

**ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КАЛЬЦИЙ-ФОСФАТНОГО
ПОКРЫТИЯ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ИМПУЛЬСНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ**

Е.А. Чудинова, М.А. Сурменева, И.Ю. Грубова

Научный руководитель: к.ф.-м.н., с.н.с., Р.А. Сурменев

Томский политехнический университет, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: e_chudinova93@mail.ru

**INVESTIGATION OF PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES CALCIUM PHOSPHATE
COATING AFTER PULSED ELECTRON BEAM TREATMENT**

E.A. Chudinova, M.A. Surmeneva, I. Yu. Grubova

Scientific Supervisor: PhD R.A. Surmenev

Tomsk Polytechnic University, 634050, Russia, Tomsk, Lenina ave., 30

E-mail: e_chudinova93@mail.ru

This article is devoted to the study of physical and mechanical properties of thin coatings based on hydroxyapatite after treatment by a pulsed electron beam. As a result of studies, it has been noted that the sample R3 has the value of ratio $Ca / P = 1,64$, also it corresponds to the optimal value of nanohardness ($12,4 \pm 2,2$) GPa, that corresponds to the indicators required for implant materials. Varying the parameters one can also harden the coating by thermal impact on coating that took place in mode R2.

Развитие биомедицины очень актуально в современной имплантологии. С помощью различного рода имплантатов появилась возможность восстановления и замены поврежденных органов и частей тела [1]. В качестве материала для имплантатов чаще всего используют титан с нанесением биосовместимых кальций-фосфатных покрытий, в частности, гидроксиапатита (ГА) с химической формулой $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$. Для формирования покрытия на имплантатах с заданными свойствами пользуется успехом метод ВЧ-магнетронного распыления [2]. Улучшения эксплуатационных характеристик имплантатов достигают с помощью методов модифицирования концентрированными потоками энергии. Целью данной работы является обработка импульсным электронным пучком (ИЭП) поверхности титановых образцов с покрытием на основе ГА, сформированным методом ВЧ-магнетронного распыления, и исследование их физико-механические свойства.

В качестве материала подложки был использован технически чистый титан марки ВТ 1-0. Нанесение покрытия осуществлялось на установке с магнетронным источником COMDEL (13,56 МГц) при мощности 500 Вт, давлении аргона 0,4 Па в течение 8 часов. Материалом мишени для распыления служил механохимически синтезированный порошок ГА. Образцы были подвергнуты обработке ИЭП с помощью установки «СОЛО» (ИСЭ СО РАН, г. Томск), режимы обработки (E_s –плотность энергии, f –частота следования, N –число и t –длительность импульсов) представлены в таблице 1. Исследование элементного

«ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК»

состава выполнено с помощью энергодисперсионного рентгеновского спектрометра (EDS analysis system Genesis 4000, S-UTW-Si(Li)detector). Измерение механических характеристик осуществлялось с использованием нанотвердомера «NANO HardnessTester NHT-S-AX-000X». Исследования проводились при нагрузке 3 мН. Фазовый состав был исследован на дифрактометре Shimadzu XRD-7000S в режиме скользящего пучка.

Для сравнительной оценки влияния параметров обработки ИЭП режимы данного эксперимента были подобраны таким образом, чтобы для каждого из образцов один параметр варьировался, остальные – оставались фиксированными. В таблице 1 представлены результаты элементного анализа поверхности образцов. Все образцы Ti содержат на поверхности элементы покрытия, однако, после обработки ИЭП (R2-R5) их соотношение претерпело значительные изменения.

Таблица 1

Элементный состав образцов

Элемент	Ca, ат (%)	P, ат (%)	O, ат (%)	C, ат (%)	Ti, ат (%)	Ca/P
Режимы						
R1 Контроль	29,96	17,73	40,38	10,68	1,24	1,69
R2 $E_s=0,1$ Дж/см ² ; $f=5$ Гц; $N=50$; $t=50$ мкс	16,91	10,62	36,31	7,75	28,40	1,59
R3 $E_s=0,1$ Дж/см ² ; $f=5$ Гц; $N=150$; $t=50$ мкс	23,02	14,02	39,82	10,12	13,02	1,64
R4 $E_s=3$ Дж/см ² ; $f=0,3$ Гц; $N=3$; $t=50$ мкс	16,15	10,12	30,00	11,66	32,07	1,60
R5 $E_s=8$ Дж/см ² ; $f=0,3$ Гц; $N=3$; $t=50$ мкс	27,42	12,46	44,03	8,44	7,65	2,2

Содержание Ca, P и Ti в образцах R2 и R4 при различных плотностях энергии приблизительно в равных долях, отношение Ca/P близко к значению, характерному для стехиометрического ГА (1,67). Для режимов R2 – R3 содержание элементов покрытия на поверхности уменьшается незначительно. В случае режимов R4 и R5 происходит увеличение отношения Ca/P. Данный факт может свидетельствовать об испарении фосфатов с поверхности покрытия.

Рентгенограммы системы «титан-ГА покрытие» до и после обработки ИЭП представлены на рисунке 1. Интенсивность рефлексов ГА уменьшается после обработки в режимах R2-R4, в случае режима R5 рефлексы

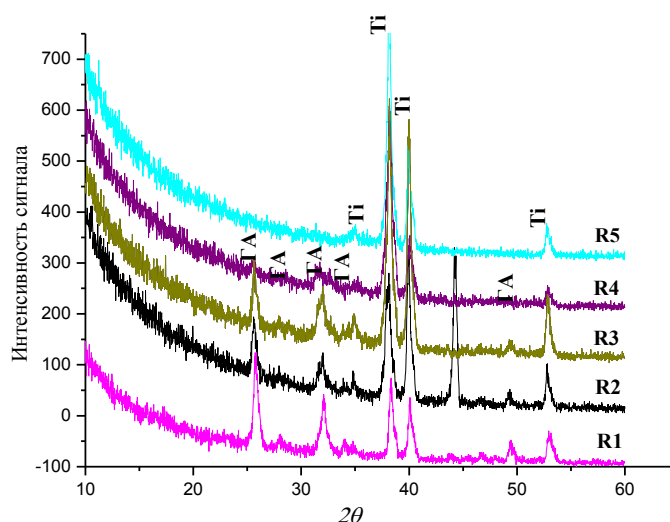


Рис. 1. Рентгенограммы системы «титан-ГА покрытие» до (R1) и после обработки ИЭП в режимах R2-R5.

«ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК»

ГА отсутствуют. В случае покрытия до обработки в диапазоне углов 2Θ 30 - 33° наблюдается гало. После обработки в режимах R2-R4 наблюдаются отдельные рефлексy, которые свидетельствуют о том, что решетка ГА становится более упорядоченной. Данные, полученные в ходе исследования механических характеристик поверхности для нагрузки 3 мН, представлены в таблице 2.

Таблица 2

Результаты исследования механических характеристик поверхности и ее профиля

Номер режима	h_c , нм	H , ГПа	E , ГПа	H/E	H^3/E^2 , ГПа
R1	70 ± 2	$13,0 \pm 0,3$	150 ± 12	0,088	$0,9 \times 10^{-1}$
R2	60 ± 6	$38,8 \pm 9,9$	220 ± 17	0,179	$12,4 \times 10^{-1}$
R3	70 ± 4	$12,4 \pm 2,2$	120 ± 9	0,103	$1,3 \times 10^{-1}$
R4	70 ± 11	$11,2 \pm 2,8$	130 ± 30	0,087	$0,8 \times 10^{-1}$
R5	130 ± 60	$5,2 \pm 4,9$	120 ± 50	0,044	$0,1 \times 10^{-1}$

Из таблицы видно, что после обработки в режиме R3 нанотвердость остается практически неизменной. Для обработки покрытия в режиме R2 наблюдается значительное увеличение нанотвердости. Согласно РФА в этом режиме происходит упорядочение структуры ГА. В режиме R2 отношение Ca/P меньше стехиометрического, что говорит о присутствии аморфной составляющей, которая концентрируется по границам кристаллитов. Данный факт приводит к увеличению значения нанотвердости. В случае режима R5 значения нанотвердости значительно ниже. Наибольшими значениями индекса пластичности H/E и параметра H^3/E^2 , оценивающего сопротивление материала пластической деформации, обладает поверхность обработанная в режиме R2.

Таким образом, варьируя параметры облучения ИЭП, можно изменять соотношения элементов и получать композит с более упорядоченной структурой ГА. При низкой плотности энергии E , с помощью термического воздействия на покрытие можно повысить значение нанотвердости до $38,8 \pm 9,9$ ГПа, при этом улучшить характеристики H/E и H^3/E^2 .

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ 15-08-08652 А и 14-08-31027 мол_а. Авторы выражают благодарность М.С. Сыртанову, А.Д. Тересову, Н.Н. Ковалю, О.С. Корневой, И.А. Шулепову.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Эппле М. Биоматериалы и биоминерализация. Томск: Изд-во Ветер.– 2007.– 165 с.
2. Сурменова М.А., Сурменев Р.А., Хлусов И.А., Пичугин В.Ф., Конищев М.Е., Эппле М. Кальцийфосфатные покрытия, созданные методом ВЧ-магнетронного распыления гидроксиапатита: остеогенный потенциал *in vitro* и *in vivo*. Известия Томского политехнического университета. –2010. – Т. 317. – № 2 – с.101-106.
3. Федосов С.А., Пешек Л. Определение механических свойств материалов микроиндентированием: Современные зарубежные методики. М.: Физический факультет МГУ. – 2004. – 100 с.