

**СОЗДАНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ ФУНКЦИОНАЛИЗИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТИ
СКЭФФОЛДОВ СПЛАВА ВТ6**

Е.А. Чудинова, К. Лоза

Научный руководитель: с. н. с., к.ф.-м.н. М.А. Сурменева
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: e_chudinova93@mail.ru

FORMATION AND STUDY OF THE FUNCTIONALIZED T64 ALLOY SCAFFOLDS SURFACE

E.A. Chudinova, K. Loza

Scientific Supervisor: Associate Professor, Dr. M.A. Surmeneva
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: e_chudinova93@mail.ru

Abstract. *This paper presents the results of functionalization of the titanium alloy Ti6Al4V scaffolds with different structures by radio-frequency (RF) magnetron deposition for medical applications. It was revealed that this method allows to obtain a homogeneous crystalline coating, both on flat samples and in the case of scaffolds of complex geometry with different lattice structures.*

Введение. На сегодняшний день благодаря развитию аддитивных технологий в медицине, стало возможным изготавливать имплантаты на основе титановых сплавов (скэффолды), позволяющих успешно повторять сложную микроструктуру пористых костей, что приводит к улучшению процесса интеграции имплантата и обеспечивает его долгосрочную стабильность в организме. В ряде случаев, когда материал имплантата является биоинертным, стоит вопрос о нанесении биосовместимых покрытий, в частности, гидроксиапатита (ГА) для улучшения интеграции имплантата с тканями организма. Явным преимуществом ГА по сравнению с другими биоматериалами, является его высокое сходство с костным минералом, что делает ГА биологически совместимым. В связи с этим, целью данной работы являлось исследование морфологии, элементного и фазового состава покрытия на основе ГА, осажденного методом ВЧ-магнетронного распыления на поверхность металлических скэффолдов, полученных электронно-лучевым плавлением.

Материалы и методы исследования. В качестве материала для исследований выбраны плотные и пористые трехмерные скэффолды (рис. 1) титанового сплава ВТ6 (Ti6Al4V), приготовленные методом трехмерного прототипирования с использованием электронно-лучевого плавления на промышленной машине ARCAM A2 EBM® (Швеция). Детальная информация условий формирования скэффолдов и осаждения покрытия на основе гидроксиапатита представлена в работе [1]. Толщина осажденного покрытия, измеренная с помощью спектрального эллипсометрического комплекса «Эллипс 1891 САГ», составила 860 ± 50 нм. Морфология



Рис. 1. Изображения трехмерных сетчатых скэффолдов с различным типом ячеек

скэффолдов до и после осаждения исследовалась методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Энергодисперсионный рентгеновский анализ (ЭДРА) и рентгеновский фазовый анализ (РФА) использовались для получения информации об элементном и фазовом составе образцов, соответственно.

Результаты и их обсуждение. Изображение 2 иллюстрирует морфологию образцов без покрытия (а,б), с осажденным покрытием (в), а также состав ГА пленки (г), нанесенной на поверхность скэффолда R1. Стоит отметить, что поверхность образца с покрытием обладает четко выраженной зеренной структурой, при этом поверхность с нанесенным слоем однородная без микротрещин и сколов. Наблюдается уменьшение параметра шероховатости R_a для скэффолда R1 – 25 мкм после осаждения покрытия, в сравнении со значением для контрольного образца $R_a = 28$ мкм.

В соответствии с ЭДРА анализом (рис. 2, д), стехиометрическое соотношение Ca/P составило 1,65, что близко к значению, характерному для стехиометрического ГА ($n(\text{Ca})/n(\text{P}) = 1,67$). Рентгенограмма системы «титан-ГА покрытие» представлена на рисунке 3. На дифрактограмме присутствуют рефлексы при $22,9^\circ$ (111), $25,9$ (002), $31,8$ (211), $32,2$ (112), $34,0$ (202), соответствующие гексагональной структуре ГА.

На рисунках 4-5 а-в представлены СЭМ-изображения покрытых ГА скэффолдов с ромбическим и кубическим типами сетки. Можно отметить, что на микроуровне наблюдается равномерная зеренная структура без наличия дефектов и трещин. Стехиометрическое соотношение Ca/P для покрытия, сформированного на поверхности скэффолдов с ромбическим (R2) и кубическим (R3) типом сетки составило

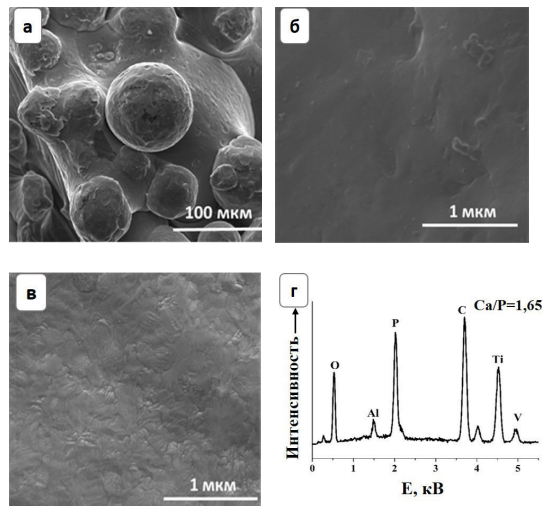


Рис.2. СЭМ-изображения скэффолдов без обработки (а-в) и с покрытием на основе ГА (г,е), ЭДРА спектр (б) скэффолда с ГА

представлена на рисунке 3. На дифрактограмме присутствуют рефлексы при $22,9^\circ$ (111), $25,9$ (002), $31,8$ (211), $32,2$ (112), $34,0$ (202), соответствующие гексагональной структуре ГА.

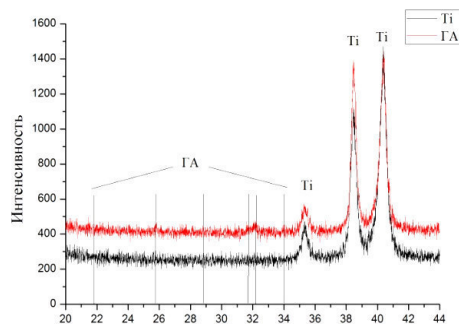


Рис.3. Рентгенограммы системы «титан-ГА покрытие» до и после осаждения

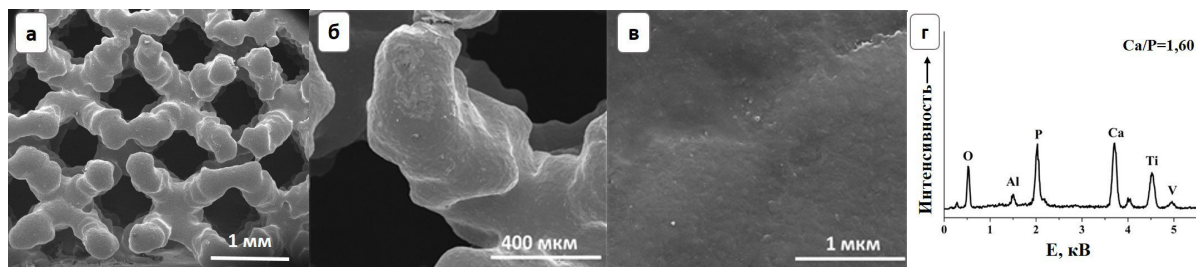


Рис.4. СЭМ-изображения (а-в) и ЭДРА-спектр (г) сетчатого скэффолда R2 с покрытием на основе ГА

1,60 и 1,53, соответственно.

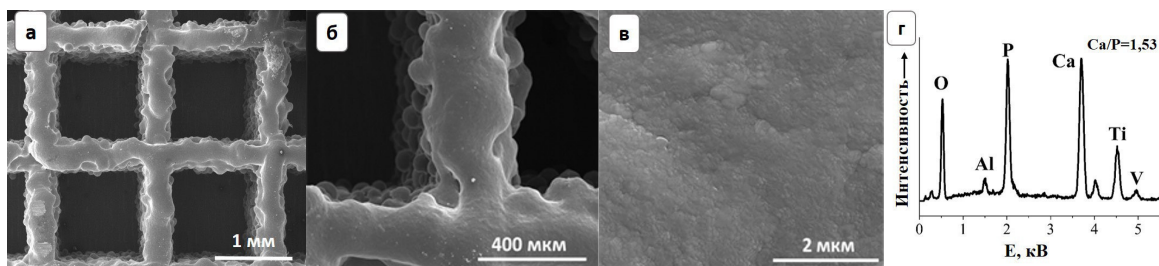


Рис.5. Изображения (а-в) и ЭДРА-спектр (г) сетчатого скэффолда R3 с покрытием на основе ГА

На рисунке б представлены карты распределения элементов («mapping») в полученном слое. При этом наблюдается равномерное распределение элементов покрытия по поверхности сетки. Ранее [2] было показано, что метод ВЧ-магнетронного осаждения позволяет нанести требуемый слой не только на внешнюю поверхность трехмерного образца, а также получить покрытие во внутрисетчатом пространстве.

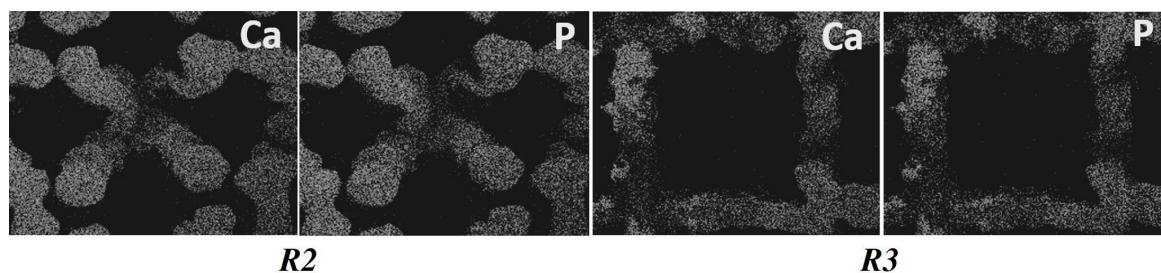


Рис.6. Карта распределения элементов полученных покрытий

Заключение. Методом ВЧ-магнетронного распыления сформировано покрытие на поверхности плотных и сетчатых объемных скэффолдов, приготовленных послойным электронно-лучевым синтезом. Исследование морфологии поверхности скэффолдов с различным типом сетки показало, что в результате осаждения кальций-фосфатного слоя образуется четко выраженная зеренная структура. Рентгенофазовый анализ показал наличие в покрытии фазы ГА. Таким образом, метод ВЧ-магнетронного распыления является перспективным методом осаждения слоев фосфатов кальция на объемные скэффолды сложной конструкции, полученные электронно-лучевым плавлением.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (номер проекта 15-13-00043). Авторы выражают благодарность профессору Маттиасу Эппле и Олегу Примаку (Университет Дуйсбург-Эссен) за помощь в получении образцов и проведении экспериментальных работ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Koptuyg, A., Rännar, L. E., & Bäckström, M. (2014). Multiscale surface structuring of the biomedical implants manufactured in Electron Beam Melting technology: demands, advances and challenges. In Proc. iCAT-2014, International Conference on Additive Technologies, Vienna, Austria, 15–17 October 2014.