

## ИССЛЕДОВАНИЕ МОРФОЛОГИИ И ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА КАЛЬЦИЙ-ФОСФАТНОГО СЛОЯ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ИМПУЛЬСНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ

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

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

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

E-mail: [e\\_chudinova93@mail.ru](mailto:e_chudinova93@mail.ru)

В настоящее время в области биомедицины широкое применение получили покрытия для имплантатов на основе фосфатов кальция, характеризующиеся активностью по отношению к соединению с костной тканью и формированию новой.

Однако актуальной остается проблема разрушения покрытия при помещении в жидкую биологическую среду, т.е. образование трещин, которые достигают границы раздела «покрытие-подложка» [1]. Один из эффективных способов решения данной проблемы – применение электронно-лучевого оплавления поверхности, сопровождающегося частичным или полным перемешиванием области «покрытие-подложка», который даст возможность получить высокую адгезионную прочность.

В связи с этим целью данной работы является исследование морфологии и элементного состава кальций – фосфатного слоя после обработки импульсным электронным пучком.

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

В качестве материала подложки использовался наиболее часто применяемый в медицине технически чистый титан марки BT1-0. Облучение поверхности образцов проводилось на вакуумной импульсной электронно-пучковой (ИЭП) установке «СОЛО» (Институт сильноточной электроники СО РАН, г. Томск, в коллективе под руководством Ковалева Н.Н.). Режимы облучения образцов приведены в таблице 1.

Морфология поверхности и элементный состав Si-ГА покрытий были исследованы методом растровой электронной микроскопии (РЭМ, ESEM Quanta 400 FEG) со встроенным энергодисперсионным рентгеновским спектрометром (EDS analysis system Genesis 4000, S-UTW-Si(Li)detector).

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

Для измерения элементного состава был также использован оптический эмиссионный спектрометр тлеющего разряда (RF GD-OES) - GD

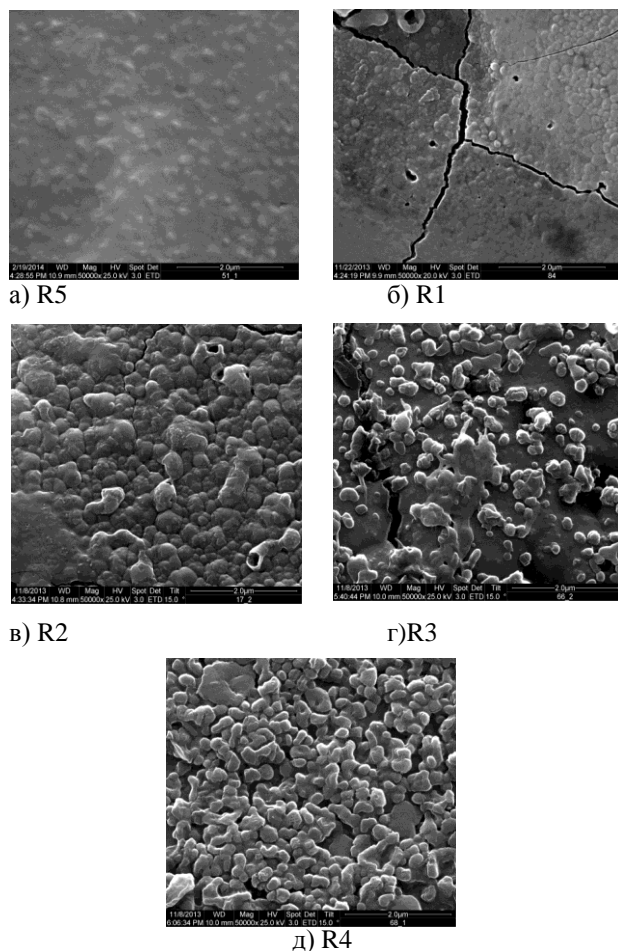
Режимы	$E_s$ , Дж/см <sup>2</sup>	$\tau$ , мкс	f, Гц	N
R1	3	50	0,3	3
R2	0,8	50	5	50
R3	6,5	50	0,3	3
R4	8	50	0,3	3
R5	–			

Profiler 2.

На рис. 1 представлена морфология поверхности системы «покрытие-подложка» до и после обработки ИЭП. Обработка таким способом кальций-фосфатных пленок и титана вносит существенные изменения в рельеф формируемой поверхности. До обработки поверхность покрытия представляет собой чередование равномерно распределенных выступов, переходящих во впадины. Режимы R1 и R2 давали возможность кратковременного термического отжига поверхности, который обуславливает формирование однородной 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.

Элементный анализ поверхностей показал, что интенсивности элементов покрытия и их соотношение на поверхности практически не изменяется в случае плотностей энергии 0,8 и 3 Дж/см<sup>2</sup> (Рис.2).

В случае режимов R3 и R4 доминирующими элементами являются элементы подложки. При этом отношении Ca/P для данных режимов значительно 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



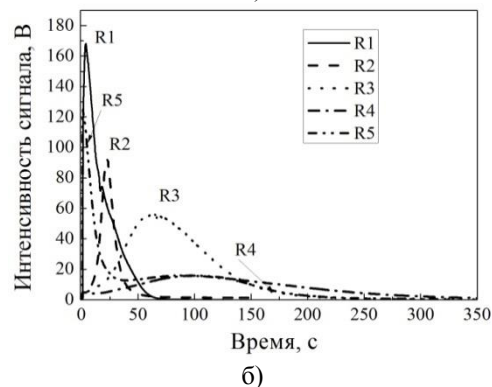
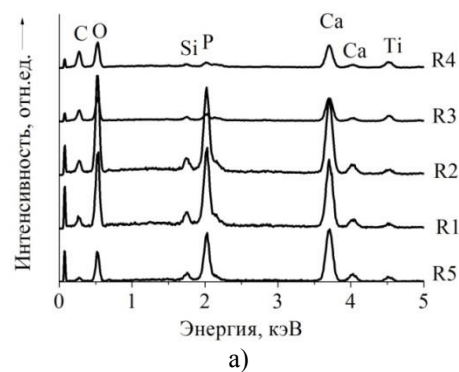
**Рис.1.** Морфология поверхностного слоя композита «покрытие-подложка» до (а) и после обработки импульсным электронным пучком (б - д)

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

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

при образовании новых фаз. Предположение о перемешивании подтверждается при анализе содержания кальция в поверхности композита по глубине, представленном на рис. 2, б. Ось абсцисс показывает время распыления покрытия во время исследования, что отражает изменения состава образца в зависимости от глубины.

Таким образом, режимы обработки импульсным электронным пучком с плотностью энергий 0,8 и 3 Дж/см<sup>2</sup> приводит к термическому отжигу покрытия, сформированного на титановую подложку.



**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)

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. Необходимо использование рентгенофазового анализа для выявления образовавшихся фаз в поверхностном слое.

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. E. Saiz, M. Goldman, J.M. Gomez-Vega, A.P. Tomsia, G.W. Marshall and S.J. Marshall, *Biomaterials* 23, 3749 (2002).
2. M.A. Surmeneva, M.V. Chaikina, V.I. Zaikovskiy, V.F. Pichugin, O. Prymak, V. Buck, M. Eppe, R.A. Surmenev, «The structure of an RF-magnetron sputter-deposited silicate-containing hydroxyapatite-based coating investigated by high-resolution techniques», *Surface and Coatings Technology* 218 (2013), P. 39-46