

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования



**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Направление подготовки: 14.06.01 «Ядерная, тепловая и возобновляемая энергетика и сопутствующие технологии»

профиль: 05.17.02 «Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов»

Школа: Инженерная школа ядерных технологий

Отделение ядерно-топливного цикла

**Научный доклад об основных результатах подготовленной
научно-квалификационной работы**

Тема научного доклада
Исследование коррозионных свойств биосовместимых покрытий на основе титана, осажденных методом реактивного магнетронного распыления

УДК 621.793.7:669.295.018.8-047.37

Аспирант

Группа	ФИО	Подпись	Дата
А4-49	Бойцова Елена Львовна		

Руководителя профиля подготовки

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Жерин И.И.	д.х.н., профессор		

Руководитель отделения

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Руководитель ОЯТЦ	Горюнов А.Г.	д.т.н., доцент		

Научный руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Леонова Л.А.	к.т.н.		

Актуальность темы научно-квалификационной работы. Проблема биосовместимости материалов является ключевой в медицинском материаловедении, в частности при изготовлении имплантатов и стентов. Одним из путей её решения является нанесение биосовместимых покрытий на медицинские изделия. На практике используют покрытия из диоксида титана, так и оксида титана, допированного азотом (TiN_xO_y), с технологическим замещением кислорода на атомы азота. Из иностранных источников известно о положительных результатах клинического применения оксинитрида титана TiN_xO_y в качестве покрытия для стентов из нержавеющей стали. Однако отсутствуют сведения об оптимальных соотношениях кислород–азот N_xO_y в покрытиях, о детальном описании взаимодействия поверхности изделий, находящихся в контакте с кровью, и окружающей средой в кровеносном сосуде. Так же до сих пор недостаточно изучено, как именно влияет азот на свойства тонких пленок.

Поэтому исследования биосовместимых покрытий оксинитрида титана TiN_xO_y , осажденных методом реактивного распыления, представляются весьма актуальными.

Цель научно-квалификационной работы заключалась в исследовании влияния оксинитридных покрытий титана, осажденных методом реактивного магнетронного распыления, на коррозионные свойства материалов в различных средах.

Для достижения поставленной цели были сформулированы и решены следующие **задачи**:

1. Исследовать физико-химические свойства покрытий,
2. изучить растворимость и коррозионную стойкость плёнок,
3. установить механизм коррозии при взаимодействии «искусственная поверхность–электролит».

Научная новизна научно-квалификационной работы:

1. Установлено, что осажденные плёнки методом реактивного магнетронного распыления в атмосфере кислорода приводит к формированию двухфазной структуры TiO_2 в форме анатаз+рутил.
2. Показано, что осаждённые плёнки, выдержанные в физ. растворе несут отрицательный электрический заряд.
3. Выявлено присутствие оксидов азота в составе раствора, имитирующий биологическую жидкость, после растворения плёнок на основе титана.
4. Определена термостабильность пленок $Ti-O-N$ при 1300 °С.

Практическую ценность представляют:

- Метод оценки химического состава раствора и кристаллической структуры пленок, после растворения с помощью оптических измерений.
- Исследование влияния термообработки на кристаллическую структуру и свойства пленок оксинитрида титана.
- Определение присутствие азота в модельных растворах.

Методология и методы исследования. В научно-квалификационной работе применялись следующие методы исследования физико-химических

свойств: рентгеновская дифрактометрия, сканирующая электронная микроскопия, инфракрасная спектроскопия, спектроскопия комбинационного рассеяния (рамановская), исследование потенциала поверхности, газовая спектроскопия, атомно-эмиссионный анализ, рентгенофлуоресцентный анализ, а также метод исследования размеров частиц в растворе – метод динамического рассеяния света.

Апробация работы. Основные результаты научно-квалификационной работы докладывались и обсуждались на 10 конференциях.

Публикации. Результаты научно-квалификационной работы изложены в 20 научных публикациях, из них 2 статьи в журналах, рекомендованных ВАК России (приняты к печати), 3 статьи в журналах, входящих в базу данных SCOPUS и Web of Science.

Структура и объём научно-квалификационной работы. Научно-квалификационная работа состоит из введения, четырех глав, выводов, списка используемых источников, включающего 108 наименований. Полный объём научно-квалификационной работы – 120 листов машинописного текста, в том числе 40 рисунков и 8 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы, сформулированы цель и задачи научно-квалификационной работы, научная новизна и практическая значимости работы, представлена структура работы.

В первой главе представлен литературный обзор, в котором приводятся данные о развитии биоматериалов в мировой медицине и о свойствах, которыми должны обладать биоматериалы. Рассмотрен диоксид титана –TiO₂ в качестве биомедицинских покрытий, представлен краткий обзор методов осаждения тонких плёнок. В главе также предложен подробный анализ влияния оксида азота на живой организм, рассмотрены некоторые методы обнаружения оксида азота в биологических жидкостях.

Во второй главе приведено описание экспериментального оборудования, режимов осаждения плёнок, обоснован выбор материалов подложек, дано описание методик теоретических и экспериментальных исследований. Подробно изложена процедура пробоподготовки образцов и модельных жидкостей, имитирующих биологические жидкости.

Для нанесения тонких плёнок использовалась вакуумная установка реактивного магнетронного распыления УВН-200МИ (ТПУ). Мишень для распыления – технически чистый титан (ВТ-1.0). Время осаждения составляло 60 мин.

Морфология поверхности, структура роста и элементный состав полученных плёнок были изучены с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) ESEM Quanta 400 FEG (FEI, США), со встроенным EDX-анализатором (EDS, Genesis 4000, S-UTW-Si(Li) detector).

Микроскопия, свойства поверхности пленок после термообработки при T = 1300 °C изучены с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Tescan Vega3 SBU (максимальное разрешение 3 нм) с

энергодисперсионной приставкой OXFORD X-Max 50. Для выявления молекулярных связей, присутствующих в модельных растворах с выдержанными образцами и Ti–O–N плёнках на твердых носителях применяли метод инфракрасной (ИК) спектроскопии. В данной работе структура покрытий исследовалась методом рамановской спектроскопии на комплексе Centaur U HR (ТПУ, ЦКП).

Методом РФЛа исследованы образцы покрытий Ti–O–N нанесенных на подложки и растворы с выдержанными образцами с различными временными интервалами. Фазовый состав плёнок после выдержки в растворах имитирующих биологическую жидкость и размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) определялись с помощью дифракционных картин, снятых на дифрактометре XRD-7000 (Shimadzu) (ТПУ).

Для изучения термостабильности пленки Ti–O–N был использован метод дифференциально термического анализа (ДТА).

Анализ количества азота в образцах покрытий и в растворах определялся методом газовой спектроскопии на элементном анализаторе CHNS Flash 2000 Thermo Scientific, Швейцария (ЦКП ТПУ).

В работе исследовались растворы с выдержанными в различных временных интервалах образцами подложек, для определения размеров частиц частично растворенной пленки. Измерения проводились на фотонно-корреляционном спектрометре Photocor-FC.

В третьей главе излагаются результаты исследований структурно-морфологических особенностей и физико-химических свойств Ti–O–N плёнок, сформированных методом реактивного магнетронного распыления (РМР), до/после растворения в модельных жидкостях, также после термообработки.

В четвертой главе приведены результаты по исследованию коррозионного поведения Ti–O–N пленок в модельных жидкостях.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Азотсодержащие Ti–O–N плёнки, осаждённые методом реактивного магнетронного распыления, в своём составе содержат диоксид титана в форме анатаза и рутила вне зависимости от содержания азота в рабочей атмосфере.
2. Полученные данные термической устойчивости Ti–O–N пленки при повышенных температурах, позволяют отнести оксинитридные пленки к термоинертным материалам.
3. Ti–O–N плёнки химически- и коррозионно- стойки в модельных жидкостях организма.