

Электронно-микроскопическое исследование СЛС титановых образцов после циклической деформации на изгиб

И. Ежов¹, Н. Казанцева^{1,3,*}, Д. Давыдов^{1,3}, Ю. Коэмец^{1,2}, Н. Виноградова¹

¹Институт физики металлов УрО РАН им. М.Н.Михеева, Екатеринбург, Россия.

²Уральский федеральный университет им. Первого президента России Б.Н.Ельцина, Екатеринбург, Россия

³Уральский государственный университет путей сообщения, Екатеринбург, Россия

*kazantseva@imp.uran.ru

Аннотация. Титановые сплавы широко используются в различных областях промышленности: от авиакосмической до медицины. В работе представлены результаты исследования структуры после циклических испытаний на трех-точечный изгиб образцов сплава Ti-6Al-4V, полученных с помощью лазерного 3D принтера. Обнаружено, что характер разрушения материала зависит от геометрии построения и максимального напряжения при циклическом нагружении.

Ключевые слова: селективное лазерное сплавление (СЛС), Ti-6Al-4V, циклическая деформация, изгиб, разрушение, структура.

1. Введение

Титановые сплавы широко используются в различных отраслях промышленности: от космоса до медицины. Благодаря высокой биосовместимости с человеческим организмом, титановые сплавы являются наиболее известным материалом для хирургических имплантатов и инструментов [1]. Новые методы производства, включающие аддитивные технологии, позволяют получать изделия и конструкции сложной формы. В медицине, аддитивные технологии являются перспективным направлением развития персонализированной медицины, позволяющей учитывать индивидуальные особенности каждого пациента. Среди всех методов механических испытаний, наиболее важными являются исследования усталостных свойств металлических имплантатов, полученных с помощью 3D принтера. В связи с этим, такие исследования являются актуальными и представляют интерес мирового научного сообщества. В теле человека медицинские имплантаты подвергаются сложным силовым воздействиям, включающим не только сжатие или растяжение, а также различный изгиб. Селективное лазерное сплавление (СЛС), как один из методов аддитивного производства, позволяет получать готовые изделия с максимальной точностью и сложностью, а также медицинские изделия малого размера. В металлических имплантатах, полученных аддитивными методами, обнаружено, что характер усталостных разрушений зависит от дефектности образца. При этом усталостные трещины, развивающиеся с поверхности, в большей мере зависят от ее качества, чем от внутренней пористости СЛС образца [2]. Образцы сплава Ti-6Al-4V, полученные с помощью лазерного 3D принтера, имеют неравновесную мартенситную структуру и столбчатое строение, что также может оказывать влияние на усталостную прочность имплантатов [2, 3].

В представленной работе приведены результаты сканирующей электронной микроскопии деформированных образцов сплава Ti-6Al-4V, полученных с помощью селективного лазерного сплавления.

Основная цель работы: оценка характера разрушения структуры СЛС образцов сплава Ti-6Al-4V после усталостных испытаний на трех-точечный изгиб.

2. Материал и методы исследования

Образцы сплава Ti-6Al-4V были получены с помощью лазерного 3D принтера EOSINT M280, объемная скорость сканирования 5 мм³/с, толщина порошкового слоя 30 мкм. Печать образцов была выполнена в защитной атмосфере аргона [4]. Для получения образцов был

использован сферический порошок ASTM F136 Ti-6Al-4V ELI (компания TLS Technik GmbH & Co Spezialpulver KG). Образцы были получены при горизонтальном и вертикальном расположении в камере 3D принтера. Размеры образцов составили: 60×10×10 мм. Циклические испытания на трех-точечный изгиб были выполнены при комнатной температуре с помощью установки TIRA test 2750 с максимальными напряжениями $\sigma_{\max} = 700$ МПа и $\sigma_{\max} = 750$ МПа. Плотность образцов после испытаний была измерена методом Архимеда в дистиллированной воде с помощью аналитических весов OHAUS. Структурные исследования были выполнены с помощью сканирующего электронного микроскопа QUANTA-200 (FEI, Великобритания) оснащенного системой Pegasus для структурного и текстурного анализа, а также энерго-дисперсионным спектрометром EDAX для элементного анализа. В качестве эталона была выбрана плотность сплава Ti-6Al-4V ELI: 4.429 г/мм³. Химический состав порошка приведен в Таблице 1 [5].

Таблица 1. Химический состав порошка ASTM F136 Ti-6Al-4V, масс.%.

Ti	Al	V	Fe	O ₂	C	N ₂
Осн.	5.5–6.5	3.5–4.5	~ 0.25	0.13	0.08	0.03

3. Результаты и обсуждение

В Таблице 2 представлены результаты механических испытаний исследованных образцов.

Таблица 2. Измеренные плотности и механические свойства СЛС образцов сплава Ti-6Al-4V после усталостных испытаний.

Образец	Плотность, г/мм ³ ±0.02	σ_{\max} , МПа	N, число циклов
Гориз.1	4.41 / 99.5%	700	25227
Гориз.2	4.34 / 97.9%	750	97337
Вертик.1	4.36 / 98.4%	700	9667
Вертик.2	4.40 / 99.4%	750	25985

Согласно результатам работы [4], количество циклов материала при усталостных испытаниях зависит от качества его поверхности. В нашей работе все испытания были выполнены без дополнительной обработки поверхности СЛС образцов, что объясняет небольшое количество полученных при испытании циклов. При этом, как можно видеть из данных Таблицы 2, количество циклов связано с ориентацией Ti-6Al-4V образцов при их построении в камере 3D принтера и величиной максимального приложенного напряжения. Повышение максимального напряжения привело к резкому возрастанию количества циклов (Таблица 2). При этом, следует отметить, что в образцах сплава Ti-6Al-4V, полученных традиционными способами плавления, повышения величины максимального напряжения в условиях испытаний на трех-точечный изгиб приводит к снижению количества циклов [6]. Используемый в нашей работе режим печати лазерного 3D принтера позволяет получать образцы сплава Ti-6Al-4V с плотностью 99.9%, которая слабо зависит от геометрии расположения СЛС образца в камере принтера (горизонтальная или вертикальная) [4]. В нашем случае, изменение геометрии СЛС образца от горизонтального расположения к вертикальному, в условиях одного и того же приложенного максимального напряжения, приводит к изменению плотности (Таблица 2). В целом, плотность меняется от 99.5% до 98.4% при $\sigma_{\max} = 700$ МПа и от 99.4% до 97.9% при $\sigma_{\max} = 750$ МПа.

Фрактографический анализ поверхности разрушения исследованных СЛС образцов также показал различие в характере разрушения при изменении ориентации образцов и максимального приложенного напряжения (Рис. 1). Смешанное хрупко-вязкое разрушение

было обнаружено в СЛС образцах, разрушение которых произошло после ~ 25000 циклов (Рис. 1а). При этом в горизонтальном СЛС образце, который разрушился после 97337 циклов и был испытан при максимальном напряжении $\sigma_{\max} = 750$ МПа, характер разрушения вязкий. В зоне разрушения вертикального СЛС образца, выдержавшим самое малое количество циклов (9667) обнаружена структура, типичная для хрупкого разрушения (Рис. 1б).

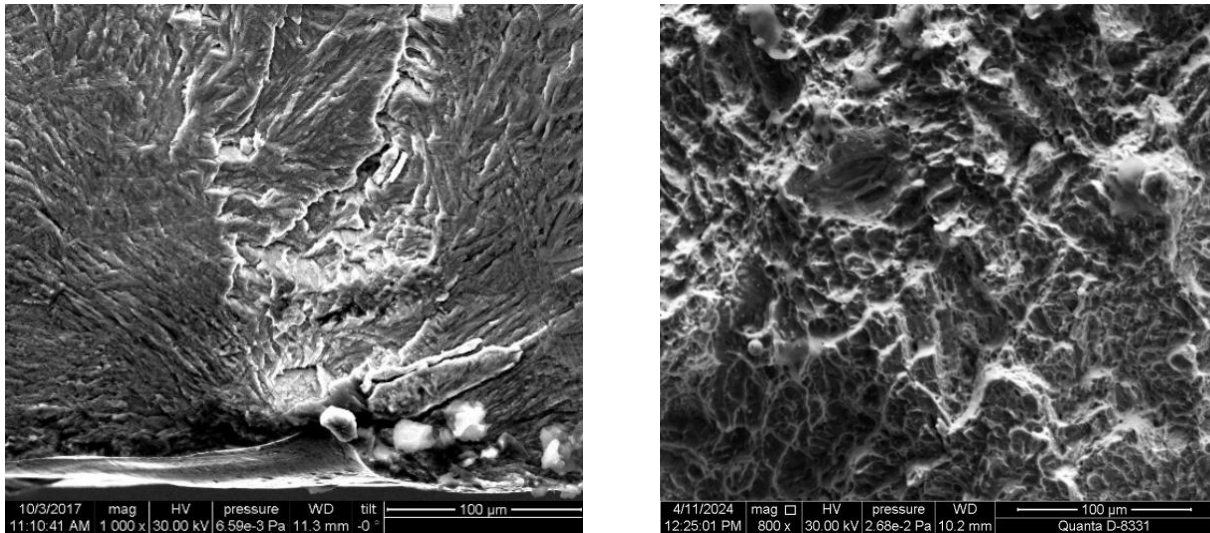


Рис. 1. Область разрушения СЛС образцов после усталостных испытаний, сканирующая электронная микроскопия: (а) – Гориз. 1; (б) – Верт. 1.

4. Заключение

В заключение можно отметить следующее:

1. В отличие от образцов сплава Ti-6Al-4V, полученных традиционными способами изготовления, в СЛС образцах повышение максимального напряжения при циклических испытаниях на трех-точечный изгиб приводит к увеличению количества циклов.

2. Изменение ориентации СЛС образца в камере 3D принтера влияет на плотность образцов в условиях циклических испытаний на изгиб. Повышение количества циклов сопровождается снижением плотности СЛС образцов.

3. Характер разрушения также зависит, как от ориентации построения СЛС образцов в камере лазерного 3D принтера так и от максимального приложенного напряжения в условиях циклических испытаний на трех-точечный изгиб, и меняется от хрупкого до вязкого.

Благодарность

Исследование выполнено при финансовой поддержке российского фонда фундаментальных исследований РФ, проект № 23-79-01244. Авторы благодарят доктора И. Ядройцева и доктора П. Крахмалева за предоставленные для исследования образцы.

5. Список литературы

- [1] M. Plecko, et al., Osseointegration and biocompatibility of different metal implants – A comparative experimental investigation in sheep, *BMC Musculoskelet. Disord.*, vol. **13**, 1, 2012, [available online]; <http://www.biomedcentral.com/1471-2474/13/32>
- [2] N.V. Kazantseva, P.V. Krakhmalev, I.A. Yadroitsava, and I.A. Yadroitsev, Laser Additive 3D Printing of Titanium Alloys: Current Status, Problems, Trends, *Physics of Metals and Metallography*, vol. **122**, 6, 2021; doi: 10.1134/S0031918X21010063

- [3] I. Yadroitsev, P. Bertrand, and I. Smurov, Strategy of manufacturing components with designed internal structure by selective laser melting of metallic powder, *Appl. Surf. Sci.*, vol. **254**(4), 980, 2007; doi: 10.1016/j.apsusc.2007.08.046
- [4] I. Yadroitsev, P. Krakhmalev, I. Yadroitsava, and A. Du Plessis, Qualification of Ti6Al4V ELI alloy produced by laser powder bed fusion for biomedical applications, *JOM*, vol. **70**, 372, 2018; doi: 10.1007/s11837-017-2655-5
- [5] ASTM F2924–14, *Standard Specification for Additive Manufacturing Titanium-6 Aluminum-4 Vanadium with Powder Bed Fusion*, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014.
- [6] J. Belan, L. Kucharikov, Three-Point Bending Fatigue Test of TiAl6V4 Titanium Alloy at Room Temperature, *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. **2019**, 11, 2019; doi: 10.1155/2019/2842416