

球磨工艺对医用TiMg复合材料力学性能的影响

夏朋昭, 许莹, 蔡艳青, 赵思坛, 宋攀

Effect of ball milling process on mechanical properties of medical Ti-Mg composites

XIA Pengzhao, XU Ying, CAI Yanqing, ZHAO Sitan, and SONG Pan

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.19591/j.cnki.cn11-1974/tf.2021090013>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

高强AZ61Mg18%Ti复合材料的制备及力学性能

Fabrication and mechanical properties of high-strength AZ61Mg18%Ti composites

粉末冶金技术. 2021, 39(6): 532-536

机械球磨技术在材料制备中的应用

Application of mechanical ball-milling technology in material preparation

粉末冶金技术. 2018, 36(4): 315-318

原位合成SiC对铝基复合材料微观组织和力学性能的影响

Effect of SiC on the microstructure and mechanical properties of aluminum matrix composites by *in-situ* synthesis

粉末冶金技术. 2020, 38(1): 42-50

TiC_p颗粒增强高铬铸铁复合材料的显微组织和力学性能

Microstructure and mechanical properties of TiC particle enhanced high chromium iron

粉末冶金技术. 2021, 39(4): 319-325

气流磨处理对烧结钨粉微观组织和力学性能的影响

Effect of jet milling processing on microstructure and mechanical properties of the sintered tungsten powders

粉末冶金技术. 2021, 39(3): 251-257

两步机械球磨法制备M/TiO₂复合薄膜及光催化性能研究

Study on preparation and photocatalytic properties of M/TiO₂ composite film by two-step mechanical ball milling

粉末冶金技术. 2021, 39(1): 49-53



关注微信公众号, 获得更多资讯信息

球磨工艺对医用 Ti-Mg 复合材料力学性能的影响

夏朋昭¹⁾, 许莹^{1,2)}✉, 蔡艳青²⁾, 赵思坛²⁾, 宋攀¹⁾

1) 华北理工大学冶金与能源学院, 唐山 063210 2) 华北理工大学材料科学与工程学院, 唐山 063210

✉通信作者, E-mail: xuyingddddd@163.com

摘 要 采用球磨+冷压制坯+微波加热烧结工艺制备 Ti-15Mg 复合材料, 研究球磨工艺对 Ti-15Mg 混合粉末性能以及烧结后复合材料力学性能的影响。结果表明: 以 $200\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 球磨转速球磨 8~10 h, 随着球磨时间延长, 混合粉末的平均粒径明显变小, 粉末粒度分布逐渐集中在 $10\sim45\text{ }\mu\text{m}$ 区间, 粉末的球形度增加。在长时间球磨过程中, 软质镁颗粒受到强烈撞击、研磨, 引起表面破碎, 钛颗粒出现了体积破碎和表面破碎, 最终导致软质镁颗粒包裹脆性钛颗粒。球磨 8 h 后, 混合粉末未出现明显的氧化, 混合粉末中钛、镁粉末分布较为均匀, 复合材料的力学性能较为优良, 符合作为医用材料的力学性能要求。在低球磨转速下, 球磨转速的提高不会导致粉末性能和烧结后复合材料性能出现明显变化。最佳球磨工艺参数为球磨时间 8 h、球磨速度 $200\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$, 过程控制剂为正己烷。

关键词 机械球磨; 医用金属材料; Ti-Mg 复合材料; 力学性能

分类号 TF123; TG146.2

Effect of ball milling process on mechanical properties of medical Ti-Mg composites

XIA Pengzhao¹⁾, XU Ying^{1,2)}✉, CAI Yanqing²⁾, ZHAO Sitao²⁾, SONG Pan¹⁾

1) College of Metallurgy and Energy, North China University of Science and Technology, Tangshan 063210, China

2) College of Materials Science and Engineering, North China University of Science and Technology, Tangshan 063210, China

✉Corresponding author, E-mail: xuyingddddd@163.com

ABSTRACT Ti-15Mg composites were prepared by ball milling, cold pressing, and microwave heating sintering. The effects of ball milling parameters on the properties of the Ti-15Mg mixed powders and the mechanical properties of the sintered composites were studied. The results show that, the average particle size of the mixed powders decreases significantly with the extension of the milling time at the ball milling speed of $200\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ for 8~10 h, the particle size distribution gradually concentrates in the range of $10\sim45\text{ }\mu\text{m}$, and the sphericity of the powders increases. In the process of long-time ball milling, the soft Mg particles are subjected to the strong impact and ground, eventually leading to the soft Mg particles wrapped in the brittle Ti particles. After ball milling for 8 h, there are no obvious oxidations in the mixed powders. The distribution of Ti and Mg powders in the mixed powders are relatively uniform, and the mechanical properties of the composites are relatively excellent, which meets the requirements of medical materials. At low milling speed, the increase of milling speed can not lead to the significant change in the powder's properties and the sintered composite properties. The optimal ball milling parameters are obtained as the ball milling time of 8 h and the milling speed of $200\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ with n-

收稿日期: 2021-10-25

DOI: 10.19591/j.cnki.cn11-1974/tf.2021090013; <https://pmt.ustb.edu.cn>

hexane as the process control agent.

KEY WORDS mechanical milling; medical metal materials; Ti-Mg composites; mechanical properties

钛及其合金具有较高的比强度、优异的耐腐蚀性和生物相容性, 已成为医用中高端外科植入物的主要材料^[1]。但是钛及其合金较高的弹性模量 (60~110 GPa) 与人体骨骼的弹性模量 (15~30 GPa) 不匹配^[2], 在植入人体后容易造成“应力遮挡”效应, 导致骨吸收、骨萎缩等一系列并发症; 另外, 钛属于生物惰性材料, 无法与人体组织形成生物连接, 钛合金植入物植入人体后易脱落^[3]。镁及其合金的弹性模量 (41~45 GPa) 与人体骨骼弹性模量更为接近^[4], 且镁合金具有优异的生物相容性, 可在人体内自行降解, 降解产生的过量 Mg^{2+} 可以促进骨成形^[5]。但是镁合金的强度和耐腐蚀性较差, 在人体内降解速度过快。综合钛及其合金和镁及其合金的特点, 研究人员研制了 Ti-Mg 复合材料。Ti-Mg 复合材料不仅具有钛的高比强度, 而且还具备镁的低弹性模量。同时, Ti-Mg 复合材料具有较高的生物活性, 能够增强人体内骨整合^[6], 材料中镁降解留下的孔隙有助于新骨生长, 留存的钛骨架依旧能够稳定存在于体液中并起到支撑作用, 因此 Ti-Mg 复合材料在生物医用金属材料领域应用前景广阔。

张金龙^[7]采用微波烧结制备了 Ti-Mg 复合材料, 并对其进行了微弧氧化表面改性, 研究了微弧氧化电解液体系和电参数对微弧氧化涂层显微结构、耐蚀性和 Mg 降解行为的影响。王巧^[8]采用微波烧结制备多孔 Ti-Mg 复合材料, 研究烧结工艺参数及造孔剂含量、粒径对复合材料相组织、孔隙率、孔径和孔形态等显微组织结构和压缩强度、弹性模量、抗弯强度和耐磨性能等力学性能的影响。姜山^[9]采用超声波辅助浸渗的方式, 利用超声波的“空化”作用提高钛和镁之间的润湿性, 获得了结构致密的 Ti-Mg 复合材料。Jiang 等^[10-11]采用液态浸渗法将可生物降解的镁熔体渗透到具有纠缠结构的多孔钛中, 制备了屈服强度为 230~300 MPa、弹性模量为 23~40 GPa 的 Ti-Mg 复合材料。Esen 等^[12]采用热旋转锻造制备了压缩强度为 318~410 MPa、弹性模量为 6.2~13.0 GPa 的 Ti-Mg 复合材料。综上所述, 粉末冶金法制备 Ti-Mg 复合材料具有烧结温度较低、操作方便、能耗低, 精度高等特点^[13-14], 是一种理想的制备方法。采用粉末

冶金法制备 Ti-Mg 复合材料过程中, 为了使镁在钛基体中均匀弥散分布, 需要通过机械球磨的方法使镁粉与钛粉均匀混合, 并且球磨后混合粉末能够在一定压制条件下形成结构致密、表面完整的待烧结坯体材料。Ouyang 等^[6]研究表明, 当烧结温度超过 650 °C 时, 复合材料中的镁剧烈挥发, 使得复合材料的生物活性降低。为此, 本文通过改善球磨工艺参数使得钛、镁粉末混合均匀, 混合粉末显著细化, 以降低 Ti-Mg 复合材料的烧结温度, 同时使混合粉末易于压制成形。

1 实验材料及方法

1.1 实验过程

采用天津永大公司生产的正己烷作为过程控制剂。硬脂酸或正己烷均可作为过程控制剂对混合粉末进行球磨, 不会影响粉末的化学成分。但是以硬脂酸作为过程控制剂时, 球磨过程中粉末的“团聚”现象较为明显, 球磨后粉末粒径较大, 粉末表面活化能较低, 烧结后复合材料的抗压强度较低。以正己烷作为过程控制剂时, 液态正己烷起到缓冲作用, 能够有效避免球磨过程中出现过热现象, 进而能够有效避免冷焊现象的产生; 同时, 正己烷起到液封作用, 能够有效避免混合粉末的氧化。正己烷易挥发, 真空加热钛、镁混合粉末后, 正己烷完全挥发, 干燥的钛、镁粉末颗粒分散程度高, 流动性较好, 粉末比表面积加大, 压制成形后的待烧结坯体易于烧结, 烧结后复合材料的抗压强度较高。

当镁质量分数为 10%~20% 时, Ti-Mg 复合材料具有较高的抗压强度 (300~400 MPa) 和与人体骨骼接近的弹性模量 (30~40 GPa); 当镁质量分数为 10%~15% 时, Ti-Mg 复合材料的力学性能能够满足医用材料的要求, 因此本文中复合材料的成份配比选择 Ti-15%Mg (质量分数)^[15]。将购于北京研邦新材料有限公司的钛、镁粉末 (纯度 ≥ 99.9%, 粒度 ≤ 74 μm) 按照成份配比进行球磨, 不锈钢磨球, 球磨参数如表 1 所示。由于镁粉化学性质十分活泼, 为防止混合粉末在球磨过程中氧化, 粉末取用在氩气保护的手套箱内进行, 球磨在真空环境下进行。为防止球磨过程过热导致发生实验室事故, 每球磨 20 min 暂停 5 min。将球磨后的混合

粉末置于真空干燥箱中 60 ℃ 干燥 3 h，再单向压制成形，压制压力为 550 MPa。将待烧结坯体在真空微波加热烧结炉内烧结，烧结温度为 600 ℃，保温 30 min，随炉冷却。

表 1 球磨过程中实验参数

Table 1 Experimental parameters during the ball milling			
球料比	过程控制剂	球磨时间 / h	球磨转速 / (r·min ⁻¹)
10:1	正己烷	6	200
		8	200
		10	200
		6	100

1.2 检测与分析

采用 Mastersizer 激光衍射粒度分析仪测量粉末平均粒度和粒度分布。利用日本日立株式会社生产的 S-4800 型场发射扫描电子显微镜（scanning electron microscope, SEM）观察球磨后的粉末微观形貌，并通过其自带的能谱仪（energy disperse spectroscopy, EDS）对粉末元素进行分析。使用德

国布鲁克 AXS 公司生产的 D8 Advance 型小角 X 射线衍射仪（X-ray diffraction, XRD）分析球磨粉末和烧结复合材料物相，2θ 范围为 20°~80°，扫描速度 10°·min⁻¹。采用 WDW-200 型电子万能试验机对不同参数下制备的 Ti-Mg 系复合材料试样进行常温压缩试验，得到复合材料的压缩弹性模量及抗压强度。

2 结果与分析

2.1 球磨时间的影响

2.1.1 球磨时间对混合粉末显微组织和粒径的影响

镁、钛原料粉末形貌如图 1（a）和图 1（b）所示。由图可知，钛、镁原始粉末均为形状不规则的颗粒，粉末颗粒较大且分布不均匀，粉末粒径从几十到几百微米不等。图 1（c）~图 1（e）分别为经过 6 h、8 h、10 h 球磨后混合粉末的形貌。由图可知，当球磨时间从 6 h 延长到 10 h，不锈钢磨球和混合粉末充分接触，粉末粒径细化，混合粉末的圆球度提高。

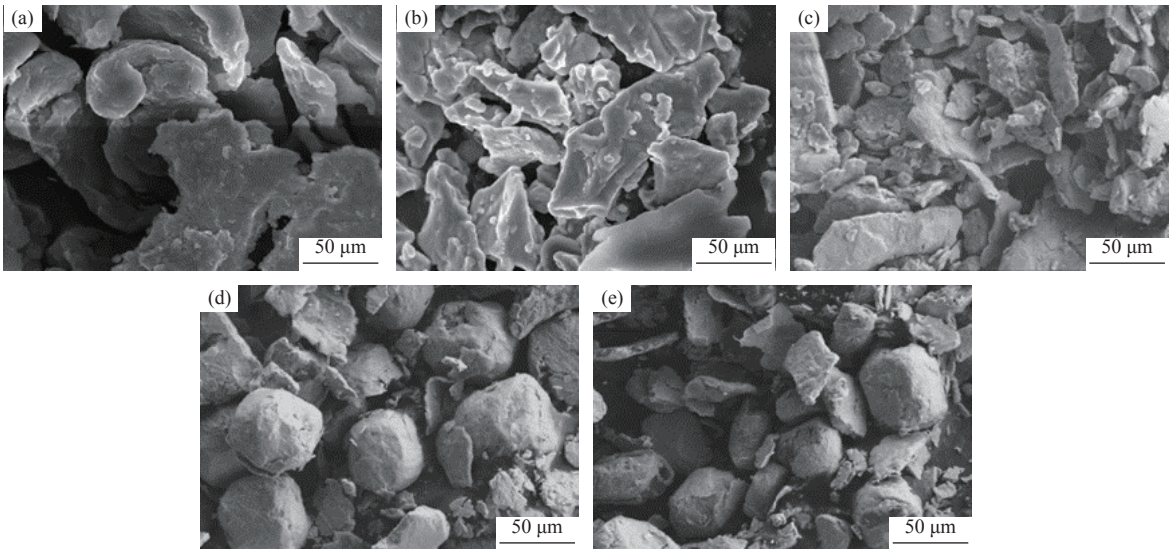


图 1 原料粉末和球磨不同时间后混合粉末的扫描电子显微形貌：(a) Mg；(b) Ti；(c) 6 h；(d) 8 h；(e) 10 h

Fig.1 SEM images of the raw material powders and the mixed powders after ball milling for the different times: (a) Mg; (b) Ti; (c) 6 h; (d) 8 h; (e) 10 h

球磨不同时间后混合粉末平均粒径如图 2 所示，混合粉末粒径分布如图 3 所示。由图 2 可知，随着球磨时间的延长，混合粉末的平均粒径呈下降的趋势，从球磨前的 40.78 μm 下降至球磨 10 h 后的 17.53 μm，下降幅度约为 57%。混合粉末粒径下降会导致粉末比表面积增大、活化增强，能够有效降低复合材料烧结温度^[15-16]。但是粉末比表面积增大

也会导致粉末的润湿性和粘附性增强，粉末容易被氧化，影响烧结后 Ti-Mg 复合材料的力学性能。由图 3 可知，原始粉末和球磨 6 h 后混合粉末的粒度分布均为 0~140 μm，球磨 8 h 后粉末的粒度分布为 0~100 μm，球磨 10 h 后粉末的粒度分布为 0~50 μm，说明随着研磨时间延长，粉末的粒径分布区域逐渐窄化。在压制成形过程中粉末粒度分布

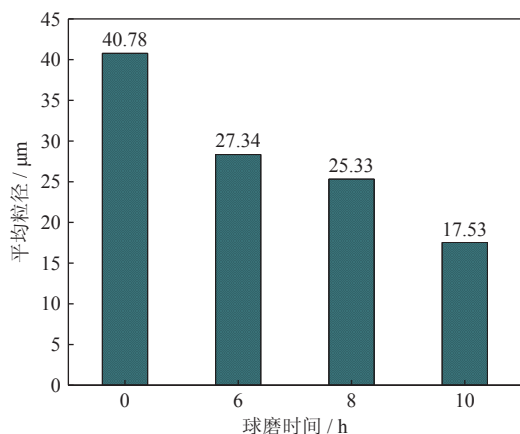


图 2 不同球磨时间后混合粉末平均粒径

Fig.2 Average particle size of the mixed powders after different ball milling times

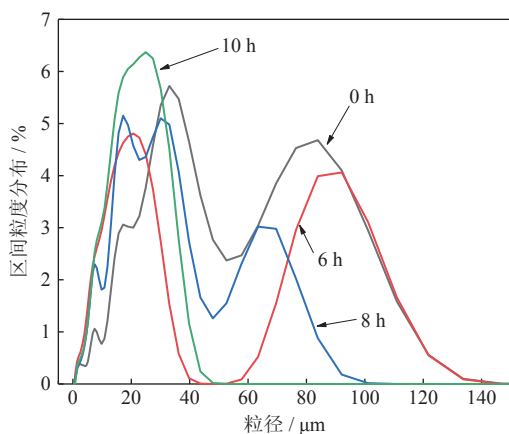


图 3 不同球磨时间球磨后粉末粒径分布

Fig.3 Particle size distribution of the mixed powders after the different milling times

越小, 粉末颗粒之间的运动摩擦阻力越大, 压制成形后弹性后效越大^[16], 最终导致压制成形后的待烧结坯体材料有裂纹和缺陷产生。相比于原始粉末, 球磨 8 h 后粉末分布范围缩小 30%, 球磨 10 h 后粉末分布范围缩小 62.5%, 此时粉末粒度分布较广, 压制成形后的待烧结坯体材料没有产生明显的裂纹

和缺陷, 如图 4 所示。综合考虑, 混合粉末的球磨时间选择 8 h。

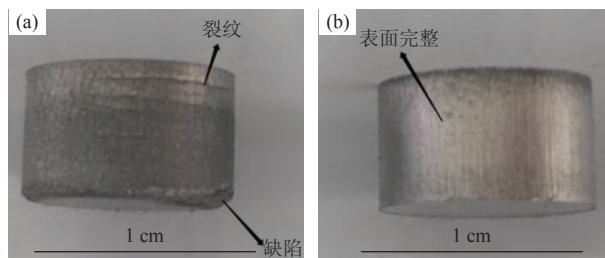


图 4 不同球磨时间粉末压制成形的待烧结 Ti-Mg 坯体: (a) 10 h; (b) 8 h

Fig.4 Ti-Mg billets prepared by the mixed powders after ball milling for the different times: (a) 10 h; (b) 8 h

图 5 为球磨 8 h 后混合粉末面扫描能谱分析。由粉末面扫描图可知, 粉末主要成分为钛颗粒, 镁颗粒不均匀的分布在钛颗粒上, 说明球磨 8 h 后镁颗粒包裹在钛颗粒表面。图 6 为球磨 10 h 后粉末能谱分析。通过图 6 可知, 此时粉末中含有微量的氧元素, 说明经过 10 h 球磨, 混合粉末出现少量氧化现象。

2.1.2 球磨时间对混合粉末物相的影响

图 7 所示为球磨不同时间后混合粉末的 X 射线衍射图谱。由图 7 可知, 经长时间球磨后的混合粉末中只有钛和镁的衍射峰, 并没有钛的氧化物相和镁的氧化物相, 说明长时间球磨不会导致钛和镁的大量氧化, 该现象与能谱分析结果相符。随着球磨时间的延长, 钛的衍射峰宽度逐渐增加, 说明随着球磨时间的延长, 钛粉末的晶粒组织逐渐细化。镁的衍射峰不断减弱, 直到 10 h, 镁的衍射峰基本消失。在 650 °C 以下, 钛在镁中的固溶度小于 0.012% (质量分数); 在 700 °C 以下, 镁在钛中的固溶度小于 0.070% (质量分数)^[17]。因此, 镁的衍射峰降低乃至消失的主要原因不是长时间的球磨使镁与钛相互固溶^[18], 而是在球磨过程中由于不

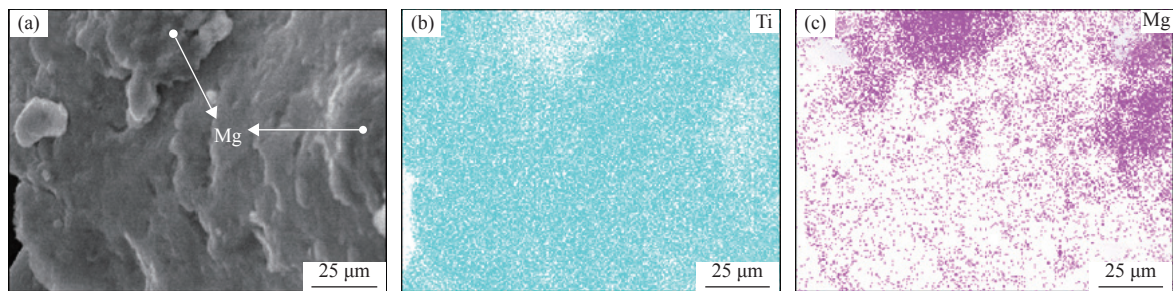


图 5 球磨 8 h 的 Ti-Mg 混合粉末微观形貌及能谱分析: (a) 微观形貌; (b) Ti; (c) Mg

Fig.5 SEM image and EDS analysis of the Ti-Mg powders after ball milling for 8 h: (a) SEM image; (b) Ti; (c) Mg

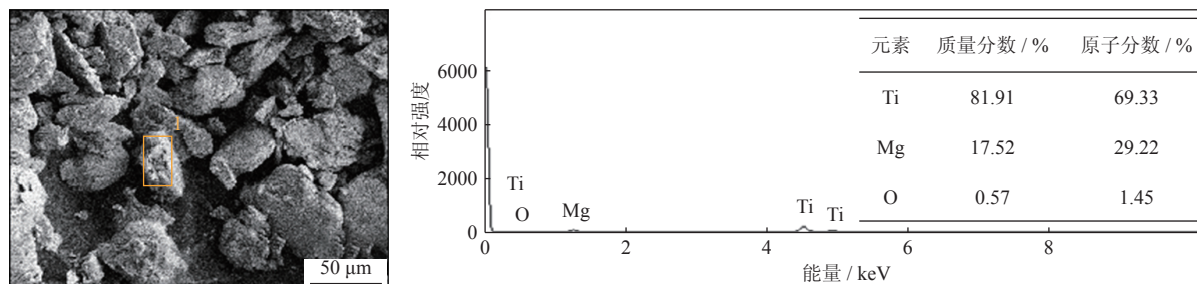


图 6 球磨 10 h 的 Ti-Mg 粉末微观形貌及能谱分析: (a) 微观形貌; (b) 位置 1 能谱分析

Fig.6 Mixed Ti-Mg powders after ball milling for 10 h: (a) SEM image; (b) EDS analysis of location 1

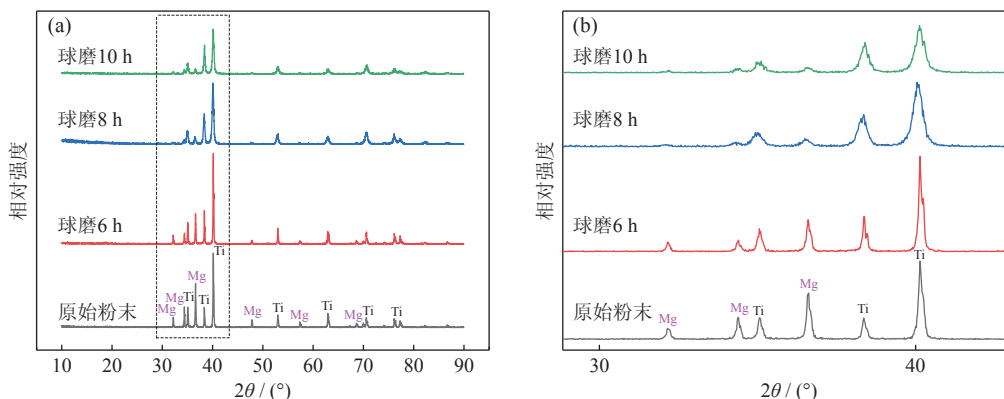


图 7 球磨不同时间后 Ti-Mg 粉末的 X 射线衍射图谱 (a) 及局部放大图 (b)

Fig.7 XRD patterns (a) and local magnification (b) of the mixed Ti-Mg powders after ball milling for different times

锈钢磨球的撞击和研磨作用使得脆性钛颗粒不断破碎, 当脆性钛颗粒破碎到一定程度后达到稳定, 而软质镁颗粒受到强烈撞击研磨作用, 使其“包裹”脆性钛颗粒。由于镁晶粒细小, 镁相相对于钛相有强烈的形变和弥散分布, 结晶度低, 在 X 射线衍射图谱中呈现为镁峰的降低乃至消失。球磨过程中钛、镁粉末结构变化如图 8 所示。图 9 为球磨后粉末形貌和截面图^[15]。由图可知, 经长时间的球磨, 粉末颗粒“内部”主要成分为钛, “外表层”主要成分为镁, 即镁颗粒包裹在钛颗粒的外表面, 与上述分析相符。

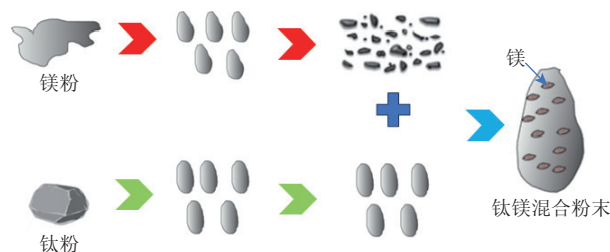


图 8 球磨过程中 Ti-Mg 混合粉末结构演变示意图

Fig.8 Structure evolution diagram of the Ti-Mg mixed powders during ball milling

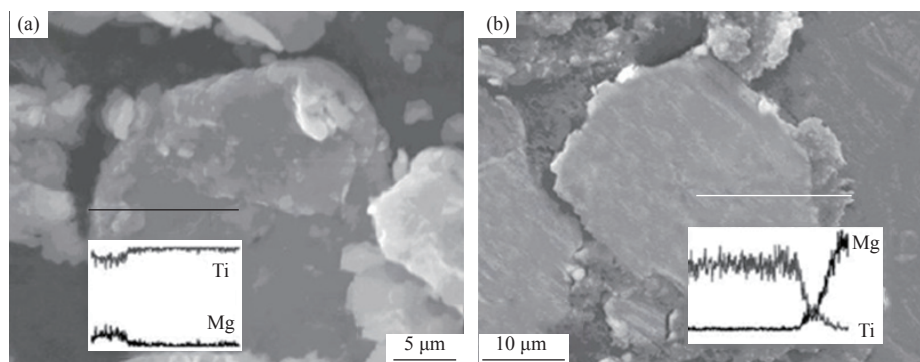


图 9 Ti-Mg 混合粉末表面形貌图 (a) 和截面图 (b) ^[15]

Fig.9 Morphology (a) and cross section (b) of the Ti-Mg mixed powders^[15]

2.1.3 球磨时间对混合粉末回收率和分布均匀性的影响

表 2 为经过不同球磨时间后混合粉末的粉末回收率, 图 10 为经过不同球磨时间后磨罐壁上钛、镁粉体粘结情况。由表 2 和图 10 可知, 球磨 6 h 后, 粉末回收率为 94.13%; 球磨 8 h 后, 冷焊现象不明显, 粉末回收率为 85.38%; 球磨 10 h 后, 出现严重冷焊现象, 粉末回收率明显下降为 60.48%。在球磨过程中, 钛、镁混合粉末受到磨球和球磨罐壁的强烈碰撞和冲击, 粉末颗粒经历了反复变形、破碎过程, 钛、镁粉末与球磨罐发生不同程度的粘结现象, 长时间的球磨会使钛、镁粉末与球磨罐粘结面达到原子级程度, 最终导致冷焊现象的发生, 使得钛、镁粉末粘结在磨罐上。冷焊现象的发生使粉末回收率降低, 改变了粉末成份, 同时影响球磨罐的继续使用。

表 2 不同球磨时间下混合粉末的粉末回收率

Table 2 Powder recovery of the mixed powders under the different ball milling parameters

球磨时间 / h	球磨转速 / ($\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$)	粉末回收率 / %
6	200	94.13
8	200	85.38
10	200	60.48

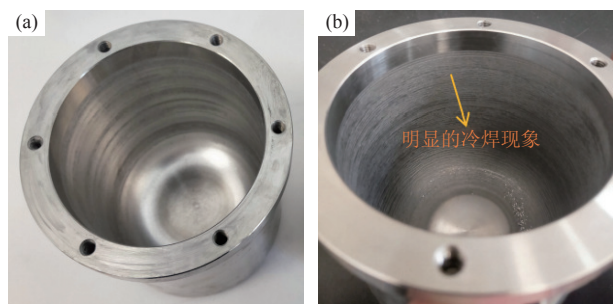


图 10 不同球磨时间后磨罐壁上钛、镁粉体冷焊现象: (a) 8 h; (b) 10 h

Fig.10 Cold welding phenomenon of the Ti-Mg mixed powders on tank wall after ball milling for different times: (a) 8 h; (b) 10 h

2.1.4 球磨时间对复合材料力学性能的影响

图 11 为不同球磨时间对 Ti-Mg 复合材料性能的影响。由图 11 可知, 随着球磨时间的增加, Ti-Mg 复合材料的抗压强度和压缩弹性模量都有所提升。根据粉末烧结的扩散理论, 烧结前颗粒具有的过剩表面能越高, 烧结活性越大, 粉体就越容易

烧结, 烧结强度越高^[15]。根据上述分析可知, 随着球磨时间的增加, 粉末的比表面积增加, 活性增强, 因此复合材料的抗压强度和压缩弹性模量随球磨时间的增加而提高。8 h 后复合材料的抗压强度为 400 MPa, 满足天然骨骼 (200 MPa) 的基本抗压强度需求^[19]; 压缩弹性模量为 39.54 GPa, 与人体骨骼的弹性模量接近, 复合材料作为植入物植入人体后不会造成“应力遮挡”现象。球磨时间为 10 h 时, 复合材料的强度为 435 MPa, 压缩弹性模量为 44.46 GPa, 抗压强度和压缩弹性模量提升并不明显。综合抗压强度和压缩弹性模量, 粉末的球磨时间应选用 8 h。

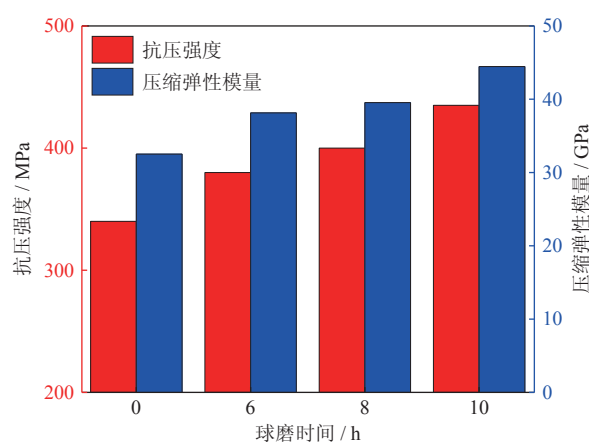


图 11 球磨时间对复合材料性能的影响

Fig.11 Influence of the ball milling time on the properties of the composite materials

综上所述, 球磨 8 h 粉末的平均粒径为 $25.33 \mu\text{m}$, 粉末粒度分布较广, 粉末的形状接近椭球状, 粉末未出现氧化现象, 钛、镁分布较为均匀, 未出现明显的团聚现象, 且球磨过程中粉末回收率较高, 球磨罐上未出现明显的冷焊粘壁现象, 所对应的复合材料的抗压强度为 400 MPa, 压缩弹性模量为 39.54 GPa, 满足作为医用材料的力学性能要求。

2.2 球磨转速的影响

2.2.1 球磨转速对混合粉末形貌和显微组织的影响

图 12 为不同球磨转速球磨 6 h 后粉末粒径和原始粉末粒径分布, 图 13 为不同球磨转速球磨 6 h 后粉末和原始粉末的平均粒径。结合图 12 和图 13 可知, 分别以 $100 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 和 $200 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 的球磨转速球磨 6 h 后, 粉末平均粒径均明显小于原始粉末平均粒径, 但是以 $200 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 转速球磨 6 h 后的粉末平均粒径未出现进一步明显细化。这是因为在球磨过程中, 磨球不断撞击、破碎粉末, 粉末细化, 随

随着球磨转速继续增加,磨球与粉末之间的碰撞将粉末压扁并引起粉末的加工硬化,产生“团聚”现象。

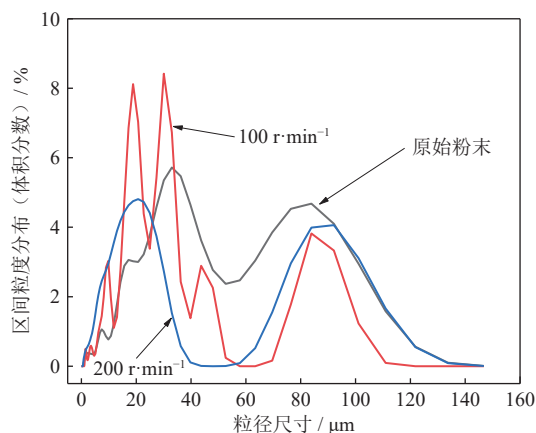


图 12 不同球磨转速球磨 6 h 后粉末粒径分布

Fig.12 Particle size distribution of the mixed powders after ball milling for 6 h with the different ball milling speeds

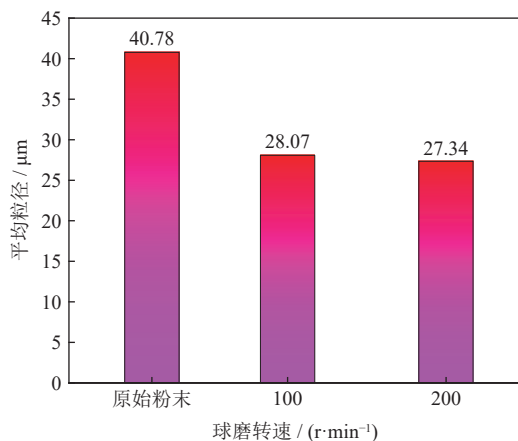


图 13 不同球磨转速球磨 6 h 后混合粉末平均粒径

Fig.13 Average particle size of the mixed powders after ball milling for 6 h with the different ball milling speeds

图 14 为以 $100 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 球磨转速球磨 6 h 后粉末的微观形貌,此时粉末呈片状结构,结合图 1 (a) ~ 图 1 (c) 可知,球磨转速增加有助于粉末的圆球度增加。表 3 为不同球磨转速球磨 6 h 后混合粉末的粉末回收率。由表 3 可知,以 $100 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 转速球磨后粉末回收率和 $200 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 球磨转速球磨后粉末回收率相差不大。

2.2.2 球磨转速对复合材料力学性能的影响

图 15 为不同球磨转速对复合材料性能的影响。由图 15 可知,以 $100 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 球磨转速球磨 6 h 的混合粉制备的复合材料强度为 370 MPa,压缩弹性模量为 33.91 GPa;以 $200 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 球磨转速所对应的复合材料压缩强度为 380 MPa,压缩弹性模量为

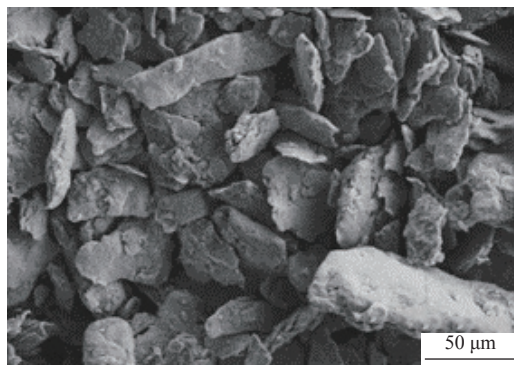


图 14 以 $100 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 球磨转速球磨 6 h 后粉末微观形貌

Fig.14 SEM image of the mixed powders after ball milling for 6 h at $100 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$

表 3 不同球磨转速球磨 6 h 后混合粉末的粉末回收率

Table 3 Powder recovery rate of the mixed powders after ball milling for 6 h with different ball milling speeds

球磨转速 / ($\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$)	粉末回收率 / %
200	94.13
100	96.67

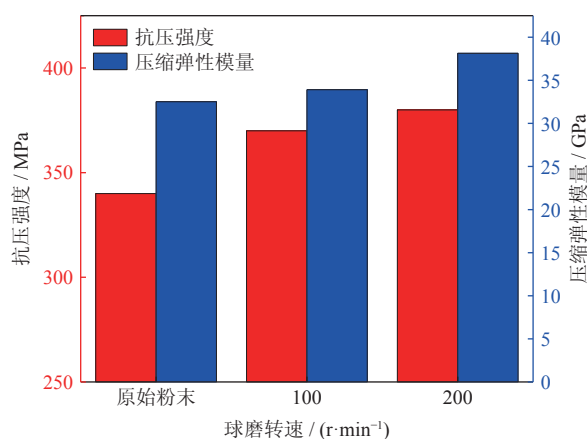


图 15 不同球磨转速对复合材料性能的影响

Fig.15 Effect of the ball milling speed on the properties of the composite materials

38.14 GPa; 两种球磨参数下,复合材料的抗压强度都满足天然骨骼的基本抗压强度需求,弹性模量与人体骨骼的弹性模量接近。综上所述,球磨 6 h 时,随着球磨转速增加,复合材料的抗压强度和压缩弹性模量提升并不明显。在低球磨转速下,球磨转速的增加不会导致粉末粒径大小、分布、形状出现明显变化,粉末塑性以及烧结后复合材料的力学性能变化也不是很明显。

3 结论

(1) 球磨 6~10 h, 随着随球磨时间逐渐增加,

粉末粒径逐渐变小, 粉末粒径分布逐渐变窄, 粉末形状由不规则形状转变为椭球状, 混合粉末中钛、镁分布较为均匀。随着球磨时间的延长, 复合材料的抗压强度和压缩弹性模量都有所提升。

(2) 在低球磨转速下, 球磨转速的提高不会导致粉末出现明显的变化。随着球磨转速的提高, 所对应的复合材料的压缩强度和压缩弹性模量有所提升, 但变化并不明显。

(3) 采用正己烷作过程控制剂, 在球料比 10:1、球磨转速 $200 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 条件下, 球磨钛、镁混合粉末 8 h, 在此球磨参数下粉末未出现明显氧化, 粉末平均粒径为 $25.33 \mu\text{m}$, 为细粉, 能够有效降低后续环节中的烧结温度, 粉末粒径分布较宽, 能够形成表面完整待烧结坯体材料。该球磨参数下所对应的复合材料的压缩强度为 400 MPa, 压缩弹性模量为 39.54 GPa, 能够实现与人体骨骼力学适配, 满足医用材料的力学性能要求。

参 考 文 献

- [1] Liu J Q, Liu J, Tang Y J, et al. Research progress in titanium alloy in the field of orthopaedic implants. *J Mater Eng*, 2021, 49(8): 11 (刘剑桥, 刘佳, 唐毓金, 等. 钛合金在骨科植入领域的研究进展. *材料工程*, 2021, 49(8): 11)
- [2] Yu Z T, Yu S, Cheng J, et al. Development and application of novel biomedical titanium alloy materials. *Acta Metall Sinica*, 2017, 53(10): 1238 (于振涛, 余森, 程军, 等. 新型医用钛合金材料的研发和应用现状. *金属学报*, 2017, 53(10): 1238)
- [3] Liu F, Zhou C K, Liu Y. Effect of milling process on properties of Ti/HA biomedical composites. *Powder Metall Technol*, 2005, 23(2): 116 (刘芳, 周科朝, 刘咏. 原始粉料的球磨工艺对 Ti/HA 生物复合材料性能的影响. *粉末冶金技术*, 2005, 23(2): 116)
- [4] Xia P Z, Xu Y, Zhao S T, et al. Research progress of preparation technology of Ti-Mg composite materials. *Titanium Ind Prog*, 2021, 38(3): 41 (夏朋昭, 许莹, 赵思坛, 等. Ti-Mg 复合材料制备技术研究进展. *钛工业进展*, 2021, 38(3): 41)
- [5] Tian Y Q, Zhao G Z, Liu Y, et al. Research progress in degradation behavior of biodegradable medical Mg-based alloys *in vivo* and *in vitro*. *J Mater Eng*, 2021, 49(5): 24 (田亚强, 赵冠璋, 刘芸, 等. 生物可降解医用镁合金体内外降解行为研究进展. *材料工程*, 2021, 49(5): 24)
- [6] Ouyang S H, Huang Q L, Liu Y, et al. Powder metallurgical Ti-Mg metal-metal composites facilitate osteoconduction and osseointegration for orthopedic application. *Bioact Mater*, 2019, 4(1): 37
- [7] Zhang J L. *Preparation and Micro-Arc Oxidation Modification of the Microwave Sintered Ti-Mg Composites* [Dissertation]. Nanchang: Nanchang Hangkong University, 2019 (张金龙. 医用 Ti-Mg 复合材料的微波烧结制备及表面微弧氧化改性研究 [学位论文]. 南昌: 南昌航空大学, 2019)
- [8] Wang Q. *Degradation Behavior of Biomedical Porous Ti-Mg Composites Prepared by Microwave Sintered* [Dissertation]. Nanchang: Nanchang Hangkong University, 2016 (王巧. 生物医用多孔 Ti-Mg 复合材料的微波烧结制备及降解行为研究 [学位论文]. 南昌: 南昌航空大学, 2016)
- [9] Jiang S. *Design, Fabrication and Characterization of Bicontinuous Titanium-Magnesium Composites* [Dissertation]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2017 (姜山. 双连续钛-镁复合材料设计制备与表征 [学位论文]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2017)
- [10] Jiang G F, Wang C L, Li Q Y, et al. Porous titanium with entangled structure filled with biodegradable magnesium for potential biomedical applications. *Mater Sci Eng C*, 2015, 47: 142
- [11] Li Q Y, Jiang G F, Wang C L, et al. Mechanical degradation of porous titanium with entangled structure filled with biodegradable magnesium in Hanks' solution. *Mater Sci Eng C*, 2015, 57: 349
- [12] Esen Z, Dikici B, Duygulu O, et al. Titanium-magnesium based composites: Mechanical properties and invitro corrosion response in Ringer's solution. *Mater Sci Eng A*, 2013, 573: 119
- [13] Kumar A, Pandey P M. Study of the influence of microwave sintering parameters on the mechanical behaviour of magnesium-based metal matrix composite. *Proc Inst Mech Eng Part C*, 2021, 235(13): 2416
- [14] Chen Q. *Fabrication and Property of Aluminum Matrix Composites Reinforced by High Entropy Alloy* [Dissertation]. Guangzhou: South China University of Technology, 2016 (陈奇. 高熵合金增强铝基复合材料的制备及性能研究 [学位论文]. 广州: 华南理工大学, 2016)
- [15] Wang Y Q. *Preparation and Properties of Porous Ti-Mg Matrix Bio-Composites with Low Elastic Modulus* [Dissertation]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2010 (王月勤. 低模量多孔 Ti-Mg 系生物复合材料的制备与性能研究 [学位论文]. 南京: 南京航空航天大学, 2010)
- [16] Huang P Y. *Theory of Power Metallurgy*. 2nd Ed. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2004 (黄培云. 粉末冶金原理. 2 版. 北京: 冶金工业出版社, 2004)
- [17] Leung Kishev H II. *Handbook of Metal Binary Phase Diagrams*. Transl by Guo Q W. Beijing: Chemical Industry Press, 2008 (梁基谢夫 H II. 金属二元系相图手册. 郭青蔚 等译. 北京: 化学工业出版社, 2008)
- [18] Cheng M, Liu Y, Wu H, et al. Effects of parameters of high-energy ball-milling on properties of TiH_2 and Mg powder. *Mater Sci Eng Powder Metal*, 2016, 21(4): 626 (程铭, 刘咏, 吴宏, 等. 高能球磨工艺参数对氢化钛粉和镁粉性能的影响. *粉末冶金材料科学与工程*, 2016, 21(4): 626)
- [19] Li Y H, Chen N, Cui H T, et al. Fabrication and characterization of porous Ti-10Cu alloy for biomedical application. *J Alloys Compd*, 2017, 723: 967