

Школа Инженерная школа ядерных технологий
 Направление подготовки 03.04.02 Физика
 Отделение школы (НОЦ) Отделение экспериментальной физики

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Исследование физико-механических характеристик сплава титана, полученного послойным электронно-лучевым синтезом

УДК 669.295.5:621.762.048.7

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ01	Волкова Анастасия Петровна		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Сурменова Мария Александровна	к.ф.-м.н		

Консультант

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ведущий научный сотрудник	Грубова Ирина Юрьевна	к.ф.-м.н		

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Рыжакина Татьяна Гавриловна	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Федорчук Юрий Митрофанович	д.т.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой - руководитель отделения на правах кафедры	Лидер А.М.	д.т.н., профессор		

ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОСВОЕНИЯ ООП

Код компетенции	Наименование компетенции
Универсальные компетенции	
УК(У)-1	Способен осуществлять критический анализ проблемных ситуаций на основе системного подхода, выработать стратегию действий.
УК(У)-2	Способен управлять проектом на всех этапах его жизненного цикла.
УК(У)-3	Способен организовывать и руководить работой команды, вырабатывая командную стратегию для достижения поставленной цели.
УК(У) -4	Способен применять современные коммуникативные технологии, в том числе на иностранном (-ых) языке (-ах), для академического и профессионального взаимодействия.
УК(У)-5	Способен анализировать и учитывать разнообразие культур в процессе межкультурного взаимодействия.
УК(У)-6	Способен определить и реализовать приоритеты собственной деятельности и способы ее совершенствования на основе самооценки.
Общепрофессиональные компетенции	
ОПК(У)-3	Способностью к активной социальной мобильности, организации научно-исследовательских и инновационных работ;
ОПК(У)-4	Способностью адаптироваться к изменению научного профиля своей профессиональной деятельности, социокультурных и социальных условий деятельности;
ОПК(У)-5	Способностью использовать свободное владение профессионально-профилированными знаниями в области компьютерных технологий для решения задач профессиональной деятельности, в том числе находящихся за пределами направленности (профиля) подготовки;
ОПК(У)-6	Способностью использовать знания современных проблем и новейших достижений физики в научно-исследовательской работе;

ОПК(У)-7	Способностью демонстрировать знания в области философских вопросов естествознания, истории и методологии физики.
Профессиональные компетенции	
ПК(У)-2	Способностью свободно владеть разделами физики, необходимыми для решения научно-инновационных задач, и применять результаты научных исследований в инновационной деятельности.
ПК(У) -3	Способностью принимать участие в разработке новых методов и методических подходов в научно-инновационных исследованиях и инженерно-технологической деятельности.
ПК(У)-6	Способностью методически грамотно строить планы лекционных и практических занятий по разделам учебных дисциплин и публично излагать теоретические и практические разделы учебных дисциплин в соответствии с утвержденными учебно-методическими пособиями при реализации программ бакалавриата в области физики.
ПК(У)-7	Способностью руководить научно-исследовательской деятельностью в области физики обучающихся по программам бакалавриата.
ДПК(У)-1	Способностью планировать и проводить фундаментальные исследования в проектах в области ядерно-физических исследований, взаимодействия излучения с веществом, а также модернизация современных и создание методов изучения механических, электрических, магнитных, тепловых свойств твердых тел и критически оценивать полученные результаты.
ДПК(У)-2	Способностью обрабатывать, анализировать и обобщать научно-техническую информацию, передовой отечественный и зарубежный опыт в профессиональной деятельности, осуществлять презентацию научной деятельности.

Школа Инженерная школа ядерных технологий
 Направление подготовки 03.04.02 Физика
 Отделение школы (НОЦ) Отделение экспериментальной физики

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП
 _____ Лидер А.М.
 (Подпись) (Дата)

**ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме:

Магистерской диссертации

(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ01	Волкова Анастасия Петровна

Тема работы:

Исследование физико-механических характеристик сплава титана, полученного послойным электронно-лучевым синтезом	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	№_18-57_с_от_18.01.2022 №_131-36_с_от_11.05.2022

Срок сдачи студентом выполненной работы:	
--	--

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<p>Исходные данные к работе</p> <p><i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i></p>	<ul style="list-style-type: none"> • Сферический порошок Ti-35 мас.% Nb-7 мас.% Zr-5 мас.% Ta (TNZT), производимый Tosoh SMD. • Образцы титанового сплава Ti-35Nb-7Zr-5Ta • Метод электронно-лучевого плавления (ЭЛП) • Модифицирование поверхности импульсным электронным пучком (ИЭП)
---	---

<p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</p> <p><i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p>	<ul style="list-style-type: none"> • Аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки и техники в области биомедицинских материалов, требований к ним и методов их модифицирования. • Постановка цели и задач научного исследования. • Изготовление образцов бета-титанового сплава TNZT с помощью аддитивных технологий методом электронно-лучевого плавления (ЭЛП). • Исследование морфологии и топографии поверхности сплава TNZT полученного методом ЭЛП. • Оценка влияния модифицирования импульсным электронным пучком (ИЭП) на параметры шероховатости полученных с помощью ЭЛП образцов сплава TNZT. • Оценка воздействия ИЭП на физико-механические свойства сплава TNZT. • Социальная ответственность. • Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение. • Заключение.
--	---

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы
(с указанием разделов)

Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Рыжакина Татьяна Гавриловна, доцент ОСГН
Социальная ответственность	Федорчук Юрий Митрофанович, профессор ООД
Иностранный язык	Лаптев Роман Сергеевич, доцент ОЭФ Лахотюк Любовь Андреевна, старший преподаватель ОИЯ

Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:

2. Материалы и методы

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	
---	--

Задание принял к исполнению студент:

Должность	ФИО	Учёная степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Сурменева Мария Александровна	к.ф. - м.н		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ01	Волкова Анастасия Петровна		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа ОБМ01	ФИО Волкова Анастасия Петровна
------------------------	--

Школа	ИЯТШ	Отделение школы (НОЦ)	Отделение экспериментальной физики
Уровень образования	Магистратура	Направление / специальность	03.04.02 Физика конденсированного состояния

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

Исследование физико-механических характеристик сплава титана, полученного послойным электронно-лучевым синтезом

Работа с научной литературой, представленной в российских и иностранных научных публикациях, аналитических материалах

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

Проведение предпроектного анализа. Определение целевого рынка и проведение его сегментирования. Выполнение SWOT-анализа проекта

2. Планирование и формирование бюджета научных исследований

Определение целей и ожиданий, требований проекта. Определение бюджета научного исследования

3. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

Проведение оценки экономической эффективности, ресурсоэффективности и сравнительной эффективности различных вариантов исполнения

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. Оценка конкурентоспособности технических решений
2. Матрица SWOT
3. График проведения и бюджет НИ
4. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность Доцент	ФИО Рыжакина Татьяна Гавриловна	Ученая степень, звание Кандидат экономических наук	Подпись	Дата
----------------------------	---	--	----------------	-------------

Задание принял к исполнению студент:

Группа ОБМ01	ФИО Волкова Анастасия Петровна	Подпись	Дата
------------------------	--	----------------	-------------

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ01	Волкова Анастасия Петровна

Школа	ИЯТШ	Отделение (НОЦ)	Отделение экспериментальной физики
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	03.04.02 Физика конденсированного состояния

Тема дипломной работы:

«Исследование физико-механических характеристик сплава титана, полученного послойным электронно-лучевым синтезом»

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

<p>1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения</p>	<p>Объект исследования: Биомедицинские титановые сплавы Ti-35Nb-7Zr-5Ta, изготовленные послойным электронно-лучевым синтезом и модифицированные импульсным электронным пучком. Рабочая зона: рабочая поверхность с ПЭВМ. Область применения: лабораторные исследования</p>
---	--

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<p>1. Производственная безопасность</p> <p>1.1. Анализ выявленных вредных факторов</p> <ul style="list-style-type: none"> • Природа воздействия • Действие на организм человека • Нормы воздействия и нормативные документы (для вредных факторов) • СИЗ коллективные и индивидуальные <p>1.2. Анализ выявленных опасных факторов:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Термические источники опасности • Электробезопасность • Пожаробезопасности 	<p>Вредные факторы:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Недостаточная освещенность; • Нарушения микроклимата, оптимальные и допустимые параметры; Шум, ПДУ, СКЗ, СИЗ; • Повышенный уровень электромагнитного излучения, ПДУ, СКЗ, СИЗ; <p>Опасные факторы:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Электроопасность; класс электроопасности помещения, безопасные номиналы I, U, R_{заземления}, СКЗ, СИЗ; Проведен расчет освещения рабочего места; представлен рисунок размещения светильников на потолке с размерами в системе СИ; • Пожароопасность, категория пожароопасности помещения, марки огнетушителей, их назначение и ограничение применения; Приведена схема эвакуации.
<p>2. Экологическая безопасность:</p> <p>2.1. Выбросы в окружающую среду</p> <p>2.2. Решения по обеспечению экологической безопасности</p>	<p>Наличие промышленных отходов (бумага-черновики, пластмасса, перегоревшие люминесцентные лампы, оргтехника,) и способы их утилизации;</p>
<p>3. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:</p> <p>3.1. Перечень возможных ЧС при разработке и эксплуатации проектируемого решения;</p> <p>3.2. Разработка превентивных мер по предупреждению ЧС;</p> <p>3.3. Разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий.</p>	<p>Рассмотрены 2 ситуации ЧС:</p> <p>1) природная – сильные морозы зимой, (аварии на электро-, тепло-коммуникациях, водоканале, транспорте);</p> <p>2) техногенная – несанкционированное проникновение посторонних на рабочее место (возможны проявления вандализма, диверсии, промышленного шпионажа), представлены мероприятия по обеспечению устойчивой работы производства в том и другом случае.</p>

4. Перечень нормативно-технической документации.	ГОСТы, СанПины, СНиПы, СНы;
---	-----------------------------

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
--	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Федорчук Юрий Митрофанович	д.т.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ01	Волкова Анастасия Петровна		

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное образовательное учреждение
 высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
 ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Школа – Инженерная школа ядерных технологий

Уровень образования Магистратура

Направление подготовки – Физика конденсированного состояния

Отделение школы (НОЦ) – Отделение экспериментальной физики

Период выполнения _____

Форма представления работы:

Магистерская диссертация

(бакалаврская работа, дипломный проект/работа, магистерская диссертация)

**КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
 ВЫПОЛНЕНИЯ ВЫПУСКНОЙ КВАЛИФИКАЦИОННОЙ РАБОТЫ**

Срок сдачи студентом выполненной работы:	
--	--

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
01.02.2022	Аналитический обзор литературы	10
15.03.2022	Изготовление образцов бета-титанового сплава TNZT с помощью аддитивных технологий методом электронно-лучевого плавления (ЭЛП)	10
05.04.2022	Исследование морфологии и топографии поверхности сплава TNZT полученного методом ЭЛП	13
20.04.2022	Оценка влияния модифицирования импульсным электронным пучком (ИЭП) на параметры шероховатости полученных с помощью ЭЛП образцов сплава TNZT	10
25.04.2022	Оценка воздействия ИЭП на физико-механические свойства сплава TNZT.	12
01.05.2022	Анализ результатов	10
25.05.2022	Социальная ответственность	10
25.05.2022	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	10
30.05.2022	Раздел ВКР на английском языке	10
31.05.2022	Заключение	5

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Сурменева Мария Александровна	к.ф.-м.н		

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой - руководитель отделения на правах кафедры	Лидер Андрей Маркович	д.т.н., профессор		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа включает в себя 144 страницы, 23 рисунка, 32 таблицы, 99 источников и 1 приложение.

Аддитивные технологии, электронно-лучевое плавление, низкомодульные титановые сплавы, пост-обработка, импульсный электронный пучок, модуль юнга, нанотвердость, костные имплантаты

Объектом исследования являлись образцы титанового сплава Ti-35Nb-7Zr-5Ta (TNZT) изготовленные с помощью электронно-лучевого плавления (ЭЛП) и модифицированные импульсным электронным пучком (ИЭП).

Цель работы заключалась в получении послойным электронно-лучевым синтезом, последующем модифицировании ИЭП поверхности биомедицинских титановых сплавов Ti-35Nb-7Zr-5Ta и исследование их физико-механических характеристик.

В работе представлены результаты исследований образцов титанового сплава до модификации ИЭП и после, исследовано влияние модифицирования на морфологию и топографию поверхности титанового сплава TNZT, проведена оценка влияния модифицирования ИЭП на параметры шероховатости полученных с помощью ЭЛП образцов сплава TNZT, проведена аттестация физико-химических свойств до и после модифицирования ИЭП.

Область применения: биосовместимые материалы, применяемые в различных областях медицины.

Экономическая значимость работы: инновационный метод модифицирования поверхности ИЭП сплавов, изготовленных методом ЭЛП, способствующий улучшению топографии и шероховатости поверхности для применения в биомедицине.

Обозначения и сокращения

АТ-аддитивные технологии

TNЗТ- Ti-35Nb-7Zr-5Ta

ЭЛП-электронно-лучевое плавление

ИЭП-импульсный электронный пучок

ЛП-лазерное плавление

СЛП-селективное лазерное плавление

СЭМ - сканирующий электронный микроскоп

ДОРЭ - дифракция обратного рассеяния электронов

ЭДРА - энергодисперсионный рентгеновский анализ

РФА – рентгенофазовый анализ

SE-вторичные электроны

BSE-обратно отраженные электроны

ОПФ-обратные полюсные фигуры

ППФ-прямые полюсные фигуры

Оглавление

Введение	15
Глава 1. Получение порошков титанового сплава	18
1.1 Методы синтеза порошка	18
1.2 Механические методы	19
1.3 Физико-химические методы	20
1.4 Химические методы	20
1.5 Получение порошка TNZT	22
1.6 Материалы и сплавы для биомедицины	23
1.7 Титан и титановые сплавы	25
1.8 Способ получения сплавов TNZT	27
1.9 Методы аддитивного производства	29
1.9.1 Метод селективного лазерного плавления	30
1.9.2 Метод электронно-лучевого плавления (ЭЛП)	32
1.10 Модифицирование поверхности титановых сплавов	35
Глава 2. Материалы и методы	38
2.1 Изготовление образцов сплава титана TNZT	38
2.2 Модифицирование образцов импульсным электронным пучком	39
2.3 Сканирующая электронная микроскопия	40
2.4 Энергодисперсионный рентгеновский анализ	42
2.5 Дифракция обратного рассеяния электронов	43
2.6 Рентгенофазовый анализ	44
2.7 Исследование шероховатости поверхности	47
2.8 Физико-механические испытания	47
Глава 3. Экспериментальные результаты и их обсуждение	49
3.1 Исследование структуры и фазового состава порошка сплава TNZT	49
3.2 Получение образцов титанового сплава TNZT	51
3.3 Исследование топографии поверхности методом дифракции обратного рассеяния электронов	53
3.4 Исследование топографии и шероховатости поверхности сплава TNZT ..	56
3.5 Исследование морфологии, шероховатости и элементного состава поперечного сечения образцов	57
3.6 Рентгенофазовый анализ	60
3.7 Нанотвердость и модуль Юнга	62

4	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	64
4.1	Предпроектный анализ	65
4.1.1	Потенциальные потребители результатов исследования.....	65
4.1.2	Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	65
4.1.3	SWOT-анализ.....	67
4.1.4	Оценка готовности проекта к коммерциализации.....	69
4.1.5	Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования	72
4.2	Инициация проекта	72
4.3	Планирование управления научно-техническим проектом.....	74
4.3.1	Иерархическая структура работ проекта	74
4.3.2	План проект	75
4.4	Бюджет научного исследования.....	78
4.5	Операционные затраты	85
4.4.1	Организационная структура проекта	85
4.4.2	План управления коммуникациями проекта	86
4.4.3	Реестр рисков проекта.....	86
4.5	Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности	87
4.5.1	Оценка абсолютной эффективности исследования.....	87
4.5.2	Оценка сравнительной эффективности исследования	93
5	Социальная ответственность.....	97
5.1	Производственная безопасность	97
5.1.1	Отклонение показателей микроклимата	97
5.1.2	Превышение уровня шума.....	99
5.1.3	Повышенный уровень электромагнитных излучений.....	101
5.1.4	Поражение электрическим током.....	102
5.1.5	Освещенность	104
5.1.6	Пожарная опасность	108
5.2	Экологическая безопасность	109
5.2.1	Анализ влияния процесса исследования на окружающую среду.....	109
5.3	Безопасность в чрезвычайных ситуациях.....	110

5.3.1. Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть на рабочем месте при проведении исследований.	110
5.3.2 Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС.	111
Выводы по разделу социальная ответственность	111
Заключение	113
Список публикаций студента	115
Список использованных источников	116
Приложение А	126

Введение

В современной биомедицине важной проблемой является разработка имплантатов с физико-химическими и механическими свойствами сопоставимыми с характеристиками костной ткани, с которой они взаимодействуют и которую заменяют. Одним из ключевых критериев отбора материалов в данном случае является несоответствие модулей упругости, твердости кости и имплантата, что может привести к преждевременному разрушению кости. Это может вызвать расшатывание имплантата, а также в связи с этим может потребоваться повторная операция. Материал, используемый для имплантатов, должен показывать хорошую остеоинтеграцию и не являться цитотоксичным, что может препятствовать заживлению костей [1-2].

В области медицины в последнее время используются различные методы аддитивного производства для получения металлических имплантатов. Традиционные методы производства имеют некоторые недостатки с точки зрения механической обработки изделия, полученные изделия имеют стандартные размеры, кроме того, получение пористых структур, облегчающих остеоинтеграцию, затруднено. Наряду с развитием новых технологий изготовления имплантатов и их инновационных процессов все больше изучаются биосовместимые материалы. Эти материалы должны эффективно служить своему прямому назначению в качестве материалов для имплантатов и обладать определенными свойствами, такими как превосходная биосовместимость, биофункциональность, предел текучести, твердость, эластичность, коррозионная стойкость и износостойкость, а также усталостная прочность [3].

В настоящее время аддитивные технологии (АТ) широко используются для производства сплавов для биомедицинских применений. Однако большинство коммерческих сплавов, используемых в качестве имплантатов в регенеративной медицине, изготовленных с помощью , на основе Ti6Al4V, нержавеющей стали или кобальто-хромовых сплавов демонстрируют хорошую механическую прочность, но также имеют и некоторые токсикологические

проблемы из-за выделения токсичных элементов, которые могут вызвать воспалительные реакции, а также их высокий модуль Юнга способствует риску экранирования напряжений и вызывают резорбцию кости, которая обладает более низким модулем Юнга ($E \sim 10\text{--}30$ ГПа). Вес тела, а также напряжения, оказываемые мышцами, удерживают скелет тела в условиях постоянной нагрузки. Нагруженность на разных участках скелета может отличаться, таким образом, физические свойства, плотность, шероховатость и механическая прочность костей в организме человека тоже различаются [4].

Наиболее распространенным металлом, используемым для создания имплантатов, является титан. Титан сам по себе является приемлемо биосовместимым и достаточно прочным, чтобы выдерживать нагрузки при его эксплуатации. Однако, хотя титан значительно более гибкий, чем керамика материал, он по-прежнему жестче кости [5]. Среди металлических сплавов модули Юнга бета-титановых (Ti) сплавов могут достигать 35–110 ГПа, некоторые из которых совершенно нетоксичны. Эти модули находятся в желаемом диапазоне по сравнению с другими сплавами для имплантатов, но все же они, все еще выше, чем у натуральной кости.

Металлические бета-титановые сплавы на основе титана, циркония, тантала и ниобия (TNZT) обладают более высокой биосовместимостью и механическими свойствами аналогичными механическим свойствам костной ткани, что позволяет избежать эффекта «экранирования напряжения» на границе кость-имплантат, и последующей резорбции кости [6]. В зависимости от расположения имплантата в организме и его конструкции его поверхность должна обладать различной шероховатостью, как низкой, так и высокой. Однако в связи с тем, что изделия, изготовленные методами аддитивного производства имеют высокую шероховатость поверхности, наличие пористости из-за отсутствия расплава и наличие нерасплавленных или полу расплавленных частиц порошка, появляется необходимость модифицирования поверхности с целью улучшения топографии и уменьшения количества не проплавленных и частично расплавленных частиц порошка. В связи с этим было принято решение

использовать импульсный электронный пучок в качестве метода пост модификации поверхности, так как он имеет ту же природу, что и метод ЭЛП [7-8].

Исходя из этого, целью данной работы является: оценка влияния модифицирования поверхности импульсным электронным пучком образцов на основе биомедицинского сплава титана Ti-35Nb-7Zr-5Ta, изготовленных методом послойного электронно-лучевого синтеза на их физико-химические свойства и механические характеристики.

Для достижения поставленной цели потребовалось решить следующие задачи научного исследования:

- Изготовление образцов бета-титанового сплава TNZT с помощью аддитивных технологий методом электронно-лучевого плавления (ЭЛП)
- Исследование морфологии и топографии поверхности сплава TNZT, полученного методом ЭЛП
- Оценка влияния модифицирования импульсным электронным пучком (ИЭП) на параметры шероховатости полученных с помощью ЭЛП образцов сплава TNZT
- Оценка воздействия ИЭП на физико-механические свойства сплава TNZT.

Положение на защиту: Установлено, что в образцах, полученных методом электронно-лучевого плавления легированного порошка Ti-35Nb-7Zr-5Ta при следующих параметрах: $\delta=100\text{мкм}$, $T=520-610$, $I=3\text{мА}$, $v=407\text{ мм/с}$, $h=0,1\text{мкм}$, $E_A=4,4\text{ Дж/мм}^2$, присутствует $\beta\text{-Ti}$ в виде анизотропных зерен, не обладающих преимущественной ориентацией.

Установлено, что модифицирование четырехкомпонентной системы сплава TNZT, полученной с помощью электронно-лучевого плавления (ЭЛП) импульсным электронным пучком, позволяет снизить шероховатость поверхности сплава и изменить микроструктуру до глубины обработки 100 мкм, что увеличивает модуль Юнга на 32% и твердость на 18,5% за счет термических эффектов закалки.

ГЛАВА 1. ПОЛУЧЕНИЕ ПОРОШКОВ ТИТАНОВОГО СПЛАВА

Важной частью аддитивного производства является синтез порошков титана заданной формы и определенного химического состава для использования при получении изделия. Для этого существуют определенные стандарты ASTM и ISO. Синтез порошка титанового сплава для изготовления изделий с помощью аддитивного производства является наиболее затратным процессом в цветной металлургии [8].

К процессам аддитивного производства, в которых используются порошки относятся такие как: плавление лазерным лучом (ЛП) и плавление электронным лучом (ЭЛП). В этих методах физические характеристики порошка, используемого в качестве исходного материала в процессе, оказывают значительное влияние на преобразование порошка, осаждение и взаимодействие порошка с пучком. Таким образом, можно сказать, что окончательные свойства изготовленного материала зависят в значительной степени от свойств частиц порошка [9-10].

Порошки должны иметь определенный химический состав, физико-механические характеристики, а также необходимые эксплуатационные свойства. Основными параметрами порошков титановых сплавов являются однородность химического состава, микроструктуры, а также текучесть. Производить металлические порошки такими методами как пневматическое распыление и процесс плазменного вращающегося электрода сложно и достаточно дорого, поэтому ниже рассмотрим альтернативные способы получения металлических порошков [11-12].

1.1 Методы синтеза порошка

Существуют различные способы синтеза порошков для аддитивного производства. Условно их можно разделить на физико-химические и механические. Физико-химические методы связаны с физико-химическими превращениями, а химический состав и структура конечного продукта (металлического порошка) существенно отличаются от сырья, из которого они

были произведены. К механическим методам относятся различные типы процессов измельчения и распыления расплавов струей под высоким давлением газа или жидкости (распыление) [13].

1.2 Механические методы

Газовое распыление представляет собой наиболее популярный метод изготовления металлических порошков. Второй способ – распыление плазмой, также известное как распыление вращающимся электродом, менее популярным является центробежное распыление.

Порошки, полученные путем газового распыления, имеют сферическую форму, высокую чистоту, мелкую и однородную микроструктуру (благодаря быстрому затвердеванию).

Следующий метод изготовления порошков – индукционная плазменная плавка с управляемым газовым распылением. Эта система обычно используется для производства бескерамических и реактивных тугоплавких сплавов [14].

Метод повторного плавления включает в себя технологию так называемого «тройного плавления», достигая при этом высокого уровня чистоты и химической однородности порошка. Метод вакуумной индукционной плавки основан на технологии плавления в холодном тигле в сочетании с атомизацией инертным газом [15].

Следующий метод синтеза порошка плазменное распыление – это относительно новый процесс, который был разработан для производства высокочистых порошков химически активных металлов и сплавов с высокой температурой плавления, таких как титан, цирконий, тантал и т.д. и имеющих низкое содержание кислорода. Исходным материалом для процесса плазменного распыления является металлическая проволока [16-17].

Процесс центробежного распыления используется для производства высокорективных порошков. Частицы порошка, полученные с помощью вращающихся электродов, имеют сферическую форму с гладкими и высококачественными поверхностями.

Технология механического фрезерования подразделяется на три типа процесса измельчения: дробление, измельчение и истирание. Первые два типа позволяют получать частицы большого размера, а второй и третий типы используются для получения тонких порошков.

Механического легирования представляет собой полностью твердотельный метод обработки порошка. Процесс состоит из повторной сварки, разрушения (измельчения) и повторной сварки частиц порошка в мельницах с высокой энергией [18].

1.3 Физико-химические методы

К физико-химическим методам относятся такие методы как электролиз, суть метода состоит в выделении компонентов электрода, которые происходят, когда раствор или расплав электролита пропускают ток. Сырьем для электролиза является металлический анод, а в некоторых случаях можно использовать прессованные или спеченные металлические отходы, выбирая необходимые условия [19].

1.4 Химические методы

Ведущим химическим процессом для изготовления порошков является карбонильный процесс, позволяющий производить никель и железный порошок. Неочищенный металл реагирует с газообразным оксидом углерода под давлением и температурой, что приводит к образованию карбонила, который разлагается при повышении температуры и понижении давления до металлического порошка.

Другие процессы химической конверсии включают следующее:

- Изготовление порошков из губок путем термического разложения хлоридов.
- Производство порошков водородным восстановлением раствора солей под давлением.
- Химическое осаждение металлов из растворов растворимых солей.

Одним из основных методов синтеза порошков титановых сплавов (например,

BT-6, TiAl-V) является измельчение расплавов. Эта технология включает: производство губчатого титана, его смешивание с лигатурой, уплотнение блока и его плавление в слиток, переработку слитка в требуемую заготовку и, наконец, переплавку заготовки с измельчением в металлический порошок [20-21].

Основными проблемами при синтезе титановых сплавов являются контролируемое добавление легирующих элементов, их равномерное распределение в основной металл, а также узкий гранулометрический состав порошков.

Наиболее качественные порошки титановых сплавов получают методом центробежного напыления. Однако реальный выход этих порошков при размере менее 80 мкм недостаточен, он составляет лишь 20-30%.

Альтернативным путем производства является использование технологии переработки лома титанового сплава в качестве исходного сырья. На первом этапе титановый лом разделялся на виды титановых сплавов, очищенные от загрязнений и оксидных пленок. Затем подготовленные материалы преобразовываются в несферические порошки с определенным фракционным составом методом гидрирования/дегидрирования. Предлагаемое техническое решение позволяет производить сырье для 3D-печати из лома с высоким выходом требуемых фракционных составов [24-25].

Сырье, используемое для электронно-лучевого плавления (ЭЛП), представляет собой металлические частицы из порошковой металлургии, а характеристики и качество порошка оказывают значительное влияние на производительность процесса. Морфология порошка является одним из важных факторов, влияющих на структуру и свойства деталей, полученных с помощью метода ЭЛП [26-27].

Основными характеристиками, которые необходимо учитывать при ЭЛП, являются размер, форма, сыпучесть и явления процесса теплопередачи порошка. Гранулометрический состав порошка также оказывает значительное влияние на плотность детали, чистоту поверхности и механические свойства. Стандартный порошок, используемый в методе ЭЛП, имеет сферическую форму. Эти порошки

обладают лучшей текучестью, разрешают контроль подачи по каналу и минимизируют поверхность активного материала. Эти материалы можно получить разными способами: распыление расплавленного металла, центробежное распыление, распыление инертным газом или вакуумное распыление. При хорошей текучести металла можно улучшить такие характеристики как скорость наращивания и точность плавления изготавливаемого изделия. Обычно диапазон используемых порошков для ЭЛП от 1 мкм до 100 нм [28-29].

1.5 Получение порошка TNZT

Способом производства порошка TNZT для ЭЛП являлось газовое распыление. Газовое распыление – на данный момент это основной процесс получения металлических порошков для аддитивного производства. Технологические этапы производства металлических порошков включают плавление, распыление и отверждение соответствующих металлов и сплавов. Порошки, полученные путем газового распыления, имеют сферическую форму, высокую чистоту, мелкую и однородную микроструктуру (благодаря быстрому затвердеванию) [30-32].

Одним из европейских лидеров по производству оборудования для распыления газа является немецкая компания ALD Vacuum Technologies GmbH. Компания предлагает различные модификации газовых устройств для производства различных сплавов, позволяющие получать порошки и широкий спектр металлов и сплавов. Две основные модификации устройств – это вакуумная индукционная плавка в сочетании с атомизацией инертным газом и индукционное распыление плавящегося газа электродом. Вакуумная индукционная плавка представляет собой самую популярную систему, позволяющую получать порошки инертных металлов и их сплавов. В системе индукционного распыления для производства порошка используются высокореактивные металлы и сплавы, такие как титан. Остальные модификации устройств менее популярны и используются в особых случаях.

В качестве материала для изготовления титанового сплава использовали предварительно легированный сферический порошок Ti-35 мас. % Nb-7 мас. % Zr-5 мас. % Ta (TNZT), производимый Tosoh SMD.

Так в работе [33] описывается как NiTi-стержни, слитки Ti-45Nb и слитки Ti-18Nb-11Zr, которые были переработаны в порошок путем распыления газа (аргона). В этом процессе несколько плазменных струй сходились на металлической проволоке высокой чистоты, которая подается непрерывно в реактор, заполненный инертным газом. Из-за использования горячего распыления газообразного аргона вместо холодного, плазменное распыление приводит к снижению скорости охлаждения, что позволяет полностью частицам порошка образовать сферическую форму.

1.6 Материалы и сплавы для биомедицины

Биоматериалы, как правило, классифицируются на материалы природного или искусственного происхождения и используются для восстановления, поддержки и замены или компенсируют функцию живых тканей организма человека.

Металлические биоматериалы в основном используются для фиксации или замены сломанных или поврежденных костей из-за их высокой прочности, ударной вязкости и износостойкости. Наиболее часто для этой цели используются нержавеющие сплавы стали, сплавы на основе кобальта, а также титан и его сплавы. При распределении нагрузки между системой «имплантат-кость», величина возникающего в них напряжения напрямую связана с их прочностью. Учитывая это, очевидно, что кость нагружена значительно меньше, чем имплантат. Чем больше степень расхождения физико-механических характеристик ткани и имплантата, тем больше расхождение в напряжениях имплантата и ткани. Это явление влияет на процесс ремоделирования и заживления костей и приводит к повышенной пористости костей, также известной как атрофия и резорбции кости [34].

Нержавеющая сталь первый биоматериал, когда-либо использовавшийся

в хирургических целях (1920-е годы прошлого века). После, в тридцатых годах начали применять сплавы основе кобальта под названием виталиум. Однако металл, приведший к настоящей революции в биомедицине— титан. Он был введен в медицинское применение в 1960-х годах и остается наиболее широко используемым по сей день [35]. Развитие металлических имплантатов было, в первую очередь, обусловлено требованиями необходимыми для восстановления костей. Усиливаются исследования в области металлических биоматериалов в нетрадиционной реконструктивной хирургии твердых тканей / органов, таких, как применение сплавов с памятью формы NiTi в качестве сосудистых стентов и разработка новых сплавов на основе магния для костей, а также тканевая инженерия и регенерация.

Несмотря на большое разнообразие металлов, и металлических сплавов, лишь немногие из них являются биосовместимыми и способны иметь долгосрочный успех в качестве материала имплантата. Эти материалы могут быть классифицированы в следующие четыре группы на основе основного легирующего элемента:

- нержавеющие стали
- сплавы на основе кобальта
- сплавы на основе титана
- разные другие (например, NiTi, сплавы Mg и Ta) [36].

Нержавеющая сталь является первым металлом, который был успешно использован в качестве имплантатов для биомедицины благодаря отличной коррозионной стойкости. Между тем, титановые сплавы нашли свое применение в регенеративной медицине в связи с их уникальными свойствами, такими как легкий вес, высокая прочность и ударная вязкость [37]. С другой стороны, сплавы кобальта, хрома и молибдена (CoCrMo), которые обладают преимуществами в отношении износостойких свойств, по сравнению с нержавеющей сталью и титановыми сплавами. Металлические материалы широко используются в качестве медицинских устройств. В ортопедии, они используются для фиксации костей, таких как пластина, винт и штифт; и

искусственные суставы в связи с их способностью замещать функцию твердых тканей. Металлические биоматериалы, используемые для ортопедических имплантатов, должны обладать такими свойствами, как эластичность, отличная прочность, жесткость, твердость, прочность и устойчивость к разрушению и износу [38].

1.7 Титан и титановые сплавы

К материалам, применяемым в медицине, предъявляются особые требования по уровню прочностных, коррозионных, усталостных свойств и других физико-механических свойств, поскольку во многих случаях предполагается их длительное использование, и преждевременное разрушение в этом случае недопустимо. Среди металлических материалов, используемых в имплантатах, титан и его сплавы обладают свойствами, которые делают их характеристики более высокими, чем у сплавов Co-Cr и нержавеющей сталей. Сплав Ti-6Al-4V и CP-Ti (коммерчески чистый) на данный момент являются наиболее распространенными материалами на основе Ti, используемыми в производстве медицинских имплантатов. Сплав Ti-6Al-4V изначально разрабатывался для нужд аэрокосмической промышленности, а благодаря своим интересным свойствам применяется в биомедицинской сфере. Использование металлических устройств для замены поврежденных частей тела человека требует не только механической совместимости, которая достигается сочетанием низкого модуля упругости, высокой механической прочности и сопротивления усталости, но и биологическую совместимость, так как материал будет контактировать с жидкостями организма и поэтому должен быть нетоксичен для клеток [39].

Необходимость использования металлических материалов для имплантата, который будет сочетать в себе желаемые механические свойства с биосовместимостью, сопоставимой с биосовместимостью чистого титана, является основным стимулом для непрерывного исследования в области получения сплавов на основе Ti β -типа. В сплавах α -типа и некоторых $\alpha + \beta$ типов

на основе титана значение модуля Юнга намного выше, чем у человеческой кости, что может вызывать «эффект экранирования напряжений». Поэтому низкомолекулярные сплавы на основе Ti β -типа широко используются для снижения «эффекта экранирования напряжений» и значения модуля упругости в Ti сплавах. Хотя $\alpha + \beta$ титановые сплавы традиционно считаются лучшим выбором для замены нержавеющей стали 316L и кобальт-хромовых сплавов для биомедицинских применений, имплантаты Ti-6Al-4V, одобренные управлением по санитарному надзору за качеством медикаментов не соответствуют необходимому для биомедицинских применений модулю упругости кости, тем самым ограничивая остеоинтеграцию. Чтобы решить проблему защиты от напряжений, были разработаны различные β -сплавы с низким модулем упругости, почти вдвое меньшим, чем у обычного Ti. Сплавы β -Ti имеют даже более низкий модуль упругости, чем сплавы $(\alpha + \beta)$ -Ti. Эти свойства делают сплавы β -Ti перспективными кандидатами для использования в биомедицинских применениях [40-41].

Сплавы β -Ti обладают высокой коррозионной стойкостью, а их низкий модуль сравним с модулем упругости человеческой кости, что приводит к уменьшенному эффекту защиты от напряжений. β -фаза также способствует хорошей термической обработке, способности к формованию и прочности при комнатной температуре. В качестве β -стабилизирующего элемента обычно используется ниобий (Nb). Это связано с тем, что концентрации Nb примерно в 26 (ат. %) достаточно для того, чтобы стабилизировать β фазу во всем объеме образца и получить низкомолекулярный сплав. Кроме того, с точки зрения биосовместимости Nb считается нетоксичным элементом. Обычно сплавы Ti-Nb с концентрацией Nb 45 ат. % имеют модуль Юнга около 60 ГПа, данной концентрации достаточно для придания биоинертному Ti биосовместимых свойств [42-43].

Сплав с концентрацией Ti – 53% Nb ат% широко используется в производстве сверхпроводящих материалов. Он может представлять интерес для медицинской промышленности из-за его высокой биосовместимости и модуля упругости

около 80 ГПа. Единственным ограничением при аддитивном производстве сплавов β -Ti является доступность порошков исходного материала и высокая стоимость производства порошков. Для простоты понимания различные сплавы β -Ti были разделены на бинарные, тройные, четвертичные и другие сплавы [44-46].

1.8 Способ получения сплавов TNZT

Тройные и четвертичные сплавы на основе Ti с Nb, Ta и Zr также присоединились к семейству низко модульных титановых сплавов, близких к β , содержащих нетоксичные элементы [47].

Низкий модуль упругости этих сплавов обусловлен тем, что модуль упругости объемно-центрированной кубической (ОЦК) β -фазы обычно ниже, чем у гексагональной плотно упакованной (ГПУ) α -фазы. Разница в модуле упругости костной ткани человека и сплавов β -фазы титана значительно ниже, в сравнении с Ti6-Al4-V и другими сплавами титана, что делает их более подходящим материалом для имплантатов.

Проблема получения материала имплантата на основе Ti с механическими свойствами, близкими к механическому поведению кости и биохимическому средству к остеогенезу, чрезвычайно сложная [48].

Два наиболее широко используемых и наиболее широко исследуемых состава – это Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr и Ti-35.3Nb-7.3Zr-5.7Ta, сплавы TNZT содержат только биосовместимые элементы и состоят из бета-фазы в следствие этого могут считаться интересными для использования в биомедицине.

Титановые сплавы TNZT могут производиться методами кристаллизации или литья, порошковой металлургии, дуговой плавки или с помощью аддитивных технологий [49]. Метод аддитивного производства был признан одним из перспективных методов изготовления металлических биомедицинских имплантатов. Как правило, все перечисленные традиционные технологии требуют значительных затрат времени, материалов и энергии на несколько этапов обработки. Кроме того, высокая реакционная способность титана с

кислородом и его высокие температуры плавления не позволяют решать некоторые проблемы, связанные с этими типичными технологиями. В сложность процесса экстракции входят, трудность плавки и проблемы производства титановых сплавов. Подходы к форме, близкой к костной ткани, желательны для изготовления титановых деталей сложной формы. Металлические сплавы на основе титана, циркония, тантала и ниобия обладают более высокой биосовместимостью с соответствующими механическими свойствами, чтобы избежать защиты от напряжений и последующей деградации при использовании изготовленных из них имплантатов [50].

Одним из методов АТ используемых для изготовления сплавов TNZT, является селективное лазерное плавление (СЛП). Помимо использования для изготовления индивидуальных зубных имплантатов, сложных биомедицинских структур и пористых, этот метод показал многообещающие результаты в эндопротезировании тазобедренного сустава. Однако в лазерной технологии материалы плавятся, когда детали находятся при относительно низких температурах, что может вызвать остаточные напряжения, которые могут привести к выходу из строя компонентов в процессе эксплуатации. Электронно-лучевое плавление (ЭЛП), еще один метод производства титановых сплавов, также продемонстрировал большой потенциал для производства различных имплантатов, в том числе индивидуальных ортопедических ножек бедра с хорошими свойствами материала и титановых деталей с интегрированными структурами. Изделия, полученные с помощью метода ЭЛП, обладают механическими и химическими свойствами, аналогичными тем, которые показывают биологические характеристики, близкие к свойствам костной ткани [51].

Рассмотрим несколько альтернативных методов изготовления биомедицинских сплавов. В первом случае для изготовления сплавов TNZT, используют литье, отливаются слитки TNZT в тигле из бескислородной меди с водяным охлаждением. Химический состав этого сплава – Ti-34Nb-6,5Zr-4,9. Затем методом индукционной плавки электрода с распылением газом получают

сферический порошок из стержней TNZT с использованием газообразного аргона. Неочищенный порошок фракционируют просеиванием (<45 мкм, <150 мкм).

Также один из способов изготовления сплавов TNZT представлен в работе [52]. С помощью дуговой плавки чистых элементов при низком давлении чистой атмосферы He (350 мбар) изготавливаются образцы из TNZT. Каждая часть образца была переплавляется электрической дугой не менее шести раз для обеспечения однородности. Образцы, весом примерно 200 г гомогенизируются при 1400 °C в течение двух часов и охлаждаются в печи. Перед ковкой стержней в форме материал нагревался примерно до 1100 °C. Некоторые образцы запаивали в кварцевую трубку и обрабатывали бета-раствором при 1000 °C, в течение 2 часов с последующей закалкой в воде. Это называется условием обработки раствора (ST). Итоговые образцы сплава TNZT были отполированы с использованием шлифовальной бумаги и оксида алюминия и использовались для биомедицинских исследований.

1.9 Методы аддитивного производства

В настоящее время существует несколько основных методов аддитивных технологий, с помощью которых возможно изготовить детали, подходящие для биомедицинского применения титанового сплава, имеющие сложные формы и с необходимыми свойствами.

АТ используют трехмерные (3D) модели, созданные в программном обеспечении для автоматизированного проектирования и быстрого производства продуктов, которые могут быть функциональными прототипами или партиями деталей. Изготовление 3D-изделий по этой методике достигается путем наложения последовательных слоев материалов друг на друга с использованием прямых данных из 3D-моделей. В многоэтапных процессах аддитивного производства предполагаемое изделие приобретает свою геометрию в первую очередь за счет применения принципа адгезии, а желаемые свойства приобретаются на последующих этапах. Например, металлические,

керамические и композитные материалы могут изначально соединяться, чтобы приобрести геометрию. Технология совершенствуется, поскольку она позволяет использовать различные материалы для изготовления очень сложных геометрических деталей для различных применений, которые невозможно изготовить традиционными методами в виде одного компонента. Металлы, сплавы и их композиты, керамика, полимеры, композиты, биоматериалы и бетон используются для создания 3D-деталей для их применения в машиностроении, медицине, образовании и строительстве. Это также дает более значительную выгоду в виде экономии материала. Приложения 3D-печати ограничены строительной отраслью из-за более медленного процесса, но в основном выгодны во всех других аспектах благодаря автоматизации. Технология 3D-печати также позволяет производителям создавать индивидуальные продукты в единичном экземпляре или небольшими партиями по относительно более низкой цене. Это очень полезно в медицинских и инженерных областях, где можно получить продукты определенной формы с определенными свойствами путем выбора подходящих материалов на основе индивидуальных требований при минимальных затратах. Механические свойства изготовленных деталей зависят не только от используемого исходного материала, но и от характеристик процессов АТ. Настройка свойств материалов может быть получена путем разработки новых материалов в результате комбинирования различных материалов с различными свойствами [53].

Ниже подробнее рассмотрим два основных метода СЛП и ЭЛП, которые применяются для изготовления биомедицинских изделий различной пористости и сложности форм, используя порошок титана и титановых сплавов.

1.9.1 Метод селективного лазерного плавления

СЛП представляет собой АТ, которые позволяют создавать индивидуальные и сложные детали с низким модулем упругости для снижения защиты от напряжений тем самым дают преимущества при изготовлении имплантатов [54-55].

СЛП является одной из технологий, которая дает возможность индивидуально и быстро изготовить деталь любой сложной геометрии из порошковых материалов на основе САD-модели. В последние годы метод СЛП был исследован для изготовления каркасов тканевой инженерии и пористых материалов. Среди множества различных технологий аддитивного производства СЛП может производить беспористые детали превосходя литье. Процесс СЛП демонстрирует быстрое охлаждение, его цикл аналогичен процессу закалки, который приводит к упрочнению детали за счет улучшенной микроструктуры. Подобный закалке процесс также позволяет стабилизировать метастабильную β -фазу в сплавах на основе Ti-Nb и позволяет впоследствии контролировать прочность с помощью подходящего процесса термообработки для осаждения α -фаз [55].

Принцип технологии СЛП заключается в том, что в работе используются один или несколько источников тепла для плавления определенных областей частиц порошка, которые распределены в виде слоев по всей поверхности. Как только выбранные области одного слоя расплавляются, поверхность сборки понижается, распространяется больше частиц порошка и расплавляются новые области. Этот процесс повторяется до тех пор, пока деталь не будет закончена. Схема процесса представлена на рисунке 1.

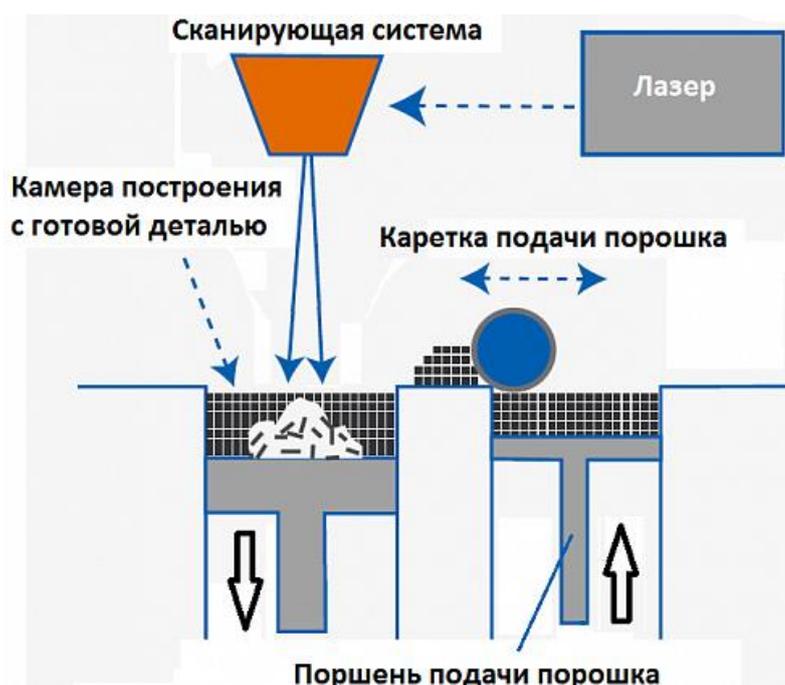


Рисунок 1 – Схема процесса лазерного сплавления [57]

Использование оптимального диаметра луча и комбинации мощности лазера очень важно для того, чтобы можно было избежать дефектов и возможного испарения материала при изготовлении сплавов. Таким образом, современные коммерческие аппараты СЛП, как правило, сочетают малый диаметр луча (~ 60 мкм) с мощностью лазера до 400 Вт или другую комбинацию луча большего диаметра (~ 100-500 мкм) в сочетании с более высокой мощностью лазера до 1 кВт. Использование луча малого диаметра при очень высокой мощности лазера может вызвать испарение материала и образование скважин из-за очень концентрированной энергии и перегрева небольшого участка. Следовательно, увеличение размера лазерного пятна позволяет использовать лазеры высокой мощности без перегрева, но это может ухудшить точность и шероховатость поверхности деталей. Для решения этой проблемы был предложен новый подход, известный как стратегия «корпусного ядра». Эта стратегия включает набор параметров высокой производительности для сердечника и набор параметров высокой точности для внешней области, что приводит к сочетанию таких свойств, как высокая скорость сборки, высокая геометрическая точность и низкая шероховатость поверхности. Набор основных параметров включает большой размер пятна, большой интервал штриховки и большую толщину слоя, что обеспечивает большую ванну расплава внутри детали [56].

1.9.2 Метод электронно-лучевого плавления (ЭЛП)

Еще один из методов аддитивного производства металлов для изготовления сложных деталей из порошков титанового сплава – это электронно-лучевое плавление (ЭЛП), в котором используются электронные энергии пучка для послойного плавления металлического порошка в вакууме. Перспективная технология изготовления индивидуальных имплантатов из титановых сплавов. Обычно анатомические данные пациента реконструируются в 3D и используется для геометрического моделирования имплантатов.

В электронно-лучевом плавлении используется управляемая

компьютером электронная пушка для создания трехмерных объектов непосредственно из металлического порошка. Как и другие методы, использующие АП, электронно-лучевое плавление создает объекты слой за слоем. Основным принципом этой технологии является создание структур путем селективного плавления дискретных слоев порошка электронным пучком в условиях вакуума [58].

Источником энергии для процесса плавления является электронный пучок, испускаемый вольфрамовой нитью, который управляется двумя магнитными катушками для фокусировки и контроля положения и диаметра луча. Схема процесса электро-лучевого плавления, представлена на рисунке 2.

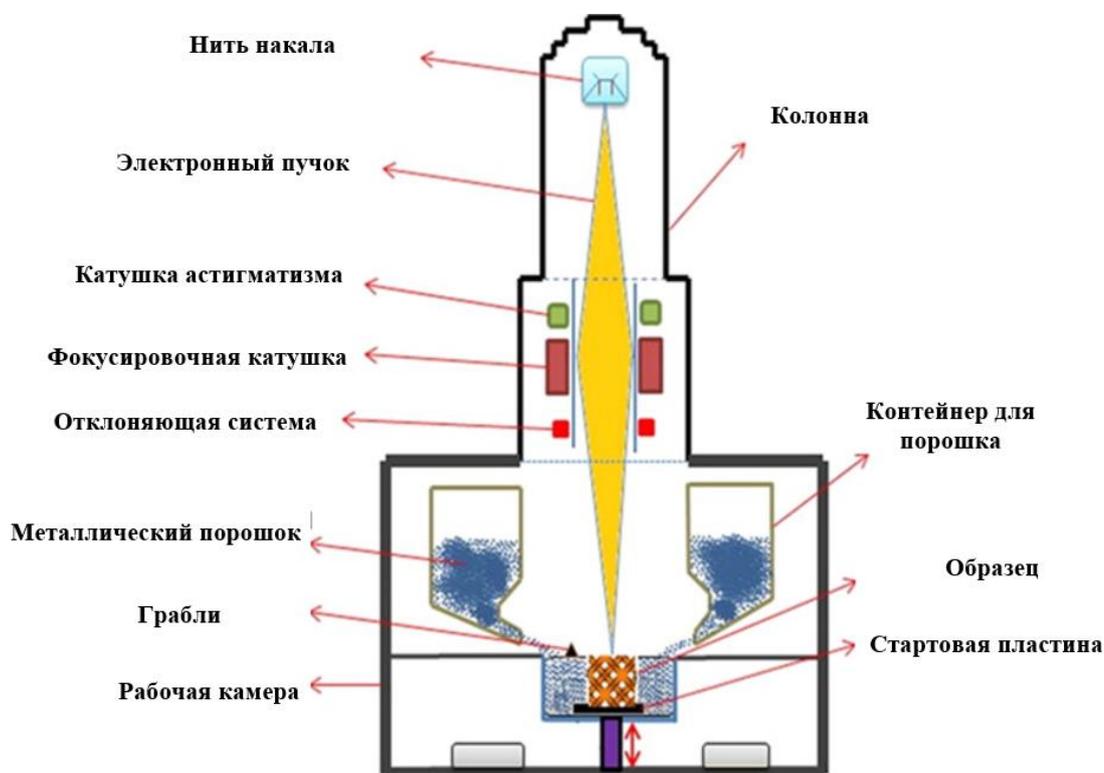


Рисунок 2 – Схема процесса электро-лучевого плавления [57]

Во время изготовления образцов методом ЭЛП каждый срез делится на две области – контуры и квадраты. Внутри этих контуров, обычно строится необходимая деталь. Процесс осуществляется в условиях вакуума для устранения примесей и обеспечения высоких прочностных свойств готового изделия. Окончательная структура представляет из себя пористую решетчатую структуру и каркас, способствующий росту костей. После завершения конструкции изготовленные образцы остаются в камере до охлаждения. После

изготовления образец обрабатывается с помощью ультразвука, где удаляются все излишки порошка. Кроме того, могут применяться, такие процессы, как фрезерование, токарная обработка, полировка, для обработки готового изделия [59].

Электронно-лучевое плавление (ЭЛП) это производственный метод изготовления индивидуальных сложных имплантатов из титанового сплава. С использованием комбинации процессов электронно-лучевой плавки (ЭЛП) и распыления для изготовления сплавов TNZT, технологии аддитивного производства позволят расширить спектр материалов с низким уровнем токсичных, аллергических или нежелательных примесей и механическими свойствами подходящими для регенеративной медицины [60]. Оценка средней приложенной энергии на площадь и объем материала во время плавления слоя может быть выполнена путем вычисления энергии площади (E_A) и объемной плотности энергии (E_v) следующим образом:

$$E_A = \frac{P}{v \cdot L_{off}} = \frac{U \cdot I}{v \cdot L_{off}}, \left[\frac{J}{mm^2} \right] \quad (1)$$

$$E_v = \frac{P}{v \cdot L_{off} \cdot t} = \frac{U \cdot I}{v \cdot L_{off} \cdot t}, \left[\frac{J}{mm^3} \right] \quad (2)$$

где v – скорость луча;

P – мощность луча;

U – напряжение;

I – ток пучка;

L_{off} – смещение линии (расстояние между линиями штриховки);

t – толщина слоя.

Для контроля температурного режима аддитивного производства на дне стартовой пластины крепятся 2 термопары, контролирующих стабильность процесса в режиме изготовления изделия. Технологическая схема предварительного спекания-(нагрева)-плавления-(нагрева)-осаждения порошка. Из-за небольших размеров образцов и плавления слоев непосредственно на стартовой пластине, температура, измеренная в нижней части стартовой пластины, хорошо отражает температуру образцов. Образцы с поверхностной

энергией 4,4 Дж/мм² были выбраны для дальнейших исследований, поскольку они обладали наилучшими морфологией, сохраняли свою целостность и имели наименьшее количество производственных дефектов.

1.10 Модифицирование поверхности титановых сплавов

Физико-механические свойства биоматериалов, такие как отсутствие токсичности, коррозионная устойчивость, модуль упругости и усталостная прочность, уже давно признаны очень важными с точки зрения выбора биоматериалов для биомедицинского применения. В результате установки имплантата взаимодействие между биологической средой и искусственными имплантатами. Поверхность материала играет важную роль в реакции биологической среды на искусственные медицинские устройства, вживляемые в организм. Часто биомедицинским имплантатам, изготавливаемым из титана или титановых сплавов, требуются особые свойства поверхности [61]. Например, для достижения биологической интеграции необходимо иметь активное формирование новой костной ткани на месте старой, стимулирование факторов роста, способствующих новообразованию кости, а также улучшения процессов пролиферации. В других областях применения также требуется хорошая износостойкость и коррозионная стойкость. Разрабатываемые методы модификации поверхности должны не только сохранять объемные свойства титана и его сплавов, такие как относительно низкий модуль, усталостная прочность, обрабатываемость, формирование костной ткани, но также улучшать свойства поверхности, необходимые для различных клинических применений. Далее рассмотрены методы используемые для модификации поверхности титановых имплантатов [62].

Существуют различные методы пост модификации поверхности, направленные на снижение напряжений, связанные с быстрым охлаждением поверхности после изготовления имплантатов с помощью аддитивных методов.

Общие методы механической модификации поверхности, такие как механическая обработка, шлифовка, полировка и пескоструйная обработка,

включают физическую обработку, придание формы или удаление частиц с поверхности материалов. Обычно целью механической модификации является получение определенной топографии и шероховатости поверхности, удаление поверхностных загрязнений и улучшение адгезии [63].

Химические методы обработки титана и его сплавов в основном основаны на химических реакциях, протекающих на границе раздела титан-раствор. К ним относятся такие как обработка кислотой, щелочью, травление, нагревание и пассивация, химическое осаждение из паровой фазы [64].

Во время некоторых процессов модификации поверхности, таких как термическое напыление и физическое осаждение из паровой фазы, химических реакций не происходит. При этом формирование поверхностно-модифицированного слоя, пленок или покрытий на титане и его сплавах в основном связано с тепловой, кинетической и электрической энергией. В процессе термического напыления материалы покрытия термически расплавляются в капли жидкости и наносятся на подложку с высокой скоростью (кинетическая энергия). Физическое осаждение из паровой фазы приводит к осаждению пленки в вакууме за счет реакции между поверхностью подложки и твердым металлом, трансформируемым в пар, который осаждается в виде атомов, молекул или ионов, генерируемых мишенью и переносимых на поверхность подложки, на которой происходит конденсация [65].

Для модификации поверхности титана и титановых сплавов часто используют технологии, устойчивые к белкам, и технологии иммобилизации белков. Во многих случаях желательна интеграция имплантата с новообразованной тканью. Таким образом, адсорбция клеточно-адгезивных белков или биоактивных белков является важным аспектом процесса заживления. Костный морфогенетический белок может быть иммобилизован на поверхности Ti-6Al-4V для повышения биоактивности [66].

Метод модификации ионным облучением характеризуется бомбардировкой частицами, которые изменяют поверхность подложки и влияют на процесс изменения поверхности. Различные процессы ионного осаждения,

например, электродуговое ионное покрытие и плазменно-иммерсионное ионное покрытие, импульсный-электронный пучок используются для получения твердых пленок, покрытий и модифицированных поверхностей на различных титановых подложках [67].

Обработка ионным пучком также является одним из перспективных методов обработки поверхности титановых сплавов. В данном случае ионы попадая на поверхностный слой твердой подложки посредством бомбардировки облучают ее. Использование высокоэнергичных ионов дает возможность ввести широкий спектр атомных частиц, не зависящих от термодинамических факторов, что позволяет получить концентрации и распределения примесей, представляющие особый интерес. Ионный пучок обычно довольно мал, поэтому либо ионный пучок, либо образец сканируются в растровом виде для достижения равномерной имплантации на большой площади. В зависимости от размера и геометрии образца для оптимизации ионной имплантации трехмерных объектов были разработаны манипуляции с заготовками, состоящие из линейного перемещения вдоль одной оси или вращения вокруг одной или двух осей, а также очень сложные конечные станции с компьютерным управлением. В данном случае для модификации используется импульсный электронный пучок, который позволяет снизить шероховатость в результате обработки поверхности и удалить частицы порошка и непролавы, которые в основном остаются у поверхности и по краям образцов изготавливаемых ЭЛП [68].

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

2.1 Изготовление образцов сплава титана TNZT

Все образцы были изготовлены методом ЭЛП на установке Arcam EBM S12, который позволяет производить изделия с высокой степенью свободы дизайна. В основе метода лежит использование высоко электронных пучков для спекания и плавления металлического порошка в вакуумной камере с последовательным образованием слоев, повторяющих контуры цифровой модели. На основе исследованной литературы с учетом свойств и размера легированного сферического порошка задавались параметры спекания порошка. Эталонным файлом, в котором менялись дальнейшие характеристики был принят EBM29-50 μm . Первоначальные параметры: ширина рабочей поверхности 70 мм для маленького стола, для рабочего вписанного квадрата площадь равна 56 мм. Мониторинг процесса выполнялся с помощью стандартных термопар и заземления, расположенных под рабочей пластиной. Для печати титан-ниобиевых сплавов методом аддитивных технологий были созданы модели, которые задавали длину, ширину и высоту образцов. Параметры печати определялись, опираясь на предыдущие работы, которые выполнялись на установке Arcam EBM S12, а также исходя из литературного анализа. В результате для печати выбраны некоторые стартовые параметры спекания и плавления порошка, в дальнейшем они варьировались, опираясь на результаты проводимого эксперимента. Были изготовлены модели для девяти кубических образцов размером 10 мм \times 10 мм \times 10 мм - EBM 38, рисунок 3. Для каждого из образцов рассчитывалась скорость луча и ток луча (I) исходя из первоначального значения линейной энергии (E_l) и значения поверхностной энергии (E_a). Однако одинаковые значения E_a и E_l энергии могут быть достигнуты с помощью разных комбинаций мощности, скорости пучка, расстояния между рядами, стратегии сканирования и толщины слоя. Ограниченное количество порошка не позволяло провести обширный поиск параметров экспериментального процесса. Вместо этого были наложены ограничения на объем контейнеров (250-300мл), в целях экономии порошка Ti-

Nb-Zr-Ta. Образцы изготавливались до тех пор, пока не был израсходован порошок в резервуаре для подачи, либо пока не переставал двигаться рабочий стол, в связи с этим высота образцов варьировалась в зависимости от данных параметров.

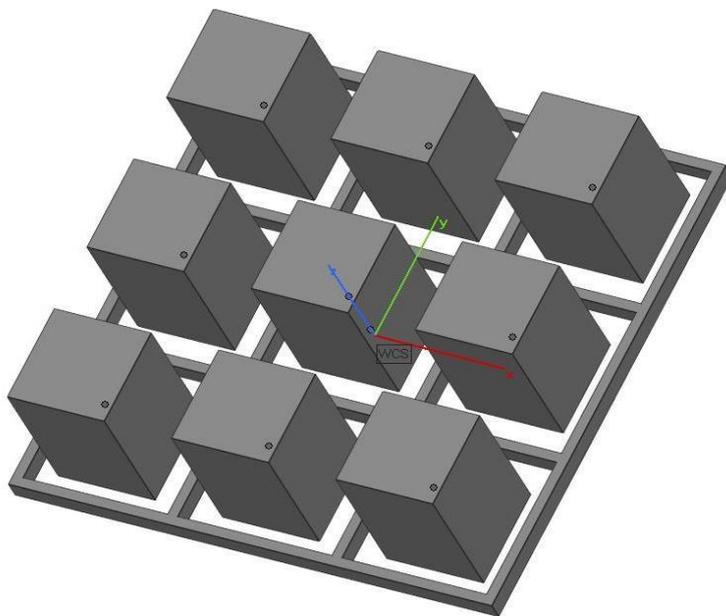


Рисунок 3 – Изображение модели твердых образцов, больших и малых сеток EBM 38

2.2 Модифицирование образцов импульсным электронным пучком

В качестве пост-обработки образцов TNZT использовалось импульсное электронное плавление. Принцип действия модификации поверхности состоит в том, что сосредоточенный поток энергии, действующий на материал, вызывает сверхбыстрый нагрев, плавление и испарение поверхностного слоя, на который была передана энергия. Динамические напряжения, возникающие в процессе, приводят к интенсивным деформационным процессам в материале. По окончании энергетического импульса происходит сверхбыстрое затвердевание расплава. Сочетание этих процессов делает данный метод перспективным для модификации материала и придания ему улучшенных физико-химических и прочностных свойств [69]. Схема изготовления, обработанного и необработанного образцов сплава TNZT представлена на рисунке 4.

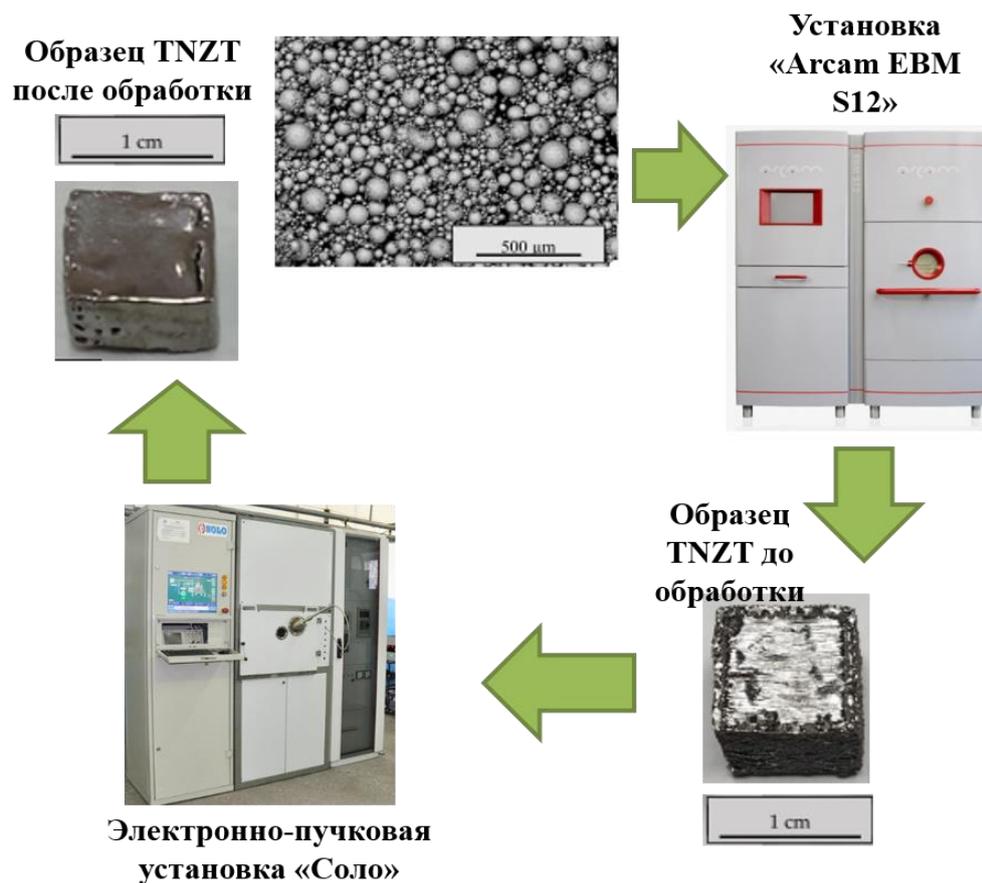


Рисунок 4 – Схема изготовления, обработанного и необработанного образцов сплава TNZT

Источники пучка – системы, производящие малую энергию $\sim 10\text{--}40$ кэВ, высокоточные ($10^2\text{--}10^3$ А/см²) электронные пучки \sim ЛЕНСЕВ (низкоэнергетические высокоточные электронные пучки) с длительностью импульса до 10^{26} с. С увеличением плотности энергии пучка толщина модифицированного слоя увеличивается от долей микрометра до нескольких микрометров, это улучшает прочностные свойства материала и изменяет шероховатость поверхности. Электронный пучок большой площади плавления вызывает ряд изменений в приповерхностной микроструктуре образцов, которые могут быть использованы для адаптации механических и коррозионных свойств до желаемого применения без ущерба для свойств материала [70-71].

2.3 Сканирующая электронная микроскопия

Сканирующий электронный микроскоп (СЭМ) – это многофункциональный современный прибор, который в основном используется

для наблюдения за поверхностными явлениями материалов. Сканирующий электронный микроскоп использует точно сфокусированный пучок электронов, чтобы выявить подробные характеристики поверхности образца и предоставить информацию, касаясь его трехмерной структуры. СЭМ создает изображения, которые могут отображать информацию о составе и топографии поверхности материала.

СЭМ создает увеличенные подробные изображения объекта путем сканирования сфокусированного пучка электронов. Это работает иначе, чем в просвечивающих электронных микроскопах, поскольку электронный луч проходит прямо через объект. Электроны создаются и запускаются с помощью электронной пушки, которая ускоряет микроскоп, проходя через серию линз и отверстий, создавая сфокусированный пучок, который затем взаимодействует с поверхностью образца.

Образец помещается на предметный столик в камере микроскопа до того, как в камере создается вакуум с помощью ряда насосов. Уровень вакуума зависит от конструкции микроскопа, в то время как некоторые микроскопы предназначены для работы в условиях низкого вакуума, а это означает, что камеру не нужно откачивать. Катушки сканирования контролируют положение электронного луча над линзой объектива. Эти катушки позволяют лучу сканировать поверхность образца, позволяя сопоставлять информацию об определенной области. Взаимодействие между образцом и электроном создает ряд сигналов в виде вторичных электронов, обратно рассеянных электронов и характеристического рентгеновского излучения, которые затем обнаруживаются детекторами. Детектор создает изображения, которые отображаются на экране компьютера [72-73].

Электронная микроскопия обычно используется для визуализации образцов, что позволяет получать изображения с высоким разрешением из небольших областей образца, как правило, в диапазоне нескольких микрометров.

2.4 Энергодисперсионный рентгеновский анализ

Исследование состава поверхности сплава проводилось методом энергодисперсионного рентгеновского анализа (ЭДРА) на микроскопе с катодом Шоттки Tescan MIRA 3 LMU.

Основным принципом ЭДРА является генерация рентгеновских лучей от образца с помощью электронного луча. Рентгеновские лучи генерируются в соответствии с характеристиками и природой элементов, присутствующих в образце. Следовательно, этот метод также может быть использован для измерения энергии испускаемого рентгеновского излучения. Этот метод дает точные результаты не только для обнаружения элементов, но и для определения их концентрации после поддержания идеальных инструментальных условий. В базовых системах ЭДРА присутствуют три основных компонента. Эти компоненты включают детектор рентгеновского излучения, импульсный процессор для измерения напряжения относительно энергии рентгеновского излучения и компьютерную систему. Детектор рентгеновского излучения расположен так, чтобы перехватывать рентгеновское излучение, испускаемое образцом.

Испускаемое образцом рентгеновское излучение регистрируется детектором рентгеновского излучения. При входе в детектор рентгеновское излучение генерирует небольшой ток, который затем преобразуется в импульс напряжения. Импульс напряжения зависит от энергии рентгеновского излучения. Затем можно построить гистограммы этих данных после измерения импульса напряжения в течение 60-секундного периода. Эта гистограмма представляет энергетический спектр рентгеновского излучения, с помощью которого можно проводить элементный анализ.

Некоторые образцы излучают рентгеновское излучение с низкой энергией, и эти низкие или слабые сигналы могут быть усилены за счет использования более высоких токов пучка или увеличения времени визуализации. Увеличенный телесный угол детектора ЭДРА также может решить эту проблему [74].

2.5 Дифракция обратного рассеяния электронов

С помощью метода дифракции обратного рассеяния электронов (ДОРЭ) была получена информация о кристаллографической ориентации, характере границ зерен и фазовом распределении от одно- и многофазных кристаллических материалов посредством сбора и анализа картин дифракции обратного рассеяния электронов на сканирующем электронном микроскопе с катодом Шоттки Tescan MIRA 3 LMU (TESCAN ORSAY HOLDING, Brno, Czech Republic), оборудованного системой регистрации обратно отраженных электронов Oxford Instruments Nordlys (Oxford Instruments, High Wycombe, UK) [75].

Как правило, ДОРЭ проводится на небольшой глубине внутри образца, поэтому исследуемые образцы не должны иметь повреждений кристаллических решеток на поверхности. Механическое шлифование и полировка при подготовке образцов приводят к повреждению кристаллических решеток вблизи поверхности большинства материалов.

В связи с этим, проводится дополнительная химическая полировка образцов с использованием суспензии коллоидного кварца Col-K (NC) после того, как они были отполированы с помощью абразивов, затем проводилась полировка ионным пучком [76].

С помощью сопутствующего программного обеспечения для каждой съемки строились ориентационные карты для выбранного участка образца, картины качества расшифровки картин Кикучи (“Image Quality”), полные полюсные фигуры, в некоторых случаях – ФРО, рассчитывались объемные доли отдельных ориентировок с отклонением $\pm 10^\circ$. Там, где конусообразные пучки электронов пересекаются с флуоресцентным экраном, они «проявляются» в виде тонких полос, что и называется полосами Кикучи. Каждая из этих полос соответствует определенной группе кристаллических плоскостей [77]. Схема метода дифракции обратного рассеяния электронов (ДОРЭ) представлена на рисунке 5.

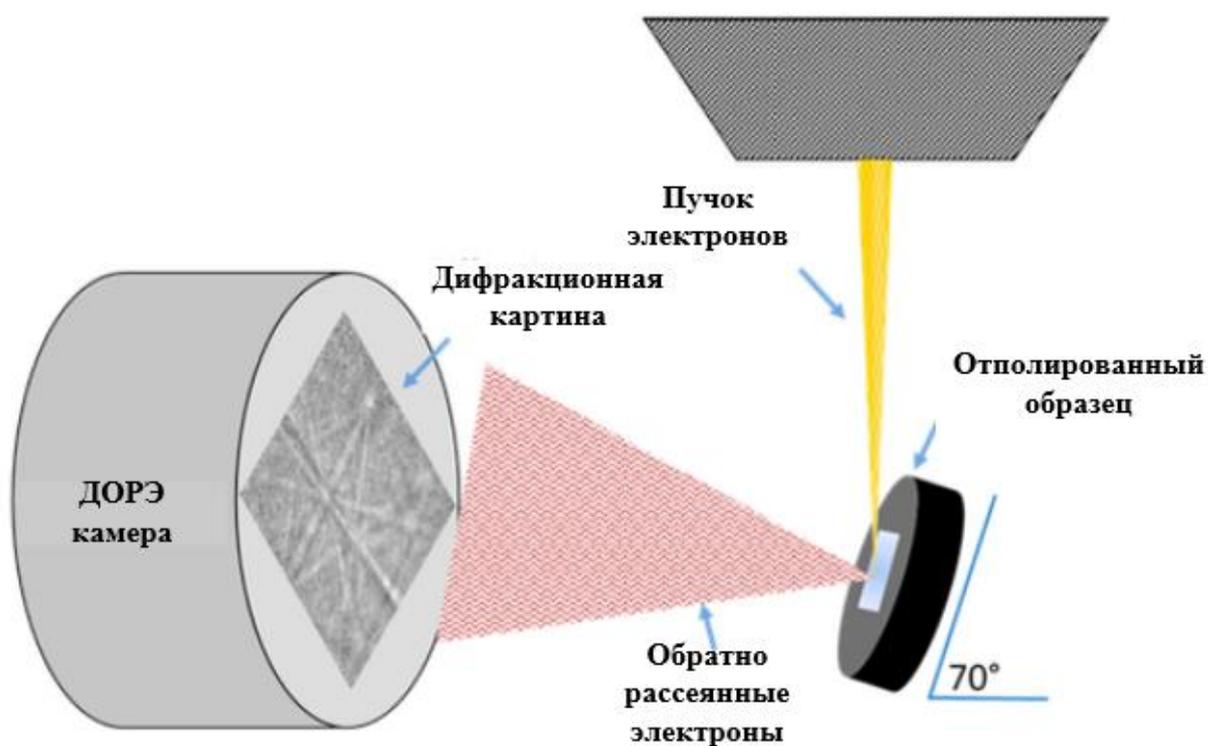


Рисунок 5 – Схема метода дифракции обратного рассеяния электронов [76]

2.6 Рентгенофазовый анализ

Определение фазовой состава и структуры порошка и образцов титанового сплава проводится с помощью рентгеновского дифрактометра, он представляет собой устройство для измерения интенсивности в заданном направлении излучения и направления рентгеновских пучков, которые дифрагируются на исследуемом образце под определенным углом. При работе на дифрактометрах чаще всего для фокусировки используется метод Брэгга – Brentano, так как в устройстве необходимо использовать фокусирующую геометрию съемки. В данном методе поверхность образца должна находиться на оси вращения гониометра.

Вся информация, относящаяся к кристаллической структуре и фазовых переходов, в частности, к количественному составу многофазного образца, хранится в его дифрактограмме. Элементный состав многофазного образца может быть определен химическими и спектроскопическими методами. В РФА

же интенсивности дифракционных линий фазы в многофазном образце пропорциональны фазовой доле, и количественный анализ можно получить, если выполнить поправку на поглощение рентгеновских лучей в образце.

Если рассматривать диоксид титана, массовый процент остается неизменным независимо от того, как эти атомы расположены, однако диоксид титана может существовать, по крайней мере, в трех различных формах. В зависимости от расположения атомов в образце зависят, и его физические свойства. В методе РФА необходимо перевести экспериментальные данные с изображения на 2θ в зависимости от интенсивности для справочных целей. Почти все ссылки Международного центра дифракционных данных (ICDD), который является базой данных, представлены в форме зависимости 2θ от интенсивности. Степень кристалличности материала в том числе можно определить по форме исследуемых пиков, а также по их интенсивности. Степень кристалличности – это величина, показывающая какая часть полимера (по массе или объему) является кристаллической, то есть входит в состав полимерных кристаллитов. Степень кристалличности зависит от материала и метода обработки, причем увеличение скорости охлаждения обуславливает уменьшение времени на образование правильного кристаллического порядка [78]. Систематическое изменение параметров элементарных ячеек приводит к сдвигу рефлексов в ту или иную сторону. В случае расчета микронапряжений, сжатия-растяжения происходят хаотически, что приводит к эффективному уширению рефлексов. Размеры ОКР и микродеформации могут быть получены из выражений (3) микродеформации и (4) размер ОКР

$$\varepsilon = \frac{a}{a_0} = \frac{\beta}{4 \operatorname{tg} \theta} \quad (3)$$

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \frac{2\theta}{2}} \quad (4)$$

где β – интегральная ширина;

Часто используемые методы количественного определения фазы:

1. Метод RIR: на основе эталонных соотношений интенсивностей

(значений RIR) и определенных масштабных коэффициентов. Результаты являются только «полуколичественными», если значения RIR не были определены для конкретной исследуемой смеси.

2. Метод калибровки: на основе интенсивности или площади пика на фазу. Концентрации получают из калибровочной линии, предварительно созданной из набора стандартных образцов известных составов. Таким же образом можно определить количество аморфных соединений.

3. Метод автомасштабирования: количественная оценка полного образца на основе ранее измеренных индивидуальных профилей интенсивности всех компонентов смеси и значений RIR. Этот метод особенно подходит для глин с пиками неправильной формы или когда необходимо количественно определить несколько аморфных фаз. Также подходит для определения степени кристалличности.

4. Полнопрофильное уточнение (метод Ритвельда): нестандартный количественный РФА, в котором рассчитанные дифрактограммы каждой фазы меняются до тех пор, пока не будет получено наилучшее соответствие экспериментальной картине. Из определенных масштабных коэффициентов можно вывести фазовые концентрации. Этот метод требует данных атомной кристаллической структуры всех фаз в качестве исходных данных для уточнения. Он особенно эффективен для сложных фазовых смесей, показывающих сильное перекрытие пиков.

Метод RIR и нестандартный метод – нормируют содержание кристаллических фаз на 100%. Интенсивность рефлексов данной фазы на дифрактограмме зависит от ее объемной доли в смеси.

Фазовый состав сплава TNZT оценивали с помощью измерения дифракции рентгеновских лучей (XRD) на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD-7000S, ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$, напряжение = 40 кВ, ток = 30 мА) в диапазоне 2θ от 10 до 90°, скорость сканирования составляла 10°/мин.

2.7 Исследование шероховатости поверхности

Шероховатость поверхности измерялась с помощью контактного профилометра Hommel Tester t1000. Наиболее важными параметрами при измерении шероховатости образца являются параметры высоты. Среди параметров высоты наиболее широко используемыми параметрами являются средняя шероховатость (R_a) как среднее арифметическое абсолютных значений отклонений высоты от базовой линии профиля поверхности, R_z – сумма средних абсолютных значений высот пяти наибольших выступов профиля и глубин пяти наибольших впадин профиля в пределах базовой длины, R_{max} – наибольшая высота профиля. Профиль микронеровностей представлен на рисунке 7

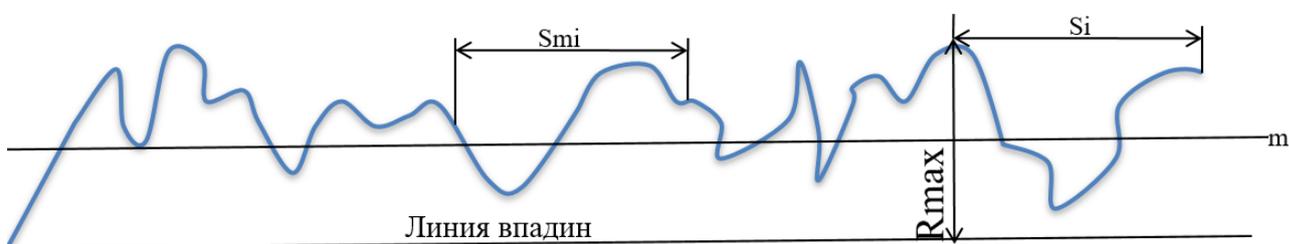


Рисунок 6 – Профиль микронеровностей

Средняя шероховатость может иметь одинаковое значение для образцов с разными профилями шероховатости, поскольку ее значение зависит только от профиля средней высоты. По этой причине, для полной характеристики образцов, такие параметры, как R_z и R_{max} , измеряются в случае, когда требуется более важная информация, например, чтобы различать пики и впадины [79-81].

2.8 Физико-механические испытания

Нанотвердость поверхности исследовалась с помощью системы Hysitron Nano triboindenter TI-950 (Hysitron Inc., США). Измерение нанотвердости проводилось с помощью алмазного наноиндентора Берковича, который представляет собой усечённую трёхгранную алмазную пирамиду с общим углом $142,3^\circ$. Образцы титанового сплава были предварительно подготовлены для исследований очищены и механически отполированы, чтобы на них не осталось царапин. Скорость нагрузки, использованная для измерения, составляла 1000 мкН/с , а максимальная прикладываемая нагрузка в каждом случае составила

примерно 8000 мкН. Количество отступов для каждого сплава равнялось 50, а время выдержки для каждого отпечатка было равно 10с. Глубина вдавливания варьировалась, чтобы минимизировать влияние шероховатости поверхности и жесткого основания [82-84].

ГЛАВА 3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

3.1 Исследование структуры и фазового состава порошка сплава TNZT

На рисунке 7 представлены СЭМ-изображения частиц предварительно легированного порошка TNZT. СЭМ-изображения были использованы для определения формы частиц и размер порошка титанового сплава TNZT. Полученные изображения обрабатывались с помощью программы Image J для вычисления среднего диаметра частиц (рисунок 7). На основе полученных данных строилась диаграмма распределения.

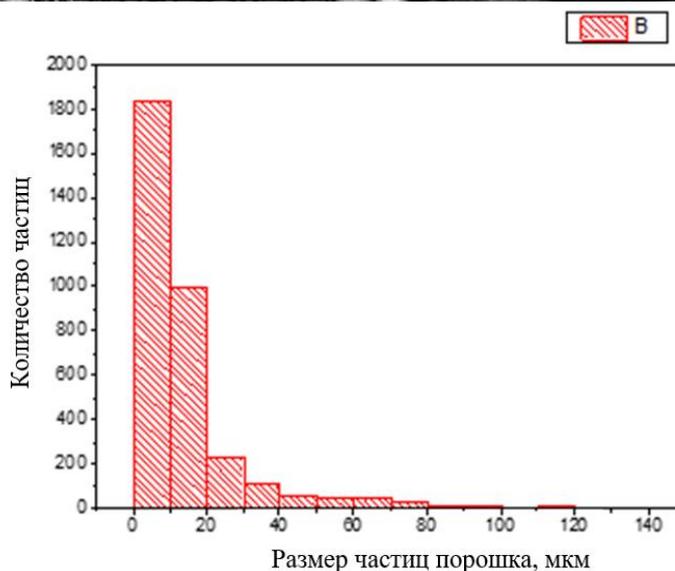
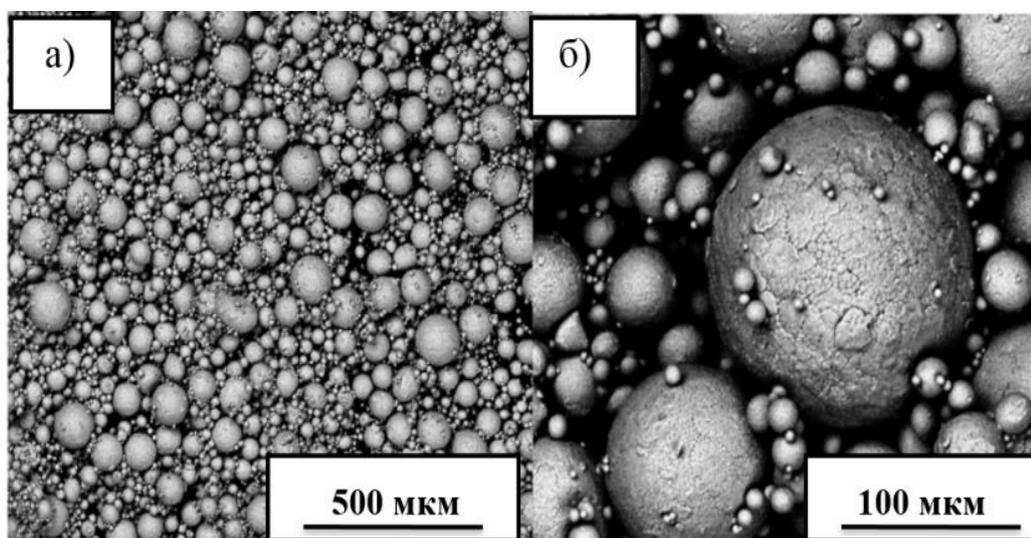


Рисунок 7 – СЭМ-изображения порошка титанового сплава TNZT, (б) распределение порошка по диаметру, да – средний диаметр порошка со стандартным отклонением

СЭМ-изображения показывают, что размер частиц варьируется от 1 до 120 мкм. Частицы порошка TNZT имели сферическую или почти сферическую форму с гладкой поверхностью и небольшим количеством сателлитов с типичным диапазоном диаметров частиц 1–120 мкм и средним размером частиц 14,7 мкм.

Функция суммарного объемного распределения частиц по размерам выражается несколькими квантилями распределения – с соответствующими им диаметрами. Распределение частиц порошка TNZT по размерам было $D_{10} = 115$ мкм, $D_{50} = 45$ мкм и $D_{90} = 9$ мкм, где D_{10} , D_{50} и D_{90} параметры, характеризующие ширину диапазона размеров распределения, и являются общепринятой характеристикой при описании результатов дисперсионного анализа зависящие от диаметров частиц порошка. Полученный результат говорит о максимальном содержании частиц с размером: $D_{10} = 115$ мкм – 10 %, $D_{50} = 45$ мкм – 50 % и $D_{90} = 9$ мкм – 90 %. Было обнаружено, что доля мелких частиц (<10 мкм) примерно вдвое больше, чем доля частиц всех других размеров.

Фазовый состав порошка и образцов TNZT полученных методом ЭЛП показан на рисунке 8

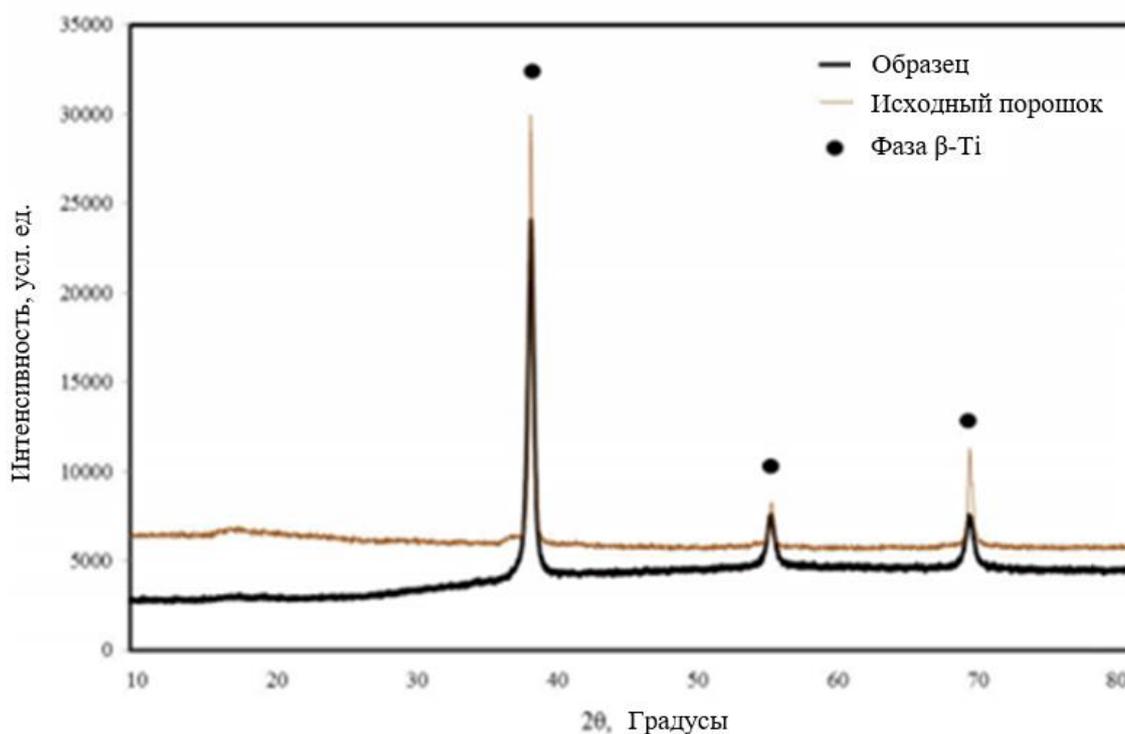


Рисунок 8 – Дифрактограммы образца и исходного порошка

Электронно-лучевое плавление порошка титанового сплава TNZT как правило сохраняет одну β -фазу с параметром решетки $a = 3,2931 \text{ \AA}$ в сплаве TNZT в исходном состоянии. Таким образом, можно сделать вывод, что процесс ЭЛП сохраняет кристаллическую структуру порошка [85-86].

3.2 Получение образцов титанового сплава TNZT

Выполнен подбор оптимальных параметров методом экспериментального подбора тока пучка, скорости, температуры, толщины слоя и смещения линии между двумя проплавленными рядами для данного сплава.

Металлические образцы на основе титанового сплава TNZT получены с использованием АТ методом электронно-лучевого синтеза. Благодаря вакууму внутри рабочей камеры и высокой температуре электронно-лучевое плавление позволяет получать изделия с пониженным содержанием нежелательных примесей. В результате индивидуально для каждого вида порошка подбираются рабочие параметры, так как состав и структура порошка для синтеза оказывает значительное влияние на рабочую температуру, которую фиксируют термопары. Для легированного сферического порошка сплава TNZT значение температуры было снижено до 520-610 °С, когда для смеси порошков Ti, Nb, Zr, Ta ее значение составляло 850 – 890 °С.

Параметры, варьирующиеся при изготовлении образцов сплава TNZT приведены в таблице 1. Скорость сканирования электронным пучком изменялась в диапазоне 407–4200 мм/с, ток пучка варьировался в диапазоне 3–22 мА, смещение линии варьировалось от 0,07 до 500 мкм, толщина слоя изменялась от 50 до 200 мкм. Варьирование параметров позволило достигнуть плотности энергии 11–89 Дж/мм³

Плотность энергии, приходящейся на объем материала, зависит от мощности пучка (P), скорости движения пучка (v), расстояния между двумя проплавленными рядами (L_0) и толщины слоя (δ) и рассчитывается согласно выражению (2):

$$E_v = \frac{P}{v \cdot L_{off} \cdot t} = \frac{U \cdot I}{v \cdot L_{off} \cdot t}, \left[\frac{J}{mm^3} \right] \quad (2)$$

Однако в связи с тем, что большая скорость не может быть просто компенсирована большей мощностью пучка или меньшей толщиной слоя, сравнение только по плотности энергии может приводить к неправильным заключениям.

Таблица 1 – Параметры процесса послойного электронно-лучевого синтеза сплавов титана

Толщина слоя δ , мкм	Температура preheat T, °C	Ток пучка, mA	Скорость сканирования v, мм/с	Расстояние между двумя проплавленными рядами, Lo, мм	Поверхностная энергия Ea, Дж/мм ²	Плотность энергии (Ev, Дж/мм ³)
TNZT						
50	780	3	407	0,1	4,4	88,5
50	790-800	18	3883	0,1	2,8	55,6
50	800-810	11	2149	0,1	3,1	61,4
		11	2409		2,7	54,8
		11	2626		2,5	50,3
		11	2149		3,1	61,4
		11	2409		2,7	54,8
		11	2626		2,5	50,3
		11	2149		3,1	61,4
200	842	11	2149	0,1	3,1	15,4
		11	2409		2,7	13,7
		11	2626		2,5	12,6
200	900	15	3219	0,1	2,8	14,0
		15	3608	0,07	3,6	17,9
		15	3932	0,07	3,3	16,3
100	580-600	3	407	0,1	4,4	44,2
		3	407	0,07	6,3	63,2
		3	497	0,1	3,6	36,2
100	520-610	3	407	0,1	4,4	44,2
		3	407	0,07	6,3	63,2
		3	497	0,1	3,6	36,2
100	520-610	3	407	0,07	6,3	63,2

В результате для изготовления был выбран режим: $\delta=100\text{мкм}$, $T=520-610$, $I=3\text{мА}$, $v=407\text{ мм/с}$, $h=0,1\text{мкм}$, $E_A=4,4\text{ Дж/мм}^2$ – так как образцы этой группы показали лучшую морфологию, сохранили целостность и имели наименьшее количество производственных дефектов.

3.3 Исследование топографии поверхности методом дифракции обратного рассеяния электронов

ДОРЭ-анализ был проведен с целью проведения исследования градиентной структуры образца. Основываясь на ранее проведенных исследованиях, опубликованных в работе [87], для образца TNZT характерна β -фаза, зная это, можно сказать что титана, имеющего ОЦК структуру в первом слое в исследуемой точке 78,3%, а во втором 86,6%, было обнаружено низкое содержание другой фазы или фаз (21,7% и 13,4%), что может быть отнесено к α'' -Ti (мартенситной структуре) рисунок 9 а,б. ДОРЭ-изображения были сняты для двух слоев образца с шагом 1мкм, в направлениях X1,Y1,Z1, при увеличении 200 мкм. Вычислена трехмерная кристаллографическая ориентация зерен образцов $\langle 001 \rangle$, $\langle 101 \rangle$, $\langle 111 \rangle$. По данным ДОРЭ-анализа для изображений (рис.9, а-в) характерна случайная текстура и преимущественно случайное распределение, разориентации зерен наблюдались для всех осей, что означает отсутствие какой-либо преимущественной кристаллографической ориентации зерен. Таким образом можно сказать, что на эти образцы не накладывается анизотропия из-за их ориентации зерен.

Анализируя ориентационные карты распределения текстурных компонент, рисунок 9 можно увидеть, что на изображениях сверху исследуемого образца в горизонтальном направлении в обоих слоях, наблюдаются крупные вытянутые бета-зерна, имеющие наклон примерно 30° по отношению к направлению исследования, тогда как внизу слоя размер зерен уменьшается, присутствуют большие и малые равноосные бета - зерна, наименьший размер зерна в слое равен 5 мкм

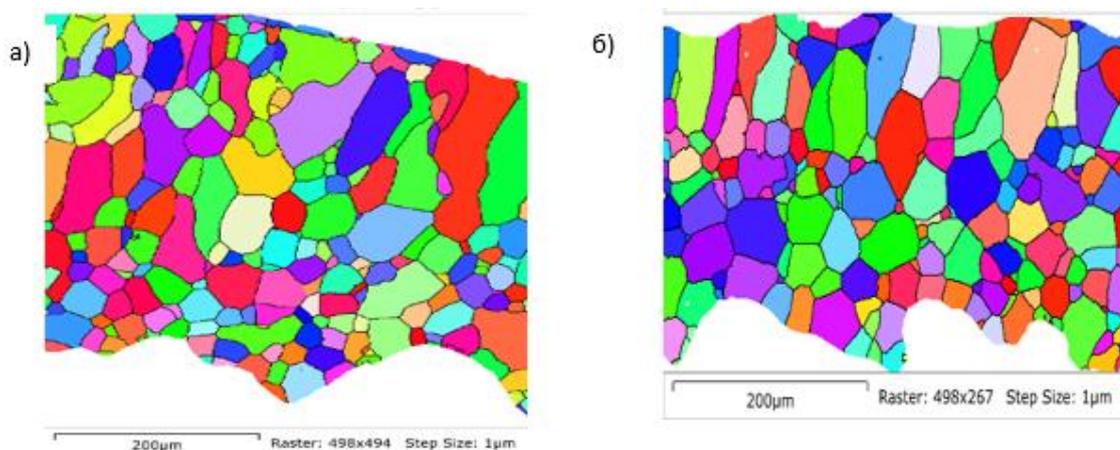


Рисунок 9 – Ориентационные карты распределения текстурных компонент для TNZT (а)слой 1, (б) слой 2

В результате на основе полученных данных были построены гистограммы распределения размеров зерен для каждого слоя, рисунок 10 а, б. Было обнаружено, что доля зерен (<40 мкм) примерно вдвое больше, чем доля частиц всех других размеров. На рисунке 11 представлены прямые полюсные фигуры для отображения статистических распределений ориентации отдельных частиц фаз.

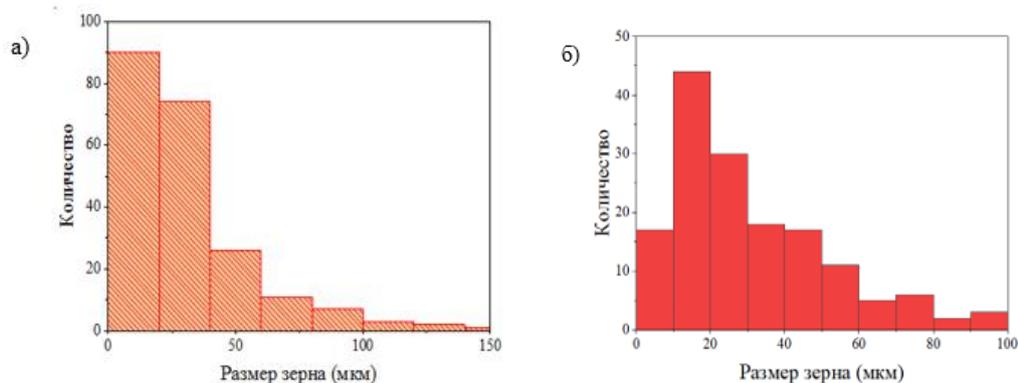


Рисунок 10 – Распределение зерен по размеру, (а) слой 1, (б) слой 2

В связи с тем, что β -Ti сплав имеет ОЦК структуру, достаточно рассмотреть прямые полюсные фигуры только в плоскости (110). На рисунке 11 видно наличие хаотически расположенных острых пиков большой интенсивности, что свидетельствует о кристаллографических механизмах формирования текстуры.

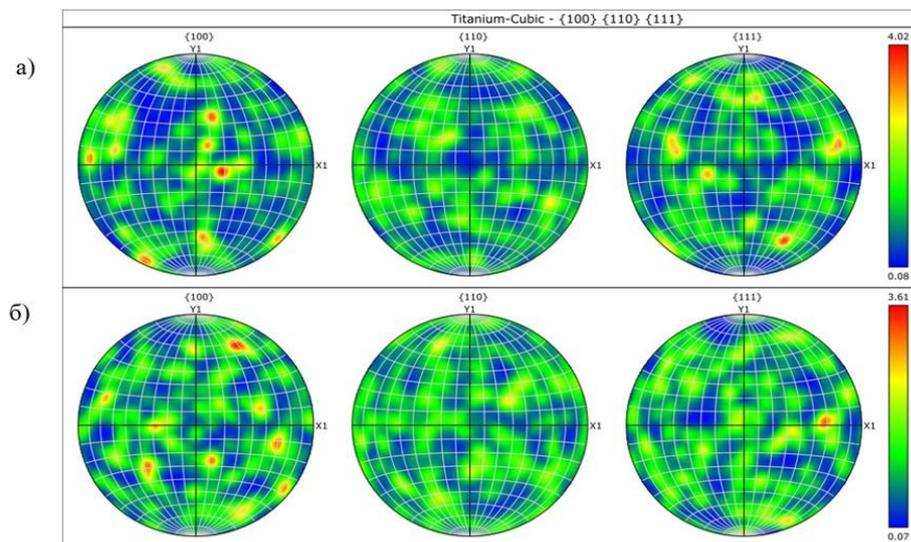


Рисунок 11 – Прямые полюсные фигуры ППФ, (а) слой 1, (б) слой 2

Также можно сказать, что развитие кристаллической структуры в процессе получения приводит к ослаблению и рассеянию текстуры. Хаотически расположенные острые текстурные максимумы свидетельствуют о появлении рекристаллизованных зерен.

Слабая кристаллографическая текстура с максимальной интенсивностью текстуры 4,02 и 3,61 была обозначена полюсными фигурами (ППФ), полученными в плоскости XY вдоль БД образцов в исходном состоянии (рисунок 11). Тем не менее было обнаружено достаточно большое количество зерен с ориентацией (100).

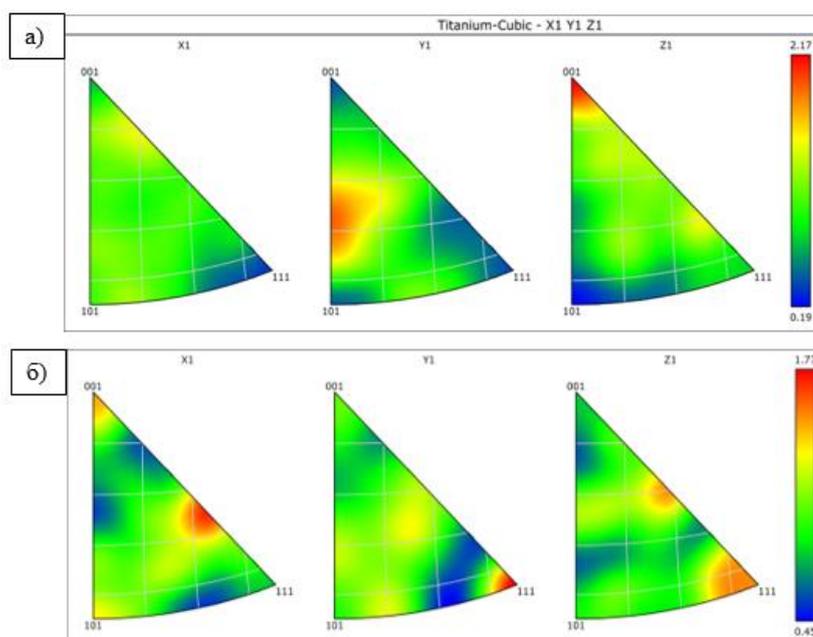


Рисунок 12 – Обратные полюсные фигуры ОПФ для сплава TNZT

На рисунке 12 представлены обратные полюсные фигуры (ОПФ) для трех основных направлений $\langle 001 \rangle$, $\langle 101 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$. Во всех трех направлениях преимущественно наблюдается средняя плотность, что свидетельствует о не ярко-выраженной текстуре исследуемого сплава TNZT. Кроме того, ОПФ указывали на слабую текстуру с максимальным индексом текстуры 2,17 и 1,77 (рисунок 12).

3.4 Исследование топографии и шероховатости поверхности сплава TNZT

Чтобы подробно охарактеризовать влияние обработки ИЭП на микроструктуру, был проведен анализ поверхности с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на микроскопе с катодом Шоттки Tescan MIRA 3 LMU (TESCAN ORSAY HOLDING, Brno, Czech Republic), оборудованного системой регистрации обратно отраженных электронов (BSE) Oxford Instruments Nordlys (Oxford Instruments, High Wycombe, UK), а также детектором регистрации вторичных электронов (SE) для образцов TNZT до обработки рисунок 13а, 13б и после рисунок 13в, 13г.

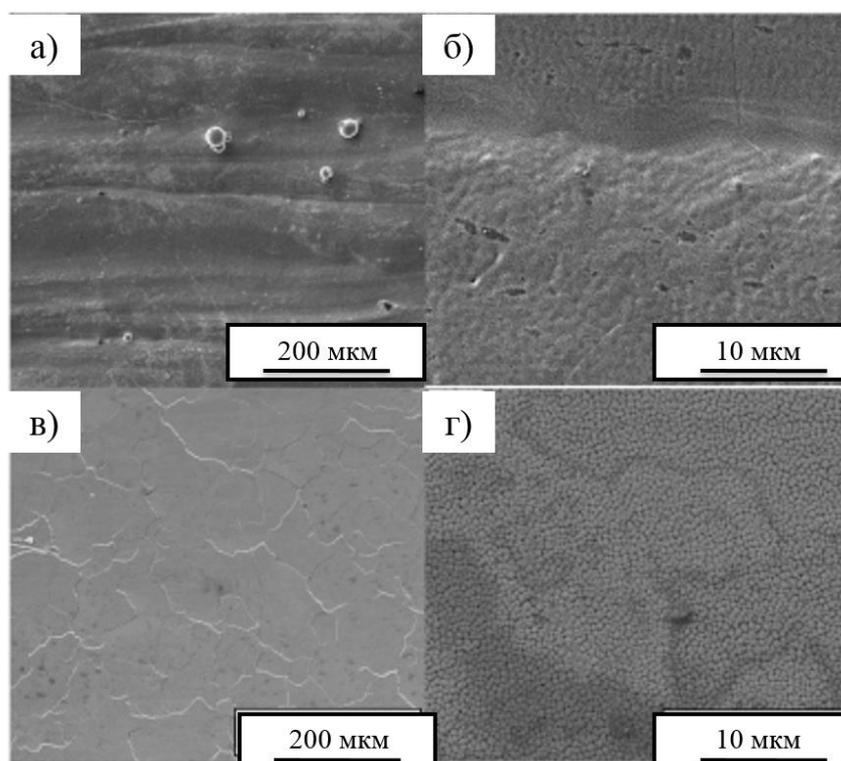


Рисунок 13 – СЭМ-изображения микроструктуры сплава TNZT, изготовленного методом ЭЛП, до (а, б) и после (в, г) обработки ИЭП

Проводилось исследование поверхности образцов титанового сплава до и после модифицирования ИЭП. На поверхности образцов, полученных электронно-лучевым плавлением, можно наблюдать частично расплавленные порошки размером приблизительно 25 мкм (рисунок 13 а, б). Поверхность сплава TNZT до обработки показывает отсутствие значительной волнистости и небольшую шероховатость, а также небольшое количество полурасплавленных частиц порошка на поверхности. После модификации ИЭП образцы имеют равномерную поверхность, дефекты, такие как трещины и поры отсутствуют. Образцы после обработки показали, формирование блочной зёрненной структуры, что связано с β -фазой., отсутствие не проплавленных частиц. Таким образом, полученные результаты свидетельствовали о том, что облучение ИЭП является эффективным способом модификации микроструктуры и топографии поверхности сплава TNZT, поскольку поверхность сплава TNZT после обработки является относительно однородной.

3.5 Исследование морфологии, шероховатости и элементного состава поперечного сечения образцов

Далее исследовались поперечные сечения образцов до и после обработки ИЭП с использованием сканирующего электронного микроскопа, а также с помощью детектора ЭДС, прикрепленного к автоэмиссионной пушке, СЭМ проводился количественный элементный анализ четырех областей.

На рисунке 14 представлены СЭМ изображения с SE и BSE детекторов для сплава TNZT. Как мы видим, на рисунке 14 (а), (б) структура образцов достаточно однородна, в сплаве имеется некоторое количество пор размером от 5 до 12 мкм и небольшое количество нерасплавленных частиц порошка (размер 40–70 мкм).

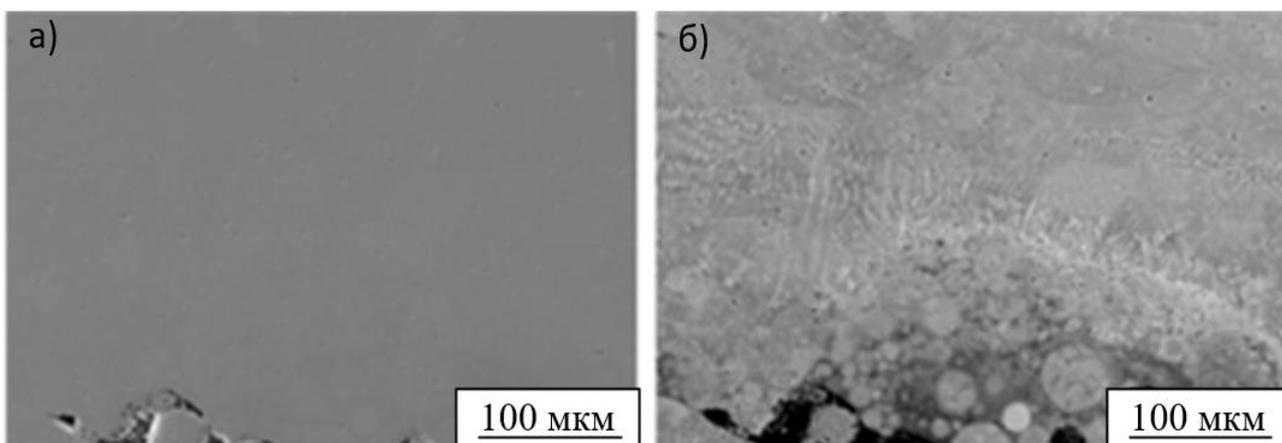


Рисунок 14 – Снимки СЭМ образца сплава TNZT до обработки ИЭП, полученного методом электронно-лучевого плавления с увеличением 100 мкм

Микроструктура для образцов после травления и обработки ИЭП представлена на рисунке 15. На Сэм-изображениях видна плотная и однородная структура образцов TNZT, изготовленных методом ЭЛП. В поперечных сечениях не наблюдается четкой линии обработки, однако можно увидеть, что в сплаве обработанном ИЭП. изменилась микроструктура, видны границы зерен, небольшие остаточные поры, а также равноосные β -зерна, контрастные области наблюдались по границам зерен β -фазы.

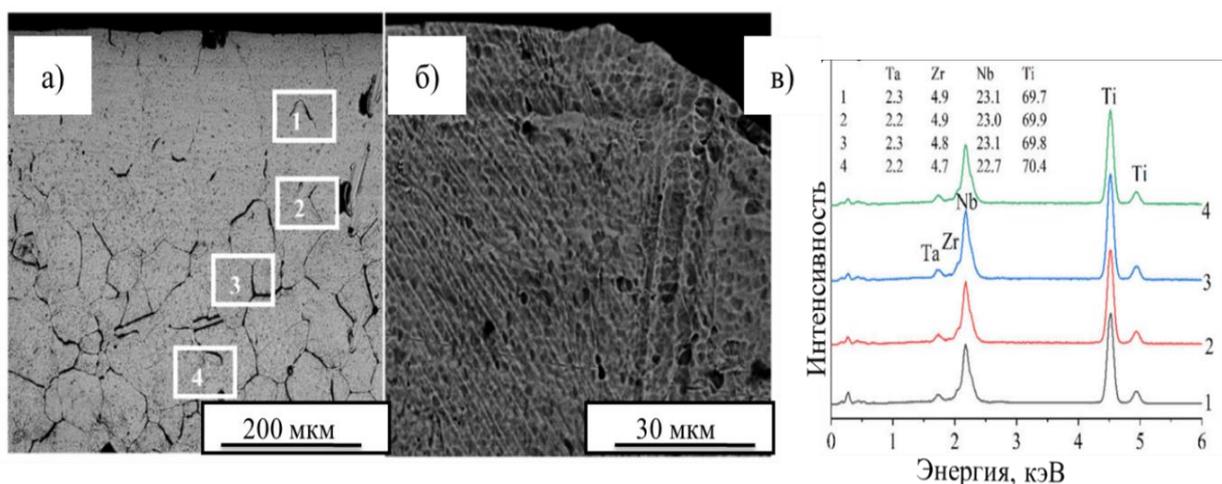


Рисунок 15 – (а,б) СЭМ-изображения отполированного и протравленного с помощью раствора Кролла образца сплава TNZT после обработки ИЭП; (в) Результаты ЭДРА для сплава TNZT, после обработки ИЭП в разных точках 1–4 на поверхности поперечного сечения образца

Кроме того, на основании профилометрии были измерены параметры шероховатости поперечного сечения образцов титанового сплава TNZT до

обработки ИЭП и после, среднее значение параметров представлено в таблице 2.

Таблица 2 – Данные измерения шероховатости образцов

Титановый сплав TNZT	R_{max}(мкм)	R_z(мкм)	R_a(мкм)
TNZT до обработки ИЭП	65,1±1,3	45,2±0,7	12,94±1,59
TNZT после обработки ИЭП	42,4±0,7	25,4±0,3	7,32±0,51

Проанализировав полученные данные, можно сделать вывод, что параметры шероховатости изменяются в результате модификации поверхности образцов с помощью ИЭП. Исходя из данных таблицы 2 видно, что значения шероховатости поверхности для обработанных ИЭП образцов титанового сплава TNZT снижается приблизительно в 2 раза. Для обработанных образцов титанового сплава шероховатость поверхности R_a в среднем равна 7,32±0,51, до обработки поверхности ИЭП среднее значение шероховатости поверхности образцов было равным 12,91±1,59. Следовательно, можно сказать, что обработка импульсным электронным пучком позволяет уменьшить шероховатость поверхности образца.

Исследование количественного элементного состава образца показало однородность состава, который соответствует номинальному составу сплава с массовым % содержанием Ti 54,68 %, Nb 33,77 %, Zr 6,82 % и Ta 4,73 %. Установлено, что состав поверхности не изменился после модификации ИЭП. Результаты анализа химического состава в различных точках показали, что образцы сплава TNZT после обработки ИЭП имеют одинаковую концентрацию элементов для всех рассмотренных точек исследования, также как образцы до обработки ИЭП, что свидетельствует о равномерном распределении элементного состава в образцах.

На рисунке 16 представлены СЭМ изображения с SE и BSE детекторов, а также ЭДРА-картирование Ti, Nb, Zr и Ta для сплава TNZT.

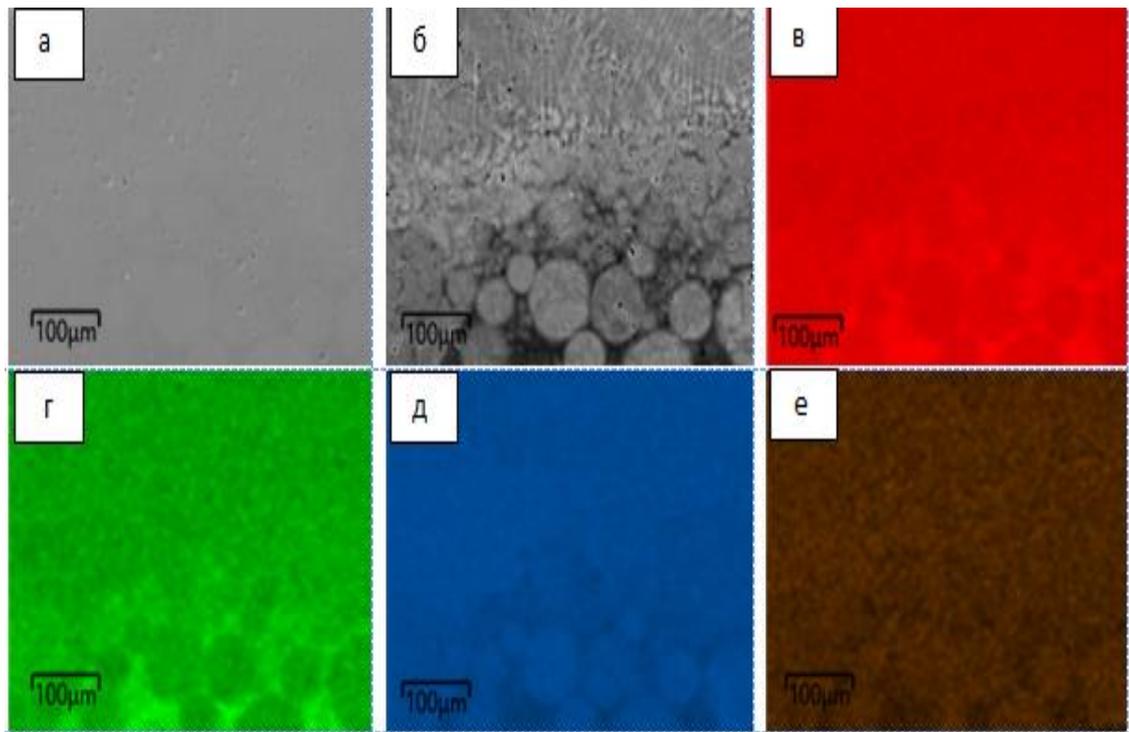


Рисунок 16 – (а,б) СЭМ-изображения отполированного образца сплава TNZT до обработки ИЭП; ЭДРА картирование легирующих элементов Ti (в), Zr (г), Nb (д) и Ta (е) для поперечного сечения образца TNZT

Как мы видим, на рисунке 16(а), (б) структура образцов достаточно однородна, в сплаве имеется некоторое количество пор размером от 5 до 12 мкм и небольшое количество нерасплавленных частиц порошка (размер 40–70 мкм). Результаты СЭМ и ЭДРА для объемного сплава TNZT (рисунок 16 в-е) показали наличие трех областей светло-серая, серая и темно-серая, серая область на СЭМ характеризует матрицу с равномерно распределенными элементами, темно-серая области, богатые такими элементами как Zr-Ti, междендритная область, состоящая из большого количества Ti, и светло-серая область дендритов, насыщенная Ta.

3.6 Рентгенофазовый анализ

Рентгенограммы, показанные на рисунке 17, подтверждают, что образцы ЭЛП до и после обработки ИЭП демонстрируют единственную фазу β - фазу ОЦК структуры, аналогичную фазовому составу легированного порошка TNZT из которого были изготовлены исследуемые образцы.

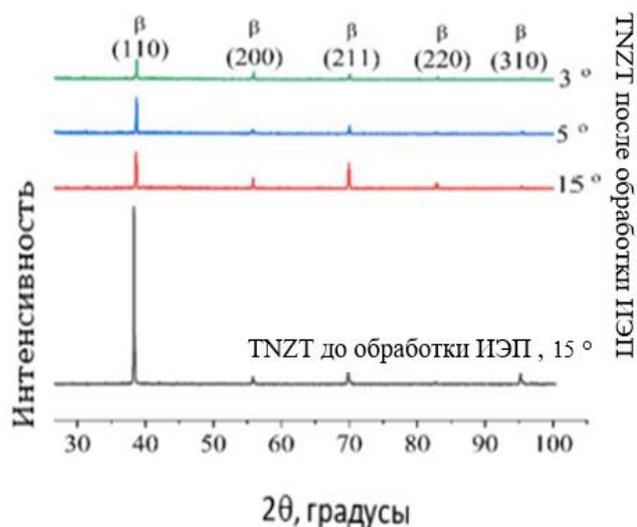


Рисунок 17 – Рентгенограммы сплава TNZT, изготовленного методом ЭЛП, до и после обработки ИЭП

Исследуемый сплав имеет пять основных рентгеновских пиков в плоскостях (110), (200), (211) и (220) и (310), которые соответствуют β фазе Ti с ОЦК структурой, имеющей следующие параметры решетки: $a = 3,312 \text{ \AA}$, и $a = 3,289 \text{ \AA}$ для необработанных и обработанных ИЭП образцов соответственно, рефлексы, соответствующие фазе α - отсутствуют. В таблице 3 представлены данные расчета размера области когерентного рассеяния (ОКР), плотности дислокаций и микродеформации.

Таблица 3 – ОКР (D), плотность дислокаций (δ), микродеформация (ε) рассчитанные по рентгенограммам TNZT

Образец	D, nm	$\delta \cdot 10^{-3}, \text{ nm}^{-2}$	$\varepsilon \cdot 10^{-3}$
TNZT до обработки	43,2	0,557	1,565
TNZT после обработки	45,6	0,492	1,561

Облучение ИЭП образцов изготовленных методом ЭЛП привело к снижению интенсивности дифракционного пика (110), тогда как пики (211) и (220) увеличили интенсивность, что говорит об эволюции текстуры в данных направлениях. После модификации поверхности такие параметры как размер кристаллитов, плотность дислокаций и микродеформации остаются практически

неизменными. Однако происходит смещение пиков относительно их начального положения к большему углу, таким образом, начальный параметр решетки $a = 3,312 \text{ \AA}$ уменьшается до $3,292 \text{ \AA}$, $3,291 \text{ \AA}$ и $3,286 \text{ \AA}$ в результате модифицирования поверхности образцов. Это может быть связано с быстрым нагреванием и быстрым затвердением поверхностного слоя при облучении образцов сплава TNZT.

3.7 Нанотвердость и модуль Юнга

Механические свойства готовых образцов после модификации ИЭП оценивались испытаниями на твердость (H) и модуль Юнга (E) для поперечного сечения образцов. Перед этим образцы травили раствором Кролла в течение 10 мин затем исследовали методом наноиндентирования. Изменение H и E по глубине обработанного сплава TNZT представлено на рисунке 18.

На рисунке 18 представлен график зависимости твердости и значения модуля Юнга от глубины индентирования (h). Наибольшие значения H и E сплава, обработанного ИЭП, были обнаружены вблизи поверхности сплава и равны $3,35 \text{ ГПа}$ для твердости и 92 ГПа для значений модуля Юнга. Исходя из данных о наноиндентировании, можно сделать вывод, что глубина модифицирования поверхности не превышает 100 нм . С увеличением глубины наноиндентирования можно наблюдать снижение эффекта упрочнения, уменьшения твердости до $\sim 2,9 \text{ ГПа}$, а модуля Юнга до 76 ГПа . Можно сказать, что модуль Юнга сплава после обработки ИЭП увеличивается на 32% , а твердость на $18,5\%$ по сравнению с образцами до модифицирования. Чем дальше от модифицированной поверхности образца, тем менее выраженным становится эффект упрочнения и исчезает при глубине проникновения приблизительно $\sim 100 \text{ мкм}$, что согласуется с глубиной обработанного ИЭП слоя

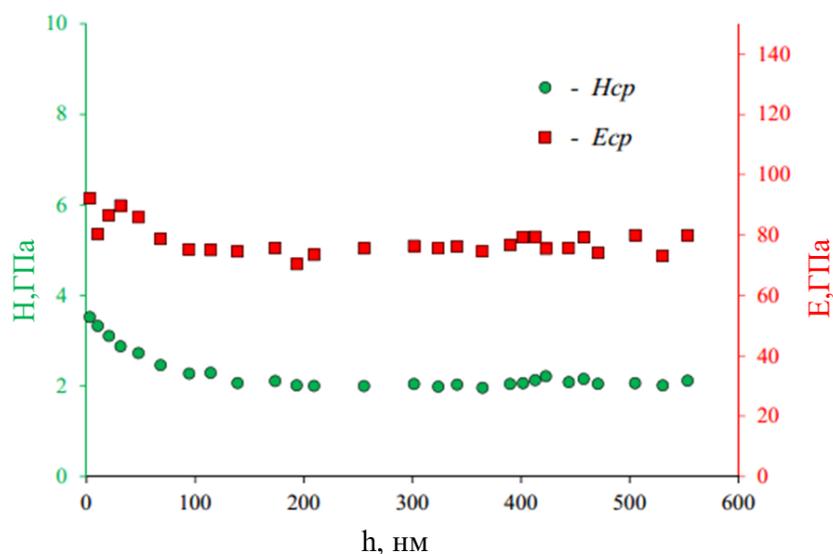


Рисунок 18 – График зависимости твердости (H) и значения модуля Юнга (E) от глубины индентирования (h).

В результате модифицирования твёрдость и модуль упругости, полученные для верхнего поверхностного слоя, показали более высокие значения, чем для материала в объеме образца. Модифицирование сплава TNZT ИЭП обеспечило непрерывное и постепенное уменьшение градиента профиля H и E . Микроструктура, обработанного ИЭП, изготовленного методом ЭЛП, анизотропна.

Модифицирование поверхности сплава TNZT с помощью ИЭП не привело к существенным изменениям в физико-механических свойствах сплава.

ГЛАВА 4 ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ

В настоящее время перспективность научного исследования определяется не столько масштабом открытия, оценить которое на первых этапах жизненного цикла высокотехнологического и ресурсоэффективного продукта бывает достаточно трудно, сколько коммерческой ценностью разработки. Оценка коммерческой ценности разработки является необходимым условием при поиске источников финансирования для проведения научного исследования и коммерциализации его результатов.

Целью раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» является определение перспективности и успешности научно-технического исследования, оценка его эффективности, уровня возможных рисков, разработка механизма управления и сопровождения конкретных проектных решений на этапе реализации.

Для достижения обозначенной цели необходимо решить следующие задачи:

- организовать работы по научному исследованию;
- осуществить планирование этапов выполнения исследования;
- оценить коммерческий потенциал и перспективность проведения научного исследования;
- рассчитать бюджет проводимого научно-технического исследования;
- произвести оценку социальной и экономической эффективности исследования.

Научно-исследовательская работа посвящена исследованию физико-механических характеристик сплава титана, полученного послойным электронно-лучевым синтезом. Метод изготовления имплантатов методом электронно-лучевого плавления обладает уникальными свойствами получать детали различной сложности и формы и состава, что даёт этому методу хорошие перспективы в области регенеративной медицины.

4.1 Предпроектный анализ

4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Для анализа потребителей результатов исследования необходимо рассмотреть целевой рынок и провести его сегментирование.

В данном проекте сегментами рынка являются:

- Коммерческие и государственные организации, связанные с производством медицинских имплантатов
- Научно-исследовательские центры, занимающиеся разработкой и исследованиями новых материалов биомедицинского назначения, университеты.

4.1.2 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения позволяет провести оценку сравнительной эффективности научной разработки и определить направления для ее будущего повышения.

В таблице 4 приведена оценка конкурентов, где Ф – разрабатываемый проект, к1 – исследование, проведенное инженером-экологом в научно-исследовательском институте, к2 – исследование, проведенное организацией, ионной имплантацией и модификацией материалов.

Таблица 4 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б _ф	Б _{к1}	Б _{к2}	К _ф	К _{к1}	К _{к2}
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
Биоактивность	0,16	4	4	3	0,64	0,59	0,48
Износостойкость	0,14	5	4	4	0,7	0,56	0,56
Токсичность	0,12	5	4	5	0,6	0,48	0,6
Время регенерации	0,15	3	4	3	0,5	0,6	0,45

Продолжение таблицы 4

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б _ф	Б _{к1}	Б _{к2}	К _ф	К _{к1}	К _{к2}
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
Предполагаемый срок эксплуатации	0,1	2	3	3	0,2	0,3	0,3
Конкурентоспособность имплантата	0,05	4	5	3	0,2	0,25	0,15
Экономические критерии оценки эффективности							
Цена	0,1	4	3	4	0,4	0,3	0,4
Наличие сертификации разработки	0,12	5	5	5	0,6	0,6	0,6
Послепродажное обслуживание	0,06	5	5	5	0,3	0,3	0,3
Итого	1				4,09	3,98	3,84

Критерии оценки подбираются, исходя из выбранных объектов сравнения с учетом их технических и экономических особенностей разработки, создания и эксплуатации. В данном научном исследовании анализируется возможность самокомпенсации ионного распыления при обработке металлических материалов и модификация поверхностных слоёв образцов в условии моделирования трубы и протяжённых отверстий.

Вес показателей в сумме должны составлять 1. Позиция разработки и конкурентов оценивается по каждому показателю по пятибалльной шкале, где 1 – наиболее слабая позиция, а 5 – наиболее сильная.

Анализ конкурентных технических решений определяется по формуле:

$$K = \sum V_i \cdot B_i$$

где: K – конкурентоспособность научной разработки или конкурента;

V_i – вес показателя (в долях единицы);

B_i – балл i -го показателя.

По приведённым данным анализа конкурентов можно видеть, что конкурентоспособность разработки составила 4.09, в то время как у аналогов соответствующие величины 3.98 и 3.84, что говорит о конкурентоспособности научно-технической разработки по таким показателям как: улучшение физико-механических свойств материалов; уменьшение риска послеоперационных осложнений и сокращение возможности послеоперационных осложнений и повторных операций. Однако уязвимость разрабатываемого проекта в том, что требуется больше времени на его выполнение.

4.1.3 SWOT-анализ

SWOT – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта (таблица 5). Применяют для исследования внешней и внутренней среды проекта. Анализ проводится в 3 этапа.

Первый этап заключается в описании сильных и слабых сторон проекта, в выявлении возможностей и угроз для реализации проекта, которые проявились или могут появиться в его внешней среде.

Таблица 5 – Матрица SWOT-анализа

Сильные стороны С1. Достаточно высокая точность результатов С2. Экологичность технологии С3. Квалифицированный персонал С4. Маленький срок готовых результатов при проведении научного исследования	Слабые стороны Сл1. Отсутствие прототипа Сл2. Высокая стоимость имплантатов Сл3. Большой срок поставок материалов и комплектующих, используемых при проведении научного исследования
Возможности В1. Появление дополнительного спроса на новый продукт В2. Повышение стоимости конкурентных разработок В3. Использование научно-исследовательских достижений ТПУ	Угрозы У1. Отсутствие спроса на новые технологии производства У2. Развитая конкуренция технологий производства

Второй этап состоит в выявлении соответствия сильных и слабых сторон

научно-исследовательского проекта внешним условиям окружающей среды.

Интерактивная матрица проекта представлена в таблице 6. Каждый фактор помечается либо знаком «+» (означает сильное соответствие сильных сторон возможностям), либо знаком «-» (что означает слабое соответствие); «0» – если есть сомнения в том, что поставить «+» или «-».

Таблица 6 – Интерактивная матрица проекта

		Сильные стороны проекта				
Возможности проекта		C1.	C2.	C3.	C4.	C5.
	B1.	+	+	+	+	0
	B2.	+	+	+	0	+
		Слабые стороны проекта				
Возможности проекта		Сл1.		Сл2.		Сл3.
	B1.	-		-		+
	B2.	0		-		+
		Сильные стороны проекта				
Угрозы		C1.	C2.	C3.	C4.	C5.
	У1.	+	+	+	-	0
	У2.	-	-	-	-	-
		Слабые стороны проекта				
Угрозы		Сл1.		Сл2.		Сл3.
	У1.	-		-		-
	У2.	+		0		+

В рамках *третьего этапа* должна быть составлена итоговая матрица SWOT-анализа (таблица 7).

Таблица 7 –SWOT-анализ

	Сильные стороны	Слабые стороны
	<p>C1. Достаточно высокая точность результатов</p> <p>C2. Экологичность технологии</p> <p>C3. Квалифицированный персонал</p> <p>C4. Маленький срок готовых результатов при проведении научного исследования</p>	<p>Сл1. Отсутствие прототипа</p> <p>Сл2. Высокая стоимость имплантатов</p> <p>Сл3. Большой срок поставок материалов и комплектующих, используемых при проведении научного исследования</p>

Продолжение таблицы 7

<p>Возможности</p> <p>В1. Появление дополнительного спроса на новый продукт</p> <p>В2. Повышение стоимости конкурентных разработок</p> <p>В3. Использование научно-исследовательских достижений ТПУ</p>	<p>Публикация научных статей с результатами исследований в журналах первого и второго квартала;</p> <p>Участие в научных конкуренциях для привлечения внимания к выполненным исследованиям;</p> <p>Выступление перед менеджерами частных компаний и организаций с демонстрацией возможностей новых имплантатов</p>	<p>Риск блокировки научных исследований в зарубежных научных журналах в следствии политических и других причин.</p>
<p>Угрозы</p> <p>У1. Отсутствие спроса на новые технологии производства</p> <p>У2. Развитая конкуренция технологий производства</p>	<p>Уменьшение стоимости импортного оборудования способствует повышению спроса.</p> <p>Возможность создания дополнительных экономических отношений со странами союзниками</p>	<p>Недостаток финансовых средств приводит к отсутствию спроса на новые технологии производства.</p>

4.1.4 Оценка готовности проекта к коммерциализации

На какой бы стадии жизненного цикла не находилась научная разработка полезно оценить степень ее готовности к коммерциализации и выяснить уровень собственных знаний для ее проведения (или завершения). Для этого заполнена специальную форму, содержащую показатели о степени проработанности проекта с позиции коммерциализации и компетенциям разработчика научного проекта (таблица 8).

При проведении анализа по таблице, по каждому показателю ставится оценка по пятибалльной шкале. При оценке степени проработанности научного проекта 1 балл означает не проработанность проекта, 2 балла – слабую проработанность, 3 балла – выполнено, но в качестве не уверен, 4 балла –

выполнено качественно, 5 баллов – имеется положительное заключение независимого эксперта. Для оценки уровня имеющихся знаний у разработчика система баллов принимает следующий вид: 1 означает не знаком или мало знаком, 2 – в объеме теоретических знаний, 3 – знаю теорию и практические примеры применения, 4 – знаю теорию и самостоятельно выполняю, 5 – знаю теорию, выполняю и могу консультировать.

Таблица 8 – Оценка степени готовности проекта к коммерциализации

№ п/п	Наименование	Степень проработанности научного проекта	Уровень имеющихся знаний у разработчика
1.	Определен имеющийся научно-технический задел	5	5
2.	Определены перспективные направления коммерциализации научно-технического задела	3	3
3.	Определены отрасли и технологии (товары, услуги) для предложения на рынке	2	3
4.	Определена товарная форма научно-технического задела для представления на рынок	4	4
5.	Определены авторы и осуществлена охрана их прав	5	5
6.	Проведена оценка стоимости интеллектуальной собственности	5	5
7.	Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта	3	3
8.	Разработан бизнес-план коммерциализации научной разработки	2	2
9.	Определены пути продвижения научной разработки на рынок	3	3
10.	Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки	5	5
11.	Проработаны вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок	2	2
12.	Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот	5	5

Продолжение таблицы 8

№ п/п	Наименование	Степень проработанности научного проекта	Уровень имеющихся знаний у разработчика
13.	Проработаны вопросы финансирования коммерциализации научной разработки	5	4
14.	Имеется команда для коммерциализации научной разработки	5	5
15.	Проработан механизм реализации научного проекта	5	5
	ИТОГО БАЛЛОВ	61	59

Оценка готовности научного проекта к коммерциализации (или уровень имеющихся знаний у разработчика) определяется по формуле:

$$B_{\text{сум}} = \sum B_i$$

где: $B_{\text{сум}}$ – суммарное количество баллов по каждому направлению;

B_i – балл по i -му показателю.

Значение $B_{\text{сум}}$ позволяет говорить о мере готовности научной разработки и ее разработчика к коммерциализации. В итоге получилось, что разработка является перспективной, а уровень имеющихся знаний у разработчика выше среднего.

По результатам оценки выделяются слабые стороны исследования, дальнейшего улучшения необходимо провести маркетинговые исследования рынков сбыта, разработать бизнес-план коммерциализации научной разработки и проработать вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок.

4.1.5 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования

Для коммерциализации результатов, проведенного исследования будут использоваться следующие методы: инжиниринг и передача интеллектуальной собственности.

Инжиниринг будет предполагать предоставление на основе договора инжиниринга одной стороной, именуемой консультантом, другой стороне, именуемой заказчиком, комплекса или отдельных видов инженерно-технических услуг, связанных с проектированием, строительством и вводом объекта в эксплуатацию, с разработкой новых технологических процессов на предприятии заказчика.

Передача интеллектуальной собственности будет производиться в уставной капитал предприятия или государства.

Данные методы коммерциализации будут наиболее продуктивными в отношении данного проекта.

4.2 Инициация проекта

Группа процессов инициации состоит из процессов, которые выполняются для определения нового проекта или новой фазы существующего. В рамках процессов инициации определяются изначальные цели и содержание и фиксируются изначальные финансовые ресурсы. Определяются внутренние и внешние заинтересованные стороны проекта, которые будут взаимодействовать и влиять на общий результат научного проекта. Данная информация закрепляется в Уставе проекта (таблица 9).

Таблица 9 – Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованные стороны проекта	Ожидания заинтересованных сторон
НИ ТПУ	Выпуск высококвалифицированных специалистов
Медицинские центры	Оптимизация/улучшение физико-механических характеристик имплантатов.

В таблице 10 представлена иерархия целей проекта и критерии достижения целей.

Таблица 10 – Цели и результат проекта

Цели проекта:	Улучшение физико-механических характеристик образцов в результате модифицирования поверхности изделия
Ожидаемые результаты проекта:	Уменьшение модуля упругости сплава TNZT, улучшение прочности, уменьшение шероховатости изделия, возможность использования в качестве имплантата костной ткани
Критерии приемки результата проекта:	Адекватность результатов
Требования к результату проекта:	Требование:
	Стандартизация готового продукта

В таблице 11 представлена организационная структура проекта (роль каждого участника, их функции, трудозатраты).

Таблица 11 – Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудозатраты, час.
1.	Сурменева М.А., кандидат физико-математических наук., ст. науч. сотр.	Руководитель проекта	Консультирование, координация деятельности, определение задач, контроль выполнения	
	Грубова И.Ю., науч., ст. науч. сотр.	Консультант проекта	Консультирование, координация деятельности, определение задач, контроль выполнения, помощь проведения экспериментов.	
2.	Волкова А.П., магистрант ИЯТШ	Исполнитель по проекту	Анализ литературных источников, подготовка образцов, проведение экспериментов, анализ экспериментальных данных, написание работы	
ИТОГО:				

Ограничения проекта – это все факторы, которые могут послужить ограничением степени свободы участников команды проекта, а также «границы проекта» – параметры проекта или его продукта, которые не будут реализованы в рамках данного проекта (таблица 12)

Таблица 12 – Ограничения проекта

Фактор	Ограничения/ допущения
3.1. Бюджет проекта	7069000
3.1.1. Источник финансирования	НИ ТПУ
3.2. Сроки проекта:	01.09.2020-31.05.2022
3.2.1. Дата утверждения плана управления проектом	15.09.2020
3.2.2. Дата завершения проекта	31.05.2022

4.3 Планирование управления научно-техническим проектом

Группа процессов планирования состоит из процессов, осуществляемых для определения общего содержания работ, уточнения целей и разработки последовательности действий, требуемых для достижения данных целей.

План управления научным проектом должен включать в себя следующие элементы:

- иерархическая структура работ проекта;
- контрольные события проекта;
- план проекта;
- бюджет научного исследования.

4.3.1 Иерархическая структура работ проекта

Иерархическая структура работ (ИСР) – детализация укрупненной структуры работ. В процессе создания ИСР структурируется и определяется содержание всего проекта (рисунок 19).



Рисунок 19 – Иерархическая структура работ

4.3.2 План проект

В рамках планирования научного проекта построены календарный график проекта (таблица 13, 14).

Таблица 13– Календарный план проекта

Название	Длительность, дни	Дата начала работ	Дата окончания работ	Состав участников
Утверждение темы магистерской диссертации	7	01.09.20	07.09.20	Сурменева М.А., Грубова И.Ю., Волкова А. П.
Согласование плана работ	7	08.09.20	15.09.20	Сурменева М.А., Грубова И.Ю., Волкова А.П.

Продолжение таблицы 13

Название	Длительность, дни	Дата начала работ	Дата окончания работ	Состав участников
Литературный обзор	138	16.09.20	31.01.21	Волкова А.П.
Проведение экспериментов, обработка и обсуждение результатов	292	01.02.21	20.12.21	Сурменова М.А., Грубова И.Ю., Волкова А. П.
Написание отчета	162	21.12.21	31.05.22	Волкова А.П.
Итого:	606			

Таблица 14 – Календарный план график проведения НИОКР по теме

Наименование этапа	Т, дней	2020				2021												2022							
		Сентябрь	Октябрь	Ноябрь	Декабрь	Январь	Февраль	Март	Апрель	Май	Июнь	Июль	Август	Сентябрь	Октябрь	Ноябрь	Декабрь	Январь	Февраль	Март	Апрель	Май			
Утверждение темы магистерской диссертации	7																								
Согласование плана работ	7																								
Литературный обзор	138																								
Проведение экспериментов, обработка и обсуждение результатов	292																								
Написание отчета	162																								



- Волкова А.П.



- Волкова А.П., Сурменова М.А, Грубова И.Ю.

4.4 Бюджет научного исследования

При планировании бюджета научного исследования должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов планируемых расходов, необходимых для его выполнения. В процессе формирования бюджета, планируемые затраты сгруппированы по статьям. В данном исследовании выделены следующие статьи:

1. Сырье, материалы;
2. Специальное оборудование для научных работ;
3. Заработная плата;
4. Отчисления на социальные нужды;
5. Научные и производственные командировки;
6. Оплата работ, выполняемых сторонними организациями и предприятиями;
7. Накладные расходы.

Сырье и материалы. Расчёт материальных затрат включает стоимость всех материалов, используемых при разработке проекта (таблица 15).

Таблица 15 – Расчет затрат по статье «Сырье и материалы»

Наименование	Единицы измерения	Количество	Цена за единицу, руб	Сумма, руб
Порошок TNZT	кг	1	106419	106419
Нарезной диск из карбида кремния	шт	2	1650	3300
Халат	шт	1	1000	1000
Бумага наждачная, зернистость 800	шт	4	30	120
Бумага наждачная, зернистость 1500	шт	4	52	208
Бумага наждачная, зернистость 2000	шт	4	115	460
Бумага наждачная, зернистость 4000	шт	4	170	680

Продолжение таблицы 15

Энергия	Наименование	Время работы оборудования, час	Потребляемая мощность, кВт	Цена за 1 кВт·ч	Сумма, руб
	ПК	1175	3	3.85	13571.25
	НТО	485	7		13070.75
Всего					138829
Транспортно-заготовительные расходы (3%)					4164.87
Итого по статье					142993.9

Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ. В данную статью включены все затраты, связанные с приобретением специального оборудования, необходимого для проведения работ по теме НИР (таблица 16), шлифовально-полировочная машина “Saphir 320” был заранее закуплен и использован в лаборатории НЛ ВИИ ТПУ.

Таблица 16 – Расчет затрат по статье «Спецоборудование для научных работ»

№ п/п	Наименование оборудования	Кол-во единиц оборудования	Цена единицы оборудования, руб.	Общая стоимость оборудования, руб.
1	Компьютер (НР)	1	100000,0	100000,0
2	Программное обеспечение MicrosoftOffice	1	5990,0	5990,0
3	Saphir 320	1	889590.68	889590.68
Итого, руб.:				995580.68

Расчет основной заработной платы. В настоящую статью включается основная заработная плата научных и инженерно-технических работников, рабочих макетных мастерских и опытных производств, непосредственно участвующих в выполнении работ по данной теме. Величина расходов по заработной плате определяется исходя из трудоемкости выполняемых работ и действующей системы оплаты труда. Расчет основной заработной платы сводится в таблице 17.

$$C_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп}$$

где $Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата;

$Z_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата

Основная заработная плата ($Z_{\text{осн}}$) руководителя (лаборанта, инженера) от предприятия (при наличии руководителя от предприятия) рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_{\text{раб}}$$

где $Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата одного работника;

$T_{\text{раб}}$ – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн.;

$Z_{\text{дн}}$ – среднедневная заработная плата работника, руб.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}}$$

где: $Z_{\text{м}}$ – месячный должностной оклад работника, руб.;

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года:

при отпуске в 24 раб. дня $M = 11,2$ месяца, 5-дневная неделя;

при отпуске в 48 раб. дней $M = 10,4$ месяца, 6-дневная неделя;

$F_{\text{д}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн.

Расчет заработной платы научно – производственного и прочего персонала проекта проводили с учетом работы 2-х человек – научного руководителя и исполнителя. Баланс рабочего времени исполнителей представлен в таблице 17.

Таблица 17 – Баланс рабочего времени (Добавить консультанта, то же самое что и у руководителя)

Показатели рабочего времени	Руководитель	Консультант	Магистрант
Календарное число дней	365	365	365
Количество нерабочих дней	99	99	99
- выходные дни	14	14	14
- праздничные дни			

Продолжение таблицы 17

Показатели рабочего времени	Руководитель	Консультант	Магистрант
Потери рабочего времени - отпуск	24	24	24
- невыходы по болезни	14	14	14
Действительный годовой фонд рабочего времени	212	212	212

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_m = Z_0 * (k_{пр} + k_d) * k_p, \text{ где}$$

Z_0 – базовый оклад, руб.; $k_{пр}$ – премиальный коэффициент (определяется Положением об оплате труда); k_d – коэффициент доплат и надбавок; k_p – районный коэффициент, равный 1,3 (для Томска).

Расчет основной заработной платы приведен в таблице 18.

Таблица 18 – Расчет основной заработной платы (консультант, чуть меньше, чем руководитель)

Исполнители	Z_0 , руб.	$k_{пр}$	k_d	k_p	Z_m , руб.	$Z_{дн}$, руб.	T_r , раб. дн.	$Z_{осн}$, руб.
Руководитель	26116	1	0,02	1,3	34629.82	1829.50	212	387854
Консультант	21463	1	0,02	1,3	28459.94	1503.54	212	318751
Магистрант	5786	-	-	1,3	7523	397.44	212	84257
Итого Z_m								790849

Дополнительная заработная плата научно-производственного персонала. В данную статью включается сумма выплат, предусмотренных законодательством о труде, например, оплата очередных и дополнительных отпусков; оплата времени, связанного с выполнением государственных и общественных обязанностей; выплата вознаграждения за выслугу лет и т.п. (в среднем – 12 % от суммы основной заработной платы).

Дополнительная заработная плата рассчитывается исходя из 10-15% от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнении темы:

$$Z_{\text{доп}} = Z_{\text{осн}} * k_{\text{доп}}, \text{ где}$$

$Z_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата, руб.;

$k_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной зарплаты ($k_{\text{доп}}=0.15$);

$Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата, руб.

В таблице 19 приведена форма расчёта основной и дополнительной заработной платы.

Таблица 19 – Заработная плата исполнителей НТИ (Консультант)

Заработная плата	Руководитель	Консультант	Магистрант
Основная зарплата	387854	318751	84244.2
Дополнительная зарплата	58178.1	47812.7	12636.6
Зарплата исполнителя	446032.1	366563.7	96880.8
Итого по статье $C_{зп}$, руб	909476.5		

Отчисления на социальные нужды. Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

$$C_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} * (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}), \text{ где}$$

$k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчисления на уплату во внебюджетные фонды.

На 2022 г. в соответствии с Федеральным законом №212-ФЗ установлен размер страховых взносов равный 30% (212-ФЗ утратил свою силу с этой даты (п.5 ст.18 Закона от 03.07.2016 N 250-ФЗ). Теперь все правила расчета и уплаты взносов на ОПС, на ОМС и на ВНиМ прописаны в главе 34 НК РФ, расчёт идёт по пунктам ОСС 2.9; ОМ 5.1 ; ОПС 22 – т.е. те же 30%).

Отчисления на социальные нужды со стороны руководителя составляют:

$$C_{\text{внеб}} = 0,3 * 446032.1 = 133809.63 \text{ рублей}$$

Отчисления на социальные нужды со стороны консультанта составляют:

$$C_{\text{внеб}} = 0,3 * 366563.7 = 109969.1 \text{ рублей}$$

Отчисления на социальные нужды со стороны магистранта составляют:

$$C_{\text{внеб}} = 0,3 * 96880.8 = 29064,24 \text{ рублей}$$

Тогда общие отчисления составят 272842.96 рублей

Научные и производственные командировки. В эту статью включаются расходы по командировкам научного и производственного персонала, связанного с непосредственным выполнением конкретного проекта, величина которых принимается в размере 10% от основной и дополнительной заработной платы всего персонала, занятого на выполнении данной темы.

Затраты на научные и производственные командировки составляют 271300 руб.

Оплата работ, выполняемых сторонними организациями и предприятиями.

Сторонней организацией была выполнена сканирующая электронная микроскопия, ДОРЭ и ЭДРА анализ, а также измерялись твердость и модуль упругости, которые выполнялись в ЦКП НОИЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» и в ТРЦКП ТГУ. Расчет затрат на подрядные работы представлен в таблице 20.

Таблица 20 - Расчет затрат на подрядные работы

Метод анализа	Количество проб	Стоимость, руб	Итого, руб
СЭМ, EDX и EBSD	5	3750	18750
твердость и модуль упругости	35	300	10500

Итого на оплату работ выходит 29250 руб.

Накладные расходы. Расчет накладных расходов провели по следующей формуле:

$$C_{\text{накл}} = k_{\text{накл}} \cdot (Z_{\text{рук}} + Z_{\text{маг}}) = 0,8 \cdot (446032.1 + 366563.7 + 96880.8) = 727581.2$$

где $k_{\text{накл}}$ – коэффициент накладных расходов принят 0,8.

Общезатраты проекта приведены в таблице 20.

Таблица 21 – Затраты научно-исследовательской работы

Вид исследования	Затраты по статьям									
	Сырье, материалы (за вычетом возвратных отходов), покупные изделия и полуфабрикаты	Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	Основная заработная плата	Доп-ая заработная плата	Отчисления на социальные нужды	Научные и производственные командировки	Оплата работ, выполняемых сторонними организациями и предприятиями	Прочие прямые расходы	Накладные расходы	Итого плановая себестоимость
Данное исследование	142993.87	1995580.68	790849	118627.4	272842.96	271300	29250	-	727581.2	4349025.5
Аналог	124516	10000000	5271101	790665.2	1818529.8	-	-	-	4849412.8	22854225

4.5. Операционные затраты

Операционные затраты будут вычислены по следующей формуле:

Опер. затр. = сырьё + амортизация + ЗП(осн + доп) +

соц. отч. + науч. ком. + контр. расх. + накл. расх = 142993.9 + 188959.1 + 909476.5 + 272842.96 + 271300 + 29250 + 727581.2 = 2542403.9 рублей, что составляет 35% от себестоимости проекта.

Амортизация научного оборудования вычислялась по следующему принципу.

Срок полезного использования оборудования составлял 10 лет, поэтому норма амортизации составляет:

$$H_a = \frac{100\%}{10} = 10\%$$

где H_a – норма амортизации в процентах.

Первоначальная стоимость оборудования составляла 1889590.68 рублей.

Из этого следует, что годовая сумма амортизации составляет:

$$C_{\text{перв.}} = \frac{C_{\text{об}} \cdot H_a}{100} = \frac{1889590.68 \cdot 10}{100} = 188959.1 \text{ руб}$$

4.4.1 Организационная структура проекта

Данный проект представлен в виде проектной организационной структуры. Проектная организационная структура проекта представлена на рисунке 20.



Рисунок 20 – Проектная структура проекта

4.4.2 План управления коммуникациями проекта

План управления коммуникациями отражает требования к коммуникациям со стороны участников проекта (таблица 22).

Таблица 22 – План управления коммуникациями

№ п/п	Какая информация передается	Кто передает информацию	Кому передается информация	Когда передает информацию
1.	Статус проекта	Исполнитель	Руководителю	Еженедельно (понедельник)
2.	Обмен информацией о текущем состоянии проекта	Исполнитель	Руководителю	Ежемесячно (конец месяца)
3.	Документы и информация по проекту	Исполнитель	Руководителю	Не позже сроков графиков и к. точек
4.	О выполнении контрольной точки	Исполнитель	Руководителю	Не позже дня контрольного события по плану управления

4.4.3 Реестр рисков проекта

Идентифицированные риски проекта включают в себя возможные неопределенные события, которые могут возникнуть в проекте и вызвать последствия, которые повлекут за собой нежелательные эффекты.

Информация по возможным рискам сведена в таблицу 23.

Таблица 23 – Реестр рисков

№	Риск	Вероятность наступления	Влияние риска	Уровень риска	Способы смягчения риска	Условия наступления
1	Рост стоимости и блокировка каналов импортных комплектующих	5	5	Высокий	Замещение импорта	Политические

Продолжение таблицы 23

№	Риск	Вероятность наступления	Влияние риска	Уровень риска	Способы смягчения риска	Условия наступления
2	Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства	4	5	Высокий	Участие в научных конференциях и публикации научных статей	Политика внутреннего финансирования науки

4.5 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности

4.5.1 Оценка абсолютной эффективности исследования

В основе проектного подхода к инвестиционной деятельности предприятия лежит принцип денежных потоков. Особенностью является его прогнозный и долгосрочный характер, поэтому в применяемом подходе к анализу учитываются фактор времени и фактор риска. Для оценки общей экономической эффективности используются следующие основные показатели:

- чистая текущая стоимость (NPV);
- индекс доходности (PI);
- внутренняя ставка доходности (IRR);
- срок окупаемости (DPP).

Чистая текущая стоимость (NPV) – это показатель экономической эффективности инвестиционного проекта, который рассчитывается путём дисконтирования (приведения к текущей стоимости, т.е. на момент инвестирования) ожидаемых денежных потоков (как доходов, так и расходов).

Расчёт NPV осуществляется по следующей формуле:

$$NPV = \sum_{t=1}^n \frac{ЧДП_{опt}}{(1+i)^t} - I_0$$

где: ЧДП_{опt} – чистые денежные поступления от операционной деятельности;

I_0 – разовые инвестиции, осуществляемые в нулевом году;

t – номер шага расчета ($t = 0, 1, 2 \dots n$)

n – горизонт расчета;

i – ставка дисконтирования (желаемый уровень доходности инвестируемых средств).

Расчёт NPV позволяет судить о целесообразности инвестирования денежных средств. Если $NPV > 0$, то проект оказывается эффективным.

Расчет чистой текущей стоимости представлен в таблице 23. При расчете рентабельность проекта составляла **20-25 %**, норма амортизации **10 %**.

Таблица 24 – Расчет чистой текущей стоимости по проекту в целом

№	Наименование показателей	Шаг расчета				
		0	1	2	3	4
1	Выручка от реализации, руб.	0	5436281.9	5436281.9	5436281.9	5436281.9
2	Итого приток, руб.	0	5436281.9	5436281.9	5436281.9	5436281.9
3	Инвестиционные издержки, руб.	4349025.5	0	0	0	0
4	Операционные затраты, руб. (35% от бюджета)	0	2542403.9	2542403.9	2542403.9	2542403.9
5	Налогооблагаемая прибыль(1-4)	0	2893878.0	2893878.0	2893878.0	2893878.0
6	Налоги 20 %, руб.(5*20%)	0	578775.6	578775.6	578775.6	578775.6
8	Чистая прибыль, руб.(5-6)	0	2315102.4	2315102.4	2315102.4	2315102.4

Продолжение таблицы 24

№	Наименование показателей	Шаг расчета				
		0	1	2	3	4
9	Чистый денежный поток (ЧДП), руб. (чистая прибыль+амортизация)	- 4349025.5	2504061 .5	2504061 .5	2504061 .5	2504061.5
10	Коэффициент дисконтирования при $i=20\%$ (КД)	1.0	0.833	0.694	0.579	0.482
11	Чистый дисконтированный денежный поток (ЧДД), руб.(9*10)	- 4349025.5	2086717 .9	1738931 .6	1449109 .6	1207591.4
12	\sum ЧД	6482350.5				
12	Итого NPV, руб.	2133324.9				

Коэффициент дисконтирования рассчитан по формуле:

$$КД = \frac{1}{(1 + i)^t}$$

где: i – ставка дисконтирования, 20 %;

t – шаг расчета.

Таким образом, чистая текущая стоимость по проекту в целом составляет 2133324.9рублей, что позволяет судить об его эффективности.

Индекс доходности (PI) – показатель эффективности инвестиции, представляющий собой отношение дисконтированных доходов к размеру инвестиционного капитала. Данный показатель позволяет определить инвестиционную эффективность вложений в данный проект. Индекс доходности рассчитывается по формуле:

$$PI = \sum_{t=1}^n \frac{ЧДП_t}{(1+i)^t} / I_0 > 1$$

где: ЧДД - чистый денежный поток, руб.;

I_0 – начальный инвестиционный капитал, руб.

Таким образом PI для данного проекта составляет:

$$PI = \frac{6482350.5}{4349025.5} = 1.491$$

Так как $PI > 1$, то проект является эффективным.

Внутренняя ставка доходности (IRR). Значение ставки, при которой обращается в нуль, носит название «внутренней ставки доходности» или IRR. Формальное определение «внутренней ставки доходности» заключается в том, что это та ставка дисконтирования, при которой суммы дисконтированных притоков денежных средств равны сумме дисконтированных оттоков или =0. По разности между IRR и ставкой дисконтирования i можно судить о запасе экономической прочности инвестиционного проекта. Чем ближе IRR к ставке дисконтирования i , тем больше риск от инвестирования в данный проект.

Между чистой текущей стоимостью (NPV) и ставкой дисконтирования (i) существует обратная зависимость. Эта зависимость представлена в таблице 25

Таблица 25 – Зависимость NPV от ставки дисконтирования

№	Наименование показателя	0	1	2	3	4	NPV, руб.
1	Чистые денежные потоки, руб.	-4349025,5	2504061,5	2504061,5	2504061,5	2504061,5	
2	Коэффициент дисконтирования						
	0,1	1	0,909	0,826	0,751	0,683	
	0,2	1	0,833	0,694	0,578	0,482	
	0,3	1	0,769	0,592	0,455	0,350	
	0,4	1	0,714	0,510	0,364	0,260	
	0,5	1	0,667	0,444	0,295	0,198	
	0,6	1	0,625	0,390	0,244	0,153	

Продолжение таблицы 25

№	Наименование показателя	0	1	2	3	4	NPV, руб.
2	Коэффициент дисконтирования						
	0,7	1	0,588	0,335	0,203	0,112	
	0,8	1	0,556	0,309	0,171	0,095	
	0,9	1	0,526	0,277	0,146	0,077	
	1	1	0,500	0,250	0,125	0,062	
3	Дисконтированный денежный поток, руб.						
	0,1	-4349025,5	2276191,9	2068354,8	1880550,2	1710274,0	3586345,3
	0,2	-4349025,5	2085883,2	1737818,7	1447347,5	1206957,6	2128981,5
	0,3	-4349025,5	1925623,3	1482404,4	1139348,0	876421,5	1074771,6
	0,4	-4349025,5	1787899,9	1277071,3	911478,4	651056,0	278480,1
	0,5	-4349025,5	1670209,0	1111803,3	738698,1	495804,2	-332510,9
	0,6	-4349025,5	1565038,4	976584,0	610991,0	383121,4	-813290,7
	0,7	-4349025,5	1472388,1	838860,6	508324,5	280454,9	-1248997,4
	0,8	-4349025,5	1392258,2	773755,0	428194,5	237885,8	-1516932,0
	0,9	-4349025,5	1317136,3	693625,0	365593,0	192812,7	-1779858,5
	1,0	-4349025,5	1252030,7	626015,4	313007,7	155251,8	-2002719,9

Дисконтированный срок окупаемости. Как отмечалось ранее, одним из недостатков показателя простого срока окупаемости является игнорирование в процессе его расчета разной ценности денег во времени.

Этот недостаток устраняется путем определения дисконтированного срока окупаемости. То есть это время, за которое денежные средства должны совершить оборот.

Между чистой текущей стоимостью (NPV) и ставкой дисконтирования (i) существует обратная зависимость. Эта зависимость также представлена на рисунке 21.

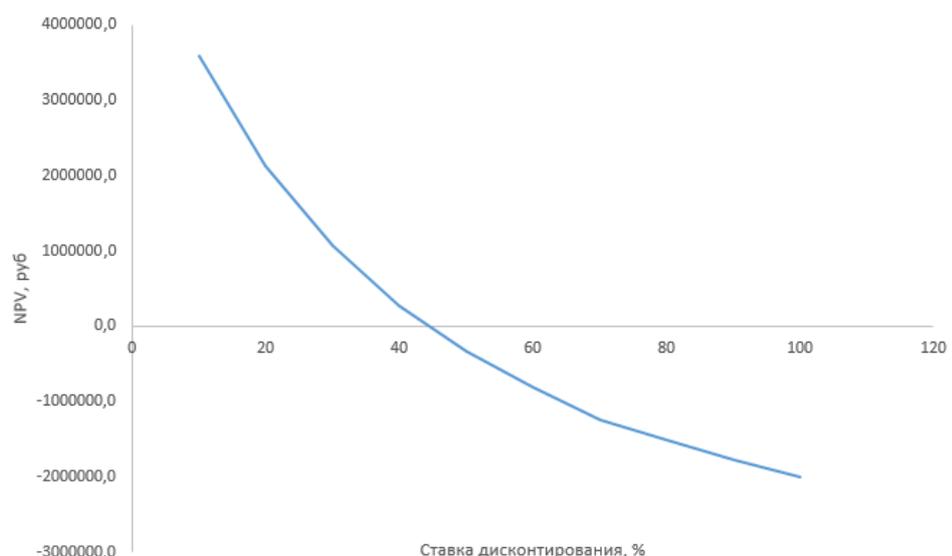


Рисунок 21 – Зависимость NPV от ставки дисконтирования

Из таблицы и графика следует, что по мере роста ставки дисконтирования чистая текущая стоимость уменьшается, становясь отрицательной. Значение ставки, при которой NPV обращается в нуль, носит название «внутренней ставки доходности» или «внутренней нормы прибыли».

Из графика получаем, что IRR составляет 0,45.

$IRR > i$, проект эффективен.

Запас экономической прочности проекта: $45\% - 20\% = 25\%$

Наиболее приемлемым методом установления дисконтированного срока окупаемости является расчет кумулятивного (нарастающим итогом) денежного потока (таблица 26).

Таблица 26 – Дисконтированный срок окупаемости

№	Наименование показателя	Шаг расчета				
		0	1	2	3	4
1	Дисконтированный чистый денежный поток ($i=0,20$), руб.	- 4349025. 5	2086717. 9	1738931. 6	1449109. 6	1207591. 4
2	То же нарастающим итогом, руб.	- 4349025. 5	- 2262307. 6	- 523376.1	925733.6	2133324. 9
3	Дисконтированный срок окупаемости	$DPР_{диск} = 1 + (2262307.6 / 1738931.6) = 2,3$ года (тут честно хз мне кажется более правильно будет считать вот так $(DPР_{диск} = 1 + (523376.1 / 1449109.6) = 2,36$ года)				

Социальная эффективность научного проекта учитывает социально-экономические последствия осуществления научного проекта для общества в целом или отдельных категорий населения или групп лиц, в том числе как непосредственные результаты проекта, так и «внешние» результаты в смежных секторах экономики: социальные, экологические и иные внеэкономические эффекты (таблица 27).

Таблица 27 – Критерии социальной эффективности

ДО	ПОСЛЕ
Риск послеоперационных осложнений при использовании высокомолекулярных сплавов в качестве имплантатов и увеличение количества повторных операций	Физико-механические характеристики имплантатов стали близкими к свойствам человеческой кости, тем самым снизив риск резорбции костной ткани

4.5.2 Оценка сравнительной эффективности исследования

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования. Его нахождение связано с определением двух средневзвешенных величин: финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех (или более) вариантов исполнения научного исследования. Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета (как знаменатель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Интегральный финансовый показатель разработки определяется по следующей формуле:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}}$$

где: $I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i}$ – интегральный финансовый показатель разработки;

Φ_{pi} – стоимость i-го варианта исполнения;

Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта (в т.ч. аналоги).

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное увеличение бюджета затрат разработки в размах (значение больше единицы), либо соответствующее численное удешевление стоимости разработки в размах (значение меньше единицы, но больше нуля).

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить по следующей формуле:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i$$

где: I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности для i -го варианта исполнения разработки;

a_i – весовой коэффициент i -го варианта исполнения разработки;

b_i^a, b_i^p – балльная оценка i -го варианта исполнения разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания;

n – число параметров сравнения.

Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности приведен в форме таблицы (таблице 28).

Таблица 28 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

ПО Критерии	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Аналог 1	Аналог 2
1. Выход продукта)	0,20	5	5	4
2. Удобство в эксплуатации	0,15	5	3	3
3. Надежность	0,15	4	4	4
4. Безопасность	0,15	4	3	4

Продолжение таблицы 28

ПО Критерии	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Аналог 1	Аналог 2
5. Простота эксплуатации	0,15	5	4	5
6. Возможность автоматизации данных	0,20	5	4	5
Итого	1	28	23	25

$$I_m^p = 5 \cdot 0,20 + 5 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,15 + 5 \cdot 0,15 + 5 \cdot 0,20 = 4,7$$

$$I_1^A = 5 \cdot 0,20 + 3 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,15 + 3 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,20 = 3,9$$

$$I_2^A = 4 \cdot 0,20 + 3 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,15 + 5 \cdot 0,15 + 5 \cdot 0,20 = 4,2$$

Интегральный показатель эффективности разработки $I_{финр}^p$ и аналога $I_{финр}^a$ определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{финр}^p = \frac{I_m^p}{I_{ф}^p}; I_{финр}^a = \frac{I_m^a}{I_{ф}^a}$$

Сравнение интегрального показателя эффективности текущего проекта и аналогов позволит определить сравнительную эффективность проекта. Сравнительная эффективность проекта определяется по формуле:

$$\mathcal{E}_{ср} = \frac{I_{финр}^p}{I_{финр}^a}$$

где: $\mathcal{E}_{ср}$ – сравнительная эффективность проекта;

$I_{финр}^p$ – интегральный показатель разработки;

$I_{финр}^a$ – интегральный технико-экономический показатель аналога.

Сравнительная эффективность разработки по сравнению с аналогами представлена в таблице 29.

Таблица 29 – Сравнительная эффективность разработки

№ п/п	Показатели	Разработка	Аналог 1	Аналог 2
1	Интегральный финансовый показатель разработки	0,18	0,16	0,16
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4,50	3,85	4,00
3	Интегральный показатель эффективности	23,12	22,83	23,03
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1,02	1,01	1,0

Выводы: Сравнение значений интегральных показателей эффективности позволяет понять, что разработанный вариант проведения проекта является наиболее эффективным при решении поставленной в магистерской диссертации технической задачи с позиции финансовой и ресурсной эффективности.

В ходе выполнения раздела финансового менеджмента определена чистая текущая стоимость, (NPV), равная 2133324.9руб.; индекс доходности $PI=1.491$, внутренняя ставка доходности $IRR=25\%$, срок окупаемости $PP_{дск}=2.36$ или 2.7года.

Таким образом мы имеем ресурсоэффективный проект с высоким запасом финансовой прочности и коротким сроком окупаемости.

ГЛАВА 5 СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ

Данный раздел выпускной квалификационной работы посвящен вопросам обеспечения нормативных условий труда (санитарно-гигиенические требования, обеспечение пожарной безопасности, защита от опасных и вредных производственных факторов) в соответствии с нормативными документами.

В настоящее время разработка сверхупругих четырехкомпонентных титановых (Ti) сплавов является перспективной задачей в области создания биомедицинских материалов с заданными свойствами. В последние годы большой интерес вызывают сплавы системы Ti–35Nb–7Zr–5Ta (TNZT), которые обладают одними из самых низких модулей упругости, что является важным требованием, предъявляемым к конструкциям высоконагруженных ортопедических или стоматологических имплантатов. В связи с этим, исследование микроструктуры и топографии образцов титанового сплава, изготовленных методом ЭЛП, является важной задачей, для получения сплавов с заданными физико-механическими свойствами.

В силу теоретического характера работы для ее исполнения применялся письменный труд и так же активная работа с применением ЭВМ. Как следствие, в лаборатории, где расположены рабочие места за персональными компьютерами могут быть следующие вредные факторы: наличие – а) недопустимых микроклиматических условий; б) шума; в) недостаточной освещенности; г) электромагнитных полей. Лаборатория располагается на территории города Томска, по адресу Проспект Ленина 43, кабинет 118.

5.1 Производственная безопасность

5.1.1 Отклонение показателей микроклимата

Проанализируем микроклимат в помещении, где находится рабочее место. Микроклимат производственных помещений определяют следующие параметры: температура, относительная влажность, скорость движения воздуха. Эти факторы влияют на организм человека, определяя его самочувствие.

Оптимальные и допустимые значения параметров микроклимата

приведены в таблицах 30 и 31.

Таблица 30 – Оптимальные нормы микроклимата

Период года	Температура воздуха, С°	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный	20	45	0,2
Теплый	22,5		0,2

Таблица 31 – Допустимые нормы микроклимата

Период года	Температура воздуха, С°		Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
	Нижняя допустимая граница	Верхняя допустимая граница		
Холодный	15	23	20-80	<0,5
Теплый	18	28	20-80	<0,5

Общая площадь рабочего помещения составляет 20м², объем составляет 60 м³. По СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 [88] санитарные нормы составляют 6,5 м² и 20 м³ объема на одного человека. Исходя из приведенных выше данных, можно сказать, что количество рабочих мест соответствует размерам помещения по санитарным нормам.

После анализа габаритных размеров рассмотрим микроклимат в этой комнате. В качестве параметров микроклимата рассмотрим температуру, влажность воздуха, скорость ветра.

В помещении осуществляется естественная вентиляция посредством наличия легко открываемого оконного проема (форточки), а также дверного проема. По зоне действия такая вентиляция является общеобменной. Основным недостатком - приточный воздух поступает в помещение без предварительной очистки и нагревания. Согласно нормам, СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 объем

воздуха необходимый на одного человека в помещении без дополнительной вентиляции должен быть более 40 м³. В нашем случае объем воздуха на одного человека составляет 42 м³, из этого следует, что дополнительная вентиляция не требуется. Параметры микроклимата поддерживаются в холодное время года за счет систем водяного отопления с нагревом воды до 100°С, а в теплое время года – за счет кондиционирования, с параметрами по документам. Нормируемые параметры микроклимата, ионного состава воздуха, содержания вредных веществ должны соответствовать требованиям.

Для обеспечения оптимальных и допустимых показателей микроклимата в холодный период года следует применять средства защиты рабочих мест от остекленных поверхностей оконных проемов, чтобы не было охлаждения, а также необходимо установить отопительную систему. В теплый период года необходимо предусмотреть защиту от попадания прямых солнечных лучей. К средствам коллективной защиты можно отнести установки кондиционирования воздуха, основная задача которых поддерживать параметры воздуха в установленных пределах, для обеспечения надежной работы и комфортных условий для работников.

5.1.2 Превышение уровня шума

Источниками шума в лаборатории, в которой проводилось исследование, могут быть неисправные компьютера, а именно их системы охлаждения. Помимо этого, система вентиляции при ошибке в конструкции или повреждении так же может создавать шум. Лаборатория расположена среди учебных комнат, что означает, что в соседних комнатах отсутствует производственное оборудование и, как следствие, источники шума. Производственным шумом называется шум на рабочих местах, на участках или на территориях предприятий, который возникает во время производственного процесса. Источниками шума на производстве является транспорт, технологическое оборудование, системы вентиляции, пневмо- и гидроагрегаты, а также источники, вызывающие вибрацию. В нашей научно-исследовательской лаборатории не находится

никаких приборов и устройств, создающих шум, который может оказать влияние на здоровье.

Следствием вредного действия производственного шума могут быть:

- профессиональные заболевания,
- повышение общей заболеваемости,
- снижение работоспособности,
- снижение производительности труда.

Уровень шума на рабочем месте математиков - программистов и операторов видеоматериалов не должен превышать 82 дБА, а в залах обработки информации на вычислительных машинах - 65дБА. Для снижения уровня шума стены и потолок помещений, где установлены компьютеры, могут быть облицованы звукопоглощающими материалами с максимальными коэффициентами звукопоглощения в области частот 63 - 8000 Гц.

Для определения допустимого уровня шума на рабочих местах используется ГОСТ 12.1.003-2014 ССБТ. «Шум. Общие требования безопасности.» [89], СН 2.2.4/2.1.8.562–96. «Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории застройки» [90]. В таблице 32 приведены допустимые уровни звукового давления на рабочем месте согласно нормам, из СН 2.2.4/2.1.8.562–96.

Таблица 32 - Допустимы уровни звукового давления на рабочем месте, согласно [6]

Вид деятельности	Частота, Гц							
	Уровень звукового давления, дБ							
	63	125	250	500	1000	2000	4000	5000
Научная деятельность, проектирование	71	61	54	49	45	42	40	38

Средства индивидуальной защиты органов слуха, работающих установлены ГОСТ 12.4.318-2019 по системе стандартов безопасности труда. К средствам защиты относятся противοшумные шлемοфоны (шлемы), наушники,

заглушки, вкладыши. Они эффективно защищают организм от раздражающего действия шума, предупреждая возникновение различных функциональных нарушений и расстройств, если правильно подобраны и систематически используются.

В первую очередь следует использовать средства коллективной защиты. По отношению к источнику возбуждения шума коллективные средства защиты подразделяются на средства, снижающие шум в источнике его возникновения, и средства, снижающие шум на пути его распространения от источника до защищаемого объекта.

Внутри здания тихие помещения необходимо располагать вдали от шумных так, чтобы их разделяло несколько других помещений или ограждение с хорошей звукоизоляцией.

5.1.3 Повышенный уровень электромагнитных излучений

Источником электромагнитных излучений в нашем случае являются дисплеи ПЭВМ. Монитор компьютера включает в себя излучения рентгеновской, ультрафиолетовой и инфракрасной области, а также широкий диапазон электромагнитных волн других частот. Согласно СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 [91] напряженность электромагнитного поля по электрической составляющей на расстоянии 50 см вокруг ВДТ не должна превышать 25В/м в диапазоне от 5Гц до 2кГц, 2,5В/м в диапазоне от 2 до 400кГц [92]. Плотность магнитного потока не должна превышать в диапазоне от 5 Гц до 2 кГц 250нТл, и 25нТл в диапазоне от 2 до 400кГц. Поверхностный электростатический потенциал не должен превышать 500В [93]. В ходе работы использовалась ПЭВМ типа Асер со следующими характеристиками: напряженность электромагнитного поля 2,4 В/м; поверхностный потенциал составляет 440 В.

При длительном постоянном воздействии электромагнитного поля (ЭМП) радиочастотного диапазона при работе на ПЭВМ у человеческого организма сердечно-сосудистые, респираторные и нервные расстройства, головные боли, усталость, ухудшение состояния здоровья, гипотония, изменения сердечной

мышцы проводимости. Тепловой эффект ЭМП характеризуется увеличением температуры тела, локальным селективным нагревом тканей, органов, клеток за счет перехода ЭМП на теплую энергию. Предельно допустимые уровни облучения (по ГОСТ 54 30013-83):

1. до 10 мкВт/см^2 , время работы (8 часов);
2. от 10 до 100 мкВт/см^2 , время работы не более 2 часов;
3. от 100 до 1000 мкВт/см^2 , время работы не более 20 мин. при условии пользования защитными очками;
4. для населения в целом ППМ не должен превышать 1 мкВт/см^2 .

Защита человека от опасного воздействия электромагнитного излучения осуществляется следующими способами:

1. СКЗ

1.1. защита временем;

1.2. защита расстоянием;

1.3. снижение интенсивности излучения непосредственно в самом источнике излучения;

1.4. экранирование источника с заземлением;

1.5. защита рабочего места от излучения;

2. СИЗ

2.1. Очки и специальная одежда, выполненная из металлизированной ткани (кольчуга). При этом следует отметить, что использование СИЗ возможно при кратковременных работах и является мерой аварийного характера. Ежедневная защита обслуживающего персонала должна обеспечиваться другими средствами.

Вместо обычных стекол используют стекла, покрытые тонким слоем золота или диоксида олова (SnO_2).

5.1.4 Поражение электрическим током

Строгое выполнение организационных и технических мероприятий при проведении работ с электроустановками, очень важно в целях предупреждения

электротравматизма, кроме этого используют средства защиты, к которым относятся: электрическая изоляция токоведущих частей, защитное заземление и отключение, электрическое разделение сети. Преднамеренное соединение с землей металлических нетоковедущих частей, которые могут оказываться под напряжением, называют защитным заземлением (ГОСТ 12.1.019 – 2017 [94]). Чтобы защитить человека от поражения электрическим током, защитное заземление должно удовлетворять ряду требований, изложенных в ПУЭ и ГОСТ 12.1.030 – 81 «ССВТ. Электробезопасность. Защитное заземление. Зануление» [95]. Эти требования зависят от напряжения электроустановок и мощности источника питания. К средствам защиты относятся: электрическая изоляция токоведущих частей, защитное заземление и отключение, электрическое разделение сети.

К электрозащитным средствам относятся:

СКЗ от поражения электротоком:

изолирующие штанги всех видов (оперативные, измерительные, для наложения заземления); указатели напряжения всех видов (высокого, низкого) и классов напряжений (с газоразрядной лампой, бесконтактные, импульсного типа, с лампой накаливания и др.); бесконтактные сигнализаторы наличия напряжения; защитные ограждения (щиты, ширмы, изолирующие накладки, колпаки); изолированный инструмент;

СИЗ от поражения электротоком: изолирующие и электроизмерительные клещи; переносные заземления; диэлектрические галоши, изолирующие боты и перчатки, каски защитные диэлектрические, изолирующие подставки, ковры.

Лаборатория относится к помещению без повешенной опасности поражения электрическим током (в которой отсутствуют условия, создающие повышенную или особую опасность), поскольку – это помещение сухое, хорошо отапливаемое, с токонепроводящими полами, с температурой 18-20°, с влажностью 40-50%. Заземление металлических нетоковедущих частей обеспечивается присоединением вилки прибора к специальной розетке с заземляющим контактом. Имеется устройство защитного отключения. Защита от

прямого прикосновения не требуется, поскольку отсутствуют электроустановки, а электрооборудование находится в зоне системы уравнивания потенциалов, и наибольшее рабочее напряжение не превышает 25 В переменного или 60 В постоянного тока.

Безопасные номиналы характеристик тока: Сила тока $I = 0,1$ А, Напряжение $U = 36$ В, Сопротивление заземления $R_{\text{зазем}} = 4$ Ом.

Каждому необходимо знать меры медицинской помощи при поражении электрическим током. В любом рабочем помещении необходимо иметь медицинскую аптечку для оказания первой медицинской помощи.

Поражение электрическим током чаще всего наступает при небрежном обращении с приборами, при неисправности электроустановок или при их повреждении.

Для освобождения пострадавшего от токоведущих частей необходимо использовать не проводящие материалы. Если после освобождения пострадавшего из-под напряжения он не дышит, или дыхание слабое, необходимо вызвать бригаду скорой медицинской помощи и оказать пострадавшему доврачебную медицинскую помощь.

5.1.5 Освещенность

Согласно СНиП 23-05-95 [95] в лаборатории, где происходит периодическое наблюдение за ходом производственного процесса при постоянном нахождении людей в помещении освещенность при системе общего освещения не должна быть ниже 300 Лк.

Правильно спроектированное и выполненное освещение обеспечивает высокий уровень работоспособности, оказывает положительное психологическое действие на человека и способствует повышению производительности труда.

На рабочей поверхности должны отсутствовать резкие тени, которые создают неравномерное распределение поверхностей с различной яркостью в поле зрения, искажает размеры и формы объектов различия, в результате

повышается утомляемость и снижается производительность труда.

Расчёт общего равномерного искусственного освещения горизонтальной рабочей поверхности выполняется методом коэффициента светового потока, учитывающим световой поток, отражённый от потолка и стен. Длина помещения $A = 6,5$ м, ширина $B = 3,1$ м, высота = 3 м. Высота рабочей поверхности над полом $h_p = 1,0$ м. Согласно СНиП 23-05-95 [96] необходимо создать освещенность не ниже 300 лк, в соответствии с разрядом зрительной работы.

Площадь помещения:

$$S = A \cdot B,$$

где A – длина, м; B – ширина, м.

$$S = 6,5 * 3 = 20 \text{ м}^2$$

Коэффициент запаса, учитывающий загрязнение светильника, для помещений с малым выделением пыли равен $K_3 = 1,5$. Коэффициент неравномерности для люминесцентных ламп $Z = 1,1$.

Выбираем лампу дневного света ЛД-40, световой поток которой равен $\Phi_{ЛД} = 2300$ Лм.

Выбираем открытые двухламповые светильники с люминесцентными лампами типа ОД-2-40. Этот светильник имеет две лампы мощностью 40 Вт каждая, длина светильника равна 1230 мм, ширина – 266 мм.

Интегральным критерием оптимальности расположения светильников является величина λ , принимаем равной 1,2, расстояние светильников от перекрытия (свес) $h_c = 0,7$ м.

Высота светильника над рабочей поверхностью определяется по формуле:

$$h = h_n - h_p,$$

где h_n – высота светильника над полом, высота подвеса,

h_p – высота рабочей поверхности над полом.

Наименьшая допустимая высота подвеса над полом для двухламповых светильников ОД: $h_n = 3$ м.

Высота светильника над рабочей поверхностью определяется по

формуле:

$$h = H - h_p - h_c = 3 - 1 - 0,7 = 1,3 \text{ м}$$

Расстояние между светильниками:

$$L = \lambda \cdot h = 1,2 \cdot 1,3 = 1,56 \text{ м}$$

Расстояние от крайнего ряда светильников до стены:

$$L/3 = 0,52 \text{ м}$$

Определяем количество рядов светильников и количество светильников

в ряду:

$$n_{\text{ряд}} = \frac{(B - 2/3L)}{L} + 1 = \frac{(3 - 2/3 \cdot 1,56)}{1,56} + 1 = 2$$

$$n_{\text{св}} = \frac{(A - 2/3L)}{l_{\text{св}} + 0,3} = \frac{(6,5 - 2/3 \cdot 1,56)}{1,23 + 0,3} = 3$$

Разрывы между светильниками 30 см.

Находим индекс помещения по формуле:

$$i = \frac{A \cdot B}{h(A + B)} = \frac{19,5}{1,3 \cdot 9,5} = 1,57$$

Коэффициент использования светового потока, показывающий какая часть светового потока ламп попадает на рабочую поверхность, для светильников типа ОД с люминесцентными лампами при $\rho_{\text{п}} = 70\%$, $\rho_{\text{с}} = 50\%$ и индексе помещения $i = 1,57$ равен $\eta = 0,56$. Тогда

$$N = \frac{E \cdot A \cdot B \cdot K_z \cdot Z}{\Phi_{\text{лб}} \cdot \eta} = \frac{300 \cdot 6,5 \cdot 3 \cdot 1,5 \cdot 1,1}{2300 \cdot 0,56} = 7,5 \approx 8 \text{ ламп}$$

При этом получается 4 светильника.

Из условий равномерности освещения определяем расстояния L_1 и $L_1/3$ и L_2 и $L_2/3$ по следующим уравнениям:

$$3000 = L_1 + \frac{2}{3}L_1 + 1,3 \cdot 266; \Rightarrow L_1 = 1592 \text{ мм}; L_1/3 = 530 \text{ мм};$$

$$6500 = L_2 + \frac{2}{3}L_2 + 1,3 \cdot 1230; \Rightarrow L_2 = 2940 \text{ мм}; L_2/3 = 980 \text{ мм};$$

На рисунке 22 изображен план помещения и размещения светильников с люминесцентными лампами.

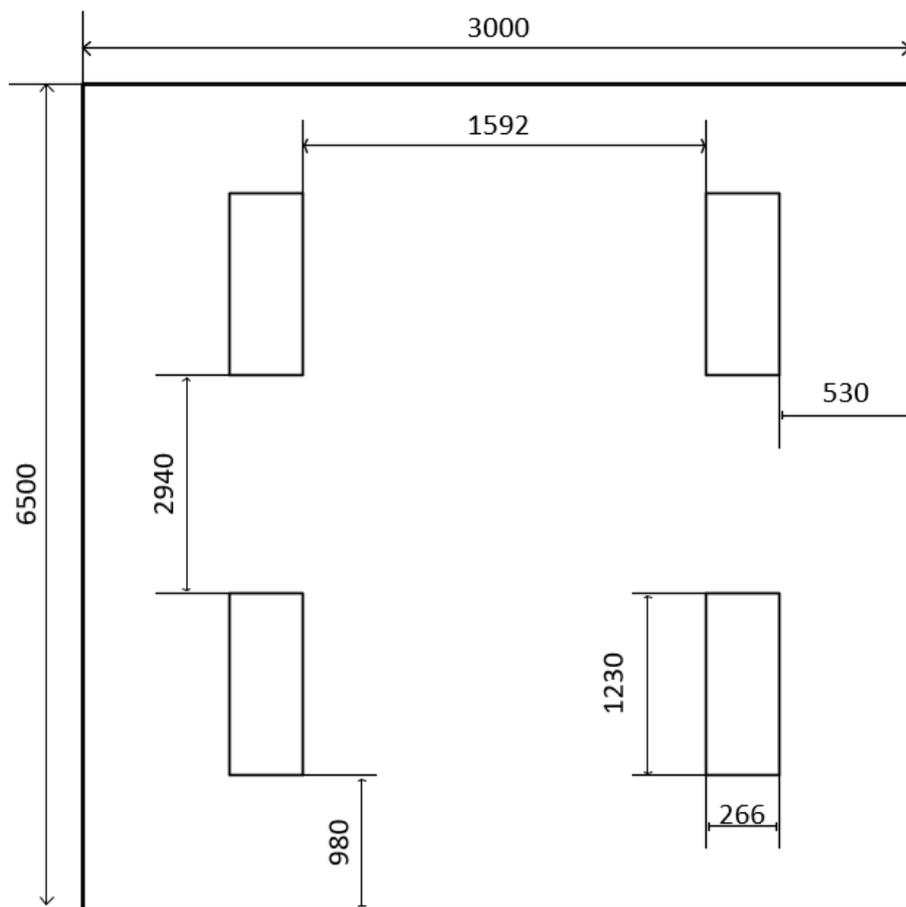


Рисунок 22 – План помещения и размещения светильников с люминесцентными лампами.

Потребный световой поток люминесцентной лампы определяется по формуле:

$$\Phi_{\text{д}} = \frac{E \cdot S \cdot K_3 \cdot Z}{N \cdot \eta} = \frac{300 \cdot 20 \cdot 1,5 \cdot 1,1}{8 \cdot 0,56} = 2209,8 \text{ лм}$$

Ближайшая по световому потоку 2300 лм лампа – ЛД-40

Делаем проверку выполнения условия:

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{\text{ЛД}} - \Phi_{\text{П}}}{\Phi_{\text{ЛД}}} \cdot 100\% \leq 20\%;$$

$$\frac{\Phi_{\text{ЛД}} - \Phi_{\text{П}}}{\Phi_{\text{ЛД}}} \cdot 100\% = \frac{2300 - 2209,8}{2300} \cdot 100\% = 3,92 \%$$

Таким образом, мы получили, что необходимый световой поток не выходит за пределы требуемого диапазона. Теперь рассчитаем мощность осветительной установки:

$$P = 8 \cdot 40 = 320 \text{ Вт}$$

5.1.6 Пожарная опасность

Источниками пожаровзрывоопасности в лаборатории могут быть любые электроприборы. При работе с электроприборами не исключено оплавление изоляционных проводов, их оголение, что влечет за собой короткое замыкание, перегрузку электронных схем, которые, перегреваясь, сгорают с разбрызгиванием искр.

По пожарной опасности помещения подразделяют на категории А, Б, В, Г, Д. Данная лаборатория согласно НПБ 105-03 относится к категории В, поскольку в помещении есть деревянные столы.

По степени огнестойкости данное помещение относится к 1-й степени огнестойкости по СНиП 21-01-97 (выполнено из кирпича, которое относится к трудно сгораемым материалам). Возникновение пожара при работе с электронной аппаратурой может быть по причинам электрического характера. Причины возникновения пожара электрического характера: короткое замыкание, перегрузки по току, искрение и электрические дуги, статическое электричество ит. п. Не реже одного раза в квартал необходимо производить очистку от пыли агрегатов и узлов, кабельных каналов и межпольного пространства.

Для устранения причин возникновения и локализации пожаров в помещении лаборатории должны проводиться следующие мероприятия: использование только исправного оборудования; проведение периодических инструктажей по пожарной безопасности; отключение электрооборудования, освещения и электропитания при предполагаемом отсутствии обслуживающего персонала или по окончании работ; курение в строго отведенном месте; содержание путей и проходов для эвакуации людей в свободном состоянии.

Пожарная безопасность обеспечивается наличием огнетушителей:

Огнетушитель углекислотный (ОУ-2). ОУ-2 предназначен для тушения загораний веществ, горение которых не может происходить без доступа воздуха, загораний электроустановок, находящихся под напряжением не более 10 000В, жидких и газообразных веществ (класс В, С, Е), загораний в архивах, музеях,

картинных галереях. Огнетушитель химический водно-пенный (ОХВП-10). ОХВП-10 предназначен для тушения начальных загораний твердых веществ и легковоспламеняющихся жидкостей, за исключением щелочных металлов и веществ, горение которых происходит без доступа воздуха. Запрещается использовать огнетушитель ОХВП-10 для тушения загоревшихся электроустановок, находящихся под напряжением. План эвакуации при пожаре и других ЧС из помещений учебного корпуса №3 представлен на рисунке 23.



Рисунок 23 – План эвакуации при пожаре и других ЧС из помещений учебного корпуса №3

Здание должно соответствовать требованиям пожарной безопасности, а именно, наличие охранно-пожарной сигнализации, плана эвакуации (рисунок, порошковых или углекислотных огнетушителей с поверенным клеймом, табличек с указанием направления к выходу).

5.2 Экологическая безопасность

5.2.1 Анализ влияния процесса исследования на окружающую среду.

В компьютерах огромное количество компонентов, которые содержат токсичные вещества и представляют угрозу, как для человека, так и для

окружающей среды.

Исходя из сказанного выше перед планированием покупки компьютера необходимо:

- Побеспокоится заранее о том, каким образом будет утилизирована имеющаяся техника, перед покупкой новой;
- Узнать, насколько новая техника соответствует современным эко-стандартам и примут ее на утилизацию после окончания срока службы;

Таким образом утилизацию компьютера можно провести следующим образом:

- отделить металлические детали от неметаллов;
- разделить углеродистые металлы от цветмета;
- пластмассовые изделия (крупногабаритные) измельчить для уменьшения объема;
- копир-порошок упаковать в отдельную упаковку, точно также, как и все проклассифицированные и измельченные компоненты оргтехники, и после накопления на складе транспортных количеств отправить предприятиям и фирмам, специализирующимся по переработке отдельных видов материалов. Утилизация оргтехники по адресу г. Томск ул. Партизанская 9/1.

5.3 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

5.3.1. Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть на рабочем месте при проведении исследований.

Лаборатория расположена в городе Томск с континентально циклоническим климатом и природные явления (землетрясения, наводнения, засухи, ураганы и т. д.), в данном городе отсутствуют.

Возможными ЧС на объекте в данном случае, могут быть сильные морозы и несанкционированное проникновение на рабочее место.

Для Сибири в зимнее время года характерны морозы и метели. В результате порывов ветра могут быть обрывы линий электропитания, из-за чего возможны перебои в электроснабжении; перегрузки, которые могут стать

причиной пожара. Для предотвращения подобных ситуаций необходима организация системы аварийного электропитания, по возможности проведение линии электроснабжения под землей. Низкие температуры могут привести к авариям систем теплоснабжения.

5.3.2 Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС.

В случае переморозки труб должны быть предусмотрены запасные газовые обогреватели с катализатором. Их количества и мощности должно хватать для того, чтобы работа на производстве не прекратилась. Необходимо иметь суточный запас воды на складе из расчета 30 литров на человека, чтобы избежать обезвоживания персонала и обеспечить нужды. В случае перебоев в расписании движения общественного транспорта должен быть предоставлен транспорт служебный.

Возможно несанкционированное проникновение на рабочее место. Угрозы могут быть как ложными, так и действительными, поэтому необходимы меры предосторожности по этому поводу. В качестве мер безопасности приняты следующие действия – установка системы видеонаблюдения и круглосуточной охраны, сохранение конфиденциальной информации о охранной системе. Для защиты от несанкционированного проникновения также должна быть введена пропускная система. Необходимо так же проводить информирование должностных лиц и тренировки по отработке действий на случай экстренной эвакуации. Помещение лаборатории закрывается на замок, ведется охрана вахтовым методом. В помещении установлена сигнализация.

Выводы по разделу социальная ответственность

В разделе ВКР социальная ответственность был проведен анализ возможных опасных и вредных факторов на рабочем месте исследователя. Были предложены превентивные меры и меры безопасности.

Так же проведен анализ безопасности предприятия по отношению к экологии и безопасности в случае чрезвычайных ситуаций. В результате анализа

было подтверждено, что все необходимые меры для обеспечения безопасности сотрудников в лаборатории приняты, например, все элементы, порождающие шум изолированы. Так же в лаборатории установлены широкие пластиковые окна, которые обеспечивают необходимый уровень освещения и вентиляции воздуха. Установлена оптимальная система освещения для обеспечения искусственного белого света. В случае ЧС в лаборатории присутствует план эвакуации, огнетушитель. Лаборатория закрывается на сигнализацию и корпус находится под вахтовой охраной.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе проведён литературный обзор методов синтеза порошка титанового сплава для электронно-лучевого плавления. После чего был изготовлен сплав TNZT методом электронно-лучевого плавления, с последующей модификацией его поверхности с помощью импульсного электронного пучка с целью улучшения его морфологии и топографии. Порошок для сплава TNZT изготавливался механическим методом газового распыления. Микроструктура порошка была охарактеризована с помощью сканирующей электронной микроскопии. Построена гистограмма распределения частиц порошка. Полученные частицы показали широкий диапазон распределения по размеру – от 1–120 мкм. Рассчитано распределение частиц порошка TNZT по размерам. В результате определено, что доля мелких частиц (<10 мкм) в два раза выше, чем доля частиц всех других размеров. Электронно-лучевое плавление порошка титанового сплава TNZT как правило сохраняет одну β -фазу с параметром решетки $a = 3,2931 \text{ \AA}$ в сплаве TNZT в исходном состоянии. Метод ЭЛП сохраняет кристаллическую структуру порошка.

По данным ДОРЭ-анализа для образцов характерна случайная текстура и преимущественно случайное распределение, разориентации зерен наблюдались для всех осей, что означает отсутствие какой-либо преимущественной кристаллографической ориентации зерен. Таким образом можно сказать, что на эти образцы не накладывается анизотропия из-за их ориентации зерен.

Исследование количественного элементного состава образца показало однородность состава, который соответствует номинальному составу сплава с массовым % содержанием Ti 54,68 %, Nb 33,77 %, Zr 6,82 % и Zr 4,73 %

В результате модифицирования ИЭП улучшилась микроструктура сплава TNZT. Полностью проплавились нерасплавленные и частично расплавленные области на поверхности сплава, а также исчезли поры вблизи поверхности и по краям сплава TNZT, изготовленного методом ЭЛП. Поверхность сплава TNZT после обработки ИЭП относительно однородна и показывает равноосные β -зерна.

Обработка ИЭП поверхности TNZT снижает приблизительно в 2 раза значения шероховатости исследуемых образцов и приводит к значительному уменьшению их разброса по величине. Следовательно, обработка ИЭП позволяет получать поверхность с однородной топографией и равномерно распределенным рельефом поверхности со средней величиной шероховатости $Ra=8,7\pm 0,1$.

Модуль Юнга и твердость вблизи поверхности TNZT после обработки ИЭП на 18,5 и 38% выше, чем значения, полученные для не обработанного сплава. Обработка поверхности сплава ИЭП, описанная в этом исследовании, не привела к существенным изменениям в физико-механических свойствах сплава. Таким образом, модифицирование ИЭП является эффективным методом модификации поверхности образцов, который позволяет снизить разброс шероховатости по поверхности имплантата улучшив пролиферацию, адгезию и остеокондуктивность имплантата без изменения их физико-механических характеристик для биомедицинских исследований.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ СТУДЕНТА

1. Surmeneva, M., Grubova, I., Glukhova, N., Khrapov, D., Koptyug, A., Volkova, A., Surmenev, R. New Ti-35Nb-7Zr-5Ta alloy manufacturing by electron beam melting for medical application followed by high current pulsed electron beam treatment // *Metals*, 2021. – 11(7), 1066.

2. Волкова А.П., Сурменев Р.А., Храпов Д., Грубова И.Ю. Исследование влияния обработки электронным пучком на физико-механические свойства системы титанового сплава Ti-Nb-Zr-Ta // *Химия и химическая технология в XXI веке : материалы XXII Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени выдающихся химиков Л. П. Кулёва и Н. М. Кижнера, посвященной 125-летию со дня основания Томского политехнического университета, Томск, 17-20 мая 2021 г. : в 2 т. — Томск : Изд-во ТПУ, 2021. — Т. 2. — С. 320-321.*

3. Волкова А.П., Храпов Д., Грубова И.Ю. Модифицирование поверхности сплава Ti-Nb-Zr-Ta импульсным электронным пучком // *Перспективы развития фундаментальных наук: сборник научных трудов XVIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, г. Томск, 27-30 апреля 2021 г. Т. 1: Физика.—Томск, 2021. – Томский политехнический университет, 2021. – Т. 1. – С. 76-78.*

4. Волкова А.П., Грубова И.Ю., Сурменева М.А. Сравнительный анализ текстуры и текстуры слоев сплава системы Ti-35Nb-7Zr-5Ta (TNZT), изготовленных с помощью электроннолучевого плавления // *Материалы Международной научно-практической конференции им. Д. И. Менделеева, посвященной 90-летию профессора Р. З. Магарила. Том 2. Машиностроение, материаловедение. Стандартизация, метрология и управление качеством. Разработка и эксплуатация нефтяных и газовых месторождений / отв. ред. А. Н. Халин. – Тюмень: ТИУ, 2022. – 390 с.*

5. Surmeneva, M. A., Khrapov, D., Prosolov, K., Kozadayeva, M., Koptyug, A., Volkova, A., Surmenev, R. A. (2022). The influence of chemical etching on porous structure and mechanical properties of the Ti6AL4V Functionally Graded Porous Scaffolds fabricated by EBM. *Materials Chemistry and Physics*, 2021. – 275, 125217.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Rehtin J. et al. Fabrication of titanium-niobium-zirconium-tantalum alloy (TNZT) bioimplant components with controllable porosity by spark plasma sintering //Materials. – 2018. – Vol. 11. – №. 2. – Art. № 1811-2]
2. Mohammed M. T. Development of a new metastable beta titanium alloy for biomedical applications //Karbala International Journal of Modern Science. – 2017. – Vol. 3. – №. 4. – P. 224-230
3. Łępicka M., Grądzka-Dahlke M. Surface modification of ti6al4v titanium alloy for biomedical applications and its effect on tribological performance-a review //Reviews on Advanced Materials Science. – 2016. – Vol. 46. – №. 1.
4. Mavros N. et al. Spark plasma sintering of low modulus titanium-niobium-tantalum-zirconium (TNTZ) alloy for biomedical applications //Materials & Design. – 2019. – Vol. 183. – Art. № 108163
5. Ummethala R. et al. Selective laser melting of high-strength, low-modulus Ti–35Nb–7Zr–5Ta alloy //Materialia. – 2020. – T. 14. – C. 100941
6. Zhang L. C., Attar H. Selective laser melting of titanium alloys and titanium matrix composites for biomedical applications: a review //Advanced engineering materials. – 2016. – T. 18. – №. 4. – C. 463-475
7. [Ivanov E. et al. Development of bio-compatible beta Ti alloy powders for additive manufacturing for application in patient-specific orthopedic implants //Key Engineering Materials. – Trans Tech Publications Ltd, 2018. – Vol. 770. – P. 9-17.
8. Liu W., Liu S., Wang L. Surface modification of biomedical titanium alloy: micromorphology, microstructure evolution and biomedical applications //Coatings. – 2019. – Vol. 9. – №. 4. – Art. № 249
9. Altug-Peduk G. S. et al. Characterization of Ni–Ti alloy powders for use in additive manufacturing //Russian Journal of Non-Ferrous Metals. – 2018. – Vol. 59. – №. 4. – P. 433-4399
10. Galarraga H. et al. Effects of heat treatments on microstructure and properties of Ti-6Al-4V ELI alloy fabricated by electron beam melting (ЭЛП) //Materials Science and Engineering: A. – 2017. – Vol. 685. – P. 417-428.

11. Yanko T., Brener V., Ovchinnikov O. Production of spherical titanium alloy powders used in additive manufacturing from titanium scrap //MATEC Web of Conferences. – EDP Sciences, 2020. – Vol. 321. – Art. № 07008-
12. Jang T. S. et al. Powder based additive manufacturing for biomedical application of titanium and its alloys: a review //Biomedical Engineering Letters. – 2020. – P. 1-12
13. Popovich A., Sufiiarov V. Metal powder additive manufacturing //New trends in 3D printing. – IntechOpen, 2016- Martin A. A. et al. Dynamics of pore formation during laser powder bed fusion additive manufacturing //Nature communications. – 2019. – Vol. 10. – №. 1. – P. 1-10.
14. Pialot F. et al. Machine and method for powder-based additive manufacturing : Patent № 10343215. USA – 2019.
15. Rengers S. H., Stevenson C. X., Welsh C. M. Powder recirculating additive manufacturing apparatus and method: Patent №. 10814387 CIIIA. – 2020.
16. Fredriksson C. Sustainability of metal powder additive manufacturing //Procedia Manufacturing. – 2019. – Vol. 33. – P. 139-144.
17. Sun P. et al. A novel method for production of spherical Ti-6Al-4V powder for additive manufacturing //Powder Technology. – 2016. – T. 301. – C. 331-335.
18. Taheri H. et al. Powder-based additive manufacturing-a review of types of defects, generation mechanisms, detection, property evaluation and metrology //International Journal of Additive and Subtractive Materials Manufacturing. – 2017. – Vol. 1. – №. 2. – P. 172-209.
19. Jang T. S. et al. Powder based additive manufacturing for biomedical application of titanium and its alloys: a review //Biomedical Engineering Letters. – 2020. – P. 1-12.
20. Rossi S., Puglisi A., Benaglia M. Additive manufacturing technologies: 3D printing in organic synthesis //ChemCatChem. – 2018. – Vol. 10. – №. 7. – P. 1512-1525.

21. Pragadish N., Hariharan K. Synthesis of medical grade hydroxyapatite powder by wet chemical route //TAGA Journal of Graphic Technology. – 2018. – Vol. 14. – P. 1748-0345
22. Powell D. et al. Repurposing of metal support structures to form powder for use in additive manufacturing. – 2019.
23. Babaytsev A. V., Orekhov A. A., Rabinskiy L. N. Properties and microstructure of alsi 10 mg samples obtained by selective laser melting //Nanoscience and Technology: An International Journal. – 2020. – Vol. 11. – №. 3.
24. Powell D. et al. Repurposing of metal support structures to form powder for use in additive manufacturing. – 2019.
25. Babaytsev A. V., Orekhov A. A., Rabinskiy L. N. Properties and microstructure of alsi 10 mg samples obtained by selective laser melting //Nanoscience and Technology: An International Journal. – 2020. – Vol. 11. – №. 3.
26. Ovchinnikov A. et al. Technology of new Generation Titanium Alloys Powder for Additive Technology.
27. Малаев И. А., Пивовар М. Л. Аддитивные технологии: применение в медицине и фармации //Вестник фармации. – 2019. – №. 2. – С. 98-107.
28. Gong X., Anderson T., Chou K. Review on powder-based electron beam additive manufacturing technology //International Symposium on Flexible Automation. – American Society of Mechanical Engineers, 2012. – Vol. 45110. – P. 507-515.
29. Агеев Е. В., Алтухов А. Ю., Новиков А. Н. Исследование влияния гранулометрического состава электроэрозионных кобальтохромовых порошков на физико-механические свойства аддитивных изделий //Известия Юго-Западного государственного университета. – 2019. – Т. 23. – №. 4. – С. 57-71.
30. Чжао И. Получение металлических порошков методом газофазного гидрирования для аддитивного производства. – 2018.
31. Vishnu DSM et al. Electrochemical synthesis of porous Ti-Nb alloys for biomedical applications //Materials Science and Engineering. - 2019. - Vol. 96. - P. 466-478.

32. Ali S. et al. Microstructure and mechanical properties of Ti-Mo-Zr-Cr biomedical alloys by powder metallurgy //Journal of Materials Engineering and Performance. – 2017. – Vol. 26. – №. 3. – P. 1262-1271.

33. Makkar P. et al. In vitro and in vivo assessment of biomedical Mg–Ca alloys for bone implant applications //Journal of applied biomaterials & functional materials. – 2018. – Vol. 16. – №. 3. – P. 126-136.

34. Yablokova G. et al. Rheological behavior of β -Ti and NiTi powders produced by atomization for SLM production of open porous orthopedic implants //Powder Technology. – 2015. – Vol. 283. – P. 199-209.

35. Tanikić D. I. et al. Metals and Alloys in the function of biomaterials //Vojnotehnički glasnik. – 2012. – T. 60. – №. 2. – C. 202-215.

36. Mengucci P. et al. Effects of thermal treatments on microstructure and mechanical properties of a Co–Cr–Mo–W biomedical alloy produced by laser sintering //Journal of the mechanical behavior of biomedical materials. – 2016. – T. 60. – C. 106-117.

37. Sakaguchi N., Niinomi M., Akahori T. Tensile deformation behavior of Ti-Nb-Ta-Zr biomedical alloys //Materials transactions. – 2004. – T. 45. – №. 4. – C. 1113-1119.

38. Zhou Y. L. et al. Microstructures, mechanical and corrosion properties and biocompatibility of as extruded Mg–Mn–Zn–Nd alloys for biomedical applications //Materials Science and Engineering: C. – 2015. – T. 49. – C. 93-100.

39. Cremasco, A., Messias, A. D., Esposito, A. R., de Rezende Duek, E. A., & Caram, R. (2011). Effects of alloying elements on the cytotoxic response of titanium alloys. *Materials Science and Engineering: C*, 31(5), 833-839.

40. Zhou Y. L., Luo D. M. Microstructures and mechanical properties of Ti–Mo alloys cold-rolled and heat treated //Materials Characterization. – 2011. – T. 62. – №. 10. – C. 931-937.

41. Ehtemam-Haghighi S. et al. Microstructure, phase composition and mechanical properties of new, low cost Ti-Mn-Nb alloys for biomedical applications //Journal of Alloys and Compounds. – 2019. – T. 787. – C. 570-577.

42.Brailovski V. et al. Bulk and porous metastable beta Ti–Nb–Zr (Ta) alloys for biomedical applications //Materials Science and Engineering: C. – 2011. – Vol. 31. – №. 3. – P. 643-657.

43.Ivanov E. et al. Development of bio-compatible beta Ti alloy powders for additive manufacturing for application in patient-specific orthopedic implants //Key Engineering Materials. – Trans Tech Publications Ltd, 2018. – Vol. 770. – P. 9-17.

44.Melmoth L. A systematic investigation into β -phase Ti-alloys for biomedical applications :diss. – Manchester Metropolitan University, 2018.

45.Reddy A. C. Microstructural Assessment of Biocompatible TNZT Alloy Cast by Counter-Gravity in Yttria Doped Titania Investment Shell Moulds //7th International Conference on Composite Materials and Characterization, Bangalore. – 2009. – P. 130-135.

46.Zhang T., Inoue A. Thermal and mechanical properties of Ti–Ni–Cu–Sn amorphous alloys with a wide supercooled liquid region before crystallization //Materials transactions, JIM. – 1998. – Vol. 39. – №. 10. – P. 1001-1006

47.Bolzoni L., Ruiz-Navas E. M., Gordo E. Quantifying the properties of low-cost powder metallurgy titanium alloys //Materials Science and Engineering: A. – 2017. – Vol. 687. – P. 47-53.

48.[Lascano S. et al. Porous titanium for biomedical applications: Evaluation of the conventional powder metallurgy frontier and space-holder technique //Applied Sciences. – 2019. – Vol. 9. – №. 5. – P. 982

49.García-Moreno F. Commercial applications of metal foams: Their properties and production //Materials. – 2016. – Vol. 9. – №. 2. – P. 85.

50.Zhang L. C., Attar H. Selective laser melting of titanium alloys and titanium matrix composites for biomedical applications: a review //Advanced engineering materials. – 2016. – Vol. 18. – №. 4. – P. 463-475

51.Tamayo J. A. et al. Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy via electron beam melting for the development of implants for the biomedical industry //Heliyon. – 2021. – T. 7. – №. 5. – C. e06892.].

52.Kopova I. et al. Newly developed Ti–Nb–Zr–Ta–Si–Fe biomedical beta

titanium alloys with increased strength and enhanced biocompatibility //Materials Science and Engineering: C. – 2016. – Vol. 60. – P. 230-238.

53.Kumar M. B., Sathiya P. Methods and materials for additive manufacturing: A critical review on advancements and challenges //Thin-Walled Structures. – 2021. – T. 159. – C. 10722

54.Zhang L. C., Attar H. Selective laser melting of titanium alloys and titanium matrix composites for biomedical applications: a review //Advanced engineering materials. – 2016. – T. 18. – №. 4. – C. 463-475.

55.Bartolomeu F. et al. Wear behavior of Ti6Al4V biomedical alloys processed by selective laser melting, hot pressing and conventional casting //Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2017. – T. 27. – №. 4. – C. 829-838

56.Yadroitsev I., Krakhmalev P., Yadroitsava I. Selective laser melting of Ti6Al4V alloy for biomedical applications: Temperature monitoring and microstructural evolution //Journal of Alloys and Compounds. – 2014. – T. 583. – C. 404-409.

57.Промышленные 3D принтеры для печати металлом SLM [Электронный ресурс]:сайт.https://mosinductor.ru/productsiya/oborudovanie_dlya_3d_prototipirovaniya/promyshlennye-3d-printery-dlya-pechati-metallom-slm/(Дата обращения 03.03.2022).

58.Singh R., Singh S., Hashmi M. S. J. Implant materials and their processing technologies. – 2016

59.Zopp C. et al. Processing of a metastable titanium alloy (Ti-5553) by selective laser melting //Ain Shams Engineering Journal. – 2017. – Vol. 8. – №. 3. – P. 475-479.

60.Chen Z. et al. Microstructures and wear properties of surface treated Ti–36Nb–2Ta–3Zr–0.35 O alloy by electron beam melting (EBM) //Applied Surface Science. – 2015. – T. 357. – C. 2347-2354

61.Zhang L. C., Chen L. Y., Wang L. Surface modification of titanium and titanium alloys: technologies, developments, and future interests //Advanced Engineering Materials. – 2020. – T. 22. – №. 5. – C. 1901258

62.Liu X., Chu P. K., Ding C. Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications //Materials Science and Engineering: R: Reports. – 2004. – T. 47. – №. 3-4. – C. 49-121.]

63.Rautray T. R. et al. Surface modification of titanium and titanium alloys by ion implantation //Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials. – 2010. – T. 93. – №. 2. – C. 581-591.

64.Cáceres D. et al. Nanomechanical properties of surface-modified titanium alloys for biomedical applications //Acta Biomaterialia. – 2008. – T. 4. – №. 5. – C. 1545-1552.

65.Tian Y. S. et al. Research progress on laser surface modification of titanium alloys //Applied surface science. – 2005. – T. 242. – №. 1-2. – C. 177-184.

66.Kulkarni M. et al. Biomaterial surface modification of titanium and titanium alloys for medical applications //Nanomedicine. – 2014. – T. 111. – №. 615. – C. 111.

67.Luo Y. et al. Effect of surface modification on surface properties and tribological behaviours of titanium alloys //Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology. – 2009. – T. 223. – №. 3. – C. 311-316.

68.Browne M., Gregson P. J. Surface modification of titanium alloy implants //Biomaterials. – 1994. – T. 15. – №. 11. – C. 894-898

69.Proskurovsky D. I. et al. Pulsed electron-beam technology for surface modification of metallic materials //Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films. – 1998. – Vol. 16. – №. 4. – P. 2480-2488

70.Teresov A. D. et al. Additive manufactured VT6 titanium alloy surface modification by electron-ion-plasma methods //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2019. – Vol. 1393. – №. 1. – Art. № 012142.

71.Lee B. H. et al. Surface modification by alkali and heat treatments in titanium alloys //Journal of Biomedical Materials Research: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials. – 2002. – T. 61. – №. 3. – C. 466-473.

72. Tamilselvi S., Raman V., Rajendran N. Evaluation of corrosion behavior of surface modified Ti-6Al-4V ELI alloy in hanks solution //Journal of applied electrochemistry. – 2010. – Т. 40. – №. 2. – С. 285-293.

73. Walker J. C. et al. The effect of large-area pulsed electron beam melting on the corrosion and microstructure of a Ti6Al4V alloy //Applied surface science. – 2014. – Vol. 311. – P. 534-540.

74. Raval N. et al. Importance of physicochemical characterization of nanoparticles in pharmaceutical product development //Basic fundamentals of drug delivery. – Academic Press, 2019. – С. 369-400.

75. Cha W. Y. et al. Identification of titanium oxide phases equilibrated with liquid Fe-Ti alloy based on EBSD analysis //ISIJ international. – 2006. – Т. 46. – №. 7. – С. 987-995.

76. The Characterization Advantage of Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Microscopy | RJ Lee Group, Inc. (RJLG) [Электронный ресурс]:сайт. <https://www.rjlg.com/materials-insights/the-characterization-advantage-of-electron-backscatter-diffraction-ebsd-microscopy/> (Дата обращения 13.03.2022)

77. Bache M. R., Evans W. J., Davies H. M. Electron back scattered diffraction (EBSD) analysis of quasi-cleavage and hydrogen induced fractures under cyclic and dwell loading in titanium alloys //Journal of Materials Science. – 1997. – Т. 32. – №. 13. – С. 3435-3442.

78. López M. F., Jiménez J. A., Gutierrez A. Corrosion study of surface-modified vanadium-free titanium alloys //Electrochimica Acta. – 2003. – Т. 48. – №. 10. – С. 1395-1401

79. Kreitchberg A., Brailovski V., Prokoshkin S. New biocompatible near-beta Ti-Zr-Nb alloy processed by laser powder bed fusion: Process optimization //Journal of Materials Processing Technology. – 2018. – Vol. 252. – P. 821-829.

80. Sun Y. et al. Improved surface integrity from cryogenic machining of Ti-6Al-7Nb alloy for biomedical applications //Procedia CIRP. – 2016. – Vol. 45. – P. 63-66.

81. Wang B. L., Li L., Zheng Y. F. In vitro cytotoxicity and hemocompatibility studies of Ti-Nb, Ti-Nb-Zr and Ti-Nb-Hf biomedical shape memory alloys //Biomedical Materials. – 2010. – Vol. 5. – №. 4. – Art. № 044102.

82. Yan X. H., Ma J., Zhang Y. High-throughput screening for biomedical applications in a Ti-Zr-Nb alloy system through masking co-sputtering //SCIENCE CHINA Physics, Mechanics & Astronomy. – 2019. – Vol. 62. – №. 9. – Art. № 996111.

83. Chapala P. et al. Effect of alloying elements on the microstructure, coefficient of friction, in-vitro corrosion and antibacterial nature of selected Ti-Nb alloys //Applied Surface Science. – 2019. – Vol. 469. – P. 617-623.

84. Li P. et al. Microstructural and mechanical properties of β -type Ti-Nb-Sn biomedical alloys with low elastic modulus //Metals. – 2019. – Vol. 9. – №. 6. – P. 712.

85. Kaur M., Singh K. Review on titanium and titanium based alloys as biomaterials for orthopaedic applications //Materials Science and Engineering: C. – 2019. – Vol. 102. – P. 844-862.

86. Liu Y. et al. Electron beam melted beta-type Ti-24Nb-4Zr-8Sn porous structures with high strength-to-modulus ratio //Journal of Materials Science & Technology. – 2016. – Vol. 32. – №. 6. – P. 505-508.

87. Málek J. et al. The influence of chemical composition and thermo-mechanical treatment on Ti-Nb-Ta-Zr alloys //Materials & Design. – 2012. – T. 35. – C. 731-740.

88. 12.2.032-78 «ССБТ. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования.»

89. ГОСТ 12.0.003-2015 Система стандартов безопасности труда (ССБТ).

90. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация

91. ГОСТ 12.1.003-2014 ССБТ. «Шум. Общие требования безопасности.»

92. СН 2.2.4/2.1.8.562-96. «Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории застройки»

93. СанПиН 2.2.4/2.1.8.055-96 «Электромагнитные излучения

радиочастотного диапазона (ЭМИ РЧ)».

94.ГОСТ 54 30013-83 Электромагнитные излучения СВЧ. Предельно допустимые уровни облучения. Требования безопасности.

95.СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278–03. «Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещённому освещению жилых и общественных зданий»

96.СП 52.13330.2016 «Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95*»

97.ГОСТ 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

98.ГОСТ 12.1.030 – 81 «ССБТ. Электробезопасность. Защитное заземление. Зануление»

99.СНиП 21-01-97. Пожарная безопасность зданий и сооружений.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Раздел 2 Materials and methods

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ01	Волкова Анастасия Петровна		

Консультант школы отделения (НОЦ): Отделение экспериментальной физики

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Лаптев Роман Сергеевич	К.Т.Н		

Консультант – лингвист отделения ОИЯ школы: ШБИП

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Лахотюк Любовь Андреевна			

Chapter 2. Materials and methods

2.1 Method for Producing TNZT Alloys

Tri- and quaternary Ti-based alloys with Nb, Ta and Zr have also joined a family of low-modulus titanium alloys close to β containing non-toxic elements [47]. The low modulus of elasticity of these alloys is due to the fact that the modulus of elasticity of the volumetric-centered cubic (CCS) β -phase is usually lower than that of the hexagonal densely packaged (GPU) α -phase.

The difference in human bone structure and titanium β -phase alloys is significantly lower compared to Ti6-Al4-V and other titanium alloys, making them more suitable for implants.

The problem of obtaining Ti-based implant material with mechanical properties close to bone mechanics and biochemical affinity to osteogenesis is extremely complex [48-49]. The two most widely used and most widely studied formulations are Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr and Ti-35.3Nb-7.3Zr-5.7Ta, TNZT alloys contain only biocompatible elements and consist of beta-phase and therefore may be considered interesting for biomedical use [50].

TNZT titanium alloys can be produced by crystallization or casting, powder metallurgy, arc melting or by additive technologies [51]. The method of additive production has been recognized as one of the promising methods of manufacturing metal biomedical implants.

As a rule, all the traditional technologies listed above require considerable time, materials and energy for several processing steps.

In addition, the high reactivity of titanium to oxygen and its high melting points do not solve some of the problems associated with these typical technologies. The complexity of the extraction process includes the difficulty of smelting and the problems of producing titanium alloys. Approaches to a form close to pure, are desirable for manufacturing of titanium parts of complex shape.

Metal alloys based on titanium, zirconium, tantalum and niobium have a higher biocompatibility with corresponding mechanical properties to avoid stress protection

and subsequent degradation when using implants [52].

One of the AP methods used for TNZT alloys is selective laser melting (SLM). In addition to individual dental implants, complex biomedical structures and porous, this method has shown promising results in hip joint endoprosthesis. However, in laser technology, materials melt when parts are at relatively low temperatures, which can cause residual stresses that can lead to component failure during operation.

Electron-beam melting (EBM), another method of titanium alloy production, has also demonstrated a large potential for the production of various implants, including individual orthopedic thigh legs with good material properties and titanium parts with integrated structures.

EBM products exhibit mechanical and chemical properties similar to those of bone tissue.

Consider several alternative methods for making biomedical alloys. In the first case, for the manufacture of TNZT alloys, use casting, cast TNZT ingots in a water-cooled oxygen-free copper crucible. The chemical composition of this alloy is Ti-34Nb-6.5Zr-4.9. A spherical powder is then produced by induction melting the gas-spraying electrode from TNZT rods using argon gas. The raw powder is fractionated by sieving ($<45\ \mu\text{m}$, $<150\ \mu\text{m}$).

Also one of the methods of making TNZT alloys is presented in the work [53]. Pure arc melting with low pure atmosphere pressure He (350 mbar) produces TNZT samples. Each part of the sample has been melted by an electric arc at least six times to ensure uniformity. Specimens weighing approximately 200 g are homogenized at 1400 C within two hours and cooled in the furnace.

Before forging the rods in the form, the material was heated to about 1100 C; some samples were soldered into a quartz tube and treated with beta-solution at 1000 C, for 2 hours with subsequent quenching in water. This is called solution treatment condition (ST).

Final samples of TNZT alloy were polished using sanding paper and aluminum oxide and used for biomedical research [52].

2.2 Additive production methods

Currently, there are several basic additive techniques that can be used to produce components suitable for the biomedical application of titanium alloy that have complex shapes and properties.

AP uses three-dimensional (3D) models created in software for automated design and fast production of products that can be functional prototypes or batches of parts. Production of 3D products using this method is achieved by applying successive layers of materials to each other using direct data from 3D models.

In multi-stage processes of additive production, the intended product acquires its geometry primarily by applying the principle of adhesion, and the desired properties are acquired at subsequent stages. For example, metal, ceramic and composite materials can be combined initially to acquire geometry.

The technology is being improved as it allows the use of a variety of materials for the production of very complex geometric parts for various applications that cannot be produced by traditional methods in the form of one component.

Metals, alloys and their composites, ceramics, polymers, composites, biomaterials and concrete are used to create 3D parts for their application in engineering, medicine, education and construction. It also provides greater material savings.

Applications of 3D printing are limited to the construction industry due to the slower process, but are mainly advantageous in all other aspects due to automation. 3D printing technology also allows manufacturers to create individual products in a single copy or in small batches at a relatively lower price.

This is very useful in medical and engineering fields where you can get products of certain shape with certain properties by selecting suitable materials based on individual requirements at minimum cost.

The mechanical properties of the manufactured parts depend not only on the raw material used, but also on the characteristics of the AP processes.

Material properties can be configured by developing new materials by combining different materials with different properties [54].

Below we consider in more detail two main methods of SLM and EBM, which

are used for the production of biomedical products of different porosity and complexity of forms, using titanium powder and titanium alloys.

2.2.1 Selective laser melting method

SLM is an AP technology that allows you to create individual and complex parts with low elasticity module to reduce stress protection thus gives advantages in the manufacture of implants [54-55].

SLM is one of the technologies that makes it possible to individually and quickly produce a part of any complex geometry from CAD based powder materials. In recent years, the SLM method has been investigated for fabrication of fabric engineering frames and porous materials.

Among the many different additive production technologies, SLM can produce parts that are almost completely dense beyond casting.

The SLM process exhibits rapid cooling, its cycle is similar to the hardening process, which leads to the hardening of the part due to improved microstructure. Such a hardening process also stabilizes the metastable β -phase in Ti-Nb based alloys and subsequently monitors strength with a suitable heat treatment process for α -phase deposition [55].

The principle of SLM technology is that the work uses one or more heat sources to melt certain areas of powder particles, which are distributed in the form of layers over the entire surface.

Once the selected areas of one layer are melted, the assembly surface is lowered, more powder particles spread and new areas melt. This process is repeated until the detail is finished [56]. The process diagram is shown in Figure 1.

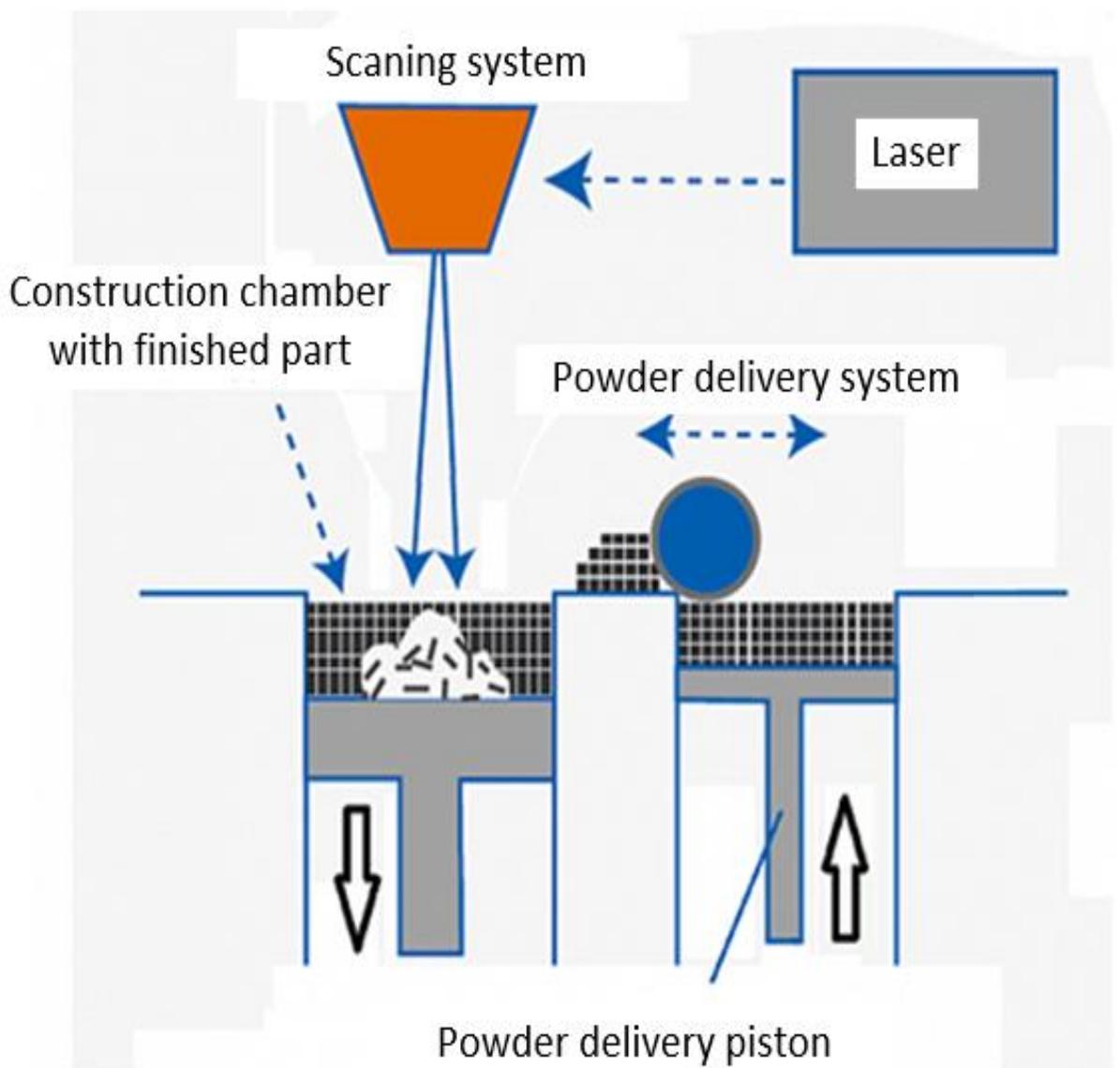


Figure 1 - Laser alloy process diagram [56]

The use of optimal beam diameter and laser power combination is very important in order to avoid defects and possible evaporation of material in the manufacture of alloys. Thus, modern commercial SLM machines typically combine a small beam diameter ($\sim 60 \mu\text{m}$) with a laser power of up to 400 W or another larger beam combination ($\sim 100\text{-}500 \mu\text{m}$) in combination with a higher laser power of up to 1 kW.

The use of a small-diameter beam at very high laser power can cause material evaporation and well formation due to very concentrated energy and overheating of a

small area.

Therefore, increasing the size of the laser spot allows the use of high-power lasers without overheating, but this can worsen the accuracy and roughness of the surface of the parts.

To solve this problem, a new approach known as the «kernel» strategy was proposed. This strategy includes a set of high-performance core parameters and a set of high precision parameters for the outer area, resulting in a combination of properties such as high build speed, high geometric accuracy and low surface roughness.

The set of basic parameters includes a larger spot size, a larger hatching interval and a larger layer thickness, which provides a larger melt bath inside the workpiece [57].

2.2.2 Electron beam melting method (EBM)

Another method of additive metal production for the production of complex parts from titanium alloy powders is electron-beam melting (EBM), which uses electronic energy bundle for layer melting of metal powder in vacuum.

Advanced technology for manufacturing individual implants from titanium alloys. Usually, the patient's anatomical data is reconstructed in 3D and used for geometric modeling of implants.

In electron-beam fusion, a computer-controlled electronic gun is used to create three-dimensional objects directly from metal powder. Like other AP techniques, electron-beam melting creates objects layer by layer.

The basic principle of this technology is to create structures by selective melting of discrete powder layers by electronic beam in vacuum conditions.

The energy source for the melting process is an electronic beam emitted by a tungsten thread, which is controlled by two magnetic coils to focus and control the position and diameter of the beam. The electro-beam melting process diagram is shown in Figure 2.

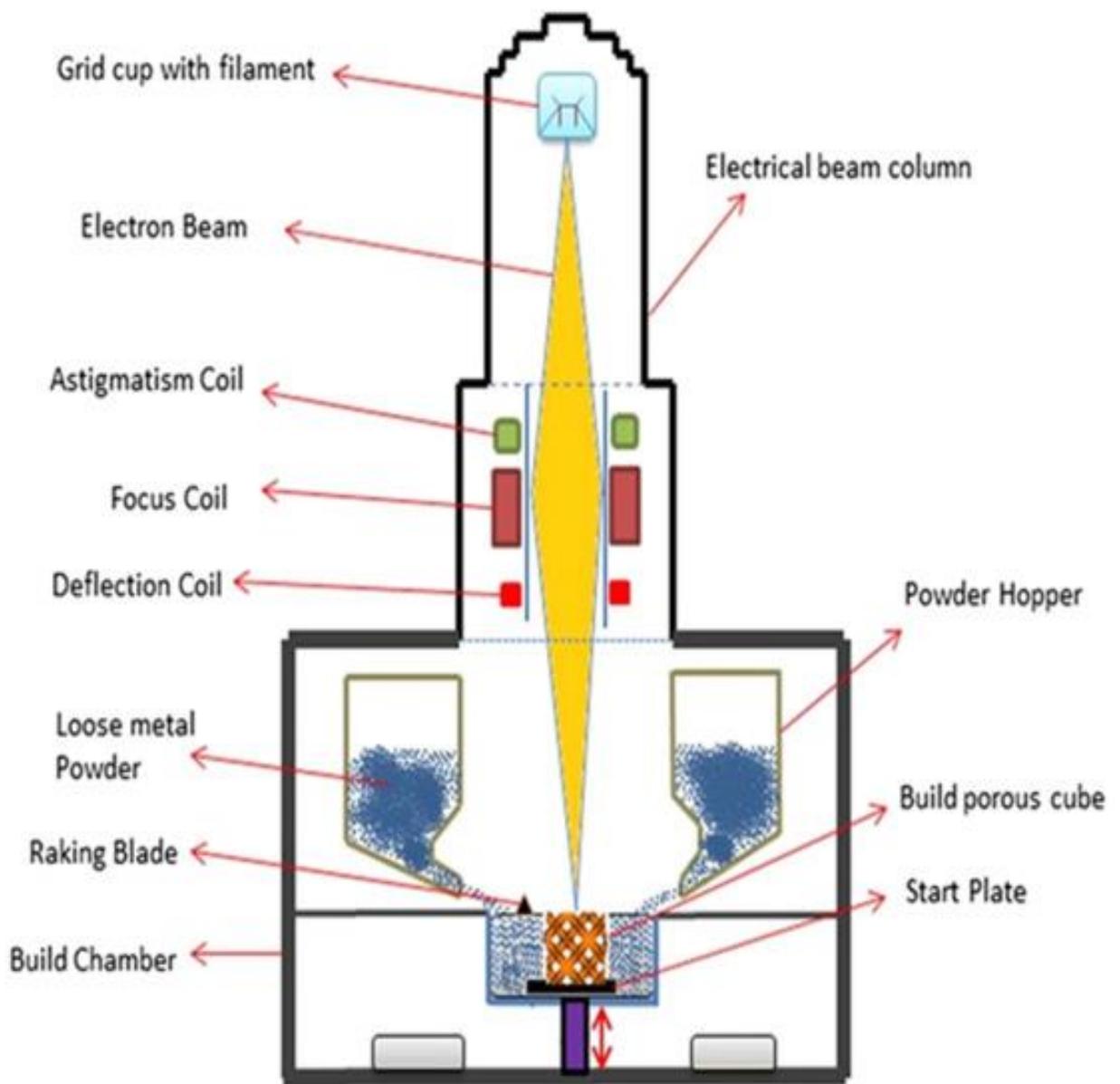


Figure 2 - Diagram of electro-beam melting process.

During the EBM production of samples, each cut is divided into two regions - contours and squares. Inside these circuits, the necessary part is usually built. The process is carried out under vacuum conditions to remove impurities and ensure high strength properties of the finished product. The final structure is a porous lattice structure and a skeleton that promotes bone growth. Once the design is complete, the samples are left in the chamber until cooled. After production, the sample is processed with ultrasound, where it is removed all the excess powder. In addition, processes such as milling, turning, polishing can be used to process the finished product.

Electron beam melting (EBM) is a manufacturing method for the manufacture of individual complex implants made of titanium alloy. Using a combination of

electron beam melting (EBM) and sputtering processes for the manufacture of TNZT alloys, additive manufacturing technologies will expand the range of materials with a low level of toxic, allergic or undesirable impurities and mechanical properties suitable for regenerative medicine [59-60]. The estimation of the average applied energy per area and volume of the material during the melting of the layer can be performed by calculating the area energy (E_A) and volumetric energy density (E_v) as follows:

$$E_A = \frac{P}{v \cdot L_{off}} = \frac{U \cdot I}{v \cdot L_{off}}, \left[\frac{J}{mm^2} \right] \quad (1)$$

$$E_v = \frac{P}{v \cdot L_{off} \cdot t} = \frac{U \cdot I}{v \cdot L_{off} \cdot t}, \left[\frac{J}{mm^3} \right] \quad (2)$$

where v – is the speed of the beam;

P – beam power;

U – voltage;

I – beam current;

L_{off} – line offset (distance between hatching lines);

t – is the thickness of the layer.

To control the thermal regime of additive manufacturing according to the actual temperature at the bottom of the starter plate, it is used and remains stable during the manufacturing process due to the introduction of additional heating stages in the usual for EBM. Technological scheme of pre-sintering-(heating)-melting-(heating)-powder deposition.

Due to the small size of the samples and the melting of the layers directly on the starting plate, the temperature measured at the bottom of the starting plate reflects the temperature of the samples well. Samples with an area energy of 4.4 J/cm² were selected for further study as they had the best morphology, maintained their integrity and had the least number of manufacturing defects.

2.3 Manufacture of titanium alloy samples TNZT

All samples were manufactured using the EBM method in the Arcam EBM S12, which allows the production of components with a high degree of freedom of design.

On the basis of the studied literature, taking into account the properties and size of doped spherical powder, parameters of sintering powder were set. EBM29-50um was adopted as the reference file in which further specifications were changed. Initial parameters: the width of the working surface 70 mm for a small table, for a working inscribed square the area is 56 mm.

Process monitoring was performed using standard machine thermocouples and grounding located under the working plate. To print titanium-niobium alloys using additive technologies, models were created that set the length, width and height of samples.

The printing parameters were determined based on the previous work performed on the installation of the Arcam EBM S12, as well as on the literature analysis. As a result, some starting parameters of sintering and melting powder were selected for printing, and later they varied, based on the results of the experiment.

Models were made for nine cubic samples measuring 10 mm 10 mm 10 mm - EBM 38, Figure 3. For each of the samples, the beam velocity and beam current (I) were calculated based on the original linear energy (El).

The limited amount of powder did not allow for an extensive search of the parameters of the experimental process. Instead, restrictions were imposed on the volume of containers (250-300ml), in order to save Ti-Nb-Zr-Ta powder.

The samples were manufactured until the powder was consumed in the feed tank or until the desktop stopped moving, so the height of the samples varied depending on the given parameters.

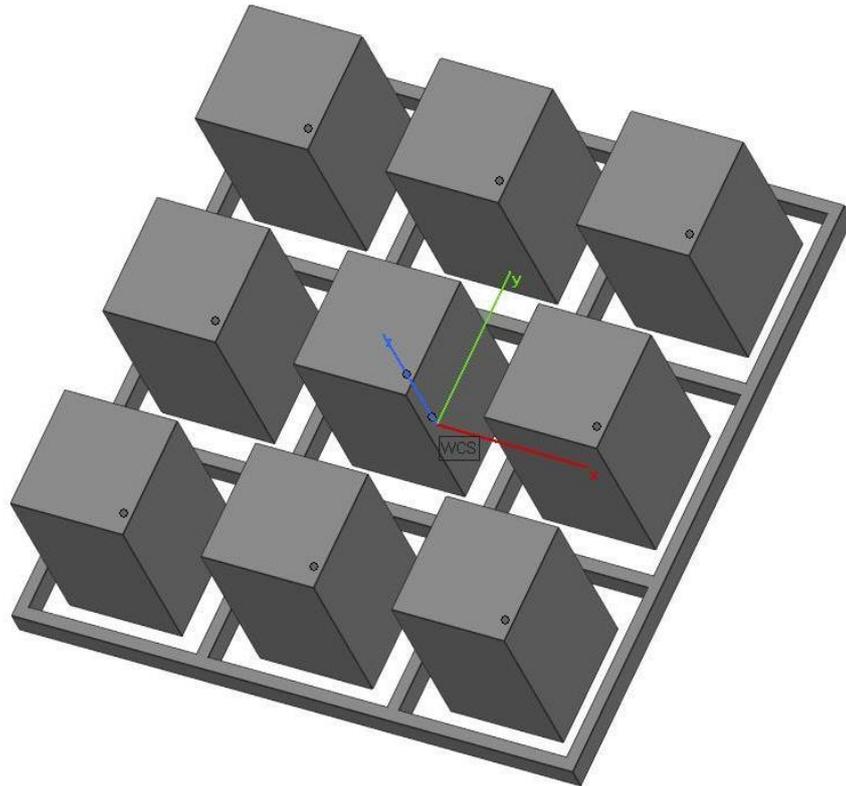


Figure 3 - Image of Solid Specimen Model, Large and Small EBM 38

In this work for the manufacture of TNZT alloys are used specially developed spherical alloyed powders β -titanium alloy Ti-35mas. % Nb-7mas. % Zr-5mas. % Ta (TNTOST) produced by Zh SMD. The following modes were chosen for manufacture: $\delta=100\mu\text{m}$, $T=520-610$, $I=3\text{mA}$, $v=407\text{ mm/s}$, $h=0.1\mu\text{m}$, $EA=4.4\text{ J/mm}^2$ - because the samples of this group showed the best morphology, kept the integrity and had the least number of manufacturing defects.

The electron-beam melting of TNZT titanium alloy powder typically preserves a single β -phase with the lattice parameter $a=3.2931\text{ \AA}$ in the TNZT alloy in its initial state. The TNZT alloy produced by the EBM method also has a crystallographic orientation $[001]\beta$ along the growth direction. Consequently, the TNZT alloy will have a lower elastic modulus than the Ti6-Al4-V alloys, which will contribute to a lower elastic modulus [50-51].

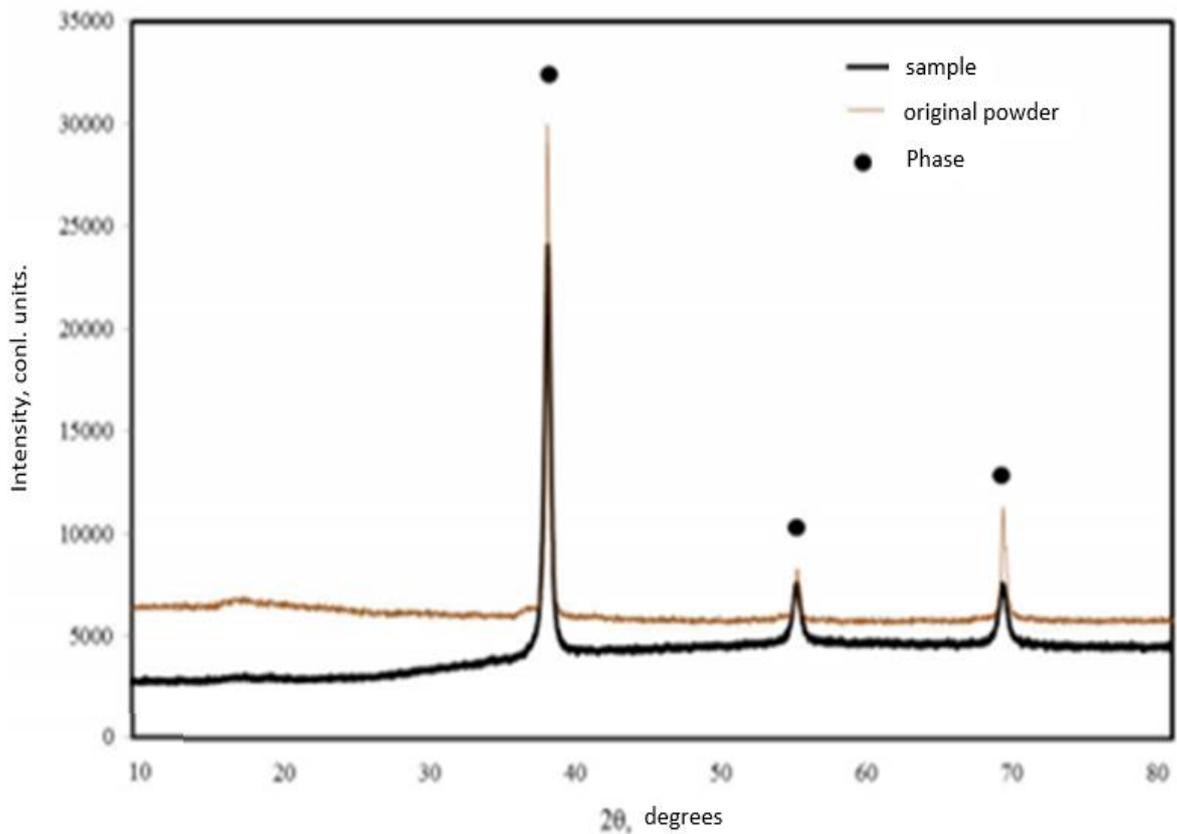


Figure 4 - Diffractograms of sample and original powder

In the work [34] several test samples were created. In general, the surface quality of the built parts was somewhat rough. The main reason for this is the large particle size of TNZT powder. However, the surface quality has been significantly improved by the treatment of PEI samples.

2.4 Modification of samples by a pulsed electronic PEI beam

Pulsed electronic melting was used as post-processing of TNZT samples. The principle of the surface modification action is that the concentrated flow of energy acting on the material causes the super-fast heating, melting and evaporation of the surface layer to which the energy has been transferred.

Dynamic stresses in the process lead to intense deformation processes in the material. At the end of the energy pulse, the melt solidifies very quickly. The combination of these processes makes this method promising for modification of the material and its improved physico-chemical and strength properties [61-63].

Beam sources - systems producing low energy $\sim 10\text{-}40\text{ keV}$, strong ($10^2\text{-}10^3\text{ A/cm}^2$) electronic bundles \sim LEHCEB with pulse length up to 10^{26} s . As the energy density of the beam increases, the thickness of the modified layer increases from micrometer fractions to a few micrometers, improving the strength properties of the material and altering the roughness of the surface.

The large electronic melting area induces a number of changes in the near-surface microstructure of the samples, all of which can be used to adapt the mechanical and corrosive properties to the desired application without affecting the material properties [68-69]. The production diagram of the processed and unprocessed TNZT alloy samples is presented in Figure 5

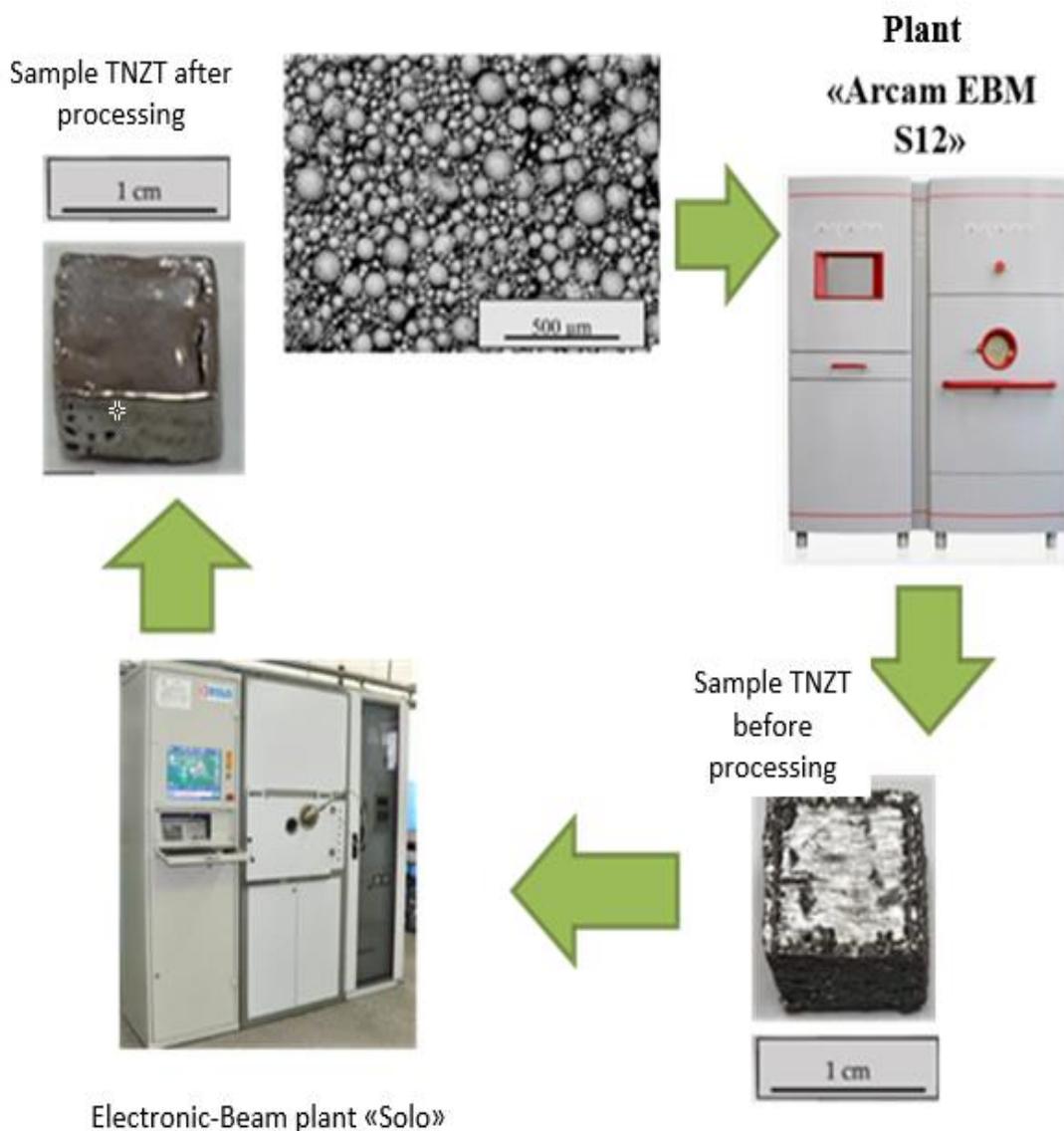


Figure 5 – Scheme of manufacturing, processed and untreated samples of TNZT alloy

2.5 Scanning Electron Microscopy

The Scanning Electron Microscope (EMS) is a multifunctional state-of-the-art instrument that is mainly used for observing surface phenomena of materials. The scanning electron microscope uses a precisely focused beam of electrons to reveal the detailed surface characteristics of the specimen and provide information touching its three-dimensional structure. The EMS creates images that can display information about the composition and topography of the material's surface.

The EMS creates enlarged detailed images of the object by scanning a focused beam of electrons. This works differently than in translucent electron microscopes, as the electron beam passes directly through the object. Electrons are created and triggered by an electronic cannon that accelerates the microscope by passing through a series of lenses and holes, creating a focused beam that then interacts with the surface of the sample.

The sample is placed on the test table in the microscope chamber before a series of pumps creates a vacuum in the chamber. The vacuum level depends on the design of the microscope, while some microscopes are designed to operate in low vacuum conditions, meaning that the chamber does not need to be pumped out. The scanner coils control the electron beam position above the lens lens. These coils allow the beam to scan the surface of the sample, allowing the information about a specific area to be compared. The interaction between the sample and the electron creates a series of signals in the form of secondary electrons, back-scattered electrons and characteristic X-rays, which are then detected by detectors. The detector creates images that are displayed on the computer screen.

Electron microscopy is commonly used to visualize samples, allowing high resolution images to be obtained from small sample areas, such as, in the micrometer range [70-72].

2.6 Energy Dispersion Analysis

The study of the surface and structure morphology of the alloy was carried out by energy dispersion analysis (EDRA) on a microscope with Schottky cathode Tescan

MIRA 3 LMU.

The basic principle of EDRA is the generation of X-rays from the sample using an electron beam. X-rays are generated according to the characteristics and nature of the elements present in the sample. Therefore, this method can also be used to measure the energy of the emitted X-ray radiation. This method provides accurate results not only for the detection of elements, but also for determining their concentration after maintaining ideal instrumental conditions. The basic EDRA systems have three main components. These components include an X-ray detector, a pulse processor for measuring voltage relative to the energy of X-rays, and a computer system. The X-ray detector is positioned to intercept the X-rays emitted by the sample.

The sample X-ray radiation is recorded by the X-ray detector. Upon entering the detector, the X-ray radiation generates a small current, which is then converted into a voltage pulse. The voltage pulse depends on the X-ray energy. It is then possible to construct histograms of this data after measuring the voltage pulse over a 60-second period. This histogram represents the energy spectrum of X-rays with which elemental analysis can be performed.

Some specimens emit low-energy X-rays, and these low-energy or weak signals can be amplified by using higher beam currents or increasing visualization time. The increased body angle of the EDRA detector can also solve this problem [73].

2.7 Electron backscatter diffraction

The electron backscatter diffraction (EBSD) method provided information on the crystallographic orientation, the nature of the grain boundaries and the phase distribution from the one-to-one and multi-phase crystalline materials by collecting and analyzing electron backscathode diffraction pictures on scanning electron microscope with Schottka cathode Tescan MIRA 3 LMU (TESCAN ORSAY HOLDING, Brno, Czech Republic)Oxford Instruments Nordlys (Oxford Instruments, High Wycombe, UK) [74-75].

As a rule, DREs are carried out at a shallow depth inside the sample, so the test samples should not have damage to the crystalline gratings on the surface. Mechanical

grinding and polishing in the preparation of samples cause damage to crystalline gratings near the surface of most materials. In this regard, additional chemical polishing of samples is carried out using Col-K (NC) colloid quartz suspension after they have been polished with abrasives, then polished with an ion beam [76].

With the EBM of the accompanying software for each shooting the orientation maps for the selected sample area, pictures of the quality of the Kikuchi paintings ("Image Quality"), full pole figures, in some cases - FRO, Volumetric shares of individual orientations with a deviation of 10° were calculated. Where cone-shaped beams of electrons intersect with a phosphorescent screen, they «manifest» in the form of thin bands, which is called Kikuchi stripes. Each of these bands corresponds to a certain group of crystalline planes [77] (report 3). The diagram of the electron backscatter diffraction method (EBSD) is presented in Figure 6.

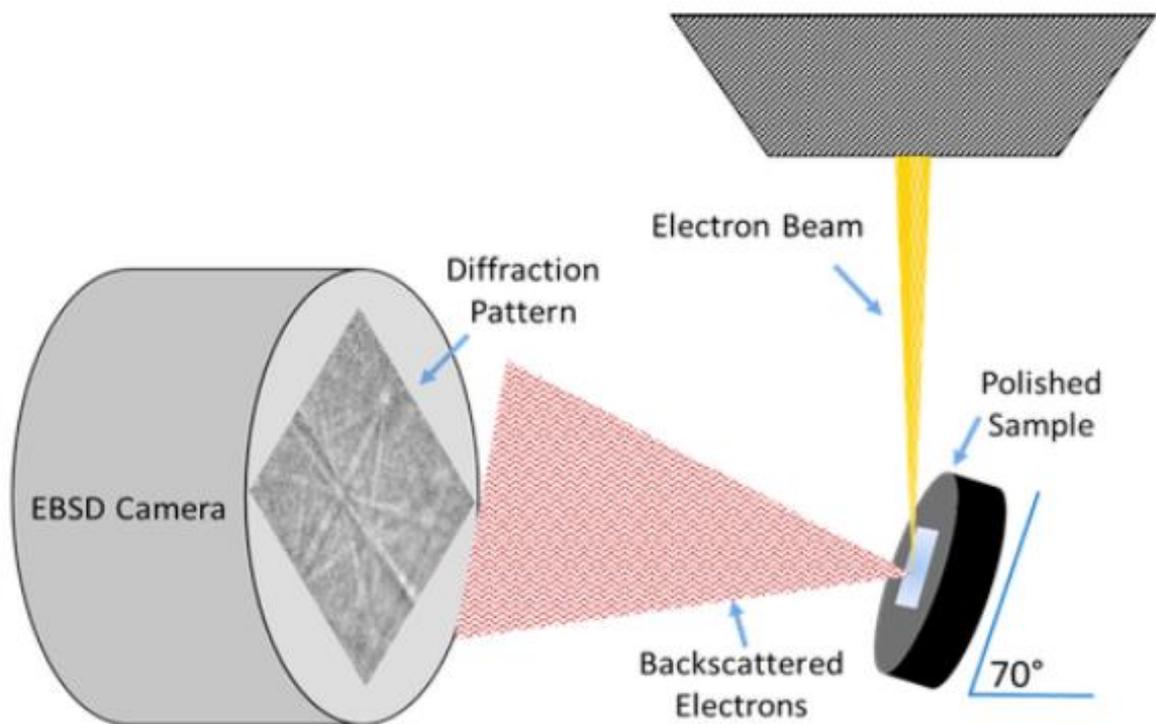


Figure 6 - Electron backscatter diffraction method diagram [77]

2.8 X-ray Analysis

The phase structure of the surface of titanium alloys is determined by an X-ray

diffractometer, which is a device for measuring the intensity in a given direction of radiation and the direction of X-ray beams, which are digitized on the sample at a certain angle. When working on diffractometers, the Bragg-Brentano method is most often used for focusing, as it is necessary to use focused photography geometry in the device. In this method, the surface of the sample must be on the axis of rotation of the goniometer

All information related to the crystal structure and phase transitions, in particular the quantitative composition of the polyphase specimen, is stored in its diffractogram. The elemental composition of a polyphase sample can be determined by chemical and spectroscopic methods. In the RFA, however, the phase intensity of the diffraction lines in the polyphase sample is proportional to the phase fraction, and quantitative analysis can be obtained by correcting the X-ray absorption in the sample.

When considering titanium dioxide, the mass percentage remains unchanged regardless of how these atoms are arranged, but titanium dioxide may exist in at least three different forms. Depending on the location of the atoms in the sample, its physical properties also depend. In the ARF method it is necessary to convert experimental data from the image to 2θ depending on the intensity for reference purposes.

Almost all links of the International Diffraction Data Center (ICDD), which is a database, are presented in the form of dependence 2θ on intensity. The degree of crystallization of the material can also be determined by the shape of the observed peaks, as well as by their intensity. The degree of crystallization is the value of how much of the polymer (by mass or volume) is crystalline, that is, it is part of the polymer crystallite. The degree of crystallization depends on the material and the processing method, and the increase in the cooling rate results in a reduction of the time for the formation of the correct crystalline order [78]

Frequently used phase quantification methods:

1. RIR method: based on reference intensity ratios (RIR values) and defined scale coefficients. The results are only «semi-quantitative» if the RIR values have not been determined for the particular mixture under study.
2. Calibration method: based on peak intensity or peak area per phase. The

concentrations are derived from a calibration line previously constructed from a set of standard specimens of known formulations. It is also possible to determine the amount of amorphous compounds.

3. Self-assembly method: Quantification of the complete specimen based on previously measured individual intensity profiles of all components of the mixture and RIR values. This method is especially suitable for clays with irregular peaks or when it is necessary to quantify several amorphous phases. Also suitable for determining the degree of crystallization.

4. Full-body clarification (Ritveld method): A nonstandard quantitative ARF in which the calculated diffractograms of each phase change until the best match to the experimental pattern is obtained. Phase concentrations can be derived from certain scale factors. This method requires atomic crystal structure data of all phases as input data for refinement. It is particularly effective for complex phase mixtures showing strong peak overlap.

The RIR method and the infinite method normalize the crystalline phase content by 100%. Intensity of reflexes of a given phase on a diffractogram depends on its volume share in the mixture [79].

2.9 Study of surface roughness

Surface roughness was measured with the Hommel Tester t1000 contact profiler. The most important parameters for measuring the roughness of the sample are the height parameters. Among the height parameters the most commonly used parameters are the mean roughness (Ra) as the arithmetic mean of the absolute height deviations from the surface profile baseline, Rz is the sum of the mean absolute heights of the five largest profile projections and depths of the five largest profile depressions within the base length, Rmax is the highest profile height. The profile of the microirregularities is presented in Figure 7

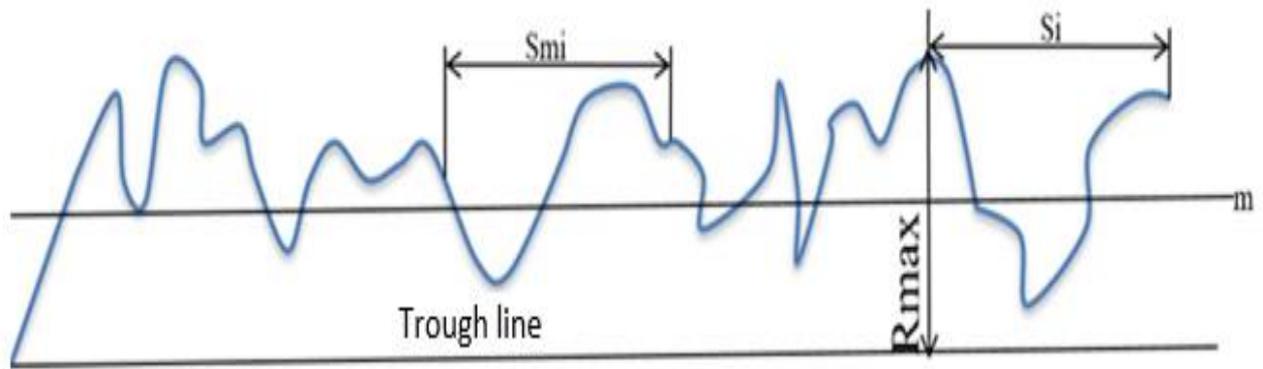


Figure 7 - Profile of Microirregularities

The average roughness may be the same for samples with different roughness profiles, as its value depends only on the medium profile. For this reason, for the full characterization of specimens, parameters such as Rz and Rmax are measured when more important information is required, for example, to distinguish peaks and troughs [80-81].

2.10 Physical and mechanical tests

The nano-hardness of the surface was investigated with the Hysitron Nano triboindenter TI-950 (Hysitron Inc., USA). Nano hardness was measured using the Berkovich diamond nanodentor, which is a truncated three-sided diamond pyramid with a total angle of 142.3°. The titanium alloy specimens were pre-prepared for testing cleaned and mechanically polished to avoid scratches. The load speed used for the measurement was 1,000 $\mu\text{N} / \text{s}$ and the maximum applied load in each case was approximately 8,000 μN . The number of indentations for each alloy was 50, and the holding time for each imprint was 10 s. The depth of the depression varied to minimize the impact of surface roughness and rigid base [82-84].