



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 109482995 B

(45)授权公告日 2020.04.21

(21)申请号 201811352335.4

B23K 1/20(2006.01)

(22)申请日 2018.11.14

审查员 胡宝

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 109482995 A

(43)申请公布日 2019.03.19

(73)专利权人 南京航空航天大学

地址 211106 江苏省南京市秦淮区御道街
29号

(72)发明人 沈一洲 陶杰 卢阳 贾振峰

吴正维 江家威 许杨江山

(74)专利代理机构 北京恒创益佳知识产权代理

事务所(普通合伙) 11556

代理人 付金豹

(51)Int.Cl.

B23K 1/008(2006.01)

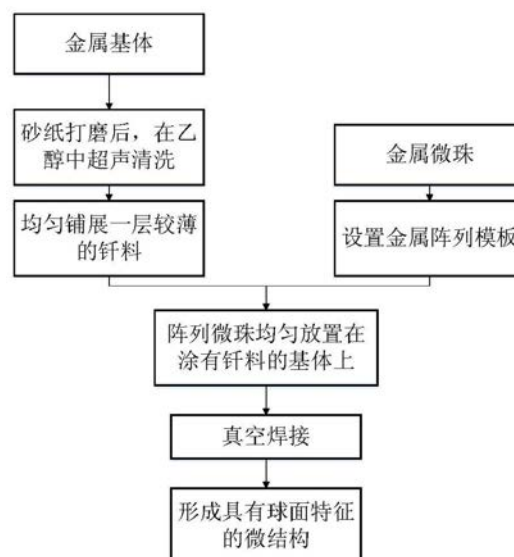
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54)发明名称

一种具有球面特征阵列微结构的金属基体
及其构建方法

(57)摘要

本发明公开了一种具有球面特征阵列微结构的金属基体及其构建方法,1)以金属材料为基体,先对试样进行预先热处理:在混合溶液中清洗以去除氧化皮,随后用蒸馏水冲洗,烘干备用;2)在金属基体材料表面均匀涂覆一层钎料;3)在涂覆一层钎料的金属材料表面覆盖上金属模板,该模板上有着一定阵列的孔隙排布,随后将与基体相应材质的金属微珠依次放入金属模板空隙中;4)缓慢取出金属模板,利用钎焊技术,在高真空度和合适的焊接温度下,将金属微珠焊接至金属基体材料表面,形成完整均匀的具有球面特征的微结构。该处理工艺简单,制作成本低,易于规模化生产,所得到的结构与基体具有较高的附着力,在生物医用植入体方面有着重要的应用价值。



1. 一种具有球面特征阵列微结构的金属基体的构建方法,其特征在于,包括以下步骤:

1) 以金属材料为基体,先对试样进行预先表面处理,直至肉眼观察下没有划痕为止,然后将其机械抛光直至在金相显微镜下没有明显的划痕,然后在混合溶液中清洗以去除氧化皮,随后用蒸馏水冲洗,烘干备用;

2) 在金属基体材料表面均匀涂覆一层钎料;

3) 在涂覆一层钎料的金属材料表面覆盖上金属模板,该模板上有着一定阵列的孔隙排布,随后将与基体相应材质的金属微珠依次放入金属模板空隙中;

4) 缓慢取出金属模板,利用钎焊技术,在高真空度和合适的焊接温度下,将金属微珠焊接至金属基体材料表面,形成完整均匀的具有球面特征的微结构。

2. 根据权利要求1所述的构建方法,其特征在于,步骤1)中,金属基体材料为钛合金、镁合金、钴基合金、铝合金、不锈钢。

3. 根据权利要求1所述的构建方法,其特征在于,步骤2)中,所使用的钎料为Ag72Cu银基钎料或Ti-Zr-Ni-Cu钛基钎料。

4. 根据权利要求1所述的构建方法,其特征在于,步骤3)中,微珠直径为0.1-1.0mm,微珠之间的空隙为可设置为0.1-0.8mm,金属模板材料使用不锈钢、钛合金。

5. 根据权利要求1所述的构建方法,其特征在于,步骤3)中,微珠直径为0.5mm。

6. 根据权利要求1所述的构建方法,其特征在于,步骤4)中,焊接温度在800~890℃,保温时间5~30min,升温速率5~10℃/min。

7. 根据权利要求1所述的构建方法,其特征在于,步骤4)中,针对Ag72Cu银基钎料使用的钎焊技术参数如下:真空度为-0.01MPa,首先以10℃/min的升温速率升至400℃进行保温除湿,随后以5℃/min的升温速率升至750℃后保温5min使炉内温度均匀化,之后以10℃/min的速率升温到880℃并保温0~20min,最后以10℃/min的冷却速率缓冷至室温。

8. 根据权利要求1-7任一所述的构建方法获得的具有球面特征阵列微结构的金属基体。

一种具有球面特征阵列微结构的金属基体及其构建方法

技术领域

[0001] 本发明属于金属基体表面处理技术领域,特别涉及一种使金属表面具有球面特征阵列微结构的金属基体及其构建方法。本发明所构建的具有球面特征阵列微结构金属表面对促进金属基体在生物医用、航空航天、船舶等领域的应用有着重要的实践意义。

背景技术

[0002] 天然骨组织由近致密的密质骨和多孔的松质骨组成,表面包含微米、亚微米和纳米等多级结构^[1]。基于仿生学原理,具有微纳米结构的植入体表面比光滑表面更接近于天然骨组织的表面结构,也更有利于骨细胞的分化及骨整合^[2-3]。此外,有研究表明,微纳米结构化的表面能够提高材料表面的亲水性,促进细胞的粘附、增殖和矿化等,而植入生物活性离子后与微纳结构表面产生了协同效应,能进一步增加其生物相容性。鉴于以上优势,表面具有微纳米结构的植入体金属是目前人们的研究热点,也有着较为广泛的应用前景。

[0003] 常用的生物医用金属有钛合金、镁合金、钴基合金等,其中钛合金的应用已较为成熟且广泛,本发明有针对性地对上述常用的生物医用金属合金材料进行表面微结构的设计与构筑。在已公开报道的专利中,常用的钛合金表面处理方法有喷砂、酸蚀、碱热、阳极氧化等。然而,这些方法构建的表面微结构具有一定的不均匀性,其表面微结构均具有大量的棱角特征,易导致在植入体局部产生应力集中现象,从而导致植入体与体内细胞的结合强度下降,生物排斥现象明显等后果。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提出一种在金属基体表面制备球面特征阵列微结构的金属基体及其构建方法,以解决光滑表面不利于骨细胞的粘附、增殖、分化及骨整合的问题。

[0005] 一种具有球面特征阵列微结构的金属基体的构建方法,包括以下步骤:

[0006] 1) 以金属材料为基体,先对试样进行预先热处理:在混合溶液中清洗以去除氧化皮,随后用蒸馏水冲洗,烘干备用;

[0007] 2) 在金属基体材料表面均匀涂覆一层钎料;

[0008] 3) 在涂覆一层钎料的金属材料表面覆盖上金属模板,该模板上有着一一定阵列的孔隙排布,随后将与基体相应材质的金属微珠依次放入金属模板空隙中;

[0009] 4) 缓慢取出金属模板,利用钎焊技术,在高真空度和合适的焊接温度下,将金属微珠焊接至金属基体材料表面,形成完整均匀的具有球面特征的微结构。

[0010] 所述的构建方法,步骤1)中,金属基体材料为钛合金、镁合金、钴基合金、铝合金、不锈钢。

[0011] 所述的构建方法,步骤2)中,所使用的钎料为Ag72Cu银基钎料、Ti-Zr-Ni-Cu钛基钎料等常规钎料。

[0012] 所述的构建方法,步骤3)中,微珠直径为(0.1-1.0mm,优选为0.5mm,微珠之间的空隙为可设置为0.1-0.8mm,金属模板材料使用不锈钢、钛合金。

[0013] 所述的构建方法,步骤4)中,焊接温度在800~890℃,保温时间5~30min,升温速率5~10℃/min。

[0014] 所述的构建方法,步骤4)中,针对Ag72Cu银基钎料使用的钎焊技术参数如下:真空度约为-0.01MPa,首先以10℃/min的升温速率升至400℃进行保温除湿,随后以5℃/min的升温速率升至750℃后保温5min使炉内温度均匀化,之后以10℃/min的速率升温到880℃并保温0~20min,最后以10℃/min的冷却速率缓冷至室温。

[0015] 根据所述的构建方法获得的具有球面特征阵列微结构的金属基体。

[0016] 本发明提出一种具有球面特征阵列微结构的构建方法,以钛合金、镁合金、钴基合金等金属作为基体材料,通过钎焊的方法在金属基体上均匀地焊接一层相应材质的金属微球,从而构建出一种具有新型的球面特征阵列微结构表面,有利于减轻实际应用过程中所产生的应力集中、生物排斥等现象。该处理工艺简单,制作成本低,易于规模化生产,所得到的结构与基体具有较高的附着力,在生物医用植入体方面有着重要的应用价值。

[0017] 采用本发明的方法制备的球面特征阵列微结构具有以下特点:

[0018] 1) 球面特征阵列微结构具有一定的粗糙度,对之后微纳复合结构的制备具有铺垫作用。

[0019] 2) 球面特征阵列微结构性能较为均匀,与基体材料结合强度较高、且球面特征在应用过程中可完全避免应力集中现象。

[0020] 3) 球面特征阵列微结构用于生物医用植入体等领域。

[0021] 4) 球面特征阵列微结构也可用于其他复合材料界面粘接领域中。

附图说明

[0022] 图1为本发明中实施例1的方法所制备的球面特征阵列微结构的示意图;

[0023] 图2为本发明中实施例1的方法所制备的球面特征阵列微结构的工艺流程图;

[0024] 图3为本发明中实施例1的方法中使用金属模板后形成的球面特征阵列微结构;

[0025] 图4为本发明中实施例1的方法钎焊后形成的球面特征阵列微结构。

具体实施方式

[0026] 以下结合具体实施例,对本发明进行详细说明。

[0027] 实施例1

[0028] 本发明提出的具有球面特征阵列微结构构建方法如下:

[0029] 第一步,以Ti6Al4V钛合金为基体材料,利用线切割将基体材料加工成60mm×25mm×3mm大小,依次采用1~6号金相砂纸打磨基体材料表面,直至肉眼观察下没有划痕为止,然后将其机械抛光直至在金相显微镜下没有明显的划痕,随后在混合溶液中(体积比:HF:HNO₃:H₂O=1:1:2)清洗15s去除表面氧化皮,然后快速用蒸馏水冲洗,烘干备用。

[0030] 第二步,在钛板中心划出25mm×25mm的正方形区域,在其中均匀涂覆上一层厚度为0.3mm的Ag72Cu钎料。将孔径直径0.5mm,孔径间间距为0.15mm(圆心距离为0.65mm)的金属模板覆盖在涂有钎料的区域。将直径为0.5mm具有对应材质的钛珠铺满孔径,随后将金属模板小心取出。将另一块钛板覆盖在钛珠上,并用不锈钢燕尾夹将两块钛板固定。

[0031] 第三步,在管式真空炉中进行钎焊,真空度低于-0.1MPa,以10℃/min的升温速率

升至400℃进行保温除湿,随后以5℃/min的升温速率升至750℃后保温5min使炉内温度均匀化,之后以5℃/min的速率升温到880℃并保温0~20min,最后以10℃/min的冷却速率缓冷至室温。

[0032] 依上法可获得带有球面特征阵列微结构的Ti6Al4V钛合金表面。

[0033] 实施例2

[0034] 本发明提出的具有球面特征阵列微结构构建方法如下:

[0035] 第一步,以Ti6Al7Nb钛合金为基体材料,利用线切割将基体材料加工成60mm×25mm×3mm大小,依次采用1~6号金相砂纸打磨基体材料表面,直至肉眼观察下没有划痕为止,然后将其机械抛光直至在金相显微镜下没有明显的划痕,随后在混合溶液中(体积比:HF:HNO₃:H₂O=1:1:2)清洗15s去除表面氧化皮,然后快速用蒸馏水冲洗,烘干备用。在预处理过后,将试样做60目的喷砂处理。

[0036] 第二步,在钛板中心划出25mm×25mm的正方形区域,在其中均匀涂覆上一层厚度为0.4mm的Ag72Cu钎料。将孔径直径0.5mm,孔径间间距为0.15mm的金属模板覆盖在涂有钎料的区域。将直径为0.5mm具有对应材质的钛珠铺满孔径,随后将金属模板小心取出。将另一块钛板覆盖在钛珠上,并用不锈钢燕尾夹将两块钛板固定。

[0037] 第三步,在管式真空炉中进行钎焊,真空度低于-0.1MPa,以8℃/min的升温速率升至400℃进行保温除湿,随后以8℃/min的升温速率升至750℃后保温5min使炉内温度均匀化,之后以8℃/min的速率升温到880℃并保温15min,最后以10℃/min的冷却速率缓冷至室温。

[0038] 依上法可获得60目喷砂及带有球面特征阵列微结构的Ti6Al7Nb钛合金表面。

[0039] 实施例3

[0040] 本发明的球面特征阵列微结构制备方法如下:

[0041] 第一步,以Ti6Al4V钛合金为基体材料,利用线切割将基体材料加工成60mm×25mm×3mm大小,依次采用1~6号金相砂纸打磨基体材料表面,直至肉眼观察下没有划痕为止,然后将其机械抛光直至在金相显微镜下没有明显的划痕,随后在混合溶液中(体积比:HF:HNO₃:H₂O=1:1:2)清洗15s去除表面氧化皮,然后快速用蒸馏水冲洗,烘干备用。在预处理过后,将试样做60目的喷砂处理,随后通过酸性两步刻蚀法获得微纳米二级复合结构表面。酸性两步刻蚀方法如下:在经过喷砂后的试样首先获得喷砂表面凹凸结构,随后同样先进行在40wt%硫酸溶液中,65℃条件下刻蚀60min,进一步获得微坑结构,然后在1M HCL溶液中,刻蚀12h,溶液温度85℃。

[0042] 第二步,在钛板中心划出25mm×30mm的正方形区域,在其中均匀涂覆上一层厚度为0.5mm的Ag72Cu钎料。将孔径直径0.6mm,孔径间间距为0.2mm的金属模板覆盖在涂有钎料的区域。将直径为0.6mm具有对应材质的钛珠铺满孔径,随后将金属模板小心取出。将另一块钛板覆盖在钛珠上,并用不锈钢燕尾夹将两块钛板固定。

[0043] 第三步,在管式真空炉中进行钎焊,真空度低于-0.1MPa,以8℃/min的升温速率升至400℃进行保温除湿,随后以8℃/min的升温速率升至750℃后保温5min使炉内温度均匀化,之后以8℃/min的速率升温到880℃并保温15min,最后以10℃/min的冷却速率缓冷至室温。

[0044] 依上法可获得60目喷砂加上酸性两步刻蚀及带有球面特征阵列微结构的Ti6Al4V

钛合金表面。

[0045] 实施例4

[0046] 本发明的球面特征阵列微结构制备方法如下：

[0047] 第一步，以Ti6Al7Nb钛合金为基体材料，利用线切割将基体材料加工成60mm×25mm×4mm大小，依次采用1~6号金相砂纸打磨基体材料表面，直至肉眼观察下没有划痕为止，然后将其机械抛光直至在金相显微镜下没有明显的划痕，随后在混合溶液中（体积比：HF:HNO₃:H₂O=1:1:2）清洗15s去除表面氧化皮，然后快速用蒸馏水冲洗，烘干备用。

[0048] 第二步，在钛板中心划出25mm×25mm的正方形区域，在其中均匀涂覆上一层厚度为0.2mm的Ag72Cu钎料。将孔径直径0.6mm，孔径间间距为0.2mm的金属模板覆盖在涂有钎料的区域。将直径为0.6mm具有对应材质的钛珠铺满孔径，随后将金属模板小心取出。将另一块钛板覆盖在钛珠上，并用不锈钢燕尾夹将两块钛板固定。

[0049] 第三步，在管式真空炉中进行钎焊，真空度低于-0.1MPa，以8℃/min的升温速率升至400℃进行保温除湿，随后以8℃/min的升温速率升至750℃后保温5min使炉内温度均匀化，之后以5℃/min的速率升温到880℃并保温10min，最后以10℃/min的冷却速率缓冷至室温。

[0050] 依上法可获得含有钛珠阵列微结构的Ti6Al7Nb钛合金表面。

[0051] 实施例5

[0052] 本发明的球面特征阵列微结构制备方法如下：

[0053] 第一步，以镁合金为基体材料，利用线切割将基体材料加工成60mm×25mm×4mm大小，依次采用1~6号金相砂纸打磨基体材料表面，直至肉眼观察下没有划痕为止，然后将其机械抛光直至在金相显微镜下没有明显的划痕，随后在混合溶液中（体积比：HF:HNO₃:H₂O=1:1:2）清洗15s去除表面氧化皮，然后快速用蒸馏水冲洗，烘干备用。在预处理过后，将试样做60目的喷砂处理，

[0054] 第二步，在镁板中心划出40mm×25mm的长方形区域，在其中均匀涂覆上一层厚度为0.3mm的Ti-Zr-Ni-Cu钎料。将孔径直径0.5mm，孔径间间距为0.15mm的金属模板覆盖在涂有钎料的区域。将直径为0.5mm的具有相应材质的镁珠铺满孔径，随后将金属模板小心取出。将另一块镁板覆盖在钛珠上，并用不锈钢燕尾夹将两块镁板固定。

[0055] 第三步，在管式真空炉中进行钎焊，真空度低于-0.1MPa，以10℃/min的升温速率升至400℃进行保温除湿，随后以5℃/min的升温速率升至750℃后保温5min使炉内温度均匀化，之后以5℃/min的速率升温到880℃并保温10min，最后以10℃/min的冷却速率缓冷至室温。

[0056] 依上法可获得60目喷砂及带有球面特征阵列微结构的镁合金表面。

[0057] 应当理解的是，对本领域普通技术人员来说，可以根据上述说明加以改进或变换，而所有这些改进和变换都应属于本发明所附权利要求的保护范围。

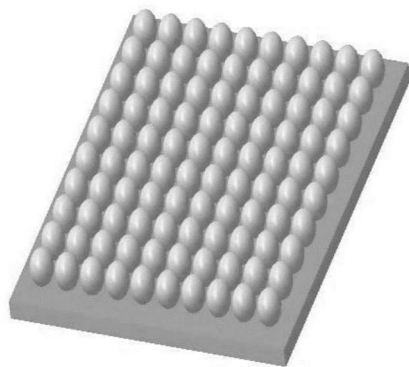


图1

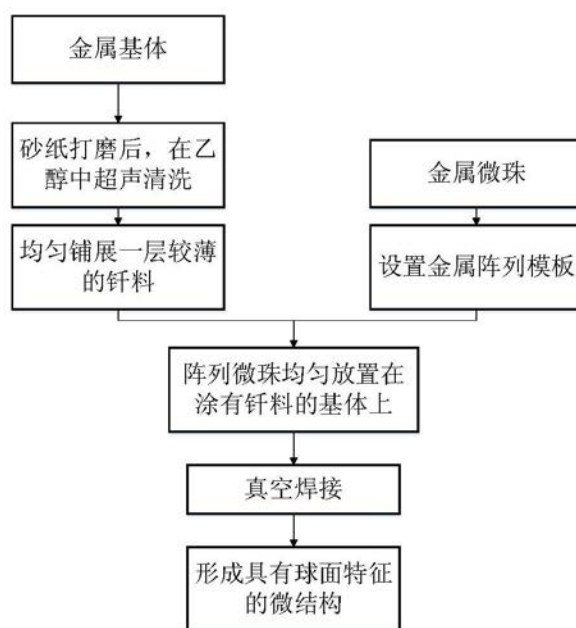


图2

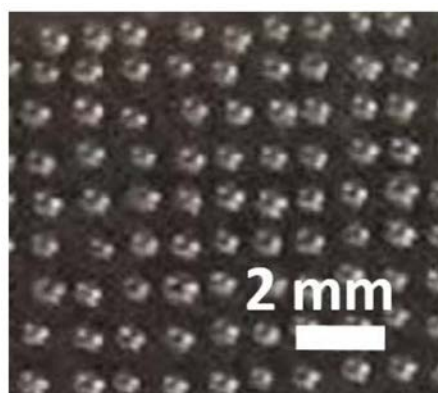


图3

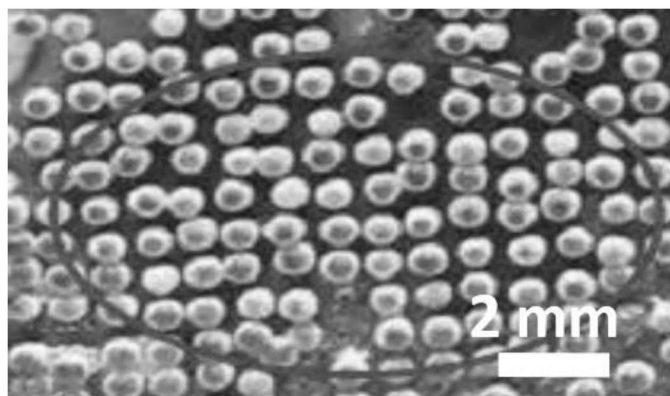


图4