

**Выводы**

Было показано, что ударно – волновая обработка порошковых смесей Al+10% мас.С и Al+10 мас.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в медных капсулах, позволяет получать материалы с плотностью, близкой к теоретической, а так же улучшенными механическими характеристиками, такие как твёрдость, предел текучести. Так же установлено что часть материала, переходит в наноструктурное состояние с размером структурных элементов 10 нм и формируются сжимающие напряжения с величиной 350 МПа.

**Список литературы:**

1. S. N. Kulkov, S. A. Vorozhtsov, V. F. Komarov, V. V. Promakhov. Structure, phase composition and mechanical properties of aluminum alloys produced by shock-wave compaction. Russian Physics Journal, Vol. 56, No. 1, 2013. pp. 85-89.
2. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. Изд-во: металлургия, Москва, 1982.
3. A.A. Gromov, S.A. Vorozhtsov, V.F. Komarov, G.V. Sakovich, Yu. I. Pautova, M. Offermann. Ageing of nanodiamond powder: Physical characterization of the material. Materials Letters, 2013, Vol. 91, pp. 198-201.
4. Faulkner E.A. Calculation of stored energy from broadening of X-ray diffraction lines. Phil. Mag. 5, 1960, pp.519-521.

**ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ НА ШЕРОХОВАТОСТЬ И СМАЧИВАЕМОСТЬ КАЛЬЦИЙФОСФАТНЫХ ПОКРЫТИЙ**

<sup>1,2</sup>Ю. П. Шаркеев, профессор, д.ф.-м.н.

<sup>2</sup>В.В Чебодаева, студент гр. ОДМЗ1, Е.Г. Комарова<sup>1</sup>, аспирант

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, 634021, г. Томск, пр. Академический 2/4,

<sup>2</sup>Томский политехнический университет, 634050, г. Томск, пр. Ленина 30, тел.(3822)-444-555

E-mail: [vtina5@mail.ru](mailto:vtina5@mail.ru)

Актуальным и эффективным при лечении заболеваний и дефектов опорно-двигательной системы в настоящее время оказалось использование биоконпозитов на основе кальцийфосфатных покрытий и технически чистого титана ВТ1–0, т.к. титан в полной мере соответствует требованиям биологической совместимости, а нанесение кальцийфосфатных покрытий придает имплантату биоактивные свойства. Известно, что при нанесении кальцийфосфатных покрытий методом микродугового оксидирования к основным свойствам, определяющим их поведение в живом организме, можно отнести: морфологию (пористость), топографию (шероховатость), фазовый состав, смачиваемость (гидрофильность/гидрофобность) и т.д. В свою очередь эти свойства зависят от физико-химических параметров нанесения, таких как напряжение, длительность импульсов, время нанесения, состав электролита и т. д. Поэтому при разработке микродуговых кальцийфосфатных покрытий, чтобы обеспечить их высокие биологические и эксплуатационные свойства необходимо контролировать перечисленные физико-химические параметры. Целью данной

работы было исследование влияния напряжения микродугового оксидирования на шероховатость и смачиваемость кальцийфосфатных покрытий.

#### Объекты и методы исследования

Покрытия наносились на материалы, используемые в медицинской практике, а именно технически чистый титан ВТ1-0. Образцы нарезались в виде пластин размером  $10 \times 10 \times 1$  мм<sup>3</sup>. Микродуговое оксидирование проводилось на установке MicroArc-3.0 в электролите на основе водного раствора ортофосфорной кислоты и карбоната кальция с добавлением биологического гидроксиапатита [1]. Параметры нанесения CaP покрытий: длительность импульса – 100 мкс, частота следования импульсов – 50 Гц, время нанесения – 5-10 мин, напряжение варьировались в следующих пределах –  $150 \div 400$  В [2-3]. Морфологию поверхности CaP покрытий исследовали методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на электронном микроскопе SEM 515 (Phillips). Шероховатость измеряли на профилометре Hommel-etamic T1000 по параметру Ra. Для оценки смачиваемости CaP покрытий проводили исследование с помощью ПО DSA1 на установке Easy Drop (KRUSS). Вначале измеряли краевые углы с водой и глицерином методом лежащей капли согласно уравнению Юнга:

$$\sigma_{ТГ} = \sigma_{ТЖ} + \sigma_{ЖГ} \cos\theta \quad (1)$$

где  $\theta$  – краевой угол,  $\sigma_{ТГ}$ ,  $\sigma_{ТЖ}$ ,  $\sigma_{ЖГ}$  – коэффициенты поверхностного натяжения на границах твердое тело-газ, твердое тело-жидкость, жидкость-газ, соответственно.

Затем рассчитывали поверхностную энергию согласно уравнению Оуэнса-Вендта:

$$\frac{\sigma_{Ж}(\cos\theta + 1)}{2\sqrt{\sigma_{Ж}^D}} = \frac{\sqrt{\sigma_{Т}^D} \sqrt{\sigma_{Ж}^D}}{\sqrt{\sigma_{Ж}^D}} + \sqrt{\sigma_{Т}^D}, \quad (2)$$

где  $\theta$  – краевой угол,  $\sigma_{Ж}^D$ ,  $\sigma_{Т}^D$ ,  $\sigma_{Ж}^D$ ,  $\sigma_{Т}^D$  – дисперсионная и полярная составляющие для жидкости и твердого тела,  $\sigma_{Ж}$  – полная поверхностная энергия (ПЭ) для тестовой жидкости.

#### Результаты и обсуждение

Исследование морфологии показало, что структура CaP представляет собой сфероидальные образования со сквозными порами. Было выявлено, что покрытие начинает формироваться при начальном напряжении микродугового оксидирования 150 В в течение 5 мин, после этого ток падает до нуля. При таком напряжении формируется пористая структура – это соответствует начальной стадии формирования сферолитов (рис. 1а). Шероховатость поверхности покрытия при 150 В Ra = 1-1,5 мкм (рис. 2а, табл. 1). Повышение напряжения от 200 до 300 В приводит к увеличению плотности тока, а следовательно и времени нанесения до 10 мин. Структура таких покрытий представлена сформировавшимися сферолитами со сквозными порами, которые увеличиваются в размерах («набухают») с ростом напряжения от 15 до 40 мкм, а размер пор увеличивается от 5 до 15 мкм (рис. 1б,в). Шероховатость CaP покрытий с ростом напряжения от 200 до 300 В увеличивается от 2,5 до 5,5 мкм (рис. 2а, табл. 1). Дальнейшее повышение напряжения от 350 до 400 В сопровождается переходом микродугового разряда в дуговой, что приводит к разрушению «набухших» сферолитов и появлению осколочных элементов (рис. 1г). При этом шероховатость CaP покрытий увеличивается от 6 до 8 мкм (рис. 2а, табл. 1). Из рис. 2а видно, что с ростом напряжения процесса микродугового оксидирования 150÷400 В параметр шероховатости Ra увеличивается линейно.

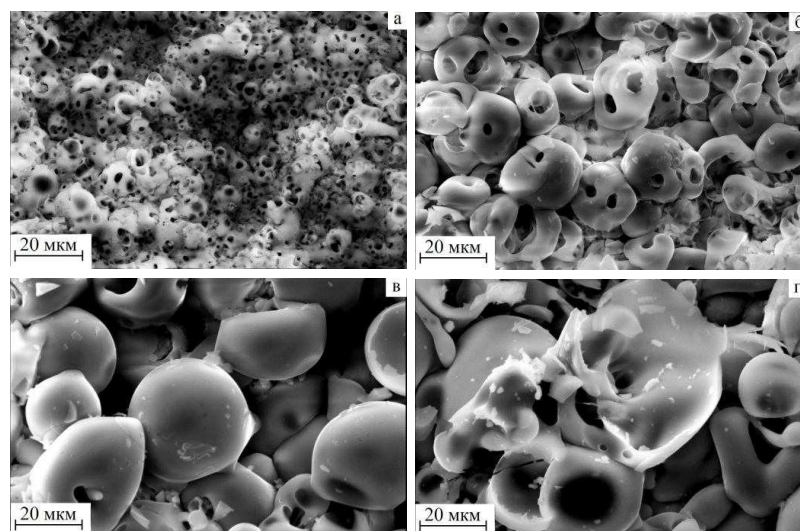


Рис. 1. РЭМ- изображения СаР покрытий при различных напряжениях микродугового оксидирования, В: а) 150 б) 200, в) 300, г) 400

Таблица 1. Шероховатость, краевой угол и поверхностная энергия СаР покрытий при различных напряжениях микродугового оксидирования

U, В	Ra, мкм	Краевой угол $\theta$ , град		Поверхностная энергия, мН/м		
		Вода	Глицерин	Полная	Дисперс. составл.	Полярная составл.
150	1,16±0,20	30,80±1,08	68,40±4,50	119,50±3,23	3,82±0,69	115,68±2,54
200	2,99±0,16	23,90±0,42	46,10±1,43	80,99±0,82	1,70±0,15	79,29±0,67
250	4,25±0,17	17,70±1,45	36,40±2,93	73,81±3,04	7,86±1,03	66,95±2,01
300	5,28±0,10	12,50±1,63	25,70±2,29	74,28±1,75	9,73±0,60	64,55±1,15
350	5,91±0,18	7,40±1,65	15,30±1,21	73,44±1,24	13,81±0,44	59,63±0,81
400	7,38±0,26	-	-	-	-	-

Исследование смачиваемости СаР покрытий показало, что повышение напряжения от 150 до 350 В приводит к уменьшению краевого угла  $\theta$  от 35 до 5° с водой и от 70 до 15° с глицерином, что указывает на их гидрофильные свойства  $\theta < 90^\circ$ . Однако при напряжении 400 В не удастся померить краевой угол, в связи с мгновенным впитыванием капли в поверхность СаР покрытия. При этом с ростом напряжения поверхностная энергия убывает по гиперболе от 120 до 70 мН/м (рис.2б, табл.1). Это связано с увеличением шероховатости поверхности, которая прямо пропорционально растет от 1 до 8 мкм с повышением напряжения от 150 до 400 В (рис.2а). Из рис. 2б-в видно, что поверхностная энергия СаР покрытия убывает по гиперболе с повышением напряжения, и как следствие, с увеличением шероховатости поверхности.

#### Выводы

1. Получено, что с повышением напряжения МДО 150 ÷ 400 В шероховатость СаР покрытия увеличивается прямо пропорционально от 1 до 8 мкм.

2. Выявлено, что с увеличением напряжения 150 ÷ 350 В краевые углы с водой и глицерином уменьшаются от 35 до 5° и от 70 до 15°, соответственно. При этом поверхностная энергия убывает по гиперболе от 120 до 70 мН/м.

3. Установлено, что поверхностная энергия СаР покрытия уменьшается с увеличением параметра шероховатости Ra по гиперболе, также, как и от напряжения.

4. Кальцийфосфатные покрытия, полученные методом микродугового оксидирования, показали высокую гидрофильность, следовательно, являются биосовместимыми и способствуют остеоинтеграции костной ткани.

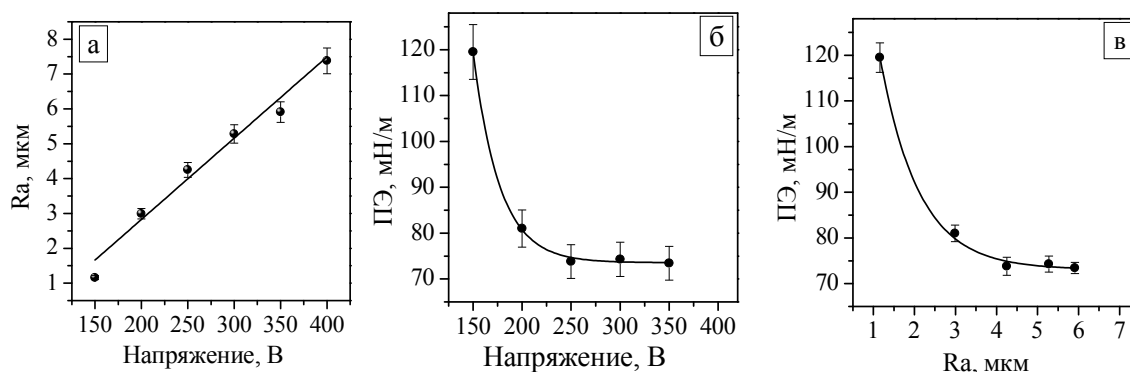


Рис. 2. Графики зависимостей шероховатости Ra (а) и поверхностной энергии (б) от напряжения и поверхностной энергии от шероховатости (в)

### Список литературы:

1. Патент 2385740 РФ. Биоактивное покрытие на имплантате из титана и способ его получения / Е.В. Легостаева, Ю.П. Шаркеев, Т.В. Толкачева, А.И. Толмачев, П.В. Уваркин. Заявлено 17.09.2008. Опубл. 10.04.2010 г. Бюл. № 10. – 12 с.
2. Легостаева Е. В., Комарова Е. Г., Шаркеев Ю. П., Уваркин П. В. Исследование влияния напряжения микродугового оксидирования на физико-химические свойства кальцийфосфатных покрытий на титане // Перспективные материалы. – 2011. – №13. – С. 456-464.
3. Легостаева Е.В., Шаркеев Ю.П. Гнеденков С.В., Комарова Е.Г., Егоркин В.С., Синябрюхов С.Л., Лямина Г.В., Хлусов И.А. Микродуговые кальцийфосфатные покрытия на поверхности наноструктурированного титана: морфология, физико-механические и электрохимические свойства // Материаловедение. – 2013. – №4. – С.48-56.

## ИЗУЧЕНИЕ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ ВОЛЬФРАМАТА ЦИРКОНИЯ, ПОЛУЧЕННОГО В УСЛОВИЯХ ГИДРОТЕРМАЛЬНОГО СИНТЕЗА

*В.С. Шадрин, магистрант гр. 10309*

*Томский государственный университет, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 36,*

*Е.С. Дедова, аспирант, С.Н. Кульков, д.ф.-м.н., проф.,*

*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, 634021, г. Томск, пр.*

*Академический, 2/4, тел. (3822) 286-829*

*E-mail: vshadrin91@gmail.com*

### Введение

Вольфрамат циркония,  $ZrW_2O_8$ , обладает аномальным тепловым свойством – отрицательным коэффициентом теплового расширения от  $-273$  до  $770$  °С, который равен  $\alpha = -9,6 \cdot 10^{-6} \text{ C}^{-1}$ . Традиционно вольфрамат циркония получают твердофазной реакцией между оксидами циркония и вольфрама при температурах выше  $1110$  °С. Несмотря на кажущуюся простоту, данный метод имеет ряд существенных недостатков, среди которых испарение оксида вольфрама при высоких