



(21) 申请号 202110774318.5

(22) 申请日 2021.07.08

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 113481408 A

(43) 申请公布日 2021.10.08

(73) 专利权人 中南大学

地址 410083 湖南省长沙市岳麓区麓山南路932号

专利权人 湖南大学

(72) 发明人 刘咏 汤菡纯 赵大鹏 黄千里
刘彬

(74) 专利代理机构 长沙市融智专利事务所(普通合伙) 43114

专利代理师 钟丹

(51) Int.Cl.

C22C 14/00 (2006.01)

C22C 1/04 (2006.01)

C22F 1/18 (2006.01)

B22F 3/105 (2006.01)

B22F 3/14 (2006.01)

B22F 3/04 (2006.01)

B22F 3/10 (2006.01)

B22F 3/24 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 104263981 A, 2015.01.07

CN 104263981 A, 2015.01.07

CN 108034850 A, 2018.05.15

CN 104263996 A, 2015.01.07

CN 103572084 A, 2014.02.12

US 5409518 A, 1995.04.25

US 2017067136 A1, 2017.03.09

审查员 单嘉立

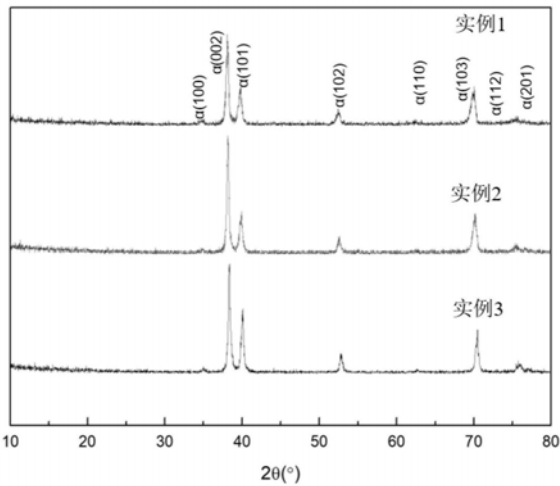
权利要求书1页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称

一种齿科用粉末冶金Ti-Zr合金及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种齿科用粉末冶金Ti-Zr合金及其制备方法,所述制备方法,包括如下步骤:按设计比例配取钛粉、锆粉混合获得钛锆复合粉末,将钛锆复合粉末进行烧结,获得 α' 马氏体相魏氏组织结构的烧结体,再将烧结体于600℃~1000℃进行热变形,获得Ti-Zr合金板材或Ti-Zr合金棒材,所述Ti-Zr合金板材或Ti-Zr合金棒材中,按质量比计钛:锆=85~95:5~15;本发明先通过粉末冶金的制备方法,制备获得 α' 马氏体相魏氏组织结构的烧结体,然后通过在中温条件下热变形,在不破坏 α' 马氏体组织结构的前提下,使魏氏组织拉长变形,最终形成纤维状的异质结构,从而同步提高Ti-Zr合金材料的强度与塑性。该方法工序简单、流程短、产品性能稳定,有利于工业化生产和齿科的临床应用。



1. 一种齿科用粉末冶金Ti-Zr合金的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:按设计比例配取钛粉、锆粉混合获得钛锆复合粉末,将钛锆复合粉末进行烧结,获得 α' 马氏体相魏氏组织结构的烧结体,再将烧结体于600℃~1000℃进行热变形,获得Ti-Zr合金板材或Ti-Zr合金棒材,所述Ti-Zr合金板材或Ti-Zr合金棒材中,按质量比计,钛:锆=85~95:5~15;

所述钛粉为氢化脱氢钛粉,所述钛粉的纯度>99.9%,粒径 $\leq 45\mu\text{m}$,所述锆粉选自氢化脱氢锆粉,所述锆粉的纯度>99.9%,粒径 $\leq 75\mu\text{m}$ 。

2. 根据权利要求1所述的一种齿科用粉末冶金Ti-Zr合金的制备方法,其特征在于:所述混合在V型混料机上进行,混合时间为240min~480 min。

3. 根据权利要求1所述的一种齿科用粉末冶金Ti-Zr合金的制备方法,其特征在于:所述烧结选自放电等离子烧结、热压烧结、真空烧结中的一种。

4. 根据权利要求3所述的一种齿科用粉末冶金Ti-Zr合金的制备方法,其特征在于:所述放电等离子烧结的条件为:压强为10MPa ~40MPa,烧结的时间为1min ~10min,烧结的温度为900℃ ~1400℃,真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 。

5. 根据权利要求3所述的一种齿科用粉末冶金Ti-Zr合金的制备方法,其特征在于:所述热压烧结的条件为:压强为10MPa ~40MPa,烧结的温度为900℃~1400℃,烧结的时间为30 min ~120 min,真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 。

6. 根据权利要求3所述的一种齿科用粉末冶金Ti-Zr合金的制备方法,其特征在于:所述真空烧结前,先采用冷等静压将钛锆复合粉末压制为生坯,所述冷等静压的条件为:压强为150 MPa ~250MPa,保压的时间为1min~10 min;所述真空烧结的条件为:烧结的温度为1200℃ ~1500℃,烧结的时间为240 min ~720min,真空度为 10^{-3}Pa 。

7. 根据权利要求1所述的一种齿科用粉末冶金Ti-Zr合金的制备方法,其特征在于:当制备Ti-Zr合金板材时,所述热变形为中温轧制,所述中温轧制的条件为:温度为600℃ ~800℃,保温时间为10 min ~50 min,道次变形量为5% ~10%,道次间回火温度为500℃ ~800℃,道次间回火时间为1 min ~10 min,轧制总变形量为30% ~80%。

8. 根据权利要求1所述的一种齿科用粉末冶金Ti-Zr合金的制备方法,其特征在于:当制备Ti-Zr合金棒材时,所述热变形为中温挤压和/或中温旋锻,所述中温挤压的条件为:温度为800℃ ~1000℃,保温时间为60min ~180 min,挤压比为3~10:1;所述中温旋锻的条件为:温度为800℃ ~1000℃,保温时间为60 min ~180 min,旋锻总变形量为50% ~90%。

9. 根据权利要求1-8任意一项所述的制备方法所制备的齿科用粉末冶金Ti-Zr合金。

一种齿科用粉末冶金Ti-Zr合金及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于齿科医用Ti基材料制备技术领域,具体涉及一种齿科用粉末冶金Ti-Zr合金及其制备方法。

背景技术

[0002] 生物材料指的是可植入人体的结构材料,处于材料科学与生物医学的交叉领域,通常会应用于骨科和齿科的植入体及临床应用。齿科材料作为一种医用生物硬材料,与工业用材料不同,其特点是用量小、规格多、要求严。

[0003] 相对于早期的金合金、钴铬合金和镍铬合金,纯钛及钛合金以其优良的生物安全性、较好的耐腐蚀性以及较高的力学性能,广泛应用于生物医用材料,尤其是齿科植入体的领域。最初,纯钛只用于制作骨科和齿科修复用材料及承载受力小的部位,例如用于制做冠桥,而用于做齿科种植体等则略显不足。纯钛抗腐蚀性能较好,但刚度、强度、耐磨损性较差,因此不能应用于较大部位的承载。为此,人们在纯钛中参入其它元素形成钛合金以期提高其力学性能。20世纪70年代后期,应用于航天材料的TC4(Ti-6Al-4V)以其较高的强度、塑性和可加工性能,在外科修复用材料上得到了广泛应用。但随后,在临床应用中发现Ti-6Al-4V中Al和V对人体具有毒性,不适合长期作为植入体。

[0004] 元素Zr属于对人体无毒副作用的生命族元素。Ti-Zr合金作为一种新型齿科医用Ti合金,不仅无毒且不引起过敏,对人体无毒副作用,而且具有较高的强度、耐磨性与生物相容性,可作为齿科生物医用材料。Bernhard等人制备了可用于临床医学的二元Ti-Zr合金(Roxolid[®], Institute Straumann AG, 巴塞尔, 瑞士),其中Zr含量在13~17Zr(wt.%)。Medvedev将其用于齿科植入物,在这项工作中,Ti~15Zr(wt.%)的抗拉强度值为968MPa,比cp-Ti植入物的最低要求高约40%。但屈服强度低于800MPa,且均匀延伸率仅为6%。

[0005] Zr固溶体不仅可以导致固溶强化增强Ti合金的强度,其固溶行为对Ti合金的微观结构也有影响。有研究发现,随着Zr溶质含量的增加, α -Ti合金的晶粒也会细化。然而通过粉末冶金的方法,降温时在 α' 马氏体转变过程中会形成魏氏组织结构,引起Zr元素的偏析。因此,当Ti-Zr合金有强度达到900MPa,延伸率不足6%。

发明内容

[0006] 针对现有技术的不足,本发明的第一个目的在于提供一种齿科用粉末冶金Ti-Zr合金的制备方法,该制备方法简单可控。

[0007] 本发明的第二个目的在于提供一种兼具高强度、高塑性的齿科用粉末冶金Ti-Zr合金。

[0008] 为了达到上述目的,本发明提供的技术方案为:

[0009] 本发明一种齿科用粉末冶金Ti-Zr合金的制备方法,包括如下步骤:按设计比例配取钛粉、锆粉混合获得钛锆复合粉末,将钛锆复合粉末进行烧结,获得 α' 马氏体相魏氏组织结构的烧结体,再将烧结体于600℃~1000℃进行热变形,获得Ti-Zr合金板材或Ti-Zr合金

棒材,所述Ti-Zr合金板材或Ti-Zr合金棒材中,按质量比计,钛:锆=85~95:5~15。

[0010] 本发明提供的粉末冶金Ti-Zr合金的制备方法,先通过粉末冶金的方法,制备获得 α' 马氏体相魏氏组织结构的烧结体,然后通过在中温条件下热变形,在不破坏 α' 马氏体组织结构的前提下,使魏氏组织拉长变形,最终形成纤维状的异质结构,通过纤维状的异质结构阻碍热变形过程中的晶粒长大,以及Zr固溶体引起的固溶强化和细晶强化,从而同步提高Ti-Zr合金材料的强度与塑性。

[0011] 本发明巧妙的将现有技术中认为有害的结构进行利用,转变为有利的结构,从而达到提高Ti-Zr合金材料力学性能的效果,克服了现有技术的偏见。

[0012] 在本发明中,一方面需要有效控制Zr的含量,若Zr含量过少引起的固溶强化效应不够明显,而过多,则会导致引入更多的氧,同时无法获得理想的性能效果,另一方面,需要控制热变形为中温条件(600℃~1000℃),否则无法获得理想的组织结构,最终导致性能改善不理想。

[0013] 优选的方案,所述钛粉为氢化脱氢钛粉,所述钛粉的纯度>99.9%,粒径 $\leq 45\mu\text{m}$,优选为25 μm ~45 μm

[0014] 优选的方案,所述钛粉的形态为不规则形状。发明人发现,采用不规则形状成型性能最佳。

[0015] 优选的方案,所述锆粉选自氢化脱氢锆粉,所述锆粉的纯度>99.9%,粒径 $\leq 5\mu\text{m}$,优选为40 μm ~75 μm 。

[0016] 优选的方案,所述锆源的形态为不规则形状。

[0017] 本发明选择的钛粉和锆粉不含除钛、锆以外的其他元素成分,仅有不可避免的微量氧元素。

[0018] 优选的方案,所述混合在V型混料机上进行,混合时间为240min~480min,优选为360min。

[0019] 在实际操作过程中,将放有钛粉及锆粉的球磨罐置入手套箱的过渡仓中,充入氩气并封装混合粉末,封装和混合的全过程采用氩气进行保护。

[0020] 优选的方案,所述烧结选自放电等离子烧结、热压烧结、真空烧结中的一种。

[0021] 进一步的优选,所述放电等离子烧结的条件为:压强为10MPa~40MPa,在950℃以下采用60~100℃/min的升温速率,950℃以上采用40~70℃/min的升温速率,烧结的时间为1min~10min,烧结的温度为900℃~1400℃,真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 。更进一步的优选为:压强为30MPa,烧结的时间为5min~10min,烧结的温度为1200℃~1300℃,真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 。

[0022] 进一步的优选,所述热压烧结的条件为:压强为10MPa~40MPa,烧结的温度为900℃~1400℃,烧结的时间为30min~120min,真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 。更进一步的优选为:压强为30MPa,烧结的温度为1200℃~1300℃,烧结的时间为40min~60min,真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 。

[0023] 进一步的优选,所述真空烧结前,先采用冷等静压将钛锆复合粉末压制为生坯,所述冷等静压的条件为:压强为150MPa~250MPa,保压的时间1min~10min。更进一步的优选为:压强为180MPa~200MPa,保压时间2min~5min;所述真空烧结的条件为:烧结的温度为1200℃~1500℃,烧结的时间为240min~720min,真空度为 10^{-3}Pa 。更进一步的优选为:烧结的温度为1300℃~1400℃,烧结的时间为480min,真空度为 10^{-3}Pa 。

[0024] 在本发明中,采用上述三种烧结方式,在上述的条件下,均可以使得材料快速达到致密,并且在高温下Zr得到充分扩散。利用 α' 马氏体转变过程中Zr的偏析,在转变成魏氏组织的过程中形成具富Zr区域的条纹。

[0025] 而在优选的压强条件下,可以提高烧结体的密度,利于提高后续热加工变形的成功率,保证材料的致密。在优选的烧结温度和时间条件下,可以提高粉末之间的结合能力,减少孔隙和其他缺陷的发生,同时保证能够形成均匀的烧结体。

[0026] 优选的方案,当制备Ti-Zr合金板材时,所述热变形为中温轧制,所述中温轧制的条件为:温度为600℃~800℃,保温时间为10min~50min,道次变形量为5%~10%,道次间回火温度为500℃~800℃,道次间回火时间为1min~10min,轧制总变形量为30%~80%。

[0027] 较优选的中温轧制的条件为:温度为700~750℃,保温时间为20min~30min,道次变形量为5%,道次间回火温度为650℃~750℃,道次间回火时间为3min~5min,轧制总变形量为75%。

[0028] 优选的方案,当制备Ti-Zr合金棒材时,所述热变形为中温挤压和/或中温旋锻,所述中温挤压的条件为:温度为800℃~1000℃,保温时间为60min~180min,挤压比为3~10:1;较优选的中温挤压的条件为:温度为900℃~950℃,保温时间为90min~120min,挤压比为6:1。

[0029] 所述中温旋锻的条件为:温度控制为800℃~1000℃,保温时间为60min~180min,旋锻总变形量为50%~90%。较优选的中温旋锻的条件为:温度为900℃~950℃,保温时间为90min~120min,旋锻总变形量为80%。

[0030] 在本发明中,通过采用中温热变形,可以在不破坏 α' 马氏体组织结构的前提下,使组织拉长变形,最终形成纤维状的异质结构。同时Zr固溶体的可以引起固溶强化和细晶强化,纤维状的异质结构也可以阻碍热变形过程中的晶粒长大,提高材料的强度与塑性。而若太低的热变形温度可能导致基体的开裂和缺陷的产生,同时无法获得理想的纤维状的异质结构,而太高的热变形温度则也可能导致再结晶过于完全使得晶粒变得粗大,从而影响热变形控制细化组织的能力。

[0031] 当然,其他条件也需有效控制,如变形量,若过大的轧制变形量易导致材料内部缺陷的形成,加速材料的失效;而过小的轧制变形量会使材料的孔隙消除不够完全,仍有缺陷,均将无法充分利用魏氏组织的过程中形成具富Zr区域的条纹,获得理想的纤维状的异质结构,另外保温时间若控制不好,也将影响到材料的塑性。总之,在本发明的热变形的各参数条件的协同下,可以获得杂质含量最低,组织结构最理想的Ti-Zr合金板材或Ti-Zr合金棒材,最终使材料的组织结构最为理想,从而获得兼具高强度、高塑性的齿科用粉末冶金Ti-Zr合金。

[0032] 本发明还提供上述的制备方法所制备的齿科用粉末冶金Ti-Zr合金。

[0033] 原理与优势

[0034] 本发明技术方案的关键在于,采用粉末冶金和后续热变形方法协同作用下得到特殊的组织结构。采用粉末冶金方法,具体为放电等离子烧结、热压烧结或冷等静压加上后续真空烧结,可以使得材料快速达到致密,并且在高温下Zr得到充分扩散。利用 α' 马氏体转变过程中Zr的偏析,在转变成魏氏组织的过程中形成具富Zr区域的条纹。之后通过中温热变形,在不破坏 α' 马氏体组织结构的前提下,使组织拉长变形,最终形成纤维状的异质结构。

同时Zr固溶体的可以引起固溶强化和细晶强化,纤维状的异质结构也可以阻碍热变形过程中的晶粒长大,提高材料的强度与塑性。

[0035] 由此,本发明技术方案基于粉末冶金方法制备的高强度高塑性的齿科医用Ti-Zr合金,在优选的方案中,可达到室温极限抗拉强度为733.4MPa~1129.7MPa,屈服强度为712.2MPa~1086.9MPa,总延伸率为14.9%~26.7%。与现有技术中类似的制备工艺相比,具有以下明显优势:

[0036] (1) 工艺步骤较为简单,能耗较低,原材料利用率高。

[0037] (2) 采用粉末冶金方法烧结,相对传统工艺方法,可更加准确控制材料烧结的温度和压制的压强,达到材料的快速致密化和均匀化。

[0038] (3) 粉末冶金方法形成的 α' 马氏体相魏氏组织可以引起Zr元素偏析,是形成异质结构的原因。用粉末冶金方法得到的特殊组织经过热变形可以形成纤维状异质结构,提高材料的强度和塑性。

附图说明

[0039] 图1是本发明实例1、2和3的制备Ti-Zr合金的XRD图。

[0040] 图2是本发明实例1、2和3的制备Ti-Zr合金的SEM图。

[0041] 图3是本发明实例1、2和3的制备Ti-Zr合金的室温拉伸曲线图。

具体实施方式

[0042] 为了便于理解本发明,下文将结合说明书附图和较佳的实施例对本发明内容作更全面、细致地描述,但本发明的保护范围并不限于以下具体的实施例。

[0043] 除非另有定义,下文中所使用的所有专业术语与本领域技术人员通常理解的含义相同。本文中所使用的专业术语只是为了描述具体实施例的目的,并不是旨在限制本发明的保护范围。

[0044] 除非另有特别说明,本发明中用到的各种原材料、试剂、仪器和设备等均可通过市场购买得到或者可通过现有方法制备得到。

[0045] 实施例1:

[0046] 本发明提供了一种高强度高塑性的齿科医用Ti-Zr合金的粉末冶金制备方法,包括以下步骤:

[0047] (1) 以高纯氢化脱氢钛粉($\leq 45\mu\text{m}$)和氢化脱氢锆粉($\leq 75\mu\text{m}$)为原料,合金元素粉中除少量不可避免的杂质氧元素外不含其它杂质,原料中不含除钛、锆以外的其他元素成分;将钛粉、锆粉按95:5的质量比称取,将称取的原料粉末采用V型混料机混合均匀,混合时间为360min,封装和混合的全过程采用氩气进行保护。

[0048] (2) 将步骤(1)充分混合后的粉末进行放电等离子烧结,烧结处理时的压强控制为30MPa,升温过程采用两段升温法,950℃以下采用100℃/min,950℃以上采用60℃/min,烧结温度控制为1200℃,保温时间控制为10min,真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$,得到烧结坯体。

[0049] (3) 将步骤(2)制得的烧结坯体进行中温热轧制加工,热轧制的温度控制为750℃,保温时间为30min,道次变形量为5%,道次间回火温度为750℃,道次间回火时间为2min,轧制总变形量为75%得到粉末冶金Ti-5Zr合金中温轧制板材。

[0050] (4) 通过组织观察法对本实施例产品进行测试,本实施例制备的粉末冶金Ti-Zr合金的XRD图和SEM照片分别如图1、图2(a)所示,物相为hcp单相,组织为变形过后的魏氏组织。

[0051] (5) 在用引伸计条件下进行室温拉伸试验,经过检测,本材料的抗拉强度为733.4MPa,屈服强度为712.2MPa,延伸率26.7%,弹性模量为110.0GPa,拉伸曲线如图3所示。

[0052] 实施例2:

[0053] 一种钛锆基复合材料棒材的制备方法,其他条件均与实施例1相同,仅是钛粉、锆粉按90:10的质量比称取混合,最终得到Ti-10Zr合金。

[0054] 通过组织观察法对本实施例产品进行测试,本实施例制备的粉末冶金Ti-Zr合金的XRD图和SEM照片分别如图1、图2(b)所示,物相为hcp单相,组织为变形过后的魏氏组织。

[0055] 在用引伸计条件下进行室温拉伸试验,经过检测,本材料的抗拉强度为853.1MPa,屈服强度为810.2MPa,延伸率25.2%,弹性模量为104.0GPa,拉伸曲线如图3所示。

[0056] 实施例3:

[0057] 一种钛锆基复合材料棒材的制备方法,其他条件均与实施例1相同,仅是将钛粉、锆粉按85:15的质量比称取混合,最终得到Ti-15Zr合金。

[0058] 通过组织观察法对本实施例产品进行测试,本实施例制备的粉末冶金Ti-Zr合金的XRD图和SEM照片分别如图1、图2(b)所示,物相为hcp单相,组织为变形过后的魏氏组织。

[0059] 在用引伸计条件下进行室温拉伸试验,经过检测,本材料的抗拉强度为947.7MPa,屈服强度为927.8MPa,延伸率23.9%,弹性模量为99.9GPa,拉伸曲线如图3所示。

[0060] 对比例1:

[0061] 一种钛锆基复合材料棒材的制备方法,其他条件均与实施例1相同,仅是将钛粉、锆粉按70:30的质量比称取混合,最终得到Ti-30Zr合金。

[0062] 但在室温拉伸试验中,最终脆性断裂,抗拉强度为612MPa,延伸率为2.9%。原因是Zr粉的氧含量高,导致整体的氧含量较高,超过了 α -Ti合金的的韧脆转变点,出现脆性断裂。

[0063] 实施例4:

[0064] 本发明提供了一种高强度高塑性的齿科医用Ti-Zr合金的粉末冶金制备方法,包括以下步骤:

[0065] (1) 以高纯氢化脱氢钛粉($\leq 45\mu\text{m}$)和氢化脱氢锆粉($\leq 75\mu\text{m}$)为原料,合金元素粉中除少量不可避免的杂质氧元素外不含其它杂质,原料中不含除钛、锆以外的其他元素成分;将钛粉、锆粉按85:15的质量比称取,将称取的原料粉末采用V型混料机混合均匀,混合时间为360min,封装和混合的全过程采用氩气进行保护。

[0066] (2) 将步骤(1)充分混合后的粉末进行热压烧结,烧结处理时的压强控制为30MPa,烧结温度控制为1200℃,保温时间控制为60min,真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$,得到烧结坯体。

[0067] (3) 将步骤(2)制得的烧结坯体进行中温热轧制加工,热轧制的温度控制为750℃,保温时间为30min,道次变形量为5%,道次间回火温度为750℃,道次间回火时间为2min,轧制总变形量为75%得到粉末冶金Ti-15Zr合金中温轧制板材。

[0068] (4) 在用引伸计条件下进行室温拉伸试验,经过检测,本材料的抗拉强度为

925.7MPa,屈服强度为904.3MPa,延伸率22.5%,弹性模量为98.7GPa。

[0069] 实施例5:

[0070] 本发明提供了一种高强度高塑性的齿科医用Ti-Zr合金的粉末冶金制备方法,包括以下步骤:

[0071] (1)以高纯氢化脱氢钛粉($\leq 45\mu\text{m}$)和氢化脱氢锆粉($\leq 75\mu\text{m}$)为原料,合金元素粉中除少量不可避免的杂质氧元素外不含其它杂质,原料中不含除钛、锆以外的其他元素成分;将钛粉、锆粉按85:15的质量比称取,将称取的原料粉末采用V型混料机混合均匀,混合时间为360min,封装和混合的全过程采用氩气进行保护。

[0072] (2)将步骤(1)充分混合后的粉末进行冷等静压,压强为180MPa,压制时间为2min。

[0073] (3)将步骤(2)所得压坯在真空烧结炉中进行真空烧结,烧结温度为1300℃,保温时间为480min,真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$,得到烧结坯体。

[0074] (4)将步骤(3)制得的烧结坯体进行中温热轧制加工,热轧制的温度控制为750℃,保温时间为30min,道次变形量为5%,道次间回火温度为750℃,道次间回火时间为2min,轧制总变形量为75%得到粉末冶金Ti-15Zr合金中温轧制板材。

[0075] (4)在用引伸计条件下进行室温拉伸试验,经过检测,本材料的抗拉强度为951.2MPa,屈服强度为932.7MPa,延伸率20.8%,弹性模量为102.8GPa。

[0076] 实施例6:

[0077] 本发明提供了一种高强度高塑性的齿科医用Ti-Zr合金的粉末冶金制备方法,包括以下步骤:

[0078] (1)以高纯氢化脱氢钛粉($\leq 45\mu\text{m}$)和氢化脱氢锆粉($\leq 75\mu\text{m}$)为原料,合金元素粉中除少量不可避免的杂质氧元素外不含其它杂质,原料中不含除钛、锆以外的其他元素成分;将钛粉、锆粉按85:15的质量比称取,将称取的原料粉末采用V型混料机混合均匀,混合时间为360min,封装和混合的全过程采用氩气进行保护。

[0079] (2)将步骤(1)充分混合后的粉末进行放电等离子烧结,烧结处理时的压强控制为30MPa,升温过程采用两段升温法,950℃以下采用100℃/min,950℃以上采用60℃/min,烧结温度控制为1200℃,保温时间控制为10min,真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$,得到烧结坯体。

[0080] (3)将步骤(2)制得的烧结坯体进行中温热挤压加工,挤压温度为950℃,保温时间为120min,挤压比为6:1,得到粉末冶金Ti-15Zr合金中温挤压棒材。

[0081] (4)在用引伸计条件下进行室温拉伸试验,经过检测,本材料的抗拉强度为932.6MPa,屈服强度为914.5MPa,延伸率23.6%,弹性模量为102.1GPa。

[0082] 实施例7:

[0083] 本发明提供了一种高强度高塑性的齿科医用Ti-Zr合金的粉末冶金制备方法,包括以下步骤:

[0084] (1)以高纯氢化脱氢钛粉($\leq 45\mu\text{m}$)和氢化脱氢锆粉($\leq 75\mu\text{m}$)为原料,合金元素粉中除少量不可避免的杂质氧元素外不含其它杂质,原料中不含除钛、锆以外的其他元素成分;将钛粉、锆粉按85:15的质量比称取,将称取的原料粉末采用V型混料机混合均匀,混合时间为360min,封装和混合的全过程采用氩气进行保护。

[0085] (2)将步骤(1)充分混合后的粉末进行放电等离子烧结,烧结处理时的压强控制为30MPa,升温过程采用两段升温法,950℃以下采用100℃/min,950℃以上采用60℃/min,烧

结温度控制为1200℃,保温时间控制为10min,真空度为 1×10^{-3} Pa,得到烧结坯体。

[0086] (3) 将步骤(2)制得的烧结坯体进行中温热挤压加工,挤压温度为950℃,保温时间为120min,挤压比为6:1,得到粉末冶金Ti-15Zr合金中温挤压棒材。

[0087] (4) 将步骤(3)所得中温挤压棒材进行中温热旋锻加工,旋锻温度为950℃,保温时间为90min,旋锻总变形量为80%。

[0088] (5) 在用引伸计条件下进行室温拉伸试验,经过检测,本材料的抗拉强度为1129.7MPa,屈服强度为1086.9MPa,延伸率14.9%,弹性模量为104.1GPa。

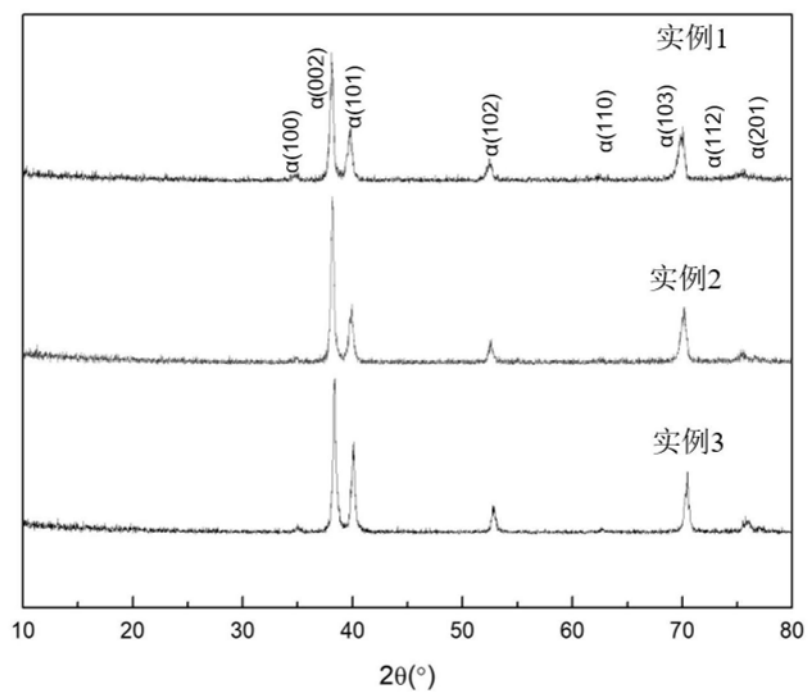


图1

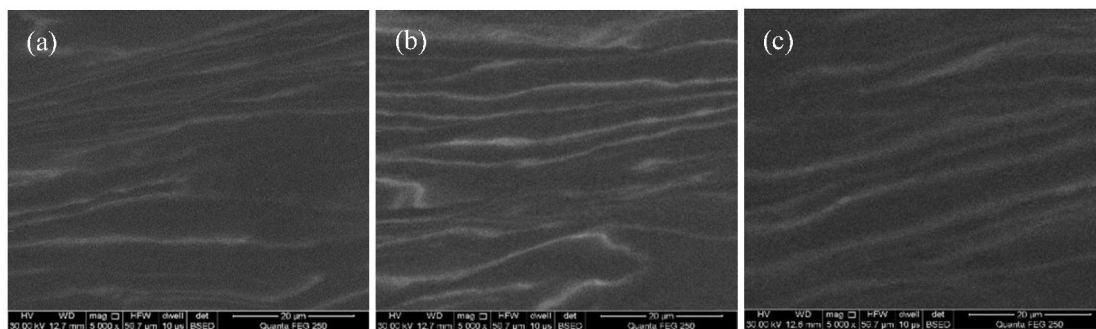


图2

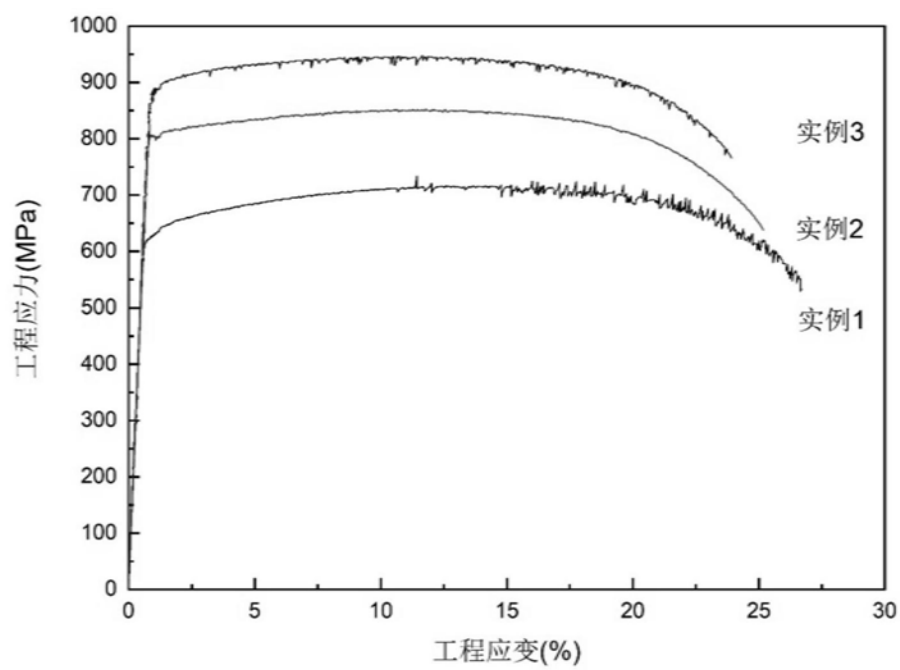


图3