

SLM 工艺参数及酸洗处理对 TC4 钛合金 多孔结构影响研究

王政伦¹, 刘永胜^{2,3}, 李 炜^{1*}

(1. 西南交通大学材料先进技术教育部重点实验室, 四川 成都 611630; 2. 钒钛资源综合利用国家重点实验室, 四川 攀枝花 617000; 3. 成都先进金属材料产业技术研究院股份有限公司, 四川 成都 610300)

摘 要: 基于 TC4 钛合金三周期极小曲面 (TPMS) 多孔结构和激光功率 P 、扫描速度 v 及扫描间距 h 水平差异设计三因素三水平正交试验, 一方面通过极差和方差分析研究激光选区熔化制造 (SLM) 工艺参数对 TC4 钛合金多孔结构尺寸精度、质量和力学强度的影响规律; 另一方面对钛合金多孔结构进行 HF 酸洗处理, 研究酸洗工艺对多孔结构参数和力学性能的影响。结果表明: TPMS 多孔结构的实体尺寸和质量与 SLM 工艺能量密度 E 呈正相关; TPMS 多孔结构的力学强度受 SLM 工艺参数影响较小, 优化 SLM 工艺参数应以 3D 打印多孔结构尺寸、质量精度控制为主导; 酸洗处理可以改善 TPMS 多孔结构表面粗糙度, 提高结构尺寸、质量精度; 此外, 酸洗处理促使 TPMS 多孔结构的弹性模量更接近天然松质骨的力学性能。

关键词: SLM 工艺参数; TC4 合金; TPMS 多孔结构; 酸洗; 尺寸精度; 力学性能

中图分类号: TF823

文献标志码: A

文章编号: 1004-7638(2025)02-0053-08

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2025.02.008

开放科学 (资源服务) 标识码 (OSID):



听
语
音
与
作
者
互
动
聊
科
研

Effect of SLM process parameters and pickling treatment on the porous structure of TC4 titanium alloy

WANG Zhenglun¹, LIU Yongsheng^{2,3}, LI Wei^{1*}

(1. Key Laboratory of Advanced Materials Technology, Ministry of Education, Southwest Jiaotong University, Chengdu 611630, Sichuan, China; 2. State Key Laboratory of Vanadium and Titanium Resources Comprehensive Utilization, Pan-zhihua 617000, Sichuan, China; 3. Chengdu Advanced Metal Materials Industry Technology Research Institute Co., Ltd., Chengdu 610300, Sichuan, China)

Abstract: Based on the three-period minimal surface (TPMS) porous structure of TC4 titanium alloy and the horizontal differences of laser power P , scanning speed v and scanning distance h , a three-factor and three-level orthogonal experiment was designed. On the one hand, the influences of laser selective melting manufacturing (SLM) process parameters on the dimensional accuracy, mass and mechanical strength of TC4 titanium alloy porous structure were studied through range and variance analysis. On the other hand, the porous structure of titanium alloy was treated by HF pickling, the influences of pickling process on the parameters and mechanical properties of porous structure was studied. The results show that the physical size and mass of TPMS porous structure are positively correlated with the en-

收稿日期: 2024-06-20

基金项目: 钒钛资源综合利用产业技术创新战略联盟协同研发项目资助; 3D 打印多孔钛合金骨科植入物创成与骨再生机制研究 (四川省重点项目, 编号: 2018JY0552)。

作者简介: 王政伦, 1999 年出生, 男, 四川成都人, 博士生, 研究方向为医疗器械设计与制造, E-mail: 1119694802@qq.com;

* 通讯作者: 李炜, 1969 年出生, 女, 四川成都人, 教授, 主要从事材料表面工程、零部件服役性能研究, E-mail: liweijiani@home.swjtu.edu.cn。

ergy density E of SLM process. The mechanical strength of TPMS porous structure is less affected by SLM process parameters, and the optimization of SLM process parameters should be based on the accuracy control of size and mass parameters of 3D printed porous structure. Pickling treatment can improve the surface roughness of TPMS porous structure, enhance the size and mass accuracy of TPMS porous structure. In addition, pickling treatment makes the elastic modulus of TPMS porous structure closer to the mechanical properties of natural cancellous bone.

Key words: SLM process parameters, TC4 alloy, TPMS porous structure, pickling, dimensional accuracy, mechanical property

0 引言

钛作为一种惰性金属,广泛应用于医疗领域人体植入物的制造^[1]。其中,多孔结构的钛合金通过孔隙率的调控,不仅能有效降低植入物结构刚度,与人体骨形成力学性能适配^[2],而且能引导骨长入,形成良好的骨整合,日渐应用于骨科植入物的设计中^[3]。目前,传统减材加工成型方式难以满足医用钛合金多孔复杂结构的制备需求,而选择性激光熔化(SLM)技术以堆积增材制造方式能够逐层堆叠出复杂的多孔结构,并且具有材料利用率高、周期短、精度高等特点,已成为多孔结构钛合金快速有效的成型方式^[4]。

选区激光成形(SLM)将移动的激光作为制造热源,以“离散+堆积”的增材方式成形出结构复杂的金属零件^[5],在这一过程当中,扫描速度、激光功率、扫描间距等工艺参数会改变粉末融化程度与零件成型速度,对结果零件施加影响^[6]。目前对 SLM 打印钛合金的工艺参数研究主要聚焦于实体块结构,通过调控成型参数研究其对钛合金实体块的致密度、表面硬度、熔道结构或者弹塑性强度的影响^[7-9],为 SLM 成形大体积零件提供基础。已有的研究表明,钛合金多孔作为一种小结构零件,成形同样受到 SLM 参数的影响。卢毅晨等^[10]通过 SLM 成形金刚石结构,基于激光功率和扫描速度测试了打印参数对多孔结构致密度和压缩性能的影响。王靖等^[11]基于响应面法(RSM)建立选区激光熔化成形工艺参数(激光功率、扫描速度及扫描间距)与样件致密度、表面粗糙度及孔隙率差值的数学模型。党新安等^[12]通过调整激光选区熔化工艺参数中的激光功率、扫描速度和扫描间距,优化多孔支架的表面质量。陈健等^[13]探究了不同 SLM 工艺参数下 TC4 泰森多边形多孔微小缺陷,分析了不同工艺参数对多孔显微组织的影响。其中,三周期极小曲面(TPMS)作为一种三维方向下平均曲率为零的曲面模型,表面呈现周期性的无限延伸,具有较高比表面积,用于植入物时可以促进细胞攀附^[14];而 TPMS

多孔结构可基于公式调节孔隙率和力学强度,能满足骨材料的力学适配要求^[15]。因此,探究 SLM 成型工艺参数对 TPMS 多孔结构尺寸、力学强度及整体质量的影响十分必要。此外,化学酸洗是 3D 打印钛合金的常用处理方式,能够有效去除多孔结构表面黏附的颗粒物,保证植入安全性^[16];但钛合金酸洗液中 HF 是强腐蚀剂,容易改变多孔结构的力学强度^[17],故而需要验证酸洗对多孔结构强度的影响程度。

为了探究 SLM 扫描速度、激光功率、扫描间距等工艺参数对钛合金多孔结构尺寸和力学强度的影响,笔者选择前期优化的三周期极小曲面(TPMS)的螺旋体结构(Gyroid, G)为多孔结构设计模型,采用三因素控制变量方法将 STL 格式的 TPMS 多孔模型在正交设计的 SLM 工艺参数下进行了制备,通过三维激光共聚焦显微镜下的多孔结构尺寸参数测试及压缩试验评价了不同成型工艺下钛合金多孔结构的尺寸参数及力学强度,通过正交统计结果优化出了 SLM 最佳参数区间。此外,通过测量及力学试验研究了酸洗工艺对多孔结构尺寸、质量参数和力学强度的影响。研究结果有望为制备合适结构尺寸和强度的 TC4 多孔植入物的 SLM 最佳成型工艺参数的选择提供指导。

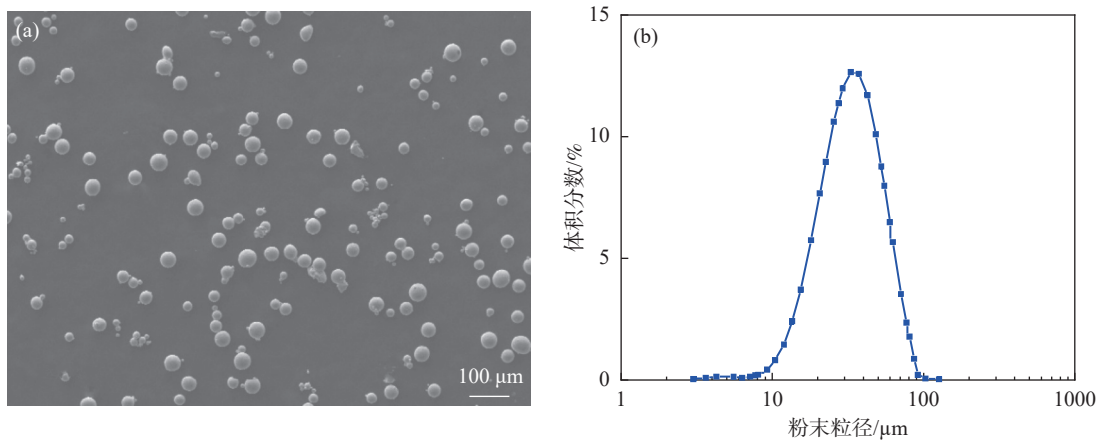
1 试验方法

1.1 试验原料与多孔模型设计

SLM 成型粉末为 TC4 合金粉末,经过 EDS 测试其主要成分见表 1。粉末的微观形貌及粒径分布如图 1 所示,主要由直径 15 ~ 56 μm 的球状颗粒组成。

表 1 TC4 合金粉末主要成分
Table 1 Main components of TC4 alloy powder %

Al	V	Fe	C	N	H	O	Ti
6.070 0	3.960 0	0.036 0	0.006 0	0.024 0	0.002 5	0.076 0	Bal.



(a)TC4 粉末形貌; (b)TC4 粉末粒径分布

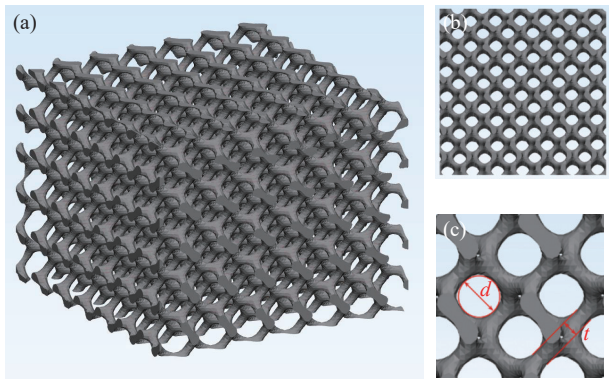
图 1 钛合金粉末

Fig. 1 TC4 alloy powder

试验选择的 TPMS 多孔结构模型见图 2, 前期研究中具有良好细胞攀附和骨长入性能^[15]。模型的总体尺寸为 10 mm×10 mm×8 mm, 多孔结构的孔隙率 f 通过式(1)获得。

$$f = \frac{V_s}{V_a} \times 100\% \quad (1)$$

式中, V_s 是模型孔隙体积; V_a 是模型总体积。



(a) 多孔结构模型; (b) 多孔俯视图; (c) 多孔结构尺寸

图 2 TPMS 多孔三维模型

Fig. 2 3D model of TPMS scaffold

模型中实际孔隙率 $f=87.15\%$, 孔径 $d=800 \mu\text{m}$, 壁厚 $t=290 \mu\text{m}$, 理想质量为 0.464 g (密度 $\rho=4.5 \text{ g/cm}^3$)。通过对比分析实际 SLM 成型的多孔尺寸、质量参数与 TPMS 多孔结构设计值的差异, 来探究 SLM 工艺参数对多孔结构尺寸参数的影响规律。

1.2 样品制备及工艺参数

TPMS 多孔结构钛合金样品采用型号为 M290-SLM(德国 EOS)的打印机打印, 激光束光斑直径为 0.1 mm, 成型精度为 50 ~ 200 μm 。表 2 在 SLM 相关工艺参数(扫描速度 v 、激光功率 P 、扫描间距 h)

的常用范围中各划分出 3 个水平, 常用范围根据参考文献 [11-12] 与多孔制备经验范围选取; 并采用正交试验法设计出不同水平参数下 9 组试验样品, 如表 3 所示。根据 9 组样品工艺参数水平按照式(2)计算出各样品的能量密度 E 。

$$E = \frac{P}{vht} \quad (2)$$

式中, E 为能量密度, J/mm^3 ; P 为激光功率, W ; v 为扫描速度, mm/s ; h 为扫描间距, mm ; t 为铺粉层厚, mm , 取 0.03。

表 2 SLM 工艺参数水平表

Table 2 Level table of SLM processing parameters

工艺水平	扫描速度 v /($\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$)	激光功率 P /W	扫描间距 h /mm
1	1 000	150	0.1
2	1 250	200	0.14
3	1 500	250	0.18

表 3 SLM 工艺参数正交试验因素水平表

Table 3 Orthogonal test factor level table of SLM processing parameters

样品 编号	扫描速度 v /($\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$)	激光功率 P /W	扫描间距 h /mm	能量密度 E /($\text{J} \cdot \text{mm}^{-3}$)
①	1 000	150	0.1	50
②	1 000	200	0.14	47.6
③	1 000	250	0.18	46.3
④	1 250	150	0.14	28.6
⑤	1 250	200	0.18	29.6
⑥	1 250	250	0.1	66.7
⑦	1 500	150	0.18	18.5
⑧	1 500	200	0.1	44.4
⑨	1 500	250	0.14	39.7

1.3 试验操作

多孔样品打印完成后, 调配 $\text{H}_2\text{O} : \text{HF}$ 体积比例

为 10 : 1 的氢氟酸溶液对⑤和⑧组 TPMS 多孔样品在室温下(25 ℃)酸洗 2 min, 分别记为⑤酸洗和⑧酸洗。

采用分析天平与电子游标卡尺分别测量所有多孔样品质量与尺寸参数; 多孔结构表面形貌采用三维激光共聚焦显微镜(型号 VK-X1100, 日本 KEYENCE)测试, 通过配套软件测量多孔结构的孔径和壁厚; 多孔结构样品的压缩试验在 INSTRON E10000 材料力学试验机上进行, 试验通过位移控制进行压缩, 位移速率为 1.5 mm/min, 并设置多孔样品的屈服强度为其 2% 残余变形应力值, 极限强度为其试验中最大应力值。

整个试验样品组包括: 非酸洗样品①~⑨、酸洗样品⑤酸洗和⑧酸洗, 各组参数下样品制备数量为 3 个, 上述所有测试重复次数为 3 次。

1.4 统计分析

所有结果都表示为平均值和标准偏差。使用正交统计表对数据进行极值分析, 引入 K 值与 R 值分别代表单组数据总和与极值; 使用 Tukey HSD 事后检验对数据进行单因素方差分析, 并在 SPSS 中进行组间比较。数据显著性评价通过 p 值划分: *** 为 $p < 0.001$ 、** 为 $0.001 < p < 0.01$ 、* 为 $0.01 < p < 0.05$ 、ns 为 $p > 0.05$, $p < 0.05$ 认为是显著的。

2 结果与讨论

2.1 SLM 工艺参数对 TPMS 多孔结构尺寸参数的影响

图 3 为能量密度对多孔样品结构尺寸和质量的影响结果。随着能量密度的增加, 多孔结构孔径呈下降趋势(极差 -2.81%), 壁厚呈上升趋势(极差 +6.04%), 表明 SLM 制备的多孔样品实体体积随着能量密度的增加而增加, 孔径和壁厚二者参数呈现互抑性, 这符合孔径为结构空心参数而壁厚为结构实体参数的条件, 印证了测量结果有效性。同时, 多孔结构的质量随着能量密度的增加总体呈上升趋势(极差 +1.31%), 这与多孔尺寸参数中实体体积随能量密度增加而增加的结果相对应。这是因为随着打印工艺能量密度的增加, 激光在熔融粉末的过程中融化的粉末数增加, 导致粘接的粉末数增加, 因此多孔样品的实体尺寸和质量参数也增加。

表 4 将扫描速度 v 、激光功率 P 与扫描间距 h 分别设置为工艺参数变量, 统计分析了各 SLM 工艺不同水平下多孔样品结构尺寸和质量参数的正交试验结果。通过极值 R 分析, SLM 工艺参数变量对 TPMS 尺寸参数的影响权重为: 扫描速度 $v >$ 扫描

间距 $h >$ 激光功率 P ; SLM 工艺参数变量对 TPMS 质量参数的影响权重为: 激光功率 $P >$ 扫描速度 $v >$ 扫描间距 h 。此外, 对统计结果进行方差分析, 各因素效应显著性如表 4 所示、交互效应如表 5 所示。方差分析结果与极差分析中的排序相符合, 单因素中扫描速度、扫描间距对多孔尺寸参数影响显著, 激光功率对多孔质量参数影响显著; 交互效应中, 激光功率与扫描速度、扫描间距的交互对多孔的尺寸参数影响显著, 扫描速度与扫描间距的交互对多孔质量参数有一定影响, 三因素交互对多孔的孔径影响显著。分析上述结果原因, 当扫描速度和扫描间距增加, SLM 单位时间扫描的熔道长度增加, 部分金属粉末未完全熔融, 留有一定间隙且粘接的粉末较少^[11], 导致相应的实体尺寸参数减少, 质量参数受扫描速度和扫描间距交互效应影响也随之减少; 而激光功率能够显著提升钛合金粉末的熔融能量, 提高粉末熔融量的同时粘接了多余粉末, 导致尺寸参数与质量参数增加。以 3D 打印多孔结构尺寸、质量参数与多孔三维模型对应参数间差异最小为优化原则, SLM 工艺参数的最佳水平组合: 扫描速度 v_3 为 1 500 mm/s、激光功率 P_1 为 150 W, 扫描间距 h_3 为 0.18 mm, 这一工艺参数组合具有水平表中最低的能量密度, 可印证图 3 中⑦号样品在试验组最低能量密度下的尺寸、质量参数最接近 3D 模型设计结果。

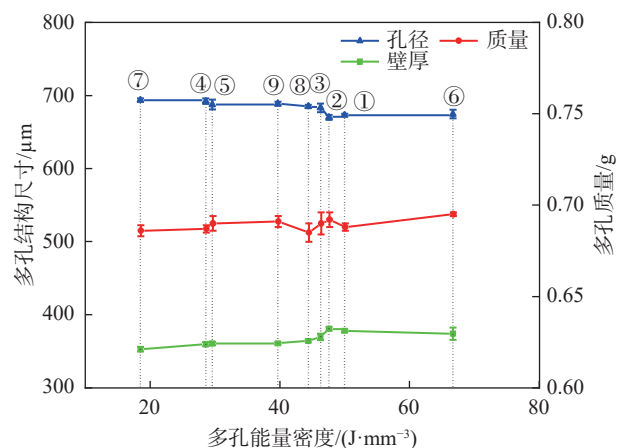


图 3 能量密度对 TPMS 多孔样品尺寸/质量影响
Fig. 3 Effect of different energy density on size/mass of TPMS scaffolds

2.2 SLM 工艺参数对 TPMS 多孔结构力学强度的影响

图 4 为能量密度对多孔样品压缩力学强度的影响结果。随着能量密度的增加, 多孔结构样品的力学载荷与力学强度呈现波动趋势, 最大波动值分别

在 130 N 和 1 MPa 以内, 说明 TPMS 多孔结构的力学强度对 SLM 工艺的能量密度变化较不敏感。同时各多孔结构样品的屈服强度和极限强度波动趋势一致, 并与图 3 中的质量参数波动趋势基本一致, 说明各样品力学强度与质量密切相关, 质量较大、材料较多的样品具有较好的力学强度。

表 4 多孔样品尺寸/质量正交试验结果统计表
Table 4 Statistics of orthogonal test results of size/mass of scaffolds

统计项	工艺水平	扫描速度 <i>v</i> -测量参数			激光功率 <i>P</i> -测量参数			扫描间距 <i>h</i> -测量参数		
		壁厚/ μm	孔径/ μm	质量/g	壁厚/ μm	孔径/ μm	质量/g	壁厚/ μm	孔径/ μm	质量/g
<i>K</i>	1	1 128.48	2 026.64	2.070	1 090.39	2 059.16	2.061	1 116.26	2 033.06	2.067
	2	1 094.25	2 054.63	2.071	1 105.58	2 043.09	2.067	1 101.25	2 051.44	2.070
	3	1 077.71	2 067.74	2.062	1 104.47	2 046.77	2.076	1 082.93	2 064.52	2.066
<i>K</i> _{avg}	1	376.16	675.55	0.690	363.46	686.39	0.687	372.09	677.69	0.689
	2	364.75	684.88	0.690	368.53	681.03	0.689	367.08	683.81	0.690
	3	359.24	689.25	0.687	368.16	682.26	0.692	360.98	688.17	0.689
最佳水平		3	3	3	1	2	1	3	3	3
极值 <i>R</i>		16.92	13.70	0.003	5.06	5.36	0.005	11.11	10.49	0.001
<i>F</i> 检验		36.58	15.88	2.07	3.91	2.56	4.16	15.20	9.00	0.30
显著性		***	***	ns	*	ns	*	***	**	ns
水平数量		3	3	3	3	3	3	3	3	3
样品重复数		3	3	3	3	3	3	3	3	3

表注: *K*为单一工艺参数变量同水平下所有样品测量结果总和, *K*_{avg}为*K*值除以样品数的均值, 最佳水平根据优化原则选取, 极值*R*为各不同水平*K*_{avg}间的最大差值。显著性评价: ***为*p*<0.001、**为0.001<*p*<0.01、*为0.01<*p*<0.05、ns为*p*>0.05。

表 5 多孔样品尺寸/质量试验因素的交互效应
Table 5 Interaction effect of test factors of porous sample in size/mass

交互项	壁厚	孔径	质量
扫描速度*激光功率	***	***	ns
扫描速度*扫描间距	*	ns	*
激光功率*扫描间距	***	***	ns
扫描速度*激光功率*扫描间距	ns	**	ns

显著性评价: ***为*p*<0.001、**为0.001<*p*<0.01、*为0.01<*p*<0.05、ns为*p*>0.05。

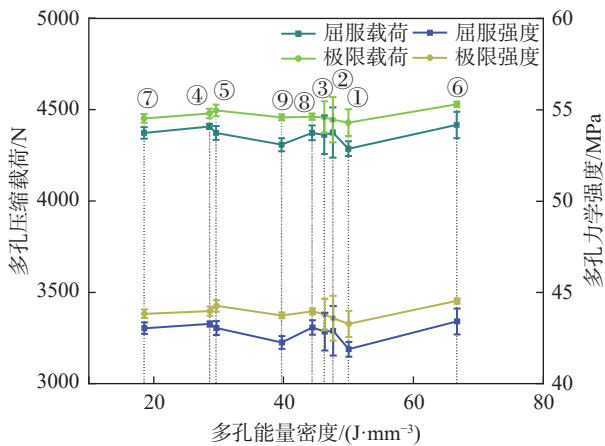


图 4 能量密度对 TPMS 多孔样品力学强度影响
Fig. 4 Effect of different energy density on mechanical properties of TPMS scaffolds

表 6 将扫描速度 *v*、激光功率 *P* 与扫描间距 *h* 分别设置为工艺变量, 统计分析了各 SLM 工艺不同水平下多孔样品力学强度的正交试验结果。通过

极值 *R* 分析, 各 SLM 工艺参数对 TPMS 多孔结构力学强度的影响权重为: 扫描速度 *v*>激光功率 *P*>扫描间距 *h*。此外, 对统计结果进行方差分析, 各因素效应显著性如表 6 所示, 方差分析结果与极差分析中的排序相符合。可见 SLM 工艺参数对 TPMS 多孔力学性能有一定影响, 但影响程度不显著, 主要集中在扫描速度 *v* 上。对比相关研究^[18]可以发现, 接近 1 200 mm/s 扫描速度的多孔件具有较高的弹性模量。以 3D 打印多孔结构的力学强度最高为优化原则, SLM 工艺参数的最佳水平为: 扫描速度 *v*₂ 为 1 250 mm/s、激光功率 *P*₃ 为 250 W, 扫描间距 *h*₃ 为 0.18 mm, 这一工艺参数组合具有较高的能量密度。综合表 5 来看, SLM 工艺参数对 TPMS 多孔结构力学强度的影响较小, 对 SLM 工艺参数的优化应以 3D 打印多孔结构尺寸、质量参数与 3D 模型设计参数差异为主要评价条件。

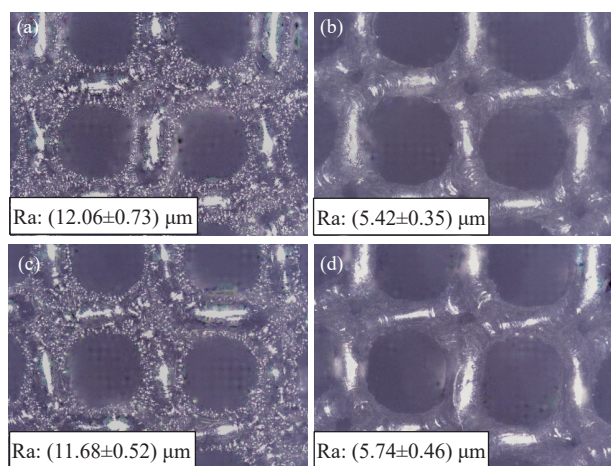
2.3 酸洗处理对 TPMS 多孔结构的影响

图 5 为多孔结构采用 HF 溶液酸洗前后表面形态的变化。酸洗前的多孔结构表面布满了未熔化的 TC4 粉末, 使得表面具有较大的粗糙度 (*R*_a 12.06 μm); 酸洗后多孔结构的表面粉末被大量去除, 表面粗糙度降低超过 50% (*R*_a 5.42 μm)。这是因为在酸洗处理过程中, 由于尖角集中效应, 酸溶液首先与微小缺陷或间隙处发生反应^[19], 生成钛离子进入到溶液中, 使多孔表面粉末脱落, 整体趋于平滑。

表6 多孔样品力学强度正交试验结果统计
Table 6 Statistics of orthogonal test results of mechanical properties of TPMS scaffolds

统计项	工艺水平	扫描速度 v -力学强度		激光功率 P -力学强度		扫描间距 h -力学强度	
		屈服强度/MPa	极限强度/MPa	屈服强度/MPa	极限强度/MPa	屈服强度/MPa	极限强度/MPa
K	1	129.25	130.69	128.23	131.10	128.41	131.79
	2	130.13	132.79	129.06	131.84	128.46	131.33
	3	129.37	131.55	128.55	132.09	128.97	131.91
K_{avg}	1	43.08	43.56	42.74	43.70	42.80	43.93
	2	43.38	44.26	43.02	43.95	42.82	43.78
	3	43.12	43.85	42.85	44.03	42.99	43.97
最佳水平		2	2	2	3	3	3
极值 R		0.29	0.41	0.28	0.33	0.19	0.20
F 检验		2.03	3.53	0.32	0.84	0.18	0.31
显著性		ns	**	ns	ns	ns	ns
水平数量		3	3	3	3	3	3
样品重复数		3	3	3	3	3	3

表注: K 为单一工艺参数变量同水平下所有样品测量结果总和, K_{avg} 为 K 值除以样品数的均值, 最佳水平根据优化原则选取, 极值 R 为各不同水平 K_{avg} 间的最大差值。显著性评价: ***为 $p<0.001$ 、**为 $0.001<p<0.01$ 、*为 $0.01<p<0.05$ 、ns为 $p>0.05$ 。



(a) 样品⑤表面粗糙度; (b) 样品⑤酸洗表面粗糙度; (c) 样品⑧表面粗糙度; (d) 样品⑧酸洗表面粗糙度

图5 酸洗对 TPMS 多孔结构表面粗糙度影响

Fig. 5 Influence of pickling on surface roughness of TPMS porous structure

图6为模型设计值、酸洗前后多孔结构尺寸和质量测量值统计结果。可以发现样品⑤和样品⑧酸洗后壁厚分别降低了24.43%和22.59%;相应地,酸洗后样品孔径分别增加了16.54%和8.09%。比较而言,酸洗后的样品结构尺寸和质量与模型设计参数更加接近,说明酸洗能够有效去除多孔结构在打印过程中粘结的多余粉末,提高了打印成型精度。进一步地,酸洗后能量密度更低的样品⑤尺寸参数改变更大,说明随着能量密度降低,多孔酸洗程度也加剧;且样品⑤酸洗后与模型设计参数基本一致,说明能量密度位于 30 J/mm^3 左右的样品⑤处于多孔结构酸洗优化的适用区域。

图7为多孔结构仿真真压缩力学曲线与酸洗前后多孔结构压缩力学曲线对比结果。样品⑤和⑧酸洗

后极限强度分别降低了26.84%和24.8%,符合图6中多孔样品酸洗后壁厚降低、孔径增加、质量减少的变化趋势。

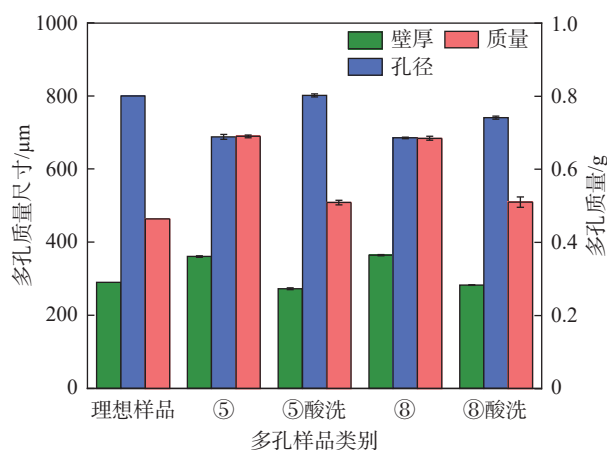


图6 酸洗前后 TPMS 多孔样品尺寸/质量对比

Fig. 6 Comparison of size/mass of TPMS porous samples before and after pickling

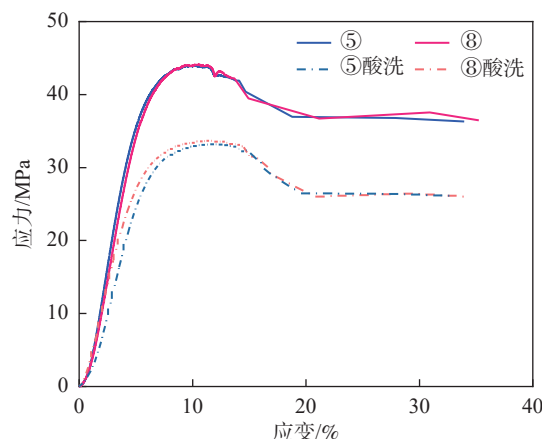


图7 酸洗前后 TPMS 多孔结构压缩曲线对比

Fig. 7 Comparison of compression curves of TPMS porous structure after pickling

此外,图7中酸洗后的多孔样品曲线斜率(弹性模量)相比酸洗前变低,通过计算,样品⑤和⑧酸洗后的弹性模量分别降低了32.35%和28.86%,为601.6 MPa和594.2 MPa,而这与测量的人体松质骨弹性模量相当接近^[20]。说明酸洗处理可以适当调低多孔样品的弹性模量,降低结构刚度,使之更接近天然松质骨的力学性能。

3 结论

采用了三因素三水平的正交试验,测量了SLM工艺对TPMS多孔结构参数和力学性能的影响,并对比了酸洗处理前后的TPMS多孔结构变化。通过极差和方差分析探讨了工艺参数对TPMS多孔结构参数的影响,研究结果表明:

1)TPMS多孔结构参数受SLM工艺参数影响,随着能量密度 E 增加,TPMS多孔结构壁厚增加、孔径减少、质量增加。细分SLM工艺参数,对TPMS多孔结构尺寸参数影响权重为:扫描速度 $v >$

扫描间距 $h >$ 激光功率 P ,其中最佳水平为:扫描速度 $v=1\ 500\text{ mm/s}$ 、扫描间距 $h=30.18\text{ mm}$ 、激光功率 $P=150\text{ W}$ 。

2)TPMS多孔结构力学强度对SLM工艺能量密度 E 不敏感,与多孔结构的质量呈现一致性,优化SLM工艺参数应以3D打印多孔结构尺寸、质量参数与多孔三维模型对应参数间差异最小化为原则。

3)HF溶液酸洗工艺可以去除SLM工艺制备的TPMS多孔结构表面多余TC4粉末,改善表面粗糙度,使得酸洗后的TPMS多孔结构在尺寸参数和质量上更加接近多孔结构的三维理想模型;并且酸洗后的TPMS多孔结构弹性模量更接近天然松质骨的力学性能,可以更好地实现骨科手术的人工骨替换。

致谢

感谢钛钛资源综合利用产业技术创新战略联盟协同研发项目对本研究的资助。

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]. Journal of Materials Engineering, 2021, 49(8): 11-25.
(刘剑桥, 刘佳, 唐毓金, 等. 钛合金在骨科植入领域的研究进展[J]. 材料工程, 2021, 49(8): 11-25.)
- [2] XU R W, ZHANG Z J, LIU Q Y, *et al.* The forming deviation, mechanical properties and compression failure of porous structures fabricated by laser melting were analyzed[J]. Transactions of The China Welding Institution, 2022, 43(10): 49-56, I0006.
(徐榕蔚, 张振杰, 刘清原, 等. 选区激光熔化制备多孔结构的成形偏差及力学性能与压缩失效分析[J]. 焊接学报, 2022, 43(10): 49-56, I0006.)
- [3] LI S J, LI X K, HOU W T, *et al.* Fabrication of open-cellular(porous) titanium alloy implants: osseointegration, vascularization and preliminary human trials[J]. Science China Materials, 2018, 61(4): 525-536.
- [4] LI X, GAO R N, XIONG Y Z, *et al.* Fabrication and characterization of porous titanium based on TPMS structure[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2020, 49(1): 325-330.
(李祥, 高芮宁, 熊胤泽, 等. 基于TPMS结构的多孔钛制备与表征[J]. 稀有金属材料与工程, 2020, 49(1): 325-330.)
- [5] GU D D, ZHANG H M, CHEN H Y, *et al.* Laser additive manufacturing of high-performance metallic aerospace components[J]. Chinese Journal of Lasers, 2020, 47(5): 24-47.
(顾冬冬, 张红梅, 陈洪宇, 等. 航空航天高性能金属材料构件激光增材制造[J]. 中国激光, 2020, 47(5): 24-47.)
- [6] SUN J, ZHU X G, LI P, *et al.* Effect of laser bulk energy density on densification behavior of TC4 titanium alloy by SLM[J]. Materials For Mechanical Engineering, 2020, 44(1): 51-56.
(孙靖, 朱小刚, 李鹏, 等. 激光体能量密度对激光选区熔化成形 TC4 钛合金致密化行为的影响[J]. 机械工程材料, 2020, 44(1): 51-56.)
- [7] YANG L J, LI Y H, ZHU Y Y, *et al.* Study on the influence of process parameters on the densification and surface hardness of TC4 titanium alloy formed parts by selective laser melting[J]. Applied Laser, 2022, 42(4): 55-62.
(杨立军, 李翼虎, 朱阳洋, 等. 激光选区熔化制造工艺参数对 TC4 钛合金成型件致密度和硬度的影响规律[J]. 应用激光, 2022, 42(4): 55-62.)
- [8] YANG Y C, RONG Y Z, WANG X, *et al.* Simulative and experimental study on basal sintering process of TC4 powder via

- selective laser melting[J]. *Modern Manufacturing Engineering*, 2022(12): 19-26.
(杨寅晨, 荣远卓, 王翔, 等. TC4 粉末选区激光熔化基础烧结工艺仿真与试验研究[J]. *现代制造工程*, 2022(12): 19-26.)
- [9] YAN T Q, CHEN B Q, LIANG J Y, *et al.* Quality optimization of TC4 alloy fabrication via selective laser melting[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2022, 59(17): 317-325.
(闫泰起, 陈冰清, 梁家誉, 等. 激光选区熔化 TC4 钛合金成形质量优化研究[J]. *激光与光电子学进展*, 2022, 59(17): 317-325.)
- [10] LU Y C, SUN Z G, GUO Y H, *et al.* Compression performance of TC4 titanium alloy lattice structures manufactured by selective laser melting[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2020, 49(6): 2067-2075.
(卢毅晨, 孙中刚, 郭艳华, 等. 激光选区熔化 TC4 钛合金点阵结构的压缩性能[J]. *稀有金属材料与工程*, 2020, 49(6): 2067-2075.)
- [11] WANG J, ZENG S J, WEI Q T, *et al.* Process optimization of selective laser melting for Ti6Al4V gradient porous structure[J]. *Journal of Netshape Forming Engineering*, 2023, 15(9): 17-27
(王靖, 曾寿金, 魏青天, 等. 选区激光熔化 Ti6Al4V 梯度多孔结构工艺优化[J]. *精密成形工程*, 2023, 15(9): 17-27.)
- [12] DANG X A, JIAO X L, YANG L J. Effect of SLM technology process parameters on tissue defects of porous scaffolds[J]. *Applied Laser*, 2020, 40(6): 998-1004.
(党新安, 焦晓龙, 杨立军. 激光选区熔化工艺参数对成形多孔支架表面质量的影响研究[J]. *应用激光*, 2020, 40(6): 998-1004.)
- [13] CHEN J, FU G S, CHEN H L, *et al.* Influence of selective laser melting forming process on microstructure of porous TC4 titanium alloy[J]. *Materials For Mechanical Engineering*, 2023, 47(11): 96-103,110.
(陈健, 傅高升, 陈鸿玲, 等. 选区激光熔化成形工艺对多孔 TC4 钛合金显微组织的影响[J]. *机械工程材料*, 2023, 47(11): 96-103,110.)
- [14] SHI Z L, WANG W, LU X L, *et al.* Parametric porous structure design with TPMS for bone tissue[J]. *Machinery Design & Manufacture*, 2024, 400(6): 265-270.
(石志良, 王伟, 卢小龙, 等. TPMS 骨组织多孔结构参数化设计方法研究[J]. *机械设计与制造*, 2024, 400(6): 265-270.)
- [15] WANG Z L, LIAO B, LIU Y S, *et al.* Influence of structural parameters of 3D-printed triply periodic minimal surface gyroid porous scaffolds on compression performance, cell response, and bone regeneration[J]. *Journal of biomedical materials research. Part B, Applied biomaterials*, 2024(1): 112.
- [16] JI Q. Study on toxicity of TC4 porous scaffold to mouse fibroblasts and mouse embryonic fibroblasts[D]. Zunyi: Zunyi Medical University, 2021.
(纪琦. TC4 多孔支架对小鼠成纤维细胞及小鼠胚胎成纤维细胞毒性研究[D]. 遵义: 遵义医科大学, 2021.)
- [17] ZHENG F, CHENG T Y, ZHANG Q Y. Pickling technology of titanium and titanium alloy[J]. *Rare Metals and Cemented Carbides*, 2009, 37(3): 26-28.
(郑锋, 程挺宇, 张巧云. 钛及钛合金的酸洗技术[J]. *稀有金属与硬质合金*, 2009, 37(3): 26-28.)
- [18] ZHANG J G, HUANG D Y, HU F L, *et al.* Mechanical properties of Ti6Al4V alloy with porous structure prepared by selective laser melting[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2022, 51(10): 3619-3625.
- [19] XU G S, KOU H C, LIU X L, *et al.* Influence of different solution media on microstructure and mechanical properties of porous titanium[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2014, 43(S1): 377-381.
(徐广胜, 寇宏超, 刘向宏, 等. 不同介质溶液对多孔钛微观结构和力学性能的影响[J]. *稀有金属材料与工程*, 2014, 43(S1): 377-381.)
- [20] OUYANG J, YANG G T, ZHOU W Z, *et al.* Biomechanical characters of human lumbar vertebral trabecular bone[J]. *Chinese Journal of Biomedical Engineering*, 1997, 16(4): 289-293,309.
(欧阳钧, 杨桂通, 吴文周, 等. 人体腰椎松质骨的生物力学性质[J]. *中国生物医学工程学报*, 1997, 16(4): 289-293,309.)