

## Микроструктура и прочность 3D-напечатанного сплава Ti–6Al–4V, подвергнутого кручению под высоким давлением

© 2024

Усманов Эмиль Ильдарович\*<sup>1</sup>, инженер НИИ физики перспективных материалов  
Савина Яна Николаевна<sup>2</sup>, инженер-исследователь НИИ физики перспективных материалов  
Валиев Роман Русланович<sup>3</sup>, кандидат технических наук,  
старший научный сотрудник НИИ физики перспективных материалов  
Уфимский университет науки и технологий, Уфа (Россия)

\*E-mail: usmanovei@uust.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1725-4651>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1387-8819>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1584-2385>

Поступила в редакцию 27.06.2023

Принята к публикации 12.02.2024

**Аннотация:** В настоящее время одним из эффективных методов 3D-печати является проволоочная электронно-лучевая аддитивная технология (ЭЛАТ), которая позволяет изготавливать крупногабаритные промышленные заготовки из титанового сплава Ti–6Al–4V. Однако Ti–6Al–4V, полученный данным методом, демонстрирует пониженные прочностные свойства. Известно, что повысить прочностные свойства металлических материалов можно посредством измельчения их зеренной структуры кручением под высоким давлением (КВД). Настоящая работа направлена на исследование влияния КВД на микроструктуру и механическую прочность конструкционного титанового сплава Ti–6Al–4V, полученного методом ЭЛАТ. Посредством оптической, растровой и просвечивающей электронной микроскопии изучена микроструктура 3D-напечатанного сплава Ti–6Al–4V в исходном состоянии и после КВД. Проведен EBSD-анализ материала в исходном состоянии. Измерена микротвердость материала в исходном и деформированном состояниях. С использованием зависимости предела текучести от микротвердости определена предположительная механическая прочность материала после обработки методом КВД. Обсуждаются микроструктурные особенности 3D-напечатанного сплава Ti–6Al–4V после КВД, за счет которых обеспечивается повышенная прочность данного материала. Результаты исследований демонстрируют, что 3D-печать методом ЭЛАТ позволяет получить титановый сплав Ti–6Al–4V с необычной для данного материала микроструктурой, которая состоит из столбчатых первичных  $\beta$ -зерен с поперечным размером 1–2 мм, внутри которых располагаются мартенситные иглы  $\alpha'$ -Ti. Между иглами  $\alpha'$ -Ti наблюдаются тонкие прослойки  $\beta$ -Ti толщиной около 200 нм. Дальнейшая деформационная обработка сплава методом КВД позволила сформировать в его объеме ультрамелкозернистую структуру, состоящую предположительно из  $\alpha$ -зерен со средним размером (25±10) нм. КВД-обработка 3D-напечатанного сплава позволила достичь довольно высоких значений микротвердости (448±5) HV<sub>0,1</sub>, что по соотношению HV=2,8–3 $\sigma_t$  соответствует предположительному пределу текучести, равному примерно 1460 МПа.

**Ключевые слова:** 3D-напечатанный титановый сплав Ti–6Al–4V; титановый сплав Ti–6Al–4V; электронно-лучевая проволоочная аддитивная технология; 3D-печать; кручение под высоким давлением; микроструктура; механические свойства.

**Благодарности:** Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 22-19-00445, <https://rscf.ru/project/22-19-00445/>.

Исследования выполнены с использованием оборудования ЦКП «Нанотех» ФГБОУ ВО «УУНиТ».

Статья подготовлена по материалам докладов участников XI Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2023), Тольятти, 11–15 сентября 2023 года.

**Для цитирования:** Усманов Э.И., Савина Я.Н., Валиев Р.Р. Микроструктура и прочность 3D-напечатанного сплава Ti–6Al–4V, подвергнутого кручению под высоким давлением // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 3. С. 109–116. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-10.

### ВВЕДЕНИЕ

Кручение под высоким давлением (КВД) является одним из наиболее известных методов интенсивной пластической деформации (ИПД), который позволяет эффективно измельчать микроструктуру в металлических материалах и обеспечивать получение ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры с размерами менее 100 нм и, соответственно, повышение их прочностных свойств [1–3]. Имеется целый ряд работ по использованию КВД для обработки популярного в промышленности титанового сплава Ti–6Al–4V (российское название – ВТ6). В работе [4] авторы применили обработку

методом КВД на титановом сплаве Ti–6Al–4V, полученном горячей прокаткой. В результате наблюдали значительное измельчение зеренной структуры до 100–200 нм и, соответственно, сильный рост прочности до  $\sigma_B=1740$  МПа. В работе [5] авторы подвергли обработке КВД титановый сплав Ti–6Al–4V с пластинчатой структурой. Результаты исследований показали, что 10 об. КВД при давлении 7,5 ГПа позволяют сформировать в сплаве Ti–6Al–4V наноструктурное состояние со средним размером зерен 52,7 нм и микротвердостью на уровне 432 HV. При этом наблюдался значительный рост трибологических свойств, таких как сопротивление

трению и износу. В работах [6–8] показано, что формирование УМЗ-структуры в сплаве Ti-6Al-4V обеспечивает проявление сверхпластичности в условиях относительно низких температур (550–650 °C).

В последние годы было продемонстрировано, что сплав Ti-6Al-4V и изделия из него могут быть успешно получены методами 3D-аддитивных технологий [9–11]. При этом в работах [12–14] показано, что метод проволоочной электронно-лучевой аддитивной технологии (ЭЛАТ) является одним из наиболее перспективных и открывает широкие перспективы для производства крупногабаритных деталей сложной формы из титановых сплавов. Основными преимуществами данной технологии являются высокая производительность (до 2500 см<sup>3</sup>/ч) и почти 100 % эффективность расхода сырья. Кроме того, проволока значительно дешевле по сравнению с порошковым сырьем, и ее номенклатура в продаже представлена гораздо шире.

3D-напечатанный титановый сплав Ti-6Al-4V имеет специфичную исходную микроструктуру, которая существенно отличается от такого же сплава, полученного традиционными способами производства (литьем, штамповкой и т. д.). В частности, микроструктура после ЭЛАТ-обработки состоит из крупных столбчатых зерен исходной  $\beta$ -фазы, содержащих пластинчатую мартенситную  $\alpha'$ -фазу, которая формируется за счет быстрого затвердевания ванны расплава и многократных фазовых превращений, вызванных повторными термоциклами [10; 12]. Однако такая структура характеризуется более низкими прочностными свойствами и заметно уступает таковым по сравнению с горячекатаным состоянием [15; 16]. В этой связи актуальной задачей является изучение трансформации микроструктуры, полученной методами аддитивных технологий для повышения прочностных свойств сплава. Большой интерес представляет исследование формирования УМЗ-структуры при воздействии методами ИПД. Недавно такая работа была выполнена на сплаве Ti-6Al-4V, полученном посредством технологии прямого подвода энергии и материала (directed energy deposition (DED)), где исследовали влияние равноканального углового прессования (РКУП) на микроструктуру и механические свойства [17]. Было установлено, что в сплаве, подвергнутом РКУП, наблюдается заметное повышение механических свойств в терминах прочности и пластичности.

КВД-обработка приводит к еще более значительному измельчению структуры, и научный интерес представляют возможные уникальные свойства, которые может обрести 3D-напечатанный сплав Ti-6Al-4V после данной обработки. Настоящая работа носит фундаментальный характер. В дальнейшем ее результаты могут стать основой для исследований, направленных на повышение механических свойств 3D-напечатанных деталей разной геометрии, с использованием метода ИПД трением с перемешиванием, который, как известно, можно применять для обработки поверхности различных материалов, в т. ч. и титановых сплавов [18].

Цель исследования – изучение влияния обработки методом кручения под высоким давлением на микроструктуру и механическую прочность 3D-напечатанного методом проволоочной электронно-лучевой аддитивной технологии титанового сплава Ti-6Al-4V.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала для исследований использовали титановый сплав Ti-6Al-4V, полученный в ИФПМ СО РАН, г. Томск, Россия с помощью уникальной научной установки для проволоочного электронно-лучевого аддитивного производства [12; 13]. В качестве сырья применяли проволоку диаметром 1,6 мм из титанового сплава Ti-6Al-4V, плавление которой осуществлялось электронно-лучевой пушкой с плазменным катодом в вакууме  $1,3 \times 10^{-3}$  Па. Подача проволоки производилась со скоростью 2 м/мин под углом 35° к поверхности опорной плиты. Перемещение опорной плиты относительно электронного луча осуществлялось по меандровой траектории с зеркально наплавленными слоями со скоростью 2,2 мм/с. Из полученной заготовки выточили прутки диаметром 20 мм. Затем из него при помощи электроэрозионного станка АРТА-120 вырезали образцы диаметром 20 мм и высотой 2 мм для проведения деформационной обработки и дальнейших исследований.

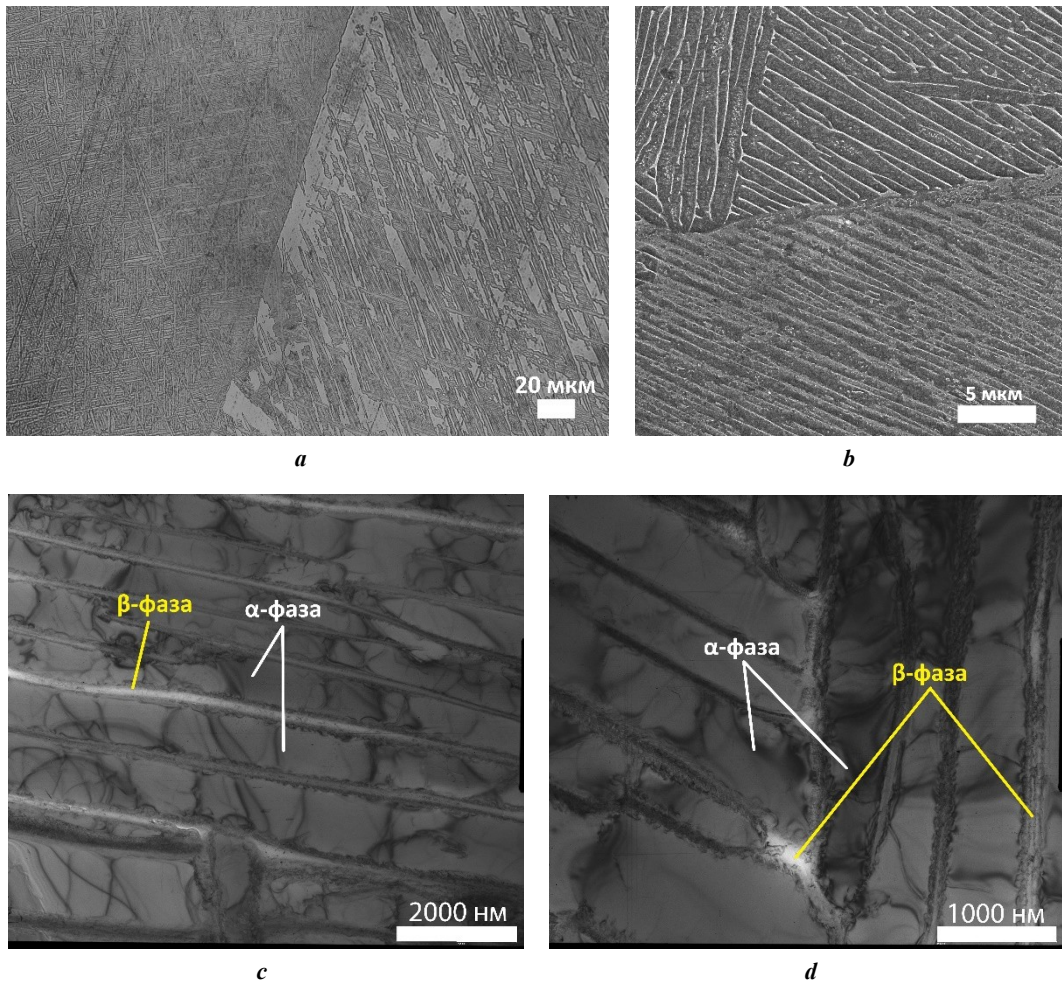
Образцы титанового сплава, полученные путем электронно-лучевого плавления проволоки, подвергались КВД на уникальной научной установке СКРУДЖ-200 в НИИ ФПМ ФГБОУ ВО «УУНиТ», г. Уфа, Россия при удельном сжимающем давлении 6 ГПа по режиму: количество оборотов – 10, скорость вращения бойка – 0,2 об/мин. После деформации были получены образцы диаметром 20 мм и высотой 0,9–1,0 мм. Данные режимы обработки подробно описаны в [2; 4].

Микроструктуру исходных и деформированных образцов исследовали с помощью оптического микроскопа Olympus GX51, сканирующего электронного микроскопа TESCAN MIRA LM и просвечивающего электронного микроскопа JEM-2100 (JEOL, Япония) с ускоряющим напряжением 200 кВ. Образцы для просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) после КВД получали из области в 5 мм от центра образца.

Оценку микротвердости проводили по методу Виккерса с алмазной пирамидкой при нагрузке 100 г в течение 15 с на приборе DuraScan 50 (EMCO-Test, Австрия). Для получения среднего значения для каждого структурного состояния измерения проводили не менее 40 раз.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Микроструктура сплава Ti-6Al-4V, полученного методом проволоочной ЭЛАТ, в исходном состоянии представлена на рис. 1. На изображении, полученном в оптическом микроскопе (рис. 1 а), наблюдаются столбчатые первичные  $\beta$ -зерна с поперечным размером 1–2 мм, в объеме которых в процессе наплавки сформировались зерна  $\alpha$ -морфологии. Такие зерна состоят из комбинации пластинчатой и игольчатой мартенситной  $\alpha'$ -фазы (темный контраст на изображении). Наблюдаются и крупные пластины  $\beta$ -фазы, размеры которых достигают примерно (10±2) мкм (светлый контраст на изображении). Детальные исследования микроструктуры образцов в растровой электронной микроскопии (РЭМ) и ПЭМ позволили определить толщину пластин  $\alpha'$ -фазы, которая составляет примерно (1,5±0,5) мкм, а также тонкие прослойки толщиной около 200 нм (рис. 1 б–д), представляющие собой  $\beta$ -фазу. В широких пластинах  $\alpha'$ -фазы заметны отдельные дислокации.



**Рис. 1.** Микроструктура 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V:  
*a* – в оптическом микроскопе (ОМ); *b* – в растровом электронном микроскопе (РЭМ);  
*c, d* – в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ)  
**Fig. 1.** Microstructure of a 3D-printed Ti-6Al-4V alloy:  
*a* – in an optical microscope (OM); *b* – in a scanning electron microscope (SEM);  
*c, d* – in a transmission electron microscope (TEM)

На рис. 2 представлены результаты EBSD-анализа образца сплава Ti-6Al-4V в исходном состоянии. На EBSD-картинах в данном состоянии наблюдается пластинчатая микроструктура, объединенная в большие скопления с преимущественно малоугловой разориентировкой границ зерен. Протяженность большеугловых границ составила 17,6 см, малоугловых – 1,16 см.

В результате деформационной обработки методом КВД в сплаве Ti-6Al-4V удалось существенно измельчить структуру (рис. 3). Наблюдается неоднородный контраст из-за высокого уровня внутренних напряжений, обусловленного повышенной плотностью дефектов кристаллической решетки. По темнопольным изображениям структура состоит из равноосных зерен со средним размером (25±10) нм. На электронограммах наблюдаются многочисленные рефлексы, расположенные по окружности, что свидетельствует о наличии зерен с преимущественно большеугловыми границами. Размытие дифракционных рефлексов также свидетельствует о высоких внутренних напряжениях и упругих искажениях кристаллической решетки.

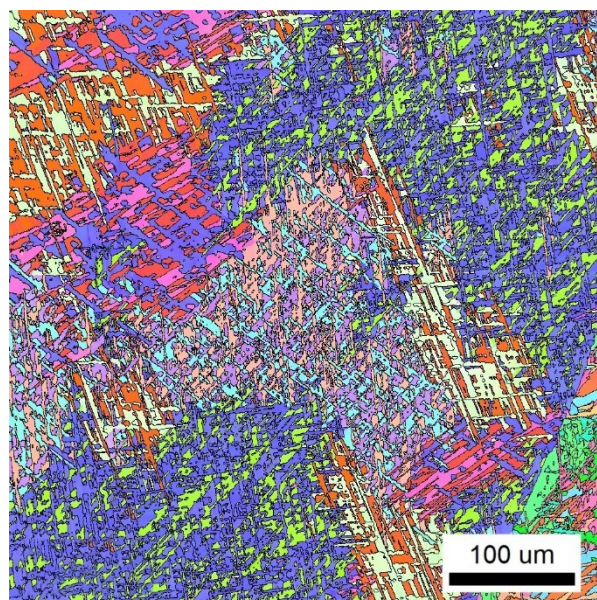
К сожалению, ввиду малого размера зерен и высоких внутренних напряжений не удалось получить EBSD-карты микроструктуры сплава Ti-6Al-4V, изготовленного с помощью ЭЛАТ и подвергнутого КВД.

В исходном состоянии среднее значение микротвердости образца Ti-6Al-4V, полученного ЭЛАТ, составляет (308±4) HV<sub>0,1</sub> (рис. 4 и таблица 1). Последующая обработка методом КВД 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V позволила значительно повысить значения микротвердости материала. При этом наблюдается небольшая неоднородность по диаметру образца, что характерно для деформации кручением. Наилучшая проработка в процессе КВД наблюдается в области середины радиуса, в которой средняя микротвердость находится на уровне порядка (448±5) HV<sub>0,1</sub>.

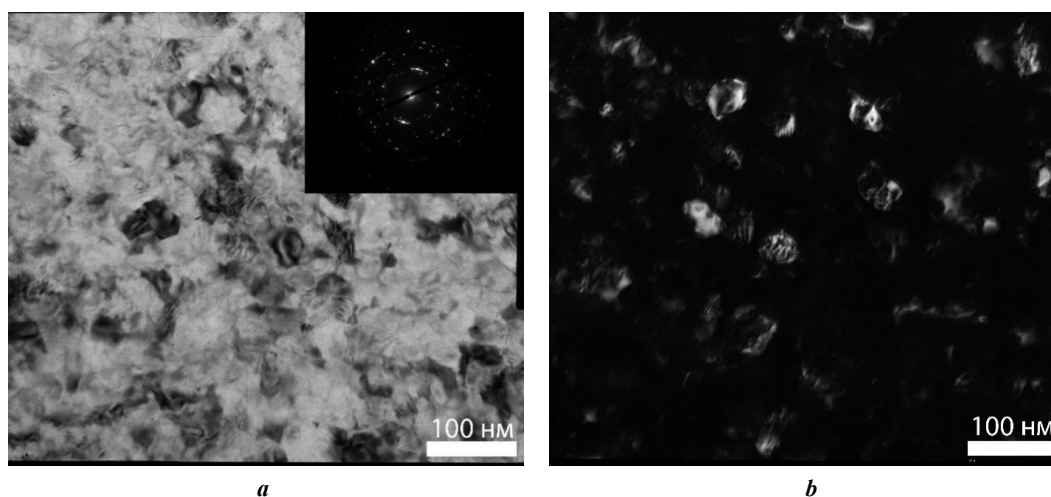
## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В настоящей работе был исследован титановый сплав Ti-6Al-4V, полученный проволочной ЭЛАТ и подвергнутый КВД. Микроструктура исходного





**Рис. 2.** EBSD-картина 3D-напечатанного образца сплава Ti-6Al-4V  
**Fig. 2.** EBSD image of a 3D-printed Ti-6Al-4V alloy sample



**Рис. 3.** ПЭМ-изображения структуры 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V после КВД:  
**a** – светлопольное изображение; **b** – темнопольное изображение  
**Fig. 3.** TEM images of the structure of a 3D-printed Ti-6Al-4V alloy after high-pressure torsion (HPT):  
**a** – bright-field image; **b** – dark-field image

состояния представляет собой столбчатые первичные  $\beta$ -зерна, внутри которых располагаются мартенситные пластины  $\alpha'$ -Ti с поперечными размерами около  $(1,5 \pm 0,5)$  мкм. Между мартенситными пластинами также наблюдаются тонкие прослойки  $\beta$ -фазы толщиной около 200 нм. Подобная структура часто наблюдается в титановом сплаве Ti-6Al-4V, полученном аддитивными технологиями [12–14]. Такая структура обусловлена тем, что в процессе проволоочной ЭЛАТ воздействие электронного пучка приводит к образованию ванны расплава в приповерхностном объеме подложки. В дальнейшем в результате затвердевания ванн и верхних слоев выращенного металла образуется столбчатая

структура из  $\beta$ -зерен. При кристаллизации наплавленного слоя имеет место эпитаксиальный рост столбчатых первичных  $\beta$ -зерен, размеры которых определяются скоростью охлаждения ванны расплава. После прохождения электронного пучка материал затвердевает в  $\beta$ -зерна и затем подвергается быстрому охлаждению, превращаясь в мартенситную  $\alpha'$ -фазу, которая занимает практически весь объем  $\beta$ -зерна. Высокая скорость охлаждения ванны расплава в процессе 3D-печати приводит к низкому содержанию  $\beta$  стабилизирующего элемента (ванадия) в  $\beta$ -фазе и его наличию в  $\alpha'$ -фазе [19].

В дальнейшем образец с исходной структурой был подвергнут КВД по режиму 10 об., скорость вращения



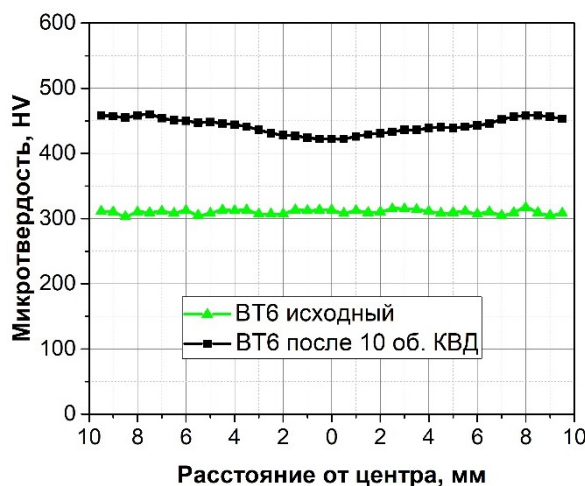


Рис. 4. Распределение микротвердости по диаметру 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V в исходном состоянии и после кручения под высоким давлением (КВД)

Fig. 4. Microhardness distribution along the diameter of a 3D-printed Ti-6Al-4V alloy in the initial state and after high-pressure torsion (HPT)

Таблица 1. Средние значения размера зерен и микротвердости 3D-напечатанного образца титанового сплава Ti-6Al-4V

Table 1. Average values of grain size and microstructure of a 3D-printed sample of the Ti-6Al-4V titanium alloy

Состояние	Средний размер зерен	Микротвердость, HV <sub>0,1</sub>
Исходное состояние	(1,5±0,5) мкм	308±4
КВД	(25±10) нм	448±5

бойка – 0,2 об/мин, при удельном сжимающем давлении 6 ГПа, что позволило существенно измельчить зеренную структуру до (25±10) нм и значительно повысить уровень внутренних напряжений. Полученная структура предположительно полностью состоит из α-фазы, так как известно, что в процессе КВД сплава Ti-6Al-4V происходит растворение β-фазы [5–7]. Полученная микроструктура отличается от наблюдаемой после КВД в титановом сплаве Ti-6Al-4V с (α+β)-структурой, характерной для горячекатаного состояния. В первую очередь различие структур проявляется в размерах деформированных зерен. Так, у горячекатаного сплава Ti-6Al-4V после КВД при различных режимах средний размер зерен составляет от 40 до 100 нм [4–6], в то время как у титанового сплава Ti-6Al-4V, полученного ЭЛАТ, наблюдается измельчение зерен до (25±10) нм. Такое различие структур титанового сплава Ti-6Al-4V после КВД обусловлено разными исходными состояниями. В 3D-напечатанном Ti-6Al-4V быстрое охлаждение материала в процессе наплавки методом проволоочной ЭЛАТ приводит к формированию преимущественно мартенситной α'-фазы. Исследования [6; 7] показывают, что такая исходная микроструктура Ti-6Al-4V оказывает существенное влияние на структуру и свойства сплава после КВД. Мартенситная структура содержит высокий уровень остаточных напряжений, дислокаций и дефектов упаковки, а также

двойники из-за сдвигового превращения [6; 7]. Кроме того, исходная микроструктура имеет большую объемную долю границ мартенситной α'-фазы, которые, вероятно, действуют как места зарождения для быстрой фрагментации зерен и образования субзерен на начальных этапах обработки КВД.

Среднее значение микротвердости 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V в исходном состоянии составляет (308±4) HV<sub>0,1</sub>, что характерно для крупнозернистого горячекатаного титанового сплава Ti-6Al-4V [5–7]. Обработка методом КВД позволила существенно повысить значения микротвердости 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V до уровня порядка (448±5) HV<sub>0,1</sub>. Полученные значения микротвердости являются довольно высокими для сплава Ti-6Al-4V, подвергнутого КВД [5–7]. Используя известное соотношение между микротвердостью и пределом текучести (HV=2,8–3σ<sub>T</sub>), можно определить предполагаемую механическую прочность сплава Ti-6Al-4V [20; 21]. Таким образом, можно предположить, что после КВД предел текучести 3D-напечатанного методом ЭЛАТ титанового сплава Ti-6Al-4V достигает 1460 МПа, что является довольно высоким показателем для данного материала.

Как известно, высокая прочность металлических материалов с УМЗ-структурой, полученной методами ИПД, может быть обусловлена рядом факторов [3; 22; 23] – измельчением зеренной структуры, наличием

высокой плотности дислокаций, атомов примесей, дисперсных частиц вторых фаз, двойников и т. д. Кроме того, важным фактором являются структура и состояние границ зерен, которые обычно имеют неравновесную структуру и содержат значительное количество зернограницных сегрегаций и внедрений [22]. Очевидно, что природа полученной в настоящей работе высокой прочности 3D-напечатанного титанового сплава Ti-6Al-4V после КВД обусловлена рядом структурных особенностей, среди которых сильно измельченная зеренная структура и высокая плотность дефектов кристаллической решетки.

## ВЫВОДЫ

1. Обработка КВД 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V позволяет значительно измельчить зеренную структуру до размеров  $(25 \pm 10)$  нм. Такое сильное измельчение не наблюдается в исходном горячекатанном состоянии сплава и связано с исходной мартенситной структурой Ti-6Al-4V.

2. КВД 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V дало возможность существенно увеличить микротвердость материала до уровня порядка  $(448 \pm 5)$  HV<sub>0,1</sub>, что по отношению HV=2,8–3 $\sigma_T$  соответствует  $\sigma_T \approx 1460$  МПа. Такая высокая прочность обусловлена сильным измельчением структуры и значительной плотностью дефектов кристаллической решетки.

3. Результаты исследования демонстрируют, что исходное состояние сплава Ti-6Al-4V существенно влияет на измельчение зерен и фазовые превращения в результате КВД, что, соответственно, сказывается на прочностных характеристиках, достигаемых при данной обработке.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications. New Jersey: John Wiley & Sons, 2013. 468 p.
- Horita Z., Edalati K. Severe Plastic Deformation for Nanostructure Controls // Materials Transactions. 2020. Vol. 61. № 11. P. 2241–2247. DOI: [10.2320/matertrans.MT-M2020134](https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-M2020134).
- Valiev R.Z., Straumal B., Langdon T.G. Using Severe Plastic Deformation to Produce Nanostructured Materials with Superior Properties // Annual Review of Materials Research. 2022. Vol. 52. P. 357–382. DOI: [10.1146/annurev-matsci-081720-123248](https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-081720-123248).
- Valiev R.R., Lomakin I.V., Stotskiy A.G., Modina Yu.M., Shafranov P.G., Gadzhiev F.A. Enhanced strength and ductility of an ultrafine-grained Ti alloy processed by HPT // Defect and Diffusion Forum. 2018. Vol. 385. P. 331–336. DOI: [10.4028/www.scientific.net/DDF.385.331](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DDF.385.331).
- Deng Guanyu, Zhao Xing, Su Lihong, Wei Peitang, Zhang Liang, Zhan Lihua, Chong Yan, Zhu Hongtao, Tsuji Nobuhiro. Effect of high pressure torsion process on the microhardness, microstructure and tribological property of Ti6Al4V alloy // Journal of Materials Science & Technology. 2021. Vol. 94. P. 183–195. DOI: [10.1016/j.jmst.2021.03.044](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.03.044).
- Shahmir H., Naghdi F., Pereira P.H.R., Yi Huang, Langdon T.G. Factors influencing superplasticity in the Ti-6Al-4V alloy processed by high-pressure torsion // Materials Science and Engineering: A. 2018. Vol. 718. P. 198–206. DOI: [10.1016/j.msea.2018.01.091](https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.091).
- Shahmir H., Langdon T.G. Using heat treatments, high-pressure torsion and post-deformation annealing to optimize the properties of Ti-6Al-4V alloys // Acta Materialia. 2017. Vol. 141. P. 419–426. DOI: [10.1016/j.actamat.2017.09.018](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.09.018).
- Sergueeva A.V., Stolyarov V.V., Valiev R.Z., Mukherjee A.K. Superplastic behaviour of ultrafine-grained Ti-6Al-4V alloys // Materials Science and Engineering: A. 2002. Vol. 323. № 1-2. P. 318–325. DOI: [10.1016/S0921-5093\(01\)01384-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01384-3).
- Pan Wang, Xipeng Tan, Mui Ling Sharon Nai, Shu Beng Tor, Jun Wei. Spatial and geometrical-based characterization of microstructure and microhardness for an electron beam melted Ti-6Al-4V component // Materials & Design. 2016. Vol. 95. P. 287–295. DOI: [10.1016/j.matdes.2016.01.093](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.01.093).
- Shunyu Liu, Yung C. Shin. Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: a review // Materials & Design. 2019. Vol. 164. Article number 107552. DOI: [10.1016/j.matdes.2018.107552](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.107552).
- Džugan J., Novy Z. Powder Application in Additive Manufacturing of Metallic Parts // Powder Metallurgy – Fundamentals and Case Studies. 2017. Article number 8. DOI: [10.5772/66874](https://doi.org/10.5772/66874).
- Panin A., Kazachenok M., Perevalova O., Martynov S., Panina A., Sklyarova E. Continuous electron beam post-treatment of EBF3-fabricated Ti-6Al-4V parts // Metals. 2019. Vol. 9. № 6. Article number 699. DOI: [10.3390/met9060699](https://doi.org/10.3390/met9060699).
- Panin A.V., Kazachenok M.S., Dmitriev A.I., Nikonov A.Y., Perevalova O.B., Kazantseva L.A., Sinyakova E.A., Martynov S.A. The effect of ultrasonic impact treatment on deformation and fracture of electron beam additive manufactured Ti-6Al-4V under uniaxial tension // Materials Science and Engineering: A. 2022. Vol. 832. Article number 142458. DOI: [10.1016/j.msea.2021.142458](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142458).
- Fuchs J., Schneider C., Enzinger N. Wire-based additive manufacturing using an electron beam as heat source // Welding in the World. 2018. Vol. 62. P. 267–275. DOI: [10.1007/s40194-017-0537-7](https://doi.org/10.1007/s40194-017-0537-7).
- Hayes B.J., Martin B.W., Welk B. et al. Predicting tensile properties of Ti-6Al-4V produced via directed energy deposition // Acta Materialia. 2017. Vol. 133. P. 120–133. DOI: [10.1016/j.actamat.2017.05.025](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.05.025).
- Panin A.V., Kazachenok M.S., Panin S.V., Berto F. Scale Levels of Quasi-Static and Dynamic Fracture Behavior of Ti-6Al-4V Parts Built by Various Additive Manufacturing Methods // Theoretical and Applied Fracture Mechanics. 2020. Vol. 110. Article number 102781. DOI: [10.1016/j.tafmec.2020.102781](https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2020.102781).
- Trojanová Z., Halmešová K., Drozd Z., Džugan J., Valiev R.Z., Podaný P. The influence of severe plastic deformation on the thermal expansion of additively manufactured Ti6Al4V alloy // Journal of Materials Research and Technology. 2022. Vol. 19. P. 3498–3506. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.06.097](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.06.097).
- Mironov S., Sato Y.S., Kokawa H. Friction-stir welding and processing of Ti-6Al-4V titanium alloy: A review // Journal of Materials Science & Technology. 2018. Vol. 34. № 1. P. 58–72. DOI: [10.1016/j.jmst.2017.10.018](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2017.10.018).

19. Vlasov I.V., Egorushkin V.E., Panin V.E., Panin A.V., Perevalova O.B. Fractography, Fracture Toughness and Structural Turbulence Under Low-Temperature Shock Loading of a Nonequilibrium Titanium Alloy Ti–6Al–4V // *Mechanics of Solids*. 2020. Vol. 55. № 5. P. 633–642. DOI: [10.3103/S0025654420050155](https://doi.org/10.3103/S0025654420050155).
  20. Syed A.K., Zhang Xiang, Caballero A., Shamir M., Williams S. Influence of deposition strategies on tensile and fatigue properties in a wire + arc additive manufactured Ti-6Al-4V // *International Journal of Fatigue*. 2021. Vol. 149. Article number 106268. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2021.106268](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2021.106268).
  21. Semenova I.P., Shchitsyn Y.D., Trushnikov D.N., Gareev A.I., Polyakov A.V., Pesin M.V. Microstructural Features and Microhardness of the Ti-6Al-4V Alloy Synthesized by Additive Plasma Wire Deposition Welding // *Materials*. 2023. Vol. 16. № 3. Article number 941. DOI: [10.3390/ma16030941](https://doi.org/10.3390/ma16030941).
  22. Valiev R.Z., Usmanov E.I., Rezyapova L.R. The Superstrength of Nanostructured Metallic Materials: Their Physical Nature and Hardening Mechanisms // *Physics of Metals and Metallography*. 2022. Vol. 123. P. 1272–1278. DOI: [10.1134/S0031918X22601627](https://doi.org/10.1134/S0031918X22601627).
  23. Morris D.G. Strengthening mechanisms in nanocrystalline metals // *Nanostructured Metals and Alloys*. 2011. P. 299–328. DOI: [10.1533/9780857091123.3.299](https://doi.org/10.1533/9780857091123.3.299).
- REFERENCES**
1. Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. *Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications*. New Jersey, John Wiley & Sons Publ., 2013. 468 p.
  2. Horita Z., Edalati K. Severe Plastic Deformation for Nanostructure Controls. *Materials Transactions*, 2020, vol. 61, no. 11, pp. 2241–2247. DOI: [10.2320/matertrans.MT-M2020134](https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-M2020134).
  3. Valiev R.Z., Straumal B., Langdon T.G. Using Severe Plastic Deformation to Produce Nanostructured Materials with Superior Properties. *Annual Review of Materials Research*, 2022, vol. 52, pp. 357–382. DOI: [10.1146/annurev-matsci-081720-123248](https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-081720-123248).
  4. Valiev R.R., Lomakin I.V., Stotskiy A.G., Modina Yu.M., Shafranov P.G., Gadzhiev F.A. Enhanced strength and ductility of an ultrafine-grained Ti alloy processed by HPT. *Defect and Diffusion Forum*, 2018, vol. 385, pp. 331–336. DOI: [10.4028/www.scientific.net/DDF.385.331](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DDF.385.331).
  5. Deng Guanyu, Zhao Xing, Su Lihong, Wei Peitang, Zhang Liang, Zhan Lihua, Chong Yan, Zhu Hongtao, Tsuji Nobuhiro. Effect of high pressure torsion process on the microhardness, microstructure and tribological property of Ti6Al4V alloy. *Journal of Materials Science & Technology*, 2021, vol. 94, pp. 183–195. DOI: [10.1016/j.jmst.2021.03.044](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.03.044).
  6. Shahmir H., Naghdi F., Pereira P.H.R., Yi Huang, Langdon T.G. Factors influencing superplasticity in the Ti-6Al-4V alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, vol. 718, pp. 198–206. DOI: [10.1016/j.msea.2018.01.091](https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.091).
  7. Shahmir H., Langdon T.G. Using heat treatments, high-pressure torsion and post-deformation annealing to optimize the properties of Ti-6Al-4V alloys. *Acta Materialia*, 2017, vol. 141, pp. 419–426. DOI: [10.1016/j.actamat.2017.09.018](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.09.018).
  8. Sergueeva A.V., Stolyarov V.V., Valiev R.Z., Mukherjee A.K. Superplastic behaviour of ultrafine-grained Ti–6Al–4V alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2002, vol. 323, no. 1–2, pp. 318–325. DOI: [10.1016/S0921-5093\(01\)01384-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01384-3).
  9. Pan Wang, Xipeng Tan, Mui Ling Sharon Nai, Shu Beng Tor, Jun Wei. Spatial and geometrical-based characterization of microstructure and microhardness for an electron beam melted Ti-6Al-4V component. *Materials & Design*, 2016, vol. 95, pp. 287–295. DOI: [10.1016/j.matdes.2016.01.093](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.01.093).
  10. Shunyu Liu, Yung C. Shin. Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: a review. *Materials & Design*, 2019, vol. 164, article number 107552. DOI: [10.1016/j.matdes.2018.107552](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.107552).
  11. Džugan J., Novy Z. Powder Application in Additive Manufacturing of Metallic Parts. *Powder Metallurgy – Fundamentals and Case Studies*, 2017, article number 8. DOI: [10.5772/66874](https://doi.org/10.5772/66874).
  12. Panin A., Kazachenok M., Perevalova O., Martynov S., Panina A., Sklyarova E. Continuous electron beam post-treatment of EBF3-fabricated Ti–6Al–4V parts. *Metals*, 2019, vol. 9, no. 6, article number 699. DOI: [10.3390/met9060699](https://doi.org/10.3390/met9060699).
  13. Panin A.V., Kazachenok M.S., Dmitriev A.I., Nikonov A.Y., Perevalova O.B., Kazantseva L.A., Sinyakova E.A., Martynov S.A. The effect of ultrasonic impact treatment on deformation and fracture of electron beam additive manufactured Ti-6Al-4V under uniaxial tension. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, vol. 832, article number 142458. DOI: [10.1016/j.msea.2021.142458](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142458).
  14. Fuchs J., Schneider C., Enzinger N. Wire-based additive manufacturing using an electron beam as heat source. *Welding in the World*, 2018, vol. 62, pp. 267–275. DOI: [10.1007/s40194-017-0537-7](https://doi.org/10.1007/s40194-017-0537-7).
  15. Hayes B.J., Martin B.W., Welk B. et al. Predicting tensile properties of Ti-6Al-4V produced via directed energy deposition. *Acta Materialia*, 2017, vol. 133, pp. 120–133. DOI: [10.1016/j.actamat.2017.05.025](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.05.025).
  16. Panin A.V., Kazachenok M.S., Panin S.V., Berto F. Scale Levels of Quasi-Static and Dynamic Fracture Behavior of Ti-6Al-4V Parts Built by Various Additive Manufacturing Methods. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 2020, vol. 110, article number 102781. DOI: [10.1016/j.tafmec.2020.102781](https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2020.102781).
  17. Trojanová Z., Halmešová K., Drozd Z., Džugan J., Valiev R.Z., Podaný P. The influence of severe plastic deformation on the thermal expansion of additively manufactured Ti6Al4V alloy. *Journal of Materials Research and Technology*, 2022, vol. 19, pp. 3498–3506. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.06.097](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.06.097).
  18. Mironov S., Sato Y.S., Kokawa H. Friction-stir welding and processing of Ti-6Al-4V titanium alloy: A review. *Journal of Materials Science & Technology*, 2018, vol. 34, no. 1, pp. 58–72. DOI: [10.1016/j.jmst.2017.10.018](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2017.10.018).
  19. Vlasov I.V., Egorushkin V.E., Panin V.E., Panin A.V., Perevalova O.B. Fractography, Fracture Toughness and Structural Turbulence Under Low-Temperature Shock Loading of a Nonequilibrium Titanium Alloy Ti–6Al–4V.



- Mechanics of Solids*, 2020, vol. 55, no. 5, pp. 633–642. DOI: [10.3103/S0025654420050155](https://doi.org/10.3103/S0025654420050155).
20. Syed A.K., Zhang Xiang, Caballero A., Shamir M., Williams S. Influence of deposition strategies on tensile and fatigue properties in a wire + arc additive manufactured Ti-6Al-4V. *International Journal of Fatigue*, 2021, vol. 149, article number 106268. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2021.106268](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2021.106268).
21. Semenova I.P., Shchitsyn Y.D., Trushnikov D.N., Gareev A.I., Polyakov A.V., Pesin M.V. Microstructural Features and Microhardness of the Ti-6Al-4V Alloy Synthesized by Additive Plasma Wire Deposition Welding. *Materials*, 2023, vol. 16, no. 3, article number 941. DOI: [10.3390/ma16030941](https://doi.org/10.3390/ma16030941).
22. Valiev R.Z., Usmanov E.I., Rezyapova L.R. The Super-strength of Nanostructured Metallic Materials: Their Physical Nature and Hardening Mechanisms. *Physics of Metals and Metallography*, 2022, vol. 123, pp. 1272–1278. DOI: [10.1134/S0031918X22601627](https://doi.org/10.1134/S0031918X22601627).
23. Morris D.G. Strengthening mechanisms in nanocrystalline metals. *Nanostructured Metals and Alloys*, 2011, pp. 299–328. DOI: [10.1533/9780857091123.3.299](https://doi.org/10.1533/9780857091123.3.299).

## Microstructure and strength of a 3D-printed Ti–6Al–4V alloy subjected to high-pressure torsion

© 2024

*Emil I. Usmanov*<sup>1</sup>, engineer of the Research Institute of Physics of Advanced Materials

*Yana N. Savina*<sup>2</sup>, research engineer of the Research Institute of Physics of Advanced Materials

*Roman R. Valiev*<sup>3</sup>, PhD (Engineering), senior researcher of the Research Institute of Physics of Advanced Materials  
Ufa University of Science and Technology, Ufa (Russia)

\*E-mail: [usmanovei@uust.ru](mailto:usmanovei@uust.ru)<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1725-4651><sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1387-8819><sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1584-2385>

Received 27.06.2023

Accepted 12.02.2024

**Abstract:** Currently, one of the effective 3D printing methods is wire-feed electron-beam additive manufacturing (EBAM), which allows producing large-sized commercial billets from Ti–6Al–4V titanium alloy. However, Ti–6Al–4V alloy produced by this method demonstrates reduced strength properties. It is known that it is possible to increase the strength properties of metallic materials by refining their grain structure by high-pressure torsion (HPT). This work is aimed at studying the influence of high-pressure torsion on the microstructure, and mechanical strength of a structural Ti–6Al–4V titanium alloy produced by the wire-feed electron-beam additive manufacturing method. The microstructure of a 3D-printed Ti–6Al–4V alloy in the initial state, and after high-pressure torsion, was studied using optical, scanning and transmission electron microscopy. An EBSD analysis of the material in its original state was carried out. The microhardness of the material in the initial and deformed states was measured. Using the dependence of the yield strength on microhardness, the estimated mechanical strength of the material after processing by the high-pressure torsion method was determined. The microstructural features of the 3D-printed Ti–6Al–4V alloy after high-pressure torsion, which provide increased strength of this material, are discussed. The research results demonstrate that 3D printing, using the electron-beam additive manufacturing method, allows producing a Ti–6Al–4V titanium alloy with a microstructure unusual for this material, which consists of columnar primary  $\beta$ -grains with a transverse size of 1–2 mm, inside of which martensitic  $\alpha'$ -Ti needles are located. Thin  $\beta$ -Ti layers with a thickness of about 200 nm are observed between the  $\alpha'$ -Ti needles. Further deformation treatment of the alloy, using the high-pressure torsion method, allowed forming an ultrafine-grained structure in its volume, presumably consisting of  $\alpha$ -grains with an average size of  $(25 \pm 10)$  nm. High-pressure torsion of the 3D-printed alloy allowed achieving rather high microhardness values of  $(448 \pm 5)$  HV<sub>0.1</sub>, which, according to the HV=2.8–3 $\sigma_y$  ratio, corresponds to the estimated yield strength of approximately 1460 MPa.

**Keywords:** 3D-printed Ti–6Al–4V titanium alloy; Ti–6Al–4V titanium alloy; wire-feed electron-beam additive manufacturing; high-pressure torsion; microstructure; mechanical properties.

**Acknowledgements:** The study was supported by the Russian Science Foundation grant No. 22-19-00445, <https://rscf.ru/en/project/22-19-00445/>.

The research was carried out using the equipment of the Core Facility Centre “Nanotech” of Ufa University of Science and Technology.

The paper was written on the reports of the participants of the XI International School of Physical Materials Science (SPM-2023), Togliatti, September 11–15, 2023.

**For citation:** Usmanov E.I., Savina Ya.N., Valiev R.R. Microstructure and strength of a 3D-printed Ti–6Al–4V alloy subjected to high-pressure torsion. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 3, pp. 109–116. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-10.