

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

Институт Физико-технический
Направление подготовки Физика
Кафедра Общей физики

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
НИЗКОМОДУЛЬНЫЕ КОНСТРУКЦИИ НА ОСНОВЕ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ ДЛЯ МЕДИЦИНСКОГО ПРИМЕНЕНИЯ

УДК 669.295.5:615.47

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ51	Турлыкожаева Дана Абдикумаровна		

Руководитель

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

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Рыжакина Т. Г.	к. экон. н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
профессор	Федорчук Ю. М.	д. тех. н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
общей физики	Лидер А.М.	к. ф. - м. н.		

Томск –2017 г.

ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ООП

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
Профессиональные компетенции	
P1	Способность к профессиональной эксплуатации современного оборудования и приборов, в соответствии с целями магистерской подготовки.
P2	Способность применять экспериментальные, теоретические и компьютерные методы исследований в профессиональной области.
P3	Способность самостоятельно выполнять экспериментальные или теоретические исследования для решения научных и производственных задач с использованием современной техники и методов расчета и исследования.
P4	Способность оценивать риск и определять меры безопасности для новых установок и технологий, составлять и анализировать сценарии потенциально возможных аварий, разрабатывать методы уменьшения риска их возникновения.
P5	Способность формулировать технические задания, использовать информационные технологии и пакеты прикладных программ при проектировании и расчете физических установок, использовать знания методов анализа эколого-экономической эффективности при проектировании и реализации проектов.
P6	Готовность решать инженерно-физические и экономические задачи с помощью пакетов прикладных программ.
P7	Способность эксплуатировать, проводить испытания и ремонт современных физических установок.
P8	Способность управлять персоналом с учётом мотивов поведения и способов развития делового поведения персонала, применять методы оценки качества и результативности труда персонала.
P9	Способность разрабатывать планы и программы организации инновационной деятельности на предприятии; осуществлять технико-экономическое обоснование инновационных проектов, управлять программами освоения новой продукции и технологии.
P10	Готовность к кооперации с коллегами и работе в коллективе, к организации работы коллективов исполнителей.

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

Институт Физико-технический
Направление подготовки Физика
Кафедра Общей физики

УТВЕРЖДАЮ:
Зав. Кафедрой
_____ Лидер А.М.
(подпись) (дата) (Ф.И.О)

ЗАДАНИЕ
На выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Магистерской диссертации

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ51	Турлыкожаевой Дане Абдикумаровне

Тема работы:

Низкомодульные конструкции на основе титановых сплавов для медицинского применения	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	

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 материала для изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияние на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т.д.).</i></p>	<p>Объектом исследования являются сплавы Ti-Nb с разной концентрацией Nb, полученные методом дуговой плавки. В результате легирования титана β стабилизирующим элементом Nb с концентрацией 5%, 25%, 50% можно добиться снижения модуля упругости имплантата, однако, следует исследовать, при каких концентрациях Nb модуль Юнга снижается значительно и как Nb влияет на титан. А также следует провести сравнительное исследование влияния электронно-пучковой обработки на механические свойства сплавов Ti-5%, 25%, 50% Nb. Кроме того, в качестве альтернативы следует исследовать физико-механические свойства сплава ВТ6 до и после осаждения ГАП и кальций-фосфата.</p>
--	---

<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; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p>	<p>Обзор литературы по разделам: Метод дуговой плавки; электронно-лучевое плавление; электронно-пучковая обработка металлических изделий; механические характеристики костной ткани; гидроксипатит, кальций-фосфат.</p> <p>Описание экспериментального оборудования, с помощью которого исследованы сплавы.</p> <p>Главная задача – исследовать влияния концентрации ниобия на механические свойства (нанотвердость и модуль Юнга) сплава на основе сплава Ti-Nb.</p> <p>В результате должны быть получены низкомолекулярные сплавы системы Ti-Nb, которые отвечают требованиям при создании медицинских имплантатов. Необходимо изучить морфологию, фазовый состав и механические свойства сплавов Ti-Nb. А также необходимо выявить влияние электронно-пучковой обработки на механические свойства сплавов Ti-5%, 25%, 50% Nb. Кроме того в качестве альтернативы необходимо изучить физико-механические свойства сплава ВТ6 до и после осаждения. Завершающим этапом является проведение анализа полученных результатов.</p>
<p>Перечень графического материала</p> <p><i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i></p>	<ul style="list-style-type: none"> - титульный лист; - актуальность работы; - цель работы и решаемые задачи; - получение сплава Ti-Nb с разной концентрацией Nb; - экспериментальные установки; - морфология поверхности; - микроструктура поверхности сплавов; - элементный и фазовый состав; - твердость и модуль упругости.
<p>Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках: теоретическая и экспериментальная часть.</p>	

<p>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</p>	
--	--

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший научный сотрудник	Сурменева М. А.	к.ф.-м.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ51	Турлыкожаева Дана Абдикумаровна		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ51	Турлыкожаева Дана Абдикумаровна

Институт	Физико-технический	Кафедра	Общей физики
Уровень образования	магистр	Направление/специальность	Физика

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

<i>1. Описание рабочего места (рабочей зоны) на предмет возникновения:</i>	– оборудованная лаборатория с вентиляцией и освещением – S - 42 м ² , при норме 4 м ² на 1 человека – график работы 8 часов.
<i>2. Знакомство и отбор законодательных и нормативных документов по теме: влияние титановых сплавов на органы человека в процессе изготовления и эксплуатации</i>	– вредных проявлений факторов производственной среды (метеоусловия, вредные вещества, освещение, шумы, вибрации, электромагнитные поля, ионизирующие излучения); – опасных проявлений факторов производственной среды (электрической, пожарной и взрывной природы).

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<i>1. Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:</i>	– действие фактора на организм человека; – приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ); – предлагаемые средства защиты (коллективные и индивидуальные).
<i>2. Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:</i>	– электробезопасность (в т.ч. статическое электричество, средства защиты); – требования условий выполнения работы на СЭМ; – требования безопасности при работе на высокочастотном магнетроне;

Перечень графического материала:	1 лист
<i>1) Пути эвакуации</i>	1 лист
<i>2) План размещения светильников на потолке рабочего помещения</i>	

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор кафедры ЭБЖ	Федорчук Юрий Митрофанович	Доктор технических наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ51	Турлыкожаева Дана Абдикумаровна		

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

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ51	Турлыкожаева Дана Абдикумаровна

Институт	Физико-технический	Кафедра	Общей физики
Уровень образования	магистратура	Направление/специальность	Физика

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

<i>1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	Стоимость ресурсов научного исследования включает в себя: – материальные затраты (исследуемый материал, материалы для обеспечения нормального технологического процесса, дополнительные материалы); – затраты на специальное оборудование для научных работ; – затраты на заработную плату участникам рабочей группы.
---	--

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<i>1. Планирование процесса управления НИИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок</i>	Формирование бюджета на научное исследование производится из энергетических затрат, затрат на сырье, зарплат работников лаборатории, затрат на исследование полученных образцов, различные социальные нужды, отчисления и непредвиденные обстоятельства.
<i>2. Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности</i>	Определение ресурсоэффективности производится в сравнении с конкурентами в данной области. Определение эффективности происходит на основании расчета интегрального показателя эффективности научного исследования, что связано с определением финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

- 1) оценка конкурентоспособности технических решений;
- 2) матрица SWOT;
- 3) график проведения и бюджет НИИ;
- 4) оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИИ;
- 5) Сравнительная эффективность разработки

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент кафедры менеджмента	Рыжакина Т.Г.	Кандидат экономических наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ51	Турлыкожаева Дана Абдикумаровна		

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

Институт Физико-технический
Направление подготовки Физика
Кафедра Общей физики
Период выполнения (весенний семестр 2016/2017 учебного года)

Форма представления работы:

Магистерская диссертация

КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
Выполнения выпускной квалификационной работы

Срок сдачи студентом выполненной работы:

Дата контроля	Название раздела (модуля)/ вид работы (исследования)
12.01.17	Разработка ТЗ на ВКР
14.01.17-20.01.17	Составление и утверждение технического задания
29.01.17-16.02.17	Выбор направления исследования и способов решения задач
18.02.17-28.03.17	Изучение научно-технической литературы
29.03.17-30.03.17	Теоретические и экспериментальные исследования
01.04.17-20.04.17	Разработка экспериментальной установки и методики экспериментальных исследований
21.04.17-01.05.17	Проведение экспериментальных исследований
01.05.17-10.05.17	Анализ и обработка полученных данных
10.05.17-20.05.17	Оформление пояснительной записки
21.05.17.-16.06.17	Подготовка к защите ВКР

Составил преподаватель:

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

СОГЛАСОВАНО:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Общей физики	Лидер Андрей Маркович	к. ф-м н.		

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ЭЛП – Электронно-лучевое плавление

СЭМ – Сканирующая электронная микроскопия

ЭДС – Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия

ЭДРА – Энергодисперсионный рентгеновский анализ

ЭПО – Электронно-пучковая обработка

ГАП – Гидроксиапатит $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$

КФ – Кальций-фосфат

BT6 – Сплав титана Ti6Al4V

ВЧ-магнетронное осаждение – Высокочастотное магнетронное осаждение

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 109 с., 36 рис., 10 табл., 51 источников, 1 прил.

Ключевые слова: сплав Ti-5%, 25%, 50% Nb, сплав марки VT6, импланты, метод дуговой плавки, электронно-лучевое плавление, электронно-пучковая обработка, тонкие плёнки, гидроксиапатит, кальций-фосфат, наноиндентирование, модуль Юнга, нанотвердость.

Объект исследования: сплав Ti-Nb с концентрацией Nb 5%, 25%, 50%, сплав титана VT6 до и после осаждения на основе ГАП, а также на основе кальций-фосфата.

Цель работы: Исследование влияния концентрации ниобия на свойства сплава на основе Ti-Nb, полученного методом дуговой плавки.

В результате легирования титана Nb были получены низкокомодульные сплавы с концентрацией Nb 5%, 25%, 50%. Исследованы физико-механические свойства сплавов Ti-Nb, а также выявлено влияние электронно-пучковой обработки на механические свойства сплавов Ti-Nb.

Кроме того исследованы физико-механические свойства сплава VT6 до и после осаждения ГАП и кальций-фосфата.

Область применения: биосовместимые материалы, применяемые в имплантологии.

Экономическая эффективность значимость работы: инновационный материал, на основе низкокомодульных биосовместимых конструкции из титана, который отвечает требованиям при создании медицинских имплантатов.

Содержание

Введение	12
1 Теоретическая часть.....	15
1.1 Метод дуговой плавки.....	15
1.2 Электронно-лучевое плавление	18
1.3 Электронно-пучковая обработка металлических изделий	22
1.4 Механические характеристики костной ткани	23
1.5 Гидроксиапатит, кальций-фосфат	24
2 Экспериментальная часть.....	27
2.1 Обработка электронным пучком	27
2.2 Получение ГАП и кальций-фосфатных покрытий	28
2.3 Сканирующая электронная микроскопия	33
2.4 Рентгенофазовый анализ.....	35
2.5 Измерение механических характеристик.....	39
3 Анализ и интерпретация полученных результатов	42
3.1 Исследование морфологии	42
3.2 Исследование фазового состава	47
3.3 Исследование физико-механических свойств	49
4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	55
4.1 Потенциальные потребители результатов исследования.....	55
4.2 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	55
4.3 SWOT-анализ.....	56
4.4 Оценка готовности проекта к коммерциализации.....	59
4.5 Инициация проекта	60
4.5.1 Организационная структура проекта	61
4.5.2 Ограничения и допущения проекта	62
4.6 Контрольные события проекта	62
4.7 План проекта.....	63

4.8	Расчёт материальных затрат	64
4.9	Основная заработная плата	66
4.9.1	Дополнительная заработная плата научного персонала	68
5	Отчисления на социальные нужды.....	68
5.1	Накладные расходы	68
5.2	Бюджет научного исследования	69
5.3	Чистая текущая стоимость (NPV)	69
5.4	Дисконтированный срок окупаемости	71
5.5	Внутренняя ставка доходности.....	71
5.6	Индекс доходности (рентабельности) инвестиций (PI)	73
5.7	Оценка сравнительной эффективности исследования	73
Приложение А		85
Introduction.....		87
1 The theoretical part.....		88
1.1	Mechanical properties of bone tissue	88
2 The experimental part.....		90
2.1	Scanning electron microscopy	90
2.2	X-ray diffraction.....	94

Введение

Современная медицина широко использует сплавы на основе титана в качестве материала импланта, за счёт ценного комплекса физико-химических и механических свойств. По отношению к живому организму титан проявляет биологическую инертность, а также обладает коррозионной стойкостью, прочностными характеристиками и привлекает своей невысокой ценой и доступностью. Однако по механическим свойствам данный металл плохо совмещается с костной тканью человека, а именно имеет более высокий модуль Юнга 110 ГПа, тогда как модуль упругости кости варьирует в пределах от 3 до 40 ГПа. В случае значительного превышения модуля упругости имплантата по отношению к костной ткани, кость человека постепенно резорбируется, нагрузку на себя берёт более жёсткий материал, согласно «эффекту экранирования». Резорбция кости осуществляется за счёт не достаточной нагрузки на костную ткань, поскольку, как следует из закона Вольфа, кость здорового человека адаптируется к подвергаемым нагрузкам. Кроме того при создании медицинских конструкции необходимо учитывать, что материал импланта должен содержать только безопасные компоненты, не вызывающих аллергических реакций [1-3].

Проблема, связанная с высоким модулем упругости имплантата решаема. В настоящее время актуальны «безникелевые» титановые сплавы с памятью формы, проявляющие сверхупругое поведение, вдобавок обладающие биоинертными свойствами и не токсичностью. Снижение модуля упругости титана обеспечивается выбором соответствующих β - стабилизирующих легирующих элементов, не оказывающих аллергическое воздействие на живые ткани, в частности, к этой группе относятся сплавы системы Ti-Nb, которые имеют преимущественно низкий модуль упругости. Однако данный сплав имеет и недостатки, такие как не дешёвая стоимость титана и ниобия, что увеличивает и стоимость готовых изделий [3-5].

Известно, что в результате легирования титана свойства его кардинально меняются. Марка титана ВТ6 наилучшим образом подходит для изготовления челюстно-лицевых имплантов, а также для изготовления винтов для фиксации повреждённых суставов костей и различных спиц.

Стоит отметить, что в процессе жизнедеятельности человека имплантат подвергается существенным нагрузкам, это придаёт особое значение прочности и долговечности медицинских материалов. С помощью наноиндентирования возможно исследование различных механических свойств материала: нанотвердости, модуля Юнга. В данной работе для определения модуля Юнга и нанотвердости модифицированных сплавов титана используется метод Оливера и Фарра. Метод заключается в непрерывном измерении величины приложенной силы P и глубины отпечатка – h . По полученным данным строятся характерные $P(h)$ диаграммы. В методе учитывается геометрия индентора.

В настоящий момент в отечественной литературе отсутствуют результаты исследования снижения модуля Юнга Ti с помощью Nb [3-8].

Целью работы является исследование влияния концентрации ниобия на свойства сплава на основе $Ti-Nb$, полученного методом дуговой плавки.

Исходя из цели, были сформулированы следующие задачи:

- Исследование влияния концентрации ниобия (5%, 25%, 50%) на морфологию поверхности сплава на основе $Ti-Nb$.
- Определение элементного и фазового состава сплава $Ti-Nb$ с разной концентрацией Nb .
- Исследование влияния концентрации ниобия на механические свойства (нанотвердость и модуль Юнга) сплава на основе $Ti-Nb$.
- Исследование влияния ЭПО на механические свойства сплава на основе $Ti-Nb$.

Положения, выносимые на защиту:

- 1) Результаты исследования влияния Nb на структуру и фазовый состав сплава Ti-Nb.
- 2) Результаты измерения механических характеристик (нанотвердости и модуля Юнга) сплава титана с различной концентрацией Nb.
- 3) Результаты исследования влияние электронно-пучковой обработки на механические свойства сплавов Ti-5%, 25%, 50% Nb.

1 Теоретическая часть

1.1 Метод дуговой плавки

Согласно литературным данным титан и ниобий относятся к числу тугоплавких металлов, температура плавления которых составляет 1668°C у титана и у ниобия 2469°C , помимо этого общим для указанных металлов является большая химическая активность в расплавленном состоянии. Высокая температура плавления этих металлов есть результат высоких сил межатомных связей. Данные металлы активно взаимодействуют с кислородом, азотом, водородом, и углеродом, учитывая данную особенность плавление необходимо осуществлять в вакууме или среде защитных газов, в печах специальных конструкции. В зависимости от требований отливок плавку титана и ниобия осуществляют в дуговых, индукционных и электроннолучевых печах с применением медных кристаллизаторов и тиглей. Плавку в атмосфере аргона или гелия ведут при давлении 300-400 мм рт. ст. Получение расплавов с малым содержанием газов обеспечивается с помощью вводимых раскислителей. Для получения компактной массы слитков, тугоплавкие металлы удобно получать методом дуговой плавки [9, 10].

Дуговая плавильная печь с помощью электрической дуги использует в своей работе тепловой эффект. В конструкцию любой дуговой печи входят: рабочая ванная, пространство, в котором производится плавка; устройство, регулирующее мощность дуги; функциональные технологические механизмы, позволяющие осуществить процессы загрузки выгрузки и очистки. В рабочем пространстве температура печи достигает 3000 градусов. Дуговые печи могут выплавлять от $0,1$ тонны до 400 тонн сплава. Рабочее пространство печи сверху ограничивается куполообразным сводом, с боков – стенками, снизу – сферическим подом. В дуговой печи имеются огнеупорные стены, а также дополнительно снаружи печь накрывается металлическим кожухом. Свод печи съёмный, устройства свода состоит из двух видов:

сборный свод из огнеупорных кирпичей, установленных на опорном кольце и свод из водоохлаждаемых панелей. В своде дуговой печи устроены симметричные отверстия. В них закрепляются токопроводящие электроды. Печь оснащена механизмом, называемым регулятор мощности, регулятор обеспечивает изменение уровня мощности путём перемещения комплекта электродов на расчётную высоту. Косвенным параметром регулирования выступает также разность сигналов, пропорциональная току дуги и напряжению фазы. Дуговая печь обычно использует трёхфазный ток, но существуют и модели постоянного тока. Устройство для плавки металла обеспечивается индивидуальным электроснабжением. Для этого используют специальный печной трансформатор, который подключается к высоковольтной линии. Перед плавкой дуговую печь осматривают и при необходимости осуществляют ремонт неисправных участков. Затем в рабочее пространство производится завалка металлической шихты. Шихта загружается сверху, с использованием загрузочной бадьи. В загруженное пространство печи помещаются электроды. Включение электродов должно обеспечивать постоянную электрическую дугу. Для этого следует организовать надлежащую проводимость между корпусом электрода и шихтой. Достигается необходимый уровень проводимости путём изменения положения электродов по вертикали, либо изменением напряжения на них. Требуется определённое мастерство, поскольку электроды могут ломаться. В результате плавления шихты в печи образуется слой металла и шлака. Шлак удаляют через рабочее окно, называемое шлаковая латка. Сплав, доведённый до готовности, выпускается через специальное отверстие и жёлоб. Для этого рабочее пространство печи наклоняется, и сплав стекает в специальный ковш. Контроль плавки в дуговой печи производится через рабочее окно, оборудованное заслонкой. Процесс плавки с применением тепловой энергии электричества обладает целым рядом преимуществ по сравнению с остальными методами получения. Для энергии электричества атмосфера вокруг печи не имеет критического значения. Электродуговая

печь позволяет осуществлять быстрый нагрев металла, что открывает возможности введения большого объема легирующих добавок и получения металла с пониженным содержанием оксидных неметаллических включений. Обеспечивает точное и плавное регулирование температуры выплавляемого металла. Ниже на рисунке 1 представлена схема дуговой плавильной печи [10-12].

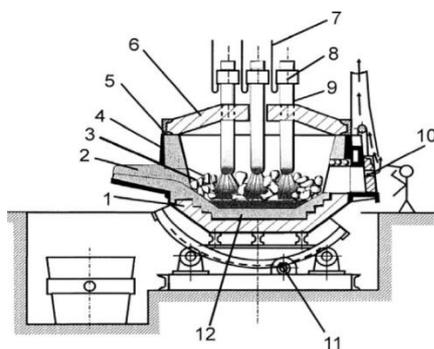


Рисунок 1 – Схема дуговой плавильной печи: 1 - днище печи; 2 - жёлоб; 3 - шихта; 4 - стальной кожух; 5 - боковая стенка; 6 - свод; 7 - кабель; 8 - электрододержатель; 9 - электрод; 10 - контрольное окно; 11 - поворотный механизм; 12 - под печи [9]

В данной работе сплавы Ti-Nb с концентрацией Nb 5%, 25%, 50% были получены методом дуговой плавки, с неплавящимся вольфрамовым электродом в защитной атмосфере аргона при температуре 3000° С. Полученное сырье было расплавлено в охлаждаемый водой медный тигель. На рисунке 2 представлены сплавы Ti-Nb с разной концентрацией Nb. Данные образцы по ширине и длине составляют 10 мм, по толщине 4 мм, а по весу Ti-5% Nb – 1,86 гр, Ti-25% Nb – 1,88 гр, Ti-50% Nb – 2,31 гр.



Рисунок 2 – Сплавы Ti-Nb с концентрацией Nb а) 5%, б) 25%, в) 50%

1.2 Электронно-лучевое плавление

В настоящее время 3D печать охватила многие сферы науки новшеством послойного получения 3D модели. 3D печать может осуществляться разными способами и с использованием различных материалов, но в основе каждой технологии лежит принцип послойного создания твёрдого объекта. Существуют различные технологии, применяемые для создания 3 D объекта: лазерная стереолитография; селективное лазерное спекание (СЛС), подразделяющееся на ещё две технологии селективное лазерное плавление (СЛП) и электронно-лучевое плавление (ЭЛП); прямое металлическое лазерное спекание (ПМЛС) [13,14].

В данной работе сплав марки ВТ6 был получен методом электронно-лучевого плавления. В технологии ЭЛП создание 3 D объекта осуществляется плавлением металлического порошка электронным пучком, сформированным в специальной электронной пушке. В файле с автоматизированным проектированием располагается 3D модель, согласно которой машина ЭЛП считывает данные и последовательно формирует деталь. Весь процесс осуществляется в вакууме, что приемлемо для изготовления материалов сильно подверженных влиянию кислорода. Сочетание вакуума и общей высокой температуры достигающей порядка 700-1000°C позволяет создавать детали, не страдающие от остаточного механического напряжения. Финальные изделия получают прочность сопоставимую с коваными сплавами. Преимущественно полученные изделия получают без пустот с высокой плотностью. Можно получать детали сложной геометрической формы. В процессе синтеза используется порошок без примесей и наполнителей, что позволяет не подвергать напечатанную деталь дополнительным термическим обработкам. В технологиях СЛП и ПМЛС после изготовления модели в основном требуется термическая обработка изделия. Технология ЭЛП с увеличением энергии электронного пучка повышает производительность, а также благодаря отсутствию

сложных механических компонентов преобладает в скорости в сравнении с другими технологиями. Вдобавок ЭЛП имеет высокое разрешение, высокую точность за счет использования «магнитных зеркал», которые корректируют траекторию электронного пучка. В технологии СЛС используются оптические зеркала, которые имеют меньшую точность позиционирования. В СЛС лазерные зеркала в зависимости от мощности установки могут покрываться золотом или серебром, а линзы могут быть алмазными или германиевыми. В случае с ЭЛП для производства электромагнитных компонентов используются недорогие материалы. К недостаткам технологии можно отнести наличие рентгеновского излучения, которое возникает при бомбардировке электронами металлов. Данная особенность требует установки в рабочей камере специального поглощающего покрытия. Технология была разработана и впервые применена шведской компанией Arcam AB. На рисунке 3 представлена установка Arcam, в которой используется технология ЭЛП [14, 15].



Рисунок 3 – Установка Arcam [13]

Главным элементом установки Arcam является электронная пушка. Электронная пушка состоит из вакуумной колбы, к которой подведён электрод (катод) с высоким напряжением, предварительно нагреваемый до высокой температуры, а с другого конца установлен анод. В этих условиях возникает явление термоэлектронной эмиссии. С помощью управляемого

магнитного поля полученный поток фокусируется и позиционируется. На рисунке 4 в виде схемы представлена интерпретация данного процесса.

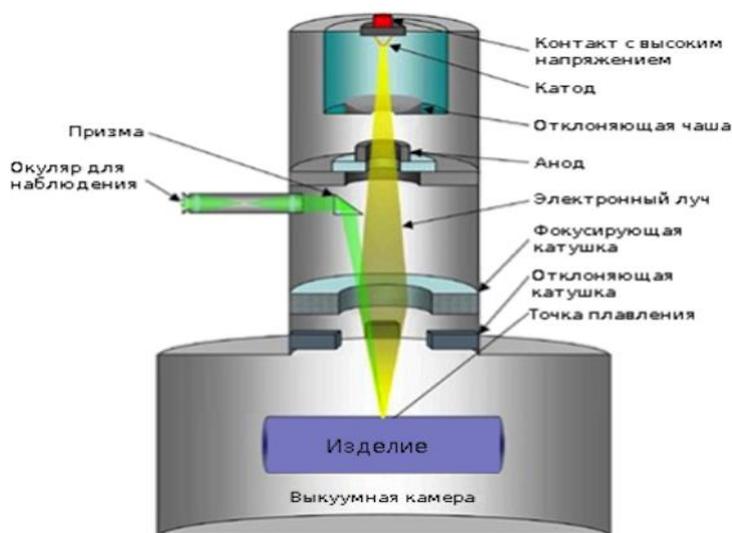


Рисунок 4 – Схема 3D-принтера [13]

Электронно-лучевые пушки представляют собой высокотемпературные источники нагрева, при помощи которых в точке фокусировки луча можно получить температуру плавления и даже испарения любого материала. Благодаря магнитному фокусированию и быстрому сканированию на высоких частотах электронный луч может эффективно направляться на объекты различной формы и поэтому является самым гибким источником нагрева в технологиях переплава. Электронный луч создаёт на объекте обычной плотности удельную энергию в 100 кВт/см^2 . В зависимости от материала выход по передаче мощности составляет от 50 до 80 %. Поскольку при электронно-лучевом плавлении нагревается только поверхность, образуется только мелкий слой расплавленного металла при допустимых скоростях плавки, что положительно влияет на структуру сплава относительно пористости, ликваций. Благодаря тому что, сплавленный металл находится в вакууме ($1 - 0,001 \text{ Па}$) осуществляется отличная дегазация расплавленного материала. Металлические включения с давлением испарения выше, чем у основного материала избирательно испаряются, это

позволяет получить сплав желаемой степени чистоты. В других случаях это может привести к потере желаемых легирующих элементов, количество которых должно рассчитываться. Установки Arcam работают в полуавтоматическом режиме. Несмотря на то, что автоматика процесса контролируется мощным компьютером, требуется наблюдение оператора и тонкая настройка вручную [13-15].

Автоматизация процесса включает:

1. Вакуумную систему;
2. Контроль давления;
3. Скорость подачи материала и извлечения слитка;
4. Контроль напряжения и тока эмиссии в зависимости от процесса;
5. Распределение энергии луча;
6. Сбор и сохранение данных.

Рассмотрим технические характеристики установки Arcam:

1. Энергия пучка 60 кэВ;
2. Вакуум в камере 10-2 мБар;
3. Диаметр пучка 0,1-0,15 мм;
4. Температура 730-750°C (это термопара под подложкой);
5. Температура в расплаве в среднем 2000°C;
6. Скорость 50 мкм/мин., (2-5 слоёв);
7. Для моделирования используется программа Solid Works;
8. Запускают установку при 20°C и далее нагревают до 730-750°C в течении 30 мин.;
9. Для того чтобы остудить камеру давление сбрасывают с 10-2 мБар до 10-1 мБар с напуском гелия, для более быстрого остывания;
10. Скорость остывания камеры 5-6 часов;
11. Скорость нагрева пучком титана 1 млн Кельвин/мин., остывает при 100000 Кельвин/мин.

С целью управления отклонения луча компанией была разработана компьютерная программа «Escosys» для сканирования и контроля

электронного луча, позволяющая управлять несколькими пушками. Данная программа отвечает самым высоким требованиям, к примеру, сложному распределению энергии луча. Фактические модели отражения луча на объекте рассчитывается компьютером, согласно данным оператора. Для пусконаладочных работ на установке разработана специальная обучающая программа по геометрии плавки и её зависимости от частоты отклонения. Таким образом, выхождение луча за пределы плавки распознается и автоматически ограничивается при редактировании моделей отклонения [14-16].

1.3 Электронно-пучковая обработка металлических изделий

Обработка металлических конструкции электронным пучком позволяет увеличить срок службы металлических изделий в несколько раз. Под нагрузкой металлические конструкции постепенно накапливают микрповреждения. Невооруженным глазом они не видны, пока не начнут расти. Со временем они сливаются в трещины, которые в конечном итоге приводят к разрушению металла, иногда с катастрофическими последствиями. При обработке металлической конструкции пучком низкочастотного излучения можно увеличить ее ресурс усталости, долговечность, а также коррозионную стойкость. ЭПО позволяет нагревать поверхностные слои металлических конструкции до очень высоких температур всего лишь за доли миллисекунд, спустя которые все тепло тут же уходит в основную массу образца, и образец остывает. В результате поверхность изделия меняет свою структуру, микротрещины исчезают. На поверхности формируется упрочненный слой толщиной с субмикро- и нанокристаллической структурой. Источник низкоэнергетических сильноточных электронных пучков микросекундной длительности (электронная пушка) генерирует достаточно однородный широкоапертурный

электронный пучок. Поверхностный сплав функционально представляет собой покрытие, которое обеспечивает улучшение служебных свойств изделия или детали. Главным отличием поверхностного сплава от покрытия является то, что поверхностный сплав не содержит границы раздела между подложкой и покрытием, он оказывается вплавленным в подложку и составляет с ней единое целое. На рисунке 5 представлен процесс получения поверхностного сплава при обработке электронным пучком. Этот класс покрытий обладает высочайшей адгезией, поскольку вплавляется в подложку и не может от нее отслоиться [44, 45].

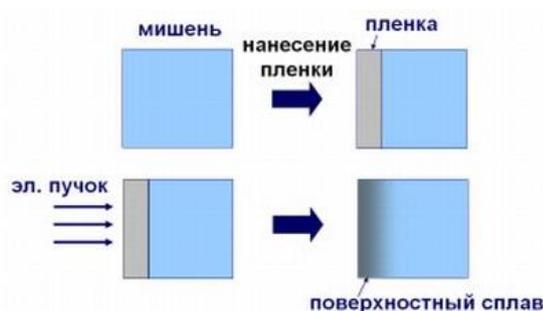


Рисунок 5 – получение поверхностного сплава [44]

1.4 Механические характеристики костной ткани

Биомеханическая совместимость имплантируемого материала характеризуется модулем упругости, значение которого должно быть приближенным к модулю упругости кости [17].

Рассмотрим механические свойства костной ткани. Структура материала является основным фактором, влияющим на его механические свойства и процессы разрушения. Кость, в свою очередь на половину объёма состоит из гидроксилапатита, являющимся минеральным веществом кости в форме микроскопических кристалликов, а остальная часть объёма кости состоит из коллагена, то есть из волокнистого белка, обладающим высокой эластичностью. Минеральные вещества в составе костной ткани определяют способность кости к упругой деформации, а коллаген влияет на ползучесть.

К примеру, кость нижних конечностей армирована высокопрочными волокнами в окружных и спиральных перекрещивающихся направлениях, это говорит о том, что кость это армированный композиционный материал. На механические свойства кости могут влиять многие факторы, например возраст пациента, заболевание, условия индивидуального роста. Нормальным показателем плотности костной ткани считается 2400 кг/м^3 , при этом предел прочности составляет примерно $\sigma_{\text{пр}} \sim 100 \text{ МПа}$. Немаловажное значение имеет относительная деформация кости, достигающаяся 1%, согласно проведённым опытам в лабораториях прочность на сжатие выше, чем на растяжение, это возможно связано с различными способами деформирования и нагружения. Механическая прочность или же запас прочности кости значительны, и в обычных условиях жизни кость человека заметно превышает налагаемые нагрузки. К примеру, кость бедра при испытаниях выдерживает 45000 Н нагрузки, однако при изгибе значительно меньше $\sim 2500 \text{ Н}$. Наиболее прочными считаются бедренная кость и берцовая кость, которые могут выдержать нагрузку большую в 25-30 раз веса человека. При деформации кость может проявлять пьезоэлектрический эффект, к примеру, если закреплённую дугообразную кость, изгибать, между противоположными сторонами в зоне деформации появляется разность потенциалов с отрицательным зарядом на вогнутой стороне. Установлено, что только в интервале упругой деформации разность потенциалов пропорциональна механическому напряжению [17-19].

1.5 Гидроксиапатит, кальций-фосфат

В настоящее время с целью предотвращения выхода легирующих компонентов и увеличения остеоинтеграции имплантов разрабатываются и исследуются методы модификации поверхности. Согласно литературным данным для формирования биосовместимого покрытия импланта наиболее подходящим материалом является гидроксиапатит (ГАП), а также кальций-фосфат [18, 19].

Гидроксиапатит, как материал покрытия импланта, зачастую применяется в ортопедии и стоматологии, так как является основным минеральным компонентом костной ткани и способствует быстрому и прочному срастанию кости с имплантом. Интерес к данному материалу возрастает в соответствии со структурными характеристиками. ГАП относится к одному из типов апатита, а по химическому составу является ортофосфатом кальция. Рассмотрим общую формулу ГАП $A_{10}X_6Y_2$, где А означает 1 – 3-валентные катионы (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , Pb^{2+} , K^+ , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Na^+ , Al^{3+} , Fe^{3+} , Sn^{2+} , Cd^{2+} и другие), X – 1 – 3-валентные анионы (PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , SiO_4^{4-} , SO_4^{2-} , VO_4^{3-}), Y – 1 – 2-валентные анионы ($(OH)^-$, F^- , O^{2-} , Cl^- , CO_3^{2-}).

Фосфатные тетраэдры PO_4 , формирующие жёсткий трёхмерный каркас с осевыми каналами вдоль кристаллографического направления являются основными структурными элементами ГАП. На рисунке 6 представлена кристаллографическая структура ГАП. В структуре апатита катионы Ca^{2+} занимают две различные кристаллографические позиции. Согласно базе данных ICDD для ГАП присуще номер 09-0432 гексагональной сингонии, а параметры решётки составляют: $a = b = 9,418 \text{ \AA}$, $c = 6,884 \text{ \AA}$ [18-20].

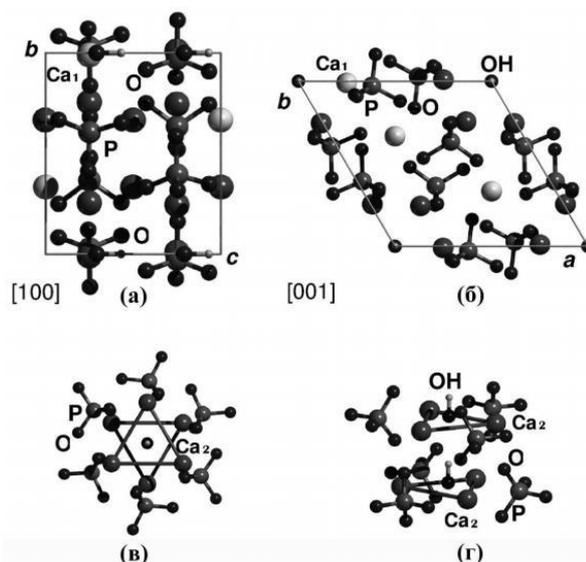


Рисунок 6 – Кристаллографическая структура ГАП, а) координационное окружение ионов Ca_1 с учётом кристаллографического направления, б) кристаллографическая структура ГАП, в) треугольники ионов Ca_2 вокруг OH -каналов с окружением из семи ионов кислорода, г) проекция [17]

Фосфат кальция является наиболее подходящим материалом для создания покрытия импланта, так как имеет достаточно близкий химический состав к костной ткани. Основой кальций фосфатов являются ионы кальция (Ca^{2+}), фосфат ионы (PO_4^{3-}), пиррофосфат ионы ($\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$), а так же в состав могут входить ионы водорода и гидроксид ионы, которые зачастую представляются биокерамикой, стеклокерамикой. Кальций фосфаты имеют ряд преимуществ: не вызывают отрицательных аллергических реакций в организме человека, не имеют канцерогенных и мутагенных эффектов, так как относятся к группе естественных метаболитов.

β -трикальций фосфат (β -ТКФ) и ГА наиболее широко применяются для замещения костных дефектов, так как являются стабильными, имеют низкую растворимость и наиболее близкие к костной ткани соотношения элементов. Однако кальций фосфаты имеет значительный недостаток, который проявляется в хрупкости.

Металлические материалы с КФ покрытием, обеспечивают биологическую совместимость, а также способность к биоинтеграции импланта в костную ткань [17-20].

2 Экспериментальная часть

2.1 Обработка электронным пучком

В данной работе обработка электронным пучком образцов Ti-Nb с разной концентрацией Nb осуществлялась с применением вакуумной электронно-пучковой установки «СОЛО» в институте сильноточной электроники (ИСЭ СО РАН), при следующих режимах обработки: плотность энергии 15, 20 Дж/см², длительность импульсов воздействия 50 мкс, частота следования импульсов облучения 0,3 Гц, количество следования импульсов воздействия пучка электронов 3. Переменной величиной при обработке поверхности сплавов электронным пучком была плотность энергии пучка электронов, которая измерялась микрокалориметром, помещенном в камеру установки «СОЛО» перед облучением материала при тестировании пучка электронов.

Установка «СОЛО» использует электронный источник с плазменным катодом, который основан на импульсном дуговом разряде низкого давления. Данная установка полностью автоматизирована и позволяет управлять параметрами электронного источника, вакуумной системы и манипулятора при помощи компьютера. Использование плазменного катода позволяет плавно и независимо друг от друга изменять параметры генерации электронного пучка. Низкие энергии электронов (до 25 кэВ), используемые в электронном источнике, не требуют дополнительной радиационной защиты, так как генерируемое рентгеновское излучение полностью задерживается стенками камеры, изготовленными из нержавеющей стали [46].

Рассмотрим основные характеристики установки «СОЛО»:

- Габаритные размеры установки 1350x2150x2000 мм;
- Энергия электронов 5-25 кэВ;
- Длительность импульса тока пучка 20-200 мкс;
- Частота следования импульсов 0,3-20 Гц;

- Плотность энергии пучка до 100 Дж/см²;
- Максимальная мощность, в зависимости от используемого источника питания ускоряющего напряжения 2-5 кВт;
- Рабочее давление 0,01-0,05 Па;

На рисунке 7 представлена вакуумная электронно-пучковая установка «СОЛО».



Рисунок 7 – Электронно-пучковая установка «СОЛО» [46]

2.2 Получение ГАП и кальций-фосфатных покрытий

В данной работе осаждение покрытия на основе ГАП на поверхность сплава титана ВТ6 осуществлялось методом высокочастотного магнетронного распыления на установке с магнетронным источником Comdel с рабочей частотой 13,56 МГц при мощности 400 Вт, с давлением аргона 0,4 Па в течение 8 часов. Толщина покрытия на основе ГАП на поверхности титана марки ВТ6 составила 780 нм [19-21].

Нанесение ГАП на поверхность металла может осуществляться различными методами: высокочастотное магнетронное распыление, плазменное напыление, золь-гель, электрохимическое и другие. Данные методы не соответствуют полному удовлетворению всех требований, к примеру, плохая адгезия покрытий к подложке, а также невозможность регулирования их элементного состава. При выборе одного из методов

напыления стоит уделить внимание области применения импланта. Например, в хирургии требуются тонкие покрытия имплантов, так как важно, чтобы покрытия не разрушались в ходе выполнения медицинских технологий и улучшали прочность сцепления кости с имплантом. Если же толщина покрытия увеличивается в пределах до 100 мкм, то биоактивность возрастает, то есть увеличивается остеоиндукция, но это приводит к уменьшению механической прочности [17, 18].

Перспективным методом является высокочастотное магнетронное распыление, с помощью данного метода возможно получение высокоадгезивных, остеинтеграционных покрытий. Для нанесения ГАП чаще используется ВЧ-магнетронное распыление, так как ГАП является диэлектриком и распылять данный материал следует на высокой частоте. Метод ВЧ-магнетронного распыления является гибким, позволяя варьировать элементный состав покрытия, это удаётся с помощью изменения состава исходной мишени или же параметров напыления, таких как мощность разряда и рабочий газ.

Метод ВЧ-магнетронного ионного распыления относится к системам распыления диодного типа. Принцип заключается в следующем, атомы распыляемого материала начинают удаляться с поверхности мишени в результате бомбардировки ионами рабочего газа, в основном аргона, образующиеся в плазме тлеющего разряда. Скорость распыления можно повысить, увеличив плотность ионного тока на поверхности мишени. В данных установках следует придерживаться напряжению в пределах от 1000 – 1500 В, но не больше. В атмосфере аргона между электродами возбуждается аномальный тлеющий разряд, за счёт подачи отрицательного потенциала на катод. Наличие магнитной ловушки образуется за счёт возникновения разряда при одних и тех же давлениях газа, но при более низких напряжениях в сравнении с диодными системами в пределах от 300 – 700 В [18, 19].

Рассмотрим ряд преимуществ данного метода: отсутствие перегрева подложки; низкая степень загрязнения напыляемых плёнок; высокая скорость распыления при низких напряжениях в пределах от 600 – 800 В и при низких давлениях рабочего газа $5 \cdot 10^{-1} - 10$ Па; возможность получения равномерных по толщине плёнок не большой площади подложек.

Метод ВЧ-магнетронного распыления позволяет наносить однородные покрытия, однако недостатком данного метода является трудность при нанесении на подложки сложной формы.

Мишень, выполняется преимущественно из диэлектрика, что позволяет накапливать положительные заряды при бомбардировке положительными ионами. Если заряд создаёт электрическое поле, которое тормозит бомбардирующую мишень ионы, распыление мишени быстро прекращается.

С целью распыления мишени из диэлектрических материалов, следует подавать переменное напряжение между анодом и катодом. Это приведёт к тому, что мишень будет поочерёдно обрабатываться потоками положительно заряженных ионов и электронов.

При подаче отрицательного потенциала на мишень, протекают процессы распыления ионами рабочего газа совместно с адсорбцией на поверхности, в результате чего между электродами создаётся тормозящее электрическое поле, приводящее к снижению или прекращению распыления. На рисунке 8 представлена схема высокочастотного магнетронного распыления [19, 20].

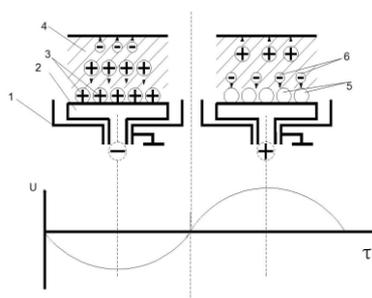


Рисунок 8 – Схема высокочастотного магнетронного распыления при отрицательном (а) и положительном (б) полупериодах напряжения. 1 – экран, 2 – катод, 3 – ионы, 4 – плазма, 5 – электроны, 6 – молекулы [20]

Нейтрализация адсорбированного заряда осуществляется за счёт замены знака потенциала на положительный заряд, подаваемую на мишень, так как поверхность начинает обрабатываться электронами.

Вакуумная камера из нержавеющей стали с системой вращения и качания обрабатываемых деталей является основной составляющей установки и располагается в плоскости параллельной плоскости мишени, что значительно увеличивает зону равномерного осаждения покрытий, вакуумной системы, системы водяного охлаждения, системы электропитания и управления.

ВЧ магнетрон располагается внутри камеры и служит для распыления мишени. Генератор фирмы Comdel с автоматическим согласованием является приемлемым и служит в качестве ВЧ-генератора. Зачастую держатель образца располагается над мишенью.

На рисунке 9 представлено изображение автоматизированной вакуумной ионно-плазменной установки, с помощью которого осуществлялось модифицирование поверхности сплава титана ВТ6 [20, 21].



Рисунок 9 – Автоматизированная вакуумная ионно-плазменная установка модифицирования поверхности материалов медицинского назначения [21]

На рисунке 10 представлена схема ВЧ-магнетронного напыления для модифицирования поверхности материалов.

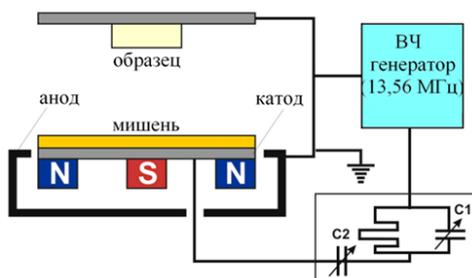


Рисунок 10 – Принципиальная схема ВЧ-магнетронного распыления [21]

С использованием форвакуумного и турбомолекулярного насосов осуществляется вакуумная откачка. Необходимое рабочее давление находится в пределах $(10^{-2} - 5)$ Па, обеспечивает рабочее давление вакуумная система установки. Входные и выходные коллекторы, а также трубопроводы обеспечивают охлаждение установки. Данные водоохлаждаемые узлы питаются от магистрали по отдельным веткам охлаждения.

На рисунке 11 представлен интерфейс управления вакуумной системы автоматизированной установки.

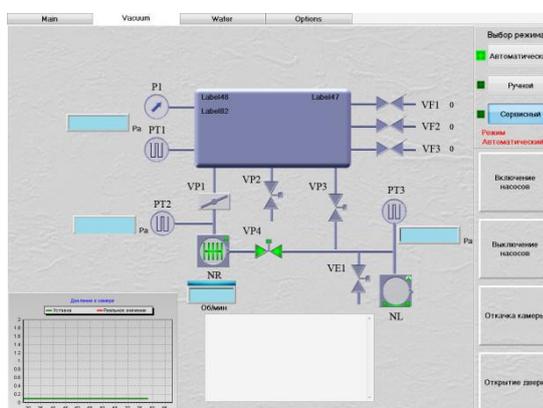


Рисунок 11 – Интерфейс управления вакуумной системы автоматизированной установки [20]

С помощью базы персонального компьютера и промышленного контроллера осуществляется управление системами установки. По стандарту RS-485 устанавливается связь. Системы данной установки позволяют производить следующие действия: автоматическая вакуумная откачка, блокировки аварийных ситуаций, автоматическая корректировка рабочего давления и объёмного соотношения газов. Технологический процесс производится благодаря программе управления по введённой оператором технологической карте. В едином технологическом цикле осуществляются сотни шагов [19-21].

2.3 Сканирующая электронная микроскопия

Сканирующая электронная микроскопия – является ценным методом в изучении поверхности материалов. Метод широко используется в металлургии, геологии, медицине и других областях. Сканирующий электронный микроскоп разработанный профессором Чарльзом Отли в конце 1940 годов является основой современных сканирующих электронных микроскопов. СЭМ используют те же принципы что и световые микроскопы, но вместо фотонов используют пучек электронов для большего увеличения объекта. СЭМ имеет больше преимуществ по сравнению с традиционными микроскопами. За счёт использования электромагнитов вместо зеркал есть возможность контроля увеличения. Учитывая все преимущества СЭМ, позволяющего получить чёткие изображения, данный инструмент является одним из востребованных инструментов в проведении научных исследований. СЭМ состоит из следующих компонентов:

- электронная пушка;
- анод;
- пучек электронов;
- магнитные линзы;
- катушки;
- детектор вторичных электронов.

На рисунке 12 представлены основные составляющие сканирующего электронного микроскопа [22,23].



Рисунок 12 – Основные составляющие СЭМ [22]

Пучок электронов производится в верхней части микроскопа в электронной пушке. Пучок электронов вертикально направляется на образец в вакууме, проходя через фокусирующие линзы и электромагнитные поля. Как только луч попадает на образец, электроны и рентгеновские лучи испускаются из образца. Детекторы собирают данные рентгеновских лучей, отражённых электронов и вторичных электронов и преобразовывают их в сигнал, который передаётся на экран, создавая конечное изображение. В дополнении к топографическому и морфологическому исследованию СЭМ позволяет проанализировать трещины на поверхности, микроструктуру и получить качественный химический анализ образца. СЭМ с помощью специальных приставок позволяют получить энергодисперсионный рентгеновский анализ. Принцип ЭДРА анализа заключается в том, что пучок электронов, взаимодействуя с образцом, создаёт рентгеновское излучение характерное для каждого элемента, исследуя энергетический спектр данного

излучения можно судить о химическом составе образца. Контролируя условия можно определить не только состав, но и концентрацию элементов [20-23].

В данной работе все СЭМ исследования осуществлялось на сканирующем электронном микроскопе Quanta 3D 200i. На рисунке 13 представлено изображение СЭМ Quanta 3D 200i.



Рисунок 13 – Сканирующий электронный микроскоп Quanta 3D 200i [23]

Разрешение электронного микроскопа Quanta 3D 200i в режиме электронного пучка достигает 3,5 нм при 20 кВ. Вдобавок данный сканирующий микроскоп имеет возможность подключения дополнительных приборов для анализа в микродиапазоне и достаточно не сложный в управлении. К преимуществу данного микроскопа относится возможность исследовать большие участки поверхности; работать с сильно рельефными поверхностями; к примеру, сканирующие зондовые микроскопы позволяют исследовать только небольшие участки. Исследования поверхности, с помощью сканирующего электронного микроскопа позволяет получить информацию не только о поверхности, но и «подповерхностных» слоях, прилегающих к поверхности [21 - 23].

2.4 Рентгенофазовый анализ

Рентгенофазовый анализ один из распространённых методов определения структуры кристалла с помощью рентгеновской дифракции.

Метод предоставляет информацию, которую невозможно получить какими-либо другими способами. Полученная информация включает типы и природу присутствующих кристаллических фаз, структурный состав фаз, степень кристалличности, количество аморфного содержимого, микронапряжение, размер и ориентацию кристаллитов:

- Углы используются для расчёта межплоскостных атомных расстояний (d). Поскольку каждый кристаллический материал даёт характеристику дифракционной картины и может выдавать информацию как уникальный «отпечаток пальца», позиции расстояний (d) и интенсивности (I) дают информацию о типе материала в сравнение с 80 000 записей по базе данных международной порошковой дифракцией, по стандартам порошковой дифракции (JCPDS) [24, 25].
- Положение (d) дифракционных пиков несёт информацию о расположении атомов в кристаллической решётке (размер и параметр решёток). Информация об интенсивности используется для оценки типа и характера атомов.
- Ширина дифракционных пиков используется для определения размера кристаллитов и микронапряжений в образце.
- (d) и (I) из фазы также могут быть использованы для количественной оценки фазы в многокомпонентной смеси.

Разрешение рентгеновского дифракционного детектора определяется уравнением Брэгга:

$$2d\sin\theta = n\lambda, \quad (1)$$

где d – разрешение детектора, λ – длина волны падающего рентгеновского излучения, а θ – угол дифракции. Из закона Брэгга известна длина волны λ рентгеновских лучей, что позволяет определить угол θ дифрагированных рентгеновских лучей, выходящих из кристалла, далее можно найти расстояние между атомными плоскостями. Если переориентировать кристалл на другую атомную плоскость, можно измерить d – расстояние в других

плоскостях. Сделав несколько рентгеновских дифракций при разных ориентациях кристаллов, можно определить кристаллическую структуру и размер элементарной ячейки кристалла [24-27].

Рентгеновские лучи представляют собой электромагнитное излучение с длиной волны от 0,02 до 100 Å. Длина волны рентгеновских лучей находится на атомном уровне и намного меньше, чем у видимого света (от 3000 до 8000 Å). Так как рентгеновские лучи имеют меньшую длину волны, чем видимый свет, они имеют более высокую энергию и более проникают. Однако его способность проникать в материю зависит от плотности вещества. Поэтому рентгеновские лучи полезны при исследовании структур атомов.

Рентгеновские лучи возникают в рентгеновской трубке. Рентгеновская трубка состоит из вакуумной камеры с вольфрамовой нитью на одном конце, называется катодом, а металлическая мишень на другом конце, называется анодом. Когда электрический ток пропускается через нить накала, испускаются возбуждённые электроны из вольфрама. Если между катодом (положительным концом) и анодом (отрицательным концом) имеется большая разность потенциалов, испускаемые электроны движутся с высокой скоростью от нити накала к анодной мишени. Когда электрон ударяется с атомами мишени, смещая внутренние электроны мишени, электроны на внешней оболочке смещаются вниз, чтобы заполнить пустоту во внутренней оболочке. Поскольку внутренние оболочки имеют меньшую энергию, чем внешние оболочки, электроны внешней оболочки переходят во внутренние оболочки, за счёт этого испускают рентгеновское излучение высокой энергии. Эксперименты по дифракции рентгеновских лучей проводятся с помощью рентгеновского дифрактометра, состоящего из следующих элементов:

- Рентгеновский генератор, передающий ток высокого напряжения в источник рентгеновского излучения.
- Источник рентгеновских лучей: закрытая рентгеновская трубка (может быть с анодом или микрофокусом или стандартным,

ориентированным в конфигурации «линия-фокус» или «точка-фокус» в экваториальной плоскости).

- Держатель образца для переноса исследуемого образца.
- Рентгеновский детектор, способный измерять рентгеновские фотоны, рассеянные образцом; может содержать несколько каналов в одномерном или двумерном расположении.
- Рентгеновская оптика, собранная на участке первичного луча и на вторичном (дифрагированном) участке луча для коллимации, кондиционирования или фокусировки рентгеновских лучей. Могут состоять из простых апертур (щелей), набора параллельных пластинчатых отверстий (щели Соллера), кристаллических монокроматоров, многослойных зеркал (параболических, эллиптических или плоских), капиллярной оптики (рентгеновской линзы).
- Гониометр, обеспечивающий точное относительное угловое положение источника рентгеновского излучения, образца и детектора в «экваториальной» плоскости с осью вращения [24-27].

На рисунке 14 представлены основные составляющие рентгеновского дифрактометра.



Рисунок 14 – Основные составляющие дифрактометра [26]

В данной работе рентгенофазовый анализ был проведён на дифрактометре Shimadzu XRD-7000. Обработка рентгенограммы проводилась с помощью программы Crystallographica и пакета прикладных программ ACDD с использованием базы данных по кристаллографическим характеристикам; и с программой Powder для конвертации форматов. Диапазон углов сканирования 2θ : от 10 до 100° и скоростью сканирования 1 градус/мин. На рисунке 15 представлен дифрактометр Shimadzu XRD-7000 Maxima.



Рисунок 15 – Shimadzu XRD-7000 Maxima [25]

2.5 Измерение механических характеристик

Индентирование остается наиболее простым, быстрым, чувствительным и универсальным методом исследования механических свойств различных материалов, покрытий. В данной работе измерение механических характеристик образцов Ti-5%, 25%, 50% Nb до и после модифицирования ЭПО и образца VT6 с кальций-фосфатным покрытием осуществлялось методом наноиндентирования. Изучение механических свойств сплавов Ti-Nb с разной концентрацией Nb до и после модифицирования тонких приповерхностных слоев ЭПО осуществлялось на приборе «Nano Hardness Tester» фирмы CSEM в центре коллективного пользования НИИ ЯФ ТПУ с использованием индентора Виккерса (четырёхгранная алмазная пирамида). При максимальной нагрузке 50 мН и

скорости нагружения 100 мН/мин. Прибор дает возможность построения кинетической диаграммы нагружения – снятия нагрузки [28, 29].

Исследование образца ВТ6 с кальций-фосфатным покрытием осуществлялось на приборе TI-950 Triboindenter (Hysitron, USA) с использованием индентора Берковича (трехгранная алмазная пирамида). Учитывая специфику поверхности образцов, исследования проводились в отдельных выбранных локально ровных точках поверхности в диапазоне глубин отпечатка от 15 нм до единиц мкм и диапазоне нагрузок от 10 мкН до 10 мН [29, 30].

Приборы позволяют определить локальные физико-механические свойства материала такие как: твердость H и модуль Юнга E в диапазоне от нескольких десятков нм – до нескольких мкм. Измерения проводились методом Оливера и Фарра. Определяется твердость как отношение максимально приложенной нагрузки к площади проекции пластического отпечатка и вычисляется по формуле:

$$H = P_{max}/A_c, \quad (2)$$

где P_{max} – значение максимальной нагрузки приложенной к материалу; A_c – площадь проекции отпечатка с учётом функции формы используемого индентора.

A_c – для индентора Берковича получают в виде экспериментальной зависимости $A_c = f(h_p)$ и аппроксимируют кривой вида

$$A_c = C_0 h_c^2 + \sum_{i=1}^n C_i h_c^{1/m}, \quad (3)$$

где $m = 1, 2, 4, 8, 16, 32$; h_c – глубина пластического отпечатка, для индентора Берковича $C_0 = 24,5$. Из соотношения находится значение модуля Юнга:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}, \quad (4)$$

где E и E_i – модули Юнга, ν и ν_i – коэффициенты Пуассона соответственно испытуемого материала и индентора. E_r – приведенный модуль Юнга, определить его можно из соотношения:

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c}, \quad (5)$$

где $S = dP/dh$, жесткость контакта исследуемый материал – индентор, определяемая на начальном участке ветви разгрузки, β поправочный коэффициент, учитывающий форму индентора [28-31].

3 Анализ и интерпретация полученных результатов

3.1 Исследование морфологии

Изучение поверхности сплавов Ti-5%, 25%, 50% Nb, полученных методом дуговой плавки осуществлялось методом СЭМ. Описание метода представлено в пункте 2.3.

На рисунках 16-18 представлены СЭМ изображения сплавов Ti-5%, 25%, 50% Nb. Результаты показывают, что кристаллическая структура и морфология сплава Ti-Nb чувствительна содержанию Nb. Поверхность сплавов Ti-Nb с концентрацией Nb является плотной и не содержит видимых дефектов и трещин.

Микроструктура полученного сплава зависит от состава сплава, от содержания фаз, скорости охлаждения сплава [32-34]. СЭМ изображение сплава Ti-5% Nb представляет микроструктуру, состоящую из вытянутых зёрен, характерных для неравновесной мартенситной α' -фазы и α -фазы.

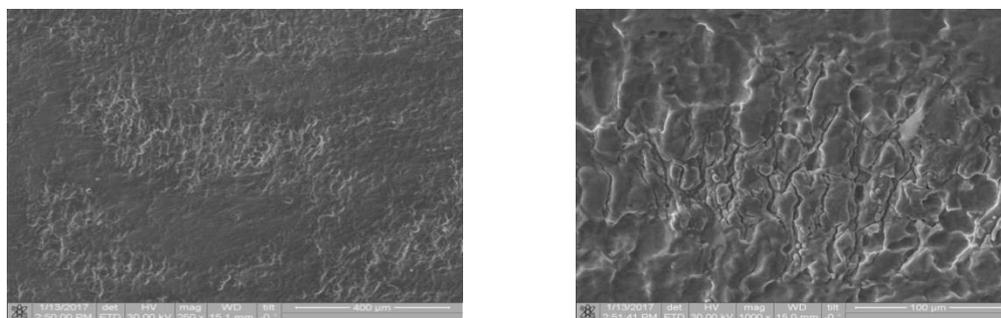


Рисунок 16 – СЭМ изображения поверхности образца Ti-Nb с концентрацией 5% Nb

СЭМ изображения сплава Ti-25% Nb представляют микроструктуру, состоящую из зёрен α'' -фазы и β -фазы.

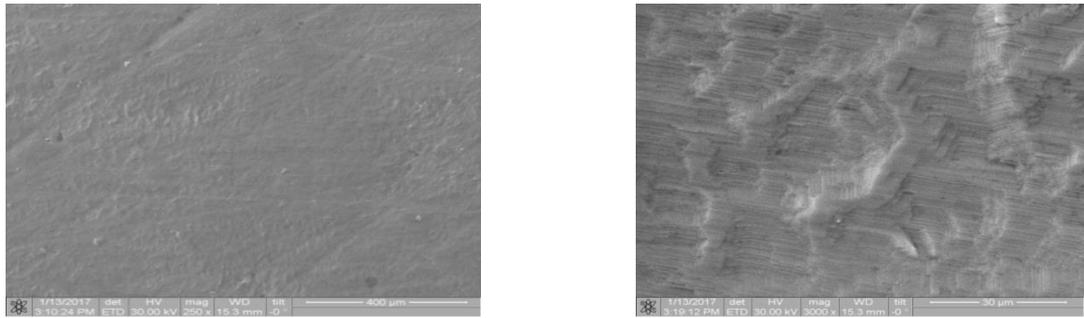


Рисунок 17 – СЭМ изображения поверхности образца Ti-Nb с концентрацией 25% Nb

СЭМ изображения сплава Ti-50% Nb представляют однородную микроструктуру, состоящую из зёрен β -фазы. Параллельные полосы, имеющие разную ориентировку в зёрнах, отражают поверхностный мартенсит деформации [34, 35].

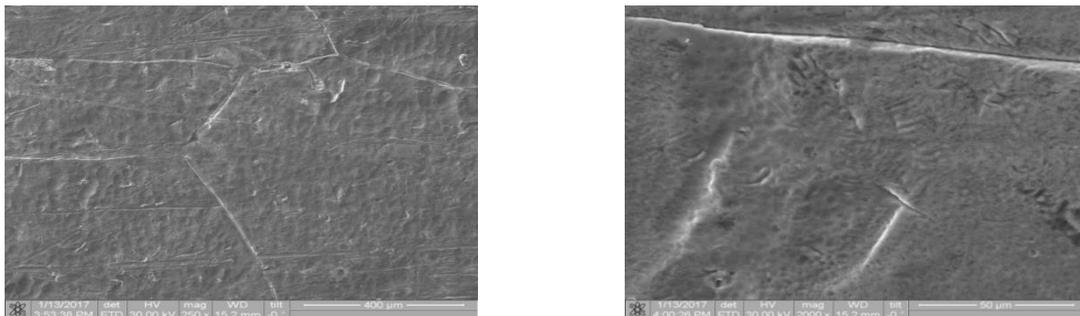


Рисунок 18 – СЭМ изображения поверхности образца Ti-Nb с концентрацией 50% Nb

Сканирующий электронный микроскоп Quanta 3D 200i с помощью приставки позволил определить элементный состав исследуемых образцов. На рисунках 19-21 представлены энергодисперсионные рентгеновские спектры образцов Ti-Nb с различной концентрацией 5%, 25%, 50% Nb.

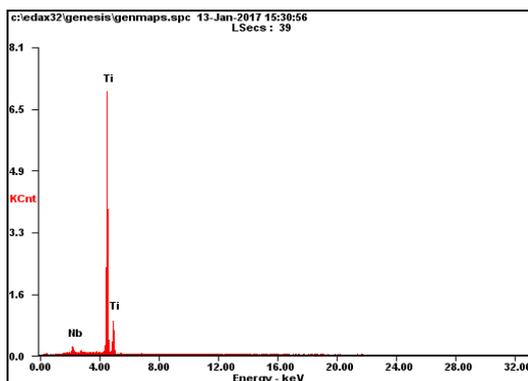


Рисунок 19 – ЭДРА спектры поверхности образца Ti-Nb с концентрацией 5% Nb

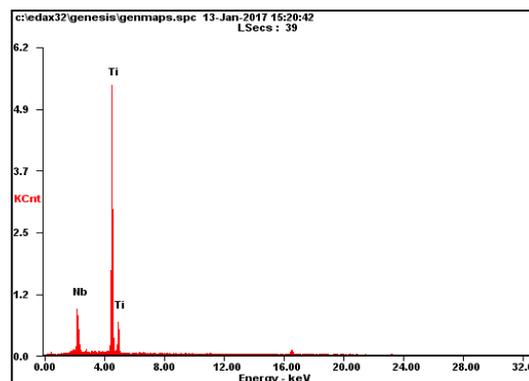


Рисунок 20 – ЭДРА спектры поверхности образца Ti-Nb с концентрацией 25% Nb

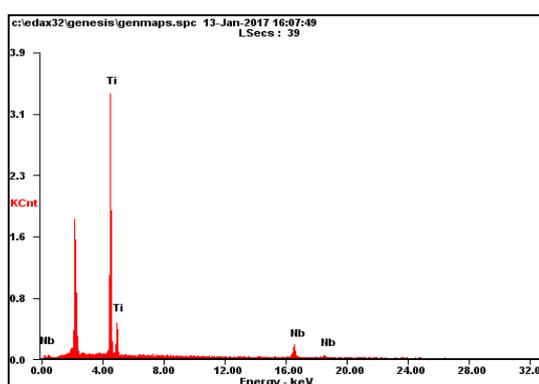


Рисунок 21 – ЭДРА спектры поверхности образца Ti-Nb с концентрацией 50% Nb

В таблицах 1-3 приведены данные элементного анализа и соотношения элементов сплава Ti-Nb с разной концентрацией Nb.

<i>Элемент</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>Ниобий</i>	04.66	02.46
<i>Титан</i>	95.34	97.54

Таблица 1 – Элементный состав поверхности образца Ti-Nb с концентрацией 5% Nb

<i>Элемент</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>Ниобий</i>	21.85	12.60
<i>Титан</i>	78.15	87.40

Таблица 2 – Элементный состав поверхности образца Ti-Nb с концентрацией 25% Nb

<i>Элемент</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>Титан</i>	42.39	58.80
<i>Ниобий</i>	57.61	41.20

Таблица 3 – Элементный состав поверхности образца Ti-Nb с концентрацией 50% Nb

Выявлено присутствие основных элементов Ti, Nb, примесей других элементов не обнаружено.

На рисунках 22 и 23 представлены СЭМ изображения поверхности сплава титана ВТ6 до и после осаждения покрытия на основе ГАП.

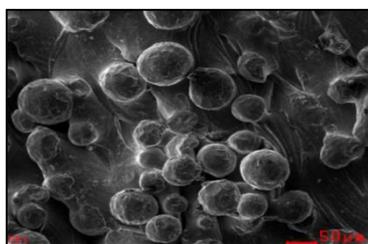


Рисунок 22 – СЭМ изображение поверхности образца титана ВТ6 до осаждения покрытия

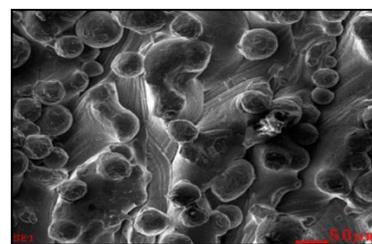


Рисунок 23 – СЭМ изображение поверхности образца титана ВТ6 после осаждения покрытия на основе ГАП

Согласно СЭМ изображениям, поверхность сплава ВТ6 до и после осаждения на основе ГАП является неоднородной, плотной, не содержит видимых дефектов, трещин и сколов по всей площади. Основными элементами рельефа поверхности являются островки в виде шарообразных зёрен [36, 37].

На рисунках 24 и 25 представлены энергодисперсионные рентгеновские спектры образца титана ВТ6 до и после осаждения покрытия на основе ГАП.

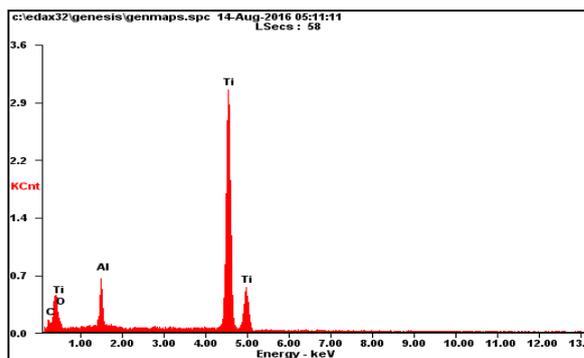


Рисунок 24 – ЭДРА спектры поверхности образца титана VT6 до осаждения покрытия

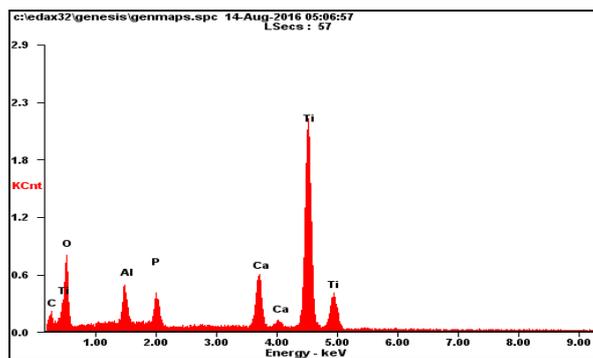


Рисунок 25 – ЭДРА спектры поверхности образца титана VT6 после осаждения покрытия на основе ГАП

В таблице 4 приведены данные элементного анализа и соотношения элементов сплава титана VT6 до нанесения покрытия. Выявлено присутствие основных элементов C, O, Al, Ti, свойственных сплаву титана VT6, примесей других элементов, не свойственных VT6 сплаву не обнаружено. В таблице 5 приведены данные элементного анализа и соотношения элементов сплава титана VT6 после нанесения покрытия на основе ГАП. Основными элементами являются C, O, Al, P, Ca, Ti данные элементы свойственны сплаву титана VT6 с покрытием на основе ГАП, примесей других элементов не свойственных материалу подложки и материалу покрытия не обнаружено [38, 39].

<i>Элемент</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>Углерод</i>	4.07	12.99
<i>Кислород</i>	4.35	10.41
<i>Алюминий</i>	5.43	7.70
<i>Титан</i>	86.15	68.89

Таблица 4 – Элементный состав поверхности образца титана VT6 до осаждения покрытия

<i>Элемент</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>Углерод</i>	5.02	11.51
<i>Кислород</i>	26.66	45.89
<i>Алюминий</i>	3.15	3.21
<i>Фосфор</i>	3.21	2.85
<i>Кальций</i>	8.27	5.68
<i>Титан</i>	53.69	30.86

Таблица 5 – Элементный состав поверхности образца титана VT6 с покрытием на основе ГАП

3.2 Исследование фазового состава

Исследование влияния концентрации ниобия на фазовый состав сплава на основе Ti-Nb осуществлялось методом рентгенофазового анализа. На рисунках 26-28 представлены рентгенограммы сплавов Ti-Nb с различной концентрацией Nb.

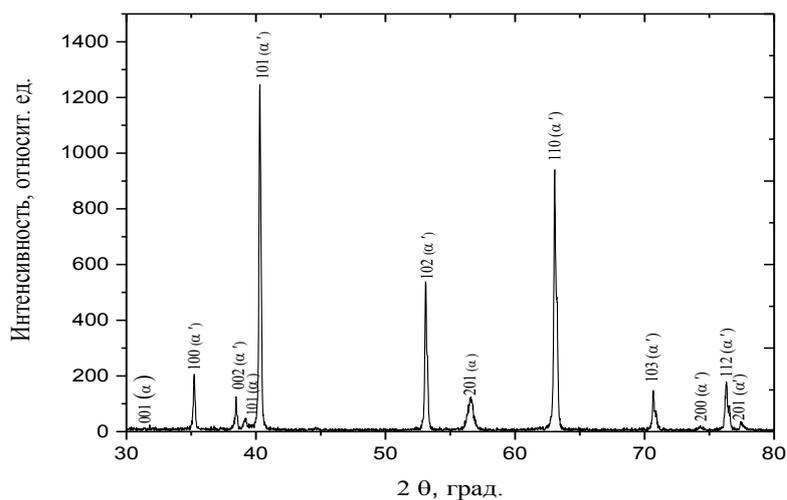


Рисунок 26 – Рентгенограмма сплава Ti-Nb с концентрацией Nb 5%

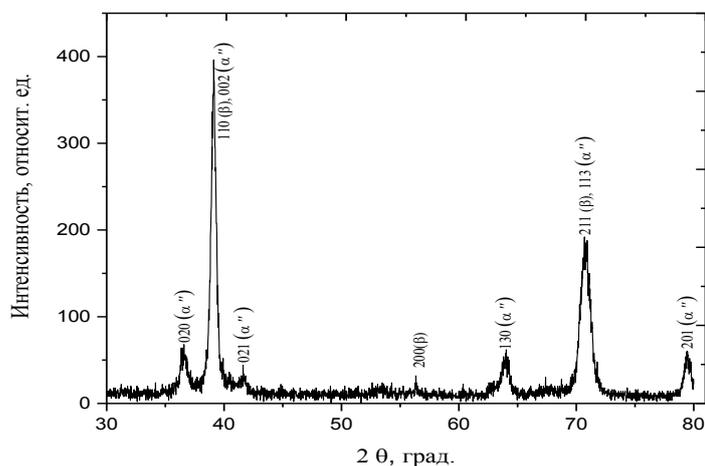


Рисунок 27 – Рентгенограмма сплава Ti-Nb с концентрацией Nb 25%

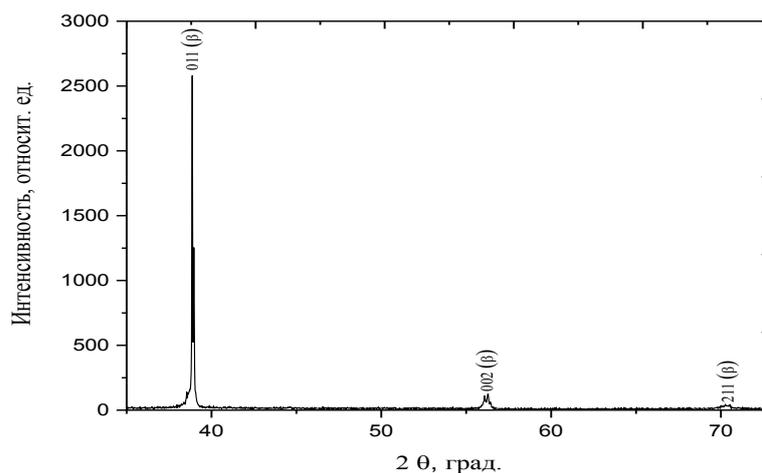


Рисунок 28 – Рентгенограмма сплава Ti-Nb с концентрацией Nb 50%

Рентгенофазовый анализ в случае системы Ti-5% Nb представляет двухфазную структуру α -Ti с гексагональной плотноупакованной решеткой и α' -Ti-Nb с гексагональной плотноупакованной решеткой. На второй рентгенограмме с концентрацией 25% Nb также присутствуют две фазы β -Ti-Nb с объемноцентрированной кубической решеткой и α'' -Ti-Nb с орторомбической решеткой. В сплаве Ti с концентрацией 50% Nb на рентгенограмме преимущественно присутствует только одна β -Ti-Nb фаза с объемноцентрированной кубической решеткой [39-41].

В таблице 6 представлены результаты рентгенофазового анализа сплавов Ti-Nb с разной концентрацией Nb.

Таблица 6 – Результаты рентгенографического исследования образцов

Образец	Обнаруженные фазы	Содержание фаз, объем%	Параметры решетки, Å	Размер кристаллитов по ОКР, нм	Микро-напряжение ($\Delta d/d \cdot 10^{-3}$)
Ti-5%Nb	α -Ti	12,5	a = 4,6165 c = 2,8464	28,52	1,5
	α' -Ti-Nb	87,5	a = 2,9525 c = 4,6877	90,1	0,4
Ti-25%Nb	α'' -Ti-Nb	83,6	a = 3,1807 b = 4,9363 c = 4,6366	73,45	3,4
	β -Ti-Nb	16,4	a = 3,2693	14,1	0,6
Ti-50%Nb	β -Ti-Nb	100	a = 3,2714	58,7	0,9

3.3 Исследование физико-механических свойств

Влияния концентрации ниобия на нанотвердость и модуль Юнга сплава на основе Ti-Nb, а так же сравнительные исследования влияния ЭПО на механические свойства сплавов Ti-5%, 25%, 50% Nb осуществлялось методом наноиндентирования. Предварительно проводились шлифы исследуемых образцов, была получена минимальная шероховатость поверхности $R_a = 0,206$ мкм. Измерение проводилось с использованием метода Оливера и Фарра, описание метода представлено в пункте 2.5. На рисунках 29-31 представлена кинетическая диаграмма нагружения – снятия нагрузки для сплавов Ti-Nb с концентрацией Nb 5%, 25%, 50% до и после модифицирования тонких приповерхностных слоев образцов ЭПО с плотностью энергии 20 Дж/см² и 15 Дж/см².

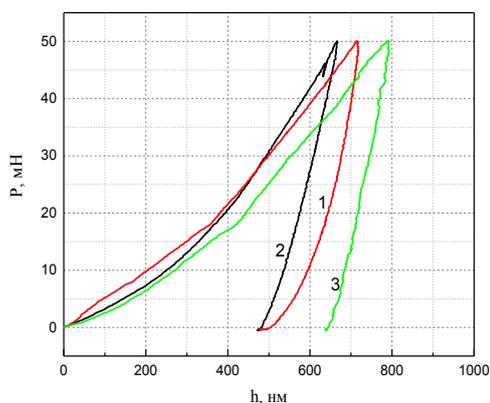


Рисунок 29 – Кинетическая диаграмма нагружение – снятие нагрузки для сплавов Ti-5% Nb (1), Ti-25% Nb (2), Ti-50% Nb (3) до модифицирования

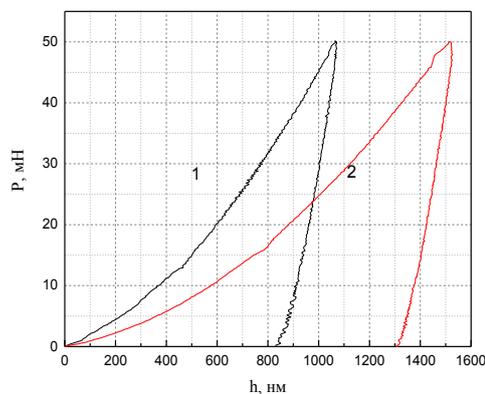


Рисунок 30 – Кинетическая диаграмма нагружение – снятие нагрузки для сплавов Ti-5% Nb (1), Ti-50% Nb (2) после модифицирования ЭПО с плотностью энергии 20 Дж/см²

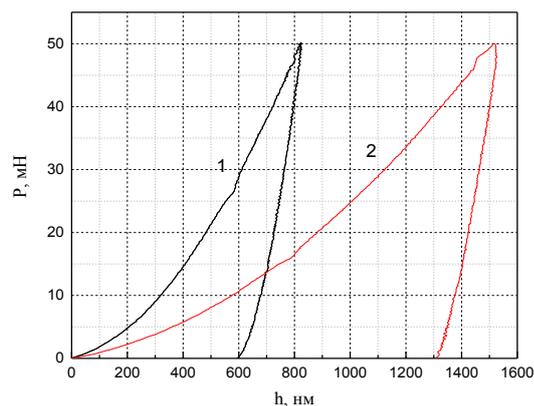


Рисунок 31 – Кинетическая диаграмма нагружение – снятие нагрузки для сплавов Ti-25% Nb (1), Ti-50% Nb (2) после модифицирования ЭПО с плотностью энергии 15 Дж/см²

Согласно литературным данным, чем пластичнее металл, тем глубже глубина проникновения индентора [44]. В данном исследовании наибольшей пластичностью обладает сплав титана с концентрацией Nb 50%. На рисунках 32, 33 представлены отпечатки, полученные при наноиндентировании образца Ti-5% Nb до и после модифицирования поверхности [44-46].

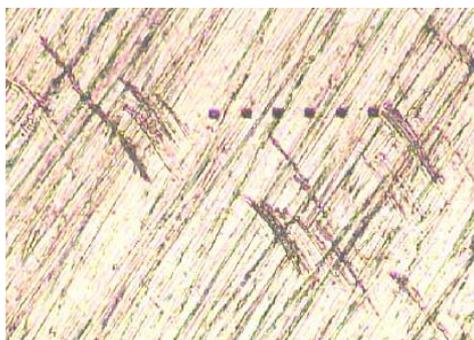


Рисунок 32 – Отпечатки нанотвердости на поверхности образца Ti-5% Nb до модифицирования

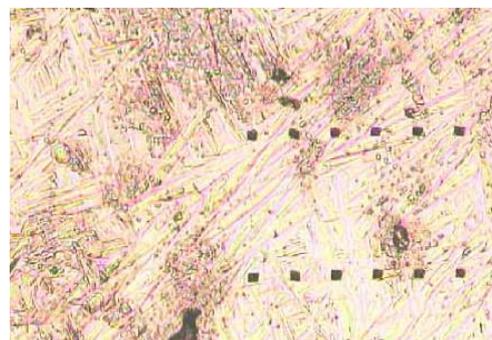


Рисунок 33 – Отпечатки нанотвердости на поверхности образца Ti-5% Nb после модифицирования ЭПО с плотностью энергии 20 Дж/см²

На каждом образце было сделано по десять индентирований. В таблице 7, 8 приведены деформационные характеристики исследуемых образцов: значения модуля Юнга, нанотвердости и твердости для сплавов Ti-5%, 50% Nb до и после модифицирования тонких приповерхностных слоев образцов с помощью ЭПО с плотностью энергии 20 Дж/см².

Таблица 7 – Результаты измерения механических характеристик сплава Ti-5% Nb до и после модифицирования ЭПО с плотностью энергии 20 Дж/см²

Образец	H, МПа	HV	E, ГПа
Ti-5%Nb до модифицирования	3495,63 ± 144,29	329,94 ± 13,62	111,93 ± 2,11
Ti-5%Nb после модифицирования	1362,29 ± 64,79	128,58 ± 6,12	42,53 ± 0,83

Таблица 8 – Результаты измерения механических характеристик сплава Ti-50% Nb до и после модифицирования ЭПО с плотностью энергии 20 Дж/см²

Образец	H, МПа	HV	E, ГПа
Ti-50%Nb до модифицирования	3126,71 ± 118,66	295,12 ± 11,20	94,21 ± 3,98
Ti-50%Nb после модифицирования	891,735 ± 28,16	84,17 ± 2,66	33,16 ± 0,67

Исследования механических свойств: модуля Юнга и нанотвердости показывает, что с увеличением концентрация Nb наблюдается уменьшение модуля упругости и нанотвердости сплавов. Данный факт объясняется тем, что фазы α -Ti, α' -Ti-Nb, α'' -Ti-Nb, β -Ti-Nb в сплавах Ti-5%, 25%, 50% Nb имеют разное кристаллографическое строение, для кубической β -Ti-Nb фазы характерны наименьшие значения модуля Юнга [39, 40].

В таблице 9, 10 приведены деформационные характеристики исследуемых образцов: значения модуля Юнга, нанотвердости и твердости для сплавов Ti-25%, 50% Nb до и после модифицирования тонких приповерхностных слоев образцов с помощью ЭПО с плотностью энергии 15 Дж/см².

Таблица 9 – Результаты измерения механических характеристик сплава Ti-25% Nb до и после модифицирования ЭПО с плотностью энергии 15 Дж/см²

Образец	H, МПа	HV	E, ГПа
Ti-25%Nb до модифицирования	4040,46 ± 196,19	381,36 ± 18,52	95,22 ± 2,41
Ti-25%Nb после модифицирования	3187,75 ± 52,17	300,88 ± 4,92	77,25 ± 0,76

Таблица 10 – Результаты измерения механических характеристик сплава Ti-50% Nb до и после модифицирования ЭПО с плотностью энергии 15 Дж/см²

Образец	H, МПа	HV	E, ГПа
Ti-50%Nb до модифицирования	3126,71 ± 118,66	295,12 ± 11,20	94,21 ± 3,98
Ti-50%Nb после модифицирования	905,2 ± 27,44	85,44 ± 2,59	33,96 ± 0,56

Из таблиц 7-10 следует, что приповерхностные слои Ti-5%, 25%, 50% Nb сплавов после ЭПО характеризуются более низкими величинами нанотвердости и модуля Юнга в сравнении с результатами механических характеристик до модифицирования.

Влияние сильноточного импульсного пучка низкоэнергетических электронов на механические характеристики приповерхностных слоев сплавов Ti-Nb с разной концентрацией Nb исследовано с помощью метода динамического индентирования. Механизмы, приводящие к снижению модуля Юнга и нанотвердости сплавов Ti-Nb с разной концентрацией Nb, обусловлены следующими причинами:

- 1) Модификация структурно-фазового состояния, в результате оплавления поверхностного слоя.
- 2) Высокоскоростное воздействие низкоэнергетических электронов, приводит к процессам кристаллизации, влияющих на размер зерен, в результате быстрого охлаждения зерна исследуемых сплавов уменьшаются.

3) Кроме того, воздействия высокоскоростного пучка электронов с быстрым охлаждением замедляет диффузионные процессы, что подавляет рост кристаллов на поверхностном слое [44-51].

Исследования физико-механических свойств образца титана ВТ6 с кальций-фосфатным покрытием представлено на рисунках 34-36.

На рисунке 34 представлена $P(h)$ диаграмма, полученная при индентировании образца ВТ6 с кальций фосфатным покрытием.

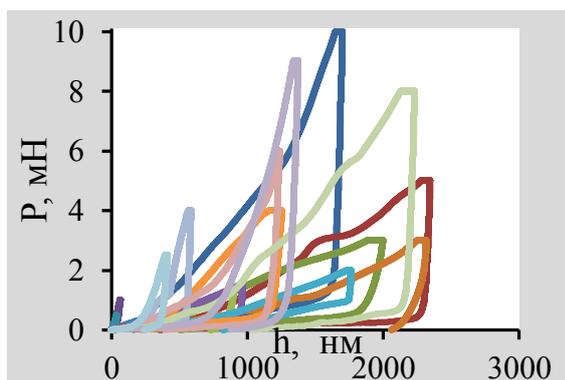


Рисунок 34 – $P(h)$ диаграмма, полученная при индентировании образца ВТ6 с кальций фосфатным покрытием

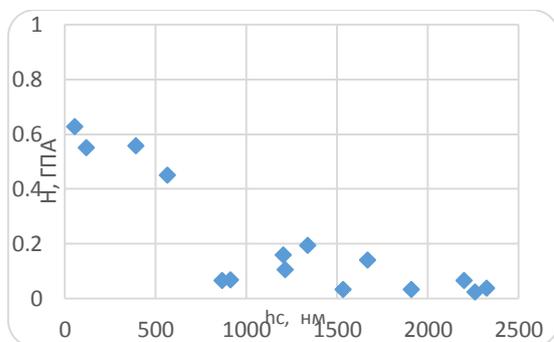


Рисунок 35 – Зависимость нанотвердости – H от глубины отпечатка – h_c при индентировании образца ВТ6 с кальций фосфатным покрытием

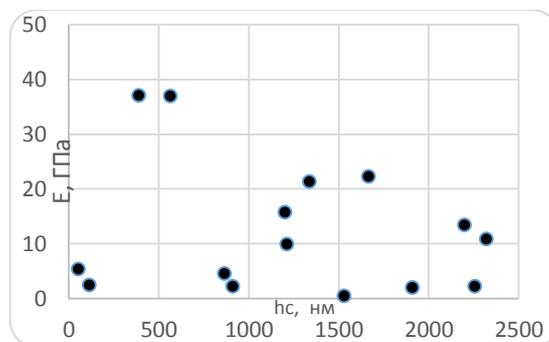


Рисунок 36 – Зависимость модуля Юнга – E от глубины отпечатка – h_c при индентировании образца ВТ6 с кальций фосфатным покрытием

Согласно результатам измерений известно, что покрытие составляет толщину 780 нм, то на глубине 1500 – 2000 нм получаем значения,

характерные для титанового сплава, полученного методом электронно-лучевого плавления. А на глубине ~ 500 нм проникновения индентора получаем значения, характерные покрытию на основе кальций-фосфата. Таким образом, нанотвердость и модуль Юнга покрытия на основе кальций-фосфата составили 0,45 ГПа и 38 ГПа, а для титановой подложки нанотвердость и Модуль Юнга составили 0,2 ГПа и 22 ГПа. А также наблюдаемое различие механических характеристик на начальной глубине обусловлено высокой шероховатостью поверхности [40-43].

4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

4.1 Потенциальные потребители результатов исследования

В настоящее время получение биоматериалов для ортопедии и имплантологии не утратило свою актуальность, в связи с этим данная работа посвящена получению и исследованию нового биоматериала. Традиционным материалом для создания медицинской конструкции является титан и его сплавы, однако данный материал не совершенен и требует ряд исследований по улучшению его свойств.

Результаты данной работы могут быть использованы для дальнейших исследований, с полученными низкомодульными сплавами титана и с их полной характеристикой. Данные результаты могут быть использованы отечественными биомедицинскими компаниями.

4.2 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

Получение инновационного биомедицинского материала для создания качественного имплантата, отвечающего всем требованиям, является конкурентно-техническим решением. Получение низкомодульных сплавов титана с различной концентрацией ниобия, полученных методом дуговой плавки не встречается в отечественной литературе.

В данной работе было выявлено влияние ниобия на титан, и как снижается модуль Юнга сплава Ti-Nb в зависимости от концентрации ниобия. А также описываются исследования физико-механических свойств сплавов марки ВТбс покрытием на основе кальций-фосфата осажденных методом ВЧ-магнетронного распыления сплавов Ti-Nb. Анализ данных исследований проводился с помощью оценочной карты:

Таблица 13 – 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							
1. Фазовый состав порошка	0,2	4	4	3	0,45	0,2	0,2
2. Параметры при получении порошка	0,1	3	3	3	0,5	0,3	0,3
3. Скорость получения сплавов на основе титана	0,1	4	3	4	0,4	0,4	0,3
4. Энергия пучка при получении сплава	0,1	3	3	4	0,4	0,2	0,4
5. Ток дуги при получении сплава	0,04	4	4	3	0,5	0,2	0,3
6. Скорость получения КФ-покрытия		3	4	3		0,1	0,1
7. Удобство эксплуатации	0,1	4	4	3	0,24	0,1	0,2
8. Безопасность	0,01	4	2	4	0,4	0,3	0,2
Экономические критерии оценки эффективности							
1. Конкурентоспособность продукта	0,2	5	4	4	1	0,4	1
2. Уровень проникновения на рынок	0,05	4	5	5	0,35	0,2	0,2
3. Цена	0,04	4	4	5	0,16	0,2	0,2
4. Энергоэффективность	0,03	4	4	3	0,15	0,1	0,1
5. Ресурсоэффективность	0,03	4	4	3	0,15	0,6	0,3
Итого	1				4,7	3,3	3,8

Анализ конкурентных технических решений определяется по формуле:

$$K = \sum B_i \cdot B_j$$

где K – конкурентоспособность научной разработки или конкурента; B_i – вес показателя (в долях единицы); B_j – балл i -го показателя.

Согласно вышеприведённому расчёту видно, что предлагаемая нами технология получения и исследования низко модульных сплавов титана имеет более высокий показатель конкурентоспособности.

4.3 SWOT-анализ

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы) – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта. SWOT-анализ применяют для исследования внешней и внутренней среды проекта. Результаты исследования приведены в матрице SWOT.

1) Сильные стороны проекта.

Легирование Ti β -стабилизирующим элементом Nb приводит к снижению модуля упругости титана, что позволяет существенно приблизить упругость импланта к костной ткани. А также данный сплав не оказывает аллергическое воздействие на живые ткани, в отличие от никелевых сплавов, обладая при этом биоинертными свойствами, что соответствует требованиям при создании медицинских конструкций. Исходя из результатов механических исследований сплавы на основе Ti-Nb с памятью формы, проявляющие сверхупругое поведение позволяют достаточно снизить модуль упругости. А также сплавы титана марки BT6 с покрытием на основе кальций-фосфата сформированных методом ВЧ-магнетронного распыления являются перспективным материалом и в данном исследовании проведен предварительный этап для создания импланта.

2) Слабые стороны проекта.

На данный момент, проект находится на стадии научных исследований. Ti-Nb сплав имеет и недостатки, такие как высокая стоимость титана и ниобия, что увеличивает и стоимость готовых изделий. Одним из существенных минусов является нехватка денежных средств для исследований и приобретения необходимого оборудования. В настоящее время сложно составить конкуренцию на рынке биоматериалов, в связи отсутствием достаточного финансирования и нужного оборудования для исследования, так как иностранные конкуренты используют более широкий и модернизированный спектр оборудования для получения и исследования биоматериалов.

3) Возможности.

Данный товар вполне может удовлетворить спрос международного и российского рынков при достаточном финансировании. В настоящее время разработка материалов в сфере биоинженерии являются наиболее значимыми и актуальными, что может повысить спрос на данный товар.

4) Угрозы.

Главной угрозой данного проекта является заполнение международного и российского рынков товарами конкурирующих сторон.

Таблица 14 - Итоговая матрица SWOT – анализа

	Сильные стороны научно-исследовательского проекта: С1. Более низкая стоимость производства по сравнению с другими технологиями; С2. Экологичность технологии и продукта; С3. Более простая методика получения; С4. Квалифицированный персонал; С5. Полная подготовка требуемого оборудования заказчику;	Слабые стороны научно-исследовательского проекта: Сл1. Стадия развития в России; Сл2. Отсутствие достаточной денежной поддержки; Сл3. Нехватка квалифицированных рабочих кадров; Сл4. Использование устаревшей техники для исследования;
Возможности: В1. Импортзамещение на российском рынке; В2. Появление спроса на товар из-за стремления к инновациям; В3. Использование инновационной структуры ТПУ; В4. Повышение стоимости конкурентных разработок В5. Использование инфраструктуры ОЭЗ ТВТ Томск.	1. Получить результаты НТИ 2. Продвинуть НТИ на рынок	1. разработать календарный план 2. создать команду единомышленников 3. обеспечить финансовую среду 4. привлечь базу научно-исследовательских достижений ТПУ, что в свою очередь дает возможность дополнительного финансирования.
Угрозы: У1. Отсутствие спроса на данный продукт У2. Отсутствие интереса руководства к данному исследованию; У3. Снижение финансирования исследования; У4. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства.	1. создать спрос на НТИ 2. создать календарный план НТИ 3. Устранить проблемы с материально-техническим обеспечением 4. Найти инвесторов 5. Подготовить презентацию НТИ, провести рекламный.	Недостаток финансовых средств приводит к отсутствию спроса на новые технологии производства.

4.4 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).

В таблице 3 представлены показатели о степени проработанности проекта с позиции коммерциализации и компетенциями разработчика научного проекта с перечнем вопросов.

Таблица 15– Бланк оценки степени готовности научного проекта к коммерциализации

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

14.	Имеется команда для коммерциализации научной разработки	4	4
15.	Проработан механизм реализации научного проекта	3	4
	ИТОГО БАЛЛОВ	63	65

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

$$B_{\text{сум}} = \sum B_i, \quad (2)$$

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. Значение $B_{\text{сум}}$ получилось 63 и 65 такая разработка обладает перспективностью выше среднего, а знания разработчика достаточные для успешной ее коммерциализации. По результатам оценки следует вывод, что инвестирование в текущую разработку и в направления ее дальнейшего улучшения актуально.

4.5 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.

Заинтересованные стороны проекта, которые будут взаимодействовать на общий результат научного проекта указаны в таблице 16.

Таблица 16 – Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованные стороны проекта	Ожидания заинтересованных сторон
ООО «ИнноИмплант РУ»	Перспективные биоматериалы

В таблице 17 представлена информацию о иерархии целей проекта и критериях достижения целей. Цели проекта включают цели в области ресурсоэффективности и ресурсосбережения.

Таблица 17 – Цели и результат проекта

Цели проекта:	Получение перспективного биоматериала отвечающего физико-механическим требованиям для создания медицинских имплантов
Ожидаемые результаты проекта:	Получение результатов исследования сплавов титана на морфологию, фазовый состав и механические характеристики
Критерии приемки результата проекта:	Адекватность результатов
Требования к результату проекта:	Требование:
	Стандартизация готового продукта
	Биосовместимость материала
	Коррозионная стойкость материала
	Низкий модуль Юнга материала
	Сверхупругость материала

4.5.1 Организационная структура проекта

На данном этапе работы необходимо решить следующие вопросы: кто будет входить в рабочую группу данного проекта, определить роль каждого участника в данном проекте, а также прописать функции, выполняемые каждым из участников и их трудозатраты в проекте.

Таблица 18 – Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудозатраты, час.
1	Сурменова Мария Александровна, НИ ТПУ, Центр технологии кафедры ТиЭФ	Руководитель	Координация деятельности проекта	250

	ФТИ			
2	Турлыкожаева Дана Абдикумаровна, НИ ТПУ, кафедра общей физики	Исполнитель	Выполнение ВКР	620
ИТОГО:				870

4.5.2 Ограничения и допущения проекта

Ограничения проекта – это все факторы, которые могут послужить ограничением степени свободы участников команды проекта, а так же «границы проекта» - параметры проекта или его продукта, которые не будут реализованных в рамках данного проекта.

Таблица 19 – Ограничения проекта

Фактор	Ограничения/ допущения
3.1. Бюджет проекта	82 927,52 руб.
3.1.1. Источник финансирования	«Русимплант»
3.2. Сроки проекта:	10.01.17-25.05.17
3.2.1. Дата утверждения плана управления проектом	11.01.17
3.2.2. Дата завершения проекта	25.05.17

4.6 Контрольные события проекта

В рамках данного раздела необходимо определить ключевые события проекта, определить их даты и результаты, которые должны быть получены по состоянию на эти даты.

Таблица 20 – Контрольные события проекта

№ п/п	Контрольное событие	Дата	Результат (подтверждающий документ)
1	Разработка ТЗ на ВКР	10.01.2017	Приказ о ВКР
1.1	Составление и утверждение технического задания	20.01.2017	Техническое задание
2	Выбор направления исследования и способов решения задач	21.01.2017- 03.01.2017	Методы решения задач
2.1	Сбор и изучение научно-технической литературы	04.03.2017- 10.04.2017	Список литературы
2.2	Моделирование технологического	13.04.2017-	Графики

	процесса на компьютере	20.04.2017	
3	Разработка методики экспериментальных исследований	1.05.2017-14.05.2017	Методика
3.1	Проведение экспериментальных Исследований	15.05.2017-20.05.2017	Отчет
3.2	Анализ и обработка полученных результатов	21.05.2017-23.05.2017	Графики
4	Обобщение и оценка результатов	24.05.2017	Расчеты и графики
4.2	Оформление пояснительной записки	05.05.2017-10.05.2017	Пояснительная записка
4.3	Подготовка к защите ВКР	02.05.2017-25.05.2017	Презентация

4.7 План проекта

В рамках планирования научного проекта необходимо построить календарный и сетевой графики проекта. Линейный график представляется в виде таблицы (таблицы 21).

Таблица 21 – Календарный план проекта

Название	Длительность, дни	Дата начала работ	Дата окончания работ	Состав участников
Изучение литературы, составление литературного обзора	40	10.01.17	29.02.17	Турлыкожаева Дана Абдикумаровна
Расчет на математической модели	31	01.03.17	31.03.17	Турлыкожаева Дана Абдикумаровна
Обсуждение полученных результатов	14	01.04.17	15.04.17	Турлыкожаева Дана Абдикумаровна Сурменова Мария Александровна
Оформление выводов	18	20.04.17	02.05.17	Турлыкожаева Дана Абдикумаровна Сурменова Мария Александровна
Оформление пояснительной записки	22	04.05.17	24.05.16	Турлыкожаева Дана Абдикумаровна Сурменова Мария Александровна

Итого:	125	11.01.17	25.05.17
--------	-----	----------	----------

Диаграмма Ганта – это тип столбчатых диаграмм (гистограмм), который используется для иллюстрации календарного плана проекта, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ.

Таблица 22 – Календарный план-график проведения НИОКР по теме

Вид работ	Исполнители	Т _к , кал, дн.	Продолжительность выполнения работ															
			январь			февраль			март			апрель			май			
			2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3		
Изучение литературы, составление литературного обзора	Студент	40	/															
Расчет на математической модели	Студент	31							/									
Обсуждение полученных результатов	Студент, руководитель	14										/						
Оформление выводов	Студент, руководитель	18												/				
Оформление пояснительной записки	Студент, руководитель	21														/		

4.8 Расчёт материальных затрат

Расчёт стоимости материальных затрат производится по действующим прейскурантам или договорным ценам. В стоимость материальных затрат включают транспортно-заготовительные расходы (3 – 5 % от цены). Результаты по данной статье заносятся в таблице 23.

Таблица 23 – Затраты на сырье, материалы, покупные изделия

Наименование	Марка, размер	Кол-во	Цена за единицу, руб.	Сумма, руб.
Ti-Nb сплав	a,b = 10 мм, s= 4 мм, m= Ti-5%Nb – 1,86 гр, Ti-25%Nb – 1,88 гр, Ti-50%Nb – 2,31 гр	1	7000	7000
Ti (подложка)	Ti6Al4V d= 30 ммs= 2,9 мм	1	4000	4000
Порошок	Ti, Nb	2	4000	8000
Всего за материалы				19000
Транспортно-заготовительные расходы (3-5%)				1000
Итого по статье				20000

Затраты на электроэнергию рассчитываются по формуле:

$$C_{эл} = C_{эл} \times P \times F_{об} , \quad (3)$$

где $C_{эл}$ – тариф на промышленную электроэнергию (2,5 руб за 1 кВт-ч);

P – мощность оборудования, кВт; $F_{об}$ – время использования оборудования, ч.

$$C_{эл} = 2,5 \times 100 \times 18 = 4500 \text{ руб.}$$

Затраты на водоснабжение рассчитываются по формуле:

$$C_{вд} = C_{вд} \times Q \times F_{об} , \quad (4)$$

где $C_{вд}$ – тариф на промышленное водоснабжение (8 руб. за 1 м³); Q – расход воды, м³; $F_{об}$ – время использования оборудования, ч.

$$C_{вд} = 8 \times 1,8 \times 18 = 259,2 \text{ руб.}$$

Материальные затраты находятся по формуле:

$$C_{м} = C_{эл} + C_{вд} , \quad (5)$$

$$C_{м} = 4500 + 259,2 = 4759,2 \text{ руб.}$$

Таблица 24 – Расчёт материальных затрат

Затраты на сырье	20000
Затраты на электроэнергию	4500
Затраты на водоснабжение	259,2
Итого	24759,2

4.9 Основная заработная плата

В данную работу включена основная заработная плата научных и инженерно-технических работников, которое учувствовали в выполнении работы по данной теме. В состав основной заработной платы включается премия, выплачиваемая ежемесячно из фонда заработной платы. Баланс рабочего времени и расчёт основной заработной платы представлены в Таблице 15 и 16 соответственно.

Таблица 25 – Расчёт основной заработной платы

п/п	Наименование этапов	Исполнители по категориям	Трудоёмкость, чел.-дн.	Заработная плата, приходящаяся на один чел.-дн., тыс.руб.	Всего заработная плата по тарифу (окладам), тыс. руб.
		Руководитель	1	24265	24265
		Магистр	1	2650	2650
Итого:				25914	26915

Таблица 26– Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней	118	118
Потери рабочего времени	34	32
Действительный годовой фонд рабочего времени	213	215

Статья включает основную заработную плату работников, непосредственно занятых выполнением проекта, (включая премии, доплаты) и дополнительную заработную плату.

$$C_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп}, \quad (6)$$

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

$Z_{доп}$ – дополнительная заработная плата.

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

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_{раб}, \quad (7)$$

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

T_p – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. д.

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

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}}, \quad (8)$$

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. д.

Таблица 27 – Расчёт основной заработной платы

Исполнители	$Z_{\text{б}}$, руб.	$k_{\text{пр}}$	$Z_{\text{м}}$, руб	$Z_{\text{дн}}$, руб.	T_p , раб. дн.	$Z_{\text{осн}}$, руб.
Руководитель	24265	1,3	31544,5	1238	48	31544,5
Дипломник	2650		2650	127	76	2650
Итого $Z_{\text{осн}}$						34194,5

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_{\text{м}} = Z_{\text{б}} \cdot k_{\text{р}}, \quad (9)$$

где $Z_{\text{б}}$ – базовый оклад, руб.;

$k_{\text{пр}}$ – премиальный коэффициент, равный 1,3.

Заработная плата профессора, доктора наук составляет 31544,5 руб., согласно «Положению об оплате труда» ТПУ.

Для руководителя: $Z_{\text{м}} = 24265 \cdot 1,3 = 31544,5$ руб.

4.9.1 Дополнительная заработная плата научного персонала

Дополнительная заработная плата включает оплату за непроработанное время и рассчитывается исходя из 10-15% от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнении темы:

$$Z_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} Z_{\text{осн}} \quad (10)$$

где $Z_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата, руб.; $k_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной зарплаты ($k_{\text{доп}} = 0,1$); $Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата, руб.

Для руководителя:

$$Z_{\text{доп}} = 31544,5 * 0,1 = 3154,45 \text{ рублей}$$

В таблице 28 приведён расчёт основной и дополнительной заработной платы.

Таблица 28 – Заработная плата исполнителей НТИ

Заработная плата	Руководитель	Инженер
Основная зарплата, руб.	31544,5	2650
Дополнительная зарплата, руб.	3154,45	-
Зарплата исполнителя, руб.	34698,95	2650
Итого по статье $C_{\text{зп}}$, руб.	37348,95	

5 Отчисления на социальные нужды

Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

$$C_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}) = 0,3 \cdot (31544,5 + 3154,45) = 10409,685 \text{ р.} \quad (11)$$

где $k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

5.1 Накладные расходы

В эту статью относятся расходы по содержанию, эксплуатации и ремонту оборудования, производственного инструмента и инвентаря, зданий, сооружений и др. Накладные расходы составляют 80-100 % от суммы основной и дополнительной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнении темы.

Расчет накладных расходов ведется по следующей формуле:

$$C_{\text{накл}} = k_{\text{накл}} * (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}) \quad (12)$$

где $k_{\text{накл}}$ – коэффициент накладных расходов.

$$C_{\text{накл}} = 0,3 \cdot (31544,5 + 3154,45) = 10409,685 \text{ руб.}$$

5.2 Бюджет научного исследования

При планировании бюджета НИИ должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов расходов, связанных с его выполнением.

Таблица 29 – Бюджет затрат НИИ

Затраты по статьям						
Сырье, материалы (за вычетом возвратных отходов), покупные изделия и полуфабрикаты	Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	Основная заработная плата	Дополнительная заработная плата	Накладные расходы	Отчислен на социальные нужды	Итого плановая себестоимость
24759,2	0	34194,5	3154,45	10409,685	10409,685	82927,52
45000	24500	48000	6000	15900	15900	155300

В результате было получено, что бюджет затрат НИИ составит 82927,52 руб. При этом затраты у конкурентов составляют 155300 рублей, из чего можно сделать вывод что полученный продукт будет экономичней, чем у конкурентов.

5.3 Чистая текущая стоимость (NPV)

Динамические методы оценки инвестиций базируются на применении показателей:

- чистая текущая стоимость (NPV);
- срок окупаемости (DPP);

- внутренняя ставка доходности (IRR);
- индекс доходности (PI).

Все перечисленные показатели основываются на сопоставлении чистых денежных поступлений от операционной и инвестиционной деятельности, и их приведении к определенному моменту времени.

Если инвестиции носят разовый характер, то **NPV** определяется по формуле:

$$NPV = \sum_{t=1}^n \frac{ЧДП_{опt}}{(1+i)^t} - I_0, \quad (13)$$

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

I_0 – разовые инвестиции, осуществляемые в нулевом году;

t – номер шага расчёта ($t=0, 1, 2... n$); n – горизонт расчёта;

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

Чистая текущая стоимость является абсолютным показателем. Условием экономичности инвестиционного проекта по данному показателю является выполнение следующего неравенства: $NPV > 0$.

Чем больше **NPV**, тем больше влияние инвестиционного проекта на экономический потенциал предприятия, реализующего данный проект, и на экономическую ценность этого предприятия.

Таким образом, инвестиционный проект считается выгодным, если **NPV** является положительной.

Таблица 30 – Расчёт чистой текущей стоимости по проекту в целом

№	Наименование показателей	Шаг расчёта				
		0	1	2	3	4
1.	Выручка от реализации, тыс.руб	0	99,48	99,48	99,48	99,48
2.	Итого приток	0	99,48	99,48	99,48	99,48
3.	Инвестиционные издержки, тыс.руб.	-82,9	0	0	0	0
4.	Операционные затраты, тыс. руб С+Ам+ФОТ	0	20,7	20,7	20,7	20,7
4.1	Налогооб прибыль=1-4		78,78	78,78	78,78	78,78
5.	Налоги Выр-опер=донал.приб*20%	0	15,756	15,756	15,756	15,756

6.	Итого отток Опер.затр+налоги	-82,9	36,456	36,456	36,456	36,456
7.	Чистый денежный поток ЧДП=Пчист+Ам Пчист=Пдонал.-налог	-82,9	63,024	63,024	63,024	63,024
8.	Коэффициент дисконтирования (приведения при $i=0,20$)	1,0	0,833	0,694	0,578	0,482
9.	Дисконтированный чистый денежный поток ($c7*c8$)	-82,9	52,5	43,73	36,43	30,38
10.	То же нарастающим итогом NPV=80,14	-82,9	-30,4	13,33	49,76	80,14

Таким образом, чистая текущая стоимость по проекту в целом составляет 80140 руб., что позволяет судить о его эффективности.

5.4 Дисконтированный срок окупаемости

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

Рассчитывается данный показатель примерно по той же методике, что и простой срок окупаемости, с той лишь разницей, что последний не учитывает фактор времени.

Таблица 31 – Дисконтированный срок окупаемости

№	Наименование показателя	Шаг расчета				
		0	1	2	3	4
1.	Дисконтированный чистый денежный поток ($i=0,20$)	-82,9	52,5	43,73	36,43	30,38
2.	То же нарастающим итогом	-82,9	-30,4	13,33	49,76	80,14
3.	Дисконтированный срок окупаемости	PP_{диск} = $1 + 30,14 / 43,73 = 1,69$ лет				

5.5 Внутренняя ставка доходности

Для установления показателя чистой текущей стоимости (NPV) необходимо располагать информацией о ставке дисконтирования, определение которой является проблемой, поскольку зависит от оценки

экспертов. Поэтому, чтобы уменьшить субъективизм в оценке эффективности инвестиций на практике широкое распространение получил метод, основанный на расчёте внутренней ставки доходности (IRR).

Между чистой текущей стоимостью (NPV) и ставкой дисконтирования (i) существует обратная зависимость. Эта зависимость следует из таблицы 32 и графика, представленного на рисунке 38.

Таблица 32 – Зависимость NPV от ставки дисконтирования

№ п/п	Наименование показателя	0	1	2	3	4	NPV
1	Чистые денежные потоки	-82,9	63,024	63,024	63,024	63,024	
2	коэффициент дисконтирования						
	$i=0,1$	1	0,909	0,826	0,751	0,683	
	$i=0,2$	1	0,833	0,694	0,578	0,482	
	$i=0,3$	1	0,769	0,591	0,455	0,350	
	$i=0,4$	1	0,714	0,51	0,364	0,26	
	$i=0,5$	1	0,667	0,444	0,295	0,198	
	$i=0,6$	1	0,625	0,390	0,244	0,095	
	$i=0,7$	1	0,588	0,335	0,203	0,070	
3	Дисконтированный денежный поток						
	$i=0,1$	-82,9	57,288816	52,057824	47,331024	43,045392	116,823056
	$i=0,2$	-82,9	52,498992	43,738656	36,427872	30,377568	80,143088
	$i=0,3$	-82,9	48,465456	37,247184	28,67592	22,0584	53,54696
	$i=0,4$	-82,9	44,999136	32,14224	22,940736	16,38624	33,568352
	$i=0,5$	-82,9	42,037008	27,982656	18,59208	12,478752	18,190496
	$i=0,6$	-82,9	39,39	24,57936	15,377856	5,98728	2,434496
	$i=0,7$	-82,9	37,058112	21,11304	12,793872	4,41168	-7,523296

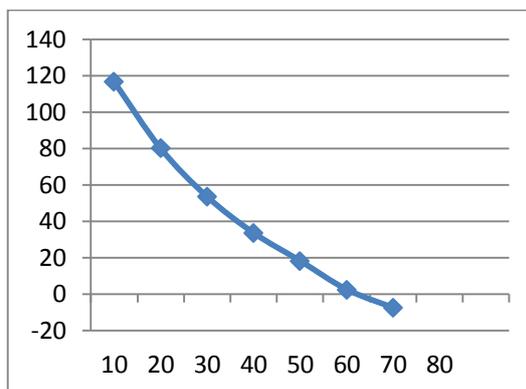


Рисунок 38 – Зависимость NPV от ставки дисконтирования

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 0,65.

5.6 Индекс доходности (рентабельности) инвестиций (PI)

Индекс доходности показывает, сколько приходится дисконтированных денежных поступлений на рубль инвестиций.

Расчет этого показателя осуществляется по формуле

$$PI = \sum_{t=1}^n \frac{ЧПД_t}{(1+i)^t} / I_0, \quad (14)$$

где I_0 – первоначальные инвестиции.

$$PI = \frac{184,19}{82,9} = 2,22$$

$PI=2,22>1$, следовательно, проект эффективен при $i=0,2$; $NPV=80,14$ тыс.

5.7 Оценка сравнительной эффективности исследования

Определение эффективности происходит на основе расчёта 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 трёх (или более) вариантов исполнения научного исследования. Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчёта (как знаменатель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

$$I_{\phi}^p = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\max}}, \quad (15)$$

где I_{ϕ}^p - 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 разгах (значение больше единицы). Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить следующим образом:

$$I_{\text{финр}}^p = \frac{\Phi_p}{\Phi_{\max}} = \frac{82927,52}{82927,52} = 1.$$

Для аналогов (с использованием дополнительного оборудования, которое стоит 10000 руб и 15000 руб) соответственно:

$$I_{\text{фин1}}^{a1} = \frac{\Phi_{a1}}{\Phi_{\max}}$$

$$I_{\text{фина1}}^{a1} = \frac{\Phi_{a1}}{\Phi_{\max}} = \frac{103530,4}{82927,52} = 1,24;$$

$$I_{\text{фина1}}^{a1} = \frac{\Phi_{a1}}{\Phi_{\max}} = \frac{108530,4}{82927,52} = 1,30;$$

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить следующим образом:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i, \quad (16)$$

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 – бальная оценка i -го варианта исполнения разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания; n – число параметров сравнения.

Расчёт интегрального показателя ресурсоэффективности представлен в таблице 33.

Таблица 33 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии \ ПО	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Аналог 1	Аналог 2
1. Способствует росту производительности труда пользователя	0,4	5	3	2
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0,2	5	2	2
3. Помехоустойчивость	0,1	5	4	4
4. Надёжность	0,25	5	4	4
5. Материалоёмкость	0,15	5	3	4
ИТОГО	1	5	3,1	2,9

$$I_{\text{тп}} = 5 \cdot 0,4 + 5 \cdot 0,2 + 5 \cdot 0,1 + 5 \cdot 0,25 + 5 \cdot 0,15 = 5;$$

$$\text{Аналог 1} = 3 \cdot 0,4 + 2 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,25 + 3 \cdot 0,15 = 3,45;$$

$$\text{Аналог 2} = 2 \cdot 0,4 + 2 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,25 + 4 \cdot 0,15 = 3,2.$$

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки ($I_{\text{финр}}^p$) и аналога ($I_{\text{финаi}}^a$) определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{финр}^p = \frac{I_m^p}{I_{финр}^p}; \quad I_{финаi}^{ai} = \frac{I_m^{ai}}{I_{финаi}^{ai}}; \quad (17,18)$$

В результате:

$$I_{финр}^p = \frac{I_m^p}{I_{финр}^p} = \frac{5}{1} = 5; \quad I_{фина1}^{a1} = \frac{I_m^{a1}}{I_{фина1}^{a1}} = \frac{3,45}{1,09} = 3,16; \quad I_{фина2}^{a2} = \frac{I_m^{a2}}{I_{фина2}^{a2}} = \frac{3,2}{1,13} = 2,83.$$

Сравнение интегрального показателя эффективности текущего проекта и аналогов позволит определить сравнительную эффективность проекта.

Сравнительная эффективность проекта:

$$\mathcal{E}_{cp} = \frac{I_{финр}^p}{I_{финаi}^{ai}} \quad (19)$$

Результат вычисления сравнительной эффективности проекта и сравнительная эффективность анализа представлены в таблице 34.

Таблица 34– Сравнительная эффективность разработки

№	Показатели	Аналог 1	Аналог 2	Разработка
1	Интегральный финансовый показатель разработки	1,09	1,13	1
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	3,45	3,2	5
3	Интегральный показатель эффективности	3,16	2,83	5
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1,58	1,76	1

Таким образом, основываясь на определении ресурсосберегающей, финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования, проведя необходимый сравнительный анализ, можно сделать вывод о превосходстве выполненной разработки над аналогами.

Заключение

В данной выпускной квалификационной работе в результате легирования титана β – стабилизирующим элементом Nb были получены и исследованы низкоэнергетические сплавы для медицинского применения. Выявлено влияние ЭПО низкоэнергетических электронов на механические характеристики приповерхностных слоев сплавов Ti-Nb с разной концентрацией Nb, выполнен сравнительный анализ полученных значений механических характеристик до и после модифицирования. Для исследования морфологии, физико-химических и физико-механических свойств сплавов титана использовались следующие методы:

- сканирующая электронная микроскопия;
- рентгенофазовый анализ;
- энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия;
- наноиндентирование;

На основании полученных результатов выявлено влияние концентрации Nb на морфологию поверхности, на фазовый состав и механические свойства сплава на основе Ti-Nb:

1) Согласно полученным результатам РФА при добавлении в титан 5% Nb образуются две фазы α -Ti и α' -Ti-Nb, при добавлении в титан 25% Nb также образуются две фазы α'' -Ti-Nb и β -Ti-Nb, при концентрации Ti-50% Nb преобладает одна β -Ti-Nb фаза. В зависимости от состава и условий охлаждения в титановых сплавах могут сформироваться данные метастабильные фазы. Образование α' и α'' фазы происходит по мартенситному механизму.

2) Установлено, что с увеличением концентрация β изоморфного стабилизатора наблюдается уменьшение модуля упругости, полученные значения твердости согласно литературным данным характерны данной подгруппе металлов.

3) Установлено, что ЭПО вызывает снижение модуля Юнга и нанотвердости сплавов Ti-Nb с разной концентрацией Nb. Следует вывод, что эффекты модифицирования механических свойств сплавов Ti- 5%, 25%, 50% Nb вызваны за счет процессов, приводящих к формированию в результате облучения поверхностного слоя с измененным по отношению к объему образца фазовым и структурным составом, вследствие кристаллизации и высокоскоростного плавления.

Кроме того в данной работе в качестве альтернативы был исследован сплав VT6 с более высоким модулем упругости.

В ходе работы помимо исследовательских работ были рассчитаны экономические затраты в сравнении с мировыми аналогами. В рамках проведённых анализов выявлено, что импортные медицинские материалы зачастую являются дорогостоящими в сравнение отечественными. Отечественные разработки в области биоматериалов и имплантатов является привилегией, которая со временем может вытеснить с рынка импортную продукцию или уменьшить её долю до минимума.

Таким образом, в данном исследовании рассмотрен подход для уменьшения модуля упругости импланта с помощью β - легирующего элемента Nb сочетании с ЭПО.

Результаты данной выпускной квалификационной работы могут быть использованы в имплантологии.

Список публикаций

1 Турлыкожаева Д.А. Особенности определения механических характеристик методом наноиндентирования материалов, полученных с использованием аддитивных технологий // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник научных трудов XIV Международной конференция студентов и молодых учёных, г. Томск, 25-28 апреля 2017 г. – Томск, 2017. – 2017. – с. 1125-1127.

2 Турлыкожаева Д.А. Исследование физико-механических свойств сверхупругих сплавов системы Ti-Nb с различной концентрацией Nb, полученных методом дуговой плавки // IV Международные Фарабиевские Чтения, г. Алматы, 10-13 апреля 2017 г. – Алматы, 2017. – 2017.– с. 346.

Список литературы

1. Friak M. Theory-Guided Materials Design of Multi-Phase Ti-Nb Alloys with Bone-Matching Elastic Properties // *Materials*. – 2012. – Т. 5. – P. 1853-1872.
2. Lee C.M. Structure and properties of Titanium-25 Niobium-x iron alloys // *J. Mater. Sci. Materials Med.* – 2002. – Т. 13. – P. 695-700.
3. Diego Rafael N. C. Effect of the substitutional elements on the microstructure of the Ti-15Mo-Zr and Ti-15Zr-Mo systems alloys // *Journal of Materials Research and Technology* – 2015. – Т. 4. – P. 180-185.
4. Schwab H. Laser melting of Ti-45Nb alloy // *Materials*. – 2015. – Т. 5. – P. 686-694.
5. Surmenev R. A. A review of plasma-assisted methods for calcium phosphate-based coatings fabrication // *Surface and Coatings Technology*. – 2012. – Т. 206. – P. 2035-2056.
6. Godley R. Corrosion behavior of a low modulus beta-Ti-45%Nb alloy for use in medical implants. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* – 2006. – Т. 17, P. 63-67.
7. Surmeneva M. A. Enhancement of the mechanical properties of AZ31 magnesium alloy via nanostructured hydroxyapatite thin films fabricated via radio-frequency magnetron sputtering // *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*. – 2015. – Т. 46. – P. 127-136.
8. Schwab H. Laser melting of Ti-45Nb // *Materials*. – 2015. – Т. 5. – P. 686-694.
9. Поволоцкий Д. Я. Электрометаллургия стали и ферросплавов / Д. Я. Поволоцкий // *Институт металлургии: / Д. Я. Поволоцкий; В. Е. Рощин, М. А. Рысс, А. И. Сторганов.* – Москва, 1984. с. 235.
10. Еднерал Ф. П. Электрометаллургия стали и ферросплавов / Ф. П. Еднерал // *Институт черн. металлургии: учеб. пособ.* – Челябинск, 1977. 4-е изд. с. 488.

11. Зеликман А.Н. *Металлургия редких металлов* / А.Н Зеликман // *Институт металлургии: учеб. пособ.* – Москва, 1991. разд. 1. с. 432.
12. Ягодин Г. А. *Технология редких металлов в атомной технике* / Г. А. Ягодин // *Институт металлургии: учеб. пособ.* / Г. А. Ягодин; О. А. Синегрибова, А. М. Ченмарев – Москва, 1974. с. 344.
13. Hiemenz J. *Electron Beam Melting* // *Advanced Materials and Processes.* – 2007. – Т. 2. – P. 45-46.
14. Lipson H. *Fabricated: The New World of 3D Printing*, 3D technology: schoolb. – New York, 2013. P. 213.
15. Martinez E. *Microstructures of Niobium Components Fabricated by Electron Beam Melting* // *Metallography, Microstructure, and Analysis.* – 2013. – Т. 2. – P. 183-189.
16. Beraud N. *New Trajectories in Electron Beam Melting Manufacturing to Reduce Curling Effect* // *Variety Management in Manufacturing. Proceedings of the 47th CIRP Conference on Manufacturing Systems.* – Grenoble, 2014. – P.738-743.
17. Evans F. G. *The mechanical properties of bone* // *Artificial limbs.* – 1969. – Т. 13. – №. 1. – P. 37.
18. Surmenev R.A. *Bioactive surfaces for hard tissue regeneration* // *RSC Adv.* – 2013. – Т. 3. – P. 11057.
19. Pichugin V. F., Surmenev R. *The preparation of calcium phosphate coatings on titanium and nickel–titanium by rf-magnetron-sputtered deposition: Composition, structure and micromechanical properties* // *Surface and Coatings Technology.* – 2008. – Т. 202. – № 5. – P. 3913-3920.
20. Surmenev R.A. *Significance of calcium phosphate coatings for the enhancement of new bone osteogenesis* // *Acta Biomater.* – 2014. – Т. 3. – № 10. – С. 557–579.
21. Surmeneva M. A. *The structure of an RF-magnetron sputter-deposited silicate-containing hydroxyapatite-based coating investigated by high-resolution techniques* // *Surface and Coatings Technology.* – 2013. – Т. 218. – P. 39-46.

22. Гоулдстейна Дж. Практическая электронная растровая микроскопия. – 1978. – P. 49-56.
23. Гоулдстейн Дж. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. – 1984. – P. 57-65.
24. Maslen E. N. X-ray Scattering / E. N. Maslen // International Tables for Crystallography, Kluwer Academic: schoolb. – Dordrecht, 2004. P. 554.
25. Cullity B. D. Elements of X-ray Powder Diffraction. – 1978.
26. Horiuchi Y. X-ray Diffraction Analysis of Ti-18 mol % Nb Based Shape Memory Alloys Containing 3d Transition Metal Elements // Materials Transactions. – 2006. – T.47. – P. 1209-1213.
27. Ковалевская Ж.Г. Структура и фазовый состав сплава Ti-Nb, полученных селективным лазерным сплавлением // Машиностроение, материаловедение. – 2016. – Т.18. – с. 70-83.
28. Pelled G. et al. Structural and nanoindentation studies of stem cell-based tissue-engineered bone // Journal of biomechanics. – 2007. – Т. 40. – №. 2. – P.399-411.
29. Hoffler C. E. et al. An application of nanoindentation technique to measure bone tissue lamellae properties // Journal of biomechanical engineering. – 2005. – Т. 127. – №. 7. – P. 1046-1053.
30. Huang, J. Structural stability and generalized stacking fault energies in beta Ti-Nb alloys, relation to dislocation properties // Scr. Mater. – 2012. Т. 66. – 682-685.
31. Ho L. Structure and properties of cast binary Ti-Mo alloys // Biomaterials. – 1999. Т. 20. – P. 2115-2122.
32. Niinomi M. Recent metallic materials for biomedical applications // Metall. Mater. Trans. – 2002. Т. 33. – P. 477-486.
33. Ye W. Martensitic transformation of Ti-18Nb alloy with zirconium // Rare Met. – 2012. – Т. 31, – P. 227-230.

34. Zhuravleva K. Porous low modulus Ti40Nb compacts with electrodeposited hydroxyapatite coating for biomedical applications // *Materials Science and Engineering*. – 2013. – № 33. – P. 2280-2287.
35. Miura K. The bone tissue compatibility of a new Ti-Nb-Sn alloy with a low Young modulus // *Acta Biomater.* – 2011. – Т. 7. – P. 2320-2326.
36. Zhuravleva K. Production of porous β -type Ti-40Nb alloy for biomedical applications: comparison of selective laser melting and hot pressing // *Materials*. – 2013. –Т. 6. – P. 5700-5712.
37. Hao Y.L. Aging response of the Young's modulus and mechanical properties of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr for biomedical applications // *Metall. Mater. Trans.* – 2003. – Т. 34. – P. 1007-1012.
38. Ikeda M. Aging behavior of the Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr new beta alloy for medical implants // *Metall. Mater. Trans.* – 2002. – Т. 33. – P. 487-493.
39. Lee C. M. Structure – property relationship of cast Ti – Nb alloys // *Journal of Oral Rehabilitation*. – 2002. – Т. 29. – №3. – P. 314-322.
40. Kim H.Y., Ikehara Y., Kim J. I., Hosoda H., Miyazaki S. Martensitic transformation, shape memory effect and superelasticity of Ti-Nb binary alloys // *Acta materialia*. – 2006. – Т. 54. – № 7. – P. 2419 – 2429.
41. Surmenev R.A. Nanoindentation of a hard ceramic coating formed on a soft substrate // *Tech. Phys.* – 2016. – Т. 86. – № 9. – P. 89-95.
42. Staiger M.P., Pietak A.M. Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials // *Biomaterials*. – 2006. – Т. 27. – № 9. – P. 1728-1734.
43. Jia C.C. Partition of alloying elements between gamma-(A1), gamma 0-(L12), and beta-(B2) phases in Ni-Al based systems // *Metall. Mat. Trans. A Phys. Metall. Mat. Sci.* 1994. – Т. 25. – P. 473-485.
44. Суржиков А.П. Влияние интенсивного пучка низкоэнергетических электронов на механические характеристики приповерхностных слоев корундо-циркониевой керамики. // *Материалы VII Международной научно-технической конференции. «INTERMATIC»* – 2009.

45. Суржиков А.П., Изменение микротвердости ферритовой керамики при облучении сильноточным импульсным пучком низкоэнергетических электронов // Известия Томского политехнического университета. – 2005 – Т. 308. – № 7. – с. 23-27.

46. Коваль Н. Н. Новое электронно-плазменное оборудование для модификации поверхности материалов и изделий // Международная конференция «Взаимодействие излучений с твердым телом». – 2013.

47. Surmeneva M. A. Combined effect of pulse electron beam treatment and thin hydroxyapatite film on mechanical features of biodegradable AZ31 magnesium alloy // Materials Science and Engineering. – 2015. – Т. 98.

48. Аксёнова К.В. Деграция структуры и свойств силумина, подвергнутого электронно-пучковой обработке и многоцикловым усталостным испытаниям // Инновационные технологии и механическая инженерия. – 2015. – Т. 98. – с. 23-26.

49. Диденко А.Н., Лигачев А.Е. Воздействие пучков заряженных частиц на поверхность металлов и сплавов. Энергоатом, М. 1987. – с. 184.

50. Грибков В. А. Перспективные радиационно-пучковые технологии обработки металлов. Круглый год, М. 2001. – с. 528.

51. Коваль Н. Н. Электронно-пучковая модификация стали и твердых сплавов. // Институт сильноточной электроники СО РАН. – 2015.

Приложение А

Experimental equipment description

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0БМ51	Турлыкожаева Дана Абдикумаровна		

Консультант кафедры

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата

Консультант – лингвист кафедры (ИЯФТ)

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Емельянов И.Л.	к.с.н.		

Contents

ПриложениеА.....	97
Introduction.....	99
1 The theoretical part.....	100
1.1 Mechanical properties of bone tissue.....	100
2 The experimental part	102
2.1 Scanning electron microscopy.....	102
2.2 X-ray diffraction.....	106

Introduction

Nowadays, titanium and titanium alloys are widely used for manufacturing orthopedic and dental implants due to their superior mechanical and physical properties, such as corrosion resistance, high strength, low density and excellent biocompatibility. In particular, titanium has much higher Young's modulus (110 GPa). This leads to disturbance of mechanobiological balance in bone-implant system resulting in bone resorption and weakening of implant fixation. The material's mechanical properties must be comparable with those of living tissue, i.e. have Young's modulus of 3 – 40 GPa and exhibit superelastic behaviour no less than 0,5%. All the alloy constituent elements must be safe and approved for biomedical application.

Currently, the actual «nickel-free» titanium alloys with shape memory, exhibit hyperelastic behavior, in addition to having bioinert properties and toxicity. The reduction of the modulus of elasticity of titanium is provided by selection of the appropriate β – stabilizing alloying elements do not have allergic effects on living tissue, in particular, this group includes alloy systems Ti-Nb, which are predominantly, low modulus of elasticity. Surgeproof Ti-Nb alloy due to the development of reversible martensitic transformation $\beta \leftrightarrow \alpha'$. However, this alloy has drawbacks such as high cost of titanium and niobium, which increases the cost of the finished products.

It is known that as a result of alloying titanium properties change and its properties can depend on the technology of production and processing. Grade 5 is the most widely used titanium alloy in biomedical implants where high strength is required. Examples include bone plates, screws for fracture fixation, cardiac valve prostheses.

In the process of human life, the implant is subjected to significant mechanical loads, this fact emphasizes the strength and durability of the material. The response of material to cyclic loading depends on the fatigue strength of the material, it determines the operational lifetime of the implant. Through

nanoindentation it is possible to study various mechanical properties of solids, nanohardness, young's modulus, adhesive strength, and others. In this paper, the definition of young's modulus and nanohardness modified titanium alloys using the technique of Oliver and Pharr. This method consists in continuous measurement of the applied force P and the depth of indentation – h , the construction of characteristic $P(h)$ diagrams and taking into account the real geometry of the indenter used.

Currently, in the literature there are almost no research results, reduction of the young's modulus of Ti with different concentrations of Nb.

The aim of this work is to study the properties, morphology and mechanical properties of alloys Ti-Nb with various concentrations of Nb and titanium grade 5 [1-4].

1 The theoretical part

1.1 Mechanical properties of bone tissue

Biocompatible implantable material which has a modulus whose value should be close to the modulus of elasticity of the bone.

Consider the mechanical properties of bone tissue. The structure of the material is the main factor influencing its mechanical properties and fracture processes. Bone, in turn, half of the volume consists of hydroxyapatite which is the mineral substance of bone in the form of microscopic crystals, and the rest of the volume of bone consists of collagen, that is of a fibrous protein with a high elasticity. Mineral substances in the composition of bone tissue determine the ability of bone to elastic deformation, and collagen affect the creep.

For example, the bone of the lower limbs reinforced with high strength fibers in circumferential and helical crisscrossing directions, it says that bone is reinforced composite material. The mechanical properties of bone can be affected by many factors such as patient age, disease conditions of individual growth. The normal density of bone tissue is considered to be 2400 kg/m^3 , the tensile strength is

approximately $\sigma_{\text{tp}} \sim 100$ MPa. Equally important is the relative deformation of the bone, which reaches 1%, according to the conducted experiments in the laboratories, the compressive strength is higher than tensile or bending, this may be related to different modes of deformation and loading. The mechanical strength or margin of the bone is considerable, and under normal circumstances the life of the bone exceeds the imposed load. For example, the bone of the femur when testing withstand 45000 N load, but the bending is much less than ~ 2500 N. The most durable considered to be the thigh bone and Shin bone, which can withstand the load of a big 25-30 times the weight of the person. During the deformation of the bone might be piezoelectric effect is observed he is, if curved bone, fastened at one end to bend, resulting in the deformation zone between the opposing sides of the potential difference appears with a negative charge on the concave side. It is established that a potential difference proportional to the mechanical stress only in the range of elastic deformation [2-5].

2 The experimental part

2.1 Scanning electron microscopy

Scanning Electron Microscopy - SEM - is a powerful technique in the examination of materials. It is used widely in metallurgy, geology, biology and medicine, to name just a few. The Scanning Electron Microscope developed by professor Dr. Charles Oatley with the assistance of graduate students in the 1950s, are one of the three types of electron microscopes. Electron microscopes utilize the same basic principles as light microscopes, but focus beams of energetic electrons rather than photons, to magnify an object. The scanning electron microscope has many advantages over traditional microscopes. The SEM has a large depth of field, which allows more of a specimen to be in focus at one time. The SEM also has much higher resolution, so closely spaced specimens can be magnified at much higher levels. Because the SEM uses electromagnets rather than lenses, the researcher has much more control in the degree of magnification. All of these advantages, as well as the actual strikingly clear images, make the scanning electron microscope one of the most useful instruments in research today. SEMs consist of the following components:

- Electron beam
- Electron gun
- Anode
- Magnetic lens
- Scanning coils
- Secondary electron detector
- Stage and specimen

Figure 39 shows the main components of a scanning electron microscope.

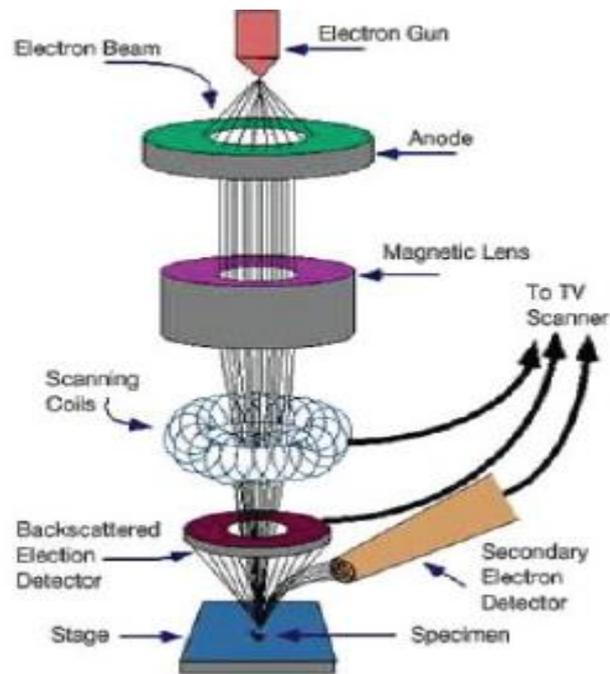


Figure 39 – The main components of a scanning electron microscope

A beam of electrons is produced at the top of the microscope by an electron gun. The electron beam follows a vertical path through the microscope, which is held within a vacuum. The beam travels through electromagnetic fields and lenses, which focus the beam down toward the sample. Once the beam hits the sample, electrons and X-rays are ejected from the sample. Detectors collect these X-rays, backscattered electrons, and secondary electrons and convert them into a signal that is sent to a screen similar to a television screen. This produces the final image. In addition to topographical, morphological and compositional information, a Scanning Electron Microscope can detect and analyze surface fractures, provide information in microstructures, examine surface contaminations, reveal spatial variations in chemical compositions, provide qualitative chemical analyses and identify crystalline structures. Energy-dispersive X-ray microanalysis (EDX, for brevity) is complementary to SEM. It enables the operator to determine the composition of the features in the SEM image. The principle of EDX is that the electron beam generates X-rays within the specimen. Many of these X-rays have energies characteristic of the elements that emitted them. So, if you can measure the energy of the X-rays, you know what elements are present in the specimen. If

you control the instrumental conditions carefully you can determine not only what elements are present but their concentrations.

There are three principal components to a basic EDX system: the X-ray detector; a box of electronics called the "pulse processor" that measures the voltage pulses corresponding to the X-ray energies, and a computer, typically a PC. The X-ray detector is positioned to intercept X-rays emitted from the specimen. On entering the detector, an X-ray generates a small current, which is then converted into a voltage pulse. The size of the voltage pulse is proportional to the energy of the X-ray. A computer measures the voltage pulses over a period of time, say 60 seconds and plots them as a histogram. The histogram shows a spectrum of the X-ray energies that were measured; by examining the spectrum, the elements present can be determined. The EDX system may also be able to take control of the SEM scanning system in order to collect elemental distribution maps ("dot maps") or elemental line profiles.

In this work, all SEM studies were carried out on scanning electron microscope Quanta 3D 200i. Figure 40 shows a scanning electron microscope Quanta 3D 200i.



Figure 40 – Scanning electron microscope Quanta 3D 200i

The resolution of the electron microscope Quanta 3D 200i mode the electron beam is around 3.5 nm at 20kV. In addition, the scanning microscope has the

ability to connect additional devices to analyze microcapsule and quite not difficult to manage. The advantage of this microscope is the fact that it is possible to examine large portions of the surface; to work with highly embossed surfaces; for example, scanning probe microscopes allow to study only small areas. Surface studies with a scanning electron microscope carries information not only about the surface, but also adjacent to the surface "subsurface" layers [5-8].

2.2 X-ray diffraction

One of the best methods of determining a crystal's structure is by X-ray diffraction. In macromolecular x-ray diffraction experiments, an intense beam of X-ray strikes the crystal of study. In general, crystal diffracts the X-ray beam differently, depending on its structure and orientation. The diffracted X-ray is collected by an area detector. The diffraction pattern consists of reflections of different intensity which can be used to determine the structure of the crystal. However, many different orientations of the crystal need to be collected before the true structure of the crystal can be determined. The technique provides information that cannot be obtained any other way. The information obtained includes types and nature of crystalline phases present, structural make-up of phases, degree of crystallinity, amount of amorphous content, microstrain and size and orientation of crystallites.

The diffraction pattern, that includes position (angles) and intensities of the diffracted beam, provides several information about the sample and are discussed below:

- Angles are used to calculate the interplanar atomic spacings (d -spacings). Because every crystalline material will give a characteristic diffraction pattern and can act as a unique 'fingerprint', the position (d) and intensity (I) information are used to identify the type of material by comparing them with patterns for over 80,000 data entries in the International Powder Diffraction File (PDF) database, compiled by the Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS). By this method, identification of any crystalline compounds, even in a complex sample, can be made.
- The position (d) of diffracted peaks also provides information about how the atoms are arranged within the crystalline compound (unit cell size or lattice parameter). The intensity information is used to assess the type and nature of atoms. Determination of lattice parameter helps

understand extent of solid solution (complete or partial substitution of one element for another, as in some alloys) in a sample.

- Width of the diffracted peaks is used to determine crystallite size and micro-strain in the sample.
- The ‘d’ and ‘I’ from a phase can also be used to quantitatively estimate the amount of that phase in a multi-component mixture.

The resolution of an X-ray diffraction detector is determined by the Bragg equation:

$$2d\sin \theta = n\lambda, \quad (1)$$

where d is the resolution of the detector, λ is the incident x-ray wavelength, and θ is the angle of diffraction. From Bragg's law, we know that $n\lambda = 2d \sin \theta$, therefore if we know the wavelength λ of the X-rays going in to the crystal, and we can measure the angle θ of the diffracted X-rays coming out of the crystal, then we can determine the spacing between the atomic planes. This spacing is called the d-spacing. If we now reorient the crystal to a different atomic plane, we can measure the d-spacing in other planes. By doing multiple x-ray diffractions at different crystal orientations, we can determine crystal structure and the size of the unit cell of the crystal.

X-rays are electromagnetic radiation with wavelengths between about 0.02 Å and 100 Å (1 Å = 10^{-10} meters). The wavelength of X-rays is on an atomic level and is much smaller than that of visible light (3000 to 8000 Å). Since X-rays have a smaller wavelength than visible light, they have higher energy and are more penetrative. Its ability to penetrate matter, however, is dependent on density of the matter. Therefore, X-rays are useful in exploring structures of atoms.

X-rays are produced in a device called an X-ray tube. The X-ray tube consists of an evacuated chamber with a tungsten filament at one end, called the cathode, and a metal target at the other end, called an anode. When electrical current is put through the filament, excited electrons from the tungsten are emitted. If a high potential difference is placed between the cathode (positive end) and the anode (the negative end), the emitted electrons move at high velocity from the

filament to the anode target. The electron will strike atoms at the target, dislodging inner shell electrons of the target atom. As a result, electrons on the outer shell emit jump down to fill the void in the inner shell. Because the inner shells have lower energy than the outer shells, when an outer shell electrons jump to inner shells, they emit radiation in the form of high energy X-rays.

Experiments in X-ray Diffraction are conducted with an X-ray Diffractometer.

A Laboratory-based X-ray diffractometer consists of the following:

- X-ray generator delivering high tension current to X-ray source
- X-ray source: a vacuum-sealed X-ray tube (could be with a rotating anode or microfocus or standard, oriented in "line-focus" or "point-focus" configuration in the equatorial plane).
- Sample holder to carry the sample to be investigated. Possible sample types are described below.
- X-ray detector capable of measuring X-ray photons scattered by the sample; it may contain multiple channels in 1D or 2D arrangement;
- X-ray optics assembled at the primary beam site and on secondary (diffracted) beam site for collimation, conditioning, or focusing of X-rays. These may consist of simple apertures (slits), a set of parallel plate apertures (Soller slits), crystal-monochromators, multilayer mirrors (parabolic, elliptical or flat), capillary optics (monocapillary or X-ray lens).
- Goniometer providing precise relative angular positioning of X-ray source, sample and detector in "equatorial" plane with the axis of rotation perpendicular to the equatorial plane "axial" direction.

Figure 41 shows the main components of modern X-ray diffractometer together with the goniometer.

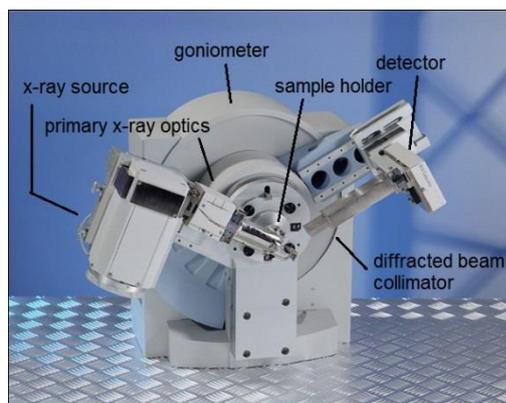


Figure 41 – The main components of modern X-ray diffractometer

In this work, x-ray phase analysis of samples was carried out on diffractometer Shimadzu XRD - 7000. Processing of radiographs was performed using the Crystallographica program and software package ACDD using the database on crystallographic characteristics; and with the program Powder to convert formats. The range of scanning angles 2θ from 10 to 100° and scanning rate of 1 deg/min. Figure 42 a shows diffractometer Shimadzu XRD - 7000 Maxima [8-16].



Figure 42 – Shimadzu X-Ray Diffractometer (XRD-7000)