплава Ti-6Al-4V в состоянии после горячей прокатки (компания Baoji Tianbo Metal Materials Co) (ГП-образцы).

Методика исследования структуры и свойств

Испытания на растяжение проведены по ГОСТ1497-84 на цилиндрических образцах III типа с диаметром и длиной рабочей части 3 и 15 мм соответственно, скорость перемещения подвижной траверсы 0,01 мм/с. Испытания на сжатие проведены по ГОСТ 25.503-97 на образцах III типа в форме цилиндра с диаметром 6 мм и высотой 9 мм. Для механических испытаний на растяжение и сжатие использована модернизированная испытательная машина 2167 Р-50. Исследование микропластических характеристик осуществлено с помощью автоматизированного комплекса для проведения релаксационных испытаний АКРИ-3.0, позволяющего определять физический предел текучести и физический предел макроупругости. Измерение микротвердости проведено на микротвердомере Struers Duramin-5 при нагрузке 200 г, плотность измерена с использованием методики гидростатического взвешивания на аналитических весах Sartorius CPA225D. Структурные исследования проведены с использованием оптического микроскопа Leica IM DRM и сканирующего электронного микроскопа Jeol JSM 6490. Элементный состав образцов определен с помощью ска-

нирующего электронного микроскопа Jeol JSM 6490 с приставкой для рентгеновского энергодисперсионного микроанализа INCA350. Измерение модуля Юнга осуществлено с использованием зондовой системы Agilent NanoIndenter G200 методом непрерывного вдавливания индентора Берковича. Усталостные испытания проведены по ГОСТ 25.502-79 на образцах круглого сечения диаметром 5 мм без надреза (концентратора). Рабочая часть усталостных образцов отполирована до шероховатости поверхности $R_a = 0,1$ мкм. Использована мягкая схема нагружения в условиях циклического растяжения-сжатия с частотой f = 3 Гц и коэффициентом асимметрии цикла напряжений $R_{\sigma} = 0,1$. Усталостные испытания проведены на сервогидравлической машине Zwick/Amsler HC25.

Результаты экспериментальных исследований

В таблице 2 приведены результаты исследования элементного состава образцов титанового сплава Ti-6Al-4V, полученного с использованием технологий ПЛС и ГП, а также требования к химическому составу в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5832-3-2020. Как видно из таблицы 2, исследованные ПЛС-образцы и ГП-образцы титанового сплава Ti-6Al-4V имеют близкие значения массовой доли содержащихся элементов, соответствующие требованиям ГОСТ Р ИСО 5832-3-2020, и могут быть использованы в сравнительных исследованиях физико-механических свойств.

Таблица 2

Технология/		Химический	Примечания		
состав	Ti	Al	V	Fe	
ПЛС	89,9	5,9	4,1	0,1	Измеренные значения
ГП	89,5 6,3		3,9 0,3		Измеренные значения
	основа	5 5-6 75	3 5-4 5	менее 0 3	Требования ГОСТ Р
	оспова	5,5 0,75	5,5 1,5	Menee 0,5	ИСО 5832-3-2020

Химический состав образцов титанового сплаваТі-6АІ-4V

Микроструктура сплава Ti-6Al-4V, полученного методами литья и обработки давлением, хорошо изучена и представляет собой глобулярную структуру ($\alpha + \beta$)-фаз [19, 20]. В настоящем исследовании в ГП-образцах наблюдаются равноосные зерна α -фазы со средним размером около 3 мкм, а также чередующиеся пластины α - и β -фаз, длина которых достигает 10 мкм (рис. $2a \ u \ e$). В ПЛС-образцах формируется игольчатая микроструктура (рис. $2\delta \ u \ e$). Растровая электронная микроскопия показана на рис. 2a, δ , ориентационные EBSD-карты на рис. 2e, e. Согласно литературным источникам [14, 21–23], для ПЛС-образцов характерной структурой является мартенситная структура α' -фазы.

Результаты исследования физико-механических свойств образцов титанового сплава Ti-6Al-4V, полученного методами ПЛС и ГП, показали (таблица 3), что прочностные характеристики ПЛС-образцов, в частности, условный предел текучести при сжатии и предел прочности при растяжении, составляют 1250 и 1300 МПа соответственно, что на 30% превосходит значения, полученные для ГП-образцов (950 и 1000 МПа соответственно). Плотность ПЛС-образцов достигает 4,40 г/см³, а ГП-образцов – 4,43 г/см³, что составляет 99,3 и 100% соответственно от теоретической плотности сплава Ti-6Al-4V марки Grade 5 (4,43 г/см³[24]).



Рис. 2. Микроструктура образцов титанового сплава, полученного по технологии ГП (a, s) и ПЛС (δ, c)

в)

Таблица З

=20 µm; Map6; Step=0.25 µm; Grid400x400

г)

Φı	изико	-механи	ческие	характе	ристики	образцов	титанового	сплава	Ti-6	Al-	4V
----	-------	---------	--------	---------	---------	----------	------------	--------	------	-----	----

	1 1	1		
Характеристика	Обозначение	Единица измерения	ПЛС-образец	ГП-образец
Условный предел текучести (при растяжении)	$\sigma_{_{0,2}}$	МПа	1170	900
Предел прочности (при растяжении)	$\sigma_{_B}$	МПа	1300	1000
Удлинение после разрыва		%	7	17
Условный предел текучести (при сжатии)	$\sigma^c_{0,2}$	МПа	1250	950
Предел макроупругости	σ_0	МПа	500	400
Микротвердость	H_{μ}	ГПа	3,8	3,2
Модуль Юнга	E	ГПа	120	115
Плотность	ρ	г/см ³	4,40	4,43

В таблице 4 приведены экспериментальные значения долговечности при соответствующих максимальных напряжениях в цикле при малоцикловой усталости для ПЛС- и ГП-образцов. Можно отметить, что ПЛС-образцы обладают достаточно высокой долговечностью при высоких уровнях максимальных напряжений в цикле (более 900 МПа). Для ПЛС-образцов наблюдается более существенное уменьшение максимального напряжения в цикле от числа циклов до разрушения по сравнению с ГП-образцами, что может свидетельствовать о более интенсивном процессе накопления усталостных повреждений.

экспериментальные данные по сопротивлению малоцикловой усталос						
ПЛС-образцы			ГП-образцы			
$σ_{max}$, ΜΠα	$N_{\rm cp}$	ΔN	σ _{max} , MΠa	$N_{\rm cp}$	ΔN	
1070	630	100	_	—	_	
990	1750	320	_	_	_	
900	4500	550	900	1500	230	
850	-	_	850	12500	1040	
800	_		800	42850	3350	
750	7200	900	750	>100000		
550	33800	4700		_	_	
450	95900	9300	_	_	_	

Экспериментальные ланн	ые по сопротивлению	малоникловой	усталости
экспериментальные дани	bie no comportabilennio	маноцинновон	Jeranoern

Таблица 4

В таблице 4 обозначено: σ_{max} – амплитуда напряжений, N_{cp} – среднее число циклов до разрушения, ΔN – стандартное отклонение среднего числа циклов до разрушения.

При максимальных напряжениях цикла (900 МПа) разрушение ПЛС-образцов носит многоочаговый усталостный характер (рис. 3). Штриховыми линиями выделены условные зоны разрушения. На рисунке показано: *а* – общий вид, где *1* – область зарождения трещины, 2 – область медленного распространения трещины, 3 – область ускоренного роста трещины, 4 – область долома; б – увеличенное изображение области зарождения трещины 1.



Рис. 3. Характерный вид поверхности разрушения ПЛС-образцов титанового сплава в условиях малоцикловой усталости при напряжении в цикле 900 МПа

Почти вся зона разрушения представляет собой область ускоренного распространения трещины, достигающей 90% площади поверхности излома (см. рис. 3*a*, область 3). Характерной особенностью разрушения ПЛС-образцов при высоких напряжениях цикла является почти полное отсутствие зоны медленного распространения трещины (см. рис. 3*a*, область 2).

Согласно [25], уменьшение напряжения цикла приводит к увеличению зоны медленного роста трещины, что наблюдается на образцах ПЛС-сплава, разрушенных при напряжении 450 МПа (рис. 4). Зона медленного роста трещины составляет около 40% от общей площади сечения (см. рис. 4*a* область 2).



Рис. 4. Характерный вид поверхности разрушения ПЛС-образцов титанового сплава в условиях малоцикловой усталости при напряжении в цикле 450 МПа

На рис. 4 обозначено: *a* – общий вид, где *l* – область зарождения трещины, *2* – область медленного роста трещины, *3* – область быстрого роста трещины, *4* – область долома; *б* – увеличенное изображение области *l* зарождения трещины.

На рис. 5 приведены изображения излома ГП-образца в условиях малоцикловой усталости при нагрузке 900 МПа (a – общий вид; δ – увеличенное изображение центральной волокнистой зоны).



Рис. 5. Характерный вид поверхности разрушения ГП-образцов титанового сплава в условиях малоцикловой усталости при максимальных напряжениях в цикле 900 МПа

Показано, что разрушение имеет вид, характерный для статического разрушения при одноосном растяжении: на фрактограммах идентифицируется центральная волокнистая зона и зона среза. Равноосная ямочная структура центральной части

свидетельствует о вязком характере разрушения. Поверхностных усталостных очагов разрушения не выявлено вследствие использования напряжений в цикле, соизмеримых с пределом текучести для данного материала ($\sigma_{max} \approx \sigma_{0.2}$).

Анализ и обсуждение результатов

Выявлено увеличение на 20–30% прочностных характеристик ПЛС-образцов по сравнению с характеристиками ГП-образцов (см. таблицу 3), связанное с уникальной микроструктурой, которая формируется вследствие высокой скорости охлаждения в процессе ПЛС и, следовательно, высокой скорости кристаллизации [26, 27]. В статьях [22, 23] увеличение значений механических характеристик ПЛС-образцов по сравнению с характеристиками образцов, полученных традиционными способами, связывают с формированием быстро закаленной структуры мартенситного типа.

Основной особенностью, выявленной в ходе экспериментальных исследований усталостных свойств, является значительное отличие усталостных свойств для ПЛСи ГП-образцов титанового сплава. Для определения характеристик усталостного разрушения в условиях малоцикловой усталости часто используется уравнение Морроу—Мэнсона [28], в котором амплитуда полной деформации ε_a представляется суммой амплитуд упругой и пластической составляющих деформаций:

$$\varepsilon_a = \frac{\sigma_f}{E} (2N)^b + \varepsilon_f (2N)^c, \qquad (1)$$

где ε_a – амплитуда полной деформации за цикл, σ_f – усталостная прочность, ε_f – усталостная вязкость, b – показатель усталостной прочности, c – показатель усталостной вязкости, 2N – число полуциклов до разрушения.

Поскольку в настоящей статье задаются асимметричные циклы нагружения при усталостных испытаниях, целесообразно использовать модифицированное уравнение (1), предложенное Смитом – Уотсоном – Топпером [29]:

$$\sigma_{\max}\varepsilon_a = \frac{\sigma_f^2}{E} (2N)^{2b} + \sigma_f \varepsilon_f (2N)^{b+c}, \qquad (2)$$

где σ_{max} – максимальное напряжение в цикле.

С учетом режима мягкого нагружения (амплитуда напряжений в цикле фиксирована) амплитуду полных деформаций связывают, как правило, с амплитудой напряжений в цикле, используя уравнение Ромберга – Осгуда [30] в форме [31]:

$$\varepsilon_a = \frac{\sigma_a}{E} + \varepsilon_{\rm lim}^p \left(\frac{\sigma_a}{\sigma_{\rm lim}}\right)^n,\tag{3}$$

где σ_a – амплитудное значение напряжения в цикле; σ_{lim} – предельное напряжение, характеризующее появление необратимых повреждений; ε_{lim}^{p} – величина пластической деформации, соответствующая уровню напряжений σ_{lim} ; n' – показатель степени упрочнения. Параметры ε_{lim}^{p} , σ_{lim} и n' определяются из диаграммы деформирования материала [31]. Традиционно в качестве σ_{lim} используется предел текучести [31] или предел пропорциональности [30, 32]. В настоящей статье в качестве параметра σ_{lim} предложено использовать предел макроупругости σ_0 , а в качестве соответствующего ему уровня пластической деформации – величину $\varepsilon_{lim}^{p} = \varepsilon_{0,001}^{p} = 10^{-5}$. С учетом указанных предположений выражение (3) можно записать в виде:

$$\varepsilon_a = \frac{\sigma_a}{E} + \varepsilon_{0,001}^p \left(\frac{\sigma_a}{\sigma_0} \right)^{n'}.$$
(4)

Таким образом, в дальнейшем анализе будет использоваться выражение (2) с учетом соотношения (4). Для образцов титанового сплава в таблице 5 приведены численные значения параметров, использованных в выражениях (2) и (4). Согласно ГОСТ 25.504-82, величина о, при отсутствии концентраторов напряжений соответствует величине $\sigma_{R}(\sigma_{f} = \sigma_{R})$. Величина амплитудного напряжения определяется выражением $\sigma_a = (1 - R)/2 \cdot \sigma_{\text{max}}$, где $R = 0, 1 - \kappa_0$ фициент асимметрии цикла.

Таблица 5

юлогия/параметры	$\sigma_f = \sigma_B$, MПa	Е, ГПа	$σ_{lim} = σ_0$, ΜΠα	$\epsilon_{lim}^p =$			

технология/параметры	$\sigma_f = \sigma_B$, MITa	$E, 1 \Pi a$	$\sigma_{\rm lim} = \sigma_0$, MIIa	$\varepsilon_{lim}^{r} = \varepsilon_{0,001}^{r}$	n
ПЛС	1300	115	500	10-5	33
ГП	1000	115	400	10-5	33

Значения параметров в выражениях (2) и (4)

В качестве свободных параметров в уравнениях (2) и (4) используются константы ε_{ℓ}, b, c . В результате процедуры поиска указанных констант на основе метода наименьших квадратов определены их численные значения, приведенные в таблице 6.

Численные значения констант в уравнениях (2) и (4)							
Технология/константы	ϵ_{f}	b	С				
ПЛС	0,0250	-0,13	-0,230				
ГП	0,0015	-0,07	-0,004				

Таблица 6

Анализ результатов в таблице 6 показывает, что наблюдаемые высокие значения усталостной вязкости є, и показателя усталостной вязкости с для ПЛС-образцов могут свидетельствовать о сильном влиянии неупругих деформаций на процесс усталостного разрушения в исследуемой области напряжений в отличие от ГП-образцов, где это влияние практически отсутствует, так как значения усталостной вязкости ϵ_{c} и показателя усталостной вязкости *c* существенно меньше и составляют $1.5 \cdot 10^{-3}$ и -4·10⁻³ соответственно, что и подтверждает введенное выше предположение о преобладающем вкладе неупругих деформаций в ПЛС-образцах.

Такой эффект хорошо известен для закаленных мартенситных сталей [33, 34]: при высоких скоростях закалки образуются мелкодисперсные частицы, которые создают высокие поля внутренних напряжений, обеспечивающих высокие статические прочностные характеристики, однако уменьшающих значения усталостной вязкости, что приводит к резкому снижению усталостной прочности при низких напряжениях. Таким образом, наличие мелкодисперной мартенситной структуры, повышающей статические и усталостные прочностные характеристики ПЛС-образцов (при высоких напряжениях в цикле), приводит к снижению усталостной прочности при низких значениях напряжений по сравнению с традиционными ГП-образцами, обладающими однородной глобулярной структурой ($\alpha + \beta$)-фаз.

На рис. 6 приведено сравнение экспериментальных усталостных свойств для ПЛС- и ГП-образцов титанового сплава и результатов моделирования. Маркерами обозначены экспериментальные значения, приведенные в таблице 4, линии соответствуют теоретической аппроксимации, построенной с помощью формул (2)-(4) с использованием коэффициентов, приведенных в таблице 5.



Рис. 6. Экспериментальные значения и расчетные кривые малоцикловой усталости для образцов титанового сплава Ti-6Al-4V, полученного по технологии ПЛС и ГП

Заключение

Приведены результаты сравнительных исследований образцов титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных с использованием технологий послойного лазерного сплавления и горячей прокатки. Показано, что использование технологии ПЛС позволяет создавать 3D-изделия с прочностными характеристиками, превосходящими характеристики материала после горячей прокатки. В частности, значение предела прочности ПЛС-образцов составляет 1300 МПа и превосходит на 30% значение предела прочности ГП-образцов. При высоких циклических напряжениях (более 900 МПа) усталостная долговечность ПЛС-образцов существенно превышает долговечность ГПобразцов.

Высокие значения прочностных характеристик могут быть связаны с тонкой игольчатой микроструктурой мартенситного типа с большим содержанием α'-фазы, которая формируется в процессе ПЛС вследствие высокой скорости кристаллизации.

Получение высоких значений усталостной прочности для ПЛС-образцов в области высоких значений напряжений в цикле (более 900 МПа) может быть использовано в изделиях (деталях), кратковременно работающих в условиях экстремальных перегрузок.

Список литературы

1. Chen D., Liu B., Xu W., Liu C. et al. The effect of process parameters on the physical and mechanical properties of Ti fabricated by selective laser melting using ball milled powders. *Optics & Laser Technology*. 2022. Vol. 156. Article No 108548. https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2022. 108548.

2. Wang L., Bentham L.-C. *Development and Application of Biomedical Titanium Alloys*. Bentham eBooks, 2018. 206 p.

3. Nguyen H.D., Pramanik A., Basak A.K. et al. A critical review on additive manufacturing of Ti-6Al-4V alloy: microstructure and mechanical properties. *Journal of Materials Research & Technology*. 2022. Vol. 18. P. 4641–4661. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.04.055.

4. Jing Y., Wang P., Yan X. Effect of process parameters and layer thickness on the quality and performance of Ti-6Al-4V fabricated by selective laser melting. *Coatings*. 2021. Vol. 11. Iss. 11. P. 1323–1337. https://doi.org/10.3390/coatings11111323.

5. Singh P., Pungotra H., Kalsi N.S. On the characteristics of titanium alloys for the aircraft applications. *Materials Today: Proceedings*. 2017. Vol. 4. Iss. 8. P. 8971–8982. https://doi.org/ 10.1016/j.matpr.2017.07.249.

6. Mukalay T.A., Trimble J.A., Mpofu K., Muvunzi R. A systematic review of process uncer-

tainty in Ti6Al4V-selective laser melting. *CIRP Journal of Manufacturing Science & Technology*. 2022. Vol. 36. P. 185–212. https://doi.org/10.1016/j.cirpj.2021.12.005.

7. Ferro C.G., Varetti S., Pasquale G.D., Maggiorea P. Lattice structured impact absorber with embedded anti-icing system for aircraft wings fabricated with additive SLM process. *Materials Today Communications*. 2018. Vol. 15. P. 185–189. https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2018.03.007.

8. Shi G., Guan C., Quan D., Wu D., Tang L., Gao T. An aerospace bracket designed by thermo-elastic topology optimization and manufactured by additive manufacturing. *Chinese Journal of Aeronautics*. 2020. Vol. 33. Iss. 4. P. 1252–1259. https://doi.org/10.1016/j.cja.2019.09.006.

9. Liu S., Shin Y.C. Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: A review. *Materials & Design*. 2019. Vol. 164. Article No 107552. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.107552.

10. Baghi A.D., Nafisi S., Hashemi R., Ebendorff-Heidepriem H., Ghomashchi R. Effective post processing of SLM fabricated Ti-6Al-4 V alloy: Machining vs thermal treatment. *Journal of Manufacturing Processes*. 2021. Vol. 68. Part A. P. 1031–1046. https://doi.org/10.1016/j.jmapro. 2021.06.035.

11. Liu J., Sun Q., Zhou C., Wang X., Li H., Guo K., Sun J. Achieving Ti6Al4V alloys with both high strength and ductility via selective laser melting. *Materials Science & Engineering: A.* 2019. Vol. 766. Article No 138319. https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138319.

12. Koju N., Niraula S., Fotovvati B. Additively manufactured porous Ti6Al4V for bone implants: a review. *Metals*. 2022. Vol. 12. Iss. 4. P. 687–772. https://doi.org/10.3390/met12040687.

13. Sasikumar Y., Indira K., Rajendran N. Surface modification methods for titanium and its alloys and their corrosion behavior in biological environment: A review. *Journal of Bio- and Tribo-Corrosion*. 2019. Vol. 5. Article No 36. https://doi.org/10.1007/s40735-019-0229-5.

14. Pal S., Finšgar M., Boncina T., Lojen G., Brajlih T., Drstvenšek I. Effect of surface powder particles and morphologies on corrosion of Ti-6Al-4 V fabricated with different energy densities in selective laser melting. *Materials & Design.* 2021. Vol. 211. No 1. Article No 110184. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110184.

15. Hoque M.E., Showva N.-N., Ahmed M. et al. Titanium and titanium alloys in dentistry: current trends, recent developments, and future prospects. *Heliyon*. 2022. Vol. 8. Article No 11300. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e11300.

16. Tshephe T.S., Akinwamide S.O., Olevsky E., Olubambi P.A. Additive manufacturing of titanium-based alloys – A review of methods, properties, challenges, and prospects. *Heliyon*. 2022. Vol. 8. Iss. 3. P. 09041-1–09041-20. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e09041.

17. Herzog D., Bartsch K., Bossen B. Productivity optimization of laser powder bed fusion by hot isostatic pressing. *Additive Manufacturing*. 2020. Vol. 36. Article No 101494. https://doi.org/ 10.1016/j.addma.2020.101494.

18. Singla A. K., Banerjee M., Sharma A. et al. Selective laser melting of Ti6Al4V alloy: Process parameters, defects and post-treatments. *Journal of Manufacturing Processes*. 2021. Vol. 64. P. 161–187. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.01.009.

19. Lunt D., Busolo T., Xu X., Quinta da Fonseca J., Preuss M. Effect of nanoscale α_2 precipitation on strain localization in a two-phase Ti-alloy. *Acta Materialia*. 2017. Vol. 129. P. 72–82. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.02.068.

20. Xu Q., Li W., Yin Y., Zhou J., Nan H. Effect of hot isostatic pressing on the cast Ti6Al4V alloy with shrinkage cavities inside: Healing behavior, microstructure evolution and tensile property. *Materials Science & Engineering: A.* 2022. Vol. 832. Article No 142496. https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142496.

21. Yang Y., Zhao M., Wang H., Zhou K. et al. Microstructure and fatigue performance of Ti6Al4V produced by laser powder bed fusion after post-heat treatment. *Applied Sciences*. 2023. Vol. 13. Iss. 3. P. 1828-1–1828-17. https://doi.org/10.3390/app13031828.

22. Cao S., Chu R., Zhou X. et al. Role of martensite decomposition in tensile properties of selective laser melted Ti-6Al-4V. *Journal of Alloys & Compounds*. 2018. Vol. 744. P. 357–363. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.111.

23. Hacisalihoglu I., Yildiz F., Celik A. The effects of build orientation and hatch spacing on mechanical properties of medical Ti-6Al-4V alloy manufactured by selective laser melting. *Materials Science & Engineering A*. 2021. Vol. 802. Article No 140649. https://doi.org/10.1016/j.msea.2020. 140649.

24. Schweitzer P.E. *Metallic Materials, Physical, Mechanical and Corrosion Properties.* New York, USA: Marcel Dekker, 2003. 710 p.

25. Шоршоров М.Х., Мещеряков В.Н. Фазовые превращения и изменения свойств сплавов титана при сварке. Атлас. М.: Наука, 1973. 159 с.

26. Fereiduni E., Ghasemi A., Elbestawi M. Selective laser melting of aluminum and titanium matrix composites: recent progress and potential applications in the aerospace industry. *Aerospace*. 2020. Vol. 7. Iss. 6. P. 77–116. https://doi.org/10.3390/aerospace7060077.

27. Li L., Liou F. Numerical investigation of thermo-mechanical field during selective laser melting process with experimental validation. *Metals*. 2021. Vol. 11. Iss. 7. P. 1003-1-1003-18. https://doi.org/10.3390/met11071003.

28. Карзов Г.П., Марголин Б.З., Швецова В.А. *Физико-механическое моделирование процессов разрушения*. СПб.: Политехника, 1993. 391 с.

29. Smith K.N., Watson P., Topper T.H. A stress-strain function for the fatigue metals. *Journal of Materials, JMLSA*. 1970. Vol. 5. No 4. P. 761–778.

30. Ramberg W., Osgood Wm.R. Description of stress-strain curves by three parameters. *NACA TN-902*. Washington. 1955. 32 p.

31. Metallic Materials and Elements for Aerospace Vehicle Structures. Department of Defense handbook. MIL-HDBK-5j. 2003. 1733 p.

32. Форрест П. Усталость металлов. М.: Машиностроение, 1968. 352 с.

33. Sierra-Soraluce A., Li G., Santofimi M.J. et al. Exploring the effect of complex hierarchic microstructure of quenched and partitioned martensitic stainless steels on their high cycle fatigue behavior. *Materials & Design*. 2023. Vol. 233. P. 112286-1–112286-14. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2023.112286.

34. Dai Y., Wang S., He Q. et. Al. Effect of microstructure on slip-induced crack initiation and early propagation of martensitic steel during high cycle fatigue. *International Journal of Fatigue*. 2023. Vol. 167. Part A. Article No 107275. https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2022.107275.

References

1. Chen D., Liu B., Xu W., Liu C. et al. The effect of process parameters on the physical and mechanical properties of Ti fabricated by selective laser melting using ball milled powders. *Optics & Laser Technology*. 2022. Vol. 156. Article No 108548. https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2022. 108548.

2. Wang L., Bentham L.-C. *Development and Application of Biomedical Titanium Alloys*. Bentham eBooks. 2018. 206 p.

3. Nguyen H.D., Pramanik A., Basak A.K. et al. A critical review on additive manufacturing of Ti-6Al-4V alloy: microstructure and mechanical properties. *J. Mater. Res. Technol.* 2022. Vol. 18. P. 4641–4661. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.04.055.

4. Jing Y., Wang P., Yan X. Effect of process parameters and layer thickness on the quality and performance of Ti-6Al-4V fabricated by selective laser melting. *Coatings*. 2021. Vol. 11. Iss. 11. P. 1323–1337. https://doi.org/10.3390/coatings11111323.

5. Singh P., Pungotra H., Kalsi N.S. On the characteristics of titanium alloys for the aircraft applications. *Materials Today: Proceedings*. 2017. Vol. 4. Iss. 8. P. 8971–8982. https://doi.org/ 10.1016/j.matpr.2017.07.249.

6. Mukalay T.A., Trimble J.A., Mpofu K., Muvunzi R. A systematic review of process uncertainty in Ti6Al4V-selective laser melting. *CIRP J. Manuf. Sci. Technol.* 2022. Vol. 36. P. 185–212. https://doi.org/10.1016/j.cirpj.2021.12.005.

7. Ferro C.G., Varetti S., Pasquale G.D., Maggiorea P. Lattice structured impact absorber with embedded anti-icing system for aircraft wings fabricated with additive SLM process. *Mater. Today Commun.* 2018. Vol. 15. P. 185–189. https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2018.03.007.

8. Shi G., Guan C., Quan D., Wu D., Tang L., Gao T. An aerospace bracket designed by thermo-elastic topology optimization and manufactured by additive manufacturing. *Chinese J. Aeronaut.* 2020. Vol. 33. Iss. 4. P. 1252–1259. https://doi.org/10.1016/j.cja.2019.09.006.

9. Liu S., Shin Y.C. Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: A review. *Mater. Des.* 2019. Vol. 164. Article No 107552. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.107552.

10. Baghi A.D., Nafisi S., Hashemi R., Ebendorff-Heidepriem H., Ghomashchi R. Effective post processing of SLM fabricated Ti-6Al-4 V alloy: Machining vs thermal treatment. *J. Manuf. Process.* 2021. Vol. 68. Part A. P. 1031–1046. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.06.035.

11. Liu J., Sun Q., Zhou C., Wang X., Li H., Guo K., Sun J. Achieving Ti6Al4V alloys with both high strength and ductility via selective laser melting. *Mater. Sci. Eng. A.* 2019. Vol. 766. Article No 138319. https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138319.

12. Koju N., Niraula S., Fotovvati B. Additively manufactured porous Ti6Al4V for bone implants: a review. *Metals*. 2022. Vol. 12. Iss. 4. P. 687–772. https://doi.org/10.3390/met12040687.

13. Sasikumar Y., Indira K., Rajendran N. Surface modification methods for titanium and its alloys and their corrosion behavior in biological environment: A review. *Journal of Bio- and Tribo-Corrosion*. 2019. Vol. 5. Article No 36. https://doi.org/10.1007/s40735-019-0229-5.

14. Pal S., Finšgar M., Boncina T., Lojen G., Brajlih T., Drstvenšek I. Effect of surface powder particles and morphologies on corrosion of Ti-6Al-4 V fabricated with different energy densities in selective laser melting. *Mater. Des.* 2021. Vol. 211. No 1. Article No 110184. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110184.

15. Hoque M.E., Showva N.-N., Ahmed M. et al. Titanium and titanium alloys in dentistry: current trends, recent developments, and future prospects. *Heliyon*. 2022. Vol. 8. Article No 11300. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e11300.

16. Tshephe T.S., Akinwamide S.O., Olevsky E., Olubambi P.A. Additive manufacturing of titanium-based alloys – A review of methods, properties, challenges, and prospects. *Heliyon*. 2022. Vol. 8. Iss. 3. P. 09041-1–09041-20. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e09041.

17. Herzog D., Bartsch K., Bossen B. Productivity optimization of laser powder bed fusion by hot isostatic pressing. *Addit. Manuf.* 2020. Vol. 36. Article No 101494. https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101494.

18. Singla A. K., Banerjee M., Sharma A. et al. Selective laser melting of Ti6Al4V alloy: Process parameters, defects and post-treatments. *J. Manuf. Processes*. 2021. Vol. 64. P. 161–187. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.01.009.

19. Lunt D., Busolo T., Xu X., Quinta da Fonseca J., Preuss M. Effect of nanoscale α_2 precipitation on strain localization in a two-phase Ti-alloy. *Acta Mater*: 2017. Vol. 129. P. 72–82. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.02.068.

20. Xu Q., Li W., Yin Y., Zhou J., Nan H. Effect of hot isostatic pressing on the cast Ti6Al4V alloy with shrinkage cavities inside: Healing behavior, microstructure evolution and tensile property. *Mater. Sci. Eng. A.* 2022. Vol. 832. Article No 142496. https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142496.

21. Yang Y., Zhao M., Wang H., Zhou K. et al. Microstructure and fatigue performance of Ti6Al4V produced by laser powder bed fusion after post-heat treatment. *Appl. Sci.* 2023. Vol. 13. Iss. 3. P. 1828-1–1828-17. https://doi.org/10.3390/app13031828.

22. Cao S., Chu R., Zhou X. et al. Role of martensite decomposition in tensile properties of selective laser melted Ti-6Al-4V. *J. Alloys & Compd.* 2018. Vol. 744. P. 357–363. https://doi.org/ 10.1016/j.jallcom.2018.02.111.

23. Hacisalihoglu I., Yildiz F., Celik A. The effects of build orientation and hatch spacing on mechanical properties of medical Ti-6Al-4V alloy manufactured by selective laser melting. *Mater. Sci. Eng. A.* 2021. Vol. 802. Article No 140649. https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140649.

24. Schweitzer P.E. *Metallic Materials, Physical, Mechanical and Corrosion Properties*. New York, USA. Marcel Dekker. 2003. 710 p.

25. Shorshorov M.Kh., Meshcheryakov V.N. *Fazovye prevrashcheniya i izmeneniya svoystv splavov titana pri svarke. Atlas* [*Phase Transformations and Changes in the Properties of Titanium Alloys During Welding. Atlas*]. Moscow. Nauka Publ. 1973. 159 p. (In Russian).

26. Fereiduni E., Ghasemi A., Elbestawi M. Selective laser melting of aluminum and titanium matrix composites: recent progress and potential applications in the aerospace industry. *Aerospace*. 2020. Vol. 7. Iss. 6. P. 77–116. https://doi.org/10.3390/aerospace7060077.

27. Li L., Liou F. Numerical investigation of thermo-mechanical field during selective laser melting process with experimental validation. *Metals*. 2021. Vol. 11. Iss. 7. P. 1003-1-1003-18. https://doi.org/10.3390/met11071003.

28. Karzov G.P., Margolin B.Z., Shvetsova V.A. Fiziko-mekhanicheskoe modelirovanie

protsessov razrusheniya [Physical and Mechanical Modeling of Fracture Processes]. Saint-Petersburg. Politekhnika Publ. 1993. 391 p. (In Russian).

29. Smith K.N., Watson P., Topper T.H. A stress-strain function for the fatigue metals. *Journal of Materials, JMLSA*. 1970. Vol. 5. No 4. P. 761–778.

30. Ramberg W., Osgood Wm.R. Description of stress-strain curves by three parameters. *NACA TN-902*. Washington. 1955. 32 p.

31. Metallic Materials and Elements for Aerospace Vehicle Structures. Department of Defense handbook. MIL-HDBK-5j. 2003. 1733 p.

32. Forrest P.G. Fatigue of Metals. Oxford. Pergamon Press Ltd. 1962. 425 p.

33. Sierra-Soraluce A., Li G., Santofimi M.J. et al. Exploring the effect of complex hierarchic microstructure of quenched and partitioned martensitic stainless steels on their high cycle fatigue behavior. *Mater. Des.* 2023. Vol. 233. P. 112286-1–112286-14. https://doi.org/10.1016/j.matdes. 2023.112286.

34. Dai Y., Wang S., He Q. et. Al. Effect of microstructure on slip-induced crack initiation and early propagation of martensitic steel during high cycle fatigue. *Int. J. Fatigue*. 2023. Vol. 167. Part A. Article No 107275. https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2022.107275.

FATIGUE CHARACTERISTICS OF Ti-6AI-4V TITANIUM ALLOY PRODUCED BY SELECTIVE LASER MELTING*

Gryaznov M.Yu., Shotin S.V., Chuvildeev V.N., Semenycheva A.V., Berendeev N.N.

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

semenycheva@nifti.unn.ru

Received by the Editor 2023/09/10

Extensive studies of the physical, mechanical and fatigue properties of Ti-6Al-4V titanium alloy samples produced selective laser melting and hot rolling technology have been carried out. For each type of samples the values of the yield strength, tensile strength, elongation to failure, yield strength under compression, microhardness, Young's modulus and density were obtained. In particular, it is shown that the strength limit of the samples produced by selective laser melting is 1300 MPa and exceeds by 30% the corresponding value for samples produced by hot rolling. The density of samples produced in optimal modes of selective laser melting reaches 99,3% of the density of samples produced by hot rolling. Low-cycle fatigue curves are got for Ti-6Al-4V titanium alloy samples produced by selective laser melting and hot rolling. A comparison of the nature of failure on samples produced by these technologies is carried out. It is shown that at high cycle stresses (more than 900 MPa), the fatigue life of samples produced by selective laser melting significantly exceeds the endurance of samples produced by hot rolling. A material with such properties can be used in products (parts) that work for a short time under extreme overload conditions. High values of strength characteristics are associated with a thin needle-like microstructure of the martensitic type with a high content of a'-phase, which is formed in the process of layered laser fusion due to the high crystallization rate, which can reach 10^{5} - 10^{7} K/s. The paper demonstrates the possibilities of the selective laser melting to creating a promising titanium alloy for the manufacture of Ti-6Al-4V osteointegrable medical devices with characteristics corresponding to or exceeding the characteristics of the material obtained by the traditional hot rolling method.

Keywords: additive technologies, selective laser melting, Ti-6Al-4V alloy, fatigue properties, microstructure, materials for implants.

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