



Politechnika Wrocławska

DZIEDZINA: nauki inżynieryjno-techniczne

DYSCYPLINA: inżynieria mechaniczna

ROZPRAWA DOKTORSKA

Kształtowanie własności zmęczeniowych dwufazowych stopów tytanu wytwarzanych technologią przyrostową Powder Bed Fusion Electron Beam

Mgr inż. Michał Karoluk

Promotor / Promotorzy:
prof. dr hab. inż. Edward Chlebus

Promotor pomocniczy:
dr inż. Robert Dziedzic

Słowa kluczowe: Powder Bed Fusion Electron Beam (PBF-EB/M); Ti-6Al-4V; Ti-5Al-5V-5Mo-1Cr-1Fe; własności zmęczeniowe; obróbka poprocesowa, prasowanie izostatyczne na gorąco (HIP).

WROCŁAW 2026

Wykaz akronimów stosowanych w pracy

AM	Wytwarzanie przyrostowe, ang. <i>Additive Manufacturing</i>
PBF	Stapianie/spiekanie w łożu proszku, ang. <i>Powder Bed Fusion</i>
PBF-EB/M	Technologia stapiania proszku metalu wiązką elektronów, ang. <i>Powder Bed Fusion – Electron Beam/Metal</i>
PBF-L/M	Technologia stapiania proszku metalu wiązką lasera, ang. <i>Powder Bed Fusion – Laser/Metal</i>
CAD	Projektowanie wspomagane komputerowo, ang. <i>Computer-Aided Design</i>
STL	Format zapisu geometrii modelu 3D, ang. <i>Standard Tessellation Language</i>
CT	Tomografia komputerowa, ang. <i>Computed Tomography</i>
SEM	Skaningowa mikroskopia elektronowa, ang. <i>Scanning Electron Microscopy</i>
XRD	Dyfrakcja rentgenowska, ang. <i>X-ray Diffraction</i>
HIP	Prasowanie izostatyczne na gorąco, ang. <i>Hot Isostatic Pressing</i>
LOF	Brak przetopu / niecałkowite przetopienie, ang. <i>Lack of Fusion</i>
Ti-64	Stop tytanu Ti-6Al-4V
Ti-55511	Stop tytanu Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe
HV	Twardość w skali Vickersa
ASTM	Amerykańskie Stowarzyszenie Badań i Materiałów, ang. <i>American Society for Testing and Materials</i>
S–N	Zależność naprężenie–liczba cykli, krzywa Wöhlera, ang. <i>Stress–Number of Cycles</i>

Spis treści

Wprowadzenie	2
Cel i zakres pracy	5
Rozdział 1. Studium literaturowe	8
1.1. Technologie przyrostowe	8
1.1.1. Rozwój technologii przyrostowych.....	10
1.1.2. Klasyfikacja technologii przyrostowych.....	10
1.1.3. Metaliczne technologie przyrostowe	12
1.1.4. Technologia PBF-EB/M i jej ograniczenia	14
1.2. Stopy tytanu – charakterystyka i własności	19
1.2.1. Własności stopów tytanu	22
1.2.2. Charakterystyka stopu Ti-6Al-4V	23
1.2.3. Charakterystyka stopu Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe	25
1.3. Własności zmęczeniowe metali.....	28
1.3.1. Ogólna charakterystyka własności zmęczeniowych.....	28
1.3.2. Określenia charakteryzujące cykliczne obciążenia	28
1.3.3. Określanie charakterystyk zmęczeniowych.....	30
1.3.4. Własności zmęczeniowe stopów tytanu	32
1.3.5. Własności zmęczeniowe stopów tytanu wytwarzanych technologią PBF-EB/M	34
1.3.6. Metody poprawy własności zmęczeniowych stopów tytanu wytwarzanych technologią PBF-EB/M.....	35
1.4. Podsumowanie studium literaturowego.....	38
Rozdział 2. Charakterystyka proszków Ti-64 oraz Ti-55511	41
2.1. Analiza minimalnej energii zapłonu	42
2.2. Analiza składu chemicznego.....	43
2.3. Analiza morfologii proszku	43
2.4. Analiza rozkładu frakcji.....	44
2.5. Gęstość nasypowa	45
Rozdział 3. Dobór parametrów procesu PBF-EB/M dla materiałów Ti-64 oraz Ti-55511	49
Rozdział 4. Badanie struktur przestrzennych wytworzonych technologią PBF-EB/M	56
4.1. Analiza porowatości stopów tytanu wytworzonych technologią PBF-EB/M	56
4.1.1. Określenie wpływu kierunku wytwarzania na porowatość stopu.....	57
4.1.2. Określenie wpływu umiejscowienia próbek na platformie procesowej na porowatość stopu	58
4.1.3. Określenie porowatości po obróbce poprocesowej	62
4.2. Dobór parametrów obróbki poprocesowej.....	63

4.3.	Analiza mikrostruktury	66
4.4.	Analiza składu fazowego	69
4.5.	Pomiar twardości stopów Ti-6Al-4V i Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe	71
4.6.	Statyczna próba rozciągania	74
4.6.1.	Statyczna próba rozciągania stopu Ti-6Al-4V	76
4.6.2.	Statyczna próba rozciągania stopu Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe	82
4.6.3.	Statyczna próba rozciągania stopów po obróbce poprocesowej.....	88
4.7.	Badania zmęczenia	97
4.7.1.	Badania zmęczenia Ti-6Al-4V	98
4.7.2.	Badania zmęczenia Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe	108
Rozdział 5. Podsumowanie badań i wnioski.....		113
Bibliografia.....		118
Streszczenie		126
Abstract		128

Wprowadzenie

Wytwarzanie przyrostowe, znane jako Additive Manufacturing (AM) lub potocznie druk 3D, to proces umożliwiający wytwarzanie w pełni funkcjonalnych wyrobów. Metoda ta polega na warstwowym nakładaniu materiałów – np. proszku lub drutu – warstwa po warstwie, na podstawie geometrii z plików CAD 3D [1]. Proces ten odróżnia się od tradycyjnych metod wytwarzania (takich jak obróbka skrawaniem), gdzie osiągnięcie końcowej geometrii elementu wiąże się z usuwaniem materiału. Dzięki temu technologie przyrostowe umożliwiają ekonomiczne wytwarzanie części o bardzo złożonej geometrii i strukturze [2,3]. Ponadto, wykorzystując optymalizację topologiczną części, można też znacząco zmniejszyć masę wytwarzanych części, w kontekście określonych warunków brzegowych [3,4]. Dodatkową potencjalną korzyścią procesu AM jest możliwość obniżenia emisji dwutlenku węgla podczas produkcji, co stanowi znaczącą przewagę nad tradycyjnymi metodami wytwarzania, takimi jak odlewanie czy obróbka skrawaniem [5,6].

Metaliczne technologie przyrostowe oferują możliwość wykorzystania szerokiej gamy materiałów, w tym stopów aluminium [7–9], stopów niklu [10,11], stali [6,12] i stopów tytanu [13–17]. Takie zróżnicowanie materiałowe otwiera perspektywę do licznych potencjalnych zastosowań w różnych branżach, w tym w przemyśle biomedycznym, motoryzacyjnym, energetycznym oraz lotniczym [3,6,18,19].

W przemyśle lotniczym stopy tytanu są preferowanym materiałem, oferującym szereg zalet, takich jak:

- redukcja masy w porównaniu ze stalą,
- efektywne ograniczenie zajmowanej przestrzeni w stosunku do stopów aluminium,
- wysoka temperatura robocza,
- odporność na korozję
- kompatybilność z kompozytami.

Jednakże zastosowanie stopów tytanu napotyka na istotne ograniczenia ze względu na ich wyższe koszty w porównaniu do alternatywnych materiałów. Ta ekonomiczna bariera często zmusza do szukania równowagi między zaawansowanymi własnościami mechanicznymi, a kosztami wykorzystania stopów tytanu w projektach lotniczych [20].

Z tego względu istnieje zapotrzebowanie na technologię wytwarzania umożliwiającą wytwarzanie tańszych części ze stopów tytanu. W tym kontekście możliwość ograniczenia kosztownego zużycia surowca, jaką oferuje wytwarzanie przyrostowe, przedstawia się jako niezwykle atrakcyjna opcja. Dodatkowo zmniejszenie masy i redukcja śladu węglowego stanowią kolejne istotne korzyści płynące z wykorzystania AM do wytwarzania elementów ze stopów tytanu [21]. Mimo znacznych potencjalnych zalet adaptacji technologii AM w porównaniu z tradycyjnymi metodami produkcji, kluczowym wymogiem dla każdego zastosowania strukturalnego pozostaje zagwarantowanie, że właściwości mechaniczne wytworzonych części są na akceptowalnym poziomie.

W przypadku stopu tytanu Ti-6Al-4V (Ti-64) właściwości mechaniczne części wytworzonych technologią przyrostową, takie jak wytrzymałość na rozciąganie, granica plastyczności i wydłużenie, są porównywalne do tych samych właściwości dla stopu Ti-64 wytwarzanego technologiami konwencjonalnymi [13–17]. Jednakże w związku z kierunkowym charakterem procesu wytwarzania w niektórych badaniach zaobserwowano anizotropię mikrostruktury oraz właściwości mechanicznych [22,23], podczas gdy inne prace nie wykazały takich różnic [14,15].

Odnosnie do wytrzymałości zmęczeniowej, która stanowi kluczowy aspekt w komercyjnych konstrukcjach lotniczych, elementy wytworzone ze stopów tytanu z wykorzystaniem technologii przyrostowych mogą dorównywać elementom powstałym poprzez kucie [23]. Niemniej jednak są one szczególnie wrażliwe na problemy charakterystyczne dla procesów przyrostowych, takie jak porowatość, naprężenia szczątkowe, wpływ kierunku procesu wytwarzania i niska jakość powierzchni [17,23,24]. Te wyzwania wymagają szczególnej uwagi, ponieważ konieczne jest zapewnienie, że wyroby ze stopów tytanu wytworzone metodą przyrostową spełniają rygorystyczne wymagania aplikacji lotniczych.

Właściwości wytrzymałościowe wyrobów ze stopu Ti-64 wytworzonych metodami przyrostowymi często spełniają normy ASTM dla tego materiału wytwarzanego konwencjonalnymi technologiami (ASTM F1108 [25], ASTM F136 [26], ASTM B348 [27]) oraz standardy Departamentu Obrony USA dla zastosowań lotniczych [28]. Jednak te same części nie zawsze spełniają wymagania dla aplikacji poddanych obciążeniom zmęczeniowym. Chociaż obecnie dostępne są pewne dane dotyczące wytrzymałości zmęczeniowej elementów ze

stopów tytanu wytworzonych technologiami przyrostowymi, istnieje konieczność pozyskania większej ilości informacji. Wynika to z liczby zmiennych procesowych oraz nieodłącznego rozproszenia charakterystycznego dla badań własności zmęczeniowych stopów tytanu, co jest niezbędne do osiągnięcia głębszego zrozumienia i większego zaufania do procesu.

Z uwagi na to, że stopy tytanu są powszechnie wykorzystywane w środowiskach, gdzie występuje wysoka wrażliwość na zmęczenie, rozwój technologii przyrostowych dla aplikacji zmęczeniowych stanowi długoterminowy cel dla sektora lotniczego [29]. Dalsze badania i rozwój w tej dziedzinie mogą umożliwić lepsze dostosowanie procesów wytwarzania przyrostowego do specyficznych wymogów wytrzymałościowych, co z kolei przyczyni się do rozszerzenia możliwości zastosowań stopów tytanu w krytycznych aplikacjach lotniczych.

Do wytwarzania przyrostowego elementów poddawanych obciążeniom zmęczeniowym i krytycznych dla bezpieczeństwa lotu niezbędne są odpowiednie kwalifikacje oraz certyfikaty [29]. Kluczowym elementem procesu certyfikacji jest głębokie zrozumienie, jaki wpływ mają warunki procesu wytwarzania oraz obróbka końcowa na własności mechaniczne wytwarzanych części. Zmiana lub modyfikacja procesu spiekania materiału w łożu proszku – Powder Bed Fusion-Electron Beam/Metal (PBF-EB/M) – może wprowadzić nowe zmienne, co z kolei może zagrozić procesowi certyfikacji danej części. Celem niniejszej pracy jest przedstawienie, jak parametry procesu produkcyjnego i obróbki poprocesowej wpływają na wytrzymałość zmęczeniową wyrobów wytworzonych z użyciem technologii PBF-EB/M), oraz dostarczenie wglądu w sposób odnoszenia się do wyzwań w procesie certyfikacji, z uwzględnieniem znaczenia precyzyjnego dostosowania procesów wytwarzania i obróbki poprocesowej w kontekście ich dalszego zastosowania w krytycznych komponentach lotniczych.

Cel i zakres pracy

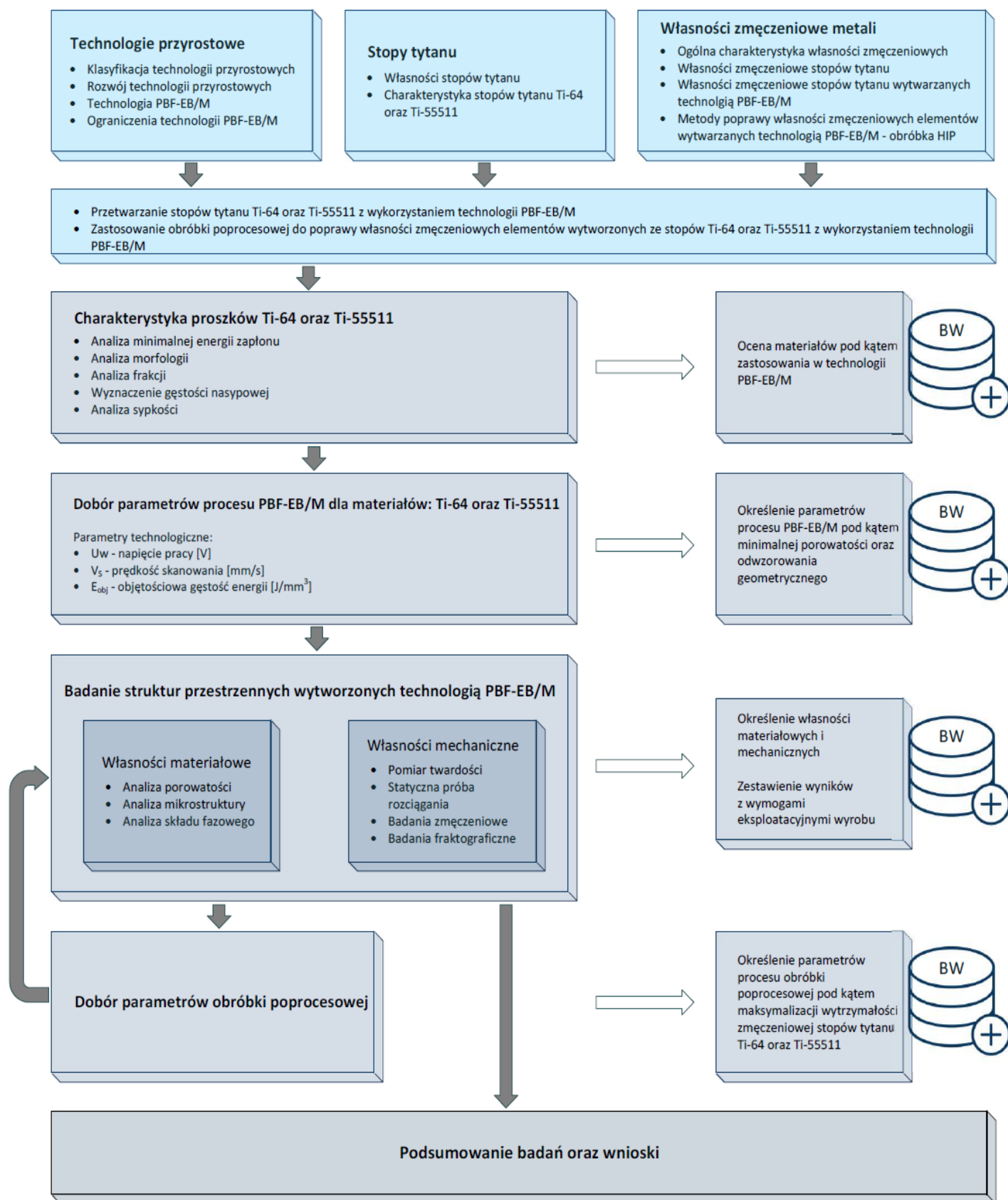
Celem niniejszej rozprawy doktorskiej jest opracowanie i zoptymalizowanie technologii wytwarzania dwufazowych stopów tytanu przy użyciu technologii Powder Bed Fusion – Electron Beam/Metal (PBF-EB/M) oraz zdefiniowanie optymalnych parametrów obróbki postprocesowej dla znaczącej poprawy ich własności zmęczeniowych. Praca ma na celu zrozumienie i usystematyzowanie zależności między procesem wytwarzania oraz obróbką postprocesową a własnościami mechanicznymi – w szczególności zmęczeniowymi – dwufazowych stopów tytanu Ti-64 oraz Ti-55511.

Realizacja ustalonego celu wymagała realizacji zadań badawczych zgodnie z opracowanym planem pracy przedstawionym na rysunku 1:

1. **Studium literaturowe:** Przegląd literatury dotyczący aktualnego stanu wiedzy z zakresu technologii przyrostowych, ze szczególnym skupieniem na technologii PBF-EB/M i jej zastosowaniu w przetwarzaniu stopów tytanu, a także własności zmęczeniowych tak uzyskanych materiałów i sposobach poprawy tych własności poprzez zastosowanie obróbki poprocesowej.
2. **Charakterystyka proszków:** określenie właściwości proszków Ti-64 oraz Ti-55511 w kontekście ich aplikacyjności w procesie PBF-EB/M.
3. **Opracowanie parametrów procesu wytwarzania:** eksperymentalne określenie parametrów procesu PBF-EB/M dla wybranych stopów tytanu, mające na celu uzyskanie minimalnej porowatości oraz bardzo dobrego odwzorowania geometrycznego powierzchni.
4. **Charakterystyka własności materiałowych i mechanicznych:** analiza własności materiałowych i mechanicznych wytworzonych technologią PBF-EB/M wyrobów pod względem ich własności materiałowych, takich jak porowatość, mikrostruktura, skład fazowy, oraz ocena własności mechanicznych, w tym wytrzymałości zmęczeniowej. Charakterystyka obejmowała przeprowadzenie badań zarówno dla stanu as-built, jak i po obróbkach poprocesowych, w celu uzyskania informacji na temat wpływu zastosowanych obróbek poprocesowych na własności zmęczeniowe.

5. **Opracowanie i zastosowanie obróbki poprocesowej:** dobór i zastosowanie różnych metod obróbki poprocesowej (obróbki cieplnej oraz obróbki HIP) w celu redukcji defektów, zmniejszenia wpływu defektów i poprawy własności zmęczeniowych.
6. **Podsumowanie i wnioski:** synteza wyników badań, ocena efektywności zastosowania technologii PBF-EB/M oraz obróbki poprocesowej w kontekście przyszłych zastosowań przemysłowych.

Ramowy plan pracy



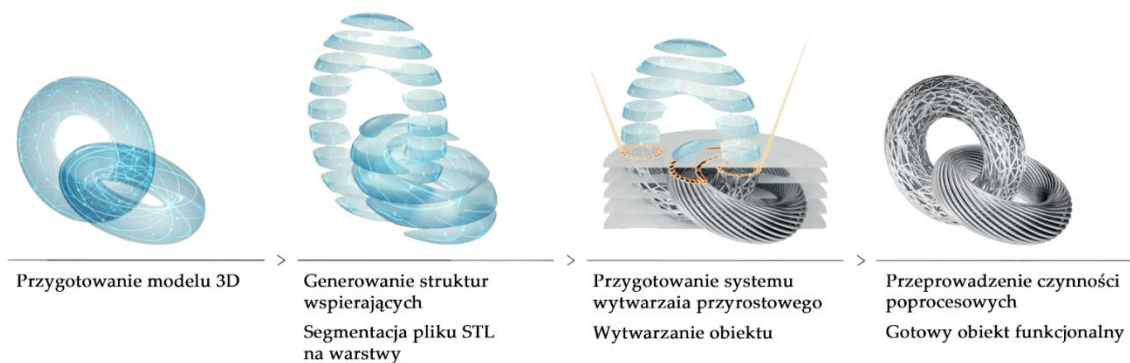
Rysunek 1. Ramowy plan pracy

Rozdział 1. Studium literaturowe

Studium literaturowe obejmuje wprowadzenie do technologii wytwarzania przyrostowego, ze szczególnym uwzględnieniem procesów PBF stosowanych do materiałów metalicznych. Omówiono rozwój tych technologii, ich klasyfikację oraz specyfikę procesu PBF-EB/M, w tym jego ograniczenia technologiczne. Przedstawiono również charakterystykę stopów tytanu Ti-64 oraz Ti-55511, odnosząc się do ich mikrostruktury, własności mechanicznych i zastosowań. Kolejną część rozdziału stanowi analiza własności zmęczeniowych stopów tytanu wytwarzanych przyrostowo oraz metod ich poprawy. Szczególną uwagę zwrócono na rolę defektów technologicznych i obróbki HIP w kształtowaniu własności zmęczeniowych.

1.1. Technologie przyrostowe

Technologie przyrostowe (AM), definiowane jako grupa technologii wytwarzania, w której wyroby wytwarzane są przez nakładanie kolejnych warstw materiału, umożliwiają uzyskanie trójwymiarowych elementów o praktycznie dokładnej geometrii gotowego wyrobu [1]. Termin AM wskazuje na metodę, w której materiał dodawany i konsolidowany jest selektywnie tylko we wskazanych miejscach [1], w przeciwieństwie do konwencjonalnych technologii obróbki, takich jak frezowanie czy toczenie, charakteryzujących się usuwaniem materiału w celu nadania przedmiotom pożądanej formy [2,3]. Technologie przyrostowe zyskały miano jednego z filarów trzeciej rewolucji przemysłowej oraz są uznawane za kluczowy element rozwijającej się cyfryzacji sektora wytwarzania [30]. W niniejszym rozdziale omówione zostają zarówno możliwości, jak i ograniczenia technologii przyrostowych. Proces wytwarzania elementów z wykorzystaniem technologii przyrostowych przedstawiono na rysunku 2. Obejmuje on etapy projektowania, przygotowania danych, realizacji procesu wytwarzania oraz czynności poprocesowych [1,3,9].



Rysunek 2. Etapy projektowania, przygotowania i realizacji procesu wytwarzania przyrostowego [31]

Na początku projektowane są modele wyrobów z wykorzystaniem komputerowego wspomaganie projektowania (CAD) lub danych z tomografii komputerowej, a model zapisywany jest w formacie plików stereolitografii (.STL). Format ten stanowi aproksymację geometrii CAD. Składa się z trójkątów określonych przez trzy wierzchołki oraz wektor normalny do powierzchni [32]. Następnie w odpowiednim oprogramowaniu – np. Magics (Materialise) – generuje się niezbędne struktury wspierające oraz dokonuje się segmentacji pliku STL na warstwy o wymaganej grubości. Później przetworzony plik (często w formacie własnym) przesyła się do właściwego systemu przyrostowego [3]. Przygotowanie urządzenia do wytwarzania różni się w zależności od systemu i może obejmować umieszczenie materiału wsadowego, kalibrację źródła energii oraz umieszczenie platformy roboczej, na której będą wytwarzane wyroby. Po zakończeniu wytwarzania konieczne są czynności poprocesowe, których zakres różni się w zależności od technologii i systemu. Technologie przyrostowe umożliwiają wytwarzanie bez użycia tradycyjnych narzędzi, oferując większą swobodę kształtowania i elastyczność wytwarzania niż w przypadku technologii konwencjonalnych [6]. Dzięki selektywnemu dodawaniu materiału wytwarzanie przyrostowe pozwala na redukcję odpadów, kosztów materiału, zużycia energii oraz negatywnego wpływu na środowisko [21]. Pierwotnie technologie przyrostowe były wykorzystywane głównie do wytwarzania prototypów dzięki szybkości, elastyczności oraz wysokiej dokładności gotowych wyrobów [6,33,34]. Z czasem, w miarę rozwoju technologii i poszerzania się spektrum dostępnych materiałów, technologie te zaczęły być coraz częściej stosowane do wytwarzania części funkcjonalnych [6].

1.1.1.Rozwój technologii przyrostowych

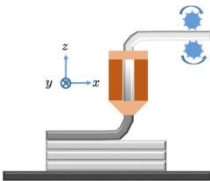
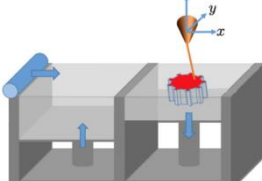
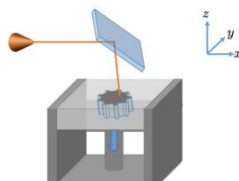
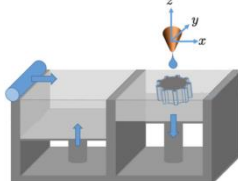
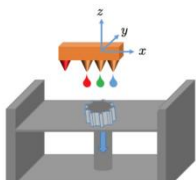
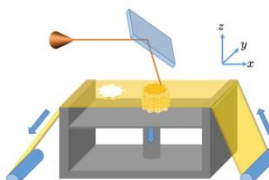
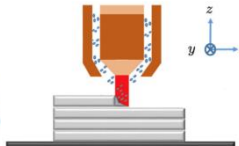
Koncepcja wytwarzania elementów poprzez selektywne przetapianie proszku po raz pierwszy została opisana we wniosku patentowym Rossa F. Housholdera w 1979 roku. Jednak z uwagi na istniejące bariery technologiczne takie jak: niski poziom komputeryzacji, małą dostępność oraz wysokie ceny lasera, komercjalizacja wynalazku Housholdera była w tym czasie niemożliwa [24]. Kolejnym istotnym przykładem patentu opisującego koncepcję wytwarzania wyrobów poprzez sekwencyjne nakładanie i selektywne konsolidowanie warstw, aby stworzyć trójwymiarowy element, był wniosek patentowy Williama Mastersa z 1984 roku [3]. Patent ten, zatytułowany „Komputerowy proces i system produkcyjny” (computer automated manufacturing process and system) [35], opisywał sposób tworzenia części przez selektywne umieszczanie materiału w miejscach określonych w pliku CAD. Niedługo po tym Charles Hull opatentował system stereolitografii 3D [36], co zapoczątkowało komercjalizację pierwszego procesu wytwarzania przyrostowego – stereolitografii, wprowadzonej na rynek w 1987 roku przez firmę 3D Systems [33].

1.1.2.Klasyfikacja technologii przyrostowych

Z uwagi na szeroką skalę dostępnych rozwiązań wykorzystujących technologie przyrostowe konieczne było dokonanie ich kategoryzacji. Na podstawie normy BS EN 52900:2021 [1] technologie przyrostowe zostały podzielone na 7 kategorii, przy czym każda z kategorii wykorzystuje różne materiały i mechanizmy do wytwarzania przyrostowego wyrobów (tabela 1).

Ekstruzja materiałowa (ang. Material Extrusion, ME) jest procesem wykorzystywanym głównie z termoplastami do celów szybkiego prototypowania, rozciągając swoją wszechstronność również na ekstruzję ceramiki [1]. Następną kategorią jest spiekanie w łożu proszku (ang. Powder Bed Fusion, PBF), które obejmuje selektywne spajanie materiałów takich jak polimery, ceramika bądź metale przez spiekanie lub topienie materiału przy dostarczeniu energii za pomocą wiązki elektronów albo lasera [1].

Tabela 1. Materiały stosowane w poszczególnych procesach wytwarzania przyrostowego zgodnie z normą ISO/ASTM 52900, opracowanie na podstawie [1,37].

Kategoria AM	ME	PBF	VPP	BJ
Stosowane materiały	Polimery	Ceramika Metale Polimery Kompozyty	Ceramika Metale Polimery Kompozyty	Ceramika Metale Polimery Kompozyty
Schemat działania				
Kategoria AM	MJ	SL	DED	
Stosowane materiały	Polimery	Metale Polimery Kompozyty	Metale	
Schemat działania				

Fotopolimeryzacja (ang. Vat Photopolymerization, VPP) korzysta z fotoreaktywnych materiałów w formie płynnej i polega na ich selektywnym naświetlaniu, gdzie ukierunkowana aplikacja światła utwardza płyn, tworząc strukturalne wyroby warstwa po warstwie [1,3]. Proces natryskiwania materiału (ang. Material Jetting, MJ) pozwala na wytwarzanie wyrobów przez natryskiwanie materiału; znajduje zastosowanie przy wytwarzaniu części z materiałów ceramicznych, metali i materiałów półprzewodnikowych [1,38]. Wytwarzanie z wykorzystaniem lepiszcza (ang. Binder Jetting, BJ) to metoda wytwarzania wyrobów z wykorzystaniem proszku metalu lub polimerowego, który jest łączony za pomocą lepiszcza wprowadzonego w formie płynnej do łoża proszku, aby selektywnie łączyć proszki [39]. Technologia Sheet Lamination (SL), obejmująca m.in. technologię Laminated Object Manufacturing (LOM), polega na wytwarzaniu wyrobów z blach metalowych, arkuszy polimerowych, płyt ceramicznych lub papieru poprzez łączenie warstw za pomocą odpowiedniego spoiwa bądź kleju i podgrzanego wałka lub ultradźwięków. Ostatnia kategoria obejmuje technologie Direct Energy Deposition (DED) polegające na bezpośrednim, selektywnym wytwarzaniu warstwy materiału, gdzie podawanie materiału odbywa się bezpośrednio do jeziora stopionego metalu, a proces topienia metalu może być prowadzony przy zastosowaniu różnych źródeł energii, takich jak wiązka lasera, wiązka elektronów czy plazma [1,3].

Dalszy przegląd literatury koncentruje się na metalicznych technologiach PBF, ze szczególnym ukierunkowaniem na technologię wykorzystującą do łączenia proszków metali wiązki elektronów tj. technologię Powder Bed Fusion – Electron Beam/Metal (PBF-EB/M).

1.1.3. Metaliczne technologie przyrostowe

Analizując rozwój technologii przyrostowych, warto przyjrzeć się, gdzie technologia Powder Bed Fusion – Electron Beam/Metal (PBF-EB/M) znajduje swoje miejsce wśród metod wytwórczych Powder Bed Fusion (PBF). Historia tej kategorii technologii przyrostowych sięga roku 1992, kiedy to firma DTM, obecnie znana jako 3D Systems, zapoczątkowała erę systemów PBF poprzez wprowadzenie selektywnego spiekania laserowego (SLS). W procesie SLS zastosowano wiązkę lasera do podgrzewania proszków polimerowych, sterowaną precyzyjnie w obszarze pracy przez zestaw luster. Była to inspiracja do wykorzystania proszków metalowych w SLS [33], co z kolei przyczyniło się do rozwoju technologii PBF-LB/M oraz PBF-EB/M. Szczegółowe zestawienie różnic i podobieństw między technologiami PBF-EB/M a PBF-LB/M przedstawia tabela 2.

Tabela 2. Porównanie technologii PBF-EB/M oraz PBF-L/M.

	PBF-EB/M	PBF-L/M
Sposób przetwarzania	Wiązka elektronów	Wiązka fotonów
Atmosfera	Próżnia	Gazy obojętne, np. Argon
Średnica wiązki	>200 μm	>40 μm
Grubość warstwy	>50 μm	>20 μm
Sterowanie wiązką	Cewki elektromagnetyczne	System luster
Temperatura pracy	>1000°C	>100°C
Chropowatość powierzchni	>Ra25 μm	>Ra5 μm

Technologie przyrostowe Powder Bed Fusion-Electron Beam/Metal (PBF-EB/M) oraz Powder Bed Fusion-Laser/Metal (PBF-L/M) różnią się kilkoma cechami, które wpływają na ich zastosowanie oraz końcowe właściwości wytworzonych wyrobów. Pierwsza z nich, PBF-EB/M, wykorzystuje wiązkę elektronów jako źródło energii, co wymaga pracy w próżni. Z kolei w PBF-L/M wykorzystuje się wiązkę –fotonów (laser) i proces ten odbywa się w atmosferze gazów obojętnych, np. argonu. Kolejną różnicą jest średnica wiązki: w przypadku PBF-EB/M jest ona większa (>200 μm), natomiast PBF-L/M charakteryzuje się znacznie mniejszą średnicą wiązki

(>40 μm). To przekłada się na precyzję detali oraz rozdzielczość procesu wytwarzania. Grubość nakładanej warstwy proszku również się różni – dla PBF-EB/M jest to ponad 50 μm , podczas gdy dla PBF-L/M wartość ta jest niższa – przekracza 20 μm , co wpływa na czas wytwarzania, jak również na dokładność otrzymanych elementów. Sterowanie wiązką w PBF-EB/M odbywa się za pomocą cewek elektromagnetycznych, natomiast w PBF-L/M używany jest system luster. Ma to wpływ na dynamikę i możliwości modulacji procesu. Kolejną różnicą jest temperatura pracy – w technologii PBF-EB/M jest znacznie wyższa (>1000°C), co jest związane z zastosowaniem wiązki elektronów i pracą w próżni, natomiast w PBF-L/M temperatura ta jest znacząco niższa. Na koniec, chropowatość powierzchni wytworzonych wyrobów różni się pomiędzy tymi technologiami – dla PBF-EB/M wytworzone wyroby charakteryzują się wartością chropowatości powyżej Ra25, tymczasem w PBF-L/M możliwe jest osiągnięcie chropowatości powierzchni nawet Ra5, co przekłada się na wyższą jakość wykończenia powierzchni.



Rysunek 3. Przykładowe elementy metalowe wytworzone technologiami PBF-L/M oraz PBF-EB/M.

Przykładowe elementy metalowe wytworzone w Katedrze Zaawansowanych Technik Wytwarzania (K97) Wydziału Mechanicznego Politechniki Wrocławskiej z wykorzystaniem technologii PBF-L/M oraz PBF-EB/M przedstawiono na rysunku 3.

1.1.4. Technologia PBF-EB/M i jej ograniczenia

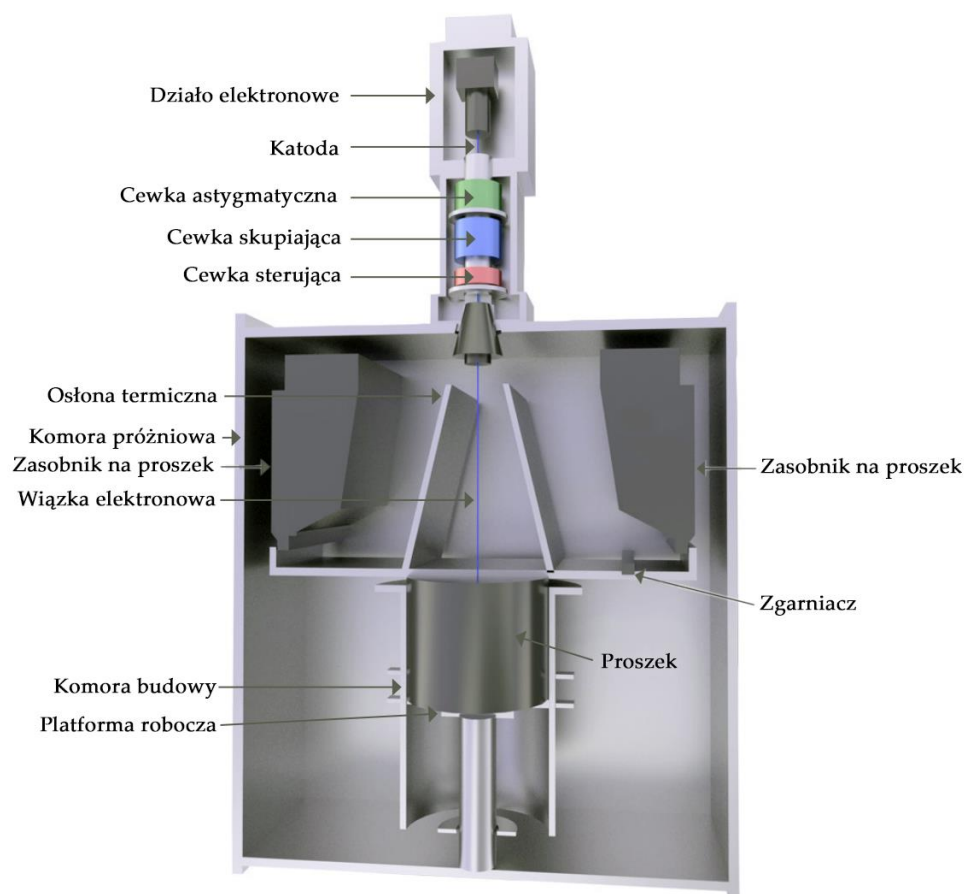
Technologia PBF-EB/M została opracowana przez firmę Arcam AB ze Szwecji (obecnie część koncernu General Electric). Wykorzystywana jest w wielu branżach, w tym w przemyśle biomedycznym, energetycznym, motoryzacyjnym oraz lotniczym [3,6,18,19].

Ze względu na wykorzystanie wiązki elektronów jako źródła energii PBF-EB/M wymaga utrzymania komory roboczej w próżni na poziomie 2×10^{-3} mBar. Komora jest dodatkowo wypełniana helem, aby ograniczyć rozpraszanie wiązki [3]. Systemy PBF-EB/M dostępne na rynku mają moc wiązki na poziomie 7 kW [40,41] i wielkość plamki wiązki od 200 do 1000 μm [42]. Dzięki użyciu cewek elektromagnetycznych możliwe jest uzyskanie wysokich prędkości skanowania dochodzących do 8000 m/s [43].

W technologii PBF-EB/M wiązka elektronów wytwarzana jest przez podgrzewanie włókna wolframowego, a emitowane elektrony przyspieszane są do 60 kV. Kiedy elektrony uderzają w materiał, ich energia kinetyczna zamienia się w ciepło [44]. Na rysunku 4 przedstawiono schemat urządzenia EBM firmy Arcam, które wykorzystywano w tych badaniach.

Urządzenie wyposażone jest w wiązkę elektronów z napięciem przyspieszającym 60 kV, cewki elektromagnetyczne do skupiania i odchylania wiązki, a także osłonę termiczną zamontowaną wokół platformy roboczej. Osłona termiczna ma za zadanie chronić elementy w komorze przed wysoką temperaturą pochodzącą z łoża proszkowego i skroplonymi cząstkami metalu. Przed rozpoczęciem procesu wytwarzania konieczne jest uzyskanie próżni na poziomie 10^{-4} – 10^{-5} mBar [44], co jest kluczowe dla uniknięcia rozpraszania wiązki elektronów. Platforma robocza podgrzewana jest przez skanowanie jej wiązką elektronów do momentu osiągnięcia zadanej temperatury.

Przed stopieniem każdej warstwy łożo proszku jest wstępnie podgrzewane do 80% temperatury topnienia materiału dzięki szybkiemu przemieszczaniu rozogniskowanej wiązki przez obszar budowy z dużą prędkością. Celem takiego postępowania jest lekkie zespolenie proszku dla zwiększenia jego przewodności cieplnej, co jest osiąganym przez tworzenie słabych wiązań między cząstkami. To z kolei zapobiega elektryzowaniu się proszku i zmniejsza jego wilgotność, co ogranicza ryzyko oksydacji [45]. Podgrzewanie zmniejsza naprężenia termiczne w gotowych częściach i zapewnia dodatkowe wsparcie dla wytwarzanych wyrobów dzięki zespolonemu proszkowi [46].



Rysunek 4. Schemat budowy systemu EBM, przedstawiający kolumnę wiązki elektronowej z katodą. Opracowanie na podstawie [47].

Proces stopienia odbywa się poprzez skupienie wiązki i zmniejszenie jej prędkości, a następnie skanowanie zgodnie z geometrią wczytaną z pliku CAD. Dzięki dużej prędkości odchylenia wiązki elektronów możliwe jest utrzymanie kilku jeziorzek topnienia jednocześnie [42]. Proces ten jest powtarzany aż do osiągnięcia końcowej geometrii wyrobu. Typowe tempo budowy oscyluje w zakresie 55–80 cm³/h [21].

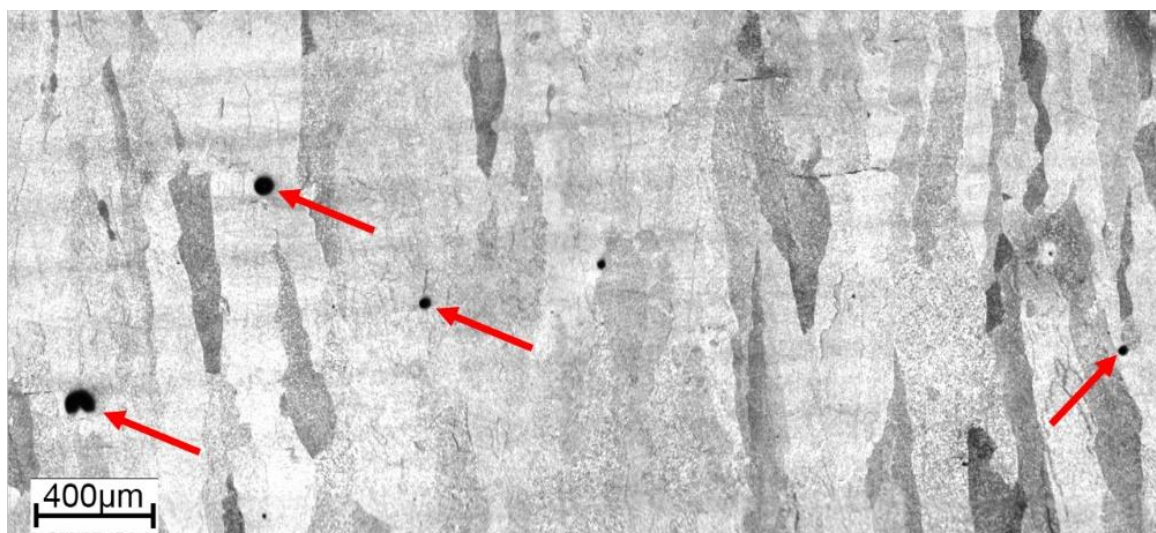
Cały proces wytwarzania odbywa się w wysokiej temperaturze, co jest możliwe dzięki wstępnemu podgrzewaniu. Ponieważ całość znajduje się w próżni, ciepło rozchodzi się głównie przez przewodzenie do otaczających elementów i promieniowanie. Temperatura podczas wytwarzania może dochodzić nawet do 1100°C [43].

Gdy proces wytwarzania jest skończony i łożo proszku wraz z wytworzonym wyrobem ostygnie, zostaje on wyjęty z systemu PBF-EB/M i przeniesiony do systemu odzyskiwania proszku (PRS). W tym urządzeniu spieczony blok proszku jest oczyszczany z pomocą cząstek proszku, co umożliwia jego ponowne użycie po przesianiu. Części wykonane technologią

PBF-EB/M charakteryzują się chropowatością powierzchni na poziomie Ra25–33, którą można poprawić dzięki obróbce końcowej [21].

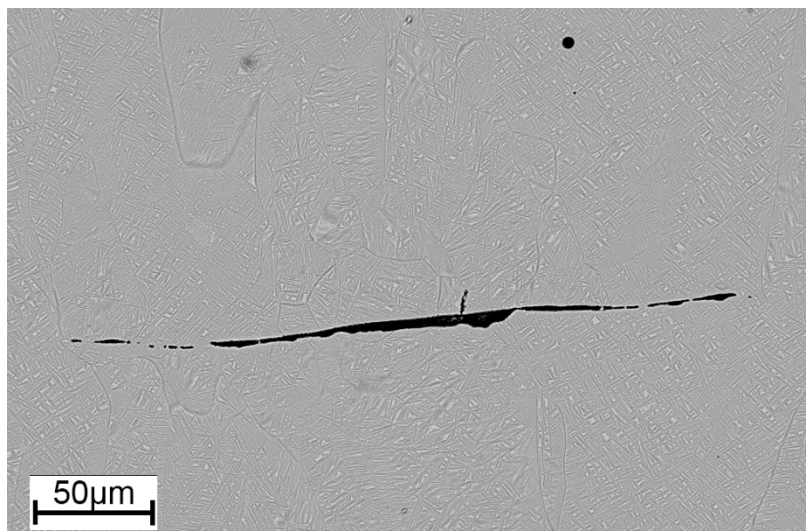
Powder Bed Fusion – Electron Beam/Metal (PBF-EB/M), podobnie jak inne technologie z grupy technologii Powder Bed Fusion (PBF), charakteryzuje się pewnymi ograniczeniami, które znacząco wpływają na właściwości finalnie wytworzonych wyrobów.

Do najistotniejszych należą porowatość gazowa oraz obecność nieprzetopionych cząstek proszku w obrębie wytwarzanego wyrobu. Głównymi przyczynami ich powstawania są jakość użytego proszku oraz niedopracowane parametry procesu jego wytwarzania. Podczas szybkiego krzepnięcia gaz uwięziony w materiale tworzy sferyczne pory, co zostało przedstawione na rysunku 5 [48–50].



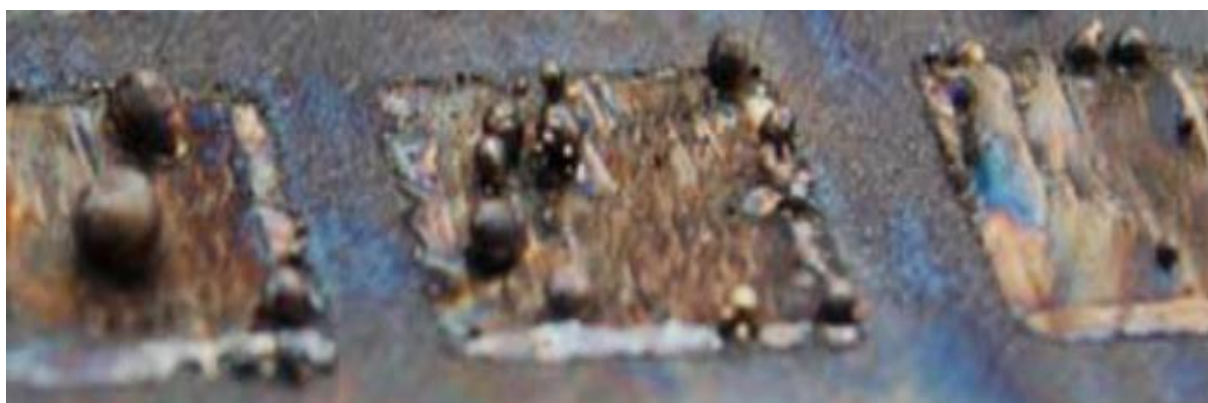
Rysunek 5. Przykład defektów po procesie PBF-EB. Strzałki: czerwone—pory gazowe.

Kolejnym istotnym ograniczeniem są defekty typu „lack of fusion”, charakteryzujące się brakiem właściwego połączenia między warstwami oraz obecnością resztek nieprzetopionego proszku (rysunek 6). Problem ten wynika z nieprawidłowo przetopionej poprzedniej warstwy z uwagi na dostarczenie niewystarczającej ilości energii do procesu. Ten rodzaj defektów ma bardzo istotny wpływ na własności zmęczeniowe wytwarzanych wyrobów [15,50–52].



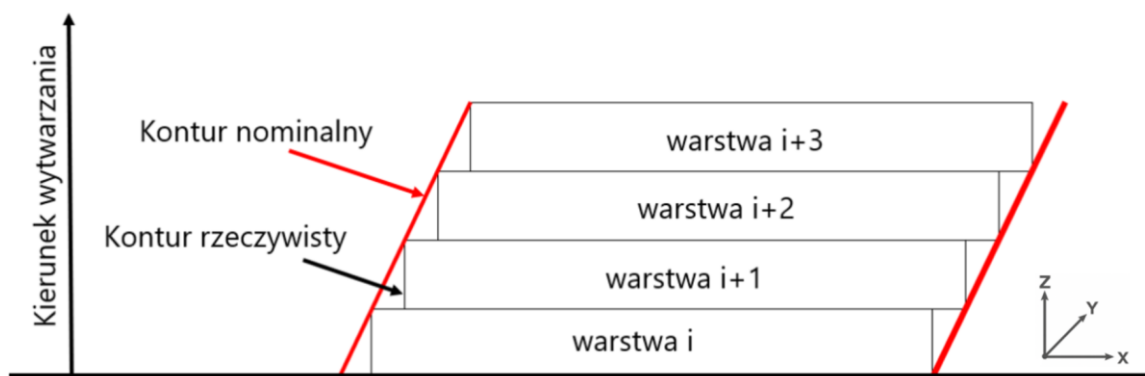
Rysunek 6. Przykład defektu typu „lack of fusion”.

Zjawisko znane jako „balling” – kropelkowanie, czyli proces formowania kropli z topionego metalu – zachodzi, gdy stopiony proszek nie zastyga w formie jednolitych warstw, ale w postaci sferycznych wtrąceń metalicznych (rysunek 7) [48,53].



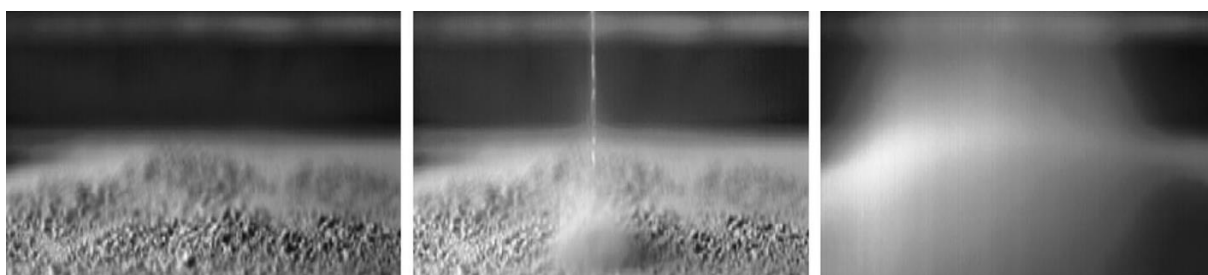
Rysunek 7. Przykład zjawiska typu „balling” na powierzchni próbek, w procesie PBF-EB/M [53].

Efekt schodkowy, przedstawiony na rysunku 8, jest zjawiskiem charakterystycznym dla warstwowych procesów wytwarzania. Objawia się on wyraźnie na powierzchniach równoległych do kierunku budowy, tworząc widoczne prążki. Istnieje możliwość zmniejszenia tego efektu poprzez redukcję grubości pojedynczej warstwy, jednakże ograniczeniem w tym zakresie jest rozmiar używanej frakcji proszku oraz średnica plamki wiązki elektronów [15,48].



Rysunek 8. Przykład efektu schodkowego na powierzchni bocznej.

Specyficznym dla technologii PBF-EB/M problemem jest tzw. efekt „smokingu” [54,55] będący źródłem defektów. Wiązka składająca się z elektronów, uderzając w proszek, nie tylko generuje ciepło, ale również indukuje ładunek elektryczny. Z tego powodu precyzyjne dostrojenie wiązki elektronowej przed rozpoczęciem procesu jest kluczowe do uniknięcia gromadzenia się ładunku elektrostatycznego. Przekroczenie siły wiążącej proszek przez siłę elektrostatyczną może prowadzić do rozprzestrzeniania się cząstek proszku poza łóżce proszku, co wywołuje efekt dymienia – jak zostało to przedstawione na rysunku 9 [56].



Rysunek 9. Poklatkowy przykład zjawiska typu „smoking” dla jednej z warstw w procesie PBF-EB/M [56].

W celu uniknięcia tego efektu stosuje się w procesie PBF-EB/M wstępne ogrzewanie, które podnosi temperaturę proszku, umożliwiając jego częściowe spiekanie. Dodatkowo obecność helu w komorze pomaga w rozpraszaniu ładunku elektrostatycznego.

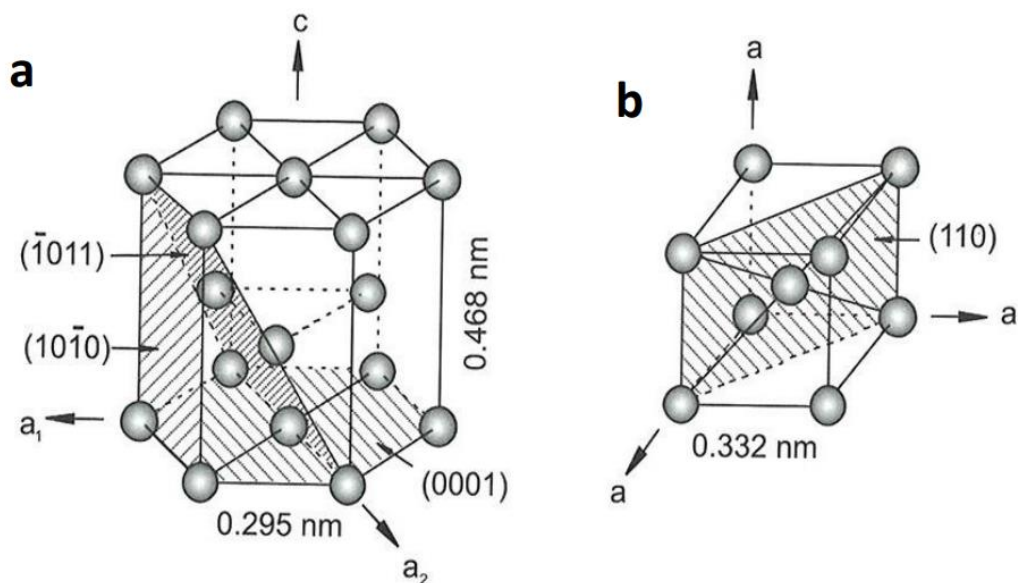
1.2. Stopy tytanu – charakterystyka i własności

Tytan to pierwiastek o specyficznych właściwościach. W przyrodzie nie występuje w stanie wolnym, otrzymywany jest z rud tytanitu, rutylu bądź ilmenitu za pomocą skomplikowanych technologii przetwórczych. Trudności z wydobyciem tytanu przekładają się bezpośrednio na jego wysoką cenę. Mimo to stopy tytanu znalazły zastosowanie w wielu dziedzinach przemysłu [57–59].

W przemyśle chemicznym, petrochemicznym i morskim stopy tytanu wykorzystywane są przede wszystkim ze względu na wysoką odporność korozyjną [59,60]. W przemyśle medycznym zwraca się uwagę głównie na ich dobrą bioakceptowalność, co pozwala na zastosowanie stopów tytanu np. w implantologii. Wykorzystuje się je m.in. w alloplastyce do produkcji całkowitych lub częściowych endoprotez stawu biodrowego, kolanowego, krążków międzykręgowych, stabilizatorów, śrub transpedikularnych czy stentów [20,58]. Stosunkowo nowym obszarem zastosowania stopów tytanu są dobra użytkowe, obejmujące sprzęt sportowy, smartfony, aparaty fotograficzne, zegarki, a nawet biżuterię.

Do największych odbiorców stopów tytanu należą przemysł lotniczy i kosmonautyka. Są one wykorzystywane do produkcji elementów sprężarek i łopatek w silnikach odrzutowych oraz struktur kadłubów w statkach powietrznych, rakietach i satelitach [20,61]. Głównym powodem szerokiego stosowania stopów tytanu w aplikacjach przemysłu lotniczego jest ich wysoka wytrzymałość właściwa oraz wysoka wytrzymałość mechaniczna w warunkach długotrwałych obciążeń i podwyższonych temperatur [57,58].

Charakterystyki poszczególnych stopów tytanu różnią się między sobą. Z tego powodu w doborze odpowiedniego stopu decydujące znaczenie ma kryterium przeznaczenia produktu wytworzonego z danego stopu. Tytan posiada dwie odmiany alotropowe: α i β (rysunek 10). Odmiana α jest odmianą niskotemperaturową, z kolei odmiana β to odmiana wysokotemperaturowa. Przemiana alotropowa z sieci heksagonalnej (α) do sieci przestrzennie centrowanej (β) zachodzi przy podwyższeniu temperatury powyżej 882°C [57,62].

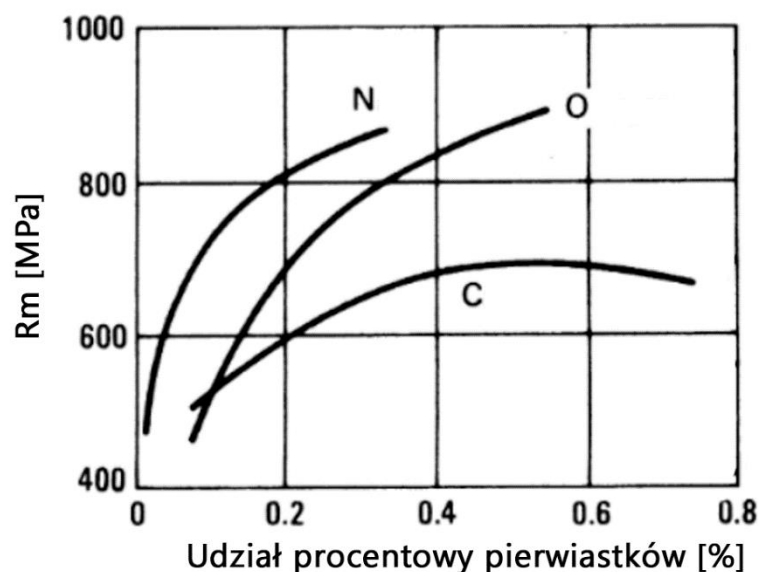


Rysunek 10. Odmiany alotropowe tytanu, a) odmiana α , b) odmiana β [63]

Pierwiastki stopowe rozpuszczone w tytanie mogą:

- stabilizować fazę α , podnosząc temperaturę przemiany $\alpha \rightarrow \beta$ (C, N, O, Al, Ga, La, Ce),
- stabilizować fazę β , obniżając temperaturę przemiany $\alpha \rightarrow \beta$ (H, Nb, V, Mo, Cr, Fe, Co, Ni, Ta, W, Pb, Be, Mn),
- działać tylko jako elementy wzmacniające roztwór stały, nie wpływając na temperaturę przemiany $\alpha \rightarrow \beta$ [62,64].

Wprowadzenie odpowiednich pierwiastków międzywęzłowych powoduje zmianę temperatury przemian fazowych oraz struktury stopów i – co się z tym wiąże – zmianę własności mechanicznych (rysunek 11).



Rysunek 11. Wpływ zawartości pierwiastków międzywęzłowych na wytrzymałość na rozciąganie tytanu, opracowanie na podstawie [65]

Z uwagi na znaczną ilość stopów tytanu występującą na rynku zachodzi konieczność ich klasyfikacji. Zasadniczo dzieli się je na podstawie typu, struktury, własności mechanicznych oraz zakresu stosowania. Na potrzeby pracy przytoczony zostanie jednak wyłącznie podział ze względu na strukturę, zgodnie z którym stopy tytanu dzieli się na [59,62]:

- stopy jednofazowe α ;
- stopy pseudo α ;
- stopy dwufazowe $\alpha + \beta$;
- stopy pseudo β ;
- stopy jednofazowe β .

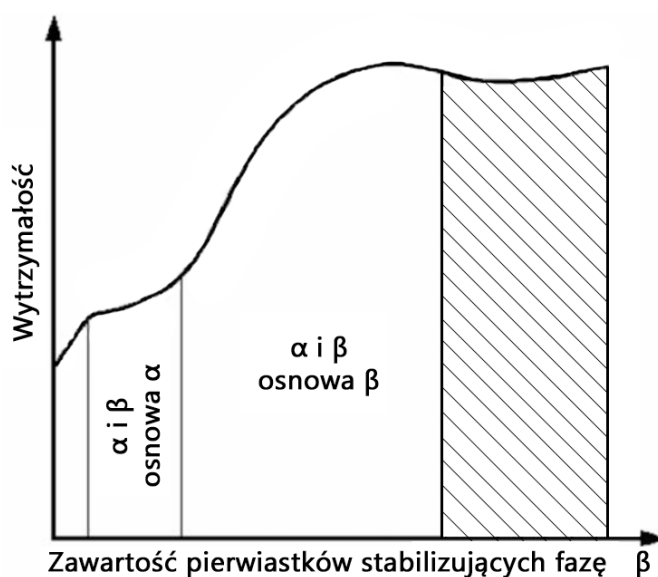
Charakterystyki poszczególnych stopów tytanu różnią się między sobą. Na rysunku 12 przedstawiono schematycznie kierunek zmian właściwości w zależności od struktury stopów tytanu. Z tego powodu przy doborze odpowiedniego stopu decydujące znaczenie ma kryterium przeznaczenia produktu wytworzonego z danego stopu tytanu.



Rysunek 12. Kierunki zmian własności stopów tytanu w zależności od struktury stopu tytanu, opracowanie na podstawie [65].

1.2.1. Własności stopów tytanu

Właściwości wytrzymałościowe stopów $\alpha + \beta$ są uzależnione od udziału objętościowego i ukształtowania wyszczególnionych faz. Wraz ze zwiększaniem ilości fazy β w osnowie fazy α właściwości wytrzymałościowe wzrastają [62], osiągając poziom maksymalny przy 50% udziale faz (rysunek 13). Dodatkowo przy utrwaleniu fazy β pierwiastkami eutektoidalnymi – w porównaniu z fazą β utrwaloną pierwiastkami izomorficznymi – właściwości mechaniczne stopu ulegają znacznemu podwyższeniu przy jednoczesnej utracie plastyczności [62].



Rysunek 13. Wpływ składu fazowego na wytrzymałość stopów tytanu [62].

Ponadto stopy dwufazowe charakteryzuje mała przewodność cieplna przy jednoczesnym dużym oporze plastycznym, co w znacznym stopniu utrudnia ich kształtowanie przez obróbkę plastyczną – zarówno na zimno, jak i na gorąco [62]. Z tego względu stopy te są interesujące pod kątem zastosowania ich w technologiach przyrostowych. Ponadto w porównaniu do innych stopów tytanu, stopy dwufazowe charakteryzują się wysoką wytrzymałością zmęczeniową. Jednym z takich stopów jest Ti-6Al-4V (Ti-64), powszechnie przetwarzany z użyciem technologii PBF-EB/M. Z kolei stop tytanu Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe (Ti-55511) uzyskuje strukturę dwufazową po zastosowaniu odpowiedniej obróbki cieplnej. W dalszej części pracy skupiono się na stopach Ti-64 oraz Ti-55511.

1.2.2.Charakterystyka stopu Ti-6Al-4V

Stop Ti-6Al-4V (Ti-64) charakteryzuje się dobrą kombinacją wysokiej wytrzymałości w stosunkowo niskich temperaturach, niskiej gęstości oraz wysokiej odporności na korozję. Cechy te czynią go bardzo atrakcyjnym stopem dla przemysłu lotniczego. Warto również wspomnieć, że stop ten charakteryzuje się dobrą bioakceptowalnością – stąd jest szeroko stosowany także w przemyśle medycznym. W przemyśle lotniczym stop ten wykorzystywany jest do wytwarzania części konstrukcyjnych samolotów oraz elementów turbin gazowych.

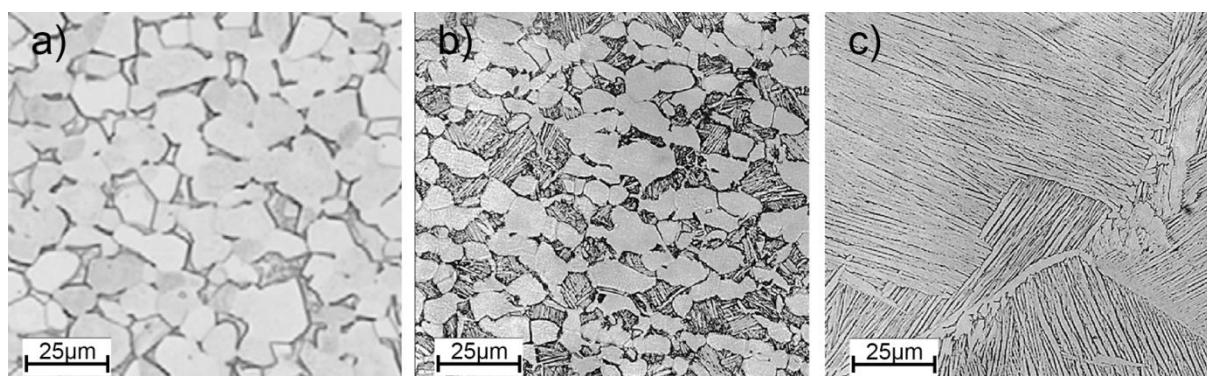
Uwzględniając wymienione powyżej obszary zastosowań Ti-64, można zrozumieć, dlaczego stop ten jest najczęściej wytwarzanym przy użyciu technologii przyrostowych materiałem metalicznym. Z uwagi na specyficzne wymagania wspomnianych gałęzi przemysłu (m.in. oszczędność masy, stopień skomplikowania kształtów itp.) mogą one w dużym stopniu korzystać z metod wytwarzania przyrostowego. Stąd w niniejszej pracy skupiono się m.in. właśnie na Ti-64.

W tabeli 3 przedstawiono skład stopu tytanu Ti-64 zgodnie z normą ASTM F2924 [66]. Ti-64 jest stopem $\alpha + \beta$ ze względu na obecność aluminium (pierwiastek stabilizujący fazę α) oraz wanadu (pierwiastek stabilizujący fazę β).

Tabela 3. Skład chemiczny stopu Ti-64 wg normy ASTM F2924 [66].

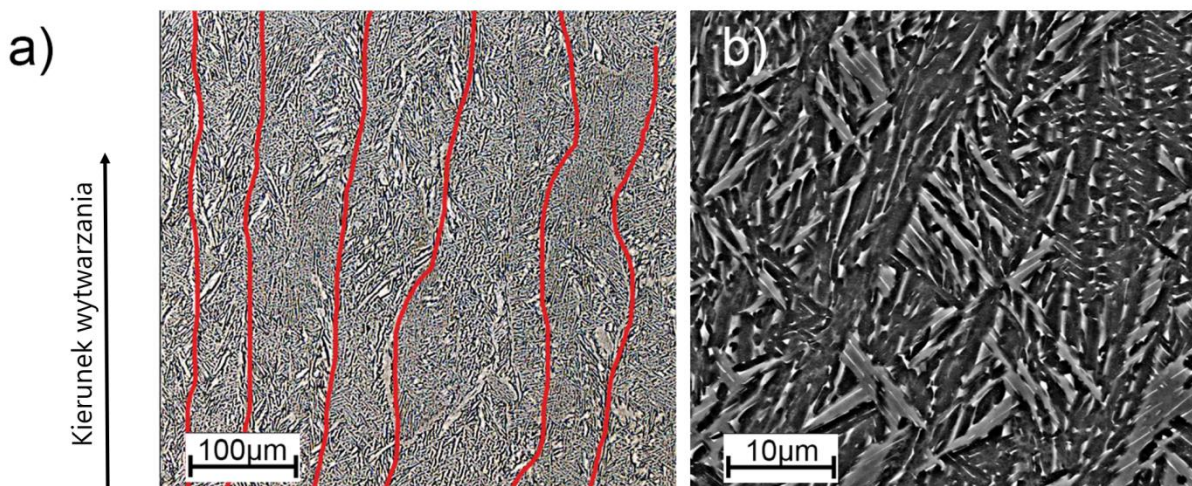
	Ti-6Al-4V					
	Ti	Al	V	Fe	O	C
	wt %					
ASTM F2924	reszta	5,5-6,75	3,5-4,5	< 0,30	< 0,20	< 0,08

Przy wysokich szybkościach chłodzenia ($> 400^{\circ}\text{C/s}$), może zostać wytworzona martenzytyczna faza α' między temperaturą początku przemiany martenzytycznej (575°C) a temperaturą końca przemiany martenzytycznej, prowadząc do wytworzenia mikrostruktury $\alpha + \alpha'$ [67]. Uzyskana mikrostruktura stopu Ti-64 zależy od sposobu wytwarzania oraz przeprowadzonej obróbki cieplnej. Tradycyjne procesy wytwarzania składają się z etapu homogenizacji i etapu rekrytalizacji, z ewentualnym etapem obróbki plastycznej pomiędzy nimi. Następnie może być przeprowadzane wyżarzanie. W zależności od temperatury rekrytalizacji i następującej po niej szybkości chłodzenia można uzyskać trzy typy mikrostruktury: równoosiową, bimodalną oraz lamelarną [57]. Przykłady takich mikrostruktur przedstawiono odpowiednio na rysunku 14.



Rysunek 14. Przykłady mikrostruktur obserwowanych w stopie Ti-6Al-4V: a) równoosiowa [63], b) bimodalna [68], c) lamelarna [68].

W wyniku procesu PBF-EB/M zauważalna jest anizotropia między płaszczyznami równoległymi i prostopadłymi do kierunku budowy. Obserwuje się wydłużone zgodnie z kierunkiem wytwarzania ziarna pierwotnej fazy β (szerokość około $150\text{--}200\text{ }\mu\text{m}$) (rysunek 15a).



Rysunek 15. Mikrostruktura Ti-64 w stanie wytworzenia po procesie PBF-EB/M: a) kolumnowe granice pierwotnej fazy β (zaznaczone na czerwono; mikroskopia świetlna, b) widoczna faza α na granicach i w obrębie byłej fazy β ; SEM.

W trakcie procesu PBF-EB/M platforma robocza utrzymywana jest w temperaturze około 730°C. Szybkie chłodzenie od temperatury topnienia do temperatury wytwarzania prowadzi do uzyskania w pełni lamelarniej mikrostruktury. Wolne chłodzenie z tej temperatury zapobiega tworzeniu się martenzytycznej fazy α' . Mikrostruktura składa się z drobnych płytek α (szerokość ok 1 μm) z pewną ilością oddzielających je płytek pozostałej fazy β . Przykład mikrostruktury po procesie PBF-EB/M pokazano na rysunku 15. Można zaobserwować lamele fazy α , która zaczęła krystalizować na wcześniejszych granicach ziaren fazy β [13,14,69,70].

1.2.3.Charakterystyka stopu Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fr

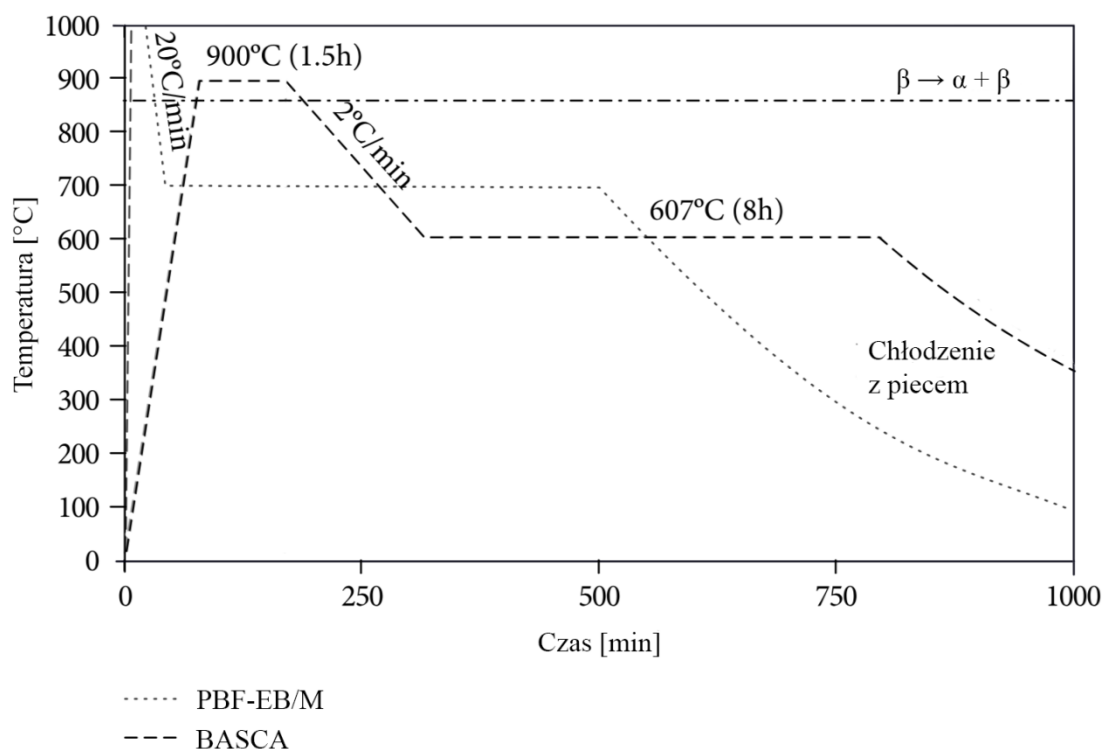
Stop Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fr (Ti-55511) jest stopem tytanu należącym grupy stopów przejściowych ($\alpha + \beta$). Jest szeroko wykorzystywany w przemyśle lotniczym [62,71]. Ze względu na wysoki stosunek wytrzymałości do gęstości, dobrą hartowność oraz znakomite własności zmęczeniowe znajduje zastosowanie w kluczowych elementach konstrukcyjnych narażonych na duże obciążenia mechaniczne. Przykładem są tu elementy podwozia, części układu paliwowego czy elementy silnika lotniczego – jako łopatki niskociśnieniowych sprężarek [20]. W tabeli 4 przedstawiono skład stopu tytanu Ti-55511 zgodnie z normą GOST 19807 [72].

Tabela 4. Skład chemiczny stopu Ti-55511 wg normy GOST 19807 [72].

Ti-5Al-5V-5Mo-1Cr-1Fe						
	Ti	Al	Mo	V	Cr	Fe
	wt %					
GOST 19807	reszta	4.4–5.7	4.0–5.5	4.0–5.5	0.5–1.5	0.5–1.5

W stopie Ti-55511 można osiągnąć zarówno mikrostrukturę bimodalną, jak i lamelarną [73,74]. Mikrostruktura zależy od temperatury roztwarzania w jednofazowym obszarze fazy β lub obszarze $\alpha + \beta$. Faza α powstała w obrębie ziaren fazy β tworzy się wyłącznie w temperaturze starzenia wynoszącej poniżej 700°C. Obróbka starzeniowa przeprowadzona w wyższej temperaturze daje stosunkowo niską wytrzymałość, ponieważ faza α staje się bardzo gruboziarnista. Wyniki sugerują również, że temperatura starzenia wynosząca poniżej 600°C mogłaby zmniejszyć ciągliwość [75].

Temperatura roztwarzania wpływa na wielkość ziaren fazy β . Wyższa temperatura, przekraczająca temperaturę przemiany fazy β , prowadzi do powstania większych ziaren fazy β [57,74]. Ważnym parametrem jest szybkość chłodzenia od temperatury roztwarzania, która kontroluje wytrącanie się ciągłych warstw fazy α na granicach ziaren [57]. W przypadku bliźniaczego stopu Ti-5553 stwierdzono, że wyższe szybkości chłodzenia z temperatury wyżarzania prowadzą do powstawania cieńszych płytek fazy α , co jest korzystne dla wytrzymałości na rozciąganie [76]. Zwykle starzenie jest ostatnim etapem w procesie obróbki cieplnej. Jest konieczne, ponieważ prowadzi do uzyskania optymalnej równowagi między wytrzymałością a ciągliwością i odpornością na pękanie. Temperatura i czas starzenia określają wielkość i udział objętościowy fazy α [57]. Jedną z powszechnych metod obróbki cieplnej stosowaną dla bliźniaczego stopu Ti-5553 jest proces wyżarzania z obszaru występowania fazy β poprzez wolne chłodzenie i starzenie (BASCA – β annealing, slow cooling and aging). Ten rodzaj obróbki cieplnej został zaprojektowany przez firmę Boeing [77]. Proces obróbki cieplnej BASCA może zapewnić wyższą odporność przy stosunkowo wysokim poziomie wytrzymałości. Obróbka zakłada przetrzymanie obrabianych cieplnie elementów w temperaturze powyżej przemiany β przez pewien czas, a następnie ich wolne schładzanie do temperatury starzenia i utrzymywanie w niej – jak pokazano na rysunku 16.



Rysunek 16. Zestawienie krzywych temperaturowych obrazujących przebieg obróbki cieplnej BASCA oraz procesu PBF-EB/M. Opracowanie na podstawie [78]

Przetwarzanie stopu Ti-55511 przy użyciu technologii PBF-EB/M łączy zalety związane z procesem obróbki cieplnej BASCA z możliwościami, jakie oferuje technologia PBF-EB/M. Kluczowym aspektem, który podkreśla wartość stosowania technologii PBF-EB/M dla tego stopu, jest zdolność do osiągnięcia mikrostruktury podobnej do tej uzyskiwanej w wyniku tradycyjnej obróbki cieplnej BASCA, co jest możliwe dzięki kontrolowanemu chłodzeniu materiału z temperatury topnienia do ustabilizowanej temperatury roboczej w zakresie 600–650°C. Dzięki temu zastosowanie technologii PBF-EB do przetwarzania stopu Ti-55511 sprzyja powstawaniu struktury lamelarniej typu Widmanstättena, która jest pożądana dla optymalizacji własności mechanicznych stopu Ti-55511, takich jak wytrzymałość na rozciąganie oraz wytrzymałość zmęczeniowa.

1.3. Własności zmęczeniowe metali

1.3.1. Ogólna charakterystyka własności zmęczeniowych

Istotnym problemem współczesnej techniki nadal pozostaje aspekt zmęczenia materiałowego, rozwijającego się w materiałach konstrukcyjnych pod wpływem długotrwałych obciążeń cyklicznych. Zmieniające się oscylacyjnie naprężenia prowadzą do skrócenia czasu eksploatacji elementów konstrukcyjnych – do ich zniszczenia może bowiem dojść nawet przy naprężeniach o wartościach znacznie niższych od statycznej wytrzymałości materiału [79–81].

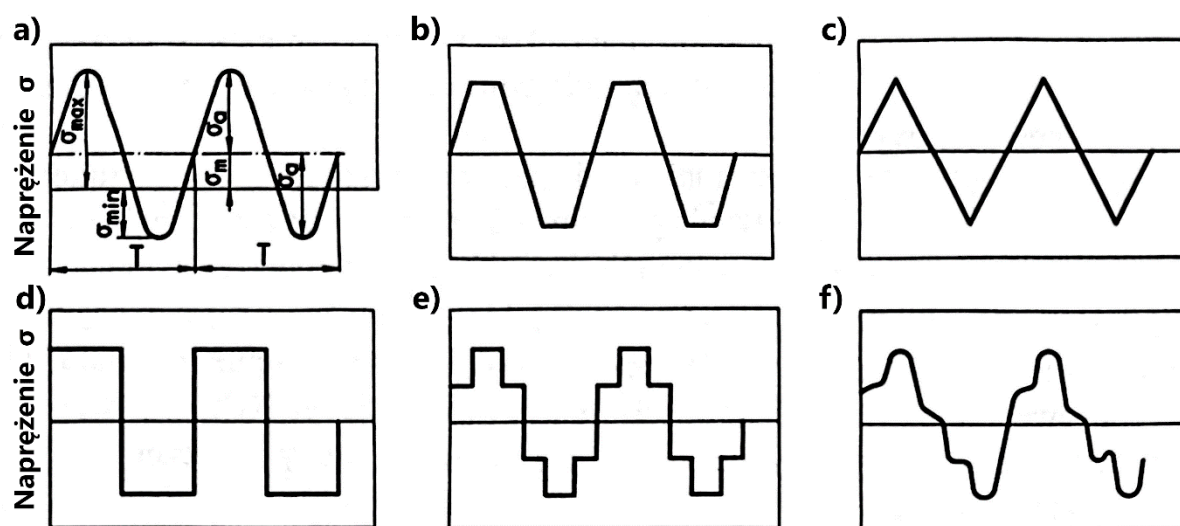
Zmęczenie materiału to proces stopniowego narastania uszkodzeń powstających pod wpływem długotrwałego działania zmiennych obciążeń mechanicznych. Zjawisko to można podzielić na kilka etapów, obejmujących zarodkowanie pęknięcia zmęczeniowego, jego wzrost i propagację oraz ostateczne zniszczenie materiału. Podczas obciążania cyklicznego w materiale mogą powstawać lokalne odkształcenia o charakterze mikroplastycznym, szczególnie w obszarach koncentracji naprężeń. Wraz ze wzrostem liczby cykli dochodzi do stopniowej akumulacji uszkodzeń w skali mikrostrukturalnej, związanych m.in. z przemieszczaniem i spiętrzaniem dyslokacji oraz lokalizacją odkształcenia plastycznego w określonych obszarach materiału. Zmiany te mogą prowadzić do powstawania pasm poślizgu, lokalnego osłabienia materiału oraz rozwoju nieciągłości w skali mikrostrukturalnej. W miejscach tych lokalne naprężenia mogą przekraczać granicę plastyczności materiału, co sprzyja zarodkowaniu mikropęknięć zmęczeniowych. Następnie mikropęknięcia te propagują, prowadząc w konsekwencji do całkowitego zniszczenia elementu [79,80].

W praktyce przekłada się to na skończoną liczbę cykli obciążenia, którą dany materiał jest w stanie przenieść, jako że częstą przyczyną przedwczesnego zniszczenia konstrukcji jest właśnie zmęczenie materiału.

1.3.2. Określenia charakteryzujące cykliczne obciążenia

Cykliczne obciążenie materiału może przyjmować zróżnicowany charakter. Naprężenia w materiale podczas takiego obciążenia zmieniają się w czasie według określonych wzorców, które można opisać za pomocą parametrów cykli obciążeń. Cykl naprężeń obejmuje kolejne wartości naprężeń w jednym okresie zmiany obciążenia w przypadku regularnego obciążenia. W trakcie jednego cyklu obciążenia występuje jedno naprężenie maksymalne cyklu $\sigma_{\max}$ i jedno

naprężenie minimalne cyklu $\sigma_{\min}$, zachowując stałe parametry cykli przez całą próbę. Elementy maszyn i konstrukcje mogą być narażone na różne przebiegi zmian naprężenia w czasie (rysunek 17), przy czym w analizach zmęczeniowych często przyjmuje się przebieg sinusoidalny jako podstawowy model obciążenia cyklicznego (rysunek 17a) [79].



Rysunek 17. Schemat wybranych cykli naprężeń: a) sinusoidalne, b) – f) dowolnie okresowo zmienne [79].

Cykl naprężeń zmieniających się sinusoidalnie jest charakteryzowany przez następujące parametry [79,82] :

- okres cyklu naprężeń T ,
- częstotliwość naprężenia $f = 1/T$,
- naprężenie maksymalne cyklu $\sigma_{\max}$ – największa wartość algebraiczna naprężenia w cyklu [MPa],
- naprężenie minimalne cyklu $\sigma_{\min}$ – najmniejsza wartość algebraiczna naprężenia w cyklu [MPa],
- naprężenie średnie cyklu σ_m – stały (dodatni lub ujemny) składnik cyklu, naprężenia, który jest średnią arytmetyczną maksymalnej i minimalnej wartości naprężenia w cyklu:

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{\max} + \sigma_{\min}}{2}$$

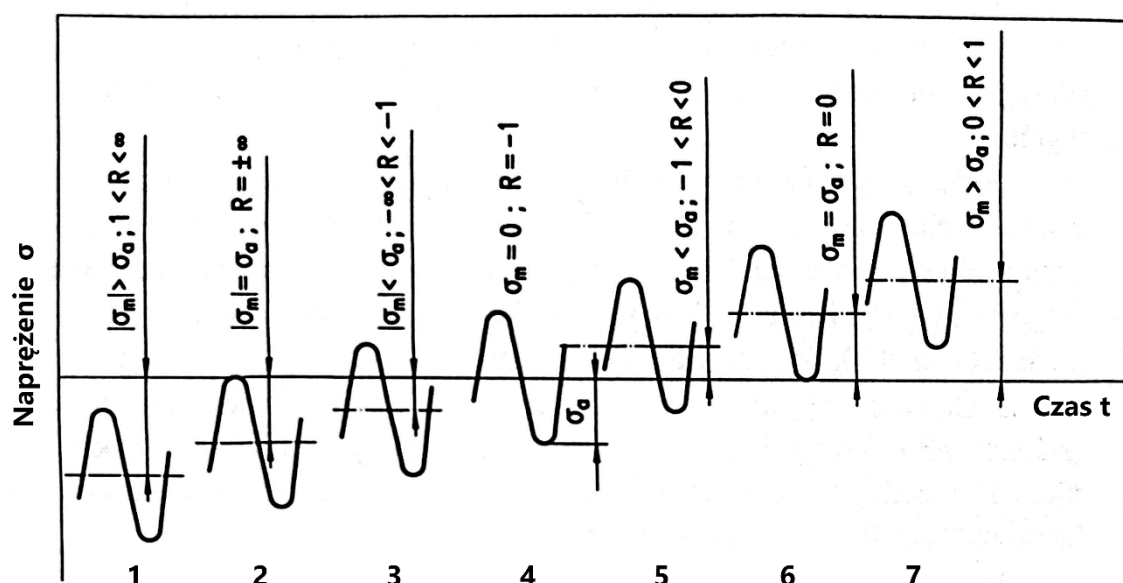
- amplituda cyklu naprężeń σ_a – największa dodatnia wartość naprężenia zmiennego obliczana według wzoru:

$$\sigma_a = \frac{\sigma_{\max} - \sigma_{\min}}{2}$$

- współczynnik asymetrii cyklu R – stosunek naprężenia minimalnego $\sigma_{\min}$ do naprężenia maksymalnego $\sigma_{\max}$ cyklu:

$$R = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}}$$

Cykle o jednakowych współczynnikach asymetrii R są określane jako cykle podobne, natomiast cykle naprężeń, w których wartości bezwzględne $\sigma_{\max}$ i $\sigma_{\min}$ są równe, ale mają przeciwne znaki, są nazywane symetrycznymi cyklami wahadłowymi ($R = -1$). Przykładowe przebiegi cykli obciążenia wraz z ich charakterystyką zostały przedstawione na rysunku 18.



Rysunek 18. Rodzaje cykli naprężeń obciążenia regularnego; 1 – cykl jednostronny (ujemny), 2 – odzerowo tętniący (ujemny), 3 – dwustronny ($\sigma_{\max} < |\sigma_{\min}|$), 4 – wahadłowy (symetryczny), 5 – dwustronny ($\sigma_{\max} > |\sigma_{\min}|$), 6 – odzerowo tętniący (dodatni), 7 – jednostronny (dodatni) [79].

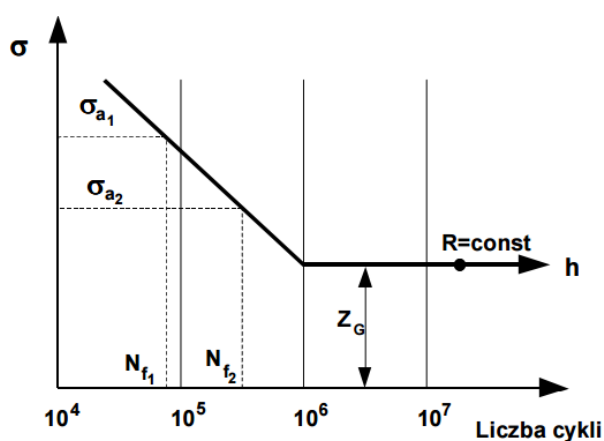
1.3.3. Określanie charakterystyk zmęczeniowych

Wytrzymałość zmęczeniowa definiowana jest jako największe naprężenie cykliczne dla danego cyklu naprężeń, przy którym próbki nie ulegają zniszczeniu w ciągu liczby cykli równej podstawie próby zmęczeniowej N_G . Testy, na podstawie których określa się wytrzymałość

zmęczeniową, wykonuje się dla dużej liczby próbek. Wytrzymałość na zmęczenie charakteryzuje własności zmęczeniowe dla poziomej, względnie lekko nachylonej części krzywej Wöhlera. Podstawa próby zmęczeniowej N_G definiowana jest jako umowna graniczna liczba cykli naprężeń przyjęta jako podstawa dla zakończenia próby zmęczeniowej dla próbek, które nie uległy zniszczeniu [79,80,82].

Przyjmuje się, że podstawa próby zmęczeniowej N_G wynosi 10^7 cykli dla stali konstrukcyjnej oraz 10^8 dla stopów metali nieżelaznych. W przypadku elementów konstrukcyjnych przyjmuje się umowną liczbę cykli granicznych wynoszącą 2×10^6 [80].

Aby określić wytrzymałość zmęczeniową konkretnego materiału, należy zbadać pewną liczbę próbek wzorcowych, które obciąża się różnymi wartościami σ_m , σ_a , aż do ich zniszczenia przy liczbie cykli N lub do czasu przekroczenia N_G . Uzyskane punkty należy nanieść na wykres w układzie współrzędnych σ - N . Otrzymana po ich połączeniu krzywa to tzw. wykres zmęczeniowy Wöhlera (najczęściej opracowuje się go we współrzędnych σ - $\lg N$, rzadziej we współrzędnych σ - N oraz $\lg \sigma$ - $\lg N$). W układzie σ - $\lg N$ wykres zmęczeniowy jest linią prostą łamaną (rysunek 19). Wykres powstaje w wyniku przeprowadzenia serii prób zmęczeniowych przy różnych wartościach amplitudy naprężenia.



Rysunek 19. Uproszczony wykres zmęczeniowy Wöhlera. Schemat krzywej zmęczeniowej w warunkach stałego naprężenia [3].

Nanosząc odpowiadające sobie wartości naprężeń i liczby cykli do zniszczenia, osiągamy pochyłą część wykresu. Jest to obszar ograniczonej wytrzymałości zmęczeniowej Z_O , definiowanej jako największe naprężenie cykliczne dla dowolnego cyklu jednoznacznie określonego, przy którym średnia żywotność próbek jest mniejsza od podstawy próby zmęczeniowej N_G . Obszar ograniczonej wytrzymałości zmęczeniowej Z_O wykorzystuje się do

projektowania elementów przy przewidywanej ograniczonej żywotności. Zmniejszając wartość naprężenia w kolejnych próbkach, dochodzi się do takiego naprężenia, które działając na próbkę, nie spowoduje jej zniszczenia nawet przy liczbie cykli dążącej do nieskończoności. W ten sposób określona wartość naprężenia, przy ustalonej wartości współczynnika asymetrii obciążeń R , reprezentuje trwałą nieograniczoną wytrzymałość zmęczeniową materiału Z_G . W praktyce nie jest możliwe przeprowadzanie prób przy nieskończonej liczbie cykli i z tego względu ustala się podstawę próby zmęczeniowej N_G , do której prowadzi się próbę zmęczeniową. Jeśli próbka nie ulegnie zniszczeniu przy N_G , wówczas naprężenie, przy którym badanie było prowadzone, nazywa się praktyczną wytrzymałością zmęczeniową [79,80].

W związku z powyższym znajomość wytrzymałości zmęczeniowej poszczególnych materiałów jest istotne ze względu na różne charakterystyki pękania zmęczeniowego [79], np.:

- pękanie zmęczeniowe spowodowane naprężeniami cyklicznie zmieniającymi się, często o wartościach poniżej granicy plastyczności ustalonej w statycznych testach wytrzymałościowych, przy odpowiednio dużej liczbie cykli zmiennego obciążenia (od 10^5 do 10^8).
- fakt, że zarodkowanie i propagacja pęknięcia w przypadku zmęczenia wysokocyklowego nie są poprzedzone wyraźnymi odkształceniami obciążanych wyrobów, dodatkowo utrudnia prognozowanie i zapobieganie pęknięciom zmęczeniowym.

W pracy zostały przeprowadzone badania dotyczące zmęczenia wysokocyklowego, które prowadzi się przy względnie dużych wartościach N_G oraz częstotliwościach zmiany obciążenia $> 10\text{Hz}$.

1.3.4. Własności zmęczeniowe stopów tytanu

Jednym z podstawowych czynników warunkujących własności zmęczeniowe materiałów jest sposób ich wytworzenia, np. elementy odlewane będą charakteryzowały się gorszymi własnościami zmęczeniowymi niż elementy kute. Zależności te wynikają z różnorodnych zmiennych związanych z procesem wytwórczym. Zasadniczo na własności

zmęczeniowe większości stopów metali – w tym również Ti-64 oraz Ti-55511 – wpływają trzy czynniki [79]:

- Defekty – zarówno defekty wewnętrzne, jak i powierzchniowe, które są następstwem procesu wytwarzania. Mogą wpływać na własności zmęczeniowe, stając się miejscami inicjacji pęknięć zmęczeniowych.
- Jakość powierzchni – może niekorzystnie wpłynąć na własności zmęczeniowe w zależności od procesu obróbki powierzchni.
- Mikrostruktura – charakter mikrostruktury również wpływa na inicjację i propagację pęknięć zmęczeniowych, hamując je lub sprzyjając ich powstawaniu. Mikrostruktura będzie zależeć od historii termicznej, jaką materiał przechodził podczas wytwarzania i obróbki poprocesowej.

Stosunkowo niska wytrzymałość zmęczeniowa stopów tytanu Ti-64 wytworzonych poprzez odlewanie (w zakresie 160–380 MPa przy $N_G = 10^7$ cykli [83,84] wynika głównie z obecności defektów odlewniczych w postaci porów, będących efektem skurczu, o zróżnicowanych rozmiarach od 30 μm do ponad 1 mm [83,84]. Pomimo że wpływ na własności zmęczeniowe materiału mają także inne czynniki (m.in. odległość defektów do powierzchni bądź otaczająca mikrostruktura, która może ułatwiać inicjację pęknięć), to już sama obecność wymienionych defektów może przełożyć się na znaczące zmniejszenie wytrzymałości zmęczeniowej materiału. Jak wykazano, skutecznym sposobem ograniczenia negatywnego wpływu tych wad może być zastosowanie obróbki izostatycznego kucia na gorąco – Hot Isostatic Presssing (HIP) [85].

Elementy wytworzone ze stopów tytanu Ti-64 oraz Ti-55511 poprzez kucie charakteryzują się wytrzymałością zmęczeniową w zakresie 410 – 540 MPa dla Ti-64 [86,87] oraz od około 350 MPa do znacznie wyższych wartości rzędu 650–880 MPa dla Ti-55511 przy granicznej liczbie cykli $N_G = 10^7$ [88–90].

W zależności od procesu wytwarzania wyrobów i uzyskanej jakości powierzchni może być konieczne zastosowanie obróbki poprocesowej. Obróbka powierzchni może prowadzić do poprawy lub pogorszenia wytrzymałości zmęczeniowej. Na przykład obróbka skrawaniem poprawia własności zmęczeniowe dzięki wprowadzeniu na powierzchni naprężeń ściskających

[86]. Z kolei obróbka elektroerozyjna może wprowadzić naprężenia rozciągające na powierzchni, co wpłynie negatywnie na własności zmęczeniowe [87].

Ostatnim z wymienionych czynników wpływających na własności zmęczeniowe jest rodzaj mikrostruktury. W przypadku stopu Ti-64 wytworzonego poprzez odlewanie i poddanego obróbce HIP wskazano rozbieżność właściwości zmęczeniowych wynikającą tylko z różnicy w zależności od uzyskanej mikrostruktury. Wskazano, że drobniejsza faza α wpływa na uzyskanie lepszych własności zmęczeniowych [91,92]. W przypadku stopu Ti-64 uzyskanego poprzez kucie wskazano, że mikrostruktury bimodalne zapewniają lepszą odporność na zmęczenie niż lamelarne przy porównywalnych rozmiarach fazy α [68].

Dla stopu Ti-55511 mikrostruktura bimodalna, które łączy drobnoziarnistą fazę α z dyspersyjnie rozmieszczoną fazą β , jest często postrzegana jako optymalna z punktu widzenia własności zmęczeniowych. Taka mikrostruktura oferuje korzystny kompromis między wytrzymałością a plastycznością, co bezpośrednio przekłada się na lepszą wytrzymałość zmęczeniową z uwagi na fakt, że drobnoziarnista faza α zwiększa odporność na pęknięcia zmęczeniowe przez lepsze rozpraszanie naprężeń i hamowanie propagacji pęknięć, podczas gdy obecność fazy β , będącej bardziej plastyczną, wspiera pochłanianie energii podczas cykli zmęczeniowych. Z kolei mikrostruktura lamelarna z wydłużonymi ziarnami fazy α może być mniej korzystna dla własności zmęczeniowych, szczególnie przy większych rozmiarach ziaren. Zatem kluczowe jest staranne sterowanie procesami obróbki w celu uzyskania mikrostruktury bimodalnej, charakteryzującej się drobnoziarnistą fazą α oraz kontrolowanym udziałem fazy β , dla maksymalizacji wytrzymałości zmęczeniowej tego stopu.

1.3.5. Własności zmęczeniowe stopów tytanu wytwarzanych technologią PBF-EB/M

W ostatnich 8 latach powstały prace dotyczące własności zmęczeniowych stopu Ti-64 wytworzonego technologiami przyrostowymi. Większość z tych prac dotyczyło jednak przetwarzania Ti-64 z wykorzystaniem technologii PBF-LB/M [8,17,45,93–95]. Zdecydowanie mniej dotyczyło wykorzystania technologii PBF-EB/M.

W przypadku Ti-55511 w ostatnich trzech latach zaczęły pojawiać się prace dotyczące własności zmęczeniowych tego stopu wytworzonego przyrostowo. Podobnie jak w przypadku Ti-64 prace te dotyczyły jednak głównie wykorzystania technologii PBF-LB/M; zdecydowanie mniej dotyczyło technologii PBF-EB/M.

Próbki z Ti-64 wytworzone technologią PBF-EB/M bez dodatkowej obróbki cieplnej charakteryzują się niską wytrzymałością zmęczeniową wynoszącą w zakresie 200 – 270 MPa dla $N_G = 10^7$ [15,51,96].

Główną przyczyną niskiej wytrzymałości zmęczeniowej były defekty wewnętrzne w postaci porów gazowych oraz wad typu *lack of fusion*. Pęknięcia zmęczeniowe były inicjowane przede wszystkim właśnie od tych wad [97]. Dodatkowo wskazano, że na powstanie defektów mógł mieć wpływ nieoptymalny dobór parametrów procesu PBF-EB/M.

Niewłaściwy dobór parametrów procesu PBF-EB/M może mieć bardzo istotny wpływ na ilość oraz wielkość defektów wewnętrznych [98,99]. Zależność tę potwierdzają badania, w których celowa modyfikacja parametrów procesu doprowadziła do uzyskania porowatości na poziomie 5%, a w konsekwencji wywołała spadek wytrzymałości zmęczeniowej nawet o 50% [51].

Dla zoptymalizowanych parametrów procesu PBF-EB/M, dzięki ograniczeniu porowatości oraz zmniejszeniu udziału defektów typu *lack of fusion*, możliwe było uzyskanie wytrzymałości zmęczeniowej w zakresie 300–400 MPa dla Ti-64 przy $N_G = 10^7$ cykli [15], a w przypadku Ti-55511 ok 400 MPa dla $N_G = 10^7$ cykli [100].

1.3.6. Metody poprawy własności zmęczeniowych stopów tytanu wytwarzanych technologią PBF-EB/M

Wymienione wyniki wytrzymałości zmęczeniowej są podobne do tych, uzyskanych dla próbek odlewanych, jednak zarazem są niższe w porównaniu do wartości dla próbek kutech.

W kilku pracach pojawiają się sprzeczne informacje odnośnie do wpływu dodatkowej obróbki cieplnej na wytrzymałość zmęczeniową. Z jednej strony opisywane jest bowiem, że obróbka cieplna wpływa na rozrost mikrostruktury, co pogarsza wytrzymałość zmęczeniową

[68,92,101]. Z drugiej jednak autorzy stwierdzają, iż zmniejsza ona wrażliwość materiału na wady, zwiększając próg propagacji pęknięć, a tym samym własności zmęczeniowe [16,97,99,102]. W związku z powyższym konieczne są dalsze badania w celu jednoznacznego określenia wpływu dodatkowej obróbki cieplnej na wytrzymałość zmęczeniową.

W wielu pracach pojawiają się również informacje dotyczące zastosowania obróbki Hot Isostatic Pressing (HIP) w celu usunięcia defektów wewnętrznych, co powoduje wzrost wytrzymałości zmęczeniowej do poziomu 440–600 MPa dla $N_G = 10^7$ cykli. Opisane wartości odpowiadają, a nawet przewyższają wartości wytrzymałości zmęczeniowej dla elementów kutech. Tę poprawę własności zmęczeniowych wielu autorów przypisało całkowitemu zamknięciu wewnętrznych defektów [15,51,101,103].

Proces Hot Isostatic Pressing (HIP) jest zaawansowaną techniką obróbki cieplnej, która łączy wykorzystanie wysokiego ciśnienia i temperatury, aby wyeliminować porowatość z materiałów i poprawić ich własności mechaniczne. Eliminuje porowatość, która może wynikać z różnych źródeł, takich jak proces upakowania cząstek proszku w klasycznej metalurgii proszków, uwięzienie gazu w cząstkach proszku czy skurcz powstały podczas krzepnięcia odlewów. Proces HIP wykorzystuje izostatyczne ciśnienie generowane przez molekuły lub atomy gazu zderzające się z powierzchnią wyrobu. W związku z tym dla każdej powierzchni przetwarzanego komponentu ciśnienie jest takie samo i działa w kierunku normalnym do powierzchni, co pozwala na jednolite i skuteczne działanie ciśnienia niezależnie od kształtu przetwarzanego elementu [104].

Proces ten został opracowany z myślą o różnych zastosowaniach, m.in. w dyfuzji i łączeniu komponentów reaktorów jądrowych, jak również w eliminacji porowatości w twardych materiałach. Obecnie proces HIP znajduje szerokie zastosowanie w spiekaniu proszków metali, zagęszczaniu wysokowydajnych odlewów, a także w eliminacji porowatości w wyrobach wytwarzanych przyrostowo i jest wykorzystywany w różnorodnych branżach, np. lotnictwie, przemyśle morskim, energetyce, motoryzacji, medycynie, obronności, mikroelektronice, telekomunikacji, obróbce metali i górnictwie [104,105].

Kluczową cechą procesu HIP jest zdolność do eliminacji zarówno makro-, jak i mikroporowatości, co ma istotny wpływ na poprawę własności mechanicznych materiałów, takich jak wytrzymałość, pełzanie, ciągliwość i zmęczenie. Proces ten nie tylko poprawia średnie

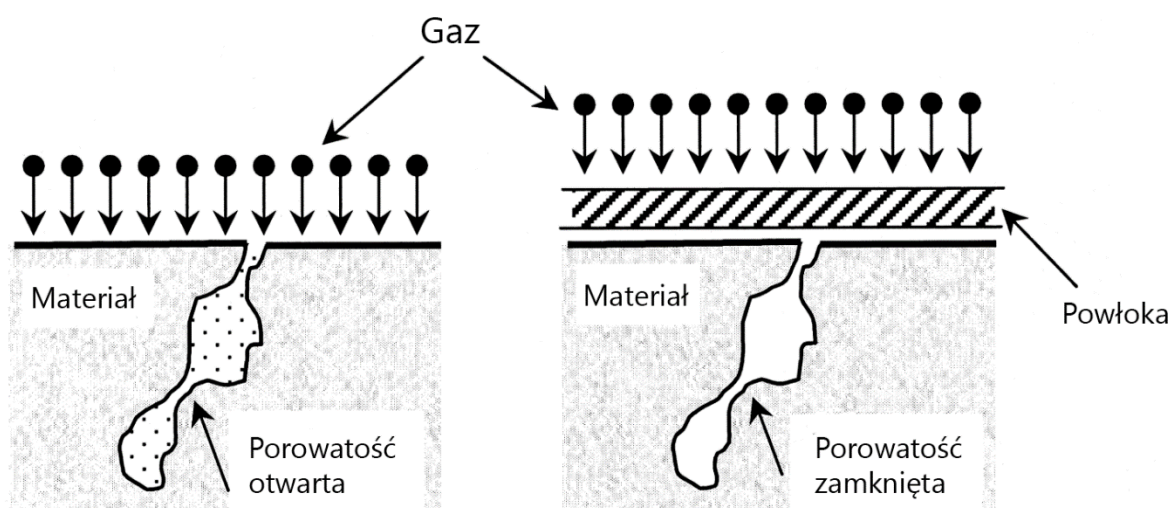
wartości tych właściwości, ale również redukuje ich rozrzut, co jest szczególnie istotne przy wyznaczaniu własności zmęczeniowych materiałów [104,106].

Na ogół w procesie HIP wykorzystuje się ciśnienie na poziomie ok. 100 MPa, aczkolwiek aktualnie wykorzystuje się również znacznie wyższe ciśnienia (dochodzące do 500 MPa), oraz temperatury z zakresu 0,5–0,7 temperatury topnienia materiału (T_m). Takie warunki są konieczne, aby obniżyć granicę plastyczności i zwiększyć dyfuzję w materiale, żeby zamknięcie porów mogło nastąpić w rozsądnym czasie. Proces HIP wymaga precyzyjnej kontroli temperatury, ciśnienia oraz czasu wygrzewania, ponieważ skuteczność zagęszczania materiału zależy od jednoczesnego oddziaływania kilku mechanizmów: zewnętrznego ciśnienia, dyfuzji oraz odkształcenia plastycznego i pełzania. Pod wpływem wysokiej temperatury i ciśnienia pory stopniowo zmniejszają swoją objętość i ulegają zamykaniu. Istotną rolę odgrywa również zmniejszanie energii powierzchniowej układu. Powierzchnia wewnętrzna poru jest obszarem o podwyższonej energii, dlatego jej redukcja sprzyja dalszemu zmniejszaniu i zanikowi porów. Znaczenie tego mechanizmu rośnie, gdy rozmiary porów są już bardzo małe; po zmniejszeniu średnicy porów do ok. 40 nm wpływ energii powierzchniowej staje się porównywalny z wpływem zewnętrznie przyłożonego ciśnienia. Skuteczność końcowego zamykania porów zależy jednak od ich charakteru. W przypadku porów zawierających uwięziony gaz całkowite zamknięcie może być utrudnione, ponieważ wraz ze zmniejszaniem objętości poru wzrasta ciśnienie gazu wewnątrz nieciągłości. Jeżeli wpływ gazu nie jest istotny, dalsze zmniejszanie objętości poru prowadzi do zbliżania się jego przeciwległych powierzchni. Po uzyskaniu kontaktu zachodzi dyfuzja atomów przez granicę styku, co prowadzi do dyfuzyjnego połączenia materiału i stopniowego zaniku poru. Dla porów o rozmiarach rzędu 1 μm lub mniejszych, przy odpowiednio dobranej temperaturze i ciśnieniu, czas wygrzewania powyżej jednej godziny może być wystarczający do ich całkowitego zamknięcia.

Jedną z potencjalnych trudności wynikających ze stosowania procesu HIP jest wtórna porowatość. Wysokie zewnętrzne ciśnienie powoduje zapadnięcie się porów i zapewnia bardzo wysoką gęstość materiału, jednak podczas późniejszego ogrzewania bez ciśnienia, jeżeli w porach pozostaną resztki cząstek gazu, może wystąpić porowatość wtórna.

Warto również zwrócić uwagę na fakt, iż medium gazowe wywierające ciśnienie oddziałuje na porowatość połączoną z powierzchnią (porowatość otwarta) tak, jakby była ona rozszerzeniem powierzchni wyrobu. Dlatego taka porowatość nie jest usuwana przez proces

HIP (rysunek 20a). Porowatość połączona z powierzchnią może stanowić krytyczny defekt w wielu zastosowaniach. Możliwe jest jednak wyeliminowanie tego zjawiska. Jeśli wyrób zostanie pokryty powłoką, porowatość połączona z powierzchnią staje się efektywnie porowatością wewnętrzną (porowatość zamknięta) (rysunek 20b) i jest usuwana przez zabieg HIP. Materiał powlekający może zostać później usunięty mechanicznie [104].



Rysunek 20. Wpływ rodzaju porowatości na skuteczność procesu HIP, opracowanie na podstawie [104].

Obróbka HIP oferuje wiele korzyści, jednak proces ten wymaga starannego doboru parametrów procesowych, takich jak temperatura, ciśnienie i czas trwania cyklu. O ile ciśnienia stosowane w procesie HIP są zbyt niskie, by samoistnie powodować przemiany fazowe (np. grafit może zostać przekształcony w diament w temperaturze 1000°C pod ciśnieniem około 2500 MPa), to proces HIP nie tylko redukuje porowatość, ale również wpływa na mikrostrukturę materiału, mogąc spowodować rozrost ziaren. Dlatego wybór odpowiednich parametrów obróbki HIP musi uwzględniać potencjalny wpływ na mikrostrukturę i w konsekwencji na właściwości materiału.

1.4. Podsumowanie studium literaturowego

Podsumowując: w celu uzyskania dla wyrobów wytarzanych przyrostowo wysokich wartości wytrzymałości zmęczeniowej, porównywalnej do wytrzymałości zmęczeniowej elementów kutych, konieczne jest przeprowadzenie dodatkowej poprocesowej obróbki cieplnej.

Tabela 5. Podsumowanie przeglądu literatury.

	Rok publikacji	Charakterystyka proszku	Parametry procesu	Analiza mikrostruktury	Skład chemiczny	Analiza porowatości	Obróbka cieplna	Obróbka HIP	Analiza własności wytrzymałościowych (statycznych)	Analiza własności wytrzymałościowych (zmęczeniowych)
Ti-64										
Technologia PBF-EB/M										
Li S. [107]	2024			•		•			•	
Ganor Y. [103]	2021			•	•		•	•	•	•
Nicoletto G. [108]	2018			•			•		•	•
Zhai Y. [109]	2015	•	•	•			•		•	
Rafi H.K. [45]	2013	•		•				•	•	•
Technologia PBF-LB/M										
Derimow N. [110]	2024			•				•	•	
Yu H. [93]	2019			•	•	•	•	•	•	•
Benedetti M. [94]	2018		•	•		•		•	•	•
Kasperovich G. [95]	2014			•			•	•	•	•
Edwards P. [4]	2014		•						•	•
Leuders S. [17]	2013			•	•	•	•	•	•	•
Rafi H.K. [45]	2013	•		•				•	•	•
Gong H. [51]	2015								•	•
Ti-55511										
Technologia PBF-EB/M										
Madeja M. [98]	2026		•	•	•	•			•	
Li D. [111]	2021	•	•	•	•		•		•	
Technologia PBF-LB/M										
Li D. [111]	2021	•	•	•	•		•		•	
Liu Y. [112]	2016		•	•	•				•	

Podsumowanie przeglądu literatury zostało przedstawione w tabeli 5. W tabeli przedstawiono zakres prac badawczych przeprowadzonych przez innych autorów. Przedstawiono kluczowe publikacje, ukazując zakres tematyczny każdej z nich.

W podsumowaniu przeglądu literatury zostały przedstawione najważniejsze pozycje, wraz z zakresem, czego dana pozycja literaturowa dotyczyła. Analizowane aspekty obejmowały: charakterystykę proszku, parametry procesu PBF-EB/M, analizę mikrostruktury, skład chemiczny materiałów, analizę porowatości, obróbkę cieplną, obróbkę HIP, analizę własności wytrzymałościowych (statycznych) oraz analizę własności zmęczeniowych.

W bardzo nielicznych publikacjach analizowanych w trakcie przygotowywania studium literaturowego opisywano wpływ różnych wariantów obróbki poprocesowej HIP na własności zmęczeniowe dla stopu Ti-64, wytworzonego z wykorzystaniem technologii PBF-EB/M; dla Ti-55511 takich prac nie było w ogóle. Istnieje więc znaczna luka poznawcza w zakresie poznania wpływu różnych wariantów obróbki poprocesowej HIP na własności zmęczeniowe stopów tytanu Ti-64 oraz Ti-55511.

Rozdział 2. Charakterystyka proszków Ti-64 oraz Ti-55511

Charakterystyka proszków Ti-64 i Ti-55511 była pierwszym etapem oceny możliwości ich zastosowania w procesie PBF-EB/M. Analizie poddano skład chemiczny, morfologię cząstek, rozkład frakcji, gęstość nasypową oraz minimalną energię zapłonu. Badania te pozwoliły określić cechy proszku istotne dla stabilnego i powtarzalnego procesu. Uzyskane wyniki wykorzystano jako podstawę do dalszego doboru parametrów wytwarzania dla obu analizowanych stopów.

W kontekście wdrażania technologii przyrostowych do zastosowań przemysłowych z wykorzystaniem określonych materiałów kluczowym aspektem jest analiza dwóch fundamentalnych czynników. Pierwszym z nich jest bezpieczeństwo procesu przetwarzania tych materiałów. Drugim – równie ważnym – jest eksploracja czynników technologicznych wybranych materiałów w ramach danej technologii przetwarzania.

W odniesieniu do bezpieczeństwa niezmiennie ważne jest, aby proszek wykorzystywany w technologii Powder Bed Fusion – Electron Beam/Metal (PBF-EB/M) był poddawany badaniu minimalnej energii zapłonu (MIE, Minimum Ignition Energy). Badanie to, realizowane zgodnie z normą ASTM E2019-03 [113], ma kluczowe znaczenie w ocenie ryzyka zapłonu materiałów proszkowych. Jest to niezbędny etap w procesie weryfikacji bezpieczeństwa stosowanych materiałów, umożliwiający identyfikację i zminimalizowanie potencjalnych zagrożeń związanych z przetwarzaniem proszków metalowych w środowisku wysokiej energii, charakterystycznym dla technologii PBF-EB/M.

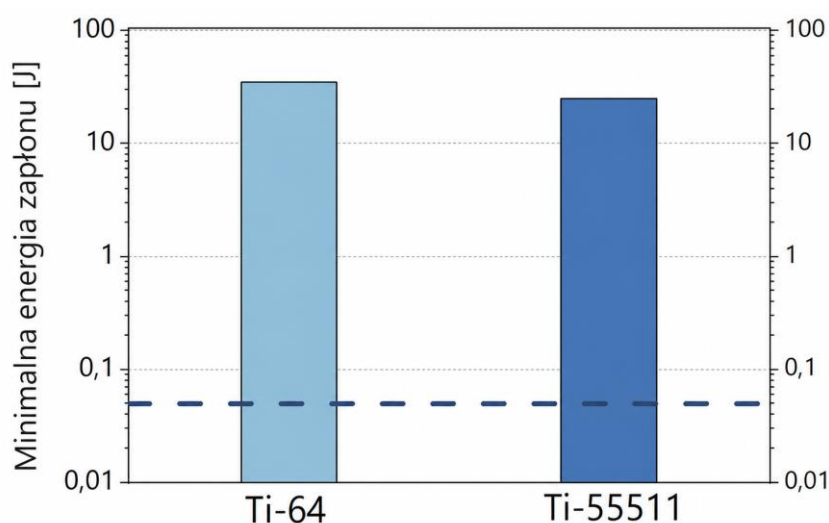
Z kolei w kontekście czynników technologicznych kluczowa jest analiza morfologii proszku, mająca na celu określenie, czy proszek jest odpowiedni do zastosowania w technologii PBF-EB/M. Odpowiednia sferyczność zapewnia bowiem wysoką sypkość materiału, co jest niezbędne dla efektywnego nanoszenia warstw proszku bez wad nieciągłości.

Dodatkowo istotne jest przeprowadzenie weryfikacji frakcji materiału oraz analizy składu chemicznego. Pozwala to na ocenę zgodności zakupionego proszku z wymaganiami oraz analizę potencjalnych zmian w składzie chemicznym spowodowanych procesem

PBF-EB/M, na przykład przez parowanie pierwiastków. Zrozumienie tych aspektów umożliwia optymalizację procesu wytwarzania, zapewniając wysoką gęstość wytworzonych wyrobów.

2.1. Analiza minimalnej energii zapłonu

Dla zapewnienia bezpieczeństwa procesu PBF-EB/M konieczne jest zweryfikowanie, czy proszek stosowany w procesie spełnienia wymóg minimalnej energii zapłonu (MIE), który ustala najniższą ilość energii wyładowania statycznego wymaganą do wywołania zapłonu proszku w postaci rozproszonej chmury pyłowej. Zgodnie z normami ASTM E2019-03 [113] oraz IEC 61241-2-3 [114] nie ustala się konkretnej minimalnej wartości energii zapłonu bezpiecznego, lecz definiuje zakres energii, w którym w co najmniej trzech próbach nie doszło do zapłonu, oraz minimalną energię, przy której zapłon nastąpił w co najmniej trzech testach. Jednakże wewnętrzne standardy bezpieczeństwa firmy ARCAM GE, producenta systemów PBF-EB/M, określają minimalny bezpieczny poziom energii na wartość 0,05 J.



Rysunek 21. Minimalna energia zapłonu (MIE) dla proszku Ti-64 oraz Ti-55511. Linia kreskowa określa minimalną bezpieczną wartość MIE dla procesu PBF-EB/M.

Zbadany proszek Ti-64 o granulacji 45–106 μm charakteryzuje się wartością MIE na poziomie 35 J, z kolei proszek Ti-55511 charakteryzuje się wartością MIE na poziomie 25 J. Wartość MIE dla stopu Ti-64 oraz Ti-55511 dla przewidzianej w dalszym użytkowaniu frakcji jest powyżej minimalnej bezpiecznej energii zapłonu, co pozwala zakwalifikować te materiały jako bezpieczne do zastosowania w procesie PBF-EB/M (rysunek 21).

2.2. Analiza składu chemicznego

Analizę składu chemicznego oraz badanie morfologii proszku przeprowadzono z użyciem skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM), który został wyposażony w detektor promieniowania rentgenowskiego EDX. Pozwoliło to na dokładną analizę składu chemicznego proszku oraz analizę sferyczności cząstek i ich wielkości.

Mając na uwadze, że proszek użyty w badaniach został wyprodukowany na zamówienie, z wykorzystaniem atomizacji plazmowej, analizę składu chemicznego proszku przeprowadzono w celu weryfikacji jego zgodności z określonym składem chemicznym. Skład chemiczny proszku został przedstawiony w tabeli 6.

Tabela 6. Skład chemiczny analizowanych stopów Ti-64 oraz Ti-55511.

Ti-64						
	Ti	Al	V	Fe	O	C
	wt %					
ASTM F2924	reszta	5,5–6,75	3,5–4,5	< 0,30	< 0,20	< 0,08
Analiza EDX	reszta	5,51	4,27	0,01	-	-
Ti-55511						
	Ti	Al	Mo	V	Cr	Fe
	wt %					
GOST 19807	reszta	4,4–5,7	4,0–5,5	4,0–5,5	0,5–1,5	0,5–1,5
Analiza EDX	reszta	4,92	5,09	4,97	1,02	1,02

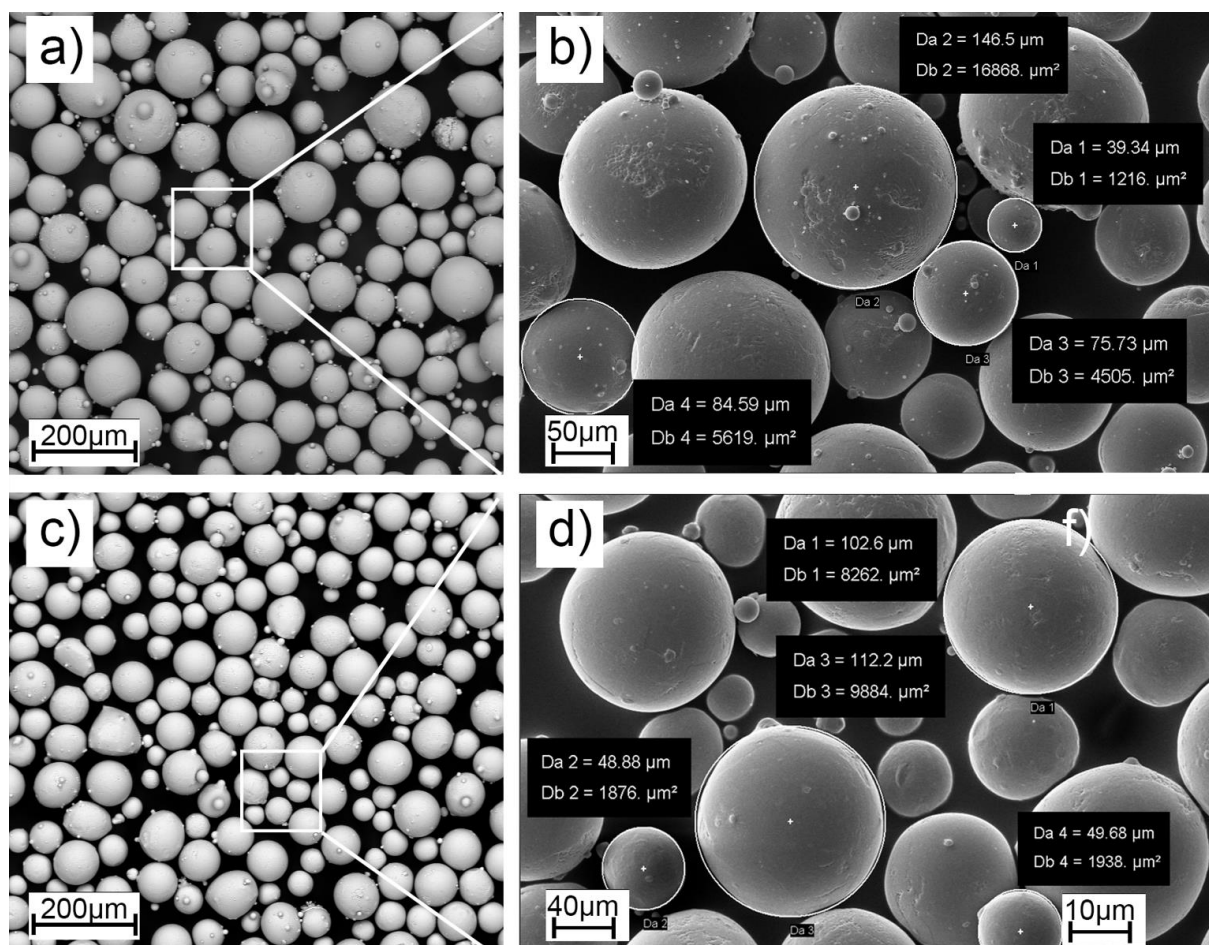
Wynik przeprowadzonej analizy składu chemicznego nie stanowi podstawy do odrzucenia otrzymanych materiałów jako niezgodnych z normami ASTM F2924 w przypadku stopu Ti-64 oraz GOST 19807 w przypadku stopu Ti-55511.

2.3. Analiza morfologii proszku

Ocenę sferyczności i pomiar średnicy cząstek proszku przeprowadzono poprzez bezpośrednią obserwację cząsteczek przyklejonych do podkładki stolika mikroskopu.

Obraz z mikroskopu skaningowego przedstawiono na rysunku 22. Zarówno proszek Ti-64 (rysunek 22a), jak i Ti-55511 (rysunek 22c) jest w bardzo dużym stopniu sferyczny. Na

powierzchni cząstek można zaobserwować mniejsze cząsteczki przyklejone do powierzchni cząstek o większej średnicy.



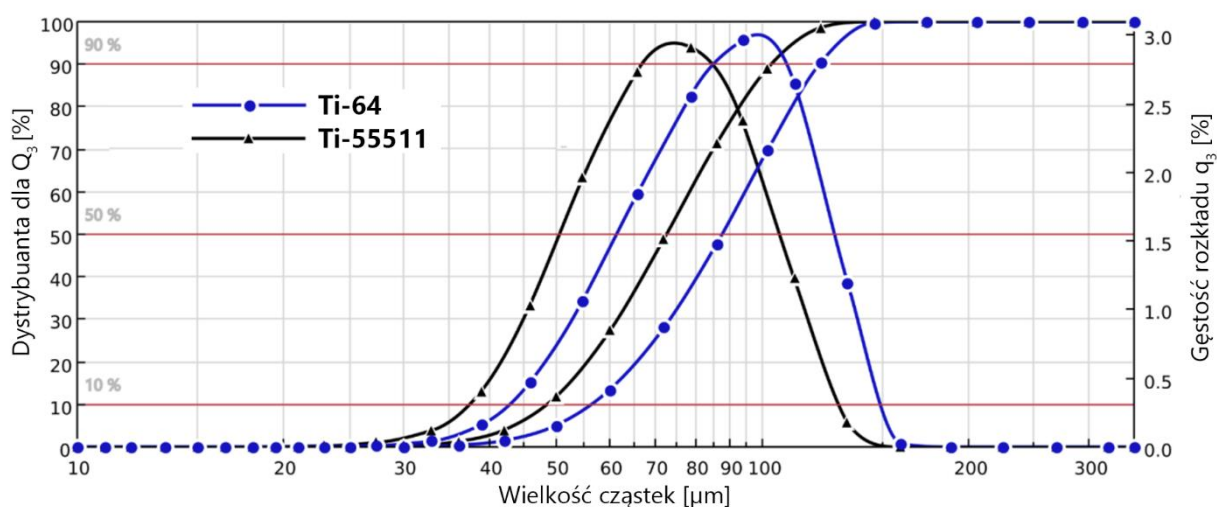
Rysunek 22. Proszek stopów tytanu wykorzystywany do badań; a), b) proszek stopu Ti-64; c), d) proszek stopu Ti-55511.

Pomiary średnic cząstek proszku potwierdziły, że mieszczą się one w zakresie podanym przez producenta (rysunek 22b, 22d). Zarówno morfologia proszku Ti-64, jak i Ti-55511 sprawiają, że są one odpowiednie do zastosowania w procesach przetwarzania z wykorzystaniem technologii PBF-EB/M.

2.4. Analiza rozkładu frakcji

Analiza objętościowego rozkładu wielkości frakcji cząstek (Q3) została przeprowadzona przy użyciu dyfraktometru laserowego, dostosowanego do zakresu pomiarowego od 0,5 μm do 350 μm, zgodnie z wymogami normy ISO 13320:2009 [115]. Procedura badawcza obejmowała wykonanie serii trzech niezależnych pomiarów na próbkach proszku o wadze

20 g każda. Następnie rezultaty poszczególnych pomiarów uśredniono, aby uzyskać końcowe wartości charakteryzujące badane materiały (rysunek 23).



Rysunek 23. Analiza rozkładu wielkości frakcji proszku Ti-64 oraz Ti-55511.

Analizując rozkład wielkości frakcji cząstek proszku Ti-64 dla zakresów od D_{10} do D_{90} , ustalono, iż zmierzone wartości wynoszą odpowiednio 49 μm dla $D_{10,3}$, 74 μm dla $D_{50,3}$ i 109 μm dla $D_{90,3}$. Z kolei dla Ti-55511 dla zakresów od D_{10} do D_{90} zauważono, że wartości te kształtują się na poziomach maksymalnie 50 μm dla $D_{10,3}$, 75 μm dla $D_{50,3}$ oraz 108 μm dla $D_{90,3}$. Zgodnie z rekomendacją producenta systemu EBM optymalne zakresy skumulowanego rozkładu wielkości frakcji dla stopu Ti-64 definiuje się jako nie większe niż 50 μm dla $D_{10,3}$, 70 μm dla $D_{50,3}$ oraz 105 μm dla $D_{90,3}$. Wyniki te świadczą, że mierzony objętościowy rozkład frakcji cząstek dla obu badanych stopów mieści się w granicach specyfikacji dopuszczalnych dla technologii PBF-EB/M, pokrywając się z zaleceniami dla wszystkich rozpatrywanych zakresów D_{10} , D_{50} , D_{90} .

2.5. Gęstość nasypowa

Pomiar gęstości nasypowej luźnego proszku (ρ_{nas}) został przeprowadzony zgodnie z normą PN-EN ISO 3923-1 [116]. Pomiar gęstości nasypowej proszku z usadem (ρ_{nasU}) został przeprowadzony w oparciu o normę PN-EN-3953 [117]. Gęstość nasypowa luźnego proszku określana jest jako stosunek masy luźno zasypanego proszku (m_{pl}) do jego objętości (V_{pl}) (wzór 1). Gęstość nasypowa proszku z usadem określana jest jako stosunek proszku ubitego w formie (m_{pu}) do jego objętości w formie (V_{pu}) (wzór 2).

$$\rho_{nasL} = \frac{m_{pl}}{V_{pl}} \left[\frac{g}{cm^3} \right] \quad (1)$$

$$\rho_{nasU} = \frac{m_{pl}}{V_{pl}} \left[\frac{g}{cm^3} \right] \quad (2)$$

Gdzie:

m_{pl} – masa proszku swobodnie zasypanego do formy,

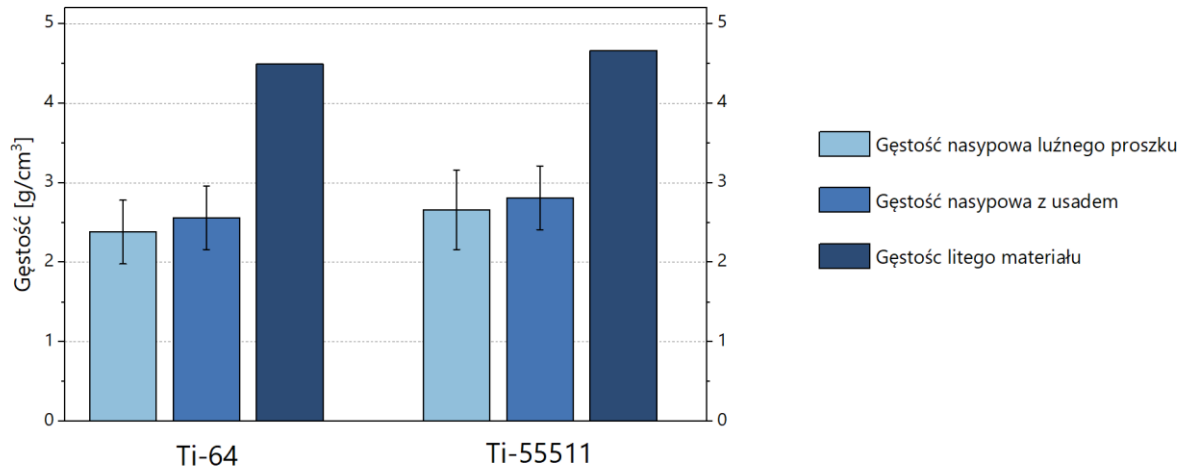
V_{pl} – objętość proszku swobodnie zasypanego do formy,

m_{pu} – masa proszku ubitego w formie,

V_{pu} – objętość proszku ubitego w formie.

Procedura pomiarowa dla wyznaczenia gęstości nasypowej luźnego proszku obejmuje wsypanie badanego materiału do menzurki o objętości 50 ml, której masa jest znana, i dokonanie pomiaru masy. Następnie obliczono wartość średnią z trzech pomiarów zgodnie ze wzorem.

Wyznaczona gęstość nasypowa luźnego proszku dla Ti-64 wynosiła $2,38 \pm 0,4 \text{ g/cm}^3$, zaś dla Ti-55511: $2,66 \pm 0,5 \text{ g/cm}^3$. Uzyskane wartości stanowią 53% gęstości litego materiału dla Ti-64 oraz 57% dla Ti-55511. Pomiar gęstości nasypowej z usadem realizowany jest przez zagęszczanie proszku, co osiąga się poprzez wstrząsanie pojemnika o objętości 50 cm^3 . W trakcie badania pojemnik uzupełnia się do maksymalnej pojemności za każdym razem, kiedy zmniejsza się objętość proszku, kontynuując aż do osiągnięcia punktu, w którym objętość proszku po wstrząsaniu jest nie mniejsza niż 50 cm^3 . Wyznaczona gęstość nasypowa z usadem dla Ti-64 wynosiła $2,56 \pm 0,4 \text{ g/cm}^3$, zaś dla Ti-55511: $2,81 \pm 0,4 \text{ g/cm}^3$. Uzyskane wartości stanowią 58% gęstości litego materiału dla Ti-64 oraz 60% dla Ti-55511 (rysunek 24).



Rysunek 24. Zestawienie wyznaczonych wartości gęstości nasypowej luźnego proszku oraz gęstości nasypowej z usadem proszku ze stopów Ti-64 oraz Ti-55511 z gęstością litego materiału.

Do oceny charakterystyk syplkości proszku zastosowano również metodę opartą na dwóch wskaźnikach: współczynnika Hausnera (HR) oraz indeksie Carra (C), zwanym również indeksem skompresowania, przy czym obie te metody są zalecane przez normę PN-EN ISO 3953 [117]. Współczynnik Hausnera określa się przez stosunek gęstości nasypowej proszku z usadem (ρ_{nasU}) do gęstości nasypowej luźnego proszku (ρ_{nasL}) (wzór 3). Z kolei indeks Carra (wzór 4) określa wyrażony w procentach stosunek różnicy gęstości nasypowej proszku z usadem (ρ_{nasU}) oraz gęstości nasypowej luźnego proszku (ρ_{nasL}) do gęstości nasypowej proszku z usadem (ρ_{nasU}).

$$HR = \frac{\rho_{nasU}}{\rho_{nasL}} \quad (3)$$

$$C = \left(\frac{\rho_{nasU} - \rho_{nasL}}{\rho_{nasU}} \right) \cdot 100\% \quad (4)$$

Gdzie:

HR – współczynnik Hausnera,

C – indeks Carra,

ρ_{nasU} – gęstość nasypowa proszku z usadem,

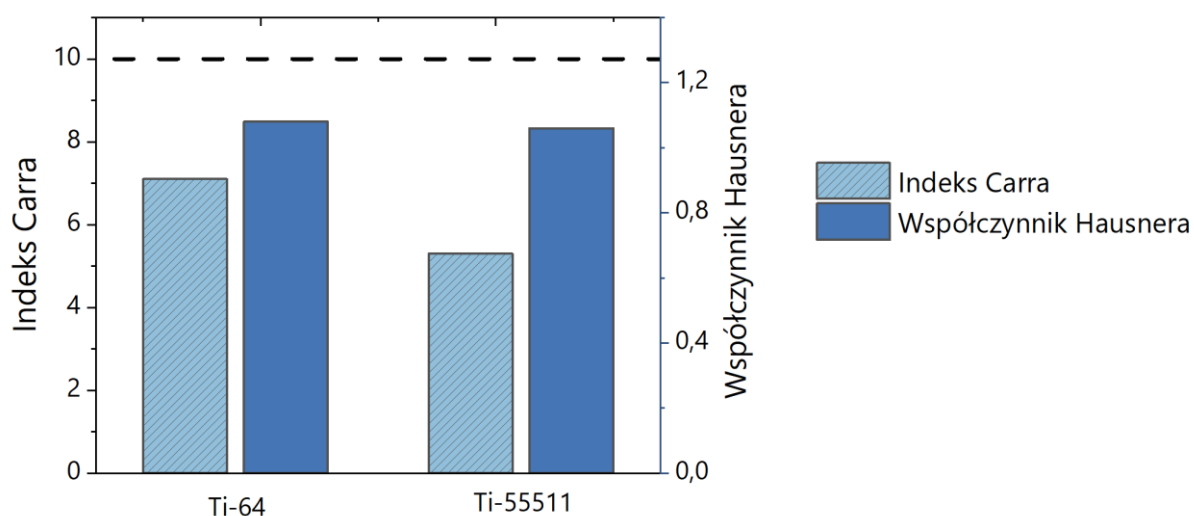
ρ_{nasL} – gęstość nasypowa luźnego proszku.

Materiały, które charakteryzują się współczynnikiem Hausnera nie przekraczającym 1,25 oraz indeksem Carra nie większym niż 20, są uważane za odpowiednie do zastosowań w proszkowych technologiach przyrostowych. W tabeli 7 zostały przedstawione wartości indeksu Carra oraz współczynnika Hausnera w odniesieniu do właściwości sypkich materiałów.

Tabela 7. Wartość indeksu Carra oraz współczynnika Hausnera w zależności od charakterystyki sypkości materiałów proszkowych [118].

Sypkość	Indeks Carra	Współczynnik Hausnera
Doskonała	<10	1,00–1,11
Dobra	11–15	1,12–1,18
Zadowalająca	16–20	1,19–1,25
Akceptowalna	21–25	1,26–1,34
Słaba	26–31	1,35–1,45
Bardzo słaba	32–37	1,46–1,59

Wyniki analizy wartości indeksu Carra oraz współczynnika Hausnera dla stopów Ti-64 i Ti-55511 zaprezentowano na rysunku 25.



Rysunek 25. Wyznaczone wskaźniki sypkości: współczynnik Hausnera oraz indeks Carra. Linia kreskowa określa doskonałą sypkość proszku [118].

Wartość współczynnika Hausnera dla badanego stopu Ti-64 wynosi 1,08, z kolei dla Ti-55511: 1,06, natomiast indeks Carra dla badanego stopu Ti-64 wynosi 7,1, a dla Ti-55511: 5,3. Uzyskane wyniki kwalifikują proszki w pierwszej klasie sypkości dla obu wskaźników.

Rozdział 3. Dobór parametrów procesu PBF-EB/M dla materiałów Ti-64 oraz Ti-55511

Dobór warunków procesu PBF-EB/M przeprowadzono, analizując wpływ energii dostarczanej do materiału na porowatość oraz jakość geometryczną próbek. Uwzględniono zależność pomiędzy natężeniem wiązki, prędkością skanowania, energią objętościową i powstawaniem defektów technologicznych. Zbyt niska energia sprzyjała porowatości i nieciągłościom typu lack-of-fusion, natomiast zbyt wysoka prowadziła do deformacji próbek. Na tej podstawie wyznaczono okno procesowe umożliwiające wytwarzanie próbek o niskiej porowatości i poprawnej geometrii. Wyniki potwierdziły możliwość przetwarzania obu analizowanych stopów metodą PBF-EB/M.

W procesie wytwarzania wyrobów objętościowych w technologii PBF-EB/M istotny jest dobór odpowiednich parametrów pracy urządzenia. Parametry zastosowane w procesie są bezpośrednio powiązane z ilością objętościowej gęstości energii (E_{obj}), która wpływa na porowatość oraz dokładność geometryczną wytwarzanych wyrobów.

Objętościowa gęstość energii (E_{obj}) zdefiniowana jest wzorem (wzór 5):

$$E_{obj} = \frac{U_w \cdot I_w}{a_p \cdot a_e \cdot V_w} \left[\frac{J}{mm^3} \right] \quad (5)$$

Gdzie:

U_w – napięcie pracy [V]

I_w – natężenie prądu [A]

a_p – grubość warstwy [mm]

a_e – odległość między liniami skanowania [mm]

V_w – prędkość skanowania [mm/s]

Dobór parametrów procesu PBF-EB/M do przetwarzania stopów Ti-64 oraz Ti-55511 został oparty na analizie danych literaturowych oraz na bazie doświadczenia i wiedzy z zakresu wytwarzania przyrostowego Katedry Technologii Laserowych, Automatyzacji i Organizacji Produkcji Politechniki Wrocławskiej.

Jako kryterium doboru parametrów procesu przyjęto minimalną porowatość. Jako drugie kryterium brano pod uwagę odwzorowanie geometryczne górnej powierzchni wytworzonych próbek. Ocena osiągnięcia kryterium została przeprowadzona poprzez analizę porowatości wytworzonych próbek kontrolnych. Określenie wpływu parametrów procesu na porowatość oraz jakość górnej powierzchni wyprodukowanych próbek zostało podzielone na dwa etapy. W pierwszym z nich określono znaczenie wpływu wybranych parametrów na wynik obróbki. W drugim etapie dokładniej zbadano wybrane parametry procesu i określono wpływ dostarczonej energii na wynik procesu produkcyjnego.

W ramach eksperymentu zaplanowano wytworzenie próbek objętościowych o wymiarach $8 \times 10 \times 8$ mm w celu zbadania wpływu kontrolowanych parametrów procesu, przy założeniu, że wynikowa wartość objętościowej gęstości energii (E_{obj}) będzie znajdowała się w zakresie od 10 do 160 J/mm^3 . W tym celu sterowano zmiennymi parametrami procesu – to jest natężeniem wiązki elektronów i prędkością skanowania. Skrajne wartości czynników wejściowych natężenia wiązki elektronów I_w ustalono na 5 i 20 mA, a prędkości skanowania V_w ustalono na 1500 i 6000 mm/s. Pozostałe parametry miały wartość stałą odpowiednio $a_p=0,05$ mm oraz $a_e=0,1$ mm.

Zgodnie z opracowanym planem dla każdego z materiałów wytworzono łącznie 12 próbek w trzech powtórzeniach zestawów parametrów dla każdego z materiałów (tabela 8), odpowiadających skrajnym (wysokim i niskim) wartościom wybranego zakresu. Każde powtórzenie było wytworzone w osobnych procesach, a rozmieszczenie próbek na platformie procesowej było losowe.

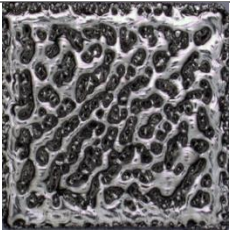
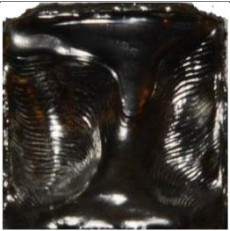
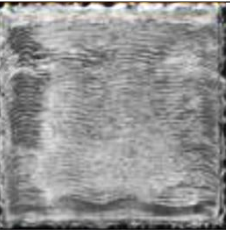
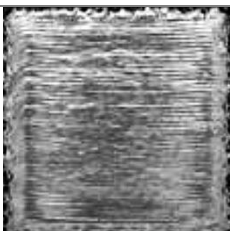
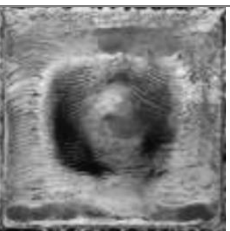
Tabela 8. Oznaczenie serii badawczych oraz parametrów wykorzystanych w eksperymencie do określania interakcji między zmiennymi.

Nr serii	I_w [mA]	V_w [mm/s]	E_{obj} [J/mm^3]
1.1	5	1500	40
1.2	5	6000	10
1.3	20	1500	160
1.4	20	6000	40

Zarówno próbki wykonane z Ti-64, jak i próbki z Ti-55511 miały zauważalnie różny wygląd górnej powierzchni po procesie wytwarzania (tabela 9). Pozwoliło to na wstępną ocenę charakterystyki gęstości próbek. Wszystkie próbki, które były wytworzone z gęstością energii

objętościowej wynoszącą 10 J/mm^3 (tabela 9, seria 1.2), miały porowatą górną powierzchnię próbki. Sugeruje to, że struktura wewnętrzna wytworzonych próbek może odznaczać się dużą porowatością.

Tabela 9. Wyniki pomiaru porowatości dla określonych wartości parametrów procesu PBF-EB/M wykorzystanych w eksperymencie.

Ti-64				
Nr serii	1.1	1.2	1.3	1.4
Powierzchnia górną próbki				
$E_{obj} [\text{J/mm}^3]$	40	10	160	40
Porowatość [%]	$0,04 \pm 0,01$	$13,78 \pm 1,56$	$0,03 \pm 0,01$	$0,03 \pm 0,01$
Ti-55511				
Nr serii	1.1	1.2	1.3	1.4
Powierzchnia górną próbki				
$E_{obj} [\text{J/mm}^3]$	40	10	160	40
Porowatość [%]	$0,05 \pm 0,01$	$12,3 \pm 1,86$	$0,03 \pm 0,01$	$0,01 \pm 0,01$

Z kolei próbki, które zostały wytworzone z gęstością energii objętościowej wynoszącą 40 J/mm^3 uzyskaną przy $I_w=5 \text{ mA}$ i $V_w=1500 \text{ mm/s}$, charakteryzowały się bardzo dobrą jakością powierzchni górnej (tabela 9, seria 1.1). Dla próbek wytworzonych z objętościową gęstością energii równą 40 J/mm^3 uzyskaną przy $I_w=20 \text{ mA}$ i $V_w=6000 \text{ mm/s}$ zaobserwowano delikatne zniekształcenie górnej powierzchni w postaci lokalnego wybrzuszenia w centralnej części próbki (tabela 9, seria 1.4). Dla E_{obj} wynoszącej 160 J/mm^3 , pomimo bardzo niskiej wartości porowatości, zaobserwowano utratę odwzorowania geometrycznego we wszystkich budowanych kierunkach (tabela 9, seria 1.3).

Porowatość próbek oceniano we wszystkich próbkach na przekrojach w płaszczyznach XY. Obserwacje przeprowadzono przy użyciu mikroskopu konfokalnego. Otrzymane wyniki

porowatości uśredniono (tabela 9). Otrzymana porowatość wahała się od 0,01% do 13,78% w zależności od przyjętej kombinacji parametrów.

Na podstawie powyższych wyników wyznaczono okno procesowe dla objętościowej gęstości energii znajdującej się w zakresie $40 \pm 15 \text{ J/mm}^3$. W drugim etapie dokładniej zbadano wybrane parametry procesu i określono wpływ dostarczonej energii na wynik procesu wytwarzania. Poddano weryfikacji wpływ zmiany natężenia prądu oraz prędkości skanowania wiązki elektronów na porowatość wewnętrzną oraz jakość odwzorowania kształtu przy zachowaniu wyznaczonego zakresu wartości zmiennych. Zmiennymi o stałym przedziale zmian były: natężenie prądu I_w oraz prędkość skanowania. Skrajne wartości czynników wejściowych pozostawiono na poziomie z pierwszego eksperymentu (natężenie prądu I_w wynosiło odpowiednio 5 i 20 mA, a prędkość skanowania V_w – 1500 i 6000 mm/s). Przedział zmian dla natężenia wiązki (I_w) wynosił 5 mA oraz 1500 mm/s dla prędkości skanowania (V_w). Wartość E_{obj} była wyliczana zgodnie ze wzorem (5), co dało 16 kombinacji parametrów. Na podstawie wcześniejszego eksperymentu wybrano tylko te zestawy parametrów, które zapewniały uzyskanie E_{obj} mieszczącej się w przedziale $40 \pm 15 \text{ J/mm}^3$ (czyli 25–55 J/mm^3). W związku z tym łącznie przebadano 7 kombinacji zestawów parametrów dla każdego z materiałów.

Zgodnie z opracowanym planem wytworzono łącznie 21 próbek w trzech powtórzeniach zestawów parametrów dla każdego z materiałów (tabela 10), odpowiadających wartościom wybranego zakresu. Każde powtórzenie było wytworzone w osobnych procesach, a rozmieszczenie próbek na platformie procesowej było losowe.

Tabela 10. Oznaczenie serii badawczych oraz parametrów wykorzystanych w eksperymencie do określania interakcji między zmiennymi.

Nr serii	I_w [mA]	V_w [mm/s]	E_{obj} [J/mm^3]
2.1	5	1500	40
2.2	10	3000	40
2.3	10	4500	27
2.4	15	4500	40
2.5	15	6000	30
2.6	20	4500	53
2.7	20	6000	40

Następnie porowatość próbek oceniano – podobnie jak poprzednio – we wszystkich próbkach na przekrojach w płaszczyznach XY. Obserwacje przeprowadzono przy użyciu

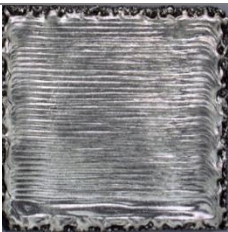
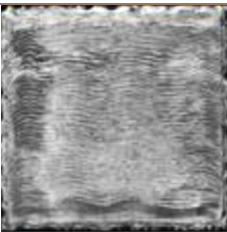
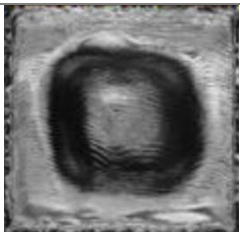
mikroskopu konfokalnego. Otrzymane wyniki porowatości uśredniono (tabela 11). Otrzymana porowatość wahała się od 0,005% do 0,010% w zależności od przyjętej kombinacji parametrów.

Tabela 11. Wyniki pomiaru porowatości oraz odwzorowania geometrycznego powierzchni dla określonych wartości parametrów procesu PBF-EB/M wykorzystanych w eksperymencie.

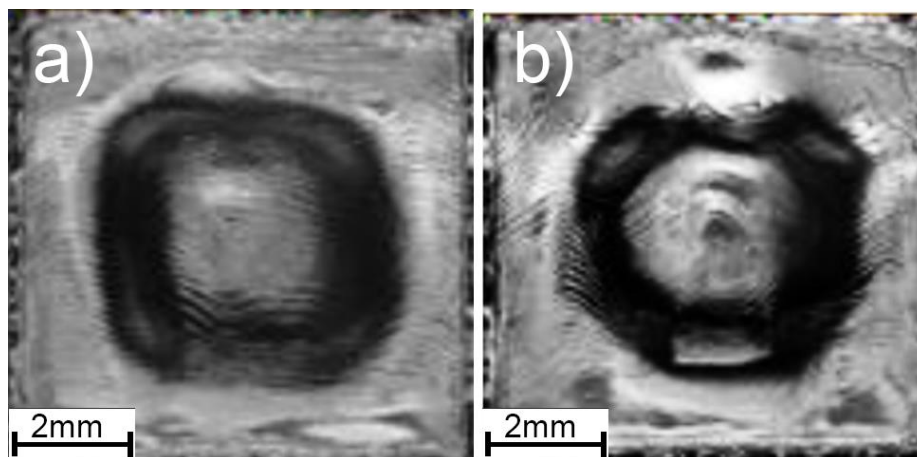
Ti-64							
Nr serii	2.1	2.2	2.3	2.4	2.5	2.6	2.7
E_{obj} [J/mm ³]	40	40	27	40	30	53	40
Porowatość [%]	0,05	0,06	0,05	0,04	0,06	0,01	0,01
SD	0,003	0,008	0,030	0,010	0,008	0,004	0,003
Odwzorowanie geometryczne	Dobre	Dobre	Dobre	Bardzo dobre	Dobre	Złe	Dobre
Ti-55511							
Nr serii	2.1	2.2	2.3	2.4	2.5	2.6	2.7
E_{obj} [J/mm ³]	40	40	27	40	30	53	40
Porowatość [%]	0,05	0,03	0,05	0,01	0,05	0,01	0,01
SD	0,011	0,010	0,008	0,012	0,030	0,007	0,005
Odwzorowanie geometryczne	Dobre	Dobre	Bardzo dobre	Dobre	Dobre	Złe	Złe

Uzyskane wyniki porowatości były bardzo niskie oraz zbliżone do siebie. W związku z tym drugim kryterium wyboru była ocena odwzorowania geometrycznego górnej powierzchni. Mikroskopowe badanie górnej powierzchni próbek przeprowadzono przy użyciu mikroskopu konfokalnego. Odwzorowanie geometryczne było oceniane jakościowo według skali przedstawionej w tabeli 12.

Tabela 12. Ocena odwzorowania geometrycznego górnej powierzchni w zależności od charakterystyki powierzchni.

Ocena odwzorowania geometrycznego górnej powierzchni			
Ocena	Bardzo dobra	Dobra	Zła
Wzorzec			
Opis	Brak widocznych zniekształceń powierzchni	Nieznaczne zniekształcenia powierzchni	Znaczne zniekształcenia powierzchni

Zarówno dla próbek z Ti-64, jak i Ti-55511 zaobserwowano zniekształcenie górnej powierzchni (rysunek 26) w postaci lokalnego wybrzuszenia w centralnej części próbki dla wartości natężenia prądu 20 mA przy prędkości skanowania 4500 mm/s ($E_{obj} = 53 \text{ J/mm}^3$).



Rysunek 26. Widok powierzchni górnej próbek dla $E_{obj} = 53 \text{ J/mm}^3$, a) Ti-64 (nr serii 2.6), b) Ti-55511 (nr serii 2.6).

Widoczne zniekształcenia wynikają z faktu, że wiązka porusza się według strategii „zig-zag” podczas przetwarzania. W centrum skanowanej powierzchni czas między przejściem wiązki w najbliższym otoczeniu jest najkrótszy, co prowadzi do akumulacji ciepła w tej strefie. Podobne zjawisko zaobserwowano przy metodach spawania i jest pośrednio związane z napięciem powierzchniowym cieczy. Skanowanie konturu wiązką elektronową nie tylko topi proszek, ale także ogrzewa już stopiony materiał i wymusza dodatkowy ruch materiału od krawędzi do centrum.

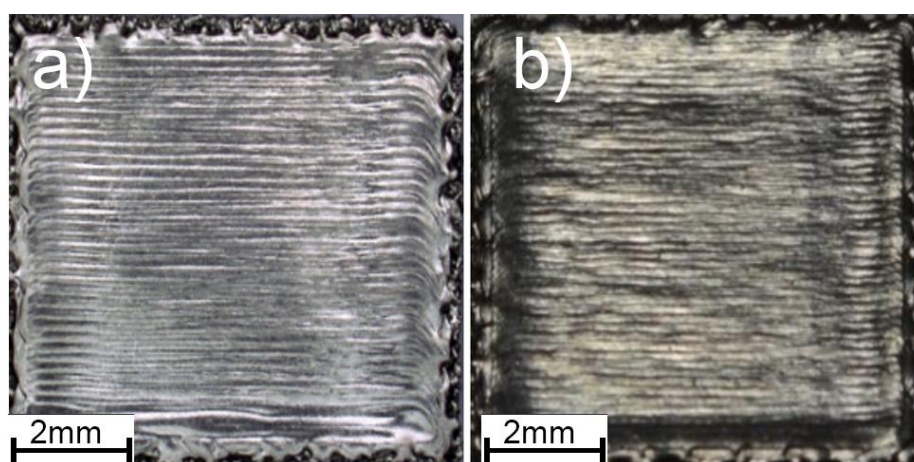
Dodatkowo dla każdego z materiałów porównano energię dostarczaną do procesu z wynikami porowatości uzyskanymi dla wytworzonych próbek przy zmiennych wartościach natężenia prądu I_w oraz stałej prędkości skanowania (4500 mm/s).

Dla Ti-64 w zakresie objętościowej gęstości energii (E_{obj}) od 10 do 30 J/mm^3 porowatość spada drastycznie z około 13% do około 0,05%, a dla E_{obj} powyżej 40 J/mm^3 porowatość obniża się poniżej 0,1%. Najniższa wartość porowatości (0,01%) została osiągnięta przy E_{obj} wynoszącej 53 J/mm^3 (tabela 11, seria 2.6).

Dla Ti-55511 zauważalny jest podobny trend spadku porowatości dla E_{obj} od 10 do 27 J/mm^3 . Wartość porowatości spada z około 12% do około 0,05%. Dla E_{obj} powyżej 30 J/mm^3

porowatość spada poniżej 0,01%. Najniższa wartość porowatości (0,01%) została osiągnięta przy E_{obj} równej 40 J/mm³ (tabela 11, seria 2.7).

Pomimo że w badaniu udało się osiągnąć bardzo niską wartość porowatości, w testowanych próbkach występowało złe odwzorowanie geometryczne – nawet przy zachowaniu tej samej wartości E_{obj} . Na tej podstawie można postawić wniosek, iż w procesie wytwarzania materiałów ze stopów Ti-64 oraz T-55511 z wykorzystaniem technologii przyrostowych konieczne jest uwzględnianie kombinacji parametrów procesu I_w oraz V_w , z których wynika E_{obj} , ponieważ to one mają wpływ na porowatość oraz odwzorowanie geometryczne materiału.



Rysunek 27. Widok powierzchni górnej próbek wytworzonych z parametrami wytypowanymi do wytworzenia wyrobów objętościowych, a) Ti-64, $E_{obj} = 40$ J/mm³ (nr serii 2.3), b) Ti-55511, $E_{obj} = 27$ J/mm³ (nr serii 2.4).

Na podstawie przeprowadzonych badań, mając również na uwadze ocenę jakości odwzorowania geometrycznego wyrobów objętościowych, wybrano parametry procesu do produkcji próbek testowych z serii 2.4 dla Ti-64 oraz z serii 2.3 dla Ti-55511, które charakteryzowały się porowatością na poziomie odpowiednio $0,04 \pm 0,01\%$ i $0,05 \pm 0,01\%$ oraz bardzo dobrym geometrycznym odwzorowaniem powierzchni (rysunek 27). Parametry procesu PBF-EB/M odpowiadające wybranym seriom przedstawiono w tabeli 13.

Tabela 13. Zestawienie parametrów procesu PBF-EB/M wybranych do dalszych badań.

Materiał	I_w [mA]	V_w [mm/s]	E_{obj} [J/mm ³]
Ti-64	15	4500	40
Ti-55511	10	4500	27

Rozdział 4. Badanie struktur przestrzennych wytworzonych technologią PBF-EB/M

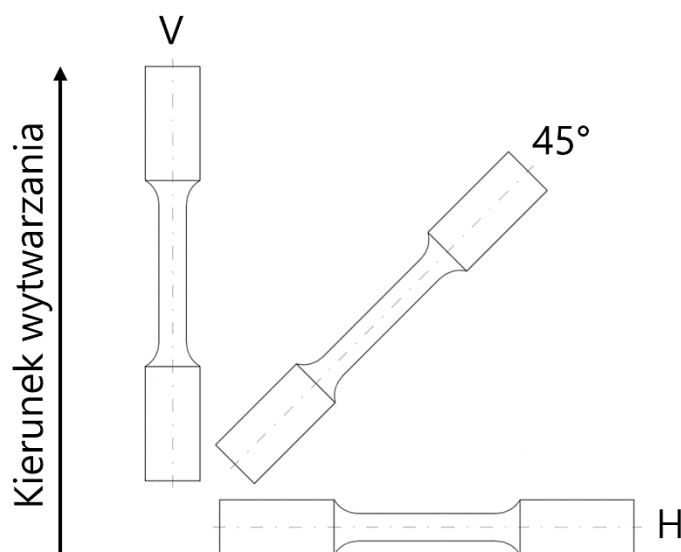
Rozdział obejmuje ocenę struktur przestrzennych wytworzonych ze stopów Ti-64 oraz Ti-55511 przy dobranych warunkach procesu PBF-EB/M, zarówno w stanie as-built, jak i po obróbkach poprocesowych. Analizie poddano porowatość, mikrostrukturę, skład fazowy, twardość, wyniki statycznej próby rozciągania oraz własności zmęczeniowe. Zestawienie wyników pokazało, że korzystne właściwości statyczne materiału w stanie as-built nie oznaczają równocześnie wysokiej odporności na obciążenia zmęczeniowe. Decydujące znaczenie miały defekty typu lack-of-fusion oraz pory, które stanowiły miejsca inicjacji pęknięć zmęczeniowych. Porównanie obróbki cieplnej i wariantów HIP pozwoliło określić ich wpływ na ograniczenie rozrzutu wyników, mechanizm inicjacji pęknięć oraz poprawę własności zmęczeniowych.

4.1. Analiza porowatości stopów tytanu wytworzonych technologią PBF-EB/M

Do analizy porowatości struktur przestrzennych zastosowano techniczną tomografię komputerową (CT), ze względu na jej nieniszczący charakter oraz możliwość weryfikacji wewnętrznej struktury tej samej próbki po różnych procesach obróbki cieplnej. Rejestracja wpływu obróbki cieplnej na porowatość wytworzonych wyrobów była w tym przypadku niezbędna. Pomiar porowatości został przeprowadzony z wykorzystaniem tomografu technicznego Carl Zeiss METROTOM 1500, wyposażonego w lampę rentgenowską ze skupioną wiązką promieniowania o ogniskowej 7 μm i detektorem Perkin Elmer XRD 1640 o rozdzielczości 1024×1024 . Pomiaru porowatości dokonano po uprzednim przeprowadzeniu rekonstrukcji metodą CT.

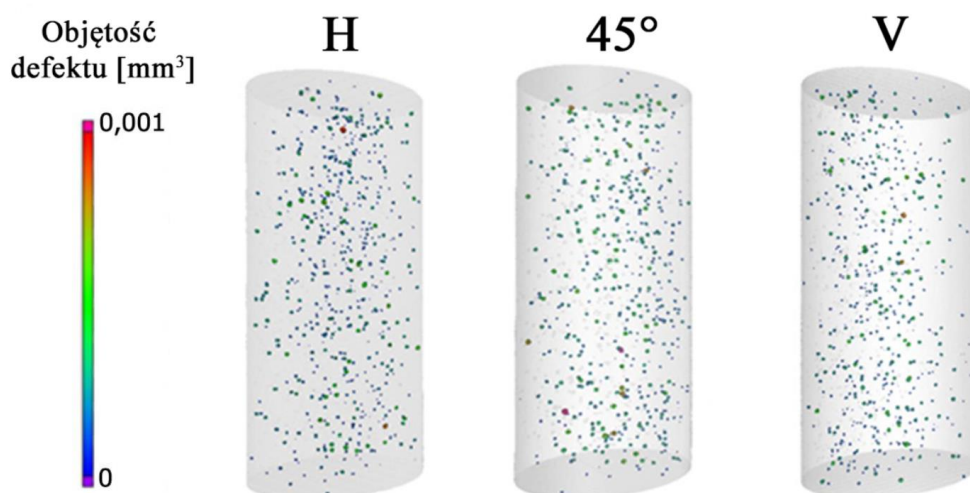
4.1.1. Określenie wpływu kierunku wytwarzania na porowatość stopu

Pomiar porowatości mający na celu określenie wpływu kierunku wytwarzania (rysunek 28) względem platformy w trakcie wytwarzania (poziomy - H, ukośny - 45°, pionowy - V) po przeprowadzeniu rekonstrukcji metodą CT przy wielkości voksela 7 μm wykonano na próbkach do statycznej próby rozciągania w stanie wytworzenia zarówno z Ti-64, jak i Ti-55511.



Rysunek 28. Orientacja próbek względem platformy: pozioma (H), ukośna (45°), pionowa (V).

Porowatość określono dla każdej z próbek w ten sam sposób, dla wybranego regionu zainteresowania (ROI). Region ROI obejmował zakres pomiarowy próbek bez ich części chwytowej.



Rysunek 29. Próbkę do badań mechanicznych po rekonstrukcji CT w stanie „as-built”, wytworzone w trzech kierunkach.

Dla każdej orientacji zbadano po 3 próbki, a wyniki zmierzonej porowatości zostały przedstawione w tabeli 14. Przykładową projekcję dla rekonstruowanych próbek wytworzonych w trzech kierunkach przedstawiono na rysunku 29.

Tabela 14. Wyniki pomiaru porowatości dla próbek z Ti-64 oraz Ti-55511, wytworzonych w trzech orientacjach względem platformy procesowej.

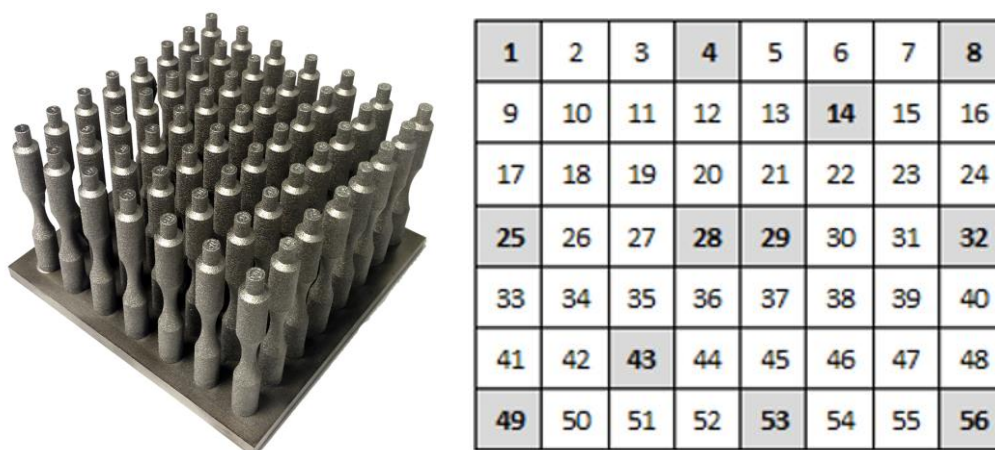
Materiał		Ti-64			Ti-55511	
Kierunek wytwarzania	H	45°	V	H	45°	V
Porowatość [%]	0,118	0,086	0,059	0,094	0,115	0,091
SD	0,012	0,007	0,007	0,014	0,011	0,008

Na podstawie przedstawionych wyników można stwierdzić, że porowatość dla obu badanych materiałów (Ti-64 i Ti-55511) utrzymuje się na bardzo niskim poziomie, poniżej 0,12%. Różnice między uzyskanymi wynikami w zależności od kierunku wytwarzania są bardzo nieznaczne, co świadczy o odpowiednio dobranych parametrach i jednorodności procesu wytwarzania.

W dalszych badaniach wykorzystano próbki wytworzone pionowo. Mając na uwadze, że w przypadku próbek o orientacji pionowej występuje niekorzystny wpływ ułożenia warstw w stosunku do kierunku rozciągania.

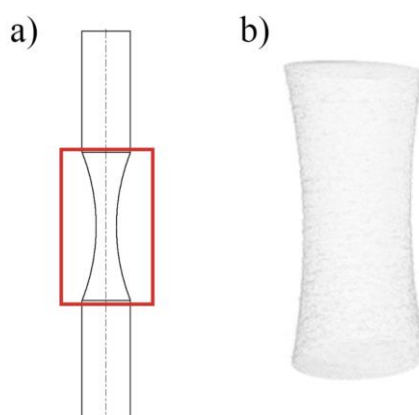
4.1.2. Określenie wpływu umiejscowienia próbek na platformie procesowej na porowatość stopu

W celu określenia wpływu umiejscowienia próbek na platformie procesowej na porowatość dokonano pomiaru porowatości po przeprowadzeniu rekonstrukcji metodą CT przy wielkości voksela 20µm na próbkach przeznaczonych do badań zmęczeniowych. Z każdej platformy, na której wytwarzanych było 56 próbek, do analizy wybrano po 12 próbek z każdej platformy według schematu (rysunek 30).



Rysunek 30. Układ próbek na platformie procesowej PBF-EB/M: a) zdjęcie próbek na platformie, b) numeracja próbek do badań, kolorem szarym zaznaczono próbki na których została przeprowadzona rekonstrukcja metodą CT.

Porowatość określono dla każdej z próbek w ten sam sposób, dla wybranego regionu zainteresowania (ROI). Region ROI obejmował zakres pomiarowy próbek bez ich części chwytowej (rysunek 31a). Objętość, dla której wyznaczano porowatość, przedstawiono na rysunku 31b.



Rysunek 31. Region zainteresowania (ROI) przy wyznaczaniu porowatości: a) obszar pomiarowy próbki, b) objętość dla której określono porowatość.

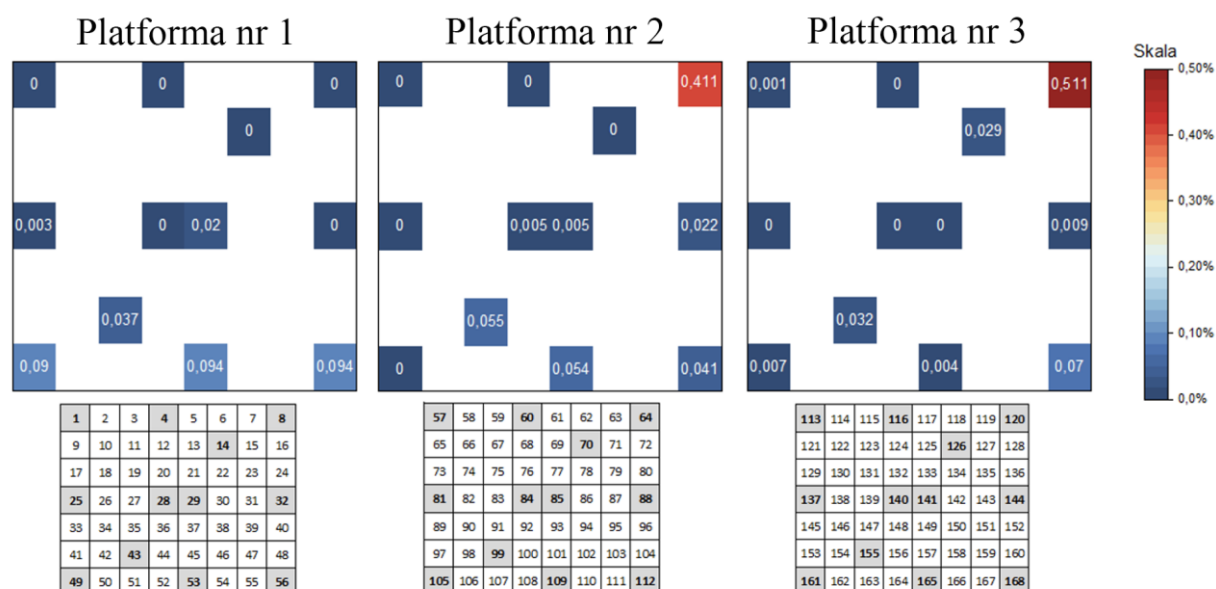
Podsumowanie pomiarów porowatości przedstawiono w tabeli 15. Wielkość porów została obliczona z wykorzystaniem średnicy sfery opisanej na poszczególnym defekcie. Średnia wartość porowatości próbek z Ti-64 wynosiła od 0,05% dla platformy nr 1 do 0,09% dla platformy nr 3.

Tabela 15. Zestawienie wyników porowatości próbek Ti-64 dla poszczególnych platform wytwarzania.

Nr platformy	Średnica defektów*		Objętość porów [mm³]	Porowatość [%]
	Min [mm]	Max [mm]		
1	0,93	2,99	0,49	0,05
2	0,64	5,34	0,84	0,09
3	0,62	6,34	0,95	0,08

* Średnica sfery opisaną na defekcie wewnętrznym

Rozkład porowatości i procentowy udział porów w próbkach wytworzonych z Ti-64 przedstawiono na rysunku 32. Można zauważyć, że największa porowatość występuje w próbkach o nr 60 i 120, które znajdują się w prawym górnym narożniku platformy 2 i 3; ich porowatość wynosi odpowiednio: 0,411% i 0,511%.



Rysunek 32. Rozkład porowatości oraz procentowy udział porów w próbkach Ti-64 na trzech platformach procesowych PBF-EB/M.

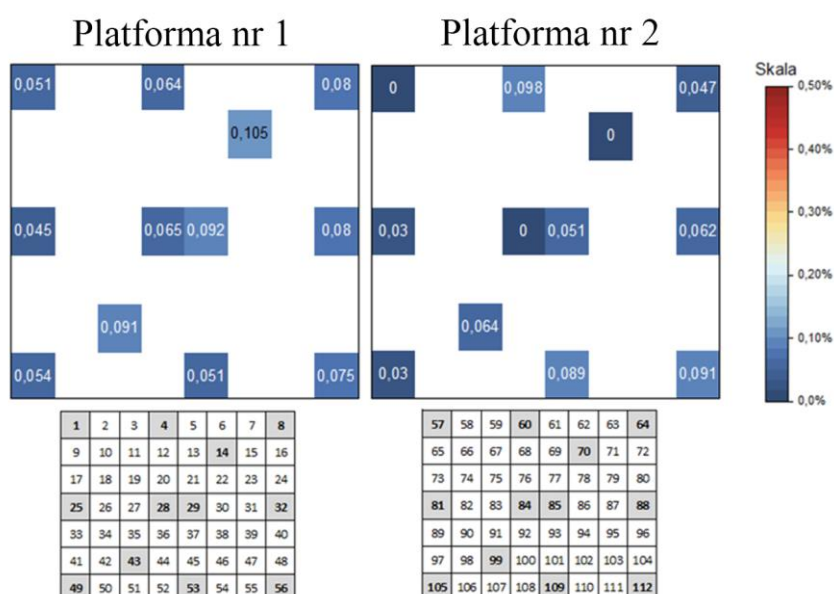
Dla Ti-55511 Podsumowanie pomiarów porowatości przedstawiono w tabeli 16. średnia wartość porowatości próbek wynosiła 0,07% dla platformy nr 1 do 0,08% dla platformy nr 2.

Tabela 16. Zestawienie wyników porowatości próbek Ti-55511 dla poszczególnych platform wytwarzania.

Nr platformy	Średnica defektów*		Objętość porów [mm ³]	Porowatość [%]
	Min [mm]	Max [mm]		
1	0,71	4,36	0,73	0,07
2	0,63	5,08	0,48	0,08

* Średnica sfery opisaney na defekcie wewnętrznym

Z kolei rozkład porowatości i procentowy udział porów w próbkach wytworzonych z Ti-55511 przedstawiono na rysunku 33. Nie zaobserwowano znacznego rozrzutu uzyskanych wartości porowatości zależnego od umiejscowienia próbki na platformie.



Rysunek 33. Rozkład porowatości oraz procentowy udział porów w próbkach Ti-55511 na dwóch platformach procesowych PBF-EB/M.

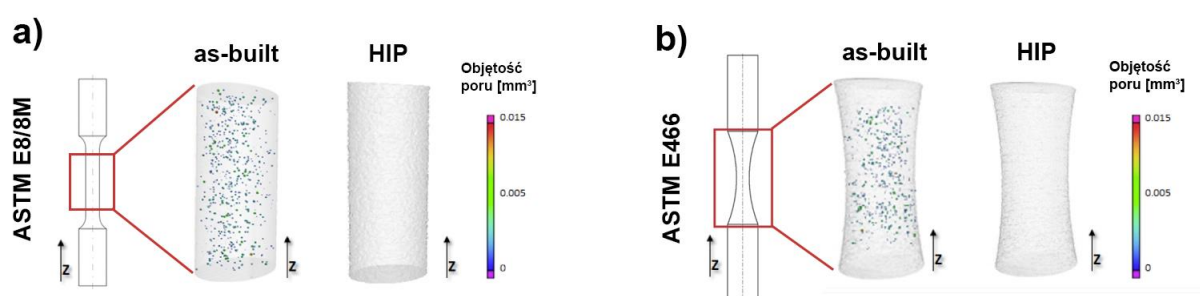
Na podstawie wyników porowatości przedstawionych w można stwierdzić, iż próbki różniły się wartością porowatości wyznaczonej w pomiarze porowatości dokonanej przy użyciu wielkości voxela 7 μm . Było to spowodowane obecnością drobnych nieciągłości w materiale. Podczas rekonstrukcji CT z powodu drobnych defektów (mniejszych niż rozmiar voxela) algorytm pomiarowy scalał te drobne nieciągłości. Taka sytuacja prowadziła do niezamierzonego zwiększenia wykrytej porowatości w procesie rekonstrukcji przez łączenie blisko położonych porów i traktowanie ich jako pojedynczej nieciągłości materiału.

Badanie pozwoliło potwierdzić, że ułożenie próbek na platformie procesowej nie ma istotnego wpływu na udział porowatości w próbkach.

4.1.3. Określenie porowatości po obróbce poprocesowej

W celu dokładniejszej charakterystyki kształtu i rozkładu porów po zastosowanych wariantach obróbki cieplnej, przeprowadzono rekonstrukcję przy zastosowanej wielkości voksela $7\ \mu\text{m}$. Badania przeprowadzono na próbkach o geometrii do statycznej próby rozciągania oraz na próbkach o geometrii do badań zmęczeniowych.

Wyniki zmierzonej porowatości zostały zamieszczone w tabeli 17, natomiast na rysunku 34 przedstawiono wyniki rekonstrukcji CT.



Rysunek 34. Rekonstrukcja CT porowatości próbek ze stopu Ti-55511 w stanie as-built oraz po obróbce HIP: a) próbka zgodna z ASTM E8/E8M, b) próbka zgodna z ASTM E466.

W przypadku Ti-64 po przeprowadzonej obróbce HIP, zarówno przy ciśnieniu 100 MPa, jak i 150 MPa, nie stwierdzono występowania defektów przy zastosowanej rozdzielczości CT. W przypadku próbki poddanej jedynie obróbce cieplnej bez dodatkowego działania ciśnienia nie zaobserwowano istotnej zmiany w wartości porowatości.

W przypadku Ti-55511 po przeprowadzonej obróbce HIP przy ciśnieniu 150 MPa nie stwierdzono występowania defektów przy zastosowanej rozdzielczości pomiaru CT. W przypadku próbki poddanej jedynie obróbce cieplnej bez dodatkowego działania ciśnienia nie zaobserwowano zmiany w wartości porowatości.

Tabela 17. Porowatość próbek Ti-64 i Ti-55511 w stanie as-built oraz po obróbkach poprocesowych, wyznaczona na próbkach do badań mechanicznych.

Ti-64			
L.p.	Oznaczenie	Porowatość [%]	
		ASTM E8	ASTM E466
1	As-built	0,118	0,168
2	HIP / 920 / 100 / 2	0	0
3	OC / 920 / — / 2	0,215	0,195
4	HIP / 920 / 150 / 2	0	0
5	HIP / 820 / 150 / 2	0	0

Ti-55511			
L.p.	Oznaczenie	Porowatość [%]	
		ASTM E8	ASTM E466
1	As-built	0,218	0,202
2	HIP / 820 / 150 / 2	0	0

W tabeli 17 przedstawiono wpływ różnych rodzajów obróbki cieplnej na porowatość materiału Ti-64. W stanie wytworzenia, czyli bez dodatkowej obróbki cieplnej, porowatość materiału wynosi 0,118%. Po obróbce cieplnej w temperaturze 920°C przez 2 godziny (OC 920°/2h) porowatość nieznacznie wzrasta (do 0,215%), co sugeruje, że ten rodzaj obróbki cieplnej może powodować nieznaczny wzrost wartości porowatości.

Zastosowanie obróbki Hot Isostatic Pressing (HIP) w różnych warunkach znacząco wpływa na redukcję porowatości, zarówno dla Ti-64, jak i Ti-55511, przy danej zdolności rozdzielczej CT, co potwierdza skuteczność tej obróbki poprocesowej w eliminacji defektów wewnętrznych. Jest to kluczowe dla poprawy własności mechanicznych.

4.2. Dobór parametrów obróbki poprocesowej

Wybór wariantów obróbki cieplnej dla stopów Ti-64 i Ti-55511 oparto na analizie literatury z uwzględnieniem celów badawczych, jakimi były minimalizacja porowatości oraz zapewnienie wytworzonym wyrobom optymalnych własności mechanicznych, ze szczególnym uwzględnieniem wytrzymałości zmęczeniowej. W doborze parametrów obróbki cieplnej

kierowano się danymi literaturowymi. W tradycyjnej metalurgii proszków parametry obróbki Hot Isostatic Pressing (HIP) dla stopów tytanu są ustalane na poziomie 0,7 – 0,8 temperatury topnienia materiału (T_m) i ciśnienia minimum 100 MPa. W przypadku wyrobów wytworzonych metodą przyrostową temperatura obróbki HIP jest dostosowywana do około 0,5–0,6 T_m , biorąc pod uwagę również temperaturę przemiany fazy $\alpha + \beta \rightarrow \beta$, która dla Ti-64 wynosi około 950°C, a dla Ti-55511 – około 850°C.

W tabeli 18 oraz tabeli 19 przedstawiono analizowane warianty obróbki poprocesowej, odpowiednio dla Ti-64 oraz Ti-55511.

Dla stopu Ti-64 przeprowadzono badania czterech wariantów obróbki cieplnej, które różniły się temperaturą i ciśnieniem. Wybrano tę kombinację parametrów, aby zrozumieć, jak zmieniają one porowatość oraz własności mechaniczne materiału. Temperatura obróbki 920°C była zastosowana przy różnych ciśnieniach (100 MPa, 150 MPa), aby ocenić jej wpływ na procesy dyfuzyjne oraz ryzyko rozrostu ziarna. Wyższe ciśnienie przyjęto z myślą o przyspieszeniu procesów dyfuzyjnych, co jest korzystne dla jednorodności mikrostruktury. Z kolei niższa temperatura (820°C) przy ciśnieniu 150 MPa została wybrana, aby zminimalizować niepożądany rozrost ziarna, co jest istotne dla zachowania optymalnych własności mechanicznych.

Tabela 18. Analizowane warianty obróbki poprocesowej dla stopu Ti-64.

Ti-64					
L.p.	Oznaczenie	Stan materiału	Warunki obróbki cieplnej		
			Temperatura [°C]	Ciśnienie [MPa]	Czas [h]
1	As-built	PBF-EB/M stan wytworzenia	—	—	—
2	HIP / 920 / 100 / 2	PBF-EB/M + HIP	920	100	2
3	OC / 920 / — / 2	PBF-EB/M + OC	920	—	2
4	HIP / 920 / 150 / 2	PBF-EB/M + HIP	920	150	2
5	HIP / 820 / 150 / 2	PBF-EB/M + HIP	820	150	2

Dla stopu Ti-55511 zdecydowano się na jeden wariant obróbki cieplnej przy temperaturze 820°C i ciśnieniu 150 MPa. Taki wybór parametrów obróbki poprocesowej był bezpośrednio związany z wnioskami z analizy przeprowadzonej dla stopu Ti-64.

Tabela 19. Analizowane warianty obróbki poprocesowej dla stopu Ti-55511.

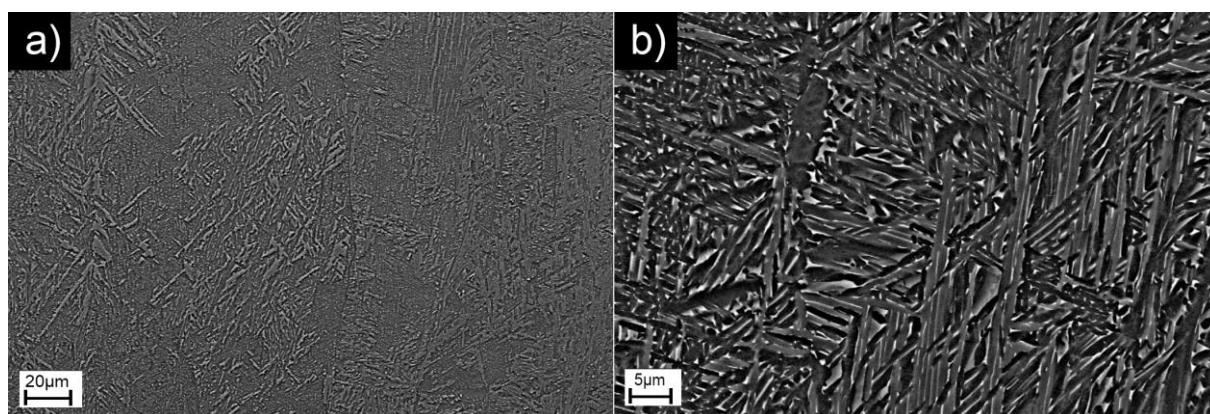
Ti-55511					
L.p.	Oznaczenie	Stan materiału	Warunki obróbki cieplnej		
			Temperatura [°C]	Ciśnienie [MPa]	Czas [h]
1	As-built	PBF-EB/M stan wytworzenia	—	—	—
2	HIP / 820 /150 / 2	PBF-EB/M + HIP	820	150	2

Dostosowanie parametrów obróbki cieplnej do specyficznych wymagań każdego z badanych stopów tytanu umożliwiło wyeliminowanie porowatości oraz uzyskanie wysokich własności mechanicznych dla badanych materiałów.

4.3. Analiza mikrostruktury

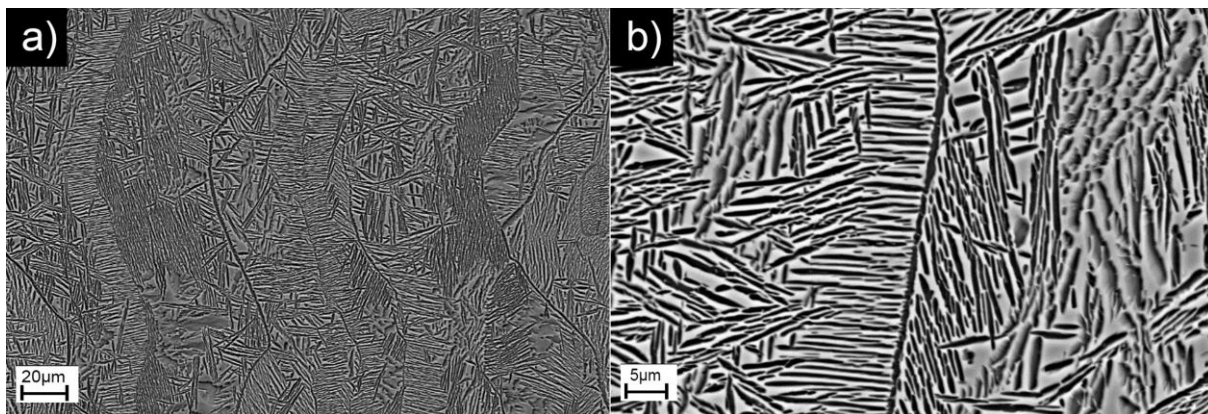
Obserwacje mikrostruktury przeprowadzono z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego ZEISS EVO 25 (CARL ZEISS, Oberkochen, Germany). Obrazy rejestrowano detektorem elektronów wstecznie rozproszonych (BSE) przy napięciu przyspieszającym 20 kV, co pozwoliło na ocenę morfologii faz i ich rozmieszczenia na podstawie kontrastu składowego.

Analizę mikrostruktury stopów tytanu Ti-6Al-4V oraz Ti-55511 wytwarzanych w technologii PBF-EB/M przeprowadzono w celu określenia wpływu wariantów obróbki poprocesowej na morfologię ziaren pierwotnej fazy β , charakter mieszaniny $\alpha + \beta$ wewnątrz tych ziaren, rozwój wydzielen fazy α na granicach ziaren oraz jednorodność struktury i obecność ewentualnych nieciągłości.



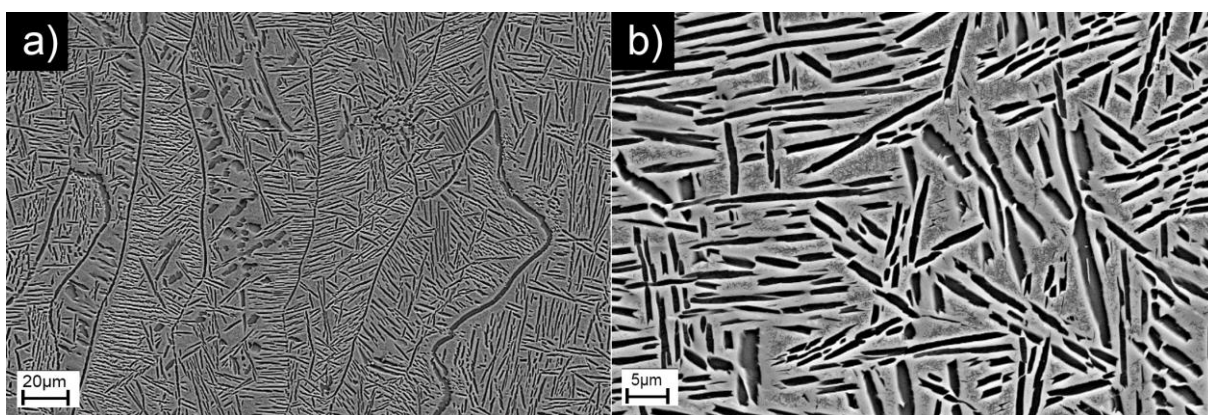
Rysunek 35. Mikrostruktura stopu Ti-64 w stanie as-built; SEM.

W przypadku stopu Ti-6Al-4V w stanie po wytworzeniu (as-built) mikrostruktura charakteryzuje się kolumnową budową ziaren pierwotnej fazy β , których wydłużenie i orientacja są zgodne z kierunkiem wytwarzania (rysunek 35a). Wnętrze tych ziaren wypełnia lamelarna mieszanina faz $\alpha + \beta$ o charakterze Widmanstättena; lamele fazy α mają zmienną grubość i są rozdzielone wąskimi obszarami fazy β . Wzdłuż granic kolumn obecne są ciągłe warstwy fazy α wydzielające się na granicach ziaren pierwotnej fazy β (rysunek 35b). Taki obraz jest typowy dla PBF-EB/M, gdzie stosunkowo wysoka temperatura komory i wolniejsze chłodzenie sprzyjają formowaniu równowagowej struktury $\alpha + \beta$ zamiast martenzytycznej α' , a obserwowana mikrostruktura jest zwarta, jednorodna i pozbawiona widocznych defektów.



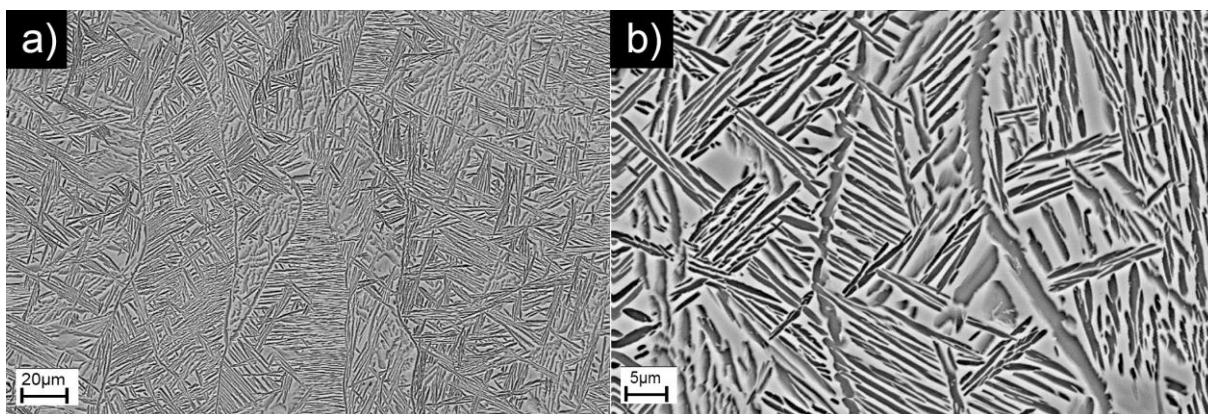
Rysunek 36. Mikrostruktura stopu Ti-64 po obróbce OC / 920 / - / 2; SEM.

Obróbka cieplna w temperaturze 920°C przez 2 h (OC / 920 / - / 2) prowadzi do stabilizacji układu $\alpha + \beta$ oraz pogrubienia lameli fazy α (rysunek 36a). Wnętrze ziaren β zachowuje wyraźnie lamelarny charakter z równoległym ułożeniem płytek α i cienkimi pasmami β pomiędzy nimi, natomiast na granicach ziaren β widoczna jest dobrze rozwinięta warstwa fazy α , tworząca ciągłą sieć na granicach kolumn (rysunek 36b). Obróbka ta nie zmienia topologii ziaren pierwotnych β , natomiast sprzyja dalszemu wyrównaniu udziału faz oraz ujednoliceniu morfologii mieszaniny lamelarnej.



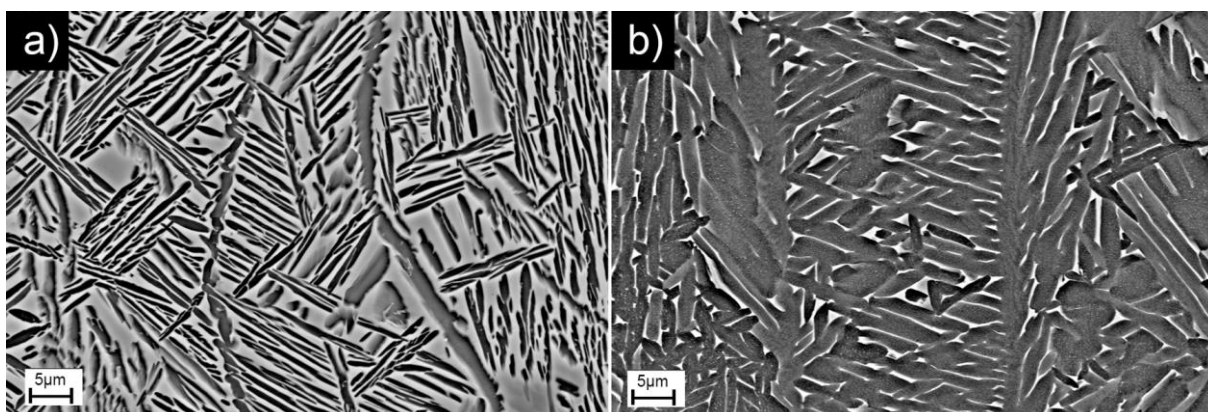
Rysunek 37. Mikrostruktura stopu Ti-64 po obróbce HIP / 920 / 150 / 2; SEM.

Podobny charakter zmian obserwuje się po obróbkach HIP w 920°C: zarówno dla wariantu HIP / 920 / 100 / 2 h, jak i HIP / 920 / 150 / 2 uzyskuje się jednorodny, dwufazowy układ $\alpha + \beta$ z uporządkowanymi płytkami α i cienkimi warstwami β (rysunek 37a); wzdłuż granic ziaren β utrzymują się warstwy fazy α . Wariant HIP 920 / 150 / 2 daje najbardziej jednorodny obraz spośród analizowanych przypadków i najsilniej zaznaczone pogrubienie lameli α (rysunek 37b), co wskazuje na bardziej zaawansowane efekty dyfuzyjne i „wyrównanie” mikrostruktury przy wyższym ciśnieniu.



Rysunek 38. Mikrostruktura stopu Ti-64 po obróbce HIP / 820 / 150 / 2; SEM.

Z kolei obróbka HIP prowadzona w niższej temperaturze 820°C przy ciśnieniu 150 MPa (HIP / 820 / 150 / 2) pozwala zachować drobniejszą morfologię: lamelle α są cieńsze i gęściej rozmieszczone niż po obróbce w temperaturze 920°C (rysunek 38a), a jednocześnie widoczne są cienkie, ciągłe warstwy α na granicach ziaren β (rysunek 38b); niższa temperatura ogranicza intensywność dyfuzji i spowalnia pogrubianie (ang. koarsening) lameli, przy zachowaniu jednorodności struktury.



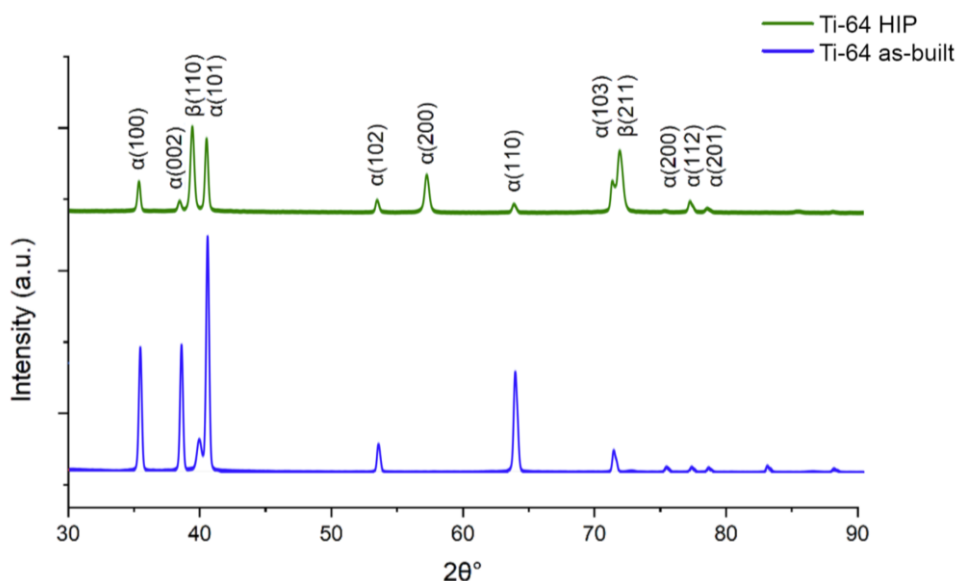
Rysunek 39. Mikrostruktura stopu Ti-55511: (a) stan as-built, (b) po obróbce HIP / 820 / 150 / 2; SEM

Dla stopu Ti-55511 zarówno w stanie as-built (rysunek 39a), jak i po obróbce HIP / 820 / 150 / 2 (rysunek 39b) mikrostruktura ma charakter lamelarny rozwinięty wewnątrz wydłużonych, kolumnowych ziaren pierwotnej fazy β zorientowanych zgodnie z kierunkiem wytwarzania. Obróbka HIP nie wpływa istotnie na rozmiar ani kształt tych ziaren, co potwierdza zbliżona średnica kolumn w obu wariantach, natomiast prowadzi do wyraźnego pogrubienia fazy α na granicach ziaren oraz do pogrubienia lameli α wewnątrz ziaren β . W konsekwencji po obróbce HIP obserwuje się bardziej zaawansowane wydzielanie α i wyraźniejsze zrównoważenie układu $\alpha + \beta$, co pozostaje zgodne z wynikami XRD wskazującymi na wzrost udziału objętościowego fazy α po obróbce.

Na podstawie obserwacji SEM stwierdzono, że zarówno stop Ti-64, jak i Ti-55511 wykazuje typową dla tej technologii, anizotropową mikrostrukturę, zdominowaną przez wydłużone, kolumnowe ziarna pierwotnej fazy β oraz lamelarny układ $\alpha + \beta$ o morfologii Widmanstättena. Zastosowane obróbki w temperaturze 920°C (OC / 920 / - / 2, HIP / 920 / 100 / 2 oraz HIP / 920 / 150 / 2) prowadzą przede wszystkim do stabilizacji równowagowego układu $\alpha + \beta$, pogrubienia lameli fazy α oraz lepszego rozwinięcia ciągłych warstw fazy α na granicach ziaren β , bez istotnej zmiany topologii ziaren pierwotnych. Obniżenie temperatury obróbki HIP do 820°C sprzyja natomiast zachowaniu drobniejszej i gęściej upakowanej struktury lamelarniej, z cieńszymi płytkami α , co wynika z ograniczenia procesów dyfuzyjnych i spowolnienia pogrubienia lameli. We wszystkich analizowanych wariantach mikrostruktura pozostaje jednorodna i nie wykazuje widocznych defektów.

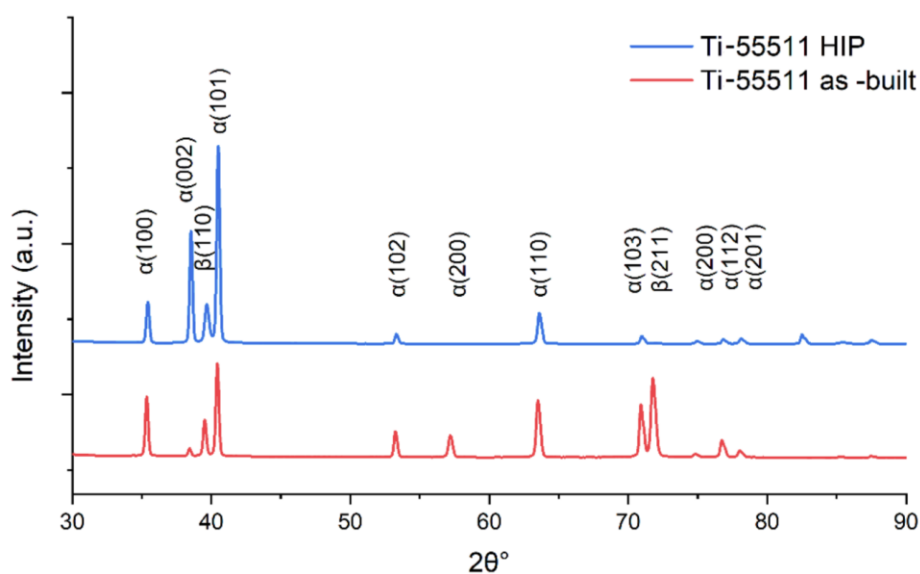
4.4. Analiza składu fazowego

Analizę fazową przeprowadzono na próbkach wytworzonych technologią PBF-EB w orientacji pionowej (V), w stanie as-built oraz po obróbce HIP. Badania wykonano metodą dyfraktometrii rentgenowskiej proszkowej (XRD) na przekrojach prostopadłych do kierunku budowy, z użyciem dyfraktometru MiniFlex 600 wyposażonego w detektor liniowy HyPix oraz oprogramowanie SmartLab Studio II (Rigaku, Tokyo, Japan). Pomiary prowadzono przy promieniowaniu Cu K α w zakresie 2θ od 30° do 90°, z prędkością skanowania 4°/min. Próbkę przygotowano zgodnie ze standardową procedurą metalograficzną; po polerowaniu powierzchnię trawiono odczynnikiem Krolla.



Rysunek 40. Dyfraktogram próbek Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbce HIP.

Na rysunku 40 przedstawiono dyfraktogramy dla Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbce HIP. W obu przypadkach widoczna jest obecność faz α i β , co pozostaje w zgodzie z obserwacjami mikrostruktury. W stanie as-built dominuje faza α , natomiast obecność fazy β potwierdzają piki w okolicach $2\theta \approx 39^\circ$ i $2\theta \approx 72^\circ$, przypisane odpowiednio refleksom $\beta(110)$ i $\beta(211)$. Analiza ilościowa metodą Rietvela wskazuje na większy udział objętościowy fazy α . Po obróbce HIP nie stwierdzono istotnych zmian położenia ani orientacji głównych maksimów względem stanu as-built; obserwuje się jednak zwiększenie intensywności pików fazy β . Analiza ilościowa metodą Rietvela wykazała, że po obróbce HIP udział fazy β wzrósł o około 7 %.



Rysunek 41. Dyfraktogram próbek Ti-55511 w stanie as-built oraz po obróbce HIP.

Na rysunku 41 przedstawiono dyfraktogramy dla Ti-55511. Potwierdzają one dwufazowy charakter stopu ($\alpha + \beta$). W stanie as-built widoczne są piki fazy α : $\alpha(100)$ przy $2\theta \approx 35,1^\circ$, $\alpha(002)$ przy $\approx 38,4^\circ$ oraz $\alpha(101)$ przy $\approx 40,2^\circ$. Obecność fazy β potwierdzają refleksy $\beta(110)$ w rejonie $\approx 38,6^\circ$ oraz $\beta(211)$ przy $\approx 69,6^\circ$. Ilościowa analiza metodą Rietvela wskazuje w tym stanie udział fazy $\alpha = 44,3\%$. Po obróbce HIP położenia głównych pików pozostają praktycznie niezmienione, natomiast zmieniają się ich intensywności: refleks fazy α ulegają wyraźnemu wzmocnieniu, a piki fazy β słabną. Ilościowa analiza metodą Rietvela potwierdza wzrost udziału α do 82,7%, kosztem β , przy zachowaniu dwufazowego charakteru stopu.

Zastosowana obróbka HIP, zarówno dla Ti-64, jak i Ti-55511, nie zmienia istotnie położenia poszczególnych pików, natomiast modyfikuje udziały fazowe. W Ti-64 po obróbce HIP / 920 / 150 / 2 rośnie udział fazy β o ok. 7%, natomiast w Ti-55511 po obróbce HIP udział fazy α wzrasta z 44,3% do 82,7%.

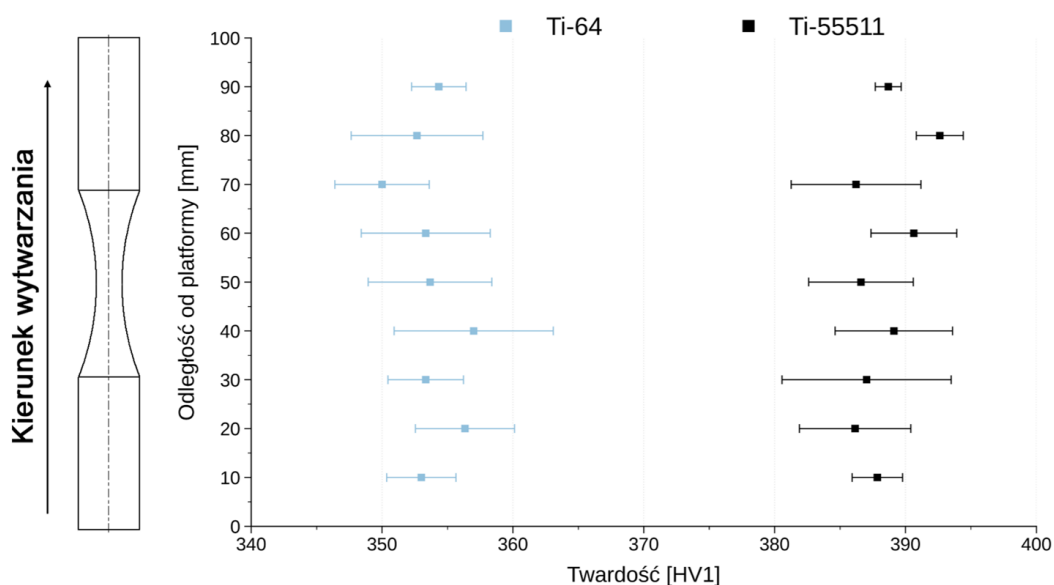
4.5. Pomiar twardości stopów Ti-6Al-4V i Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe

Pomiary twardości wykonano metodą Vickersa przy obciążeniu 1 kg (HV1). Badania prowadzono na próbkach o geometrii przeznaczonej do badań zmęczeniowych, wytworzonych z wykorzystaniem technologii PBF-EB. Próbkę budowano w orientacji pionowej, z osią próbki zgodną z kierunkiem wytwarzania. Badania przeprowadzono na przekroju wzdłużnym próbek po przygotowaniu metalograficznym obejmującym całą ich wysokość.

W pierwszej serii pomiarów odciski wykonano wzdłuż kierunku wytwarzania. Pomiary realizowano co 10 mm wysokości próbki. Na każdym poziomie wykonywano trzy odciski, zachowując wymaganą odległość od krawędzi i pomiędzy odciskami. Dla każdego poziomu obliczano średnią z trzech pomiarów. W ten sposób wyznaczono profil twardości HV1 wzdłuż wysokości próbek ze stopów Ti-64 i Ti-55511 w stanie wytworzenia (as-built).

W drugiej serii badań wykonano pomiary twardości HV1 na przekroju wzdłużnym już tylko w części pomiarowej próbek. Pomiary przeprowadzono dla różnych wariantów obróbki poprocesowej. Dla stopu Ti-64 analizowano stany: as-built, OC / 920 / - / 2 oraz po trzech wariantach obróbki HIP (HIP / 920 / 100 / 2, HIP / 920 / 150 / 2, HIP / 820 / 150 / 2). Dla stopu Ti-55511 zbadano stan as-built oraz po obróbce HIP / 820 / 150 / 2. W każdej kombinacji

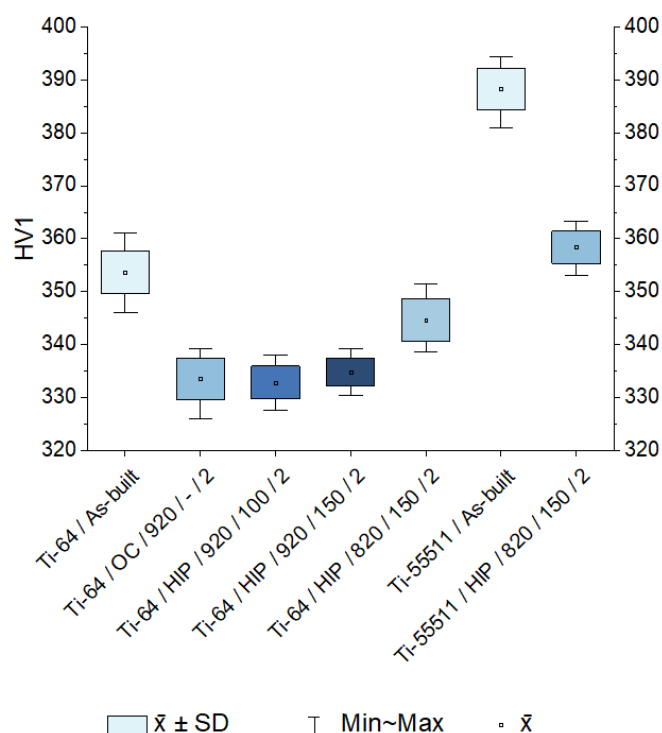
materiał/obróbka wykonano serię pięciu odcisków w jednorodnej mikrostrukturalnie strefie przekroju, a następnie opracowano statystycznie uzyskane wyniki.



Rysunek 42. Profil twardości HV1 wzdłuż kierunku wytwarzania dla stopów Ti-64 i Ti-55511 w stanie wytworzenia (as-built).

Profil twardości HV1 wzdłuż wysokości próbek w stanie as-built wskazuje na dużą jednorodność właściwości w kierunku wytwarzania (rysunek 42). Dla stopu Ti-64 średnie wartości twardości utrzymują się w przedziale ok. 350–360 HV1 i nie wykazują wyraźnego trendu w funkcji odległości od platformy roboczej. Różnice wartości twardości na wysokości próbki pomiędzy mieszczą się w granicach kilku jednostek HV, co potwierdza stabilne warunki cieplne procesu PBF-EB oraz brak istotnych zmian mikrostruktury na wysokości próbki.

Stop Ti-55511 charakteryzuje się istotnie wyższą twardością w stanie as-built – średnie wartości mieszczą się w zakresie ok. 385–395 HV1 – również bez zauważalnego trendu wzdłuż kierunku wytwarzania. Średnia twardość stopu Ti-55511 w stanie as-built jest o ok. 35–40 HV1 (10%) wyższa niż dla stopu Ti-64.



Rysunek 43. Zestawienie twardości HV1 stopów Ti-64 i Ti-55511 w stanie as-built oraz po obróbkach poprocesowych.

Wyniki uzyskane na przekrojach wzdłużnych (rysunku 43) części pomiarowej pozwalają ocenić wpływ obróbki poprocesowej. Dla stopu Ti-64 stan as-built charakteryzuje się najwyższą średnią wartością twardości, na poziomie ok. 353 HV1, przy umiarkowanym rozrzucie wyników (zakres min–max ok. 345–360 HV1). Zastosowanie obróbki OC / 920 / - / 2 oraz obróbki HIP / 920 / 100 / 2, HIP / 920 / 150 / 2 powoduje obniżenie średniej twardości do poziomu ok. 330–335 HV1, czyli o ok. 15–20 HV1 (4–6%) w stosunku do stanu as-built. Towarzyszy temu niewielkie zmniejszenie rozrzutu wartości uzyskanych wyników twardości, co wskazuje na częściową relaksację naprężeń.

Obróbka HIP / 820 / 150 / 2 prowadzi do uzyskania średniej twardości na poziomie pośrednim – ok. 343 HV1. W porównaniu z wcześniej opisanymi wariantami obróbki poprocesowej jest to wartość twardości wyższa o ok. 5–10 HV1.

W przypadku stopu Ti-55511 średnia wartość twardości w stanie as-built wynosi ok. 390 HV1, a rozrzut rezultatów jest niewielki, co potwierdza jednorodność materiału po procesie PBF-EB. Po zastosowaniu obróbki HIP / 820 / 150 / 2 twardość uległa wyraźnemu obniżeniu – średnia spada do ok. 360 HV1, a więc o ok. 30 HV1 (ok. 8%) w stosunku do stanu as-built.

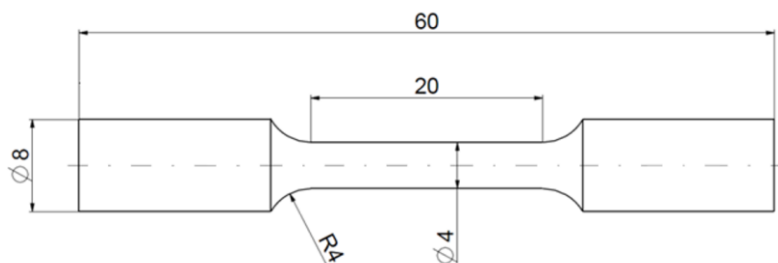
Rozrzut wyników pozostaje wąski, co świadczy o równomiernym działaniu obróbki w całej objętości materiału.

Na podstawie uzyskanych wyników nie stwierdzono wyraźnego trendu zmian twardości w funkcji odległości od platformy, co potwierdza jednorodność właściwości wzdłuż kierunku budowy. W stanie as-built stop Ti-55511 wykazuje wyższe wartości twardości niż stop Ti-64 (o około 10%). Zastosowane warianty obróbki poprocesowej wpływają na poziom twardości: dla stopu Ti-64 obróbka OC / 920 / - / 2 oraz HIP / 920 / 100 / 2, HIP / 920 / 150 / 2 prowadzą do obniżenia twardości względem stanu wyjściowego, natomiast obróbka HIP / 820 / 150 / 2 ogranicza spadek wartości twardości. W przypadku stopu Ti-55511 obróbka HIP / 820 / 150 / 2 powoduje istotne zmniejszenie wartości twardości do poziomu zbliżonego do wartości obserwowanych dla Ti-64 po obróbkach HIP.

4.6. Statyczna próba rozciągania

Badania wytrzymałościowe próbek ze stopu Ti-64 i Ti-55511 obejmujące statyczną próbę rozciągania w celu wyznaczenia wytrzymałości na rozciąganie, granicy plastyczności, odkształcenia, modułu Younga, przeprowadzono zgodnie z normą ASTM E8/ME8, na maszynie wytrzymałościowej INSTRON 3384. Do badań zastosowano głowicę pomiarową 150 kN o klasie dokładności 0,5% oraz bezkontaktowy wideoekstensometr (AVE 2663-821). Testy przeprowadzano w temperaturze pokojowej. Prędkość rozciągania ustalono na 0,45mm/min.

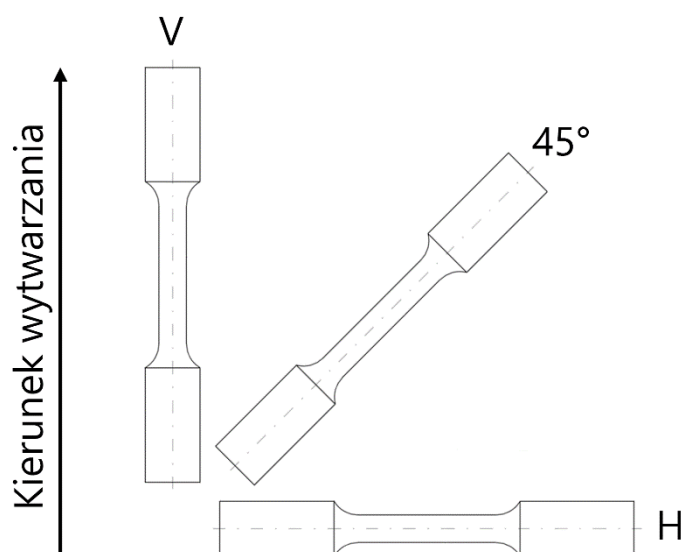
Do badań zostały przeznaczone próbki, o wymiarach zgodnych z normą ASTM E8/ME8 (rysunek 44), wytworzone z wykorzystaniem technologii PBF-EB/M.



Rysunek 44. Geometria próbek do statycznej próby rozciągania zgodnie z normą ASTM E8.

Wszystkie próbki wykonano z naddatkiem 2mm, z uwagi na poddanie próbek obróbce skrawaniem – toczenie powierzchni. Dobrano parametry obróbki zarówno zgrubnej i wykańczającej, w celu przygotowania próbek zgodnie z normą do dalszych badań.

W celu określenia wpływ kierunku wytworzenia PBF-EB/M na anizotropię własności, podczas wytwarzania próbki zostały zorientowane w trzech kierunkach (rysunek 45) względem platformy roboczej (poziomy - H, ukośny - 45°, pionowy - V).



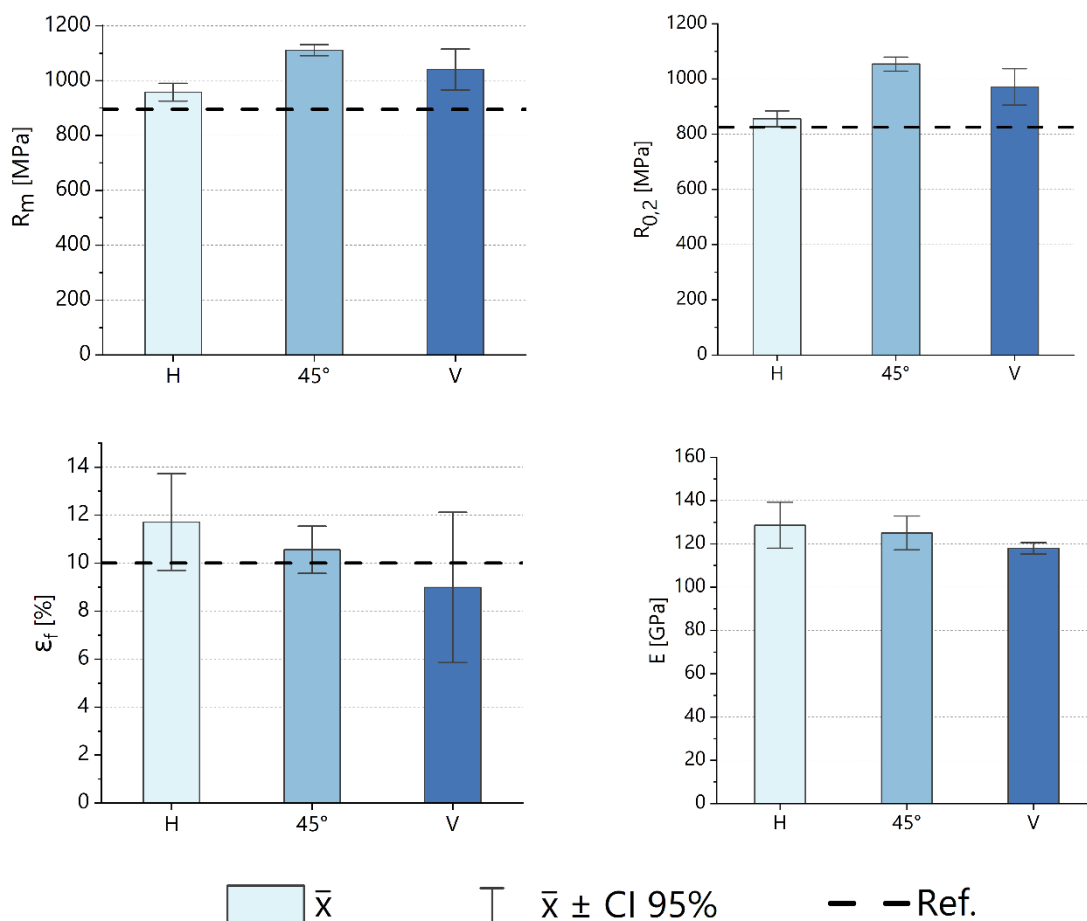
Rysunek 45. Orientacja próbek względem platformy: pozioma (H), ukośna (45°), pionowa (V).

Następnie została przeprowadzona analiza powierzchni przełomów przeprowadzona w celu lepszego zrozumienia mechanizmów zniszczenia badanych stopów tytanu Ti-64 oraz Ti-55511.

Ocenie poddano zarówno makroskopowy kształt przełomu, jak i jego morfologię w skali mikro, wykorzystując obserwacje SEM. Pozwoliło to powiązać sposób pęknięcia z orientacją budowy próbek, obecnością defektów, a także ze stanem materiału (as-built oraz po obróbce poprocesowej).

4.6.1. Statyczna próba rozciągania stopu Ti-6Al-4V

Zestawienie otrzymanych wyników dla każdej serii Ti-64 przedstawiono na rysunku 50. Natomiast uzyskane wartości przedstawiono w tabeli 20. Dla każdej testowanej serii wykonano 5 powtórzeń.



Rysunek 46. Wyniki statycznej próby rozciągania próbek Ti-64 w stanie as-built, wytworzonych w trzech orientacjach: (a) R_m , (b) $R_{0,2}$, (c) ϵ_f , (d) moduł Younga.

Tabela 20. Zestawienie wartości R_m , $R_{0,2}$, ε_f oraz modułu Younga dla próbek Ti-64 w stanie as-built, wytworzonych w trzech orientacjach.

R_m [MPa]			
Orientacja	H	45°	V
$\bar{x}$	957	1111	1041
SD	30,87	19,29	71,20
CV [%]	3,22	1,74	6,84
CI, $\alpha=0,05$	65	40	149

$R_{0,2}$ [MPa]			
Orientacja	H	45°	V
$\bar{x}$	856	1054	972
SD	27,36	24,32	62,54
CV [%]	3,20	2,31	6,44
CI, $\alpha=0,05$	57	51	131

ε_f [%]			
Orientacja	H	45°	V
$\bar{x}$	11,7	10,6	9,0
SD	1,92	2,54	2,98
CV [%]	16,38	24,01	33,20
CI, $\alpha=0,05$	4	5	6

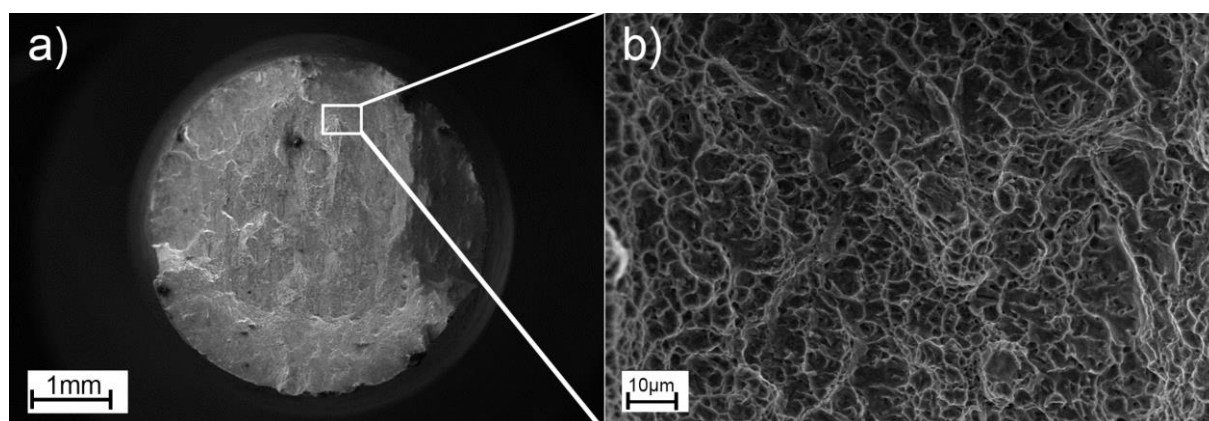
E [GPa]			
Orientacja	H	45°	V
$\bar{x}$	129	125	118
SD	10,11	7,43	2,52
CV [%]	7,86	5,94	2,13
CI, $\alpha=0,05$	21	16	5

Zaobserwowano wyraźny wpływ orientacji wytwarzania na właściwości wytrzymałościowe materiału. Próbkę wytworzone w orientacji H charakteryzowały się niższymi wartościami R_m i $R_{0,2}$ w porównaniu z próbkami wytworzonymi w orientacjach 45° oraz V. Wartość R_m dla próbek H była niższa odpowiednio o ok. 16% względem próbek 45° oraz o ok. 8,8% względem próbek V. Z kolei wartość $R_{0,2}$ dla kierunku wytwarzania H były niższe odpowiednio o ok. 23,1% względem 45° i 13,6% względem V. Jednocześnie zmienność wyników była najmniejsza dla orientacji 45° (CV = 1,74% dla R_m i 2,31% dla $R_{0,2}$) i największa dla orientacji V (CV = 6,84% dla R_m i 6,44% dla $R_{0,2}$), co potwierdzają również szersze przedziały ufności dla orientacji V.

Różnice odnotowano także w wartościach odkształcenia ϵ_f . Próbkę wytworzoną pod kątem 45° oraz V charakteryzowały się niższymi wartościami ϵ_f w stosunku do próbek wytworzonych poziomo (H), odpowiednio o ok. 9% i 23%. Ponadto wartości ϵ_f próbek V wykazywały największy rozrzut uzyskanych wyników ($CV = 33,20\%$), podczas gdy dla próbek wytworzonych w kierunku H był najniższy wśród analizowanych orientacji ($CV = 16,38\%$).

Odnotowano również niewielką zmienność wartości modułu Younga (E) dla próbek wytworzonych w różnych orientacjach. Dla orientacji pionowej (V) wartość E była niższa niż dla pozostałych orientacji o ok. 9% w porównaniu z H i o ok. 6% w porównaniu z 45° .

Uzyskane wartości R_m , $R_{0,2}$ dla każdej orientacji były wyższe niż wartości R_m , $R_{0,2}$ dla materiału referencyjnego [tu odniesienie do normy]. Wytrzymałość na rozciąganie dla próbek wytworzonych w orientacjach H, 45° , V wynosiła odpowiednio 957 MPa, 1111 MPa, 1041 MPa. Natomiast umowna granica plastyczności dla próbek wytworzonych w orientacjach H, 45° , V wynosiła odpowiednio 856 MPa, 1054 MPa, 972 MPa. Natomiast wartości ϵ_f były wyższe od wartości ϵ_f materiału referencyjnego tylko dla próbek wytworzonych w orientacji H i 45° (odpowiednio 11,7% i 10,6%; referencja 10%), dla próbek wytworzonych w orientacji V średnia wartość ϵ_f wynosiła 9,0%, tj. niższa o ok. 10% od materiału referencyjnego.

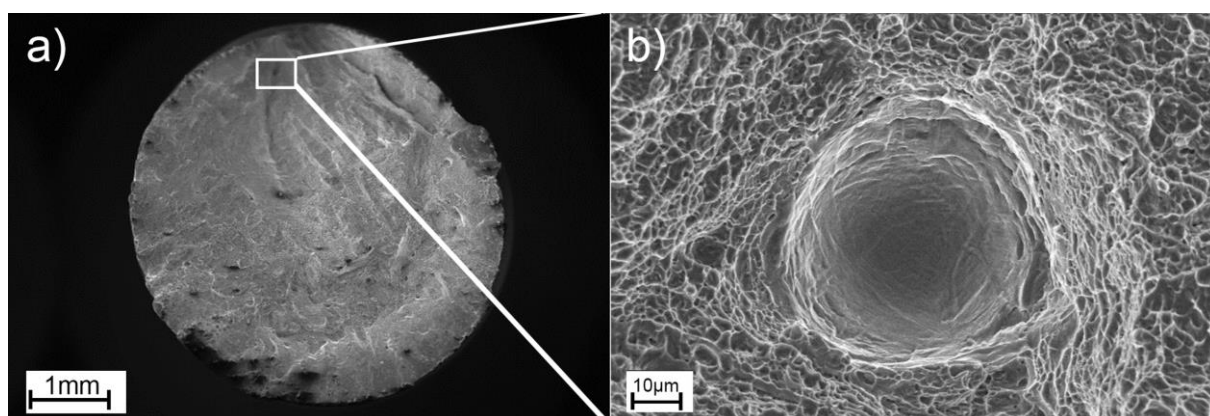


Rysunek 47. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie as-built po statycznej próbie rozciągania, wytwarzanej w kierunku poziomym (H); SEM.

Na rysunku 47 przedstawiono powierzchnię przełomu próbki wytworzonej w orientacji poziomej (H), ma ona wyraźnie ciągliwy charakter. Widoczne są liczne, nieregularne mikrowgłębienia – dimple (ang. dimple fracture) powstałe w wyniku powstawania, wzrostu i łączenia się mikroporów podczas odkształcenia plastycznego. W centralnej części przełomu

występują obszary o różnej głębokości i kształcie wgłębień, co świadczy o lokalnych różnicach w rozkładzie naprężeń i intensywności odkształceń.

Mikrowgłębienia mają zróżnicowaną wielkość – od drobnych, gęsto rozmieszczonych dimpli po większe, współistniejące z płytszymi zagłębieniami. Jest to typowy obraz dla obszaru przewężenia w materiale o niejednorodnej mikrostrukturze po procesie PBF-EB. Lokalnie pojawiają się pojedyncze pory i nieciągłości związane z wytwarzaniem, które mogą pełnić rolę koncentratorów naprężeń, ale nie zmieniają ogólnego, ciągłego charakteru przełomu. Na obrzeżu próbki widoczna jest dobrze rozwinięta strefa ścinania (ang. shear lip). Przełom przechodzi tam z bardziej osiowego pęknięcia w centrum do pęknięcia ze znacznym udziałem ścinania. Nie obserwuje się obszarów o przełomie kruchym lub quasi-łupliwym – dominuje zniszczenie związane z łączeniem się mikroporów i silnym odkształceniem plastycznym w strefie przewężenia.



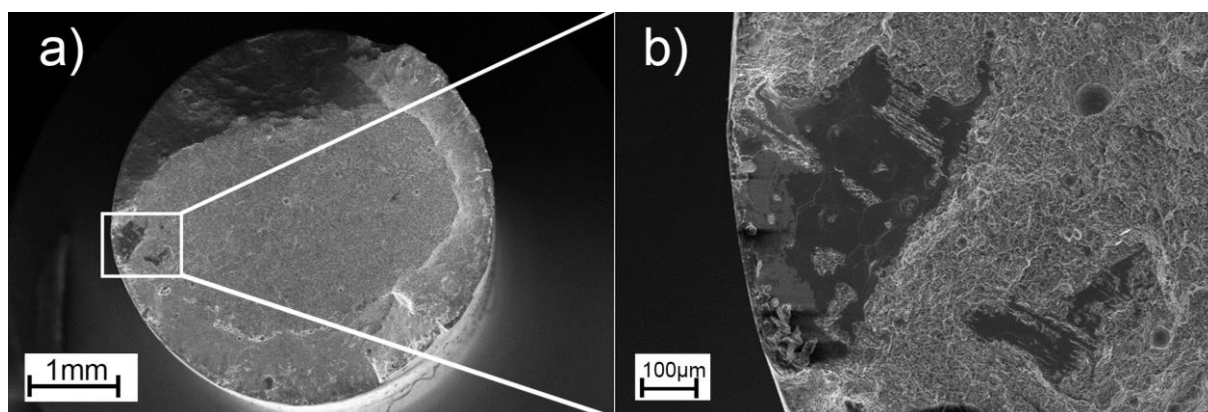
Rysunek 48. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie as-built po statycznej próbie rozciągania, wytwarzanej w kierunku 45°; SEM.

Na rysunku 48 przedstawiono powierzchnię przełomu próbki wytworzonej pod kątem 45° względem platformy roboczej ma głównie ciągły charakter, ale lokalnie pojawiają się obszary o cechach quasi-łupliwych (ang. quasi-cleavage fracture). W centralnej części przełomu widoczne są mikrowgłębienia o nieregularnym, miejscami wydłużonym kształcie, częściowo uporządkowane wzdłuż kierunku budowy warstw, co wskazuje na wpływ anizotropii mikrostruktury kolumnowej β .

Dimple mają zróżnicowaną wielkość – od drobnych, gęsto rozmieszczonych, po większe i bardziej wydłużone. W kilku miejscach pojawiają się jaśniejsze, gładkie fragmenty powierzchni, o bardziej quasi-kruchym charakterze. Najprawdopodobniej są to obszary

związane z lokalną koncentracją naprężeń w pobliżu defektów (np. niewielkich nieciągłości typu lack-of-fusion), gdzie odkształcenie plastyczne było mniej intensywne.

Na obrzeżach przełomu widoczna jest dobrze rozwinięta strefa ścinania (ang. shear lip), co odpowiada zmianie charakteru pęknięcia z bardziej osiowego w centrum próbki na pęknięcie ze znacznym udziałem ścinania przy krawędziach. W porównaniu z próbką H obserwuje się nieco mniejszą liczbę porów w centralnej części przełomu, ale lokalnie występują większe nieciągłości. Mimo obecności tych obszarów quasi-łupliwych, dominujący mechanizm zniszczenia pozostaje ciągły, związany z powstawaniem, wzrostem i łączeniem się mikroporów oraz odkształceniem plastycznym w strefie przewężenia.



Rysunek 49. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie as-built po statycznej próbie rozciągania, wytwarzanej w kierunku pionowym (V); SEM.

Na rysunku 49 przedstawiono przełom próbki wytworzonej w orientacji pionowej (V). Wykazuje ciągły charakter przełomu. Powierzchnia przełomu zbudowana jest z licznych mikrowgłębień typu dimple (ang. dimple fracture), powstałych w wyniku powstawania, wzrostu i łączenia się mikroporów podczas odkształcenia plastycznego.

W centralnej części przełomu powierzchnia jest stosunkowo jednorodna, bez wyraźnie zaznaczonego kierunkowego charakteru pęknięcia, co sugeruje mniejszy wpływ anizotropii wynikającej z kierunku budowy niż w przypadku próbki 45°. Na obrzeżu próbki dobrze widoczna jest rozwinięta strefa ścinania (ang. shear lip), a cała geometria przełomu odpowiada klasycznemu przełomowi typu kielich–stożek (ang. cup-and-cone), typowemu dla materiałów o wysokiej ciągliwości.

Lokalnie można zaobserwować pojedyncze pory oraz nieciągłości związane z procesem PBF-EB/M (niewielkie obszary lack-of-fusion), jednak ich liczba jest niewielka i nie zmienia

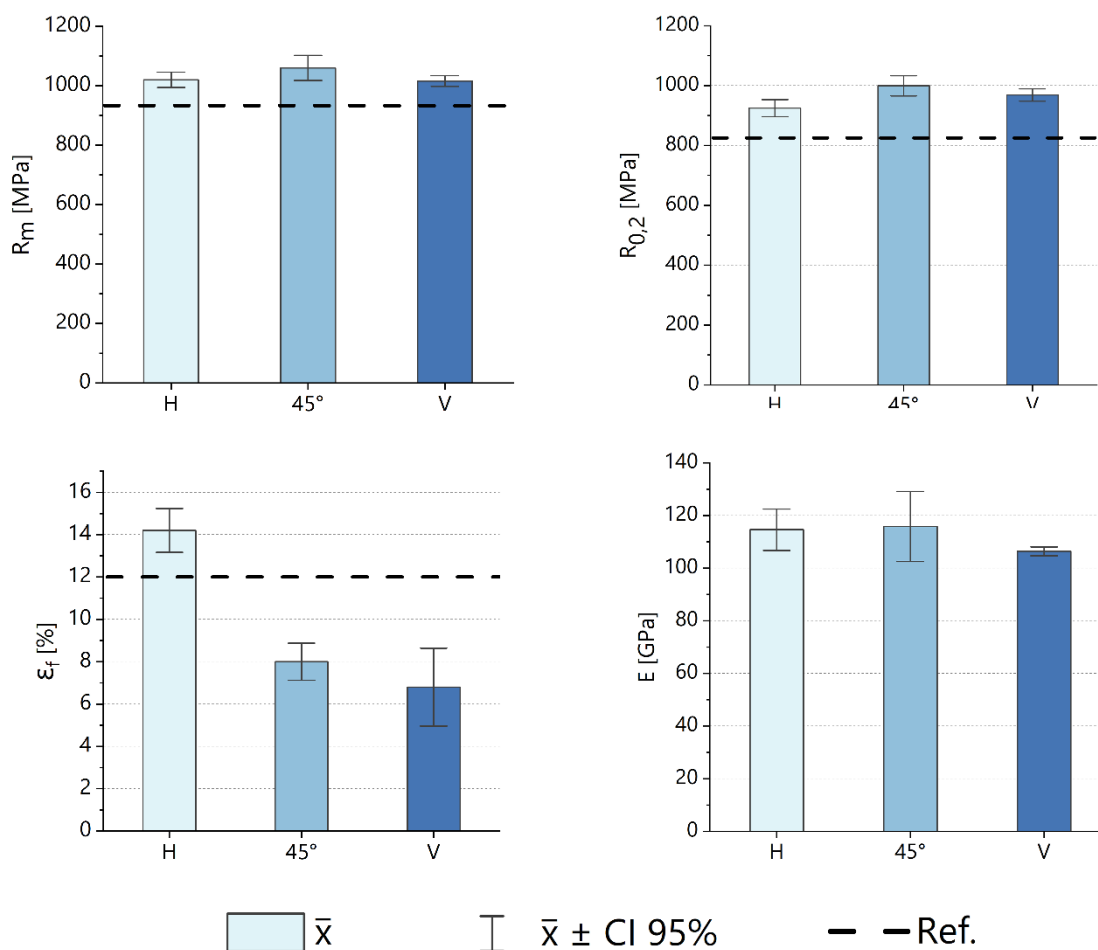
ogólnego charakteru zniszczenia. Przełom nie wykazuje cech pęknięcia kruchego ani quasi-łupliwego – dominuje klasyczny ciągły mechanizm zniszczenia związany z łączeniem się mikroporów i silnym odkształceniem plastycznym w strefie przewężenia.

Analiza przełomów próbek stopu Ti-64 w stanie as-built wykazała, że niezależnie od orientacji wytwarzania dominuje ciągły mechanizm zniszczenia z wyraźnie rozwiniętym przełomem typu dimple fracture oraz charakterystyczną strefą ścinania (ang. shear lip) przy krawędziach przekroju. Wszystkie próbki wykazywały plastyczne przewężenie, potwierdzające znaczny udział odkształcenia plastycznego przed pęknięciem.

Nieciągłości typu lack of fusion odnotowano w próbkach wytworzonych pionowo (90°), gdzie występowały w strefach przy powierzchni, natomiast próbki poziome (H) i wytworzone pod kątem 45° charakteryzowały się bardziej jednorodną morfologią przełomu. Pomimo obecności lokalnych defektów, we wszystkich przypadkach pękanie przebiegało w sposób ciągły, poprzez łączenie się mikroporów i rozwój odkształcenia plastycznego.

4.6.2. Statyczna próba rozciągania stopu Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fr

Zestawienie otrzymanych wyników dla każdej serii Ti-55511 przedstawiono na rysunku 50. Uzyskane wartości przedstawiono w tabeli 21. Dla każdej testowanej serii wykonano 5 powtórzeń.



Rysunek 50. Wyniki statycznej próby rozciągania próbek Ti-55511 w stanie as-built, wytworzonych w trzech orientacjach: (a) R_m , (b) $R_{0.2}$, (c) ϵ_f , (d) moduł Younga.

Tabela 21. Zestawienie wartości R_m , $R_{0,2}$, ϵ_f oraz modułu Younga dla próbek Ti-55511 w stanie as-built, wytworzonych w trzech orientacjach.

R_m [MPa]			
Orientacja	Pozioma	45°	Pionowa
$\bar{x}$	1020	1060	1016
SD	20,7	33,99	14,58
CV [%]	2,03	3,21	1,44
CI, $\alpha=0,05$	51	84	36

$R_{0,2}$ [MPa]			
Orientacja	Pozioma	45°	Pionowa
$\bar{x}$	925	999	969
SD	23,15	27,12	16,57
CV [%]	2,50	2,71	1,71
CI, $\alpha=0,05$	57	67	41

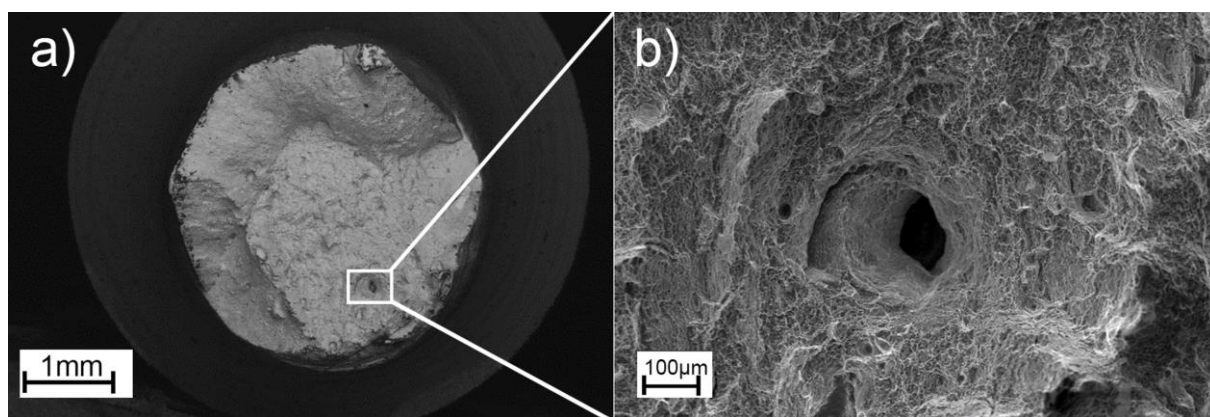
ϵ_f [%]			
Orientacja	Pozioma	45°	Pionowa
$\bar{x}$	14,2	8	7
SD	0,84	0,71	1,48
CV [%]	5,89	8,84	21,81
CI, $\alpha=0,05$	2	2	4

E [GPa]			
Orientacja	Pozioma	45°	Pionowa
$\bar{x}$	114,6	116	106
SD	6,35	10,71	1,34
CV [%]	5,54	9,25	1,26
CI, $\alpha=0,05$	16	27	3

W przypadku stopu Ti-55511 nie zaobserwowano wyraźnej anizotropii materiału w zakresie R_m i $R_{0,2}$ – różnice wartości pomiędzy orientacjami są statystycznie nieistotne. Różnice odnotowano natomiast w wartościach ϵ_f . Próbkki wytworzone pod kątem 45° oraz w orientacji pionowej (V) charakteryzowały się niższymi ϵ_f w stosunku do próbek wytworzonych poziomo (H), odpowiednio o około 44% i 51% (8,0% i 7,0% wobec 14,2%). Ponadto wartości ϵ_f próbek z wytworzonych pionowo (V) wykazywały największy rozrzut uzyskanych wyników (CV = 21,81%), podczas gdy dla próbek wytworzonych poziomo (H) był najniższy (CV = 5,89%).

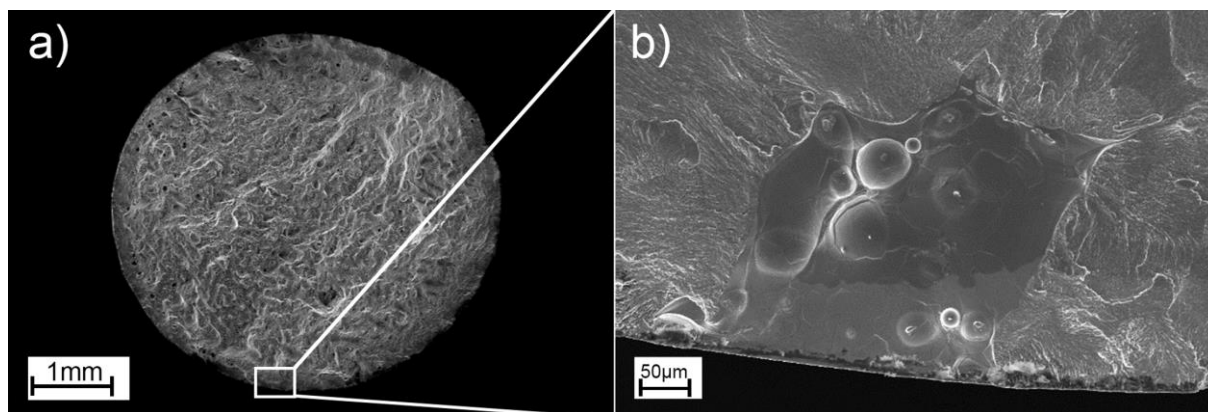
Nie zaobserwowano znacznej zmienności wartości modułu Younga E dla próbek wytworzonych w różnych orientacjach. Wartość modułu Younga E dla próbek wytworzonych w orientacji pionowej była niższa niż dla pozostałych orientacji o około 8–9% (106 GPa wobec 114,6 GPa dla H i 116 GPa dla 45°).

Uzyskane wartości R_m , $R_{0,2}$ dla każdej orientacji były wyższe niż te wartości dla materiału referencyjnego. Wytrzymałość na rozciąganie dla próbek wytworzonych w orientacjach H (pozioma), 45°, V (pionowa) wynosiła odpowiednio 1020 MPa, 1060 MPa, 1016 MPa. Umowna granica plastyczności dla tych orientacji wynosiła odpowiednio 925 MPa, 999 MPa, 969 MPa. Z kolei Wartości ϵ_f były wyższe od wartości referencyjnej tylko dla próbek wytworzonych w orientacji poziomej (H), natomiast dla próbek 45° i V średnie ϵ_f były niższe odpowiednio o około 33% i 42% w stosunku do wartości referencyjnej (8,0% i 7,0% wobec 12%).



Rysunek 51. Powierzchnia przełomu próbki Ti-55511 w stanie as-built po statycznej próbie rozciągania, wytwarzanej w kierunku poziomym (H); SEM.

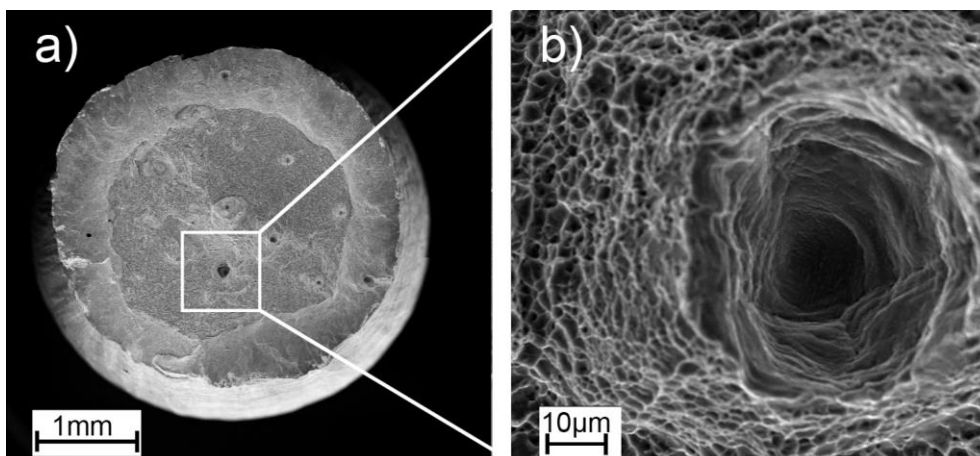
Na rysunku 51 przedstawiono powierzchnię przełomu próbki wytworzonej w orientacji poziomej (H). Ma ona, podobnie jak w przypadku próbki z Ti-64, wyraźnie ciągliwy charakter. W centralnej części przełomu widoczne są liczne mikrowgłębienia – dimple (ang. dimple fracture) powstałe w wyniku powstawania, wzrostu i łączenia się mikroporów podczas odkształcenia plastycznego. Dimple mają zróżnicowaną wielkość, miejscami są lekko wydłużone i ułożone zgodnie z kierunkiem budowy warstw, co odzwierciedla anizotropię mikrostruktury w stanie as-built. Lokalnie obserwuje się defekty, jednak nie zmieniają one ogólnie ciągliwego charakteru pęknięcia. W strefie brzegowej widoczny jest pierścień ścinania (ang. shear lip).



Rysunek 52. Powierzchnia przełomu próbki Ti-55511 w stanie as-built po statycznej próbie rozciągania, wytwarzanej w kierunku 45°; SEM.

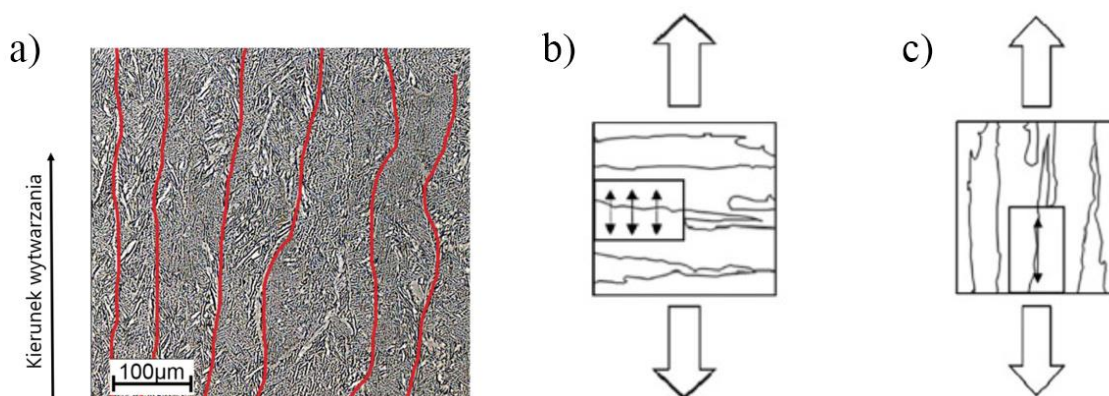
Powierzchnię przełomu próbki wytworzonej pod kątem 45° względem platformy roboczej przedstawiono na rysunku 52. Ma ona również wyraźnie ciągliwy charakter. W centralnej części przełomu widoczne są liczne mikrowgłębienia typu dimple (ang. dimple fracture), powstałe w wyniku powstawania, wzrostu i łączenia się mikroporów podczas odkształcenia plastycznego. Mikrowgłębienia są dość równomiernie rozmieszczone i mają zróżnicowaną wielkość – od drobnych, gęstych do nieco większych – co wskazuje na intensywne odkształcenie w strefie przewężenia. Lokalnie część dimpli przyjmuje nieco wydłużony kształt, co można powiązać z anizotropią mikrostruktury wynikającą z przyrostowej metody wytwarzania i wytworzeniem próbki pod kątem 45°.

Lokalnie pojawiają się pojedyncze pory o bardziej regularnym kształcie, jak również nieciągłości o nieregularnym zarysie typu lack-of-fusion, zlokalizowane przy powierzchni próbki. Defekty te jednak nie zmieniają ogólnego, ciągliwego charakteru przełomu. W kierunku powierzchni zewnętrznej próbki obserwuje się przejście do strefy ścinania (ang. shear lip), gdzie dimple ulegają spłaszczeniu, a udział ścinania w procesie pęknięcia jest większy. Całościowo przełom odpowiada klasycznemu obrazowi zniszczenia ciągliwego, bez wyraźnych cech przełomu kruchego lub quasi-łupliwego.



Rysunek 53. Powierzchnia przełomu próbki Ti-55511 w stanie as-built po statycznej próbie rozciągania, wytwarzanej w kierunku pionowym (V); SEM.

Na rysunku 53 przedstawiono przełom przełomu próbki wytworzonej w orientacji pionowej (V) ma ciągły charakter. W centralnej części przełomu widoczne są liczne mikrowgłębienia typu dimple (ang. dimple fracture). Dimple są dość równomiernie rozmieszczone i mają zróżnicowaną wielkość – od drobnych, gęstych do nieco większych, co wskazuje na intensywne odkształcenie w strefie przewężenia. Lokalnie pojawiają się pory o regularnym kształcie, jednak również nie zmieniają one ogólnego, ciągłego charakteru przełomu. W kierunku powierzchni zewnętrznej próbki obserwuje się przejście do strefy ścinania (ang. shear lip).



Rysunek 54. Wpływ orientacji wytwarzania na anizotropię w próbie rozciągania elementów Ti-6Al-4V: (a) kolumnowe ziarna β wydłużone wzdłuż kierunku wytwarzania (zaznaczone na czerwono), (b) rozciąganie próbek wytwarzanych poziomo – obciążenie działa na krótkie osie ziaren β oraz granice α , (c) rozciąganie próbek wytwarzanych pionowo – siła rozciągająca jest skierowana wzdłuż długich osi ziaren β .

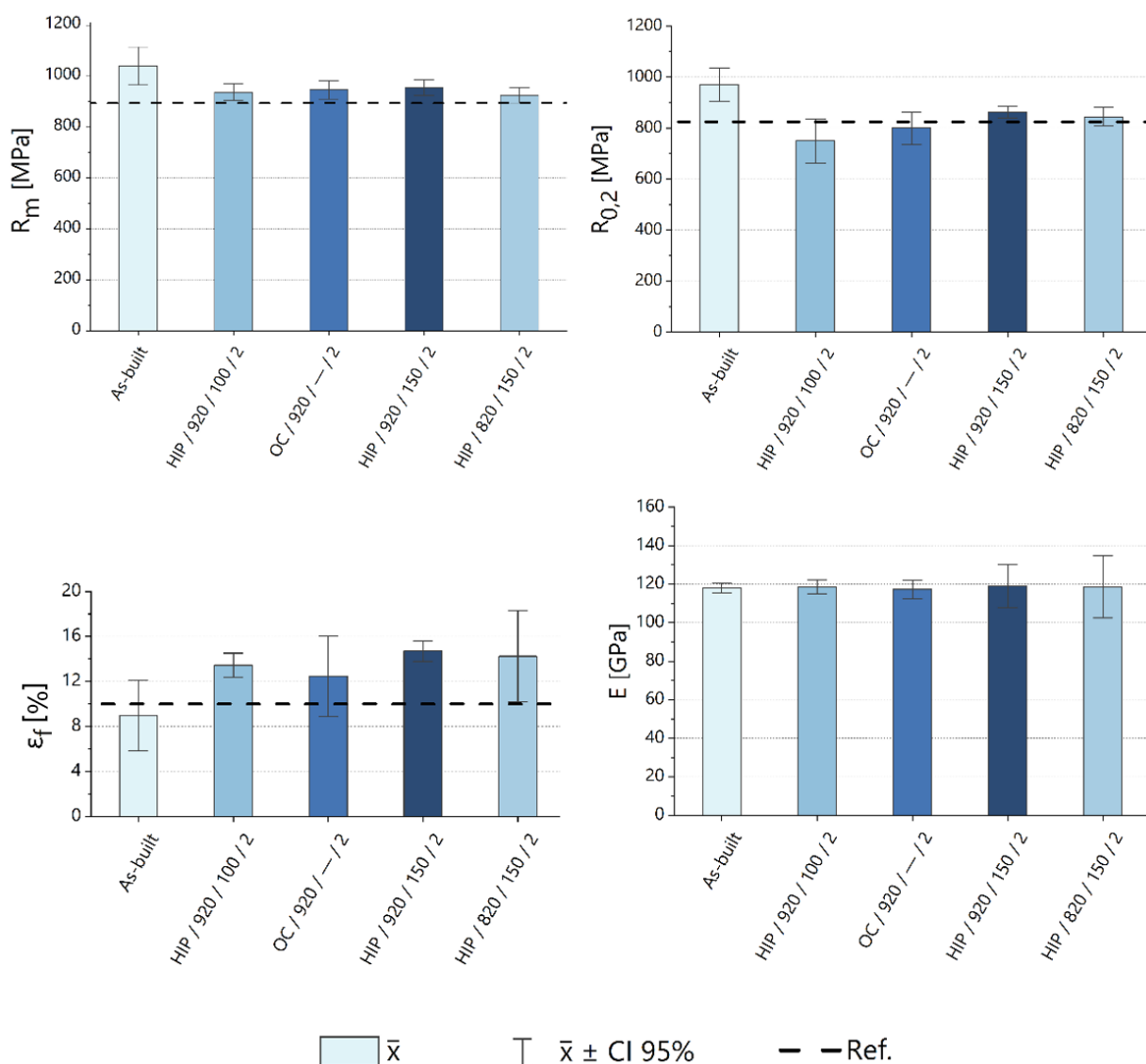
Anizotropia własności mechanicznych wynika z anizotropowej mikrostruktury. Na rysunku 54 przedstawiono anizotropowe zachowanie próbek wytworzonych przy użyciu technologii PBF-EB/M, w orientacjach pionowej i poziomej, poddanych jednoosiowemu

rozciąganiu. W przypadku próbek wytworzonych poziomo, podczas próby rozciągania obciążenia rozciągające są wywierane na krótkie osie ziaren β oraz granice ziaren α , co sprzyja rozdzielaniu sąsiednich ziaren β . W przypadku rozciągania próbek wytworzonych pionowo, gdzie siła rozciągająca jest skierowana wzdłuż długich osi ziaren β . Dlatego z jednej strony anizotropowa mikrostruktura predysponuje próbki pionowe do uzyskiwania wyższych wartości właściwości na rozciągania, z drugiej strony obecność wewnętrznych defektów, szczególnie defektów typu lack of fusion, może odwrócić tę sytuację i znacząco obniżyć wartości odkształcenia. Co można było zaobserwować podczas realizowanych badań.

Dlatego do dalszych badań zdecydowano się na badanie próbek wytworzonych pionowo, mając na uwadze że próbki wytworzone w tej orientacji są szczególnie wrażliwe na defekty wewnętrzne, które mają największy wpływ na wytrzymałość zmęczeniową.

4.6.3. Statyczna próba rozciągania stopów po obróbce poprocesowej

Zestawienie otrzymanych wyników wytrzymałościowych dla Ti-64, po przeprowadzonych obróbkach poprocesowych przedstawiono na rysunku 55. Natomiast uzyskane wartości przedstawiono w tabeli 22. Dla każdej testowanej serii wykonano 5 powtórzeń.



Rysunek 55. Wyniki statycznej próby rozciągania próbek Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbkach poprocesowych: (a) R_m , (b) $R_{0,2}$, (c) ϵ_f , (d) moduł Younga.

Zaobserwowano istotne różnice uzyskanych wartości w zależności od serii pomiarowej. Próbkę w stanie as-built charakteryzowały się najwyższymi wartościami R_m o $R_{0,2}$, odpowiednio 1041 MPa i 972 MPa oraz najniższą wartością ε_f w stosunku do próbek poddanych obróbce poprocesowej, przy jednocześnie największym rozrzucie wyników, co wskazuje na ograniczoną powtarzalność właściwości próbek w stanie as-built.

Tabela 22. Zestawienie wartości R_m , $R_{0,2}$, ε_f oraz modułu Younga dla próbek Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbkach poprocesowych

R_m [MPa]					
Seria	As-built	HIP / 920 / 100 / 2	OC / 920 / — / 2	HIP / 920 / 150 / 2	HIP / 820 / 150 / 2
$\bar{x}$	1041	937	947	956	925
SD	71,20	31,14	29,11	19,29	23,86
CV [%]	6,84	3,32	3,08	2,02	2,58
CI, $\alpha=0,05$	149	65	72	61	59
$R_{0,2}$ [MPa]					
Seria	As-built	HIP / 920 / 100 / 2	OC / 920 / — / 2	HIP / 920 / 150 / 2	HIP / 820 / 150 / 2
$\bar{x}$	972	750	800	862	845
SD	62,54	83,00	51,85	14,32	29,57
CV [%]	6,44	11,07	6,48	1,66	3,50
CI, $\alpha=0,05$	131	174	129	46	73
ε_f [%]					
Seria	As-built	HIP / 920 / 100 / 2	OC / 920 / — / 2	HIP / 920 / 150 / 2	HIP / 820 / 150 / 2
$\bar{x}$	9,0	13,4	12,5	14,7	14,2
SD	2,98	2,74	2,90	0,58	3,28
CV [%]	33,20	20,41	23,23	3,92	23,03
CI, $\alpha=0,05$	6	6	7	2	8
E [GPa]					
Seria	As-built	HIP / 920 / 100 / 2	OC / 920 / — / 2	HIP / 920 / 150 / 2	HIP / 820 / 150 / 2
$\bar{x}$	118	119	117	119	119
SD	2,52	3,43	3,86	7,10	12,92
CV [%]	2,13	2,89	3,30	5,97	10,90
CI, $\alpha=0,05$	5	7	10	23	32

Zastosowanie obróbki poprocesowej obniża wartości średnie R_m , jednocześnie pojawia jednorodność uzyskanych wyników. Obniżenie wartości R_m względem serii as-built mieści się w zakresie między 8-11%, w zależności od serii pomiarowej, dla serii HIP / 920 / 100 / 2 spadek wartości R_m wynosi 10%, dla serii OC / 920 / - / 2 spadek wynosi 9%, dla serii HIP / 920 / 150 / 2 spadek wartości R_m wynosi 8,2% oraz dla serii HIP / 820 / 150 / 2 spadek wartości R_m wynosi 11,1%. Jednocześnie zmienność uzyskanych wartości R_m maleje z poziomu 6,84% dla serii as-built do poziomu 2-3% niezależnie od zastosowanego wariantu obróbki poprocesowej.

W przypadku wartości $R_{0,2}$ jej obniżenie po obróbce poprocesowej względem stanu as-built jest bardziej znaczne, wynosi między 11-23%, w zależności od serii pomiarowej. Wartości $R_{0,2}$ dla serii as-built, HIP / 920 / 150 / 2, HIP / 820 / 150 / 2, OC / 920 / - / 2 oraz HIP / 920 / 100 / 2 wynosiły odpowiednio 972 MPa, 862 MPa, 845 MPa, 800 MPa i 750 MPa, co przekłada się na spadki wobec serii as-built odpowiednio o 11,3%, 13,1%, 17,7% i 22,8%.

Jednocześnie odnotowano silne zróżnicowanie powtarzalności uzyskanych wyników: CV dla $R_{0,2}$ wynosi 6,44% (as-built), 1,66% (HIP / 920 / 150 / 2), 3,50% (HIP / 820 / 150 / 2), 6,48% (OC / 920 / - / 2) oraz 11,07% (HIP / 920 / 100 / 2). Zwiększenie ciśnienia podczas obróbki HIP ze 100 MPa (HIP / 920 / 100 / 2) do 150 MPa (HIP / 920 / 150 / 2) przy temperaturze 920 °C istotnie zwiększa wartość $R_{0,2}$ (z 750 MPa do 862 MPa; tj. o ok 15%) i redukuje zmienność ponad sześciokrotnie, z wartości CV wynoszącej 11,07% do 1,66%. Jednocześnie wpływ zmiany ciśnienia na zmianę wartości R_m dla tych serii jest niewielki i wynosi odpowiednio 937 MPa i 956 MPa.

Każdy z zastosowanych wariantów obróbki poprocesowej spowodował zwiększenie ϵ_f w zakresie 39-63%, przy czym powtarzalność mocno zależała od zastosowanego wariantu obróbki. Wartości ϵ_f dla serii as-built, HIP / 920 / 150 / 2, HIP / 820 / 150 / 2, OC / 920 / — / 2 oraz HIP / 920 / 100 / 2 wynosiły odpowiednio 9,0%, 14,7%, 14,2%, 12,5% oraz 13,4%, co przełożyło się na wzrost wartości ϵ_f wobec serii as-built odpowiednio o 63,3%, 57,8%, 38,9% oraz 48,9%.

Najwyższą wartość średnią ϵ_f oraz jednocześnie największej powtarzalności uzyskano dla serii HIP / 920 / 150 / 2, wzrost o 63,3% względem serii as-built, przy bardzo małym rozrzucie uzyskanych wyników. Obniżenie temperatury obróbki do 820 °C przy 150 MPa (seria

HIP / 920 / 150 / 2) pozwala uzyskać porównywalną wartość ϵ_f lecz przy wyraźnym pogorszeniu powtarzalności wyników.

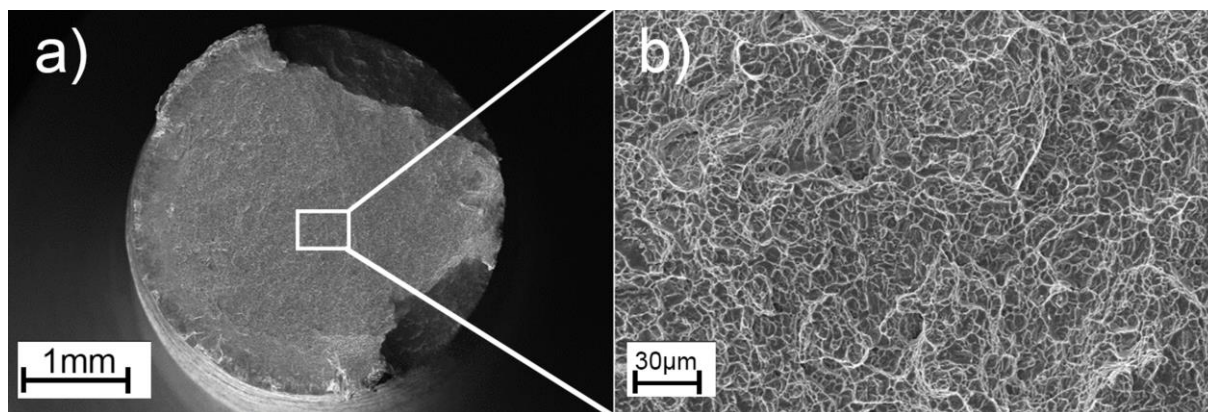
Przy obróbce porocowej w temperaturze 920 °C, podniesienie ciśnienia w ze 100 MPa do 150 MPa zwiększa zatem ϵ_f o 1,3% i – co ważniejsze – ponad pięciokrotnie redukuje rozrzut uzyskanych wyników (CV ze 20,41% na 3,92%). Zastosowane obróbka poprocesowa bez zastosowania ciśnienia (OC / 920 / — / 2) również ma wpływ na zwiększenie wartości ϵ_f względem serii as-built (o 38,9%), jednak uzyskane wartości charakteryzują się większą zmiennością, co podkreśla kluczową rolę ciśnienia w ograniczaniu rozproszenia wyników.

Moduł Younga E pozostaje na zbliżonym poziomie dla wszystkich serii (117–119 GPa), nakładające się przedziały ufności sugerują, że różnice średnich wartości E nie są statystycznie rozstrzygające i nie można wskazać istotnych różnic w zależności od analizowanej serii pomiarowej.

W odniesieniu do wartości referencyjnych właściwości mechanicznych opisanych w ASTM F2924-14 wszystkie warianty po obróbce poprocesowej wykazują R_m i ϵ_f powyżej poziomu referencyjnego, natomiast wyższe wartości $R_{0,2}$ niż opisane w normie spełniają jedynie próbki z serii HIP / 920 / 150 / 2 i HIP / 820 / 150 / 2, dla pozostałych wariantów obróbki poprocesowej tj. OC / 920 / — / 2 oraz HIP / 920 / 100 / 2 wartość ta pozostaje poniżej referencji.

Na rysunku 56 przedstawiono powierzchnię przełomu próbki wytworzonej w orientacji pionowej (V) po obróbce HIP / 920 / 150 / 2, widoczny jest w pełni ciągły charakter pęknięcia. Większość przekroju zajmuje jednorodna strefa z gęsto rozmieszczonymi mikrowgłębieniami – dimplami. Dimple mają stosunkowo równą wielkość. Przy krawędzi próbki zaznacza się wąską strefa ścinania (shear-lip), jednak mniej wyraźna niż w klasycznym przełomie typu kielich–stożek (ang. cup-and-cone).

Przy większym powiększeniu nie obserwuje się nieciągłości typu lack-of-fusion, oraz porów. Całość wskazuje na ciągły, plastyczny mechanizm zniszczenia kontrolowany przez dimple, bez udziału lokalnych obszarów pęknięcia kruchego.

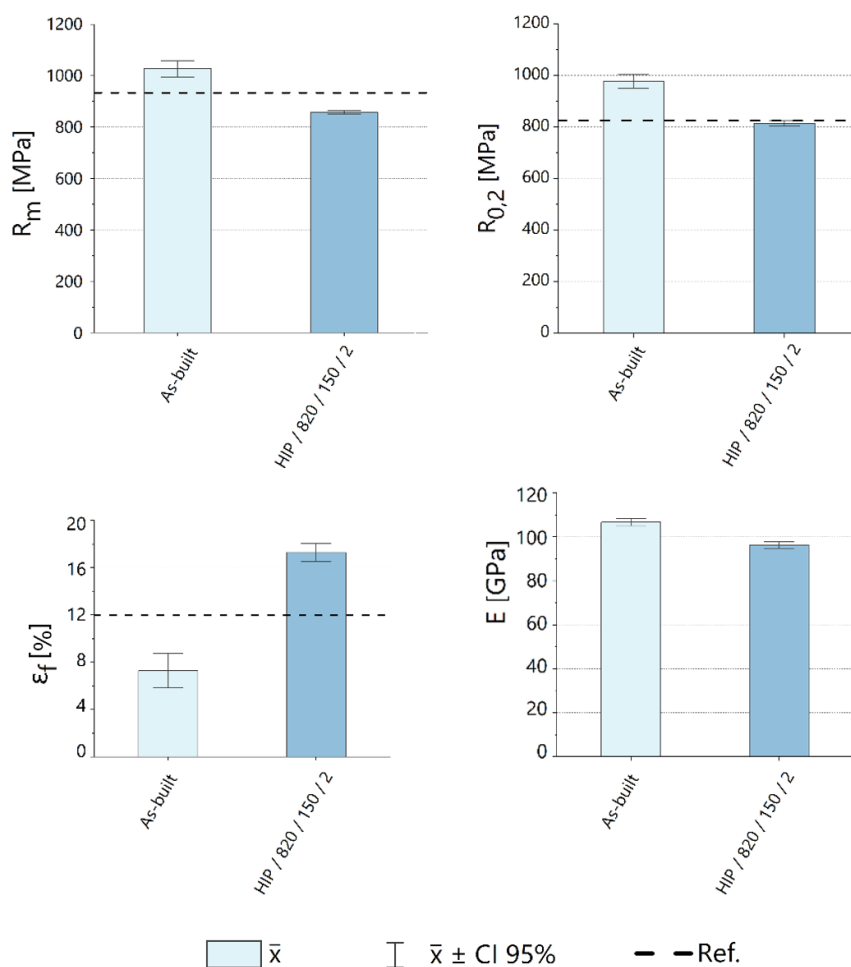


Rysunek 56. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 po statycznej próbie rozciągania, w stanie HIP 920/150/2, wytwarzanej w kierunku pionowym (V); SEM.

W porównaniu z przełomem próbki pionowej w stanie as-built, gdzie oprócz ciągłego reliefu obserwowano jeszcze pojedyncze pory i nieciągłości typu lack-of-fusion, przełom po HIP 920 °C / 1500 bar jest wyraźnie bardziej jednorodny. Zanikają widoczne większe defekty, a powierzchnia przełomu jest w większym stopniu wypełniona równomiernie rozmieszczonymi dimplami. Oznacza to, że w przypadku próbki po obróbce HIP mechanizm zniszczenia jest w większym stopniu kontrolowany przez odkształcenie plastyczne i łączenie się mikrowgłębień, a w mniejszym przez obecność nieciągłości, które w stanie as-built mogły lokalnie modyfikować rozkład naprężeń.

Zestawienie otrzymanych wyników wytrzymałościowych dla Ti-55511, po przeprowadzonych obróbkach poprocesowych przedstawiono na rysunku 57. Natomiast uzyskane wartości przedstawiono w tabeli 23. Dla każdej testowanej serii wykonano 5 powtórzeń.

Zaobserwowano istotne różnice uzyskanych wartości w zależności od serii pomiarowej. Próbkę w stanie as-built charakteryzowały się wyższymi wartościami R_m i $R_{0,2}$ oraz najniższą wartością ϵ_f w stosunku do próbek poddanych obróbce poprocesowej HIP/820/150/2, przy jednocześnie większym rozrzucie części wyników, co wskazuje na ograniczoną powtarzalność właściwości w stanie as-built.



Rysunek 57. Wyniki statycznej próby rozciągania próbek Ti-55511 w stanie as-built oraz po obróbce HIP / 820 / 150 / 2: (a) R_m , (b) $R_{0,2}$, (c) ϵ_f , (d) moduł Younga.

Zastosowanie obróbki poprocesowej HIP / 820 / 150 / 2 obniża wartość średnią R_m , jednocześnie poprawia jednorodność uzyskanych wyników. Obniżenie wartości R_m względem serii as-built wynosi 15,6% (spadek z 1016 MPa do 857 MPa). Jednocześnie zmienność uzyskanych wartości R_m maleje z poziomu CV = 1,44% dla serii as-built do poziomu 0,62% po obróbce HIP/820/150/2; oraz szerokość przedziału ufności z 36 do 13 MPa.

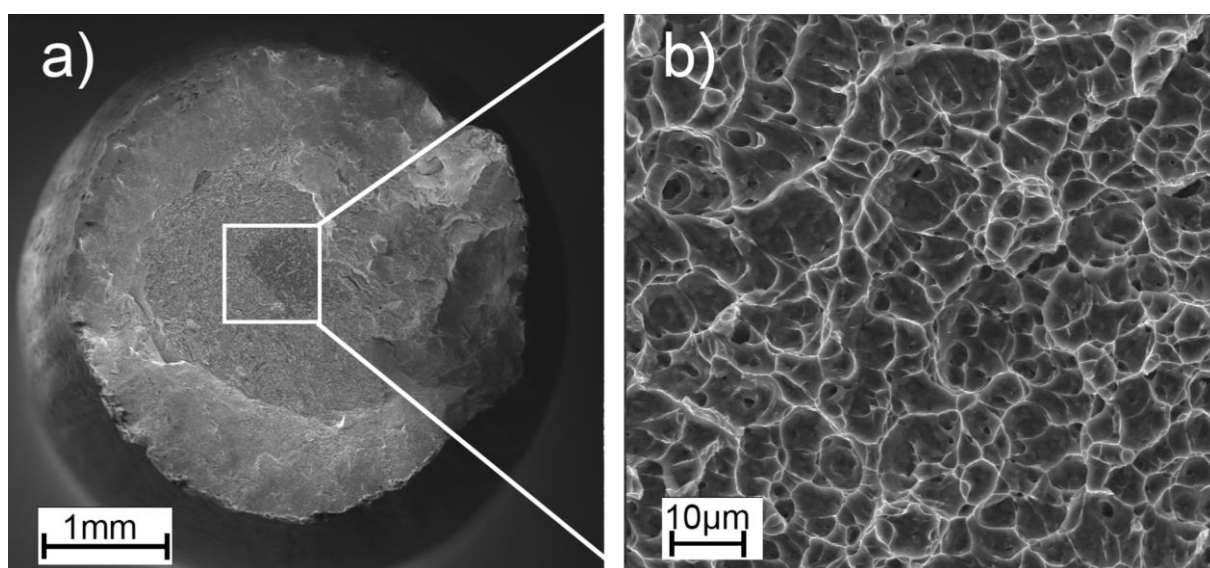
Tabela 23. Zestawienie wartości R_m , $R_{0,2}$, ε_f oraz modułu Younga dla próbek Ti-55511 w stanie as-built oraz po obróbce HIP / 820 / 150 / 2.

R_m [MPa]		
Seria	As-built	HIP / 820 / 150 / 2
$\bar{x}$	1016	857
SD	14,58	5,30
CV [%]	1,44	0,62
CI, $\alpha=0,05$	36	13
$R_{0,2}$ [MPa]		
Seria	As-built	HIP / 820 / 150 / 2
$\bar{x}$	969	815
SD	16,57	8,17
CV [%]	1,71	1,00
CI, $\alpha=0,05$	41	20
ε_f [%]		
Seria	As-built	HIP / 820 / 150 / 2
$\bar{x}$	7	17
SD	1,48	0,62
CV [%]	21,81	3,59
CI, $\alpha=0,05$	4	2
E [GPa]		
Seria	As-built	HIP / 820 / 150 / 2
$\bar{x}$	106	96
SD	1,34	1,22
CV [%]	1,26	1,27
CI, $\alpha=0,05$	3	3

W przypadku wartości $R_{0,2}$ obniżenie po obróbce poprocesowej względem serii as-built jest porównywalne i wynosi 15,9% (spadek z 969 MPa do 815 MPa). Jednocześnie odnotowano również poprawę powtarzalności uzyskanych wyników: wartość CV maleje z 1,71% do 1,00%, a przedział ufności z 41 do 20 MPa. Zastosowany wariant obróbki poprocesowej spowodował

wyraźne zwiększenie wartości ϵ_f . Wartość ϵ_f wzrasta z 7% dla serii as-built do 17% po HIP / 820 / 150 / 2, co przekłada się na zwiększenie o 143%. Jednocześnie poprawia się powtarzalność wyników, CV maleje z 21,81% do 3,59%. Moduł Younga (E) pozostaje parametrem o niewielkiej zmienności, lecz ulega niewielkiemu obniżeniu po obróbce HIP/820/150/2, z 106 GPa do 96 GPa.

W odniesieniu do wartości referencyjnych próbki po obróbce poprocesowej HIP / 820 / 150 / 2 wykazują niższą wartość R_m od poziomu referencyjnego o około 8%, wartość $R_{0,2}$ jest również nieznacznie niższa o około 1% od wartości referencyjnej, natomiast wartość ϵ_f jest wyraźnie wyższe od wartości referencyjnej o około 42 %.



Rysunek 58. Powierzchnia przełomu próbki Ti-55511 po statycznej próbie rozciągania, w stanie HIP 820 / 150 / 2, wytwarzanej w kierunku pionowym (V); SEM.

Przełom próbki po obróbce HIP / 820 / 150 / 2 przedstawiony został na rysunku 58. Widoczna jest charakterystyczna geometria typu kielich–stożek (ang. cup-and-cone fracture), typowa dla przełomów ciągliwych. W centralnej części powierzchni przełomu występuje jednorodna strefa osiowa, natomiast na obrzeżu dobrze rozwinięta strefa ścinania (ang. shear lip), co wskazuje na ścinający charakter propagacji pęknięcia i znaczny udział odkształcenia plastycznego przed zniszczeniem. W porównaniu ze stanem as-built, powierzchnia przełomu jest bardziej gładka i zwarta, a defekty nie są widoczne, co jednoznacznie potwierdza skuteczność procesu HIP w redukcji nieciągłości.

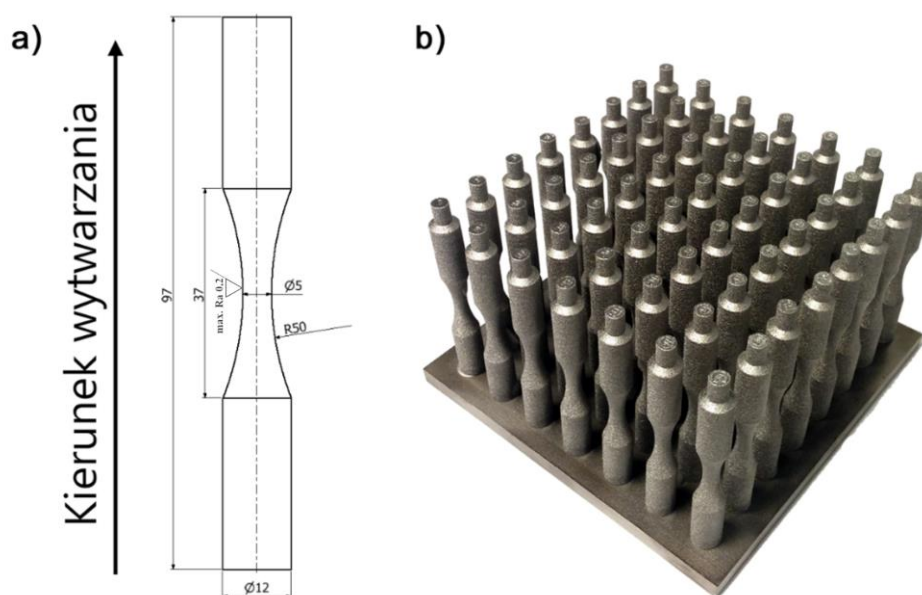
Porównanie przełomów po statycznej próbie rozciągania dla stopów Ti-64 i Ti-55511 wskazuje, że w obu materiałach dominuje mechanizm zniszczenia o charakterze ciągliwym,

z przełomem typu dimple fracture i wyraźnie zaznaczoną strefą ścinania przy krawędzi przekroju. Zastosowanie obróbki HIP prowadzi w obu stopach do ograniczenia porowatości i redukcji widocznych nieciągłości typu lack-of fusion, co skutkuje zwartym, jednorodnym obrazem przełomu i drobniejszą strukturą dimpli. W żadnym z analizowanych przypadków defekty nie zmieniają zasadniczego, ciągłego mechanizmu pękania w warunkach statycznej próby rozciągania, ale stanowią potencjalne miejsca inicjacji pęknięć, których znaczenie rośnie w warunkach obciążeń zmęczeniowych.

4.7. Badania zmęczeniowe

Badania zmęczeniowe zostały przeprowadzone na serwohydraulicznej maszynie wytrzymałościowej Instron 8872. Do badań zastosowano głowicę pomiarową 25kN. Próbkę poddano badaniu przy cyklu sinusoidalnym zmiennym, jednostronnie dodatnim z częstotliwością 50 Hz oraz ze stałym współczynnikiem asymetrii cyklu wynoszącym $R = \sigma_{\min}/\sigma_{\max} = 0,1$, zgodnie z wymaganiami partnera projektu, co również bezpośrednio wynika z wymagań przemysłu lotniczego [114]. Dla każdej serii pomiarowej wyznaczono pięć poziomów naprężenia maksymalnego $\sigma_{\max}$, przy czym dla każdego poziomu badano pięć próbek. Wyniki przedstawiono na krzywych Wöhlera w układzie $\log N - \sigma_{\max}$, określających wpływ poziomu naprężenia maksymalnego na liczbę cykli do zniszczenia próbki. Prostą regresji oraz odpowiadający jej 95% przedział ufności wyznaczono wyłącznie na podstawie próbek, które uległy zniszczeniu. Próbkę typu runout, które nie uległy zniszczeniu po osiągnięciu przyjętej podstawy próby $N_G = 10^7$ cykli nie zostały uwzględnione w dopasowaniu i przedstawiono je na wykresach jako obserwacje cenzurowane. W niniejszej pracy jako wytrzymałość zmęczeniową przyjęto poziom naprężenia $\sigma_{\max}$ odpowiadający podstawie próby $N_G = 10^7$ cykli, przy którym żadna z pięciu badanych próbek nie uległa zniszczeniu.

Do badań zostały przeznaczone próbki, o wymiarach zgodnych z normą ASTM E466, wytworzone z wykorzystaniem technologii PBF-EB/M - rysunek 59.



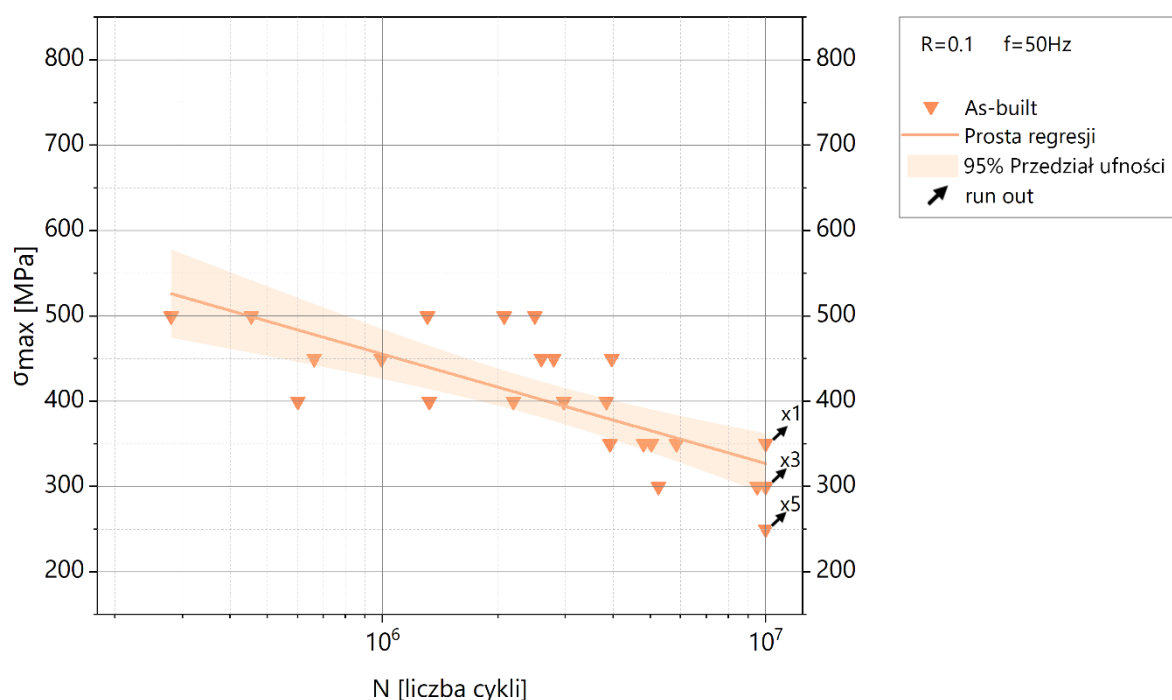
Rysunek 59. Próbkę do badań zmęczeniowych: (a) geometria zgodna z ASTM E466, (b) platforma robocza z wytworzonymi próbkami.

Wszystkie próbki wykonano z naddatkiem 2 mm, uwzględniającym konieczność późniejszej obróbki skrawaniem. Przygotowanie próbek obejmowało toczenie zgrubne i wykańczające, a następnie szlifowanie powierzchni pomiarowej w celu uzyskania wymaganej geometrii oraz odpowiedniej jakości powierzchni. Dobór kolejnych etapów obróbki umożliwił przygotowanie próbek zgodnie z wymaganiami normy oraz uzyskanie chropowatości powierzchni na poziomie $Ra=0,1\ \mu m$.

4.7.1. Badania zmęczeniowe Ti-6Al-4V

Na rysunku 60 przedstawiono krzywą Wöhlera dla próbek w stanie as-built, ilustrującą zależność między maksymalnym naprężeniem σ_{max} , a liczbą cykli N do zniszczenia.

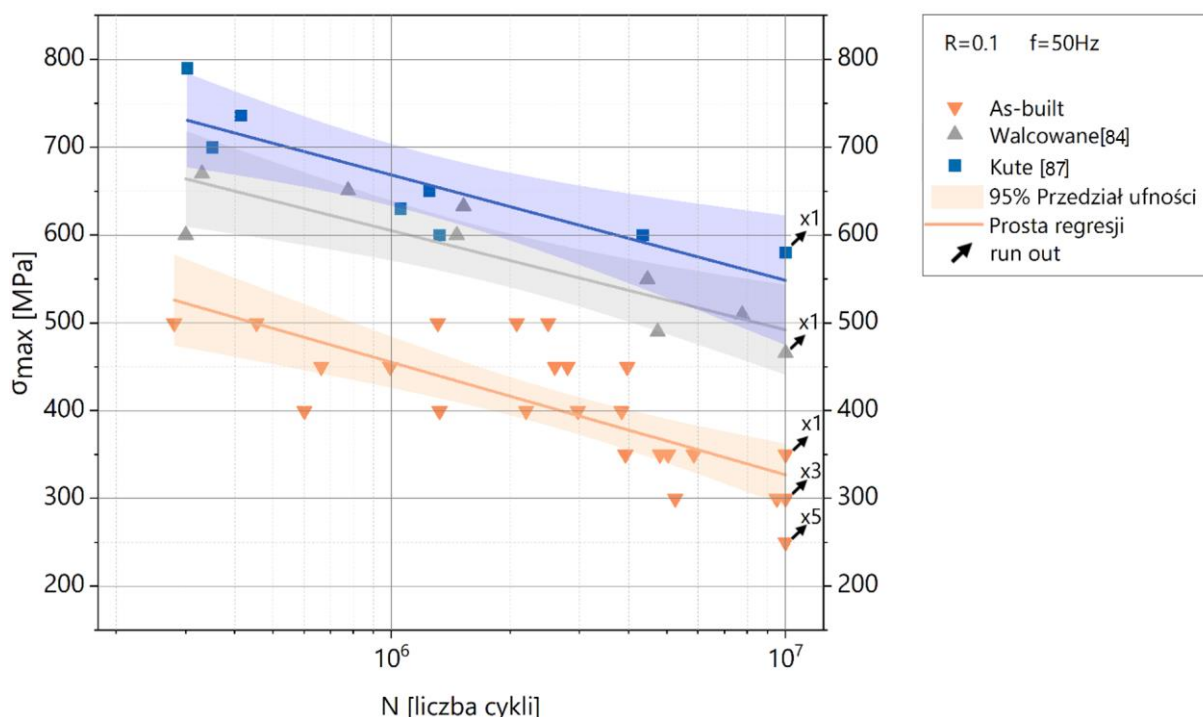
Dla przyjętej podstawy próby zmęczeniowe $N_G=10^7$ cykli poziom naprężenia, przy którym żadna z pięciu badanych próbek nie uległa zniszczeniu, wyniósł 250 MPa. Wartość ta jest znacząco niższa w porównaniu z próbkami wytworzonymi konwencjonalnie.



Rysunek 60. Krzywa Wöhlera ($S-N$) stopu Ti-64 w stanie as-built: zależność σ_{max} od liczby cykli N .

Dla porównania, próbki uzyskane przez walcowanie osiągały poziom 470 MPa, natomiast próbki po kuciu 550 MPa przy tej samej podstawie próby zmęczeniowej $N_G=10^7$ cykli (rysunek 61). Wyniki te wskazują, że pomimo korzystnych właściwości statycznych stopu Ti-64

wytworzonego z wykorzystaniem PBF/EB w stanie as-built, jego odporność na obciążenia zmęczeniowe pozostaje istotnie niższa niż w przypadku materiału przetwarzanego konwencjonalnie.



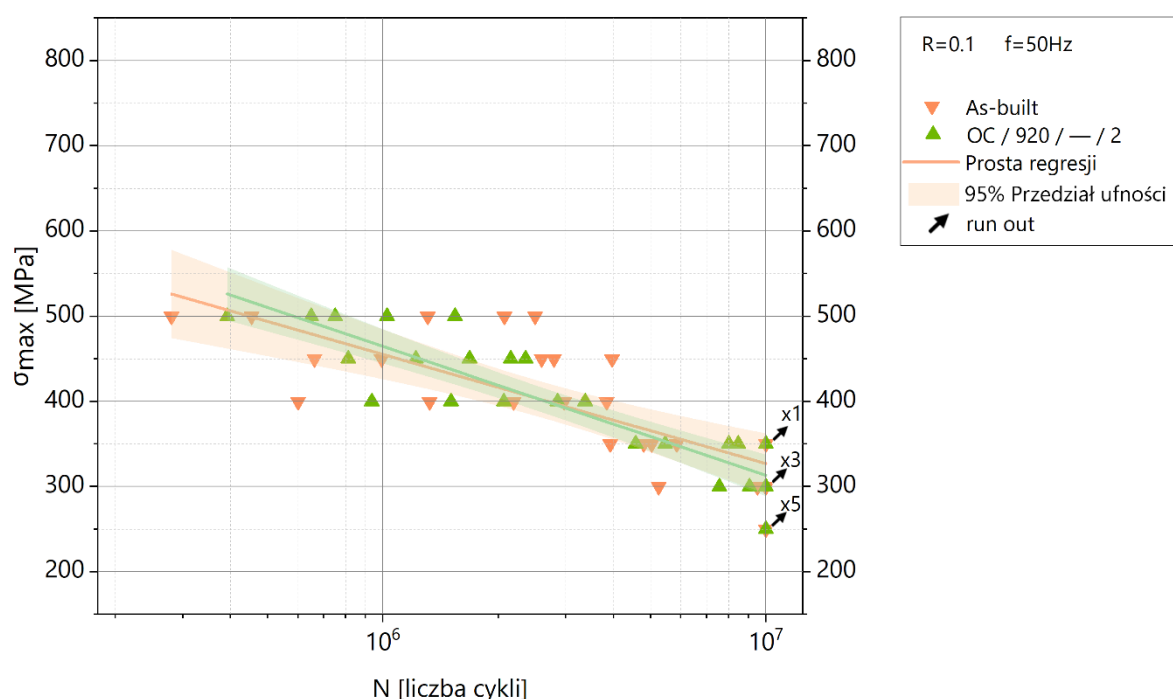
Rysunek 61. Krzywe Wöhlera (S–N) stopu Ti-64 w stanie as-built oraz materiału walcowanego i kutego: zależność σ_{max} od liczby cykli N.

Rozrzut wyników dla próbek w stanie as-built jest znaczny, szczególnie przy wyższych poziomach naprężeń ($\sigma_{max}=500$ MPa), gdzie próbki ulegały zniszczeniu między 10^4 a 10^6 cykli. Taki rozrzut wskazuje na niską powtarzalność własności zmęczeniowych tych próbek, co może stanowić problem w kontekście przewidywalności ich zachowania pod obciążeniem w rzeczywistych warunkach użytkowania. Zmniejszenie rozrzutu wyników obserwuje się dopiero przy niższych poziomach naprężeń, co sugeruje, że próbki as-built są bardziej wrażliwe na wyższe obciążenia zmęczeniowe.

Wyniki te pozostają w wyraźnym kontraście do wyników statycznej próby rozciągania, w której próbki w stanie as-built charakteryzowały się wysokimi wartościami własności wytrzymałościowych oraz stosunkowo niewielkim rozrzutem wyników. Oznacza to, że defekty niewywołujące jednoznacznego obniżenia własności statycznych mogą istotnie wpływać na inicjację pęknięć i trwałość w warunkach obciążeń cyklicznych. Z tego powodu konieczne było zastosowanie obróbki poprocesowej, której celem było ograniczenie wpływu defektów,

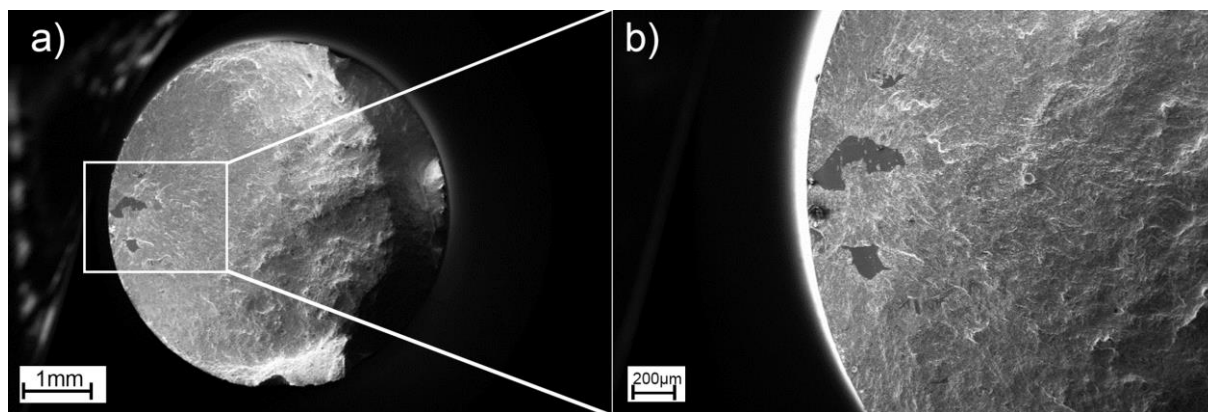
zmniejszenie rozrzutu wyników oraz podwyższenie poziomu naprężenia do poziomu przynajmniej 550 MPa przy podstawie próby zmęczeniowej $N_G=10^7$ cykli.

Na rysunku 62 zaprezentowano krzywą Wöhlera dla próbek w stanie as-built oraz dla próbek po obróbce cieplnej przeprowadzonej w temperaturze 920°C przez 2 godziny (seria OC / 920 / - / 2). Wytrzymałość zmęczeniowa dla stanu OC / 920 / - / 2 osiąga wartość 250 MPa przy podstawie próby zmęczeniowej $N_G=10^7$ cykli, co jest wartością identyczną jak dla stanu as-built. Zauważono nieznaczne zmniejszenie rozrzutu liczby cykli do zniszczenia próbek na danym poziomie naprężenia



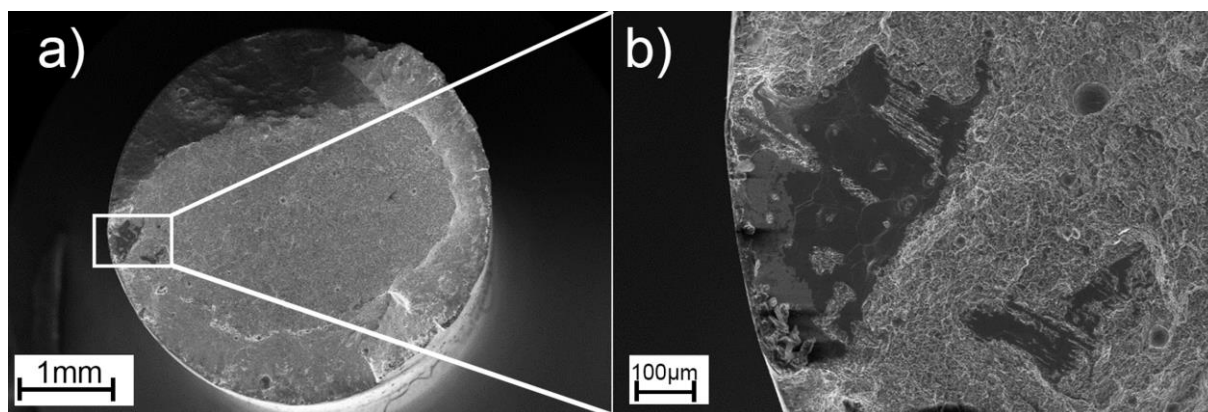
Rysunek 62. Krzywe Wöhlera ($S-N$) stopu Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbce OC 920/ - /2: zależność σ_{max} od liczby cykli N .

Na powierzchni przełomu próbki w stanie as-built (rysunek 63) wyraźnie zaznacza się strefa inicjacji pęknięcia zlokalizowana przy krawędzi przekroju. W tym obszarze widoczne są płaskie, ciemniejsze fragmenty o gładkiej, jednorodnej powierzchni, odpowiadające nieciągłościom typu lack-of-fusion.



Rysunek 63. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie as-built po obciążeniu cyklicznym: (a) powierzchnia przełomu, (b) miejsce inicjacji pęknięcia; SEM.

W bezpośrednim sąsiedztwie, jak również w głębszych partiach przełomu, obecne są liczne pory o zróżnicowanych rozmiarach — zarówno powierzchniowe, jak i podpowierzchniowe. Pęknięcie inicjuje się przy powierzchni w rejonie lack-of-fusion, gdzie występuje najwyższa koncentracja naprężeń, a następnie przełom przechodzi w strefę propagacji pęknięcia zmęczeniowego i końcową strefę przeciążeniową o bardziej złożonym reliefie, z lokalnymi załamaniami oraz drobnymi mikrowgłębieniami. Obraz przełomu wskazuje, że w stanie as-built o lokalizacji ogniska pęknięcia decyduje przede wszystkim wada lack-of-fusion, a pory w objętości materiału stanowią dodatkowe koncentratory naprężeń sprzyjające przyspieszeniu zniszczenia.



Rysunek 64. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie OC / 920 / - / 2 po obciążeniu cyklicznym: (a) powierzchnia przełomu, (b) miejsce inicjacji pęknięcia; SEM.

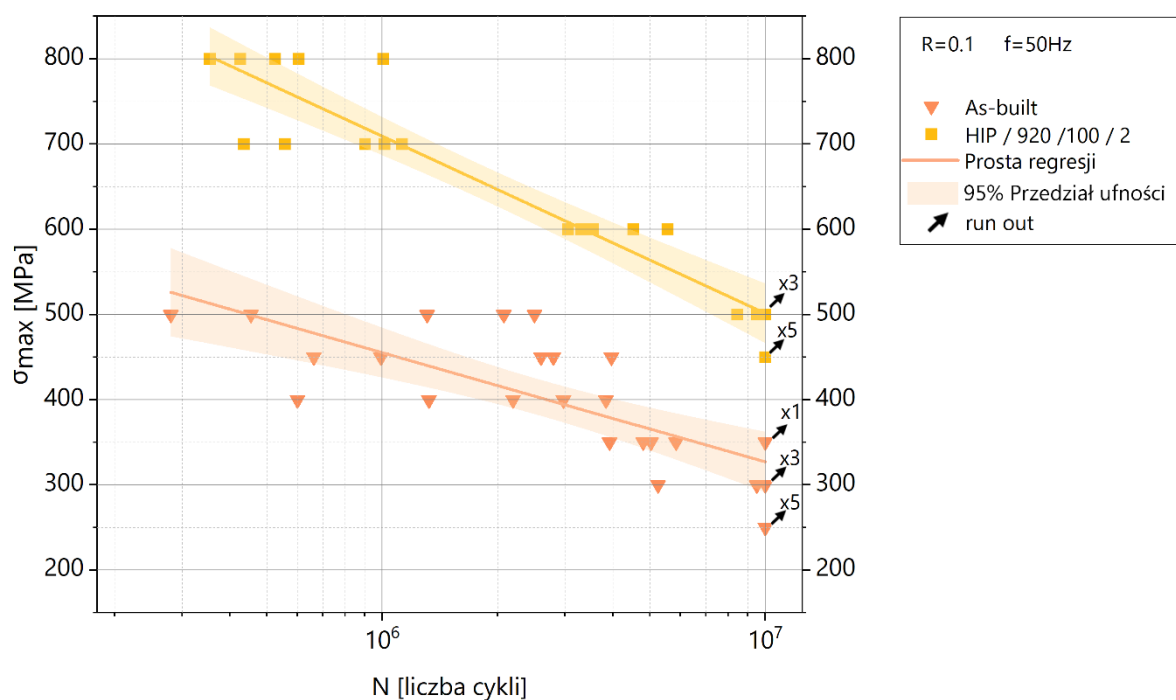
Podobną powierzchnię przełomu (rysunek 64) można zaobserwować dla próbki poddanej obróbce OC / 920 / - / 2. Na powierzchni przełomu próbki wyraźnie zaznacza się strefa inicjacji pęknięcia zlokalizowana przy krawędzi przekroju. Ma ona postać rozległego, płaskiego obszaru o gładkiej, niemal jednorodnej powierzchni, odpowiadającego nieciągłości

typu lack-of-fusion. W bezpośrednim sąsiedztwie tej nieciągłości oraz w dalszych partiach przełomu widoczne są również pojedyncze pory, które jednak nie pełnią roli głównego ogniska.

Pęknięcie zmęczeniowe inicjuje się w obrębie lack-of-fusion, które pełni rolę głównego koncentratora naprężeń. We wczesnym etapie propagacji pęknięcie rozwija się wzdłuż płaszczyzny tej wady przy ograniczonym odkształceniu plastycznym, a po opuszczeniu obszaru defektu przełom przechodzi w typową strefę wzrostu pęknięcia zmęczeniowego i końcową strefę przeciążeniową o bardziej ciągliwym charakterze.

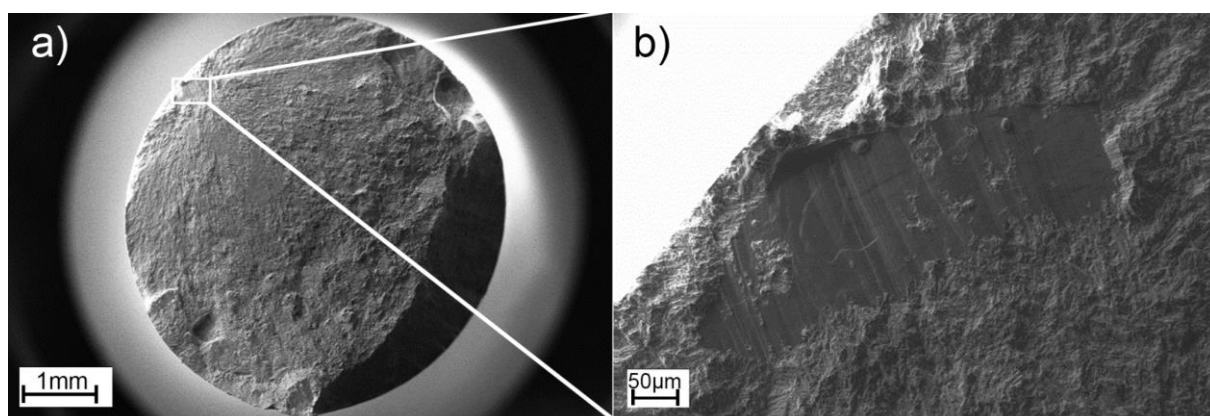
Obserwacja wyraźnej nieciągłości lack-of-fusion w miejscu inicjacji pęknięcia, przy jednoczesnej obecności porów na przełomie, wskazuje, że zastosowana obróbka cieplna nie eliminuje wpływu tego typu defektów na pęknięcia zmęczeniowe. Wady lack-of-fusion pozostają krytycznymi miejscami inicjacji pęknięcia pomimo zastosowanej obróbki cieplnej. Obserwacje te pozostają zgodne z wynikami badań zmęczeniowych, w których po obróbce OC / 920 / - / 2 nie odnotowano wzrostu poziomu naprężenia przy $N_G = 10^7$.

Na rysunku 65 przedstawiono krzywą Wöhlera dla próbek poddanych obróbce cieplnej HIP, przeprowadzonej w temperaturze 920°C przez 2 godziny pod ciśnieniem 100 MPa (seria HIP / 920 / 100 / 2). Wytrzymałość zmęczeniowa tych próbek w stanie HIP / 920 / 100 / 2 osiąga wartość 450 MPa przy podstawie próby zmęczeniowej $N_G = 10^7$ cykli. Jest to znacząca poprawa wytrzymałości zmęczeniowej w porównaniu do próbek w stanie as-built, choć wartość ta wciąż pozostaje niższa w stosunku do próbek wytworzonych konwencjonalnie. Ponadto, obróbka HIP doprowadziła do znacznego zmniejszenia rozrzutu wyników liczby cykli do zniszczenia próbek na danym poziomie naprężenia, w porównaniu z próbkami w stanie as-built, oraz po obróbce cieplnej OC / 920 / - / 2.



Rysunek 65. Krzywe Wöhlera ($S-N$) stopu Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbce HIP 920/100/2: zależność σ_{max} od liczby cykli N .

Na powierzchni przełomu próbki poddanej obróbce HIP / 920 / 100 / 2 (rysunek 66) wyraźnie zaznacza się strefa inicjacji pęknięcia zlokalizowana przy krawędzi próbki. Ma ona postać wydłużonego, płaskiego obszaru o gładkiej, niemal jednolitej powierzchni, odpowiadającego nieciągłości typu lack-of-fusion. Widoczne równoległe pasma na tym fragmencie przełomu wskazują pierwotny kierunek przetapiania materiału i potwierdzają, że jest to obszar niecałkowitego przetopienia.



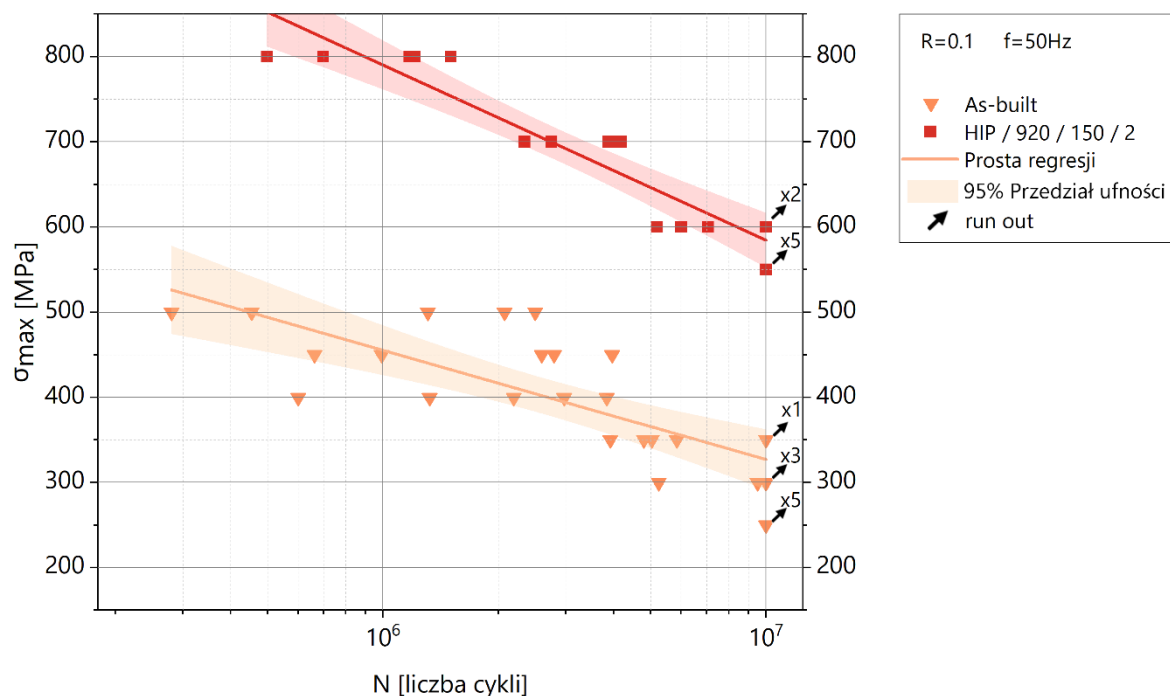
Rysunek 66. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie HIP / 920 / 100 / 2 po obciążeniu cyklicznym: (a) powierzchnia przełomu, (b) miejsce inicjacji pęknięcia; SEM.

Pęknięcie zmęczeniowe zostało zainicjowane właśnie w obrębie tej nieciągłości, pełniącej rolę koncentratora naprężeń. W początkowej fazie propagacji pęknięcie rozwijało się

wzdłuż płaszczyzny lack-of-fusion przy ograniczonym odkształceniu plastycznym, a następnie przechodzi w strefę stabilnego wzrostu zmęczenia i końcową strefę przeciążeniową.

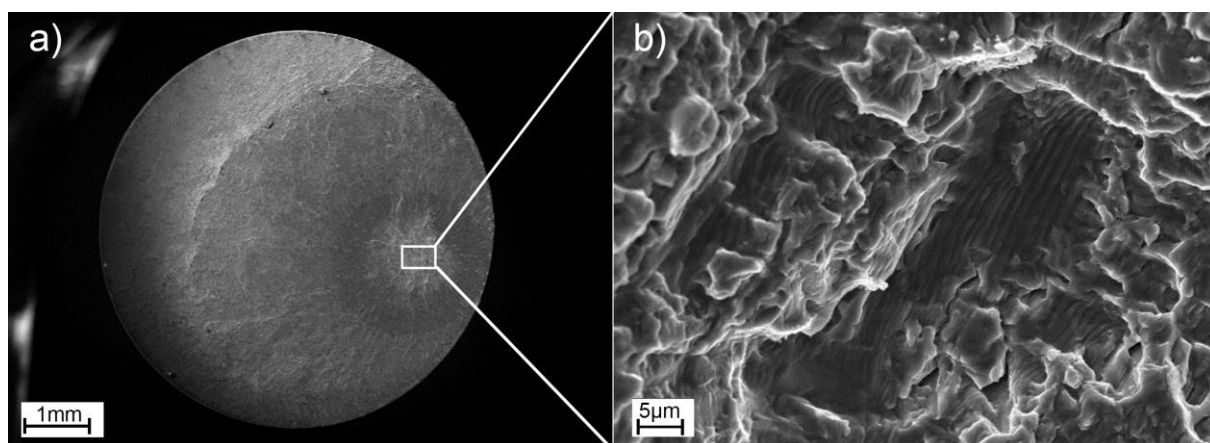
Obecność wyraźnego defektu typu lack-of-fusion na powierzchni przelomu, pomimo wcześniejszej obróbki HIP, pokazuje, że tego rodzaju nieciągłości nie są w pełni eliminowane i pozostają krytycznymi miejscami inicjacji pęknięcia. Potwierdza to wysoką wrażliwość materiału na tego typu wady w warunkach obciążeń zmęczeniowych.

Na rysunku 67 przedstawiono krzywą Wöhlera dla próbek poddanych obróbce cieplnej HIP, przeprowadzonej w temperaturze 920°C przez 2 godziny pod ciśnieniem 150 MPa (seria HIP / 920 / 150 / 2). Dla próbek w stanie HIP / 920/150/2 poziom naprężenia odpowiadający podstawie próby zmęczeniowej $N_G=10^7$ cykli wyniósł 550 MPa. Zastosowanie wyższego ciśnienia w procesie HIP pozwoliło na uzyskanie wartości o 100 MPa większej niż dla próbek obrabianych przy ciśnieniu 100 MPa (HIP / 920/100/2), co odpowiada wzrostowi o około 22%. Uzyskany poziom jest równy wartości otrzymanej dla próbek po kuciu, co potwierdza skuteczność zastosowania zwiększonego ciśnienia w procesie HIP w poprawie własności zmęczeniowych materiału.



Rysunek 67. Krzywe Wöhlera ($S-N$) stopu Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbce HIP 920/150/2: zależność σ_{max} od liczby cykli N .

Na przelomie próbki po obróbce HIP 920/150/2 obserwuje się wyraźną zmianę mechanizmu inicjacji pęknięcia (rysunek 68). Ognisko zniszczenia nie jest już związane z nieciągłością typu lack-of-fusion, lecz ma postać wewnętrznego klastra fasetek powstałych wskutek quasi-łupliwego pęknięcia płytek fazy α . Taki obraz wskazuje, że inicjacja pęknięcia jest kontrolowana przez lokalne wzrosty naprężenia związane ze spiętrzeniem dyslokacji wewnątrz płytek α lub na ich granicach, a krytyczny wymiar ogniska obejmuje cały klaster fasetek, a nie pojedynczą płytkę.

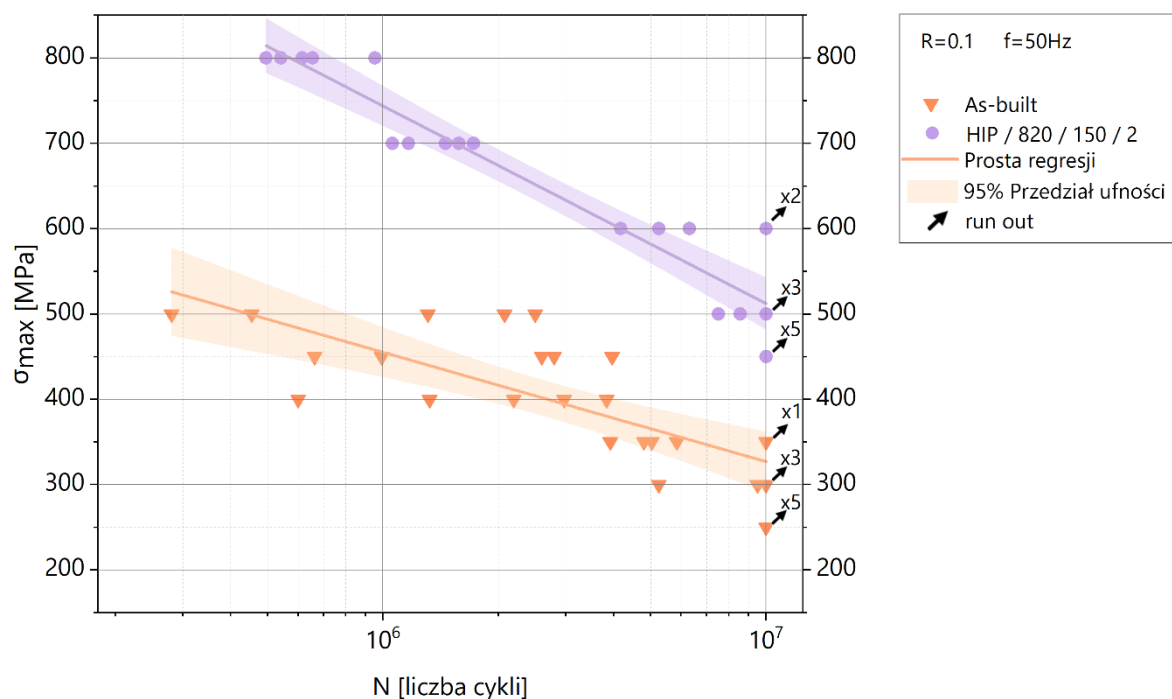


Rysunek 68. Powierzchnia przelomu próbki Ti-64 w stanie HIP / 920 / 150 / 2 po obciążeniu cyklicznym: (a) powierzchnia przelomu, (b) miejsce inicjacji pęknięcia; SEM.

Wokół ogniska widoczny jest ciemniejszy pierścień, określany na podstawie morfologii jako strefa o drobniejszej morfologii przelomu, wskazujący na początkowy rozwój pęknięcia od ogniska inicjacji. W tej strefie można zaobserwować prążki zmęczeniowe wskazujące kierunek rozwoju szczeliny. W dalszej odległości od ogniska przelom przechodzi w strefę stabilnego wzrostu pęknięcia, a następnie w strefę przeciążeniową o bardziej ciągliwym charakterze, z lokalnie obecnymi mikrowgłębieniami i elementami ścinania. Brak widocznych porów i nieciągłości typowych dla stanu as-built potwierdza istotną redukcję defektów i przesunięcie inicjacji pęknięcia na poziom mikrostrukturalny.

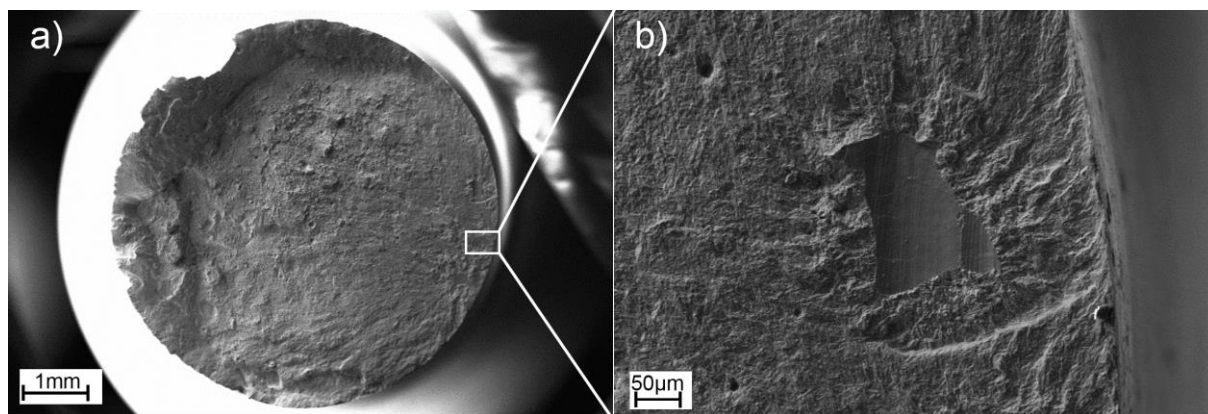
Na rysunku 69 przedstawiono krzywą Wöhlera dla próbek poddanych obróbce cieplnej HIP w temperaturze 820°C przez 2 godziny pod ciśnieniem 150 MPa (seria HIP / 820 / 150 / 2). Dla próbek w stanie HIP / 820/150/2 poziom naprężenia odpowiadający przy podstawie próby zmęczeniowej $N_G=10^7$ cykli wyniósł 450 MPa. Jest to wartość taka sama jak dla próbek po obróbce HIP / 920 / 100 / 2, pomimo zastosowania niższej temperatury procesu. Obniżenie temperatury obróbki miało na celu ograniczenie rozrostu mikrostruktury, natomiast zastosowanie ciśnienia 150 MPa pozwoliło utrzymać poziom własności zmęczeniowych

porównywalny z wariantem prowadzonym w temperaturze 920°C i przy ciśnieniu 100 MPa. Wyniki te wskazują, że zwiększenie ciśnienia w procesie HIP może umożliwiać obniżenie temperatury obróbki bez wyraźnego negatywnego wpływu na wytrzymałość zmęczeniową.



Rysunek 69. Krzywe Wöhlera ($S-N$) stopu Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbce HIP 820/150/2: zależność σ_{max} od liczby cykli N .

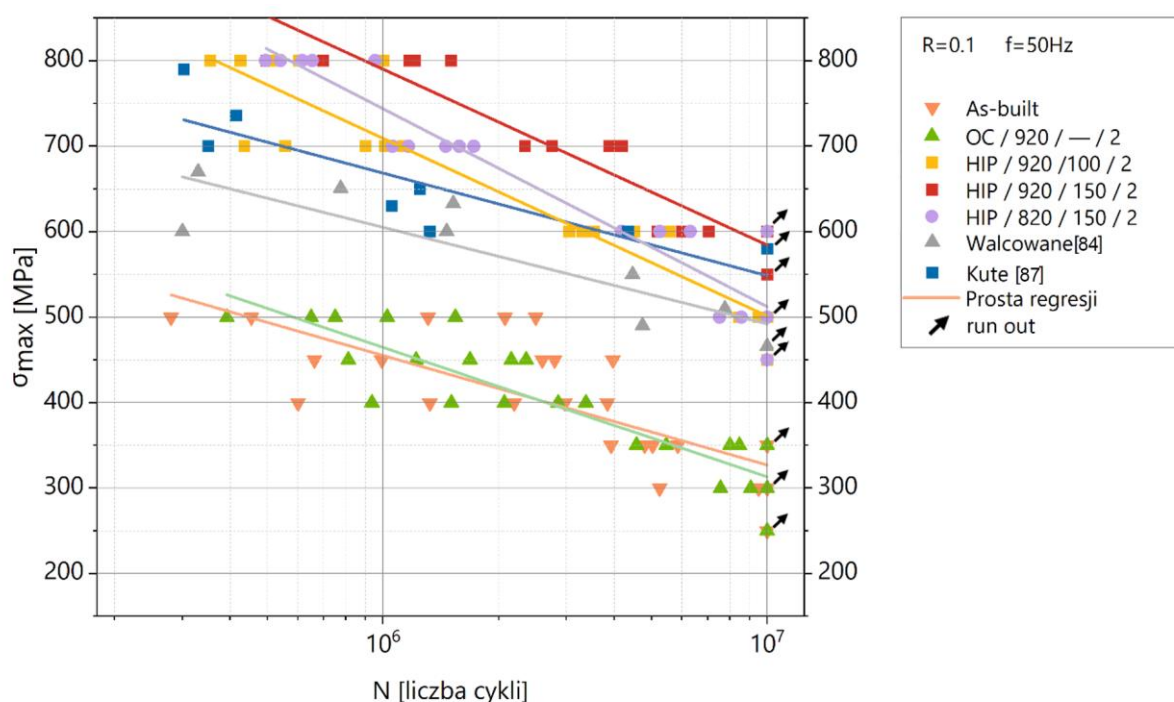
Na powierzchni przełomu próbki (rysunek 70) poddanej obróbce HIP / 820 / 150 / 2 widoczne jest w pobliżu krawędzi próbki miejsce inicjacji pęknięcia, mającą postać płaskiego obszaru o gładkiej powierzchni, odpowiadającego nieciągłości typu lack-of-fusion (LOF). W tej strefie widoczne są równoległe pasma biegnące zgodnie z kierunkiem budowy warstw, co wskazuje na pierwotny układ przetapiania materiału i potwierdza obecność defektu o charakterze braku przetopu.



Rysunek 70. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie HIP / 820 / 150 / 2 po obciążeniu cyklicznym: (a) powierzchnia przełomu, (b) miejsce inicjacji pęknięcia; SEM.

Inicjacja pęknięcia zmęczeniowego nastąpiła w obrębie tej nieciągłości, która stanowiła koncentrator naprężeń. W początkowej fazie propagacji pęknięcie rozwijało się wzdłuż płaszczyzny LOF, przy ograniczonym odkształceniu plastycznym, a następnie przeszło w strefę stabilnego wzrostu zmęczeniowego. W końcowej części przekroju obserwuje się przełom o ciągłym charakterze, z mikrowgłębieniami i śladami uplastycznienia, typowy dla strefy przeciążeniowej, powstałej po osiągnięciu krytycznej długości pęknięcia.

Na rysunku 71 przedstawiono krzywe Wöhlera, która obrazują zbiorcze wyniki wytrzymałości zmęczeniowej dla wszystkich badanych serii. Krzywe ilustrują wpływ różnych rodzajów obróbek cieplnych na wytrzymałość zmęczeniową materiału, porównując próbki w stanie as-built, próbki poddane obróbce cieplnej OC oraz próbki po obróbce HIP.



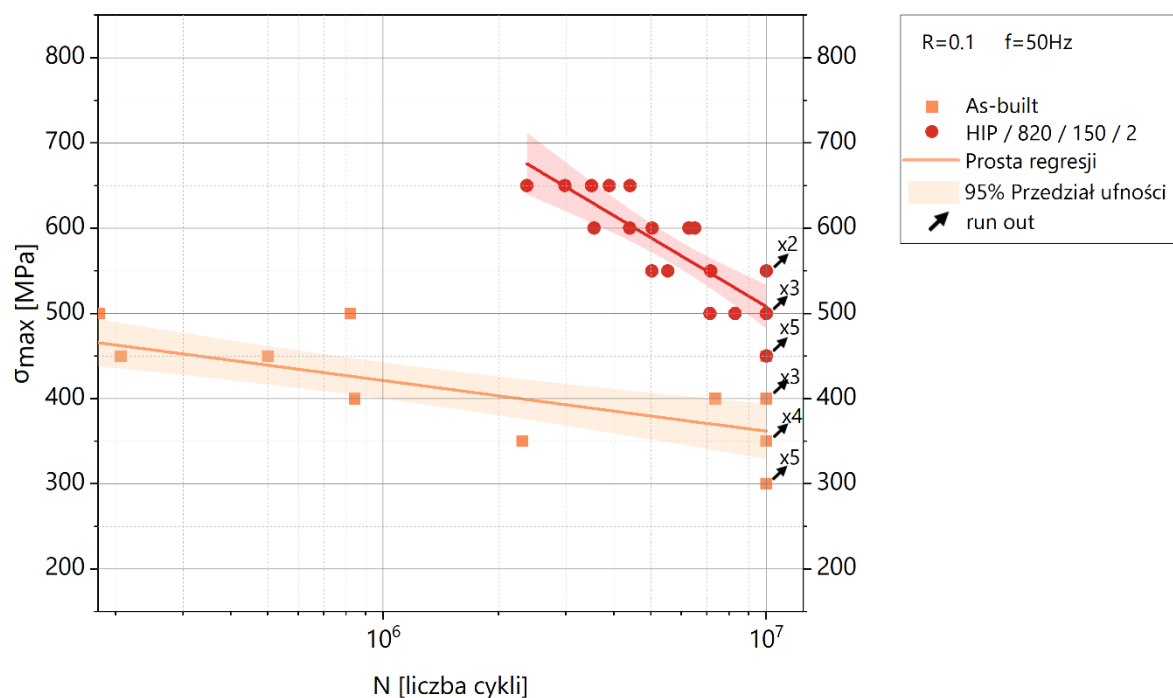
Rysunek 71. Krzywe Wöhlera (S–N) stopu Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbkach poprocesowych: zależność σ_{max} od liczby cykli N.

Analiza krzywych pozwala zauważyć, że wyższe ciśnienie i temperatura obróbki HIP skutkują znaczącą poprawą wytrzymałości zmęczeniowej w porównaniu do stanu as-built oraz klasycznej obróbki cieplnej bez dodatkowego ciśnienia, podczas. Ponadto, krzywe obrazują znaczące zmniejszenie rozrzutu wyników dla próbek po obróbce HIP, co podkreśla korzyści płynące z zastosowania tego rodzaju obróbki poprocesowej dla poprawy jednorodności własności zmęczeniowych materiału.

4.7.2. Badania zmęczeniowe Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fr

Mając na uwadze wyniki uzyskane dla Ti-64 dla których zaobserwowano, że obróbka cieplna bez zastosowania dodatkowego ciśnienia nie ma znaczącego wpływu na zwiększenie wytrzymałości zmęczeniowej oraz zmniejszenie rozrzutu liczby cykli do zniszczenia próbek na danym poziomie naprężenia, dla stopu Ti-55511 przeprowadzono tylko badanie wpływu obróbki HIP na wytrzymałość zmęczeniową. Proces ten zrealizowano w temperaturze 820°C przez 2 godziny pod ciśnieniem 150 MPa (seria HIP / 820 / 150 / 2). Na rysunku 72 przedstawiono krzywe Wöhlera zarówno dla próbek w stanie as-built, jak i dla próbek po obróbce

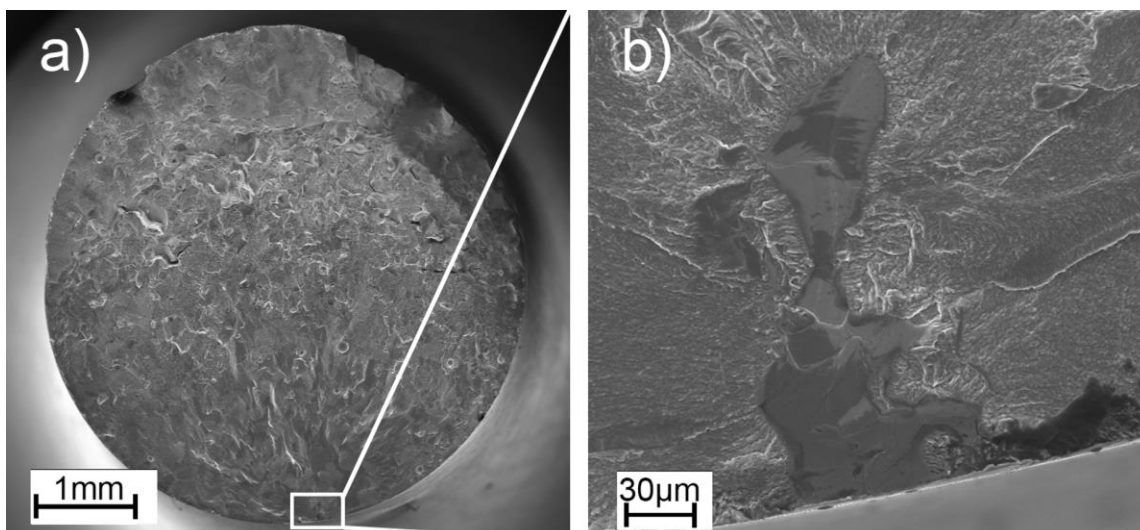
HIP / 820 / 150 / 2. Wytrzymałość zmęczeniowa dla stanu as-built wynosi 300 MPa przy podstawie próby zmęczeniowej $N_G=10^7$ cykli, co jest nieznacznie niższe w porównaniu do wartości referencyjnej, która wynosi 340 MPa dla próbek wytwarzanych konwencjonalnie przy tej samej podstawie próby zmęczeniowej.



Rysunek 72. Krzywe Wöhlera ($S-N$) stopu Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbce HIP 820/150/2: zależność σ_{max} od liczby cykli N .

Podobnie jak w przypadku materiału Ti-64, zaobserwowano znaczny rozrzut wyników dla próbek as-built, szczególnie przy wyższych poziomach naprężeń. Przykładowo, przy $\sigma_{max}=450$, jedna z próbek uległa zniszczeniu po 100 000 cykli, podczas gdy inna nie uległa uszkodzeniu po nawet po 10 000 000 cykli. Taki rozrzut wyników podkreśla niską powtarzalność własności zmęczeniowych dla wyrobów w stanie as-built wytworzonych przy użyciu technologii PBF-EB/M, które nie przeszły dodatkowej obróbki poprocesowej.

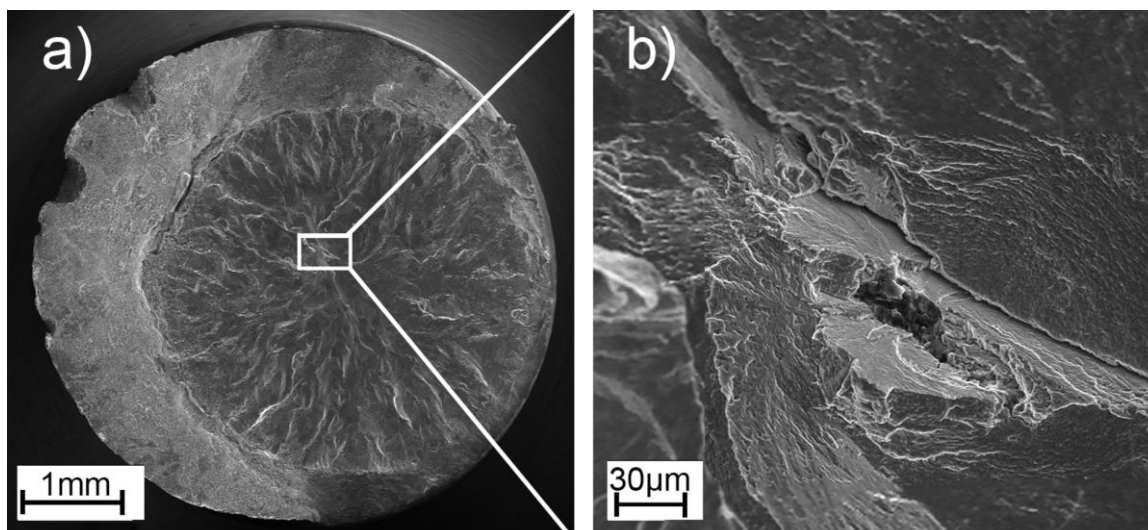
Dla próbek poddanych obróbce cieplnej HIP w temperaturze 820°C przez 2 godziny pod ciśnieniem 150 MPa (seria HIP 820 / 150 / 2), wytrzymałość zmęczeniowa osiągnęła 450 MPa na podstawie próby zmęczeniowej $N_G = 10^7$ cykli. Jest to poprawa o 50% w porównaniu do próbek w stanie as-built i o 32% względem wartości referencyjnej. Ponadto, zaobserwowano znaczne zmniejszenie rozrzutu liczby cykli do zniszczenia na danym poziomie naprężenia, co, podobnie jak dla Ti-64, przyczynia się do poprawy przewidywalności własności zmęczeniowych.



Rysunek 73. Powierzchnia przełomu próbki Ti-55511 w stanie as-built po obciążeniu cyklicznym: (a) powierzchnia przełomu, (b) miejsce inicjacji pęknięcia; SEM.

W przypadku stopu Ti-55511 przeanalizowano przełomy zmęczeniowe próbek w dwóch stanach: as-built oraz po obróbce HIP (HIP / 820 / 150 / 2). Na powierzchni przełomu próbki w stanie as-built (rysunek 73) wyraźnie zaznacza się strefa inicjacji pęknięcia zlokalizowana przy krawędzi próbki, w dolnej części przekroju. W powiększeniu widoczne są płaskie, gładkie nieciągłości o nieregularnym, wielokątnym zarysie, ułożone niemal prostopadłe do kierunku budowy. Przełom przebiega po ich powierzchni – jest to obszar płaskiej nieciągłości typu lack-of-fusion, stanowiącej miejsce inicjacji pęknięcia zmęczeniowego.

Przełom przebiega początkowo po powierzchni tej wady, a następnie rozwija się w głąb przekroju. Widać ułożone ślady propagacji pęknięcia, które rozchodzą się od płaskiego defektu w kierunku środka próbki. W miarę oddalania się od ogniska pęknięcia morfologia przełomu staje się bardziej złożona – pojawiają się załamania odpowiadające stabilnemu wzrostowi pęknięcia, a w końcowym etapie także strefa przeciążeniowa o bardziej ciągłym charakterze. Na powierzchni przełomu występują również pojedyncze, niewielkie pory, jednak ich rozmieszczenie wskazuje, że nie były one głównym miejscem inicjacji.



Rysunek 74. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie HIP 820 / 150 / 2 po obciążeniu cyklicznym: (a) powierzchnia przełomu, (b) miejsce inicjacji pęknięcia; SEM.

Po obróbce HIP 820 / 150 / 2 pęknięcie zmęczeniowe zostało zainicjowane wewnątrz próbki (rysunek 74), w centralnej części przekroju, w obszarze zbudowanym z kilku sąsiadujących fasetek o quasi-łupliwym charakterze. W centrum tej strefy widoczna jest drobna nieciągłość, wokół której przełom przyjmuje postać płaskich, lekko nachylonych względem siebie powierzchni. Taki obraz sugeruje, że ognisko pęknięcia obejmuje niewielki klaster fasetek, a nie pojedynczy punkt.

Od strefy inicjacji pęknięcie propaguje się promieniowo w kierunku krawędzi próbki. W otaczającym obszarze przełomu widoczne są wachlarzowo ułożone ślady wzrostu szczeliny, które dalej przechodzą w końcową strefę przeciążeniową.

Na powierzchni przełomu nie obserwuje się płaskich nieciągłości typu lack-of-fusion, charakterystycznych dla stanu as-built. Brak takich defektów, przy jednoczesnej obecności niewielkiego, wewnętrznego ogniska zbudowanego z fasetek, wskazuje, że po obróbce HIP inicjacja pęknięcia zmęczeniowego jest związana przede wszystkim z lokalnymi nieciągłościami i ukształtowaniem mikrostruktury, a nie z nieciągłością powstałą w trakcie procesu wytwarzania.

Zarówno w stopie Ti-64, jak i Ti-55511, przełomy zmęczeniowe próbek w stanie as-built wskazują na dominującą rolę defektów w inicjacji pęknięcia. Strefa inicjacji jest zlokalizowana przy krawędzi przekroju, a w jej obrębie występują płaskie, gładkie obszary nieciągłości typu lack-of-fusion, które stanowią główne koncentratory naprężeń. Pęknięcie inicjowane jest na powierzchni takiej wady i we wczesnym etapie rozwija się wzdłuż jej płaszczyzny, po czym przełom przechodzi w strefę propagacji zmęczeniowej oraz końcową strefę przeciążeniową

o bardziej ciągłym charakterze. Na powierzchni przełomów widoczne są również pory, które lokalnie sprzyjają koncentracji naprężeń, jednak w ujęciu ogólnym nie zmienia to faktu, że w stanie as-built o miejscu inicjacji pęknięcia pęknięcia decyduje przede wszystkim defekt typu lack-of-fusion. Po obróbce HIP obraz przełomu w obu stopach ulega wyraźnej zmianie: porowatość jest silnie ograniczona, a nieciągłości lack-of-fusion nie są ujawnione. W konsekwencji ognisko pęknięcia przemieszcza się do wnętrza próbki i ma postać niewielkiego obszaru o fasetkowej, quasi-łupliwej morfologii, co wskazuje na przesunięcie mechanizmu inicjacji z poziomu wad technologicznych na poziom mikrostruktury i drobnych wewnętrznych nieciągłości. Ostatecznie efekt obróbki poprocesowej HIP można więc opisać jako ograniczenie wpływu defektów wytwarzania na inicjację pęknięcia oraz przejście od inicjacji powierzchniowej do inicjacji wewnętrznej, wspólne dla Ti-64 i Ti-55511.

Rozdział 5. Podsumowanie badań i wnioski

Celem pracy było opracowanie i zoptymalizowanie parametrów procesów w technologii wytwarzania dwufazowych stopów tytanu Ti-64 oraz Ti-55511 w technologii PBF-EB/M oraz określenie parametrów obróbki poprocesowej umożliwiających istotną poprawę własności zmęczeniowych. Realizacja celu została oparta na uporządkowaniu relacji pomiędzy warunkami wytwarzania (dobór parametrów i okna procesowego), charakterem defektów technologicznych i wynikającą z nich porowatością, mikrostrukturą i składem fazowym, a właściwościami mechanicznymi materiału – ocenianymi zarówno w próbie statycznej rozciągania, jak i w badaniach zmęczeniowych. W tabeli 24 zestawiono kolejne etapy pracy, zakres wykonanych badań oraz najważniejsze efekty uzyskane dla stopów Ti-64 i Ti-55511.

Dobór parametrów procesu PBF-EB/M przeprowadzono dwuetapowo, przyjmując jako kryterium nadrzędne minimalizację porowatości i ograniczenie defektów, a jako kryterium uzupełniające zapewnienie poprawności odwzorowania geometrycznego powierzchni próbki.

Wykazano, że zbyt niska wartość energii objętościowej prowadzi do wysokiej porowatości materiału, natomiast zbyt wysoka – mimo obniżenia porowatości – sprzyja deformacjom i utracie poprawności geometrycznej powierzchni próbki. W konsekwencji wytypowano okno parametrów zapewniające jednocześnie niski udział defektów i akceptowalną jakość wytwarzania, a następnie wskazano zestawy parametrów do wykonania próbek do dalszych badań materiałowych: dla Ti-64 $I_w=15\text{mA}$, $V_w=4500\text{V mm/s}$, $E_{obj}=40\text{ J/mm}^3$, natomiast dla Ti-55511 $I_w=10\text{ mA}$, $V_w=4500\text{ mm/s}$, $E_{obj}=27\text{ J/mm}^3$.

Weryfikację porowatości przeprowadzono z wykorzystaniem tomografii komputerowej, co pozwoliło na nieniszczącą ocenę oraz porównanie próbek w stanie as-built i po finalnie wytypowanej obróbce poprocesowej. W stanie as-built uzyskano niskie wartości porowatości niezależnie od orientacji wytwarzania. Jednocześnie nie stwierdzono istotnego wpływu położenia próbek na platformie na uzyskiwany udział porowatości. Zwrócono przy tym uwagę na ograniczenia metody CT w zakresie identyfikacji bardzo drobnych nieciągłości które mogą nie zostać rozpoznane jako osobne wyroby lub podlegać łączeniu na etapie rekonstrukcji, co powinno być uwzględniane w interpretacji wyników, zwłaszcza w kontekście defektów o potencjalnie istotnym wpływie na obciążenia cykliczne.

Tabela 24. Podsumowanie etapów pracy, zakresu wykonanych badań oraz uzyskanych efektów.

Etap pracy	Zakres	Najważniejszy efekt	Efekt
Analiza proszków Ti-64 i Ti-55511	skład chemiczny, morfologia, rozkład frakcji, gęstość nasypowa,	ocena przydatności proszków do procesu PBF-EB/M	
Dobór warunków procesu PBF-EB/M	I_w , V_w , E_{obj} , porowatość, geometria	wyznaczenie okna procesowego dla Ti-64 i Ti-55511	
Wytworzenie struktur przestrzennych i przygotowanie wariantów materiału	orientacje wytwarzania, położenie na platformie, stan as-built, OC i warianty HIP	uzyskanie materiału do oceny wpływu procesu PBF-EB/M i obróbek poprocesowych	
Charakterystyka materiału	CT, SEM, XRD, HV1 dla stanu as-built oraz po obróbkach poprocesowych	określenie wpływu procesu i obróbek na porowatość, mikrostrukturę $\alpha+\beta$, udział faz oraz twardość	
Statyczna próba rozciągania	R_m , $R_{p0.2}$, ϵ_f , wpływ orientacji i obróbek poprocesowych, SEM przełomów	korzystne właściwości statyczne w stanie as-built oraz określenie kompromisu po obróbkach poprocesowych	
Badania zmęczeniowe	krzywe Wöhlera, $N_G=10^7$, wpływ obróbek poprocesowych, SEM przełomów	określenie wpływu LOF, porów i mikrostruktury na inicjację pęknięć, rozrzut wyników oraz poziom σ_{max} przy $N_G=10^7$	
Porównanie wpływu obróbki cieplnej i wariantów HIP	OC oraz HIP	OC nie zwiększyła poziomu σ_{max} przy $N_G=10^7$, natomiast HIP poprawił własności zmęczeniowe i ograniczył rozrzut wyników	
Efekt końcowy	zestawienie wyników dla Ti-64 i Ti-55511 po obróbkach poprocesowych	Ti-64: σ_{max} do 550 MPa; Ti-55511: σ_{max} do 450 MPa przy $N_G=10^7$; wskazanie najkorzystniejszych wariantów obróbki poprocesowej	



Efekt
korzystny



Efekt
niekorzystny



Brak
efektu



Efekt
mieszany

W ujęciu mikrostrukturalnym oba stopy w stanie po wytworzeniu charakteryzowały się typową dla PBF-EB/M mikrostrukturą dwufazową $\alpha+\beta$ o charakterze lamelarnym w obrębie ziaren pierwotnej fazy β . Obserwacje z wykorzystaniem SEM potwierdzały obecność układu płytek α oraz obszarów fazy β w przestrzeniach międzyfazowych, a analiza dyfrakcyjna XRD wskazała, że zastosowane obróbki poprocesowe prowadzą do mierzalnych zmian udziałów fazowych: w Ti-64 po HIP odnotowano wzrost udziału fazy β o około 7%, natomiast w Ti-55511 po HIP stwierdzono wyraźny wzrost udziału fazy α (z 44,3% w stanie as-built do 82,7% po HIP), przy zachowaniu charakteru dwufazowego. Wyniki twardości HV1 były spójne z tym obrazem: materiał Ti-55511 w stanie as-built wykazywał wyższą twardość niż Ti-64, a zastosowane obróbki poprocesowe powodowały jej obniżenie, co można wiązać z relaksacją naprężeń i przebudową mikrostruktury.

Istotną obserwacją wynikającą z wyników statycznej próby rozciągania oraz z wyników badań zmęczeniowych jest rozbieżność pomiędzy oceną właściwości materiału formułowaną na podstawie wyników uzyskanych dla materiału poddanego obciążeniu statycznemu, a oceną właściwości materiału formułowaną na podstawie wyników uzyskanych dla materiału poddanego obciążeniu cyklicznemu. Na podstawie wyników statycznej próby rozciągania dla obu stopów w stanie as-built uzyskano wysokie wartości wytrzymałości na rozciąganie oraz odkształcenia; pomimo obecności defektów uzyskano wyniki korzystne z punktu widzenia właściwości wytrzymałościowych. Oznacza to, że w ramach dobranego okna procesowego PBF-EB/M wytworzono materiały o korzystnych własnościach mechanicznych. Jednocześnie na podstawie wyników badań zmęczeniowych wykazano istotnie niższy poziom wytrzymałości zmęczeniowej przy znacznym rozrzucie uzyskanych wyników, co wskazuje, że defekty, które nie powodują jednoznacznego obniżenia wytrzymałości na rozciąganie, mogą stanowić krytyczne miejsca inicjacji pęknięcia w warunkach obciążenia cyklicznego, a tym samym determinować niezawodność elementów poddanych takim obciążeniom.

Dla stanu as-built wyznaczono wytrzymałość zmęczeniową przy podstawie $N_G=10^7$ cykli na poziomie 250 MPa dla stopu Ti-64 oraz 300 MPa dla stopu Ti-55511. Analiza fraktograficzna wykazała, że inicjacja pęknięć w tych warunkach była w przeważającym stopniu związana z obecnością defektów typu lack-of-fusion, często o charakterze planarnym i zlokalizowanych w pobliżu powierzchni, które pełniły rolę lokalnych koncentratorów naprężeń. W konsekwencji defekty tego typu, nawet jeśli nie skutkują jednoznacznym obniżeniem wartości R_m i $R_{0,2}$

w statycznej próbie rozciągania, inicjują pęknięcia w warunkach obciążenia cyklicznego i wpływać na trwałość zmęczeniową wytworzonych elementów.

Z uzyskanych wyników stwierdzono, że obróbka poprocesowa jest warunkiem koniecznym w przypadku elementów przeznaczonych do pracy w warunkach obciążeń cyklicznych. W ramach pracy porównano i weryfikowano wpływ różnych wariantów obróbki poprocesowej (obróbki cieplnej i obróbki HIP) na wytrzymałość zmęczeniową. Dla stopu Ti-64 wykazano, że zastosowanie obróbki cieplnej w temperaturze 920°C nie powoduje poprawy wytrzymałości zmęczeniowej – przy podstawie $N_G=10^7$ cykli wartość pozostawała na poziomie 250 MPa, natomiast obserwowane zmiany dotyczyły co najwyżej ograniczenia rozrzutu wyników. Odmienne efekty uzyskano po zastosowaniu obróbki HIP. Dla Ti-64 obróbka HIP w temperaturze 920°C (HIP / 920/100 / 2) zwiększała wartość wytrzymałości zmęczeniowej do 450 MPa, natomiast zwiększenie ciśnienia do 150 MPa przy tej samej temperaturze prowadziło do uzyskania 550 MPa, tj. wartości porównywalnej z materiałem kuty. Wariant obróbki HIP przeprowadzonej w temperaturze 820°C (HIP / 820 / 150 / 2) pozwolił uzyskać wytrzymałość zmęczeniową na poziomie 450 MPa, co wskazuje, że podwyższone ciśnienie umożliwia utrzymanie korzystnego poziomu właściwości zmęczeniowych również przy obniżeniu temperatury procesu obróbki poprocesowej. Analogiczny trend potwierdzono dla Ti-55511: po zastosowaniu obróbki HIP w temperaturze 820°C i przy ciśnieniu 150 MPa (HIP 820°C/2 h/150 MPa) uzyskano 450 MPa przy podstawie $N_G=10^7$ cykli, przy jednoczesnym wyraźnym ograniczeniu rozrzutu wyników. Wyniki tomografii komputerowej po obróbce HIP nie wykazały obecności defektów przy zastosowanej rozdzielczości badania, natomiast analiza przełomów wskazała na zmianę mechanizmu inicjacji pęknięć z defektowego – inicjowanego w nieciągłościach typu lack-of-fusion – na bardziej zależny od mikrostruktury, co pozostaje zgodne z obserwowaną poprawą własności zmęczeniowych.

Nie można jednak pominąć faktu, że zastosowane warianty obróbki poprocesowej powodowały obniżenie wartości R_m i $R_{0,2}$ przy jednoczesnym wzroście odkształcenia do zerwania; istotnym efektem z punktu widzenia zastosowań było również ograniczenie rozrzutu wyników. Dla Ti-64 po zastosowanej obróbce HIP odkształcenie wzrosło do ok. 14,7% względem ok. 9% w stanie as-built, przy wyraźnie zmniejszonym rozrzucie wyników. Dla Ti-55511 po obróbce HIP wydłużenie wzrosło z ok. 7% do ok. 17%. W konsekwencji dobór wariantu obróbki poprocesowej powinien uwzględniać wymagany kompromis pomiędzy

poziomem właściwości statycznych, a oczekiwany poziom właściwości zmęczeniowych wynikający z założeń projektowych.

Podsumowując, technologia PBF-EB/M umożliwia wytwarzanie elementów ze stopów Ti-64 i Ti-55511 o bardzo korzystnych własnościach statycznych już bezpośrednio w stanie as-built. Natomiast w zastosowaniach wymagających wysokiej odporności na obciążenia cykliczne o przydatności materiału decyduje przede wszystkim obecność i charakter defektów powstających w trakcie procesu oraz możliwość ich eliminacji lub ograniczenia ich wpływu. W badanym zakresie warunków obróbka HIP stanowi etap kluczowy dla uzyskania wysokich i powtarzalnych właściwości zmęczeniowych w elementach wytwarzanych z zastosowaniem technologii PBF-EB/M. Z tego względu dla elementów projektowanych do pracy w warunkach obciążeń cyklicznych obróbkę HIP należy uwzględniać jako integralną część technologii wytwarzania PBF-EB/M.

Bibliografia

- [1] ISO/ASTM. ISO/ASTM 52900:2021. Additive manufacturing — General principles — Fundamentals and vocabulary. Geneva: International Organization for Standardization; 2021.
- [2] Vayre B, Vignat F, Villeneuve F. Designing for additive manufacturing. *Procedia CIRP*. 2012;3:632–7. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2012.07.108>.
- [3] Gibson I, Rosen D, Stucker B. Additive manufacturing technologies: 3D printing, rapid prototyping, and direct digital manufacturing. 2nd ed. New York: Springer; 2015. <https://doi.org/10.1007/978-1-4939-2113-3>.
- [4] Edwards P, O'Connor A, Ramulu M. Electron beam additive manufacturing of titanium components: properties and performance. *J Manuf Sci Eng*. 2013;135(6):061016. <https://doi.org/10.1115/1.4025773>.
- [5] Baumers M, Tuck C, Hague R, Ashcroft I, Wildman R. A comparative study of metallic additive manufacturing power consumption. In: *Proceedings of the 21st Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium*; 2010. p. 278–288.
- [6] Levy GN, Schindel R, Kruth JP. Rapid manufacturing and rapid tooling with layer manufacturing (LM) technologies: state of the art and future perspectives. *CIRP Ann Manuf Technol*. 2003;52(2):589–609. [https://doi.org/10.1016/S0007-8506\(07\)60206-6](https://doi.org/10.1016/S0007-8506(07)60206-6).
- [7] Bartkowiak K, Ullrich S, Frick T, Schmidt M. New developments of laser processing aluminium alloys via additive manufacturing technique. *Phys Procedia*. 2011;12:393–401. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2011.03.050>.
- [8] Brandl E, Heckenberger U, Holzinger V, Buchbinder D. Additively manufactured AlSi10Mg samples using selective laser melting (SLM): microstructure, high-cycle fatigue, and fracture behavior. *Mater Des*. 2012;34:159–169. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.07.067>.
- [9] Gruber K, Smolina I, Dziedzic R, Stopyra W, Karoluk M, Kuźnicka B, et al. Tailoring heat treatment for AlSi7Mg0.6 parts with as-built surface generated by laser powder bed fusion to reduce surface roughness sensitivity. *J Alloys Compd*. 2024;984:173903. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.173903>.
- [10] Vilaro T, Colin C, Bartout JD, Nazé L, Sennour M. Microstructural and mechanical approaches of the selective laser melting process applied to a nickel-base superalloy. *Mater Sci Eng A*. 2012;534:446–451. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.11.092>.
- [11] Chlebus E, Gruber K, Kuźnicka B, Kurzac J, Kurzynowski T. Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting. *Mater Sci Eng A*. 2015;639:647–655. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.05.035>.
- [12] Kurzynowski T, Gruber K, Stopyra W, Kuźnicka B, Chlebus E. Correlation between process parameters, microstructure and properties of 316L stainless steel processed by selective laser melting. *Mater Sci Eng A*. 2018;718:64–73. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.103>.
- [13] Murr LE, Gaytan SM, Ramirez DA, Martinez E, Hernandez J, Amato KN, et al. Metal fabrication by additive manufacturing using laser and electron beam melting technologies. *J Mater Sci Technol*. 2012;28:1–14. [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(12\)60016-4](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(12)60016-4).

- [14] Hrabe N, Quinn T. Effects of processing on microstructure and mechanical properties of a titanium alloy (Ti-6Al-4V) fabricated using electron beam melting (EBM), part 2: energy input, orientation, and location. *Mater Sci Eng A*. 2013;573:271–277. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.02.065>.
- [15] Hrabe N, Gnäupel-Herold T, Quinn T. Fatigue properties of a titanium alloy (Ti-6Al-4V) fabricated via electron beam melting (EBM): effects of internal defects and residual stress. *Int J Fatigue*. 2017;94:202–210. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.04.022>.
- [16] Facchini L, Magalini E, Robotti P, Molinari A. Microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V produced by electron beam melting of pre-alloyed powders. *Rapid Prototyp J*. 2009;15:171–178. <https://doi.org/10.1108/13552540910960262>.
- [17] Leuders S, Thöne M, Riemer A, Niendorf T, Tröster T, Richard HA, et al. On the mechanical behaviour of titanium alloy Ti-6Al-4V manufactured by selective laser melting: fatigue resistance and crack growth performance. *Int J Fatigue*. 2013;48:300–307. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.11.011>.
- [18] Biamino S, Penna A, Ackelid U, Sabbadini S, Tassa O, Fino P, et al. Electron beam melting of Ti-48Al-2Cr-2Nb alloy: microstructure and mechanical properties investigation. *Intermetallics*. 2011;19:776–781. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2010.11.017>.
- [19] Gong X, Anderson T, Chou K. Review on powder-based electron beam additive manufacturing technology. *Manuf Rev*. 2014;1:2. <https://doi.org/10.1051/mfreview/2014001>.
- [20] Boyer RR. An overview on the use of titanium in the aerospace industry. *Mater Sci Eng A*. 1996;213(1–2):103–114. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(96\)10233-1](https://doi.org/10.1016/0921-5093(96)10233-1).
- [21] Herderick E. Additive manufacturing of metals: a review. In: *Materials Science and Technology 2011 Conference and Exhibition*; 2011.
- [22] Qiu C, Adkins NJE, Attallah MM. Microstructure and tensile properties of selectively laser-melted and HIPed laser-melted Ti-6Al-4V. *Mater Sci Eng A*. 2013;578:230–239. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.04.099>.
- [23] Brandl E, Baufeld B, Leyens C, Gault R. Additively manufactured Ti-6Al-4V using welding wire: comparison of laser and arc beam deposition and evaluation with respect to aerospace material specifications. *Phys Procedia*. 2010;5:595–606. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2010.08.087>.
- [24] Santos EC, Shiomi M, Osakada K, Laoui T. Rapid manufacturing of metal components by laser forming. *Int J Mach Tools Manuf*. 2006;46:1459–68. <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2005.09.005>.
- [25] ASTM International. ASTM F1108-14. Standard specification for titanium-6aluminum-4vanadium alloy castings for surgical implants (UNS R56406). West Conshohocken (PA): ASTM International; 2014. <https://doi.org/10.1520/F1108-14>.
- [26] ASTM International. ASTM F136-13(2021)e1. Standard specification for wrought titanium-6aluminum-4vanadium ELI (extra low interstitial) alloy for surgical implant applications (UNS R56401). West Conshohocken (PA): ASTM International; 2021. <https://doi.org/10.1520/F0136-13R21E01>.
- [27] ASTM International. ASTM B348-13. Standard specification for titanium and titanium alloy bars and billets. West Conshohocken (PA): ASTM International; 2013. <https://doi.org/10.1520/B0348-13>.

- [28] Rice RC, Jackson JL, Bakuckas JG, Thompson SR. Metallic materials properties development and standardization (MMPDS). Washington (DC): Federal Aviation Administration; 2003. Report No. DOT/FAA/AR-MMPDS-01.
- [29] Seifi M, Salem A, Beuth J, Harrysson O, Lewandowski JJ. Overview of materials qualification needs for metal additive manufacturing. *JOM*. 2016;68:747–764. <https://doi.org/10.1007/s11837-015-1810-0>.
- [30] The Economist. A third industrial revolution [Internet]. 2012 Apr 21 [cited 2026 Jul 5]. Available from: <https://www.economist.com/leaders/2012/04/21/the-third-industrial-revolution>.
- [31] EOS. What is additive manufacturing? [Internet]. 2023 [cited 2026 Jul 5]. Available from: <https://www.eos.info/en-us/about-us/what-we-do/additive-manufacturing>.
- [32] Hiller JD, Lipson H. STL 2.0: a proposal for a universal multi-material additive manufacturing file format. In: Proceedings of the 20th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium; 2009 Aug 3–5; Austin, TX.
- [33] Wohlers T, Gornet T. History of additive manufacturing. In: Wohlers report 2015. Fort Collins (CO): Wohlers Associates; 2015.
- [34] 3D Insider. A detailed history of 3D printing and 3D printing technologies [Internet]. [cited 2026 Jul 5]. Available from: <https://3dinsider.com/3d-printing-history/>.
- [35] Masters WE. Computer automated manufacturing process and system. United States patent US 4665492. 1987 May 12.
- [36] Hull CW. Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography. United States patent US 4575330. 1986 Mar 11.
- [37] de Pastre MA, Quinsat Y, Lartigue C. Effects of additive manufacturing processes on part defects and properties: a classification review. *Int J Interact Des Manuf*. 2022;16:1471–1496. <https://doi.org/10.1007/s12008-022-00839-8>.
- [38] Gao W, Zhang Y, Ramanujan D, Ramani K, Chen Y, Williams CB, et al. The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering. *Comput Aided Des*. 2015;69:65–89. <https://doi.org/10.1016/j.cad.2015.04.001>.
- [39] Gebhardt A, Hötter JS. Machines for rapid prototyping, direct tooling, and direct manufacturing. In: Additive manufacturing: 3D printing for prototyping and manufacturing. Munich: Carl Hanser Verlag; 2016. p. 93–290. <https://doi.org/10.3139/9781569905838.003>.
- [40] Arcam AB. EBM hardware [Internet]. 2015. Available from: <http://www.arcam.com/technology/electron-beam-melting/hardware/>.
- [41] Arcam AB. EBM materials [Internet]. Available from: <http://www.arcam.com/technology/ebm-materials.aspx>.
- [42] Arcam AB. Arcam A1: The future in implant manufacturing [Internet]. Mölndal: Arcam AB; 2010. Available from: <http://www.arcam.com/wp-content/uploads/Arcam-A1.pdf>.
- [43] Arcam EBM. Welcome to manufacturing unbound [Internet]. Mölndal: Arcam AB; 2017. 20 p. Available from: <http://www.arcam.com/wp-content/uploads/arcamebm-corp-brochure-fnlv3.pdf>.
- [44] Heini P, Rottmair A, Körner C, Singer RF. Cellular titanium by selective electron beam melting. *Adv Eng Mater*. 2007;9:360–364. <https://doi.org/10.1002/adem.200700025>.

- [45] Rafi HK, Karthik NV, Gong H, Starr TL, Stucker BE. Microstructures and mechanical properties of Ti-6Al-4V parts fabricated by selective laser melting and electron beam melting. *J Mater Eng Perform.* 2013;22:3872–3883. <https://doi.org/10.1007/s11665-013-0658-0>.
- [46] Cormier D, Harrysson O, West H. Characterization of H13 steel produced via electron beam melting. *Rapid Prototyp J.* 2004;10:35–41. <https://doi.org/10.1108/13552540410512516>.
- [47] GE Additive. Inside electron beam melting [Internet]. GE Additive; 2019. Available from: https://go.additive.ge.com/rs/706-JIU-273/images/GE%20Additive_EBM_White%20paper_FINAL.pdf.
- [48] Sames WJ, List FA, Pannala S, Dehoff RR, Babu SS. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing. *Int Mater Rev.* 2016;61:315–360. <https://doi.org/10.1080/09506608.2015.1116649>.
- [49] Tammas-Williams S, Zhao H, Léonard F, Derguti F, Todd I, Prangnell PB. XCT analysis of the influence of melt strategies on defect population in Ti-6Al-4V components manufactured by selective electron beam melting. *Mater Charact.* 2015;102:47–61. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.02.008>.
- [50] Grasso M, Colosimo BM. Process defects and in situ monitoring methods in metal powder bed fusion: a review. *Meas Sci Technol.* 2017;28:044005. <https://doi.org/10.1088/1361-6501/aa5c4f>.
- [51] Gong H, Rafi K, Gu H, Janaki Ram GD, Starr T, Stucker B. Influence of defects on mechanical properties of Ti-6Al-4V components produced by selective laser melting and electron beam melting. *Mater Des.* 2015;86:545–554. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.07.147>.
- [52] Karoluk M, Kobiela K, Madeja M, Dziedzic R, Ziółkowski G, Kurzynowski T. The effect of postprocessing on the fatigue properties of Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe produced using electron beam melting. *Materials.* 2023;16:1201. <https://doi.org/10.3390/ma16031201>.
- [53] Zäh MF, Lutzmann S. Modelling and simulation of electron beam melting. *Prod Eng.* 2010;4:15–23. <https://doi.org/10.1007/s11740-009-0197-6>.
- [54] Mahale TR. Electron beam melting of advanced materials and structures [doctoral dissertation]. Raleigh (NC): North Carolina State University; 2009.
- [55] Cordero ZC, Meyer HM, Nandwana P, Dehoff RR. Powder bed charging during electron-beam additive manufacturing. *Acta Mater.* 2017;124:437–445. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.11.012>.
- [56] Zäh MF, Kahnert M. The effect of scanning strategies on electron beam sintering. *Prod Eng.* 2009;3:217–224. <https://doi.org/10.1007/s11740-009-0157-1>.
- [57] Lütjering G, Williams JC. *Titanium*. 2nd ed. Berlin, Heidelberg: Springer; 2007. <https://doi.org/10.1007/978-3-540-73036-1>.
- [58] Marciniak J. *Biomateriały*. Gliwice: Wydawnictwo Politechniki Śląskiej; 2002.
- [59] Melechow R, Tubielewicz K, Błaszczuk W. *Tytan i jego stopy*. Częstochowa: Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej; 2004.
- [60] Zhou YL, Luo DM. Corrosion behavior of Ti-Mo alloys cold rolled and heat treated. *J Alloys Compd.* 2011;509:6267–6272. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.03.045>.
- [61] Boyer RR, Briggs RD. The use of β titanium alloys in the aerospace industry. *J Mater Eng Perform.* 2005;14(6):681–685. <https://doi.org/10.1361/105994905X75448>.
- [62] Bylica A, Sieniawski J. *Tytan i jego stopy*. Warszawa: Państwowe Wydawnictwo Naukowe; 1985.

- [63] Leyens C, Peters M, editors. Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications. Weinheim: Wiley-VCH; 2003. <https://doi.org/10.1002/3527602119>.
- [64] Walter JL, Jackson MR, Sims CT, editors. Alloying. Materials Park (OH): ASM International; 1988.
- [65] Donachie MJ. Titanium: a technical guide. 2nd ed. Materials Park (OH): ASM International; 2000. <https://doi.org/10.31399/asm.tb.ttg2.9781627082693>.
- [66] ASTM International. ASTM F2924-14(2021). Standard specification for additive manufacturing titanium-6 aluminum-4 vanadium with powder bed fusion. West Conshohocken (PA): ASTM International; 2021. <https://doi.org/10.1520/F2924-14R21>.
- [67] Ahmed T, Rack HJ. Phase transformations during cooling in $\alpha+\beta$ titanium alloys. Mater Sci Eng A. 1998;243:206–211. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00802-2](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00802-2).
- [68] Nalla RK, Ritchie RO, Boyce BL, Campbell JP, Peters JO. Influence of microstructure on high-cycle fatigue of Ti-6Al-4V: bimodal vs. lamellar structures. Metall Mater Trans A. 2002;33:899–918. <https://doi.org/10.1007/s11661-002-0160-z>.
- [69] Safdar A, Wei LY, Snis A, Lai Z. Evaluation of microstructural development in electron beam melted Ti-6Al-4V. Mater Charact. 2012;65:8–15. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2011.12.008>.
- [70] Juechter V, Scharowsky T, Singer RF, Körner C. Processing window and evaporation phenomena for Ti-6Al-4V produced by selective electron beam melting. Acta Mater. 2014;76:252–258. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.05.037>.
- [71] Williams JC, Belov AF, editors. Titanium and titanium alloys: scientific and technological aspects. Vol. 3. New York: Plenum Press; 1982. <https://doi.org/10.1007/978-1-4757-1758-7>.
- [72] GOST 19807-91. Titanium and wrought titanium alloys: grades. Moscow: USSR State Committee for Standards; 1991.
- [73] Kolachev BA, Livanov VA, Elagin VI. Metallovedeniye i termicheskaya obrabotka tsvetnykh metallov i splavov [Metallurgy and heat treatment of nonferrous metals and alloys]. Moscow; 1972.
- [74] Kar SK, Ghosh A, Fulzele N, Bhattacharjee A. Quantitative microstructural characterization of a near-beta Ti alloy, Ti-5553, under different processing conditions. Mater Charact. 2013;81:37–48. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.03.016>.
- [75] Clément N, Lenain A, Jacques PJ. Mechanical property optimization via microstructural control of new metastable beta titanium alloys. JOM. 2007;59:50–53. <https://doi.org/10.1007/s11837-007-0010-y>.
- [76] Ghosh A, Sivaprasad S, Bhattacharjee A, Kar S. Microstructure–fracture toughness correlation in an aircraft structural component alloy Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr. Mater Sci Eng A. 2013;568:61–67. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.01.017>.
- [77] Bartus SD. Evaluation of titanium-5Al-5Mo-5V-3Cr (Ti-5553) alloy against fragment and armor-piercing projectiles. Aberdeen Proving Ground (MD): U.S. Army Research Laboratory; 2009.
- [78] Kurzynowski T, Madeja M, Dziedzic R, Kobiela K. The effect of EBM process parameters on porosity and microstructure of Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe alloy. Scanning. 2019;2019:2903920. <https://doi.org/10.1155/2019/2903920>.
- [79] Wyrzykowski JW, Pleszakow E, Sieniawski J. Odkształcanie i pękanie metali. Warszawa: WNT; 1999.

- [80] Kocańda S, Szala J. Podstawy obliczeń zmęczeniowych. 3rd ed., revised. Warszawa: Wydawnictwo Naukowe PWN; 1997.
- [81] Schijve J. Fatigue of structures and materials. 2nd ed. Dordrecht: Springer; 2009.
<https://doi.org/10.1007/978-1-4020-6808-9>.
- [82] PN-H-04325:1976. Badanie metali na zmęczenie — Pojęcia podstawowe i ogólne wytyczne przygotowania próbek oraz przeprowadzania prób. Warszawa: Polski Komitet Normalizacyjny; 1976.
- [83] Eylon D, Strobe B. Fatigue crack initiation in Ti-6 wt% Al-4 wt% V castings. *J Mater Sci*. 1979;14:345–353. <https://doi.org/10.1007/BF00589825>.
- [84] Lin CW, Ju CP, Chern Lin JH. A comparison of the fatigue behavior of cast Ti-7.5Mo with c.p. titanium, Ti-6Al-4V and Ti-13Nb-13Zr alloys. *Biomaterials*. 2005;26:2899–2907.
<https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2004.09.007>.
- [85] Eylon D. Fatigue crack initiation in hot isostatically pressed Ti-6Al-4V castings. *J Mater Sci*. 1979;14(8):1914–1922. <https://doi.org/10.1007/BF00551032>.
- [86] Golden PJ, John R, Porter WJ. Investigation of variability in fatigue crack nucleation and propagation in $\alpha+\beta$ Ti-6Al-4V. *Procedia Eng*. 2010;2:1839–1847.
<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2010.03.198>.
- [87] Mower TM. Degradation of titanium Ti-6Al-4V fatigue strength due to electrical discharge machining. *Int J Fatigue*. 2014;64:84–96. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2014.02.018>.
- [88] Bettaieb MB, Lenain A, Habraken AM. Static and fatigue characterization of the Ti-5553 titanium alloy. *Fatigue Fract Eng Mater Struct*. 2013;36:401–415. <https://doi.org/10.1111/ffe.12011>.
- [89] Wu GQ, Shi CL, Sha W, Sha AX, Jiang HR. Microstructure and high-cycle fatigue fracture surface of a Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe titanium alloy. *Mater Sci Eng A*. 2013;575:111–118.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.03.047>.
- [90] Luo H, Yuan W, Xiang W, Deng H, Yin H, Chen L, et al. High-cycle fatigue behavior and corresponding microscale deformation mechanisms of metastable Ti-55511 alloy with a basket-weave microstructure. *Materials*. 2022;15:7144. <https://doi.org/10.3390/ma15207144>.
- [91] Léopold G, Nadot Y, Billaudeau T, Mendez J. Influence of artificial and casting defects on fatigue strength of moulded components in Ti-6Al-4V alloy. *Fatigue Fract Eng Mater Struct*. 2015;38:1026–1041. <https://doi.org/10.1111/ffe.12326>.
- [92] Bantounas I, Dye D, Lindley TC. The role of microtexture on the faceted fracture morphology in Ti-6Al-4V subjected to high-cycle fatigue. *Acta Mater*. 2010;58:3908–3918.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.03.036>.
- [93] Yu H, Li F, Wang Z, Zeng X. Fatigue performances of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy: influence of surface finishing, hot isostatic pressing and heat treatments. *Int J Fatigue*. 2019;120:175–183. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.11.019>.
- [94] Benedetti M, Fontanari V, Bandini M, Zanini F, Carmignato S. Low- and high-cycle fatigue resistance of Ti-6Al-4V ELI additively manufactured via selective laser melting: mean stress and defect sensitivity. *Int J Fatigue*. 2018;107:96–109. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.10.021>.
- [95] Kasperovich G, Haubrich J, Gussone J, Requena G. Correlation between porosity and processing parameters in Ti-6Al-4V produced by selective laser melting. *Mater Des*. 2016;105:160–170.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.05.070>.

- [96] Greitemeier D, Palm F, Syassen F, Melz T. Fatigue performance of additively manufactured Ti-6Al-4V using electron and laser beam melting. *Int J Fatigue*. 2017;94:211–217. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.05.001>.
- [97] Tammas-Williams S, Withers PJ, Todd I, Prangnell PB. The influence of porosity on fatigue crack initiation in additively manufactured titanium components. *Sci Rep*. 2017;7:7308. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-06504-5>.
- [98] Madeja M, Dziedzic R. Microstructural evolution and mechanical properties of Ti-55511 alloy produced by electron beam melting: role of volume energy density and beam speed. *Int J Adv Manuf Technol*. 2026;143:6237–6252. <https://doi.org/10.1007/s00170-026-17707-4>.
- [99] Charkaluk E, Chastand V. Fatigue of additive manufacturing specimens: a comparison with casting processes. In: *Proceedings of the 18th International Conference on Experimental Mechanics*. Basel: MDPI; 2018. p. 474. <https://doi.org/10.3390/ICEM18-05352>.
- [100] Yasin MS, Soltani-Tehrani A, Shao S, Haghshenas M, Shamsaei N. A comparative study on fatigue performance of various additively manufactured titanium alloys. *Procedia Struct Integr*. 2022;38:519–525. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2022.03.052>.
- [101] Zhao X, Li S, Zhang M, Liu Y, Sercombe TB, Wang S, et al. Comparison of the microstructures and mechanical properties of Ti-6Al-4V fabricated by selective laser melting and electron beam melting. *Mater Des*. 2016;95:21–31. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.12.135>.
- [102] Beretta S, Romano S. A comparison of fatigue strength sensitivity to defects for materials manufactured by AM or traditional processes. *Int J Fatigue*. 2017;94:178–191. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.06.020>.
- [103] Ganor YI, Tiferet E, Vogel SC, Brown DW, Chonin M, Pesach A, et al. Tailoring microstructure and mechanical properties of additively manufactured Ti-6Al-4V using post-processing. *Materials*. 2021;14:658. <https://doi.org/10.3390/ma14030658>.
- [104] Atkinson HV, Davies S. Fundamental aspects of hot isostatic pressing: an overview. *Metall Mater Trans A*. 2000;31:2981–3000. <https://doi.org/10.1007/s11661-000-0078-2>.
- [105] Boyer CB. Historical review of HIP equipment. In: Koizumi M, editor. *Hot isostatic pressing—Theory and applications: proceedings of the Third International Conference; 1991 Jun 10–14; Osaka, Japan*. Dordrecht: Springer; 1992. p. 465–510. https://doi.org/10.1007/978-94-011-2900-8_68.
- [106] Waldron MB, Daniell BL. *Sintering*. London: Heyden & Son; 1978.
- [107] Li S, Li S, Liu H, Liu L, Pan D, Wang S, et al. Microstructure and mechanical properties of large Ti-6Al-4V components by electron beam powder bed fusion. *Mater Sci Eng A*. 2024;913:147023. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.147023>.
- [108] Nicoletto G, Konečná R, Frkáň M, Riva E. Surface roughness and directional fatigue behavior of as-built EBM and DMLS Ti-6Al-4V. *Int J Fatigue*. 2018;116:140–148. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.06.011>.
- [109] Zhai Y, Galarraga H, Lados DA. Microstructure evolution, tensile properties, and fatigue damage mechanisms in Ti-6Al-4V alloys fabricated by two additive manufacturing techniques. *Procedia Eng*. 2015;114:658–666. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2015.08.007>.

- [110] Derimow N, Benzing JT, Joress H, McDannald A, Lu P, DelRio FW, et al. Microstructure and mechanical properties of laser powder bed fusion Ti-6Al-4V after HIP treatments with varied temperatures and cooling rates. *Mater Des.* 2024;247:113388. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2024.113388>.
- [111] Li D, Huang H, Chen C, Liu S, Liu X, Zhang X, et al. Additive manufacturing of high-strength near- β titanium alloy Ti-55511 by engineering nanoscale secondary α laths via in situ heat treatment. *Mater Sci Eng A.* 2021;814:141245. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141245>.
- [112] Liu YJ, Li SJ, Wang HL, Hou WT, Hao YL, Yang R, et al. Microstructure, defects and mechanical behavior of beta-type titanium porous structures manufactured by electron beam melting and selective laser melting. *Acta Mater.* 2016;113:56–67. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.04.029>.
- [113] ASTM International. ASTM E2019-03(2019). Standard test method for minimum ignition energy of a dust cloud in air. West Conshohocken (PA): ASTM International; 2019.
- [114] IEC 61241-2-3:1994. Electrical apparatus for use in the presence of combustible dust—Part 2: test methods—Section 3: method for determining minimum ignition energy of dust/air mixtures. Geneva: International Electrotechnical Commission; 1994.
- [115] ISO 13320:2020. Particle size analysis—Laser diffraction methods. Geneva: International Organization for Standardization; 2020.
- [116] PN-EN ISO 3923-1:2010. Proszki metaliczne — Oznaczanie gęstości nasypowej — Część 1: metoda z zastosowaniem lejka. Warszawa: Polski Komitet Normalizacyjny; 2010.
- [117] PN-EN ISO 3953:2011. Proszki metaliczne — Oznaczanie gęstości nasypowej z usadem. Warszawa: Polski Komitet Normalizacyjny; 2011.
- [118] Cain J. Flowability testing—An alternative technique for determining ANSI/CEMA Standard 550 flowability ratings for granular materials. *Powder Handl Process.* 2002;14:218–220.

Streszczenie

Rozprawa doktorska dotyczy kształtowania własności zmęczeniowych dwufazowych stopów tytanu Ti-6Al-4V (Ti-64) oraz Ti-5Al-5V-5Mo-1Cr-1Fe (Ti-55511) wytwarzanych technologią Powder Bed Fusion – Electron Beam/Metal (PBF-EB/M) poprzez dobór warunków procesu oraz obróbki poprocesowej. Tematyka pracy wpisuje się w rozwój technologii przyrostowych dla materiałów przeznaczonych do pracy w warunkach obciążeń cyklicznych. Stopy tytanu, ze względu na korzystny stosunek wytrzymałości do masy, odporność korozyjną oraz znaczenie w zastosowaniach lotniczych, stanowią istotną grupę materiałów w tym obszarze. Ich zastosowanie wymaga jednak nie tylko uzyskania odpowiedniej geometrii i korzystnych własności statycznych, lecz także zapewnienia odpowiednich własności zmęczeniowych.

Celem pracy było opracowanie i optymalizacja procesu wytwarzania dwufazowych stopów tytanu technologią PBF-EB/M oraz określenie wpływu obróbki poprocesowej na ich własności mechaniczne, ze szczególnym uwzględnieniem własności zmęczeniowych. Zakres badań obejmował pełną ścieżkę procesu wytwarzania: od charakterystyki proszków Ti-64 i Ti-55511, przez dobór parametrów procesu wytwarzania, po ocenę stanu materiału w stanie as-built oraz po wybranych wariantach obróbki cieplnej i obróbki HIP.

W pierwszej części pracy oceniono następujące właściwości proszków: skład chemiczny, morfologię, rozkład wielkości cząstek oraz cechy istotne dla stabilnego procesu PBF-EB/M. Następnie dobrano warunki procesu wytwarzania, poprzez wstępną analizę wpływu parametrów procesu na porowatość, występowanie defektów technologicznych i materiałowych oraz jakość odwzorowania geometrii próbek. Wykazano, że dobór parametrów procesu nie może być oparty wyłącznie na minimalizacji porowatości, ponieważ konieczne jest jednocześnie zachowanie stabilności procesu i poprawności geometrycznej wytwarzanych próbek.

W dalszej części rozprawy wykonano charakterystykę materiałową i mechaniczną badanych stopów. Obejmowała ona analizę porowatości z wykorzystaniem CT, obserwacje mikrostruktury, analizę składu fazowego, pomiary twardości, statyczne próby rozciągania, badania zmęczeniowe oraz analizę fraktograficzną przełomów. Wyniki wykazały, że korzystne właściwości statyczne oraz niski udział porowatości nie są wystarczające do jednoznacznej

oceny zachowania materiału w warunkach obciążeń cyklicznych. Kluczowe znaczenie miały lokalne defekty technologiczne, zwłaszcza płaskie nieciągłości typu lack-of-fusion, które stanowiły miejsca inicjacji pęknięć zmęczeniowych.

Zastosowane warianty obróbki poprocesowej pozwoliły określić ich wpływ na mikrostrukturę, własności mechaniczne i mechanizm inicjacji pęknięć. Wykazano, że skuteczność poprawy własności zmęczeniowych zależy od parametrów obróbki oraz od charakteru defektów obecnych po procesie PBF-EB/M. Odpowiednio dobrane i zweryfikowane warianty obróbki poprocesowej ograniczały wpływ krytycznych nieciągłości, zmniejszyły rozrzut wyników i prowadziły do zmiany charakteru inicjacji pęknięcia.

Uzyskane wyniki potwierdzają, że własności zmęczeniowe stopów Ti-64 i Ti-55511 wytwarzanych metodą PBF-EB/M mogą być kształtowane poprzez staranną selekcję eksperymentalnych parametrów procesu oraz obróbki poprocesowej. Wykazano jednocześnie, że o zachowaniu materiału w warunkach obciążeń cyklicznych nie decyduje wyłącznie niski udział porowatości i poziom właściwości statycznych, lecz także charakter lokalnych defektów technologicznych, w szczególności nieciągłości typu lack-of-fusion, oraz skuteczność obróbki poprocesowej w ograniczaniu ich wpływu na inicjację pęknięć zmęczeniowych.

Osiągnięte wyniki potwierdziły założenia badawcze, co pozwoliło opracować zalecenia doboru parametrów technologicznych procesu zapewniające wzrost odporności zmęczeniowej stopów tytanu Ti-6Al-4V (Ti-64) oraz Ti-5Al-5V-5Mo-1Cr-1Fe (Ti-55511) odpowiednio o 120% i 50%.

Abstract

This doctoral dissertation concerns the tailoring of the fatigue properties of the two-phase titanium alloys Ti-6Al-4V (Ti-64) and Ti-5Al-5V-5Mo-1Cr-1Fe (Ti-55511), produced by Powder Bed Fusion–Electron Beam/Metal (PBF-EB/M), through the selection of process conditions and post-processing treatments. The topic is related to the development of additive manufacturing technologies for materials intended for use under cyclic loading. Due to their high strength-to-weight ratio, corrosion resistance and importance in aerospace applications, titanium alloys are an important group of materials in this field. However, their use requires not only suitable geometry and good static mechanical properties, but also suitable fatigue properties.

The aim of the study was to develop and optimise the PBF-EB/M manufacturing process for two-phase titanium alloys and to determine the influence of post-processing on their mechanical properties, with particular emphasis on fatigue properties. The research covered the full manufacturing route, from the characterisation of Ti-64 and Ti-55511 powders, through the selection of process parameters, to the assessment of the material in the as-built condition and after selected heat-treatment and hot isostatic pressing (HIP) variants.

In the first part of the study, the powders were characterised in terms of chemical composition, particle morphology, particle size distribution and features important for stable PBF-EB/M processing. The manufacturing conditions were then selected based on a preliminary analysis of the influence of process parameters on porosity, the formation of process-related and material defects, and the geometrical accuracy of the samples. The results showed that process parameter selection cannot be based only on minimising porosity, as process stability and the geometrical accuracy of the manufactured samples must also be maintained.

The next part of the dissertation involved the material and mechanical characterisation of the investigated alloys. This included CT-based porosity analysis, microstructural observations, phase composition analysis, hardness measurements, static tensile tests, fatigue tests and fractographic analysis of the fracture surfaces. The results showed that good static properties and low porosity were not sufficient for a clear assessment of material behaviour

under cyclic loading. Local process-induced defects, particularly planar lack-of-fusion defects, were of key importance because they acted as fatigue crack initiation sites.

The applied post-processing variants made it possible to determine their influence on the microstructure, mechanical properties and crack initiation mechanism. The improvement in fatigue properties depended on the treatment parameters and on the type of defects remaining after the PBF-EB/M process. Appropriately selected and verified post-processing variants reduced the influence of critical discontinuities, decreased the scatter of the results and changed the character of crack initiation.

The results confirm that the fatigue properties of Ti-64 and Ti-55511 alloys produced by PBF-EB/M can be tailored through the careful selection of experimentally verified process parameters and post-processing treatments. It was also shown that material behaviour under cyclic loading is determined not only by low porosity and the level of static mechanical properties, but also by the type of local process-induced defects, particularly lack-of-fusion defects, and by the effectiveness of post-processing in limiting their influence on fatigue crack initiation.

The obtained results confirmed the research assumptions and made it possible to develop recommendations for the selection of process and post-processing parameters, leading to an increase in the fatigue resistance of Ti-6Al-4V (Ti-64) and Ti-5Al-5V-5Mo-1Cr-1Fe (Ti-55511) by 120% and 50%, respectively.

Spis rysunków

Rysunek 1. Ramowy plan pracy	7
Rysunek 2. Etapy projektowania, przygotowania i realizacji procesu wytwarzania przyrostowego [31]	9
Rysunek 3. Przykładowe elementy metalowe wytworzone technologiami PBF-L/M oraz PBF-EB/M []	13
Rysunek 4. Schemat budowy systemu EBM, przedstawiający kolumnę wiązki elektronowej z katodą. Opracowanie na podstawie [45].	15
Rysunek 5. Przykład defektów po procesie PBF-EB. Strzałki: czerwone—pory gazowe.	16
Rysunek 6. Przykład defektu typu „lack of fusion”	17
Rysunek 7. Przykład zjawiska typu „balling” na powierzchni próbek, w procesie PBF-EB/M [53].	17
Rysunek 8. Przykład efektu schodkowego na powierzchni bocznej	18
Rysunek 9. Poklatkowy przykład zjawiska typu „smoking” dla jednej z warstw w procesie PBF-EB/M [56].	18
Rysunek 10. Odmiany alotropowe tytanu, a) odmiana α , b) odmiana β [63]	20
Rysunek 11. Wpływ zawartości dodatków stopowych na wytrzymałość na rozciąganie tytanu, opracowanie na podstawie [65]	21
Rysunek 12. Kierunki zmian własności stopów tytanu w zależności od struktury stopu tytanu, opracowanie na podstawie [65]	22
Rysunek 13. Wpływ składu fazowego na wytrzymałość stopów tytanu [62].	22
Rysunek 14. Przykłady mikrostruktur obserwowanych w stopie Ti-6Al-4V: a) równoosiowa [63], b) dwufazowa [68], c) lamelarna [68].	24
Rysunek 15. Mikrostruktura Ti-64 w stanie wytworzenia po procesie PBF-EB/M: a) kolumnowe granice pierwotnej fazy β (zaznaczone na czerwono; mikroskopia świetlna, b) widoczna faza α na granicach i w obrębie byłej fazy β ; SEM	25
Rysunek 16. Zestawienie krzywych temperaturowych obrazujących przebieg obróbki cieplnej BASCA oraz procesu PBF-EB/M. Opracowanie na podstawie [78]	27
Rysunek 17. Schemat wybranych cykli naprężeń: a) sinusoidalne, b) – f) dowolnie okresowo zmienne [79].	29
Rysunek 18. Rodzaje cykli naprężeń obciążenia regularnego; 1 – cykl jednostronny (ujemny), 2 – odzerowo tętniący (ujemny), 3 – dwustronny ($\sigma_{\max} < \sigma_{\min} $), 4 – wahadłowy (symetryczny), 5 – dwustronny ($\sigma_{\max} > \sigma_{\min} $), 6 – odzerowo tętniący (dodatni), 7 – jednostronny (dodatni) [79].	30
Rysunek 19. Uproszczony wykres zmęzeniowy Wöhlera. Schemat krzywej zmęzeniowej w warunkach stałego naprężenia. [3].	31
Rysunek 20. Wpływ rodzaju porowatości na skuteczność procesu HIP, opracowanie na podstawie [101]	38
Rysunek 21. Minimalna energia zapłonu (MIE) dla proszku Ti-64 oraz Ti-55511. Linia kreskowa określa minimalną bezpieczną wartość MIE dla procesu PBF-EB/M.	42
Rysunek 22. Proszek stopów tytanu wykorzystywany do badań; a), b) proszek stopu Ti-64; c), d) proszek stopu Ti-55511.	44
Rysunek 23. Analiza rozkładu wielkości frakcji proszku Ti-64 oraz Ti-55511.	45
Rysunek 24. Zestawienie wyznaczonych wartości gęstości nasypowej luźnego proszku oraz gęstości nasypowej z usadem proszku ze stopów Ti-64 oraz Ti-55511 z gęstością litego materiału.	47
Rysunek 25. Wyznaczone wskaźniki sytkości: współczynnik Hausnera oraz indeks Carra. Linia kreskowa określa doskonałą sytkość proszku [113].	48

Rysunek 26. Widok powierzchni górnej próbek dla $E_{obj} = 53 \text{ J/mm}^3$, a) Ti-64 (nr serii 2.6), b) Ti-55511 (nr serii 2.6).....	54
Rysunek 27. Widok powierzchni górnej próbek wytworzonych z parametrami wytypowanymi do wytworzenia wyrobów objętościowych, a) Ti-64, $E_{obj} = 40 \text{ J/mm}^3$ (nr serii 2.3), b) Ti-55511, $E_{obj} = 27 \text{ J/mm}^3$ (nr serii 2.4).	55
Rysunek 28. Orientacja próbek względem platformy: pozioma (H), ukośna (45°), pionowa (V).....	57
Rysunek 29. Próbkki do badań mechanicznych po rekonstrukcji CT w stanie „as-built”, wytworzone w trzech kierunkach.	57
Rysunek 30. Układ próbek na platformie procesowej PBF-EB/M: a) zdjęcie próbek na platformie, b) numeracja próbek do badań, kolorem szarym zaznaczono próbki na których została przeprowadzona rekonstrukcja metodą CT.....	59
Rysunek 31. Region zainteresowania (ROI) przy wyznaczaniu porowatości: a) obszar pomiarowy próbki, b) objętość dla której określono porowatość.....	59
Rysunek 32. Rozkład porowatości oraz procentowy udział porów w próbkach Ti-64 na trzech platformach procesowych PBF-EB/M.....	60
Rysunek 33. Rozkład porowatości oraz procentowy udział porów w próbkach Ti-55511 na dwóch platformach procesowych PBF-EB/M.....	61
Rysunek 34. Rekonstrukcja CT porowatości próbek ze stopu Ti-55511 w stanie as-built oraz po obróbce HIP: a) próbka zgodna z ASTM E8/E8M, b) próbka zgodna z ASTM E466.....	62
Rysunek 35. Mikrostruktura stopu Ti-64 w stanie as-built; SEM.....	66
Rysunek 36. Mikrostruktura stopu Ti-64 po obróbce OC / 920 / - / 2; SEM.....	67
Rysunek 37. Mikrostruktura stopu Ti-64 po obróbce HIP / 920 / 150 / 2; SEM.....	67
Rysunek 38. Mikrostruktura stopu Ti-64 po obróbce HIP / 820 / 150 / 2; SEM.....	68
Rysunek 39. Mikrostruktura stopu Ti-55511: (a) stan as-built, (b) po obróbce HIP / 820 / 150 / 2; SEM.....	68
Rysunek 40. Dyfraktogram próbek Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbce HIP.....	70
Rysunek 41. Dyfraktogram próbek Ti-55511 w stanie as-built oraz po obróbce HIP.	70
Rysunek 42. Profil twardości HV1 wzdłuż kierunku wytwarzania dla stopów Ti-64 i Ti-55511 w stanie wytworzenia (as-built).....	72
Rysunek 43. Zestawienie twardości HV1 stopów Ti-64 i Ti-55511 w stanie as-built oraz po obróbkach poprocesowych.....	73
Rysunek 44. Geometria próbek do statycznej próby rozciągania zgodnie z normą ASTM E8.	74
Rysunek 45. Orientacja próbek względem platformy: pozioma (H), ukośna (45°), pionowa (V).....	75
Rysunek 46. Wyniki statycznej próby rozciągania próbek Ti-64 w stanie as-built, wytworzonych w trzech orientacjach: (a) R_m , (b) $R_{0,2}$, (c) ϵ_f , (d) moduł Younga.....	76
Rysunek 47. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie as-built po statycznej próbie rozciągania, wytwarzanej w kierunku poziomym (H); SEM.....	78
Rysunek 48. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie as-built po statycznej próbie rozciągania, wytwarzanej w kierunku 45° ; SEM.....	79
Rysunek 49. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie as-built po statycznej próbie rozciągania, wytwarzanej w kierunku pionowym (V); SEM.	80
Rysunek 50. Wyniki statycznej próby rozciągania próbek Ti-55511 w stanie as-built, wytworzonych w trzech orientacjach: (a) R_m , (b) $R_{0,2}$, (c) ϵ_f , (d) moduł Younga.....	82
Rysunek 51. Powierzchnia przełomu próbki Ti-55511 w stanie as-built po statycznej próbie rozciągania, wytwarzanej w kierunku poziomym (H); SEM.....	84

Rysunek 52. Powierzchnia przełomu próbki Ti-55511 w stanie as-built po statycznej próbie rozciągania, wytwarzanej w kierunku 45°; SEM.....	85
Rysunek 53. Powierzchnia przełomu próbki Ti-55511 w stanie as-built po statycznej próbie rozciągania, wytwarzanej w kierunku pionowym (V); SEM.	86
Rysunek 54. Wpływ orientacji wytwarzania na anizotropię w próbie rozciągania elementów Ti-6Al-4V: (a) kolumnowe ziarna β wydłużone wzdłuż kierunku wytwarzania (zaznaczone na czerwono), (b) rozciąganie próbek wytwarzanych poziomo – obciążenie działa na krótkie osie ziaren β oraz granice α , (c) rozciąganie próbek wytwarzanych pionowo – siła rozciągająca jest skierowana wzdłuż długich osi ziaren β	86
Rysunek 55. Wyniki statycznej próby rozciągania próbek Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbkach poprocesowych: (a) R_m , (b) $R_{0,2}$, (c) ϵ_f , (d) moduł Younga.	88
Rysunek 56. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 po statycznej próbie rozciągania, w stanie HIP 920/150/2, wytwarzanej w kierunku pionowym (V); SEM.	92
Rysunek 57. Wyniki statycznej próby rozciągania próbek Ti-55511 w stanie as-built oraz po obróbce HIP / 820 / 150 / 2: (a) R_m , (b) $R_{0,2}$, (c) ϵ_f , (d) moduł Younga.....	93
Rysunek 58. Powierzchnia przełomu próbki Ti-55511 po statycznej próbie rozciągania, w stanie HIP 820/150/2, wytwarzanej w kierunku pionowym (V); SEM.	95
Rysunek 59. Próbkki do badań zmęczeniowych: (a) geometria zgodna z ASTM E466, (b) platforma robocza z wytworzonymi próbkami.	97
Rysunek 60. Krzywa Wöhlera (S–N) stopu Ti-64 w stanie as-built: zależność σ_{max} od liczby cykli N.....	98
Rysunek 61. Krzywe Wöhlera (S–N) stopu Ti-64 w stanie as-built oraz materiału walcowanego i kutego: zależność σ_{max} od liczby cykli N.	99
Rysunek 62. Krzywe Wöhlera (S–N) stopu Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbce OC 920/ - / 2: zależność σ_{max} od liczby cykli N.	100
Rysunek 63. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie as-built po obciążeniu cyklicznym: (a) powierzchnia przełomu, (b) miejsce inicjacji pęknięcia; SEM.	101
Rysunek 64. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie OC / 920 / - / 2 po obciążeniu cyklicznym: (a) powierzchnia przełomu, (b) miejsce inicjacji pęknięcia; SEM.....	101
Rysunek 65. Krzywe Wöhlera (S–N) stopu Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbce HIP 920/100/2: zależność σ_{max} od liczby cykli N.	103
Rysunek 66. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie HIP / 920 / 100 / 2 po obciążeniu cyklicznym: (a) powierzchnia przełomu, (b) miejsce inicjacji pęknięcia; SEM.	103
Rysunek 67. Krzywe Wöhlera (S–N) stopu Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbce HIP 920/150/2: zależność σ_{max} od liczby cykli N.....	104
Rysunek 68. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie HIP / 920 / 150 / 2 po obciążeniu cyklicznym: (a) powierzchnia przełomu, (b) miejsce inicjacji pęknięcia; SEM.	105
Rysunek 69. Krzywe Wöhlera (S–N) stopu Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbce HIP 820/150/2: zależność σ_{max} od liczby cykli N.....	106
Rysunek 70. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie HIP / 820 / 150 / 2 po obciążeniu cyklicznym: (a) powierzchnia przełomu, (b) miejsce inicjacji pęknięcia; SEM.	107
Rysunek 71. Krzywe Wöhlera (S–N) stopu Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbkach poprocesowych: zależność σ_{max} od liczby cykli N.....	108
Rysunek 72. Krzywe Wöhlera (S–N) stopu Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbce HIP 820/150/2: zależność σ_{max} od liczby cykli N.	109

Rysunek 73. Powierzchnia przełomu próbki Ti-55511 w stanie as-built po obciążeniu cyklicznym: (a) powierzchnia przełomu, (b) miejsce inicjacji pęknięcia; SEM.	110
Rysunek 74. Powierzchnia przełomu próbki Ti-64 w stanie HIP 820 / 150 / 2 po obciążeniu cyklicznym: (a) powierzchnia przełomu, (b) miejsce inicjacji pęknięcia; SEM.	111

Spis tabel

Tabela 1. Materiały stosowane w poszczególnych procesach wytwarzania przyrostowego zgodnie z normą ISO/ASTM 52900, opracowanie na podstawie [1,37].	11
Tabela 2. Porównanie technologii PBF-EB/M oraz PBF-L/M.	12
Tabela 3. Skład chemiczny stopu Ti-64 wg normy ASTM F2924 [66]	24
Tabela 4. Skład chemiczny stopu Ti-55511 wg normy GOST 19807 [72].	26
Tabela 5. Podsumowanie przeglądu literatury.	39
Tabela 6. Skład chemiczny analizowanych stopów Ti-64 oraz Ti-55511.	43
Tabela 7. Wartość indeksu Carra oraz współczynnika Hausnera w zależności od charakterystyki sypkości materiałów proszkowych [118].	48
Tabela 8. Oznaczenie serii badawczych oraz parametrów wykorzystanych w eksperymencie do określania interakcji między zmiennymi.	50
Tabela 9. Wyniki pomiaru porowatości dla określonych wartości parametrów procesu PBF-EB/M wykorzystanych w eksperymencie.	51
Tabela 10. Oznaczenie serii badawczych oraz parametrów wykorzystanych w eksperymencie do określania interakcji między zmiennymi.	52
Tabela 11. Wyniki pomiaru porowatości oraz odwzorowania geometrycznego powierzchni dla określonych wartości parametrów procesu PBF-EB/M wykorzystanych w eksperymencie.	53
Tabela 12. Ocena odwzorowania geometrycznego górnej powierzchni w zależności od charakterystyki powierzchni.	53
Tabela 13. Zestawienie parametrów procesu PBF-EB/M wybranych do dalszych badań.	55
Tabela 14. Wyniki pomiaru porowatości dla próbek z Ti-64 oraz Ti-55511, wytworzonych w trzech orientacjach względem platformy procesowej.	58
Tabela 15. Zestawienie wyników porowatości próbek Ti-64 dla poszczególnych platform wytwarzania.	60
Tabela 16. Zestawienie wyników porowatości próbek Ti-55511 dla poszczególnych platform wytwarzania.	61
Tabela 17. Porowatość próbek Ti-64 i Ti-55511 w stanie as-built oraz po obróbkach poprocesowych, wyznaczona na próbkach do badań mechanicznych.	63
Tabela 18. Analizowane warianty obróbki poprocesowej dla stopu Ti-64.	64
Tabela 19. Analizowane warianty obróbki poprocesowej dla stopu Ti-55511.	65
Tabela 20. Zestawienie wartości R_m , $R_{0,2}$, ϵ_f oraz modułu Younga dla próbek Ti-64 w stanie as-built, wytworzonych w trzech orientacjach.	77
Tabela 21. Zestawienie wartości R_m , $R_{0,2}$, ϵ_f oraz modułu Younga dla próbek Ti-55511 w stanie as-built, wytworzonych w trzech orientacjach.	83
Tabela 22. Zestawienie wartości R_m , $R_{0,2}$, ϵ_f oraz modułu Younga dla próbek Ti-64 w stanie as-built oraz po obróbkach poprocesowych	89
Tabela 23. Zestawienie wartości R_m , $R_{0,2}$, ϵ_f oraz modułu Younga dla próbek Ti-55511 w stanie as-built oraz po obróbce HIP / 820 / 150 / 2.	94
Tabela 24. Podsumowanie etapów pracy, zakresu wykonanych badań oraz uzyskanych efektów.	114