

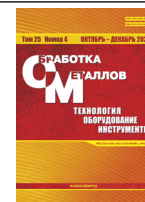
НГТУ



НЭТИ

Обработка металлов (технология • оборудование • инструменты)

Сайт журнала: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov



Модуль упругости и твердость титанового сплава, сформировавшегося в условиях электронного лучевого сплавления при 3D-печати проволокой

Василий Клименов^{1,а,*}, Евгений Колубаев^{2,б}, Цзэли Хань^{1,с}, Андрей Чумаевский^{2,д}, Эдгар Двилис^{1,е}, Ирина Стрелкова^{1,ф}, Екатерина Дробяз^{3,г}, Олег Яременко^{4,х}, Александр Куранов^{4,и}

¹ Национальный исследовательский Томский политехнический университет, пр. Ленина, 30, г. Томск, 634050, Россия

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, пр. Академический, 2/4, г. Томск, 634505, Россия

³ Новосибирский государственный технический университет, пр. К. Маркса, 20, г. Новосибирск, 630073, Россия

⁴ Общество с ограниченной ответственностью «Оптон Инжиниринг» ул. Угрешская, д. 2, стр. 53, г. Москва, 115088, Россия

^а <https://orcid.org/0000-0001-7583-0170>, klimenov@tpu.ru; ^б <https://orcid.org/0000-0001-7288-3656>, eak@ispms.tsc.ru;

^с <https://orcid.org/0000-0001-6502-6541>, hanzelizy@gmail.com; ^д <https://orcid.org/0000-0002-1983-4385>, tch7av@gmail.com;

^е <https://orcid.org/0000-0002-6853-6448>, dvilis@tpu.ru; ^ф <https://orcid.org/0000-0002-2222-2865>, strelkova@tpu.ru;

^г <https://orcid.org/0000-0002-5364-3574>, ekaterina.drobzyaz@yandex.ru; ^х <https://orcid.org/0009-0002-8193-8027>, oy@opton.ru;

^и <https://orcid.org/0009-0001-5593-9053>, ak@opton.ru

ИНФОРМАЦИЯ О СТАТЬЕ

УДК 621.791.722; 620.178; 620.186

История статьи:

Поступила: 17 июля 2023

Рецензирование: 10 августа 2023

Принята к печати: 18 сентября 2023

Доступно онлайн: 15 декабря 2023

Ключевые слова:

Электронно-лучевое сплавление проволоки
Титановые сплавы
Модуль упругости
Методы индентирования
Ультразвуковой контроль
Твердость

Финансирование

Исследование выполнено при поддержке гранта Российского научного фонда № 23-79-00066, <https://rscf.ru/project/23-79-00066/>.

Благодарности

В работе для исследований было использовано оборудование ЦКП НОИЦ НМНТ ТПУ, поддержанного проектом Минобрнауки России № 075-15-2021-710. В работе для исследований было использовано оборудование Центра коллективного пользования «Структура, механические и физические свойства материалов» Новосибирского государственного технического университета. Благодарим ведущего инженера ЛФУП ИФПМ СО РАН Никонина Сергея Юрьевича за печать образцов.

АННОТАЦИЯ

Введение. Развитие и промышленное освоение аддитивных технологий зависит от многих факторов, среди которых немаловажную роль играет производительность процесса печати и коэффициент использования материала. Поэтому интерес к применению проволоочных технологий в условиях печати все более привлекает внимание. Использование электронно-лучевых установок для этих целей является наиболее эффективным и конкурентноспособным в случае изготовления деталей из сплавов, обладающих повышенной окисляемостью (титан, нержавеющие стали и др.), так как процесс послойного сплавления происходит в вакууме. Применение для этих целей сварочной титановой проволоки типа ВТ6св представляется наиболее предпочтительным вследствие доступности и широкой номенклатуры по толщине. Однако одной из особенностей такого титанового сплава является его отличие по легирующим элементам (в меньшую сторону) в сравнении со сплавами типа ВТ6 и Ti-6Al-4V. Высокая производительность процесса печати проволокой и состав сплава ВТ6св влияют на особенность структурно-фазового состояния и свойств формирующегося сплава. Известно, что модуль упругости и твердость сплавов являются очень важными характеристиками, которые могут измеряться быстро, в том числе и с помощью методов неразрушающего контроля. **Целью работы** является исследование возможности применения различных методов измерения модуля упругости и контроля твердости для исследования образцов, напечатанных титановой проволокой ВТ6св на электронно-лучевой установке Института физики прочности и материаловедения СО РАН. **Методы исследования** образцов из титановых сплавов ВТ6св, полученных трехмерной печатью, и титановых сплавов типа ВТ1-0, ВТ6 и Ti-6Al-4V в разных структурных состояниях: металлографический анализ, исследование модуля упругости методом ультразвукового контроля, индентированием на макро- и микроуровнях, измерение твердости индентированием. **Результаты и обсуждение.** Установлено, что формирующийся при электронно-лучевой печати титановый сплав из проволоки ВТ6св имеет типичную столбчатую структуру, простирающуюся на всю высоту образца и сформировавшуюся при различных термических условиях в различных зонах при получении образца. Особенности формирования структуры обеспечивают особенности измеряемых значений модуля упругости и твердости в различных участках образца. Анализ полученных значений модуля упругости для напечатанного образца показал, что они несколько выше, чем значения модуля, полученные для сплавов в состоянии поставки типа Ti-6Al-4V, в то время как значения твердости, наоборот, оказались более низкими. Анализ данных по измерению модуля упругости методами индентирования показал, что получаемые значения при микроиндентировании более низкие, чем при макроиндентировании, которые близки к значениям, полученным с помощью ультразвука, а также к известным из других источников. Разница значений модулей упругости в различных пространственных участках напечатанного образца свидетельствует о структурно-фазовой чувствительности модуля упругости и демонстрирует возможности используемых в работе методов их измерения.

Для цитирования: Модуль упругости и твердость титанового сплава, сформировавшегося в условиях электронного лучевого сплавления при 3D-печати проволокой / В.А. Клименов, Е.А. Колубаев, Ц. Хань, А.В. Чумаевский, Э.С. Двилис, И.Л. Стрелкова, Е.А. Дробяз, О.Б. Яременко, А.Е. Куранов // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2023. – Т. 25, № 4. – С. 180–201. – DOI: 10.17212/1994-6309-2023-25.4-180-201.

*Адрес для переписки

Клименов Василий Александрович, д.т.н., профессор
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
пр. Ленина, 30,
634050, г. Томск, Россия
Тел.: +7 (3822) 701-777, e-mail: klimenov@tpu.ru

Введение

Титан и его сплавы широко используются в биомедицинской сфере благодаря хорошей биосовместимости, коррозионной стойкости и высокой удельной прочности. В случае использования титановых сплавов при изготовлении имплантатов и эндопротезов их усталостная прочность, прочность на растяжение и удлинение важны для заменителей твердых тканей, несущих нагрузку [1]. Прочность и твердость деталей, сформированных традиционными методами обработки, относительно легко контролировать, так как механические свойства изготавливаемых деталей почти такие же, как у выбранных заготовок. Однако из-за того, что, например, при фрезеровании часть материалов уходит в отходы, производство деталей с помощью процессов аддитивного производства становится все более предпочтительным для потребностей как медицины, так и других производств, использующих недешевые и труднообрабатываемые материалы [2]. В то же время многие параметры процесса аддитивного производства (мощность и скорость источника тепла, удельная мощность, режим сканирования и др.) влияют на форму и размер ванны расплава во время производственного процесса, что в свою очередь определяет термический цикл, скорость охлаждения, температурный градиент и скорость затвердевания расплавленного металла, которые влияют на формирование структуры и свойства напечатанных деталей [3].

Изучение механических свойств материала, формирующегося в условиях селективного сплавления или прямого осаждения энергии в зависимости от образующейся структуры, обусловленной термическими условиями, являлось предметом широкого круга исследований, направленных на понимание механизмов и оптимизацию процессов аддитивного производства [4–9], так как современный уровень использования аддитивных технологий (АТ) все чаще требует от свойств получаемых изделий соответствия требованиям стандартов [10]. При этом широко применялись методы как физического материаловедения, так и механических испытаний, сопровождающихся разрушением образцов. Естественно, что интерес к применению для этих целей методов неразрушающего контроля,

способных определить и измерить прочностные характеристики исследуемого материала изделия, вполне понятен.

Среди механических характеристик, которые наиболее часто измеряются методами неразрушающего контроля, следует выделить модуль упругости, измеряемый с помощью ультразвука [11–14], а также твердость и модуль упругости при индентировании, измеряемые методами индентирования [15–18]. При этом когда ультразвуковой метод применяется для контроля качества изделия, он не требует разрушения образца, однако в случае измерения модуля упругости существуют особые требования к размерам образца, обусловленные физикой процесса и размерами датчиков. Поэтому реально обсуждать в плане перспективы применения неразрушающего метода можно только методы индентирования. Сравнение же результатов измерения модуля методами индентирования и ультразвука очень полезно и информативно [19]. ГОСТ Р 8.748–2011 определяет требования к нагрузке при индентировании с учетом масштабных уровней (макро- и микро-), но вопросы, связанные с обсуждением получаемых результатов при индентировании на различных масштабных уровнях, по-прежнему требуют тщательного обсуждения и сравнения [20].

Следует отметить, что модуль упругости является ключевым параметром в инженерном проектировании и разработке материалов. Ранее модуль нормальной упругости для чистых металлов считался структурно малочувствительной характеристикой [21]. Однако в современных исследованиях было обнаружено, что при переходе чистых металлов от крупнокристаллического к нанокристаллическому состоянию происходит изменение значений модуля [22, 23]. Для титановых сплавов, большинство которых относится к двухфазным материалам, вопросы стабильности значений модуля упругости после различных видов термической обработки также важны [24], и по результатам многочисленных исследований, например, для титанового сплава типа ВТ6 (Ti-6Al-4V) значение модуля упругости может варьироваться в диапазоне от 90 до 145 ГПа [24]. В целом многими исследованиями показано, что значения модуля упругости зависят от ряда факторов, таких как структура, однородность структуры, размеры образца и размеры измеряемой зоны.

Для титановых сплавов, применяемых в медицине, модуль упругости является важной характеристикой, от которой зависит биомеханическая совместимость материала имплантата или эндопротеза. Снижение значения этого показателя до значений модуля костной ткани достигается методами дополнительного легирования используемых сплавов, что приводит к серьезным структурным и фазовым изменениям [25, 26]. Контроль значений модуля упругости сплавов, особенно на стадии отработки технологии, очевидно важен и необходим.

Титановые сплавы, используемые в АТ, как уже отмечалось выше, подвергаются специфическим воздействиям, которые приводят к формированию в сплаве неоднородных и анизотропных структур и фаз. В случае селективного сплавления порошковых сплавов титана лазером или электронным лучом удается выращивать изделия с необходимыми характеристиками [27]. При решении задач повышения экономической эффективности аддитивного производства, например, повышение производительности процесса печати за счет применения проволоки сопряжено со сложностями управления термическими режимами. Это значит, что и сплав формируется с особым структурно-фазовым состоянием [28, 29]. Как показывает анализ литературы, посвященной титановым сплавам, сформировавшимся в условиях АТ, данные о модуле упругости получались при обработке кривых деформации при растяжении или сжатии либо методами наноиндентирования [29] и в меньшей степени – с применением ультразвука [30]. В то же время в случае исследования сплавов сложного фазового и структурного состояния предлагается использовать одновременно несколько методов для измерения модуля упругости [31].

В последнее время все большее применение для измерения модуля на реальных объектах находит метод индентирования, который помимо модуля упругости позволяет получить и другие прочностные характеристики, такие как предел прочности, предел текучести, трещиностойкость и др. [32, 33]. В настоящей работе проводятся исследования модуля упругости и твердости с применением ультразвукового контроля и методов макро- и микроиндентирования испытываемых пластин из титанового сплава типа ВТ6св, напечатанных электронным лучевым сплавлением

проволоки, в сравнении со свойствами титановых сплавов типа ВТ1-0, ВТ6 и Ti-6Al-4V, полученных традиционными технологиями. Взаимное обсуждение результатов измерений модулей упругости, получаемых различными методами, и значений твердости на макро- и микроуровнях позволит углубить представление о зависимости значений модулей упругости от структурно-фазовых состояний титановых сплавов, сформированных в условиях АТ.

Методика исследований

Материал

Объектом исследований служил титановый сплав, сформировавшийся при послойном сплавлении титанового сплава ВТ6св из проволоки диаметром 1,6 мм. Химический состав проволоки ВТ6св соответствовал ГОСТ 27265–87 (ГОСТ на сварочную проволоку), он отличается от сплава ВТ6 тем, что содержание легирующих элементов соответствует нижнему пределу значений легирования. Исследовали также титановые сплавы типа ВТ1-0 (технически чистый титан Grade 2), ВТ6 и Ti-6Al-4V из листов проката. Химический состав исследуемых сплавов ВТ1-0 и ВТ6 соответствовал ГОСТ 19807–91, а сплава Ti-6Al-4V – национальному стандарту КНР GB/T 3620.1–2016. Химический состав исследуемых сплавов представлен в табл. 1.

Образцы были получены на лабораторной установке электронно-лучевого аддитивного производства, разработанной в ИФПМ СО РАН [34]. Процесс формирования образцов осуществлялся путем сплавления титановой проволоки ВТ6св диаметром 1,6 мм в условиях вакуума при давлении $10^{-3} \dots 10^{-2}$ Па. В качестве подложки использовались пластины $150 \times 60 \times 2,5$ мм³ из ВТ1-0. Подложка размещалась на защитной подкладке из нержавеющей стали ($160 \times 60 \times 5$ мм³) и все вместе крепилось к охлаждаемому трехкоординатному рабочему столу с помощью металлических прижимов. Стол имел жидкостное охлаждение, в процессе печати температура стола поддерживалась на уровне 13–15 °С. Для снижения тепловложения после 20-го слоя ток пучка уменьшался с 55 до 40 мА. С помощью САД-программы осуществлялась печать образцов в виде пластин размерами $100 \times 60 \times 8$ мм³. Вид пластины представлен на рис. 1, а. После печати

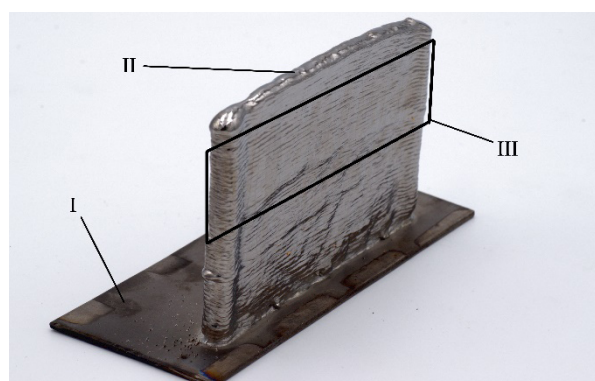
Химический состав исследуемых титановых сплавов
Chemical composition of titanium alloys

Материал, обозначения марок / Alloys	Ti	Al	V	Zr	Si	Fe	O	H	N	C	Сумма прочих примесей / Impurities
BT1-0 VT1-0 (Grade2)*	Основа / Base	—	—	—	0,10	0,25	0,20	0,010	0,04	0,07	0,10
BT6* VT6*	Основа / Base	5,3–6,8	3,5–5,3	0,30	0,10	0,60	0,20	0,015	0,05	0,10	0,30
Ti-6Al-4V**	Основа / Base	5,5–6,75	3,5–4,5	—	—	0,3	0,20	0,015	0,05	0,08	0,4
BT6св*** VT6sv***	Основа / Base	3,5–4,5	2,5–3,5	—	0,10	0,15	0,12	0,003	0,04	0,50	0,30

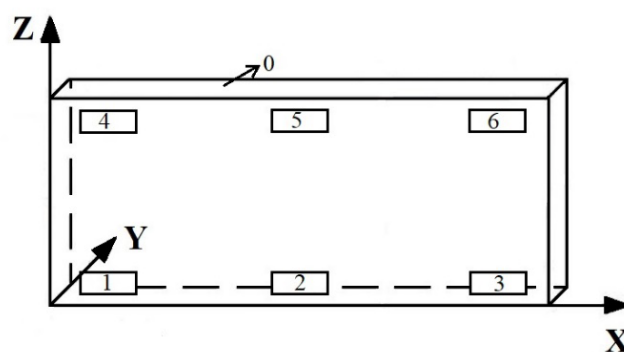
* ГОСТ 19807–91

** GB/T 3620.1–2016

*** ГОСТ 27265–87



а



б

Рис. 1. Общий вид образца, получаемого после печати (а):

I – подложка (BT1-0); II – выращенная пластина; III – вырезанная зона для испытания; схема участков измерений индентированием (б): 0 – измеренная плоскость XY; 1–6 – зоны измерения в плоскости XZ

Fig. 1. General view of 3D printed specimen (a):

I – VT1-0 substrate; II – wire-feed EBAM plate; III – cut area for testing; indentation measurement segments (b): 0 – in XY plane; 1–6 – in XZ plane

полученные пластины подвергались фрезерной обработке и шлифованию для ультразвукового контроля, индентирования и измерения твердости на участках, представленных на рис. 1, б, размерами $89 \times 39 \times 3$ мм³.

Измерение модуля упругости ультразвуком

Для измерения модуля упругости ультразвуком и индентированием, измерения твердости и металлографических исследований готовились

образцы с помощью электроискровой вырезки из различных участков пластины в соответствии с требованиями к размерам образцов для перечисленных видов измерений.

В случае измерения модуля упругости с помощью ультразвукового метода на универсальном ультразвуковом толщиномере Olympus 38DL PLUS (рис. 2, а) требования к размерам образцов определяются размерами датчика поперечной волны (модель V156, 5 МГц) и разме-

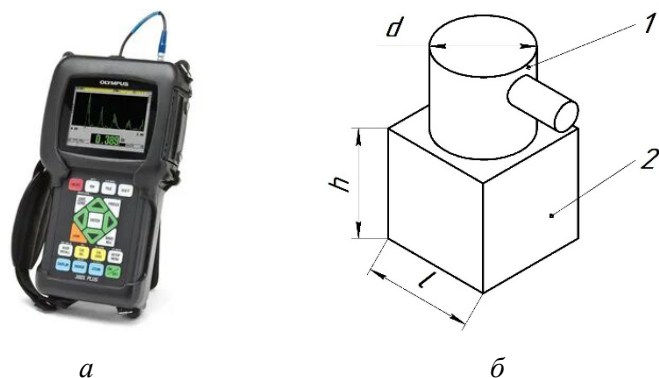


Рис. 2. Общий вид ультразвукового устройства Olympus 38DL PLUS (а) и схема ультразвуковых измерений (б):

1 – датчик; 2 – измеряемый образец

Fig. 2. Photograph of ultrasonic thickness gauge 38DL PLUS (a); schematic ultrasonic gauging (b):

1 – probe; 2 – specimen

рами датчика продольной волны (модель V112, 10 МГц). Высота измеряемого образца должна быть больше диаметра датчика, измеряющего поперечную и продольную скорость распространения ультразвука (рис. 2, б).

Среднее значение было получено из 10 измерений для каждого образца. Скорость волны получают путем измерения толщины испытуемого образца и времени распространения волны в нем. Коэффициент Пуассона и модуль упругости E рассчитываются следующим образом:

$$\nu = \frac{1 - 2(V_T / V_L)^2}{2 - 2(V_T / V_L)^2}; \quad (1)$$

$$E = \frac{V_L^2 \rho (1 + \nu) (1 - 2\nu)}{1 - \nu}, \quad (2)$$

где ν – коэффициент Пуассона; V_T – поперечная акустическая скорость; V_L – продольная акустическая скорость, равная удвоенной толщине, деленной на время прохождения туда и обратно; ρ – плотность.

Конкретный метод расчета модуля упругости применяется в соответствии со стандартом ASTM E494-15 [35].

Измерение модуля упругости при индентировании

Индентирование на макроуровне

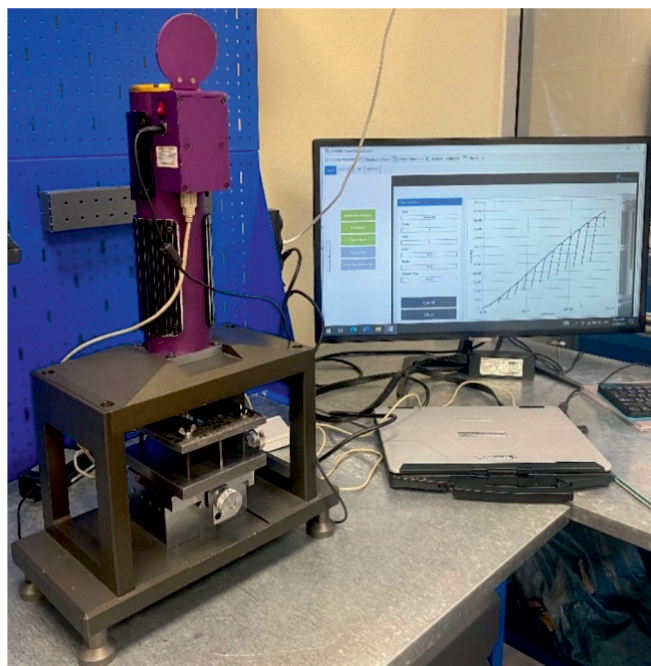
Измерение модуля упругости при индентировании титанового сплава, сформировавшегося при 3D-печати пластины, представленной на

рис. 1, осуществлялось методом индентирования с помощью установки экспресс-диагностики материалов AIS 3000HD (FRONTICS, Корея) [32, 33, 36], приведенной на рис. 3, а, б. Схема индентирования сферическим наконечником диаметром 0,5 мм и вид отпечатков представлены на рис. 3, в, г.

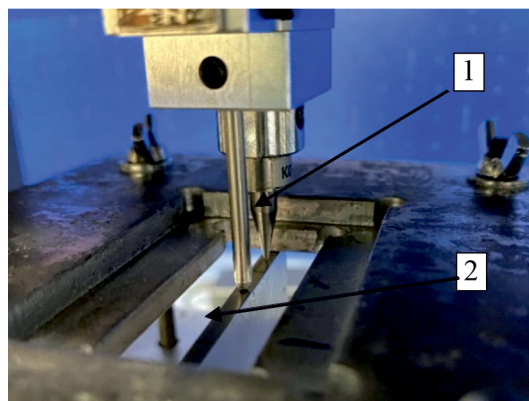
Принцип действия установки основан на внедрении индентора в объект контроля под действием плавно возрастающей нагрузки и последующих периодических частичных разгрузок с последующим их полным снятием при достижении заданной максимальной глубины внедрения. Встроенное программное обеспечение (ПО) предназначено для управления работой установки и визуального отображения параметров контроля (нагрузки, глубины, скорости нагружения). Внешнее ПО установлено на персональном компьютере и предназначено для управления работой установки, а также для визуального отображения, хранения, передачи и статистической обработки результатов измерений. Внешнее ПО позволяет определить механические характеристики материала (модуль упругости, твердость, остаточное напряжение, прочность на растяжение и трещиностойкость (вязкость разрушения) по зависимости изменения нагрузки от глубины вдавливания.

Измерение нагрузки на инденторе проводится с помощью тензодатчика. Глубина вдавливания определяется с помощью датчика перемещений. В основе принципа работы системы лежит метод инструментального индентирования – вдавливание в исследуемый материал наконечника (индентора), соответствующего требованиям как ГОСТ Р 8.748–2011 [17], так и ASTM E2546-15 [15]. Суть метода инструментального индентирования заключается в определении зависимости усилия на инденторе (усилия вдавливания) от глубины вдавливания (глубины проникновения индентора в материал) на различных глубинах вдавливания при постепенном возрастании усилия. Измерения можно проводить не только на образцах, но и на целых изделиях.

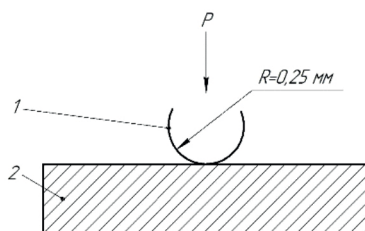
Вдавливание производилось сферическим индентором из твердого вольфрамокобальтового сплава (ВК5) с радиусом сферы 250 мкм. Нагрузка индентирования – примерно 600 Н. Каждое испытание индентированием состояло



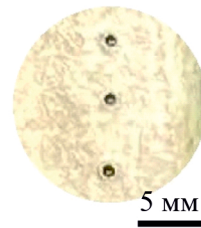
a



б



в



г

Рис. 3. Общий вид устройства AIS 3000HD (а), узел индентирования (б):

1 – индентор; 2 – измеряемый образец; схема индентирования (в): 1 – индентор со сферическим наконечником диаметром 0,5 мм; 2 – измеряемый образец; изображение отпечатков (г)

Fig. 3. General view of the AIS3000 HD (a); indentation assembly (б):

1 – Vickers indenter (Dia. 0.5/1.0 mm); 2 – specimen; schematic indentation (в): 1 – rounded tip; 2 – specimen; points of indentation (г)

из 15 последовательных циклов «нагрузка – частичная разгрузка» со скоростью нагружения 0,3 мм/мин. Кривые «нагрузка – глубина» непрерывно получались во время вдавливания и преобразовывались в кривые «истинное напряжение – истинная деформация». Все испытания на вдавливание проводились при комнатной температуре.

Модуль упругости определяется по контактной жесткости S (наклон касательной к диаграмме разгрузки при снятии усилия F , как показано на рис. 4). Начальный прямолинейный участок на кривой разгрузки отражает упругое восстановление материала. Кривая разгрузки может быть выражена в степенном соотношении следующим образом:

$$F = k(h - h_f)^m, \quad (3)$$

где m и k – постоянные корреляции;

$$\begin{aligned} S &= \left(\frac{dF}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = km(h_{\max} - h_f)^{m-1} = \\ &= \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c}; \end{aligned} \quad (4)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}, \quad (5)$$

где ν и ν_i – коэффициент Пуассона материала и индентора соответственно; E_i – модуль упругости головки индентора; E_r – приведенный модуль упругости:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} S \frac{1}{\sqrt{A_c}}, \quad (6)$$

где A_c – действительная площадь контакта индентора при вдавливании сферического индентора в материал с учетом высоты пластического наплыва h_{pile} и глубины упругого контакта h_d . Действительная площадь контакта A_c определяется с учетом фактического контактного радиуса a и является функцией глубины контакта индентора и испытываемого материала h_c :

$$A_c = f(h_c). \quad (7)$$

Контактная глубина при текущем усилии вдавливания может быть оценена путем анализа кривой разгрузки (рис. 4) с использованием представления о геометрии индентора, упругой

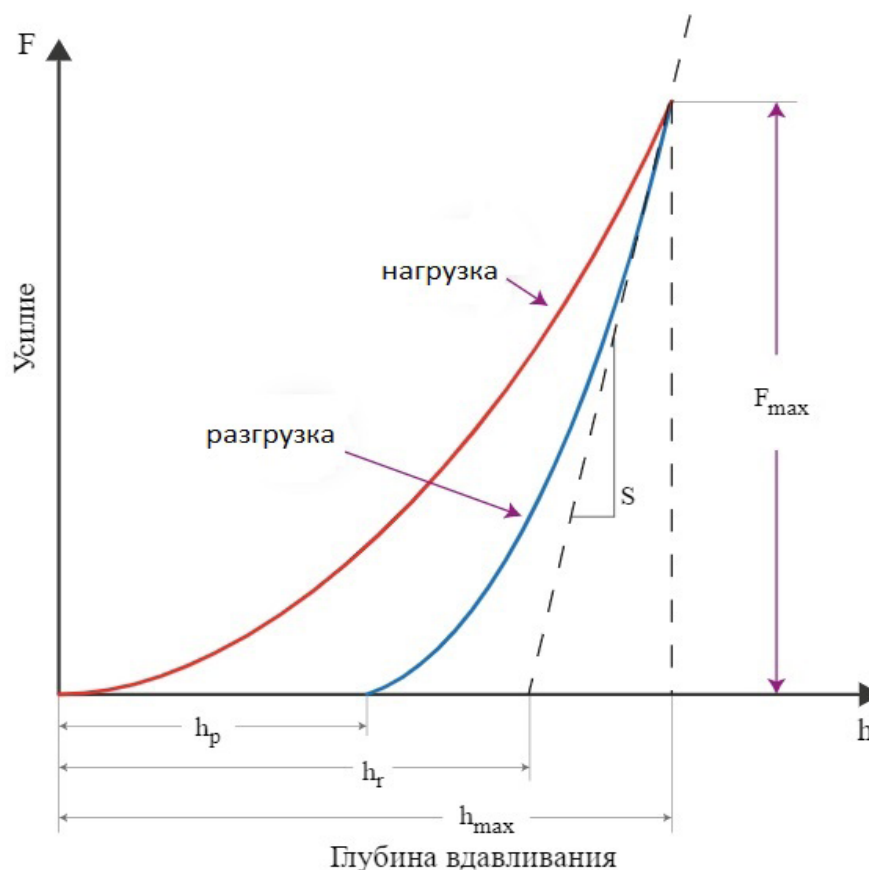


Рис. 4. Кривые «нагрузка – разгрузка» при единичном цикле

Fig. 4. Schematic “loading/unloading” curves of indentation for a single cycle

деформации и морфологии деформированной поверхности исследуемого материала.

На рис. 4 и 5 введены следующие обозначения:

$F_{\max}$ – максимальное усилие при испытании (усилие вдавливания);

h_p – остаточная глубина отпечатка после снятия с образца для испытаний усилия $F_{\max}$;

h_r – пересечение касательной к кривой разгрузки при $F_{\max}$ с осью перемещений;

$h_{\max}$ – максимальная глубина вдавливания при $F_{\max}$;

h_c – глубина контакта вдавливаемого наконечника (индентора) и образца для испытаний при $F_{\max}$;

h_{pile}^* – высота пластического наплыва;

h_d – глубина упругого контакта (прогиба);

R – радиус сферического наконечника (индентора);

a – фактический контактный радиус;

a^* – контактный радиус без наплыва.

Таким образом, получаем

$$h_c = h_c^* + h_{pile}^* = h_{\max} - h_d + h_{pile}^*; \quad (8)$$

$$h_d = \omega(h_{\max} - h_r) = 0,75F_{\max} / S, \quad (9)$$

где ω – показатель формы индентора – 0,75 для сферического индентора.

Отсюда

$$h_c^* + h_{pile}^* = h_{\max} - (0,75F_{\max} / S) + h_{pile}^*; \quad (10)$$

$$\frac{h_{pile}^*}{h_c^*} = f\left(n_{IT}, \frac{h_{\max}}{R}\right). \quad (11)$$

Степень пластического наплыва может быть выражена через постоянную c и связана с показателем деформационного упрочнения материала n следующим эмпирическим соотношением:

$$c^2 = \frac{a^2}{a^{*2}} = \frac{5(2-n)}{2(4+n)}, \quad (12)$$

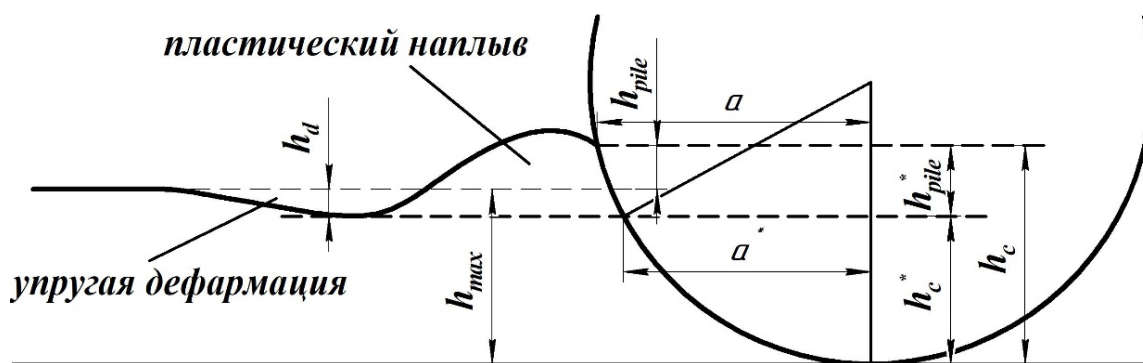


Рис. 5. Морфология деформированной поверхности материала

Fig. 5. Morphology of deformed surface of the material

где a – фактический контактный радиус; a^* – контактный радиус без наплыва.

Исходя из геометрии сферического индентора, реальный контактный радиус выражается через h_c и радиус индентора R как

$$a^2 = \frac{5(2-n)}{2(4+n)} (2Rh_c^* - h_c^{*2}). \quad (13)$$

Определяем действительную площадь контакта A_c по действительной глубине контакта h_c , соотнесенной с h_{pile}^* и h_c^* :

$$A_c = \pi (2Rh_c - h_c^2). \quad (14)$$

Индентирование на микроуровне

Модуль упругости и микротвердость образцов были протестированы на микротвердомере DUN-211S (Shimadzu, Япония) с индентором Берковича, представленном на рис. 6 (угол α равен $65,03^\circ$), максимальная нагрузка 2000 мН.

Модуль упругости при индентировании определяется по формуле (5), где коэффициент Пуассона для алмаза – 0,07, модуль упругости для алмаза – $1,14 \cdot 10^6$ Н/мм². В данном случае приведенный модуль упругости в области индентирования E_r определится следующим образом:

$$E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A_p}}, \quad (15)$$

где A_p – площадь поперечного сечения контактной поверхности между наконечником и испытуемым образцом, определяемая по кривой нагружения на F – h -диаграмме и функции площади наконечника; для наконечника Берковича A_p определяется по следующему формуле:

$$\sqrt{A_p} = 4,896h_c. \quad (16)$$

В приборе реализована система непрерывного измерения жесткости материала одновременно с данными по нагрузке и смещению как непрерывной функции глубины проникновения индентора. В результате значения твердости при индентировании и модуля упругости при индентировании вычисляются в каждой точке данных, регистрируемых в процессе эксперимента.

Измерение микротвердости

Твердость измерялась на универсальном микротвердомере Durascan-10 (компания EMCO TEST, Австрия), параметры испытаний: нагрузка – 100 г, время непрерывного нагружения – 3 с. Измерение в плоскости XZ проводилось с левой стороны в зоне «0» (см. рис. 1, б).

Микроструктура и элементный анализ

Подготовка образцов для металлографических исследований и элементного анализа осуществлялась путем их вырезки из различных участков напечатанной пластины и последующей шлифовки поверхностей с использованием наждачной бумаги с последовательно уменьшаемой величиной зерна абразива. Финишную полировку проводили с помощью алмазной пасты.

Травление образцов для металлографических исследований после полировки осуществлялось с помощью реактива Kroll, состоящего из 10 мл HNO_3 , 3 мл HF и 87 мл H_2O . Анализ микроструктуры образцов выполнялся на оптическом микроскопе Axio Observer A1m.

Элементный анализ проводился на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss EVO50 XVP, оснащенный энергодисперсионным детектором Oxford Instruments INCA X-ACT. Анализ выполнялся в двух плоскостях с шагами 0,25 мкм.

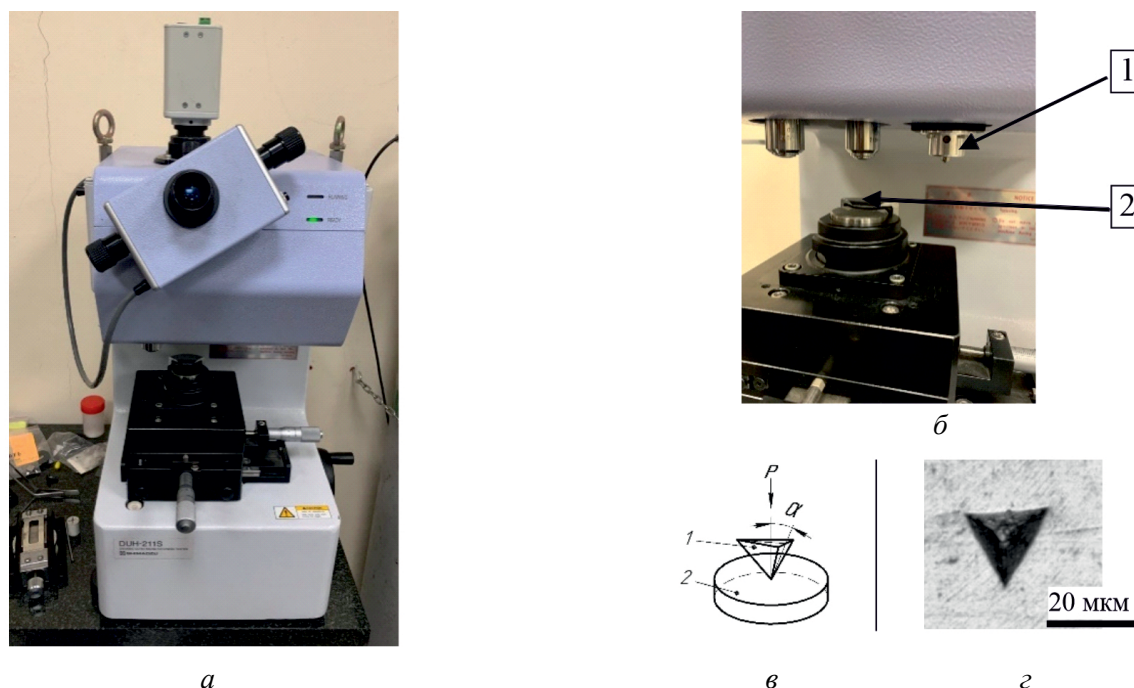


Рис. 6. Общий вид устройства микротвердомера DUH-211S (а); блок индентирования (б): 1 – зондовая система измерения; 2 – измеряемый образец; схема нагружения образца (в): 1 – индентор Берковича; 2 – измеряемый образец; вид отпечатка (г)

Fig. 6. General view of a DUH-211S Dynamic Ultra Microhardness Tester (a); test section (б): 1 – probe; 2 – specimen; schematic loading (в): 1 – Berkovich indenter; 2 – specimen; point of indentation (г)

Результаты и их обсуждение

Структура и элементный состав

Особенностями структуры материалов, формирующихся в условиях как селективного сплавления металлических порошковых материалов, так и прямого сплавления проволок, являются гетерогенность и анизотропия строения и свойств [28], обусловленные послойным сплавлением и чередующимися в различных направлениях воздействиями высокоэнергетического электронного луча. Хорошо известно, что характерные значения скоростей охлаждения для большинства традиционных методов литья могут находиться в диапазоне значений от нескольких десятков до 1000 К/с, при этом происходят существенные изменения в структуре и свойствах формирующегося материала. В аддитивных же технологиях скорости охлаждения расплава могут находиться в диапазоне очень высоких значений от 10^3 до 10^8 К/с, кроме того, и температурные градиенты в различных участках тоже могут достигать высоких значений – до 10^6 К/см [37]. Наиболее часто особенности структуры и их влияние на свойства титановых сплавов оценива-

лись с помощью методов металлографии и механических испытаний на твердость и прочность, в основном при растяжении для образцов, получаемых селективным сплавлением [38, 39]. При печати проволокой, когда толщина сплавленного слоя значительно больше, чем при селективном сплавлении порошка, термические условия соответствуют более низким значениям скоростей охлаждения, что подтверждается особенностями столбчатой структуры, формирующейся в направлении выращивания образца (рис. 7, а), и поперечным срезом столбчатых кристаллов в виде многоугольников с диагоналями размерами от 1 до 2 мм в плоскости сканирования луча (рис. 7, б). Характер изменения значений микротвердости в представленных плоскостях говорит и о неоднородностях структуры в формирующихся зернах (рис. 7, в).

Соответственно вычисленные средние значения микротвердости для треков в плоскостях XZ и XY отличаются и составляют 334 ± 14 HV0.1 и 304 ± 16 HV0.1. Анализ кривых распределения основных элементов сплава в весовых процентах, полученных для плоскостей XZ и XY в произвольных участках образца, не демонстри-

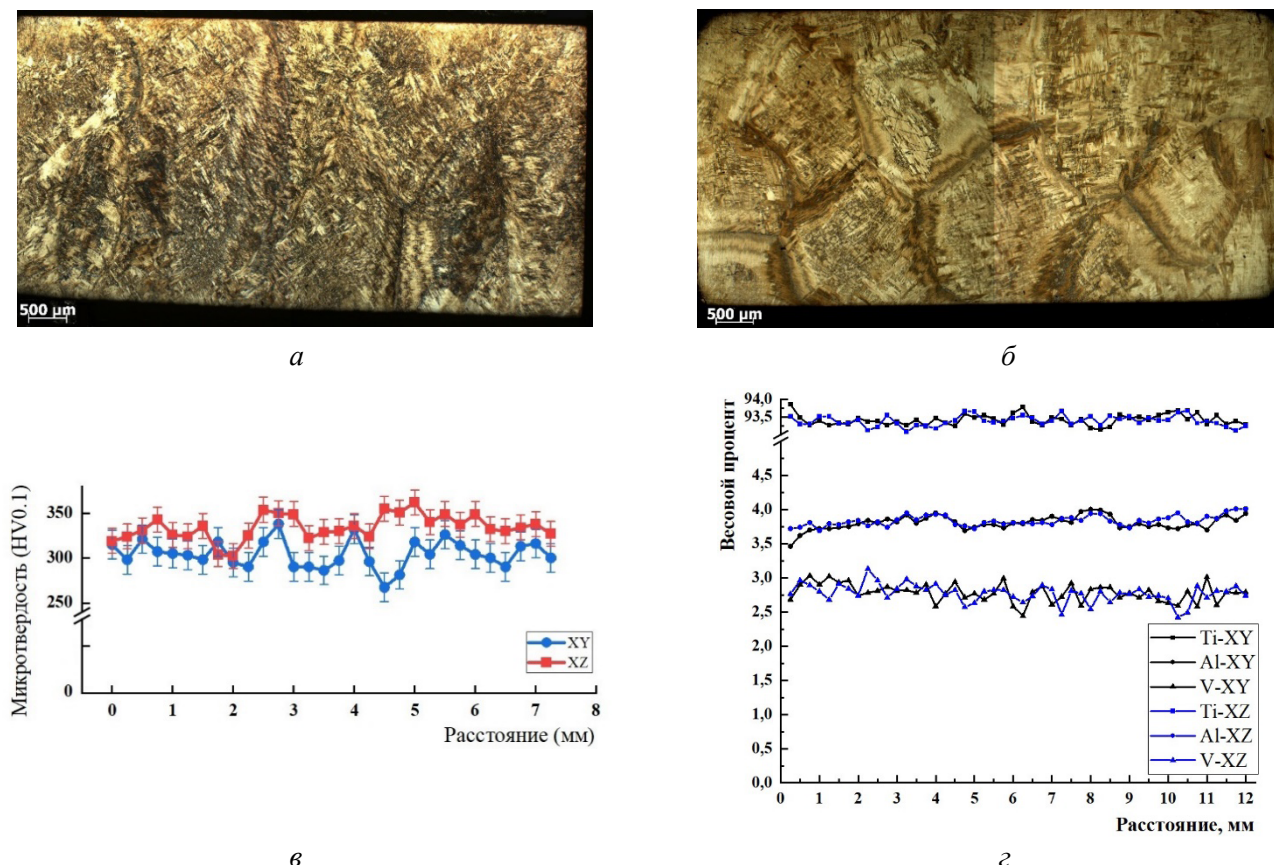


Рис. 7. Микроструктура образца в плоскости XZ (а) и в плоскости XY (б) с соответствующими распределениями значений микротвердости (в) и результатами элементного анализа (г) в двух поверхностях, XZ и XY

Fig. 7. SEM images with EDX analysis in XZ (a) and XY (б) planes; microhardness distribution (в); elemental analysis (г)

рует таких значительных изменений, как это получается при анализе распределения значений микротвердости (рис. 7, г), что больше говорит об определяющей структурной неоднородности, чем о фазовой неоднородности.

Измерение ультразвуком модуля упругости и коэффициента Пуассона

Результаты измерений методом ультразвука модуля упругости и коэффициента Пуассона образцов, подготовленных из сплавов (см. табл. 1), приведены в табл. 2.

Анализ более ранних литературных данных о значениях модулей упругости для технически чистого титанового сплава и сплавов титана, легированных алюминием и ванадием [40], показывает, что значения модулей упругостей для литого состояния сплавов составляли соответственно 92 и 108 ГПа при значениях твердости 160 и 294 HV. При этом справедливо отмечалась чувствительность модуля упругости к фазово-

му составу и кристаллической структуре. Формирование структуры и свойств таких образцов было исследовано ранее и подробно изложено в работах [34, 41]. Структура имеет пластинчатый вид и состоит из колоний ($\alpha + \beta$)-фаз разной длины и ширины. Ламели β -фаз меньше по размеру и располагаются между пластинами α -фазы (рис. 7, а, б). Очень важно, что присутствие β -фазы приводит к увеличению твердости даже при наличии в структуре легированного сплава мартенситной фазы α' , что свидетельствует о преобладающей роли твердорастворного упрочнения. При этом значение модуля упругости уменьшается при увеличении доли β -фазы [42]. Сравнение данных для легированных титановых сплавов с данными для технически чистого титанового сплава является очень важным, так как последний демонстрирует гомогенную микроструктуру в отличие от двухфазного строения легированных сплавов [43]. В современных

Определение упругих характеристик с помощью прибора Olympus 38DL PLUS

Elastic properties determined by the 38DL PLUS

Материалы → Характеристики ↓ / Alloys → Properties ↓	BT1-0* / VT1-0	BT6* / VT6	Ti-6Al-4V*	BT6св (напечатанный) / 3D printed VT6sv
Модуль упругости E , ГПа / Elastic modulus E , GPa	109 ± 1	120 ± 1	130 ± 1	131 ± 1
Коэффициент Пуассона, ν / Poisson's ratio, ν	$0,33 \pm 0,03$	$0,32 \pm 0,03$	$0,31 \pm 0,03$	$0,27 \pm 0,03$

*Анализируемые сплавы BT1-0, BT6 и Ti-6Al-4V находились в состоянии после прокатки / As-rolled alloys.

работах значение модуля из справочных данных для чистого титанового сплава и сплавов системы Ti-6Al-4V в литом или прокатанном состоянии приводятся соответственно на уровне 100–110 ГПа [43] и 120–125 ГПа при твердости легированного сплава порядка 400–420 HV [27]. В то же время измеренные ультразвуковым методом модули упругости сплавов в исходном состоянии для технически чистого сплава титана, приведенные в работе [43], составили 120 ГПа.

В целом представленные в табл. 2 данные для измеренных значений модулей упругости исследуемых титановых сплавов BT1-0 и BT6 хорошо согласуются с данными, приведенными в работах [27, 43], а данные, полученные для зарубежного сплава и напечатанного из сварочной титановой проволоки, демонстрируют их отличие вследствие, очевидно, существенного различия в структурно-фазовом состоянии.

Измерение упругих характеристик титановых сплавов, полученных по традиционным технологиям и напечатанных по АТ, методами индентирования [19, 22, 33, 36, 43] и наноиндентирования [27] более распространено, чем измерение методами ультразвука [19, 43].

Измерение модулей упругости индентированием на макроуровне и измерение микротвердости

Глубина отпечатков при инструментальных испытаниях индентированием составляет около 150 мкм, диаметр каждого отпечатка был в пределах 0,5 мм (см. рис. 3, з), что не нарушает целостности материала образца и не изменяет его физических свойств. Размеры вовлекаемого

в измерения материала при этом превышают те, которые анализируются при наноиндентировании, больше чем на порядок и соизмеримы с размерами зерен. Модуль упругости определяется на основе анализа кривых нагрузки и разгрузки, строящихся по описанной выше методике и представленных на рис. 8. При вдавливании в материал под индентором создаются условия напряжения и соответствующей ему деформации.

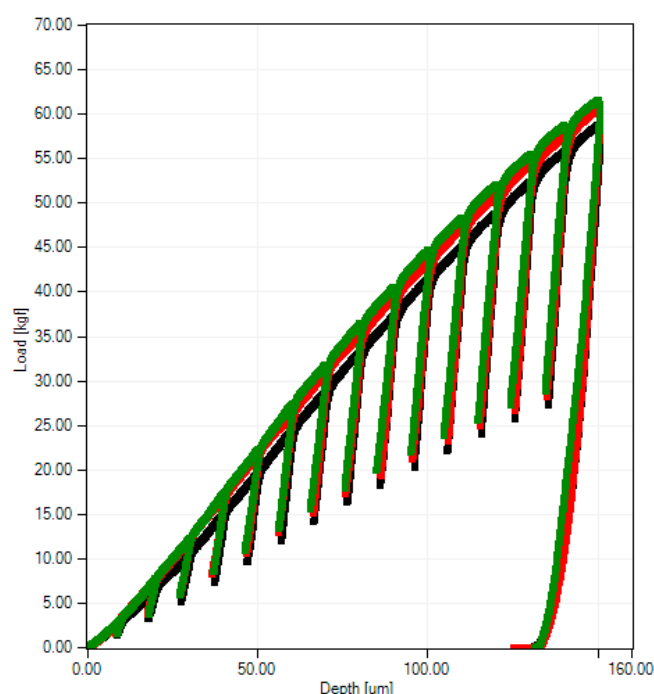


Рис. 8. Диаграммы вдавливания в координатах «нагрузка – глубина вдавливания» при инструментальном индентировании на установке AIS 3000HD

Fig. 8. Load-penetration curves of instrumental indentation using the AIS3000 HD

В результате проведения индентирования с множеством частичных разгрузок мы получили набор параметров вдавливания в широком диапазоне – на различных глубинах вдавливания при постепенном возрастании вдавливающего усилия. Используя эти параметры, производили расчет приведенного модуля упругости на всем диапазоне упругопластического деформирования в зоне индентирования.

Полученные данные модуля упругости при индентировании и значения микротвердости в плоскости XZ показаны на рис. 9, *а, б*; на поверхности XY – на рис. 9, *в*.

Из приведенных данных видно, что абсолютные значения твердости для различных геометрических зон образцов (низ – верх) со структурой, приведенной на рис. 7, *а*, отличаются незначительно (рис. 9, *а, б*), а значения в плоскости сканирования, которой соответствуют структуры, представленные на рис. 7, *б*, несколько ниже. Подобные результаты описываются во многих работах. Что касается абсолютных значений модуля и их зависимости от геометрических зон и плоскостей измерений, то отмечаются очень существенные различия. При этом, как и в случае исследования проката, значения

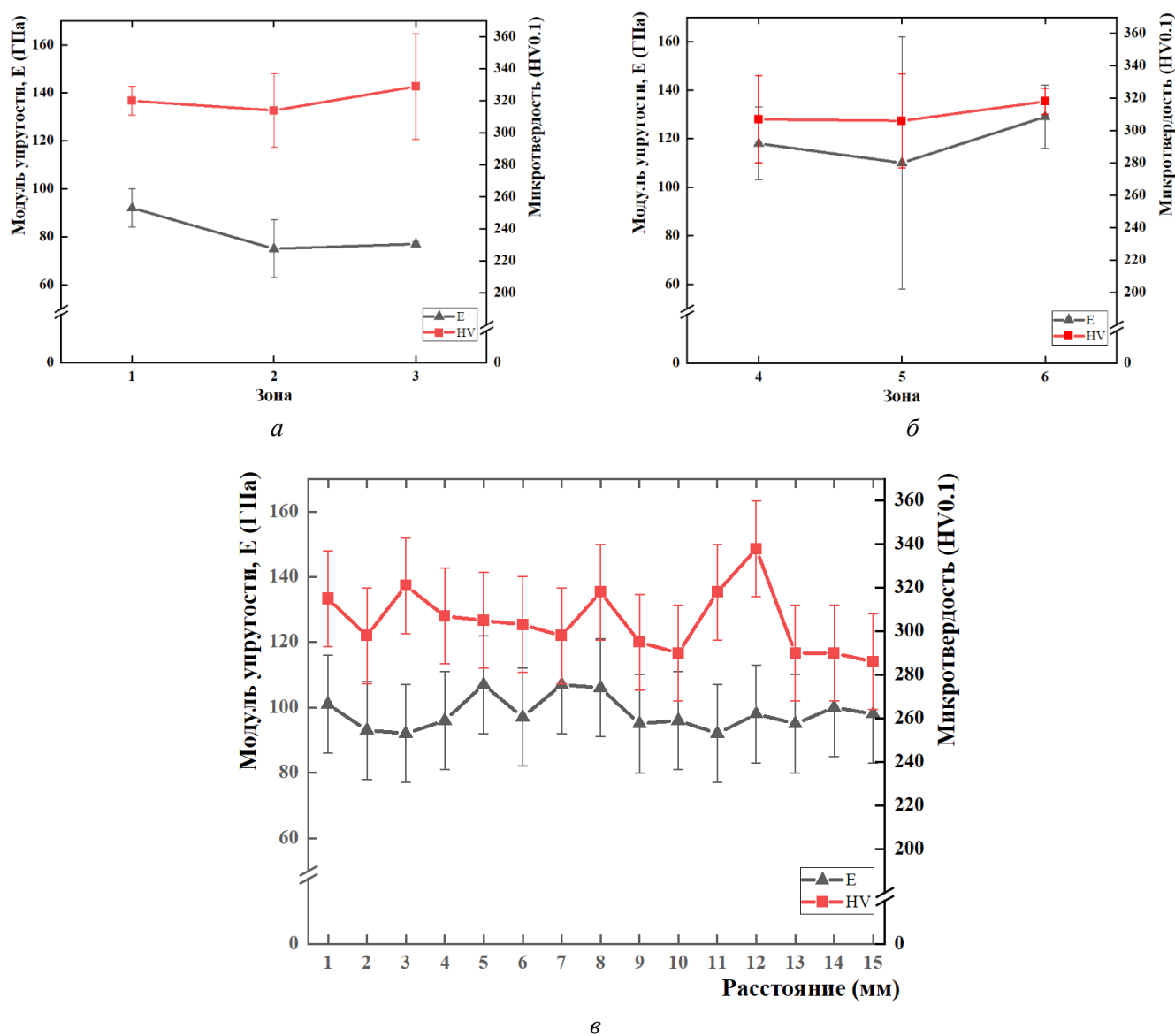


Рис. 9. Результаты измерений в различных зонах напечатанного образца модуля упругости E (метод индентирования с помощью устройства FRONTICS) и твердости $HV_{0.1}$:
в зонах 1, 2, 3 (*а*); в зонах: 4, 5, 6 (*б*); в зоне 0 (плоскость XY) (*в*)

Fig. 9. Elastic modulus and hardness measured by the AIS3000 HD at different points:
а – points 1, 2, 3; *б* – points 4, 5, 6; *в* – point 0 (XY plane)

модуля отличаются в плоскости сканирования и в плоскости выращивания образца (рис. 9, б, в), абсолютные значения модулей в этом случае значительно меньше значений, полученных ультразвуком.

Измерение модулей упругости и твердости индентированием на микроуровне

Типичные кривые глубины нагрузки для четырех материалов показаны на рис. 10. Большие различия в остаточной глубине вдавливания указывают на различия в сопротивлении материала деформации или твердости. Можно заметить, что остаточная глубина отпечатка для VT1-0 после снятия усилия больше, чем для остальных трех материалов. Это значит, что VT1-0 более мягкий, а для всех четырех материалов наклон касательной к диаграмме разгрузки при снятии усилия близкий.

В табл. 3 представлены результаты измерений модуля упругости и твердости титановых сплавов, полученные разными методами индентирования и в различных плоскостях для исследуемых образцов.

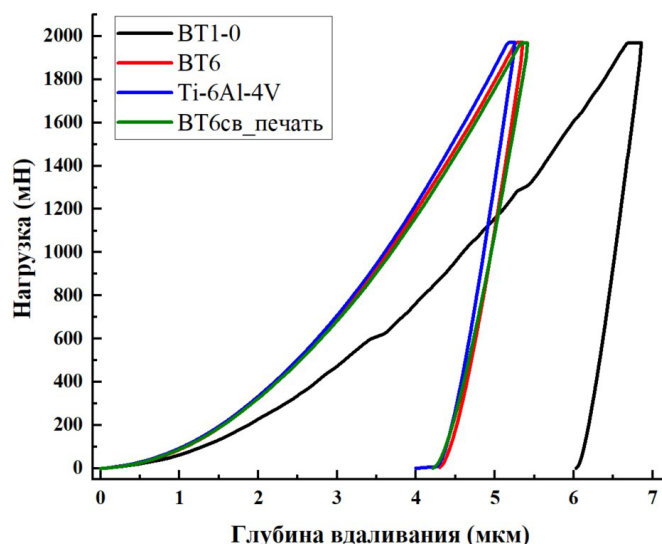


Рис. 10. Кривые «нагрузка – глубина вдавливания» при индентировании:

черная линия – VT1-0; красная линия – VT6; синяя линия – Ti-6Al-4V; зеленая линия – напечатанное изделие из VT6sv

Fig. 10. Curves “load – indentation depth” during indentation:

black line – VT1-0; red line – VT6; blue line – Ti-6Al-4V; green line – printed product from VT6sv

Таблица 3

Table 3

Физико-механические характеристики исследуемых титановых сплавов

Physical and mechanical properties of Ti alloys

Тип сплава → Методы измерения и характеристики↓ Alloys → / Measurement methods and properties↓		VT1-0* / VT1-0		Ti-6Al-4V*	VT6sv (напеча- танный) / 3D printed VT6sv		VT6* / VT6*
Макро- индентирование / Macro-indentation	E, ГПа	Продольный / Longitudinal	110 ± 8	110 ± 13	XZ	103...131	108 ± 4
		Вертикальный / Vertical	102 ± 3	111 ± 10	XY	90...100	
Микро- индентирование / Micro- indentation	Dura- scan 10	Продольный / Longitudinal	168 ± 5	370 ± 23	XZ	334 ± 14	339 ± 6
		Вертикальный / Vertical	170 ± 6	375 ± 25	XY	304 ± 16	
	DUH- 211S	$E_{IT}^{0,5}$, ГПа	99 ± 3	94 ± 1	90...100		90 ± 2
		$H_{IT}^{0,5}$, Н/мм ²	1930 ± 152	3913 ± 129	3552 ± 259		3660 ± 105

* E_{IT} – модуль упругости при индентировании; H_{IT} – твердость индентирования; анализируемые сплавы VT1-0, VT6 и Ti-6Al-4V находились в состоянии после прокатки / E_{IT} – indentation elastic modulus, H_{IT} – indentation hardness; as-rolled alloys.

В случае образцов, подготовленных из проката, обозначение «продольный» означает, что направление нагрузки индентора осуществлялось в плоскости проката, а «вертикальный» означает, что направление нагрузки индентора осуществлялось в плоскости, поперечной плоскости проката.

Из представленных результатов видно, что полученные значения твердости в целом хорошо соответствуют значениям, присущим исследуемым сплавам, и обнаруживают различие в зависимости от плоскости измерения как для прокатанного материала ВТ1-0, так и напечатанного ВТ6св. При этом, как и измеренные индентированием значения твердости, значения модуля упругости демонстрируют зависимость от структурно-фазового состояния исследуемых сплавов титана. Для двухфазных сплавов титана, состоящих из гексагональной α -фазы и объемно-центрированной кубической β -фазы (ВТ6, Ti-6Al-4V и ВТ6св), изменение значений модуля упругости может быть связано и с изменением соотношений этих фаз, так как для α -фазы присущи более высокие значения модуля упругости, чем для β -фазы [24]. В этой же работе изменение модуля связывают не только с изменением структуры и фазового состава прокатанного сплава типа ВТ6св, но и с особенностями кристаллографической текстуры. О ее роли можно говорить и в случае однофазного сплава ВТ1-0. Здесь важно отметить, что сплав ВТ1-0 ожидаемо демонстрирует гомогенную структуру и часто используется как стандартный материал при измерении модуля упругости титановых сплавов методами наноиндентирования [43]. Что касается сплава проволоки ВТ6св, претерпевшего переплавление и термообработку в процессе печати образца, то здесь комплекс структурных особенностей и изменений состава сплава, представленных на рис. 7, и выявленных ранее фазовых изменений и особенностей текстуры, обусловленных термическими условиями в различных зонах образцов [34], также влияет на характер изменения значений модуля упругости. В отношении структурных особенностей следует обратить внимание на тот факт, что термические воздействия на сплав типа Ti-6Al-4V, сформировавшийся в условиях электронно-лучевого переплава температурами меньше β -перехода, приводят к формированию четырех типов структуры сплава алломорфных,

относительно грубых пластин, больших выделений мелких пластин или игл и гранул α -фазы [44]. Подобный набор типов структур формируется и при селективной печати порошковыми титановыми сплавами [27, 30]. Преобладающими структурными составляющими при этом являются более мелкая зерновая структура и мартенсит. Размеры зерен и доля мартенситной составляющей зависит от режимов печати, что сказывается на значениях твердости и модуля упругости. При этом значения твердости напечатанного титанового образца значительно превосходят значения образца, изготовленного из проката (5–6 ГПа и 3–4 ГПа соответственно), а значения модулей упругости, наоборот, при печати несколько меньше значений образцов из литого или прокатанного титановых сплавов (107–119 ГПа и 110–125 ГПа). При печати проволокой толщина сплавляемых слоев значительно превосходит толщину слоев при селективном сплавлении, и термические условия близки к литью или наплавке. В этом случае особенностью структуры является формирование резко выраженной крупной столбчатой структуры, простирающейся на всю высоту образца, и равноосной зерновой структуры в плоскости сканирования (рис. 7, а, б). Такое строение сформировавшегося сплава обеспечивает значения твердости, характерные для литых структур, и несколько отличается значениями в плоскостях построения и сканирования.

Что касается полученных значений модулей упругости для всех исследуемых образцов, то эти значения существенно меньше значений, полученных методом ультразвуковых измерений, которые приведены в табл. 2. При этом наибольшее различие в данных получается в случае измерений, проведенных методом микроиндентирования. Аналогичное различие в измеряемых значениях модуля упругости ультразвуком и наноиндентированием отмечалось и в работе [43], здесь же обращалось внимание на то, что точность ожидаемо должна быть выше, если индентирование охватывает больший объем.

Обобщенные данные по значениям модуля упругости и твердости, которые получены в работе для исследуемого сплава ВТ6св, сформировавшегося в условиях 3D-печати проволокой, в сравнении со сплавами Ti-6Al-4V и ВТ6 в различных состояниях представлены на рис. 11, а.

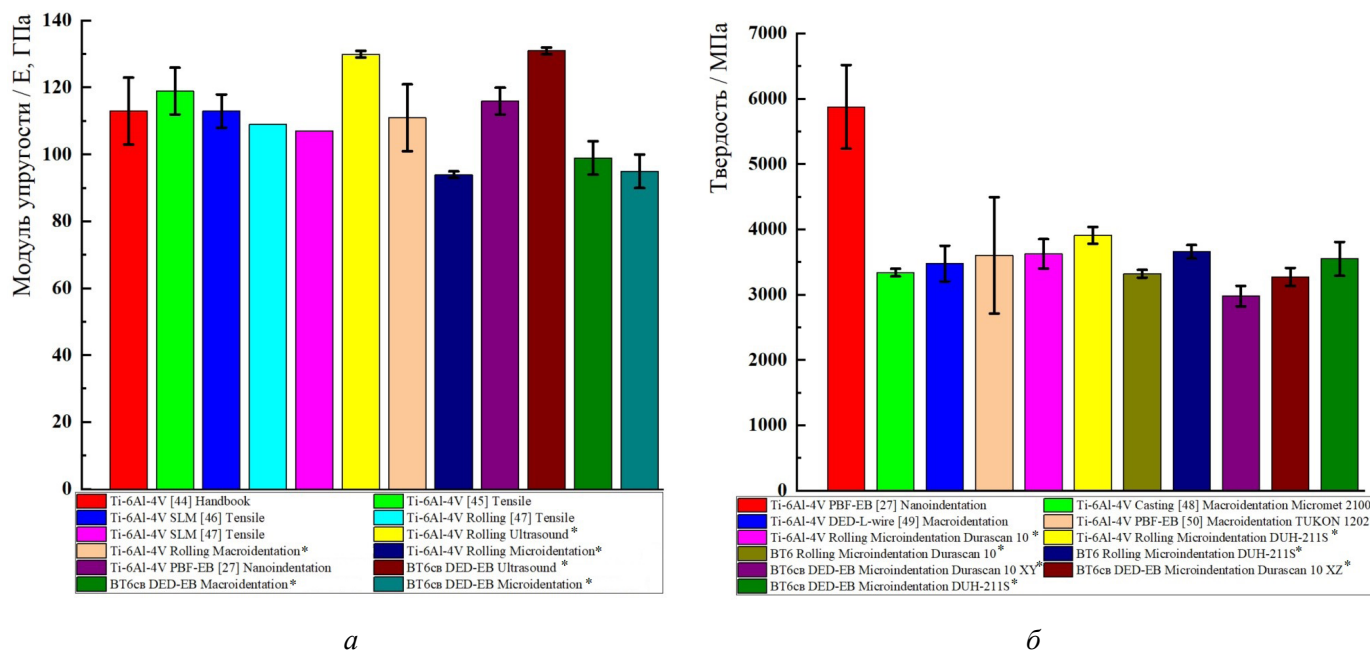


Рис. 11. Сравнительная диаграмма модулей упругости (а) и твердости (б) для титановых сплавов (SLM – селективное лазерное плавление; PBF-EB – электронное лучевое сплавление порошка; DED-EB – электронное лучевое сплавление проволоки; DED-L – технология лазерного прямого осаждения энергии порошками; * – наши результаты)

Fig. 11. Elastic modulus (а) and hardness (б) for Ti alloys. Abbreviations: SLM – selective laser melting, EB-DED – electron beam directed energy deposition, EB-PBF – electron beam powder bed fusion, L-DED – laser directed energy deposition. Values obtained in this work are marked with an asterisk*

Из представленных данных видно, что полученные в работе значения модуля упругости для напечатанного материала и сплава Ti-6Al-4V в прокатанном состоянии с помощью ультразвуковых измерений демонстрируют несколько завышенные значения по сравнению со значениями для исходных состояний близких по составу сплавов (прокат или литье), а также полученных при печати легированными порошковыми титановыми сплавами в работах других авторов. При этом значения модулей упругости при микроиндентировании показали заниженные значения в сравнении со значениями при макроиндентировании и данными других авторов. Следует обратить внимание, что полученные для напечатанных образцов из сплава BT6sv значения твердости уступают значениям, характерным для сплавов типа Ti-6Al-4V, что объясняется особенностями состава сплава BT6sv, его строением (рис. 7) и особенностями микроструктуры [34]. Приведенные значения, как это видно из данных рис. 11, б, соответствуют значениям сплавов в литом состоянии.

Выводы

1. В работе проведено измерение модулей упругости и твердости титанового сплава, сформировавшегося в условиях высокопроизводительной 3D-печати электронным лучом с применением проволоки сплава BT6sv. Измерение указанных характеристик осуществлялось тремя методами: ультразвуком, макроиндентированием и микроиндентированием, и их значения сравнивались с данными, полученными для различных титановых сплавов в прокатанном состоянии. Полученные значения сравнивались между собой и с литературными данными.

2. Измеренные значения модулей упругости исследуемых сплавов в различных структурно-фазовых состояниях находились в диапазоне значений 90–100 ГПа (микроиндентированием) или 103–131 ГПа (макроиндентированием), что соответствует значениям, характерным для сплавов в исходном состоянии и сформировавшихся в условиях электроннолучевой печати.

3. Полученные значения модулей упругости для сплава, сформировавшегося при печати про-

волокой ВТбсв, несколько превышают значения, известные в литературе для подобных сплавов (131 и 125 ГПа соответственно), при этом значения твердости, наоборот, находятся в области низких значений, соответствующих сплавам в литом состоянии.

4. Анализ данных по измерению модуля упругости методами индентирования показал, что получаемые значения при микроиндентировании дают более низкие значения, чем при макроиндентировании, которые более близки к значениям, полученным с помощью ультразвука, а также из других источников.

5. Разница значений модулей упругости в различных пространственных участках напечатанного образца свидетельствует о структурно-фазовой чувствительности модуля упругости и демонстрирует возможности используемых в работе методов их измерения.

Список литературы

1. *Niinomi M.* Mechanical properties of biomedical titanium alloys // *Materials Science and Engineering: A.* – 1998. – Vol. 243 (1–2). – P. 231–236. – DOI: 10.1016/S0921-5093(97)00806-x.
2. *Milewski J.O.* Additive manufacturing of metals: from fundamental technology to rocket nozzles, medical implants, and custom jewelry. – Cham: Springer, 2017. – 343 p. – ISBN 3319863487. – DOI: 10.1007/978-3-319-58205-4.
3. Metallurgy, mechanistic models and machine learning in metal printing / T. DebRoy, T. Mukherjee, H.L. Wei, J.W. Elmer, J.O. Milewski // *Nature Reviews Materials.* – 2021. – Vol. 6 (1). – P. 48–68. – DOI: 10.1038/s41578-020-00236-1.
4. Metal fabrication by additive manufacturing using laser and electron beam melting technologies / L.E. Murr, S.M. Gaytan, D.A. Ramirez, E. Martinez, J. Hernandez, K.N. Amato, P.W. Shindo, F.R. Medina, R.B. Wicker // *Journal of Materials Science and Technology.* – 2012. – Vol. 28 (1). – P. 1–14. – DOI: 10.1016/S1005-0302(12)60016-4.
5. Microstructures and mechanical properties of electron beam-rapid manufactured Ti–6Al–4V biomedical prototypes compared to wrought Ti–6Al–4V / L.E. Murr, E.V. Esquivel, S.A. Quinones, S.M. Gaytan, M.I. Lopez, E.Y. Martinez, F. Medina, D.H. Hernandez, E. Martinez, J.L. Martinez, S.W. Stafford, D.K. Brown, T. Hoppe, W. Meyers, U. Lindhe, R.B. Wicker // *Materials Characterization.* – 2009. – Vol. 60 (2). – P. 96–105. – DOI: 10.1016/j.matchar.2008.07.006.
6. Microstructure and mechanical properties of Ti–6Al–4V produced by electron beam melting of pre-alloyed powder / L. Facchini, E. Magalini, P. Robotti, A. Molinari // *Rapid Prototyping Journal.* – 2009. – Vol. 15 (3). – P. 171–178. – DOI: 10.1108/13552540910960262.
7. Beam speed effects on Ti–6Al–4V microstructures in electron beam additive manufacturing / X. Gong, J. Lydon, K. Cooper, K. Chou // *Journal of Materials Research.* – 2014. – Vol. 29 (17). – P. 1951–1959. – DOI: 10.1557/jmr.2014.125.
8. Surface modification of the EBM Ti–6Al–4V alloy by pulsed ion beam / N. Pushilina, E. Stepanova, A. Stepanov, M. Syrtanov // *Metals.* – 2021. – Vol. 11 (3). – P. 512. – DOI: 10.3390/met11030512.
9. Структурные и механические свойства неразъемной стали, сформированной в условиях послойного сплавления проволоки электронным лучом / В.В. Фёдоров, А.В. Рыгин, В.А. Клименов, Н.В. Мартюшев, А.А. Клопотов, И.Л. Стрелкова, С.В. Матрёнин, А.В. Батрагин, В.Н. Дерюшева // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты).* – 2021. – Т. 23, № 4. – С. 111–124. – DOI: 10.17212/1994-6309-2021-23.4-111-124.
10. Microstructure and mechanical properties of Ti–6Al–4V by electron beam rapid manufacturing / H. Suo, Z. Chen, J. Liu, S. Gong, J. Xiao // *Rare Metal Materials and Engineering.* – 2014. – Vol. 43 (4). – P. 780–785. – DOI: 10.1016/S1875-5372(14)60083-7.
11. ASTM D2845-08. Standard test method for laboratory determination of pulse velocities and ultrasonic elastic constants of rock (Withdrawn 2017). – ASTM International, 2008.
12. GB/T 38897-2020. Non-destructive testing – Measurement method for material elastic modulus and Poisson's ratio using ultrasonic velocity / State Administration for Market Regulation, National Standardization Administration. – China, 2020. – 20 p. – In Chinese.
13. ГОСТ 25095–82. Сплавы твердые спеченные. Метод определения модуля упругости (модуля Юнга). – М.: Изд-во стандартов, 1982. – 10 с.
14. ГОСТ Р 57862–2017. Композиты. Определение динамического модуля упругости, модуля упругости при сдвиге и коэффициента Пуассона методом акустического резонанса. – М.: Стандартинформ, 2017. – 15 с.
15. ASTM E2546-15. Standard practice for instrumented indentation testing. – ASTM International, 2015.
16. ISO 14577-1:2015. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 1: Test method. – ISO, 2015. – 46 p.
17. ГОСТ Р 8.748–2011. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Ч. 1. Метод испытаний. – М.: Стандартинформ, 2011. – 28 с.
18. GB/T 21838.1-2019. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 1: Test method / State Administration for

Market Regulation, National Standardization Administration. – China, 2019. – 40 p.

19. *Wu S.-J., Chin P.-C., Liu H.* Measurement of elastic properties of brittle materials by ultrasonic and indentation methods // *Applied Sciences*. – 2019. – Vol. 9 (10). – P. 2067. – DOI: 10.3390/app9102067.

20. *Broitman E.* Indentation hardness measurements at macro-, micro-, and nanoscale: A critical overview // *Tribology Letters*. – 2017. – Vol. 65 (1). – Art. 23. – DOI: 10.1007/s11249-016-0805-5.

21. *Золоторевский В.С.* Механические свойства металлов. – 3-е изд., перераб. и доп. – М.: МИСИС, 1998. – 400 с.

22. Young's modulus of nanocrystalline Fe measured by nanoindentation / *G.E. Fougere, L. Riester, M. Ferber, J.R. Weertman, R.W. Siegel* // *Materials Science and Engineering: A*. – 1995. – Vol. 204 (1–2). – P. 1–6. – DOI: 10.1016/0921-5093(95)09927-1.

23. *Носкова Н.И., Мулюков Р.Р.* Субмикросталлические и нанокристаллические металлы и сплавы. – Екатеринбург: УрОРАН, 2003. – 279 с.

24. Young's modulus of titanium alloy VT6S and its structural sensitivity / *R.Ya. Lutfullin, E.A. Trofimov, R.M. Kashaev, V.D. Sitdikov, T.R. Lutfullin* // *Letters on Materials*. – 2017. – Vol. 7 (1). – P. 12–16. – DOI: 10.22226/2410-3535-2017-1-12-16.

25. Functional adaptation and ingrowth of bone vary as a function of hip implant stiffness / *D.R. Sumner, T.M. Turner, R. Igloria, R.M. Urban, J.O. Galante* // *Journal of Biomechanics*. – 1998. – Vol. 31 (10). – P. 909–917. – DOI: 10.1016/S0021-9290(98)00096-7.

26. *Zhang L., Chen L.* A review on biomedical titanium alloys: Recent progress and prospect // *Advanced Engineering Materials*. – 2019. – Vol. 21 (4). – P. 1801215. – DOI: 10.1002/adem.201801215.

27. *Wang X., Gong X., Chou K.* Scanning speed effect on mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy processed by electron beam additive manufacturing // *Procedia Manufacturing*. – 2015. – Vol. 1. – P. 287–295. – DOI: 10.1016/j.promfg.2015.09.026.

28. Особенности структурно-фазового состояния сплава Ti-6Al-4V при формировании изделий с использованием электронно-лучевой проволоочной аддитивной технологии / *Н.Л. Савченко, А.В. Воронцов, В.Р. Утяганова, А.А. Елисеев, В.Е. Рубцов, Е.А. Колубаев* // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. – 2018. – Т. 20, № 4. – С. 60–71. – DOI: 10.17212/1994-6309-2018-20.4-60-71.

29. Wire-feed electron beam additive manufacturing: A review / *K. Osipovich, K. Kalashnikov, A. Chumakovskii, D. Gurianov, T. Kalashnikova, A. Vorontsov, A. Zyкова, V. Utyaganova, A. Panfilov, A. Nikolaeva, A. Dobrovolskii, V. Rubtsov, E. Kolubaev* // *Metals*. – 2023. – Vol. 13 (2). – P. 279. – DOI: 10.3390/met13020279.

30. Beam current effect on microstructure and properties of electron-beam-melted Ti-6Al-4V alloy / *N.S. Pushilina, V.A. Klimenov, R.O. Cherepanov, E.B. Kashkarov, V.V. Fedorov, M.S. Syrtanov, A.M. Linder, R.S. Laptev* // *Journal of Materials Engineering and Performance*. – 2019. – Vol. 28 (10). – P. 6165–6173. – DOI: 10.1007/s11665-019-04344-0.

31. Anomalous low modulus of the interpenetrating-phase composite of Fe and Mg obtained by liquid metal dealloying / *I.V. Okulov, P.-A. Geslin, I.V. Soldatov, H. Ovri, S.-H. Joo, H. Kato* // *Scripta Materialia*. – 2019. – Vol. 163. – P. 133–136. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2019.01.017.

32. Определение механических свойств металла кольцевых сварных соединений и основного металла труб методом инструментального индентирования / *Т.Н. Белослудцев, А.Ю. Котоломов, С.Ю. Настич, В.А. Лопаткин, А.В. Шипилов, А.Е. Куранов, О.Б. Яременко* // *Газовая промышленность*. – 2021. – Спец. вып. № 3 (823). – P. 26–36.

33. *Яременко О.Б., Куранов А.Е., Васильцов С.Ю.* Инструментальное индентирование как неразрушающий метод оценки механических характеристик конструкционных материалов // *Живучесть и конструкционное материаловедение (ЖивКоМ – 2020): 5-я Международная научно-техническая конференция в дистанционном формате, Москва, 27–29 октября 2020 г.* – М., 2020. – С. 274–278.

34. Influence of the coarse grain structure of a titanium alloy Ti-4Al-3V formed by wire-feed electron beam additive manufacturing on strain inhomogeneities and fracture / *V. Klimenov, E. Kolubaev, A. Klopotov, A. Chumakovskii, A. Ustinov, I. Strelkova, V. Rubtsov, D. Gurianov, Z. Han, S. Nikonov, A. Batranin, M. Khimich* // *Materials*. – 2023. – Vol. 16 (11). – P. 3901. – DOI: 10.3390/ma16113901.

35. ASTM E494-15. Standard practice for measuring ultrasonic velocity in materials. – ASTM International, 2015.

36. An instrumented indentation technique for estimating fracture toughness of ductile materials: A critical indentation energy model based on continuum damage mechanics / *J.-S. Lee, J. Jang, B.-W. Lee, Y. Choi, S.G. Lee, D. Kwon* // *Acta Materialia*. – 2006. – Vol. 54 (4). – P. 1101–1109. – DOI: 10.1016/j.actamat.2005.10.033.

37. Microstructures and mechanical properties of Ti-6Al-4V parts fabricated by selective laser melting and electron beam melting / *H.K. Rafi, N.V. Karthik, H. Gong, T.L. Starr, B.E. Stucker* // *Journal of Materials Engineering and Performance*. – 2013. – Vol. 22 (12). – P. 3872–3883. – DOI: 10.1007/s11665-013-0658-0.

38. Microstructural control of additively manufactured metallic materials / *P.C. Collins, D.A. Brice, P. Samimi, I. Ghamarian, H.L. Fraser* // *Annual Review of*

Materials Research. – 2016. – Vol. 46 (1). – P. 63–91. – DOI: 10.1146/annurev-matsci-070115-031816.

39. *Liu S., Shin Y.C.* Additive manufacturing of Ti-6Al-4V alloy: A review // *Materials & Design*. – 2019. – Vol. 164. – P. 107552. – DOI: 10.1016/j.matdes.2018.107552.

40. *Ho W.F., Ju C.P., Chern Lin J.H.* Structure and properties of cast binary Ti–Mo alloys // *Biomaterials*. – 1999. – Vol. 20 (22). – P. 2115–2122. – DOI: 10.1016/S0142-9612(99)00114-3.

41. Microstructure and compressive behavior of Ti-6Al-4V alloy built by electron beam free-form fabrication / V.A. Klimenov, V.V. Fedorov, M.S. Slobodan, N.S. Pushilina, I.L. Strelkova, A.A. Klopotov, A.V. Batranin // *Journal of Materials Engineering and Performance*. – 2020. – Vol. 29 (11). – P. 7710–7721. – DOI: 10.1007/s11665-020-05223-9.

42. *Zardiackas L.D., Mitchell D.W., Disegi J.A.* Characterization of Ti-15Mo beta titanium alloy for orthopaedic implant applications // *Medical Applications of Titanium and Its Alloys: The Material and Biological Issues*. – ASTM, 1996. – P. 60–75. – DOI: 10.1520/stp16070s. – (ASTM special technical publication; 1272).

43. *Majumdar P., Singh S.B., Chakraborty M.* Elastic modulus of biomedical titanium alloys by nano-indentation and ultrasonic techniques – A comparative study // *Materials Science and Engineering: A*. – 2008. – Vol. 489 (1–2). – P. 419–425. – DOI: 10.1016/j.msea.2007.12.029.

44. Справочник металлиста. В 5 т. Т. 2 / под ред. А.Г. Рахштадта и В.А. Брострема. – Изд. 3-е, перераб. – М.: Машиностроение, 1976. – 720 с.

45. *Simonelli M., Tse Y.Y., Tuck C.* Effect of the build orientation on the mechanical properties and fracture modes of SLM Ti-6Al-4V // *Materials Science and Engineering: A*. – 2014. – Vol. 616. – P. 1–11. – DOI: 10.1016/j.msea.2014.07.086.

46. *Keist J.S., Palmer T.A.* Role of geometry on properties of additively manufactured Ti-6Al-4V structures fabricated using laser based directed energy deposition // *Materials & Design*. – 2016. – Vol. 106. – P. 482–494. – DOI: 10.1016/j.matdes.2016.05.045.

47. *Shunmugavel M., Polishetty A., Littlefair G.* Microstructure and mechanical properties of wrought and additive manufactured Ti-6Al-4V cylindrical bars // *Procedia Technology*. – 2015. – Vol. 20. – P. 231–236. – DOI: 10.1016/j.protcy.2015.07.037.

48. Vickers hardness of cast commercially pure titanium and Ti-6Al-4V alloy submitted to heat treatments / S.S. da Rocha, G.L. Adabo, G.E.P. Henriques, M.A.d.A. Nóbilo // *Brazilian Dental Journal*. – 2006. – Vol. 17 (2). – P. 126–129. – DOI: 10.1590/s0103-64402006000200008.

49. Additive manufactured Ti-6Al-4V using welding wire: Comparison of laser and arc beam deposition and evaluation with respect to aerospace material specifications / E. Brandl, B. Baufeld, C. Leyens, R. Gault // *Physics Procedia*. – 2010. – Vol. 5. – P. 595–606. – DOI: 10.1016/j.phpro.2010.08.087.

50. Effects of the microstructure and porosity on properties of Ti-6Al-4V ELI alloy fabricated by electron beam melting (EBM) / H. Galarraga, D.A. Lados, R.R. Dehoff, M.M. Kirka, P. Nandwana // *Additive Manufacturing*. – 2016. – Vol. 10. – P. 47–57. – DOI: 10.1016/j.addma.2016.02.003.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

© 2023 Авторы. Издательство Новосибирского государственного технического университета. Эта статья доступна по лицензии Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0>).

Elastic modulus and hardness of Ti alloy obtained by wire-feed electron-beam additive manufacturing

Vasily Klimenov^{1, a*}, Evgeny Kolubaev^{2, b}, Zeli Han^{1, c}, Andrey Chumaevskii^{2, d}, Edgar Dvilis^{1, e},
 Irina Strelkova^{1, f}, Ekaterina Drobyaz^{3, g}, Oleg Yaremenko^{4, h}, Aleksandr Kuranov^{4, i}

¹ National Research Tomsk Polytechnic University, 30 Lenin ave., Tomsk, 634050, Russian Federation

² Institute of Strength Physics and Materials Science of the Siberian Branch of the RAS, 2/4, pr. Akademicheskii, Tomsk, 634055, Russian Federation

³ Novosibirsk State Technical University, 20 Prospekt K. Marksa, Novosibirsk, 630073, Russian Federation

⁴ Opton Engineering Limited Liability Company Ugreshskaya str., 2, p. 53, Moscow, 115088, Russian Federation

^a  <https://orcid.org/0000-0001-7583-0170>,  klimenov@tpu.ru; ^b  <https://orcid.org/0000-0001-7288-3656>,  ek@ispms.tsc.ru;
^c  <https://orcid.org/0000-0001-6502-6541>,  hanzelizy@gmail.com; ^d  <https://orcid.org/0000-0002-1983-4385>,  tch7av@gmail.com;
^e  <https://orcid.org/0000-0002-6853-6448>,  dvilis@tpu.ru; ^f  <https://orcid.org/0000-0002-2222-2865>,  strelkova@tpu.ru;
^g  <https://orcid.org/0000-0002-5364-3574>,  ekaterina.drobyaz@yandex.ru; ^h  <https://orcid.org/0009-0002-8193-8027>,  oy@opton.ru;
ⁱ  <https://orcid.org/0009-0001-5593-9053>,  ak@opton.ru

ARTICLE INFO

Article history:

Received: 17 July 2023

Revised: 10 August 2023

Accepted: 18 September 2023

Available online: 15 December 2023

Keywords:

Wire-feed electron-beam additive manufacturing
 Titanium alloys
 Elastic modulus
 Indentation
 Ultrasonic control
 Hardness

Funding

Research was supported by Grant No. 23-79-00066 from the Russian Science Foundation, <https://rscf.ru/project/23-79-00066/>.

Acknowledgements

The authors like to express their gratitude towards the management of the Academic Innovative Center of National Research Tomsk Polytechnic University for equipment employed in these studies, financially supported by the Ministry of Education and Science of the Russian Federation (Project No. 075-15-2021-710). These studies also employed equipment of the Core Facility Centre "Structure, Mechanical, and Physical Properties of Materials" of Novosibirsk State technical University. We thank S. Yu. Nikonov (Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS) for 3D printing of specimens.

ABSTRACT

Introduction. The development and application of additive manufacturing depends on many factors, including the printing process performance and buy-to-fly ratio. Wire-feed electron-beam additive manufacturing (EBAM) is attracting more and more attention from research teams. Moreover, the use of electron beams is the most effective and competitive for additive manufacturing of parts from alloys possessing high oxidation characteristics, e.g., titanium, stainless steels, since selective laser melting occurs in vacuum. Welding titanium wire VT6sv is the most preferable choice due to its availability and a wide range of thickness. This alloy, however, has fewer alloying elements than VT6 (Ti–6Al–4V) alloys. The high performance of wire-feed 3D printing and the VT6sv alloy composition affect the structure, phase composition, and properties of the fabricated alloy. As is known, the elastic modulus and hardness of alloys are important parameters, which can be measured rapidly also using non-destructive testing. **The purpose of this work** is to study the application of different approaches to measuring the elastic modulus and hardness of products obtained by wire-feed EBAM using the equipment of the *Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS*. **Research methods.** The structure of VT6sv titanium alloys fabricated by 3D printing and VT1-0 (Grade 2), VT6 (Ti–6Al–4V) alloys, was investigated by different methods such as metallography, ultrasonic gauging, instrumented indentation technique, macro- and micro-indentation, indentation hardness testing. **Results and Discussion.** Titanium alloy fabricated from VT6sv titanium wire under different thermal conditions has a typical columnar structure throughout the forging height. The structure formation determines the elastic modulus and hardness at various points of the forging. It is found that the elastic modulus is higher than that of as-delivered Ti–6Al–4V alloys, while the hardness is lower. Micro-indentation shows lower values of the elastic modulus than macro-indentation, which approach to values obtained by ultrasonic gauging and in other works. Different values of the elastic modulus at different points of the 3D printed forging indicate its sensitivity to the structure and phase composition of the material and demonstrate capabilities of measuring techniques used in this work.

For citation: Klimenov V.A., Kolubaev E.A., Han Z, Chumaevskii A.V., Dvilis E.S., Strelkova I.L., Drobyaz E.A., Yaremenko O.B., Kuranov A.E. Elastic modulus and hardness of Ti alloy obtained by wire-feed electron-beam additive manufacturing. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)* = *Metal Working and Material Science*, 2023, vol. 25, no. 4, pp. 180–201. DOI: 10.17212/1994-6309-2023-25.4-180-201. (In Russian).

* Corresponding author

Klimenov Vasily A., D.Sc. (Engineering), Professor
 National Research Tomsk Polytechnic University,
 30 Lenin ave.,
 634050, Tomsk, Russian Federation
 Tel.: +7 (3822) 701-777, e-mail: klimenov@tpu.ru



References

1. Niinomi M. Mechanical properties of biomedical titanium alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 1998, vol. 243 (1–2), pp. 231–236. DOI: 10.1016/s0921-5093(97)00806-x.
2. Milewski J.O. *Additive manufacturing of metals: from fundamental technology to rocket nozzles, medical implants, and custom jewelry*. Cham, Springer, 2017. 343 p. ISBN 3319863487. DOI: 10.1007/978-3-319-58205-4.
3. DebRoy T., Mukherjee T., Wei H.L., Elmer J.W., Milewski J.O. Metallurgy, mechanistic models and machine learning in metal printing. *Nature Reviews Materials*, 2021, vol. 6 (1), pp. 48–68. DOI: 10.1038/s41578-020-00236-1.
4. Murr L.E., Gaytan S.M., Ramirez D.A., Martinez E., Hernandez J., Amato K.N., Shindo P.W., Medina F.R., Wicker R.B. Metal fabrication by additive manufacturing using laser and electron beam melting technologies. *Journal of Materials Science and Technology*, 2012, vol. 28 (1), pp. 1–14. DOI: 10.1016/S1005-0302(12)60016-4.
5. Murr L.E., Esquivel E.V., Quinones S.A., Gaytan S.M., Lopez M.I., Martinez E.Y., Medina F., Hernandez D.H., Martinez E., Martinez J.L., Stafford S.W., Brown D.K., Hoppe T., Meyers W., Lindhe U., Wicker R.B. Microstructures and mechanical properties of electron beam-rapid manufactured Ti–6Al–4V biomedical prototypes compared to wrought Ti–6Al–4V. *Materials Characterization*, 2009, vol. 60 (2), pp. 96–105. DOI: 10.1016/j.matchar.2008.07.006.
6. Facchini L., Magalini E., Robotti P., Molinari A. Microstructure and mechanical properties of Ti–6Al–4V produced by electron beam melting of pre-alloyed powder. *Rapid Prototyping Journal*, 2009, vol. 15 (3), pp. 171–178. DOI: 10.1108/13552540910960262.
7. Gong X., Lydon J., Cooper K., Chou K. Beam speed effects on Ti–6Al–4V microstructures in electron beam additive manufacturing. *Journal of Materials Research*, 2014, vol. 29 (17), pp. 1951–1959. DOI: 10.1557/jmr.2014.125.
8. Pushilina N., Stepanova E., Stepanov A., Syrtanov M. Surface modification of the EBM Ti–6Al–4V alloy by pulsed ion beam. *Metals*, 2021, vol. 11 (3), p. 512. DOI: 10.3390/met11030512.
9. Fedorov V.V., Rygin A.V., Klimenov V.A., Martyushev N.V., Klopotov A.A., Strelkova I.L., Matrenin S.V., Batranin A.V., Deryusheva V.N. Strukturnye i mekhanicheskie svoystva nerzhavayushchei stali, sformirovannoi v usloviyakh posloinogo splavleniya provoloki elektronnyim luchom [Structural and mechanical properties of stainless steel formed under conditions of layer-by-layer fusion of a wire by an electron beam]. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2021, vol. 23, no. 4, pp. 111–124. DOI: 10.17212/1994-6309-2021-23.4-111-124.
10. Suo H., Chen Z., Liu J., Gong S., Xiao J. Microstructure and mechanical properties of Ti–6Al–4V by electron beam rapid manufacturing. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2014, vol. 43 (4), pp. 780–785. DOI: 10.1016/s1875-5372(14)60083-7.
11. ASTM D2845-08. *Standard test method for laboratory determination of pulse velocities and ultrasonic elastic constants of rock* (Withdrawn 2017). ASTM International, 2008.
12. GB/T 38897-2020. *Non-destructive testing – Measurement method for material elastic modulus and Poisson's ratio using ultrasonic velocity*. State Administration for Market Regulation, National Standardization Administration. China, 2020. 20 p. (In Chinese).
13. State Standard 25095–82. *Sintered hardmetals. Method of determination of elastic modulus (of Young's modulus)*. Moscow, Standards Publ., 1982. 10 p. (In Russian).
14. GOST R 57862–2017. *Composites. Determination of dynamic young's modulus, shear modulus and Poisson's ratio by sonic resonance*. Moscow, Standartinform Publ., 2017. 15 p. (In Russian).
15. ASTM E2546-15. *Standard practice for instrumented indentation testing*. ASTM International, 2015.
16. ISO 14577-1:2015. *Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 1: Test method*. ISO, 2015. 46 p.
17. GOST R 8.748–2011. *Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 1: Test method*. Moscow, Standartinform Publ., 2011. 28 p. (In Russian).
18. GB/T 21838.1-2019. *Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 1: Test method*. State Administration for Market Regulation, National Standardization Administration. China, 2019. 40 p.
19. Wu S.-J., Chin P.-C., Liu H. Measurement of elastic properties of brittle materials by ultrasonic and indentation methods. *Applied Sciences*, 2019, vol. 9 (10), p. 2067. DOI: 10.3390/app9102067.
20. Broitman E. Indentation hardness measurements at macro-, micro-, and nanoscale: A critical overview. *Tribology Letters*, 2017, vol. 65 (1), art. 23. DOI: 10.1007/s11249-016-0805-5.

21. Zolotarevskii V.S. *Mekhanicheskie svoistva metallov* [Mechanical properties of metals]. 3rd ed. Moscow, MISIS Publ., 1998. 400 p.
22. Fougere G.E., Riester L., Ferber M., Weertman J.R., Siegel R.W. Young's modulus of nanocrystalline Fe measured by nanoindentation. *Materials Science and Engineering: A*, 1995, vol. 204 (1–2), pp. 1–6. DOI: 10.1016/0921-5093(95)00927-1.
23. Noskova N.I., Mulyukov R.R. *Submikrokristallicheskie i nanokristallicheskie metally i splavy* [Submicrocrystalline and nanocrystalline metals and alloys]. Ekaterinburg, UrO RAN Publ., 2003. 279 p.
24. Lutfullin R.Ya., Trofimov E.A., Kashaev R.M., Sitdikov V.D., Lutfullin T.R. Young's modulus of titanium alloy VT6S and its structural sensitivity. *Letters on Materials*, 2017, vol. 7 (1), pp. 12–16. DOI: 10.22226/2410-3535-2017-1-12-16.
25. Sumner D.R., Turner T.M., Igloria R., Urban R.M., Galante J.O. Functional adaptation and ingrowth of bone vary as a function of hip implant stiffness. *Journal of Biomechanics*, 1998, vol. 31 (10), pp. 909–917. DOI: 10.1016/S0021-9290(98)00096-7.
26. Zhang L., Chen L. A review on biomedical titanium alloys: Recent progress and prospect. *Advanced Engineering Materials*, 2019, vol. 21 (4), p. 1801215. DOI: 10.1002/adem.201801215.
27. Wang X., Gong X., Chou K. Scanning speed effect on mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy processed by electron beam additive manufacturing. *Procedia Manufacturing*, 2015, vol. 1, pp. 287–295. DOI: 10.1016/j.promfg.2015.09.026.
28. Savchenko N.L., Vorontsov A.V., Utyaganova V.R., Eliseev A.A., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. Osobennosti strukturno-fazovogo sostoyaniya splava Ti-6Al-4V pri formirovanii izdelii s ispol'zovaniem elektronno-luchevoi provolochnoi additivnoi tekhnologii [Features of the structural-phase state of the alloy Ti-6Al-4V in the formation of products using wire-feed electron beam additive manufacturing]. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2018, vol. 20, no. 4, pp. 60–71. DOI: 10.17212/1994-6309-2018-20.4-60-71.
29. Osipovich K., Kalashnikov K., Chumaevskii A., Gurianov D., Kalashnikova T., Vorontsov A., Zykova A., Utyaganova V., Panfilov A., Nikolaeva A., Dobrovolskii A., Rubtsov V., Kolubaev E. Wire-feed electron beam additive manufacturing: A review. *Metals*, 2023, vol. 13 (2), p. 279. DOI: 10.3390/met13020279.
30. Pushilina N.S., Klimenov V.A., Cherepanov R.O., Kashkarov E.B., Fedorov V.V., Syrtanov M.S., Lider A.M., Laptev R.S. Beam current effect on microstructure and properties of electron-beam-melted Ti-6Al-4V alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2019, vol. 28 (10), pp. 6165–6173. DOI: 10.1007/s11665-019-04344-0.
31. Okulov I.V., Geslin P.-A., Soldatov I.V., Ovri H., Joo S.-H., Kato H. Anomalously low modulus of the interpenetrating-phase composite of Fe and Mg obtained by liquid metal dealloying. *Scripta Materialia*, 2019, vol. 163, pp. 133–136. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2019.01.017.
32. Belosludtsev T.N., Kotolomov A.Yu., Nastich S.Yu., Lopatkin V.A., Shipilov A.V., Kuranov A.Ye., Yaremenko O.B. Opredelenie mekhanicheskikh svoistv metalla kol'tsevykh svarnykh soedinenii i osnovnogo metalla trub metodom instrumental'nogo indentirovaniya [Determining mechanical properties of circular welded joint metal and pipe base metal using the instrumented indentation method]. *Gazovaya promyshlennost' = GAS Industry of Russia*, 2021, no. S3 (823), pp. 26–36. (In Russian).
33. Yaremenko O.B., Kuranov A.E., Vasil'tsov S.Yu. [Instrumental indentation as a non-destructive method for evaluating the mechanical characteristics of structural materials]. *Zhivuchest' i konstruktsionnoe materialovedenie (ZhivKoM – 2020)* [Survivability and Structural Materials Science (SSMS-2020)]. Moscow, 2020, pp. 274–278. (In Russian).
34. Klimenov V., Kolubaev E., Klopotov A., Chumaevskii A., Ustinov A., Strelkova I., Rubtsov V., Gurianov D., Han Z., Nikonov S., Batranin A., Khimich M. Influence of the coarse grain structure of a titanium alloy Ti-4Al-3V formed by wire-feed electron beam additive manufacturing on strain inhomogeneities and fracture. *Materials*, 2023, vol. 16 (11), p. 3901. DOI: 10.3390/ma16113901.
35. ASTM E494-15. *Standard practice for measuring ultrasonic velocity in materials*. ASTM International, 2015.
36. Lee J.-S., Jang J., Lee B.-W., Choi Y., Lee S.G., Kwon D. An instrumented indentation technique for estimating fracture toughness of ductile materials: A critical indentation energy model based on continuum damage mechanics. *Acta Materialia*, 2006, vol. 54 (4), pp. 1101–1109. DOI: 10.1016/j.actamat.2005.10.033.
37. Rafi H.K., Karthik N.V., Gong H., Starr T.L., Stucker B.E. Microstructures and mechanical properties of Ti-6Al-4V parts fabricated by selective laser melting and electron beam melting. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2013, vol. 22 (12), pp. 3872–3883. DOI: 10.1007/s11665-013-0658-0.



38. Collins P.C., Brice D.A., Samimi P., Ghamarian I., Fraser H.L. Microstructural control of additively manufactured metallic materials. *Annual Review of Materials Research*, 2016, vol. 46 (1), pp. 63–91. DOI: 10.1146/annurev-matsci-070115-031816.
39. Liu S., Shin Y.C. Additive manufacturing of Ti-6Al-4V alloy: A review. *Materials & Design*, 2019, vol. 164, p. 107552. DOI: 10.1016/j.matdes.2018.107552.
40. Ho W.F., Ju C.P., Chern Lin J.H. Structure and properties of cast binary Ti–Mo alloys. *Biomaterials*, 1999, vol. 20 (22), pp. 2115–2122. DOI: 10.1016/S0142-9612(99)00114-3.
41. Klimenov V.A., Fedorov V.V., Slobodyan M.S., Pushilina N.S., Strelkova I.L., Klopotov A.A., Batranin A.V. Microstructure and compressive behavior of Ti-6Al-4V alloy built by electron beam free-form fabrication. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2020, vol. 29 (11), pp. 7710–7721. DOI: 10.1007/s11665-020-05223-9.
42. Zardiackas L.D., Mitchell D.W., Disegi J.A. Characterization of Ti-15Mo beta titanium alloy for orthopaedic implant applications. *Medical Applications of Titanium and Its Alloys: The Material and Biological Issues*. ASTM, 1996, pp. 60–75. DOI: 10.1520/stp16070s.
43. Majumdar P., Singh S.B., Chakraborty M. Elastic modulus of biomedical titanium alloys by nano-indentation and ultrasonic techniques – A comparative study. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 489 (1–2), pp. 419–425. DOI: 10.1016/j.msea.2007.12.029.
44. Rakhshadt A.G., Brostrem V.A., eds. *Spravochnik metallista*. V 5 t. T. 2 [Handbook of metalworker. In 5 vols. Vol. 2]. 3rd ed., rev. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1976. 720 p.
45. Simonelli M., Tse Y.Y., Tuck C. Effect of the build orientation on the mechanical properties and fracture modes of SLM Ti-6Al-4V. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, vol. 616, pp. 1–11. DOI: 10.1016/j.msea.2014.07.086.
46. Keist J.S., Palmer T.A. Role of geometry on properties of additively manufactured Ti-6Al-4V structures fabricated using laser based directed energy deposition. *Materials & Design*, 2016, vol. 106, pp. 482–494. DOI: 10.1016/j.matdes.2016.05.045.
47. Shunmugavel M., Polishetty A., Littlefair G. Microstructure and mechanical properties of wrought and additive manufactured Ti-6Al-4V cylindrical bars. *Procedia Technology*, 2015, vol. 20, pp. 231–236. DOI: 10.1016/j.protcy.2015.07.037.
48. Da Rocha S.S., Adabo G.L., Henriques G.E.P., Nóbilo M.A.d.A. Vickers hardness of cast commercially pure titanium and Ti-6Al-4V alloy submitted to heat treatments. *Brazilian Dental Journal*, 2006, vol. 17 (2), pp. 126–129. DOI: 10.1590/s0103-64402006000200008.
49. Brandl E., Baufeld B., Leyens C., Gault R. Additive manufactured Ti-6Al-4V using welding wire: Comparison of laser and arc beam deposition and evaluation with respect to aerospace material specifications. *Physics Procedia*, 2010, vol. 5, pp. 595–606. DOI: 10.1016/j.phpro.2010.08.087.
50. Galarraga H., Lados D.A., Dehoff R.R., Kirka M.M., Nandwana P. Effects of the microstructure and porosity on properties of Ti-6Al-4V ELI alloy fabricated by electron beam melting (EBM). *Additive Manufacturing*, 2016, vol. 10, pp. 47–57. DOI: 10.1016/j.addma.2016.02.003.

Conflicts of Interest

The authors declare no conflict of interest.

© 2023 The Authors. Published by Novosibirsk State Technical University. This is an open access article under the CC BY license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0>).