

Effect of Loading Mode and Simulated Body Fluid Environment on Fatigue Properties of Implanted Ti-6Al-7Nb Alloy

Quan Li, Qingyuan Wang, Yongjie Liu

Failure Mechanics and Engineering Disaster Prevention and Mitigation Key Laboratory of Sichuan Province, College of Architecture & Environment, Sichuan University, Chengdu Sichuan
Email: liquan_file@163.com

Received: Feb. 26th, 2019; accepted: Mar. 12th, 2019; published: Mar. 20th, 2019

Abstract

Ti-6Al-7Nb alloy has been developed as an ideal functional structural material for surgical implants in recent years. In order to ensure the reliability and safety of the implants, it is necessary to evaluate the mechanical behavior of the implants in service. In this paper, the effects of loading mode and simulated body fluid environment on the fatigue behavior of Ti-6Al-7Nb alloy for implantation were studied by means of macromechanics test and microscopic observation. The results show that the fatigue behavior of Ti-6Al-7Nb alloy is greatly affected by loading mode, and the fatigue strength under bending loading is higher than that under axial loading; the fatigue performance of Ti-6Al-7Nb alloy under simulated body fluid environment is slightly lower than that under conventional air environment, because in simulated body fluid environment, fatigue loading may destroy the passivation film on the surface of the sample, leading to the decrease of fatigue performance. The fatigue crack initiation occurs on the surface of the specimen.

Keywords

Ti-6Al-7Nb, Loading Mode, Simulated Body Fluid, Fatigue Life, Crack Initiation

加载方式与模拟体液环境对植入用Ti-6Al-7Nb合金疲劳性能的影响

李 权, 王清远, 刘永杰

四川大学建筑与环境学院破坏力学与工程防灾减灾四川省重点实验室, 四川 成都
Email: liquan_file@163.com

摘要

Ti-6Al-7Nb合金近年来已发展成为医用植入物较理想的功能结构材料，为了保证植入材料的可靠性和安全性，需要对其服役状态下的力学行为进行评估。本文采用宏观力学测试结合微观显微观察的方法，研究了加载方式和模拟体液环境对植入用Ti-6Al-7Nb合金的疲劳行为的影响。结果显示，加载方式对Ti-6Al-7Nb合金的疲劳行为有较大影响，弯曲加载比轴向加载得到的疲劳强度更高；模拟体液环境下，Ti-6Al-7Nb合金的疲劳性能略低于常规空气环境，这是因为模拟体液环境中，疲劳加载可能会破坏试样表面的钝化膜，导致疲劳性能降低；疲劳裂纹均萌生于试样表面。

关键词

Ti-6Al-7Nb, 加载方式, 模拟体液, 疲劳寿命, 裂纹萌生

Copyright © 2019 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

我国是世界第一人口大国，近些年的国民经济高速发展以及逐渐形成的人口老龄化等问题，使我国逐步成为全球医疗器械产品的巨大潜在市场[1]。目前，用于外科植入物和矫形器械的医用金属材料主要有医用不锈钢、钴基合金和钛合金三大系列。而钛合金以其弹性模量低、生物相容性好、耐蚀性能优异等优点，近年来已成为外科植入物较理想的功能结构材料，在骨科中主要用于制造各种人工关节、人工骨及各种内外固定器械，其作用是药物不能替代的[1][2][3]。钛合金在生物医学方面的研发开始于20世纪40年代初期，Bothe等[4]把纯钛引入到生物医学领域，发现钛与老鼠股骨之间无不良反应。纯钛等 α 型钛合金虽然在生理环境中抗腐蚀性优良，但其强度较低、耐磨性较差，而 $\alpha+\beta$ 型钛合金Ti6Al4V具有较高的强度和综合的加工性能[1]，这就使得 $\alpha+\beta$ 型钛合金在骨科较大承载部位得到广泛的使用。到20世纪80年代中期，研究证实V是对生物体有毒副作用的元素[5][6][7][8]。Ti6Al7Nb以无毒副作用的Nb代替有毒副作用的V，很快Ti6Al7Nb被列入国际生物材料标准，并开始在临床应用。关节在人体内受到的是往复交替的循环载荷，生物材料具体使用过程中，也会有如植入物疲劳折断、手术中塑形困难等，这与材料的选择及力学、疲劳性能有很大关系[9][10][11]，在保证生物相容性和安全性前提下，如何实现医用钛合金材料在体内优良的力学相容性至关重要。

Papakyriacou等[12]研究了Ti6Al7Nb合金在空气和生理盐水(0.9%NaCl)环境的高周疲劳行为，发现腐蚀环境下材料的疲劳性能会有所降低。Kobayashi等[13]从铸造性能、材料塑性和抗腐蚀能力等方面对比了Ti6Al7Nb和Ti6Al4V，指出使用Ti6Al7Nb合金替代Ti6Al4V合金是可行的。王聪等[14]也从植入物材料的高周疲劳性能角度出发，实验验证了Ti6Al7Nb合金可作为Ti6Al4V合金的潜在替代品。有研究表明，在人体液环境中，钛合金表面的钝化层从未发现有穿破现象[15]，不会发生点蚀和缝隙腐蚀[16]。然而，植入物在人体内除了要处在含有 Na^+ 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 和 HCO_3^- 等离子

生理环境中外, 还要承受振荡机械载荷的作用, 表面氧化膜可能会被局部溶解, 尤其是被氯离子所腐蚀溶解, 从而产生蚀坑, 并且迅速扩展而导致坑蚀[17] [18], 而疲劳裂纹的形成与金属材料表面蚀坑的出现有关[19]。

本文采用的轴向拉压和旋转弯曲方式, 分析了加载方式对 Ti6Al7Nb 合金的疲劳行为的影响, 继而在旋转弯曲加载下, 分析了模拟体液环境对 Ti6Al7Nb 合金的疲劳行为的影响。

2. 试验及方法

2.1. 试验材料

试验选用的材料是由西北有色金属研究院提供的植入用 Ti-6Al-7Nb, 其化学成分和力学性能参数分别见表 1 和表 2。

Table 1. Chemical Constituents of Materials (wt%)

表 1. 材料的化学成分(wt%)

Ti	Al	Nb	Ta	Fe	H	O	N	C
余量	6.46	7.14	0.07	0.04	0.002	0.13	0.013	0.02

Table 2. Mechanical properties of materials

表 2. 材料的力学性能参数

弹性模量(GPa)	密度(g/cm ³)	屈服强度(MPa)	抗拉强度(MPa)	延伸率	维氏硬度(HV)
105	4.47	880	984	13%	301

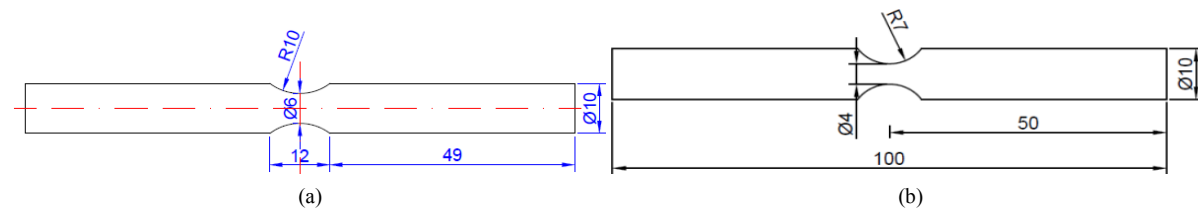


Figure 1. Sample size design, (a) tension compression fatigue, (b) bending fatigue

图 1. 试样尺寸设计图, (a) 拉压疲劳; (b) 弯曲疲劳

拉压疲劳试样和弯曲疲劳试样尺寸分别按照《金属材料轴向等幅低循环疲劳试验方法》(GB/T15248-2008)和旋转弯曲疲劳试验机标准试样尺寸进行设计, 如图 1 所示。试样由数控机床加工, 表面用砂纸和研磨膏进行打磨抛光至镜面, 减少由材料表面的缺陷对试验带来的影响。

2.2. 模拟体液

模拟体液 SBF (Simulated Body Fluid)由四川大学生物材料中心提供, 其制备方式见文献[20], 得到的离子浓度和 pH 值接近于人体血浆的, 如表 3 所示。

Table 3. Ion concentration comparison between simulated body fluid and human plasma (mmol/L)

表 3. 模拟体液与人体血浆的离子浓度对比(mmol/L)

离子	Na ⁺	K ⁺	Ca ⁺	Mg ²⁺	Cl ⁻	HCO ₃ ⁻	HPO ₄ ³⁻	SO ₄ ²⁻	pH
模拟体液	142.0	5.0	2.5	1.5	148.5	4.2	1.0	0.5	7.4
人体血浆	142.0	5.0	2.5	1.5	103.0	27.0	1.0	0.5	7.2-7.4

2.3. 试验方法

试验在拉压疲劳试验机(日本岛津, EHF-UV50k1-010)和旋转弯曲疲劳试验机(日本小野, YRB-200)上进行。拉压疲劳是以轴向拉压形式, 应力比 $R = -1$, 频率 $f = 2$ Hz。弯曲疲劳试验是以旋转弯曲形式, 应力比 $R = -1$, 频率 $f = 20$ Hz。模拟体液环境下的腐蚀疲劳试验在旋转弯曲疲劳试验机上进行, 加载形式与加载频率与旋转弯曲疲劳试验相同。为减少实验误差等因素, 每组应力至少进行 3 次试验。

3. 实验结果与讨论

3.1. S-N 曲线

拉压疲劳、旋转弯曲疲劳、旋转弯曲腐蚀疲劳所得的 S-N 数据如图 2 所示。对数据点进行拟合, 得到 S-N 曲线拟合公式:

$$\begin{cases} S = -85.185 \lg(N) + 1120.1; & \text{旋转弯曲疲劳} \\ S = -91.776 \lg(N) + 1140.2; & \text{旋转弯曲腐蚀疲劳} \\ S = -219.52 \lg(N) + 1628.9; & \text{拉压疲劳} \end{cases} \quad (1)$$

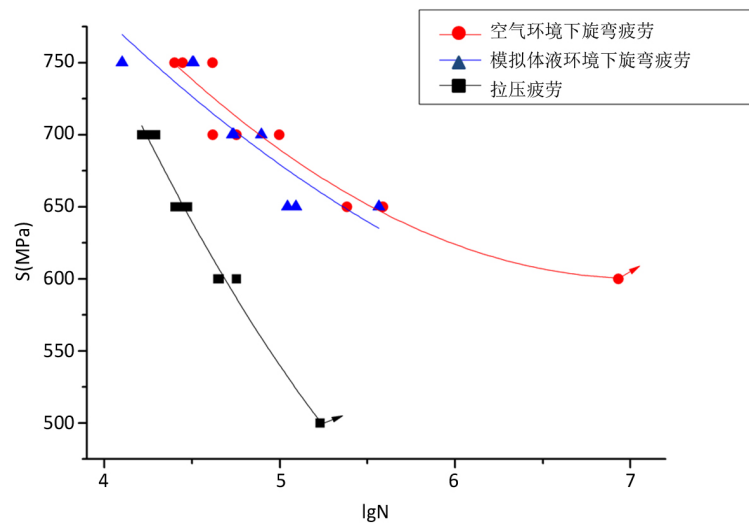


Figure 2. S-N Curve
图 2. 疲劳 S-N 曲线

从图中可以看出, 在试验应力的范围内, 三条 S-N 曲线均表现出单调下降的趋势, 随着应力的降低, 疲劳寿命会增加。拉压疲劳的 S-N 曲线更陡峭, 在相同的应力幅值变化下, 疲劳寿命变化相比于弯曲疲劳更小, 也就是说, 拉压疲劳寿命对应力的敏感性相对弱些。在相同的应力幅值下, 旋转弯曲疲劳试验的试样寿命均比拉压疲劳试样的寿命要长。轴向加载情况下, 最大拉压应力出现在整个截面积最小的面, 而旋转弯曲加载时, 试件的最大拉压应力集中在截面积最小的面的最外围部分。根据姚卫星[21]提出疲劳损伤的解释, 拉压疲劳的疲劳损伤区域要大于旋转弯曲疲劳的疲劳损伤区域, 对称拉压疲劳极限要小于弯曲疲劳极限, 因此拉压加载情况下得到的疲劳寿命比弯曲加载时要短。另外, 拉压加载频率为 2 Hz, 而旋转弯曲加载频率为 20 Hz, 频率效应取决于材料内部位错在不同加载频率下动力学响应, 而从钛合金材料的高周疲劳研究来看[22], 加载频率对钛合金材料的影响很小。对比空气环境和模拟体液环境下 Ti-6Al-7Nb 的 S-N 曲线可以看出, 在相同的应力水平下, 模拟体液环境中 Ti-6Al-7Nb 的疲劳寿命相对较短。在 10^5 周次下的条件疲劳强度, 空气环境中为 694 MPa, 而模拟体液环境中为 681 MPa, 下降了 1.85%;

在 10^6 周次下的条件疲劳强度, 空气环境中为 609 MPa, 而模拟体液环境中为 590 MPa, 下降了 3.19%; 因此, 模拟体液环境中, Ti-6Al-7Nb 合金的疲劳性能略低。

3.2. 断口

采用电子扫描电镜(SEM)对断裂试样的断口进行显微观察。图 3 所示为拉压疲劳试验断裂试样的断口形貌, 最大应力为 $\sigma_{\max} = 600$ MPa, 疲劳寿命为 $N_f = 5.6 \times 10^4$ 。图 5(a)为断口的宏观形貌图, 从图中可以观察到断裂形成的三阶段区域: ①疲劳核心区; ②疲劳裂纹扩展区; ③瞬时断裂区。图 5(b)为裂纹源区的形貌图, 可以看到裂纹形核位置位于试件表面。图 5(c)为裂纹源区高倍形貌图, 从图中可观察到同一断裂小断块上的疲劳辉纹是平行的, 而不同的断裂小断块之间则没有这种关系。

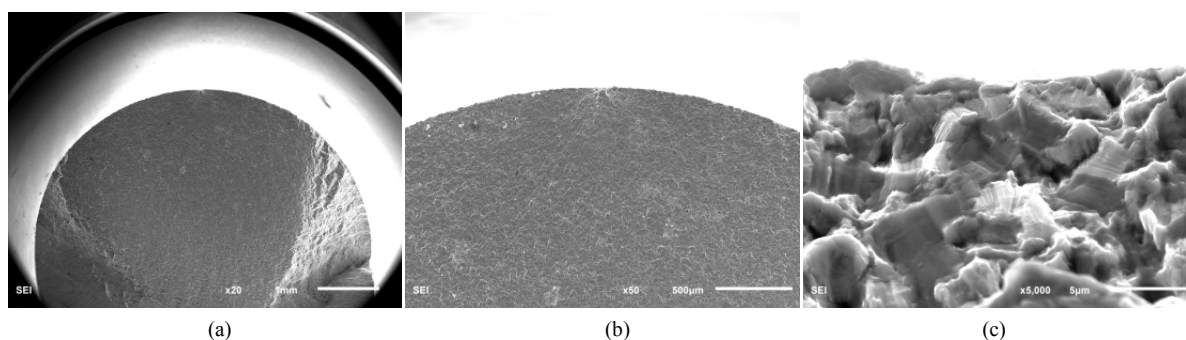


Figure 3. Fracture SEM of tension-compression fatigue specimens; (a) panorama, (b) morphology of crack source region, (c) high-power morphology of crack source region

图 3. 拉压疲劳试样断口 SEM 图; (a) 全貌, (b) 裂纹源区形貌, (c) 裂纹源区高倍形貌

图 4 所示为旋转弯曲疲劳试验, $\sigma_{\max} = 700$ MPa, $N_f = 5.6 \times 10^4$ 循环时的试样断口 SEM 图。图 4(a)为断口全貌图, 可以观察到裂纹扩展区中材料明显的塑性变形。图 4(b)为裂纹源区的形貌图, 可知裂纹形核位置位于试件表面。图 4(c)为裂纹源区高倍形貌图, 从图中可看出疲劳辉纹是互相平行的, 裂纹扩展方向也与之垂直, 这与上述拉压疲劳的疲劳辉纹形貌不同。

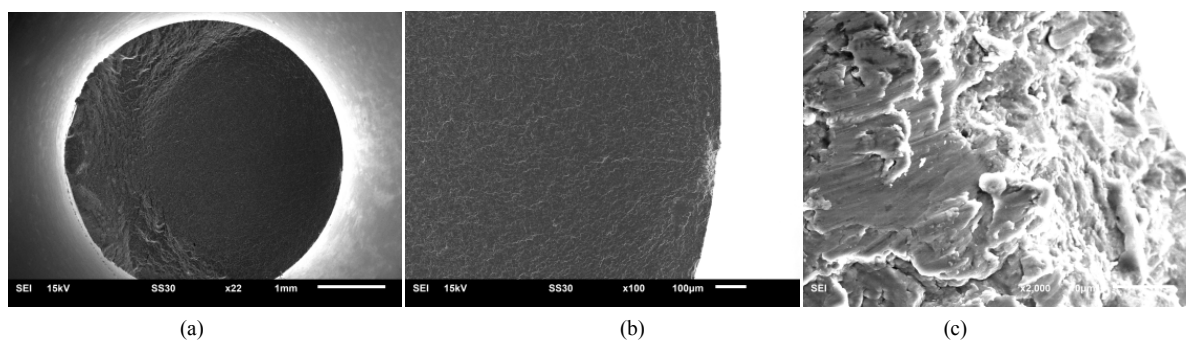


Figure 4. Fracture SEM of rotating bending fatigue specimens; (a) panorama, (b) morphology of crack source region, (c) high-power morphology of crack source region

图 4. 旋转弯曲疲劳试样断口 SEM 图; (a) 全貌, (b) 裂纹源区形貌, (c) 裂纹源区高倍形貌

图 5 所示为旋转弯曲腐蚀疲劳试验, $\sigma_{\max} = 650$ MPa, $N_f = 3.6 \times 10^5$ 循环时的试样断口 SEM 图。图 5(a)为裂纹源区的形貌图, 可知裂纹形核位置在试件表面。图 5(b)为裂纹源区高倍形貌图, 对比图 4(c), 未发现明显的腐蚀特征。对裂纹源区形核进行 EDS 分析, 如图 6 所示, 发现少量 Cl 元素存在, 说明在腐蚀环境中进行疲劳加载, 有部分 Cl^- 进入材料, 疲劳加载环境可能会破坏试样表面的钝化膜, 导致疲劳性能降低。

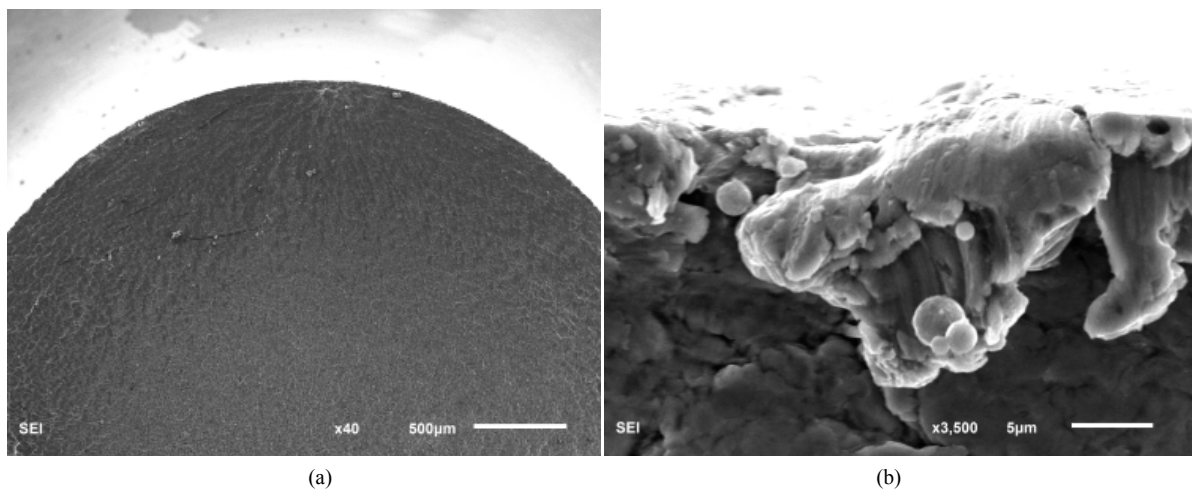


Figure 5. Fracture SEM of Rotary Bending Corrosion Fatigue Specimens; (a) Panorama, (b) Crack Source Area Morphology
图 5. 旋转弯曲腐蚀疲劳试样断口 SEM 图; (a) 全貌, (b) 裂纹源区形貌

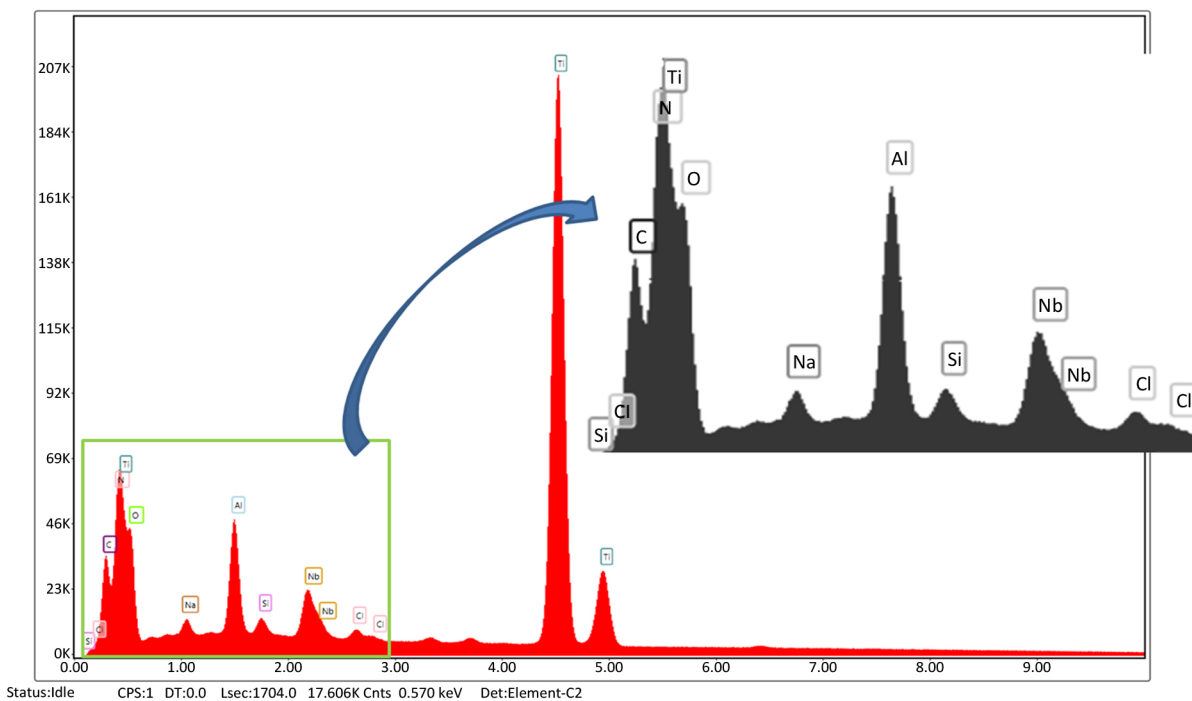


Figure 6. EDS Diagram of Crack Source Zone

图 6. 裂纹源区 EDS 图

4. 结论

本文采用宏观疲劳实验和断口显微观察的方法,研究了不同加载方式(拉压、旋转弯曲)和模拟体液环境对植入用 Ti6Al7Nb 合金的疲劳性能的影响,得到如下结论:

- 1) 在相同的应力幅值下,拉压疲劳寿命比旋转弯曲疲劳寿命要短,这是由于拉压疲劳的疲劳损伤区域要大于旋转弯曲疲劳的疲劳损伤区域,出现疲劳裂纹的概率更高。
- 2) 拉压疲劳寿命对应力的敏感性比旋转弯曲疲劳更弱。
- 3) Ti-6Al-7Nb 合金在模拟体液环境中的疲劳性能略低于常规空气环境,在 10^6 周次下的条件疲劳强

度下降了 3.19%。

4) 在高周范围(10^7 周次)内, 疲劳裂纹均出现于试样表面。在模拟体液环境中, 疲劳加载可能会破坏试样表面的钝化膜, 导致疲劳性能降低。

本文主要对新型医用钛合金材料 Ti6Al7Nb 合金进行研究, 采用轴向拉压疲劳试验、旋转弯曲疲劳试验和旋转弯曲腐蚀疲劳试验, 利用 SEM 扫描电镜和 EDS 能谱分析试样疲劳断口, 综合分析 Ti6Al7Nb 合金的疲劳性能, 对研究 Ti6Al7Nb 合金在人体内服役期间的力学行为有一定的意义。

基金项目

感谢四川省科技支撑项目(2016HH0037)和国家自然科学基金(11832007, 11772209)的支持。

参考文献

- [1] 于振涛, 余森, 张明华, 韩建业, 麻西群. 外科植入物用新型医用钛合金材料设计、开发与应用现状及进展[J]. 中国材料进展, 2010, 29(12): 35-51.
- [2] Kuroda, D., Niinomi, M., Morinaga, M., *et al.* (1998) Design and Mechanical Properties of New β Type Titanium Alloys for Implant Materials. *Material Science and Engineering A*, **243**, 244-249. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00808-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00808-3)
- [3] 周娴, 杨钢, 周林, 孙彦华, 岳有成. 热处理工艺对医用髋关节钛合金疲劳性能的影响[J]. 金属热处理, 2016, 41(5): 142-145.
- [4] Bothe, R.T. and Beaton, L.E. (1940) Reaction of Bone to Multiple Metallic Implants. *Surgery, Gynecology, and Obstetrics*, No. 71, 598-602.
- [5] Long, M. and Rack, H.J. (1998) Titanium Alloys in Total Joint Replacement—A Materials Science Perspective. *Bio-materials*, **19**, 1621-1639. [https://doi.org/10.1016/S0142-9612\(97\)00146-4](https://doi.org/10.1016/S0142-9612(97)00146-4)
- [6] Okazaki, Y., Rao, S., Ito, Y., *et al.* (1998) Corrosion Resistance, Mechanical Properties, Corrosion Fatigue Strength and Cytocompatibility of New Ti Alloys without Al and V. *Biomaterials*, **19**, 1197-1215. [https://doi.org/10.1016/S0142-9612\(97\)00235-4](https://doi.org/10.1016/S0142-9612(97)00235-4)
- [7] Cortizo, A.M., Bruzzone, L., Molinuevo, S., *et al.* (2000) A Possible Role of Oxidative Stress in the Vanadium-Induced Cytotoxicity in the MC3T3E1 Osteoblast and UMR106 Osteosarcoma Cell Lines. *Toxicology*, **147**, 89-99. [https://doi.org/10.1016/S0300-483X\(00\)00181-5](https://doi.org/10.1016/S0300-483X(00)00181-5)
- [8] Wapner, K.L. (1991) Implications of Metallic Corrosion in Total Knee Arthroplasty. *Clinical Orthopaedics and Related Research*, **271**, 12-20.
- [9] 刘颖, 张文光. 钛合金表面 TiO₂ 图案化薄膜的溶胶凝胶法制备及其性能研究[J]. 医用生物力学, 2010, 25(1).
- [10] 房卫萍, 陈沧, 史耀武, 等. 损伤容限钛合金的研究进展及应用现状[J]. 材料工程, 2010(9): 95-98.
- [11] 孙敬, 崔振铎, 朱胜利, 等. 生物医用植入钛及钛合金的力学性能研究及进展[J]. 金属热处理, 2005, 30(9): 59-62.
- [12] Papakyriacou, M., Mayer, H., Pypen, C., *et al.* (2000) Effects of Surface Treatments on High Cycle Corrosion Fatigue of Metallic Implant Materials. *International Journal of Fatigue*, **22**, 873-886. [https://doi.org/10.1016/S0142-1123\(00\)00057-8](https://doi.org/10.1016/S0142-1123(00)00057-8)
- [13] Kobayashi, E., Wang, T.J., Doi, H., *et al.* (1998) Mechanical Properties and Corrosion Resistance of Ti-6Al-7Nb Alloy Dental Castings. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, **9**, 567-574. <https://doi.org/10.1023/A:1008909408948>
- [14] 王聪, 刘永杰, 杨昆, 王清远. 模拟体液环境下植入用 Ti6Al7Nb 合金的高周疲劳行为[J]. 实验力学, 2016, 31(6): 723-729.
- [15] Fleck, C. and Eifler, D. (2010) Corrosion, Fatigue and Corrosion Fatigue Behaviour of Metal Implant Materials, Especially Titanium Alloys. *International Journal of Fatigue*, **32**, 929-935. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2009.09.009>
- [16] 牟战旗, 梁成浩. 钛合金生物医学材料的耐蚀性能[J]. 腐蚀与防护, 1998, 19(4): 151-154.
- [17] 宋应亮, 徐君伍, 马轩祥. 口腔环境中钛及钛合金腐蚀研究现状[J]. 国外医学生物医学工程分册, 2000, 23(4): 243-246.
- [18] 彭式韞, 汪阿冬, 马仁增, 等. 钛及钛合金作牙髓腔骨内种植体的研究[J]. 中国口腔医学杂志, 1990, 25(5): 277-279.

-
- [19] Antunes, R.A. and de Oliveira, M.C.L. (2012) Corrosion Fatigue of Biomedical Metallic Alloys: Mechanisms and Mitigation. *Acta Biomaterialia*, **8**, 937-962. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2011.09.012>
- [20] Kokubo, T. and Takadama, H. (2006) How Useful Is SBF in Predicting *in Vivo* Bone Bioactivity? *Biomaterials*, **27**, 2907-2915. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2006.01.017>
- [21] 姚卫星. 不同加载方式下疲劳极限之间的关系[J]. 机械强度, 1996(2): 74-77.
- [22] Morrissey, R.J. and Nicholas, T. (2005) Fatigue Strength of Ti-6Al-4V at Very Long Lives. *International Journal of Fatigue*, **27**, 1608-1612.

知网检索的两种方式:

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>
下拉列表框选择: [ISSN], 输入期刊 ISSN: 2325-498X, 即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>
左侧“国际文献总库”进入, 输入文章标题, 即可查询

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: ijm@hanspub.org