

**ПЕРСПЕКТИВЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ИМПУЛЬСНОГО ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА ДЛЯ  
МОДИФИЦИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ МЕДИЦИНСКИХ ИМПЛАНТАТОВ**

Е.А. Чудинова, М.А. Сурменова, 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

**PROSPECTS OF USING A PULSE ELECTRON BEAM FOR MODIFICATION OF THE MEDICAL  
IMPLANTS SURFACE**

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

Scientific Supervisor: Dr. R.A. Surmenev

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: e\_chudinova93@mail.ru

One of the effective ways to improve the adhesive properties of biocompatible coatings on implants is the using of electron-beam melting of the surface, accompanied by a partial or complete mixing area "coating-substrate". The surface of the titanium substrate bearing calcium phosphate coating received by RF magnetron sputter is processed by a pulsed electron beam having an energy density of 0.8 - 8 J/cm<sup>2</sup>. After treatment by a pulsed electron beam under different regimes the significant changes in the topography of the formed surface were observed. Treatment regimes with an energy density of 0.8 J/cm<sup>2</sup> and 3 lead to the thermal annealing of the coating. The use of a beam having an energy density of the substrate of 8 and 6.5 J/cm<sup>2</sup> leads to partial vaporization and mixing the coating material with a titanium matrix.

Исследования в области материалов медицинского назначения к настоящему моменту имеют большие перспективы. Поскольку материал на основе фосфатов кальция (CaP) является биологически совместимым с тканью, это представляет уникальные возможности применения CaP в качестве материала покрытия для имплантатов. Однако, актуальной остается проблема разрушения покрытия при помещении в жидкую биологическую среду, т.е. образование трещин, которые достигают границы раздела «покрытие-подложка» [1]. Одним из эффективных способов решения данной проблемы, предлагаемым рядом авторов, является применение электронно-лучевого оплавления поверхности, сопровождающегося частичным или полным перемешиванием области «покрытие-подложка».

Целью данной работы является исследование морфологии и элементного состава CaP слоя, нанесенного на подложку титана, после обработки импульсным электронным пучком (ИЭП).

Осаждение покрытий на основе кремнийсодержащего CaP производилось с помощью установки COMDEL (13,56 МГц). Расстояние между подложками и магнетронным источником – 40 мм, ВЧ-мощность – 500 Вт, давление рабочего газа – 0,1 Па, рабочий газ – Ag, время напыления – 8 часов. Получение и исследование порошка и мишеней для распыления представлено в работе [2].

В качестве материала подложки использовался чистый титан марки ВТ1-0. Облучение поверхности образцов проводилось на вакуумной импульсной электронно-пучковой (ИЭП) установке «СОЛЮ» (Институт сильноточной электроники СО РАН, г. Томск, в коллективе под руководством Ковалева Н.Н.). Режимы облучения образцов приведены в таблице 1.

Таблица 1. Режимы облучения образцов импульсным электронным пучком до (R5) и после обработки (R1-R4).

Режимы	Плотность энергии $E_s$ , Дж/см <sup>2</sup>	Длительность импульса $\tau$ , мкс	Частота следования $f$ , Гц	Число импульсов $N$
R1	3	50	0,3	3
R2	0,8	50	5	50
R3	6,5	50	0,3	3
R4	8	50	0,3	3
R5	–			

Морфология поверхности CaP покрытий была исследована методом растровой электронной микроскопии (РЭМ, ESEM Quanta 400 FEG) со встроенным энергодисперсионным рентгеновским спектрометром (EDS analysis system Genesis 4000, S-UTW-Si(Li)detector). Для измерения элементного состава был использован оптический эмиссионный спектрометр тлеющего разряда (RF GD-OES) – GD Profiler 2. На рис. 1 представлена морфология поверхности системы «покрытие-подложка» до и после обработки ИЭП.

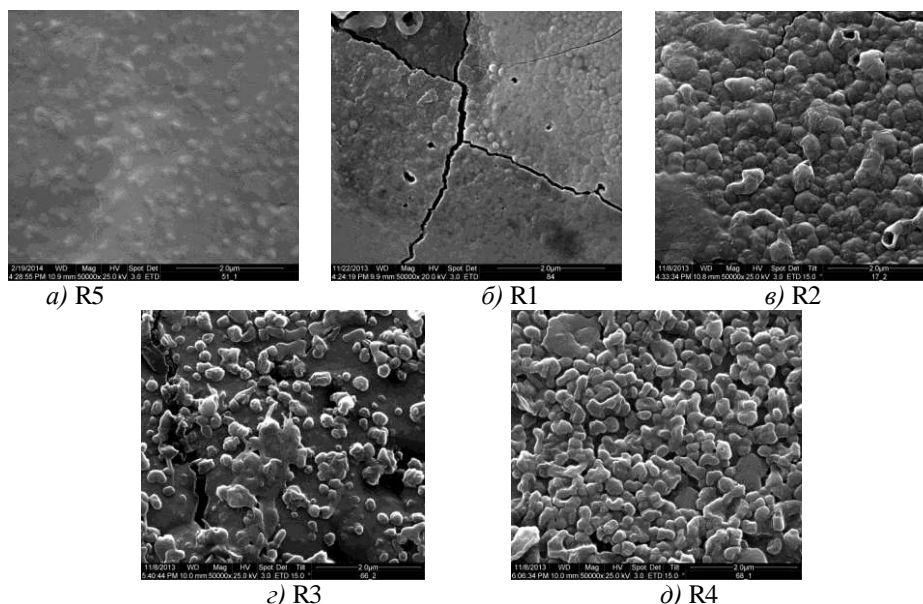


Рис.1. Морфология поверхности композита «покрытие-подложка» до (а) и после обработки ИЭП (б - е).

Обработка пленок и титана вносит существенные изменения в рельеф формируемой поверхности. До обработки поверхность покрытия представляет собой чередование равномерно распределенных выступов, переходящих во впадины. В процессе обработки в режимах R1 и R2 произошёл кратковременный термический отжиг поверхности, который обуславливает формирование однородной

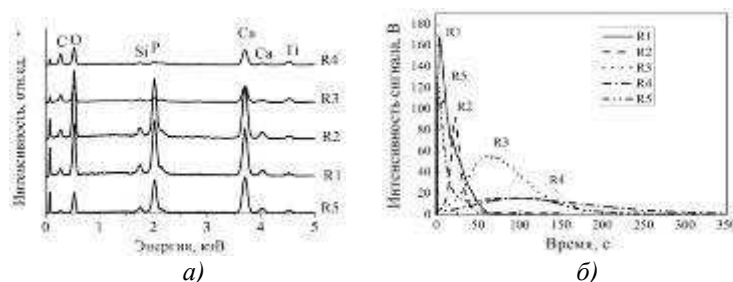


Рис. 2. EDS-спектр (а) и распределение кальция по глубине (б) для поверхностного слоя композита «покрытие-подложка» до (R5) и после обработки импульсным электронным пучком (R1-R4)

поверхностной морфологии, однако присутствуют трещины. Сохраняется чешуйчатое строение поверхности, но форма и размер зерен претерпевают изменение. В случае, когда плотность энергии составляет 6,5 и 8 Дж/см<sup>2</sup>, поверхность композита состоит из множества мелких, сплавленных,

бесформенных и неравномерно распределенных частиц (рис. 1, г–д) с областями, обладающими низкой рельефностью.

Таблица 2. Значения отношений  $Ca/P$  и  $Ca/(P+Si)$

Режим	Ca/P	Ca/(P+Si)
R5	1.94	1,66
R1	1.80	1.56
R2	1.87	1.66
R3	8.27	5.82
R4	11.96	8.29

В случае режимов R3 и R4 доминирующими элементами являются элементы подложки. При этом

отношение  $Ca/P$  для данных режимов увеличилось (таблица 2), что говорит об преимущественном испарении с поверхности

при обработке фосфорсодержащих элементов. Однако при данных энергиях пучка могло произойти перемешивание покрытия с материалом подложки при образовании новых фаз.

Предположение о перемешивании подтверждается при анализе содержания кальция в поверхности композита по глубине, представленном на рисунке 2 б. Ось абсцисс показывает время распыления покрытия в момент исследования, что отражает изменения состава образца в зависимости от глубины. Таким образом, режимы обработки ИЭП с плотностью энергий 0,8 и 3 Дж/см<sup>2</sup> приводят к термическому отжигу покрытия. Использование пучка с плотностью энергий 6,5 и 8 Дж/см<sup>2</sup> приводит к частичному испарению и перемешиванию материала покрытия с титановой матрицей.

*Авторы благодарят Тересова А.Д. и к.ф.-м.н. Пушилину Н.С. за подготовку и помощь в исследовании образцов. Исследование выполнено при финансовой поддержке стипендии Президента СП-6664.2013.4 и РФФИ в рамках научного проекта № 14-08-31027.*

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Сайз Е., Голдман М., Гомез-Вега И. М., Томсиа А. П., Маршал Г. В., Маршал С. И. Поведение покрытия из силикатного стекла на Ti6Al14 in vitro. //Биоматериалы. – 2002. – Т. 23. – № 17. – С. 3749–3756.
2. Сурменева М. А., Чайкина М. В, Зайковский В.И, Пичугин В. Ф., Примаков О., Бук В., Эппле М., Сурменев Р. А. Исследование методом высокого разрешения структуры покрытия из силикатсодержащего гидроксиапатита, полученного ВЧ-магнетронным распылением.//Технологии поверхности и покрытий. – 2013. – № 218. – С. 39–46.