

真空热处理对多孔 Ti6Al4V 拉伸和疲劳性能的影响研究

徐广胜^{1,2}, 赖运金^{1,2}, 王凯旋², 张丰收², 刘向宏^{1,2}, 寇宏超¹, 李金山¹, 周 廉^{1,3}

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

(2. 西部超导材料科技股份有限公司, 陕西 西安 710018)

(3. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘 要:采用钛网层叠扩散连接法制备多孔 Ti-6Al-4V 合金, 经过 780 °C/2 h, FC; 950 °C/2 h, FC; 950 °C/2 h, FC+540 °C/4 h, FC 3 种不同真空热处理方法, 获得具有不同显微组织的多孔 Ti6Al4V 合金, 研究孔壁显微组织对合金力学性能的影响。研究表明: 多孔 Ti-6Al-4V 合金的弹性模量、抗拉强度可分别在 9.5~12.2 GPa 和 360~505 MPa 范围内调整, 并获得在 $R=-1$, $f=10$ Hz, $N=5 \times 10^6$ 循环载荷条件下疲劳强度水平为 40~80 MPa。同时发现, 热处理工艺对抗拉强度的影响程度远大于对弹性模量的影响。

关键词: 医用多孔材料; Ti6Al4V; 显微组织; 弹性模量; 拉伸强度; 疲劳性能

中图分类号: TG146.2*3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)05-145-05

人体植入物的寿命不仅与植入物材料本身的强度有关, 而且与植入物及周围骨组织之间的结合息息相关^[1]。在过去几年的研究中, 采用植入物表面多孔化的方法, 通过构建表面的生物陶瓷层, 提高了植入物与骨组织的结合强度, 在髋关节假体等植入物的应用方面取得了很大的进展, 并成功应用于临床^[2,3]。但采用表面多孔化的方法制备的多孔钛, 存在器件与骨组织的弹性模量的不匹配, 因而造成应力屏蔽效应, 在长期临床中发现引起骨松质的吸收, 会造成植入物假体的无菌松动、骨质疏松、乃至植入物失效等^[4]。因此, 需要一种既能调控材料的弹性模量, 又能提高植入物假体与骨组织结合的材料。通过多孔钛的多孔结构设计, 确定与周围骨组织弹性行为匹配, 并为骨组织长入植入物内部提供物理空间。因此, 开放多孔结构的多孔钛及钛合金可能具有重大的生物医学应用潜力。

当植入体植入人体内, 经常承受拉压循环载荷, 因此, 多孔钛的拉伸和疲劳损伤是影响金属植入物长期应用的关键因素。目前大部分研究集中于泡沫铝及铝合金的疲劳性能^[5-9]。这些研究包括不同负载条件下的疲劳寿命^[5,6], 在宏观和微观尺度研究细胞壁或支柱变形演变进化机制^[7,8], 和疲劳裂纹扩展速率^[9]。然而, 仅有少数研究对多孔钛合金的抗拉和疲劳性能开展了

相关研究。

在本文作者的前期研究中^[10-13], 通过对多孔钛力学行为模拟研究发现, 孔径和孔隙率都会对多孔钛的弹性模量具有影响^[10], 而且方形孔的多孔钛兼具较低的弹性模量和较高的屈服强度^[11-13]。因此, 在方形孔模型基础上, 采用具有方形孔的钛网, 以网孔的规则方孔形通过层叠冷压的方法, 制备多孔钛预制体, 然后, 采用真空烧结的方法, 制备多孔钛。通过不同真空热处理制度, 研究多孔 Ti-6Al-4V 的显微组织对其抗拉强度和疲劳性能的影响规律。

1 实 验

1.1 多孔 Ti6Al4V 的设计与制备

采用钛网层叠烧结法^[14,15]制备具有不同孔结构的多孔钛和梯度多孔钛植入材料, 为系统研究生物力学适配性和生物相容性提供材料。与粉末冶金法相比, 钛网层叠烧结法与金属丝烧结法类似, 经过酸洗、裁剪、压制和烧结 4 个步骤获得多孔金属材料。其优势在于通过调整钛网的规格与层数可以方便地控制孔型、孔径以及孔隙率以获得弹性模量可调节的多孔钛; 钛丝的光滑表面, 易于表面功能化构建, 以利于骨组织的结合和生长。

收稿日期: 2016-12-16

基金项目: 国家重点基础研究发展计划 (“973” 计划) (2012CB619101); 陕西省科技统筹创新工程计划项目 (2016KTQ01-81)

作者简介: 徐广胜, 男, 1979 年生, 博士生, 高级工程师, 西北工业大学材料学院, 陕西 西安 710072, E-mail: xuguangshengss@163.com

通过放置不同规格、层数的圆片及施加不同的压制力来获得不同孔隙率的样品。依据设定好的孔隙率、尺寸和厚度等参数，采用式(1)计算相应的质量来控制添加圆片的层数：

$$M=(1-\varepsilon)\rho_s V \tag{1}$$

其中， M 为多孔钛样品的质量、 ε 为设计的孔隙率、 ρ_s 为纯钛的密度、 V 为欲烧结样品的体积。

采用 Ti-6Al-4V 合金 50 目网，经过酸洗，丙酮、酒精、蒸馏水清洗后，层叠放置于两块 Ti-6Al-4V 合金板之间，采用图 1 的制备工艺，制备三明治状材料，将装有预制品的石英管在金属纳米粉连续制备及加压固结设备中连续烧结 1~8 h，烧结温度控制在 950~1150 °C 左右；为防止氧化，将真空度控制在 10^{-3} ~ 10^{-2} Pa 范围内。多孔体在真空设备中进行热处理，处理的制度分别为 (1) 780 °C/2 h, FC; (2) 950 °C/2 h, FC; (3) 950 °C/2 h, FC+540 °C/4 h, FC。以期获得具备不同显微组织和优良力学性能的多孔体。烧结后的多孔 Ti-6Al-4V 用于测试拉伸和疲劳性能。

1.2 多孔 Ti6Al4V 的测试与表征

采用金相显微镜和 TESCAN VEGA3 场发射扫描电镜 (SEM) 对多孔钛烧结颈及多孔钛微观结构进行观测。

采用 Instron 电子万能力学试验机测试样品拉伸应力应变曲线。在拉伸实验中，通过拉伸应力-应变曲线上弹性阶段中的曲线斜率求得其杨氏模量，按照 GB/T 7314-2005 《金属材料室温压缩实验方法》进行

实验和数据处理。

2 结果与讨论

2.1 多孔 Ti6Al4V 的显微组织

图 2 显示的是热压态及 3 种不同热处理下的 4 种显微组织照片。从图中可以看出，3 种状态下的 α 相都发生了球化，形成了等轴 α 相。在经过退火处理的多孔体中，多孔部分和实体部分虽然都是等轴 α 相，但两者的大小有区别。多孔体部分的等轴 α 相尺寸更加细小。但当经过高温退火以后，两者等轴 α 相没有明显的区别。而且，在经过高温退火以后，两者的连接面已经消失，两部分的等轴 α 相彼此结合在一起，显微组织相同且没有明显的界面区别。

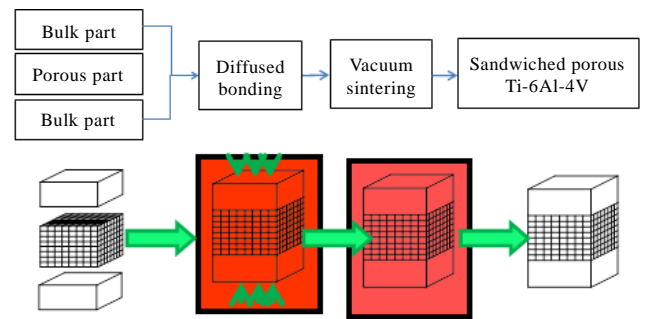


图 1 三明治状孔体结合多孔钛的制备示意图

Fig.1 Schematic diagram of sandwich porous Ti-6Al-4V by TMDB

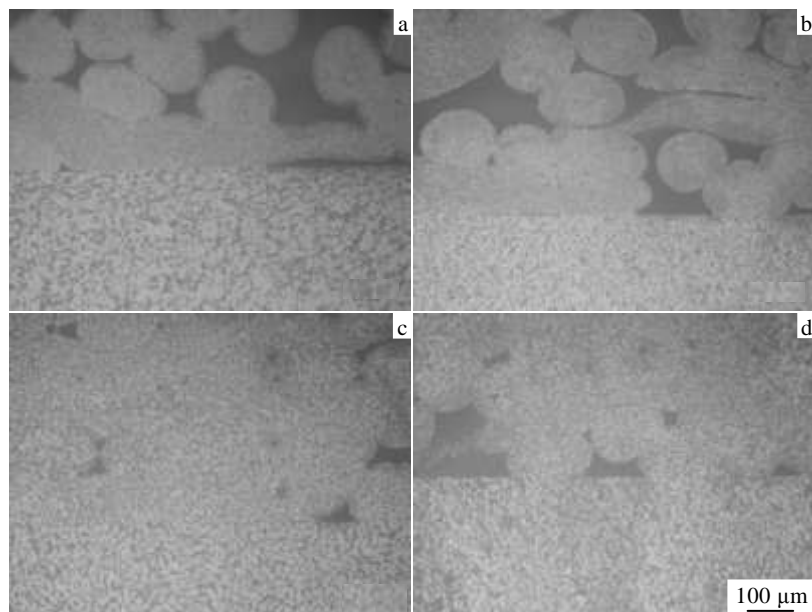


图 2 不同热处理状态下多孔 Ti6Al4V 的显微组织

Fig 2 Microstructures of porous titanium with different heat treatments: (a) hot pressing, (b) annealing, (c) solution, and (d) solution and aging

多孔 Ti6Al4V 部分在不同状态下的 SEM 照片见图 3，从图中可以看出，热压状态下的 α 相非常细小，呈等轴状态，随着在 780 °C/2 h 退火的进行，晶界更加清晰，晶粒长大的趋势并不明显，这与图 2 中观测到的金相组织相符合。随着退火温度增加到 950 °C/2 h，晶粒具有长大趋势，而且开始有条状 α 相 β 晶粒内生成。而在 950 °C/2 h+540 °C 时效状态下，形成长条状 α 相，贯穿整个 β 晶粒。

2.2 多孔 Ti6Al4V 的拉伸性能

对以上 4 个样品，按照国标做标准尺寸的圆柱形拉伸试样，在 Instron 拉伸试验机上进行力学性能试验。获得的拉伸应力-应变曲线如图 4 所示。从应力-

应变图中可以看出，通过扩散连接的方法制备的多孔钛合金，在拉应力作用下，显示具备弹脆性多孔体的性能^[16,17]，在应力作用下，应变线性增加，直到突然断裂。杨氏模量的测试，就是在应力应变曲线中测量斜率的大小，当多孔体断裂时，最大应力值，作为多孔体的抗拉强度。

从图中计算出多孔体的抗拉强度和杨氏模量，不同显微组织得到的结果如图 5 所示。从图中可以看出，随着退火制度的进行，多孔 Ti6Al4V 从加工态到退火态，抗拉强度和弹性模量都随之增加。当退火温度从 780 °C 提高至 950 °C，抗拉强度随之增加，但弹性模量则无显著变化。从上述显微组织分析可知，当多孔

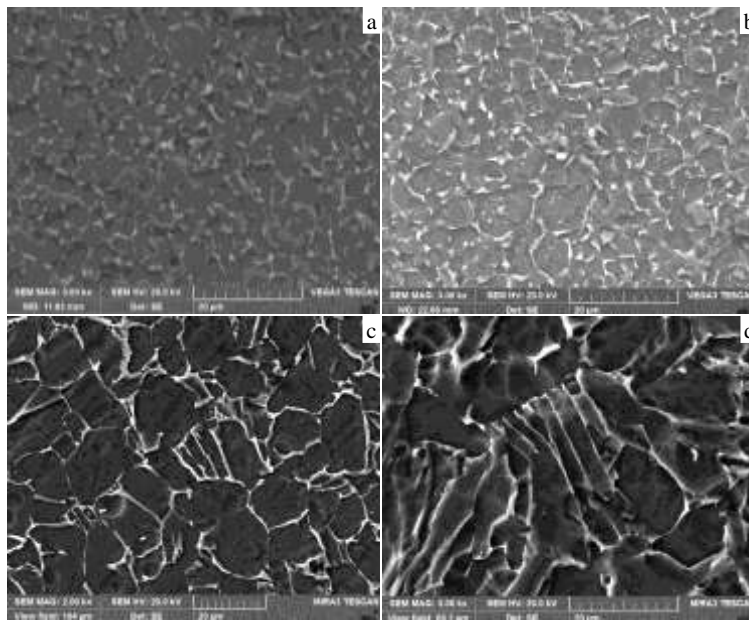


图 3 不同热处理状态下多孔 Ti6Al4V 的扫描电镜照片

Fig.3 SEM images of porous titanium with different heat treatments: (a) hot pressing, (b) annealing, (c) solution, and (d) solution and aging

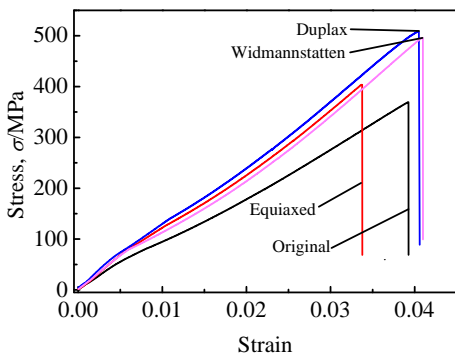


图 4 不同微观组织多孔 Ti-6Al-4V 的应力-应变曲线

Fig.4 Tension stress-strain curves of porous Ti-6Al-4V with different microstructures

Ti6Al4V 在 950 °C 高温退火后，等轴 α 相彼此间形成冶金结合，并且实体 Ti6Al4V 和多孔 Ti6Al4V 部分的 α 相尺寸大小一致。当随着时效的进行，由于在 α 内形成层片状 α 相，这种层片状 α 相对于抵抗拉应力是不利的，造成了固溶+时效态多孔 Ti6Al4V 的抗拉强度下降。

由此可见，经过不同的热处理以后，多孔钛具有不同的显微组织，这些显微组织的变化，会影响到多孔体对外加载荷抗力的响应，因此具备不同的应力-应变行为。从图 5 中可以看出，显微组织的变化，对多孔体的抗拉强度有较大影响，而对多孔体的弹性模量则影响不显著。这主要是因为不同的显微组织下，裂纹扩展的途径和方式不同，进而造成多孔体对拉伸载荷下的抗力也就不同。

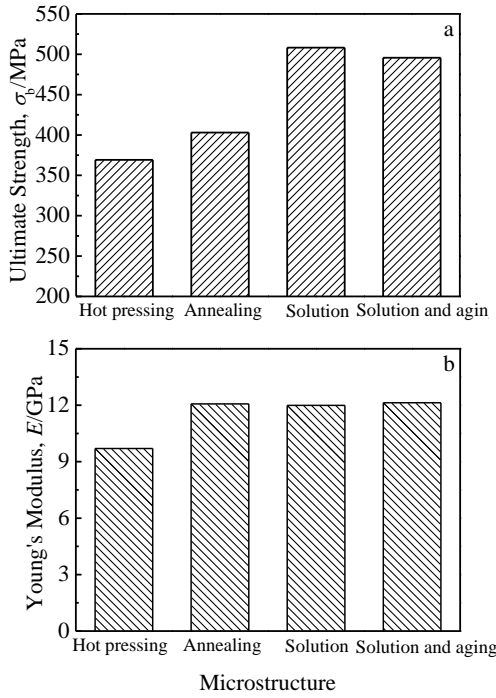


图 5 多孔 Ti-6Al-4V 拉伸性能随不同组织的变化

Fig.5 Tension properties change with different microstructures of porous Ti-6Al-4V: (a) ultimate strength and (b) young's modulus

2.3 多孔 Ti6Al4V 的疲劳性能

经过 780 °C/2 h 热处理后的试样坯，加工成 $\varnothing 8$ mm 标准试样，进行 $R=-1, f=10$ Hz，分别在 120, 100, 80, 60, 40 MPa 下进行疲劳性能测试，获得测试的疲劳曲线如图 6 所示。

从图 6 中可以看出，当循环应力从 120 MPa 下降到 100 MPa 时，在 S-N 疲劳曲线上出现了第 1 个拐点，然后随着循环应力的持续下降，循环次数相应增加，但增加幅度远小于循环应力出现在的第 1 个拐点。当循环应力下降至 40 MPa 时，出现第 2 个拐点，而且

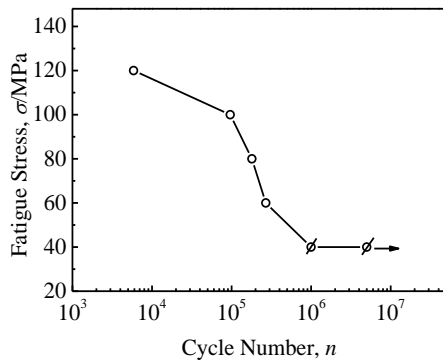


图 6 多孔 Ti6Al4V 的疲劳曲线

Fig.6 S-N curve of porous Ti6Al4V

表 1 不同热处理状态的多孔 Ti-6Al-4V 疲劳性能

Table 1 Fatigue strength of porous Ti-6Al-4V with different heat treatments

Sample station	Fatigue strength/MPa
Sintering	40
Heat treatment at 780 °C/2 h, FC	40
Heat treatment at 950 °C/2 h, FC	80
Heat treatment at 950 °C/2 h, FC+	80
540 °C/4 h, FC	80

随着循环次数的增加，样品棒材没有发生断裂。多孔 Ti6Al4V 的热加工态和不同热处理后，获得的疲劳强度如表 1 所示。从表中可以看出，随着退火温度的升高，循环次数大于 5.0×10^6 次的疲劳强度从 40 MPa 提高至 80 MPa，即疲劳强度随着退火温度的提高有升高的趋势。这与 Ti6Al4V 经过高温固溶状态后，形成了层片状次生 α 相有关，层片状次生 α 相阻碍了疲劳裂纹的扩展^[18]。

3 结 论

1) 真空热处理后的多孔 Ti6Al4V 合金具有等轴组织，随着热处理温度升高，等轴组织大小均一，且结合面消失。

2) 真空热处理后的多孔 Ti6Al4V 合金具有弹脆性体特征，随着热处理温度升高，抗拉强度和弹性模量都呈现出上升趋势，但抗拉强度的上升趋势远高于弹性模量。

3) 热处理后的试样坯，加工成标准试样进行 $R=-1, f=10$ Hz, $N=5 \times 10^6$ 次疲劳性能测试，测得的疲劳强度处于 40~80 MPa 之间，随着热处理温度的提高，疲劳强度呈现出上升的趋势。

参考文献 References

[1] Long M, Rack H J. *Biomaterials*[J], 1998, 19(18): 1621
 [2] Yu Zhentao(于振涛), Yu Sen(余 森), Zhang Minghua(张明华) *et al. Materials China*(中国材料进展)[J], 2010, 29(12): 35
 [3] Yamada H, Yoshihara Y, Henmi O. *J Ortho Sci*[J], 2009, 14(3): 228
 [4] Wang Y, Tao J, Zhang J *et al. Trans Nonferrous Met Soc China* [J], 2011, 21(8): 1074
 [5] Sugimura Y, Rabiee A, Evans A G *et al. Mater Sci Eng A*[J], 1999, 269: 38
 [6] Harte A M, Fleck N A, Ashby M F. *Acta Mater*[J], 1999, 47: 2511
 [7] Zhou J, Soboyejo W O. *Mater Sci Eng A*[J], 2004, 369: 23
 [8] McCullough K Y G, Fleck N A, Ashby M F. *Fatigue Fract Eng Mater Struct*[J], 2000, 23: 199

- [9] Li S J, Murr L E, Cheng X Y et al. *Acta Materialia*[J], 2012, 60(3), 793
- [10] Gong M, Kou H C, Yang Y S et al. *Advanced Materials Research*[J], 2013, 647: 683
- [11] Xu Guangshengsheng(徐广胜), Li Ruoling(李若琳), Kou Hongcha(寇宏超) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2013, 23(S1): 343
- [12] Xu Guangshengsheng(徐广胜), Kou Hongcha(寇宏超), Liu Xianghong(刘向宏) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(S1): 377
- [13] Xu Guangshengsheng(徐广胜), Kou Hongcha(寇宏超), Liu Xianghong(刘向宏) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(11): 2778
- [14] Kou Hongchao(寇宏超), Li Jinshan(李金山), Xu Guangsheng(徐广胜) et al. *A Fabricated Method of Gradient Porous Titanium Alloys*(一种梯度多孔钛合金的制备方法). CN201310005574.3[P], 2013
- [15] Kou Hongchao(寇宏超), Li Fuping(李福平), Li Jinshan(李金山) et al. *A Fabricated Method of Medical Porous Titanium Alloys*(一种医用多孔钛/多孔钛合金的制备方法). CN201410020662[P], 2014
- [16] Yavari S A, Wauthle R, Van der S J et al. *Materials Science and Engineering: C*[J], 2013, 33(8): 4849
- [17] Leuders S, Thöne M, Riemer A et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2013, 48: 300
- [18] Lai Yunjin, Zhang Fengshou, Hou Yanrong et al. *Proceedings of the 12th Word Conference on Titanium*[C], Beijing: Science Press, 2011, 6: 1234

Effect of Vacuum Heat Treatment on Tensile and Fatigue Properties of the Porous Ti6Al4V Alloys

Xu Guangsheng^{1,2}, Lai Yunjin^{1,2}, Wang Kaixuan², Zhang Fengshou²,
Liu Xianghong^{1,2}, Kou Hongchao¹, Li Jinshan¹, Zhou Lian^{1,3}

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

(2. Western Superconducting Technologies Co., Ltd, Xi'an 710018, China)

(3. Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: Porous Ti-6Al-4V alloy was prepared by a diffusion bonding method using Ti6Al4V mesh. The microstructure, tensile and fatigue properties were studied after various heat treatment methods, i.e., 780 °C/2 h, FC; 950 °C/2 h, FC; 950 °C/2 h, FC + 540 °C/4 h, FC. The results show that the elastic modulus and tensile strength of porous Ti-6Al-4V alloy, can be adjusted in the range of 9.5~12.2 GPa and 360~505 MPa, respectively. The fatigue strength can reach 40~80 MPa at $R = -1$, $f = 10$ Hz and $N = 5 \times 10^6$ under cyclic loading conditions. In addition, it is found that the heat treatments have a greater effect on tensile strength than on elastic modulus.

Key words: biomedical porous titanium; Ti6Al4V; microstructure; elastic modulus; tensile and fatigue properties

Corresponding author: Xu Guangsheng, Candidate for Ph. D., Senior Engineer, School of Materials Science and Engineering, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-86514525, E-mail: xuguangshengss@163.com