

热处理对增材制造生物纯钛力学性能的影响

申发磊¹, 夏维龙², 娄殿军², 郭娜娜¹, 李昊卿¹, 刘树裕¹, 方晓英¹

(1. 山东理工大学 机械工程学院, 山东 淄博 255000)
(2. 山东新华医疗器械股份有限公司, 山东 淄博 255086)

摘要: 选区激光熔化(selective laser melting, SLM)能直接根据 CAD 模型制备形状复杂的个性化医用植入物。本工作旨在研究 SLM 和后续热处理后生物纯钛(TA1)的显微组织和力学性能。结果表明, SLM 打印后的 TA1 合金为针片状 α' 马氏体组织, 且沿建造方向保留初始 β 柱状晶形貌; 热处理后发生再结晶组织转变, 形成等轴 α 晶粒, α 晶粒长大过程中伴随孔洞的减小或闭合, 使孔隙率明显下降。在真空环境下进行 800 °C 退火可使合金在晶界和晶内析出细小的 TiFe 和 TiO₂ 相, 这些析出相对晶界结构具有选择性。孔隙率的下降和 TiFe/TiO₂ 相的析出是真空热处理有效改善 SLM 制备的 TA1 材料力学性能的主要原因。

关键词: 选区激光熔化; 纯钛; 析出相; 力学性能

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)01-0232-09

钛及钛合金具有良好的生物相容性、耐腐蚀性和优异的力学性能, 在生物医用领域的应用十分广泛, 其中纯钛, Ti-6Al-4V 合金最为常用^[1-4]。但现有研究已经指出, 人体长期植入 Ti-6Al-4V 合金可能会对健康产生一些负面影响(阿尔茨海默病及 Al、V 元素引起的过敏反应)^[1,5,6], 故用纯钛制造生物医用产品具有巨大的潜力。考虑到纯钛的高成本和较差的可加工性^[7], 传统制造方法(如铸造^[8]、粉末冶金^[9]和机械加工^[10]等)会造成较大的材料、能源浪费, 且很难制造形状复杂的骨科植入物等产品^[7]。金属增材制造方法, 如选区激光熔化(selective laser melting, SLM), 作为一种有前景的工艺可以根据零件的 CAD 模型进行切片分层处理, 按照数控系统设定的路径进行扫描, 通过激光熔化金属粉末层层叠加获得近净成形零件^[11,12]。SLM 工艺的优势在于:(1) 直接将设计转换为成品, 降低了生产成本并提高了材料的利用率;(2) 允许设计制造复杂的形状, 如可制造多孔结构的骨科植入物;(3) 按需制造, 整体产品开发和制造时间大幅度减少;(4) 方便共享 CAD 文件, 以复制相同的设计^[13,14]。

现有大部分研究集中在 SLM 工艺参数(如激光功率 P 、扫描速度 v 、扫描间距 h 和层厚 t)和热处理(HT)对纯钛组织和性能的影响^[12,15-22], 其主要结果总结在表 1 中。但 SLM 过程中的急热、急冷特性往往会导致

金属原料粉末以外延方式重复凝固, 沿着建造方向(build direction, BD)形成柱状晶^[23], 导致最终部件性能的各向异性。各向异性降低了部件的可靠性, 制约了 SLM 零件在复杂应力场下(生物医用领域)的应用^[24]; 另外, 纯钛的强韧性相对其他钛合金较差^[25], SLM 过程中产生的较大的内应力会进一步降低其力学性能。再者, SLM 成形过程中极快冷速和不均匀冷却造成的孔隙通常是不可避免的。为解决这些问题, 仅改变工艺参数是不够的, 应设计合适的热处理工艺: 第 1, 通过再结晶减轻残余内应力, 形成细小等轴晶消除各向异性; 第 2, 通过晶格参数改变(或相变)来降低孔隙率; 第 3, 通过析出相来强化基体。本研究在 SLM 成形工艺研究基础上, 将直接成形纯钛样品进行不同热处理, 对比分析了热处理对 SLM 成型后纯钛显微组织和力学性能的影响。

1 实验

实验原料采用的是雾化法得到的 1 级纯钛(TA1)粉末, 表 2 给出了该粉末的化学成分。经扫描电子显微镜(SEM)观察, 粉末球形度较好、颗粒圆整、表面较光滑, 伴有少量卫星颗粒(如图 1); 经 Mastersize-3000 激光粒度仪测试粉末平均粒径为 40 μm (如图 2)。

SLM 打印过程是在德国通快 TruPrint 1000 设备上

收稿日期: 2021-01-17

基金项目: 国家重点研发计划(2018YFB1105900); 淄博市校城融合发展计划(2018ZBXC154)

作者简介: 申发磊, 男, 1997 年生, 博士生, 山东理工大学机械工程学院, 山东 淄博 255000, E-mail: 20401010026@stumail.sdut.edu.cn

表 1 SLM 纯钛的力学性能及其与锻件性能比较

Table 1 Mechanical properties of SLMed pure Ti compared to wrought Ti parts

Material	P/W	v/mm·s ⁻¹	t/μm	h/μm	HT	σ _y /MPa	σ _{uts} /MPa	ε _{fracture} /%	Ref.
TA1	90	500	25	80	-	670±10(// BD)	780±10(// BD)	32±2(// BD)	[15]
					-	670±10(⊥ BD)	810±10(⊥ BD)	18±2(⊥ BD)	
					650 °C/1 h	550±10(// BD)	650±10(// BD)	34±2(// BD)	
						550±10(⊥ BD)	610±10(⊥ BD)	31±2(⊥ BD)	
TA1	120	1000	30	120	-	353.0	408.8	12.1	[16]
TA1	440	1000	30	120	-	432.6	509.0	7.5	[16]
TA1	350	1400	30	120	-	502.2±1.7	600±2	34.3±0.5	[17]
TA1	136	400	30	120	-	533±3	714±4	17.84±0.82	[18]
TA1	340	1200	50	70	-	560±13	641±10	18±3	[19]
TA2	165	138	100	100	-	555±3	757±12.5	19.5±1.8	[20]
TA2	175	800	30	150	-	629.4	731.5±5.7	20.3±1.1	[12]
TA2	50	333	25	80	-	-	680±30(// BD)	10±2(// BD)	[21]
-					-	750±50(⊥ BD)	20±3(⊥ BD)		
TA2	Forging				-	363±1	397±2	23±2	[22]
TA1	ASTM B265-15				-	138~310	≥240	≥24	[12]

表 2 TA1 粉末化学成分

Table 2 Chemical composition of TA1 powder (ω/%)

C	Fe	O	N	H	Ti
0.01	0.11	0.13	0.01	0.002	Bal.

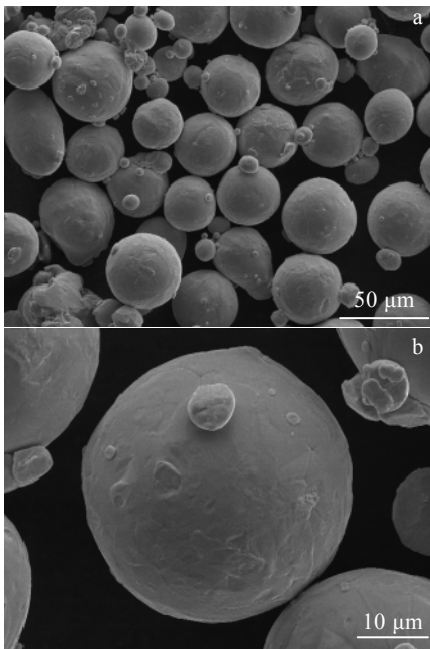


图 1 TA1 粉末形貌

Fig. 1 Morphologies of TA1 powder

完成的，该设备采用 200 W TRUMPF 光纤激光器，光斑直径为 55 μm。整个打印过程通入氩气作为保护气体，所采用的 SLM 工艺参数如表 3 所示。待测样品在纯钛基板上打印成型，打印过程中层间旋转 67°，层内为岛状分区域式扫描（如图 3a），打印成型的块状

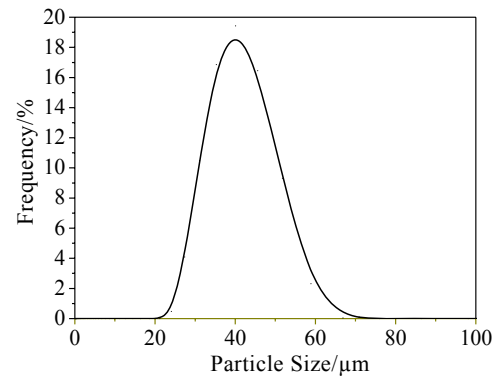


图 2 TA1 粉末粒径分布

Fig. 2 Particles size distribution of TA1 powder

表 3 SLM 打印参数

Table 3 Process parameters of SLM

Layer power/W	Spot size/μm	Layer thickness/μm	Scan spacing/μm	Scan speed/mm·s ⁻¹
175	55	20	90	1250

样品（10 mm × 8 mm × 6 mm）将用于显微组织分析（如图 3b），打印成型的棒状样品将用于拉伸试验，其尺寸如图 3c 所示。实验中设计了 2 条热处理工艺路线，其一是以 7 °C/min 的速度加热到 450 °C 保温 45 min 然后再加热到 750 °C 保温 60 min，炉冷到室温，热处理在 N₂ 保护气氛下进行，命名为 HT1。另一种热处理工艺是以同样的速度加热到 800 °C 保温 60 min 然后炉冷到室温，热处理在真空环境中进行，真空度为 3 × 10⁻³ Pa，命名为 HT2。工艺路线如图 4 所示。

采用光学显微镜（OM）、X 射线衍射（XRD）、扫描电子显微镜（SEM）及其附带的能谱仪（EDS）和电子背散射衍射（EBSD）对 SLM 和热处理后样品的显微

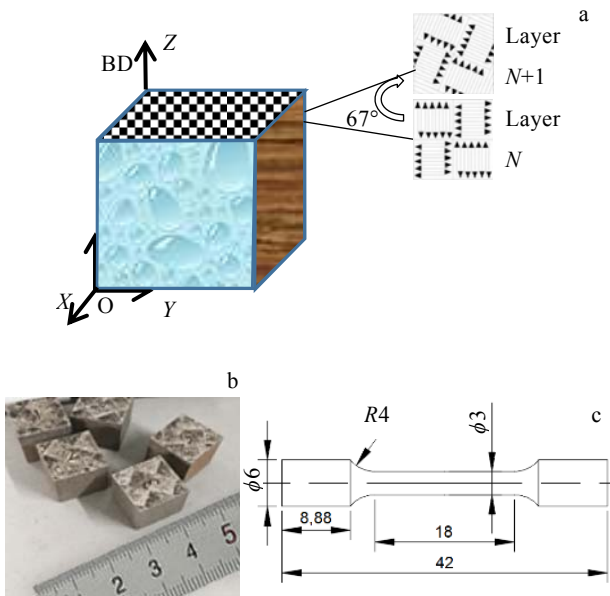


图 3 SLM 扫描策略与 TA1 试样

Fig.3 SLM scanning strategy (a) and TA1 samples used for microstructure examination (b) and tensile testing (c)

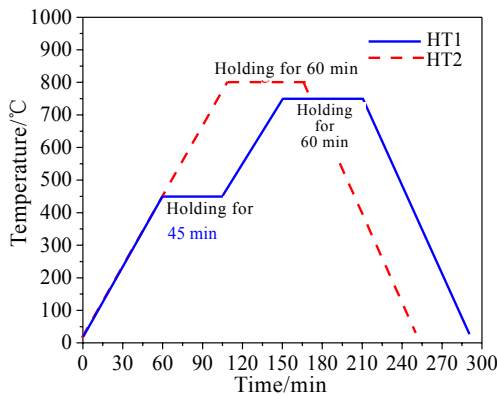


图 4 热处理工艺路线

Fig.4 Heat treatment routes

组织进行了研究。将待测样品采用常规砂纸打磨后在甲醇（180 mL），正丁醇（90 mL）和高氯酸（30 mL）混合溶液中进行电解抛光，抛光电压为 30 V，电流范围 1~2 A，通过液氮冷却到-10 °C后抛光 90 s 左右。抛光后利用 EDAX OIM 得到 EBSD 重构图（扫描步长为 0.3 μm）。另外还采用 XRD (Bruker D8) 和与 SEM (Apreos) 相联的 EDS 分别进行了相和成分分析。利用 SDPTOP XD30M 型光学显微镜观察样品表面孔洞等缺陷，每个样品随机选取 30 个视场，采用 Image J 图像软件统计孔洞所占面积以确定孔隙率。为便于组织显示，电解抛光后对待测样品表面进行金相蚀刻，腐蚀剂采用的是 3 mL

的氢氟酸+5 mL 的硝酸+92 mL 的蒸馏水混合酸溶液，蚀刻时间为 15 s 左右，蚀刻后分别在 OM 和 SEM (Quanta 250) 下观察。

使用 Instron 5969 万能拉伸试验机进行拉伸试验，变形速度为 0.5 mm·min⁻¹。利用 SEM (Quanta 250) 观察断口形貌。

2 结果和讨论

2.1 显微组织和相分析

2.1.1 显微组织

图 5 分别给出了 SLM, HT1 和 HT2 处理后样品的金相组织形貌。可以看出，SLM 直接打印后的合金为细针状 α' 马氏体，且可清晰观察到沿建造方向（build direction, BD）生长的初始 β 柱状晶样貌，其宽度为 70~100 μm，高度可达 1000 μm 以上。经高倍 SEM 观察（图 6）发现，α' 马氏体针的宽度为 0.5~2 μm，其长度大小不一，先形成的马氏体针片长些，后形成的马氏体针片长度会受到限制。另外，组织中分布着一些白色亮点，应该是极少量未转变的 β 相。

经 HT1 处理后（图 5b），初始 β 柱状晶样貌消失，组织发生了再结晶（α' 马氏体转变为无畸变的 α 相，仅有晶格参数变化，并无点阵结构变化，所以定义为再结晶转变），形成了等轴晶 α 相，晶粒平均尺寸为 60 μm。经 HT2（图 5c）处理后，晶粒形貌与 HT1 几乎无差别，晶粒平均尺寸为 51 μm，值得注意的是晶界处（图 5c 中红色箭头）观察到大量的析出相。由于 HT2 的加热温度高于 HT1，晶粒尺寸反而略有下降，这应该是析出相对晶界迁移的钉扎所致。经高倍背散射像观察（图 7），2 个热处理样品中晶粒内部都残留一些 α' 马氏体组织，但晶界处表现出一定的差异，HT1 样品的晶界较干净（即便有第二相数量也很有限）；相比而言，HT2 处理后的样品中晶界处多有析出相（经蚀刻后，析出相脱落，晶界处留下一些孔隙）分布，这与 OM 观察结果一致。至于析出相类型见 2.1.2 部分。

图 8 给出了 SLM, HT1 和 HT2 样品直接电解抛光后经 OM 观察的缺陷分布图。可以看出，打印缺陷从形态上看主要有 2 种：圆形（近圆形）气孔和拉长的不规则未熔区孔洞。SLM 样品中未熔区孔洞较多，沿层间（即垂直 BD 方向）分布，长度在 60~150 μm 之间，这类孔洞是由于层间熔合不良造成的^[26]。经 HT1 或 HT2 热处理后未熔区孔洞尺寸减小，在 OM 下较少观察到。圆形气孔尺寸为 20~30 μm，这类孔一般由粉末或打印气氛中的气体在冷却凝固过程中滞留在打印件内而形成的^[26]。本研究中由于采用循环使用的粉末，一方面粉末流动性差导致铺粉层不均匀，致使构件会出现层间熔合不良；

另一方面，多次使用后粉末带入更多的 H、O 等气体会导致产生气孔概率增加^[27,28]。经 Image J 测定 SLM 样品中孔隙率约为 1.4%。HT1 和 HT2 样品的孔隙率分别降为 0.3%和 0.2%。表明再结晶过程中对孔洞具有填充或愈合作用。热处理后孔隙率下降主要是因为 SLM 后形

成的 α' 马氏体经热处理转变为等轴 α 相时，由于晶格参数的变化会导致体积的膨胀，其比体积变化率约为 1.6%^[29]。内部孔洞通过容纳体积的微量变化一方面可以降低组织转变应力，另一方面也实现了自身的尺寸减小或闭合。

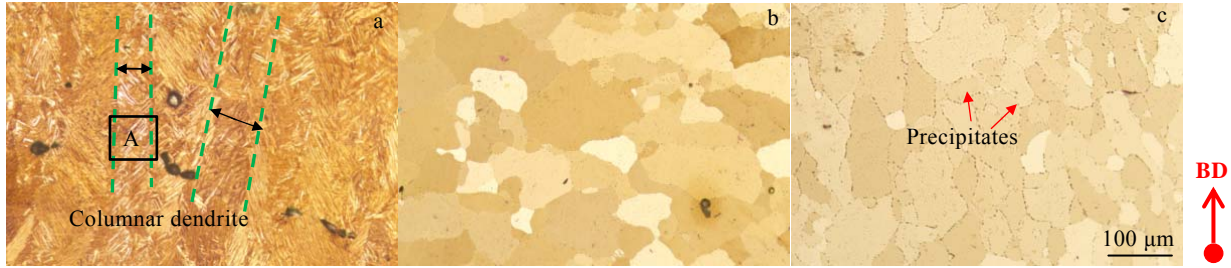


图 5 不同处理条件下样品的 OM 组织

Fig.5 OM microstructures of samples under different conditions: (a) SLM, (b) HT1, and (c) HT2

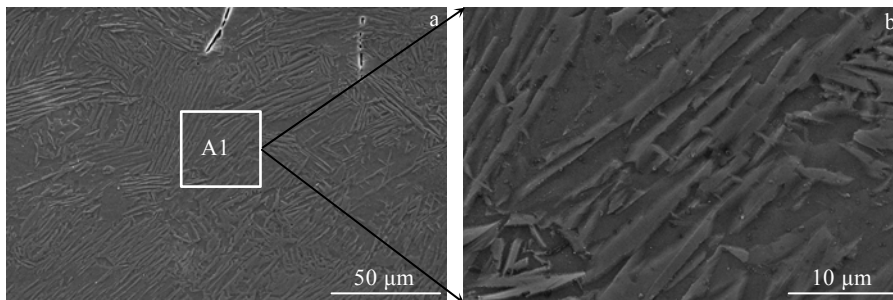


图 6 SLM 样品的 SEM 组织

Fig.6 SEM microstructures of SLM samples

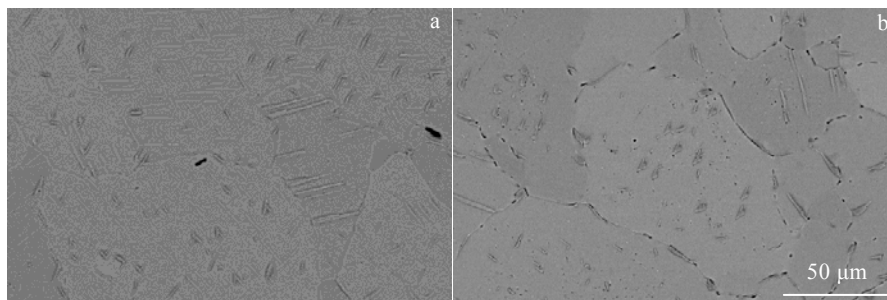


图 7 HT1 和 HT2 样品的 SEM 组织

Fig.7 SEM microstructures of HT1 (a) and HT2 (b) samples



图 8 样品的缺陷分布图

Fig.8 Distribution of printing defects in SLM (a), HT1 (b) and HT2 (c) samples

2.1.2 晶粒 OIM 与相分析

图 9 为 3 个样品在平行于建造方向的截面上基于 3 个取向欧拉角的晶粒取向成像 (orientation image microscopy, OIM) 图。可以看出, 对于 SLM 样品 (图 9a), 在一个晶粒团内, 马氏体针片的取向数量有限, 经测定马氏体针片之间的取向关系多为 $60^\circ/[11\bar{2}0]$, 这是符合与初始 β 基体满足 Burgers 取向关系 ($\{110\}\beta//\{0001\}\alpha'$, $\langle\bar{1}1\bar{1}\rangle\beta//\langle 11\bar{2}0\rangle\alpha'$) 的马氏体变体之间的界面取向差关系的^[30]。经 HT1 和 HT2 处理后, 再结晶后的 α 晶粒呈现多样化的取向颜色, 表明取向数量增加, 晶粒择优取向趋势不显著^[15,31], 如图 9b 和 9c 所示。

图 10 为 EBSD 重构出的 α 和 β 相分布图。经统计, SLM, HT1 和 HT2 3 个样品中都包含极少量的 β 相, 其比例分别为 1.41%, 0.185%和 0.053%。其中 SLM 样品存在略多的 β 相是由于 SLM 过程中凝固速度太快, 导致部分初始 β 相来不及转变为 α' 相而保留到室温。而在后续热处理中, 伴随残余内应力的释放, 晶粒发生了再结晶, 同时, 剩余的 β 相也大都发生了 α 转变。

考虑到热处理后, 尤其是经 HT2 处理后晶界处发现大量的析出相, 为确定这些析出相的类型, 对 3 个状态的样品分别进行了 XRD 分析, 结果如图 11 所示。可以看出, SLM 和 HT1 样品的 XRD 结果基本相同,

经分析, 衍射峰皆为 α 相 (注: 由于 α' 和 α 相晶格参数差别小, 衍射峰是重合的)。与 SLM 和 HT1 样品形成明显差异的是, 经真空 800°C 退火后的 HT2 合金样品中出现了 TiFe 和 TiO_2 相的衍射峰。为进一步观察析出相分布, 对直接电解抛光的 HT2 样品在背散射成像模式下同步进行了 EBSD 扫描, 同一个区域的背散射电子像、EBSD 重构的 OIM 和晶界特征分布如图 12 所示。可以看出, 晶界处明显存在白亮色和次亮色的析出相, 晶内也零星分布一些尺寸极小的点状析出相。经 EDS 分析 (图 13) 发现, 晶界白亮析出相 (图 13a 中 point 1) 的 Fe 元素峰明显高于基体 (Point 3) 的 Fe 元素峰, 表明该析出相富含 Fe 元素。理论上 Fe 的原子序数大于 Ti, BSE 观察模式下 TiFe 化合物应比 α 相亮。Yamanaka 等人^[32]也提到了在样品中发现细小的富 Fe 颗粒, 但并未指出该富 Fe 颗粒为何相。由于 Fe 在 Ti 中的溶解度很小, 若 Fe 含量超过溶解极限后就会析出 TiFe 相^[33], 结合 XRD 结果 (图 11) 故可推断为 TiFe 相, 该析出相在 HT1 晶界上也少量存在 (如图 7a)。图 12 中晶界上和晶粒内次亮色的点状析出相 (Point 2) 的 O 元素峰 (图 13) 略高于基体 (Point 3), 可推断为氧化物 TiO_2 相。HT2 样品中存在氧化物但 SLM 和 HT1 样品中却未发现, 分析认为: HT2 是在真空环境下进行的, 粉末中的氧和打印准备阶段部分

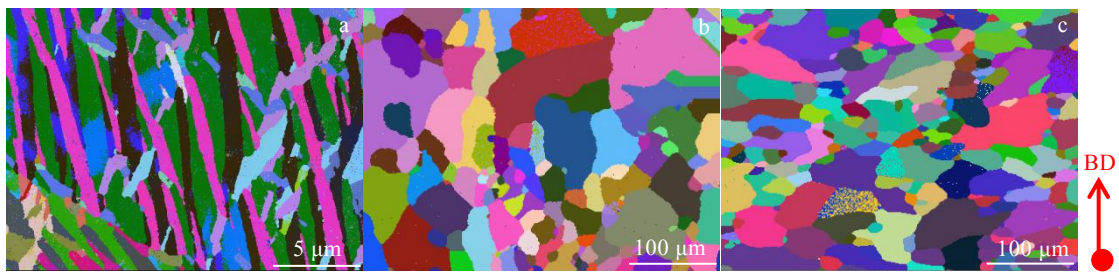


图 9 EBSD 重构的晶粒取向成像(OIM)图

Fig.9 EBSD-reconstructed OIM maps of SLM (a), HT1 (b) and HT2 (c) samples

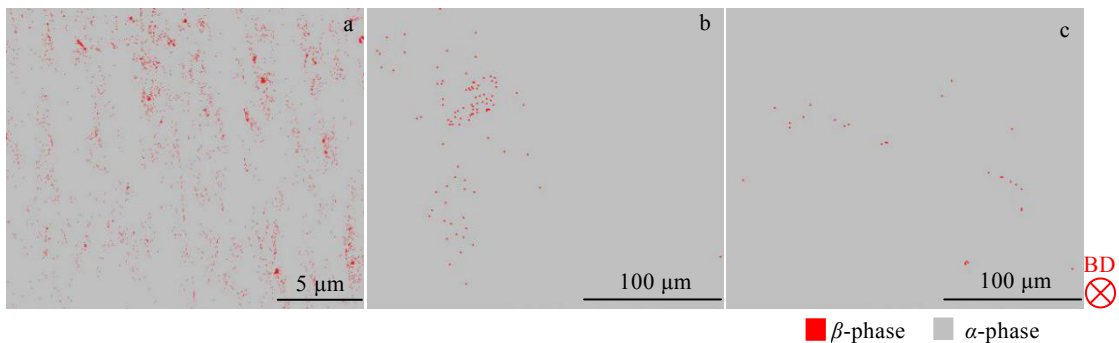


图 10 EBSD 重构的两相分布图

Fig. 10 EBSD-reconstructed phase distribution maps of SLM (a), HT1 (b) and HT2 (c) samples

Ti 粉表面形成氧化层的 O 元素^[34]在 SLM 打印过程中未能及时逸出而是以气孔的形式滞留在样品中，热处理过程中 O 元素会发生扩散^[35]，真空负压环境会大大促进这种扩散^[21]。

特别提出的是，晶界析出相具有一定的位置选择性，选择典型的 6 条晶界进行析出相分析，如图 12 所示。这些晶界的取向差（以轴角对形式表示）和类型总结在表 4 中。其中有 2 条小角度晶界（low angle grain boundary, LAB），2 条重位点阵晶界（ $\Sigma 11b$ 和 $\Sigma 19c$ ）以及 2 条一般大角度晶界（high angle grain boundary, HAB）。不难看出，在小角度晶界（图 12 中晶界 3 和 4）和特殊晶界（图 12 中晶界 1 和 2），几乎不发生析出行为或者极少的第二相连续析出。对比而言，对于一般大角度晶界（图 12 中晶界 5 和 6），第二相沿晶界连续析出。此外，其它重位点阵晶界比如 $\Sigma 13b$ 和 $\Sigma 19b$ 上也

有析出相。这是由于小角度晶界的重位点阵晶界面能比一般大角度晶界面能低，结构有序度高，因而第二相不容易在其上偏聚^[36]。

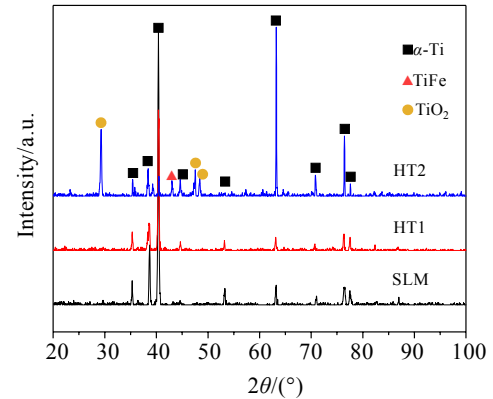


图 11 不同条件下 TA1 的 XRD 图谱

Fig. 11 XRD patterns of TA1 under different conditions

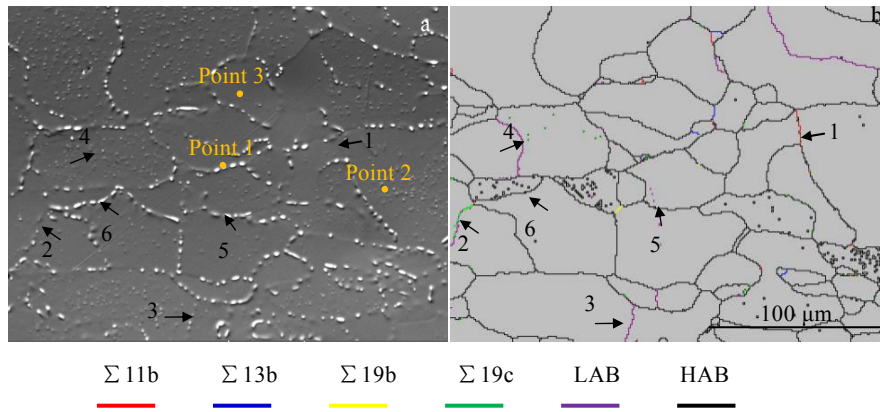


图 12 HT2 样品的 BSE 图和对应的 EBSD 图

Fig. 12 BSE (a) and EBSD (b) maps of HT2 sample

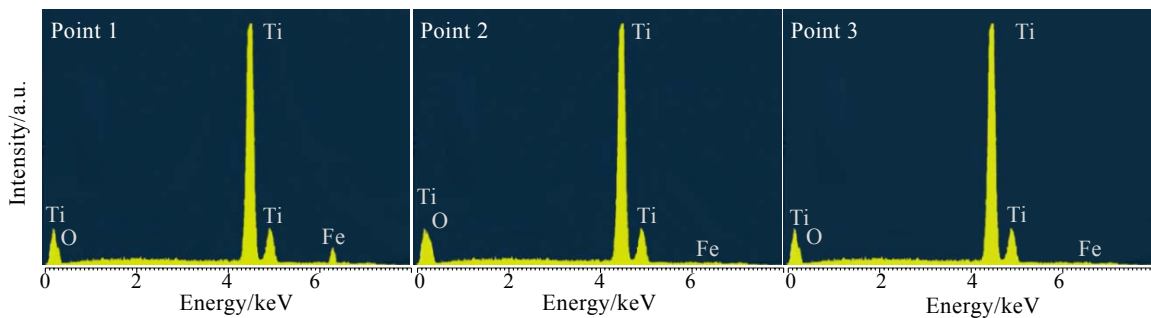


图 13 图 12a 中不同位置点的 EDS 能谱

Fig.13 EDS spectra of different points marked in Fig.12a

表 4 图 12 中典型晶界的取向差（轴角对）和重合点阵晶界类型

Table 4 Grain boundary misorientation in terms of angle/axis pairs and coincidence site lattice frame for typical grain boundaries in Fig.12

Number	1	2	3	4	5	6
$\theta/\langle uvw \rangle$	$85^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$	$87^\circ \langle 01\bar{1}0 \rangle$	$7^\circ \langle 10\bar{1}4 \rangle$	$7^\circ \langle \bar{1}01\bar{4} \rangle$	$57^\circ \langle 4\bar{1}\bar{3}1 \rangle$	$70^\circ \langle 0\bar{1}10 \rangle$
Typical grain boundaries	$\Sigma 11b$	$\Sigma 19c$	LAB	LAB	HAB	HAB

2.2 室温力学性能分析

表 5 给出了 3 个状态下合金样品的拉伸性能。可以看出, SLM 样品显微组织虽然为细针状马氏体, 但屈服强度和抗拉强度数值相对较低。经过热处理后, 强度和延伸率都有所升高, 尤其是强度指标, 经 HT1 处理后, 其屈服强度和抗拉强度分别提高了 14% 和 127%; 经 HT2 处理后, 这 2 个值提升得更显著, 分别提高了 50% 和 133%, 延伸率也提高了 6%。分析认为, 热处理后力学性能大幅改善主要原因是: HT1 和 HT2 样品都发生了再结晶组织转变, 并伴有 α 晶粒的广泛长大, 可缩小或愈合组织中的孔隙^[37], 在这个过程中热处理对 SLM 过程中引入的孔洞具有减少甚至闭合作用, 大大降低了孔隙率, 提高了合金的力学性能; HT2 后力学性能改善的更加显著, 可以归结为细小 TiFe 和 TiO₂ 析出相对合金具有弥散强化作用。需要指出的是, 该实验中样品, 尤其是直接 SLM 样品, 力学性能较文献报道的数值低(表 1), 主要是由于该实验采用的是循环使用的粉末。虽然打印后样品的力学性能较差, 但通过后续热处理是可以改善

的, 特别是抗拉强度。

图 14 为 3 个拉伸样品的断口形貌。SLM 样品断口处存在大量圆形和不规则的孔洞, 孔洞的周围存在环状的撕裂棱(图 14a 中圆形虚线区域), 非孔洞处为尺寸较小的浅切窝, 切窝尺寸与马氏体宽度相当, 表明此处为沿晶断裂。经热处理后(图 14b 和图 14c)断裂表面的孔洞有所减少, 晶内存在明显的滑移痕迹, 断口仍以切窝为主, 且撕裂显著。值得注意的是真空 800 °C 热处理 (HT2) 样品的抗拉强度和伸长率最高, 前文提到 HT2 与 HT1 热处理样品的晶粒尺寸相差不大, 故推测力学性能的差异主要来源于析出相的产生。

表 5 不同条件下 TA1 样品的拉伸性能

Table 5 Tensile properties of TA1 under different conditions

Sample	σ_y /MPa	σ_{uts} /MPa	$\epsilon_{fracture}$ /%
SLM	202	236	17
HT1	230	535	19
HT2	304	549	23

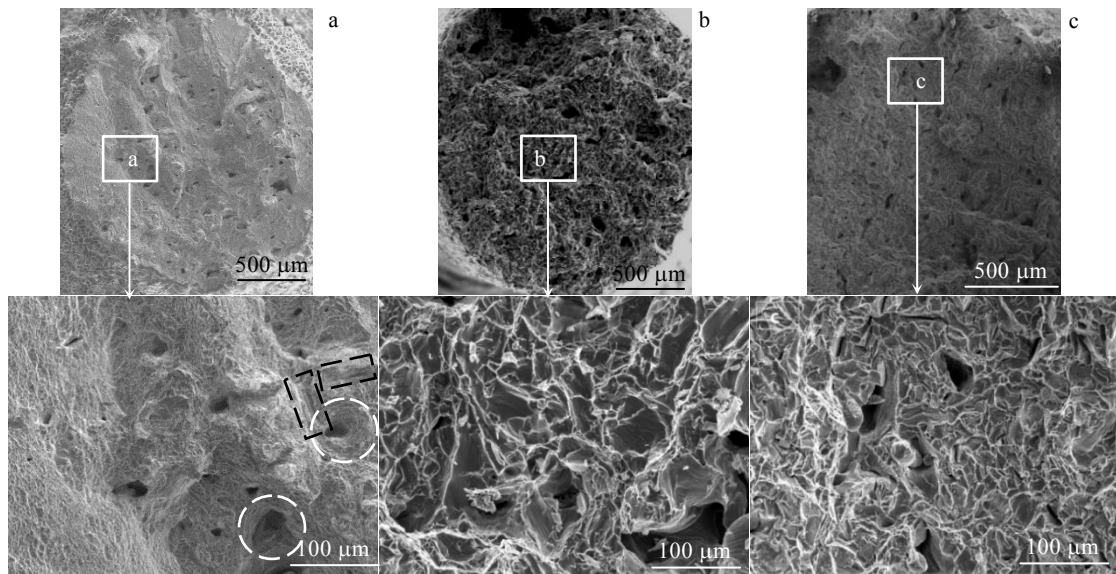


图 14 不同条件下 TA1 样品的拉伸断口 SEM 形貌

Fig.14 SEM morphologies of fracture surface in the tensile samples of TA1 under different conditions: (a) SLM, (b) HT1, and (c) HT2

3 结 论

1) SLM 打印后的 TA1 试样内部有大量的孔洞, 经热处理后由于组织发生了再结晶和晶粒长大, 部分孔洞发生了体积减少或闭合, 使孔隙率大幅下降。

2) 打印后的显微组织为细针状马氏体 α' 相和极少量的 β 相。经 HT1 处理后合金发生了再结晶, 形成了等轴的 α 相, 释放了残余内应力; 而经真空(负压)环境

下的 HT2 热处理后, 除靠再结晶形成等轴 α 晶粒外, 在晶界和晶内分别析出了细小的 TiFe 和 TiO₂ 相。这些析出相对晶界结构具有选择性。

3) 热处理有效提高了 SLM TA1 的强度, 这主要归结为孔隙的愈合和第二相的弥散析出。

参考文献 References

[1] Mu X N, Cai H N, Zhang H M et al. *Materials & Design*[J],

- 2018, 140: 431
- [2] Luo J P, Sun J F, Huang Y J *et al. Materials Science and Engineering C*[J], 2019, 97: 275
- [3] Okulov I V, Volegov A S, Attar H *et al. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*[J], 2017, 65: 866
- [4] Mohammed M T. *Karbala International Journal of Modern Science*[J], 2017, 3(4): 224
- [5] Xu Lin, Zhang Wenchao, Liu Xianchen *et al. Journal of Alzheimer's Disease: JAD*[J], 2018, 62(1): 361
- [6] Al-Okbi S Y, Mohammed S, Al-Siedy E S K *et al. Journal of Oleo Science*[J], 2020, 69(7): 771
- [7] Attar H, Löber L, Funk A *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 625: 350
- [8] Ehtemam-Haghighi S, Prashanth K G, Attar H *et al. Materials & Design*[J], 2016, 111: 592
- [9] Karanjai M, Sundaresan R, Rao G V N *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2007, 447(1-2): 19
- [10] Mello M G, Salvador C A F, Fanton L *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 764: 138 190
- [11] Li Haoqing, Wang Ming, Lou Dianjun *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2020, 45(10): 146
- [12] Deng Huaibo(邓怀波), Chen Yuhua(陈玉华), Li Shuhan(李树寒) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(12): 4119
- [13] Ngo T D, Kashani A, Imbalzano G *et al. Composites Part B: Engineering*[J], 2018, 143: 172
- [14] Bose S, Ke D X, Sahasrabudhe H *et al. Progress in Materials Science*[J], 2018, 93: 45
- [15] Li C L, Won J W, Choi S W *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 803: 407
- [16] Na T W, Kim W R, Yang S M *et al. Materials Characterization*[J], 2018, 143: 110
- [17] Zhang J Q, Liu Y G, Bayat M *et al. Scripta Materialia*[J], 2021, 191: 155
- [18] Wang D W, Zhou Y H, Shen J *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 762: 138 078
- [19] Zhao Danlei, Han Changjun, Li Yan *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 804: 288
- [20] Attar H, Calin M, Zhang L C *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 593: 170
- [21] Wysocki B, Maj P, Krawczyńska A *et al. Journal of Materials Processing Technology*[J], 2017, 241: 13
- [22] Xu Chun, Zhu Wenfeng. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2012, 22(8): 1939
- [23] Kumar P, Prakash O, Ramamurty U. *Acta Materialia*[J], 2018, 154: 246
- [24] Kang M J, Won J W, Lim K R *et al. Metals*[J], 2018, 8(1): 54
- [25] Wang Yichao(王艺超), Xie Yingjie(谢英杰), Xing Qiuli(邢秋丽) *et al. Journal of Materials Science and Engineering*(材料科学与工程学报)[J], 2017, 35(3): 498
- [26] Kyogoku H, Ikeshoji T T. *Mechanical Engineering Reviews* [J], 2019, 7(1): 1
- [27] Zhong Bing(钟兵), Liu Xinyu(刘芯宇), Wu Wang(吴旺) *et al. Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2020, 37(2): 39
- [28] Zhao Shaoyang(赵少阳), Tang Huiping(汤慧萍), Chen Gang(陈刚) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2018, 47(12): 3853
- [29] Zhao Yongqing(赵永庆), Chen Yongnan(陈永楠), Zhang Xuemin(张学敏) *et al. Phase Transformation and Heat Treatment of Titanium Alloys*(钛合金相变及热处理)[M]. Changsha: Central South University Press, 2011
- [30] Farabi E, Hodgson P D, Rohrer G S *et al. Acta Materialia*[J], 2018, 154: 147
- [31] Liu Shuyu, Li Haoqing, Qin Congxiang *et al. Materials & Design*[J], 2020, 191: 108 642
- [32] Yamanaka K, Saito W, Mori M *et al. Materialia*[J], 2019, 6: 100 281
- [33] Mei W, Okane T, Umeda T *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 1997, 248(1-2): 132
- [34] Xu Wei, Xiao Shiqi, Lu Xin *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2019, 35(2): 322
- [35] Park H K, Na T W, Park J M *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 796: 300
- [36] Fang Xiaoying, Wang Weiguo, Guo Hong *et al. Journal of Iron and Steel Research International*[J], 2007, 14(5): 339
- [37] Ma Tiejun(马铁军), Ge Jinguo(葛进国), Chang Lei(常雷) *et al. Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2019, 44(8): 7

Effect of Heat Treatment on Mechanical Properties of Biological Pure Titanium Prepared by Additive Manufacturing

Shen Falei¹, Xia Weilong², Lou Dianjun², Guo Nana¹, Li Haoqing¹, Liu Shuyu¹, Fang Xiaoying¹

(1. School of Mechanical Engineering, Shandong University of Technology, Zibo 255000, China)

(2. Shandong Xinhua Medical Devices Co., Ltd, Zibo 255086, China)

Abstract: Selective laser melting (SLM) can directly produce personalized medical implants with complex shapes based on CAD models. This work presented an investigation on the evolution of microstructure and mechanical properties of biological pure titanium (TA1) from SLM to subsequent heat treatment. The results show that the SLMed TA1 alloy has needle-like martensite α' and retains prior- β columnar morphology along the building direction. After heat treatment, recrystallized equiaxed α grains form. During the growth of α grains, the porosity reduces due to pores volume decrease or pores closure. In addition, the precipitates of fine TiFe and TiO₂ are observed along grain boundary or within grains in the samples treated by vacuum annealing at 800 °C. These precipitates possess selectivity along the grain boundaries with different characters. The subsequent heat treatments, especially vacuum annealing, significantly improve the mechanical properties of the SLMed TA1 samples, which is ascribed to combined effects of porosity decrease and the precipitation of TiFe/TiO₂ phase upon annealing.

Key words: selective laser melting; pure titanium; precipitation; mechanical property

Corresponding author: Guo Nana, Ph. D., Associate Professor, School of Mechanical Engineering, Shandong University of Technology, Zibo 255000, P. R. China, E-mail: guonana111@126.com