

ИССЛЕДОВАНИЕ БИОСОВМЕСТИМЫХ И КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ, НАНЕСЕННЫХ НА ТИТАНОВЫЙ СПЛАВ ВТ6 МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОИСКРОВОГО ЛЕГИРОВАНИЯ

Павленко А.М., студент гр. 4БМ31

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

E-mail: lewako.punfaf@gmail.com

В настоящее время в качестве материалов медицинских имплантатов широко применяются титановые сплавы, и, в частности, сплав ВТ6 (Ti-6Al-4V) в силу своих высоких механических [1] и биосовместимых характеристик [2]. Распространение этого сплава объясняется его удачным легированием: алюминий повышает прочностные и жаропрочные свойства, а ванадий повышает не только прочностные свойства, но и пластичность. В то же время легирующие элементы сплава (Al и V) являются крайне вредными для человеческого организма, что приводит к ограничению использования этого материала [3].

В данной работе для снижения воздействия на организм человека этих химических элементов (Al и V) было нанесено методом электроискрового легирования биосовместимое покрытие.

Биосовместимое покрытие – химически или биологически инертный материал, безопасный для тканей человеческого организма и не вызывающий некроза, отторжения и воспалительных реакций [4].

Согласно статистическим данным ВОЗ в мире ежегодно в результате только несчастных случаев на производстве погибает около 200 тыс. человек и 120 млн. человек получает травмы. Помимо травм, существует большое число заболеваний, при которых необходима замена пораженных тканей различными эндопротезами. Кроме этого огромное число людей в мире страдают заболеваниями зубов, также требующими протезирования. Для этих целей разработано и разрабатывается в настоящее время большое количество материалов для медицинских имплантатов [5].

Всем требованиям удовлетворяют сплавы на основе титана, используемые в производстве современных дентальных и ортопедических имплантатов [6]. В данной работе в качестве материала-подложки был использован титановый сплав ВТ6, чей приблизительный химический состав указан в таблице 1.

Таблица 1. Химический состав в % материала ВТ6 по ГОСТ 19807 – 91 [7].

| Ti | Al | V | Остальное |
|--------------|-----------|-----------|--------------|
| 86.45 - 90.9 | 5.3 - 6.8 | 3.5 - 5.3 | Не более 0,6 |

В качестве материалов электродов для нанесения покрытий был выбран цирконий, полученный йодидным способом [8].

Цирконий обладает высокой стойкостью к воздействию биологических сред, даже более высокой, чем титан, и отличной биосовместимостью, благодаря чему применяется для создания костных, суставных и зубных протезов, а также хирургического инструмента.

В мировой практике производители имплантантов применяют для изготовления пластин и винтов нержавеющей сталь и титановые сплавы [9].

Материалы, из которых изготавливают современные имплантаты для чрезкостного остеосинтеза и имплантаты в стоматологии, обладают высокой прочностью и высокой способностью проращивания тканей организма человека (если это необходимо в конкретном случае) [3].

Отработка режимов и нанесение покрытий производились на установке SE 5.01 [10], разработанной и изготовленной ИФПМ СО РАН.

Анализ нанесенных покрытий проводился на рентгеновском дифрактометре XRD-6000 фирмы Shimadzu, который является компактным рентгеновским дифрактометром общего назначения с вертикальным гониометром.

Исследование структуры и химического состава покрытий производилось на растровом ионно-электронном микроскопе Quanta 200-3D с приставкой EDAX.

Растровая электронная микроскопия проводилась в вакууме с ускоряющим напряжением 20 кВ на площади $60 \times 60 \mu\text{м}$ со сплошной и несплошной областей покрытия в системе EDAX.

В результате было нанесено покрытие, толщиной порядка $45 \mu\text{м}$, шероховатость поверхности $R_a = 7,8 \mu\text{м}$.

Исследование фазового состава циркониевого покрытия:

Полученные результаты показали на поверхности образца из сплава ВТ6 с нанесенным Zr три фазы: ZrO_2 -cub, Ti-hexag, TiC (рис. 1, табл. 2). Выявляемая в покрытии модификация диоксида циркония имеет ГЦК решетку. Такое соединение образуется при температурах выше 2000°C . Таким образом, при нанесении Zr методом ЭИЛ образуются высокотемпературные оксиды, не взаимодействующими с тканями организма.

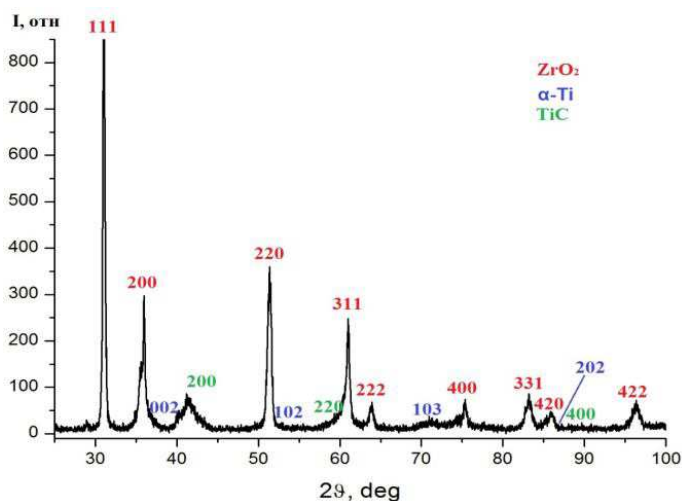


Рис. 1. Дифрактограмма циркониевого покрытия.

Таблица 2. Значения параметров кристаллических решеток в элементах фазового состава покрытия.

| Фаза | Параметр решетки, Å | Табличные данные | Данные PCA Simadzu XRD-6000 |
|----------------|---------------------|------------------|-----------------------------|
| ZrO_2 | a | 5,090 | 5,070 |
| TiC | a | 4,320 | 4,311 |
| α -Ti | a | 2,950 | 2,960 |
| | c | 4,682 | 4,570 |

Величина микроискажений решетки (микродисторсия), определенная по уширению Брэгговских максимумов, равна $\epsilon = 3,62 \times 10^{-3}$. Такое значение ϵ свидетельствует о высоких внутренних напряжениях в покрытии, имеющих, по-видимому, термическое происхождение, возникающих при быстром охлаждении сильно нагретого (обычно, выше $0,8T_{пл}$) материала.

Исследование структуры и химического состава циркониевого покрытия:

На рисунках 2 и 3 приведены растровые изображения циркониевого покрытия при разном увеличении.

Как видно из рисунка 2, при нанесении Zr покрытие имеет чешуйчатый вид. Размер чешуек варьируется от 200 до 500 мкм. Исследование отдельных чешуек при большом увеличении показало, что в них наблюдаются микротрещины и области несплошности.

Как следует из сравнения таблиц 3 и 4, при нанесении Zr химический состав сильно различается в зависимости от характера участка покрытия. Видно, что в отличие от участка сплошного покрытия, в несплошной области массовая доля Ti увеличивается с ~13% до ~30%. Также изменяются массовые доли легирующих элементов сплава ВТ6 (Al и V). Такое изменение химического состава в различных областях свидетельствует о различии в этих участках толщины нанесенного покрытия.

Таблица 3. Весовой и атомарный состав покрытия в сплошной области.

| Элемент | Массовая доля, % | Атомная доля, % |
|---------|------------------|-----------------|
| C | 14,32 | 46,22 |
| O | 5,19 | 12,58 |
| Al | 1,65 | 2,37 |
| Zr | 64,86 | 27,56 |
| Ti | 13,10 | 10,60 |
| V | 0,88 | 0,67 |

Таблица 4. Весовой и атомарный состав покрытия в несплошной области.

| Элемент | Массовая доля, % | Атомная доля, % |
|---------|------------------|-----------------|
| C | 14,67 | 38,98 |
| O | 10,24 | 20,43 |
| Al | 5,16 | 6,10 |
| Zr | 38,00 | 13,29 |
| Ti | 30,08 | 20,04 |
| V | 1,86 | 1,16 |

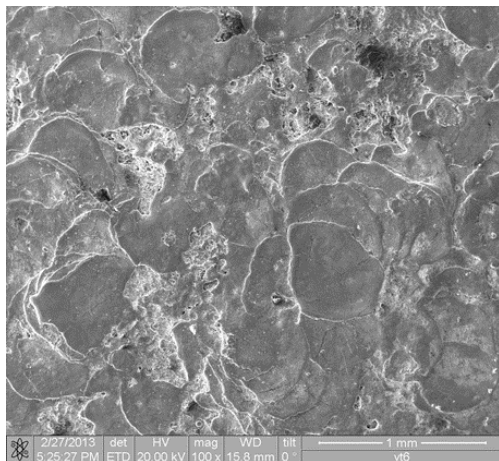


Рис. 2. Покрытие из Zr $\times 100$.

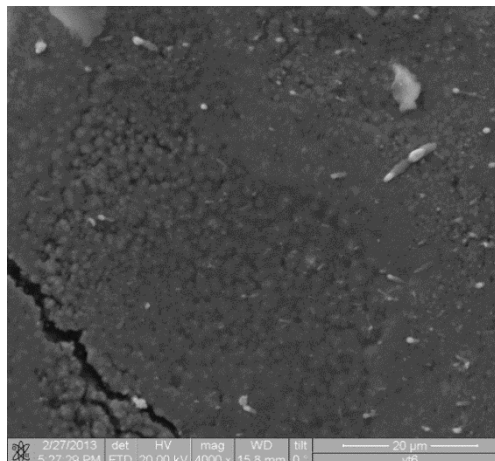


Рис. 3. Покрытие из Zr $\times 4000$.

Изучение структуры покрытия с использованием растровой электронной микроскопии показало, что при выбранных режимах нанесения формируется квазиоднородное покрытие. При этом оно имеет чешуйчатый характер. При больших увеличениях наблюдаются микротрещины в покрытии, обусловленные термическими напряжениями, выявленными методом РСА.

С использованием метода РСА также было обнаружено образование высокотемпературных биосовместимых оксидов с кубической решеткой материала электрода, обусловленное высокой температурой процесса ЭИЛ.

Методом микрорентгеноспектрального анализа был изучен химический состав нанесенного покрытия в различных участках. Обнаружено, что в спектре элементного состава наблюдается наличие кислорода, что хорошо согласуется с обнаруживаемыми методом РСА оксидами. Показано, что в поверхностных слоях наблюдаются Al и V, что связано с захватом при анализе по глубине диффузионной зоны. Вместе с тем, массовая доля этих элементов снижается в несколько раз.

Список литературы:

1. Марочник стали и сплавов. Характеристика материала ВТ6 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.splav.kharkov.com/mat_start.php?name_id=1298 - 23.10.2012.
2. Ильин А.А., Колачаев Б.А., Полькин И.С. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства. Справочник. – М.: ВИЛС-МАТИ, 2009. – 520 с.
3. Кочетков Ю.С., Кашин О.А., Винокуров В.А., Фараджаев Р.Т., Лунев С.А. Применение имплантатов с наноструктурными биосовместимыми покрытиями для улучшения фиксации костных фрагментов при чрескостном остеосинтезе по Илизарову // Нанотехнологии и наноматериалы для биологии и медицины. Сборник трудов научно-практической конференции с международным участием. Часть 2. – Новосибирск, 2007. – С. 100-103.
4. Словарь нанотехнологических и связанных с нанотехнологиями терминов. Покрытия биосовместимые [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://thesaurus.rusnano.com/wiki/article595> - 15.12.2013.
5. Всемирная организация здравоохранения [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.who.int/ru/> - 14.04.2012.

6. Сидельников А.И. «Сравнительная характеристика материалов группы титана, используемых в производстве современных дентальных имплантатов». М., ж. Инфо-Дент, №5, 2000, стр. 10-12.
7. ГОСТ 19807-91. Титан и сплавы титановые деформируемые. Марки. Дата введения 01.07.1992.
8. Цирконий йодидный. ТУ 95.46-97.
9. Федеральный портал PROTOWN.RU. Применение циркония и его соединений. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://protown.ru/information/hidden/5624.html> - 1.03.2014.
10. Патент РФ №2271913, опубликовано БИ № 8, 20.03.2006 г.

СТАБИЛИЗАЦИЯ РАБОТЫ ДВОЙНОЙ ФОРМИРУЮЩЕЙ ЛИНИИ В ИОННОМ УСКОРИТЕЛЕ ТЕМП-4М

Пак В.Г., Хайлов И.П.

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

E-mail: nitro-guy@mail.ru

Исследования проведены на ускорителе ТЕМП-4М при его работе в одноимпульсном режиме (150 нс, 250 -300 кВ) и двухимпульсном режиме - первый отрицательный (300 - 600 нс, 100 - 150 кВ) и второй положительный (120 нс, 250 - 300 кВ). Выполнен анализ работы двойной формирующей линии на резистивную нагрузку и ионный диод с магнитной самоизоляцией. Характерной особенностью ее работы в двухимпульсном режиме является высокая стабильность напряжения пробоя предразрядника. В тоже время, при работе в одноимпульсном и двухимпульсном режимах, на резистивную нагрузку и диод, стандартная девиация напряжения пробоя основного разрядника в 3-4 раза выше. Использование управляемого режима позволило снизить напряжение зарядки формирующей линии до величины, составляющей 0.9-0.95 от напряжения самопробоя основного разрядника, а энергию в первичном емкостном накопителе с 4 до 2.5 кДж при той же запасаемой в ней энергии.

Введение

Большинство генераторов импульсных электронных и ионных пучков гигаваттной мощности используют двойную формирующую линию (ДФЛ). Такой генератор формирует импульс напряжения с крутизной переднего фронта $(1-2) \cdot 10^{13}$ В/с [1]. Это обеспечивает быстрое образование взрывоэмиссионной плазмы на всей рабочей поверхности катода. В таких условиях характеристики диода определяются только процессами в анод-катодном зазоре и не зависят от эмиссионной способности потенциального электрода. Это обеспечивает более высокую стабильность выходных параметров генератора и большой ресурс работы [2].

Основным элементом, определяющим стабильность амплитуды импульса, формируемого ДФЛ, являются газовые разрядники. При коммутируемой энергии менее 10 Дж газовый разрядник в неуправляемом режиме обеспечивает разброс напряжения пробоя в серии импульсов менее 3% [3]. С ростом тока коммутации нестабильность его работы резко увеличивается.