Sheremetyev V.A., Lezin V.D., Kozik M.V., Molchanov S.A. Improvement of selective laser melting regimes for the fabrication of Ti-6AI-4V...

**МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ И ТЕРМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА / PHYSICAL METALLURGY AND HEAT TREATMENT** 

УДК 669.2/.8.017

https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-35-47

# Совершенствование режима селективного лазерного плавления для изготовления пористых структур из сплава Ti-6Al-4V медицинского назначения

В.А. Шереметьев<sup>1</sup>, В.Д. Лезин<sup>1</sup>, М.В. Козик<sup>1</sup>, С.А. Молчанов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» Россия, 119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1

#### <sup>2</sup> OOO «Конмет»

Россия, 125413, г. Москва, ул. Онежская, 24/1

🖂 Вадим Алексеевич Шереметьев (vadim.sheremetyev@gmail.com)

Аннотация: Разработаны подходы к оптимизации режима селективного лазерного плавления (СЛП) для получения пористых материалов из сплава Ti−6Al−4V медицинского назначения с тонкими конструкционными элементами и низким уровнем дефектной пористости. Улучшенное проплавление тонких элементов с применением разработанных экспериментальных режимов СЛП достигается за счет значительного снижения расстояния между проходами лазера (с 0,11 до 0,04−0,05 мм), а баланс между плотностью энергии лазера и скоростью построения скомпенсирован путем изменения скорости пробега и мощности лазера. Результаты изучения дефектной пористости и твердости образцов, изготовленных по экспериментальным режимам СЛП, позволили установить 3 наиболее перспективных набора параметров, один из которых выбран для исследования механических свойств в сравнение с стандартным режимом СЛП. Для этого исследования разработаны и изготовлены образцы на основе структур типа ромбического додекаэдра и полиэдра Вороного пористостью 70−75 %. Установлено, что снижение уровня дефектной пористости с ≈1,8 % до 0,6 %, обеспеченное применением разработанного режима СЛП, способствует значительному повышению прочностных характеристик материала. Увеличение условного предела текучести ромбического додекаэдра с 76 до 132 МПа и Вороного с 66 до 86 МПа. При этом сохраняется низкий модуль Юнга (1−2 ГПа), соответствующий уровню жесткости губчатой костной ткани.

Ключевые слова: селективное лазерное плавление, титановые сплавы, пористые структуры, микроструктура, пористость, механические свойства.

Благодарности: Работа выполнена за счет гранта Российского научного фонда № 22-79-10299, https://rscf.ru/project/22-79-10299/

Для цитирования: Шереметьев В.А., Лезин В.Д., Козик М.В., Молчанов С.А. Совершенствование режима селективного лазерного плавления для изготовления пористых структур из сплава Ti–6Al–4V медицинского назначения. Известия вузов. Цветная металлургия. 2023;29(4):35–47. https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-35-47

# Improvement of selective laser melting regimes for the fabrication of Ti-6Al-4V porous structures for medical applications

V.A. Sheremetyev<sup>1</sup>, V.D. Lezin<sup>1</sup>, M.V. Kozik<sup>1</sup>, S.A. Molchanov<sup>2</sup>

<sup>1</sup> National University of Science and Technology "MISIS"

4 bld. 1 Leninskiy Prosp., Moscow 119049, Russia

<sup>2</sup> LLC "Conmet"
24/1 Onezhskaya Str., Moscow 125413, Russia

☑ Vadim A. Sheremetyev (vadim.sheremetyev@gmail.com)

Abstract: This article describes approaches to the optimization of regimes of selective laser melting (SLM) used in the fabrication of porous materials from medical grade Ti-6Al-4V alloy with thin structural elements and a low level of defect porosity. Improved fusion of thin

© 2023 г. В.А. Шереметьев, В.Д. Лезин, М.В. Козик, С.А. Молчанов



Научная статья Research article elements based on SLM regimes is achieved due to a significant decrease in the distance between laser passes (from 0.11 to 0.04-0.05 mm). Moreover, the balance between the laser energy density and building rate is compensated by changing the laser speed and laser power. The results of the study of defect porosity and hardness of samples fabricated according to experimental SLM regimes allowed three promising sets of parameters to be defined. One was selected for studying mechanical properties in comparison with the reference SLM regime. In the aims of this study, the samples were developed and fabricated using the structures of rhombic dodecahedron and Voronoi types with a porosity of 70-75 %. The decrease in defect porosity was established at  $\approx 1.8$  % to 0.6 %, depending on the SLM regime. This promotes a significant increase in strength properties of the material, including an increase in the yield strength of rhombic dodecahedron from 76 to 132 MPa and the Voronoi structure from 66 to 86 MPa. The low Young module (1–2 GPa) remains, corresponding to the rigidity level of spongy bone tissue.

Keywords: selective laser melting, titanium alloys, porous structures, microstructure, porosity, mechanical properties.

Acknowledgements: This work was supported by Grant No. 22-79-10299 of the Russian Science Foundation, https://rscf.ru/project/22-79-10299/ For citation: Sheremetyev V.A., Lezin V.D., Kozik M.V., Molchanov S.A. Improvement of selective laser melting regimes for the fabrication of Ti–6A1–4V porous structures for medical applications. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy*. 2023;29(4):35–47. (In Russ.). https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-35-47

#### Введение

Селективное лазерное плавление (СЛП), заключающееся в послойном сплавлении металлического порошка под воздействием движущегося лазерного луча, получило широкое распространение при производстве медицинских имплантатов и инструментов за счет быстрого перехода к изготовлению, большей свободы в конструировании изделий и высокой точности их геометрии. Для изготовления имплантатов методом СЛП широко используется стандартизированные медицинские сплавы Ti—6Al—4V, Ti—6Al—7Nb [1; 2], а также сплавы с памятью формы Ti—Ni, Ti—Zr—Nb медицинского назначения [3; 4].

Преимуществом СЛП перед традиционными методами производства в медицинской отрасли, помимо облегчения в изготовлении индивидуальных имплантатов, также является возможность получения пористых структур с заданными геометрией и размером ячеек. Применение пористых структур обусловлено необходимостью имитации строения костной ткани и ее свойств (модуль Юнга, прочность на сжатие, биологическая совместимость, склонность к врастанию костной ткани) [5]. Прорастание костной ткани в имплантат является одним из наиболее важных свойств и обеспечивает надежную механическую связь с костью [6; 7]. Это свойство определяется такими макроструктурными параметрами, как пористость (доля пустот от общего объема изделия), размеры, геометрическая форма и распределение пор.

Разработке новых и оптимизации геометрии существующих пористых структур для костных имплантатов посвящено в последнее десятилетие большое количество работ [8—11]. Можно выделить два подхода к созданию таких структур:

 непараметрическое построение, когда структура создается на основе геометрии единичного элемента;

— параметрическое построение, когда применяется алгоритм, имеющий входные данные в виде параметров пористой структуры (пористость, размер пор), а структура генерируется с некоторым элементом случайности, основываясь на математических выражениях [5].

Среди существующего разнообразия типов пористых структур для исследования были выбраны две: ромбический додекаэдр ( $\mathcal{A}$ , непараметрическое построение) и полиэдры Вороного (B, параметрическое построение). Материалы на основе ячейки типа  $\mathcal{A}$  отличаются однородностью макроструктуры и высокими прочностными свойствами во всех направлениях [12]. Структура B отличается меньшей однородностью, но по морфологии схожа с реальной костной тканью [13]. Она формируется при помощи создания сетчатой структуры, основанной на соединении случайных дискретных точек перемычками в соответствии с определенным алгоритмом [14].

Повышение комплекса функциональных и механических свойств материалов, получаемых методом СЛП, связано с минимизацией внутренних дефектов материала в виде пор в перемычках. Дефектная пористость формируется вследствие недостаточной или чрезмерной плотности энергии, определяющей условия плавления порошка [15]. Для устранения дефектной пористости необходимо правильно подобрать параметры СЛП [4]. Применительно к пористым структурам, где толщина внутренних элементов конструкции («перемычек») составляет 200—300 мкм, проблема дефектной пористости, так же как и точности геометрии, приобретает особое значение с точки зрения повышения прочностных характеристик изделий [16]. Решением этой проблемы может быть корректировка траектории движения лазера путем уменьшения расстояния между его проходами, которая, в свою очередь, требует изменения других параметров СЛП для обеспечения оптимальной плотности энергии.

Данная работа посвящена совершенствованию режима СЛП для изготовления пористых структур типа  $\mathcal{A}$  и  $\mathcal{B}$  с тонкими элементами конструкции и низким уровнем дефектной пористости из сплава Ti—6Al—4V (ASTM F3001) медицинского назначения.

#### Материалы и методы исследования

В качестве исходного материала был использован порошок сплава Ti-6Al-4V («AP&C a GE Additive Company», Канада). Согласно спецификации по стандарту ASTM B822 он обладал следующим распределением частиц по размерам: d10 = 23 мкм, d50 = 35 мкм, d90 = 47 мкм. По стандарту ASTM B213 текучесть и насыпная плотность составляли 25 с/50 г и 2,55 г/см<sup>3</sup> соответственно. Для изготовления экспериментальных образцов использовали лазерную установку TRUPRINT1000 («TRUMPF Gruppe», Германия), оборудованную иттербиевым лазером мощностью  $P_L = 175$  Вт с диаметром пятна 30 мкм и максимальной скоростью движения  $v \le 3000$  мм/с. Для управления режимами СЛП можно варьировать толщину слоя порошка (t) и шаг сканирования (*h*), определяемый расстоянием между проходами лазера в одном слое.

Согласно рекомендации производителя — компании TRUMPF (Германия), для изготовления изделий из указанного порошка применяется стандартный режим (далее *T*), включающий два набора параметров: для построения основной (внутренней) и контурной (внешней) частей изделия (табл. 1).

Основной режим формируется «штриховкой»

с определенным шагом для построения большей части изделия и должен отвечать требованиям оптимального проплавления порошкового слоя для обеспечения низкой дефектной пористости ( $p_d$ ). Контурный режим имеет один проход по контуру объекта в каждом слое и служит для обеспечения необходимого качества поверхности изделия. Для оптимизации параметров СЛП принято использовать приведенные характеристики: плотность энергии (E) и скорость построения (BR), рассчитываемые по следующим формулам [17]:

$$E = \frac{P_L}{vht},\tag{1}$$

$$BR = vht. \tag{2}$$

После изготовления все образцы подвергали термической обработке в вакуумной печи по стандартному режиму: отжиг при температуре 1010 °С (45 мин) с последующим охлаждением в печи. После термической обработки образцы срезали с платформы методом электроэрозионной резки.

Для оценки дефектной пористости методом металлографического анализа готовили шлифы путем многоступенчатой шлифовально-полировальной обработки в два этапа:

— механическая шлифовка на абразивной SiC-бумаге с крупностью абразива от Р320 до 4000;

 полировка с использованием суспензии на основе оксида кремния с размером частиц 0,05 мкм.

Шлифы анализировали на металлографическом микроскопе «VERSAMET-2» («UNITRON», Япония) при 50-кратном увеличении. Полученные фотографии микроструктуры обрабатывали при помощи программного обеспечения ImageJ («Wayne Rasband» (NIH), США). По отношению площади темных участков (пор) ко всей площади микрофотографии определяли дефектную пористость участка.

Пористость экспериментальных образцов (*p*) определяли путем взвешивания с использованием

Таблица 1. Параметры режимов СЛП, рекомендованные производителем Table 1. Parameters of SLM regimes recommended by the manufacturer

Режим	$P_L$ , Bt	<i>t</i> , MM	<i>h</i> , мм	<i>v</i> , мм/с	<i>Е</i> , Дж/мм <sup>2</sup>	<i>BR</i> , см <sup>3</sup> /ч
Основной	155	0,02	0,11	1200	58,71	9,50
Контурный	75	0,02	_	1000	_	_

плотности компактного сплава Ti—6Al—4V, которую вычисляли по формуле

$$p = \left(1 - \frac{\rho_{por}}{\rho_{mon}}\right) \cdot 100 \%, \qquad (3)$$

где  $\rho_{por}$  — плотность пористого образца, а  $\rho_{mon} = 4,47$  г/см<sup>3</sup> — плотность сплошного сплава Ti— 6Al—4V.

Плотность пористых образцов оценивали путем их взвешивания и расчета по формуле

$$\rho_{por} = \frac{m_{por}}{V_{ctl}} \cdot 100 \%, \tag{4}$$

где  $m_{por}$  — масса образца, г;  $V_{stl}$  — объем модели, см<sup>3</sup>.

Рентгеноструктурный анализ проводили с использованием рентгеновского дифрактометра D8 ADVANCE («Вгикег», Германия) при комнатной температуре в Си $K_{\alpha}$ -излучении в диапазоне углов 2 $\theta = 30^{\circ} \div 80^{\circ}$ . Микроструктуру образцов изучали на электронном сканирующем микроскопе VEGA LMH («TESCAN», Чехия), оборудованном устройством дифракции обратного рассеяния электронов (EBSD).

Твердость образцов по Виккерсу определяли с помощью твердомера Metkon Metallography («Metkon», Турция), выполняя не менее 5 измерений на каждый образец при нагрузке 1 кг с временем выдержки 10 с.

Механические свойства образцов пористых структур в форме цилиндров диаметром 14,0-14,5 мм и высотой 7,0-7,5 мм оценивали по результатам испытаний на одноосное сжатие. Испытания проводили на испытательной машине Instron 5966 («Instron – Division of ITW Ltd.», CIIIA) со скоростью деформации 2 мм/мин до достижения величины относительной деформации 50 %. По полученным кривым деформации определяли значения модуля Юнга (Е), условного предела текучести ( $\sigma_{0,2}$ ) и условного предела прочности ( $\sigma_{R}$ ). Для испытаний использовали по 3 образца на каждую экспериментальную точку. Рассчитанные значения механических свойств усредняли. Погрешность измерения определяли как стандартное отклонение.

#### Результаты и их обсуждение

# Выбор параметров пористых структур и создание моделей

Как было описано выше, для изучения в данной работе были выбраны пористые структуры двух типов — Д и В. Их геометрические характеристики

выбирали, исходя из анализа литературы и опираясь на требования к пористым структурам для обеспечения остеоинтеграции, а также на технологические возможности изготовления [8].

Выбор оптимального размера пор ограничен весьма широким интервалом  $D = 0,1\pm1,0$  мм [18]. Известно, что размеры пор  $D = 0,1\pm0,2$  мм достаточны для размещения отдельных остеоподобных клеток (остеобластов), значения  $D = 0,2\pm0,6$  мм позволяют обеспечить колонизацию остеобластов, а увеличение размера пор выше 0,6 мм способствует васкуляризации, образованию новых кровеносных сосудов и костной ткани [8, 10].

Очевидно, что чем выше пористость материала, тем больше внутренний свободный объем для костной ткани. Однако, согласно работам [19, 20], при значениях пористости p > 75 % прочностные показатели пористых структур значительно деградируют до уровней ниже свойств костной ткани.

Толщина тонких внутренних элементов конструкции («перемычек») во многом определяет пористость конечной структуры и ограничена возможностями СЛП. Согласно данным [8; 9] минимальный размер таких элементов для обеспечения высокой точности составляет 0,20-0,25 мм. Учитывая указанные требования и используя программное обеспечение Materialise 3-matic (Бельгия), были созданы модели пористых структур и цилиндрических образцов для последующего изготовления и оценки их механических свойств (см. рис. 1). Для определения параметров получающихся пористых структур (пористость (р), размер пор (D) и толщина перемычек (h)) САD-модели анализировали с помощью программного обеспечения VGStudio MAX 3.1 (Германия). Параметры разработанных пористых структур приведены в табл. 2.

Перемычки структуры с ячейкой типа Д имеют одинаковую толщину, их расположение под углом 45° относительно осей обеспечивает однородность механических свойств по всем направлениям (см. рис. 1). В элементе структуры типа B аналогич-

# Таблица 2. Параметры разработанных моделей пористых структур

Table 2. Parameters of the developed models of porous structures

Тип структуры	Размер перемычек, мм	Размер пор, мм	Пористость, %
Д	~0,26	0,4–0,5	~75,3
В	0,20-0,25	0,2-0,8	~75,5

Sheremetyev V.A., Lezin V.D., Kozik M.V., Molchanov S.A. Improvement of selective laser melting regimes for the fabrication of Ti-6AI-4V...



**Рис. 1.** Элементарная ячейка структуры типа  $\mathcal{J}(a)$  и элемент структуры *В* аналогичного размера ( $\delta$ ), а также модели экспериментальных образцов пористых структур  $\mathcal{J}(a)$  и *В*(c) для механических испытаний

Fig. 1. Elementary cell of D type structure (a) and cell of V type structure of similar size ( $\delta$ ), models of experimental samples of porous structures D (a) and V (z) for mechanical tests

ного размера наблюдаются перемычки с переменной толщиной, их расположение выглядит хаотично. За счет рандомизации при генерации подобной структуры поры также имеют различные размеры.

# Разработка экспериментальных режимов СЛП

Как видно из табл. 1, шаг сканирования лазера составляет 0,11 мм, что для построения тонких элементов конструкции является слишком большим, поскольку он сопоставим с размером перемычки (0,25 мкм) (см. рис. 2). Поэтому для построения разработанных пористых структур были выбраны основные режимы СЛП с шагом сканирования 0,04 и 0,05 мм. Как видно из рис. 2, такая стратегия движения лазера позволяет более эффективно применять основной режим при построении элементов малых размеров за счет увеличения количества проходов лазера внутри перемычек.

При разработке экспериментальных режимов СЛП значения плотности энергии и скорости



**Рис. 2.** Схемы траекторий движения лазера при построении цилиндра диаметром 0,25 мм в двух разных сечениях при использовании режимов с шагом сканирования 0,11, 0,05 и 0,04 мм

**Fig. 2.** Schematic view of laser trajectories when plotting a cylinder with a diameter of 0.25 mm in two different sections using SLM regimes with a scanning step of 0.11, 0.05 and 0.04 mm

Таблица 3. Параметры разработанных экспериментальных режимов СЛП и стандартного режима Т

Режим СЛП	<i>Р</i> <sub><i>L</i></sub> , Вт	<i>h</i> , мм	<i>v,</i> мм/с	<i>Е</i> , Дж/мм <sup>2</sup>	<i>BR</i> , см <sup>3</sup> /ч
1	136	0,04	2900	58,62	8,35
2	143	0,04	2600	68,75	7,49
3	160	0,04	2900	68,97	8,35
4	140	0,05	2860	48,95	10,3
5	155	0,05	2630	58,94	9,47
6	155	0,05	2250	68,89	8,10
7	175	0,05	2630	66,54	9,47
8	135	0,05	2630	51,33	9,47
9	167	0,05	2860	58,39	10,3
Т	155	0,11	1200	58,71	9,50

Table 3. Parameters of the developed experimental SLM regimes and standard regime T



**Рис. 3.** Карта распределения экспериментальных (т. *1–9*) и стандартного (*T*) режимов СЛП в зависимости от плотности энергии и скорости построения

Условная область перспективных режимов СЛП выделена серым

**Fig. 3.** Distribution map of experimental (1-9) and standard (T) SLM regimes as a function of energy density and building rate

The conditional area of promising SLM regimes is highlighted in gray

построения режима от производителя приняли за ориентир, так как эти условия позволяют получать изделия с низким уровнем дефектной пористости (менее 0,5 %). Далее, опираясь на данные работы [17], на графике зависимости плотности энергии от скорости построения была отмечена условная область, соответствующая сочетанию параметров СЛП для получения изделий с минимальным количеством внутренних дефектов (рис. 3). В качестве дополнительного ограничения при подборе параметров СЛП выступает предельная скорость построения изделий (вертикальные линии на рис. 3), которая определяется шагом сканирования (0,04 и 0,05 мм) и предельной скоростью сканирования. В результате подбора параметров СЛП были разработаны 9 экспериментальных режимов (табл. 3), которые показаны на карте их зависимости от плотности энергии и скорости построения (см. рис. 3).

#### Исследование дефектной пористости и твердости образцов, изготовленных по экспериментальным режимам СЛП

С применением разработанных режимов было изготовлено 9 образцов в форме куба  $3 \times 3 \times 3$  мм, внешний вид которых представлен на рис. 4. Видно, что образец, полученный по режиму 2, визуально отличается наличием дефектов на поверхности. Этот режим с минимальным значением *BR* является крайним на графике зависимости от плотности энергии и скорости построения (см. рис. 3).

Результаты измерения дефектной пористости  $(p_d)$  и твердости образцов, полученных с использованием экспериментальных режимов и в стандартных условиях (Т), представлены на рис. 5. Высокий уровень значений *р*<sub>d</sub> коррелирует с большой погрешностью измерения твердости HV, что объясняется попаданием индентора в непосредственной близости от пор. Материал, изготовленный по режимам 1, 5 и 7, обладает наиболее низкой дефектной пористостью и высокой твердостью, сопоставимыми с уровнем этих характеристик для сплава, полученного по режиму Т. Следует отметить, что эти режимы соответствуют достаточно узкому диапазону параметров (E = 58,6÷  $\div 66,5$  Дж/мм<sup>2</sup>, *BR* = 8,4 $\div$ 9,5 см<sup>3</sup>/ч). Учитывая результаты измерений, а также минимальный шаг Sheremetyev V.A., Lezin V.D., Kozik M.V., Molchanov S.A. Improvement of selective laser melting regimes for the fabrication of Ti-6AI-4V...



**Рис. 4.** Внешний вид образцов, полученных по экспериментальным режимам СПЛ *1*–*9* (см. табл. 3), с поддержками на платформе

Fig. 4. External view of samples obtained according to the experimental SLM regimes 1-9 (see Table 3), with supports on the platform





Fig. 5. Defect porosity and hardness of samples obtained by experimental regimes I-9, compared with the standard regime T

сканирования (0,04 мм), для дальнейшего исследования и изготовления пористых структур был выбран режим *I* в сопоставлении со стандартными условиями *T*.

# Исследование фазового состава и микроструктуры

Результаты ренгенографического анализа сплава, изготовленного по режимам *T* и *1*, до и после термической обработки (TO) представлены на рис. 6. Во всех случаях сплав находится в однофазном состоянии низкотемпературной гексагональной плотноупакованной (ГПУ) α-фазы. Явных рентгеновских линий высокотемпературной ОЦК β-фазы на рентгеновских дифрактограммах не обнаружено.

Исследование микроструктуры сплава после СЛП по двум режимам и последующей термообработки, выполненное с помощью дифракции обратного рассеяния электронов в плоскости, параллельной плоскости построения (рис. 7), показало, что изменение режима не привело к изменению структурного состояния материала. Микроструктура представлена преимущественно пластинами  $\alpha$ -фазы толщиной 1—5 мкм, сформированными в результате  $\beta \rightarrow \alpha$ -превращения в ходе охлаждения после отжига. Контуры пакетов из пластин  $\alpha$ -фазы представляют собой бывшие (унаследованные) Шереметьев В.А., Лезин В.Д., Козик М.В., Молчанов С.А. Совершенствование режима селективного лазерного плавления...



**Рис. 6.** Рентгеновские дифрактограммы образцов, полученных по режимам *T* и *1*, до и после термообработки **Fig. 6.** *X*-ray diffraction patterns of samples obtained by regimes *T* and *1*, before and after heat treatment



**Рис. 7.** Микроструктура образцов, полученных по режимам T(a) и 1(b), после термообработки **Fig. 7.** Microstructure of samples obtained by regimes T(a) and 1(b), after heat treatment

границы зерен высокотемпературной β-фазы, в пределах которых пакеты образовались.

Фазовое состояние и микроструктура сплава полностью соответствуют полученным по стандартному режиму СЛП после ТО в проведенном ранее исследовании этого сплава [20].

#### Исследование макроструктуры и механических свойств пористых структур

Макроструктура пористых образцов, полученных по режиму *1*, представлена на рис. 8. На внутренней поверхности наблюдается значительное количество приплавленных гранул порошкового материала. В нижней части образцов этих частиц гораздо больше, что объясняется особенностями процесса СЛП и согласуется с наблюдениями других исследователей [21]. Гранулы на поверхности создают концентраторы напряжений, способствуют зарождению усталостных трещин и снижают усталостную прочность материала, поэтому их нужно удалять [21]. Кроме того, их присутствие затрудняет количественную оценку точности геометрии тонких структурных элементов конструкции.

#### Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy • 2023 • Vol. 29 • No. 4 • P. 35-47

Sheremetyev V.A., Lezin V.D., Kozik M.V., Molchanov S.A. Improvement of selective laser melting regimes for the fabrication of Ti-6AI-4V...



**Рис. 8.** Макроструктура образцов пористых структур типа Д (*a*, *б*) и В (*b*, *c*), полученных по режиму 1 *a*, *b* – вид сверху, *б*, *c* – снизу

Fig. 8. Macrostructure of samples of porous structures of D type  $(a, \delta)$  and V type (a, c), obtained by regime 1 a, b - top view,  $\delta$ , c - bottom view

Количественную оценку дефектной пористости и геометрии проводили, анализируя снимки в нескольких сечениях образца, полученные с помощью световой электронной микроскопии (см. рис. 9). Качественная оценка изображений показала различие в уровне дефектной пористости между образцами, изготовленными по режимам *T* и *1*.

В результате количественного анализа дефектной пористости установлено, что у структур, полученных по режиму I, она в 3 раза ниже, чем у образцов, изготовленных по режиму производителя, и составляет около 0,6 % (см. рис. 9,  $\partial$ ).

Толщина перемычек структуры типа  $\mathcal{A}$ , измеренная по микрофотографиям, составляет 265±15 мкм и 245±14 мкм для режимов *1* и *T*. Различия значений дефектной пористости и среднего размера перемычек отражаются на общей пористости образцов:  $p = 72,3\pm1,2$  % для режима T и p = $= 70,0\pm1,0$  % для режима *1*. Диаграммы деформации сжатием образцов пористых структур типа  $\mathcal{A}$  и  $\mathcal{B}$ , изготовленных по двум режимам, представлены на рис. 10. Условный предел прочности ( $\sigma_{\rm B}$ ) определяли по точке первого резкого снижения напряжения, что соответствует первичному разрушению одного из рядов перемычек пористой структуры.

Сравнение механических свойств пористых структур показывает, что применение разработанного режима приводит к значительному повышению прочностных характеристик: увеличение условного предела текучести с 76 до 132 МПа для  $\mathcal{A}$  и с 66 до 86 МПа для B (см. рис. 10 и табл. 4). Такое различие в прочности двух типов структур связано с более оптимальной конструкцией  $\mathcal{A}$  [5]. Следует отметить, что модуль Юнга при достаточно существенном повышении прочности изменяется незначительно и остается в диапазоне 1—2 ГПа, что соответствует этому показателю для губчатой

Шереметьев В.А., Лезин В.Д., Козик М.В., Молчанов С.А. Совершенствование режима селективного лазерного плавления...











**Рис. 10.** Диаграммы деформации сжатием образцов пористых структур типа  $\mathcal{I}(a)$  и  $B(\delta)$ , полученных по режимам T и 1

Fig. 10. Compression strain diagrams of samples of porous structures of D type (a) and V type (b), obtained by regimes T and 1

#### Таблица 4. Механические свойства пористых структур, полученных по режимам *T* и *1*, в сравнении с аналогами из литературы и типами костной ткани

Тип структуры (режим СЛП)	p, %	σ <sub>0,2</sub> , МПа	σ <sub>в</sub> , МПа	<i>Е</i> , ГПа	
Д(Т)	72,3±1,2	76±3	103±6	$1,24{\pm}0,08$	
<i>B</i> ( <i>T</i> )	74,5±1,5	66±4	80±4	$1,09\pm0,14$	
Д(1)	$70,0{\pm}1,0$	132±8	173±5	$1,55\pm0,12$	
B (1)	73,4±1,3	86±6	104±5	$1,25\pm0,10$	
<i>B</i> [19]	68,1±2,7	80±5	93±3	$1,82\pm0,15$	
Д [12]	$70^{*}$	140±6	174±4	$4,89{\pm}0,05$	
Костная ткань [11]:					
плотная кость	_	42-176	_	7-30	
губчатая кость	40-80	0,2-10,5	_	0,04-2,0	
позвонки	—	3-6	—	0,37	
* Пористость согласно САД-модели.					

Table 4. Mechanical properties of porous structures obtained by regimes T and 1 in comparison with analogues and types of bone tissue

костной ткани. Сравнивая механические свойства пористых структур двух типов, построенных по разработанному режиму СЛП, можно заметить, что при одинаковой пористости и сопоставимом уровне прочности значения модуля Юнга ниже, чем у аналогов (1,55 $\pm$ 0,12 против 4,89 $\pm$ 0,05 для  $\mathcal{A}$  и 1,25 $\pm$ 0,10 против 1,82 $\pm$ 0,15 для  $\mathcal{B}$ ).

## Заключение

По результатам исследования влияния параметров селективного лазерного плавления на дефектную пористость, фазовый состав, микроструктуру и твердость сплава Ti—6Al—4V разработан подход к совершенствованию режимов СЛП, позволяющих изготавливать высокопористые материалы с тонкими внутренними элементами конструкции. Метод был эффективно применен в процессе изготовления разработанных для костных имплантатов пористых структур типа  $\mathcal{Д}$  и  $\mathcal{B}$ пористостью около 75 %.

Показано, что снижение уровня дефектной пористости с  $\approx$ 1,8 до 0,6 %, обеспеченное применением разработанного режима СЛП, способствует значительному повышению прочностных характеристик материала — увеличению условного предела текучести ромбического додекаэдра с 76 до 132 МПа и Вороного с 66 до 86 МПа. При этом сохраняется низкий модуль Юнга (1—2 ГПа), соответствующий уровню жесткости губчатой костной ткани.

### Список литературы/References

 Shunyu Liu, Yung C. Shin, Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: A review. *Materials & Design*. 2019; 164:107552.

```
https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.107552
```

 Chlebus E., Kuźnicka B., Kurzynowski T., Dybała B. Microstructure and mechanical behaviour of Ti-6Al-7Nb alloy produced by selective laser melting. *Materials Characterization*. 2011;62(5):488–495.

https://doi.org/10.1016/j.matchar.2011.03.006

 Jalali M., Mohammadi K., Movahhedy M.R., Karimi F., Sadrnezhaad S.K., Chernyshikhin S.V., Shishkovsky I.V. SLM additive manufacturing of NITI porous implants: A review of constitutive models, finite element simulations, manufacturing, heat treatment, mechanical, and biomedical studies. *Metals and Materials International*. 2023.

#### https://doi.org/10.1007/s12540-023-01401-1

- Brailovski V., Kalinicheva V., Letenneur M., Lukashevich K., Sheremetyev V., Prokoshkin S. Control of density and grain structure of a laser powder bed-fused superelastic Ti—18Zr—14Nb alloy: Simulation-driven process mapping. *Metals.* 2020;10(12):1697. https://doi.org/10.3390/met10121697
- Chen H., Han Q., Wang C., Liu Y., Chen B., Wang J. Porous scaffold design for additive manufacturing in orthopedics: A review. *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*. 2020;8. https://doi.org/10.3389/fbioe.2020.00609
- 6. Nune K.C., Misra R.D., Li S.J., Hao Y.L., Yang R. Cellular response of osteoblasts to low modulus Ti-24Nb-

4Zr—8Sn alloy mesh structure. *Journal of Biomedical Materials Research. Pt. A.* 2016;105(3):859—870. https://doi.org/10.1002/jbm.a.35963

- Warnke P.H., Douglas T., Wollny P., Sherry E., Steiner M., Galonska S., Becker S.T., Springer I.N., Wilftang J., Sivenanthan S. Rapid prototyping: Porous titanium alloy scaffolds produced by selective laser melting for bone tissue engineering. *Tissue Engineering. Pt. C: Methods.* 2009;15(2):115–124. https://doi.org/10.1089/ten.tec.2008.0288
- Barba D., Alabort E., Reed R.C. Synthetic bone: Design by additive manufacturing. *Acta Biomaterialia*. 2019;97:637– 656. https://doi.org/10.1016/j.actbio.2019.07.049
- Yan C., Hao L., Hussein A., Young P. Ti–6A1–4V triply periodic minimal surface structures for bone implants fabricated via selective laser melting. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2015;51:61–73. https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.06.024
- Taniguchi N., Fujibayashi S., Takemoto M., Sasaki K., Otsuki B., Nakamura T., Matsushita T., Kokubo T., Matsuda S. Effect of pore size on bone ingrowth into porous titanium implants fabricated by additive manufacturing: An in vivo experiment. *Materials Science and Engineering: C.* 2016;59:690–701.

https://doi.org/10.1016/j.msec.2015.10.069

- Timercan A., Sheremetyev V., Brailovski V. Mechanical properties and fluid permeability of gyroid and diamond lattice structures for intervertebral devices: Functional requirements and comparative analysis. *Science and Technology of Advanced Materials*. 2021;22(1):285–300. https://doi.org/10.1080/14686996.2021.1907222
- Li J., Chen D., Zhang Y., Yao Y., Mo Z., Wang L., Fan Y. Diagonal-symmetrical and midline-symmetrical unit cells with same porosity for bone implant: Mechanical properties evaluation. *Journal of Bionic Engineering*. 2019;16(3):468–479.

https://doi.org/10.1007/s42235-019-0038-z

- Fantini M., Curto M.. Interactive design and manufacturing of a Voronoi-based biomimetic bone scaffold for morphological characterization. *International Journal on Interactive Design and Manufacturing (IJIDeM)*. 2017;12(2):585–596. https://doi.org/10.1007/s12008-017-0416-x
- 14. Liu T., Guessasma S., Zhu J., Zhang W. Designing cel-

lular structures for additive manufacturing using Voronoi—Monte Carlo approach. *Polymers*. 2019;11(7):1158. https://doi.org/10.3390/polym11071158

- Bhandari L., Gaur V. A study on defect-induced fatigue failures in SLM Ti6A14V alloy. *Procedia Structural Integrity*. 2022;42:529–536. https://doi.org/10.1016/j.prostr.2022.12.067
- Sombatmai A., Uthaisangsuk V., Wongwises S., Promoppatum P. Multiscale investigation of the influence of geometrical imperfections, porosity, and size-dependent features on mechanical behavior of additively manufactured Ti-6Al-4V lattice struts. *Materials & Design*. 2021;209:109985.

https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109985

- Letenneur M., Kreitcberg A., Brailovski V. Optimization of laser powder bed fusion processing using a combination of melt pool modeling and design of experiment approaches: Density control. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*. 2019;3(1):21. https://doi.org/10.3390/jmmp3010021
- Saremian R., Badrossamay M., Foroozmehr E., Kadkhodaei M., Forooghi F. Experimental and numerical investigation on lattice structures fabricated by selective laser melting process under quasi-static and dynamic loadings. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2021;112(9-10):2815–2836. https://doi.org/10.1007/s00170-020-06112-0
- Zhu L., Liang H., Lv F., Xie D., Wang C., Mao Y., Yang Y., Tian Z., Shen L. Design and compressive fatigue properties of irregular porous scaffolds for orthopedics fabricated using selective laser melting. *ACS Biomaterials Science* & Engineering. 2021;7(4):1663–1672.

https://doi.org/10.1021/acsbiomaterials.0c01392

- Jimenez E.H., Kreitcberg A., Moquin E., Brailovski V. Influence of post-processing conditions on the microstructure, static, and fatigue resistance of laser powder bed fused Ti—6A1—4V components. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*. 2022;6:85. https://doi.org/10.3390/jmmp6040085
- Van Hooreweder B., Apers Y., Lietaert K., Kruth J.P. Improving the fatigue performance of porous metallic biomaterials produced by selective laser melting. *Acta Biomaterialia*. 2017;47:193–202.

https://doi.org/10.1016/j.actbio.2016.10.005

## Информация об авторах

Вадим Алексеевич Шереметьев – к.т.н., ведущий научный сотрудник кафедры обработки металлов давлением (ОМД), Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» (НИТУ МИСИС). http://orcid.org/0000-0002-2086-0628 E-mail: vadim.sheremetvev@gmail.com

**Вячеслав Дмитриевич Лезин** – аспирант, лаборант-исследователь кафедры ОМД, НИТУ МИСИС. http://orcid.org/0000-0002-7568-2005 E-mail: vyacheslavlezin@gmail.com

Марина Владимировна Козик – студент-магистр, лаборант-исследователь кафедры ОМД, НИТУ МИСИС. http://orcid.org/0009-0001-9857-973X

E-mail: marinakozik627@gmail.com

Сергей Алексеевич Молчанов – начальник службы качества, ООО «Конмет». http://orcid.org/0009-0001-7237-3872 E-mail: molchanov@conmet.ru

## Information about the authors

Vadim A. Sheremetyev – Cand. Sci. (Eng.), Leading Researcher, Metal Forming Department, National University of Science and Technology "MISIS" (NUST MISIS). http://orcid.org/0000-0002-2086-0628 E-mail: vadim.sheremetyev@gmail.com

Viacheslav D. Lezin – Postgraduate, Research Laboratory Assistant, Metal Forming Department, NUST MISIS. http://orcid.org/0000-0002-7568-2005 E-mail: vyacheslavlezin@gmail.com

Marina V. Kozik – Master Student, Research Laboratory Assistant, Metal Forming Department, NUST MISIS. http://orcid.org/0009-0001-9857-973X E-mail: marinakozik627@gmail.com

Sergey A. Molchanov – Head of Quality Service, LLC "Conmet". http://orcid.org/0009-0001-7237-3872 E-mail: molchanov@conmet.ru

## Вклад авторов

**В.А. Шереметьев** – определение цели работы, проведение экспериментов, написание и корректировка текста статьи.

**В.Д. Лезин** — подготовка материалов и исходных образцов, подготовка текста статьи.

**М.В. Козик** — подготовка шлифов и получение микроснимков, участие в обсуждении результатов.

С.А. Молчанов – участие в обсуждении результатов.

## **Contribution of the authors**

**V.A. Sheremetyev** – formulated the research objectives, conducted experiments, wrote and revised the manuscript.

**V.D. Lezin** – prepared materials and initial samples, prepared the manuscript.

**M.V. Kozik** – prepared polished samples and obtained micrographs, participated in the discussion of the results.

S.A. Molchanov - participated in the discussion of the results.

Статья поступила в редакцию 24.04.2023, доработана 28.04.2023, подписана в печать 03.05.2023 The article was submitted 24.04.2023, revised 28.04.2023, accepted for publication 03.05.2023