

Departamento de Ingeniería Minera y Metalúrgica y Ciencia de los Materiales
Escuela de Ingeniería de Bilbao
TECNALIA Research & Innovation

Microestructura y comportamiento mecánico de la aleación Ti-6Al-4V procesada mediante fabricación aditiva de lecho de polvo Electron Beam Melting.

TESIS DOCTORAL

Autor:

Haize Galarraga Pinillos (TECNALIA)

Directores:

Prof. Javier Jesús González Martínez (UPV/EHU)

Prof. Amaia Torregaray Larruscain (UPV/EHU)

Donostia-San Sebastián, diciembre de 2019

"I find that in arriving later, the work which I do perform is of a much higher quality"

Ignatius Reilly en *La conjura de los necios*, John Kennedy Toole.

外面有风暴遥夜深思思亲这是我们的
小智琛
西风

AGRADECIMIENTOS

Me gustaría agradecer a todas las personas que han hecho posible la elaboración de esta tesis. Sobre todo, a la Profesora Diana Lados y a su equipo: Yuwei, Rob, Anthony, Xian e Yipan del Centro de Diseño Integrativo de Materiales, del Instituto Politécnico de Worcester, Massachussets, EE.UU. A Mike Kirka, Ryan Dehoff y Peeyush Nandwana de los Laboratorios Nacionales de Oak Ridge, Tennessee, EE.UU. A mis directores de tesis, Javier Jesús Gonzalez y Amaia Torregaray de la UPV/EHU. A mis compañeros del área de Fundición y del ámbito de Fabricación Aditiva de Tecnalia. Y cómo no, a mis amigos y familiares.

Tesi hau egiten lagundu didaten guztiei eskerrak eman nahiko nizkieke. Batez ere, EEBBtako Worcesterreko Institutu Politeknikoko, Materialen Diseinu Integratibo Zentroko Diana Lados Irakasleari eta bere taldeari: Yuwei, Rob, Anthony, Xian eta Yipani. Oak Ridgeko Laborategi Nazionaletako Mike Kirka, Ryan Dehoff eta Peeyush Nandwanari. Euskal Herriko Unibertsitateko Javier Jesús Gonzalez eta Amaia Torregarai, tesiko zuzendariei. Uxoari, Tecnaliako Galdaketa Saila eta Fabrikazio Gehigarriko ataleko kideei. Eta nola ez, lagun, guraso, arreba, txakur, emazte eta semeari.

RESUMEN

Las tecnologías de fabricación aditiva están aumentando en importancia para las aplicaciones aeroespaciales y médicas, donde la demanda de una comprensión fundamental y previsibilidad de las propiedades estáticas y dinámicas de los materiales es alta. La fusión por haz de electrones más conocido por sus siglas en inglés como Electron Beam Melting (EBM) es una tecnología de fabricación aditiva basada en lecho de polvo de metal que hace posible la fabricación de piezas tridimensionales partiendo directamente de modelos CAD. La aleación de titanio Ti-6Al-4V es la aleación más utilizada y estudiada para la tecnología EBM. En su condición ELI (elementos intersticiales extra bajos), la aleación Ti-6Al-4V es también el material analizado en esta tesis. La fabricación de componentes metálicos capa por capa en la tecnología EBM crea una microestructura direccional única y en consecuencia, el material tiene propiedades anisotrópicas. Los mecanismos de formación de la microestructura y su influencia en las propiedades mecánicas del material no han sido estudiados completamente para el Ti-6Al-4V fabricado por EBM (EBM Ti-6Al-4V). Además, las propiedades y mecanismos de crecimiento de grietas por fatiga para el EBM Ti-6Al-4V apenas se han investigado, lo que constituye una barrera para su adopción en aplicaciones estructurales de alta integridad.

El trabajo mostrado en esta tesis agrega estudios más sistemáticos en estas áreas, logrando una mejor comprensión de los efectos de las condiciones de procesamiento y la relación microestructura-propiedades. En este trabajo se han estudiado exhaustivamente la relación de algunas variables de fabricación para el EBM Ti-6Al-4V (orientación relativa y ubicaciones de las muestras, tratamientos térmicos, etc.) y las características y propiedades intrínsecas del material resultante (topografía de la superficie, microestructura, porosidad, micro dureza y propiedades estáticas y dinámicas).

Este estudio establece que la porosidad es el principal factor que controla las propiedades mecánicas en relación con las otras variables estudiadas. Por lo tanto, todos los desarrollos con el objetivo principal de mejora de las propiedades mecánicas deben primero disminuir la porosidad antes de avanzar en otros aspectos del material. Muestras, fabricadas con un algoritmo de generación de parámetros de proceso optimizado han mostrado valores de porosidades mínimas, permitiendo el estudio de la influencia de otras características tales como la microestructura del material resultante.

Se ha mostrado cómo la microestructura está influenciada por el tiempo de permanencia y la temperatura del material en la cámara de fabricación durante el proceso EBM, influyendo ésta a su vez en las propiedades mecánicas. La microestructura propia, obtenida por el proceso EBM, ha sido modificada mediante tratamientos térmicos basados en tres enfoques. En el primer enfoque, se ha estudiado el efecto de varias velocidades de enfriamiento después de un tratamiento de recocido β . En el segundo enfoque, se ha estudiado el efecto de la temperaturas y tiempos de recocido en los espesores de las láminas α , estableciendo una serie de correlaciones que relacionan el espesor de la lámina α y las propiedades mecánicas del material. El tercer enfoque ha consistido en un estudio de parámetros de envejecimiento, tiempo y temperatura, tras un proceso de solubilización y temple al agua.

Otro logro relevante de esta tesis es el desarrollo de una comprensión fundamental de los mecanismos de crecimiento de grietas por fatiga en relación con la microestructura direccional del EBM Ti-6Al-4V. Para ello se ha estudiado la propagación de grietas en dirección paralela y perpendicular a la dirección de fabricación del proceso EBM, para diferentes relaciones de tensión y etapas del proceso de crecimiento de grietas. Se ha investigado la interacción entre la microestructura direccional EBM y se ha comparado con la interacción de la microestructura recocida β equiaxial obtenida tras un recocido por encima de la temperatura β transus. Se ha creado un modelo analítico para el umbral de crecimiento de grieta de fatiga, ΔK_{th} , para las dos direcciones relativas de propagación de grietas y para diferentes relaciones de tensión. Finalmente, también se ha realizado una comparación de microestructura, propiedades mecánicas y propiedades de fatiga entre el proceso EBM y el proceso LMD para el material Ti-6Al-4V.

En general, este trabajo puede ser considerado como una contribución para el área de la ciencia aplicada de los materiales y una parte valiosa en el desarrollo de componentes de Ti-6Al-4V fabricados por EBM. Los resultados obtenidos en esta tesis aportarán un mayor conocimiento a las bases de datos que utilizan los diseñadores en el proceso de desarrollo de distintas aplicaciones, de manera que puedan ser empleados a la hora de considerar el Ti-6Al-4V fabricado por EBM como un material y un proceso de fabricación válidos para la creación de dichos componentes.

TABLA DE CONTENIDOS

AGRADECIMIENTOS	ii
RESUMEN	iii
TABLA DE CONTENIDOS	v
LISTA DE FIGURAS.....	ix
Capítulo 1	ix
Capítulos 2, 3, 4 y 5	xi
LISTA DE TABLAS.....	xvii
Capítulo 1	xvii
Capítulos 2, 3, 4 y 5	xvii
LISTA DE ABREVIATURAS	xix
Tecnologías de fabricación aditiva.....	xix
Siglas y símbolos	xx
1 INTRODUCCIÓN.....	1
1.1 Estructura de la tesis.....	1
1.2 Contexto	2
1.2.1 Usos y aplicaciones	3
1.2.2 Negocio de la Fabricación Aditiva.....	6
1.3 Motivación	9
1.5 Revisión Bibliográfica.....	12
1.5.1 Fabricación Aditiva.....	12
1.5.2 Titanio.....	31
REFERENCIAS.....	43
2 EFECTO DE LA POROSIDAD Y LA MICROESTRUCTURA	47
Datos de la publicación	47
Objetivo.....	47
Contenido	47
Abstract.....	49
2.1 Introduction	49
2.2 Material and methods	52
2.2.1 Materials selection and processing conditions.....	52
2.2.2 Sample location and preparation	53
2.2.3 Characterization methodology.....	54
2.3 Results and discussion	56

2.3.1	Surface topography.....	56
2.3.2	Microstructure characterization.....	58
2.3.3	Micro-hardness measurements.....	62
2.3.4	Tensile properties.....	63
2.3.5	Effect of annealing time and temperature on the microstructure.....	66
2.3.6	Discussion.....	67
2.4	Conclusions.....	69
	ACKNOWLEDGMENTS.....	69
	REFERENCES.....	70
3	EFFECTO DE LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS.....	75
	Datos de la publicación.....	75
	Objetivo.....	75
	Contenido.....	76
	Abstract.....	77
3.1	Introduction.....	78
3.2	Materials and methodology.....	79
3.2.1	Materials and processing conditions.....	79
3.2.2	Specimen locations and preparation.....	80
3.2.3	Characterization methodology.....	80
3.3	Results and discussion.....	82
3.2.1	Thermal analysis of the EBM process.....	82
3.2.2	As-fabricated microstructure and properties.....	85
3.2.3	Effects of the cooling rate.....	87
3.2.4	Effects of aging time and temperature.....	92
3.4	Conclusions.....	100
	ACKNOWLEDGMENTS.....	101
	REFERENCES.....	102
4	MECANISMOS DE CRECIMIENTO DE GRIETAS POR FATIGA.....	107
	Datos de la publicación.....	107
	Objetivo.....	107
	Abstract.....	109
4.1	Introduction.....	110
4.2	Materials fabrication and evaluation methods.....	113
4.2.1	Materials and processing conditions.....	113
4.2.2	Specimen locations and preparation.....	114
4.2.3	Testing and analysis.....	115
4.3	Results and discussion.....	116
4.2.1	Microstructure of the as-fabricated and β annealed EBM Ti-6Al-4V.....	116
4.2.2	Fatigue crack growth data and mechanisms in the near threshold regime.....	118
4.2.3	Fatigue crack growth microstructural mechanisms in Regions II and III.....	130
4.4	Conclusions.....	135
	ACKNOWLEDGMENTS.....	136
	REFERENCES.....	137
5	COMPARACIÓN DE PROPIEDADES EBM-LMD.....	143
	Datos de la publicación.....	143
	Objetivo.....	143

Contenido	143
Abstract.....	145
5.1 Introduction.....	146
5.2 Experimental procedure.....	148
5.2.1 Powder precursors and fabrication conditions	148
5.2.2 Surface examination, metallographic preparation, and mechanical testing	149
5.3 Results and discussion	151
5.2.1 Surface topography examination and roughness measurements.....	151
5.2.2 Microstructure characterization.....	152
5.2.3 Room temperature tensile properties and effects of post-AM heat treatments.....	156
5.2.4 Fatigue crack growth data and mechanisms	158
5.4 Conclusions.....	161
ACKNOWLEDGEMENTS.....	162
REFERENCES.....	163
6 CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS	167
6.1 Conclusiones.....	167
6.2 Líneas futuras	170

LISTA DE FIGURAS

Capítulo 1

<i>Figura 1. Reparto del volumen del negocio de la fabricación aditiva por sectores industriales [1].</i>	2
<i>Figura 2. Proporción de usos a los que se destinan los componentes de fabricación aditiva [1].</i>	3
<i>Figura 3. (a) Implante craneal fabricado por EBM (Arcam); (b) Soporte de antena fabricado por SLM (EOS); (c) Modelo de cuerpo humano fabricado por Polyjet (Stratasys); (d) Taza de porcelana foto curable fabricado por SLA (Nervous System).</i>	4
<i>Figura 4. (a) Insertos para moldes de inyección de aluminio fabricados por SLM (www.texerdesign.it); (b) Molde de arena para fundición fabricado por Binder Jetting (ExOne).</i>	6
<i>Figura 5. (a) Ejemplo de tecnología basada en deposición directa (Modelado por deposición fundida, FDM); (b) Ejemplo de tecnología basado en cama o lecho de polvo (Fundido mediante haz de electrones, EBM). (Fuente: Aditively.com)</i>	14
<i>Figura 6. Familias y tipos de tecnologías de fabricación aditiva según norma ISO/ ASTM 52900. (Fuente: 3D Hubs)</i>	15
<i>Figura 7. Clasificación de las tecnologías de fabricación aditiva para metales según norma de ASTM [16].</i>	20
<i>Figura 8. Panorama de tecnologías de fabricación aditiva metálica, junto las principales empresas desarrolladoras [14].</i>	21
<i>Figura 9. Comparación de tecnologías de fabricación aditiva metálica, donde LPBF y EBPBF corresponden a SLM y EBM respectivamente [17].</i>	22
<i>Figura 10. Ilustración general de proceso SLM [19].</i>	23
<i>Figura 11. Máquina ARCAM modelo Q20 [9].</i>	24

<i>Figura 12. Ilustración general de proceso LMD [19].</i>	26
<i>Figura 13. Máquina para proceso WAAM fabricada por Addilan con cámara de atmósfera inerte para la fabricación con metales reactivos [22].</i>	27
<i>Figura 14. Ilustración general del proceso EBAM [20].</i>	28
<i>Figura 15. Esquema general de proceso de fabricación mediante tecnología Binder Jetting [24].</i>	29
<i>Figura 16. Esquema de proceso de fabricación de componentes de metal a partir de filamento Ultrafuse 316LX® de BASF [25].</i>	30
<i>Figura 17. Componente fabricados por FDM de filamento metálico de aleación de níquel [15].</i>	30
<i>Figura 18. Relación entre la fluencia específica al 0,2% y la temperatura para aleaciones ligeras, aleaciones de níquel y aceros [30].</i>	32
<i>Figura 19. Izquierda: estructura cristalina hexagonal compacta (fase α). Derecha: estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (fase β) [28].</i>	33
<i>Figura 20. Esquema de desarrollo de una estructura laminar en la aleación Ti-6Al-4V, con microestructuras generadas en varias temperaturas intermedias durante un enfriamiento pausado desde una temperatura superior a la temperatura β transus. La microestructura final se compone de fase α (blanca) separado por la fase β (oscura) [31].</i>	35
<i>Figura 21. Diagrama pseudo-binario (temperatura - concentración de estabilizadores β).</i>	36
<i>Figura 22. Parámetros dimensionales de la microestructura lamelar o laminar: D-tamaño de grano β primario, d-tamaño de colonia de láminas α paralelas, t - espesor de láminas α [32].</i>	38
<i>Figura 23. Diagrama CCT para la aleación Ti-6Al-4V [32].</i>	39
<i>Figura 24. Micrografías con aumento similar de estructuras $\alpha+\beta$ laminares. Izq.: velocidad de enfriamiento de 1,2°C/seg. Dcha.: velocidad de enfriamiento de 9°C/seg [32].</i>	39
<i>Figura 25. Esquema de la influencia de la longitud de deslizamiento (tamaño de colonia α) en las propiedades mecánicas [28].</i>	41
<i>Figura 26. Efecto de la velocidad de enfriamiento desde la zona de la fase β, en el límite elástico y el alargamiento en las estructuras laminares [28].</i>	42

Capítulos 2, 3, 4 y 5

Figure 1. Ti-6Al-4V ELI powder particles used to fabricate the EBM samples in this study.....	53
Figure 2. Layout of the specimens on the build platform with the standard Additive Manufacturing axis system [28].	54
Figure 3. Intersection of α laths on a 7.36 μm radius circle measured with the image analysis software. The image was obtained in the optical microscope at 1000x magnification and digitally zoomed.....	55
Figure 4. (a) 3D surface scanning of an EBM part; X axis marks the build direction and dimensions are in μm (b) Scanned surface showing elevation, (c) detailed view with a partially sintered particle in red.	57
Figure 5. (a) Sectioning planes in the cubic sample, (b) 3D microstructural cube (Z axis represents the build direction).	58
Figure 6. (a) XY plane microstructure (normal to the building direction), where basket weave and colony pattern $\alpha+\beta$ lamellar structure can be observed in equiaxed arrangement. The light phase corresponds to α phase and the dark one to the β phase. (b) and (c) XZ and YZ plane microstructures respectively (parallel to the build direction). Basket weave and colony pattern $\alpha+\beta$ lamellar structure can be observed in columnar arrangement divided by α phase layer at the prior β grain boundaries. The yellow arrows indicate the build direction.	59
Figure 7. Microstructure and scanning layers in the XZ plane. The build direction is indicated by the arrow.....	59
Figure 8. 50x and 1000x micrographs at different positions in the build: (a) center top, (b) center bottom, (c) edge top, (d) edge bottom.	60
Figure 9. (a) Positions of the studied areas, (b) α lath thicknesses for different locations and heights with standard deviation values are in brackets (c) porosity values for different locations and heights.	61
Figure 10. (a) Gas pore (spherical morphology) and (b) non-sintered area or delamination (parallel to the scanning layers) with unmelted particles inside.....	62
Figure 11. Micro-hardness values for (a) vertical and (b) horizontal directions.	62
Figure 12. Tensile results for horizontal specimens at different distances from the build platform.	63

Figure 13. Tensile test results for vertically oriented specimens in different locations of the build platform: (a) UTS, (b) YS, (c) el %.....64

Figure 14. Fracture surfaces of (a) horizontal and (b) vertical oriented samples. Arrows indicate the build direction.....65

Figure 15. SEM image of the fracture surface of the vertical specimen, showing unmelted powder particles.65

Figure 16. Experimental and calculated values of α lath thickness as a function of annealing time and temperature.....66

Figure 17. (a) Manufacturing drawing, and (b) computer model of the round bar tensile specimens used for this body for work. Drawings are not to scale, all units are in mm.81

Figure 18. Cooling path and critical cooling rates for Ti-6Al-4V microstructure formation in EBM process with a chamber temperature of 650 °C. Microstructural transformations occurring in each stage are also shown.....82

Figure 19. Scanning path of the electron beam for the thermal modeling. (b) Temperature evolution during scanning stage on the surface. The temperature evolution of locations on the hatch area and on the contour zone is shown for the surface and four layers at different depths.84

Figure 20. Screenshot of the EBM process simulation: (a) entire part during the contouring strategy and (b) cross-section during the hatching strategy.85

Figure 21. XRD pattern for the EBM build Ti-6Al-4V ELI sample, indicating $\alpha+\beta$ phases.....86

Figure 22. CCT diagram for Ti-6Al-4V (adapted from ref. [37]). Cooling curves of three different cooling methods (furnace, air, and water cooling) employed in this work are plotted, showing the microstructural transformation associated with each method.87

Figure 23. XRD diffraction patterns obtained with KCU α for as-fabricated, air-cooled, and water-cooled conditions.....89

Figure 24. (a) Ultimate strength and Yield strength and (b) % elongation values for the microstructures obtained after different cooling rates. Equiaxed $\alpha+\beta$ corresponds to furnace-cooling condition, columnar $\alpha+\beta$ corresponds to as-fabricated condition, partially α' 90

Figure 25. α , β and Ti3Al equilibrium phase fraction for Ti-6Al-4V at different temperatures obtained from Thermocalc®.92

Figure 26. Temperature-time diagram for the aging studies.93

Figure 27. Micrographs at 500x magnification for (a) as-fabricated, (b) annealed at 700°C for 100 hours, (c) annealed at 900°C for 20 hours, (d) annealed at 900°C for 70 hours.94

Figure 28. Experimental data of α lath thickness versus aging time graph for different temperatures. Dotted lines represent the values calculated using Eq. (1) [25]; additional data at 900°C have been added to the original work.95

Figure 29. Experimental micro-hardness measurements for different α lath thickness values including values reported by Sieniawski et al. [9]. Dotted lines represent the values calculated using Eq. (3). .95

Figure 30. (a) UTS and YS versus α lath thickness and empirical correlations. The standard deviations were measured as 50 MPa for the UTS and 72 MPa for the YS. (b) Elongation versus α lath thickness and empirical correlation. The standard deviation was measured a97

Figure 31. Temperature-time diagram of the solutionizing + aging at different aging times and temperatures.98

Figure 32. UTS and % elongation values for different aging times and temperatures.99

Figure 33. (a) Layout of the specimens on the build platform with the standard AM axis system [35] (horizontal [red] and vertical [green] C(T) sample extraction locations are shown); (b) Geometry and dimensions of the C(T) specimens used for the FCG studies. 115

Figure 34. As-fabricated condition microstructure. (a) 3D microstructural cube (Z axis corresponds to the build direction); (b-e) XZ plane microstructure at 5x, 100x, 500x, and 1000x magnifications. An example of an α layer at the prior β grain boundaries is shown in (d); examples of fine (red) and coarse (yellow) α regions are circled in (e) [19]. 117

Figure 35. XY plane microstructure of the β annealed condition after 30 minutes at 1100°C in the (a) 100x and (b) 500x magnifications; an example of an α colony is outlined in orange in (a).118

Figure 36. Fatigue crack growth behavior of (a,b) as-fabricated and (c,d) β annealed materials in vertical and horizontal orientations for different stress ratios. 119

Figure 37. Stress ratio effect on the ΔK_{th} and (b) Closure ratio (U) versus stress ratio (R) for vertical and horizontal crack propagation directions in as-fabricated and β annealed conditions. 120

Figure 38. (a) $K_{max,th-R}$ and (b) $\Delta K_{th}-K_{max}$ diagrams of EBM Ti-6Al-4V from where α , β , ΔK_0 , and $K_{max,0}$ were calculated. 122

Figure 39. Calculated $\Delta K_{th}-R$ correlations for vertical and horizontal crack propagation (dotted lines), together with the experimental results. 123

Figure 40. FCG of as-fabricated and β annealed Ti-6Al-4V ELI in horizontal and vertical directions tested at: (a) R=0.1 and (b) R=0.8..... 124

Figure 41. Schematic local crack front configuration with two adjacent colonies A and B having different crystallographic orientations, and therefore differently oriented major slip/crack planes; image reproduced from reference [46]. 126

Figure 42. Near-threshold crack paths and fracture surfaces for vertical crack propagation in the as-fabricated material for two stress ratios, R=0.1 (top) and R=0.8 (bottom). 126

Figure 43. Near-threshold crack paths and fracture surfaces for horizontal crack propagation in the as-fabricated material for two stress ratios, R=0.1 (top) and R=0.8 (bottom). 127

Figure 44. Near-threshold crack paths and fracture surfaces for vertical crack propagation in the β annealed material for two stress ratios, R=0.1 (top) and R=0.8 (bottom). 128

Figure 45. Schematic representation of the crack propagation in vertical and horizontal directions 129

Figure 46. Detail of the FCG curve in the near-threshold region for 0.1 and 0.8 stress ratios for vertical and horizontal crack propagation in the as-fabricated material. 129

Figure 47. Schematic view of the crack propagation in as-fabricated material in (a) horizontal and (b) vertical directions, showing the interactions with prior β columnar grain boundaries and scanning layers. 130

Figure 48. Region II & III crack paths and fracture surfaces for vertical crack propagation in as-fabricated material at stress ratios of R=0.1 and 0.8. 132

Figure 49. Region II & III crack paths and fracture surfaces for horizontal crack propagation in as-fabricated material at stress ratios of R=0.1 and 0.8. 133

Figure 50. Region II & III crack paths and fracture surfaces for vertical crack propagation in β annealed material at stress ratios of R=0.1 and 0.8. 134

Figure 51. Working principles of (a) LENS and (b) EBM techniques [1] 147

Figure 52. (a) LENS PREP powder and (b) EBM GA powder [24]. 148

Figure 53. Near-net-shaped (a,b) LENS and (c) EBM builds; (d-f) extraction of testing specimens for tensile and fatigue crack growth studies (M stands for metallographic specimen). 149

Figure 54. ASTM E647 standardized compact tension specimen ($a_n = 0.2w$; $w/20 \leq B \leq w/4$). 150

Figure 55. Axonometric projections of the surfaces of (a,b) LENS low and high power builds and (c) EBM A2 build.	151
Figure 56. Elevation plots of (a,b) LENS low and high power builds and (c) EBM A2 build.....	151
Figure 57. Cross-sectional panoramas of (a) LENS low power and (b) LENS high power as-fabricated Ti-6Al-4V; (c) acicular α' observed in low power condition; (d) mixed microstructure of α' and $\alpha+\beta$ lamellae in high power condition; (e) mill-annealed microstructure of the substrate.	153
Figure 58. Macro-HAZ and the single pore observed in (a) low power and (b) high power LENS builds.	154
Figure 59. (a,b) 3D panoramas of EBM Ti-6Al-4V fabricated by A2 and Q10 machine models; (c,d) high magnification images showing fine $\alpha+\beta$ lamellar microstructure in both A2 and Q10 conditions [24].	155
Figure 60. Porosity in EBM: (a) gas porosity and (b) insufficient melting induced porosity [24]....	155
Figure 61. Thermal routes of different heat treatments conducted for EBM Ti-6Al-4V.	157
Figure 62. Tensile properties of EBM Ti-6Al-4V after various heat treatments [24].....	157
Figure 63. Fatigue crack propagation directions with respect to the building direction (B) and columnar grains in (a) horizontal and (b) vertical propagation directions.....	158
Figure 64. Fatigue crack growth data for LENS Ti-6Al-4V in (a) horizontal and (b) vertical propagation directions, and (c) EBM Ti-6Al-4V [24], before and after heat treatment (LP – low power, HP – high power, AF – as-fabricated, HT – heat treated).....	159
Figure 65. Fatigue crack growth side profiles for (a-c) LENS, (b-f) EBM [24], and (g-i) mill-annealed Ti-6Al-4V.	160
Figure 66. Fractographs of LENS, EBM, and mill-annealed (MA) Ti-6Al-4V in (a, d, g) Region I, (b, e, h) Region II, and (c, f, i) Region III of fatigue crack growth.	161

LISTA DE TABLAS

Capítulo 1

<i>Tabla 1. Frecuencia de mecanismo de fallo en componentes de aviación [10].</i>	11
<i>Tabla 2. Algunas características de las aleaciones de titánico comparados con otros materiales metálicos estructurales basados en hierro, níquel y aluminio [26].</i>	31
<i>Tabla 3. Temperaturas de comienzo y final de transformaciones de fases de la aleación Ti-6Al-4V [30].</i>	38

Capítulos 2, 3, 4 y 5

<i>Table 1. Tensile results for different fabrication conditions with average values and relative standard deviations. UTS-refers to ultimate tensile strength, YS-to yield strength, and el-to elongation after fracture [10,13–20].</i>	51
<i>Table 2. Standard chemical composition [26] and actual chemical composition of the powder provided by Arcam [27].</i>	53
<i>Table 3. Tensile results and relative standard deviations for vertically oriented specimens at different locations on the build platform</i>	64
<i>Table 4. Tensile test results with relative standard deviations for horizontal and vertical orientations. Typical properties for an annealed cast alloy [44] are also reported for comparison.</i>	64
<i>Table 5. Cooling rate study results for furnace, air, and water-cooled conditions</i>	88

<i>Table 6. Solution + aging treatments and results</i>	<i>91</i>
<i>Table 7. Values of ΔK_{th}, ΔK_{th-eff}, and closure ratios for different stress ratios and crack propagation directions in as-fabricated and β annealed conditions</i>	<i>121</i>
<i>Table 8. Values for intersection points and slopes for as-fabricated EBM Ti-6Al-4V in vertical and horizontal directions</i>	<i>122</i>
<i>Table 9. LENS processing parameters</i>	<i>148</i>
<i>Table 10. Compact tension specimen dimensions used for LENS and EBM Ti-6Al-4V testing</i>	<i>150</i>
<i>Table 11. Surface roughness parameters for LENS low and high power, and EBM builds.....</i>	<i>152</i>
<i>Table 12. Room temperature tensile properties of as-fabricated LENS and EBM Ti-6Al-4V.....</i>	<i>156</i>
<i>Table 13. Room temperature tensile properties of heat treated LENS and EBM Ti-6Al-4V</i>	<i>158</i>

LISTA DE ABREVIATURAS

Tecnologías de fabricación aditiva

		Equivalencia
CLIP	Continuous liquid interface production	
DED	Direct energy deposition	LMD, WAAM, EBAM
DMLS	Direct metal laser sintering	SLM
EBAM	Electron beam additive manufacturing	
EBM	Electron beam melting	
FDM	Fused deposition modelling	
LMD	Laser metal deposition	
MJF	Multi jet fusion	
SDL	Selective deposit layer	
SLA	Stereolithography	
SLM	Selective laser melting	
WAAM	Welding arc additive manufacturing	
PBF	Powder bed fusion	SLM, EBM
LPBF	Laser powder bed fusion	SLM
DMP	Direct metal printing	SLM
PBF-L	Powder bed fusion – Laser	SLM
PBF-EB	Powder bed fusion- Electron Beam	EBM
EBF3	Electron beam free form fabrication	EBAM
EBPBF	Electron Beam Powder bed fusion	EBM
LENS	Laser Engineered Net Shaping	LMD

Siglas y símbolos

2θ	Diffraction angle	Ángulo de difracción
ACR	Adjusted compliance ratio	Relación de cumplimiento ajustado
AM	Additive manufacturing	Fabricación aditiva
BCC	Body-centered cubic	Estructura cúbica centrada
C(T)	Compact tension	Tensión compacta
CAD	Computer Aided Design	Diseño asistido por ordenador
CB	Center bottom	Centro inferior
CCT	Continuous cooling transformation	Transformación de enfriamiento continuo
CNC	Computer numeric control	Control numérico por computadora
CP	Commercially pure	Comercialmente puro
CT	Center top	Centro superior
da/dN	Fatigue crack growth rate	Ratio de crecimiento de grieta por fatiga
EB	Edge bottom	Borde inferior
EBSD	Electron backscatter diffraction	Difracción de electrones por retrodispersión
EBM	Electron beam melting	Fusión mediante haz de electrones
el	Elongation	Alargamiento
ELI	Extra low interstitial	Intersticiales extra bajos
ET	Edge top	Borde superior
FCG	Fatigue Crack Growth	Crecimiento de grieta por fatiga
GA	Gas atomization	Atomización mediante gas
HAZ	Heat affected zone	Zona afectada por el calor
HCF	High cycle fatigue	Fatiga a ciclos altos
HIP	Hot isostatic pressing	Prensado isostático en caliente
HP	High power	Alta potencia
HV	Vickers hardness	Dureza Vickers
K	Stress intensity	Intensidad de tensión
K _{max}	Maximum stress intensity	Máxima intensidad de tensión
LCF	Low cycle fatigue	Fatiga a ciclos bajos
LP	Low power	Baja potencia
MIG	Metal inert gas	Soldadura con gas inerte
MS	Martensite start	Comienzo de martensita

NDI	Non-destructive inspection	Inspección no destructiva
PREP	Plasma rotating electrode process	Proceso por electrodo de plasma rotativo
R	Stress ratio	Relación de tensión
Ra	Linear average roughness	Rugosidad media lineal
RC	Critical stress ratio	Relación de tensión crítica
RSD	Relative standard deviation	Desviación estándar relativa
Sa	Surface average roughness	Rugosidad media superficial
SEM	Scanning electron microscopy	Microscopio electrónico de barrido
SLC	Sustained load cracking	Carga de agrietamiento constante
Sp	Maximum peak height	Altura máxima de pico
Sv	Maximum valley depth	Profundidad máxima de valle
TIG	Tungsten inert gas	Soldadura con gas inerte y electrodo de tungsteno
U	Closure ratio	Ratio de cerramiento
UTS	Ultimate tensile strength	Tensión de rotura
XRD	X-Ray diffraction	Difracción de rayos X
YS	Yield stress	Límite elástico
ΔK	Stress intensity factor range	Rango de factor de intensidad de tensión
ΔK_{FT}	Fracture toughness	Tenacidad a la fractura
ΔK_{th}	Threshold stress intensity factor range	Rango de factor de intensidad de tensión en el umbral
ΔK_{th-eff}	Stress intensity range at threshold after crack closure corrections	Rango de factor de intensidad de tensión en el umbral con cerramiento corregido
$\delta_{\alpha lath}$	α lath thickness	Espesor de láminas α
ε	Emissivity	Emisividad
$\sigma_{0.2}$	Yield stress	Límite elástico
σ_r	Mean random spacing	Distancia aleatoria media
σ_t	Mean true spacing	Distancia aleatoria verdadera

1 INTRODUCCIÓN

1.1 Estructura de la tesis

Esta tesis está fundamentada en un trabajo de investigación sobre las propiedades del material EBM Ti-6Al-4V. Fruto de ese trabajo de investigación se han realizado cuatro publicaciones científicas que han servido como base para la redacción de esta tesis. En consecuencia, este documento está estructurado y redactado en formato de tesis por publicaciones.

En la parte introductoria del documento, se explica el contexto en el que se cimenta la investigación, enfocado en el auge del negocio de la fabricación aditiva. A continuación, se explica la motivación de la investigación, planteando las necesidades a las que pretenden responder los trabajos realizados y mostrados en este documento. La parte introductoria termina con una revisión bibliográfica de carácter generalista sobre la fabricación aditiva y las tecnologías que se engloban en este ámbito, complementada con información sobre el titanio y las principales características de la aleación Ti-6Al-4V. Esta revisión bibliográfica puede resultar algo escueta y con una lista de referencias científicas limitada teniendo en cuenta la magnitud del trabajo de investigación desarrollada en la tesis. Sin embargo, en las partes introductorias de las cuatro publicaciones que vienen a continuación, correspondientes a los Capítulos 2, 3, 4 y 5 de esta tesis, se exponen revisiones bibliográficas elaboradas y más específicas, con referencias a publicaciones científicas relevantes.

Cada uno de estos capítulos, correspondiente a cada una de las cuatro publicaciones en las que se fundamenta la tesis, comienza con una breve exposición de los datos de la publicación, incluyendo un resumen en castellano. A continuación, se presenta el texto de la publicación en inglés, muy semejante al publicado, pero con un formato adaptado a la tesis.

La tesis termina con una serie de conclusiones y líneas futuras a desarrollar que se han recopilado brevemente en el Capítulo 6.

1.2 Contexto

Tras 30 años de investigación, desarrollo y aplicación de la fabricación aditiva, la industria continúa expandiéndose con la introducción de nuevas tecnologías, métodos, materiales, aplicaciones y modelos de negocio. De acuerdo con Wohlers Associates Inc., el negocio de la fabricación aditiva ha ido creciendo ininterrumpidamente desde que comenzó a finales de los años ochenta, exceptuando los años 2001, 2002 y 2009. Se ha entendido como negocio de fabricación aditiva, aquel generado por fabricantes de equipos, componentes y materias primas para fabricación aditiva, tanto de equipos de sobremesa como industriales, así como de proveedores de servicios de fabricación aditiva.

En el año 2007 el negocio de la fabricación aditiva alcanzó la cifra simbólica de 1.000 millones de dólares americanos tras 20 años de vida. Cinco años después el negocio llegó hasta los 2.000 millones de dólares manteniendo una tendencia de crecimiento en torno al 25%. Se estima que el volumen de negocio supere los 10.000 millones en 2019 y llegue a superar los 25.000 millones de dólares en 2023.

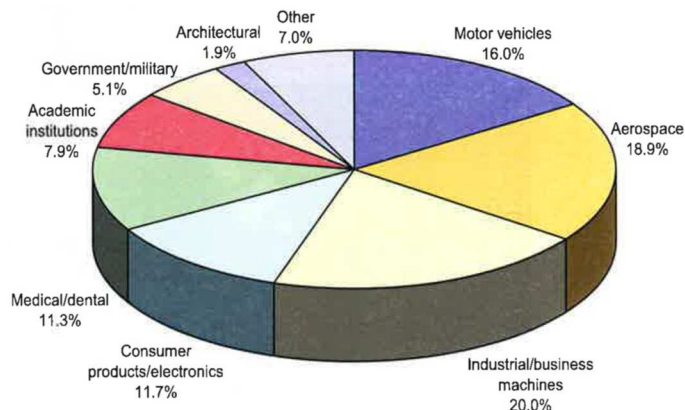


Figura 1. Reparto del volumen del negocio de la fabricación aditiva por sectores industriales [1].

El sector de la maquinaria lidera el reparto del negocio de la fabricación aditiva, tal como se muestra en la Figura 1. En este sector se incluyen fabricantes de maquinaria automática industrial y robots, así como de equipos ofimáticos. El reparto está seguido por el sector aeroespacial, vehículos a motor y productos de consumo/electrónica, en ese orden.

Los primeros sectores en aplicar tecnologías de fabricación aditiva en sus procesos han sido el sector aeroespacial y el sector médico-dental. Ambos sectores presentan nichos de producción que comparten algunas características como pueden ser el alto valor añadido del producto, donde se podría justificar el incremento del coste de producción de la fabricación

aditiva; o la fabricación de series cortas o componentes unitarios, donde la fabricación aditiva tendría una ventaja competitiva debido a sus menores tiempos de desarrollo. Sin embargo, el impulso de la fabricación aditiva se ha visto ralentizado por los altos requerimientos de calidad, homologación y normativa para tecnologías innovadoras que exigen estos sectores, sobre todo debido a la alta responsabilidad de sus productos.

En el caso del negocio de los vehículos a motor y de los productos de consumo, normalmente están fundamentados en la fabricación de grandes series de productos a costes reducidos, sean automóviles, electrodomésticos, teléfonos móviles, etc. En estos sectores, la fabricación aditiva ha estado enfocada en el aceleramiento del desarrollo de producto mediante la fabricación de prototipos y diseños conceptuales, con el que se ha mejorado la optimización y validación de los diseños. Otros usos de las tecnologías de fabricación aditiva en estos sectores son la fabricación de utillajes y repuestos.

1.2.1 Usos y aplicaciones

La fabricación aditiva está teniendo un impacto significativo en la forma o proceso de fabricación de diversos componentes. Muchas de las organizaciones que están abordando este tipo de cambios, están aplicando estas tecnologías con éxito en la fabricación de productos finales. Esta tendencia de fabricar componentes finales con fabricación aditiva puede crecer hasta convertirse en tecnologías claves para algunas de las industrias más beneficiadas por las características singulares de este tipo de fabricación. Incluso en el futuro, las tecnologías de fabricación aditiva podrían tener un impacto mayor en los procesos de fabricación que cualquier otro proceso convencional.

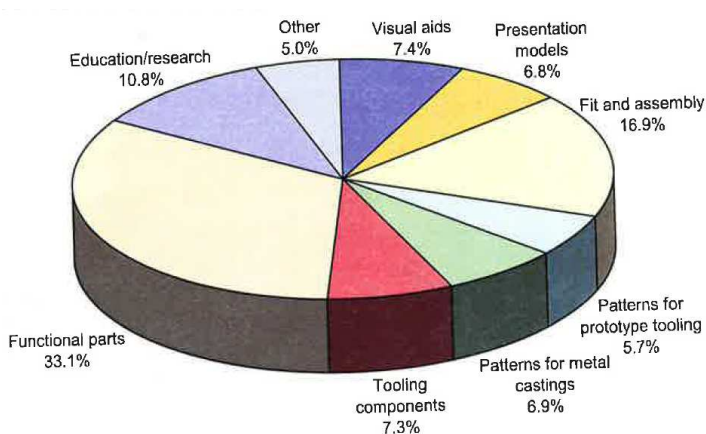


Figura 2. Proporción de usos a los que se destinan los componentes de fabricación aditiva [1].

En la Figura 2 se puede observar los usos que se están dando a los componentes fabricados mediante tecnologías de fabricación aditiva para distintas aplicaciones y sectores. Como se puede observar, sólo un tercio de los componentes fabricados están destinados actualmente a partes funcionales. Se espera que, con la mejora de la capacidad productiva de las tecnologías de fabricación aditiva, la proporción de los componentes destinados a partes funcionales vaya aumentando.

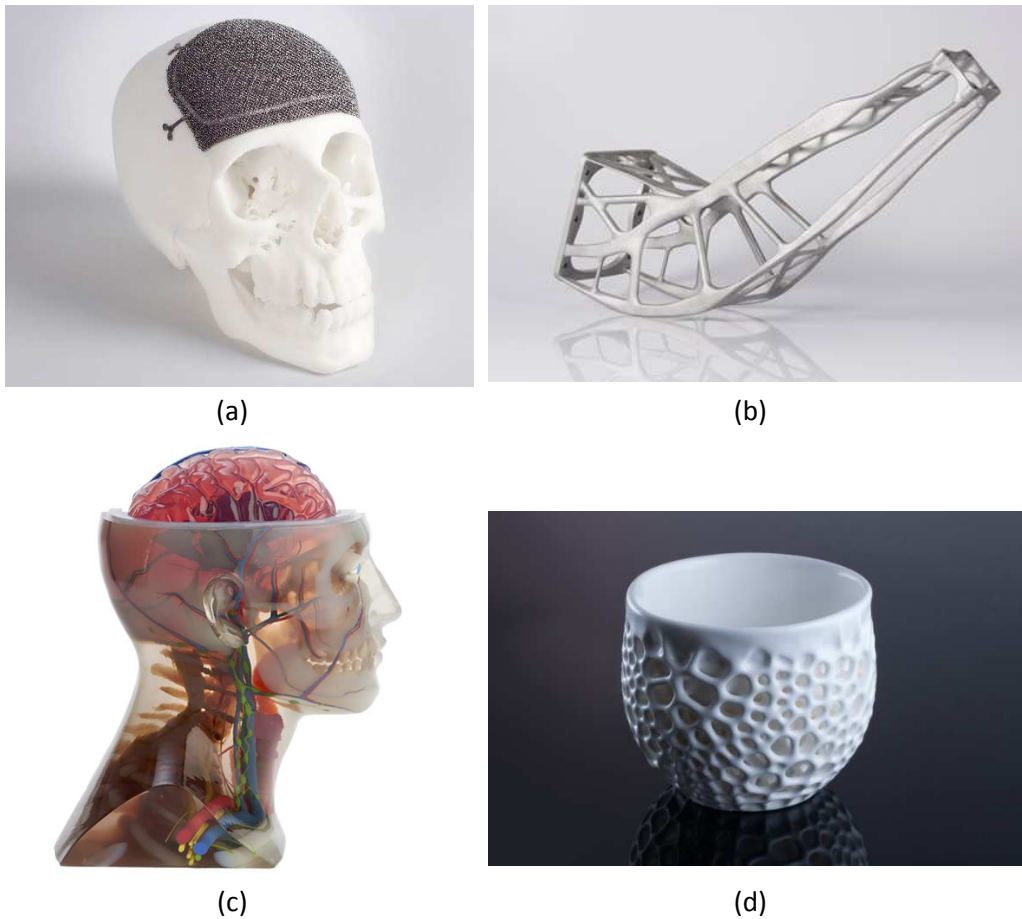


Figura 3. (a) Implante craneal fabricado por EBM (Arcam); (b) Soporte de antena fabricado por SLM (EOS); (c) Modelo de cuerpo humano fabricado por Polyjet (Stratasys); (d) Taza de porcelana foto curable fabricado por SLA (Nervous System).

Los sectores a los que van destinados los componentes funcionales fabricados por fabricación aditiva son muy diversos: bienes de consumo, sector industrial, transporte, biomédico, aeroespacial, militar, etc. Se pueden citar varios ejemplos de componentes funcionales como pueden ser, partes de cámaras y teléfonos móviles, componentes de motores, partes interiores de los coches, dispositivos e implantes médicos (Figura 3a), partes de conjuntos de aeronaves y satélites (Figura 3b), herramientas de mano, material formativo (Figura 3c), obras de arte (Figura 3d), etc.

La fabricación aditiva también se puede entender como una herramienta para agilizar el proceso de desarrollo de producto. Las compañías confían en la fabricación aditiva para acelerar este proceso reduciendo el tiempo de comercialización, mejorando la calidad del producto y disminuyendo los costes de desarrollo. Como herramienta de visualización, la fabricación aditiva también asiste a las empresas reduciendo la probabilidad de comercializar productos defectuosos o incorrectos.

Dentro de los sectores industriales donde se trabaja con series largas o muy largas de productos, se están desarrollando sistemas métodos y procesos basados en fabricación aditiva para el sector de los moldes y utillajes, lo que se denominaría fabricación aditiva indirecta. En el pasado se realizaron varias tentativas para desarrollar un proceso de fabricación de utillajes acelerado que terminaron fracasando. Sin embargo, los desarrollos más recientes se han concentrado en mejorar las prestaciones de los utillajes como puede ser los insertos con canales de refrigeración adaptados a la geometría del molde para procesos de inyección de plástico y metales, Figura 4 (a); o moldes y machos de arena para procesos de fundición en gravedad, Figura 4 (b). Algunas aplicaciones emplean las tecnologías de fabricación aditiva para obtener resultados que serían difíciles o imposibles con otros métodos o tecnologías de fabricación convencionales (canales de refrigeración curvos frente a taladros rectos, u otras geometrías no mecanizables). Otras de las aplicaciones que están ganando popularidad están relacionadas con la fabricación de componentes auxiliares para ensamblado como pueden ser los centradores, guías, galgas y posicionadores que se utilizan en las cadenas de montaje de automoción.

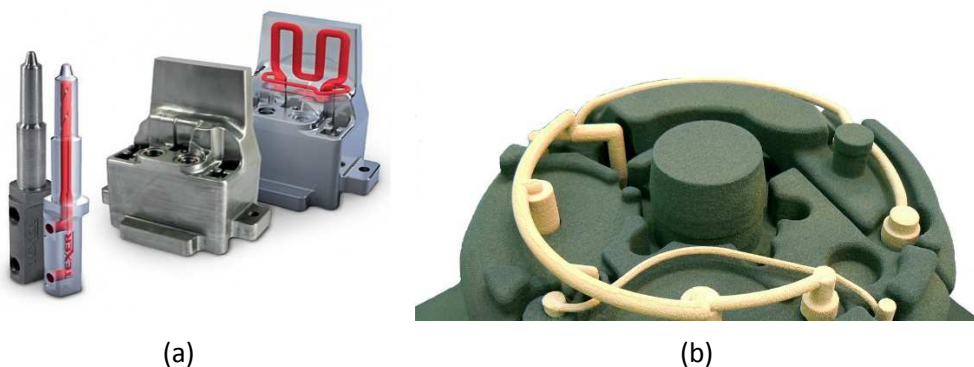


Figura 4. (a) Insertos para moldes de inyección de aluminio fabricados por SLM (www.texerdesign.it); (b) Molde de arena para fundición fabricado por Binder Jetting (ExOne).

1.2.2 Negocio de la Fabricación Aditiva

Las tecnologías de fabricación aditiva han estado en uso desde la década de 1980. En la fase inicial, la aplicación de las tecnologías de fabricación aditiva se limitó básicamente a la producción de prototipos. El objetivo principal era ofrecer una forma asequible y rápida de recibir opiniones tangibles durante el proceso de desarrollo del producto, aunque los prototipos generalmente no eran funcionales. Hoy en día, la creación de prototipos mediante fabricación aditiva se ha convertido en una práctica común en muchas empresas. Sin embargo, la popularidad creciente de las tecnologías y la razón detrás de su impulso actual, es su potencial para reemplazar tecnologías de producción convencionales para la fabricación en serie de componentes o productos y las numerosas oportunidades que ofrece para la innovación del modelo de negocio [2].

1.2.2.1 Presente

Si bien las tecnologías de fabricación aditiva estaban destinadas originalmente a un uso industrial muy exclusivo, la disminución constante del costo las ha puesto al alcance de las pymes y los trabajadores autónomos, convirtiéndose en una tecnología que cualquier empresa, pequeña o grande, puede permitirse. Más allá de ser utilizado por las empresas, existe también una tendencia creciente a utilizar la fabricación aditiva en los mercados de consumo. Mientras que la fabricación aditiva doméstica a menudo se consideraba una actividad de aficionado, la entrada de los principales actores en este mercado tiende a demostrar lo contrario. En mayo de 2013, *Staples* se convirtió en el primer minorista importante de EE.UU. en vender impresoras 3D. Fue seguido unos meses más tarde por *Walmart*. El mismo año, *Amazon* abrió una sección de fabricación aditiva, que vendía impresoras, filamentos de plástico, libros, software, repuestos y suministros a nivel global [3].

Además de las ventas de impresoras 3D, los principales actores también están adoptando la fabricación aditiva como un servicio. En los últimos años, el negocio de los servicios de impresión ha crecido de una manera considerable. Estos servicios incluyen modelos convencionales que han estado en el negocio desde los comienzos de los años 90, pero también incluyen plataformas y comunidades de fabricación aditiva online.

Las plataformas de servicios online conectan indistintamente a creadores de diseños 3D, usuarios de tecnologías de fabricación aditiva que fabrican componentes y clientes que compran componentes. *Shapeways* por ejemplo, fue fundada en Holanda por el gigante *Philips* en 2007, fabricando sobre todo componentes en maquinaria propia. *3D Hubs* en cambio, es una plataforma en crecimiento formada por más de 7.000 proveedores de servicios online que producen componentes por fabricación aditiva y mecanizado por arranque de viruta.

A nivel nacional el número de empresas de servicios de fabricación aditiva ha ido creciendo en los últimos años. *Optimus 3D*, *Addimen*, *Mizar Additive* y *Undo Prototipos* son algunas de las empresas españolas que ofrecen servicios de fabricación aditiva con distintas tecnologías [4]. Algunas de estas empresas a su vez, también participan en plataformas de servicios de impresión a nivel global.

1.2.2.2 Futuro

Los avances tecnológicos son particularmente transformadores en los negocios. El surgimiento de una tecnología disruptiva que reemplaza una plataforma industrial existente tiene implicaciones significativas porque permite el acceso a un producto o servicio, que históricamente solo era accesible para consumidores con una gran cantidad de dinero o habilidad, a una población de consumidores con recursos más limitados [5].

Aunque la fabricación aditiva ofrece una serie de beneficios significativos en comparación con la fabricación tradicional (complejidad geométrica, relación “buy to fly”, aligeramiento, reducción de piezas en ensamblajes a través de la integración de componentes, personalización masiva de las características de diseño, etc.), actualmente existen una serie de barreras para la adopción general de estas tecnologías: baja velocidad de producción; altos costos de producción; limitaciones y dispersión de las propiedades mecánicas; el acabado superficial; los procesos de postprocesado necesarios, y dificultad para la garantía y validación de la calidad, así como la falta de estandarización en el área del software, del proceso y del material.

Aunque las tecnologías de fabricación aditiva reemplazarán y complementarán a algunos de los métodos de fabricación convencionales a mediano plazo, esto solo será posible una vez que se hayan abordado las limitaciones del costo de los equipos y materiales y la capacidad de fabricación de altos volúmenes a precios y plazos razonables. A medida que las patentes

de muchas de las tecnologías de fabricación aditiva vayan caducándose, países productores de equipos de bajo costo, como China, se convertirán en fuertes fabricantes de equipos de fabricación aditiva. Esto podría llevar a un cambio dramático en la distribución global de la industria, con entradas futuras al mercado a menor costo, elevando la accesibilidad y las economías de escala de la producción. Los fabricantes de maquinaria desarrollarán aún más ventajas competitivas en torno a la producción de piezas de mayor tamaño, la velocidad de producción y la integración de otros procesos complementarios para competir. Como consecuencia, los costos generales de los productos producidos en el futuro continuarán disminuyendo a medida que el tiempo del ciclo y el coste de los materiales se reduzca. Se estima que a medida que aumente la demanda de materiales, se desarrollarán más proveedores y los costos generales de los materiales también se reducirán debido a la economía de escala.

Por el contrario, es probable que la aparición de tecnologías de fabricación aditiva genere una producción a menor escala organizada a nivel de países o regiones. La estructura de los flujos de conocimiento y la ubicación de las operaciones clave tendrán un carácter diverso y menos concentrado. La propiedad y el control de la producción tenderán a descentralizarse a hogares o municipios individuales, y exhibirán una internalización de las operaciones a escala global relativamente menos centralizada [6].

De acuerdo con un estudio y predicción realizado sobre la implicación socioeconómica de la irrupción de la fabricación aditiva [7], para el año 2030 una cantidad significativa de pequeñas y medianas empresas compartirán recursos de producción de fabricación aditiva específicos para la industria, logrando una mayor capacidad de provisión de maquinaria. Como ejemplo incipiente de este concepto se podrían citar los "hubs" o polos de fabricación que se han creado amparados por organismos públicos (Basque Digital Innovation Hub, IAM 3D Hub, etc.), donde se unifican servicios de fabricación aditiva dispersos en una especie de ventanilla única.

En todas las industrias, la producción local cercana a los clientes facilitada por la fabricación aditiva aumentará significativamente, mientras que las cadenas de producción a nivel mundial disminuirán, dando como resultado una desglobalización de las cadenas de suministro. La distribución de los productos finales se moverá significativamente a la venta de archivos digitales para fabricación directa en lugar de vender el producto físico (efecto similar al formato MP3 en la distribución de música). Los modelos de negocios de las empresas no se verán enormemente influenciados por la fabricación aditiva, aunque requerirán la adquisición de conocimientos y habilidades específicos. En gran parte debido a las tecnologías de fabricación aditiva, las medidas convencionales de "tiempo de comercialización", "ciclo de vida del producto" y "aceleración" habrán disminuido, ya que los productos digitales estarán en una fase beta continua y serán sometidos a frecuentes iteraciones de diseño y constantes modificaciones. Se estima que para 2030, los artículos

producidos de fabricación aditiva (productos, componentes) representarán un 10% frente a los artículos producidos de manera convencional en todas las industrias. Un número significativo de consumidores utilizará bases de datos online para comprar diseños de productos o para acceder a diseños de código abierto para fabricación aditiva. Para entonces, la mayoría de los consumidores privados en los países industriales tendrán impresoras de fabricación aditiva en el hogar.

1.3 Motivación

Los componentes de fabricación aditiva tienen un gran potencial de aplicación en la industria aeronáutica principalmente, impulsadas por un número significativo de beneficios comerciales y técnicos que se han mencionado previamente. Debido a su flexibilidad inherente, la fabricación aditiva se está considerando para una variedad de dominios de aplicación que abarcan piezas nuevas, reparaciones y mercado de repuestos. Al mismo tiempo, varios investigadores y organizaciones han identificado una serie de desafíos de implementación, incluida la complejidad de los controles del proceso de fabricación, la aplicabilidad cuestionable de los métodos convencionales de NDI (inspección no destructiva) y la falta de estándares industriales y de diseños.

Los procesos de fabricación aditiva tienen una alta complejidad física, y generalmente implican millones de ciclos de fusión y re-solidificación altamente localizados (ver Capítulo 3 de esta tesis). Las microestructuras resultantes pueden ser anisotrópicas y/o específicas de la ubicación y, en general, difieren de las microestructuras fundidas o forjadas para el mismo material. Los procesos de fabricación aditiva pueden introducir varios tipos de defectos en los materiales, como la porosidad o la falta de fusión. Las formas complejas de piezas cercanas a las geometrías finales, combinadas con atributos microestructurales de los materiales de fabricación aditiva, pueden desafiar las capacidades convencionales de NDI, en comparación con los sistemas de materiales forjados o fundidos. Estos desafíos técnicos se ven exacerbados por la actual falta de experiencia de campo con componentes de fabricación aditiva, así como por la limitada experiencia de producción a gran escala [8].

Las tecnologías de fabricación aditiva de metales son consecuencia de desarrollos relativamente nuevos. La tecnología empleada para fabricar los materiales base de esta tesis, el EBM, fue desarrollada por la empresa sueca *Arcam* en 1997. Hoy en día *Arcam*, ahora siendo parte del gigante americano *General Electric*, sigue teniendo el monopolio de la tecnología [9]. En el tiempo transcurrido desde el comienzo del desarrollo de la tecnología hasta hoy, los esfuerzos de mejora de prestaciones han ido enfocados a la mejora de la integridad estructural de los componentes minimizando los defectos, al aumento de la productividad de las máquinas, a la automatización del proceso y al aumento de número de materiales disponibles para su procesamiento por EBM. Uno de los primeros materiales empleados en el desarrollo

de la tecnología EBM fue la aleación Ti-6Al-4V, estudiada en esta tesis. Pese a ser uno de los materiales más “antiguos” fabricado con la tecnología EBM, gran parte de sus atributos mecánico-microestructurales no han sido estudiados. De la misma manera, tampoco existe un historial de aplicaciones de estos materiales en componentes en funcionamiento, que nos puedan dar información sobre sus mecanismos de fallo, hoy en día indispensables para diseñar componentes estructurales sin coeficientes de seguridad demasiado elevados.

Las piezas de fundición estructural, por ejemplo, tienen muchas décadas de producción exitosa y experiencia de campo en aviación. Al mismo tiempo, se acepta ampliamente que las piezas fundidas son propensas a la variabilidad de fabricación, las anomalías del material y la variación resultante en las propiedades del material, incluida la fatiga, tal como sucede en los componentes de fabricación aditiva. Existe una variedad de anomalías materiales intrínsecas a las piezas fundidas en forma de varios tipos de porosidad, inclusiones, microgrietas, etc. Históricamente, y en parte debido a la falta de capacidades de proceso y modelado de materiales, se desarrolló un marco empírico para mitigar el riesgo de los factores anteriores en fundiciones estructurales.

Esta experiencia aún no existe para el EBM y tal como se acaba de comentar, los procesos de fabricación aditiva pueden dar lugar a una serie de anomalías o defectos materiales, como la porosidad del gas, la falta de fusión, las inclusiones, la anisotropía y las microgrietas. Cada clase de anomalías tiene un mecanismo de formación diferente y, en general, un impacto diferente en las propiedades mecánicas y las propiedades críticas para la fractura. Por ejemplo, el efecto de la porosidad del gas o los huecos sobre el inicio de la grieta por fatiga puede ser aproximado por los factores K_t equivalentes, mientras que las faltas de fusión pueden ser aproximada por grietas agudas preexistentes, de manera similar a la porosidad de contracción en las piezas fundidas.

La relación entre algunas de estas anomalías (poros, faltas de fusión y estructura anisotrópica), incluyendo varias variables del proceso de EBM, como pueden ser la posición de material en la base de fabricación, y las propiedades mecánicas del material resultante son el principal motivo de investigación plasmado en el Capítulo 2 de esta tesis.

Tabla 1. Frecuencia de mecanismo de fallo en componentes de aviación [10].

Failure mechanism	% Failures (<i>Aircraft Components</i>) (%)
Fatigue	55
Corrosion	16
Overload	14
Stress corrosion cracking	7
Wear/abrasion/erosion	6
High temperature corrosion	2

Más allá de los defectos del material, es necesario el conocimiento de los fallos de los materiales en servicio para optimizar los diseños, mejorar el comportamiento del material y en definitiva para minimizar el fallo del material. La Tabla 1 muestra las frecuencias de mecanismos de fallo en componentes de aviación, obtenido en un estudio realizado tras analizar 6000 informes de fallos de aeronaves en el Reino Unido [10]. Según los datos de la tabla, el 55% de los fallos se produjo por fatiga, por lo que una de las principales estrategias para minimizar el fallo es la mejora de los componentes frente a la fatiga. Hay diferentes enfoques para implementar esta mejora, como el diseño, la inspección y por supuesto, el material.

El análisis de las lecciones históricas aprendidas durante la introducción de nuevas tecnologías y materiales sugiere que la aplicación adecuada de los principios de tolerancia al daño basados en la mecánica de fractura, estudiada en el capítulo 4 de esta tesis, puede ofrecer un mecanismo eficaz de mitigación de riesgos contra los defectos inherentes del material, así como defectos de fabricación y defectos inducidos por el servicio [8].

1.5 Revisión Bibliográfica

1.5.1 Fabricación Aditiva

En los últimos años, la fabricación aditiva ha ido creciendo en popularidad, disparándose las ventas de equipos de sobremesa e industriales, desarrollándose mejoras de prestaciones, aumentando el volumen de negocio, número de empresas, títulos académicos, proyectos de investigación, normas, ferias, congresos y un largo etc. Como medición de la popularidad del ámbito, se puede mencionar que la búsqueda del término “additive manufacturing” en Google, ha devuelto más de 7 millones de resultados en enero de 2019. Incluso en español, la denominación “fabricación aditiva” produce 412.000 referencias.

Aunque parezca que la fabricación aditiva es una tecnología muy novedosa, hay que remontarse hasta los años 80 para encontrar sus orígenes en los primeros sistemas que mediante la solidificación capa por capa de fotopolímeros, conocido como estereolitografía, dieron pie a las primeras solicitudes de patentes en 1984. Pese a su larga trayectoria, la fabricación aditiva se considera una tecnología disruptiva debido a su potencial para cambiar sustancialmente o mejorar diferentes procesos de producción. Dado que sus capacidades y prestaciones aún están evolucionando, la expectación por su potencial no ha disminuido.

En los más de 30 años en los que la fabricación aditiva ha estado desarrollándose, se ha utilizado una gran variedad de términos para describir una serie de tecnologías que se podrían englobar dentro del término de fabricación aditiva. La norma de reciente creación sobre terminología ISO/ASTM 52900 [11], define la fabricación aditiva como un proceso de fabricación de objetos partiendo de ficheros 3D mediante unión de materiales normalmente capa por capa y en oposición a los métodos sustractivos. Otra de las denominaciones utilizadas para la fabricación aditiva es la impresión 3D, aunque este término ha estado más asociado a los equipos de sobremesa basados en la tecnología FDM que utilizan filamentos poliméricos como material de partida.

En resumen, el principio básico de esta tecnología consiste en que un modelo, generado inicialmente utilizando un sistema tridimensional de diseño asistido por ordenador (3D CAD), puede fabricarse directamente sin la necesidad de planificar el proceso. Aunque esto no es en realidad tan simple como parece, las tecnologías de fabricación aditiva ciertamente simplifican significativamente el proceso de producción de objetos 3D complejos directamente a partir de datos CAD. Otros procesos de fabricación requieren un análisis cuidadoso y detallado de la geometría de la pieza para determinar cosas como el orden en que se pueden fabricar las diferentes características, qué herramientas y procesos se deben usar y qué accesorios adicionales se pueden requerir para completar la pieza. Por el contrario, la mayoría de las tecnologías de fabricación aditiva solo necesitan algunos detalles

dimensionales básicos y una pequeña comprensión de cómo funciona la máquina de fabricación aditiva y los materiales que se utilizan [12].

La clave de cómo funcionan las tecnologías de fabricación aditiva es que las piezas se hacen agregando material en capas; cada capa es una sección transversal delgada de la parte derivada de los datos CAD originales. Obviamente en el mundo físico, cada capa debe tener un grosor finito y, por lo tanto, la parte resultante será una aproximación de los datos originales. Cuanto más delgada sea cada capa, más cerca estará la parte final del original. Todas las máquinas de fabricación aditiva comercializadas hasta la fecha utilizan un enfoque basado en capas; y las principales formas en que difieren son los materiales que se pueden usar, cómo se crean las capas y cómo se unen las capas entre sí. Tales diferencias determinarán factores como la precisión de la parte final, sus propiedades materiales y propiedades mecánicas.

Dentro de los distintos sectores en los que estas tecnologías han tenido entrada, la fabricación aditiva puede emplearse en la creación de modelos físicos, prototipos, partes de utillajes y la fabricación de componentes funcionales (Figura 3). En función de la tecnología empleada, se pueden fabricar componentes de una gran variedad de materiales: plástico, metales, cerámicas, vidrio, composites, biomateriales, etc.

1.5.1.1 Tecnologías y materiales

La fabricación aditiva engloba una serie de tecnologías que año tras año aumentan en número, volumen y prestaciones. Según la norma citada anteriormente [11], las tecnologías de fabricación aditiva se pueden clasificar en siete familias principales (ver Figura 6). Las cuales a su vez comprenden varias tecnologías con las que se pueden fabricar componentes de diferentes materiales, geometrías y tamaños. Generalmente, los componentes son fabricados capa por capa con materias primas que se encuentran en varios formatos como pueden ser, filamento, polvo, láminas, pellets, pastas o líquidos.

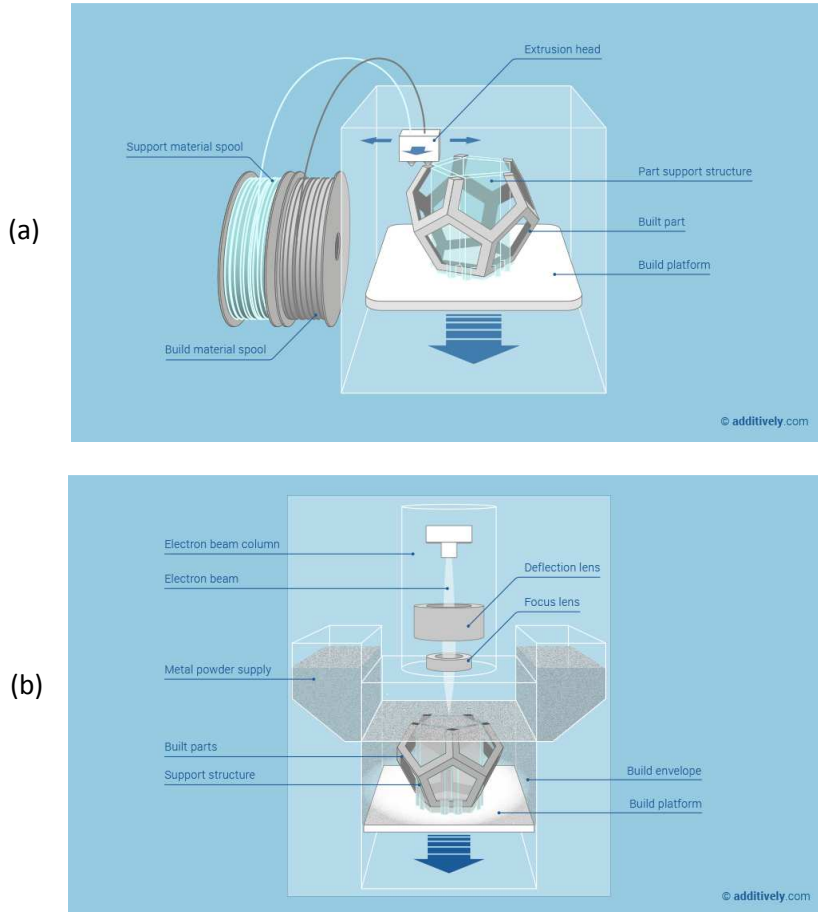


Figura 5. (a) Ejemplo de tecnología basada en deposición directa (Modelado por deposición fundida, FDM); (b) Ejemplo de tecnología basado en cama o lecho de polvo (Fundido mediante haz de electrones, EBM). (Fuente: Aditively.com)

Siguiendo la definición de la “fabricación aditiva” planteada en el apartado anterior, con atributos comunes como, la fabricación “capa por capa”, se podrían destacar dos enfoques distintos en cuanto a la metodología de fabricación. El primero consistiría en la deposición únicamente del material que forma la pieza, incluyendo sustentaciones para sostener las partes en voladizo (soportes), Figura 5 (a), deposición directa. El segundo enfoque consistiría en la deposición de material en toda la superficie de cada capa, donde se solidificaría o ligaría la parte correspondiente a la pieza, Figura 5 (b), cama de polvo. Al final del proceso de fabricación de esta segunda modalidad, habría que retirar la pieza del lecho de polvo o del tanque de líquido correspondiente.

ADDITIVE MANUFACTURING TECHNOLOGIES



Find out more at www.3dhubs.com/what-is-3d-printing



Figura 6. Familias y tipos de tecnologías de fabricación aditiva según norma ISO/ ASTM 52900. (Fuente: 3D Hubs)

Tal como se ha comentado anteriormente, el auge de la fabricación aditiva está posibilitando el desarrollado de numerosas tecnologías con más o menos repercusión en el mercado y en la industria. A continuación, se explican brevemente las tecnologías o familias de tecnologías más notorias que se englobarían dentro del ámbito de la fabricación aditiva:

- Estereolitografía (SLA): Esta fue la primera tecnología desarrollada de fabricación aditiva. La primera patente data de 1986 y su creador Chuck Hull es considerado el precursor de la impresión 3D. La tecnología se basa en la solidificación capa por capa de un fotopolímero contenido en un tanque mediante luz ultravioleta.
- Modelado por deposición fundida (FDM): En este proceso un material polimérico en formato de filamento se funde en una boquilla y se va depositando en una plataforma. Esta tecnología es la utilizada por las impresoras 3D de sobremesa y bajo coste. Existen también variantes industriales con mayores prestaciones (acabado, precisión, volumen, velocidad y materiales).
- Binder Jetting: En este proceso se deposita un aglomerante sobre un lecho de polvo. El aglomerante une los granos de polvo correspondientes a la sección de la pieza capa a capa para formar una parte sólida. Los materiales comúnmente utilizados en Binder Jetting son metales, arena y cerámicas en forma granular.
- Fusión en lecho de polvo (PBF): Este método comprende varias tecnologías donde a diferencia del Binder Jetting, las capas del lecho de polvo se funden o sinterizan selectivamente mediante una fuente de energía. Existen diferentes tecnologías en función de la materia prima o de la fuente de energía: sinterizado selectivo mediante laser (SLS) para materiales poliméricos; fusión selectiva mediante laser (SLM) y fusión mediante haz de electrones (EBM) para metales.
- Deposición directa de energía (DED): Este método comprende varias tecnologías donde el material, normalmente metales, se funde mientras se va depositando. Existen distintas tecnologías, en función del formato de la materia prima y de la fuente de energía: Deposición fundida por láser para hilo y polvo (LMD), fabricación aditiva por soldadura de arco (WAAM) o haz de electrones (EBAM).

1.5.1.2 *El proceso de Fabricación Aditiva*

La fabricación aditiva implica una serie de pasos que comprenden desde la descripción del CAD virtual hasta la obtención de la parte física resultante. Diferentes productos implican un proceso de fabricación aditiva compuesto de distintas etapas y distinto peso en el proceso general. Los productos pequeños y relativamente simples solo pueden utilizar la fabricación aditiva para los modelos de visualización, mientras que los productos más grandes y complejos con mayor contenido de ingeniería pueden involucrar a la fabricación aditiva durante numerosas etapas e iteraciones a lo largo del proceso de desarrollo. Además, en las primeras etapas del proceso de desarrollo de productos las piezas pueden tener un acabado rugoso donde la fabricación aditiva es utilizada por los tiempos de fabricación relativamente cortos. En las etapas posteriores del proceso, las piezas pueden requerir una limpieza cuidadosa y un procesamiento posterior (incluido el lijado, la preparación de la superficie y la pintura) antes de su uso, con la fabricación aditiva siendo útil aquí debido a la complejidad de la forma que se puede crear sin tener que considerar el uso de herramientas. Para resumir, la mayoría de los procesos de la fabricación aditiva implican, en cierto grado al menos, los siguientes pasos [12]:

CAD: Todas las partes de la fabricación aditiva deben comenzar desde un modelo de software que describa completamente la geometría externa. Esto puede implicar el uso de casi cualquier software profesional de modelado de sólidos CAD, pero la salida debe ser una representación 3D sólida o de superficie. También se pueden utilizar equipos de ingeniería inversa como sistemas de escaneo láser para crear esta representación.

Conversión a STL y manipulación del archivo: Casi todas las máquinas de fabricación aditiva aceptan el formato de archivo STL, que se ha convertido en un estándar de facto, y casi todos los sistemas CAD pueden generar dicho formato de archivo. Este archivo describe las superficies externas cerradas del modelo CAD original y constituye la base para el cálculo de los cortes. El archivo STL que describe la pieza debe transferirse a la máquina de fabricación aditiva. Aquí, puede haber alguna manipulación general del archivo para que tenga el tamaño, la posición y la orientación correctos para la construcción. En algunas de las tecnologías es necesario añadir unos soportes a superficies en voladizo, orificios e incluso a zonas con tendencia a la deformación debido a tensiones térmicas. Es necesario también realizar un proceso de rebanado o "slicing" del sólido donde se extraen las secciones transversales que constituirán las capas del componente fabricado por fabricación aditiva.

Configuración de la máquina: La máquina de fabricación aditiva debe estar configurada correctamente antes del proceso de fabricación. Dichas configuraciones estarían relacionadas con los parámetros de fabricación, como las restricciones de material, la fuente de energía, el grosor de la capa, los tiempos, etc.

Fabricación: La fabricación de la pieza es principalmente un proceso automatizado y la máquina puede continuar en gran medida sin supervisión. En este momento, solo debe realizarse un monitoreo superficial de la máquina para garantizar que no se hayan producido errores como quedarse sin material, fallas de energía o software, etc.

Eliminación: Una vez que la máquina de fabricación aditiva ha completado la fabricación, se deben extraer las piezas. Esto puede requerir la interacción con la máquina, que puede tener enclavamientos de seguridad para garantizar, por ejemplo, que las temperaturas de funcionamiento sean lo suficientemente bajas o que no haya partes móviles activas. En los procesos de lecho de polvo, por ejemplo, es necesario quitar el polvo que no se ha solidificado. En muchos casos también es necesario la separación de la plataforma de fabricación, que puede comprender incluso una etapa de tronzado con disco abrasivo e incluso electroerosión por hilo.

Postprocesado: Una vez retiradas de la máquina, las piezas pueden requerir una cantidad de limpieza adicional antes de estar listas para su uso. Las piezas pueden ser débiles en esta etapa o pueden tener características de soporte que deben eliminarse. Por lo tanto, esto a menudo requiere tiempo y manipulación manual cuidadosa y experimentada. En el caso de fabricación aditiva metálica, la realización de tratamientos térmicos posteriores para alivio de tensiones o para mejora de propiedades es habitual.

Aplicación: Las piezas también pueden requerir un tratamiento adicional antes de ser aceptables para su uso. Por ejemplo, pueden requerir imprimación y pintura para dar una textura superficial y un acabado aceptables. Los tratamientos pueden ser laboriosos y prolongados si los requisitos de acabado son muy exigentes. También se les puede exigir que se ensamblen junto con otros componentes mecánicos o electrónicos para formar un modelo o producto final.

Si bien se han discutido las numerosas etapas en el proceso de fabricación aditiva, es importante darse cuenta de que muchas máquinas de fabricación aditiva requieren un mantenimiento cuidadoso. Muchas máquinas de fabricación aditiva usan tecnología láser o de impresión muy frágiles que deben ser monitoreadas cuidadosamente y que preferiblemente no deben usarse en ambientes sucios o ruidosos. Si bien las máquinas están diseñadas para operar sin supervisión, es importante incluir controles regulares en el programa de mantenimiento, y se debe tener en cuenta que las diferentes tecnologías requieren diferentes niveles de mantenimiento. También es importante tener en cuenta que los procesos de fabricación aditiva están fuera de la mayoría de los estándares de procesos. El Comité Técnico ASTM F42 sobre Tecnologías de Fabricación Aditiva está trabajando para abordar y superar este problema. Sin embargo, muchos proveedores de máquinas recomiendan y proporcionan patrones de prueba que pueden usarse periódicamente para confirmar que las máquinas funcionan dentro de límites aceptables.

Además de la maquinaria, los materiales también pueden requerir un manejo cuidadoso. Las materias primas utilizadas en algunos procesos de fabricación aditiva tienen una vida útil limitada y también deben mantenerse en condiciones que eviten reacciones químicas no deseadas. Se debe evitar la exposición a la humedad, el exceso de luz y otros contaminantes. En otros casos los materiales pueden ser tóxicos o peligrosos como en el caso de polvos de aleaciones de níquel o polvos de aluminio respectivamente. La mayoría de los procesos utilizan materiales que pueden reutilizarse para más de un lote de fabricación. Sin embargo, puede ser que la reutilización pueda degradar las propiedades si se realiza muchas veces y, por lo tanto, también se debe observar un procedimiento para mantener una calidad constante del material a través del reciclaje.

1.5.1.3 Fabricación aditiva de metales

Desde su inicio, se han realizado avances significativos en la comprensión de los procesos de fabricación aditiva y la estructura y propiedades de los componentes metálicos fabricados mediante estas tecnologías [13]. Estos avances, que incluyen láseres industriales fiables de menor costo, hardware y software de computación de alto rendimiento y tecnologías basadas en materias primas de polvo e hilo de metal, han permitido convertir a los procesos basados en tecnologías de fabricación aditiva para metales en procesos de vanguardia. Ciertas aplicaciones han alcanzado niveles de preparación tecnológica de producción totalmente certificada, la mayoría lo ha logrado a través de la certificación de cada tipo de pieza, material y proceso. Sin embargo, es deseable una comprensión más profunda de los materiales, procesos, estructuras, propiedades y rendimiento de la materia prima para producir piezas de fabricación aditiva sin defectos, estructuralmente sólidas y fiables.

En un principio, las tecnologías de fabricación aditiva para metales han ido desarrollándose en laboratorios nacionales, universidades, centros tecnológicos y laboratorios de investigación industrial. Hoy en día, las tecnologías más maduras mejoran sus prestaciones en las propias empresas que fabrican dichos equipos (Figura 8), si bien aún se siguen desarrollando más tecnologías.

Las tecnologías de fabricación aditiva para metales pueden clasificarse / categorizarse en términos de la materia prima, fuente de energía, volumen de fabricación, etc. En la Figura 7 aparecen las principales tecnologías de fabricación aditiva de metales divididas en tres grandes categorías (aunque hay muchos más): (i) sistemas de lecho de polvo, (ii) sistemas de alimentación de polvo y (iii) sistemas de alimentación de hilo o alambre. En dicha clasificación también se distingue la fuente de energía (haz de electrones, láser, arco, etc.). El polvo de metal es la principal materia prima de la fabricación aditiva en metal. Aunque su manipulación es difícil y peligrosa en su estado bruto, sus características únicas lo convierten en el tipo de materia prima para fabricación aditiva de metal preferido.

Dentro de cada formato de materia prima, la principal diferencia entre distintas tecnologías de fabricación aditiva para metales se basa en la forma en que fusionan el polvo o el hilo para formar piezas metálicas. Estos métodos varían mucho, desde el uso de láseres de alta energía para fusionar el polvo suelto hasta la extrusión de filamento de polvo de metal contenido en un polímero [15].

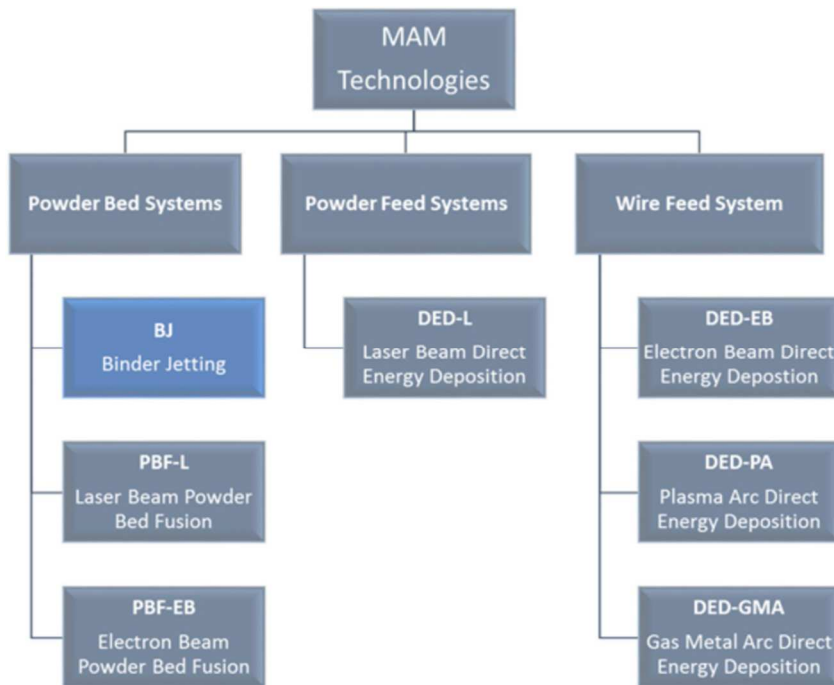


Figura 7. Clasificación de las tecnologías de fabricación aditiva para metales según norma de ASTM [16].

En la Figura 9, se puede ver una comparación de los distintos aspectos de la fabricación para varias tecnologías de fabricación aditiva de metales. Como se puede observar en dicha gráfica, mediante las tecnologías basadas en cama de polvo, se obtienen componentes más precisos, de geometrías complejas, pero con unas velocidades de fabricación y dimensiones limitadas. En cambio, procesos como el WAAM, permiten fabricar componentes grandes, a gran velocidad, pero con geometrías relativamente sencillas y una precisión limitada.

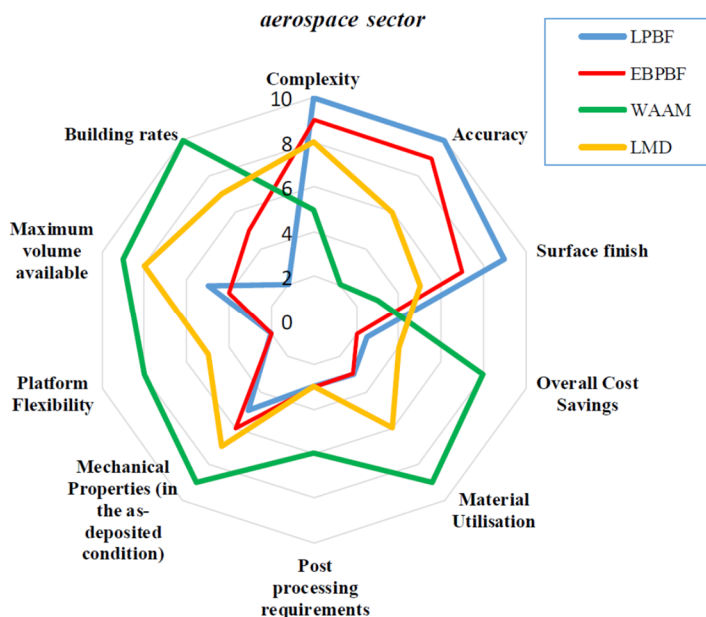


Figura 9. Comparación de tecnologías de fabricación aditiva metálica, donde LPBF y EBPBF corresponden a SLM y EBM respectivamente [17].

A continuación, se analizará las principales tecnologías de fabricación aditiva metálicas:

Powder Bed Fusion (PBF)

Conocido por muchos nombres, la fusión en lecho o cama de polvo es actualmente el tipo más común de fabricación aditiva en metal. Estas máquinas distribuyen una fina capa de polvo prealeado sobre una placa o base de fabricación y funden selectivamente una sección transversal de la pieza en cada capa [18]. Existen dos tipos distintos de técnicas de fusión de lecho de polvo en función de la fuente de energía: fusión selectiva por láser y fusión por haz de electrones.

Fusión selectiva por láser (SLM)

También conocido como: sinterización directa de metal por láser (DMLS), impresión directa por metal (DMP), fusión de lecho en polvo con láser (LPBF). La mayoría de las máquinas Powder Bed Fusion son máquinas de fusión selectiva por láser (SLM). Las máquinas SLM usan láseres de alta potencia para fusionar capas de metal en determinadas partes de cada plano de construcción (Figura 10). Después de una impresión, un operador retira el componente (o componentes) del lecho de polvo, corta la pieza de la placa de construcción o fabricación y la procesa.

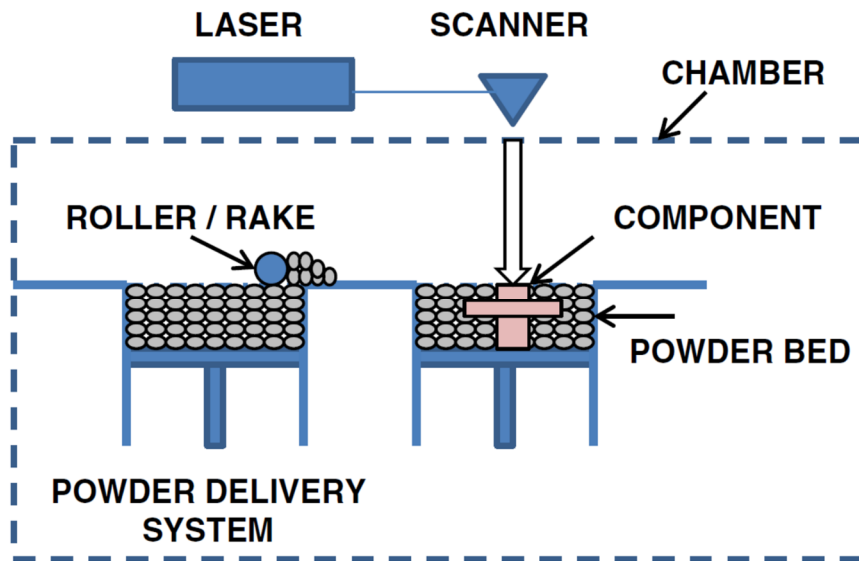


Figura 10. Ilustración general de proceso SLM [19].

El SLM es considerada como la tecnología más madura de fabricación aditiva en metal y a menudo se toma como referencia para la evaluación de otras tecnologías. Los componentes impresos en SLM son excelentes para piezas precisas y geométricamente complejas que de otro modo no serían mecanizables. Se adaptan a una amplia variedad de aplicaciones: desde el sector médico-dental hasta el sector aeroespacial. Los volúmenes de construcción varían desde muy pequeños (cubo de 100 mm) a grandes (800 mm x 500 mm x 400 mm) y la velocidad de impresión es moderada. La precisión de estas máquinas está determinada por el ancho del rayo láser y la altura de la capa. La mayoría de los materiales disponibles para fabricación aditiva de metales hoy en día se pueden usar en una máquina SLM.

Si bien estas máquinas son innovadoras, una amplia variedad de requisitos de instalaciones y pos-procesamiento limitan estas tecnologías a usuarios industriales. Las máquinas SLM requieren de operarios profesionales capacitados para operarlas. Debido a su intrincado proceso, las impresiones deben repetirse y ajustarse varias veces para obtener resultados. Después de la impresión, la mayoría de las piezas requieren un importante procesamiento posterior y tratamiento térmico. Además, el polvo de metal que usan estas máquinas es extremadamente peligroso y costoso de manipular: la mayoría de las máquinas SLM totalmente equipadas cuestan más de 1 millón de euros y al menos un técnico con dedicación completa para manejarlas.

Fusión de haz de electrones (EBM)

La tecnología EBM es un proceso de lecho de polvo que utiliza una fuente de energía basado en un haz de electrones con el que se fusiona el polvo. Esta tecnología fue desarrollada y patentada por *Arcam*, empresa sueca adquirida más tarde por *GE Additive* (Figura 11). En general el haz de electrones produce componentes menos precisos que SLM, pero el proceso en su conjunto es más rápido para piezas más grandes. Estas máquinas tienen similares limitaciones, costos y problemas a las máquinas SLM. La tecnología EBM es, además, la tecnología utilizada para la fabricación del material estudiado en esta tesis. En los Capítulos 2, 3, 4 y 5 de este documento, se describe la metodología empleada para fabricar las muestras mediante esta tecnología.

Las ventajas del proceso EBM respecto al SLM incluyen un entorno de deposición a mayor temperatura con polvos típicamente calentados a 700°C, reduciendo tensiones residuales y distorsiones térmicas. El proceso se realiza en un entorno de vacío que ofrece beneficios para materiales reactivos, como pueden ser las aleaciones de titanio y cromo-cobalto utilizadas en aplicaciones críticas. Los materiales deben ser conductores, limitando en alguna medida la selección de materiales. Al igual que con el SLM, la dependencia del formato de archivo STL existe, pero el diseño y el uso de estructuras de soporte se reducen ya que el polvo circundante se sinteriza ligeramente para ayudar a formar el soporte. Esta característica de sinterización previa reduce la necesidad de estructuras de soporte extensas, también puede simplificar la carga y el apilamiento de múltiples partes dentro de un solo volumen y ciclo de construcción, maximizando la productividad del sistema.



Figura 11. Máquina ARCAM modelo Q20 [9].

El tamaño de punto de haz enfocado más pequeño es del orden de 100 μm , lo que permite la creación de detalles finos. Se pueden mantener múltiples baños fundidos (melt pool) simultáneamente debido a la capacidad de barrido rápido de electrones de hasta 8000 m/s. Se pueden producir múltiples componentes durante un ciclo o lote de fabricación que ofrece una alta utilización del volumen de la cámara. Las dimensiones de construcción típicas son 350x380mm. *Arcam* ofrece una cadena de suministro validada para sus polvos, principalmente los de aleaciones de titanio y cobalto-cromo, y proporciona parámetros de proceso optimizados para estos polvos. La cámara de fabricación generalmente se calienta a 680–720°C y se mantiene a una temperatura elevada durante la fabricación. El precalentamiento puede variar para otros materiales como el aluminio (300°C) o el aluminuro de titanio, TiAl (1100°C). Esto sirve tanto para el entorno de precalentamiento como para el post-calentamiento y ayuda a minimizar las tensiones de contracción y la distorsión al enfriarse, las tensiones residuales y la formación de fases de no equilibrio, todo lo cual puede provocar el agrietamiento de materiales sensibles. Tras el proceso de fabricación por fusión, el enfriamiento de la cámara de fabricación puede tardar horas o decenas de horas. Durante el proceso de fabricación, también se utiliza una fase de precalentamiento de polvo para sinterizarlo ligeramente y reducir los gradientes térmicos asociados a las regiones que experimentan un calentamiento y enfriamiento rápidos en las zonas adyacentes del baño fundido.

Tal como se ha comentado anteriormente, la necesidad de estructuras de soporte y su eliminación posterior al proceso pueden reducirse o evitarse, ya que el polvo adyacente a la parte que se está construyendo se sinteriza ligeramente durante cada capa, sirviendo efectivamente como una estructura de soporte que se elimina más fácilmente. Para el proceso EBM se requieren polvos especiales con diámetros de partículas más grandes que para el SLM y la conexión a tierra de la placa de construcción debido a la carga electrostática y la repulsión de partículas de polvo más finas (a menudo denominadas "humo") que perturban la capa de polvo. Estos tamaños de polvo más grandes y las condiciones focales requeridas pueden contribuir a disminuir la precisión de la que se puede obtener en ciertos sistemas basados en láser que usan polvos de menor diámetro. Las hojas de datos también especifican un tamaño de partícula mínimo de 45 μm para una manipulación segura del polvo [20].

Deposición directa de energía (DED)

La deposición directa de energía utiliza materia prima de metal y una fuente de energía para fabricar piezas. A diferencia de la fusión de lecho de polvo, el material (que puede ser polvo o hilo) y la fuente de energía se ubican en un solo cabezal de impresión que dispensa y fusiona material simultáneamente. El software para los procesos DED puede ser más complejo que el empleado para procesos PBF cuando se apoyan en modelos basados en características y control de trayectoria de herramientas CNC en lugar de depender estrictamente en la sección

transversal de los modelos STL. En estos procesos es necesario el empleo de una placa o parte de sustrato sobre la cual comienza el proceso de deposición. El sustrato puede o no convertirse en parte de la pieza final. En aplicaciones híbridas, el proceso DED simplemente puede ser requerido para agregar características a un componente base existente o forma de materia prima comercial. El proceso DED puede depositar material en superficies 3D complejas (en lugar de simplemente superficies planas y movimiento X, Y), utilizando 5 ejes o más de movimiento simultáneo tanto del cabezal de deposición como de la articulación de la parte del sustrato. Las tecnologías DED se clasifican en función del tipo de fuente de energía y del formato de la materia prima.

Deposición de material por láser (LMD)

A diferencia del SLM, en lugar de extender el polvo en una cama y fundirlo con un láser, las máquinas LMD soplan con precisión el polvo a través de un cabezal sobre una pieza, utilizando un láser en la cabeza para fusionar el polvo y unirlo al componente en proceso de fabricación. Si bien muchas de las ventajas y desventajas de esta tecnología son compartidas con los métodos PBF-L, existen algunas diferencias significativas. En lugar de sinterizar un lecho de polvo como en las tecnologías PBF, en el LMD, el polvo de metal se funde al depositarse sobre un baño fundido mediante una boquilla de suministro de polvo, como se muestra en el esquema de la Figura 12.

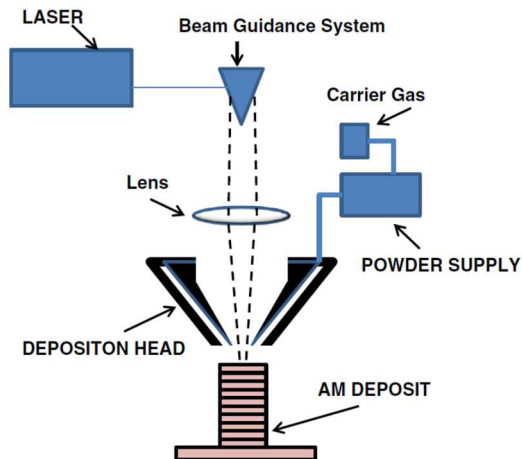


Figura 12. Ilustración general de proceso LMD [19].

Ambas máquinas usan polvo de metal y un láser, y en consecuencia las piezas impresas con LMD son muy similares a las impresas por SLM en cuanto a la metalurgia del material resultante. El proceso LMD tiene una gran limitación respecto a la complejidad y acabado superficial de los componentes. Sin embargo, las tecnologías LMD en general tienen unas velocidades de deposición mayores y además pueden utilizar su exclusivo sistema de

distribución de polvo para reparar componentes que tienen deficiencias. El proceso LMD también comparte muchas características con el proceso de recubrimiento o revestimiento de soldadura láser (laser cladding) y, en muchos sentidos, es una combinación híbrida de revestimiento láser y soldadura láser de 5 ejes.

Fabricación aditiva por hilo y arco, o WAAM (wire arc additive manufacturing)

La combinación de un arco eléctrico como fuente de calor e hilo como materia prima se conoce como WAAM y se ha investigado con fines de fabricación aditiva desde la década de 1990, aunque la primera patente se presentó en 1925. Actualmente, el hardware de WAAM utiliza equipos de soldadura estándar: fuente de energía de soldadura, antorchas y sistemas de alimentación de hilo. El movimiento puede ser proporcionado por sistemas robóticos o en pórtico (Figura 13) y controlados numéricamente por computadora. La tecnología de soldadura más adecuada para el proceso WAAM es el MIG: el hilo es el electrodo consumible y su coaxialidad con la antorcha de soldadura facilita el recorrido del cabezal durante la fabricación del componente. El proceso MIG es adecuado para materiales como el aluminio y el acero, pero desafortunadamente, con el titanio, este proceso se ve afectado por el desplazamiento del arco. En consecuencia, para la deposición de titanio se emplea la soldadura con gas inerte de tungsteno TIG, o soldadura por arco de plasma [21].

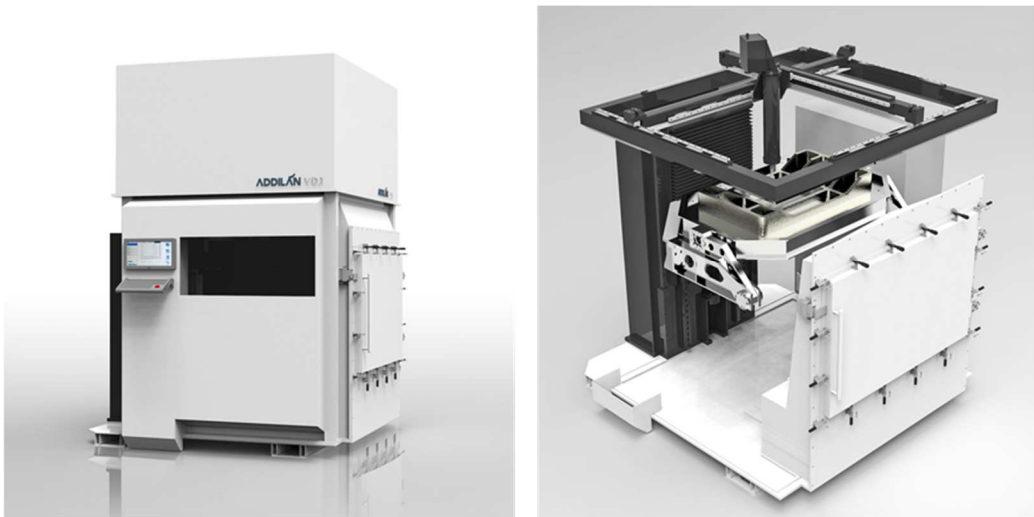


Figura 13. Máquina para proceso WAAM fabricada por Addilan con cámara de atmósfera inerte para la fabricación con metales reactivos [22].

Las principales ventajas de las tecnologías basadas en el WAAM consisten en: la capacidad de depositar grandes cantidades de material en tiempos relativamente cortos (5-10 kg/hora), la ausencia de limitaciones en cuanto a tamaño de piezas y los bajos costes de los equipos en comparación con otras tecnologías de fabricación aditiva para metales. Las mayores

desventajas de estas tecnologías serían la dificultad de fabricar componentes con geometrías complejas, el acabado superficial que exige un mecanizado posterior y las tensiones residuales que se generan debido a los gradientes térmicos del proceso.

Fabricación de aditivos por haz de electrones, o EBAM

El EBAM es un proceso muy similar al WAAM, debido a que el material se deposita en forma de hilo. Sin embargo, en el EBAM, en vez de utilizar un arco eléctrico como fuente de energía, se utiliza un haz de electrones (Figura 14). La fusión por haz de electrones requiere trabajar en condiciones de vacío por lo que el enfriamiento del componente durante el proceso de fabricación es más costoso que en otros procesos similares realizados al aire o con atmósferas protegida mediante gases inertes.

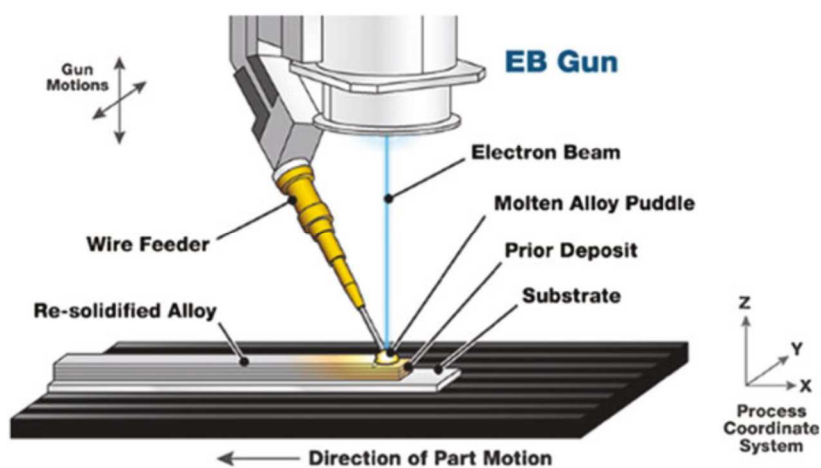


Figura 14. Ilustración general del proceso EBAM [20].

Binder Jetting

El Binder Jetting es una tecnología de fabricación aditiva que permite fabricar piezas de alta complejidad, dentro de un amplio abanico de materiales, mediante la deposición selectiva de un ligante sobre una cama de polvo pre-depositada. El proceso de impresión se divide en diferentes etapas: Deposición y extensión de una capa de materia prima particulada sobre la cama de polvo; Impresión de la sección o "rebanada" de la pieza mediante la deposición de ligante; Secado de la capa impresa y desplazamiento descendente de la cama de polvo según el espesor de capa deseado [23].

Este ciclo se repite hasta la impresión de todas las capas que conforman el componente a fabricar. Una vez terminado el proceso de impresión, se procede a curar el ligante, dotando

de estabilidad estructural a las piezas. Posteriormente, las piezas son desmoldeadas de la cama de polvo y sinterizadas a alta temperatura, Figura 15.

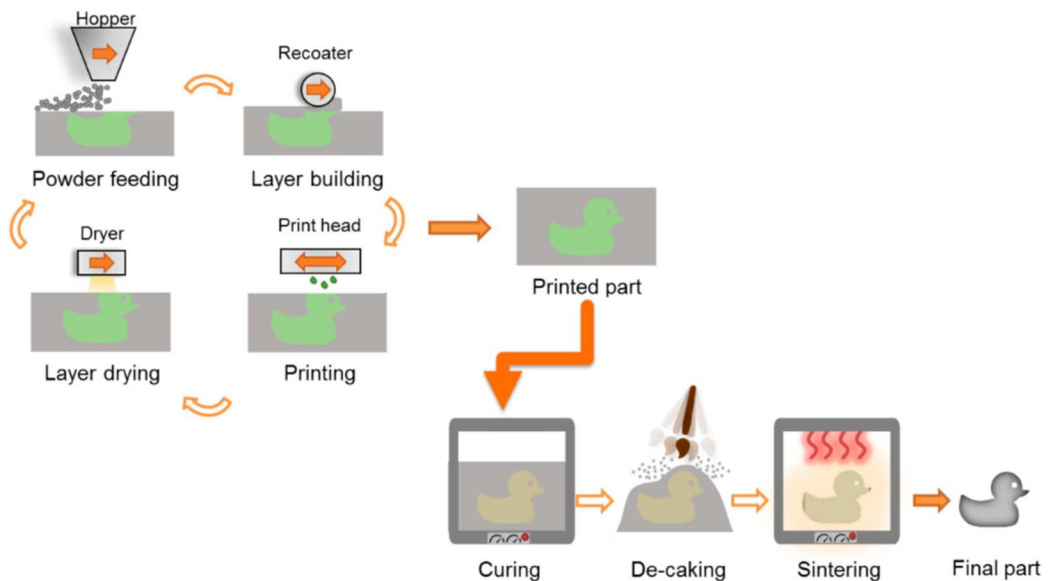


Figura 15. Esquema general de proceso de fabricación mediante tecnología Binder Jetting [24].

Durante el proceso de sinterizado, la parte impresa se calienta en un horno justo por debajo de su temperatura de fusión. El material aglutinante se quema y el polvo metálico se une en una parte metálica completa. Este proceso puede realizarse en lotes, lo que significa que no afecta significativamente al rendimiento de proceso.

Extrusión de filamento de metal (MFDM)

Esta tecnología está aumentando su popularidad debido las inversiones mínimas necesarias para comenzar a fabricar componentes metálicos. El principio se basa en el proceso de modelado de deposición fundida o Fused Deposition Modeling (FDM) utilizado por la mayoría de las impresoras que fabrican componentes de plástico, incluyendo las impresoras 3D de sobremesa. La clave se encuentra en la materia prima utilizada. Los filamentos que se utilizan en esta tecnología pueden llevar hasta un 96% de material metálico en forma de polvo y unido mediante un aglomerante, dándole una consistencia de manera que se pueda fabricar filamento procesable por tecnología FDM. El componente obtenido en verde debe pasar otras etapas como el de la eliminación del aglomerante o “debinding”, obteniéndose un componente denominado como “componente en marrón”, así como el proceso de sinterizado para la obtención de la parte metálica, ver Figura 16. Durante el proceso de sinterización, el componente se contrae para dar cuenta del espacio abierto por el aglutinante disuelto, produciendo una parte completamente metálica.

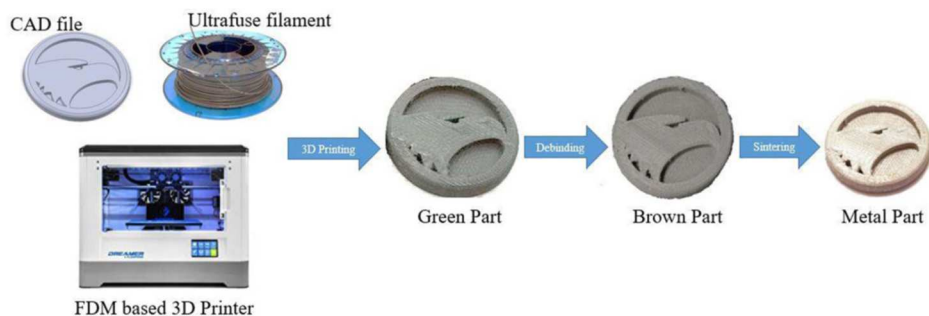


Figura 16. Esquema de proceso de fabricación de componentes de metal a partir de filamento Ultrafuse 316LX © de BASF [25].

El postproceso de este tipo de componente es muy similar al postproceso del Metal Injection Molding (MIM) y del Binder Jetting. Existen también variantes donde en vez de utilizar un filamento continuo, se utiliza materia prima de MIM en forma de granza [26], o incluso en cartuchos similares a los utilizados en pistolas de cola fundida [27].

Otra de las ventajas de estos procesos, además de su relativo bajo coste es la fácil manipulación de la materia prima. Los filamentos cargados con polvo son un material mucho más seguro y fácil de usar que el polvo suelto: el material de extrusión de FDM puede manipularse a mano y no requiere las medidas de seguridad que requieren las máquinas de lecho de polvo.



Figura 17. Componente fabricados por FDM de filamento metálico de aleación de níquel [15].

Como un proceso de impresión basado en filamentos, las restricciones de las piezas de FDM de metal son muy similares a las de la impresión de plástico FDM convencional: funciona bien para casi todas las geometrías de piezas (Figura 17) y puede imprimir con relleno de celda abierta. Las piezas impresas en sistemas de metal a menudo requieren un procesamiento posterior: tratamiento térmico para piezas que necesitan propiedades avanzadas (aunque esto se requiere para cada metal) y mecanizado/pulido posterior para acabados de superficie mejorados. Aunque la obtención de materiales libres de porosidad

resulta realmente difícil, a excepción de componentes tratados por HIP, estudios recientes muestran que las propiedades obtenidas van acercándose a materiales fabricados mediante otros procesos de fabricación aditiva como el SLM [25].

1.5.2 Titanio

Las principales propiedades que hacen que el titanio sea atractivo para gran variedad de aplicaciones son la alta resistencia mecánica, la baja densidad y la excelente resistencia a la corrosión. En la Tabla 2, se puede ver una comparación de algunas características de los principales metales utilizados en aplicaciones estructurales.

Tabla 2. Características de las aleaciones de titánico comparados con otros materiales metálicos estructurales basados en hierro, níquel y aluminio [28]

	Ti	Fe	Ni	Al
Melting Temperature (°C)	1670	1538	1455	660
Allotropic Transformation (°C)	β $\frac{882}{}$, α	γ $\frac{912}{}$, α	-	-
Crystal Structure	bcc \rightarrow hex	fcc \rightarrow bcc	fcc	fcc
Room Temperature E (GPa)	115	215	200	72
Yield Stress Level (MPa)	1000	1000	1000	500
Density (g/cm ³)	4.5	7.9	8.9	2.7
Comparative Corrosion Resistance	Very High	Low	Medium	High
Comparative Reactivity with Oxygen	Very High	Low	Low	High
Comparative Price of Metal	Very High	Low	High	Medium

Los campos de aplicación de este material incluyen aeronaves (alta resistencia mecánica en combinación con baja densidad), motores aeronáuticos (alta resistencia, baja densidad y buena resistencia a la fluencia hasta aproximadamente 550°C, ver Figura 18), dispositivos biomédicos (resistencia a la corrosión y alta resistencia) y componentes en procesos petroquímicos (resistencia a la corrosión) [29].

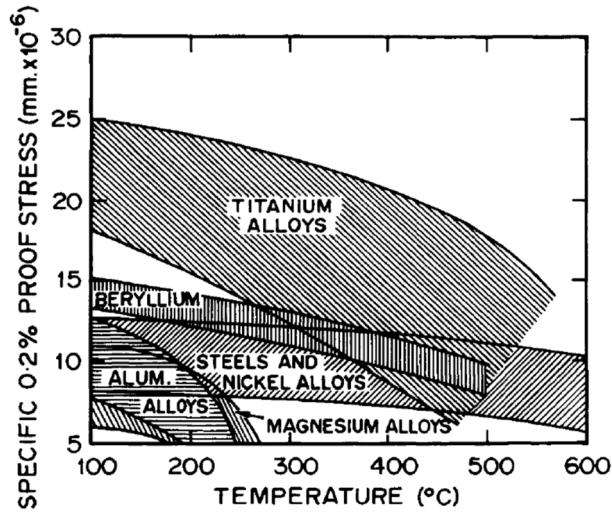


Figura 18. Relación entre la fluencia específica al 0,2% y la temperatura para aleaciones ligeras, aleaciones de níquel y aceros [30].

El coste relativamente alto del titanio ha impedido un uso más amplio de este metal en sectores como el de la automoción. Para minimizar el problema del coste inherente, las aplicaciones de las aleaciones de titanio deben aprovechar las características convencionales y especiales del titanio que lo diferencian de otros materiales de ingeniería. Esto requiere una comprensión más completa de las aleaciones de titanio en comparación con otras familias de aleaciones menos costosas, incluyendo también la relación entre el costes, métodos de procesamiento y rendimiento [28].

Algunas de las características básicas del titanio y sus aleaciones han sido enumeradas en la Tabla 2 y se comparan con las de otros materiales metálicos estructurales basados en Fe, Ni y Al. Aunque el titanio tiene la relación resistencia/densidad más alta, es un material seleccionado solo para ciertas áreas de aplicación de nicho sobre todo debido a su alto precio. Este alto precio es principalmente el resultado de la dificultad de su obtención. Durante el proceso de producción de espuma de titanio a partir de tetracloruro de titanio, así como durante el proceso de fusión, incluyendo el procesado mediante tecnologías de fabricación aditiva, se requiere el uso de atmósfera inerte o vacío, lo que aumenta considerablemente el coste del proceso. Los elementos adicionales que aumentan el coste son la alta cantidad de energía necesaria para su producción y el alto coste inicial del tetracloruro de titanio.

Por otro lado, la alta reactividad del titanio con el oxígeno conduce a la formación inmediata de una capa superficial de óxido estable y adherente cuando se expone al aire, lo que le aporta una resistencia a la corrosión superior en varios tipos de ambientes agresivos, especialmente en ambientes ácidos acuosos. La temperatura de fusión mucho más alta del titanio en comparación con el aluminio, el principal competidor en aplicaciones estructurales ligeras, le

da al titanio una ventaja definitiva a temperaturas de aplicación por encima de aproximadamente 150°C. La alta reactividad del titanio con oxígeno también limita la temperatura máxima de uso de las aleaciones de titanio a aproximadamente 600°C. Por encima de esta temperatura, la difusión de oxígeno a través de la capa superficial del óxido se vuelve demasiado intensa, lo que resulta en un crecimiento excesivo de la capa de óxido y la fragilidad de la capa adyacente rica en oxígeno de la aleación de titanio.

1.5.2.1 Transformación de fases

El titanio puro exhibe una transformación de fase alotrópica a 882°C, que cambia de una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (fase β) a temperaturas más altas, a una estructura cristalina hexagonal compacta (fase α) a temperaturas más bajas, Figura 19. La temperatura de transformación exacta está fuertemente influenciada por elementos intersticiales y de sustitución y, por lo tanto, depende de la pureza del metal.

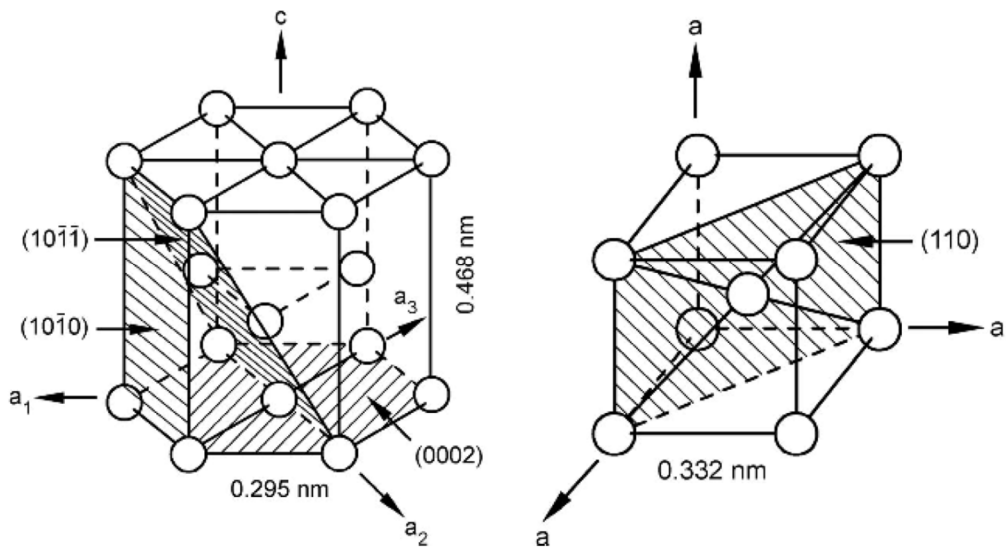


Figura 19. Izquierda: estructura cristalina hexagonal compacta (fase α). Derecha: estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (fase β) [28].

La transformación de la fase β bcc a la fase α hexagonal en el titanio puro y las aleaciones de titanio puede ocurrir martensíticamente o mediante un proceso de nucleación y crecimiento controlado por difusión, dependiendo de la velocidad de enfriamiento y la composición de la aleación.

Transformación martensítica. La transformación de martensita implica el movimiento cooperativo de átomos mediante un proceso de cizalladura que produce una transformación microscópicamente homogénea de la estructura bcc, transformándola en una estructura cristalina hexagonal. El volumen transformado generalmente tiene forma de placa. Para la mayoría de las aleaciones de titanio, sería más adecuado describir esta geometría como de forma de disco.

Nucleación y crecimiento controlado por difusión. Cuando las aleaciones de titanio se enfrían a velocidades suficientemente bajas desde la zona estable de la fase β hacia la zona de la fase ($\alpha+\beta$), la fase α , que es incoherente con respecto a la fase β , comienza a nuclearse preferentemente en los límites de grano β , produciendo una capa α más o menos continua aproximadamente a lo largo de los límites de grano β . Durante el enfriamiento continuo, las placas α se nuclean en la interfaz de la capa α continua o en el límite del grano β en sí y crecen en el grano β como placas paralelas pertenecientes a la misma variante de la relación de Burgers (denominada colonia α), ver Figura 20. Las colonias continúan creciendo hacia el interior del grano β hasta que se encuentran con otras colonias α nucleadas en otras áreas límite del grano del grano β y que pertenecen a otras variantes de la relación de Burgers. Las placas α individuales están separadas dentro de las colonias α por la matriz β retenida, que comúnmente, pero incorrectamente, se denominan placas β . Las placas α y β también se denominan a menudo láminas α y β y la microestructura resultante se designa como laminar. En dicho material enfriado lentamente, el tamaño de las colonias α puede ser tan grande como la mitad del tamaño del grano β .

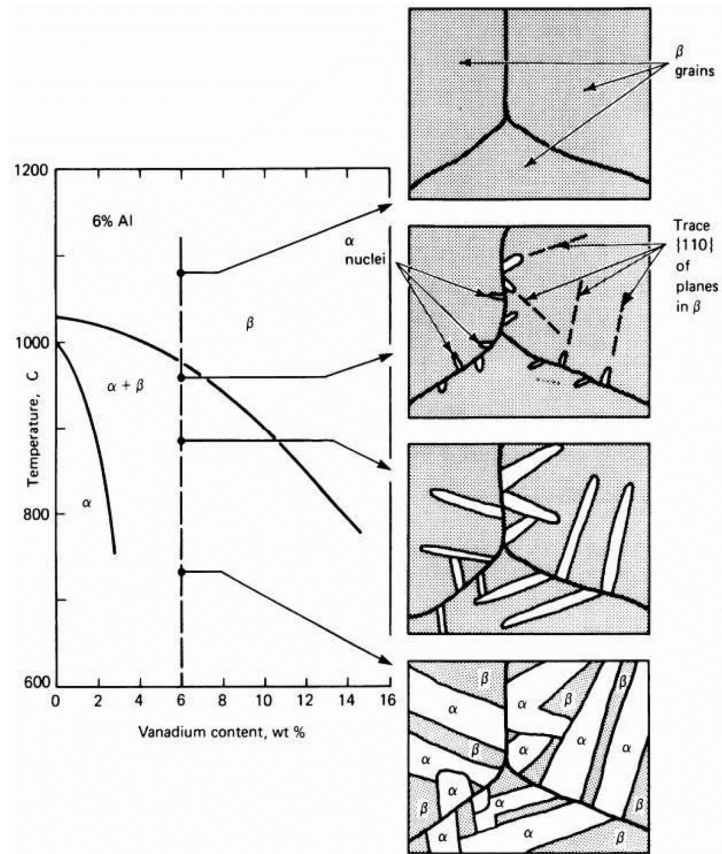


Figura 20. Esquema de desarrollo de una estructura laminar en la aleación Ti-6Al-4V, con microestructuras generadas en varias temperaturas intermedias durante un enfriamiento pausado desde una temperatura superior a la temperatura β transus. La microestructura final se compone de fase α (blanca) separado por la fase β (oscura) [31].

Al aumentar la velocidad de enfriamiento, el tamaño de las colonias α , así como el grosor de las placas α individuales, se hacen más pequeños. Las colonias nucleadas en los límites del grano β ya no pueden llenar el interior del grano entero y las colonias comienzan a nuclearse también en los límites de otras colonias. Para minimizar las deformaciones elásticas generadas, las nuevas placas α que se nuclean por contacto "puntual" en la cara ancha de una placa α existente tienden a crecer casi perpendicularmente a esa placa. Este mecanismo de nucleación y crecimiento selectivo en combinación con el menor número de placas α dentro de las colonias conduce a una microestructura característica llamada estructura de "tejido de cesta" o estructura de Widmanstätten. Para una velocidad de enfriamiento dada, este tipo de estructura de "tejido de canasta" se observa con mayor frecuencia en aleaciones con mayor contenido de elementos estabilizadores β , especialmente con elementos de difusión lenta.

Cabe mencionar que durante el enfriamiento continuo desde el campo de la fase β , las placas α incoherentes no se nuclean de manera homogénea en toda la matriz β .

En el Capítulo 3 de esta tesis se discute ampliamente el mecanismo de formación de la microestructura $\alpha+\beta$ para el EBM Ti-6Al-4V. En el mismo capítulo, se muestran diferentes microestructuras con fase martensítica α' , granos preliminares β , límites de grano α , fases laminares $\alpha+\beta$ en forma de colonia y estructura Widmanstätten.

1.5.2.2 Aleaciones

Las aleaciones comerciales de titanio se clasifican convencionalmente en tres categorías diferentes: aleaciones α , $\alpha+\beta$ y β ; según su posición en una sección pseudo-binaria a través de un diagrama de fases isomorfas β , que se muestra esquemáticamente en la Figura 21.

El grupo de aleaciones denominada como aleaciones α , consiste en los diversos grados de titanio comercialmente puro (CP) y aleaciones α que al realizar un recocido muy por debajo de la temperatura β transus, contienen solo pequeñas cantidades de fase β (2-5% en volumen) estabilizadas con hierro. La fase β es útil para controlar el tamaño de grano α recristalizado y mejora la tolerancia al hidrógeno de estas aleaciones. Los cuatro grados diferentes de titanio CP difieren en función de su contenido en oxígeno de 0.18% (grado 1) a 0.40% (grado 4) para aumentar el límite elástico.

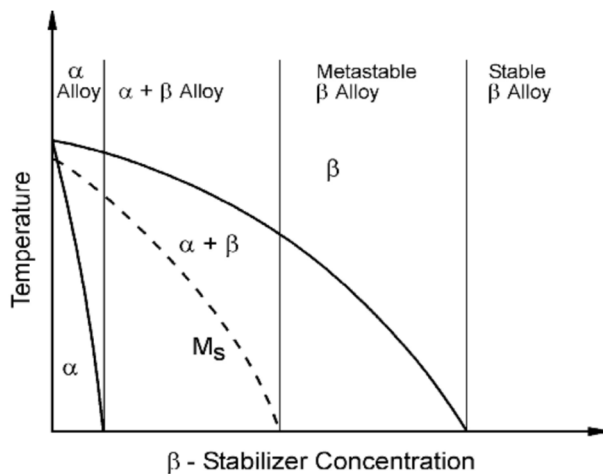


Figura 21. Diagrama pseudo-binario (temperatura - concentración de estabilizadores β).

En el diagrama de fase, Figura 21, el grupo de aleaciones $\alpha+\beta$ abarca un rango comprendido desde el límite de fase $\alpha/\alpha+\beta$ hasta la intersección de la línea M_S con la temperatura ambiente, por lo tanto, las aleaciones $\alpha+\beta$ se transforman martensíticamente al enfriarse rápidamente de la zona de la fase β , a la temperatura ambiente. Las aleaciones que contienen solo una pequeña fracción de volumen de la fase β en equilibrio (menos de aproximadamente 10% en volumen),

también se denominan aleaciones “cercanas a α ” y su uso principal es para aplicaciones a alta temperatura.

Uno de los rasgos característico de las aleaciones β es que no se transforman martensíticamente al enfriarse rápidamente desde el campo de la fase β . Aunque el número de aleaciones de titanio β comúnmente utilizadas es tan grande como el número de aleaciones $\alpha+\beta$, debe tenerse en cuenta que el porcentaje de uso de aleaciones β en el mercado total de titanio es muy bajo. Sin embargo, este porcentaje de uso de la aleación β aumenta constantemente debido a las propiedades atractivas, especialmente el alto límite elástico y el bajo módulo de elasticidad. Estas propiedades son importantes para algunas aplicaciones como pueden ser los resortes y muelles.

1.5.2.3 *Ti-6Al-4V*

La aleación de titanio Ti-6Al-4V objeto de este estudio, es una aleación $\alpha+\beta$. Cómo tal, se pueden obtener tres tipos de microestructuras claramente diferentes cambiando la ruta de procesamiento termomecánico: estructuras completamente laminares, estructuras totalmente equiaxiales y las llamadas microestructuras bimodales (dúplex) que contienen fase α primarias equiaxiales (α_p), en una matriz laminar $\alpha+\beta$.

La aleación $\alpha+\beta$ Ti-6Al-4V es la aleación de titanio más extendida abarcando más de un 60% de todas las aleaciones de titanio producidas en EE. UU. y la UE [32]. Su alta aplicabilidad se debe a un buen equilibrio de propiedades mecánicas y buena capacidad de moldeo, maleabilidad, tratabilidad y soldabilidad. La adición de aluminio estabiliza y fortalece la fase α , aumenta la temperatura de transformación $\alpha+\beta\leftrightarrow\beta$ y reduce la densidad de la aleación. El vanadio funciona como estabilizador β , reduciendo la temperatura de transformación $\alpha+\beta\leftrightarrow\beta$ y facilitando el trabajo en caliente (mayor fracción de volumen de la fase β). Dependiendo de las propiedades mecánicas requeridas, se pueden aplicar distintos tratamientos térmicos a la aleación Ti-6Al-4V: recocido parcial (600-650°C durante 1h), recocido completo (700-850°C con enfriamiento en horno a 600°C y enfriamiento final en aire) o solución (880-950°C con enfriamiento del agua) y envejecimiento (400-600°C). En el Capítulo 3 de esta tesis se hace un análisis completo de tres tipos de tratamientos térmicos aplicados a la aleación Ti-6Al-4V fabricado por EBM, mostrando las diferentes fases y propiedades mecánicas resultantes.

La forma más habitual de la estructura $\alpha+\beta$ se encuentra en forma de láminas. Las microestructuras laminares se pueden obtener con bastante facilidad mediante un tratamiento de recocido en la zona de fase β (recristalización β). Por esta razón, esta microestructura a menudo también se llama estructura “recocida β ”. Del mismo modo, la temperatura de recristalización en este paso generalmente se mantiene dentro de 30-50°C por encima de la temperatura β transus (950°C) para mantener el control del tamaño de grano β .

Como resultado, el tamaño de grano β de las microestructuras completamente laminares o lamelares es típicamente de aproximadamente 600 μm .

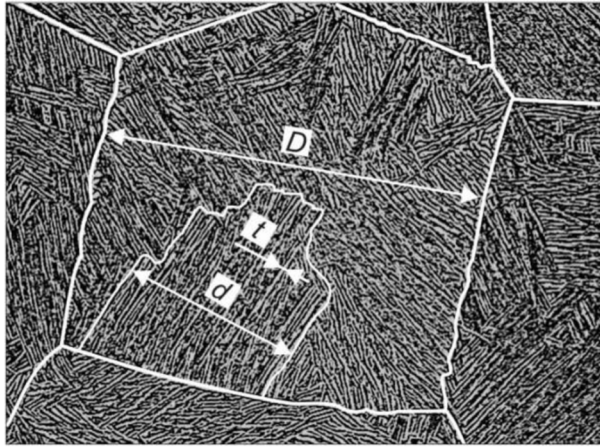


Figura 22. Parámetros dimensionales de la microestructura lamelar o laminar: D -tamaño de grano β primario, d -tamaño de colonia de láminas α paralelas, t - espesor de láminas α [32].

El parámetro más importante en la ruta de procesamiento de las aleaciones $\alpha+\beta$ es la velocidad de enfriamiento de la zona de fase β , debido a que la velocidad de enfriamiento determina los rasgos característicos de la microestructura laminar, Figura 22. Esos rasgos característicos son el tamaño y espesor de las láminas α (placas α), el tamaño de las colonias α y el grosor de las láminas α en los límites de grano β . En la Tabla 3, se muestran las temperaturas críticas de transformación de fases más importantes en esta aleación.

Tabla 3. Temperaturas de comienzo y final de transformaciones de fases de la aleación Ti-6Al-4V [32].

Phase transformation	
temperature, °C	Ti-6Al-4V
$T_{\alpha+\beta \rightarrow \beta}^{ns}$	890
$T_{\alpha+\beta \rightarrow \beta}^{ps}$	930
$T_{\alpha+\beta \rightarrow \beta}^f$	985
$T_{\beta \rightarrow \alpha+\beta}^s$	950
$T_{\beta \rightarrow \alpha+\beta}^f$	870

ns – nucleation start

ps – precipitation start

s – start

f – finish

Las microestructuras resultantes en función de las distintas velocidades de enfriamiento desde la zona de fase β , se pueden predecir empleando el diagrama CCT para la aleación Ti-6Al-4V, Figura 23. En ella también se observa que la fase martensítica α' aparece para velocidades de enfriamiento mayores que $18^\circ\text{C}/\text{seg}$.

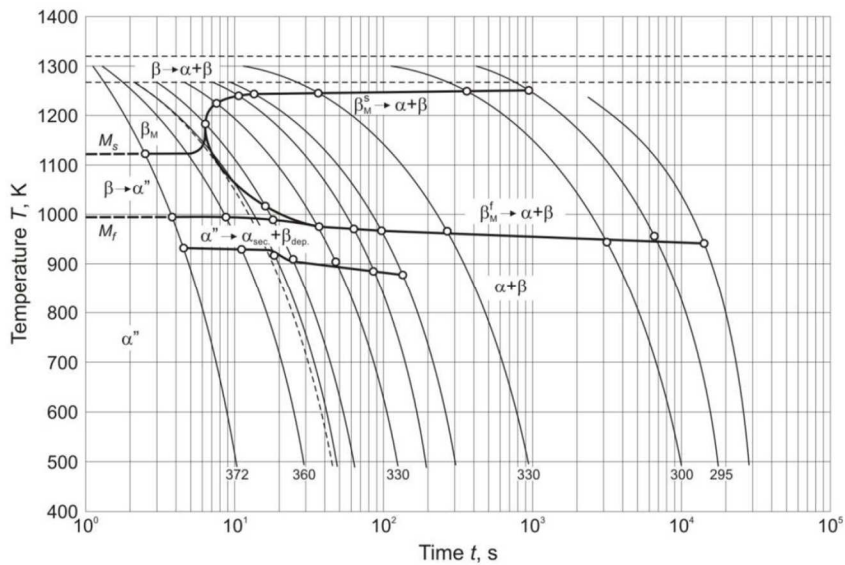


Figura 23. Diagrama CCT para la aleación Ti-6Al-4V [32].

La Figura 24 muestra una comparación de microestructuras laminares $\alpha+\beta$ obtenidas con diferentes velocidades de enfriamiento. Se puede deducir claramente que a mayor velocidad de enfriamiento la microestructura resultante es más fina, con menores tamaños de grano y menores espesores de láminas α .

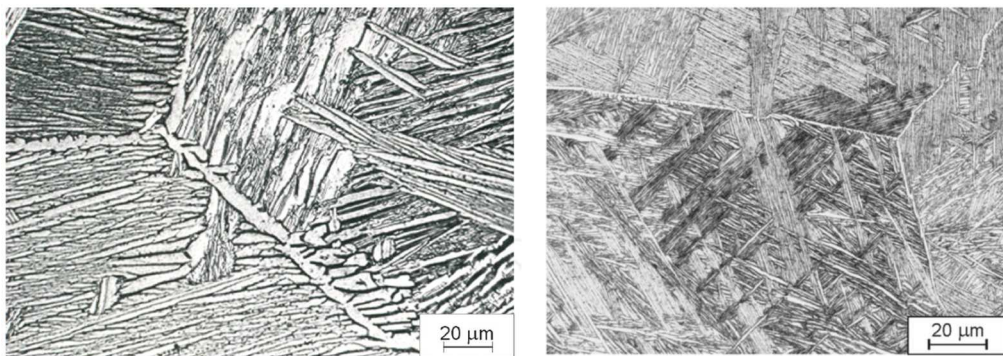


Figura 24. Micrografías con aumento similar de estructuras $\alpha+\beta$ laminares. Izq.: velocidad de enfriamiento de $1,2^\circ\text{C}/\text{seg}$. Dcha.: velocidad de enfriamiento de $9^\circ\text{C}/\text{seg}$ [32].

El cambio de una microestructura tipo colonia o Widmanstätten a una estructura martensítica, es decir, la velocidad de enfriamiento crítica que evita la nariz de transformación en un diagrama CCT, depende de los elementos que componen la aleación. Para las aleaciones $\alpha + \beta$ más comunes, como Ti-6Al-4V o Ti-6242, este cambio se produce a velocidades de enfriamiento superiores a 1000°C/min, tal como se ha visto en el diagrama de la Figura 23. Por lo tanto, las microestructuras martensíticas rara vez están presentes en los componentes estructurales de las aleaciones $\alpha + \beta$.

Aunque ambos parámetros microestructurales, el espesor de las placas α y el tamaño de las colonias α disminuyen con el aumento de la velocidad de enfriamiento, su principal cambio de tamaño ocurre durante diferentes rangos en la velocidad de enfriamiento. El ancho de las placas α disminuye drásticamente de aproximadamente 5 μm en material enfriado lentamente a aproximadamente 0.5 μm para una velocidad de enfriamiento de 100°C/min mientras que un aumento adicional en la velocidad de enfriamiento solo conduce a una reducción de aproximadamente 0.2 μm (ancho promedio de las placas de martensita) con una buena cantidad de placas de martensita más gruesas presentes en la microestructura. En contraste, el tamaño de la colonia α , que puede ser tan grande como la mitad del tamaño del grano β en material enfriado lentamente, aproximadamente 300 μm , muestra solo una disminución moderada a aproximadamente 100 μm para una velocidad de enfriamiento de 100°C/min. La disminución principal en el tamaño de la colonia α hasta el ancho de las placas individuales de martensita ocurre entre 100°C/min y 8000°C/min.

1.5.2.4 *Propiedades mecánicas*

El parámetro microestructural más influyente en las propiedades mecánicas de las microestructuras laminares es el tamaño de la colonia α , que se controla mediante la velocidad de enfriamiento. El tamaño de la colonia α determina la longitud de deslizamiento efectivo en las microestructuras laminares. Aunque las dos fases, las placas α y la matriz β , tienen que deformarse de forma independiente, el deslizamiento puede transferirse con bastante facilidad a través de la interfaz incoherente α/β .

El efecto general de la longitud de deslizamiento (tamaño de la colonia α) sobre las propiedades mecánicas se muestra esquemáticamente en la Figura 25. Al aumentar la velocidad de enfriamiento, el tamaño de la colonia α disminuye con una reducción proporcional en la longitud efectiva de deslizamiento y un aumento correspondiente en el límite elástico.

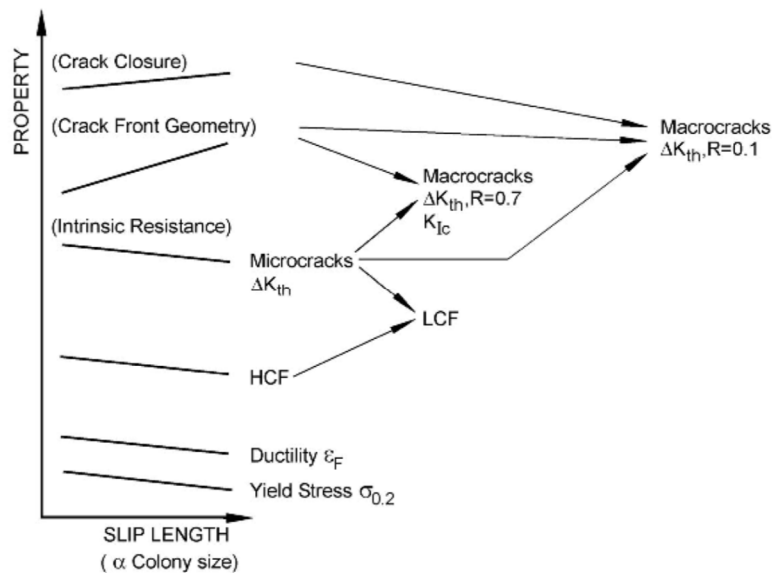


Figura 25. Esquema de la influencia de la longitud de deslizamiento (tamaño de colonia α) en las propiedades mecánicas [28].

En la descripción general de la correlación entre la microestructura y las propiedades mecánicas mostrada en la Figura 25, todas las propiedades mecánicas mostradas para las microestructuras laminares exhiben una tendencia simple con respecto a la velocidad de enfriamiento. Estas tendencias son positivas ($\sigma_{0.2}$, ϵ , HCF, resistencia a la propagación de microgrietas) o negativas (resistencia a la propagación de macrogrietas, resistencia a la fractura) en función del aumento de la velocidad de enfriamiento.

En la Figura 26, se muestra la influencia de la velocidad de enfriamiento para tres aleaciones de titanio $\alpha + \beta$ (Ti-6Al-4V, Ti-6242, IMI 834). Se puede ver que, en el régimen de velocidad de enfriamiento comercialmente factible (hasta 1000 °C/min), el efecto sobre el límite elástico es solo moderado (50-100 MPa), mientras que se observa un gran aumento en el límite elástico cuando la estructura en forma de colonia cambia a una microestructura de tipo martensítica (longitud de deslizamiento y tamaño de "colonia" igual al ancho de las placas α individuales).

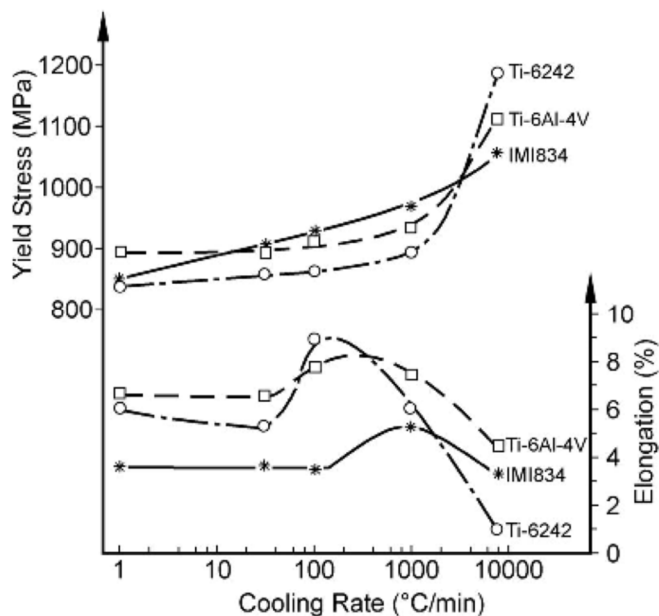


Figura 26. Efecto de la velocidad de enfriamiento desde la zona de la fase β , en el límite elástico y el alargamiento en las estructuras laminares [28].

En los Capítulos 3 y 4 de esta tesis, se estudia la relación de entre velocidades de enfriamiento y microestructura y su correlación con las propiedades mecánicas tanto estáticas como dinámicas resultantes para la aleación Ti-6Al-4V fabricado por EBM. Los resultados y las conclusiones expuestas en estos capítulos concuerdan en gran medida con las tendencias mostradas en este apartado, si bien son bastante intuitivas respecto a las propiedades mecánicas estáticas (límite elástico y alargamiento), no lo son tanto para la mecánica de la fractura y las propiedades de fatiga.

REFERENCIAS

- [1] J. Wohlers, Terry T., Campbell, Ian, Diegel, Olaf, Kowen, "Wohlers Report 2018," 2018.
- [2] F. T. Piller, C. Weller, and R. Kleer, "Business Models with Additive Manufacturing Opportunities and Challenges from the Perspective of Economics and Management," in *Advances in Production Technology*, 2015, pp. 39–48.
- [3] T. Rayna and L. Striukova, "From rapid prototyping to home fabrication: How 3D printing is changing business model innovation," *Technol. Forecast. Soc. Change*, vol. 102, pp. 214–224, Jan. 2016.
- [4] "ADDIMAT. Asociación Española de Tecnologías de Fabricación Aditiva y 3D."
- [5] G. Roos and M. Fusco, "Strategic Implications of Additive Manufacturing (AM) on Traditional Industry Business Models.," *Addit. Manuf. with powder Metall.*, no. May 2014, 2014.
- [6] M. Hannibal and G. Knight, "Additive manufacturing and the global factory: Disruptive technologies and the location of international business," *Int. Bus. Rev.*, vol. 27, no. 6, pp. 1116–1127, Dec. 2018.
- [7] R. Jiang, R. Kleer, and F. T. Piller, "Predicting the future of additive manufacturing: A Delphi study on economic and societal implications of 3D printing for 2030," *Technol. Forecast. Soc. Change*, vol. 117, pp. 84–97, Apr. 2017.
- [8] M. Gorelik, "Additive manufacturing in the context of structural integrity," *Int. J. Fatigue*, vol. 94, pp. 168–177, 2017.
- [9] "ARCAM." [Online]. Available: www.arcam.com.
- [10] S. . Findlay and N. . Harrison, "Why aircraft fail," *Mater. Today*, vol. 5, no. 11, pp. 18–25, Nov. 2002.
- [11] ASTM INTERNATIONAL, "ASTM F2792 - 12a. Standard Terminology for Additive Manufacturing - General Principles - Terminology," *Rapid Manufacturing Association*. {ASTM} International, pp. 1–3, 2013.
- [12] I. Gibson, D. Rosen, and B. Stucker, "Development of Additive Manufacturing Technology," in *Additive Manufacturing Technologies*, Springer New York, 2015, pp. 19–42.
- [13] T. DebRoy *et al.*, "Additive manufacturing of metallic components – Process,

- structure and properties," *Progress in Materials Science*, vol. 92. Elsevier Ltd, pp. 112–224, 01-Mar-2018.
- [14] "AMpower Insights." [Online]. Available: <https://am-power.de>.
- [15] "Markforged." [Online]. Available: markforged.com.
- [16] "Standard Terminology for Additive Manufacturing - General Principles - Terminology." {ASTM} International.
- [17] S. Williams, F. Martina, D. Wood, and A. Garcia Colomo, "A comparison framework to support the selection of the best additive manufacturing process for specific aerospace applications," *Int. J. Rapid Manuf.*, vol. 9, no. 3, p. 1, 2020.
- [18] W. J. Sames, F. A. List, S. Pannala, R. R. Dehoff, and S. S. Babu, "The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing," *International Materials Reviews*, vol. 61, no. 5. Taylor and Francis Ltd., pp. 315–360, 2016.
- [19] W. E. Frazier, "Metal Additive Manufacturing : A Review," vol. 23, no. June, pp. 1917–1928, 2014.
- [20] J. O. Milewski, *Additive Manufacturing of Metas; From Fundamental Technology to Rocket Nozzles, Medical Implants, and Custom Jewellery*, vol. 163. 2017.
- [21] "WAAM." [Online]. Available: <https://waammat.com/>.
- [22] "Addilan." [Online]. Available: www.addilan.com.
- [23] "Binder Jetting." [Online]. Available: www.tecnalia.com.
- [24] A. Lores, N. Azurmendi, I. Agote, and E. Zuza, "A review on recent developments in binder jetting metal additive manufacturing: materials and process characteristics," *Powder Metall.*, vol. 0, no. 0, pp. 1–30, 2019.
- [25] H. Gong, D. Snelling, K. Kardel, and A. Carrano, "Comparison of Stainless Steel 316L Parts Made by FDM- and SLM-Based Additive Manufacturing Processes," *Jom*, vol. 71, no. 3, pp. 880–885, 2019.
- [26] "AIM3D." [Online]. Available: <https://www.aim3d.de>.
- [27] "Desktop Metal." [Online]. Available: <https://www.desktopmetal.com>.
- [28] G. Lütjering and J. C. Williams, *Titanium*. Springer Berlin Heidelberg, 2003.
- [29] D. Zhang *et al.*, "Metal Alloys for Fusion-Based Additive Manufacturing," *Advanced Engineering Materials*, vol. 20, no. 5. Wiley-VCH Verlag, 01-May-2018.

- [30] I. J. Polmear, "The light metals," in *Light Alloys*, 2005, pp. 1–28.
- [31] M. J. . Donachie, "Titanium : A Technical Guide (2nd Edition)," *ASM Int. 2nd Ed.*, vol. 55, no. 11, pp. 1023–1026, 2000.
- [32] J. Sieniawski, W. Ziaja, K. Kubiak, and M. Motyk, "Microstructure and Mechanical Properties of High Strength Two-Phase Titanium Alloys," in *Titanium Alloys - Advances in Properties Control*, InTech, 2013.

2 EFECTO DE LA POROSIDAD Y LA MICROESTRUCTURA

Datos de la publicación

Título: Effects of the microstructure and porosity on properties of Ti-6Al-4VELI alloy fabricated by electron beam melting (EBM)

Autores: Haize Galarraga, Diana A. Lados, Ryan R. Dehoff, Michael M. Kirka, Peeyush Nandwana

Revista, número, año, página: Additive Manufacturing 10 (2016) 47–57

Objetivo

El principal objetivo del trabajo mostrado en esta publicación es el estudio de los defectos y anomalías microestructurales presentes en el material EBM Ti-6Al-4V, así como determinar su influencia en las propiedades mecánicas.

Contenido

El artículo comienza con una escueta descripción del proceso de fabricación EBM. A continuación, se muestra una recopilación de investigaciones preliminares realizados por otros autores en el campo de las propiedades mecánicas del EBM Ti-6Al-4V. En la Tabla 1 (Table 1), se muestran los datos estadísticos de los valores recopilados en la literatura, donde

las propiedades mecánicas se clasifican en función de su condición de post-procesado, y su orientación respecto a dirección de fabricación. Al mismo tiempo que se recopilan resultados, se analizan los posibles factores que pueden afectar en las propiedades, además de los especificados en la tabla como pueden ser los parámetros de barrido del haz de electrones, la distancia a la plataforma de fabricación y la ubicación en ella.

A continuación, se describen las técnicas de caracterización: microscopio laser confocal para medición de superficies, preparación y análisis de muestras metalográficas, equipos para medir durezas y ensayos mecánicos, etc. Cabe destacar la adopción del método de intersección recomendado por Vander Voort y Roosz para medir el espesor de la perlita en aleaciones férreas, con el fin de medir el espesor de las láminas α en este trabajo, así como la clasificación de la porosidad en función de su circularidad en poros de gas y poros de falta de fusión.

La exposición de los resultados comienza con una muestra de la topografía superficial, donde se constata que la rugosidad es mayor que en otros procesos de fabricación como el SLM o los procesos de fundición a la cera perdida. En el estudio de la microestructura se constata la naturaleza anisotrópica de ésta, con granos columnares β preliminares orientados en la dirección de fabricación. Estos granos preliminares a su vez están compuestos de estructura laminar $\alpha+\beta$ y con líneas de fase α en algunas de las juntas de grano. Se estudia la influencia de la distancia de la plataforma de fabricación y la ubicación en ésta; en los espesores de las láminas α y en la porosidad. Se constata que las láminas α son más gruesas en puntos más cercanos a la plataforma de fabricación y que la porosidad aumenta en el centro de la plataforma respecto a los bordes. El estudio de las micro-durezas muestra que no hay variación considerable de las durezas respecto a la posición en la plataforma de fabricación y la distancia a ésta.

A continuación, se hace un estudio de las propiedades mecánicas en diferentes direcciones, posiciones en la plataforma, distancia de la plataforma, para finalmente hacer un compendio donde se relacionan las siguientes variables: propiedades mecánicas de tracción, espesor de láminas α , tipo/naturaleza de la porosidad y la ubicación y orientación de las probetas respecto a la plataforma de fabricación.

Los resultados son reveladores. Se constata que, por un lado, las láminas α son más gruesas en puntos más cercanos a la plataforma de fabricación, fenómeno atribuido al mayor tiempo de permanencia de estas zonas a temperatura de trabajo del proceso de EBM, que rondaría los 650°C. Fruto de esta conclusión se desarrolla una ecuación empírica que relaciona el espesor α con el tiempo y temperatura de permanencia en la cámara de fabricación. Al parecer, el espesor de las láminas α no tiene una influencia apreciable en las propiedades debido a un mayor protagonismo de la porosidad, que sí condiciona las propiedades

mecánicas. En el capítulo 3 se demostrará que, en ausencia de porosidad, el espesor de las láminas α influye en las propiedades mecánicas.

Para terminar, tras hacer un estudio de la superficie de la fractura de los ensayos de tracción, se demuestra que los defectos de porosidad en conjunto son más perjudiciales para las propiedades mecánicas en la dirección de fabricación debido sobre todo a los defectos de fusión. La razón de este fenómeno es que los defectos de fusión, al generarse debido a barridos o fusiones defectuosas de algunas de las capas del proceso de fabricación EBM, están orientados paralelos a la plataforma de fabricación y por lo tanto inciden en las propiedades perpendiculares a estas.

Abstract

Electron Beam Melting (EBM) is a metal powder bed fusion Additive Manufacturing (AM) technology that makes possible the fabrication of three-dimensional near-net-shaped parts directly from computer models. EBM technology has been continuously evolving, optimizing the properties and the microstructure of the as-fabricated alloys. Ti-6Al-4V ELI (Extra Low Interstitials) titanium alloy is the most widely used and studied alloy for this technology and is the focus of this work. Several research works have been completed to study the mechanisms of microstructure formation, evolution, and its subsequent influence on mechanical properties of the alloy. However, the relationship is not completely understood, and more systematic research work is necessary in order to attain a better understanding of these features. In this work, samples fabricated at different locations, orientations, and distances from the build platform have been characterized, studying the relationship of these variables with the resulting material intrinsic characteristics and properties (surface topography, microstructure, porosity, micro-hardness and static mechanical properties). This study has revealed that porosity is the main factor controlling mechanical properties relative to the other studied variables. Therefore, in future process development, decreasing the porosity should be considered the primary goal in order to improve mechanical properties.

2.1 Introduction

Electron Beam Melting, EBM is a metal powder bed fusion Additive Manufacturing, AM, technology. AM refers to an advanced technology used for the fabrication of three-dimensional near-net-shaped functional components directly from computer models [1]. ASTM F2792 defines AM as “a process of joining materials to make objects from 3D model data, usually layer upon layer, as opposed to subtractive manufacturing methodologies” [2]. The application of AM technologies in general, and of EBM in particular, is experiencing a considerable increase in variety and quantity of applications. As the technologies are improving their capabilities, various industries are studying and implementing the use of

these technologies in order to manufacture an increasing variety of products. Biomedical implant application and aerospace structural parts are the most promising areas for EBM technology. However, the development of EBM technology in these areas is slowed down by lack of standardization which is critical in these industry sectors [3–7].

EBM's working principle consists of consecutive cycles where complex geometry parts are fabricated layer by layer. Each solid material level is formed after a metallic powder layer is dispensed and selectively melted. The energy source for the melting or scanning process is an electron beam emitted from a tungsten filament. This beam is controlled by two magnetic coils, which focus and control the beam's position and diameter. The manufacturing parameters are generated and controlled by software in order to fabricate sound parts with improved mechanical properties, low porosity and surface roughness, and optimized geometrical reproducibility. This software creates scanning algorithms based on the geometry of the part to be manufactured. The main parameters controlled by the software are: minimum and maximum beam current, number of times the beam scan is to be repeated, scanning speed of the electron beam, distance between individual scan lines (line offset), line order for the hatch pattern and rotation angle between consecutive hatches [8].

Microstructure evolution and mechanical properties have been studied for Ti-6Al-4V alloy due to its versatility resulting from the good balance between mechanical properties, castability, plastic workability, heat treatability, and weldability [9]. Ti-6Al-4V has been extensively applied in industry and studied in the laboratory, resulting in an extensive knowledge base relative to other metal alloys. Mechanical property characterization for EBM Ti-6Al-4V varies widely between sources. Fachini et al. [10] noticed that the ultimate tensile strength (UTS) of EBM built specimens is higher than the wrought or annealed ones, with a lower ductility. However, Koike et al. [11] saw that the UTS and ductility of the cast and wrought Ti-6Al-4V specimens were higher than those of EBM counterparts. The reason for the considerable difference between apparently similar studies can be attributed to the variation in the build parameters, which results in different material features such as composition, microstructure, pore size, and porosity distribution, etc. [12]. Other parameters, such as the specimen orientation or its location on the build platform can also have influence due to anisotropic microstructure of EBM fabricated parts. Static mechanical properties found in the literature for different fabrication conditions are not consistent, deviations are large, and the interpretations of the influence of different fabrication conditions and parameters on the results are contradictory in some of the cases. In order to have a better understanding of these data, statistical analysis has been carried out with tensile test data sampled from the available literature (Table 1) and grouped to compare the average values for different fabrication conditions. In this study, the terms *vertical* and *horizontal* orientations are used to identify samples parallel and perpendicular to the build direction/Z axis.

Table 1. Tensile results for different fabrication conditions with average values and relative standard deviations. UTS-refers to ultimate tensile strength, YS-to yield strength, and el-to elongation after fracture [10, 13–20]

Alloy	Condition	Orientation	UTS [MPa]	RSD* [%]	YS [MPa]	RSD [%]	el [%]	RSD [%]
Ti-6Al-4V	as-fabricated	any	984	9.0	917	9.9	11	35.8
Ti-6Al-4V ELI**	as-fabricated	any	911	1.1	810	1.3	13	6.4
Ti-6Al-4V	HIP	any	932	3.8	843	3.5	13	3.0
Ti-6Al-4V	as-fabricated	horizontal	979	8.0	905	8.1	10	32.7
Ti-6Al-4V	as-fabricated	vertical	971	8.2	910	8.6	10	34.9

* Relative Standard Deviation (RSD), the ratio of the standard deviation to the mean

** Extra Low Interstitials

This statistical analysis shows the difference in properties that can be obtained because of the employment of Ti-6Al-4V ELI alloy or the effect of HIP (hot isostatic pressing) treatment, with respect to the conventional composition and “as-fabricated” condition. The influence of the orientation of the sample in relation to the build direction can also be noticed in this data. The highest ultimate tensile strength and yield strength are obtained for the as-fabricated condition, where vertical and horizontal orientation of the samples are included. Data indicate that neither HIP treatment nor ELI composition improves the strength considerably, however, ductility increases in both cases. This may be because HIP results in coarsening of the microstructure while the low interstitial content in ELI chemistry results in reduced UTS. It has been shown that presence of interstitial elements such as oxygen and nitrogen increase the strength of titanium alloys [21, 22].

The location and orientation of specimens relative to the powder bed and build direction have been studied by several researchers for their effect on the temperature profile during fabrication. The difference in the temperature profiles along the build direction (Z axis) is due to the build platform’s temperature (650-700°C) and thermal conductivities and heat capacities of the platform and powder materials. It is thought that the high temperatures of the fabrication chamber lead to α' martensitic phase formed during the fast solidification of the melt pool to transform to the final microstructure consisting of α and β phases. Hrabe et al. [16] have considered that the distance between the manufactured part and the build platform does not significantly affect the microstructure and mechanical properties in general, although ductility was found to decrease with distance to the build platform (from 0 to 25 mm). Hrabe et al. [15] also studied the influence of the location of the part in the build platform plane (X and Y axes). They hypothesized that there would be lower temperatures and greater cooling rates at the outer edges of the build chamber due to the increased deflection of the electron beam. This study revealed slightly higher values for both UTS and YS in the interior of the build platform. In previous studies, the effects of the orientation on mechanical properties have been investigated, comparing the results from horizontal

(parallel to build platform) and vertical (parallel to build direction) directions. According to Hrabec et al. [15], vertically oriented parts have 30% lower elongation compared to horizontally oriented parts. Orientation in the X-Y plane was not found to influence mechanical properties. Rawat et al. [23] reported the fabrication of EBM Ti-6Al-4V waveguide brackets for a spacecraft structure and tensile specimens in varied build orientation. The results show a slightly higher tensile strength in the vertical (Z) orientation than in the horizontal (XY) orientation specimens.

The current study focuses in detail on the effect of location of the samples on the build platform along with the distance from the platform on the microstructure evolution and its impact on mechanical properties. The detailed results are presented in the following sections.

2.2 Material and methods

2.2.1 Materials selection and processing conditions

The material base for this study was a sample batch manufactured from Ti-6Al-4V ELI gas atomized powder provided by Arcam. Ti-6Al-4V ELI contains reduced levels of oxygen, nitrogen, carbon, and iron (Table 2). The powder used in this study is depicted in Figure 1 with a diameter between 45 and 150 μm . The powder has a content of 50% reused and 50% new powder. Reused powder refers to powder employed in previous builds. Once a build is finished, the non-sintered powder is kept in the machine under vacuum atmosphere, so the powder can be reused for the next build. When the powder is reused, its oxygen content can increase affecting the resulting microstructure and mechanical properties [24]. For EBM Ti-6Al-4V, Nandwana et al. [25] indicated that after five builds (150 hours) without adding new powder, the oxygen content increased from 0.141 to 0.168 wt.%; however, still staying within specifications. The manufacturing parameters (spot size, scan velocity, sintering route, etc.) were defined by an internal algorithm of the Arcam A2 machine (version 3.2 parameter control software). The build was started after attaining a preheat temperature of 650°C. Each layer height was 0.05 mm and the average scanning time per layer was one minute for this batch. No post-treatment was applied to the specimens, except for those where the effect of annealing on the microstructure was studied previously. Annealing was carried out using a Thermo Scientific Lindberg/Blue (1.8 kW) furnace and three annealing temperatures (600°C, 700°C and 800°C), for time periods between 10 and 120 hours; samples were air cooled at the end of the process.

Table 2. Standard chemical composition [26] and actual chemical composition of the powder provided by Arcam [27]

	Al	V	C	Fe	O	N	H	Ti
Ti-6Al-4V ELI (Standard)	5.5–6.5%	3.5–4.5%	<0.08%	<0.25%	<0.13%	<0.05%	<0.012%	Balance
Ti-6Al-4V ELI (Arcam)	6.0%	4.0%	0.03%	0.1%	0.1%	0.01%	<0.003%	Balance

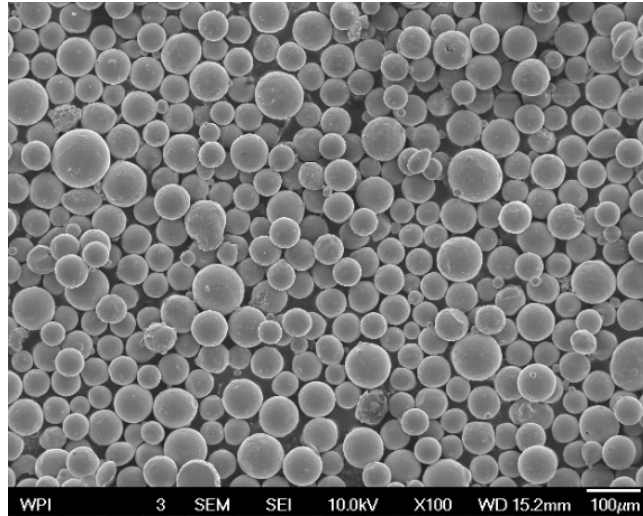


Figure 1. Ti-6Al-4V ELI powder particles used to fabricate the EBM samples in this study.

2.2.2 Sample location and preparation

The position and orientation of the samples on the build platform of the Arcam machine are shown in Figure 2. Cylindrical specimens have their longitudinal axis perpendicular to the build platform (parallel to the build direction/Z axis), and rectangular specimens have their longitudinal axis perpendicular to the build direction/Z axis.

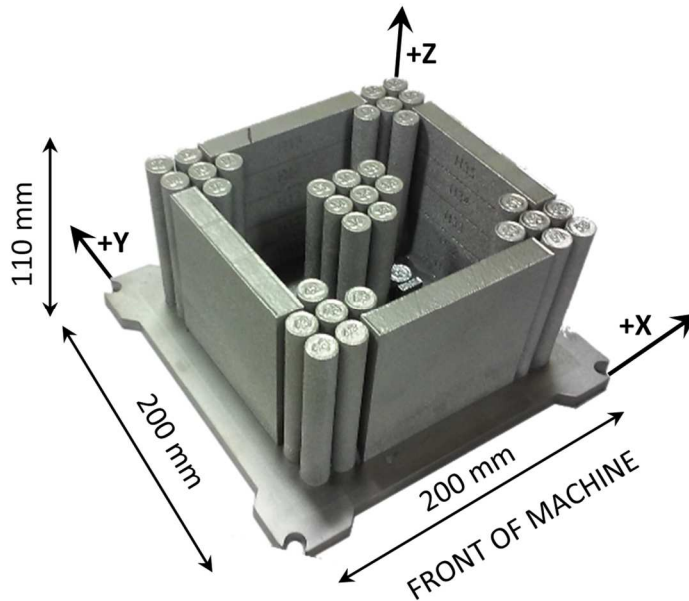


Figure 2. Layout of the specimens on the build platform with the standard Additive Manufacturing axis system [28].

Vertical tensile specimens were machined from the vertical cylinders (D15 mm x 105 mm), and horizontal tensile specimens were obtained from the large rectangular blocks (15 mm x 20 mm x 105 mm). Vertical cylinders were also used for metallography analysis and porosity quantification at different locations and heights. The microstructural characterization was performed using a small cubic sample (15 mm x 15 mm x 15 mm) fabricated directly on the build platform. Samples (5 mm x 10 mm x 10 mm) for the annealing studies were obtained from a block located at 90 mm from the build platform in Z axis direction.

2.2.3 Characterization methodology

2.2.3.1 Surface topography

Surface topography and roughness were investigated using an Olympus LEXT OLS4100 3D measuring laser microscope. Surface topography scans were made on a vertical flat plane by Laser Scanning Confocal Microscopy. Confocal microscopy offers several advantages over conventional wide field optical microscopy, including the ability to control depth of field, elimination or reduction of background information away from the focal plane (that leads to image degradation), and the capability to collect serial optical sections from thick specimens [29].

2.2.3.2 Microstructure and porosity characterization

All samples were cut with an abrasive wheel, mechanically ground, polished with colloidal suspension, and etched with Kroll's reagent. Microstructures were characterized using standard metallographic methods with Nikon's MA 200 Eclipse microscope and images were analyzed using Elements-D software.

The α lath thickness or interlamellar spacing, representative of typical $\alpha+\beta$ titanium alloy microstructures, was measured employing the method recommended by Vander Voort et al. [30]. The procedure consists of calculating the mean random spacing, σ_r , using the intersection method. The mean random spacing is determined by placing a test grid consisting of one circle of known radius, R , on the lamellae in an unbiased manner. The number of intersection of the α lamellae with the test line, M , is counted (Figure 3) and divided by the actual length of the test line, to obtain $N_L=2\pi R/M$. The reciprocal of N_L is the mean random spacing: $\sigma_r=1/N_L$. The mean true spacing, σ_t , is calculated dividing the mean random spacing by two: $\sigma_t=\sigma_r/2$. This methodology has been applied for five images in each location. These values were averaged to determine the interlamellar spacing at each location.

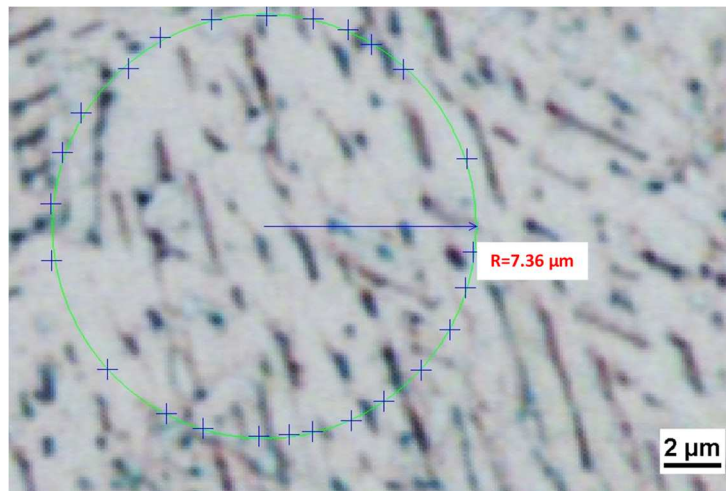


Figure 3. Intersection of α laths on a $7.36 \mu\text{m}$ radius circle measured with the image analysis software. The image was obtained in the optical microscope at 1000x magnification and digitally zoomed.

The measurement of porosity has been performed by image analysis using Elements-D software over micrographs taken at four locations in the vertical direction for each sample (50x magnification). Following the recommendation of Spierings et al. [31], non-etched vertical cross-sections were used for the porosity measurement image analysis.

2.2.3.3 *Micro-hardness*

Micro-hardness measurements were made using a TUKON 1202 (Wilson Hardness) machine, with load of 10 N applied for 10 seconds. Vertical and horizontal micro-hardness measurements were performed on the build's complete cross-section (105 x 15 mm²), in order to determine the influence of distance from the build platform and sample thickness on micro-hardness. Five measurements were taken every 5 mm in the vertical direction and 15 measurements every 2.5 mm in the horizontal direction.

2.2.3.4 *Tensile testing*

Tensile specimens were all machined in-house using a HAAS CNC mill and lathe, with a final dimension of 6 mm diameter and 24 mm gauge length. The geometry and dimensions of the tensile specimens as well as the room temperature tensile tests were performed following ASTM-E8/E8M [32] specifications, using an Instron 5500R frame.

2.3 Results and discussion

2.3.1 Surface topography

The surface topography scanning, taken in a vertical oriented plane, revealed an irregular surface (Figure 4a) composed of peaks and valleys. The sintered or scanned layers previously visible at the macroscopic scale cannot be easily distinguished in the scans due to the limited dimension of the measured area (1.8 x 2.9 mm²). However, some elongated valleys parallel to the scanned layers can be observed in Figure 4b, suggesting the existence of a layered pattern on the surface. Safdar et al. [33] described and studied the morphology of this surface and the relation with the fabrication parameters.

Observing the axonometric projection (Figure 4a), it can be noticed that the surface is formed by partially sintered particles. This is confirmed by comparing with the elevation plot of the surface (Figure 4b), where a surface formed by nearly round features can be distinguished. The size of these partially sintered particles (~80 µm average) is comparable to the powder particles used for the fabrication of the part (Figure 4c). It is expected that the use of finer powder particles would result in improved surface finish [34].

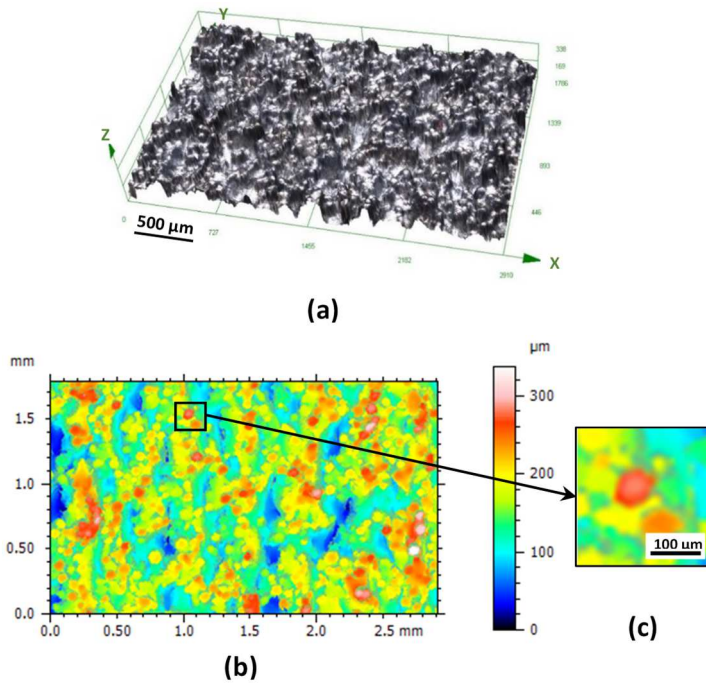


Figure 4. (a) 3D surface scanning of an EBM part; X axis marks the build direction and dimensions are in μm (b) Scanned surface showing elevation, (c) detailed view with a partially sintered particle in red.

The measurement of the scanned area reveals the following roughness parameters:

- Sa (surface average roughness): $45.7 \mu\text{m}$
- Sp (maximum peak height): $174 \mu\text{m}$
- Sv (maximum valley depth): $163 \mu\text{m}$

The measured area or surface roughness in 3D ($S_a=45.7 \mu\text{m}$) is considerably smaller compared to the linear roughness in 2D ($R_a=131 \mu\text{m}$) reported by other authors for EBM Ti-6Al-4V in similar conditions [35]. This may be caused because “Sa” covers a surface while the “Ra” is measured along a line that can be influenced by the orientation of the measurement. In the case of additive manufactured parts, the waves formed on the surface by the effect of the scanning layers increase the Ra values in the Z direction compared to X and Y directions. In addition, the roughness value is higher than that reported for Selective Laser Melting (SLM), $R_a=35 \mu\text{m}$ [36], or casting, $R_a=10.16 \mu\text{m}$ [35]. Roughness of the surface is considered detrimental for the fatigue life of the component because it can serve as stress concentration and fatigue crack initiation site. Nevertheless, the rough surface can also be beneficial for biomedical applications, for example, facilitating the bone structure formation around this surface [37].

2.3.2 Microstructure characterization

The microstructural characterization was performed using two approaches: the first study was made for different cutting planes through a cubic sample (section 2.3.2.1), and the second study analyzed the effect of distance from the build platform on microstructure formation (section 2.3.2.2).

2.3.2.1 Cutting planes and characteristic phases

In this approach, a cubic sample (15 mm × 15 mm × 15 mm) fabricated on the build platform was analyzed. The sample was prepared by sectioning planes perpendicular to each axis (XY, ZY and XZ) to study the microstructure (Figure 5a). A 3D metallographic image was created as shown on Figure 5b.

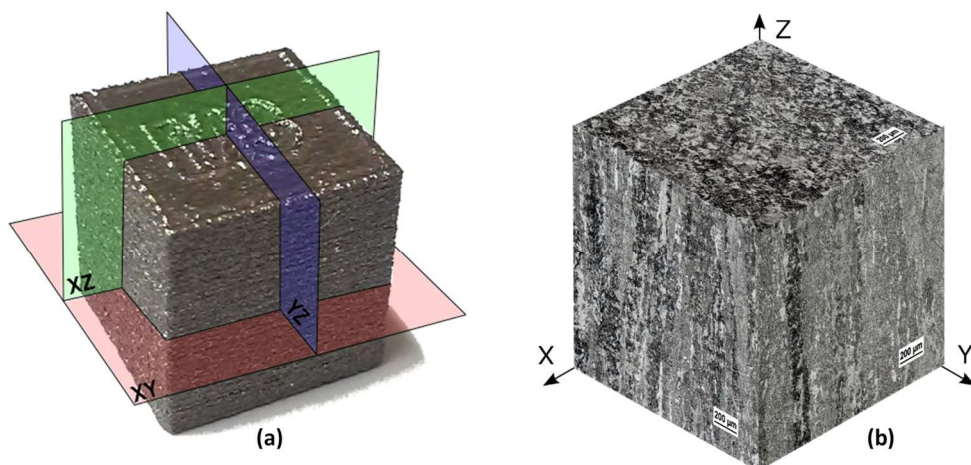


Figure 5. (a) Sectioning planes in the cubic sample, (b) 3D microstructural cube (Z axis represents the build direction).

A prior β columnar structure can be observed in XZ and YZ planes. These columnar structures are oriented parallel to build direction (Z axis). The XY plane shows the microstructure parallel to the scanning layers, where perpendicular sections of the columnar grains can be observed (equiaxed microstructure).

At higher magnification, $\alpha+\beta$ lamellar microstructure is observed inside the prior β grains (Figure 6) for planes both perpendicular and parallel to the build direction. The structure of the lamellae is mainly Widmanstätten or “basket wave”, with an occasional colony microstructure. The size of the columnar grains is not quantifiable due to the difficulty in grain boundary identification. However, some of the prior β grain boundaries are delimited by 2 μm average thickness α layer (Figure 6b and 6c). This microstructure has been

extensively described and characterized in previous studies [13, 33, 38–40]. At lower magnification, scanning layers are also visible (Figure 7). These layers have an average thickness of 50 μm , in agreement with the manufacturing parameters.

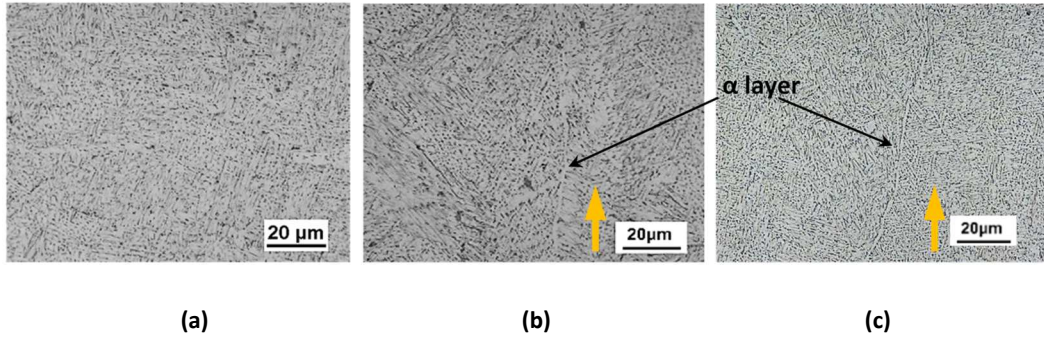


Figure 6. (a) XY plane microstructure (normal to the building direction), where basket wave and colony pattern $\alpha+\beta$ lamellar structure can be observed in equiaxed arrangement. The light phase corresponds to α phase and the dark one to the β phase. (b) and (c) XZ and YZ plane microstructures respectively (parallel to the build direction). Basket wave and colony pattern $\alpha+\beta$ lamellar structure can be observed in columnar arrangement divided by α phase layer at the prior β grain boundaries. The yellow arrows indicate the build direction.

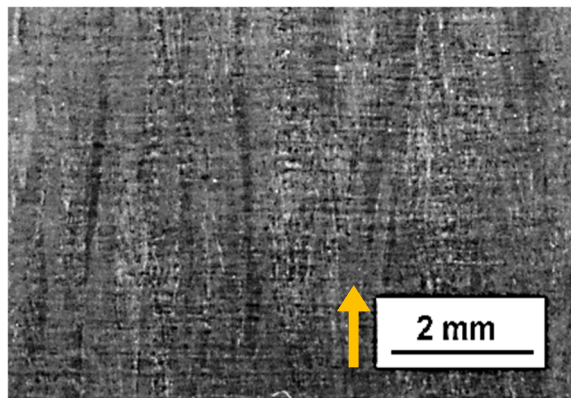
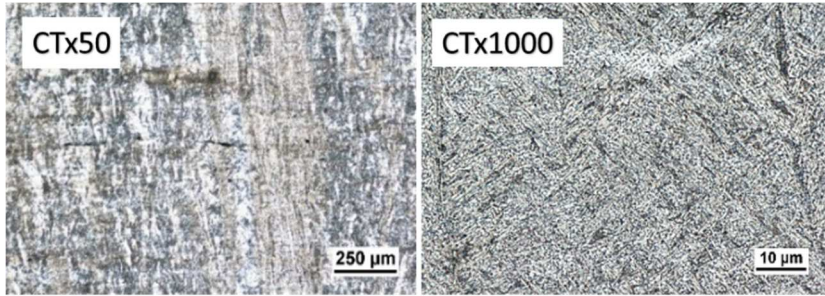


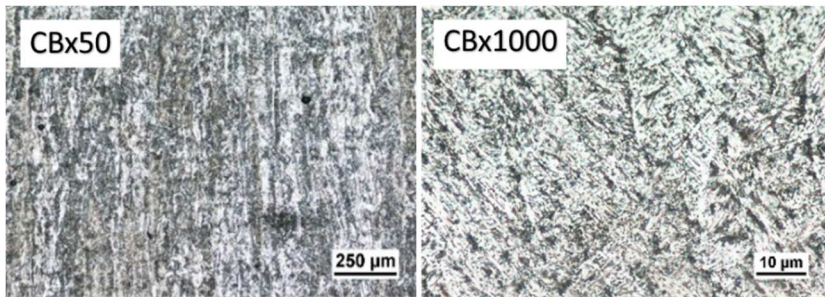
Figure 7. Microstructure and scanning layers in the XZ plane. The build direction is indicated by the arrow.

2.3.2.2 Effect of location and distance from the build platform on the microstructure

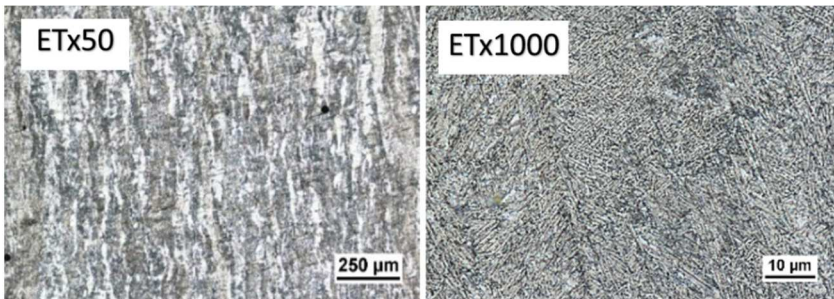
The microstructure was characterized at four more locations to determine the effect of position in the build (Figure 9a). Two specimens were studied in the center of the platform: one at the height of 5 mm from the platform (CB) and another at the height of 120 mm (CT). The other two specimens were taken from the front edge of the platform, also at 5 mm (EB) and 120 mm (ET) heights (Figure 8).



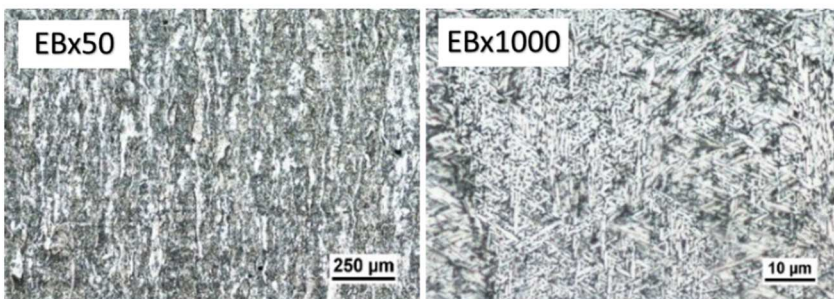
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 8. 50x and 1000x micrographs at different positions in the build: (a) center top, (b) center bottom, (c) edge top, (d) edge bottom.

No significant differences were observed between the microstructures of the samples located at the center and at the edge of the build platform. However, at different heights a slight variation in both the β grain size and α lath thickness were identified. The irregular shape of the prior β grains makes accurate quantitative measurement of the thickness difficult, but it is possible to determine that prior β grains become thinner with increasing height from the build platform (specimens CB and EB). Measurements (Figure 9b) indicate that α lath thickness decreases as the distance from the build platform increases, 47% on the center and 34% on the edge. The α lath thickness also varies with respect to the position on the build platform and is 30% lower at the center of the platform. Therefore, the smallest α lath thickness ($0.32 \mu\text{m}$) corresponds to the specimen located in the center of the build platform and at 120 mm height (CT location). The largest thickness ($0.78 \mu\text{m}$) corresponds to the specimen located at the edge of the build platform at 5 mm height (EB location).

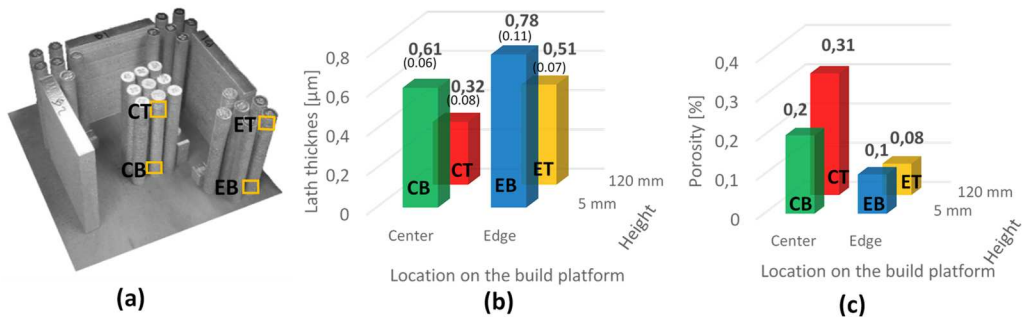


Figure 9. (a) Positions of the studied areas, (b) α lath thicknesses for different locations and heights with standard deviation values are in brackets (c) porosity values for different locations and heights.

2.3.2.3 Porosity measurements

From a morphological aspect, detected porosity has been classified in two types: spherical pores (Figure 10a) and irregularly shaped areas parallel to the scanning layers (Figure 10b). The spherical or round shaped voids are originated from the entrapped gas within the gas atomized powder particles [41]. The irregular pores observed represent unmelted areas. This is confirmed by the presence of unmelted powder particles within the irregular pores (Figure 10b). Non-sintered or unmelted zones are attributed to insufficient energy density during the scanning of that area, even though they are not directly correlated [42]. The insufficient energy density may be caused by inappropriate scanning parameters (beam current, scanning velocity, line offset, focus offset, etc.) or other external factors, such as an electromagnetic interference during the fabrication process.

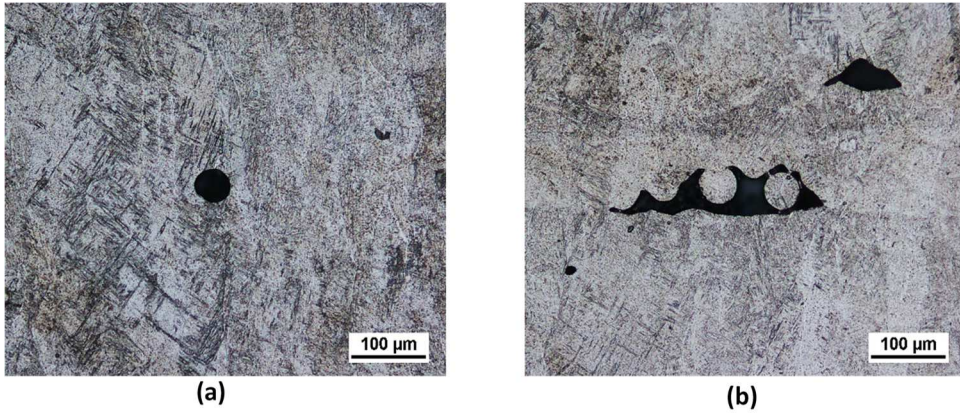


Figure 10. (a) Gas pore (spherical morphology) and (b) non-sintered area or delamination (parallel to the scanning layers) with unmelted particles inside.

In order to study the influence of these defects on mechanical properties, the porosities of the samples at different positions in the build (Figure 9a) were measured. The results indicate that porosity is greater in the center of the build platform (Figure 9c). The obtained average values are 0.09% porosity for samples located at the edge of the build platform and 0.25% for samples located in the center zone. The measured porosity values are consistent with measurements from previous studies [39].

2.3.3 Micro-hardness measurements

Micro-hardness measurements do not reveal any pattern or variation with the height or width of the EBM parts, Figure 11. The average value for both orientations (vertical and horizontal) measurements is similar: 368 HV. This value is comparable to the values reported in the literature [11, 34, 43].

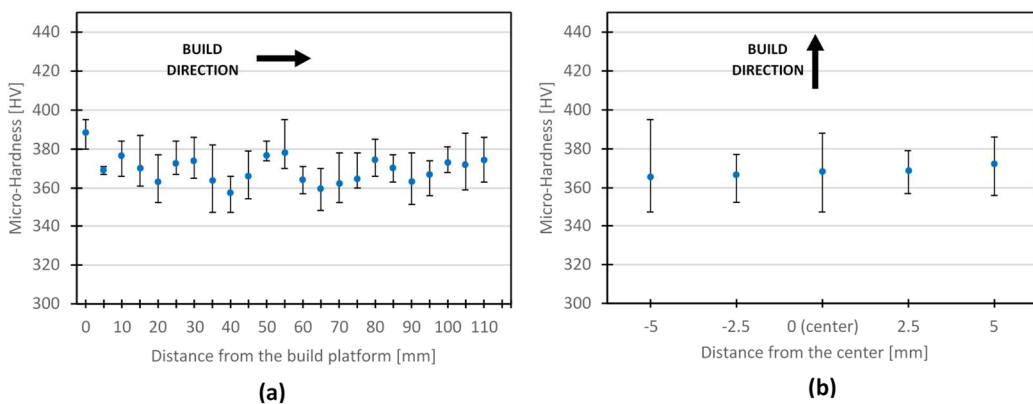


Figure 11. Micro-hardness values for (a) vertical and (b) horizontal directions.

2.3.4 Tensile properties

Tensile properties were studied with respect to three fabrication variables: distance from the build platform, location on the build platform, and orientation of the samples.

2.3.4.1 Effect of distance from the build platform on strength and ductility

Tensile tests have been performed on five horizontal oriented specimens at different heights from the build platform, Figure 12, and no significant differences or trends were observed. Yield strength and elongation have greater deviations than the ultimate tensile strength, but no trends relative to the distance from the build platform were found.

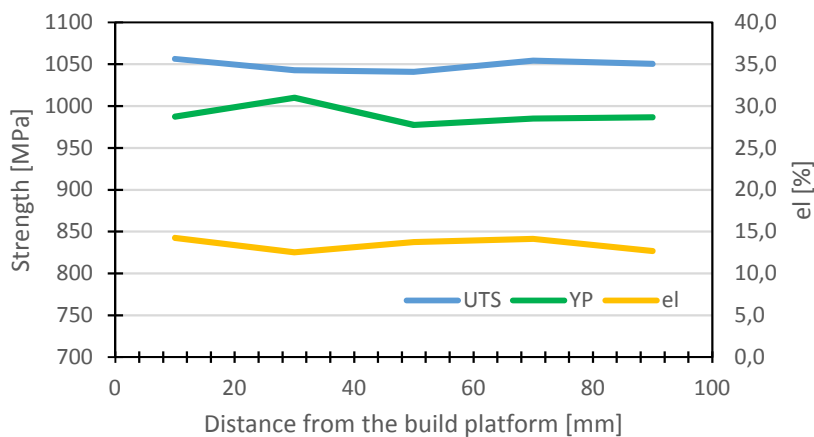


Figure 12. Tensile results for horizontal specimens at different distances from the build platform.

2.3.4.2 Effect of location on the build platform on strength and ductility

Tensile tests were also performed on vertically oriented specimens at different locations on the platform to assess any effects due to location on the build platform (XY plane). The three locations are the center, the front, and rear corners of the build platform, taken on a diagonal. The schematic layout of the specimens and the tensile test results for the three locations are given in Figure 13 and summarized in Table 3. It can be seen that the specimens close to the machine front have higher average values for all three tensile properties (UTS, YS and elongation). Samples taken from the center of the build platform have the lowest values.

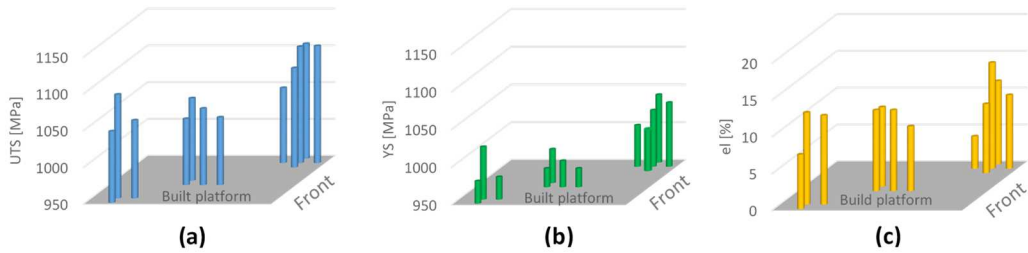


Figure 13. Tensile test results for vertically oriented specimens in different locations of the build platform: (a) UTS, (b) YS, (c) el %.

Table 3. Tensile results and relative standard deviations for vertically oriented specimens at different locations on the build platform

	Rear corner		Center		Front corner	
	Average	RSD [%]	Average	RSD [%]	Average	RSD [%]
UTS [MPa]	1065	2.2	1050	1.0	1102	1.0
YS [MPa]	993	2.3	983	1.0	1026	1.5
el [%]	10.7	26.7	10.4	10.3	11.3	19.8

2.3.4.3 Effect of orientation on strength and ductility

Tensile results from samples in different orientations were also compared in Table 4. Tensile strength values are similar for both orientations; however, noticeable differences were observed in the elongation values.

Table 4. Tensile test results with relative standard deviations for horizontal and vertical orientations. Typical properties for an annealed cast alloy [44] are also reported for comparison.

	Horizontal		Vertical		Cast + annealed
	Average	RSD [%]	Average	RSD [%]	
UTS [MPa]	1066	0.9	1073	2.6	930
YS [MPa]	1006	2.9	1001	2.5	855
el [%]	15.0	12.9	10.8	17.6	12

Fracture cross-sections of the specimens with the highest and lowest ductility were compared in order to identify the cause of the observed differences. The fracture surface of horizontally oriented sample shows significant necking and ductile dimples, Figure 14a. However, the vertically oriented specimen, Figure 14b shows no necking and the fracture surface is flat in the center of the specimen, parallel to the scanning layers.

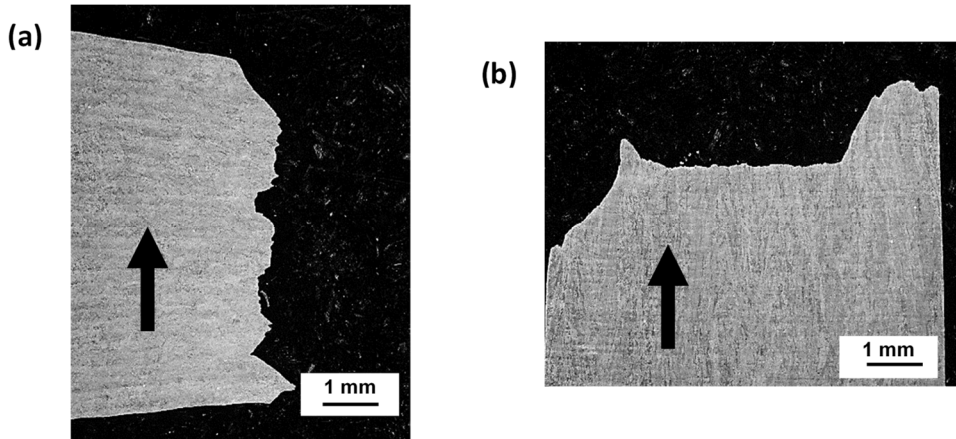


Figure 14. Fracture surfaces of (a) horizontal and (b) vertical oriented samples. Arrows indicate the build direction.

The surface of the vertically oriented specimen was further studied by SEM. Some discontinuous areas were detected on the fracture surface, Figure 15, where unmelted powder particles can be seen. The clustering of these non-sintered zones is the most probable cause for the lower ductility of the vertical specimens.

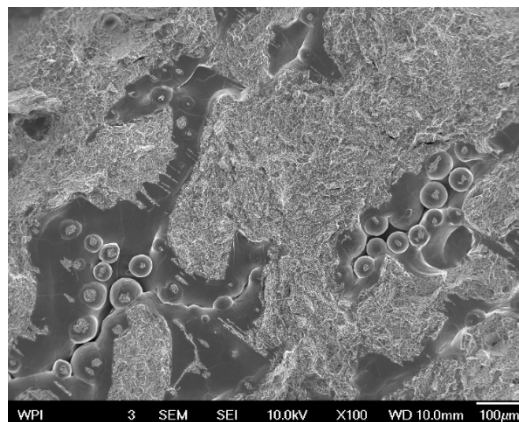


Figure 15. SEM image of the fracture surface of the vertical specimen, showing unmelted powder particles.

2.3.5 Effect of annealing time and temperature on the microstructure

The study of the microstructure at different distances from the build platform has revealed that α lath thickness increases at locations closer to the build platform. It is believed that the prolonged dwell time at the chamber temperature increases α lath thickness, creating a coarser microstructure.

To demonstrate this behavior an annealing experiment was performed. Annealing samples have been obtained from a location at 90 mm from the build platform. Samples with a 0.66 μm α lath thickness have been annealed at 600°C, 700°C, and 800°C, and extracted at time periods between 10 and 120 hours. Vertical cross-sections of the samples were prepared for the microstructural study. The results, Figure 16, show the coarsening of α laths after exposing the lamellar $\alpha+\beta$ microstructure to temperatures above 600°C. This phenomenon explains why α lath thickness decreases with the distance from the build platform during the EBM process, at chamber temperature of 650°C. The locations closer to this platform remain longer time at the chamber temperature than the upper layers, so α laths are coarser at the bottom compared to those at the top.

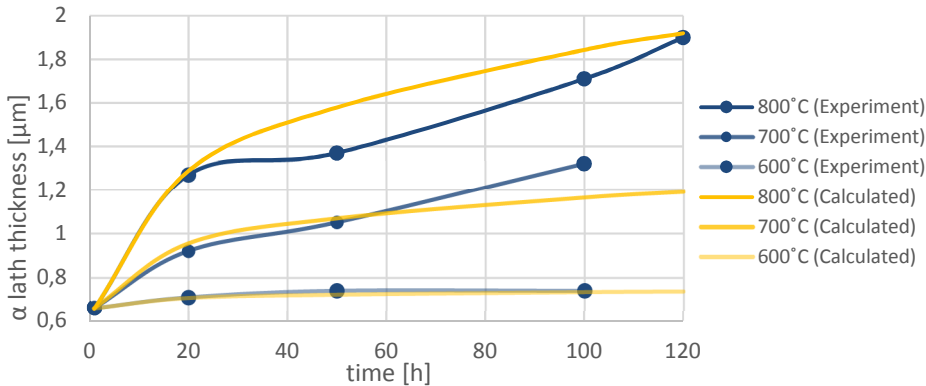


Figure 16. Experimental and calculated values of α lath thickness as a function of annealing time and temperature.

An empirical equation has been developed to relate α lath thickness with time and temperature.

$$\delta_{\alpha lath} = \delta_{\alpha lath(t=0)} \times t^{\left(\frac{T-850}{1000}\right)}$$

where $\delta_{\alpha lath}$ is α lath thickness (in microns) at the end of the annealing treatment, $\delta_{\alpha lath(t=0)}$ is α lath thickness of the starting material, t is the annealing time in hours and T is the annealing temperature in degrees Kelvin. Values calculated with this equation have been compared and validated with the measured values obtained during the experimental work, Figure 16.

2.3.6 Discussion

The microstructural analysis on specimens at different locations relative to the build platform revealed that α lath thickness varies with the height or distance from the build platform. This variation was not observed at distances below 25 mm [16]. Murr et al. [43] reported a variation of α lath thickness from 1.6 μm to 3.2 μm at 10 mm and 60 mm distance from the build platform. This phenomenon is attributed to the effect of the build platform on the thermal history of successive layers that are added to the part. It is suggested that the cooling rate increases significantly with distance from the build platform, and thinner α laths correspond to higher cooling rates [22].

However, in this work, the coarser α laths near the platform can be explained by the longer exposure of the lower layers to the build chamber temperature (typically 650-700°C) relative to the upper layers. This was confirmed with an annealing experiment where the relationship between time, temperature, and α lath thickness was studied. Considering that the $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ transformation mechanism at low cooling rates is diffusional growth transformation [22], it can be reasoned that α lath coarsening can be thermally-activated. Therefore, coarsening occurs very slowly at temperatures below 600°C and is more pronounced at higher temperatures. However, the mechanism for this coarsening in isothermal annealing conditions is not totally understood.

It should be noted that the cooling history is more complex than a mere continuous cooling process. At the first stage of the cooling, a fast solidification happens in the range of $10^3 \text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ to $10^5 \text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ [21], from the melt pool temperature to temperatures close to the build chamber temperature. During this stage, the new layer reheats or partially re-melts the material locally, depending on scanning parameters such as beam power, scanning velocity, spot size, etc. [45, 46]. The second heating stage is quasi-isothermal, where the temperature at a point varies only due to heat transfer from upper layers with subsequent passes of the electron beam. During this stage, α lath coarsening can occur. Finally, when the fabrication process is over, there is a slow cooling stage from the build chamber temperature to room temperature.

The first cooling stage is the most critical for the formation of the microstructure because the β grain formation occurs during the solidification and $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ transformation begins as soon as the temperature reaches the β -transus temperature [9]. Although cooling rates are high enough to form the α' martensitic phase ($4 \text{C}\cdot\text{s}^{-1}$) [9], the high temperature at the end of this stage (650-700°C) and the complex re-melting and re-heating periods inhibit the transformation of β into α' martensitic structure [18]. However, Al-Bermani et al. [21] observed localized α' martensitic microstructure on the top of small size EBM samples. The observation of some α' martensitic phase in the sample on the top surface is plausible because of the absence of upper layers that cause the reheating of the material, combined with the

small size of the sample that enables greater cooling rates and the relatively short exposure of the α' phase to the chamber temperature.

No appreciable differences were observed between the microstructures of specimens located at the center and edge (interior and exterior) of the build platform, suggesting that the electron beam deflection does not have a significant effect on the temperature history of the samples. Hrabec et al. [15] had hypothesized a cooler build space could lead to greater cooling rates at the exterior part of the build platform relative to the interior, due to the increased electron beam deflection. They suggested slightly finer α laths for the exterior part of the build platform, which however has not been observed in this study.

In this work it has found that α lath thickness varies with distance from the build platform, however tensile properties and micro-hardness values were not affected. Additionally, microstructures did not change significantly with position in the XY plane, but significant variations were observed in tensile properties. These apparently contradictory results can be explained based on the fact that α lath thickness changes from 0.32 μm to 0.78 μm between 5 mm and 120 mm from the build platform. Considering a gradual transition in the lath sizes, it can be assumed that the change in a lath thickness in the gauge section is negligible and not significant enough to cause a noticeable change in the tensile behavior of the material.

Porosity has a considerable influence on mechanical properties of additive manufacturing parts, especially when subjected to cyclic loads, where porosity can act as crack nucleation site and lead to premature failure of the part [47]. Porosity occurs due to building defects and powder particles containing entrapped gas. It was observed that build defects are most detrimental to mechanical properties when loading is applied along the build direction. This is because the unmelted areas are typically planar and normal to the build direction, acting as failure initiation sites and reducing mechanical properties. The observation of unmelted powder particles on the fracture surfaces of tensile specimens corroborates this statement.

Several methods have been employed for porosity or density measurements for AM parts. Spierings et al. [31] compared the Archimedes method, micrograph cross-section, and X-ray scanning. According to this study, there are significant differences in the results obtained from these three techniques. Slotwinski et al. [47] used an ultrasonic method to quantify the amount of porosity in additive manufactured parts and suggested that there is a lower limit in the size of porosity that can be detected by X-ray scanning. Leuders et al. [48] measured the porosity above 22 μm size of SLM (Selective Laser Melting) Ti-6Al-4V parts employing a computer tomography system. Kasperovich et al. [49] measured the SLM Ti-6Al-4V part porosity by employing micrograph study and computer tomography, for later comparison with the Archimedes method. They concluded that the Archimedes method does not provide sufficient accuracy and precision. Gong et al. [50] utilized Archimedes method to compare the relationship between process parameters and porosity in EBM and SLM Ti-6Al-4V parts,

concluding that this method is not satisfactory for assessing the quality of SLM and EBM samples. It is expected that the Archimedes method has higher reliability because it considers the whole volume, instead of 2D sections of the parts, however Archimedes method does not consider any morphology or distribution of the porosity that can help to identify the porosity source (powder, process, etc.). Despite being a destructive characterization method, 2D porosity measurement employing cut sections and image analysis software has been often performed before [31, 49]. Variation of the measured porosity depending on the surface condition (polished vs. polished and etched), micrograph magnification, and selection of the cross-section has been reported. The methodology has been considered as valid in terms of qualitative (size and shape) and comparative measurements.

2.4 Conclusions

The research results presented in this study lead to the following conclusions:

- Tensile properties (UTS, YS, and elongation) are greater in the locations where porosity is lower.
- With 0.15% average porosity in the material, the differences between mechanical properties of the parts fabricated from different locations and distances from the build platform are mainly related to the porosity, the variations in the microstructure being of secondary importance.
- The variation in the microstructure has been related to the dwell time of the layers on the fabrication chamber, although this does not significantly affect the mechanical properties.
- Samples were fabricated with Arcam default process parameters. Subsequent manipulation of process parameters would influence the microstructure and mechanical properties.
- Further improvement of the EBM technology should be able to reconcile the differences in porosity between the center and edges of the build platform.

ACKNOWLEDGMENTS

This research was performed under the Additive Manufacturing program of the Integrative Material Design Center (iMdc) consortium at Worcester Polytechnic Institute, in collaboration with the Additive Manufacturing Demonstration Facility of Oak Ridge National Laboratory, and sponsored by the US Department of Energy, Office of Energy Efficiency and Renewable Energy, Advanced Manufacturing Office, under contract DE-AC05-00OR22725 with UT-Battelle, LLC. WPI students, Matthew Gleason (Surface Metrology Laboratory), Yuwei Zhai, and Anthony Spangenberg (iMdc) also collaborated actively in the characterization process performed during the research.

REFERENCES

- [1] Y. Zhai, D.A. Lados, J.L. LaGoy, Additive manufacturing: making imagination the major limitation, *JOM*. 66 (2014) 808–816.
- [2] ASTM-International, *ASTM Standard F2792-12a: Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies*, (2012).
- [3] J. Scott, N. Gupta, C. Weber, S. Newsome, T. Wohlers, T. Caffrey, *Additive manufacturing: Status and opportunities*, Science and Technology Policy Institute. (2012) 1–29.
- [4] D.L. Bourell, M.C. Leu, D.W. Rosen, *Roadmap for additive manufacturing: identifying the future of freeform processing*, The University of Texas, Austin. (2009).
- [5] National Institute of Standards and Technology (NIST), *Measurement Science for Metal-Based Additive Manufacturing*, 2013.
- [6] National Intelligence Council, *Global Trends 2030: Alternative Worlds*, 5 (2012).
- [7] AM Platform, *Additive Manufacturing: Strategic Research Agenda*, 2014.
- [8] T.R. Mahale, *Electron beam melting of advanced materials and structures [dissertation]*, North Carolina State University, 2009.
- [9] J. Sieniawski, W. Ziaja, K. Kubiak, M. Motyka, *Microstructure and mechanical properties of high strength two-phase titanium alloys*, *Titanium Alloys-Advances in Properties Control*. (2013) 69–80.
- [10] L. Facchini, E. Magalini, P. Robotti, A. Molinari, *Microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V produced by electron beam melting of pre-alloyed powders*, *Rapid Prototyping Journal*. 15 (2009) 171–178.
- [11] M. Koike, K. Martinez, L. Guo, G. Chahine, R. Kovacevic, T. Okabe, *Evaluation of titanium alloy fabricated using electron beam melting system for dental applications*, *Journal of Materials Processing Technology*. 211 (2011) 1400–1408.
- [12] X. Gong, T. Anderson, K. Chou, *Review on Powder-Based Electron Beam Additive Manufacturing Technology*, in: *ASME/ISCIE 2012 International Symposium on Flexible Automation*, 2012: pp. 507–515.
- [13] B.S. Bass, *Validating the Arcam EBM process as an alternative fabrication method for titanium-6Al-4V alloys [dissertation]*, North Carolina State University, 2008.
- [14] P. Edwards, A. O’Conner, M. Ramulu, *Electron beam additive manufacturing of titanium components: Properties and performance*, *Journal of Manufacturing Science and Engineering*. 135 (2013) 061016.

-
- [15] N. Hrabe, T. Quinn, 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, *Materials Science and Engineering: A*. 573 (2013) 271–277.
- [16] N. Hrabe, T. Quinn, Effects of processing on microstructure and mechanical properties of a titanium alloy (Ti-6Al-4V) fabricated using electron beam melting (EBM), Part 1: Distance from build plate and part size, *Materials Science and Engineering: A*. 573 (2013) 264–270.
- [17] L. Murr, E. Esquivel, S. Quinones, S. Gaytan, M. Lopez, E. Martinez, et al., Microstructures and mechanical properties of electron beam-rapid manufactured Ti-6Al-4V biomedical prototypes compared to wrought Ti-6Al-4V, *Materials Characterization*. 60 (2009) 96–105.
- [18] H. Rafi, N. Karthik, H. Gong, T.L. Starr, B.E. Stucker, Microstructures and Mechanical Properties of Ti6Al4V Parts Fabricated by Selective Laser Melting and Electron Beam Melting, *Journal of Materials Engineering and Performance*. 22 (2013) 3872–3883.
- [19] S. Rengers, EBM vs DMLS, A closer examination of these Ti64 capable additive manufacturing technologies, 2012.
- [20] M. Svensson, U. Ackelid, A. Arcam, Titanium alloys manufactured with electron beam melting mechanical and chemical properties, in: *Materials and Processes for Medical Devices Conference(MDM V)*, ASM International, Minneapolis, MN, 2010: pp. 189–194.
- [21] S. Al-Bermani, M. Blackmore, W. Zhang, I. Todd, The origin of microstructural diversity, texture, and mechanical properties in electron beam melted Ti-6Al-4V, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 41 (2010) 3422–3434.
- [22] G. Lütjering, J.C. Williams, *Titanium*, Springer, 2003.
- [23] S. Rawal, J. Brantley, N. Karabudak, Additive manufacturing of Ti-6Al-4V alloy components for spacecraft applications, in: *Recent Advances in Space Technologies (RAST)*, 2013 6th International Conference on, 2013: pp. 5–11.
- [24] S. Hashmi, *Comprehensive Materials Processing*, Newnes, 2014.
- [25] P. Nandwana, W.H. Peter, R.R. Dehoff, L.E. Lowe, M.M. Kirka, F. Medina, et al., Recyclability study on Inconel 718 and Ti-6Al-4V powders for use in electron beam melting, *Metallurgical and Materials Transactions B*. (2015) 1–9.
- [26] ASTM-International, ASTM Standard F136-13: Standard Specification for Wrought Titanium-6Aluminum-4Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) Alloy for Surgical Implant Applications, (2003).
- [27] Ti6Al4V ELI Titanium Alloy data sheet, (n.d.). www.arcam.com.

- [28] ISO-ASTM, ISO/ASTM 52921:2013: Standard Terminology for Additive Manufacturing-Coordinate Systems and Test Methodologies, (2013).
- [29] N.S. Claxton, T.J. Fellers, M.W. Davidson, Laser scanning confocal microscopy, Department of Optical Microscopy and Digital Imaging, Florida State University, Tallahassee. (2006).
- [30] G. Vander Voort, A. Roosz, Measurement of the interlamellar spacing of pearlite, *Metallography*. 17 (1984) 1–17.
- [31] A. Spierings, M. Schneider, R. Eggenberger, Comparison of density measurement techniques for additive manufactured metallic parts, *Rapid Prototyping Journal*. 17 (2011) 380–386.
- [32] ASTM-International, ASTM Standard E8/E8M-09: Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, (2009).
- [33] A. Safdar, Microstructures and surface roughness of EBM produced Ti-6Al-4V, *Solid Mechanics*, Lund University, 2010.
- [34] J. Karlsson, A. Snis, H. Engqvist, J. Lausmaa, Characterization and comparison of materials produced by Electron Beam Melting (EBM) of two different Ti-6Al-4V powder fractions, *Journal of Materials Processing Technology*. 213 (2013) 2109–2118.
- [35] K.S. Chan, M. Koike, R.L. Mason, T. Okabe, Fatigue Life of Titanium Alloys Fabricated by Additive Layer Manufacturing Techniques for Dental Implants, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 44 (2013) 1010–1022.
- [36] P. Edwards, M. Ramulu, Fatigue performance evaluation of selective laser melted Ti-6Al-4V, *Materials Science and Engineering: A*. 598 (2014) 327–337.
- [37] J. Springer, In vitro Studies of Titanium Alloy Discs Fabricated with Electron Beam Melting for Improving Transdermal Osseointegrated Implant Surfaces [dissertation], North Carolina State University , (2010).
- [38] U. Ackelid, M. Svensson, Additive manufacturing of dense metal parts by electron beam melting, in: *Materials Science and Technology (MS&T) Conference*, 2009.
- [39] M. Rooney, R.M. Deacon, E.D. LaBarre, A.M. Lennon, M.P. Boyle, An evaluation of select material properties for electron beam melted Ti-6Al-4V, 2009.
- [40] H. Weiwei, J. Wenpeng, L. Haiyan, T. Huiping, K. Xinting, H. Yu, Research on Preheating of Titanium Alloy Powder in Electron Beam Melting Technology, *Rare Metal Materials and Engineering*. 40 (2011) 2072–2075.

- [41] A. Bauereiß, T. Scharowsky, C. Körner, Defect generation and propagation mechanism during additive manufacturing by selective beam melting, *Journal of Materials Processing Technology*. 214 (2014) 2522–2528.
- [42] H. Gong, K. Rafi, T. Starr, B. Stucker, The Effects of Processing Parameters on Defect Regularity in Ti-6Al-4V Parts Fabricated By Selective Laser Melting and Electron Beam Melting, (2013).
- [43] L. Murr, E. Esquivel, S. Quinones, S. Gaytan, M. Lopez, E. Martinez, et al., Microstructures and mechanical properties of electron beam-rapid manufactured Ti-6Al-4V biomedical prototypes compared to wrought Ti-6Al-4V, *Materials Characterization*. 60 (2009) 96–105.
- [44] P.A. Kobryn, *Casting of Titanium Alloys*, 1996.
- [45] M. Zäh, S. Lutzmann, M. Kahnert, F. Walchshäusl, Determination of Process Parameters for Electron Beam Sintering (EBS), in: *Excerpt from the Proceedings of the COMSOL Conference Hannover*, 2008.
- [46] A. Safdar, *A study on Electron Beam Melted Ti-6Al-4V*, 2012.
- [47] J.A. Slotwinski, E.J. Garboczi, K.M. Hebenstreit, Porosity Measurements and Analysis for Metal Additive Manufacturing Process Control, *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*. 119 (2014) 494–528.
- [48] S. Leuders, M. Thöne, A. Riemer, T. Niendorf, T. Tröster, H. Richard, et al., On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance, *Int. J. Fatigue*. 48 (2013) 300–307.
- [49] J.H. G. Kasperovich, Improvement of fatigue resistance and ductility of TiAl6V4 processed by selective laser melting, *Journal of Materials Processing Technology*. (2015).
- [50] H. Gong, K. Rafi, H. Gu, T. Starr, B. Stucker, Analysis of defect generation in Ti-6Al-4V parts made using powder bed fusion additive manufacturing processes, *Additive Manufacturing*. 1 (2014) 87–98.

3 EFECTO DE LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Datos de la publicación

Título: Effects of heat treatments on microstructure and properties of Ti-6Al-4V ELI alloy fabricated by electron beam melting (EBM)

Autores: Haize Galarraga, Robert J. Warren, Diana A. Lados, Ryan R. Dehoff, Michael M. Kirka, Peeyush Nandwana

Revista, número, año, página.: Materials Science & Engineering A 685 (2017) 417–428

Objetivo

El objetivo del trabajo mostrado en este artículo es el estudio de diferentes tratamientos térmicos de manera que se establezca la relación de distintos parámetros (velocidades de

enfriamiento, temperaturas y tiempos de recocido, etc.) sobre la microestructura resultante y las propiedades mecánicas del material EBM Ti-6Al-4V.

Contenido

En la introducción del artículo se hace una breve descripción de la tecnología EBM y de los trabajos previos realizados, donde se examinan la microestructura y propiedades mecánicas del EBM Ti-6Al-4V. Se explica también que el estudio de los tratamientos térmicos, donde se han analizado las relaciones entre parámetros de tratamientos, microestructura resultante y propiedades mecánicas de cada caso, se ha realizado desde tres enfoques diferentes. Por un lado, se ha estudiado la influencia de la velocidad de enfriamiento en tratamientos de recocido β (ciclos con temperaturas superiores a la temperatura β transus). Por otro lado, se ha estudiado el efecto de los tiempos y temperaturas de recocido, continuando el estudio mostrado en el Capítulo 2. Para terminar, se ha estudiado el efecto de tratamientos de solubilización y envejecimiento sobre el material EBM Ti-6Al-4V.

A continuación, se describe el procedimiento de fabricación de las muestras, así como la metodología de los tratamientos térmicos. Se explican las técnicas de caracterización: preparación y análisis de muestras metalográficas, difracción de rayos X, procedimiento y equipación para medir durezas y ensayos mecánicos. Cabe destacar la utilización de nuevo del método de intersección recomendado por Vander Voort y Roosz para la medición del espesor de la perlita en aleaciones férricas, con el fin de medir el espesor de las láminas α del Ti-6Al-4V.

Previo a mostrar los resultados de los estudios de los tratamientos térmicos, se realiza un estudio del historial térmico del proceso EBM. En este estudio se discute la simplificación del proceso térmico en tres etapas. La primera, donde el material se enfría rápidamente desde la temperatura del baño fundido a 2500°C a la temperatura de la cámara 650°C, creándose una estructura martensítica con predominación de la fase α' martensita. La segunda, el periodo de mantenimiento a la temperatura de cámara donde la fase α' se transforma en las fases $\alpha+\beta$. La última etapa consiste en el enfriamiento lento desde la temperatura de trabajo de la cámara del EBM hasta la temperatura ambiente. En principio, la validez de esta simplificación no se discute, sin embargo, con el fin de tener una mejor comprensión de la complejidad del proceso térmico real, se hace una simulación del barrido de una capa del proceso EBM por elementos finitos. El resultado muestra cómo el baño fundido penetra hasta una profundidad de 20 capas inferiores, y además en función de la estrategia de barrido, un determinado punto de la capa puede fundirse varias veces en el mismo barrido debido al calor de las pasadas contiguas del haz de electrones.

Una vez estudiado el proceso térmico, se muestran las propiedades y la microestructura del EBM Ti-6Al-4V ELI en estado "as fabricated", esto es, tal como se obtiene en el proceso EBM.

Esta información proviene del estudio anterior plasmado en el Capítulo 2 y se utiliza como referencia para los estudios de tratamientos térmicos que se exponen a continuación. Se incluye también un análisis de fases mediante difracción de rayos X que no había sido incluido en el estudio anterior.

Tal como se ha mencionado anteriormente, los estudios de tratamientos térmicos comienzan con una comparativa de velocidades de enfriamiento (en agua, en aire y en horno), partiendo de un estado de recocido β a 1100°C, 105°C por encima de la temperatura β transus (995°C). Los resultados muestran que, para el enfriamiento en agua se genera una microestructura totalmente martensítica. Esta afirmación se basa en indicios expuestos en los resultados del análisis mediante difracción de rayos X, en el diagrama CTT y en las propiedades mecánicas obtenidas. De la misma manera, se concluye que el enfriamiento en aire genera una combinación de estructura martensítica y estructura $\alpha+\beta$. En este apartado también se estudia la influencia de la velocidad de enfriamiento en la microestructura final y las propiedades mecánicas tras un envejecido posterior común a 450°C.

En el siguiente apartado se analiza la influencia de los recocidos a temperaturas inferiores al β transus en la microestructura y más específicamente en los espesores de las láminas α . En el Capítulo 2 ya se había hecho este estudio, sin embargo, en este capítulo las muestras analizadas tienen una porosidad prácticamente nula, por lo que ha sido posible estudiar la influencia de los espesores de las láminas α en las propiedades mecánicas, anteriormente dominada por la porosidad. Fruto de este estudio, se han desarrollado varias ecuaciones empíricas basadas en la ecuación de Hall-Petch, donde se relacionan los espesores de las láminas α con la micro dureza, el límite elástico, la tensión de rotura y el alargamiento.

Para terminar, se han estudiado diferentes parámetros (temperatura y tiempo) de envejecido para EBM Ti-6Al-4V tratado mediante solubilización, temple al agua y envejecido. Este estudio se ha limitado a la parte mecánica debido a la dificultad de discernir diferencias en la parte microestructural.

Abstract

Electron beam melting (EBM) is a metal powder bed fusion additive manufacturing (AM) technology that is used to fabricate three-dimensional near-net-shaped parts directly from computer models. Ti-6Al-4V is the most widely used and studied alloy for this technology and is the focus of this work in its ELI (Extra Low Interstitial) variation. Microstructure evolution and its influence on the mechanical properties of the alloy in the as-fabricated condition have been documented by various researchers. In the present work, different heat treatments were performed based on three approaches in order to study the effects of heat treatments on the unique microstructure formed during the EBM fabrication process. In the first approach, the effect of various cooling rates after the solutionizing process was studied.

In the second approach, a correlation between the variation of α lath thickness during aging and the subsequent effect on mechanical properties was established. Lastly, several combined solutionizing and aging experiments were conducted; the results will be systematically discussed in the context of structural performance and design.

3.1 Introduction

Electron beam melting (EBM) is a metal powder bed fusion additive manufacturing (AM) technology used for the fabrication of three-dimensional near-net-shaped functional components directly from computer models [1]. ASTM F2792 defines AM as “a process of joining materials to make objects from 3D model data, usually layer upon layer, as opposed to subtractive manufacturing methodologies” [2]. The use of AM technologies in general, and of EBM in particular, is experiencing a considerable increase in the variety and quantity of applications. As the technologies improve and develop, a wider range of industries are studying and implementing these technologies to manufacture an increasingly diverse range of products. Biomedical implant applications and structural aerospace parts are the most promising areas for EBM technology. However, the development of EBM technology in these areas is slowed down by the lack of fundamental knowledge, consistent databases, and standardization which are all critical in these industry sectors [3–7].

EBM’s working principle consists of consecutive cycles where complex parts are fabricated layer by layer. Each solid material level is formed after a metallic powder layer is dispensed and selectively melted. The energy source for the melting process is an electron beam emitted from a tungsten filament. This beam is controlled by two magnetic coils, which focus and control the position and diameter of the beam. The manufacturing parameters are generated and controlled by software in order to fabricate sound parts with improved mechanical properties, low porosity and surface roughness, and optimized geometrical reproducibility. This software creates scanning algorithms based on the geometry of the part to be manufactured. The main parameters controlled by the software are: minimum and maximum beam current, number of times the beam scan is to be repeated, scanning speed of the electron beam, distance between individual scan lines (line offset), line order for the hatch pattern, and rotation angle between consecutive hatches [8].

Microstructure evolution and mechanical properties have been studied for Ti-6Al-4V alloys due to its versatility resulting from the good balance between mechanical properties, castability, plastic workability, heat treatability, and weldability [9]. Ti-6Al-4V has been broadly applied in industry and studied in the laboratory, resulting in an extensive knowledgebase relative to other metal alloys fabricated by this technology. Heat treatment of AM Ti-6Al-4V for different technologies has been extensively studied with the purpose of

relieving stress and achieving an equilibrium microstructure, eliminating the metastable α' martensite phase and obtaining a microstructure with exclusively α and β phases [10]. However, for the EBM technology, the relation between microstructure and mechanical properties has been mainly limited to the as-fabricated condition, except for some cases where hot isostatic pressing (HIP) was applied to the EBM parts. The EBM process, similarly to other AM processes, does not completely prevent the presence of porosity in the build. Therefore, in order to mitigate the disadvantages caused by these defects, the effect of HIP treatment has been studied [11–19]. The biggest interest for the study of the mechanical properties in the as-fabricated condition is that the EBM process, unlike other metal AM technologies such as selective laser melting (SLM) or laser engineered net shaping (LENS), does not require heat treatment to obtain reasonable ductility and low residual stresses. The high temperature of the fabrication chamber in the EBM process prevents the presence of brittle α' martensitic phase from forming in the final microstructure, while the slow cooling rates from the chamber temperature to room temperature, relieves most of the residual stress generated during the additive manufacturing process [11].

Ti-6Al-4V is an $\alpha+\beta$ alloy because α and β microstructural phases coexist at room temperature. The $\alpha+\beta$ alloys are interesting because they combine the strength of α alloys with the ductility of β alloys, and their microstructures and properties can be varied widely by appropriate heat treatments and thermomechanical processing [20]. The current study focuses on understanding the effect of different heat treatments on the unique microstructure of the EBM Ti-6Al-4V ELI (Extra Low Interstitial) and its impact on mechanical properties. The heat treatments studied in this work were addressed using three approaches. The first investigated the effect of the solution heat treatment and subsequent cooling rate on the formation of different microstructural phases and their morphology. The second studied the effect of the aging time and temperature on α lath thickness and mechanical properties. The third approach assessed the effect of solutionizing and aging heat treatment on the microstructure and properties of the material.

3.2 Materials and methodology

3.2.1 Materials and processing conditions

The EBM build used for this study was manufactured from Ti-6Al-4V ELI gas atomized powder provided by Arcam. The ELI variant of Ti-6Al-4V contains reduced levels of oxygen, nitrogen, carbon, and iron as shown in Table 2. The powder used was a mixture of 50% new powder and 50% powder reused from a previous build, with a particle diameter ranging from 45 to 150 μm , Figure 1 [21]. It is important to note that reused powder, which is kept under vacuum for the time between builds, can still exhibit an increase in oxygen levels which can affect the subsequent microstructure and mechanical properties of the final part [22]. A study by Nandwana et al. [23] showed that standard Ti-6Al-4V powder exposed to an electron beam

for 150 hours experience an increase in oxygen levels from 0.141 to 0.168 wt.% which is within the specification for the alloy. Since ELI Ti-6Al-4V powder has a much lower oxygen content to begin with, it can be safely assumed that using a mixture of 50% reused powder will not result in a compromised final product. The EBM manufacturing parameters of the build (spot size, scan velocity, sintering path, etc.) were defined by an internal algorithm of the Arcam Q10 machine. The process consists of preheating to a chamber temperature of 650°C which is maintained throughout the build. Each scanning layer was 50 µm thick and the average scanning time per layer was one minute for this batch. The total build time was 2200 minutes (36 hours and 40 minutes). All of the post build heat treatments for this study were carried out using a Thermo Scientific 1.8 kW Lindberg/Blue furnace.

3.2.2 Specimen locations and preparation

The build configuration and AM reference axis system on the build platform of the Arcam machine is shown in Figure 2. The cylindrical specimens (Ø15 mm x 105 mm) are orientated with their longitudinal axis perpendicular to the build platform (parallel to the build direction/Z axis). The rectangular specimens have their longitudinal axis perpendicular to the build direction/Z axis. In this study, the terms vertical orientation and horizontal orientation are used to identify samples that are oriented parallel and perpendicular to the build direction/Z axis respectively. For this body of work only the vertical oriented cylindrical samples were used, from which cylindrical tensile specimens (Figure 4) were machined. Metallographic analysis and micro-hardness measurements were also carried out on these samples.

3.2.3 Characterization methodology

3.2.3.1 Microstructure characterization

All metallographic samples were cut with an abrasive wheel, mechanically ground and polished, and etched with Kroll's reagent following the preparation process for titanium alloys laid out in Buehler SumMet 2013 [26]. Microstructures were characterized using standard metallographic methods with a Nikon MA 200 Eclipse microscope and image analysis using Elements-D software.

The α lath thickness, or interlamellar spacing, which is representative of typical $\alpha+\beta$ titanium microstructures, was measured using the method recommended by Vander Voort et al. [27] which was successfully used in a previous study [21]. The procedure consists of calculating the mean random spacing, σ_r , using the intersection method. The intersection method is

performed by overlaying a test grid consisting of one circle of known radius, R , on the micrograph in an unbiased manner as shown in Figure 3. The number of intersections of the α lamellae with the test line, M , are counted and divided by the actual length of the test line, to obtain $NL=2\pi R/M$. The reciprocal of NL is the mean random spacing: $\sigma r=1/NL$. The mean true spacing, σt , is calculated dividing the mean random spacing by two: $\sigma t=\sigma r/2$. This methodology was applied for five images in each location and the values were averaged to determine the interlamellar spacing at each location.

Phase analysis was performed using a Panalytical Empyrean 2 X-Ray Diffractometer (Panalytical B.V., Almelo, Netherlands) using $\text{CuK}\alpha$ radiation at 40 keV and 40 mA from 30 to 150 degrees of 2θ . It should be noted that texture and strain are present in these samples, so the XRD results are present for qualitative comparison rather than quantitative phase fraction purposes.

3.2.3.2 Microhardness and tensile testing

Microhardness indentation measurements were made using a TUKON 1202 (Wilson Hardness) machine, with a load of 10 N applied for 10 seconds. The values reported in this study are each average value of 15 individual microhardness measurements conducted in accordance with ASTM E384 [28].

Round tensile specimens were machined using a HAAS CNC mill and lathe, with a final length of 100 mm, gauge diameter of 6 mm, and gauge length of 25 mm, Figure 17. The geometry and dimensions of the tensile specimens, as well as the room temperature tensile tests, were performed following ASTM-E8M [29] specifications, using an Instron 5500R test frame.

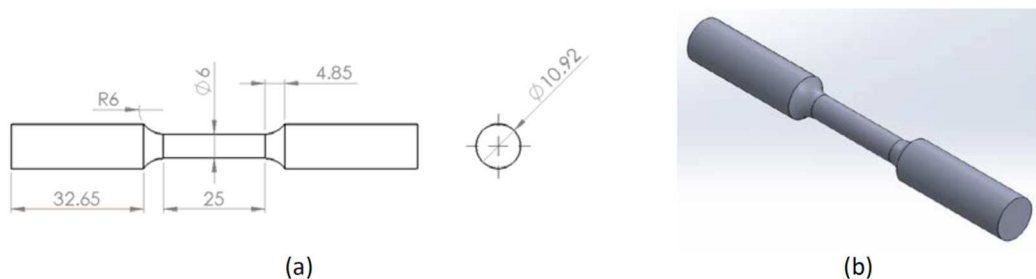


Figure 17. (a) Manufacturing drawing, and (b) computer model of the round bar tensile specimens used for this body for work. Drawings are not to scale, all units are in mm.

3.3 Results and discussion

3.2.1 Thermal analysis of the EBM process

3.3.1.1 Thermal history

The relevant thermal events that determine the as-fabricated microstructure in the EBM process can be simplified in three main stages [30]. First step is a rapid cooling from the molten state to the layer temperature, followed by a quasi-isothermal stage at the local temperature until completion of the build, and finishing with a slow cooling to room temperature, Figure 18.

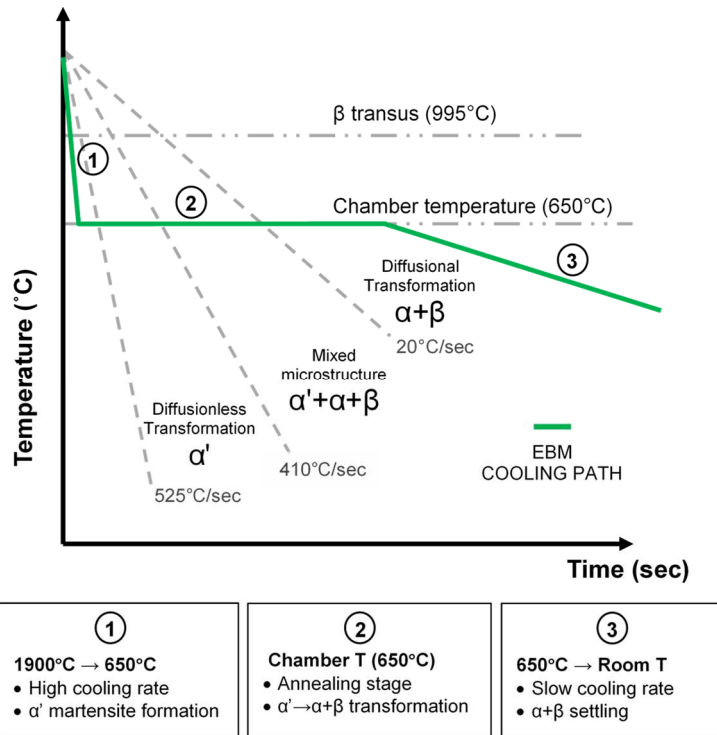


Figure 18. Cooling path and critical cooling rates for Ti-6Al-4V microstructure formation in EBM process with a chamber temperature of 650°C. Microstructural transformations occurring in each stage are also shown.

The first stage comprises the cooling of the melt pool, solidification of the melt, and cooling to the chamber temperature. The melt pool temperature values are estimated to be between 1900°C and 2700°C [30, 31]. One particular study made by thermography measured a temperature of 2500°C on the melt pool [32]. The most critical cooling stage for the formation of the microstructure is the cooling period from the solidification temperature (around

1900°C) to the chamber temperature because β grains formation, as well as subsequent transformation of β phase, occur at temperatures above 870°C [9]. In this stage, a diffusionless transformation occurs because the cooling rate is higher than the critical martensitic transformation cooling rate estimated as 410 K/sec, and therefore α' martensite phase is formed. The cooling rate in this stage has been calculated to be in the range of 103 to 105 K/sec [33].

The second stage consists of a dwell at the fabrication chamber temperature, until all the layers that comprise the build are finished, usually at 650-750°C. In this period, the α' martensite is transformed into an $\alpha+\beta$ structure [21, 30]. This is considered a quasi-steady state, where the temperature varies gradually due to the heat transfer between the above layer melt pools and the rest of the manufacturing part. The high temperature of the chamber (650-750°C) and complex re-melting and re-heating periods transform the α' martensitic phase into the more stable $\alpha+\beta$ microstructure [17, 21]. The third stage comprises the slow cooling of the build from the chamber temperature to room temperature.

These three stages are the main stages that determine the resultant microstructure in the EBM process. However, in reality the thermal history of a given point in the build, has a much more complex history due to the influence of the upper layer melting pools, and reheating or partially re-melting the material to a greater or lesser degree, depending on the scanning parameters such as beam power, scanning velocity, and spot size [30, 34]. The next step in developing a better appreciation of the phase transformations during the EBM process, and in order to obtain an understanding of the subsequent microstructural changes occurring during the heat treatments, a study of the thermal history in the EBM process was performed by developing a thermal simulation of the fabrication process.

3.3.1.2 Thermal simulation

A thermal simulation was performed in order to attain a better understanding of the complex thermal history during the EBM process. ANSYS Workbench R15.0 software was employed for this task. The simulation was accomplished for a beam scan on a 10x10x10 mm³ cube, Figure 19a. The path of the electron beam during the scanning of the layers is comprised typically by two main scanning strategies: the first strategy named contouring, melts the outline of each 2D section; the second, called hatching 'fills in' the outline by rastering the beam within the section boundary. The contouring strategy uses a technology known as MultiBeam, which rapidly moves the beam so as to keep several separate melt pools active at one time. As a result of the MultiBeam settings, 50 melt pools are present during the outer contour and 10 during the inner contours. The center of each section is then 'filled in' by rastering the beam in a 'snaking' melt strategy known as hatching (i.e., a forward and backward beam motion with a continuous path). The hatching direction is rotated a certain angle between each layer. The beam current during hatching is not directly set by the

operator, instead, it is calculated by the EBM control software and varied linearly with the length of the hatch line, such that smaller melt lengths have a lower current [22].

The goal of this simulation was to demonstrate the complexity of the thermal history of the EBM process compared to the “three-stage” simplified model described before, considering that the real process is even more complex than that obtained by this simulation. The scanning process for the simulation was simplified considerably, having one contouring and three lines of hatch for each melting stage (Figure 19a). By performing the contouring and the hatch melting stages an approximation of how the scanning steps influence the temperatures in the consecutive layers was obtained. The electron beam movement simulation was performed assigning a time dependent energy input on the surface of the cube in such a way that it follows the scanning path. The value of the energy input (200W for each 2x2 mm² segment) was adjusted in order to get melt pool dimensions and temperatures consistent with previous works. [28-30, 35]

The following boundary conditions were considered for the simulation:

- Radiation heat transfer for the top surface (emissivity value: $\epsilon=0.26$) [27].
- Constant temperature for the bottom of the cube (build platform temperature: $T=650^{\circ}\text{C}$)
- Conduction heat transfer in the cube (temperature dependent conductivity, density, and specific heat) [23].
- Heat transfer between the solid cube and the powder was considered as temperature and surface dependent, and directly proportional to a heat transfer coefficient ($5 \times 10^4 \text{ W}/(\text{m}^2\text{K})$).

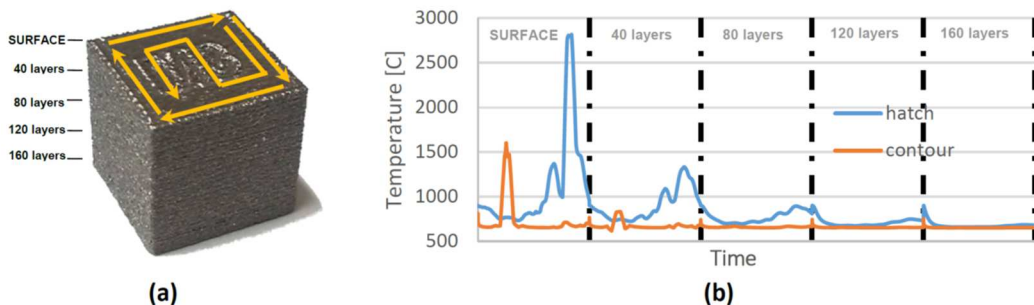


Figure 19. Scanning path of the electron beam for the thermal modeling. (b) Temperature evolution during scanning stage on the surface. The temperature evolution of locations on the hatch area and on the contour zone is shown for the surface and four layers at different depths.

The graphical result of the transient thermal simulation is shown in Figure 20. In the cross section of the cube (Figure 20b) it is possible to see how the melt pool (red) penetrates inside the cube. A heat-affected zone (orange) has been considered for the areas above the β transus temperature (1000°C).

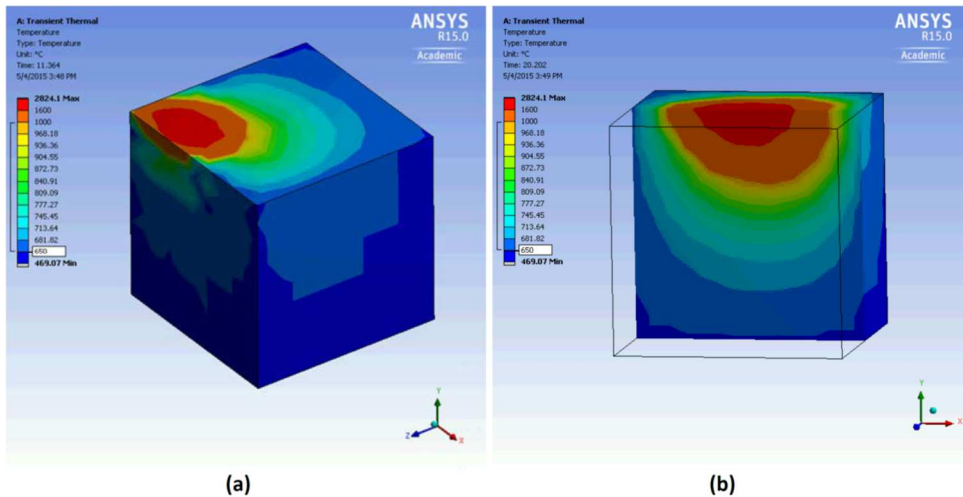


Figure 20. Screenshot of the EBM process simulation: (a) entire part during the contouring strategy and (b) cross-section during the hatching strategy.

As predicted, the effect of the electron beam during the scanning of the surface varies with the depth of the layers below (Figure 19b), making the thermal history significantly more complex than that considered in the simplified thermal history. According to the simulation, the melt pool can affect the first 10-20 scanning layers, and due to the heat transfer to the solid part, the cooling rates of the melt pool can reach $2000^{\circ}\text{C}/\text{sec}$.

3.2.2 As-fabricated microstructure and properties

Microstructures and mechanical properties of the heat-treated parts were compared to those in the as-fabricated condition. Reference values for the as-fabricated condition were obtained from a previous study reported by this team, where microstructure and mechanical properties were thoroughly characterized and discussed [21]. The microstructure is comprised of prior β columnar grains oriented parallel to the build direction (Z or vertical axis), Figure 5. An $\alpha+\beta$ lamellar microstructure is observed inside the prior β grains for planes both perpendicular and parallel to the build direction. The structure of the lamellae is mainly Widmanstätten or “basket weave”, with an occasional colony microstructure. The size of the columnar grains is not quantifiable due to the difficulty of grain boundary identification. In several instances, the α layer at the prior β grain boundaries could be seen, Figure 6, and average thickness of $2\ \mu\text{m}$ was measured. Figure 21 shows the XRD pattern obtained from a

Ti-6Al-4V ELI sample, where only α and β peaks have been detected, confirming the $\alpha+\beta$ microstructure observed also by microscopy.

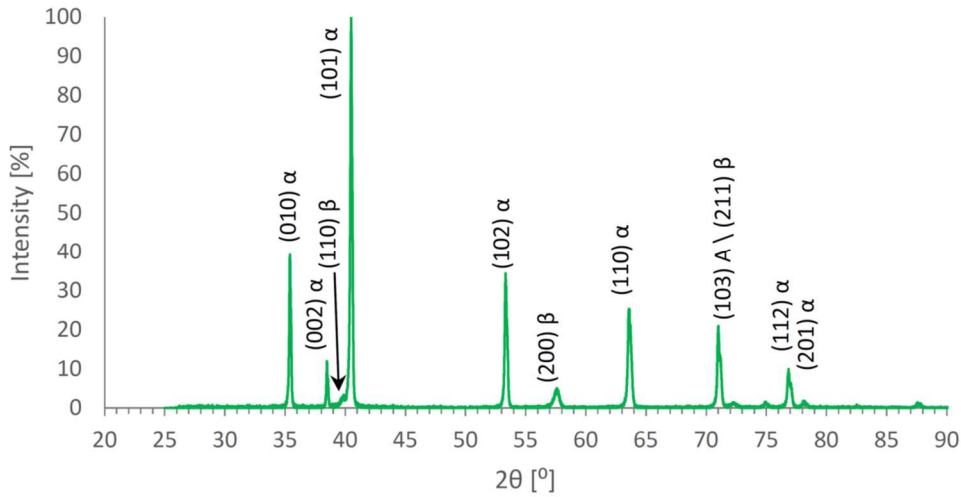


Figure 21. XRD pattern for the EBM build Ti-6Al-4V ELI sample, indicating $\alpha+\beta$ phases.

The reference values of the α lath thickness, tensile properties, and micro-hardness for the as-fabricated condition employed in this study are as follows:

- α lath thickness: 1.4 μm
- UTS=1073 MPa (± 45 MPa)
- YS=1001 MPa (± 42 MPa)
- el=11% ($\pm 1\%$)
- Hardness: 366 HV (± 5 HV)

While it would be ideal to use AM produced components in their as-fabricated state, the use of various heat treatments can change the mechanical properties to suit the required application. The effects of solution heat treatments, cooling rates, and aging heat treatments are thus examined in the following sections.

3.2.3 Effects of the cooling rate

3.3.3.1 Effects on microstructure and mechanical properties

The time and temperature of the heat treatment, as well the cooling rate, are the critical factors affecting the final microstructure [34]. In this study, a solutionizing treatment was first applied at 1100°C for 30 minutes. This temperature is 105°C above to β transus temperature of the alloy (which is around 995°C), ensuring that at the solutionizing temperature the microstructure of the sample is 100% β phase. Then, with the purpose of studying the effect of cooling rate from temperatures above β transus on the resultant microstructure and properties; furnace-cooling, air-cooling, and water-cooling were performed. The cooling rate from temperatures above the β transus can control the formation of different microstructures as shown in the continuous cooling transformation (CCT) diagram, Figure 22. Furnace-cooling was measured reading the values of the furnace chamber temperature on the display. The cooling rate of the air-cooling stage was measured with a thermocouple inserted in a hole drilled in the center of the sample. The measured average air-cooling rate from 1100°C to 500°C was about 20°C/sec which may result in formation of a small volume fraction of α' martensite along with the α phase and in addition to the previously existing β phase. The water-cooling rate was estimated to be 650°C/sec.

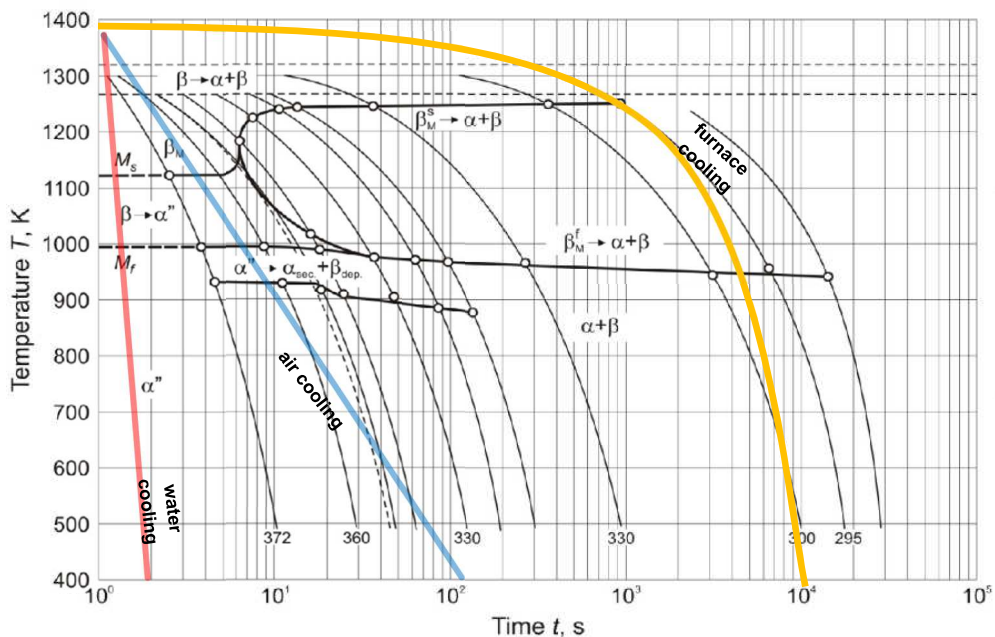
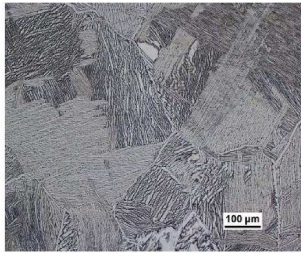
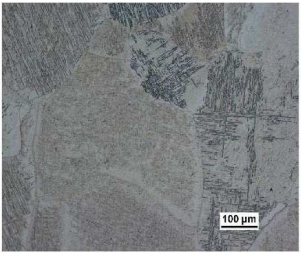



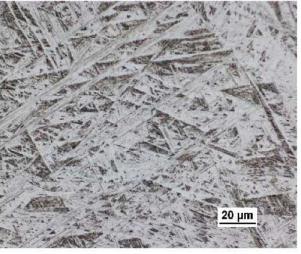


Figure 22. CCT diagram for Ti-6Al-4V (adapted from ref. [37]). Cooling curves of three different cooling methods (furnace, air, and water cooling) employed in this work are plotted, showing the microstructural transformation associated with each method.

The results of this study are shown in Table 5. The first and second rows show the microstructures at 100x and 500x magnifications. On the last row, mechanical properties and micro-hardness values are reported. The analysis of the results reveals the changes in the microstructure and properties of the heat-treated samples due to different cooling rates compared to the as-fabricated condition. The increase in tensile strength and micro-hardness with increasing cooling rate is evident. Ductility, however, decreases considerably because of solutionizing above the β transus temperature. This causes the morphology of the β grains to change from columnar to equiaxed.

Table 5. Cooling rate study results for furnace, air, and water-cooled conditions

	1100°C/30min + furnace-cooling	1100°C/30min + air-cooling	1100°C/30min + water-cooling
100x			
500x			
Properties	<ul style="list-style-type: none"> • UTS=913 MPa (± 38 MPa) • YS=774 MPa (± 112 MPa) • el=13% (± 2 %) • 378 HV (± 44 HV) 	<ul style="list-style-type: none"> • UTS=998 MPa (± 52 MPa) • YS=847 MPa (± 90 MPa) • el=13% (± 7 %) • 365 HV (± 31 HV) 	<ul style="list-style-type: none"> • UTS=1200 MPa (± 50 MPa) • YS=932 MPa (± 80 MPa) • el=1.8% (± 1.5 %) • 414 HV (± 33 HV)

The study of XRD diffraction patterns for as-fabricated, air-cooled, and water-cooled conditions, Figure 23, shows a weakening and an absence of a diffraction peak at the $2\theta=57^\circ$ position (denoted by the black circle in Figure 23) in the air-cooled and water-cooled conditions respectively. This peak corresponds to the β phase (200) plane diffraction peak. This fact, along with the visual analysis of the microstructure, tensile test results, and microhardness values indicate that the air-cooled condition contains α' martensitic phase at some extent while the water-cooled condition contains a fully martensitic microstructure.

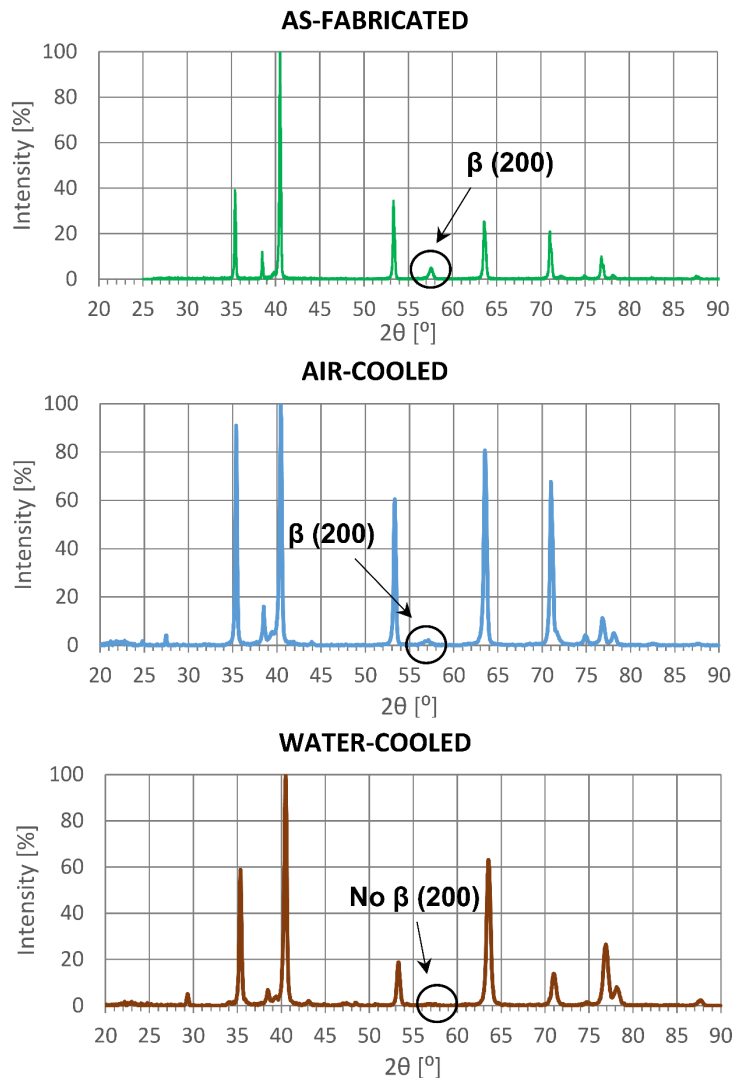


Figure 23. XRD diffraction patterns obtained with KCU α for as-fabricated, air-cooled, and water-cooled conditions.

The values for the UTS, YS, and % elongation have been plotted for each type of microstructure obtained in this study, Figure 24. The graph shows that the columnar microstructure of the as-fabricated condition has a higher strength than the equiaxed ($\alpha+\beta$) structure of the furnace-cooled condition. The α' martensite phase also has a strengthening effect; however, the ductility of the alloy decreases dramatically as the amount of α' increases. The evolution of the hardness is also similar to that of the UTS, with the lowest hardness value corresponding to the equiaxed $\alpha+\beta$, and the highest to the fully α' martensitic microstructure. The hardness of the as-fabricated, columnar $\alpha+\beta$ structure is similar to the partially martensitic, air-cooled condition.

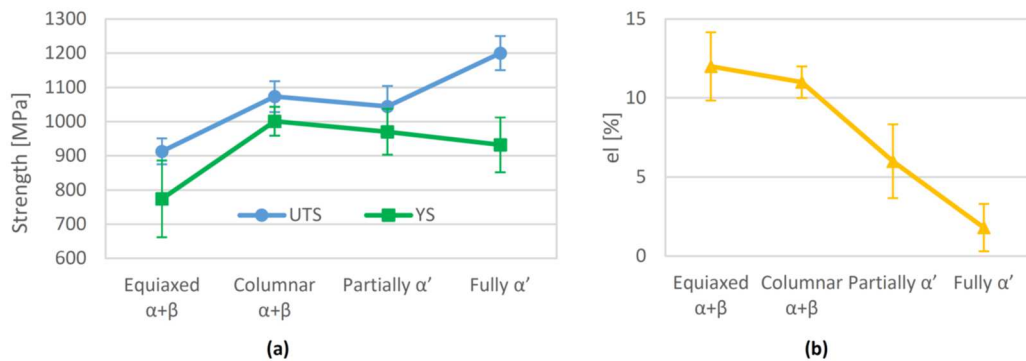


Figure 24. (a) Ultimate strength and Yield strength and (b) % elongation values for the microstructures obtained after different cooling rates. Equiaxed $\alpha+\beta$ corresponds to furnace-cooling condition, columnar $\alpha+\beta$ corresponds to as-fabricated condition, partially α'

3.3.3.2 Effects on microstructure and mechanical properties after subsequent aging

The desired strength of $\alpha+\beta$ titanium alloys is achieved by solution heat treatment followed by different aging treatments. Titanium alloys have two dominant hardening mechanisms: solid solution hardening and precipitation hardening. The type of heat treatment dictates which of these two becomes the dominant hardening mechanism. On slow cooling from β phase, the α phase is hardened by solid solution hardening via partitioning of Al and O elements in α phase. On the other hand, long term aging at circa 500°C results in precipitation hardening of the α phase via precipitation of Ti3Al. Quenching from the β phase field results in formation of martensite with high dislocation density, which results in hardening via dislocation strengthening [38–40]. Considering the effect that this heat treatment would have on the EBM Ti-6Al-4V ELI alloy, two solution and aging treatments have been performed comparing the effect of the cooling rate after solutionizing at 925°C for one hour, followed by aging at 450°C for 4 hours. The solutionizing was carried out at 925°C in order to maintain the columnar structure from the as-fabricated condition, while understanding the effect of

aging schedules. The resulting microstructures and mechanical properties from the solutionizing + aging studies are shown in Table 6.

From the results, a considerable increase in the ultimate tensile strength was observed for the water-cooled samples compared to the air-cooled samples. Significant variation in elongation was observed in these tests, which is mostly attributed to a heterogeneous distribution of porosity. Water-cooling was proven as an appropriate way to obtain the expected strengthening effect. The higher UTS for the water-cooled condition is due to change in phase fraction as a function of temperature as shown in Figure 25. Simulations using ThermoCalc® show that at a temperature of 925°C the microstructure is approximately 97% β phase. Water-cooling from this condition results in formation of α' martensite needles, which are visible in the micrograph in the top row of Table 6. The α' phase is responsible for the higher strength and reduced ductility of the water-cooled condition, and subsequent aging at 450°C for 4 hours does not result in decomposition of martensite into α phase due to sluggish transformation kinetics. In order to recover some of the lost elongation, and achieve a favorable balance between ductility and strength, an additional study was performed focusing on the aging effects. Aging studies were performed on both as-fabricated $\alpha+\beta$ Ti-6Al-4V and previously solution cooling heat treated materials.

Table 6. Solution + aging treatments and results

	Thermal cycle	500x	Properties
925°C/1h + water-cooling + 450°C/4h			<ul style="list-style-type: none"> • α lath thickness: 1.1 μm • UTS=1214 MPa • YS=998 MPa • el=4.1% • 401 HV
925°C/1h + air-cooling + 450°C/4h			<ul style="list-style-type: none"> • α lath thickness: 0.9 μm • UTS=1090 MPa • YS=929 MPa • el=15.5% • 358 HV

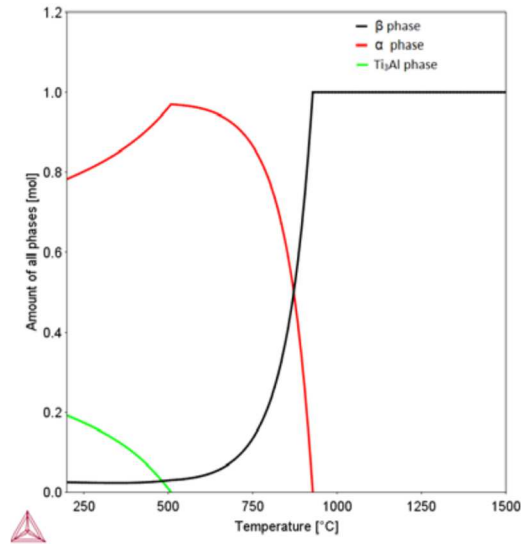


Figure 25. α , β and Ti_3Al equilibrium phase fraction for $Ti-6Al-4V$ at different temperatures obtained from *Thermocalc*®.

3.2.4 Effects of aging time and temperature

The mechanical properties of $\alpha+\beta$ titanium alloys are strongly dependent on the morphology and distribution of the α phase. In the case of alloys with a lamellar microstructure, the thickness of the α lamellae and the diameter of their colonies has been shown to have the most significant effect on mechanical properties [9]. Vrancken et al. studied the influence of aging time and temperature for SLM $Ti-6Al-4V$ and underlined that the α lath thickness is dependent on the aging temperature [41].

In a previous iteration of this work which investigated the microstructure of EBM $Ti-6Al-4V$ ELL, it was found that aging the material resulted in a coarsening of the α lath within the microstructure [21]. In that study, a systematic understanding of the effects of aging time on the coarsening of the α lath thickness was obtained by examining specimens from the same area of a build that had subsequently been annealed for different times at 600°C, 700°C, and 800°C, as shown in Figure 26. In order to expand on the original work in the context of the current study, an additional set of aging experiments was conducted at 900°C.

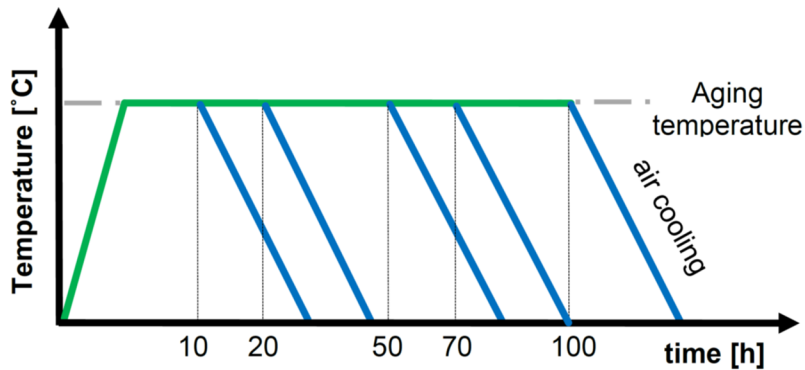


Figure 26. Temperature-time diagram for the aging studies.

Selected microstructures and hardness values obtained from the aging studies are shown in Figure 27. Micrographs show slightly coarser microstructures for the samples annealed at 700°C for 100 hours, Figure 27b, than those of the as-fabricated condition, Figure 27a. The visual data were confirmed by the measuring of the α lath thickness with image analysis software, where a coarsening from 0.66 μm to 1.03 μm was observed. The micro-hardness differences between the two conditions, however, are not significant (369 HV versus 364 HV). As aging temperature was increased, the coarsening of the α lath also increased as shown in Figure 27c and Figure 27d, corresponding to the results for the aging treatments at 900°C for 20 hours and 70 hours. At this temperature, some effects can also be noticed in micro-hardness. In contrast to the post-solutionizing microstructure studied in the previous section, the microstructures of the annealed parts still retain the columnar morphology.

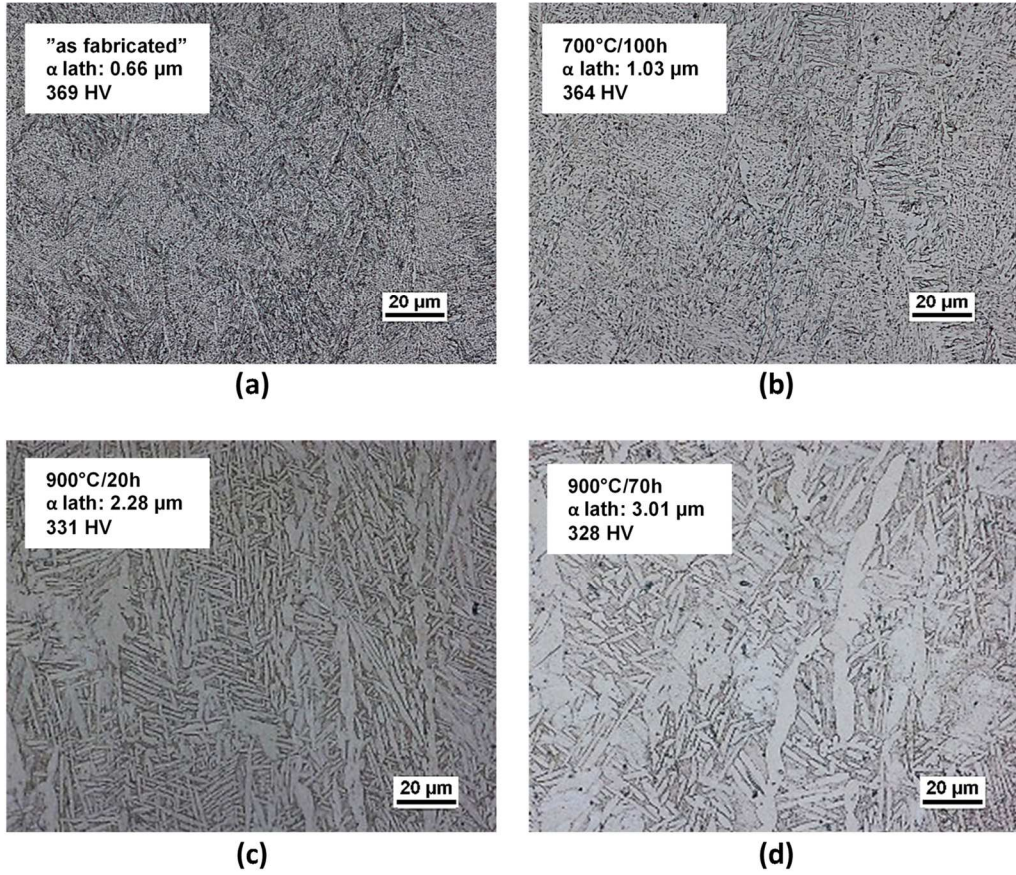


Figure 27. Micrographs at 500x magnification for (a) as-fabricated, (b) annealed at 700°C for 100 hours, (c) annealed at 900°C for 20 hours, (d) annealed at 900°C for 70 hours.

The results of the α lath thickness measurement for all the aging temperatures and times are plotted in Figure 28. The graph shows that α lath grows with temperature and time. This phenomenon explains the α lath thickness variation with the distance from the EBM build platform studied in a previous work [21]. The microstructure of the layers closer to the build platform have been at the chamber temperature for a longer time than the layers further away, so the α lath thickness is larger at locations closer to the build platform. The effect of the aging time and temperature on the α lath thickness has been correlated with the following equation which was developed in a previous study [21]:

$$\delta_{\alpha_{lath}} = \delta_{\alpha_{lath}(t=0)} \cdot t^{\left(\frac{T-850}{1000}\right)} \quad (1)$$

where, $\delta_{\alpha_{lath}}$ is α lath thickness in μm , $\delta_{\alpha_{lath}(t=0)}$ is α lath thickness of the starting material in μm , t is the annealing time in hours, and T is the annealing temperature in K. The calculated

values using this equation have been plotted along with the measured values in Figure 14 to evaluate the effectiveness of the calculations using Eq. (1).

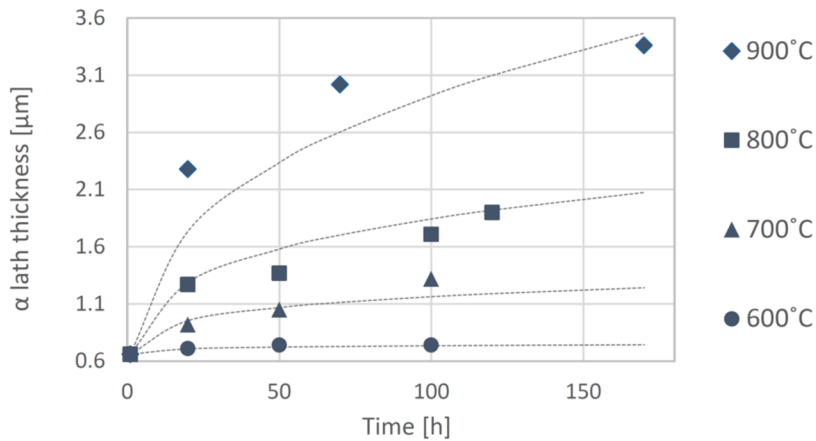


Figure 28. Experimental data of α lath thickness versus aging time graph for different temperatures. Dotted lines represent the values calculated using Eq. (1) [25]; additional data at 900°C have been added to the original work.

Next, the relationship between α lath thickness and micro-hardness and tensile properties have been addressed. Micro-hardness values have been measured for the samples annealed at different time and temperature combinations, and are plotted for the corresponding α lath thicknesses, Figure 29. In this plot, values from a previous study [9] were also added, and a relationship between α lath thickness and micro-hardness was observed.

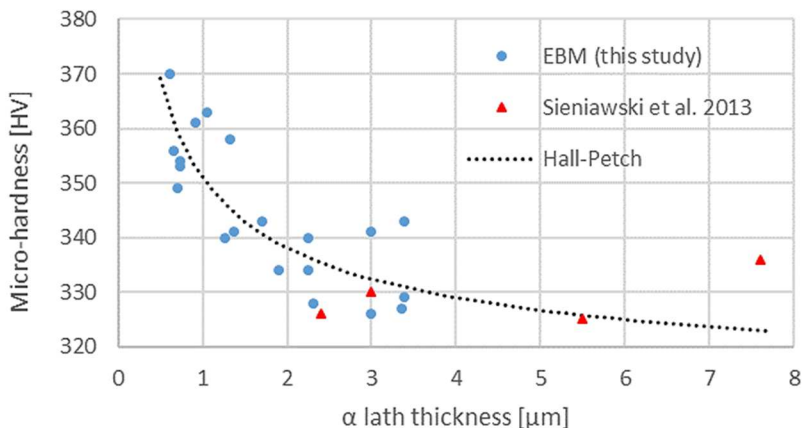


Figure 29. Experimental micro-hardness measurements for different α lath thickness values including values reported by Sieniawski et al. [9]. Dotted lines represent the values calculated using Eq. (3).

The effect of the α lath thickness on the mechanical properties can be explained following the dislocation theory assuming that microstructural features act as obstacles to dislocation slip, causing dislocation pile-ups. In coarse grained materials, the stress multiplication caused by the dislocation pile-ups is much greater than in fine-grained materials. The empirical relation between microstructural size and mechanical properties such as hardness and yield stress can be written by a Hall-Petch type equation [42], using α lath thickness:

$$H = H_0 + k_H \delta_{\alpha lath}^{-1/2} \quad (2)$$

where, H can be either hardness or yield stress, $\delta_{\alpha lath}$ is the α lath thickness, and k_H and H_0 are constants. Traditionally, the microstructural size for $\alpha + \beta$ titanium alloys has been related to the grain size or colony size. In this study, α lath thickness was considered as the relevant microstructural characteristic dimension, following a previous work where Hall-Petch equation was proposed for lamellar structured steels [43]. A Hall-Petch type equation was previously suggested for hardness and yield strength of EBM Ti-6Al-4V by Jamshidinia et al. [44]. The empirical relation between α lath thickness and hardness values obtained in this study, as well as values shown by other authors [12], Figure 29, was modeled with the following equation:

$$HV = 307 + 44 \delta_{\alpha lath}^{-1/2} \quad (3)$$

where, HV is Vickers micro-hardness and $\delta_{\alpha lath}$ is the α lath thickness in μm .

As demonstrated in our previous work [21], porosity is the main factor controlling tensile properties, but microstructure is also important, especially for cases where porosity is close to zero. Under these circumstances, microstructure becomes the main factor influencing mechanical properties. In this work, different aging treatments have been performed for the vertically oriented specimens from a batch where porosity was considered constant for all specimens in the build. Thus, the influence of the α lath coarsening on tensile properties was studied. Figure 30 shows the tensile test results versus α lath thickness; α lath thickness has no relevant influence on the ultimate strength, however, there is considerable decrease in the yield strength and elongation as the α lath thickness increases. This can be explained considering that a decrease in α lath thickness reduces the effective slip length and therefore increases the yield strength.

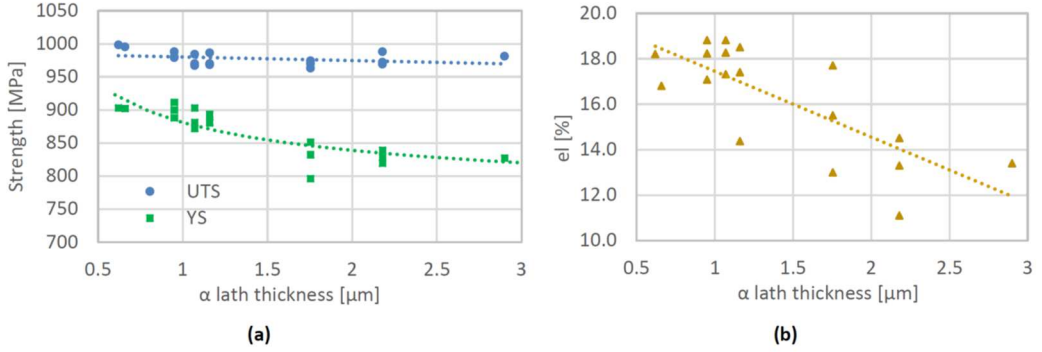


Figure 30. (a) UTS and YS versus α lath thickness and empirical correlations. The standard deviations were measured as 50 MPa for the UTS and 72 MPa for the YS. (b) Elongation versus α lath thickness and empirical correlation. The standard deviation was measured a

The increase of the yield strength with the refinement of the microstructure can be explained in the same way as the increase of the hardness and modeled with a Hall-Petch equation:

$$YS = 737 + 144 \delta_{\alpha lath}^{-1/2} \quad (4)$$

where, YS is the yield strength in MPa and $\delta_{\alpha lath}$ is the α lath thickness in μm .

The influence of the α lath thickness on the ultimate tensile strength is not evident, however, a linear correlation was obtained to show the slight decrease observed with the increase in the α lath thickness:

$$UTS = 986 - 5.4 \delta_{\alpha lath} \quad (5)$$

where, UTS is the ultimate strength in MPa and $\delta_{\alpha lath}$ is the α lath thickness in μm .

The effect of the α lath thickness on the elongation is more complicated in lamellar $\alpha+\beta$ titanium alloys. The refinement of the microstructure increases the elongation until it reaches a maximum peak, then it decreases drastically. This phenomenon is attributed to a change in the fracture mode from transcrystalline to intercrystalline [38]. Studying the trend of the elongation values obtained in this study, Figure 29b, only the transcrystalline mode of fracture was considered operational for the α lath thickness range studied in this work. Therefore, a linear correlation was developed to model the empirical relation between α lath thickness and tensile elongation:

$$el = 20 - 2.9 \delta_{\alpha_{lath}} \quad (6)$$

where, el is the % tensile elongation and $\delta_{\alpha_{lath}}$ is the α lath thickness in μm .

From these results it is apparent that in order to maintain the mechanical properties, particularly the ductility, of the alloy, the aging temperature should not exceed 600°C . Below 600°C the growth of α lath thickness is minimal. Thus, in the second part of the heat treatment study, the optimization of the aging parameters was sought by applying a range of aging temperatures not exceeding 600°C (500°C , 550°C , and 600°C were chosen as a suitable range of values). The aging was carried out at each these temperatures for times of 3, 4, 5, 6, 7, and 8 hours as shown in Figure 31. The solution heat treatment prior to the aging was kept constant for each test at 925°C for 1 hour followed by water-cooling.

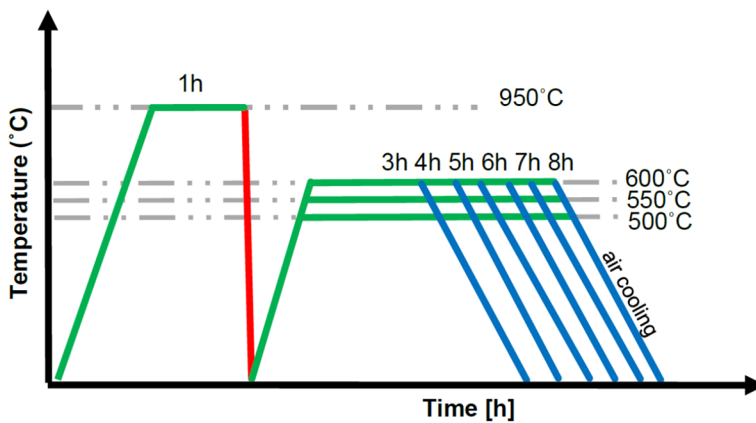


Figure 31. Temperature-time diagram of the solutionizing + aging at different aging times and temperatures.

The results of the study have been plotted in a property-time diagram, Figure 31, where UTS and elongation values are shown for different aging temperatures. In this approach, α lath thickness was not considered relevant because the aging treatments were performed at temperatures equal or below the minimum temperature (600°C) that causes an appreciable α lath coarsening as determined in the previous approach.

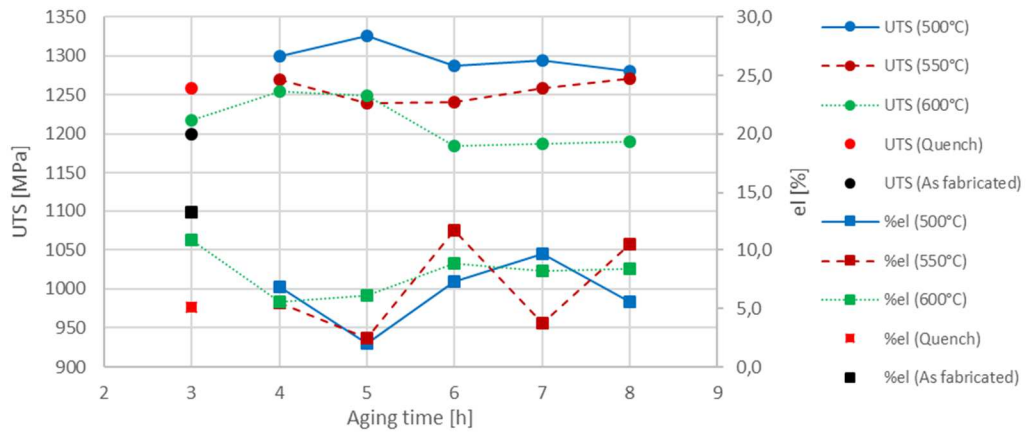


Figure 32. UTS and % elongation values for different aging times and temperatures.

Studying the values in Figure 31, a decrease in the UTS values with increasing temperature and time can be observed. At 600°C, the diffusion kinetics are faster than at 500°C, which possibly results in the transformation of α' martensite to α phase thereby causing a reduction in UTS. Therefore, with increasing time and temperature, as the transformation reaches different levels of completion, changes in UTS can be noticed. The elongation however, does not show a clear trend and the effect of the heat treatment on this property is not well understood. This is overall a complex process because up to 550°C α' martensite starts to transform to α phase by diffusion and simultaneously the Ti₃Al starts to precipitate in the α phase. More experiments have to be done in order to have a better understanding of the influence of the solutionizing and aging heat treatment on EBM Ti-6Al-4V ELI material.

Considering the results in Figure 31, it can be seen that the strength and ductility of the alloy can be altered by changing the time and temperature of the aging heat treatment. As would normally be expected, a tradeoff between strength and ductility is observed. If an application demands high strength, but ductility is not critical, then aging at 500°C for 5 hours to give a UTS of 1352 MPa and an elongation of 7.3% could be a viable solution. Conversely, if high ductility is required but high strength is not required, then aging at 550°C for 8 hours would provide a UTS of 1271 MPa and an elongation of 10.5%. For applications where fatigue is the main design factor, the nature of the fatigue cycle needs to be considered. For example, low cycle fatigue will require higher ductility while for high cycle fatigue, higher strength is a more critical consideration.

3.4 Conclusions

The research results presented in this study have led to the following conclusions:

- Finite element thermal simulation showed that the thermal history produced by EBM processing, as well as other powder bed fusion AM technologies, is complex due to the influence of contiguous and upper layer melting pools. The elevated build chamber temperature of the EBM process (650-700°C) also plays an important role, specifically being responsible for comparatively lower residual stresses in the final part than those associated with other AM processes.
- EBM Ti-6Al-4V ELI in its as-fabricated condition was found to have a 14% higher UTS compared to the equiaxed $\alpha+\beta$ structure of conventionally processed wrought material;
- The study solutionizing heat treatments revealed that the columnar prior β grains, characteristic of the as-fabricated condition, transform to equiaxed;
- It was observed that faster cooling rates after solution heat treatment produce a greater amount of α' martensitic phase, with water-cooling at a rate of 650°C/sec resulting in a fully α' martensitic microstructure;
- The α' martensite phase was found to have a considerable strengthening effect in the material, however, the ductility of the alloy decreased dramatically with the amount of α' . Water-cooled solution heat treated material (fully α' microstructure) has 31% higher UTS and 86% lower ductility than the furnace-cooled solution heat treated material ($\alpha+\beta$ microstructure).
- A relationship between the aging parameters (time and temperature) and α lath thickness has been further developed from reference [21] and validated for a temperature range from 600-900°C; no increase in the α lath thickness was observed below 600°C;
- Increases in α lath thickness was found to have a detrimental effect on mechanical properties. An increase in α lath thickness from 0.62 to 2.9 μm reduced micro-hardness, YS, UTS, and elongation by 11%, 8.5%, 1.5%, and 26% respectively.
- Equations were developed to relate the α lath thickness to the resulting micro-hardness, YS, UTS, and elongation of EBM Ti-6Al-4V ELI material;
- Combining solutionizing and aging heat treatments indicated that mechanical properties of EBM Ti-6Al-4V ELI material can be tailored by adjusting the cooling rates, temperatures, and times of the heat treatment. Thus, an optimized heat treatment needs to be selected based on the nature of the application. Specific consideration needs to be given to the effects of heat

treatments on structural properties, including fatigue and fatigue crack growth, for the future implementation of the EBM process in high-integrity applications.

ACKNOWLEDGMENTS

This research was performed under the Additive Manufacturing program of the Integrative Material Design Center (iMdc) at Worcester Polytechnic Institute, in collaboration with the Additive Manufacturing Demonstration Facility of Oak Ridge National Laboratory, and sponsored by the US Department of Energy, Office of Energy Efficiency and Renewable Energy, Advanced Manufacturing Office, under contract DE-AC05-00OR22725 with UT-Battelle, LLC. Ph.D. candidates Yuwei Zhai and Anthony Spangenberg of the iMdc also collaborated actively in the material characterization performed during this study.

REFERENCES

- [1] Y. Zhai, D.A. Lados, J.L. LaGoy, Additive manufacturing: making imagination the major limitation, *JOM*. 66 (2014) 808–816.
- [2] ASTM-International, ASTM Standard F2792-12a: Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies, (2012).
- [3] J. Scott, N. Gupta, C. Weber, S. Newsome, T. Wohlers, T. Caffrey, Additive manufacturing: Status and opportunities, Science and Technology Policy Institute. (2012) 1–29.
- [4] D.L. Bourell, M.C. Leu, D.W. Rosen, Roadmap for additive manufacturing: identifying the future of freeform processing, The University of Texas, Austin. (2009).
- [5] National Institute of Standards and Technology (NIST), Measurement Science for Metal-Based Additive Manufacturing, 2013.
- [6] National Intelligence Council, Global Trends 2030: Alternative Worlds, 5 (2012).
- [7] AM Platform, Additive Manufacturing: Strategic Research Agenda, 2014.
- [8] T.R. Mahale, Electron beam melting of advanced materials and structures [dissertation], North Carolina State University, 2009.
- [9] J. Sieniawski, W. Ziaja, K. Kubiak, M. Motyka, Microstructure and mechanical properties of high strength two-phase titanium alloys, *Titanium Alloys-Advances in Properties Control*. (2013) 69–80.
- [10] M. Yan, P. Yu, An Overview of Densification, Microstructure and Mechanical Property of Additively Manufactured Ti-6Al-4V—Comparison among Selective Laser Melting, Electron Beam Melting, Laser Metal Deposition and Selective Laser Sintering, and with Conventional Powder, *Sintering Techniques of Materials*. (2015).
- [11] P. Edwards, A. O’Conner, M. Ramulu, Electron beam additive manufacturing of titanium components: Properties and performance, *Journal of Manufacturing Science and Engineering*. 135 (2013) 061016.
- [12] B.S. Bass, Validating the Arcam EBM process as an alternative fabrication method for titanium-6Al-4V alloys [dissertation], North Carolina State University, 2008.

- [13] L. Facchini, E. Magalini, P. Robotti, A. Molinari, Microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V produced by electron beam melting of pre-alloyed powders, *Rapid Prototyping Journal*. 15 (2009) 171–178.
- [14] N. Hrabec, T. Quinn, 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, *Materials Science and Engineering: A*. 573 (2013) 271–277.
- [15] N. Hrabec, T. Quinn, Effects of processing on microstructure and mechanical properties of a titanium alloy (Ti-6Al-4V) fabricated using electron beam melting (EBM), Part 1: Distance from build plate and part size, *Materials Science and Engineering: A*. 573 (2013) 264–270.
- [16] L. Murr, E. Esquivel, S. Quinones, S. Gaytan, M. Lopez, E. Martinez, et al., Microstructures and mechanical properties of electron beam-rapid manufactured Ti-6Al-4V biomedical prototypes compared to wrought Ti-6Al-4V, *Materials Characterization*. 60 (2009) 96–105.
- [17] H. Rafi, N. Karthik, H. Gong, T.L. Starr, B.E. Stucker, Microstructures and Mechanical Properties of Ti6Al4V Parts Fabricated by Selective Laser Melting and Electron Beam Melting, *Journal of Materials Engineering and Performance*. 22 (2013) 3872–3883.
- [18] S. Rengers, Electron Beam Melting [EBM] vs. Direct Metal Laser Sintering [DMLS], in: SAMPE Midwest Chapter, Direct Part Manufacturing Workshop, 2012.
- [19] M. Svensson, U. Ackelid, A. Arcam, Titanium alloys manufactured with electron beam melting mechanical and chemical properties, in: *Materials and Processes for Medical Devices Conference (MDM V)*, ASM International, Minneapolis, MN, 2010: pp. 189–194.
- [20] S.K. Kar, *Modeling of mechanical properties in alpha/beta-titanium alloys*, 2005.
- [21] H. Galarraga, D.A. Lados, R.R. Dehoff, M.M. Kirka, P. Nandwana, Effects of the microstructure and porosity on properties of Ti-6Al-4V ELI alloy fabricated by electron beam melting (EBM), *Additive Manufacturing*. 10 (2016) 47–57.
- [22] S. Hashmi, *Comprehensive Materials Processing*, Newnes, 2014.
- [23] P. Nandwana, W.H. Peter, R.R. Dehoff, L.E. Lowe, M.M. Kirka, F. Medina, et al., Recyclability study on Inconel 718 and Ti-6Al-4V powders for use in electron beam melting, *Metallurgical and Materials Transactions B*. (2015) 1–9.

[24] ASTM-International, ASTM Standard F136-13: Standard Specification for Wrought Titanium-6Aluminum-4Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) Alloy for Surgical Implant Applications, (2003).

[25] Ti6Al4V ELI Titanium Alloy data sheet, (n.d.). www.arcam.com

[26] Buehler SumMet, The Sum Of Our Experience A Guide to Materials Preparation and Analysis, Second Edition, 2013

[27] G. Vander Voort, A. Roosz, Measurement of the interlamellar spacing of pearlite, *Metallography*. 17 (1984) 1–17.

[28] ASTM-International, ASTM Standard E384-11: Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials, (2011)

[29] ASTM-International, ASTM Standard E8/E8M-09: Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, (2009).

[30] A. Safdar, L.-Y. Wei, A. Snis, Z. Lai, Evaluation of microstructural development in electron beam melted Ti-6Al-4V, *Materials Characterization*. 65 (2012) 8–15.

[31] B. Cheng, S. Price, J. Lydon, K. Cooper, K. Chou, On Process Temperature in Powder-Bed Electron Beam Additive Manufacturing: Model Development and Validation, *Journal of Manufacturing Science and Engineering*. 136 (2014) 061018.

[32] S. Price, J. Lydon, K. Cooper, K. Chou, Experimental temperature analysis of powder-based electron beam additive manufacturing, in: *Proceedings of the Solid Freeform Fabrication Symposium, 2013*: pp. 162–173.

[33] S. Al-Bermani, M. Blackmore, W. Zhang, I. Todd, The origin of microstructural diversity, texture, and mechanical properties in electron beam melted Ti-6Al-4V, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 41 (2010) 3422–3434.

[34] M. Zäh, S. Lutzmann, M. Kahnert, F. Walchshäusl, Determination of Process Parameters for Electron Beam Sintering (EBS), in: *Excerpt from the Proceedings of the COMSOL Conference Hannover, 2008*.

[35] ISO-ASTM, ISO/ASTM 52921:2013: Standard Terminology for Additive Manufacturing-Coordinate Systems and Test Methodologies, (2013).

[36] J.K. Ervin, Post Heat Treatment Effects of Ti-6Al-4V Produced via Solid Freeform Electron Beam Melting, 2008.

- [37] J. Sieniawski, W. Ziaja, K. Kubiak, M. Motyka, Titanium Alloys-Advances in Properties Control, 2013.
- [38] G. Lütjering, J.C. Williams, Titanium, Springer, 2003.
- [39] M.J. Donachie, Titanium: a technical guide, ASM international, 2000.
- [40] R. Pederson, Microstructure and Phase Transformation of Ti-6Al-4V, 2002.
- [41] B. Vrancken, L. Thijs, J.-P. Kruth, J. Van Humbeeck, Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties, J. Alloys Compd. 541 (2012) 177–185.
- [42] R. Abbaschian, R. Reed-Hill, Physical metallurgy principles, Cengage Learning, 2008.
- [43] D.A. Porter, K.E. Easterling, M. Sherif, Phase Transformations in Metals and Alloys, (Revised Reprint), CRC press, 2009.
- [44] M. Jamshidinia, M.M. Atabaki, M. Zahiri, S. Kelly, A. Sadek, R. Kovacevic, Microstructural modification of Ti-6Al-4V by using an in-situ printed heat sink in Electron Beam Melting (EBM), Journal of Materials Processing Technology. 226 (2015) 264–271.

4 MECANISMOS DE CRECIMIENTO DE GRIETAS POR FATIGA

Datos de la publicación

Título: Fatigue crack growth mechanisms at the microstructure scale in as-fabricated and heat treated Ti-6Al-4V ELI manufactured by electron beam melting (EBM)

Autores: Haize Galarraga, Robert J. Warren, Diana A. Lados, Ryan R. Dehoff, Michael M. Kirka

Revista, número, año, página: Engineering Fracture Mechanics 176 (2017) 263–280

Objetivo

El objetivo del trabajo mostrado en este artículo es el estudio de los mecanismos de propagación de grietas por fatiga sobre un material anisotrópico. Los conocimientos actuales sobre la influencia de la estructura direccional del material EBM Ti-6Al-4V en la propagación de grietas son insuficientes, por lo que este estudio contribuye a superar una de las barreras para la extensión potencial de esta tecnología de fabricación en aplicaciones estructurales de alta integridad.

Contenido

En la introducción del artículo se hace una breve descripción de la tecnología EBM y de la necesidad del estudio de mecanismos de propagación de grietas por fatiga. A continuación, se hace un análisis del estado de arte meticuloso donde se constata la falta de estudios sobre la interacción entre el crecimiento grietas por fatiga y la peculiar microestructura direccionada del material EBM Ti-6Al-4V.

Se describen las condiciones de los materiales empleados, así como la disposición y geometrías de las probetas de tensión compacta C(T) empleadas. Cabe señalar que en todos los estudios realizados en este trabajo se han utilizado materiales en dos condiciones distintas. Por un lado, se ha estudiado el material “as fabricated”, tal como se obtiene en el proceso de EBM y por otro lado se ha utilizado el mismo material en condición de recocido β , con una estructura equiaxial y mucho más gruesa que la obtenida directamente por EBM. Respecto a la orientación de las grietas, las probetas C(T) han sido mecanizadas de manera que las entallas den comienzo a crecimientos de grietas en sentido vertical (paralelas a la dirección de fabricación) y en sentido horizontal (perpendiculares a la dirección de fabricación).

El primer estudio realizado ha consistido en la comparación entre la microestructura del EBM Ti-6Al-4V y la microestructura tras el recocido β . Se constata que la microestructura del recocido β está formado por granos preliminares β con fase laminar $\alpha+\beta$ en el interior. La fase laminar del recocido β es considerablemente más gruesa (espesores de lámina α en torno a $0,7 \mu\text{m}$) que la fase laminar que se encuentra en el material sin tratamiento térmico (espesores en torno a $4,4 \mu\text{m}$). Otra de las mayores diferencias es la disposición de las láminas. En el material sin tratar la fase $\alpha+\beta$ aparece predominantemente en estructura Widmanstätten, mientras que en la tratada tiene una estructura en forma de colonias. En el estudio metalográfico también se confirma la distinción de capas perpendiculares a la dirección de fabricación, con un espesor de capa de alrededor de $50 \mu\text{m}$ coincidiendo con los espesores de las capas consecutivas de polvo del proceso EBM.

El estudio de crecimiento de grietas por fatiga ha consistido en ensayos de crecimiento en dirección paralela y perpendicular a la dirección de fabricación para diferentes relaciones de tensiones ($R=0,1$; $R=0,5$; $R=0,8$) y etapas de crecimiento de grietas (Regiones I, II y III). Todos los ensayos han sido realizados tanto para las probetas sin tratar como para las probetas con recocido β .

La comparación de los resultados obtenidos para diferentes relaciones de tensiones ha desvelado que la influencia de la relación de tensiones es notable en la Región I o cercana al umbral. Este efecto, atribuido al efecto de cerramiento por rugosidad de la fractura, es más destacado en el material sin tratar y sobre todo en la dirección horizontal. Tras estos ensayos se ha verificado que en el caso de las probetas con recocido β , con una microestructura

equiaxial, las propiedades de crecimiento de grieta son isotrópicas y por lo tanto los valores obtenidos en las dos direcciones son idénticos. Los resultados de los rangos de factor de intensidad de tensión en el umbral, ΔK_{th} , obtenidos en las zonas cercanas al umbral han sido modelizados utilizando la correlación propuesta por Döker, y con el objetivo de comparar las curvas obtenidas en estudios anteriores con enfoques similares para materiales procesados con tecnologías convencionales.

La influencia de los dos estados, tratado y sin tratar, así como de la dirección de propagación de grieta en el caso del material no tratado, se ha estudiado comparando las curvas de crecimiento de grieta y un estudio de la fractografía donde se ha incluido tanto la superficie de la fractura, como la sección de la grieta con la microestructura revelada. Fruto del análisis y la discusión posterior, se ha establecido el mecanismo de propagación de grieta en el material EBM Ti-6Al-4V. Se ha visto por ejemplo, que para los estados de concentración de tensiones cercanos al umbral las grietas se ramifican de una manera más abundante cuando la grieta se propaga en la dirección paralela a la de fabricación y, por lo tanto, tiende a tener rangos de factor de intensidad de tensión en el umbral, ΔK_{th} , menores. La ramificación de la grieta se atribuye a la interacción de estas con los límites de grano de los granos columnares β preliminares.

En la Región III, sin embargo, el aumento del límite elástico que se había detectado en la dirección de fabricación contribuye a que los valores de tenacidad a la fractura sean mayores para las grietas que se propagan en direcciones perpendiculares a la dirección de fabricación del proceso EBM.

Abstract

Electron beam melting (EBM) is a metal powder bed fusion additive manufacturing (AM) technology that fabricates parts by selectively scanning consecutive powder layers with an electron beam. Additive manufacturing technologies are increasing in importance for aerospace and medical applications, where the demand for a fundamental understanding and predictability of static and dynamic material properties are high. Ti-6Al-4V is the most widely used and studied alloy for this technology and the focus of this work in its ELI (Extra Low Interstitial) variation. The layered manufacturing of metallic components by EBM creates a unique directional microstructure, and consequently, anisotropic properties. Microstructure evolution and its influence on mechanical properties of the alloy in the as-fabricated condition has been documented by various researchers. However, fatigue crack propagation and the effects of the directional structure have not been sufficiently studied, imposing a barrier for this technology's potential extension to high-integrity applications. In this study, fatigue crack growth (FCG) both parallel and perpendicular to the build directions was studied for different stress ratios and crack growth stages. The interaction between the directional as-fabricated EBM microstructure and FCG was investigated and compared to that of the

equiaxed β annealed microstructure obtained by annealing above the β transus temperature. Fatigue crack growth threshold, ΔK_{th} , was analytically modelled for the two relative crack propagation directions at different stress ratios, and FCG microstructural mechanisms were established for all three regions of crack propagation.

4.1 Introduction

Electron beam melting (EBM) is a metal powder bed fusion additive manufacturing (AM) technology used for the fabrication of three-dimensional near-net-shaped functional components directly from computer models [1]. The ASTM F2792 standard defines AM as “a process of joining materials to make objects from 3D model data, usually layer upon layer, as opposed to subtractive manufacturing methodologies” [2]. The variety and quantity of applications for AM technologies, and of EBM in particular, is currently experiencing considerable growth. As the technologies are developed and improved upon, a wider range of industries are beginning to study and implement them to produce an increasingly diverse range of products. High-integrity applications, such as aerospace structural and engine components, stand to become a promising area for the deployment of EBM technology. However, development in these areas is slowed by the lack of fundamental knowledge, consistent databases, and standardizations, which are all critical in these industry sectors and the goal of this work [3-7].

The working principle of EBM consists of consecutive cycles where parts are fabricated layer by layer. An electron beam emitted from a tungsten source is used to selectively melt the component profile on the surface of a metallic powder bed, before a new layer of powder is dispensed over the top. The electron beam is controlled by a pair of magnetic coils, which focus and control the position, size, and shape of the beam. Manufacturing parameters are generated and controlled by software, which when correctly used, will result in the fabrication of sound parts with high mechanical properties, low porosity and surface roughness, and optimized geometrical reproducibility. The main parameters controlled by the software include: minimum and maximum beam current, number of times the beam scan is to be repeated, scanning speed of the electron beam, distance between individual scan lines (line offset), line order for the hatch pattern, and rotation angle between consecutive hatches [8]. The microstructure evolution and mechanical properties have been studied for conventionally processed Ti-6Al-4V due to its versatility resulting from the good balance between mechanical properties, castability, plastic workability, heat treatability, and weldability [9]. Ti-6Al-4V alloys made by AM have been broadly applied in industry and studied in the laboratory, resulting in an extensive knowledge base compared to other metal alloys fabricated by this technology. More specific studies about the microstructures and static mechanical properties of EBM Ti-6Al-4V were also carried out following the increase in popularity of AM technologies [10-20].

For aircraft and ground vehicle applications, where the AM technologies have a great potential, data that can support accurate design of structural components from a given material, primarily fatigue properties, are necessary [21]. Due to the novelty of AM technologies in general, a limited literature exists on the fatigue performance of AM alloys, and the existing literature is mainly limited to few alloys, of which one of the most studied is Ti-6Al-4V. The major fatigue influence variables studied in the literature are similar to those for traditional cast and wrought products: surface finish, residual stress, internal defects, and microstructure [22]. In this work, fatigue crack growth (FCG) propagation mechanisms at the microstructural scale of EBM Ti-6Al-4V ELI (Extra Low Interstitial) were studied for different stress ratios and growth stages. In a previous study [23], the anisotropic behavior of the material fabricated by EBM was recognized. In that work, FCG properties at low stress ratio ($R=0.1$) were compared between mill-annealed, EBM, and Laser Engineered Net Shape (LENS) Ti-6Al-4V, showing considerable differences in properties depending on the relationship between loading and manufacturing directions. In the same work, solutionized and aged Ti-6Al-4V EBM material was also studied, and differences compared with the as-fabricated condition were observed. Thus, anisotropic behavior is expected in this study due to the directionality of the as-fabricated microstructure, and consequently, FCG results for different stress ratios and directions were compared to those of an equiaxed β annealed microstructure obtained by annealing the material above the β transus temperature.

The relation between microstructure and FCG has been rarely addressed, and a few studies are discussed here. Joshi et al. [24] studied the influence of the electron beam orientation with respect to the crack propagation direction. They concluded that the fatigue resistance of EBM Ti-6Al-4V ELI alloy is greatest when the electron beam orientation is perpendicular to the direction of crack propagation and is consistent between various batches. Seifi et al. [25] studied FCG in five different directions, and reported orientation dependent properties, but a clear relation between the microstructure and the anisotropic properties was not established. Morton et al. [26] compared the fatigue performance of a wrought alloy with three different microstructures obtained in-situ in the EBM machine through the addition of extra melting stages to the standard manufacturing settings. The FCG tests in vertical deposition direction and horizontal orientations showed that the EBM standard microstructure (with the lowest α lath thickness) had the lowest low cycle fatigue (LCF) fatigue life in both directions. As α lath thickness was increased, the LCF fatigue life was also improved, meeting the wrought alloy properties. However, it should be noted that in the wrought alloy, the enhanced durability of the parts was due to longer crack initiation life; FCG rates being actually higher than those in the EBM material. The standard EBM microstructure in the horizontal direction had the lowest crack propagation rate, but also lowest overall LCF life compared to the vertical direction. Other parameters, like defects and surface roughness were also studied. Edwards et al. [11] evaluated the fatigue performance of Ti-6Al-4V alloy by FCG and high cycle fatigue (HCF) testing of lab specimens, as well as a specific fatigue testing of a bracket component. According to their results, fracture toughness

and FCG were comparable to literature properties for wrought Ti-6Al-4V, while the HCF fatigue life was found to be significantly lower than handbook values for wrought Ti-6Al-4V. The rough surface finish in the as-fabricated condition, and porosity in the machined condition led to premature failures. Svensson et al. [18] studied the fatigue performance (axial HCF and rotating beam fatigue) for EBM Ti-6Al-4V, reporting that the micro-porosity attributed to the entrapped argon gas has a negative influence on these properties. After the elimination of the micro-porosity via hot isostatic pressing (HIP) treatment, the fatigue performance was similar to the wrought alloy. The influence of specimen orientation and HIP have also been studied by Facchini et al. [12], who considered the possibility that coarsening of the microstructure due to HIP has a major influence on the increased fatigue resistance, more than the effect of the porosity elimination. This could be understood if the fatigue resistance of the material is considered mainly controlled by crack propagation, where microstructure coarsening has a crack decelerating effect.

Other studies were focused on EBM's surface finish effects on fatigue compared to other AM technologies. Chan et al. [27] investigated the effect of surface roughness on the fatigue life of EBM and LBM (Laser Beam Melting) Ti-6Al-4V using Arcam and EOS technologies, respectively. In this work, three-point bend tests were performed with a maximum surface stress of 600 MPa and $R=0.1$ stress ratio. It was found that the fatigue life of rolled Ti-6Al-4V was higher than that of LBM, which in turn was higher than that of the EBM fabricated material. They correlated fatigue life to surface finish, and from their data, an equation linking both parameters was derived. Cronskär et al. [28] deduced that there are clear indicators of considerable reduction of fatigue strength using the as-fabricated EBM surface. Rafi et al. [16] compared the fatigue behavior of Ti-6Al-4V alloy fabricated with EBM and selective laser melting (SLM). Their study reveals a 550 MPa fatigue limit for the samples fabricated with SLM and 340 MPa for those fabricated by EBM. The reason for the better performance of the SLM samples is attributed to the martensitic phase, which impedes dislocation motion, and thus leads to a strengthening effect. The lower fatigue strength of EBM was attributed to its lamellar microstructure rather than the presence of micro-pores or voids.

There has been a renewed interest in the mechanisms responsible for the influence of the stress ratio, R , and the maximum stress intensity, K_{max} , on the FCG threshold, ΔK_{th} [29]. However, studies of AM Ti-6Al-4V under high R ratio conditions and effects on ΔK_{th} and FCG rates have not been widely reported [30]. Traditionally, the differences in ΔK_{th} for different stress ratios are attributed to the presence of crack closure. Several mechanisms of crack closure have been reported in the literature, including plasticity-, oxide-, and roughness-induced closure. However, previous studies have shown that for high stress ratios ($R>0.5$) where global crack closure was mostly absent, ΔK_{th} has still decreased with increasing R , indicating that closure was not the only mechanism affecting FCG in early stages [30]. In the absence of closure, possible alternative explanations for this behavior include the presence of sustained-load cracking (SLC), such as creep or hydride-assisted cracking, or the occurrence

of the so-called "Marci effect" where at high K_{max} levels, the fatigue threshold ceases to exist, and at all applied ΔK levels (including static loading, where $\Delta K=0$), the crack advances with a substantial velocity. Both of these phenomena have been observed in titanium alloys at ambient temperatures [29].

The main goal of this study is to systematically investigate the relationships between fatigue crack propagation and microstructure of EBM Ti-6Al-4V ELI, while other factors such as surface roughness and defects have been eliminated by machining the specimens and considering that porosity has limited effect on overall FCG rates. Residual stress that affects significantly the fatigue performance of a material was considered to have a negligible effect for EBM parts. The reason for this assumption is based on the special thermal conditions of this process, resulting in limited residual stress and primarily on the surface of the parts [11]. Thus, machining the surface, practically eliminates any possible residual stress. Furthermore, the effect of the stress ratio on ΔK_{th} is also addressed, and analytical correlations for vertical and horizontal crack propagation are proposed. The FCG microstructural mechanisms in Regions II and III of crack growth were established for both as-fabricated and heat-treated materials in both propagation directions.

4.2 Materials fabrication and evaluation methods

4.2.1 Materials and processing conditions

The samples investigated in this study came from a batch manufactured from Ti-6Al-4V ELI gas atomized powder provided by Arcam. Ti-6Al-4V ELI contains reduced levels of oxygen, nitrogen, carbon, and iron, Table 2. The powders used in this study, shown in Figure 1 [19], have a particle diameter between 45 and 150 μm . The powder is made up of 50% new and 50% reused powder. Reused powder is non-sintered powder, which is kept in the machine under vacuum atmosphere for the next build. When the powder is reused, it is possible for the oxygen content to increase, affecting the resulting microstructure and mechanical properties [31]. Nandwana et al. [32] demonstrated that for Ti-6Al-4V powders exposed to the electron beam for 150 hours, the oxygen concentration increases from 0.141 to 0.168 wt%, which is still within the specification for this alloy. In that study, no fresh powder was added such that the worst-case scenario was examined. Thus, it is safe to assume that in the current study the oxygen content is within specification since fresh powder was mixed and the starting oxygen concentration for the ELI powder is lower than that for regular Ti-6Al-4V. The manufacturing parameters (spot size, scan velocity, sintering route, etc.) were defined by the internal algorithm of the Arcam Q10 machine. The build was started after attaining a preheat temperature of 650°C. Each scanning layer was 50 μm thick, and the average scanning time per layer was one minute for this batch.

Beta annealing heat treatment was carried out using a Thermo Scientific Lindberg/Blue (1.8 kW) furnace. The specimens were placed in an argon protected atmosphere furnace at 1100°C for 30 minutes, which was considered enough time for the complete transformation of the microstructure in the whole specimen with a thickness of 15 mm. This temperature is 105°C above to β transus temperature (around 995°C), ensuring that at the annealing temperature the microstructure of the sample is 100% β phase while preventing extensive grain growth. After the annealing treatment, specimens were furnace-cooled with a measured cooling rate of 0.06°C/sec.

4.2.2 Specimen locations and preparation

The position and orientation of the samples, as well as the reference axis system on the build platform of the Arcam machine are shown in Figure 33a. It is important to define the orientation of the samples and establish the terminology used in this study. Other authors have defined up to five different crack propagation directions in the build for FCG experiments [25]. Only two FCG directions (vertical and horizontal) were considered relevant in this study. Build orientation directional differences between the two horizontal directions, X and Y, of the build chamber were neglected as during the building process the electron beam traverse direction rotates by a certain angle with respect to the previous beam traversing direction after every layer [11]. The terms vertical and horizontal orientations are used to identify crack growth directions that are parallel and perpendicular to the build direction/Z axis. Compact tension, C(T), specimens employed in this study were machined from rectangular blocks (15 mm x 20 mm x 105 mm) located parallel to the four edges of the build platform, with their longitudinal axis parallel to the build direction. The C(T) specimens were machined in different orientations in order to study the crack propagation in vertical and horizontal directions.

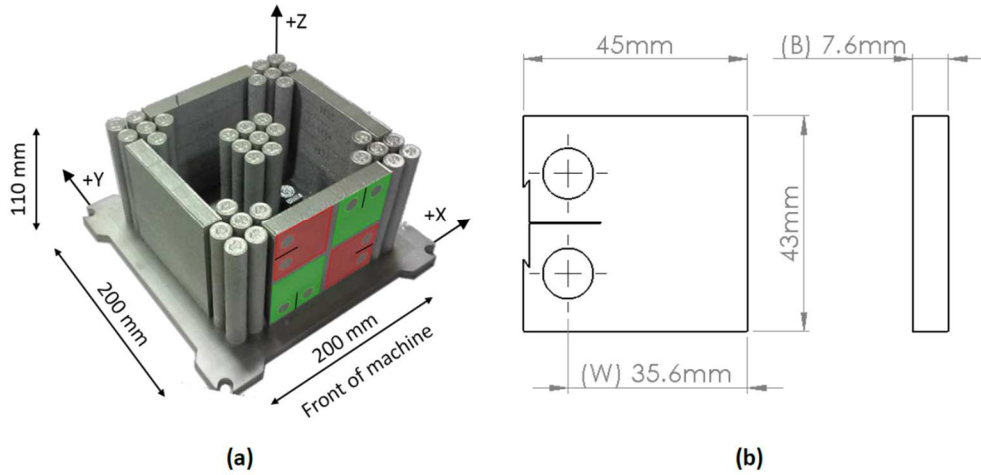


Figure 33. (a) Layout of the specimens on the build platform with the standard AM axis system [35] (horizontal [red] and vertical [green] C(T) sample extraction locations are shown); (b) Geometry and dimensions of the C(T) specimens used for the FCG studies.

The Geometry of the C(T) specimens used for the FCG experiments are shown in Figure 33b with 35.6 mm (1.4 in.) width (W) and 7.6 mm (0.3 in.) thickness (B) machined in-house using a HAAS CNC mill according to the ASTM-E647 standard [36]. Overall C(T) specimen dimensions were 45 mm x 43 mm x 7.6 mm. The initial notch length (measured from the front face) was 18 mm (0.7 in.). The notch was introduced using wire-cut electrical discharge machining (EDM), and its thickness was 0.254 mm (0.01 in.).

4.2.3 Testing and analysis

4.2.3.1 Fatigue crack growth testing

Constant stress ratio tests at $R = 0.1, 0.5,$ and 0.8 were performed in room temperature air, 22-24°C (71-75 F), and relative humidity of 20-50%. These tests were run under K-control at a cyclic frequency of 20 Hz in order to generate data in Regions I and II. Specifically, a K-gradient, C , of $-0.19/\text{mm}$ ($-5/\text{in.}$) was used for the decreasing K part of the test to determine the crack growth threshold value, ΔK_{th} , according to the following equations:

$$\Delta K_{\text{app}} = \Delta K_0 \times e^{[C(a-a_0)]}$$

$$C = \frac{1}{K} \times \frac{dK}{da}$$

Region II data were generated using increasing K with a K-gradient, C , of $+0.19/\text{mm}$ ($+5/\text{in.}$). The final part of the tests was run at constant load and a cyclic frequency of 5 Hz to obtain

data in Region III of fast crack growth. Generated FCG data were analyzed using Fracture Technology Associates' automated FCG analysis software [37], and closure evaluations were done using the adjusted compliance ratio (ACR) technique [38,39]. To account for closure effects on FCG, ASTM standard E647 introduced a procedure for using load displacement records to determine the crack opening load under cyclic loading. The method identifies the upper linear portion of the load-displacement record within a defined degree of accuracy, which was regarded as the load range for the effective stress intensity [39]. The ACR method also relies on load-displacement records and calculates the compliance (or displacement / strain range) ratio, using displacement measurements from the front face of the C(T) specimen.

4.2.3.2 *Microstructural and fracture analysis*

Metallographic specimens were cut with an abrasive wheel, mechanically ground, polished with colloidal suspension, and etched with Kroll's reagent (2% HF, 6% HNO₃, and 92% DI H₂O). Microstructures were characterized using standard metallographic methods using a Nikon MA 200 Eclipse microscope and image analysis with Elements-D software. To establish the fatigue crack propagation mechanisms, the fracture surfaces were examined using a JEOL-7000F scanning electron microscope (SEM), and subsequently mounted and polished for 2D examination of the crack path, on the median section.

4.3 Results and discussion

4.2.1 Microstructure of the as-fabricated and β annealed EBM Ti-6Al-4V

The microstructure of the as-fabricated EBM Ti-6Al-4V ELI was characterized in a previous study [19]. It consists of prior β columnar grains oriented parallel to the build direction (Z or vertical axis), Figure 34(a-e), and all $\alpha+\beta$ lamellar structure inside the β grains. The structure of the lamellae is mainly Widmanstätten, or "basket weave", organized into discrete groups of α lamellae with similar thicknesses, referred to in this study as "regions". Although these regions are not often clearly delimited, this concept was employed for the FCG analysis discussed in this study as the size of the columnar grains is not quantifiable due to the difficulty of grain boundary identification. However, some of the prior β grain boundaries are marked by an α layer with an average of thickness 2 μm , Figure 34(d). This microstructure has been extensively described and characterized in previous studies [10,19,40-43]. At low magnification, scanning layers are also visible, Figure 34(b). These layers have an average thickness of 50 μm , in agreement with the manufacturing parameters. Due to the anisotropy of the described microstructure with prior β columnar grains oriented in Z direction and scanning layers in XY planes, a different performance for different load orientations and crack propagations is expected.

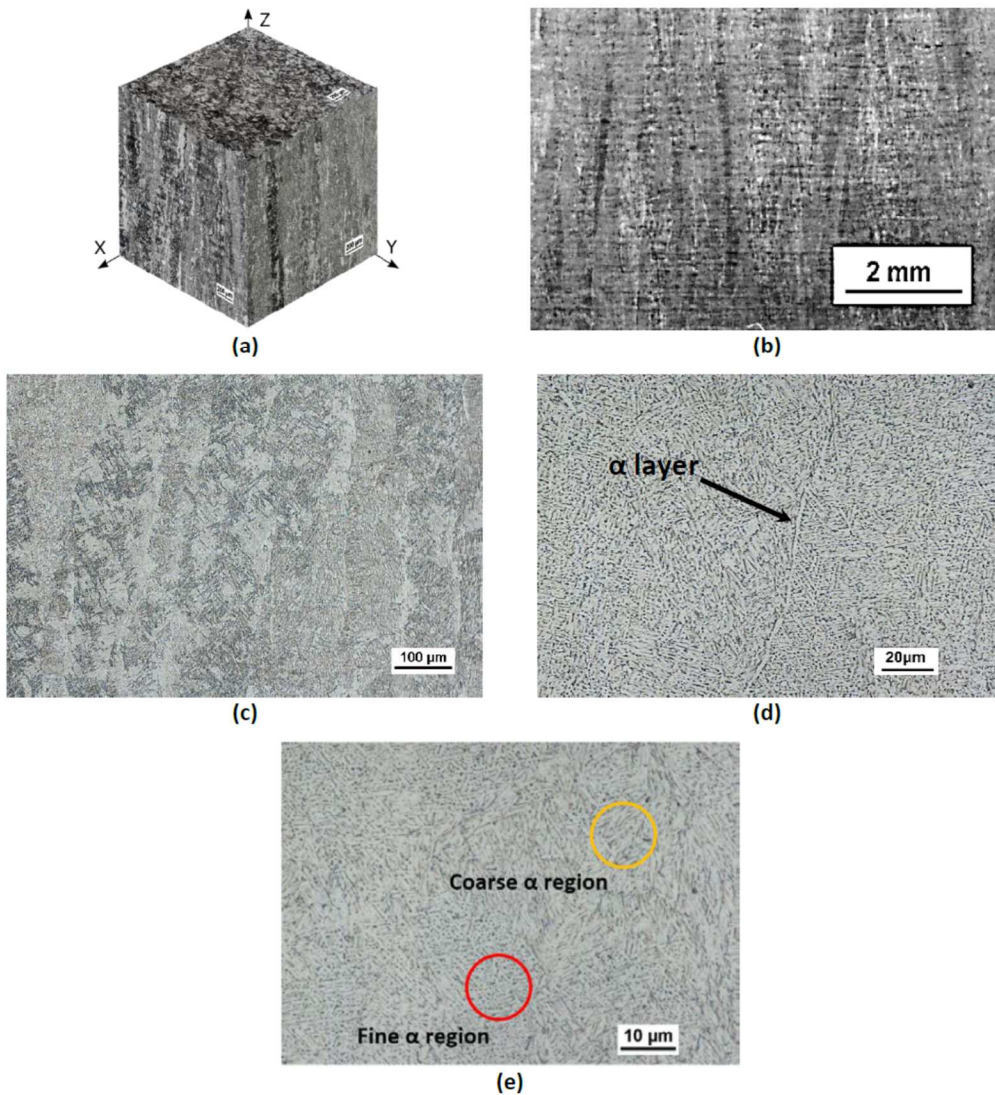


Figure 34. As-fabricated condition microstructure. (a) 3D microstructural cube (Z axis corresponds to the build direction); (b-e) XZ plane microstructure at 5x, 100x, 500x, and 1000x magnifications. An example of an α layer at the prior β grain boundaries is shown in (d); examples of fine (red) and coarse (yellow) α regions are circled in (e) [19].

The microstructure obtained after β annealing and slow cooling in the $\alpha+\beta$ field, is $\alpha+\beta$ lamellar with large, clearly defined, colonies of aligned α plates in prior β equiaxed grains, and coarse α layers at grain boundaries. Because of annealing above the β transus temperature, the morphology of the β grains changes from columnar, as visible in Figure 34(c), to equiaxed, Figure 34(a). When comparing the microstructures at high magnification an extensive coarsening of the microstructure produced by the slow furnace-cooling is

observed; the measured α lath thickness for the as-fabricated condition, Figure 34(d) is $\sim 0.7 \mu\text{m}$ while for the β annealed, Figure 35(b) is $\sim 4.4 \mu\text{m}$. The $\alpha+\beta$ lamellae in the β annealed condition form colonies while the as-fabricated microstructure mainly consists of “basket weave” morphology. Isotropic properties are expected for the β annealed condition because the directionality of the as-fabricated condition was eliminated, becoming an equiaxed structure.

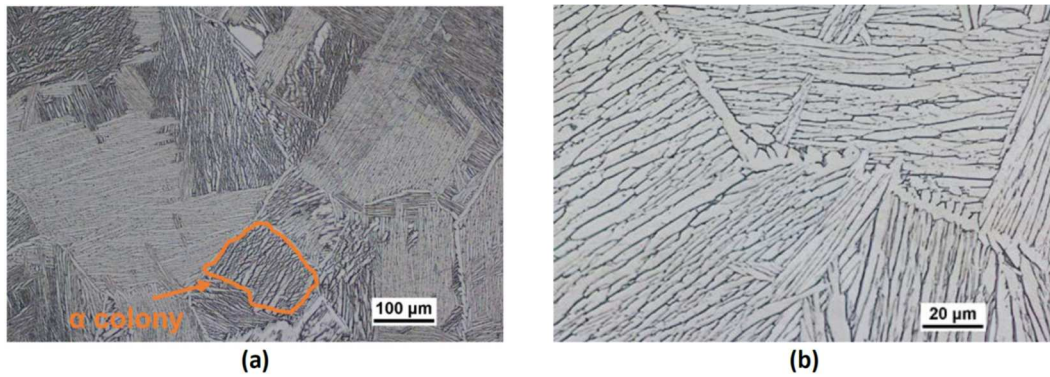


Figure 35. XY plane microstructure of the β annealed condition after 30 minutes at 1100°C in the (a) 100x and (b) 500x magnifications; an example of an α colony is outlined in orange in (a).

4.2.2 Fatigue crack growth data and mechanisms in the near threshold regime

4.3.2.1 Effect of the stress ratio

Fatigue crack propagation data were generated for a range of stress ratios for both as-fabricated, Figure 36(a,b), and β annealed, Figure 36(c,d), conditions in vertical and horizontal orientation.

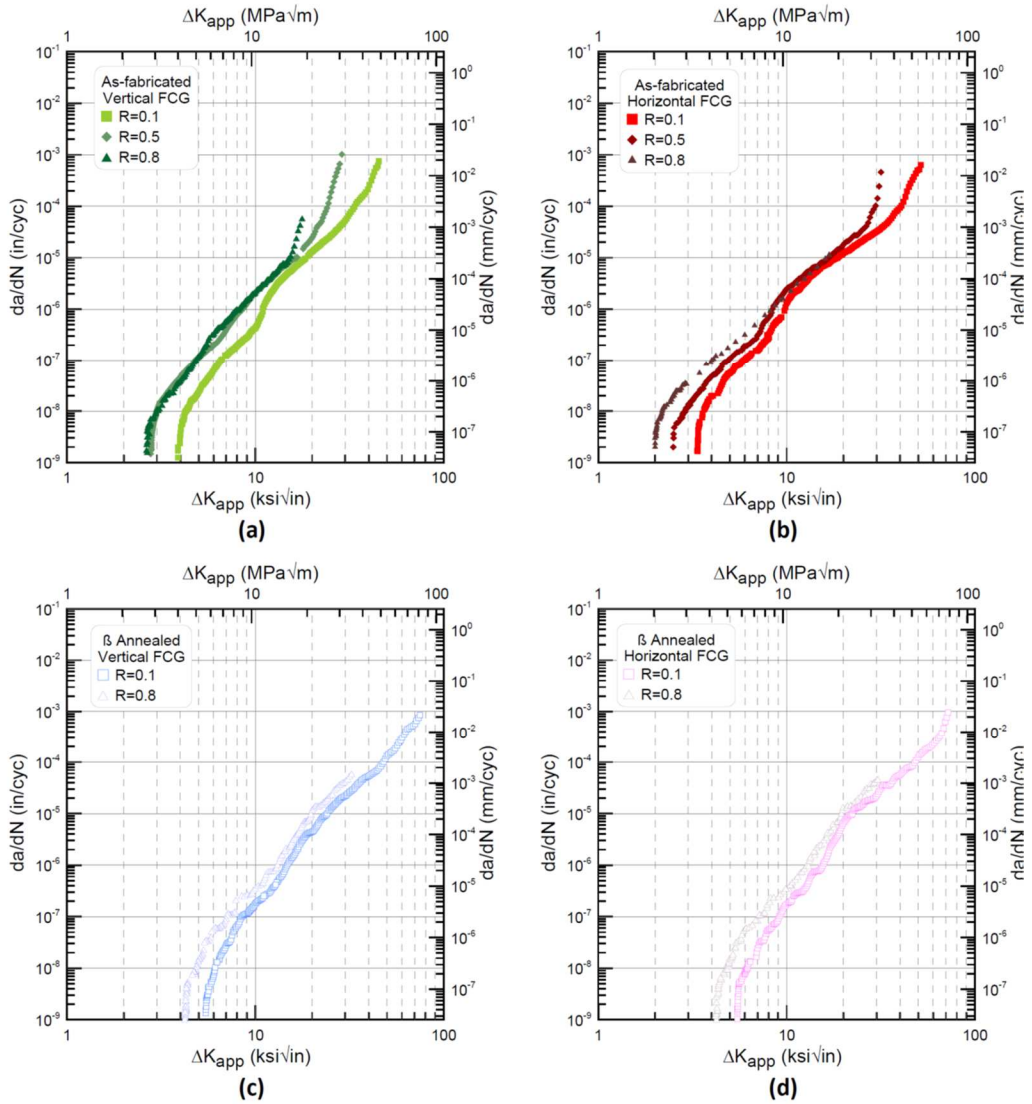


Figure 36. Fatigue crack growth behavior of (a,b) as-fabricated and (c,d) β annealed materials in vertical and horizontal orientations for different stress ratios.

An expected R-ratio effect on the FCG rate was observed in the near-threshold regime even at high ratios, and especially for the as-fabricated horizontal crack propagation. However, as ΔK increased in the middle-upper Region II, the influence of R on da/dN decreased. Additionally, the material does not exhibit the “Marci effect” previously described. With increasing stress ratio, a decrease in the ΔK_{th} and increase in the near-threshold FCG rates were observed for all conditions, as shown graphically in Figure 37(a). For the as-fabricated condition, it can be observed that ΔK_{th} in the vertical direction is higher than in the horizontal direction for all stress ratios tested. The estimated fracture toughness of the as-fabricated

material is higher for the horizontal direction (56.6 MPa√m) than the vertical direction (49.7 MPa√m), similar to the observations by Edwards et al. [11]. The β annealed material exhibits a considerably higher ΔK_{th} than the as-fabricated material at all stress ratios. However, for this material there is no appreciable difference between ΔK_{th} in the horizontal and vertical orientations, which was expected due to the equiaxed heat treated microstructure.

The higher ΔK_{th} seen at low stress ratios is commonly related to crack closure effects [44]. Values for the applied ΔK_{th} and ACR corrected ΔK_{th-eff} are listed in Table 7 (ΔK_{th-eff} is the value of the stress intensity range at threshold after crack closure corrections). ΔK_{th-eff} can also be used to numerically describe closure and provide a quantitative understanding of its influence for different stress ratios and orientations. The closure ratios calculated using Eq. (3) has been plotted versus stress ratio (R) for different materials and conditions in Figure 6(b).

$$U = 1 - \left(\frac{\Delta K_{th-eff}}{\Delta K_{th}} \right) \tag{3}$$

It can be seen from Figure 37(b) that closure ratio decreases as stress ratio increases since higher stress ratio ΔK_{th} is less affected by closure. It can also be observed that the closure ratio, and therefore closure effects, in the as-fabricated material is lower in the horizontal direction for all stress ratios. This observation indicates that there is a lower roughness-induced closure for the crack propagation in the horizontal direction compared to the vertical direction. In the β annealed condition, the closure ratio is significantly higher for a stress ratio of R=0.1 but is similar to the as-fabricated vertical results at R=0.8. In addition, it can be observed that there is no appreciable closure difference between the β annealed horizontal and vertical orientations, supporting the similar ΔK_{th} in the two orientations.

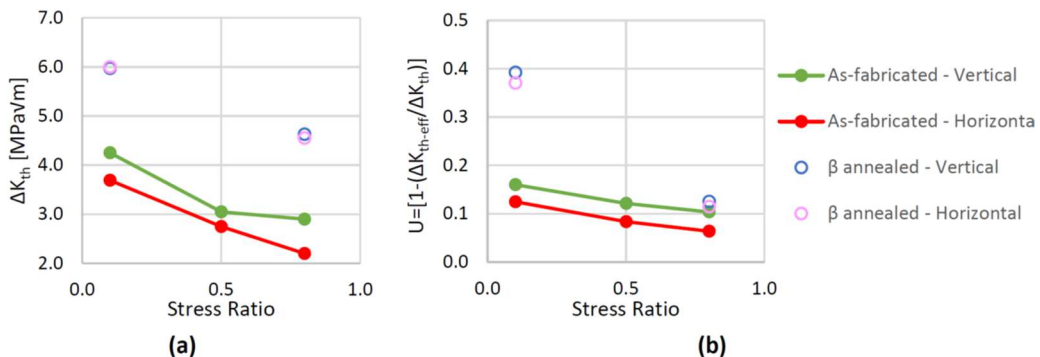


Figure 37. Stress ratio effect on the ΔK_{th} and (b) Closure ratio (U) versus stress ratio (R) for vertical and horizontal crack propagation directions in as-fabricated and β annealed conditions.

Table 7. Values of ΔK_{th} , ΔK_{th-eff} , and closure ratios for different stress ratios and crack propagation directions in as-fabricated and β annealed conditions

Material Condition	Stress Ratio R	ΔK_{th} [MPa \sqrt{m}]		ΔK_{th-eff} [MPa \sqrt{m}]		U=[1-($\Delta K_{th-eff}/\Delta K_{th}$)]	
		Vertical	Horizontal	Vertical	Horizontal	Vertical	Horizontal
As-fabricated	0.1	4.25	3.69	3.57	3.23	0.16	0.13
	0.5	3.05	2.75	2.68	2.52	0.12	0.08
	0.8	2.90	2.20	2.60	2.06	0.1	0.06
β Annealed	0.1	5.97	6.00	3.93	3.78	0.39	0.37
	0.8	4.63	4.55	4.05	4.03	0.13	0.11

4.3.2.2 Threshold-stress ratio correlations

To predict FCG rates properly, particularly in early growth stages, an accurate evaluation of the threshold is necessary. One challenge in comparing data at different stress ratios is incorporating the effects of the differences in both the mean and maximum stress levels [22]. In order to facilitate comparisons with existing and future fatigue studies, especially in the near-threshold region, a procedure for correlating ΔK_{th} and stress ratio is presented in this study following a method proposed by Döker [45]. In this method, the FCG behavior of a material in the near-threshold regime is described by four constants, which can be readily determined. This method was employed successfully for conventionally processed Ti-6Al-4V by other authors [29,30].

Using the data obtained from FCG tests at different stress ratios and directions, Figure 36, the $K_{max,th-R}$ and $\Delta K_{th}-K_{max}$ diagrams for the as-fabricated EBM Ti-6Al-4V alloy were developed and are presented in Figure 38(a,b). According to Döker, the $K_{max,th-R}$ curve at low R ratios and the $\Delta K_{th}-K_{max}$ curve for high K_{max} values can be represented by two straight lines, with the mathematical expressions:

$$K_{max,th} = (K_{max,0} + \beta R)$$

$$\Delta K_{th} = \Delta K_0 + \alpha K_{max}$$

where $K_{max,0}$ and ΔK_0 are the intersection points of two straight lines with the vertical axes, and α and β are the respective slopes. These values for both vertical and horizontal directions for the as-fabricated EBM Ti-6Al-4V in this study are reported in Table 8. ΔK_0 is proportional to the elastic modulus of the material, and $K_{max,0}$ is influenced by microstructure and environment.

Table 8. Values for intersection points and slopes for as-fabricated EBM Ti-6Al-4V in vertical and horizontal directions

	Vertical	Horizontal
$K_{max,0}$ [MPa \sqrt{m}]	4.37	3.75
β [MPa \sqrt{m}]	3.45	3.50
ΔK_0 [MPa \sqrt{m}]	3.16	3.30
α [MPa \sqrt{m}]	-0.02	-0.10

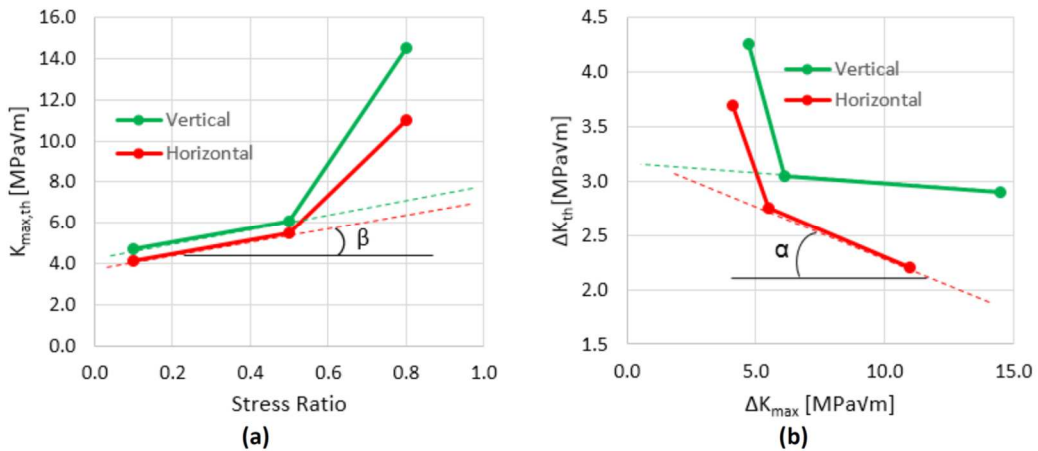


Figure 38. (a) $K_{max,th}$ -R and (b) ΔK_{th} - K_{max} diagrams of EBM Ti-6Al-4V from where α , β , ΔK_0 , and $K_{max,0}$ were calculated.

Figure 38 (b) is relevant to fatigue-based design because it shows graphically when FCG will occur (i.e. for conditions above the curve). From the graph, it can be seen that for the horizontal direction the area above the curve is larger than for the vertical direction, which means that cracks can propagate at lower K_{max} and ΔK_{th} values in the horizontal direction. This can be used as a material optimization tool, considering processing or heat-treating conditions that reduce the area above the ΔK_{th} - K_{max} curve.

Applying Eqs. (6,7) to the threshold, the final ΔK_{th} -R correlations were developed as given in Eqs. (8,9).

$$R = \frac{K_{min}}{K_{max}} \quad (6)$$

$$\Delta K = K_{max} - K_{min} \quad (7)$$

$$\Delta K_{th} = (K_{max,0} + \beta R)(1 - R) \quad \text{for } R \leq R_C \quad (8)$$

$$\Delta K_{th} = \left(\frac{1 - R}{1 - R - \alpha} \right) \Delta K_0 \quad \text{for } R > R_C \quad (9)$$

R_C represents the critical stress ratio where the two curves generated from Eqs. (8,9) intersect. The physical meaning is that for values above the critical stress ratio, roughness-induced closure is minimal. The calculations in this study have been made using the data generated from only three stress ratios ($R=0.1, 0.5,$ and 0.8), therefore, the arbitrary value for the critical stress ratios is $R_C=0.5$. This value that shows an apparent transition from “closure-affected” to “closure-free” thresholds, is supported by data obtained in previous studies [29,30], as well as the noticeable slope change in the ΔK_{th} - K_{max} diagram, Figure 38(b). The graphical representation of the ΔK_{th} -R correlations for stress ratios below and above R_C are shown in Figure 39. The ΔK_{th} -R curves are useful tools for estimating the threshold behaviour for conditions and stress ratios that have not been experimentally studied.

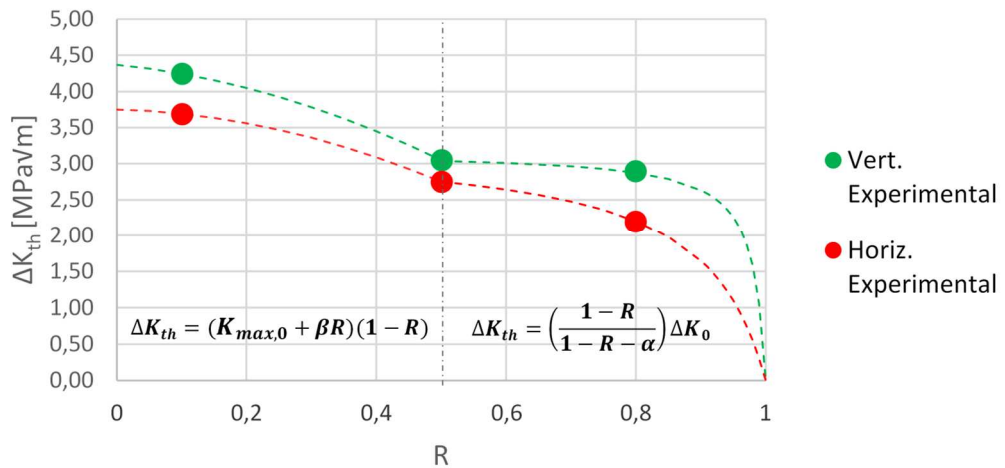


Figure 39. Calculated ΔK_{th} -R correlations for vertical and horizontal crack propagation (dotted lines), together with the experimental results.

4.3.2.3 Effects of the microstructure on fatigue crack growth threshold

4.3.2.3.1 Fatigue crack growth observations

Figure 40 shows the FCG plots for both horizontal and vertical crack propagation in the as-fabricated and β annealed conditions, at stress ratios of $R=0.1$ and 0.8 . The $R=0.5$ results have not been included in the following discussions as the comparisons between $R=0.1$ and 0.8 are sufficient for clarifying the mechanisms at the microstructural scale and highlight the differences between orientations as well as between the as-fabricated and heat-treated materials. The data in Figure 40 indicate that for the β annealed conditions, FCG behavior in both orientations is identical at both stress ratios as expected due to the equiaxed microstructure. Comparing the results to the as-fabricated and β annealed conditions, a considerable improvement of the FCG resistance of the β annealed material is observed for both stress ratios and at all growth stages.

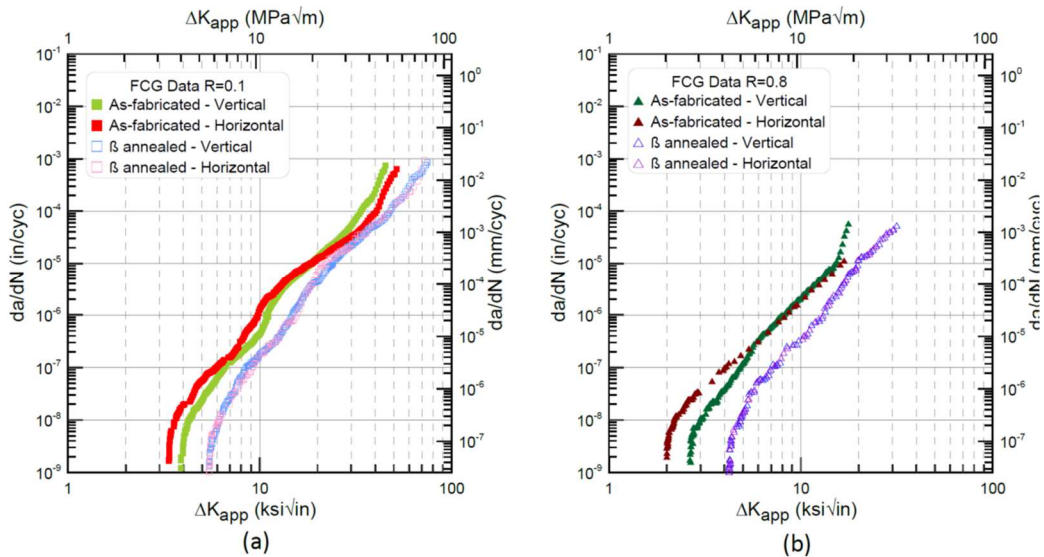


Figure 40. FCG of as-fabricated and β annealed Ti-6Al-4V ELI in horizontal and vertical directions tested at: (a) $R=0.1$ and (b) $R=0.8$.

The improvement of the FCG properties of the β annealed microstructure, compared to the as-fabricated microstructure, can be attributed to the higher FCG resistance of a coarse lamellar structure versus a fine lamellar structure. The FCG resistance of a lamellar microstructure in the near-threshold regime is influenced by three main factors: crack closure, the intrinsic material properties, and crack front geometry, with crack closure being the dominating effect at low stress ratios, and crack front geometry controlling the FCG behavior at higher stress ratios. All three mechanisms are dependent on the α colony/region size of the material; in this study, the as-fabricated material has a much finer α colony size than the β

annealed material. As the α colony size in a lamellar material increases, the influence of crack closure and crack front geometry also increase, raising the FCG resistance of the material in early stages. It should be noted that the intrinsic material resistance to crack growth (i.e., ductility) decreases as the α colony size increases, but its influence is overridden by the increasing effect of the other two factors [46].

Thus, at low stress ratios, the increase in the near-threshold FCG resistance of the β annealed materials, is explained by higher roughness-induced closure. This statement can be corroborated by examining the applied, and closure-corrected, threshold values (ΔK_{th} and ΔK_{th-eff} , respectively) in Table 7. The closure corrected threshold of the β annealed material, ΔK_{th-eff} , is similar with the as-fabricated vertical and horizontal values. The greater influence of closure in the β annealed condition is also observed by the considerably higher closure ratio, $U=0.39$ and 0.37 , compared to the as-fabricated values of $U=0.16$ and 0.13 .

Comparatively, at high stress ratios the effect of closure is reduced due to the higher minimum load, which may be expected to diminish the magnitude of the increase in the FCG resistance observed in the β annealed material [47]. However, the increase in the ΔK_{th} of the β annealed microstructure compared to the as-fabricated one is the same at both stress ratios; an increase of $1.72 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ in the vertical orientation and $2.33 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ in the horizontal orientation are observed. The effects of oxidation, which can enhance closure effects at higher stress ratios, can be ruled out as a contributing factor since oxide layers in Ti-6Al-4V do not significantly increase in thickness at temperatures under 200°C [48]. It follows that the improved FCG resistance of the β annealed material at high stress ratios is related to the effects of crack front geometry. This phenomenon is explained by considering two adjacent areas ahead of the crack front with different crystallographic orientations, which can cause the crack front to move locally out of the main propagation plane in directions determined by the different slip planes in the two adjacent colonies. This mechanism is shown schematically in Figure 41. Thus, the crack locally deviates from the average propagation plane over a distance which is proportional to the size of the characteristic microstructural features. Consequently, the crack front becomes bifurcated and the local crack tips in the two adjacent areas are separated by a distance Z perpendicular to the main propagation direction, Figure 41. In the context of this study, the distance Z is proportional to the α colony size of the material. In order to move this bifurcated crack front forward, the distance Z has to be traversed by propagating the crack in an unfavorable direction along unfavorably oriented crystallographic planes. The resistance of this crack propagation obstacle is directly proportional to the distance Z . Thus, the strength of the obstacle is larger for coarse microstructures than for fine microstructures, resulting in better crack propagation resistance in materials with larger microstructural colony sizes [46]. With reference to this study, this means that the β annealed material (coarse α colony size) is expected to have greater FCG resistance than the as-fabricated material (fine α colony size).

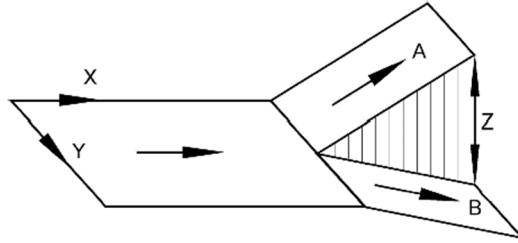


Figure 41. Schematic local crack front configuration with two adjacent colonies A and B having different crystallographic orientations, and therefore differently oriented major slip/crack planes; image reproduced from reference [46].

4.3.2.3.2 Fractography and microstructural mechanisms at threshold

Figure 42 and Figure 43 show the crack paths and fracture surfaces of the as-fabricated material in the near-threshold region for two stress ratios, $R=0.1$ and 0.8 . Figure 42 shows the vertical crack propagation and Figure 43 the horizontal crack propagation.

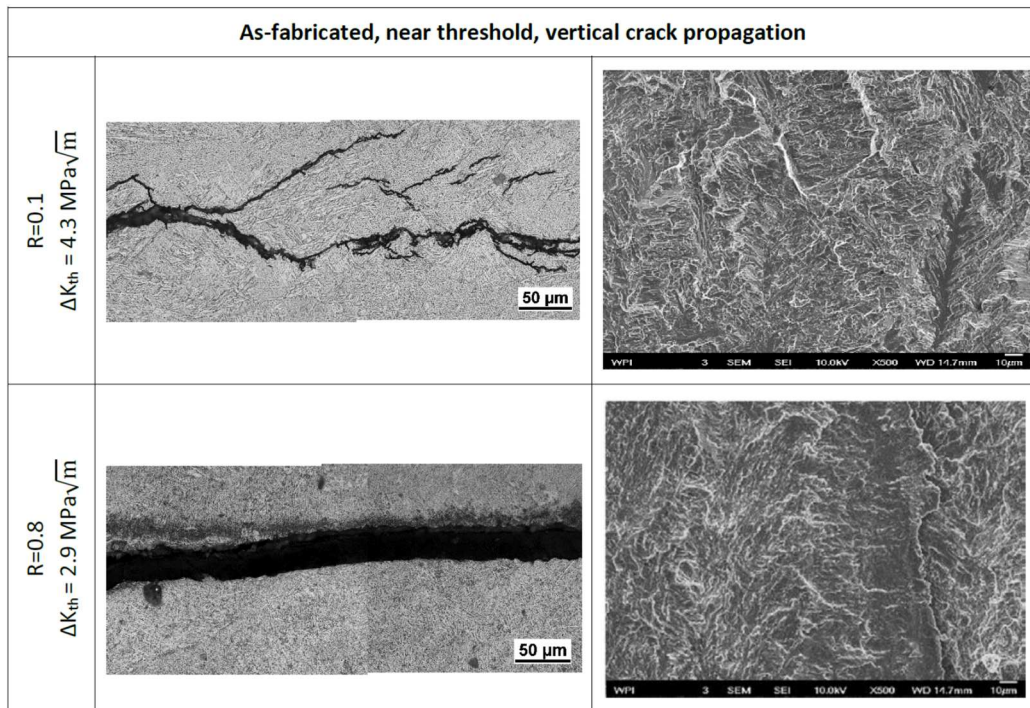


Figure 42. Near-threshold crack paths and fracture surfaces for vertical crack propagation in the as-fabricated material for two stress ratios, $R=0.1$ (top) and $R=0.8$ (bottom).

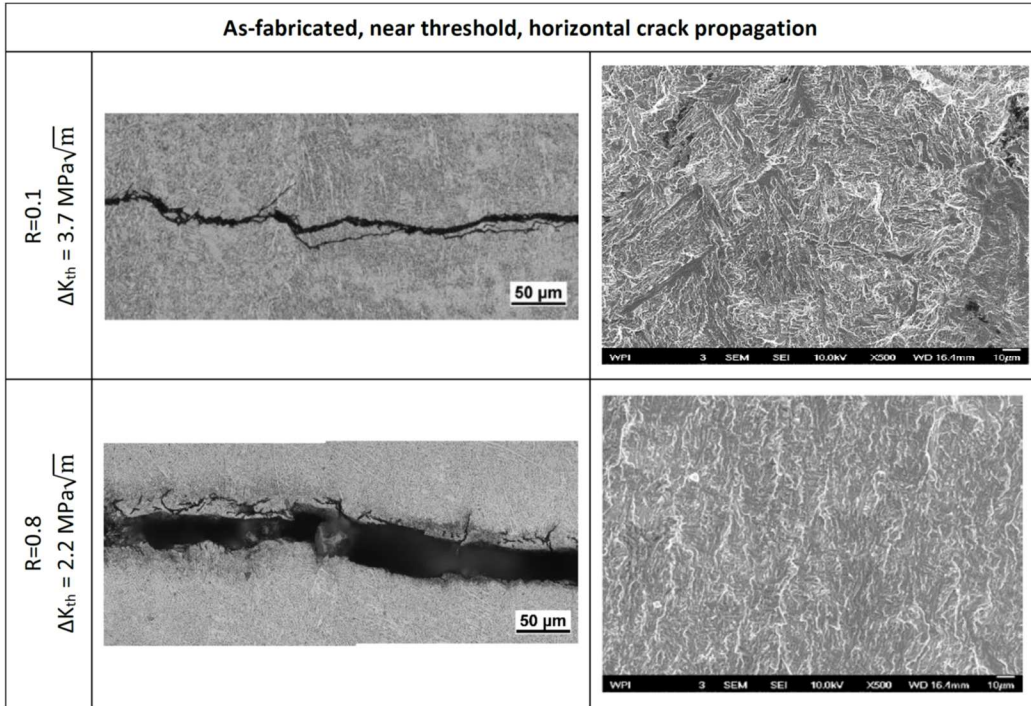


Figure 43. Near-threshold crack paths and fracture surfaces for horizontal crack propagation in the as-fabricated material for two stress ratios, $R=0.1$ (top) and $R=0.8$ (bottom).

The comparison of the crack profiles at different stress ratios shows a significantly higher amount of branching and secondary cracking for $R=0.1$ in both vertical and horizontal directions. This behaviour is more accentuated in the vertical crack propagation. From the microscopy work, it was observed that the crack has a higher tendency to form steps where it interacts with coarser α lath regions, while showing a more continuous path through the finer α lath regions. The preferential orientation of the α lath in the “basket weave” also has an influence on the crack path, offering a favourable path when the directions of the laths are close to the direction of the crack. Some cracks also exhibit growth along region boundaries, but because of the complexity of the microstructure, the quantification of the propagation associated with each feature is challenging. This observation is corroborated by studying the associated fracture surfaces, where longitudinal features following the crack propagation direction have been observed for all stress ratios, but only in the vertical direction. It is thought that these longitudinal features are prior β grain boundaries comprised of α phase as shown in Figure 34 (b). The effects of crack branching and tortuosity can be evaluated from an energy-dissipation perspective; the more tortuous the crack, the more energy required to extend it along the nominal crack plane. Furthermore, the measured nominal crack growth rate (relative to the sample axes) will be less than the actual rate once a new crack surface is formed [49]. Other studies conducted on SLM Ti-6Al-4V also detected lower FCG rates in the crack propagation direction parallel to the columnar grains [50,51]. However, the

microstructure, although similar to EBM and its fine features, has some differences, including the presence of α' martensite, which is almost inexistent in the EBM as-fabricated material.

A study of the 2D crack paths and the fracture surfaces for the β annealed condition was also performed. Figure 44 shows the vertical crack propagation in β annealed material at stress ratios of $R=0.1$ and 0.8 . Only the vertical orientation is shown for the β annealed condition since it has already been established in a previous section that the heat-treated microstructure is equiaxed and orientation no longer affects the crack propagation behavior.

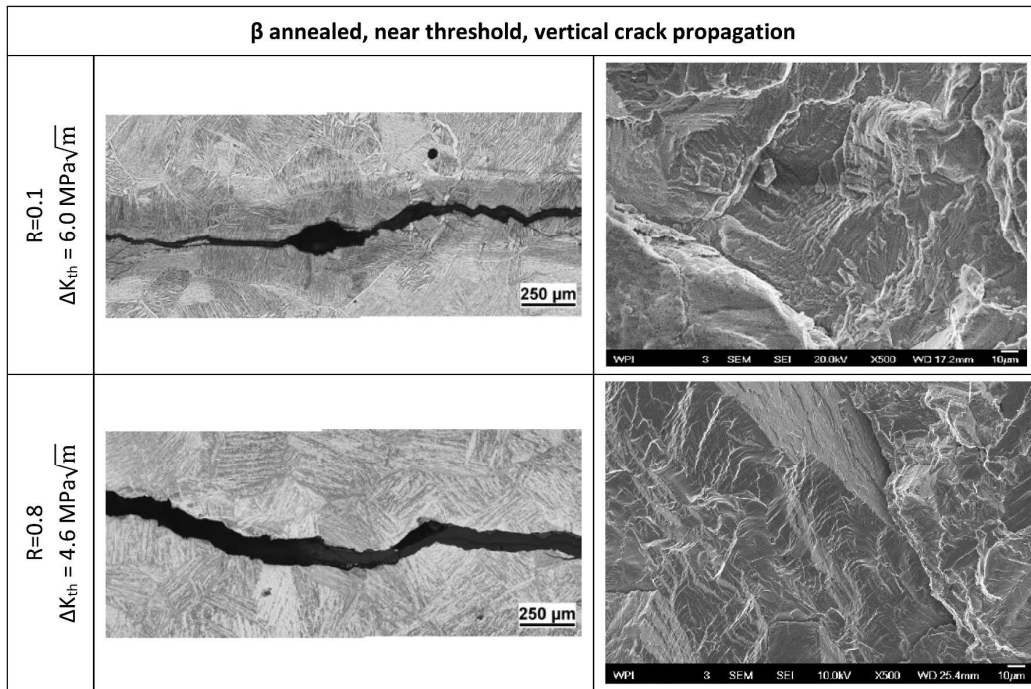


Figure 44. Near-threshold crack paths and fracture surfaces for vertical crack propagation in the β annealed material for two stress ratios, $R=0.1$ (top) and $R=0.8$ (bottom).

Looking at the crack fronts in a plane perpendicular to the crack propagation direction, the large difference between the two microstructures is evident. The crack front profile for the β annealed microstructure is rough, and the steps in the Z direction, caused by interaction with α colonies, are clearly visible, and lie in an unfavorable orientation for crack propagation, Figure 44. By comparison, the crack front profiles of the as-fabricated microstructures are smoother because the height of the Z steps are smaller, as observed in Figure 42 and Figure 43.

Analyzing the relative orientation of the crack propagation and microstructural directionality in the as-fabricated condition, it can be seen that the horizontal crack propagation is perpendicular to the columnar grains and parallel to the scanning layers. Therefore, the

horizontal crack will cross the α phase at grain boundaries at angles close to 90° . On the other hand, the crack propagation in the vertical direction occurs parallel to the grain boundaries and perpendicular to the scanning layers, as shown in Figure 45. In the as-fabricated condition, the difference between ΔK_{th} values in the near-threshold region, Figure 46, suggests characteristic interactions between the directional microstructure and the fatigue cracks.

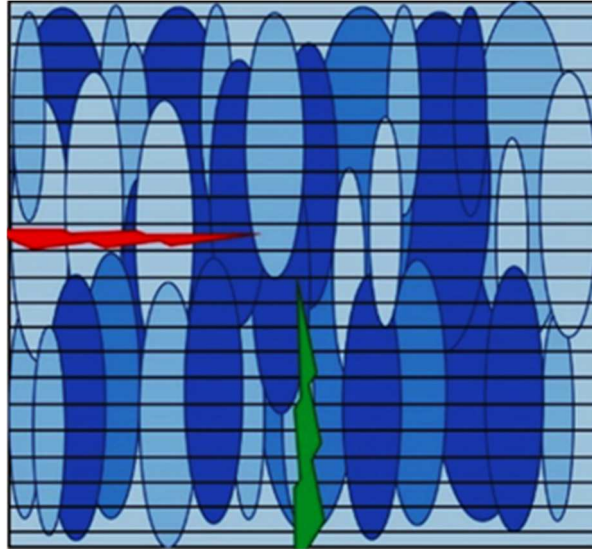


Figure 45. Schematic representation of the crack propagation in vertical and horizontal directions

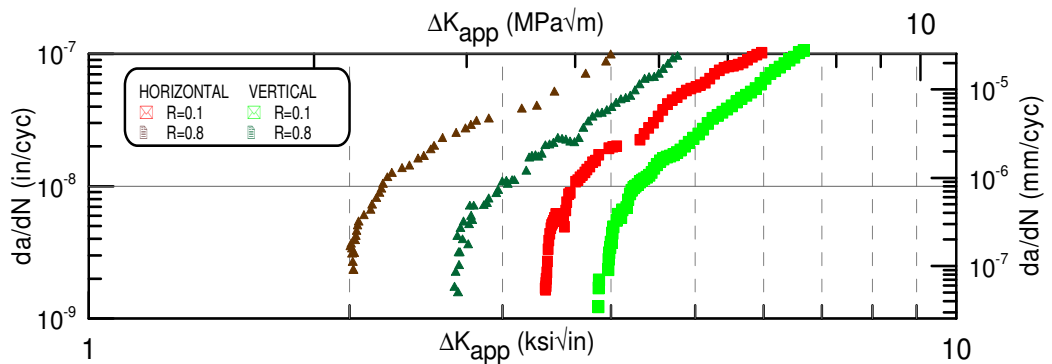


Figure 46. Detail of the FCG curve in the near-threshold region for 0.1 and 0.8 stress ratios for vertical and horizontal crack propagation in the as-fabricated material.

Considering the characteristics of the crack paths in vertical and horizontal directions for the as-fabricated conditions, together with the relative orientations between the crack propagation direction and prior β columnar grains and scanning layers, the crack interaction

mechanisms at the microstructure scale were established. For crack growth in the horizontal direction, the prior β grain boundaries act as barriers to the crack growth; the horizontal crack propagates in the same direction as the scanning layers and cuts directly through the prior β grain boundaries without considerable interaction with them as shown in Figure 47(a). For crack growth in the vertical direction, the prior β grain boundaries act as crack deflectors in angles close to their orientation, interacting with the crack and decreasing the crack propagation rate in the vertical direction. The columnar grain structure is responsible for the branching of the crack, while the scanning layers contribute to the deflection of the crack front enhancing the tortuosity of the crack path as shown schematically in Figure 47(b).

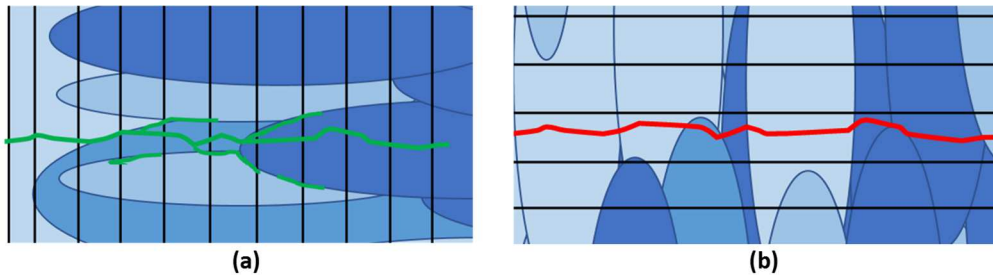


Figure 47. Schematic view of the crack propagation in as-fabricated material in (a) horizontal and (b) vertical directions, showing the interactions with prior β columnar grain boundaries and scanning layers.

The FCG resistance of β annealed Ti-6Al-4V is often attributed to large amounts of crack branching (when the crack splits or two or more crack tips advance simultaneously) and tortuosity (large-scale meandering of the crack from its nominal plane, defined by the notch). The relative orientation of the lamellae at the crack tip determines, to a large extent, the path along which the crack propagates. If the long axes of the lamellae are oriented relatively parallel to the load axis, the crack will cut directly across the lamellae while the crack growth along the lamellae boundaries is preferred when the lamellae are aligned perpendicular to the load axis [49].

4.2.3 Fatigue crack growth microstructural mechanisms in Regions II and III

Figure 48 and Figure 49 show Regions II & III crack paths and fracture surfaces for vertical and horizontal crack propagation in as-fabricated material, and Figure 19 shows vertical crack propagation in the β annealed material at stress ratios of $R=0.1$ and 0.8 . In $\alpha+\beta$ titanium alloys, FCG rates in Region II usually increase and fracture toughness increases with increasing α colony size because the contribution from the rougher crack front geometry dominates over the ductility term [46]. The estimated fracture toughness values for the specimens shown in Figure 17 (as-fabricated, vertical) and Figure 19 (β annealed, vertical) are $49.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ and $82.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, respectively. For the as-fabricated condition it is not easy to identify clear

microstructural features, such as grain boundaries or colonies. Therefore, it is necessary to go to higher magnifications to observe the fracture mode and interactions between the crack and microstructure, which is still challenging due to the fine characteristics of the as-fabricated microstructure. Fracture in the near-threshold region shows considerable branching as it was previously described in Section 4.2.2, where crack growth in vertical and horizontal crack propagation directions were described and compared. Region II of crack growth in the as-fabricated material shows a less structure-sensitive fracture mode with a smoother crack topography, mainly due to reduced branching of the crack, Figure 48 and Figure 49. Region III shows the approach of a static fracture mode with a rougher fracture surface. The study of the fracture surface for the β annealed specimen shows an evident change in fracture mode as the crack progresses. The fracture in the near-threshold region, propagates mainly in an intra-granular and intra-colony mode. There are also occurrences of inter-granular and inter-colony fracture mode, being in general a very microstructure sensitive fatigue crack propagation. As the crack progresses into Region II and the crack growth rate increases, the crack growth becomes less sensitive to the main microstructural features (grains and colonies), being a continuum mode fracture, as it can be inferred from the flat topography of the fracture surfaces, Figure 50. The fracture mode changes again in Region III to a “static mode” behavior with dimples and a rougher fracture surface appearance. In the as-fabricated material in both vertical and horizontal orientations, as the stress ratio was increased from $R=0.1$ to 0.8 , Region II of crack growth appears less influenced by the microstructural features, resulting in lower tortuosity and less crack branching, while in Region III fracture surfaces were significantly rougher at higher stress ratios, Figure 48 and Figure 49. Also, fracture surfaces of the horizontal direction for both $R=0.1$ and 0.8 exhibit higher ductility corresponding to the higher fracture toughness in this direction. In the β annealed material, increasing the stress ratio caused the crack growth in Regions II and III to become more affected by interactions with colony boundaries, indicated by the meandering behavior of the crack and its step-like features.

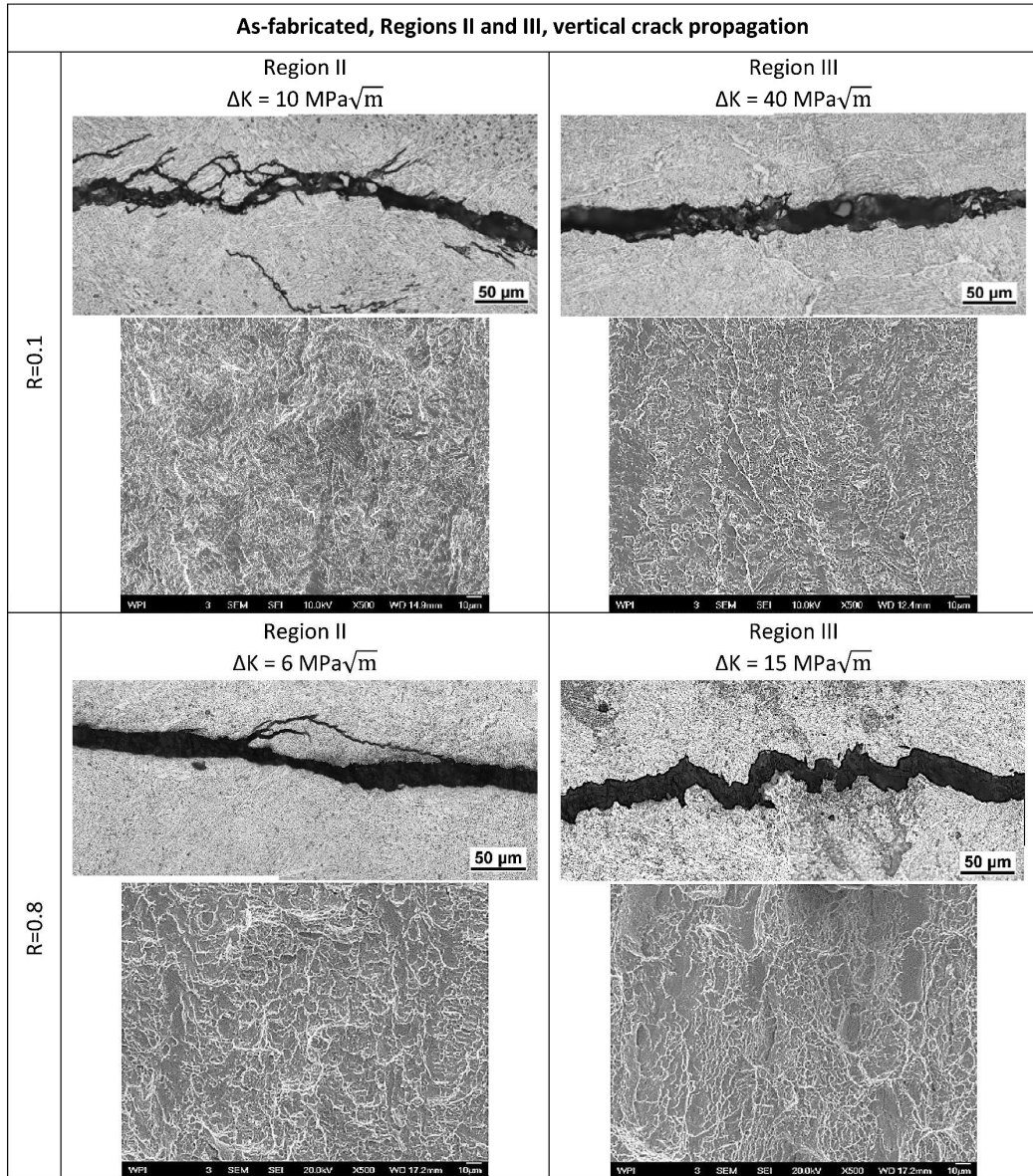


Figure 48. Region II & III crack paths and fracture surfaces for vertical crack propagation in as-fabricated material at stress ratios of R=0.1 and 0.8.

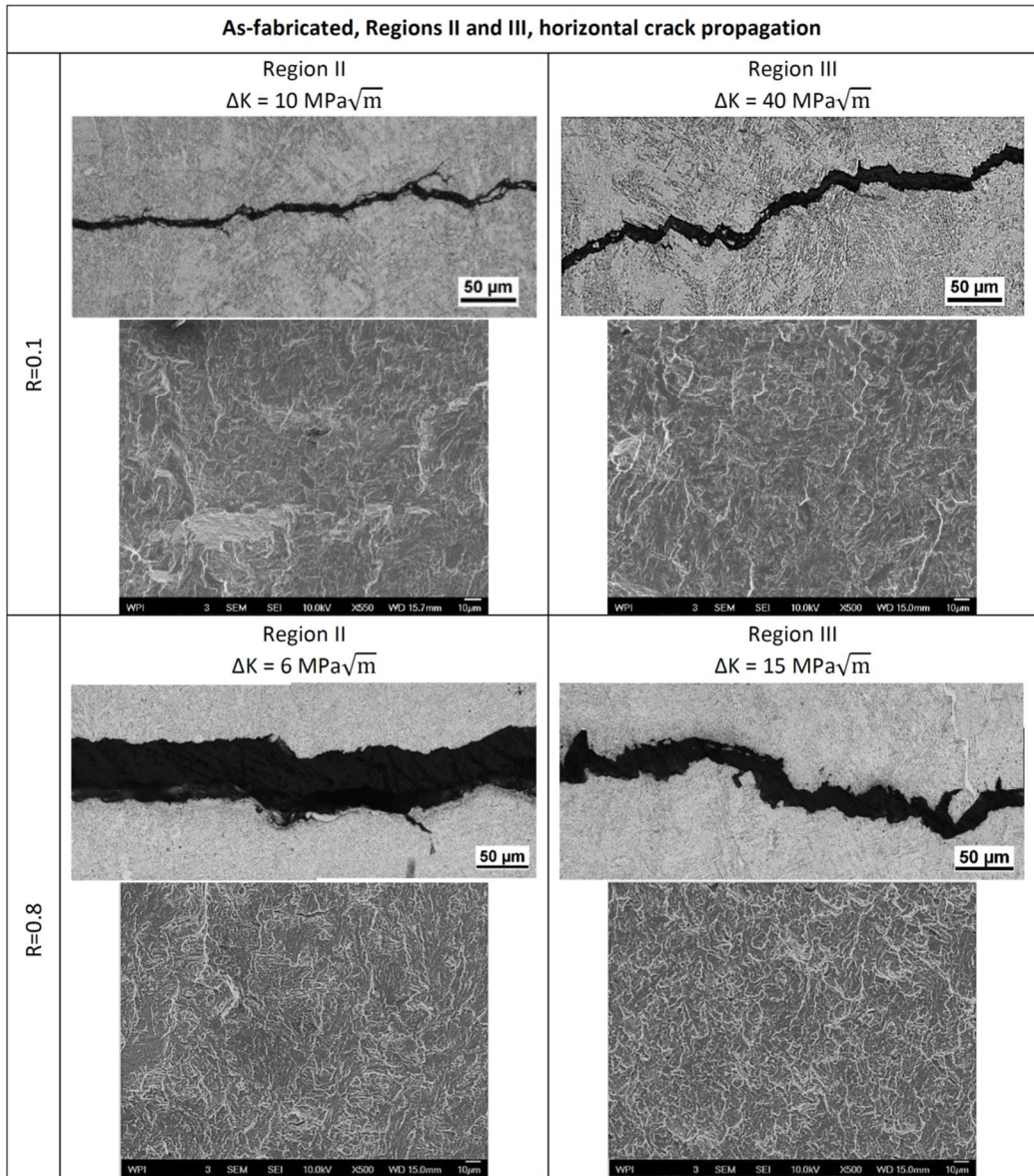


Figure 49. Region II & III crack paths and fracture surfaces for horizontal crack propagation in as-fabricated material at stress ratios of R=0.1 and 0.8.

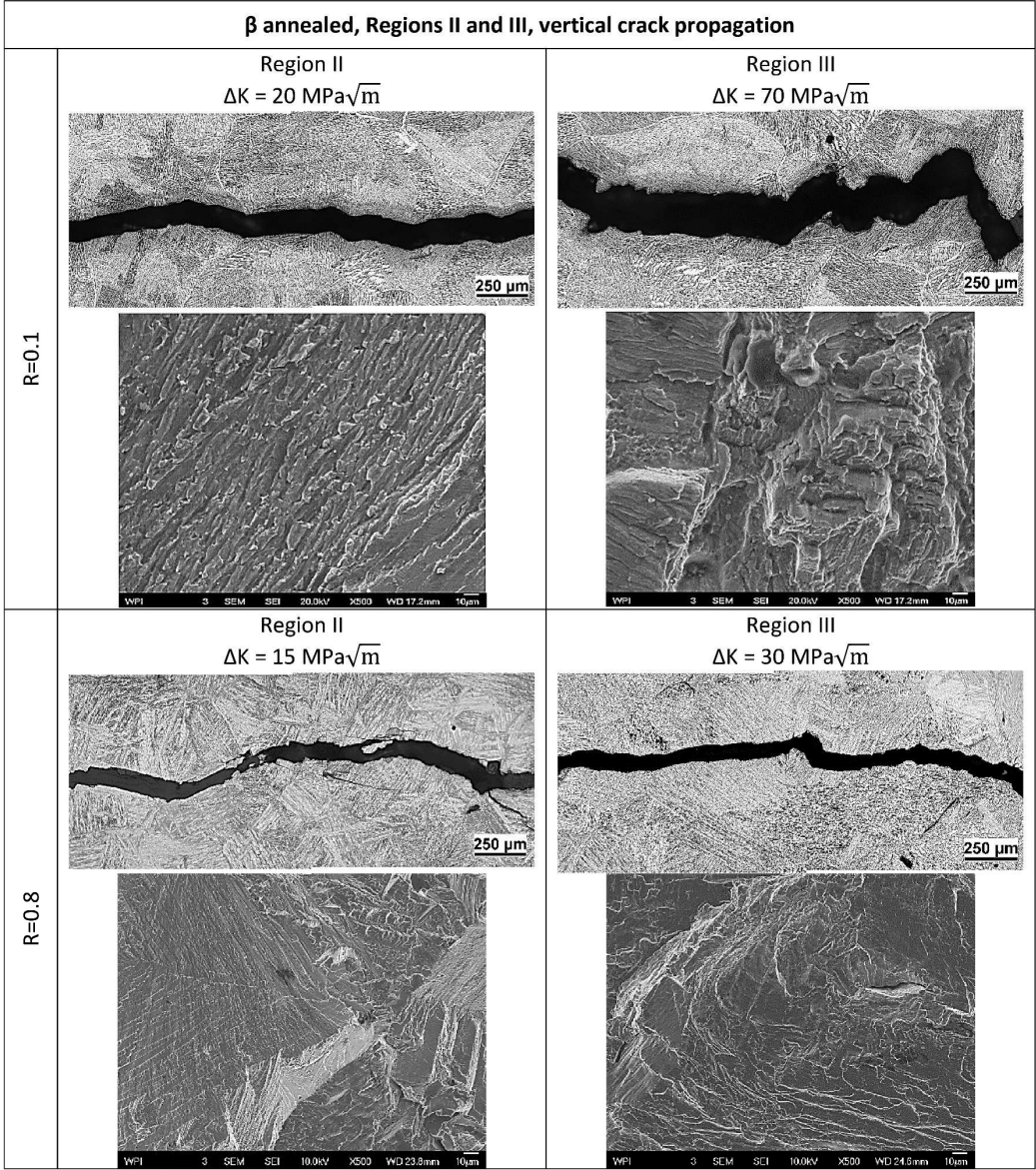


Figure 50. Region II & III crack paths and fracture surfaces for vertical crack propagation in β annealed material at stress ratios of R=0.1 and 0.8.

4.4 Conclusions

The results presented in this study lead to the following conclusions:

- FCG threshold values were observed to be on average ~15% higher for the vertical crack propagation compared to the horizontal crack propagation in the as-fabricated EBM Ti-6Al-4V ELI at all tested stress ratios;
- The stress ratio effects on threshold were accurately determined using Döker's method, which is based on a two driving-force model for fatigue and advocates two intrinsic thresholds, $K_{max,0}$ and ΔK_0 . This method can be used to determine ΔK_{th} values for stress ratios that have not been experimentally measured.
- Comparisons between the applied and effective ΔK_{th} of the as-fabricated EBM Ti-6Al-4V ELI show that crack growth in the vertical orientation has larger roughness-induced closure effects;
- The higher branching induced by the prior β columnar grains, and the tortuosity intensified by the scanning layers, makes the vertical crack propagation more energy demanding and in consequence less likely than the horizontal crack propagation in early stages;
- The threshold behavior of the EBM Ti-6Al-4V ELI material can be considerably improved by a β annealing heat treatment, resulting in a 35-45% increase in ΔK_{th} compared to the as-fabricated material. The coarsening of the microstructure after this treatment eliminates the anisotropy of the as-fabricated condition and raises the irregularity of the crack path which also considerably increases the roughness-induced closure.
- In the as-fabricated material, Region II crack growth showed a less structure-sensitive fracture mode with a smoother crack topography due to reduced branching, while Region III was characterized by a rougher fracture surface. The Regions II and III crack growth in the β annealed material displayed similar trends.
- Fracture surfaces for horizontal crack growth in the as-fabricated material exhibited higher levels of ductility, corresponding to the higher fracture toughness (56.6 MPa \sqrt{m}) compared to vertical crack growth fracture toughness (49.7 MPa \sqrt{m}). Fracture toughness also increased with increasing α colony size, reaching 82 MPa \sqrt{m} in the β annealed condition, due to rougher crack front geometry.
- As the stress ratio was increased, Region II crack growth in the as-fabricated material was less influenced by microstructural features with lower tortuosity and less branching of the crack; while Region III exhibited a significantly rougher fracture surface. The Region II and

III growth in the β annealed material produced a more faceted fracture surface as the stress ratio was increased.

High-integrity industrial sectors provide promising areas for the application for EBM technology. However, development in these areas is hindered by the lack of knowledge, consistent databases, and standardizations for AM materials and components. This work presented in this paper provides a much needed fundamental understanding of the FCG behaviour of AM-EBM fabricated materials, as well as important design considerations for high-integrity applications.

ACKNOWLEDGMENTS

This research was performed under the Additive Manufacturing program of the Integrative Material Design Center (iMdc) at Worcester Polytechnic Institute, in collaboration with the Additive Manufacturing Demonstration Facility of Oak Ridge National Laboratory, and sponsored by the US Department of Energy, Office of Energy Efficiency and Renewable Energy, Advanced Manufacturing Office, under contract DE-AC05-00OR22725 with UT-Battelle, LLC. Ph.D. candidates Yuwei Zhai and Anthony Spangenberg of the iMdc also collaborated actively in the material characterization performed during this study.

REFERENCES

- [1] Y. Zhai, D.A. Lados, J.L. LaGoy, Additive manufacturing: making imagination the major limitation, *JOM*. 66 (2014) 808–816.
- [2] ASTM-International, ASTM Standard F2792-12a: Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies, (2012).
- [3] J. Scott, N. Gupta, C. Weber, S. Newsome, T. Wohlers, T. Caffrey, Additive manufacturing: Status and opportunities, Science and Technology Policy Institute. (2012) 1–29.
- [4] D.L. Bourell, M.C. Leu, D.W. Rosen, Roadmap for additive manufacturing: identifying the future of freeform processing, The University of Texas, Austin. (2009).
- [5] National Institute of Standards and Technology (NIST), Measurement Science for Metal-Based Additive Manufacturing, 2013.
- [6] National Intelligence Council, Global Trends 2030: Alternative Worlds, 5 (2012).
- [7] AM Platform, Additive Manufacturing: Strategic Research Agenda, 2014.
- [8] T.R. Mahale, Electron beam melting of advanced materials and structures [dissertation], North Carolina State University, 2009.
- [9] J. Sieniawski, W. Ziąja, K. Kubiak, M. Motyka, Microstructure and mechanical properties of high strength two-phase titanium alloys, *Titanium Alloys-Advances in Properties Control*. (2013) 69–80.
- [10] B.S. Bass, Validating the Arcam EBM process as an alternative fabrication method for titanium-6Al-4V alloys [dissertation], North Carolina State University, 2008.
- [11] P. Edwards, A. O’Conner, M. Ramulu, Electron beam additive manufacturing of titanium components: Properties and performance, *Journal of Manufacturing Science and Engineering*. 135 (2013) 061016.
- [12] L. Facchini, E. Magalini, P. Robotti, A. Molinari, Microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V produced by electron beam melting of pre-alloyed powders, *Rapid Prototyping Journal*. 15 (2009) 171–178.
- [13] N. Hrabe, T. Quinn, 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, *Materials Science and Engineering: A*. 573 (2013) 271–277.

- [14] N. Hrabe, T. Quinn, Effects of processing on microstructure and mechanical properties of a titanium alloy (Ti-6Al-4V) fabricated using electron beam melting (EBM), Part 1: Distance from build plate and part size, *Materials Science and Engineering: A*. 573 (2013) 264–270.
- [15] L. Murr, E. Esquivel, S. Quinones, S. Gaytan, M. Lopez, E. Martinez, et al., Microstructures and mechanical properties of electron beam-rapid manufactured Ti-6Al-4V biomedical prototypes compared to wrought Ti-6Al-4V, *Materials Characterization*. 60 (2009) 96–105.
- [16] H. Rafi, N. Karthik, H. Gong, T.L. Starr, B.E. Stucker, Microstructures and Mechanical Properties of Ti6Al4V Parts Fabricated by Selective Laser Melting and Electron Beam Melting, *Journal of Materials Engineering and Performance*. 22 (2013) 3872–3883.
- [17] S. Rengers, Electron Beam Melting [EBM] vs. Direct Metal Laser Sintering [DMLS], in: SAMPE Midwest Chapter, Direct Part Manufacturing Workshop, 2012.
- [18] M. Svensson, U. Ackelid, A. Arcam, Titanium alloys manufactured with electron beam melting mechanical and chemical properties, in: *Materials and Processes for Medical Devices Conference (MDM V)*, ASM International, Minneapolis, MN, 2010: pp. 189–194.
- [19] H. Galarraga, D.A. Lados, R.R. Dehoff, M.M. Kirka, P. Nandwana, Effects of the microstructure and porosity on properties of Ti-6Al-4V ELI alloy fabricated by electron beam melting (EBM), *Additive Manufacturing*. 10 (2016) 47–57.
- [20] H. Galarraga, R.J. Warren, D.A. Lados, R.R. Dehoff, M.M. Kirka, P. Nandwana, Effects of heat treatments on microstructure and properties of Ti-6Al-4V ELI alloy fabricated by electron beam melting (EBM), *Mat Sci Eng A* (in press).
- [21] Additive manufacturing in FP7 and Horizon 2020, 2014.
- [22] P. Li, D. Warner, A. Fatemi, N. Phan, Critical assessment of the fatigue performance of additively manufactured Ti-6Al-4V and perspective for future research, *Int. J. Fatigue*. 85 (2016) 130–143.
- [23] Y. Zhai, H. Galarraga, D.A. Lados, Microstructure evolution, tensile properties, and fatigue damage mechanisms in Ti-6Al-4V alloys fabricated by two additive manufacturing techniques, *Procedia Engineering*. 114 (2015) 658–666.
- [24] G.V. Joshi, Y. Duan, J. Neidigh, M. Koike, G. Chahine, R. Kovacevic, et al., Fatigue testing of electron beam-melted Ti-6Al-4V ELI alloy for dental implants, *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*. 101 (2013) 124–130.

- [25] M. Seifi, M. Dahar, R. Aman, O. Harrysson, J. Beuth, J.J. Lewandowski, Evaluation of Orientation Dependence of Fracture Toughness and Fatigue Crack Propagation Behavior of As-Deposited ARCAM EBM Ti-6Al-4V, *JOM*. 67 (2015) 597–607.
- [26] P.A. Morton, J. Mireles, H. Mendoza, P. Cordero, M. Benedict, R.B. Wicker, Enhancement of low-cycle fatigue performance from tailored microstructures enabled by electron beam melting additive manufacturing technology, *Journal of Mechanical Design*. (n.d.).
- [27] K.S. Chan, M. Koike, R.L. Mason, T. Okabe, Fatigue Life of Titanium Alloys Fabricated by Additive Layer Manufacturing Techniques for Dental Implants, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 44 (2013) 1010–1022.
- [28] M. Cronskär, M. Bäckström, L.-E. Rännar, Production of customized hip stem prostheses—a comparison between conventional machining and electron beam melting (EBM), *Rapid Prototyping Journal*. 19 (2013) 365–372.
- [29] B. Boyce, R. Ritchie, Effect of load ratio and maximum stress intensity on the fatigue threshold in Ti-6Al-4V, *Engineering Fracture Mechanics*. 68 (2001) 129–147.
- [30] J. Ding, R. Hall, J. Byrne, Effects of stress ratio and temperature on fatigue crack growth in a Ti-6Al-4V alloy, *Int. J. Fatigue*. 27 (2005) 1551–1558.
- [31] S. Hashmi, *Comprehensive Materials Processing*, Newnes, 2014.
- [32] P. Nandwana, W.H. Peter, R.R. Dehoff, L.E. Lowe, M.M. Kirka, F. Medina, et al., Recyclability study on Inconel 718 and Ti-6Al-4V powders for use in electron beam melting, *Metallurgical and Materials Transactions B*. (2015) 1–9.
- [33] ASTM-International, *ASTM Standard F136-13: Standard Specification for Wrought Titanium-6Aluminum-4Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) Alloy for Surgical Implant Applications*, (2003).
- [34] Ti6Al4V ELI Titanium Alloy data sheet, (n.d.). www.arcam.com.
- [35] ISO-ASTM, *ISO/ASTM 52921:2013: Standard Terminology for Additive Manufacturing—Coordinate Systems and Test Methodologies*, (2013).
- [36] ASTM-International, *ASTM E647 – 13: Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates*, (2013).
- [37] A.G. Gavras, D.A. Lados, J.K. Donald, A unified method of design for fatigue crack growth resistance in structural materials, *Int. J. Fatigue*. 47 (2013) 58–70.

- [38] J.K. Donald, G. Bray, R. Bush, An Evaluation of the Adjusted Compliance Ratio Technique for Determining the Effective Stress Intensity Factor, *Fatigue and Fracture Mechanics*, 29 (1999) 674-695
- [39] D.A. Lados, D. Apelian, J.K. Donald, Fracture mechanics analysis for residual stress and crack closure corrections, *Int. J. Fatigue*. 29 (2007) 687–694.
- [40] U. Ackelid, M. Svensson, Additive manufacturing of dense metal parts by electron beam melting, in: *Materials Science and Technology (MS&T) Conference*, 2009.
- [41] M. Rooney, R.M. Deacon, E.D. LaBarre, A.M. Lennon, M.P. Boyle, An evaluation of select material properties for electron beam melted Ti-6Al-4V, 2009.
- [42] A. Safdar, Microstructures and surface roughness of EBM produced Ti-6Al-4V, *Solid Mechanics*, Lund University, 2010.
- [43] H. Weiwei, J. Wenpeng, L. Haiyan, T. Huiping, K. Xinting, H. Yu, Research on Preheating of Titanium Alloy Powder in Electron Beam Melting Technology, *Rare Metal Materials and Engineering*. 40 (2011) 2072–2075.
- [44] R.A. Schmidt, P.C. Paris, Threshold for fatigue crack propagation and the effects of load ratio and frequency, *Progress in Flaw Growth and Fracture Toughness Testing*, STP49638S (1973) 79-94.
- [45] H. Döker, Fatigue crack growth threshold: implications, determination and data evaluation, *Int. J. Fatigue*. 19 (1997) 145–149.
- [46] G. Lütjering, J.C. Williams, *Titanium*, Springer, 2003.
- [47] R. Nalla, B. Boyce, J. Campbell, J. Peters, R. Ritchie, Influence of microstructure on high-cycle fatigue of Ti-6Al-4V: bimodal vs. lamellar structures, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 33 (2002) 899–918.
- [48] H. Guleryuz, H. Cimenoglu, Oxidation of Ti-6Al-4V alloy, *Journal of Alloys and Compounds*. 472 (2009) 241-246.
- [49] S.R. Stock, M.A. Langøy, Fatigue-crack growth in Ti-6Al-4V-0.1 Ru in air and seawater: Part II. crack path and microstructure, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 32 (2001) 2315–2324.
- [50] V. Cain, L. Thijs, J. Van Humbeeck, B. Van Hooreweder, R. Knutsen, Crack propagation and fracture toughness of Ti6Al4V alloy produced by selective laser melting, *Additive Manufacturing*. (2014).

[51] S. Leuders, M. Thöne, A. Riemer, T. Niendorf, T. Tröster, H. Richard, et al., On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance, *Int. J. Fatigue*. 48 (2013) 300–307.

5 COMPARACIÓN DE PROPIEDADES EBM-LMD

Datos de la publicación

Título: Microstructure, Static Properties, and Fatigue Crack Growth Mechanisms in Ti-6Al-4V Fabricated by Additive Manufacturing: LENS and EBM

Autores: Yuwei Zhai, Haize Galarraga, Diana A. Lados

Revista, número, año, página: Engineering Failure Analysis 69 (2016) 3-14

Objetivo

El objetivo del trabajo mostrado en este artículo es el estudio comparativo del material Ti-6Al-4V fabricado mediante las tecnologías LMD y EBM. El estudio comparativo ha consistido en el análisis y comparación de la materia prima, rugosidad superficial, propiedades mecánicas y crecimiento de grietas por fatiga.

Contenido

El artículo comienza con la descripción básica de las dos tecnologías analizadas. La mayor diferencia entre los dos procesos radica en que el proceso LMD, denominado por su nombre comercial LENS en esta publicación, es una tecnología de deposición directa de energía, DED, que utiliza un láser como fuente de energía, mientras que el proceso EBM es una tecnología de cama de polvo que utiliza un haz de electrones como fuente de energía.

El artículo continúa con la descripción de los procesos de fabricación, así como de la disposición de las probetas obtenidas mediante las dos tecnologías a comparar. Cabe destacar que para el caso de EBM se han utilizado dos modelos de máquinas diferentes, empleando un algoritmo de parámetros de fabricación optimizado en una de ellas con el resultado de un material con porosidad prácticamente nula. En el caso del LMD, se han utilizado dos potencias de láser diferentes, denominadas LP (baja potencia) y HP (alta potencia) para potencias de 330W y 780W, respectivamente.

A continuación, se muestran los resultados de las caracterizaciones realizadas. En el estudio de las superficies realizado con un microscopio laser confocal, se han comparado las topografías superficiales del LENS-HP (LMD de 780W), LENS-LP (LMD de 330W) y del EBM. La comparación de los valores de rugosidad superficial S_a , muestran que el material con mayor rugosidad es el LMD-HP, seguido por el EBM y el LMD-LM, siendo este último el proceso con el que se obtiene un material con menor rugosidad superficial.

El estudio de porosidad se realiza para comparar la sanidad estructural del material EBM Ti-6Al-4V fabricado en los dos modelos de máquinas diferentes, empleando un algoritmo de parámetros convencional y un algoritmo de fabricación optimizado. De acuerdo con los resultados, el material fabricado con el algoritmo optimizado presenta un nivel de porosidad considerablemente menor, atribuido a la eliminación de la porosidad producida por falta de fusión que desaparece prácticamente del material fabricado con los parámetros optimizados. La porosidad de gas, atribuida sobre todo a las partículas de polvo huecas está presente en los dos materiales comparados en esta sección.

La comparación de las microestructuras muestra que tanto el material fabricado por LMD como el fabricado por EBM presentan unos granos preliminares β direccionados en el sentido de fabricación. La mayor diferencia microestructural radica en las fases que componen dichos granos. En las muestras de LMD LP, predomina la fase martensítica α' en forma acicular; en las muestras LMD HP, aparece una microestructura mixta de $\alpha'+\alpha$; y en el EBM una estructura laminar de fases $\alpha+\beta$. Las muestras de LMD se han fabricado sobre un sustrato forjado que presenta la microestructura típica de este material consistente en fase α equiaxial en matriz de fase β .

La comparación de propiedades mecánicas muestra que, en estado bruto, sin tratamiento térmico, el material LMD presenta un alargamiento menor que las fabricadas por EBM debido a la mayor fragilidad de la fase martensítica α' presente en las muestras fabricadas por láser. Este problema se corrige parcialmente tras un tratamiento de recocido realizado a las muestras fabricadas por LMD. Para el caso del EBM, se observa que la resistencia a tracción puede ser incrementada mediante un tratamiento de solubilización y envejecimiento, aunque el alargamiento descendería una parte.

El estudio de crecimiento de grietas por fatiga del material fabricado por EBM muestra unos valores de ΔK_{th} similares al LMD HP y mayores que los obtenidos para el LMD LP en las dos direcciones de propagación de grieta. Los valores obtenidos para la tenacidad a la fractura son similares para las dos tecnologías. En el caso del material EBM con tratamiento de solubilización y envejecido, los valores del umbral aumentan considerablemente en la dirección vertical (grieta paralela a la dirección de fabricación), siendo comparables a los valores obtenidos para el material forjado. Con el mismo tratamiento térmico, la tenacidad a la fractura aumenta en la dirección de propagación horizontal para el material EBM.

En análisis de los mecanismos de propagación muestran que en el LMD, el principal mecanismo de propagación de la grieta consiste en la interacción con las fases α/α' , mientras que en el EBM consiste en la interacción con las colonias de láminas α . El estudio de crecimiento de grietas ha sido ampliado con un estudio de la superficie de la fractura mediante microscopio electrónico de barrido SEM. En este estudio se han medido las distancias entre estriamientos de fatiga en las tres regiones de la fractura.

Abstract

Additive manufacturing (AM) technology is capable of building 3D near-net-shaped functional parts directly from computer models using unit materials, such as powder or wire. Additive manufacturing's computer-aided design offers superior geometrical flexibility. The near-net-shaping capability also significantly reduces materials waste. These benefits make AM desirable for critical applications, including aerospace and ground transportation, medical, and others. Confident utilization of the technology requires thorough understanding of the AM materials, ensuring that structural integrity and performance requirements are met or exceeded. In this study, Ti-6Al-4V fabricated by two AM techniques: Laser Engineered Net Shaping (LENS) and Electron Beam Melting (EBM) were investigated and critically compared. Samples were built using various processing parameters and heat treated under different conditions, which resulted in different microstructures and mechanical properties. Characteristic microstructures were determined for all cases. Room temperature tensile and fatigue crack growth properties were also evaluated and compared in different orientations with respect to the building direction. The effects of post-AM heat treatments on microstructure and properties were also studied. The results are systematically presented and discussed from the material/process optimization, structural design, and fatigue life prediction perspectives.

5.1 Introduction

Additive manufacturing (AM) represents a family of advanced near-net-shaping techniques able to build 3D geometries directly from computer models, using unit materials, most commonly powder and wire. The superior geometrical flexibility of AM and its great potential in lowering the cost of production led to the development of numerous AM techniques [1]. Standardized definitions and terminologies were developed specifically for AM (ASTM F2792-12a) to categorize techniques that share processing similarities. Among these categories, direct energy deposition and powder bed fusion are commonly used for manufacturing metallic materials. In this study, laser engineered net shaping (LENS), which belongs to the direct energy deposition category, and electron beam melting (EBM), which belongs to the powder bed fusion category, are investigated and compared.

LENS technique was originally developed at Sandia National Laboratories and was commercialized by Optomec, Inc. in 1997 [2]. In the same year, the Swedish company Arcam AB was founded, and published its first patent for the EBM technique in 2001 [3]. Schematic representations illustrating the working principles of LENS and EBM are shown in Figure 51 [1]. During the LENS process, the laser beam creates a melting pool on a substrate placed onto the x-y table, material powder is injected into the melting pool to be fused, and then the melted material solidifies into a bead. At the same time, the substrate moves with the x-y table (in x-y directions), enabling the selective deposition of the first layer. Next, the laser beam and material deposition head move together upward (in z direction) to start the deposition of the second layer. This procedure is repeated until a 3D geometry is completed. The finished part can be separated from the substrate by machining (apart from the cases where LENS is applied for repair). During the EBM process, material powder is provided by powder hoppers instead, and is uniformly distributed in one layer on the build platform by a rake. The powder in this layer is selectively sintered by the electron beam. After the first layer is completed, the build platform lowers, allowing a new layer of powder to be uniformly distributed on top of the first layer. This new layer of powder is again selectively sintered. The process continues until a complete 3D geometry is built. The geometry is then freed by blasting off the excess powder, which can be partially reused.

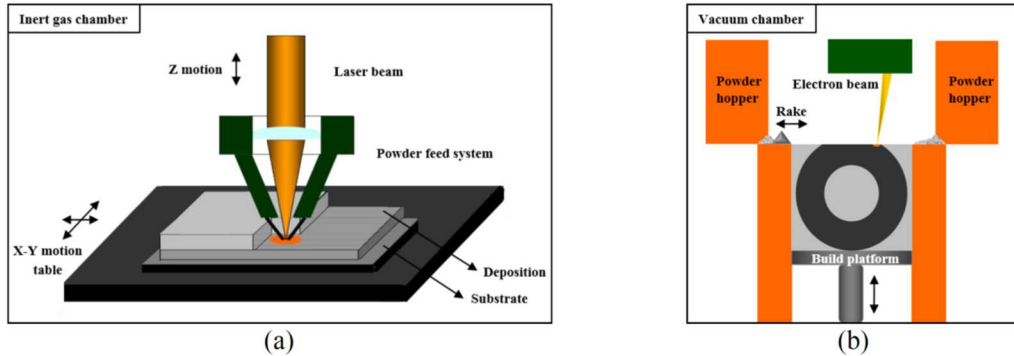


Figure 51. Working principles of (a) LENS and (b) EBM techniques [1].

Research studies have been carried out for both LENS and EBM, pertaining to process optimization and materials characterization. Microstructure evolution of titanium alloys during LENS fabrication and the resulting mechanical properties were studied [4-12]. Unique microstructural features such as columnar grains and lamellar microstructures were observed, which have significant effects on the mechanical properties of the materials. The morphologies of these microstructural features were greatly affected by processing parameters, including laser power and scanning speeds [6-10]. Tensile properties of EBM Ti-6Al-4V were extensively studied [13-22]. Noticeable data deviations were observed [13,14] due to variations in build parameters, which resulted in differences in material composition, microstructures, porosity and others [15]. The influence of testing orientations was also studied considering the unique microstructures in EBM materials [21,22], as well as the effects of heat treatments [13,17,19].

Despite numerous studies characterizing the AM materials, their fatigue and fatigue crack growth properties and mechanisms are not well understood [17,23]. Leuders et al. [23] conducted in-depth studies on the fatigue crack growth behavior in Ti-6Al-4V fabricated by selective laser melting (SLM is another powder bed fusion AM technique, using laser beam as a heat source) in both as-fabricated and heat-treated conditions. The fatigue crack growth behavior was also correlated to microstructure using electron backscatter diffraction (EBSD) analysis. It was observed that martensitic α' phase is unfavorable and can be tailored by heat treatment. It was also concluded that while porosity mainly influences the fatigue crack growth threshold, the subsequent phases of crack growth are mainly affected by internal stresses. Edwards et al. [17] evaluated the fatigue and fatigue crack growth properties of Ti-6Al-4V manufactured by EBM. It was observed that EBM Ti-6Al-4V has similar behavior to wrought Ti-6Al-4V in Region I of fatigue crack growth and has slower crack propagation rates in Regions II and III.

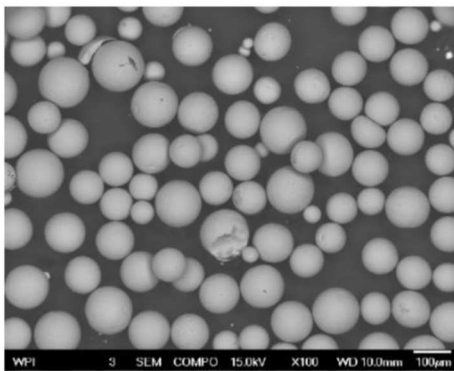
In this study, microstructure evolution in Ti-6Al-4V during LENS and EBM fabrications were investigated. Tensile and fatigue crack growth tests were conducted, and failure mechanisms

at the microstructural scale were established. Surface properties were examined, the effects of post-AM heat treatments were also studied.

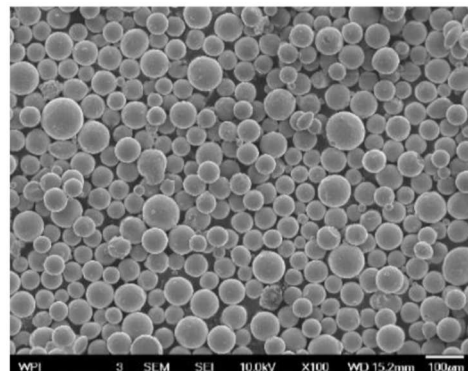
5.2 Experimental procedure

5.2.1 Powder precursors and fabrication conditions

Spherical PREP (plasma rotating electrode process) and GA (gas atomization) Ti-6Al-4V powders were used in LENS and EBM fabrication, respectively, as shown in Figure 52. Powder precursor used in EBM, Figure 52 (b), contains 50% reused powder [24].



(a) Average particle size: 84 μm



(b) Average particle size: 73 μm

Figure 52. (a) LENS PREP powder and (b) EBM GA powder [24].

LENS builds were fabricated using an Optomec LENS 850-R system. Two sets of processing parameters were applied, as detailed in Table 9. EBM builds were fabricated using two models, A2 and Q10, with processing parameters defined by internal algorithms of the Arcam machines.

Table 9. LENS processing parameters

	Low power	High power
Laser power (W)	330	780
Powder feed rate (g/min)	1.0	2.0
Layer thickness (mm)	0.3	0.4
Hatch spacing (mm)	0.5	1.0
Deposition speed (m/min)	0.6	0.8

Near-net-shaped LENS and EBM builds are shown in Figure 53 (a-c). Every LENS build needed a substrate which was then removed by machining, Figure 53 (a, b). The substrate

plates were mill-annealed Ti-6Al-4V. EBM builds were manufactured in batches on top of a steel platform, Figure 53 (c). Several lightly sintered layers were built between the EBM builds and the platform, enabling the builds to be easily freed upon fabrication completion. The geometries of all builds were carefully designed for convenient extraction of standard metallography, tensile, and fatigue crack growth specimens, while maintaining minimal material removal, Figure 53 (d-f).

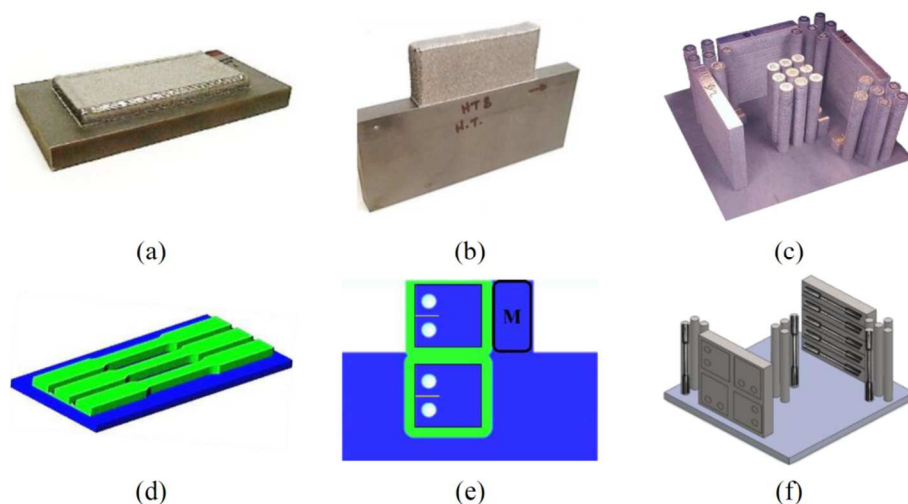


Figure 53. Near-net-shaped (a,b) LENS and (c) EBM builds; (d-f) extraction of testing specimens for tensile and fatigue crack growth studies (M stands for metallographic specimen).

5.2.2 Surface examination, metallographic preparation, and mechanical testing

Surface topography and roughness were examined using an Olympus LEXT OLS4000 laser confocal microscope. Measurements were conducted on the side surfaces of LENS builds, Figure 53 (b), for both low and high power cases; and on the side surface of one A2 rectangular EBM build, Figure 53 (c).

Metallographic specimens were mounted in Bakelite and polished using diamond suspension. Samples were etched with Kroll's reagent (2% HF, 6% HNO₃, and 92% DI H₂O). Microstructures were characterized using Nikon's MA 200 Eclipse optical microscope with Elements-D image analysis software.

Rectangular and round tensile specimens were machined per ASTM E8, with a gage length of 25 mm. Room temperature tensile tests were conducted using an Instron universal testing machine, at a strain rate of 1.3 mm/min.

Fatigue crack growth experiments were performed using compact tension specimens machined per ASTM E647. Detailed geometry and dimensions are shown in Figure 54 and Table 10.

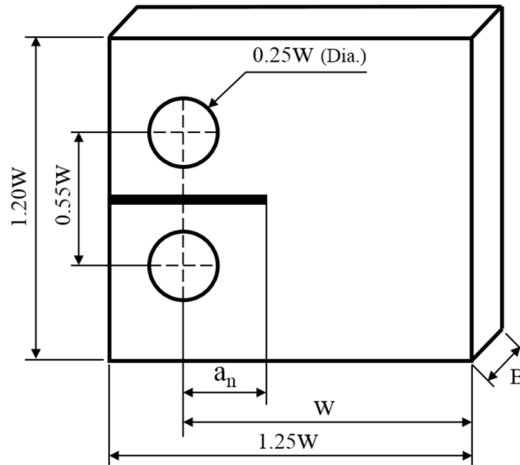


Figure 54. ASTM E647 standardized compact tension specimen ($a_n = 0.2w$; $w/20 \leq B \leq w/4$).

Table 10. Compact tension specimen dimensions used for LENS and EBM Ti-6Al-4V testing

	LENS	EBM
Specimen width, w (mm)	32	36
Initial notch length, a_n (mm)	6.4	7.1
Overall specimen geometry (mm^3)	$40 \times 38 \times 6$	$45 \times 43 \times 9$

Constant stress ratio tests at $R = 0.1$ were performed at room temperature in laboratory air, with a relative humidity of 20-50%. The tests were run under K-control at a cyclic frequency of 20 Hz in order to generate data in Regions I and II. Specifically, a K-gradient of -0.2/mm was used for the decreasing K part of the test to determine the crack growth threshold value, ΔK_{th} . Region II data were generated under increasing K tests with a K-gradient of +0.2/mm. The final parts of the tests were run at constant load at a cyclic frequency of 5 Hz to generate data in Region III of fast crack growth. Generated fatigue crack growth data were analyzed using Fracture Technology Associates' automated fatigue crack growth analysis software and plotted in Grapher™. To establish the fatigue crack propagation mechanisms, one half of the fractured compact tension specimens were vertically sectioned through the middle of the thickness and metallographically prepared for 2D examination of the crack path. The other half was used for examinations of the fracture surfaces using a JEOL-7000F scanning electron microscope (SEM).

5.3 Results and discussion

5.2.1 Surface topography examination and roughness measurements

Axonometric projections of the surfaces of LENS and EBM builds are shown in Figure 55. The “sandpaper-like” surface finish observed in previous study [1] can be seen more clearly here as peaks and valleys, resulted from partially melted powder. The corresponding elevation plots are shown in Figure 56, with colors scaling the elevation change of the surface features. The roughness parameters and areal surface roughness values, S_a , are measured, as shown in Table 11. It was observed that LENS high power fabrication yields the highest surface roughness values. In addition, the size of the surface features in the EBM build is very similar to the original EBM powder particle size, indicating that using finer powder precursor may refine the surface finish of EBM builds. The size of surface features in LENS is determined by processing parameters.

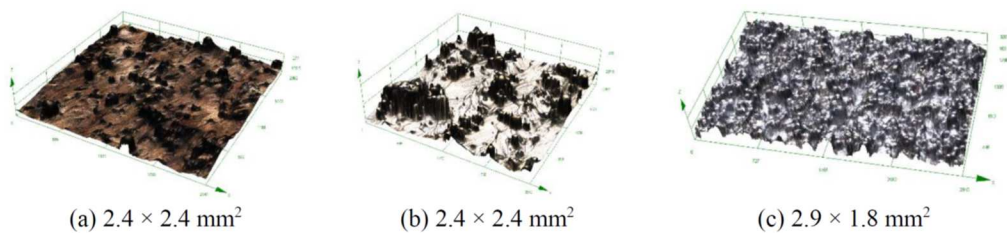


Figure 55. Axonometric projections of the surfaces of (a,b) LENS low and high power builds and (c) EBM A2 build.

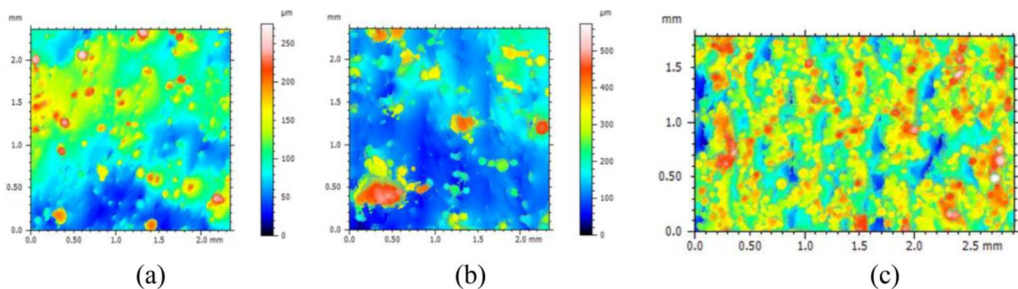


Figure 56. Elevation plots of (a,b) LENS low and high power builds and (c) EBM A2 build.

Table 11. Surface roughness parameters for LENS low and high power, and EBM builds

	LENS low power	LENS high power	EBM A2
Relative peak height, S_p (μm)	174	414	174
Relative valley depth, S_v (μm)	102	160	163
Absolute peak height, S_z (μm)	276	574	337
Areal surface roughness, S_a (μm)	30.6	63.9	45.7

5.2.2 Microstructure characterization

5.3.2.1 LENS Ti-6Al-4V

Cross-sectional panoramic images showing the entire build height (4 cm) were taken at low magnification for both low and high power fabricated Ti-6Al-4V, as shown in Figure 57 (a, b). Columnar β grains form as a result of heat extraction from the substrate. Heat affected zones are observed at build-substrate interfaces (macro-HAZ) due to partial melting of the substrate. Layer bands can be seen due to microstructure coarsening at the layer boundaries (micro-HAZ), caused by partial remelting of previous layers. Wider macro-HAZ ($\sim 800 \mu\text{m}$) and thicker layers (600 - 900 μm) are observed in high power Ti-6Al-4V, compared to those of low power ($\sim 500 \mu\text{m}$ macro-HAZ and 300 - 800 μm layer thickness [1]). In addition, a single round pore is observed near the macro-HAZ in both cases. The size of the pore was bigger in the high power cases than in the low power case, as shown in Figure 58.

At high magnification, low power as-fabricated Ti-6Al-4V shows martensitic microstructure with acicular α' phase ($\sim 0.6 \mu\text{m}$ thick), Figure 57 (c). High power as-fabricated Ti-6Al-4V shows regions of parallel α lath ($\sim 1.7 \mu\text{m}$ thick), as well as regions of acicular α' phase, leading to a mixed microstructure of martensitic α' and $\alpha+\beta$ lamellae, Figure 57 (d). At the prior β boundaries, 1-2 μm thick α layers are observed in the high power condition, but not in low power case, Figure 57 (c, d), indicating a slower cooling during high power fabrication due to higher energy input per unit time. The mill-annealed substrate shows a microstructure of equiaxed α in β matrix, Figure 57 (e).

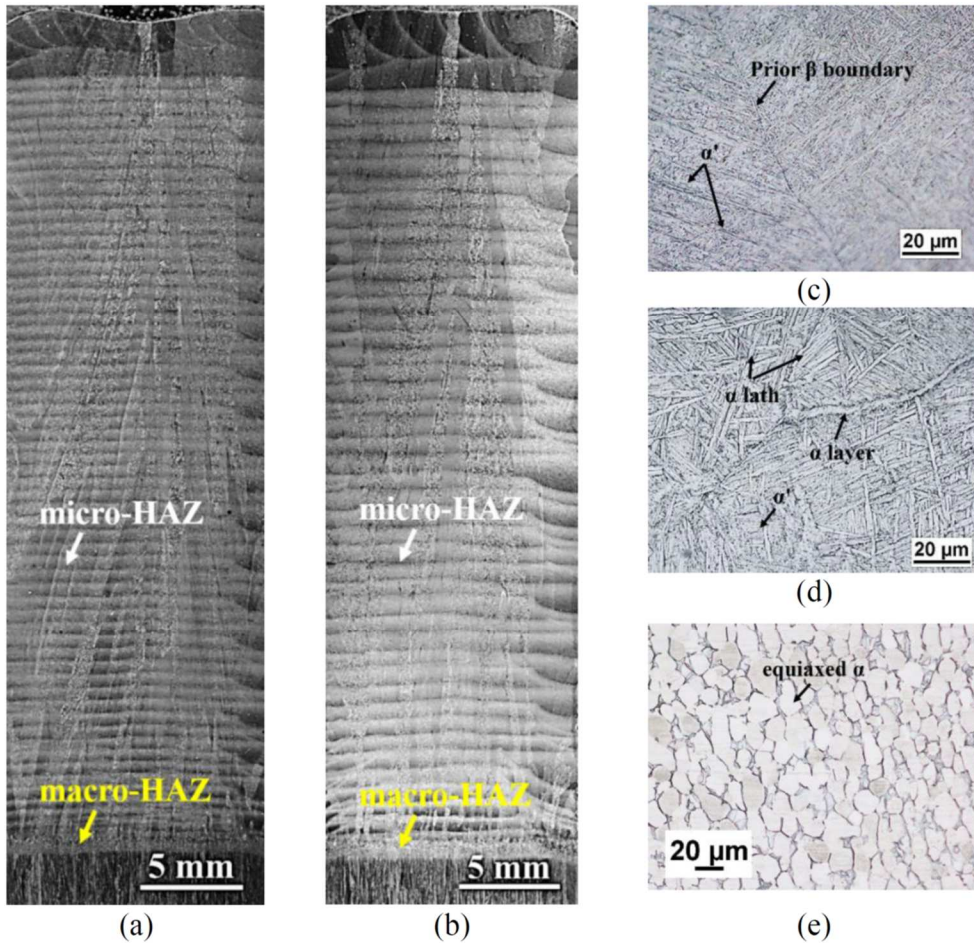


Figure 57. Cross-sectional panoramas of (a) LENS low power and (b) LENS high power as-fabricated Ti-6Al-4V; (c) acicular α' observed in low power condition; (d) mixed microstructure of α' and $\alpha+\beta$ lamellae in high power condition; (e) mill-annealed microstructure of the substrate.

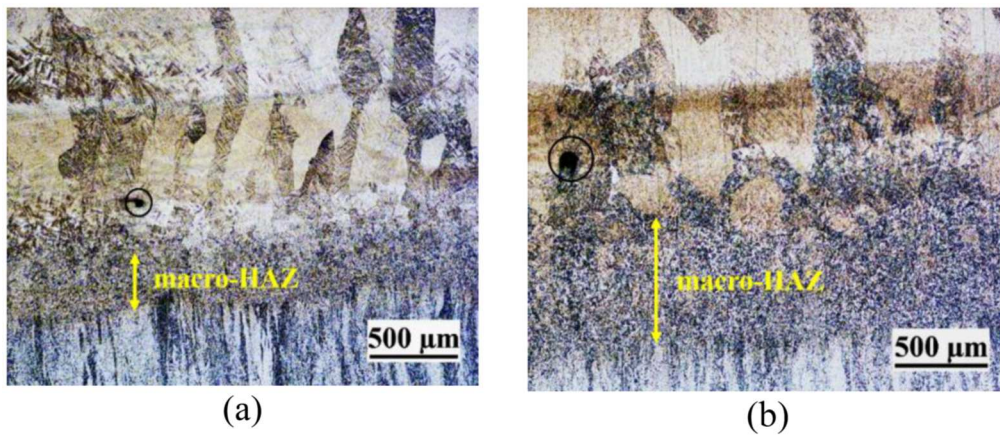


Figure 58. Macro-HAZ and the single pore observed in (a) low power and (b) high power LENS builds.

5.3.2.2 EBM Ti-6Al-4V

Columnar β grains are also observed in EBM Ti-6Al-4V in both A2 and Q10 conditions, Figure 59 (a, b). Different from LENS fabrication, which is typical of fast cooling, during EBM fabrication the powder bed was held at 650-750°C throughout the building process and was slowly cooled to room temperature when fabrication was completed. Long exposure at high temperature decomposed all the martensitic phases formed in the build during solidification. The slow cooling at the end did not lead to any martensite formation (in Ti-6Al-4V, the critical cooling rate for martensite to form is 410°C/s [25]). Thus, the resulting microstructure in EBM Ti-6Al-4V is fine $\alpha+\beta$ lamellae. A2 and Q10 conditions are observed to yield similar microstructures, Figure 9(c, d). In addition, two types of pores were found in EBM Ti-6Al-4V: gas pores and pores caused by insufficient melting, as shown in Figure 60 (a,b). Gas pores are found in both A2 and Q10 batches with homogeneous distribution. These pores are spherical in shape and are ~10 μm in diameter. Insufficient melting related pores are only observed in the A2 batch and show higher presence near the deposition edges. These pores are elongated in a direction parallel to the layers. Comparing to A2 batch, which has an average of 0.15% porosity, Q10 batch shows an average of 0.06% porosity, indicating Q10 as a more favorable machine model than A2 [24].

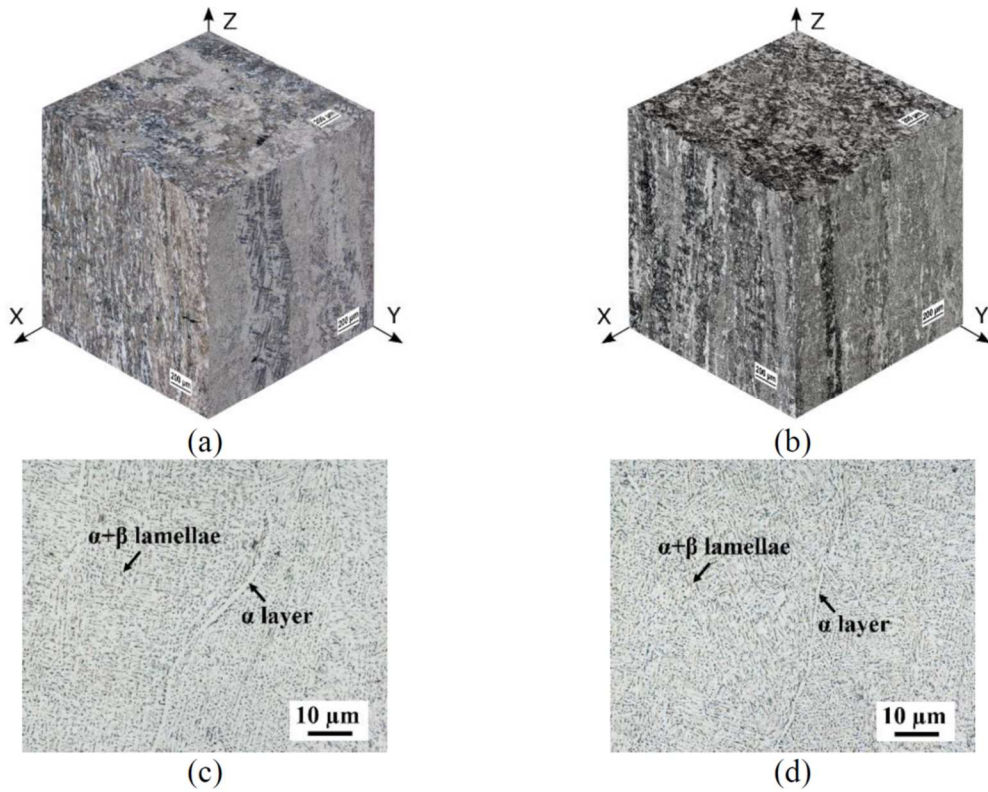


Figure 59. (a,b) 3D panoramas of EBM Ti-6Al-4V fabricated by A2 and Q10 machine models; (c,d) high magnification images showing fine $\alpha+\beta$ lamellar microstructure in both A2 and Q10 conditions [24].

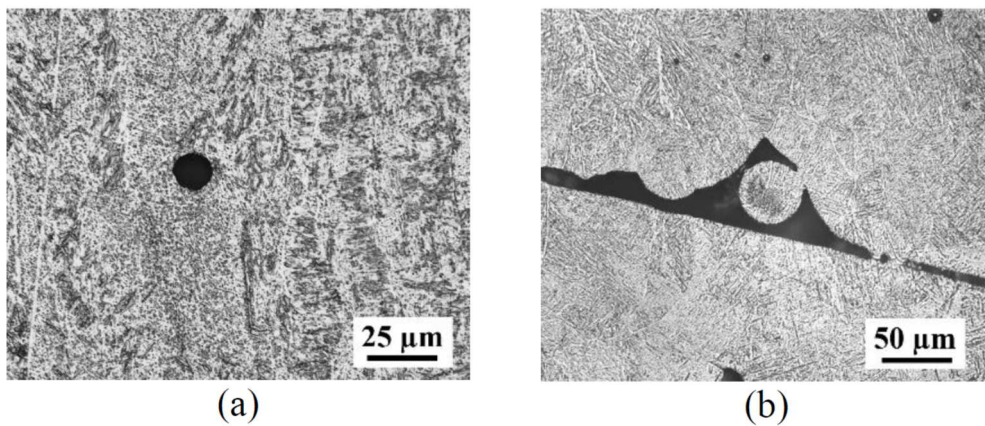


Figure 60. Porosity in EBM: (a) gas porosity and (b) insufficient melting induced porosity [24].

5.2.3 Room temperature tensile properties and effects of post-AM heat treatments

5.3.3.1 Tensile properties of as-fabricated LENS and EBM Ti-6Al-4V

LENS tensile tests were conducted in horizontal direction, Figure 53 (a, d). EBM tensile tests were conducted in both horizontal and vertical directions, Figure 53 (c, f). The results are compared to mill-annealed Ti-6Al-4V in Table 12. It was observed that both LENS and EBM yield higher tensile strength than mill-annealing. While the ductility is comparable between EBM and mill-annealed Ti-6Al-4V, LENS Ti-6Al-4V yields significantly lower ductility due to the presence of martensitic α' phase. LENS high power Ti-6Al-4V has slightly lower strength and higher ductility due to a lower fraction of martensite compared to the low power condition. Martensitic phase does not exist in EBM Ti-6Al-4V due to powder bed heating, which leads to higher ductility than that of LENS Ti-6Al-4V

Table 12. Room temperature tensile properties of as-fabricated LENS and EBM Ti-6Al-4V

	YS (MPa)	UTS (MPa)	el (%)
LENS low power	1005	1103	4
LENS high power	990	1042	7
EBM A2 horizontal	1006	1066	15
EBM A2 vertical	1001	1073	11
EBM Q10 horizontal	973	1032	12
EBM Q10 vertical	1051	1116	15
Mill-annealed	970	1030	16

5.3.3.2 Effects of post-AM heat treatments

For LENS, a simple post fabrication heat treatment was used considering that LENS is more suitable for repair, which requires the original microstructure of the substrate to be retained. The post-LENS heat treatment applied was: 760°C +/- 4°C for 1 hour in vacuum, followed by air cool. This heat treatment allows for stress relief and decomposition of martensitic phase without influencing the substrate. EBM technique is more suitable for component manufacturing; therefore, it is important to investigate different heat treatments in order to tailor the microstructure and mechanical properties for various applications.

The hardening mechanism of Ti-6Al-4V lies in the instability of high-temperature β phase at lower temperatures. Solution treating increases the volume fraction of β phase, which can be retained by quenching. Subsequent aging decomposes the unstable β and martensitic α' , thus providing high strength [26]. To study the effects of aging temperature and time, a series of heat treatments were performed, as schematically shown in Figure 61. Tensile testing results are plotted in Figure 62 [24].

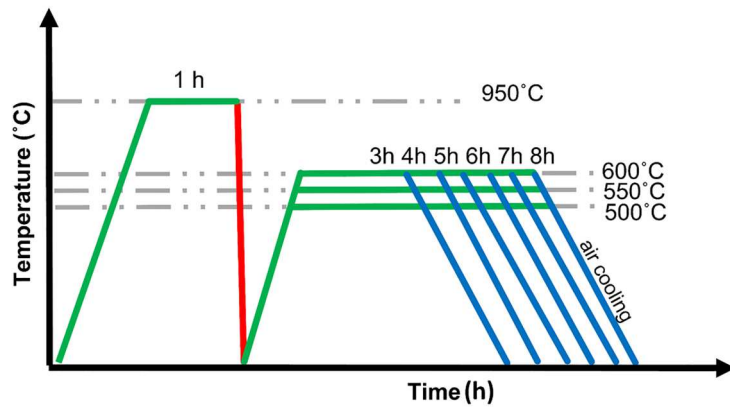


Figure 61. Thermal routes of different heat treatments conducted for EBM Ti-6Al-4V.

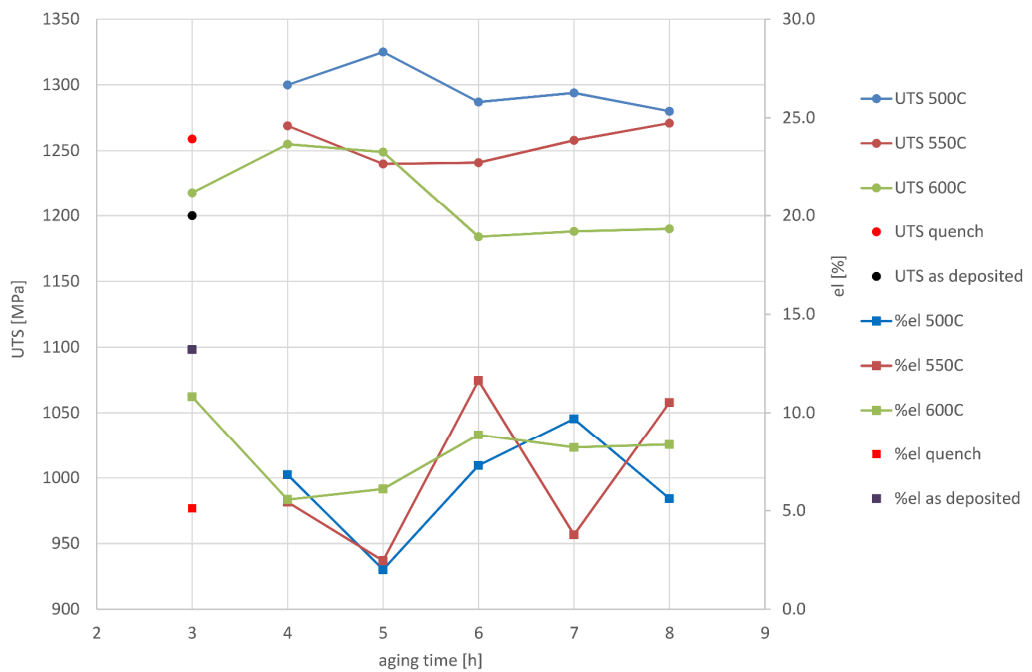


Figure 62. Tensile properties of EBM Ti-6Al-4V after various heat treatments [24].

It was observed that aging at 500°C for 7 hours produces high tensile strength and moderate ductility, making this heat treatment optimal. The heat treated tensile data for LENS and EBM Ti-6Al-4V are compared in Table 13.

Table 13. Room temperature tensile properties of heat treated LENS and EBM Ti-6Al-4V

	YS (MPa)	UTS (MPa)	e1 (%)
LENS low power	1000	1073	9
LENS high power	991	1044	10
EBM Q10	1039	1294	10

5.2.4 Fatigue crack growth data and mechanisms

5.3.4.1 Fatigue crack growth data

Fatigue crack growth tests were conducted in both horizontal and vertical directions for both LENS and EBM Ti-6Al-4V. Illustrations of the compact tension specimens showing crack growth directions with respect to the building direction (B) and columnar grains are shown in Figure 63.

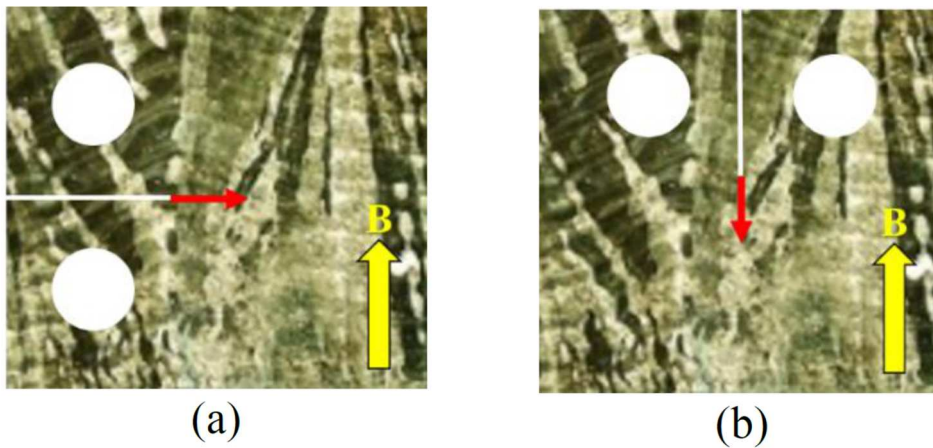


Figure 63. Fatigue crack propagation directions with respect to the building direction (B) and columnar grains in (a) horizontal and (b) vertical propagation directions.

Data for LENS and EBM Ti-6Al-4V in horizontal and vertical propagation directions, in both as-fabricated and heat treated conditions are plotted in Figure 64 (a,b) and Figure 64 (c), respectively. LENS Ti-6Al-4V has lower threshold values, ΔK_{th} , and higher fracture toughness values, ΔK_{FT} , than mill-annealed Ti-6Al-4V. Comparisons between LENS Ti-6Al-4V in both horizontal and vertical directions indicate that low power fabrication yields slightly lower ΔK_{th} than high power fabrication due to the presence of martensitic α' phase. After post-LENS annealing, slight increase in ΔK_{th} is observed as a result of α' decomposition. In EBM Ti-6Al-

4V, A2 and Q10 models yield similar threshold and toughness values, thus only data from Q10 batch are presented here along with the heat treated results (using the optimal aging temperature and time). As-fabricated EBM data show similar ΔK_{th} to LENS high power heat treated data due to their similar microstructure (fine $\alpha+\beta$ lamellar). ΔK_{FT} values of as-fabricated EBM Ti-6Al-4V are comparable to those of LENS Ti-6Al-4V.

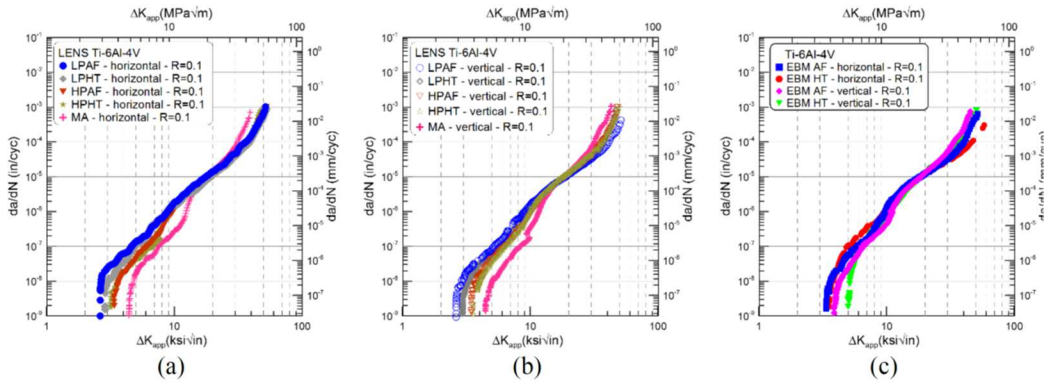


Figure 64. Fatigue crack growth data for LENS Ti-6Al-4V in (a) horizontal and (b) vertical propagation directions, and (c) EBM Ti-6Al-4V [24], before and after heat treatment (LP – low power, HP – high power, AF – as-fabricated, HT – heat treated).

5.3.4.2 Fatigue crack propagation mechanisms

The microstructures of LENS and EBM Ti-6Al-4V all contain columnar β grains and very fine α morphologies: acicular α' in LENS low power as-fabricated Ti-6Al-4V; α' mixed with fine $\alpha+\beta$ lamellar in LENS high power as-fabricated Ti-6Al-4V; fine $\alpha+\beta$ lamellar in LENS heat treated and EBM Ti-6Al-4V. Crack path side profiles for both LENS and EBM Ti-6Al-4V, Figure 65 (a-f), show that crack interaction with these fine α morphologies is the primary mechanism in all regions of fatigue crack growth. For mill-annealed Ti-6Al-4V, Figure 65 (g-i), crack mainly interacts with equiaxed α in Region I, Figure 65 (g). As the crack tip driving force (ΔK) increases, crack interaction with β is observed, Figure 65 (h), and in Region III, crack propagation through β phase becomes the primary mechanism, Figure 65 (i).

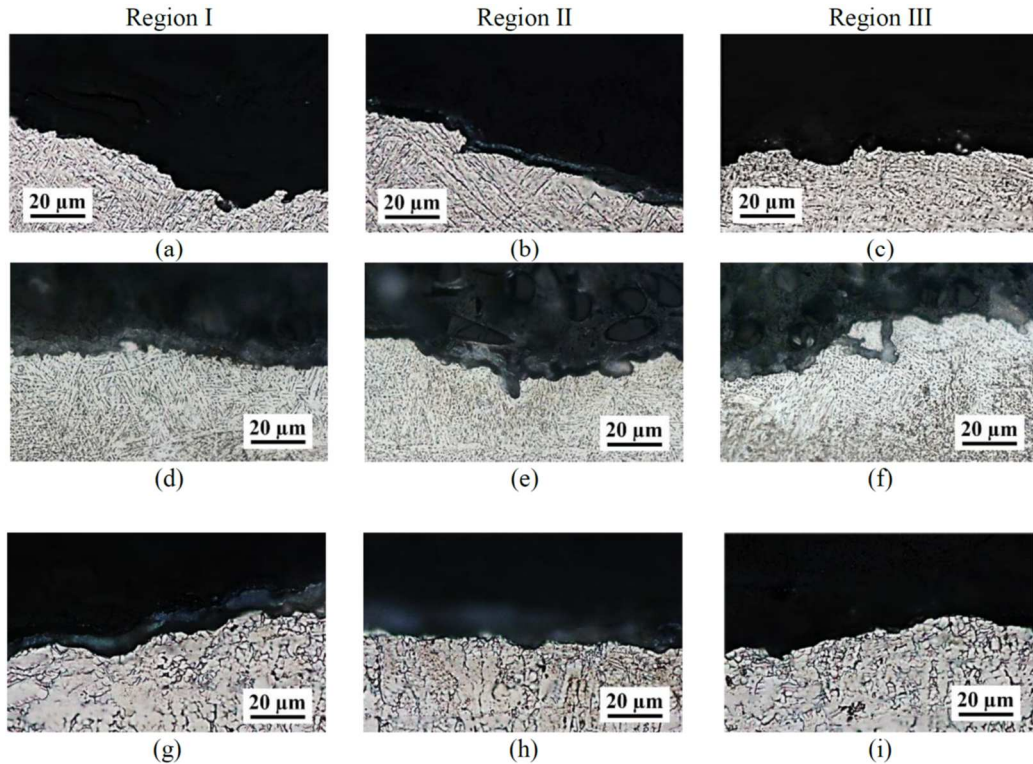


Figure 65. Fatigue crack growth side profiles for (a-c) LENS, (b-f) EBM [24], and (g-i) mill-annealed Ti-6Al-4V.

Representative SEM fractographs were taken for LENS, EBM, and mill-annealed Ti-6Al-4V at three locations representing Regions I, II, and III of fatigue crack growth, as shown in Figure 66. For all materials, fracture surfaces reveal facets in Region I, Figure 66 (a, d, g), resulting from the crystallographic mode of crack propagation near threshold. In Regions II and III, fatigue striations were observed, and the striation spacing values are reported in Figure 66 (b, c, e, f, h, i).

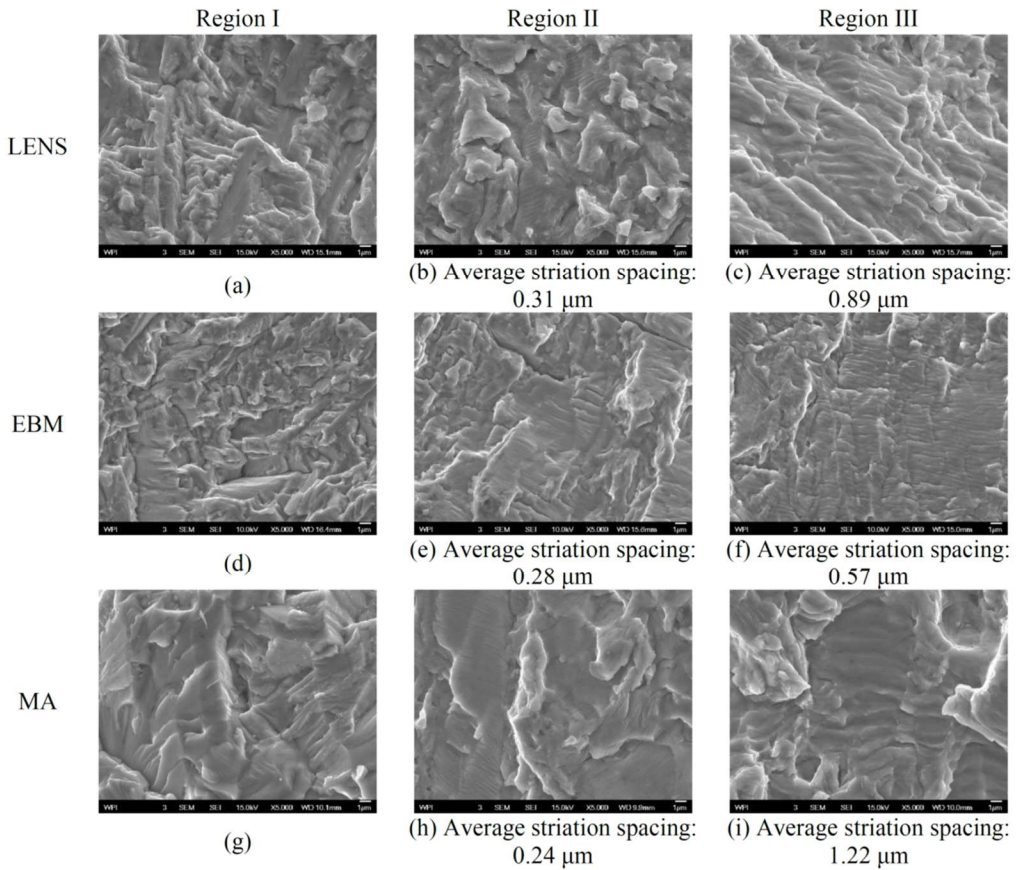


Figure 66. Fractographs of LENS, EBM, and mill-annealed (MA) Ti-6Al-4V in (a, d, g) Region I, (b, e, h) Region II, and (c, f, i) Region III of fatigue crack growth.

5.4 Conclusions

In this study, microstructure evolution in Ti-6Al-4V fabricated by LENS and EBM were investigated. Mechanical properties, including tensile and fatigue crack growth, were systematically examined. Fatigue damage mechanisms were also correlated to the materials' characteristic microstructural features, which were further tailored by post-AM heat treatments. A summary of the findings is provided here:

- The layering procedure during LENS and EBM results in unique microstructural features in Ti-6Al-4V, including columnar prior β grains, layer bands, and very fine α morphologies.

- The presence of unstable martensitic α' in LENS Ti-6Al-4V significantly increases tensile strength but lowers ductility. Fine $\alpha+\beta$ lamellar microstructure produced by EBM, or by conducting post-LENS heat treatment, yields high strength as well as moderate ductility.
- Solution treating and aging is able to further strengthen AM fabricated Ti-6Al-4V with minor decrease in ductility.
- Fine α morphologies in LENS and EBM Ti-6Al-4V yield lower thresholds but higher fracture toughness values than the coarser equiaxed α morphology in mill-annealed Ti-6Al-4V.
- Martensitic α' predominant in LENS low power as-fabricated Ti-6Al-4V is unfavorable and leads to lower fatigue crack growth threshold. Increases in thresholds are achieved by conducting heat treatment.
- Crack interaction with fine α morphologies is the primary mechanism in all regions of fatigue crack growth.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors thank the consortium members of the Integrative Materials Design Center (iMdc) for supporting the additive manufacturing program at Worcester Polytechnic Institute (WPI). Special thanks to Eric Brown and Gregory Vigilante from Benét Laboratories, and to Ryan Dehoff and Michael Kirka from Oak Ridge National Laboratory (under contract DE-AC05-00OR22725) for providing LENS and EBM Ti-6Al-4V testing materials, and for valuable technical discussions. The authors also thank Matthew Gleason from the Surface Metrology Laboratory at WPI for his help with the examination of the surface properties.

REFERENCES

- [1]. Y. Zhai, D.A. Lados, and J.L. LaGoy, Additive manufacturing: making imagination the major limitation, *JOM* 66 (5) (2014) 808-816.
- [2]. R.R. Mudge and N.R. Wald, Laser engineered net shaping advances additive manufacturing and repair, *Welding Journal* 86 (1) (2007) 44-48.
- [3]. L.E. Andersson and M. Larsson, Device and arrangement for producing a three-dimensional object, Patent US7537722, May 26, 2009.
- [4]. M.L. Griffith, M.T. Ensz, J.D. Puskar, C.V. Robino, J.A. Brooks, J.A. Philliber, J.E. Smugeresky and W.H. Hofmeister, Understanding the microstructure and properties of components fabricated by laser engineered net shaping (LENS), *MRS Proceedings* 625 (9) (2000), doi:10.1557/PROC-625-9.
- [5]. M.L. Griffith, D.M. Keicher, and C.L. Atwood, Free form fabrication of metallic components using laser engineered net shaping (LENS), *Solid Freeform Fabrication Symposium Proceedings* 125 (1996).
- [6]. X. Wu, J. Liang, J. Mei, C. Mitchell, P.S. Goodwin, and W. Voice, Microstructures of laser-deposited Ti-6Al-4V, *Materials & Design* 25 (2) (2004) 137-144.
- [7]. F. Wang, J. Mei, and X. Wu, Microstructure study of direct laser fabricated Ti alloys using powder and wire, *Applied Surface Science* 253 (3) 30 (2006) 1424-1430.
- [8]. X. Wu, R. Sharman, J. Mei, and W. Voice, Microstructure and properties of a laser fabricated burn-resistant Ti alloy, *Materials and Design* 25 (2004) 103-109.
- [9]. X. Wu and J. Mei, Near net shape manufacturing of components using direct laser fabrication technology, *Journal of Materials Processing Technology* 135 (2003) 266-270.
- [10]. X. Wu, R. Sharman, J. Mei, and W. Voice, Direct laser fabrication and microstructure of a burn-resistant Ti alloy, *Materials and Design* 23 (2002) 239-247.
- [11]. S.M. Kelly and S.L. Kampe, Microstructural evolution in laser-deposited multilayer Ti-6Al-4V builds: part I: microstructural characterization, *Metallurgical and Materials Transactions A* 35 (6) (2004) 1861-1867.
- [12]. S.M. Kelly and S.L. Kampe, Microstructural evolution in laser-deposited multilayer Ti-6Al-4V builds: part II: thermal modeling, *Metallurgical and Materials Transactions A* 35 (6) (2004) 1869-1879.

- [13]. L. Facchini, E. Magalini, P. Robotti, and A. Molinari, Microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V produced by electron beam melting of pre-alloyed powders, *Rapid Prototyping Journal* 15 (2009) 171-178.
- [14]. M. Koike, K. Martinez, L. Guo, G. Chahine, R. Kovacevic, and T. Okabe, Evaluation of titanium alloy fabricated using electron beam melting system for dental applications, *Journal of Materials Processing Technology* 211 (2011) 1400-1408.
- [15]. X. Gong, T. Anderson, and K. Chou, Review on powder-based electron beam additive manufacturing technology, *ASME/ISCIE International Symposium on Flexible Automation proceedings* (2012) pp 507-515.
- [16]. B.S. Bass, Validating the Arcam EBM process as an alternative fabrication method for Ti-6Al-4V alloys, Master of Science thesis, North Carolina State University (2007).
- [17]. P. Edwards, A. O'Conner, and M. Ramulu, Electron beam additive manufacturing of titanium components: properties and performance, *Journal of Manufacturing Science and Engineering* 135 (6) (2013) 10-16.
- [18]. H. Rafi, N. Karthik, H. Gong, T.L. Starr, and B.E. Stucker, Microstructures and mechanical properties of Ti-6Al-4V parts fabricated by selective laser melting and electron beam melting, *Journal of Materials Engineering and Performance* 22 (2013) 3872-3883.
- [19]. L.E. Murr, E.V. Esquivel, S.A. Quinones, S.M. Gaytan, M.I. Lopez, E.Y. Martinez, F. Medina, D.H. Hernandez, E. Martinez, J.L. Martinez, S.W. Stafford, D.K. Brown, T. Hoppe, W. Meyers, U. Lindhe, and R.B. Wicker, Microstructures and mechanical properties of electron beam-rapid manufactured Ti-6Al-4V biomedical prototypes compared to wrought Ti-6Al-4V, *Materials Characterization* 60 (2) (2009) 96-105.
- [20]. M. Svensson and U. Ackelid, Titanium alloys manufactured with electron beam melting mechanical and chemical properties, *Materials and Processes for Medical Devices Conference (MDM V)* (2010) 189-194.
- [21]. N. Hrabe and T. Quinn, 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, *Materials Science and Engineering A* 573 (2013) 271-277.
- [22]. N. Hrabe and T. Quinn, Effects of processing on microstructure and mechanical properties of a titanium alloy (Ti-6Al-4V) fabricated using electron beam melting (EBM) part 1: distance from build plate and part size, *Materials Science and Engineering A* 573 (2013) 264-270.

[23]. S. Leuders, M. Thöne, A. Riemer, T. Niendorf, T. Tröster, H.A. Richard, and H.J. Maier, On the mechanical behavior of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: fatigue resistance and crack growth performance, *International Journal of Fatigue* 48 (2013) 300-307.

[24]. H. Galarraga, D.A. Lados, R.R. Dehoff, and M.M. Kirka, Effects of the microstructure and porosity on properties of Ti-6Al-4V alloy fabricated by electron beam melting (EBM), submitted to *Additive Manufacturing* (November 2015).

[25]. G. Lütjering and J.C. Williams, *Titanium*, Springer Berlin Heidelberg (2003).

[26]. M.J. Donachie, *Titanium: a technical guide*, ASM international (2000).

6 CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS

6.1 Conclusiones

La simulación mediante análisis de elementos finitos (FEA) realizada sobre la trayectoria del haz de electrones en la fabricación de un cubo, ha mostrado que el historial térmico del proceso EBM, así como en otras tecnologías de fabricación aditiva análogas donde la fuente de energía funde el material de manera puntual, tienen una alta complejidad debido a la influencia de los baños de fusión contiguos y del proceso de barrido de las capas superiores. Algunos parámetros de barrido, tales como la velocidad del haz, la estrategia de barrido y la potencia del haz de electrones, son también factores determinantes en el historial térmico. No obstante, la simplificación del historial térmico en tres etapas de enfriamiento rápido-mantenimiento a temperatura de cámara-enfriamiento lento, se reconoce como válida para la interpretación de las transformaciones de fase que se producen durante el proceso EBM.

El estudio de las propiedades mecánicas estáticas mediante ensayo de tracción en diferentes ubicaciones dentro de la cámara de la máquina EBM, para diferentes direcciones de carga, y la comparación de estos resultados con las mediciones de porosidad, ha mostrado que las propiedades de tracción (tensión de rotura, límite elástico y alargamiento) son mayores en las ubicaciones donde la porosidad es menor. Con una porosidad media en el material de un 0.15% en volumen, las diferencias entre las propiedades mecánicas detectadas en diferentes ubicaciones y distancias respecto a la plataforma o base de fabricación están relacionadas principalmente con la porosidad, siendo las variaciones en la microestructura de una importancia secundaria.

Las mejoras posteriores de la tecnología EBM, sobre todo en cuanto a los algoritmos de generación de parámetros de proceso, deberían ser capaz de conciliar las diferencias de porosidad entre el centro y los bordes de la plataforma de fabricación. En cierta manera, esto queda demostrado en los estudios realizados sobre el material fabricado con el modelo de máquina Arcam Q10, donde la porosidad producida por falta de fusión es prácticamente nula. Se debe tener en cuenta que el factor de geometría del componente influye en la sanidad interior del material, por lo que este hecho debería ser comprobado con geometrías más complejas que las trabajadas en esta tesis. Los algoritmos de generación de parámetros utilizados para la fabricación del material estudiado en esta tesis están diseñados para el material Ti-6Al-4V, por lo que otros materiales necesitarían algoritmos específicos.

El estudio de la microestructura, principalmente la variación del espesor de las láminas α y los posteriores estudios de tratamiento de recocido diseñados para controlar esta variable microestructural, han demostrado que la variación en el espesor de las láminas α relacionada con la altura de la ubicación de las muestras desde la plataforma de fabricación depende del tiempo de permanencia de éstas en la cámara de fabricación. La relación espesor de lámina-tiempo-temperatura ha sido establecida mediante una correlación empírica. Cabe destacar la validez de la adopción en esta tesis del método de intersección recomendado por Vander Voort y Roosz para la cuantificación de espesores de perlita en aleaciones férricas, con el fin de medir el espesor de las láminas α . Asimismo, se han desarrollado ecuaciones para correlacionar el espesor de la lámina α con la dureza y las propiedades de tracción del material.

El estudio de diferentes velocidades de enfriamiento a partir de temperaturas de solución por encima de la temperatura β transus, ha revelado que los granos β previos en forma columnar se transforman en granos equiaxiales. La proporción de fase martensítica α' en la microestructura depende de la velocidad de enfriamiento en el rango entre las temperaturas de comienzo y fin de la transformación martensítica. La comparación de las microestructuras y propiedades obtenidas para diferentes velocidades de enfriamiento ha mostrado que el material Ti-6Al-4V ELI fabricado por EBM tiene una resistencia mayor que la estructura formada por granos $\alpha+\beta$ equiaxiales (la tensión de rotura aumenta en un 14%). Se ha constatado que la fase de martensita α' tiene un efecto de fortalecimiento considerable sobre el material, sin embargo, la ductilidad de la aleación disminuye drásticamente con el aumento de la proporción de α' (la tensión de rotura aumenta en un 27%, mientras que la ductilidad disminuye en un 83%).

El estudio de los tratamientos térmicos de solubilización y envejecimiento ha indicado que las propiedades mecánicas del material EBM Ti-6Al-4V ELI pueden alterarse mediante este tratamiento térmico. En esta tesis, se propone un tratamiento térmico de solubilización optimizada que consta de un proceso de solubilización a 950°C durante 1 hora, seguido de un enfriamiento en agua y terminando con un tratamiento térmico de envejecimiento a 500°C

durante 7 horas, con el fin de obtener un equilibrio entre resistencia mecánica y ductilidad (tenacidad mejorada). A falta de estudios posteriores más fehacientes sobre este material, se estima que el tratamiento térmico propuesto también reduzca las tasas de crecimiento de grietas por fatiga y aumente la resistencia a la fractura del material.

En los estudios de propiedades mecánicas tanto estáticas como dinámicas, ha quedado constatada la naturaleza anisotrópica del material estudiado debido a la microestructura columnar orientada en la dirección de fabricación del proceso EBM. Los trabajos realizados en esta tesis con relación a la velocidad de propagación de grietas por fatiga en diferentes direcciones han mostrado que, los umbrales de crecimiento de grieta por fatiga son más altos en la dirección horizontal que en la vertical (paralelo a la dirección de fabricación) para todos los valores de relaciones de tensiones estudiadas con el material EBM Ti-6Al-4V. Se ha constatado que existe un considerable efecto de cierre inducido por la rugosidad de la superficie de fractura que causa diferencias entre el comportamiento en el crecimiento de grietas por fatiga en las dos direcciones estudiadas. El efecto de cierre inducido por la rugosidad no es la única razón por la que los umbrales sean más altos en la dirección horizontal y que las velocidades de propagación de las grietas sean más bajas en la dirección vertical. La mayor ramificación inducida por los granos columnares β preliminares y la tortuosidad generada debido a las capas formadas por el proceso de fusión de cama de polvo capa por capa hacen que la propagación vertical de grietas requiera más energía y en consecuencia, sea más costosa de producir que la propagación en dirección horizontal o perpendicular a la dirección de fabricación.

En esta tesis se ha demostrado que las propiedades de fatiga del material EBM Ti-6Al-4V pueden mejorarse considerablemente mediante la aplicación de un tratamiento térmico de recocido β . El incremento del tamaño de los granos y del espesor de las láminas $\alpha+\beta$ de la microestructura después del tratamiento de recocido β , elimina la anisotropía de la condición de fabricación y aumenta considerablemente la irregularidad de la trayectoria de las grietas de fatiga, incluso aumentando el efecto de cierre inducido por la rugosidad superficial de la fractura.

El efecto de la relación de tensión sobre los valores umbral del material EBM Ti-6Al-4V para las direcciones perpendicular y paralelas respecto a la dirección de fabricación ha sido establecido satisfactoriamente mediante el método de Döker, basado en un modelo de dos fuerzas motrices para el umbral de crecimiento de grietas por fatiga, ΔK_0 y $K_{max, 0}$, que representan las contribuciones cíclicas y de tracción respectivamente.

6.2 Líneas futuras

A continuación, se discuten brevemente las direcciones en las que deben centrarse los estudios posteriores a realizar siguiendo la línea de investigación planteada en esta tesis.

La relación entre los parámetros de fabricación de la máquina EBM y la porosidad resultante debe estudiarse más a fondo y controlarse mejor para garantizar la eliminación total de la porosidad generada por la falta de aporte de energía durante el proceso de barrido. La porosidad generada por falta de fusión está relacionada con la geometría, orientación y disposición de las piezas que se fabrican, debido a que los parámetros de fabricación no están completamente optimizados para esas geometrías. Se pueden realizar estudios de prueba y error, comparando la porosidad obtenida para diferentes geometrías, orientaciones y ubicaciones de piezas utilizando diversos parámetros de proceso.

La simulación del proceso de fabricación EBM mediante softwares basados en métodos de elementos finitos, puede ser útil para obtener parámetros de fabricación más apropiados para cada geometría y minimizar la porosidad producida debido a un control de proceso inadecuado. De todas maneras, el desarrollo de algoritmos de generación de parámetros de proceso es competencia exclusiva de la empresa desarrolladora de la tecnología EBM. Los propios algoritmos son confidenciales y los parámetros de proceso son generados en una especie de “caja negra” en función del material, de la geometría, disposición de la cámara, etc. Por lo tanto, cualquier desarrollo en este sentido debería hacerse en colaboración o bajo la tutela de la empresa sueca *Arcam*, actualmente propiedad de la compañía norteamericana *General Electric*.

Los tratamientos HIP (prensado isostático en caliente) posteriores a la fabricación y los tratamientos térmicos, como el recocido o la solubilización + envejecimiento, pueden modificar significativamente la microestructura y las propiedades mecánicas del material. Se debe realizar un trabajo más extenso sobre la influencia del tratamiento térmico de solubilización y envejecimiento para comprender mejor los beneficios que se pueden obtener, tanto en las propiedades mecánicas estáticas como en las dinámicas.

Los efectos del tiempo de recocido y la temperatura, en el espesor de las láminas α se han estudiado a fondo en esta tesis, así como la relación entre esta característica microestructural y las propiedades de tracción. Sin embargo, se deben realizar más investigaciones que estudien el efecto del espesor de las láminas α en las propiedades de fatiga. Esta investigación puede conducir a información valiosa que podría considerar los tratamientos térmicos de recocido como un proceso in situ durante el proceso de fabricación en la cámara de la máquina EBM. En consecuencia, este tratamiento podría mejorar las propiedades de fatiga de las piezas con un coste mínimo. La diferencia en el grosor de las láminas α a diferentes alturas en la cámara de fabricación debido al tiempo de permanencia, se podría utilizar para fabricar

componentes de una manera en que las zonas susceptibles a la fractura por fatiga sean fabricadas con microestructuras más resistente al crecimiento de grietas por fatiga.

La comparación entre las propiedades de crecimiento de grietas por fatiga y las condiciones de fabricación y de recocido β para diferentes relaciones de tensión, así como los estudios que se realizarían potencialmente con tratamientos térmicos en otras condiciones (solución + envejecimiento o recocido) deben completarse junto con el estudio de propagación de grietas por fatiga pequeñas (de nivel microestructural). Este estudio es necesario para arrojar luz sobre el mecanismo de interacción del crecimiento de grietas por fatiga en varias etapas y diferentes microestructuras de las aleaciones de Ti-6Al-4V.

El trabajo de modelizado actual se ha centrado en desarrollar correlaciones entre varias variables y propiedades: propiedades de porosidad-tensión, propiedades de espesor de láminas α y propiedades de microdureza, así como el modelizado de los valores umbral en diferentes relaciones de tensión. Este trabajo debe continuarse e integrarse en una herramienta computacional integral de proceso-microestructura-propiedad. Este conjunto de herramientas informáticas asistirá al diseño de componentes fabricados por EBM a través de la simulación y predicción de las propiedades del material dependiendo de los parámetros de fabricación, donde se consideraría la microestructura y geometría del material, la orientación y la ubicación de las piezas. En consecuencia, se podrían obtener propiedades deseadas dentro del componente, optimizando la microestructura lograda mediante ajustes en los parámetros de fabricación y / o tratamientos térmicos posteriores al proceso de fabricación en máquina.