

粉末冶金医用超细晶 β 型 Ti28Nb2Zr8Sn 合金的显微组织与力学性能

王 芬¹, 李鑫鑫¹, 杨 超¹, 李元元^{1,2}

(1. 华南理工大学 国家金属材料近净成形工程技术研究中心, 广东 广州 510640)

(2. 吉林大学, 吉林 长春 130022)

摘 要: 采用机械球磨+放电等离子烧结的方法制备出高强度低模量的超细晶 β 型 Ti28Nb2Zr8Sn 合金。XRD 和 SEM 结果表明, 60 h 球磨后的终态合金粉末经放电等离子烧结后, 获得的超细晶块体合金为完全的 bcc 结构; TEM 分析表明, 超细晶块体合金中 bcc 结构的 β -Ti 晶粒为等轴状, 其尺寸为 500~1000 nm, 远小于铸造法制备同类合金几十微米的晶粒尺寸; 力学性能测试表明, 随升温速率增大或保温时间缩短, 超细晶块体合金的抗压缩强度逐渐增大, 弹性模量逐渐减小。在烧结温度为 900 °C、升温速率为 150 °C/min 且保温时间为 0 min 的条件下, 得到的超细晶块体合金晶粒最细小, 其压缩强度达到最大 (2675 MPa), 对应的断裂应变也最大 (0.54), 且其弹性模量最低 (31.6 GPa); 同时, 该合金试样的加工硬化指数 0.073 远高于 Ti6Al4V 合金, 这说明其加工硬化和塑性变形能力远远优于 Ti-6Al-4V 合金, 故能够承受更大的载荷和经历更大的变形, 可作为一种优异的生物医用候选材料。

关键词: 粉末冶金; β 型-Ti 合金; 弹性模量; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TG146.2+3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)03-0747-07

生物医用金属材料由于具有高强度、抗疲劳和易加工等优良性能, 常被临床上用作承力植入件, 常用的医用金属材料有不锈钢、Co-Cr 合金以及钛合金^[1-4]。不锈钢植入的长期稳定性和力学相容性较差, Co-Cr 合金会引起细胞毒性、致敏反应等, 均可能导致植入失败。Ti 及 Ti 合金具有优异的抗蚀性、生物相容性和生物黏附性、以及良好的力学性能和加工性, 是目前应用最多、研究最广的医用金属植入材料。衡量 Ti 合金作为生物医用材料的一个重要指标为弹性模量^[2], 目前常用的生物医用钛合金主要以纯 Ti 和 Ti6Al4V 合金为主, 但他们的弹性模量为 102.7~120 GPa, 仍远远大于人体骨的弹性模量 (0~30 GPa), 长期使用容易发生应力屏蔽现象^[5-7], 从而导致植入失败。研究发现, β 型 Ti 合金具有比 α 和 $\alpha+\beta$ 型 Ti 合金更低的弹性模量, 同时兼具高强度和高塑性, 因而制备高强度、低模量的 β 型 Ti 合金成为目前医用金属材料领域的研究热点^[2]。

中国科学院金属研究所、上海交通大学、西北有色金属研究院、昆明理工大学、华南理工大学等单位均对 β 型 Ti 合金的制备技术及其组织性能进行了深入

的研究^[8-16]。中国科学院金属研究所采用真空熔炼、热锻、热轧、空冷、水淬工艺制备出弹性模量低达 33~42 GPa 的 β 型 Ti-24Nb-4Zr-7.9Sn 合金^[8-10], 但其大于 60 μm 的晶粒尺寸存在进一步细化的空间; 上海交通大学采用真空非自耗电弧熔炼+热锻技术制备出 β 型系列 Ti-xNb-3Zr-2Ta 合金, 其弹性模量低达 48 GPa^[11]; 西北有色金属研究院采用熔炼、锻压、轧制、固溶+时效处理技术制备的 β 型 TiZrSnMoNb 合金^[12,13], 其弹性模量为 69 GPa; 昆明理工大学采用粉末冶金的方法制备出 Ti24Nb4Zr8Sn 合金^[14], 合金组织由 β -Ti 相、Ti-Nb 固溶体、及少量 α -Ti 相组成, 弹性模量介于 58~61 GPa 之间。以上方法制备出的 Ti 合金的弹性模量均存在进一步降低的空间。鉴于粉末冶金技术在制备细晶和超细晶材料方面的独特优势, 华南理工大学采用放电等离子烧结技术制备出超细晶的 β 型 TiNbZrTaSi 和 TiNbZrTaFe 合金^[15,16], 其弹性模量低达 37~52 GPa, 抗摩擦磨损性能远远优于锻造 Ti6Al4V 合金和铸造 Ti13Nb13Zr 合金^[17]。

为了进一步对比不同成分 β 型医用钛合金的显微组织和力学性能, 本研究选用与铸造法 β 型 Ti 合金相

收稿日期: 2016-05-30

基金项目: 国家自然科学基金面上项目 (51574128); 广东省自然科学基金研究团队项目 (2015A030312003)

作者简介: 王 芬, 女, 1980 年生, 博士生, 华南理工大学国家金属材料近净成形工程技术研究中心, 广东 广州 510640, 电话: 020-87112933, E-mail: fenwang@scut.edu.cn

近的合金成分 Ti₂₈Nb₂Zr₈Sn，采用机械合金化和放电等离子烧结相结合的粉末冶金技术，制备出了超细晶的β型 Ti₂₈Nb₂Zr₈Sn 合金，并对其显微组织和力学性能进行了系统研究。

1 实验

以高纯钛粉、铌粉、锆粉和锡粉为原料，合金成分优选为 Ti₂₈Nb₂Zr₈Sn。将元素粉末按照选定成分（质量比 62:28:2:8）配料，粉末纯度均为 99.9%，粉末粒度均为 45 μm 左右。将元素粉末放入混粉机中混合 10 h 后使其均匀化，然后置于高能行星磨机（QM-2SP20，南京大学仪器厂）进行机械合金化。机械球磨过程中球磨罐和磨球均为不锈钢材料，不同直径不锈钢球质量比为 $W_{\phi 15}:W_{\phi 10}:W_{\phi 5}=7:21:7$ ，球料比为 12:1，球磨过程中球磨罐内始终充高纯氩气保护。球磨时间分别为 0、10、20、30、40、50 和 60 h 时，停止球磨并冷却至室温，取出少量粉末用于表征测试。球磨完毕后的粉末放入放电等离子烧结设备（SPS-825，日本）进行烧结，选取烧结温度 900 °C、升温速率分别为 50, 100, 150 °C/min、保温时间分别为 0 和 5 min 的烧结参数进行烧结，烧结过程中压力保持为 30 MPa。烧结时选取不同的升温速率和保温时间，其目的是研究烧结参数对制备块体合金显微组织和力学性能的影响。烧结样品为 $\phi 20$ mm×15 mm 的圆柱。

采用 X 射线衍射（XRD，Phenom prox，德国）仪对球磨粉末和烧结样品进行相组成分析；采用扫描电子显微镜（SEM，JSM-6460，荷兰）观察球磨粉末的颗粒大小和表面形貌；金相抛光的烧结样品采用体积比 HF:HNO₃:H₂O=1:3:5 溶液进行腐蚀后，采用扫描电子显微镜（SEM，JSM-6700，日本）观察其显微组织；采用透射电子显微镜（TEM，JEM-2100，日本）对样品进行微观结构分析；采用万能材料试验机（MTSTestStar810，美国）对 $\phi 3$ mm×6 mm（GB/T 7314-2005）样品进行压缩性能测试。为了获得更精确的弹性模量，进一步采用 $\phi 2$ mm×10 mm 的样品进行压缩测试。

2 结果与讨论

2.1 机械合金化制备β-Ti 合金粉末

图 1 为不同球磨时间后 Ti₂₈Nb₂Zr₈Sn 合金粉末的 XRD 图谱。由图可见，原始混合粉末中显示出明显的 Ti、Nb、Zr 和 Sn 各单质组元衍射峰，随着球磨时间的延长，Nb、Zr、Sn 组元的衍射峰逐渐减弱，这归因于 Nb、Zr、Sn 原子逐渐固溶于 Ti 原子中，形成了β-Ti 固溶体，导致β-Ti 的衍射峰逐渐增强。当球磨时间

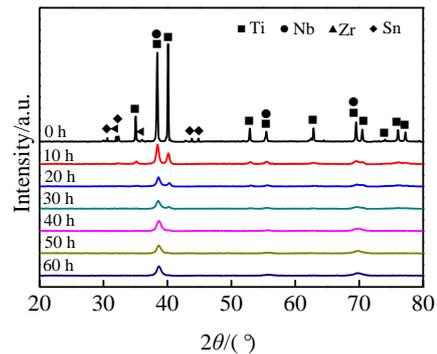


图 1 不同球磨时间后 Ti₂₈Nb₂Zr₈Sn 合金粉末的 XRD 图谱
Fig.1 XRD patterns of the Ti₂₈Nb₂Zr₈Sn alloy powders after different milling time

达到 60 h 时，只在 $2\theta=38.7^\circ(110)$ 、 $56.0^\circ(200)$ 和 $69.8^\circ(211)$ 的位置存在 3 条衍射峰，即形成了原子空间排布为 Im-3m(229) 的单相 bcc 结构的β-Ti 固溶体，表明 Ti₂₈Nb₂Zr₈Sn 粉末已经完成合金化，此时的粉末为球磨终态粉末，可进行后续的烧结实验。

为了研究球磨时间对 Nb、Zr、Sn 组元固溶程度的影响，根据 bcc 结构β-Ti 的(110)、(200)和(211) 3 个晶面的衍射角 2θ 值，以 Nelson-Riley 参数 $(\cos^2\theta/\sin\theta + \cos^2\theta/\theta)$ 外推法计算出不同球磨时间后 Ti₂₈Nb₂Zr₈Sn 合金中 bcc 结构的β-Ti 的晶格常数（见表 1）。很明显，随着球磨时间的延长，相应的主衍射角逐渐从 20 h 的 38.676° 向右偏移至 60 h 的 38.729° ，晶格常数逐渐从球磨 20 h 的 0.3290 nm 减小到 60 h 的 0.3285 nm，晶格畸变程度越来越严重。这是由于在球磨过程中，原子半径较小的 Nb、Zr、Sn 等原子逐渐固溶进β-Ti 中取代 Ti 原子，因而形成的β-Ti 相的晶格常数均小于标准值 0.3306 nm。

图 2 为不同球磨时间后 Ti₂₈Nb₂Zr₈Sn 合金粉末的 SEM 照片。如图 2a 所示，混合均匀的原始粉末中分布着不同形状的粉末颗粒，这是由于 Ti、Nb、Zr

表 1 不同球磨时间后 Ti₂₈Nb₂Zr₈Sn 合金β-Ti 晶格常数和衍射角

Table 1 Lattice constant and diffraction angles of Ti₂₈Nb₂Zr₈Sn alloy after different milling time

Milling time/h	Lattice constant/nm	$2\theta/(\circ)$		
		(110)	(200)	(211)
20	0.3290	38.634	55.447	69.709
30	0.3289	38.669	55.505	69.728
40	0.3288	38.676	55.548	69.946
50	0.3286	38.710	55.554	69.963
60	0.3285	38.729	55.687	70.028

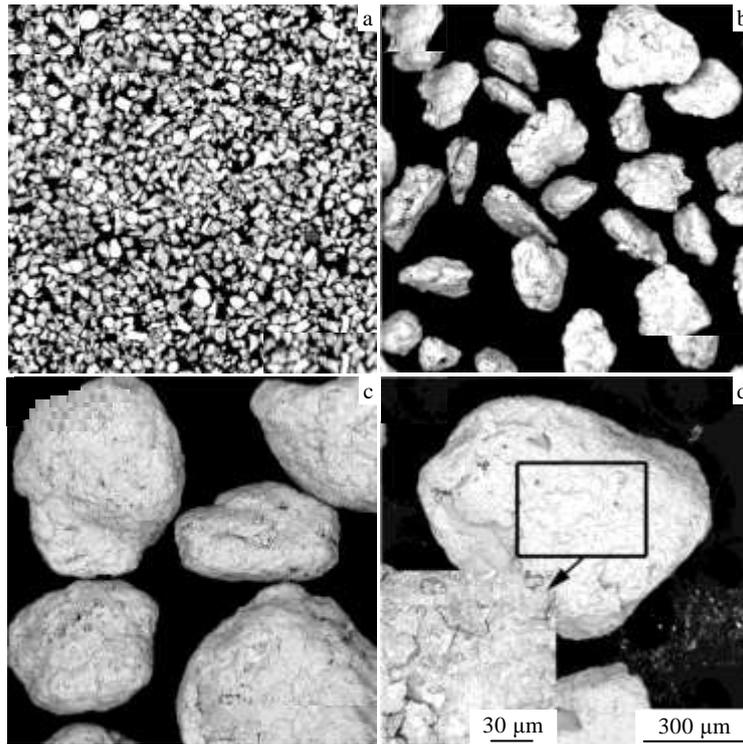


图 2 不同球磨时间后 Ti28Nb2Zr8Sn 合金粉末的 SEM 照片

Fig.2 SEM images of the Ti28Nb2Zr8Sn alloy powder after different milling time: (a) 0 h, (b) 20 h, (c) 40 h, and (d) 60 h

粉是氢化还原法制得，故呈块状，而 Sn 粉是由雾化法制备，因此为球形。球磨 10 h 后，粉末颗粒变为扁平状，颗粒尺寸大大增加，为 80~100 μm 。随球磨时间的延长，扁平状粉末颗粒逐渐团聚成大颗粒，这是由于球磨过程中粉末颗粒之间、粉末颗粒与不锈钢球、粉末颗粒与不锈钢罐之间不断进行碰撞和挤压，粉末颗粒之间不断进行冷焊从而发生团聚，故颗粒尺寸逐渐增大。当球磨时间为 60 h 后，粉末的平均颗粒尺寸达到约 300 μm ，如图 2d 所示。从粉末颗粒的表面局部放大图可以看出，颗粒的表面凹凸不平，有金属光泽，局部区域出现层状结构，这说明在球磨过程中除了存在反复粉碎、焊合和断裂的过程，还发生了剧烈的塑性变形。

2.2 放电等离子烧结制备块体 β -Ti 合金的显微组织

图 3 为烧结温度 900 $^{\circ}\text{C}$ 、升温速率 150 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 、保温时间 15 min 条件下烧结过程中的致密化曲线。由图 3 可知，合金粉末在 235 $^{\circ}\text{C}$ 左右开始发生致密化，随着温度的升高，冲头位移不断增加，直到 820 $^{\circ}\text{C}$ 后继续升高温度，冲头位移保持不变，表明粉末已完成致密化。将烧结的样品封蜡后采用阿基米德排水法测得其相对密度达到 99.6%，接近全致密。因此，选定 900 $^{\circ}\text{C}$ 为试样的烧结温度，可以保证烧结样品接近全致密。

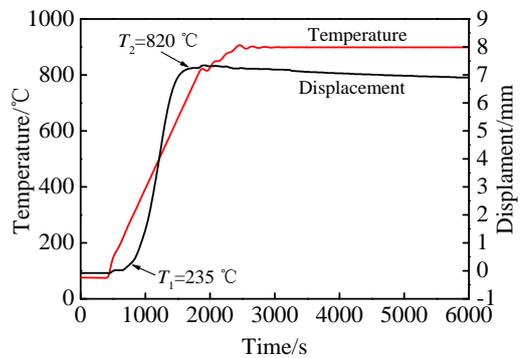


图 3 烧结过程中温度、位移与时间的依存关系

Fig.3 Dependence of the temperature or displacement on the time during sintering process

图 4a 为不同烧结条件下制备的块体合金的 XRD 图谱。通过与球磨终态合金粉末 XRD 图谱（图 1）的对比分析可知，烧结后形成的块体合金未发生相变，且在烧结温度不变的情况下，改变升温速率和保温时间对烧结样品的相组成没有影响，均形成了单相 bcc 结构 β -Ti。不同烧结条件下制备的 Ti28Nb2Zr8Sn 合金的 SEM 照片如图 4b~4f 所示。由图可见，合金的显微组织中未发现针状组织或薄片状组织（即 α 相），而均表现为单相等轴晶组织。同时，通过研究烧结参数对

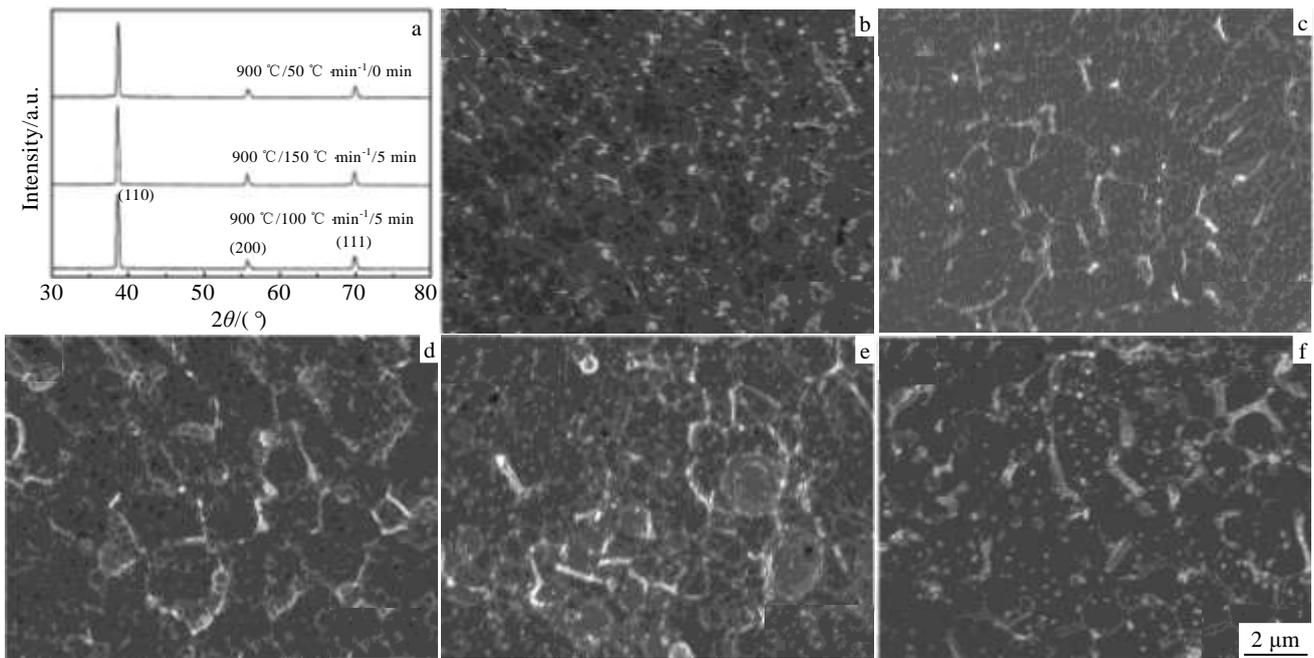


图 4 不同烧结条件下制备的 Ti28Nb2Zr8Sn 块体合金的 XRD 图谱及对应的 SEM 照片

Fig.4 XRD patterns (a) and SEM images of the sintered Ti28Nb2Zr8Sn bulk alloys fabricated by different sintering parameters: (b) 900 °C/50 °C min⁻¹/0 min, (c) 900 °C/100 °C min⁻¹/0 min, (d) 900 °C/150 °C min⁻¹/0 min, (e) 900 °C/150 °C min⁻¹/5 min, and (f) 900 °C/150 °C min⁻¹/15 min

合金晶粒大小的影响表明，当其他烧结参数一定时，随着升温速率的增大，制备的 Ti28Nb2Zr8Sn 合金中 β -Ti 晶粒越细小（图 4b~4d）。这与本课题组前期采用非晶晶化法制备的高强韧双相等轴晶结构钛合金的结果一致^[18-20]，更大的升温速率越能抑制晶粒长大，从而更有利于细化晶粒。同时，从图 4d~4f 中可以看到，随着保温时间的延长， β -Ti 晶粒越大。不同烧结参数下合金中 β -Ti 晶粒大小均在 1 μ m 左右，这远远小于真空熔炼+热锻+热轧+空冷+水淬工艺制备的 β 型 Ti-24Nb-4Zr-7.9Sn 合金的晶粒尺寸 60 μ m。根据霍尔-佩奇(Hall-Petch)公式，合金的强度随晶粒细化而提高，故采用粉末冶金法制备的超细晶 β -Ti 合金应具有更好的力学性能。

图 5 为烧结温度 900 °C、升温速率 150 °C/min、保温时间 15 min 条件下制备的 Ti28Nb2Zr8Sn 块体合金的 TEM 照片与 β -Ti 相的选区电子衍射花样。根据图 5a 的明场像形貌可知，合金显微组织由晶粒尺寸 500~1000 nm 的超细等轴晶 β -Ti 组成，选区电子衍射花样进一步揭示了 bcc 结构的 β -Ti 相的晶带轴为 [111]。同时，值得注意的是，明场像中发现了大量包含黑色絮状物的 β -Ti 晶粒，放大的形貌图（图 5c）表明这种黑色絮状物可能是延性 bcc 结构的 β -Ti 中常见的位错^[15,18]。根据黑色絮状物区域的选区电子衍射花

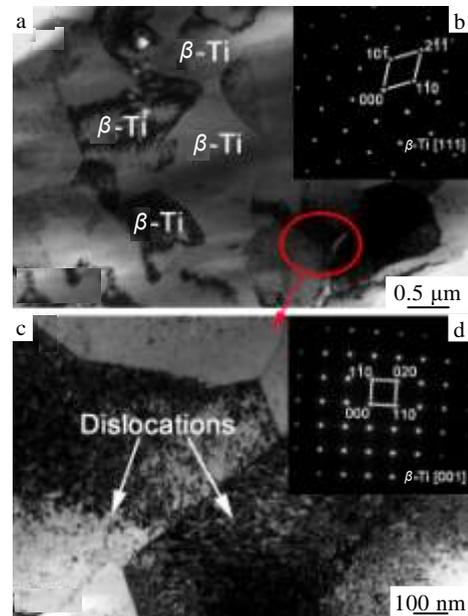


图 5 烧结温度 900 °C、升温速率 150 °C/min、保温时间 15 min 下制备的 Ti28Nb2Zr8Sn 块体合金的 TEM 照片与 β -Ti 相的选区电子衍射花样

Fig.5 TEM images (a, c) and corresponding selected area diffraction patterns (b, d) of β -Ti phase in the Ti28-Nb2Zr8Sn bulk alloy fabricated by heating to 900 °C at 150 °C/min and holding for 15 min

样可见，这种区域的 β -Ti 对应的衍射斑点有沿着某一特定方向拉长的趋势（图 5b 的插入图），这可能归因于烧结过程中 bcc 结构 β -Ti 可能发生了一定程度的塑性变形。而合金中之所以会产生位错，是由于在烧结过程中冲头对样品一直施加外力，从而导致 bcc 结构 β -Ti 发生了塑性变形，大量位错也说明了合金具有良好的塑性变形能力。

2.3 放电等离子烧结制备的块体 β -Ti 合金的力学性能

图 6 为不同升温速率下制备的超细晶 Ti28Nb2-Zr8Sn 块体合金的压缩应力-应变曲线。3 个样品的烧结温度均为 900 °C，保温时间为 5 min，升温速率分别为 50、100 和 150 °C/min。由图可知，升温速率为 150 °C/min 的试样压缩强度最高，为 2593 MPa，其应变达到 0.49，表明该合金具有良好的塑性。同时，3 个样品的弹性模量随着升温速率的升高逐渐降低，这可以根据图 4 中样品对应的 SEM 形貌得到解释，即随着升温速率的升高晶粒长大得到抑制，从而导致强度增大、弹性模量降低，当升温速率为 150 °C/min 时，弹性模量降低到 32.5 GPa。然后选取烧结温度 900 °C，升温速率 150 °C/min，保温时间为 0、5 和 15 min，得到的压缩应力-应变曲线如图 7 所示。可见，保温时间为 0 min，即不保温时试样的抗压缩强度最大，为 2675 MPa，应变也最大，达到 0.54，这是由于烧结过程中，保温时间过长会导致晶粒长大，从而使强度降低。同时晶粒长大也会导致弹性模量升高，故不保温时压缩弹性模量最低，为 31.6 GPa。另外，良好的塑性使试样在压缩过程中未被压断，被压成了饼状（如图 7 嵌入图所示）。

表 2 为不同烧结参数下制备的超细晶 Ti24Nb4-Zr8Sn 块体合金的力学性能。其中，强度和应变、以

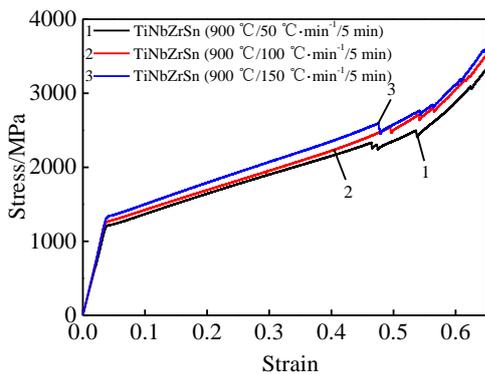


图 6 温度 900 °C，保温时间 5 min 时不同升温速率下制备的超细晶 Ti28Nb2Zr8Sn 块体合金的压缩应力应变曲线

Fig.6 Compressive stress-strain curves of the ultrafine-grained Ti28Nb2Zr8Sn bulk alloys fabricated at different heating rates

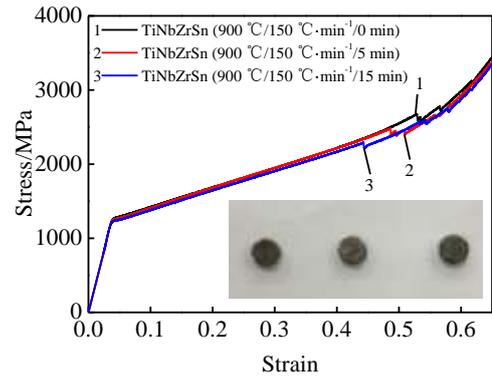


图 7 温度 900 °C，升温速率 150 °C min⁻¹ 下不同保温时间制备的超细晶 Ti28Nb2Zr8Sn 块体合金的压缩应力-应变曲线

Fig.7 Compressive stress-strain curves of the ultrafine-grained Ti28Nb2Zr8Sn bulk alloys fabricated for different holding time

表 2 不同烧结参数条件下制备的超细晶 Ti28Nb2Zr8Sn 块体合金的力学性能

Table 2 Mechanical properties of the ultrafine-grained Ti28Nb2Zr8Sn bulk alloys fabricated by different sintering parameters

Sintering parameters	Yield strength, σ_y /MPa	Ultimate strength, σ_{max} /MPa	Elastic modulus, E/GPa	Fracture strain, ϵ_f
900 °C / 50 °C min ⁻¹ / 5 min	1220	2334	35.3	0.48
900 °C / 100 °C min ⁻¹ / 5 min	1254	2542	34.8	0.50
900 °C / 150 °C min ⁻¹ / 5 min	1260	2593	32.9	0.49
900 °C / 150 °C min ⁻¹ / 0 min	1268	2675	31.6	0.54
900 °C / 150 °C min ⁻¹ / 15 min	1227	2289	33.5	0.45

及弹性模量分别取自 $\Phi 3$ mm $\times 6$ mm 和 $\Phi 2$ mm $\times 10$ mm 的样品测试结果。由表可知，在烧结温度为 900 °C、升温速率为 150 °C/min、保温时间为 0 min 等烧结条件下，得到的块体合金试样具有最优的综合性能，其抗压缩强度达到最大（2675 MPa），对应的断裂应变也最大（0.54），此时合金的塑性最好，同时得到的晶粒最细小。因此，其弹性模量也最低（31.6 GPa）。据文献[21]可知，采用铸造法制备的 Ti24Nb4Zr8Sn 合金，其最大抗压缩强度只有 750~1080 MPa，最大应变 0.07，远远低于采用本研究制备的超细晶块体合金的抗压缩强度和应变。这充分表现出粉末冶金法在制备晶粒细小、高强度低弹性模量的 β -Ti 合金材料方面具有独特的优势，更低的弹性模量使其具有更优异的生

物相容性，从而更有利于与人体骨相结合。

超细晶 Ti28Nb2Zr8Sn-900-150-0 试样具有优异的力学性能，图 8 为其真应力-应变曲线。由图可知，该合金的屈服强度为 1268 MPa，抗压强度达到了 1367 MPa，同时断裂应变也超过了 70%，远高于其他方法制备的同类合金。

同时，材料屈服后在塑性变形段出现了应力的大幅增加。根据 Hollomon 方程，其相关的加工硬化指数 n 可表示为：

$$\sigma = K\epsilon^n \quad (1)$$

式中， σ 、 K 和 ϵ 分别为真应力、强度系数和真应变，该方程可以变形为：

$$\ln\sigma = \ln K + n \ln\epsilon \quad (2)$$

式中 $\ln K$ 为常数，将 $\ln\sigma$ 和 $\ln\epsilon$ 分别设为 X 轴和 Y 轴坐标，则得到的曲线斜率即为所求的加工硬化指数 n 。如图 8 插入图所示，超细晶 Ti28Nb2Zr8Sn(900 °C /150 °C min⁻¹/10 min) 试样的加工硬化指数为 $n=0.073$ ，远远大于 Ti-6Al-4V 的加工硬化指数 0.03~0.06^[22]，这说明其加工硬化和塑性变形能力远远优于 Ti-6Al-4V 合金，故能够承受更大的载荷和经历更大的变形，可作为一种优异的生物医用候选材料。

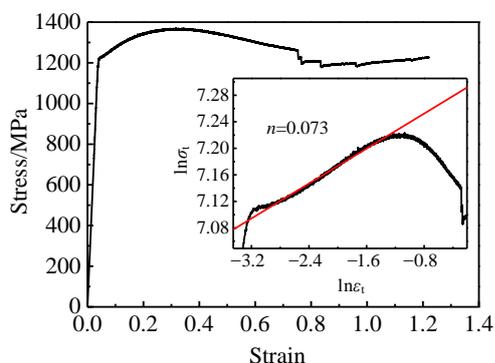


图 8 超细晶 Ti28Nb2Zr8Sn(900 °C/150 °C min⁻¹/0 min)试样的真应力-应变曲线

Fig.8 Compressive true stress-strain curves of ultrafine-grained Ti28Nb2Zr8Sn (900 °C/150 °C min⁻¹/0 min) sample, and the inset shows the relationship between $\ln\sigma_t$ and $\ln\epsilon_t$ after yielding

3 结 论

1) 采用机械合金化法制备出含纯 β 相的 Ti28Nb2-Zr8Sn 合金粉末，该合金粉末经放电等离子烧结后获得等轴超细晶结构的 β 型 Ti28Nb2Zr8Sn 块体合金。

2) 超细晶 β 型 Ti28Nb2Zr8Sn 块体合金的压缩力学性能随升温速率增大、或随保温时间的减小而增大，

故在升温速率为 150 °C/min、保温时间为 0 min 时，其具有最大的屈服强度 1268 MPa、抗压强度 2675 MPa 和最大的断裂应变 0.54，因而具有最优的塑性。

3) 超细晶 β 型 Ti28Nb2Zr8Sn 块体合金的压缩弹性模量随升温速率的增大、或随保温时间的减少而减小，故在升温速率为 150 °C/min、保温时间为 0 min 时，其弹性模量达到最小值 31.6 GPa。

4) 升温速率为 150 °C/min、保温时间为 0 min 时制备的超细晶 β 型 Ti28Nb2Zr8Sn 块状合金，在真应力-应变条件下的抗压强度达到 1367 MPa，且其加工硬化指数 n 为 0.073，可作为优异的生物医用候选材料，用于人体承力部位植入件。

参考文献 References

[1] Geetha M, Singh A K, Asokamani R *et al. Progress in Materials Science*[J], 2009, 54(3): 397

[2] Li Y H, Yang C, Zhao H D *et al. Materials*[J], 2014, 7(3): 1709

[3] Long M, Rack H J. *Biomaterials*[J], 1998, 19(19): 1621

[4] Rack H J, Qazi J I. *Materials Science and Engineering C*[J], 2006, 26(8): 1269

[5] Niinomi M. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*[J], 2008, 1(1): 30

[6] Niinomi M. *Materials Science and Engineering A*[J], 1998, 243(1-2): 231

[7] Wang K. *Materials Science and Engineering A*[J], 1996, 213: 134

[8] Hao Y L, Li S J, Sun S Y *et al. Acta Biomaterialia*[J], 2007, 3(2): 277

[9] Hao Y L, Li S J, Sun S Y *et al. Applied Physics Letters*[J], 2005, 87(9): 091 906

[10] Hao Y L, Li S J, Sun S Y *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2006, 441(1-2): 112

[11] Wang L Q, Lu W J, Qin J N *et al. Materials Transactions*[J], 2008, 49(17): 91

[12] Yu Zhentao(于振涛), Zheng Yufeng(郑玉峰), Zhou Lian(周廉) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2006, 35(2): 226

[13] Yu Z T, Zhou L. *Materials Science and Engineering A*[J], 2006, s438-440(12): 391

[14] Gu Yi(谷一), Zhang Yuqin(张玉勤), Jiang Yehua(蒋业华) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2014, 43(5): 1238

[15] Li Y Y, Zou L M, Yang C *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 560(1): 857

- [16] Li Y H, Yang C, Wang F *et al. Materials and Design*[J], 2015, 85: 7
- [17] Zou L M, Zhou L J, Yang C *et al. Journal of Materials Research* [J], 2014, 29(7): 902
- [18] Liu L H, Yang C, Kang L M *et al. Scientific Reports*[J], 2016, 6(1): 23 467
- [19] Yang C, Liu L H, Yao Y G *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2014, 586(7): 542
- [20] Li Y Y, Yang C, Qu S G *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2010: 528(1): 486
- [21] Zhang Y W, Li S J, Obbard E G *et al. Acta Materialia*[J], 2011, 59(8): 3081
- [22] Sen I, Tamirisakandala S, Miracle D *et al. Acta Materialia*[J], 2007, 55(15): 4983

Microstructure and Mechanical Property of Biomedical Ultrafine-grained β -type Ti28Nb2Zr8Sn Bulk Alloys Fabricated by Power Metallurgy

Wang Fen¹, Li Xinxin¹, Yang Chao¹, Li Yuanyuan^{1,2}

(1. National Engineering Research Center of Near-net-shape Forming for Metallic Materials, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

(2. Jilin University, Changchun 130022, China)

Abstract: Ultrafine-grained β -type Ti28Nb2Zr8Sn bulk alloys with high strength and low elastic modulus were fabricated by mechanical alloying and spark plasma sintering. Results indicate that the fabricated ultrafine-grained bulk alloys are fully bcc β -Ti structure by spark plasma sintering of 60 h-milled alloy powders. Further, the grains of bcc β -Ti are equiaxed and their sizes are approximately 500~1000 nm in the fabricated ultrafine-grained bulk alloys, which is far smaller than dozens of micrometers of grains for similar titanium alloys prepared by a casting method. In addition, compressive strength increases and elastic modulus decreases gradually for the fabricated ultrafine-grained bulk alloys with the increased heating rate or decreased holding time. Under the condition of 900 °C sintering temperature and 150 °C/min heating rate with no holding, the fabricated ultrafine-grained bulk alloy has the smallest grain size of bcc β -Ti, and thus the largest ultimate strength of 2675 MPa, and the highest fracture strain of 0.54 along with lowest elastic modulus of 31.6 GPa. Meanwhile, its work-hardening exponent 0.073 is far higher than that of Ti6Al4V alloy, indicating its excellent work-hardening ability and plastic deformation ability. This suggests that the fabricated ultrafine-grained bulk alloy can withstand high load and large deformation, and consequently can be used as an excellent candidate metallic material in biomedical fields.

Key words: power metallurgy; β -type titanium alloy; elastic modulus; microstructure; mechanical property

Corresponding author: Yang Chao, Ph. D., Professor, National Engineering Research Center of Near-net-shape Forming for Metallic Materials, South China University of Technology, Guangzhou 510640, P. R. China, Tel: 0086-20-87111132, E-mail: cyang@scut.edu.cn