

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего образования
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа ядерных технологий
 Направление подготовки 16.04.01 Техническая физика
 Отделение школы (НОЦ) Научно-образовательный центр Б.П. Вейнберга

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Модифицирование микродугового кальцийфосфатного покрытия на магниевом сплаве методом импульсного электронного облучения

УДК 621.384.64:621.384.665:669.721.018:60

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОДМ91	Хайдар С.Х.		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший научный сотрудник ЛФНБ ИФПМ СО РАН	Седельникова М.Б.	д.т.н.		

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП ТПУ	Трубченко Т.Г.	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ООТД ШБИП ТПУ	Антоневич О.А.	к.б.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент НОЦ Б.П. Вейнберга ИЯТШ ТПУ	Сиделёв Д.В.	к.т.н.		

Компетенции выпускников ООП «Пучковые и плазменные технологии» по направлению
16.04.01 Техническая физика (2019 года приёма)

Код компетенции	Наименование компетенции
УК(У)-1	Способность осуществлять критический анализ проблемных ситуаций на основе системного подхода, вырабатывать стратегию действий
УК(У)-2	Способность управлять проектом на всех этапах его жизненного цикла
УК(У)-3	Способность организовывать и руководить работой команды, вырабатывая командную стратегию для достижения поставленной цели
УК(У)-4	Способность применять современные коммуникативные технологии, в том числе на иностранном (-ых) языке (-ах), для академического и профессионального взаимодействия
УК(У)-5	Способность анализировать и учитывать разнообразие культур в процессе межкультурного взаимодействия
УК(У)-6	Способность определять и реализовывать приоритеты собственной деятельности и способы её совершенствования на основе самооценки
ОПК(У)-1	Способность к профессиональной эксплуатации современного научного и технологического оборудования и приборов, предназначенных для использования в области технической физики
ОПК(У)-2	Способность демонстрировать и использовать углублённые теоретические и практические знания фундаментальных и прикладных наук, в том числе из области технической физики
ОПК(У)-3	Готовность руководить коллективом в сфере своей профессиональной деятельности, толерантно воспринимая социальные, этнические, конфессиональные и культурные различия
ОПК(У)-4	Готовность к коммуникации в устной и письменной формах на русском и иностранном языках для решения задач профессиональной деятельности в области технической физики
ОПК(У)-5	Способность осуществлять научный поиск и разработку новых перспективных подходов и методов к решению профессиональных задач, готовность к профессиональному росту, к активному участию в научной деятельности, конференциях, выставках и презентациях
ПК(У)-1	Способность критически анализировать современные проблемы технической физики, ставить задачи и разрабатывать программу исследования, выбирать адекватные способы и методы решения экспериментальных и теоретических задач, интерпретировать,

Код компетенции	Наименование компетенции
	представлять и применять полученные результаты
ПК(У)-2	Способность самостоятельно выполнять физико-технические научные исследования для оптимизации параметров объектов и процессов с использованием стандартных и специально разработанных инструментальных и программных средств
ПК(У)-3	Готовность осваивать и применять современные физико-математические методы для решения профессиональных задач в области технической физики, составлять практические рекомендации по использованию полученных результатов
ПК(У)-4	Способность представлять результаты исследования в формах отчётов, рефератов, публикаций и презентаций
ПК(У)-5	Готовность принимать непосредственное участие в учебной и учебно-методической работе по направлению «Техническая физика», участвовать в разработке программ учебных дисциплин и курсов
ПК(У)-6	Способность проводить учебные занятия, лабораторные работы, обеспечивать практическую и научно-исследовательскую работу обучающихся
ПК(У)-7	Способность применять и разрабатывать новые образовательные технологии
ПК(У)-8	Способность разрабатывать и оптимизировать современные наукоёмкие технологии в областях технической физики, связанных с применением пучковых и плазменных технологий, с учетом экономических и экологических требований
ПК(У)-9	Способность разрабатывать, проводить наладку и испытания, эксплуатировать наукоемкое технологическое и аналитическое оборудование
ПК(У)-10	Готовность решать прикладные инженерно-технические и технико-экономические задачи с помощью пакетов прикладных программ

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

Институт Физико-технический
Направление подготовки (специальность) 16.04.01 «Техническая физика»
Кафедра Экспериментальная физика

УТВЕРЖДАЮ:
Руководитель ООП
_____ Сиделёв Д.М.
(Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

магистерской диссертации

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

Студенту:

Группа	ФИО
ОДМ91	Хайдар Санжар Хайдарулы

Тема работы:

Модифицирование микродуговых кальцийфосфатных покрытий на магниевом сплаве методом импульсного электронного облучения	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	05.02.2021 г. №36-83/с

Срок сдачи студентом выполненной работы:	10.06.2021 г.
--	---------------

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	<ol style="list-style-type: none">1. Установка «MicroArc-3.0»2. Установка «РИТМ-ИЗ»3. Электронный микроскоп LEO EVO 504. Профилометр-2965. Дифрактометр ДРОН-076. Электронные весы HL400EX7. Микрометр МК-258. Оптический микроскоп
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	<ol style="list-style-type: none">1. Выбор оптимальных параметров для нанесения кальцийфосфатных покрытий на биорезорбируемом магниевом сплаве;2. Получение кальцийфосфатных биопокрытий на магниевом сплаве Mg0.8Ca методом микродугового оксидирования3. Модификация покрытия методом импульсного

	электронного облучения (ИЭО); 4. Исследование влияния модификации покрытий методом ИЭО на их структуру, морфологию поверхности, фазовый состав и свойства.
Перечень графического материала	
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы	
Раздел	Консультант
«Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»	Доцент ОСГН ШБИП Трубченко Т.Г., к.э.н.
«Социальная ответственность»	Доцент ООТД ШБИП Антонец О.А., к.б.н.
По иностранному языку	Доцент отделения иностранных языков ШБИП Зеремская Ю. А., к. филол. н.
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	
Материалы и методы исследования	

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	05.02.2021 г.
---	---------------

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший научный сотрудник ЛФНБ ИФПМ СО РАН	М.Б. Седельникова	д.т.н		05.02.21 г

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОДМ91	Хайдар Санжар Хайдарулы		05.02.21 г

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

Студенту:

Группа	ФИО
ОДМ91	Хайдар С.Х.

Институт	ФТИ	Кафедра	Экспериментальной физики
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	16.04.01 «Техническая 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 сырья и материалов Размер окладов и выплат исполнителям проекта
<i>2. Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	Согласно проектной документации
<i>3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	Отчисления во внебюджетные фонды
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке	
<i>1. Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ</i>	Разработка анализа конкурентоспособности
<i>2. Разработка устава научно-технического проекта</i>	Планирование работ; построение иерархической структуры ВКР
<i>3. Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок</i>	График проведения ВКР – диаграмма Ганта
<i>4. Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности</i>	Оценка сравнительной и финансовой эффективности
Перечень графического материала	
<i>1. Оценка конкурентоспособности технических решений</i>	
<i>2. Матрица SWOT</i>	
<i>3. График проведения и бюджет НТИ</i>	
<i>4. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НТИ</i>	

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Трубченко Татьяна Григорьевна	Кандидат экономических наук, доцент		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОДМ91	Хайдар С.Х.		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»**

Студенту:

Группа	ФИО
ОДМ91	Хайдар Санжар Хайдарулы

Институт	ФТИ	Кафедра	Экспериментальной физики
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	16.04.01 «Техническая физика»

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

<p><i>1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения</i></p>	<p>Объект исследования: Покрытия на основе CaP Методика: Получение кальцийфосфатных покрытий методом микродугового оксидирования Место проведения исследований: ИФПМ СО РАН, лаборатория физики наноструктурных биокompозитов Рабочая зона: Установка Micro-Arc 3.0 – Область применения: Импланталогия, изделия для стоматологии</p>
--	---

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<p><i>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; - организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны. 	<ul style="list-style-type: none"> – ГОСТ 12.2.049-80 ССБТ Оборудование производственное. Общие эргономические требования. – ГОСТ Р ИСО 6385-2016. Эргономика. – Применение эргономических принципов при проектировании производственных систем.
<p><i>2. Производственная безопасность:</i></p> <p>2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов</p> <p>2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия</p>	<p>Вредные факторы:</p> <ul style="list-style-type: none"> – Недостаточная освещенность рабочей зоны; – Повышенный уровень электромагнитного излучения; – Повышенный уровень шума; – Повышенная температура поверхностей оборудования, изделий; – Отклонение показателей микроклимата; <p>Опасные факторы:</p> <ul style="list-style-type: none"> – Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека;
<p><i>3. Экологическая безопасность:</i></p>	<p>Атмосфера:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Выброс отработанного газа
<p><i>4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:</i></p>	<p>Возможные ЧС:</p> <ul style="list-style-type: none"> – возникновение пожара

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Антоневич О.А.	к.б.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0ДМ91	Хайдар Санжар Хайдарулы		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа представлена на 129 стр., включает 29 рисунков, 37 таблицы, 58 источника, 1 приложение на английском языке.

Ключевые слова: кальцийфосфатные покрытия, магниевый сплав $Mg_{0.8}Ca$, импульсное электронное облучение биорезорбция, имплантаты.

Объектами исследования являются кальцийфосфатные покрытия на магниевом сплаве $Mg_{0.8}Ca$.

Цель работы создание методом МДО кальцийфосфатных биопокрытий, их модификация при помощи импульсного электронного облучения и исследование модификации на структуру, морфологию поверхности, фазовый состав, свойства.

В процессе исследования решались следующие задачи:

- выбор оптимальных параметров для нанесения кальцийфосфатных покрытий на биорезорбируемом магниевом сплаве;
- модификация покрытия методом импульсного электронного облучения (ИЭО);
- исследования влияния модификации покрытий методом ИЭО на их структуру, морфологию поверхности, фазовый состав и свойства.

В первой главе описаны материалы и покрытия, используемые в имплантологии, и способы их модификации. Вторая глава посвящена методам исследования. В третьей главе приведены экспериментальные данные, основные выводы. четвертой и пятой главах описан финансовый менеджмент, социальная ответственность.

Область применения: имплантология, изделия для стоматологии медицинское материаловедение.

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

КФ - Кальцийфосфатное покрытие

МДО - Микродуговое оксидирование

ИЭО – Импульсное электронное облучение

β -ТКФ - β -трикальцийфосфат;

РФА - Рентгенофазовый анализ РФА;

РЭМ - Растровая электронная микроскопия РЭМ;

Содержание

ВВЕДЕНИЕ	4
1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР	6
1.1 Понятие биоматериалов и их классификация	6
1.2 Покрытия на основе ортофосфатов кальция	8
1.3 Методы получения кальцийфосфатных покрытий: классификация методов	15
1.4 Магниево-кальциевые сплавы	22
1.4.1 Применение магниевых сплавов	22
1.4.2 Свойства магния	23
1.4.3 Использование магниевых сплавов для имплантатов.	27
1.4.4 Совместимость магния с ортофосфатами кальция	28
1.4.5 Виды имплантатов, получаемых из магниевых сплавов	30
1.5 Метод микродугового оксидирования	32
1.5.1 Сущность метода МДО	33
1.5.2 Влияния технологических параметров на свойства покрытий	36
1.5.3 Состав электролита и его влияние на свойства биопокрытий	38
2 Материалы и методы исследования	40
2.1 Нанесение покрытий методом МДО	40
2.1.1 Установка Micro-Arc 3.0	40
2.1.2 Выбор режима и параметров процесса МДО	41
2.1.3 Разработка состава электролита	41
2.1.4 Подготовка образцов Mg сплава для нанесения покрытий методом МДО	42
2.1.5 Обработка методом импульсного электронного облучения	43
2.1.6 Исследование морфологии поверхности и химического состава покрытий методом растровой электронной микроскопии (РЭМ)	45
2.1.7 Определение фазового состава методом рентгенофазового анализа (РФА)	47
2.1.8 Исследование адгезионной прочности при помощи склерометрического метода.	50
2.1.9 Определение коррозионной стойкости сплава Mg _{0.8} Ca и кальцийфосфатных покрытий на поверхности сплава Mg _{0.8} Ca	52
3 Экспериментальная часть. Результаты и обсуждения	53
3.1 Исследование толщины, массы, шероховатости покрытий	55
3.2 Импульсное электронное облучение биопокрытий на магниевом сплаве Mg _{0.8} Ca	56
3.3 Исследование морфологии поверхности биопокрытий на магниевом сплаве Mg _{0.8} Ca методом РЭМ.	57
3.4 Определение фазового состава биопокрытий методом рентгеноструктурного анализа.	60

3.5	Исследование адгезионной прочности кальцийфосфатных покрытий на поверхности магниевого сплава.	61
3.6	Исследование коррозионной стойкости сплава Mg0.8Ca и кальцийфосфатных покрытий на поверхности сплава.....	62
4	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....	66
4.1	Предпроектный анализ.....	66
4.1.1	Потенциальные потребители результатов исследования.....	66
4.1.2	Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения.....	66
4.1.3	SWOT-анализ.....	68
4.2	Оценка готовности проекта к коммерциализации.....	74
4.5	Планирование управления научно-техническим проектом.....	79
4.5.1	Иерархическая структура работ проекта.....	79
4.6.1	План проекта.....	80
4.7	Бюджет научного исследования.....	83
4.7.1	Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ.....	85
4.7.2	Основная заработная плата.....	86
4.7.3	Дополнительная заработная плата научно-производственного персонала.....	86
4.7.4	Отчисления на социальные нужды.....	87
4.7.5	Организационная структура проекта.....	87
4.8	Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования.....	88
4.8.1	Динамические методы экономической оценки инвестиций.....	89
4.8.2	Чистая текущая стоимость (NPV).....	89
4.8.3	Дисконтированный срок окупаемости.....	91
4.8.4	Внутренняя ставка доходности (IRR).....	92
4.9	Индекс доходности (рентабельности) инвестиций (PI).....	94
4.10	Оценка сравнительной эффективности исследования.....	95
5	Социальная ответственность.....	100
	Введение.....	100
5.1	Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности.....	101
5.1.1	Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя.....	102
5.2	Производственная безопасность.....	105
5.3	Обоснование мероприятий по снижению уровней воздействия опасных и вредных факторов на исследователя.....	106
5.3.1	Недостаточная освещенность рабочей зоны.....	107
5.3.2	Отклонение показателей микроклимата в закрытом помещении.....	110
5.3.3	Повышенный уровень электромагнитного излучения.....	112
5.3.4	Повышенный уровень шума.....	114
5.3.5	Повышенная температура поверхностей оборудования, изделий.....	114
5.3.6	Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека.....	115

5.4 Экологическая безопасность.....	118
5.5 Безопасность при чрезвычайных ситуациях	119
Заключение	121
Список использованных источников:	122
Приложение А	129

ВВЕДЕНИЕ

Модификация поверхности импульсным электронным пучком находит применение в медицине для изменения структуры металлов и сплавов, их фазового состава, для устранения дефектов на поверхности покрытия, а также, данный метод может быть использован в качестве стерилизации медицинских изделий. В последние десятилетия ряд экспериментальных исследований показал, что обработка электронным пучком влияет на механические свойства металла и приводит к получению конструкции со значительно повышенной динамической прочностью и устойчивостью к износу и коррозии. К сожалению, изучение литературы показывает, что механические особенности при обработке ИЭП не исследовались на магниевых образцах с КФ покрытиями, в локальном масштабе. Известно, что микродуговые кальцийфосфатные покрытия после нанесения являются аморфными или плохо кристаллизованными, что требует термической обработки после нанесения, которая может образовать трещины и снижение прочности, помимо всего прочего диапазон обработки ограничен, ввиду термических свойств магния.

Перспектива создания биodeградируемых имплантатов для лечения сложных переломов обозначила в последние годы одно из приоритетных направлений развития материаловедения для нужд имплантационной хирургии. Конечной целью этого развивающегося направления является разработка деградирующего с контролируемой скоростью имплантата, не оказывающего вредного воздействия на организм человека и выполняющего свои функции в течение времени, необходимого для восстановления поврежденной кости. Такие имплантаты должны с определенной скоростью растворяться в хлоридсодержащей среде человеческого организма, а продукты растворения выводиться из него, исключая необходимость проведения повторной операции. Магниевым сплавам, которые могут быть использованы в качестве биodeградируемых имплантатов, уделяется повышенное внимание специалистов. Главными преимуществами таких материалов являются их

биосовместимость, а также приемлемые механические свойства (прочность и модуль упругости). Однако чрезвычайно высокая коррозионная активность магниевых сплавов в хлоридсодержащих средах, в которых они применяются в качестве биodeградируемого материала, приводит к преждевременной потере механической прочности имплантата до момента восстановления костной ткани. Один из путей снижения скорости коррозии магния – формирование на его поверхности антикоррозионных защитных покрытий.

Целью работы - является создание методом МДО кальцийфосфатных биопокровтий с повышенными биоактивными свойствами на биорезорбируемом магниевом сплаве и их модификация при помощи импульсного электронного облучения.

В ходе достижения цели работы решались следующие задачи:

- выбор оптимальных параметров для нанесения кальцийфосфатных покрытий на биорезорбируемом магниевом сплаве;
- модификация покрытия импульсным электронным облучением;
- исследования влияния модификации на структуру, морфологию поверхности, фазовый состав и свойства.

Практическая значимость. Результаты исследований могут быть использованы для получения биопокровтий в имплантологии, травматологии, ортопедии, стоматологии, челюстно-лицевой хирургии.

1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Понятие биоматериалов и их классификация

Биосовместимость - это способность материала имплантата функционировать *in vivo*, не вызывая вредных местных или системных реакций в организме⁸. Перед использованием для фиксации переломов у человека биоматериалы проходят испытания на тканях и на животных, чтобы определить их безопасность и эффективность. Биоматериалы, которые вызывают незначительную реакцию хозяина или не вызывают ее вообще, такие как металлические сплавы кобальт-хром, можно рассматривать как инертные материалы. Важность биосовместимости подтверждается последствиями аллергических реакций на имплантаты из никель- и хромсодержащей нержавеющей стали. Биологическое отторжение имплантата приводит к воспалительной реакции, опосредованной иммунными клетками, и может потребовать удаления имплантата. Биосовместимость сильно зависит от типа применения. Основными факторами, влияющими на биосовместимость, являются:

1. Взаимодействие с окружающей средой - влияние цитотоксинов, токсикологические или аллергические реакции, канцерогенные или мутагенные реакции, воспалительные процессы, степень и качество биодegradации, контакт с кровью человека.

2. Период установки имплантата - длительное или краткосрочное применение имплантата.

3. Биосовместимость поверхности - соответствие имплантированной поверхности ткани хозяина (химическая, биологическая и морфологическая).

4. Структурная биосовместимость - оптимальная адаптируемость механических свойств имплантата к механическим свойствам ткани хозяина.

5. Функция - оптимальный коэффициент трения, механические свойства, требуемые приложением.

6. Пропорция - размер и форма.

7. Материал - агрессивность синтетического материала к ткани хозяина и наоборот.

Когда синтетический материал помещается в тело человека, ткань реагирует на имплант по-разному, в зависимости от типа материала. Механизм взаимодействия тканей (если таковой имеется) зависит от реакции ткани на поверхность имплантата. В общем, существует три термина, в которых биоматериал может быть описан или классифицирован для представления ответов тканей. Это биоинертные, биорезорбируемые и биоактивные материалы.

Биоинертные материалы - это один из видов биокерамики, который классифицируется на основе их биологической реакции в организме человека. Биоинертная керамика обычно определяется как биологически инертная по своей природе или биоинертная керамика, когда имплантированная в биологическую систему не вызывает соответствующего ответа или не взаимодействует с прилегающей биологической тканью [4]. Другой способ, известный как введение биоинертной керамики в окружающую среду человека, не вызывает никаких химических реакций между имплантатом и костной тканью, а также действует как постоянная замена поврежденной или больной кости в ортопедических и стоматологических операциях [5]. Биоинертная керамика соответствует первому поколению биоматериалов и широко используется в качестве заменителей бедра, колена и зубных имплантатов, коронок и т. Д. Благодаря удивительным характеристикам, таким как высокие механические свойства, такие как растяжение, сжатие, твердость, низкий износ, прочность и хорошая антикоррозионная способность в биологической жидкости

Биотолерантные материалы относятся к материалу, который при размещении в человеческом теле начинает растворяться (рассасываться) и медленно замещаться продвигающейся тканью (например, костью). Распространенными примерами биорассасывающихся материалов являются трикальцийфосфат $[Ca_3 (PO_4)_2]$ и сополимеры полимолочной кислоты и полигликолевой кислоты. Оксид кальция, карбонат кальция и гипс - другие

распространенные материалы, которые использовались в течение последних трех десятилетий.

Биоактивные материалы относятся к материалу, который при помещении в человеческое тело взаимодействует с окружающей костью, а в некоторых случаях даже с мягкими тканями. Это происходит через зависящую от времени кинетическую модификацию поверхности, вызванную их имплантацией в живую кость. Реакция ионного обмена между биоактивным имплантатом и окружающими жидкостями организма приводит к образованию на имплантате биологически активного карбонат-апатитового слоя (СНАр), который химически и кристаллографически эквивалентен минеральной фазе в кости.

Биоразлагаемые металлы, такие как сплавы Mg и Mg, сплавы Fe и Fe, а также сплавы Zn и Zn, привлекают повышенное внимание в качестве материалов для костных имплантатов из-за их биоразлагаемости. Среди них Mg и сплавы Mg имеют такие же плотности и модули упругости, как и у натуральной кости, но они слишком быстро разлагаются в физиологической среде человека, что приводит к чрезмерному выделению водорода и преждевременной потере прочности.

1.2 Покрyтия на основе ортофосфатов кальция

Биологически совместимый кальцийфосфат принадлежит к группе ортофосфатов и встречается в природе в нескольких био-структурах, таких как зубы и кости. Кость состоит из неорганической составляющей биологических апатитов (СаР) и органического компонента, состоящего в основном из воды и коллагена. Исследования показывают, что синтетический гидроксипатит имеет свойства, весьма приближенные к природному СаР, неорганического компонента кости. Соответственно, СаР уже давно исследуется и используется в качестве покрытий для защиты от износа, коррозии и повышения биосовместимости в устройствах ортопедического предназначения.

Фосфаты кальция похожи по составу с минеральной составляющей зубов и костей. СаР представляют собой соли фосфорной кислоты H_3PO_4 и, следовательно, могут образовывать соединения, содержащие ионы H_2PO_4 , HPO_4 или PO_4 (Таблица 1). Большинство соединений кальцийфосфора можно осаждать из водных растворов, а некоторые образуются только при повышенных температурах.

Для различных фаз фосфата кальция часто требуются разные методы синтеза. Помимо всего прочего, все фазы демонстрируют разные коэффициенты растворимости, в зависимости от температуры, рН и состава окружающей среды. Условия, которые необходимы для создания нестабильной фазы фосфата кальция и необходимые превращению в более стабильную фазу, зависят от окружающей среды, в которой находится фаза. Помимо прочего, некоторые из исследований выявили различие в поведении фаз фосфата кальция при сравнении условий погружения *in vivo* и *in vitro*. В дополнение к этому, недавно проведенные исследования исследовали поведение различных фаз как в тестах *in vivo*, так и *in vitro*, с целью определения биосовместимости, остеоиндуктивных и остеокондуктивных свойств разных фаз фосфата кальция. Дальнейшие исследования дали возможность дать оценку свойствам растворения различных фаз, с целью понимания его применимости в качестве долговременного биосовместимого покрытия, а также его оценить пригодность для биоразлагаемых металлических имплантатов в качестве антикоррозионного покрытия.

Кальцийфосфатные соединения делят на две группы: низкотемпературные и высокотемпературные. К *низкотемпературным ортофосфатам* относят: МКФМ (МСРМ) - монокальцийфосфат моногидрат; ДКФ (ДСРА) дикальцийфосфат безводный; ДКФД (ДСРД) - дикальцийфосфат дигидрат; ОКФ (ОСР) октакальцийфосфат.

Фосфатам этой группы свойственно нахождение твердой фазы в равновесном состоянии с раствором, который более кислый, чем сам состав

фазы. Поэтому фосфаты данной группы частично растворяются, впоследствии образуя более основные соли и фосфорные кислоты.

К высокотемпературным ортофосфатам кальция в основном относят: ТКФ (ТСР) - трикальцийфосфат; ФА (ФА) - фторапатит; ОА (ОА) - оксиапатит; ГА/ГАП (НА/НАР) – гидроксиапатит; ТеКФ (ТТСР) - тетракальцийфосфат. Обычно в медицинской практике, используются материалы из высокотемпературных ортофосфатов, что связывают с процессами спекания керамики. Исключение из этого списка составляют костные и стоматологические цементы на основе кальцийфосфата.

Растворимость ортофосфатов кальция в водной среде является одним из важнейших свойств, так как от этого зависит их поведение в человеческом организме. Растворимость ортофосфатов кальция зависит от значений pH среды (при норм.физиологических условиях pH = 7) растворимость ортофосфатов кальция в водной среде снижается в нижеприведенном порядке (рис. 1.1). Кислотность и растворимость этих соединений в воде зависят от мольного соотношения Ca: P; более низкое соотношение Ca: P связано с более высокой кислотностью и растворимостью [3]. гидроксиапатит является наиболее стабильным и наименее растворимым в воде среди ортофосфатов кальция.

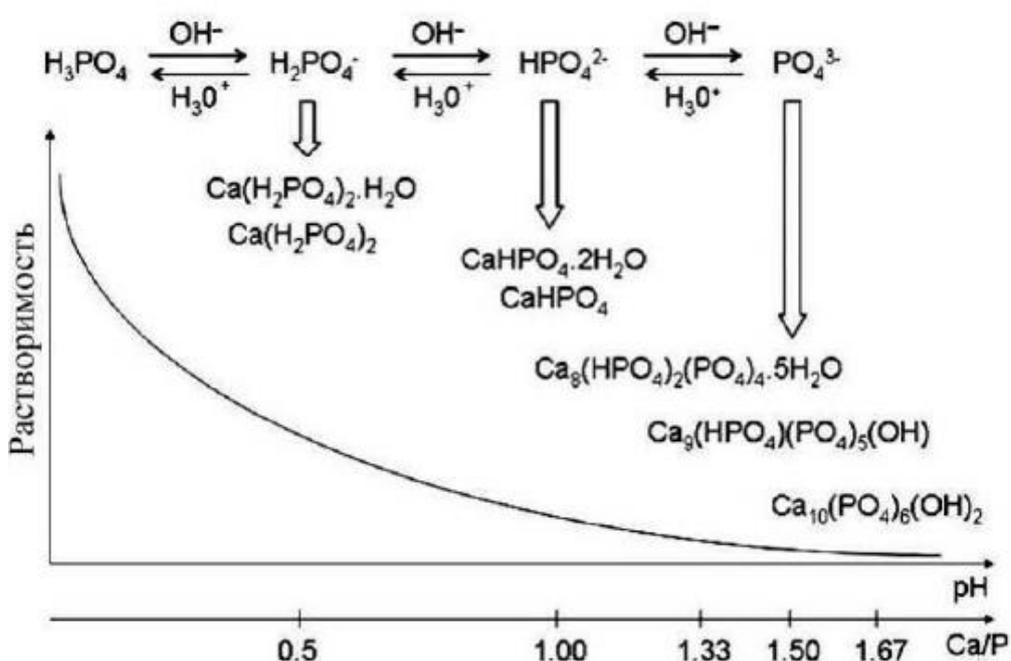


Рисунок 1.1 Растворимость фосфатов кальция

Монокальцийфосфат моногидрат - это наиболее кислый и растворимый в водной среде фосфат кальция. МСРМ является ключевым реагентом в этих инъекционных цементах, так как он быстро растворяется и служит источником кислого фосфата [9,10]. Хорошо известно, что для синтеза фосфатов кальция обычно требуются отдельные источники кальция и фосфора [11,12]. Исследования по превращению МКФ в фосфат кальция с высоким соотношением Ca: P ограничены. **Дикальцийфосфат дигидрат (брушит и монетит)** ($Ca/P = 1,0$) ограниченно растворимы. Брушит - нерастворимый неорганический разбавитель. Безводная (триклинная кристаллическая) и дигидратная (моноклинная структура) формы монетит используются в фармацевтических разработках. Дигидратная форма DCP обладает хорошими текучестью и низкой гигроскопичностью. Однако в зависимости от температуры ($40-50^{\circ}C$) и влажности (относительная влажность 32–75%: относительная влажность%) дигидратная форма имеет тенденцию терять гидратную воду, что может вызвать химическую нестабильность. Из-за отсутствия воды в его кристаллической структуре безводная форма DCP демонстрирует более высокую пористость, что приводит к лучшей сжимаемости и более быстрому распаду. Дигидратная форма превращается (частично или полностью) в безводную форму из-за высокой температуры в процессе влажной грануляции. **Октокальций фосфат** ($Ca/P = 1,33$) является промежуточной кристаллической фазой при осаждении термодинамически более стабильных ортофосфатов кальция **ОСР** - это остеокондуктивный материал, который усиливает регенерацию кости в областях, прилегающих к имплантированному ОСР, если используется в качестве пломбирочного материала при дефектах костей на различных моделях животных [23-25,29]. Одной из замечательных характеристик ОСР в регенерации кости является то, что остеобласты, расположенные на имплантате ОСР, инициируют отложение новой кости из структуры, состоящей из частиц ОСР и неколлагеновых белков, последний из

которых происходит из окружающих циркулирующих белков сыворотки. Близкими к естественной из низкотемпературной группы ортофосфатов кальция являются ДКФД, ДКФ, ОКФ и ОГА. Присутствие всех этих фосфатов обнаружено в тканях костей. [2]

β-трикальцийфосфат ($\text{Ca/P} = 1,5$) - высокотемпературная фаза ортофосфатов кальция. Фосфат кальция фосфорной кислоты называют трикальцийфосфатом и в основном получают из неорганических веществ, таких как минеральные породы витлокита. Трикальцийфосфаты являются одним из основных продуктов метаболизма костной ткани и - бета-трикальцийфосфаты - особенно серьезно исследуются многими исследователями. Эта форма фосфата принесла значительные преимущества, особенно в костной хирургии. Наиболее важными физическими свойствами для замены кости являются диапазон термической стабильности и кристаллическая структура. β-ТСР представляет собой высокотемпературную фазу, которая обычно получается термической конверсией аморфного фосфата кальция [45] или гидроксиапатита с дефицитом кальция ($\text{Ca}^9(\text{PO}_4)^5(\text{HPO}_4)\text{OH}$; CDHA) [18-20] выше $650-750^\circ\text{C}$. β-ТСР имеет две аллотропные фазы, а именно α-ТСР выше $1115-1150^\circ\text{C}$ [58,67,69,73-77] и α'-ТСР выше $1430-1470^\circ\text{C}$.

Гидроксиапатит – Гидроксиапатит - это встречающийся в природе фосфатный минерал, и это форма кальциевого апатита, которая по химическому составу и фазе схожа с костным материалом в организме организма. [11] Гидроксиапатит считается неорганическим биологическим материалом, поскольку он образует прочную химическую связь с костной тканью.

Покрyтия из фосфата кальция (CaP), особенно из гидроксиапатита (HA, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$), наносятся на титановые имплантаты для улучшения их интегрирующих с костью свойств. Поскольку CaP похожи по составу на костный минерал, эти материалы являются биоактивными и способны обеспечить раннее и функциональное наложение кости на имплантаты. После имплантации высвобождение ионов кальция и фосфата в область вокруг имплантата увеличивает насыщение жидкостей организма, что приводит к осаждению

биологического карбонизированного апатита на поверхности имплантата (рис. 1). Этот слой биологического апатита может включать эндогенные белки и служить матрицей для прикрепления и роста остеогенных клеток. Эти клетки производят костный внеклеточный матрикс (ЕСМ), что приводит к прямому наложению костной ткани на покрытие СаР на титановых имплантатах. Таким образом, этот биологический слой апатита усиливает процесс заживления кости вокруг имплантата. Комбинация высокой механической прочности титана с остеокондуктивными свойствами СаР доказала свою эффективность в стимулировании ранней интеграции и долгосрочной стабильности ортопедических протезов без цемента.

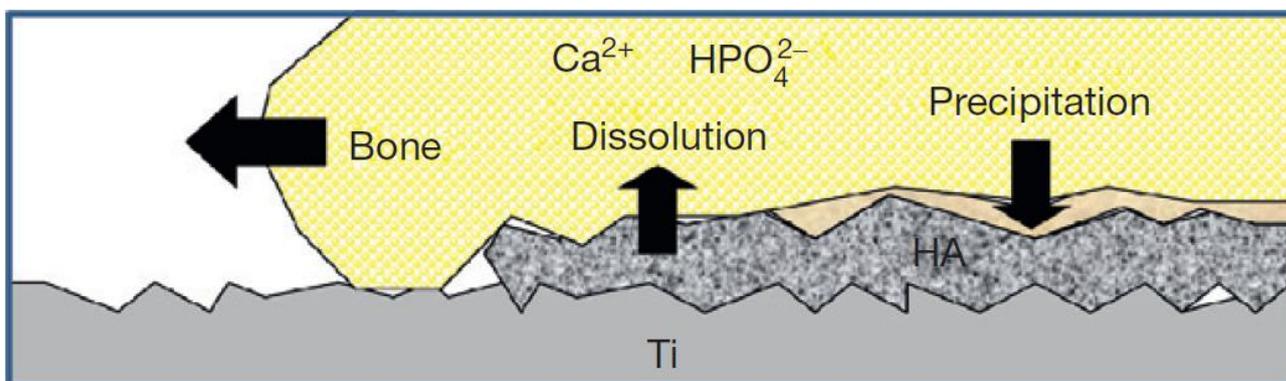


Рисунок 1.2 Принцип биоактивности и остеокондукции покрытий из СаР на титановых имплантатах. После имплантации частичное растворение покрытия ГА приводит к высвобождению $\text{Ca}_2 + \text{HPO}_4^{2-}$, осаждению биологического апатита, колонизации остеогенных клеток, продуцирующих внеклеточный матрикс кости, что приводит к прямому наложению костной ткани на титан.

Таблица 1. Названия, сокращения, состав, соотношение Са / Р, температурная (С) стабильность для синтетических и биологических ортофосфатов кальция

Название	Абревиатура	Формула	Са/Р соотношение	Температурная стабильность
Фосфат монокальция	МСРМ	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	0,50	25 °С
Дикальций фосфат (монетит)	ДСРА	CaHPO_4	1,00	25 °С
Дикальций фосфат (брушит)	ДСРD	$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1,00	25 °С
Октокальций фосфат	ОСР	$\text{Ca}_8(\text{HPO}_4)_2(\text{PO}_4)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1,33	25°-37 °С
β трикальцийфосфат	β -ТСР	$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1,50	>800 °С
α трикальцийфосфат	α -ТСР	$\alpha\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1,50	>1125 °С
Гидроксипатит	НА	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	1,67	>800 °С

СаР, содержащий ионы H_2PO_4 , такие как моногидрат монокальцийфосфата (МСРМ), образуются только в кислотных условиях. МСРМ обычно не обнаруживается в костях, поскольку жидкости организма представляют собой нейтральные перенасыщенные растворы кальция и фосфата. В физиологических условиях СаР, содержащий ионы HPO_2^4 или PO_3^4 , такие как ОСР, СДА или карбонизированный апатит, являются наиболее термодинамически стабильными и нерастворимыми фазами.

Синтетический СаР, особенно НА, β -трикальцийфосфат (β -ТСР), и смеси, называемые двухфазным фосфатом кальция (ВСР), успешно используются для заполнения дефектов костей при различных клинических показаниях. Более трех десятилетий эти биоматериалы в плотных или пористых формах клинически применялись в ортопедических, спинальных и челюстно-лицевых операциях в качестве заменителей кости. Эту керамику производят, исходя из хорошо охарактеризованных порошков СаР, смешивают с порообразователями и спекают при повышенных температурах (например, 1000–1300 ° С). После имплантации эта керамика СаР взаимодействует с жидкостями организма,

частично растворяя и осаждая на своей поверхности биологический апатит, который служит субстратом для остеогенных клеток, продуцирующих костный ЕСМ. Этот процесс, известный как биоактивность, направляет заживление кости в керамику CaP за счет остеокондукции. Однако керамика из CaP по своей природе является хрупкой и относительно слабой, что делает ее непригодной для замены деталей каркаса, испытывающих высокие нагрузки. Следовательно, CaP применяются в качестве покрытий на механически прочных металлических имплантатах. Этот подход приводит к сочетанию высокой прочности титана с биологическими свойствами CaP. Биоактивные и остеокондуктивные покрытия из CaP, нанесенные на титановые устройства, способны обеспечить раннюю и функциональную интеграцию имплантата с окружающей костью.[19]

1.3 Методы получения кальцийфосфатных покрытий: классификация методов.

Большая номенклатура покрытий с различной структурой, составом и свойствами, главное требование, которое ставится биосовместимым КФ покрытиям в современной практической медицине. Кальцийфосфатные биопокрытия должны быть устойчивыми к коррозии в биологической среде, иметь высокую адгезию и необходимо чтобы они были биологически совместимыми с тканями в организме.

Есть много способов сформировать биопокрытия из CaP. Наиболее популярными методами являются плазменное осаждение [26,27], биомиметический [28], золь-гель [29,30] и высокочастотное магнетронное распыление [31,32]. Среди вышеупомянутых методов нанесения покрытий микродуговое оксидирование (МДО) является одним из наиболее эффективных методов благодаря своей высокой эффективности и низкой стоимости. Ключевой особенностью процесса является плазменный разряд, возникающий на границе раздела металл / электролит. Когда приложенное напряжение превышает определенное критическое значение пробоя, возникает серия

дискретных короткоживущих микроразрядов. Микроразряды движутся по поверхности металла. В результате образуется пористое покрытие.

За прошедшие десятки лет во многих обзорах были описаны разные способы создания биопокровов на поверхности медицинских имплантатов. Способы нанесения биопокровов по типу обработки делятся на две главные группы: физические и химические (табл. 2).

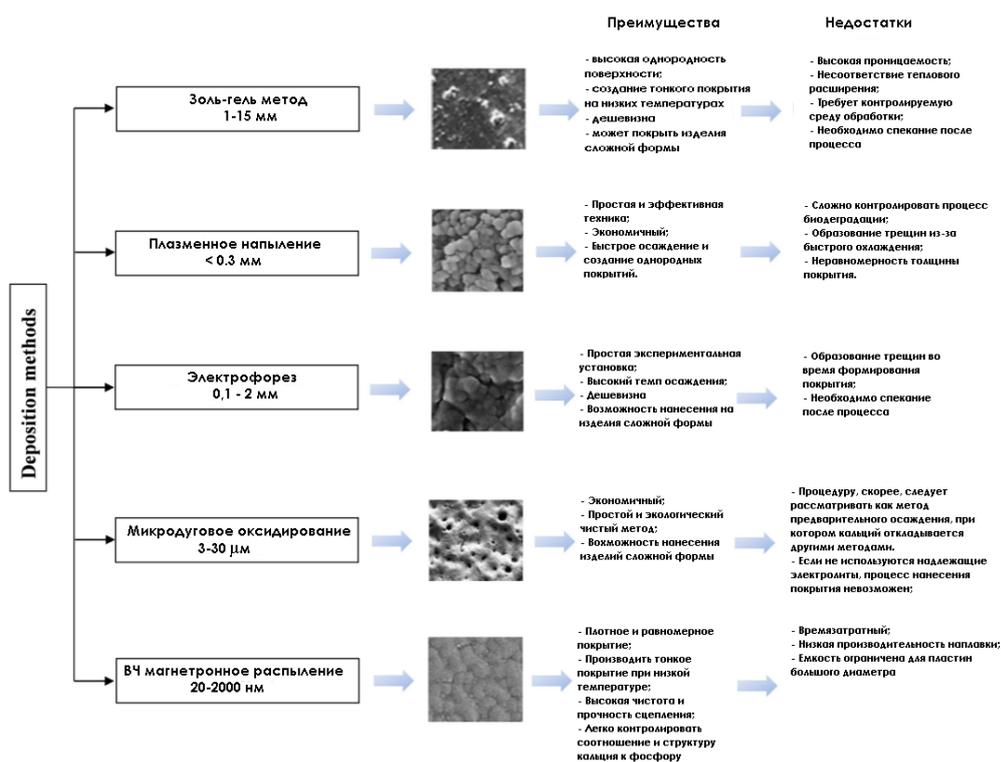


Рисунок 1.3 - Сравнение различных методов нанесения при нанесении покрытий из CaP

Биомедицинское развитие объемных материалов на основе CaP ограничено их низкой пластичностью из-за слабых ионных связей [39]. Таким образом, CaP были разработаны в качестве костного цемента для заполнения костных промежутков в клинической практике и материалов покрытия на материалах имплантата для улучшения поверхностной биосовместимости и биофункций [20, 25–27]. Во многих предыдущих исследованиях было продемонстрировано, что различные покрытия CaP могут значительно улучшить биологические характеристики металлических имплантатов [20]. Для получения

покрытий из CaP на металлических материалах были разработаны как физические, так и химические методы. Физическое осаждение в настоящее время может быть достигнуто плазменным напылением, радиочастотным магнетронным распылением, импульсным лазерным напылением (PLD) и осаждением с помощью ионного луча (IBAD). Химические методы включают биомиметическое осаждение, электрохимическое осаждение, микродуговое окисление, электрофорез, золь-гель, химическое преобразование и гидротермальное осаждение.

Таблица 2. Обзор физических и химических методов нанесения биопокрытий

Метод нанесения покрытий	Толщина покрытий	Преимущества метода	Недостатки метода
<i>Физические методы</i>			
Электроплазменное напыление	30-300 мкм	Простой и доступный метод; позволяет формировать однородные покрытия, высокая производительность и низкая стоимость метода.	Возможность напыления только на одну сторону подложки, высокие температуры вызывают частичное разложение и образование нестехиометрических и аморфных соединений, и препятствуют одновременному включению биологических агентов; из-за большой толщины покрытия имеют низкую адгезионную прочность; быстрое охлаждение приводит к
ВЧ-магнетронное распыление	<5 мкм	Однородные по толщине покрытия на плоской подложке; отсутствие примесей и высокая адгезия покрытий; плотные покрытия без	Возможность напыления только на одну сторону подложки, высокая стоимость и низкая производительность метода; формирование аморфных покрытий, высокие

Ионная имплантация	< 1 мкм	Однородные по толщине покрытия, высокая адгезия покрытий с подложкой; возможность легирования любого химического элемента на любой материал	Возможность напыления только на одну сторону подложки; дорогостоящее оборудование; длительное время обработки
Детонационно-газовое напыление	10 мкм-2 мм	Отсутствие примесей (соответствие состава напыляемого материала и получаемого покрытия); высокая адгезионная прочность покрытий; формируются плотные <u>беспористые</u> покрытия, однородные по толщине	Возможность напыления только на одну сторону подложки; низкая производительность процесса; высокий уровень шума детонации (до 140 дБ); высокая температура препятствует одновременному включению биологических агентов
Импульсно-лазерное осаждение	< 10 мкм	Формирование кристаллических и аморфных, а также плотных и пористых покрытий с высокой адгезионной прочностью; возможность получения широкого спектра многослойных покрытий из различных материалов	Возможность осаждения только на одну сторону подложки; высокая стоимость метода; высокая температура препятствует одновременному включению биологических агентов; отсутствие однородности покрытий
<i>Химические методы</i>			
Электрофорез	0,1–2,0 мм	Однородные по толщине покрытия, высокая скорость осаждения покрытий; простота и дешевизна	Трудности получения покрытий без трещин; высокие температуры спекания, не однородные по толщине покрытия

		оборудования, возможность нанесения на подложки любой формы; позволяет включать в покрытие биологические молекулы	
Золь-гель метод	< 10 мкм	Возможность использования подложек любой формы; низкие температуры процесса; низкая стоимость метода; позволяет включать в покрытие биологические молекулы	Иногда требуется определенные атмосферные условия; дорогое сырье; высокая проницаемость; низкая износостойкость; трудно <u>контролировать пористость</u> покрытий
<u>Биомиметический</u> метод	< 30 мкм	Низкие температуры обработки; формирование апатитов подобных костной ткани и включать в покрытие биологические молекулы	Очень низкая скорость осаждения; требуется постоянное обновление растворов и поддержание <u>pH</u> .
Гидротермальное осаждение	< 2 мкм	Формирование кристаллических покрытий; возможность нанесения на изделия любой формы	Требуются высокие давление и температура, что препятствует одновременному включению биологических агентов
<u>Микродуговое</u> оксидирование	3-250 мкм	Простой, экономичный и экологически безопасный метод; проводится при комнатной температуре; подходит для образцов любого размера и сложной геометрии; формируются пористые однородные по толщине	Возможность нанесения покрытий только на металлы вентильной группы; низкая адгезионная прочность покрытий, связанная с высокой пористостью; необходим контроль за параметрами электролита

		покрытия, небольшое время обработки; в покрытие могут быть включены биологические молекулы	
--	--	--	--

По сравнению с методами физического осаждения мокрые химические методы предъявляют гораздо более низкие требования к установке и приборам. Золь-гель метод - это простой и ранний метод получения тонких покрытий из гидроксиапатита (ГА) на сплавах Ti [22, 23]. Также требуется процесс спекания для увеличения кристаллизации, аналогичный методам физического осаждения, но он имеет более низкие температуры спекания (200–600 °С) и гораздо более высокую чистоту состава [34], а также может действовать как биоактивное уплотнение. слой для пористых покрытий [25]. Слабые стороны золь-гель покрытия - низкая износостойкость и дороговизна сырья. Биомиметическое осаждение - это особый метод имитации процесса биоминерализации природного СаР, и, таким образом, среда покрытия представляет собой смоделированную физиологическую среду при низкой температуре [29]. Обычно требуется длительное время погружения и предварительная активация, чтобы ускорить зарождение апатита на металлических имплантатах. Методы катодного электроосаждения и химического превращения покрытий из СаР могут выполняться при температуре окружающей среды, в основном в кислых растворах фосфата кальция, и имеют короткий процесс нанесения покрытия и отличную совместимость со сложной формой подложки [26]. Обычно осажденное покрытие в основном состоит из дигидрата дикальцийфосфата (DCPD), который превращается в покрытие из ГК после обработки щелочью. Важнейшей характеристикой осаждения с химическим превращением является то, что для него не требуется внешняя электрическая цепь. Неоднородность электрохимического потенциала между различными фазами в легко

корродируемых сплавах (например, сплавах Mg, Zn, Fe) является движущей силой для конверсионных покрытий.

1.4 Магниевые сплавы

1.4.1 Применение магниевых сплавов

Магний - один из самых распространенных элементов: восьмерка в земной коре и пятая в морской воде. Магний содержится в различных рудах, таких как доломит, магнезит, брусит, оливин, а также в воде в виде иона. Были соблюдены два основных способа производства: электролитический процесс и термический процесс. В настоящее время производство магния оценивается в 800 000 тонн в год.

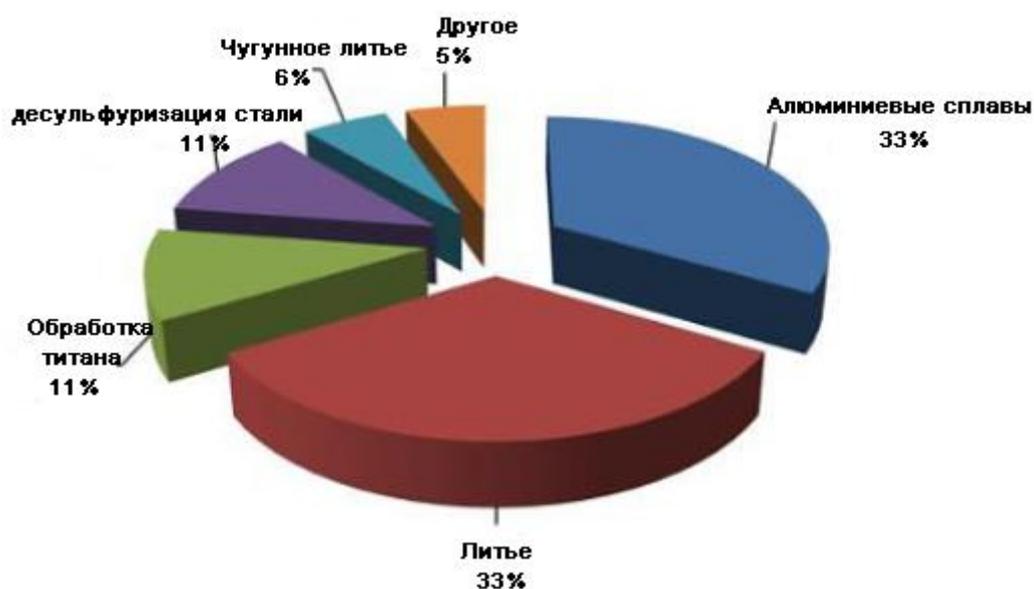


Рисунок 1.4 - Мировое потребление магния по конечному потреблению

Как показано на Рисунке, половина производимого магния используется для легирования других металлов (алюминия, титана, стали). Второе важное применение магния - это литые изделия. Около 90% магниевых сплавов, используемых в конструкциях, производятся методом литья [52]. Быстрый процесс - это литье под высоким давлением. Однако получаемые изделия могут

иметь пористость, и их сложно отливать сложной формы. Для получения сложной формы с низкой пористостью можно использовать отливки в формы низкого давления или отливки в песчаные формы.

Сплавы на основе магния были разработаны для применения в качестве конструкционных материалов, поэтому большая часть работ и знаний сосредоточена на этом применении. Например, легирование, механические свойства, термомеханические процессы хорошо задокументированы. Другие свойства, такие как коррозия, в настоящее время изучаются, но обычно в определенных средах в связи с конкретными применениями. Спецификации для таких промышленных применений не такие же, как для биомедицинских применений, особенно для материалов, которые разлагаются в организме. Ожидается, что для использования магниевых сплавов в биомедицинских целях будут использоваться материалы высокой чистоты с возможными добавками растворенных элементов, выбранных с учетом их устойчивости к телу, а также других преимуществ обработки и свойств. Это должно привести к получению оценок, сильно отличающихся от оценок, используемых для других приложений. Поэтому системы на основе магния, выбранные для биомедицинских приложений, нуждаются в анализе, посвященном их характеристикам и ожидаемому обслуживанию [27]

1.4.2 Свойства магния

Магний имеет удивительно низкую плотность: всего $1,74 \text{ г}\cdot\text{см}^{-3}$. Магний - самый легкий технический металл; для сравнения, плотность железа и алюминия составляет соответственно $7,87 \text{ г}\cdot\text{см}^{-3}$ и $2,70 \text{ г}\cdot\text{см}^{-3}$. С другой стороны, чистый магний имеет низкие механические свойства [13]. Однако из-за его низкой плотности удельная прочность (соотношение прочность / плотность) магния особенно высока, что делает магний очень привлекательным материалом для применения в строительстве.

В отличие от наиболее часто используемых металлов, таких как железо и алюминий, которые имеют кубическую кристаллографическую структуру,

магний имеет гексагональную структуру с закрытой упаковкой (ГКП). Эта кристаллографическая особенность влияет на формуемость или пластичность магния. Низкая пластичность магния при комнатной температуре является следствием малого количества активных систем скольжения гексагональной ячейки. Пластическая деформация за счет механизмов скольжения происходит преимущественно по наиболее плотному направлению и плоскостям. В ГКП В структуре имеется только одна плотная плоскость: базисная плоскость. Вторичное скольжение может происходить в призматических плоскостях вдоль направления, и активация других механизмов скольжения в чистом магнии также возможна при более высокой температуре.

Методы термомеханической обработки в основном заключаются в применении пластической деформации при низких или высоких температурах. Их можно классифицировать по температуре эксплуатации. Обычно горячая обработка выполняется при температуре выше $0,5 T_m$, где T_m - это температура плавления материала, а холодная обработка выполняется при комнатной температуре (RT). «Теплый w» rki «g» - термин, используемый для термомеханической обработки при температурах от RT до $0,5 T_m$. Наиболее распространенными методами термомеханической обработки являются прокатка и экструзия, которые используются в промышленных масштабах. В лабораторном масштабе разрабатываются нетрадиционные процессы, учитывающие экстремальные условия деформации. Следующие три вида обработки являются примерами таких методов: равноканальная угловая экструзия, кручение под высоким давлением и накопительное склеивание валков.

Изменение механических свойств после термомеханической обработки связано с сильной модификацией крупнолитой микроструктуры исходного материала. Действительно, основные эффекты термомеханической обработки могут включать изменение размера зерна, дисперсию фаз, присутствующих в материале, растворение определенных фаз и образование новых фаз. Вообще говоря, деформации связаны с образованием дефектов решетки в

микроструктуре. Как правило, чем выше плотность дефектов, тем выше внутренняя энергия материала. Таким образом, деформированная система имеет естественную тенденцию к уменьшению этой избыточной энергии за счет эволюции микроструктуры. Реорганизация этих дефектов обычно происходит во время или после термомеханической обработки. В зависимости от температуры и общего внутреннего напряжения эта реорганизация может привести к локальным или более глобальным микроструктурным изменениям.

Например, запутанные дислокации могут аннигилировать или образовывать субструктуру, называемую низкоэнергетической дислокационной структурой. Эта субструктура формируется внутри существующих зерен и имеет малоугловые границы [25]. Эта стадия, соответствующая уменьшению плотности дислокаций без изменения размера зерна, называется восстановлением; Обычно это первый шаг в эволюции микроструктуры после деформации. Когда температура достаточно высока и при наличии достаточной движущей силы из-за деформации может произойти рекристаллизация материала. Разориентация между ячейками субструктуры может увеличиваться, создавая новые зерна [25]. Зарождение, а затем рост новых зерен, свободных от дислокаций, также может происходить в зонах с высокой плотностью дислокаций или вблизи частиц второй фазы. Этот процесс называется статической или динамической рекристаллизацией, в зависимости от того, происходит ли он во время деформации или во время термообработки после деформации. В магниевых сплавах типичный размерный диапазон, полученный статической рекристаллизацией, составляет от 8 мкм до 25 мкм [37]. При динамической рекристаллизации обычно достигается лучшее измельчение зерна. Например, используя методы интенсивной пластической деформации, можно достичь ультрамелкого размера зерна около 1 мкм.

Легирование - еще одна возможность улучшить механические свойства магния. Это упрочнение происходит из-за модификации движения дислокаций из-за деформации матрицы, сопротивления растворенного вещества или образования кластеров растворенного вещества. Также важно отметить, что

морфология преципитата играет важную роль во взаимодействии с дислокациями. Действительно, будет легче обойти осадок, ориентированный параллельно плоскости скольжения. В магнии наиболее активная система скольжения находится в базисной плоскости. Таким образом, было высказано предположение, что выделения, вытянутые в направлении оси c , будут иметь более сильный эффект упрочнения.

Легирование заключается в образовании пересыщенного твердого раствора путем высокотемпературной обработки. При более низких температурах, если растворимость элемента в магнии высока, легирующий элемент останется в виде диспергированных растворенных веществ, которые могут быть причиной так называемого твердения в растворе. Если растворимость низкая, метастабильный перенасыщенный раствор разлагается в результате естественного или искусственного старения, образуя мелкодисперсные осадки внутри зерен магния. Это выделение может иметь эффект упрочнения из-за закрепления дислокаций во время деформации на выделениях.

Структура магния могла принимать большое количество легирующих элементов [45]. Алюминий является наиболее частым легирующим элементом, поскольку он улучшает некоторые свойства магниевых сплавов. Добавление алюминия до 5 мас.% приводит к значительному снижению зернистости литых сплавов. Так называемые сплавы AZ содержат алюминий и цинк и широко используются для изготовления легких конструктивных элементов в нескольких промышленных областях.

Обычно считается, что магний имеет плохие коррозионные свойства. Такое поведение является одной из причин, по которым магний является хорошим кандидатом для применения в биоразлагаемых имплантатах. Поскольку механизмы коррозии в значительной степени зависят от окружающей среды, то для биомедицинских применений необходимо исследовать коррозионное поведение в жидкости организма. Кроме того, также ожидаются специфические механизмы с участием бактерий или живых клеток. Эти аспекты

коррозии *in vivo*, безусловно, необходимо учитывать, но в настоящее время они выходят за рамки исследования. Настоящая работа будет ограничена изучением коррозионной стойкости моделируемой жидкости организма. Однако в этой жидкости общие типы механизмов коррозии, которые, как ожидается, могут возникнуть, аналогичны механизмам, встречающимся в водных растворах, как это будет описано в следующем разделе.

Коррозия металла происходит из-за обмена электронами между материалом и внешним химическим соединением (обзор коррозии металла и сплава см. В [26] [27], более конкретно о коррозии магниевого сплава см. [38]). . После установления динамического равновесия реакции коррозии может появиться двухслойный конденсатор. Он образован двумя заряженными слоями, один в материале из-за растворения металла, а другой на поверхности в растворе за счет притяжения ионов к поверхности. Тогда между этими двумя слоями существует разность потенциалов.

Разность потенциалов, измеренная между образцом чистого металла в стандартных условиях и стабильным электродом сравнения, называется потенциалом стандартного электрода. Он представляет собой тенденцию металла к окислению: при низком значении этого потенциала равновесие смещается в сторону образования оксида. Стандартный потенциал (по сравнению с водородом) для магния ($-0,37$ В) низок по сравнению с другими металлами, такими как серебро ($0,8$ В), алюминий ($-1,7$ В) или железо ($0,56$ В). Это означает, что магний обладает высокой реакционной способностью и склонностью к окислению.

1.4.3 Использование магниевых сплавов для имплантатов.

Магний хорошо переносится организмом: согласно текущим медицинским рекомендациям рекомендуемая дневная норма магния составляет около 400 мг [94], и в случае избытка он хорошо выводится с отходами. Ранее с магнием экспериментировали в качестве ортопедических имплантатов [9] и в качестве стентов [95].

Разлагаемость - это основное свойство разлагаемого имплантата. Магний хорошо известен своей коррозионной активностью в водной среде. Таким образом, магний может легко разлагаться *in vivo*, но разложение не должно быть слишком быстрым. В случае разрушения имплантат должен обеспечивать дополнительную механическую поддержку поврежденной области до тех пор, пока не произойдет восстановление кости. В связи с этим скорость деградации имплантата должна соответствовать времени процесса консолидации (варьируется в течение периода от 1 до 12 месяцев).

Поскольку модуль упругости Юнга магния сравним с модулем упругости человеческой кости, защита от напряжений может быть уменьшена [98]. Таким образом, магний более подходит для ортопедических имплантатов, чем другие металлические материалы. Тем не менее, модуль объемной упругости представляет собой лишь часть механических свойств, прочность также является важным вопросом для приложений, несущих нагрузку. Следовательно, магниевый имплант должен иметь такую же прочность по сравнению с костями. В самом деле, хотя магний является многообещающим материалом для применения в разрушаемых имплантатах, улучшение механических свойств все же требуется.

1.4.4 Совместимость магния с ортофосфатами кальция

Основное внимание для разлагаемых имплантатов - безвредное взаимодействие с телом пациента. Чтобы выбрать лучший сплав-кандидат, необходимо разработать стратегию выбора, основанную на токсичности элемента. В таблице 4 показан предел токсичности типичного растворенного элемента для магниевых сплавов.

Таблица 3 - Пределы токсичности для типичных легирующих элементов, обычно используемых с Mg

Element	Daily allowable dosage (mg)
Al	14
Be	0.01
Ca	1400
Cu	6
Fe	40
Ni	0.6
RE	4.2*
Sn	3.5
Sr	5
Ti	0.8
Y	0.016*
Zn	15

Согласно Таблице 3, суточный предел переносимости организма сильно варьируется от одного элемента к другому. Необходимо избегать элементов с высокой токсичностью, таких как бериллий, никель, титан и иттрий, или поддерживать их на очень низком уровне. Кроме того, от некоторых растворенных элементов приходится отказываться по другим причинам: например, известно, что железо и медь вредны для коррозионной стойкости магниевых сплавов [65]. В промышленных сплавах содержание этих элементов ниже очень низкого критического уровня, чтобы избежать сильной коррозии: 20-50 частей на миллион для железа и 100-300 частей на миллион для меди.

После указанного выше выбора остается только четыре элемента: кальций, олово, стронций и цинк. Стронций уменьшает размер зерна в сплаве Mg-Sr (с содержанием Sr до 1,5 мас.%), Но его влияние на механические свойства недостаточно для нагрузочных приложений [99]. Добавление олова улучшает механические свойства, но оказывает токсическое действие на клетки остеогенеза[100]. Что касается последних двух элементов: Zn и Ca, кальций имеет более высокий предел переносимости в организме, чем цинк: примерно в сто раз выше (Таблица 4). Кальций хорошо известен как основной элемент костей: кость взрослого человека состоит из 30-40 мас.% кальция [101]. Помимо проблемы с переносимостью организма, кальций оказывает множество положительных эффектов на магний:

- кальций также может способствовать процессу заживления с образованием кристаллов гидроксиапатита [102];

- кальций может увеличить прочность за счет упрочнения раствора и / или дисперсионного твердения;

Таким образом, кальций является очень многообещающим легирующим элементом магния для применения в разрушаемых имплантатах.

1.4.5 Виды имплантатов, получаемых из магниевых сплавов

Низкая скорость разрушения традиционных имплантатов сделала их непригодными для использования в качестве временных имплантатов, что привело к быстрой разработке биоразлагаемых имплантатов. Полимеры и металлы - это два класса материалов, которые широко рассматриваются в качестве биоразлагаемых временных приложений из-за присущей им способности безвредно растворяться в организме человека, что устраняет необходимость удаления имплантата после того, как он выполнил свою задачу [35]. Фактически, в процессе заживления механическая жесткость / прочность временных имплантатов медленно уменьшается, в то время как окружающие ткани восстанавливают жесткость / прочность. Безвредное растворение материала имплантата устраняет необходимость во второй операции, которая обычно используется для удаления имплантата после полного заживления ткани.

Магний и его сплавы привлекли большое внимание как временные имплантаты из-за их превосходной биосовместимости с физиологией человека. Фактически, магний необходим для метаболизма человека как кофактор многих ферментов [35,36], а ионы магния (Mg^{++}), как известно, способствуют заживлению тканей. Кроме того, дополнительный Mg^{++} не вызывает клеточной токсичности в организме человека и обычно выводится вместе с биологическими отходами [37].

Несмотря на то, что хорошие механические свойства важны для имплантатов (особенно ортопедических имплантатов), чрезмерная жесткость

традиционных металлических имплантатов может пагубно сказаться на заживающих костях или тканях, поскольку может вызвать защиту от напряжения [38]. Напряжение происходит, когда заживающая кость испытывает нагрузки ниже порогового значения в результате чрезмерной жесткости материала имплантата [39]. На рис. 1.5а показана рентгенограмма бедренной кости, на которой была видна значительная потеря костной массы вокруг проксимального конца имплантата (обозначенная областями в кружке на рис. 1.5а) в результате экранирования напряжения [35]. Кроме того, снижение напряжения в кости в проксимальной области имплантата иногда сопровождается повышенным напряжением в дистальных областях. Это приводит к отложению дополнительной кости из-за повышенной передачи напряжения в дистальной области (как показано прямоугольником на рисунке 1.5b) [37].

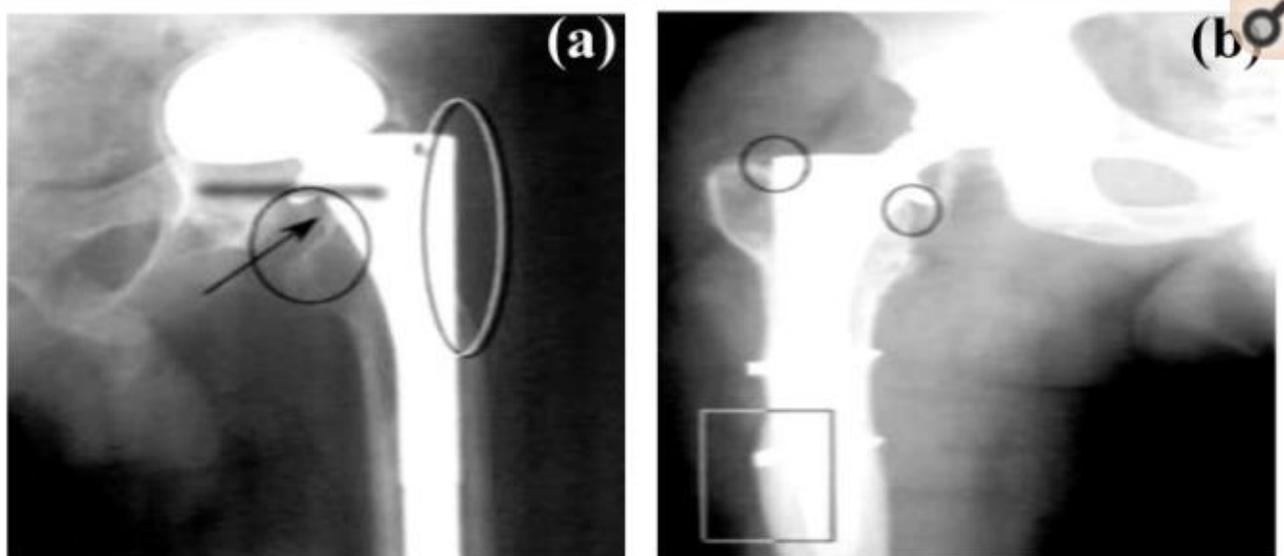


Рисунок 1.5 - Рентгенограммы тазобедренных имплантатов, показывающие изменения костной массы из-за защиты от напряжения вокруг имплантата: (а) потеря костной массы в проксимальной области (указано в областях, обведенных кружком на краю протеза) и (b) отложение кости (указано прямоугольником)) в дистальной области имплантата

Недавние исследования [46] применения коронарных стентов для промышленных магниевых сплавов, открыли новые возможности для

биоразлагаемых магниевых сплавов. Более того, еще одно возможное применение биоразлагаемых магниевых сплавов - это производство ортопедических устройств, имплантатов для создания строительных лесов, на которых может расти новая кость, или приспособлений, удерживающих кости вместе достаточно долго, чтобы обеспечить естественное заживление. Механические требования к магнию как имплантату материал зависит от медицинских показаний. Во время хирургической процедуры имплантации материал может подвергаться пиковым нагрузкам или деформациям, которые могут превышать последующие значения во время его функционирования в качестве имплантата. Например, сердечно-сосудистый стент [47], значительно деформируется во время расширения баллонного катетера. Стойки стента растягиваются, превышая предел эластичности, и остаются постоянно деформированными. Однако эта пластическая деформация не должна отрицательно влиять на последующую деградацию. Другой пример пластической деформации во время имплантации - пластинки для остеосинтеза, которые используются для исправления переломов костей. Хирургу обычно необходимо адаптировать форму пластины к контуру кости. Для предварительного сгибания костных пластин использовались плоскогубцы, но они могут оставлять отпечатки на поверхности имплантата. Помимо геометрических факторов пластины, материал должен быть достаточно пластичным, чтобы можно было формировать контур без трещин. Для перекрытия перелома пластину для остеосинтеза необходимо зафиксировать на кусочках кости. Обычно это делается с помощью шурупов. Во время установки винта необходимо преодолеть трение между костью и резьбой винта. Материал должен выдерживать многоосные нагрузки (например, скручивание, сдвиг и сжатие), передаваемые отверткой. Эти примеры показывают, насколько разными могут быть механические требования к материалу во время имплантации.

1.5 Метод микродугового оксидирования

1.5.1 Сущность метода МДО

МДО, также известное как плазменное электролитическое окисление (ПЭО), представляет собой развивающуюся экологически безопасную технологию для улучшения коррозионной стойкости магния и его сплавов. В высокоэнергетическом электролите поверхность магниевых сплавов преобразуется в керамическое оксидное покрытие большим количеством искр частичного разряда. Метод микродугового окисления (МДО) позволяет получать пористые покрытия из фосфата кальция (CaP) с переменной толщиной, пористостью, химическим составом и другими свойствами [3, 4]. Такая пористая структура покрытия позволяет модифицировать добавками, улучшающими антибактериальные и биоактивные свойства костного имплантата. Поверхностный заряд биоматериала влияет на абсорбцию белков и, следовательно, на последующий процесс клеточной адгезии [5]. Авторы [6] подтверждают, что положительный заряд активирует сигнальный каскад иммунной системы и регенеративный ответ на биоматериал. Модификация покрытий с использованием низкоразмерных наноструктур оксидов цинка перспективна, поскольку они обладают положительным зарядом и высокой антимикробной способностью [7, 8]. Кроме того, активная площадь поверхности покрытия увеличивается из-за наличия наноразмерных частиц, которые могут усилить взаимодействие между покрытием и костной тканью.

Механизм действия МДО основан, на следующих положениях:

1. Микроплазменные разряды в анодном полупериоде тока возникают после образования сплошного диэлектрического слоя. Диэлектрический слой, то есть «рубашка» испарения, представляет собой сплошное органическое или оксидное покрытие, покрытое парогазовой фазой в порах в результате действия кислорода.

2. Покрытие растет в основном в каналах микроарзряда и соседних областях покрытия, потому что эти каналы являются местами, где происходят плазмохимические реакции, выделяется значительная энергия и повышается

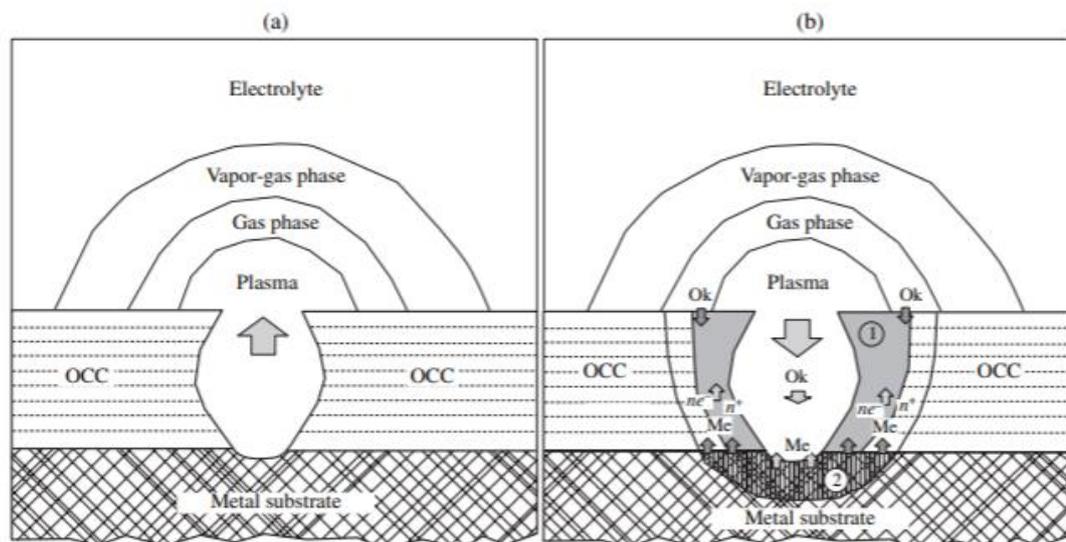
давление, что заставляет высокотемпературное вещество выходить на поверхность покрытия.

3. Скорость роста покрытия на поверхности любого проводящего материала является функцией энергии, выделяемой в канале микроразряда, и поверхностной плотности микроразрядов.

4. Уменьшение тока во время процесса МДО, проводимого в режиме падающей мощности [1] или при стабилизированном анодном напряжении, автоматически не приводит к уменьшению энергии, выделяемой в канале разряда, из-за еще более выраженного уменьшения плотности микроплазменных разрядов в определенные промежутки времени этого процесса.

5. Энергия, выделяемая в каналах микроплазменного разряда, плотность последнего и, следовательно, скорость роста покрытий возрастают с увеличением разницы между стабилизированным анодным напряжением и напряжением пробоя в слабых местах диэлектрического покрытия; следовательно, при снижении электрической прочности слабых мест в этом покрытии.

6. Распространение микроплазменных разрядов по поверхности электрода и колебания напряжения в течение анодного полупериода происходят из-за более высокого напряжения пробоя газовых и парогазовых слоев, образующихся над эжектируемой плазмой, по сравнению с напряжением пробоя покрытия с образовавшимся полупериодом, парогазовый слой.



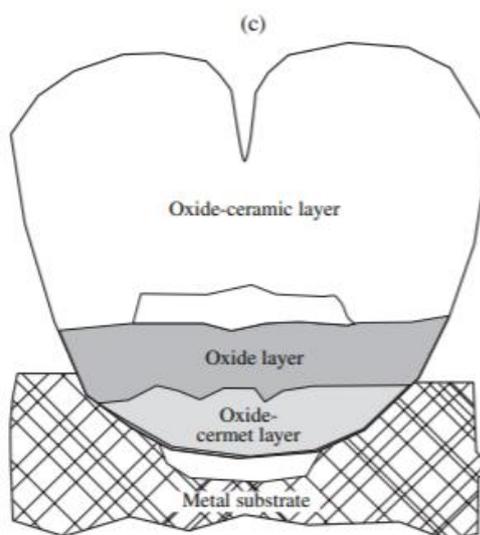


Рисунок 1.6 - Этапы процессов, происходящих после микроплазменного пробоя диэлектрического покрытия: а - микроплазменный пробой; б - зона высокотемпературного окисления; с - локальный фрагмент покрытия, образовавшийся после микроплазменного пробоя, (1) зона теплового воздействия, (2) оплавленная металлическая подложка

Сам рост покрытий при МДО основывается на следующих факторах. [48].

1. Интенсивное экзотермическое окисление металлического материала на определенном расстоянии от дна разрядного канала и на прилегающих к нему участках под наплавленным высокотемпературным оксидокерамическим слоем, т.е. в зоне теплового воздействия плазмы.

2. Попадание окислителей на поверхность металла приводит (из-за высокой экзотермичности окисления металлических компонентов сплава) к испарению металлов и оксидов и поддерживает высокую температуру в разрядном канале и тепловом потоке зоны воздействия. Последний фактор является одной из основных причин: а) время жизни микроразряда как минимум на два порядка выше, чем у обычной электронной лавины [3]; б) внутренние слои покрытий на алюминиевых сплавах, преимущественно состоящие из α -фазы [8, 10, 17, 18], образуют зону интенсивного экзотермического взаимодействия сублимированных атомов металла и окислителей и более медленного отвода тепла в атмосферу. металлическая подложка и электролит.

3. Компоненты электролита, покрытия и сплавов, подвергшиеся плазмохимическим и последующим термохимическим реакциям, втягиваются в каналы разряда.

4. Термические превращения и затвердевание соответствующих компонентов плазмы, выводимых из каналов микроразряда, вступают в реакцию с электролитом на участках покрытия, прилегающих к этим каналам. На рис. 1.7 показана последовательность процессов, происходящих после пробоя микроплазмы.

5. Механизмы роста покрытий не зависят ни от физической природы пробоев микроплазмы, ни от локальных мест их реализации, ни от геометрической формы плазмы, выводимой на поверхность покрытия. Также, прочность покрытия и парогазовая фаза зависят от состава электролита.

6. Бегущие микроплазменные разряды возникают в местах с высокой плотностью тока на поверхности электрода.

Одним из главных направлений использования МДО является нанесение покрытий из CaP для биodeградируемых сплавов магния. Одной из основных проблем при использовании сплавов Mg является их низкая коррозионная стойкость при погружении в физиологическую среду. Сплавы Mg очень подвержены коррозии из-за сильной склонности к локальной коррозии. Высокая скорость коррозии не позволяет обеспечить совместимую скорость заживления поврежденной кости. Хотя гальваническую контактную коррозию можно предотвратить путем соединения с другими проводящими материалами в устройстве, вторичные фазы или примеси в микроструктуре действуют как локальные катоды и, таким образом, вызывают локальное микрогальваническое ускорение коррозии [25].

1.5.2 Влияния технологических параметров на свойства покрытий

Микродуговое окисление (МДО) - это привлекательный процесс обработки поверхности магниевых (Mg) сплавов. В электролитической ванне с

высокой электрической энергией поверхность магниевое сплава может быть преобразована в плотное и твердое керамическое оксидное покрытие. Процесс МДО можно использовать в различных приложениях в качестве метода контроля коррозии. Благодаря упрощенной предварительной обработке, превосходной коррозионной стойкости и экологически безопасному процессу нанесения покрытия, технология МДО стала важной альтернативой методам анодирования в определенных областях. Авторы [47] при исследовании CaP покрытий нанесенных на магний методом МДО обнаружили, что пористая морфология с некоторыми кратерообразными микропорами наблюдалась на каждой поверхности МДО-покрытия. При изменении увеличения от 500 до 3000 на двух поверхностях МДО-покрытия появлялись микропоры разного размера. На покрытии Ca – P наблюдались поры диаметром 2–5 мкм, а на покрытии Ca – P с микрочастицами появлялись микрочастицы диаметром 1–2 мкм. Результаты EDS в этой работе демонстрируют, что покрытие Ca – P МДО в основном состоит из Mg, O и следов Ca, P, F и C. характерные пики Mg указывают на то, что покрытие МДО было сформировано из-за миграции внутрь ионов из электролита и реакции с Mg^{2+} , выбрасываемым из подложки. Очевидные сигналы Ca и P в спектрах EDS покрытия Ca – P демонстрируют успешное включение элементов из электролита в процессе МДО.

Проведенные исследования [11, 37-40] и литературные данные [24, 26, 36] указывают на то, что при постоянстве других параметров процесса МДО наибольшее влияние на характеристики покрытий оказывает электрическое напряжение, подаваемое на образец В.

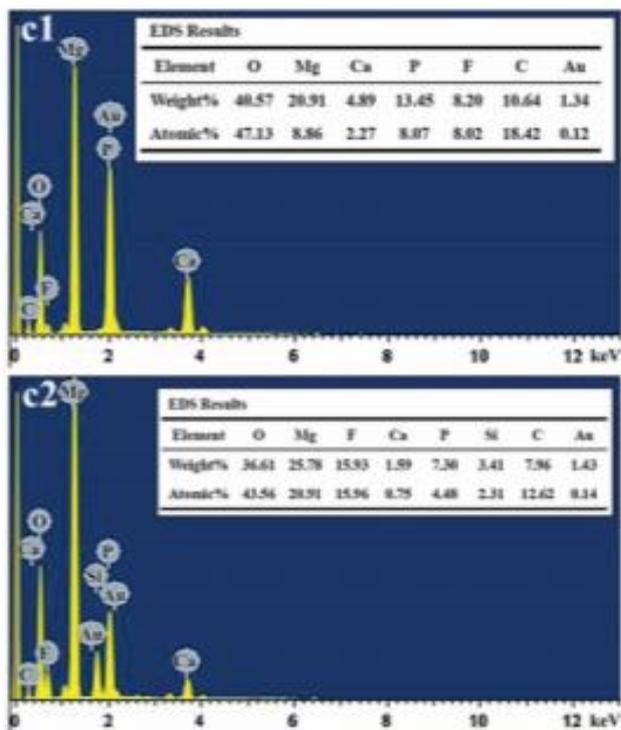
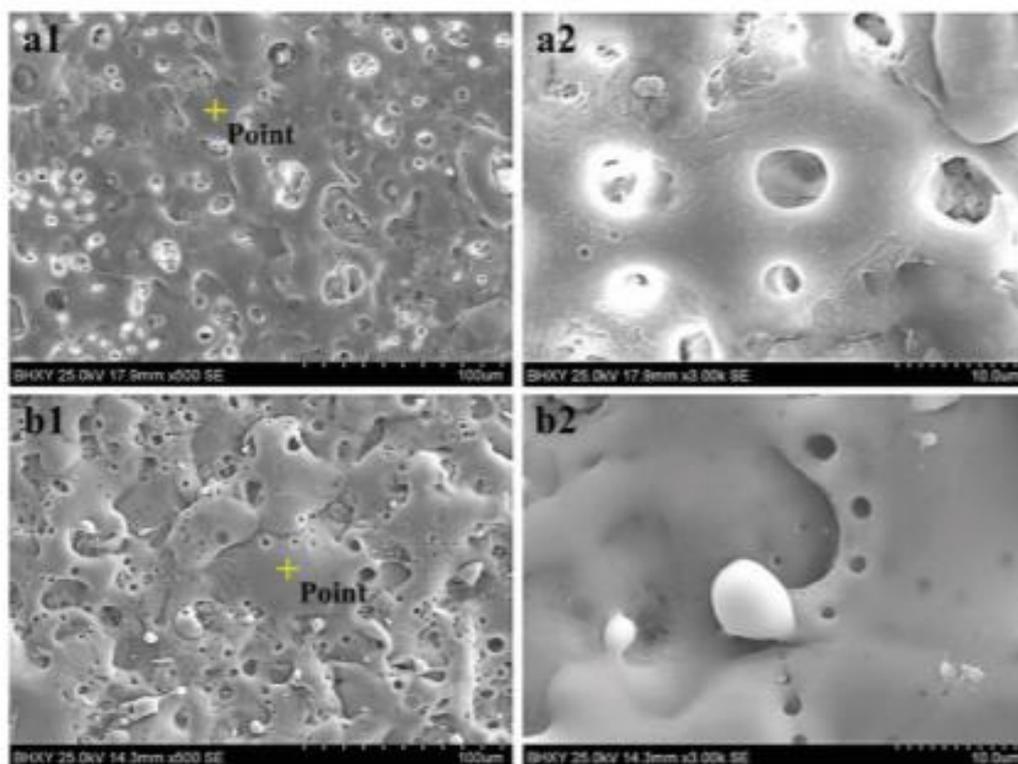


Рисунок 1.7 - СЭМ-микрофотографии и элементный анализ ЭДС МДО покрытий.

1.5.3 Состав электролита и его влияние на свойства биопокрытий

Соединения фосфата кальция (СаР) имеют аналогичный химический компонент с костями человека, что придает им высокую биосовместимость и повышенный потенциал к биорезорбции [18]. Помимо гидроксиапатита (НА), другие соединения СаР, такие как дигидрат гидрофосфата кальция, трикальцийфосфат, октакальцийфосфат и многие другие, считаются предшественниками НА в жидкостях организма. Растворение соединений СаР во время повторной сорбции приводит к локальному увеличению концентрации ионов кальция и фосфата вокруг поверхности имплантата, что играет важную роль в повторном осаждении ГК.

Электролиты для осаждения контактных покрытий имеют сложный многокомпонентный состав. В процессе эксплуатации электролитов происходит изменение концентраций компонентов; накопление продуктов реакций, происходящих на аноде, катоде и в объеме растворов. Для поддержания постоянства качества, единообразия внешнего вида, сохранения состава, структуры и свойств покрытий необходимо выдерживание в заданных пределах всех компонентов электролитов.

Увеличение концентрации электролита снижает напряжение формирования оксидной пленки. Понизить напряжение формирования кристаллической фазы можно также добавлением окислителей в электролит, так как при их введении увеличивается скорость роста пленки и понижается напряжение искрения.

На сегодняшний день сообщалось, [38] о получении различных типов соединений СаР на поверхности на основе Mg с использованием аналогичного электролита. Нетрудно обнаружить, что преобразование H_2PO_4 - в HPO_4^{2-} необходимо для образования ДКФД, а образование ГА требует преобразования из H_2PO_4 – в HPO_4^{2-} . Различие в составе и морфологии определяется регулировкой подготовленных параметров, включая температуру и время осаждения, а также напряжение или ток [38]. Кроме того, значение рН и химический состав ванны также оказывают очевидное влияние на микроструктуру и свойства получаемых покрытий.

2 Материалы и методы исследования

2.1 Нанесение покрытий методом МДО

Нанесение покрытий осуществлялось при помощи установки Micro-Arc 3.0 на базе лаборатории физики наноструктурных биокomпозитов ИФПМ СО РАН. Для нанесения покрытий был разработан состав электролита, режим и параметры процесса МДО.

2.1.1 Установка Micro-Arc 3.0



Рисунок 2,1 – Внешний вид установки для МДО «MicroArc-3.0

Рисунок 2.1 показывает установки для реализации метода МДО для КФ покрытий созданный на базе ИФПМ СО РАН. Составляющие этой установки »: импульсный источник питания (1); управляющий компьютер с ПО (2); гальваническая ванна с электролитом (3); контрэлектроды (4); электрическая мешалка (5).

Установка MicroArc-3.0 (рис.2.2) состоит из импульсного источника питания, гальванической охлаждаемой ванны, комплекта электродов и программного обеспечения для управления и контроля электрофизических

параметров нанесения, а также цифрового осциллографа, позволяющего получать кинетические зависимости в ходе процесса. Данная установка позволяет работать в анодном и катодном режимах, а также варьировать параметры оксидирования в широких диапазонах.

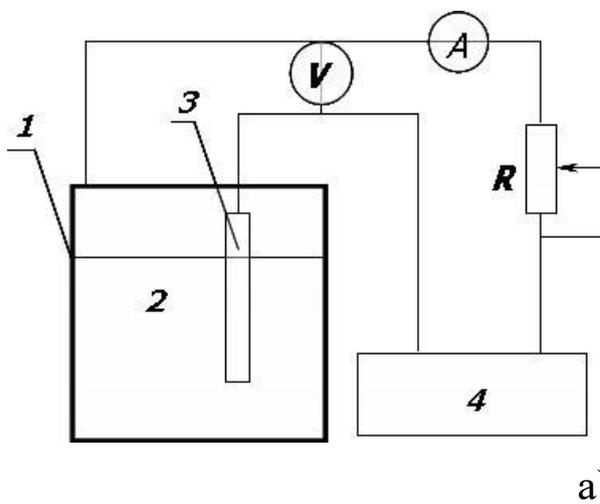


Рисунок 2,2 - Экспериментальная установка микродугового оксидирования MicroArc-3.0; а) схема установки: 1 – ванна – катод, 2 – электролит, 3 – образец – анод, 4 – импульсный источник питания.

2.1.2 Выбор режима и параметров процесса МДО

Нанесение покрытий было проведено в анодном потенциостатическом режиме. Параметры процесса МДО варьировали в следующих пределах: длительность импульсов – 100 мкс, частота следования импульсов – 50 Гц, начальная плотность тока – 0,13 А/см², длительность процесса – 10 мин, электрическое напряжение – 350-500 В.

2.1.3 Разработка состава электролита

В качестве электролита использовали – суспензию щелочного состава. В состав электролита входили бета – трикальцийфосфат β Ca₃(PO₄)₂, в качестве

дисперсионной фазы, гидроксид натрия (Na(OH)), фторид натрия (NaF), в разных пропорциях. Химический состав электролита приведен в таблице 4.

Таблица 4 - Химический состав электролита

Соединение	Содержание соединений в электролите, г / л
β -Ca ₃ (PO ₄) ₂	30-70
NaOH	5-10
NaF	3-5
pH	10-11

2.1.4 Подготовка образцов Mg сплава для нанесения покрытий методом МДО

В исследованиях были использованы пластинки сплава Mg0.8Ca размером 10×10×1. Подготовка образцов к нанесению покрытия включала в себя механическую обработку (шлифовку) с помощью наждачной бумаги номер 120, 480, 600 и 1200, обезжиривание поверхности ПАВ раствором после механической обработки, очистку спиртом в ультразвуковой мойке в течение 5 мин при температуре 50°C, промывку в дистиллированной воде в течение 5-10 мин, и сушку в сушильном шкафу в течение 30 мин при температуре 150 °С.

2.1.5 Обработка методом импульсного электронного облучения

Структурно фазовое модифицирование поверхностных слоев металлокерамических сплавов при импульсном электронно-пучковом облучении является новым эффективным методом упрочнения, а также служащим для улучшения коррозионных характеристик твердых сплавов.

В последние десятилетия технология обработки импульсным электронным пучком (ИЭО) быстро превратилась в эффективный метод обработки поверхности металлических материалов благодаря своим преимуществам по сравнению с традиционными методами обработки. Некоторые предыдущие исследования показали, что модификация поверхности ИЭО является эффективным способом улучшения поверхностных свойств сплавов Mg [15,16]. По сравнению с другими традиционными методами обработки поверхности, такими как модификация поверхности лазерным лучом и ионным лучом, он особенно выгоден из-за процессов быстрого плавления, легирования и быстрого охлаждения ($\sim 10^7$ К / с), вызванных энергосвободением электронного луча вблизи поверхность металлических материалов в течение нескольких микросекунд ($\sim 10^{-6}$ с). В результате модификаций микроструктуры и фазовых изменений в поверхностном слое можно значительно улучшить твердость, коррозионную и износостойкость. Кроме того, состав поверхностного слоя материалов может быть изменен за счет легирования ИЭО, в то время как материалы подложки остаются неизменными.

Изменения износостойкости и коррозионной стойкости сплавов Mg после обработки НСРЕВ исследовались в некоторых предыдущих работах. Gao et al. [40] выполнили обработку ИЭО на поверхности сплава Mg₆₇Zn₃₀Y₃, содержащего квазикристаллы, и обнаружили, что состав в поверхностном слое был гомогенизированным. Результаты испытаний на износ показали, что износостойкость образцов, обработанных ИЭО, была улучшена в 1,2 раза по сравнению с износостойкостью необработанного образца. Основным фактором повышения износостойкости было образование метастабильной структуры в

поверхностном слое. Обработка НСРЕВ сплава Mg AZ31 в так называемом «режиме испарения» показала, что износостойкость сплава была значительно улучшена за счет селективного испарения Mg над Al и образования пересыщенного твердого раствора в поверхностном слое [20]. Нао et al. [41,42] исследовали модификации поверхности сплава AZ91+Mg путем обработки ИЭО и наблюдали образование нанозернистых и обогащенных алюминием микроструктур в модифицированных поверхностных слоях. В результате микротвердость поверхности и коррозионная стойкость в водном растворе NaCl заметно улучшились.

Модифицирование образца проводилось на установке Электронно-пучковая установка «РИТМ-ИЗ» для получения импульсных низкоэнергетических сильноточечных электронных пучков (НСЭП). (Рис.2.3)

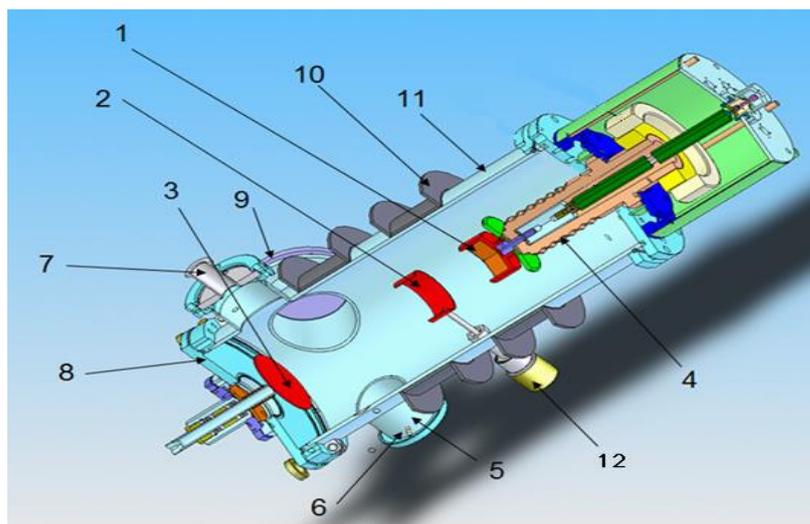


Рисунок 2.3 - Схематичный разрез ИЭО.

1 – взрывоэмиссионный катод; 2 – анод отражательного разряда; 3 – коллектор (держатель образцов); 4 – проходной изолятор пушки; 5 – патрубок пристыковки турбомолекулярного насоса; 6 – патрубок напуска газа; 7 – патрубок датчика вакуума; 8 – выходной фланец (дверца); 9 – резервный патрубок; 10 – катушка соленоида; 11 – корпус (труба из нержавеющей стали); 12 – анодный ввод.

В общих чертах механизм генерации СЭП выглядит следующим образом. После напуска рабочего газа и создания за несколько миллисекунд в ЭП квазистационарного ведущего магнитного поля осуществляется зажигание разряда (ОР) (рис. 2.3) путем подачи положительного импульса (около 5 кВ) на

кольцевой анод ЭП. Разрядная ячейка образована этим анодом и двумя катодами: одним из катодов ОР является взрывоэмиссионный катод ЭП, другим – коллектор пучка. Ток разряда составляет около 120-150 А, а длительность – около 60-100 мкс. Время запаздывания перехода ОР в сильноточную стадию существенно зависит от давления и рода рабочего газа; при давлении аргона 5×10^{-4} Торр оно составляет 20-25 мкс. В результате горения разряда образуется столб анодной плазмы (АП) с концентрацией около $(3-10) \times 10^{12}$ см⁻³. Через некоторое время задержки, отсчитываемое от момента перехода ОР в сильноточную стадию (обычно 10-30 мкс) на катод ЭП подается импульс ускоряющего напряжения отрицательной полярности амплитудой до 30 кВ и фронтом 20-100 нс. Электрическое поле сосредотачивается в прикатодном слое объемного заряда ионов, достигая при этом значительных величин (до 400 кВ/см). На катоде происходит возбуждение взрывной электронной эмиссии с образованием плотной прикатодной плазмы – эмиттера электронов. Приложенное к диоду ускоряющее напряжение сосредотачивается в двойном слое (ДС) между катодной и анодной плазмами, в котором и происходит формирование пучка.

2.1.6 Исследование морфологии поверхности и химического состава покрытий методом растровой электронной микроскопии (РЭМ)

Электронный сканирующий микроскоп (SEM) использует сфокусированный пучок электронов высокой энергии для генерации различных сигналов на поверхности твердых образцов. Сигналы, возникающие при взаимодействии электронов с образцом, раскрывают информацию об образце, включая внешнюю морфологию (текстуру), химический состав, кристаллическую структуру и ориентацию материалов, составляющих образец. В большинстве приложений данные собираются по выбранной области поверхности образца, и создается двухмерное изображение, отображающее пространственные вариации этих свойств. Области шириной от 1 см до 5 микрон

могут быть отображены в режиме сканирования с использованием обычных методов SEM (увеличение от 20X до примерно 30,000X, пространственное разрешение от 50 до 100 нм). SEM также может выполнять анализ выбранных точек на образце; этот подход особенно полезен при качественном или полуколичественном определении химического состава (с использованием EDS), кристаллической структуры и ориентации кристаллов (с использованием EBSD). Конструкция и функции SEM очень похожи на EPMA, и возможности этих двух инструментов значительно перекрываются.

Ускоренные электроны в РЭМ несут значительное количество кинетической энергии, и эта энергия рассеивается в виде множества сигналов, создаваемых взаимодействиями электронов с образцом, когда падающие электроны замедляются в твердом образце. Эти сигналы включают вторичные электроны (которые создают изображения SEM), обратно рассеянные электроны (BSE), дифрагированные обратно рассеянные электроны (EBSD, которые используются для определения кристаллических структур и ориентации минералов), фотоны (характеристические рентгеновские лучи, которые используются для элементного анализа и континуума. Рентгеновские лучи), видимый свет (катодолюминесценция - КЛ) и тепло.

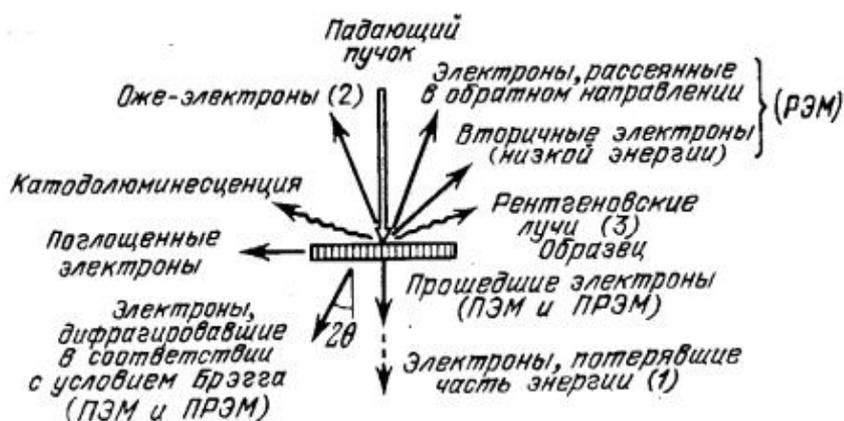


Рисунок 2.4 - Виды излучения возникающие при взаимодействии электронного пучка с веществом

Вторичные электроны и обратно рассеянные электроны обычно используются для визуализации образцов: вторичные электроны наиболее ценны для демонстрации морфологии и топографии образцов, а обратно рассеянные электроны наиболее ценны для иллюстрации контрастов в составе многофазных образцах (то есть для быстрой фазовой дискриминации).

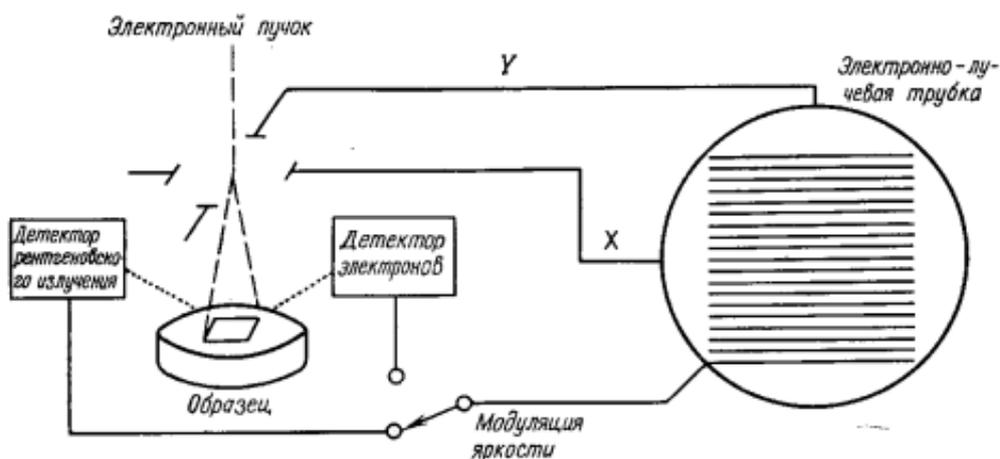


Рисунок 2.5 - Принципиальная схема растрового микроскопа

Генерация рентгеновского излучения возникает в результате неупругих столкновений падающих электронов с электронами в дискретных орбиталях (оболочках) атомов в образце. Когда возбужденные электроны возвращаются в состояния с более низкой энергией, они излучают рентгеновские лучи с фиксированной длиной волны (что связано с разницей в уровнях энергии электронов в разных оболочках для данного элемента). Таким образом, характерные рентгеновские лучи производятся для каждого элемента в минерале, который «возбуждается» электронным лучом. СЭМ-анализ считается «неразрушающим»; то есть рентгеновские лучи, генерируемые электронным взаимодействием, не приводят к потере объема образца, поэтому можно повторно анализировать одни и те же материалы. [43]

2.1.7 Определение фазового состава методом рентгенофазового анализа (РФА)

Элементный состав многофазного материала может быть получен химическими и спектроскопическими методами. Однако эти методы сталкиваются с большими трудностями при различении химической идентичности фаз, присутствующих в материале, и при получении фракций конкретных фаз. Порошковая дифракция рентгеновских лучей кажется идеальным методом для анализа многофазного материала. Каждая кристаллическая фаза материала дает свою характеристическую дифракционную картину независимо от других фаз; этот факт позволяет выделить интересующую фазу и определить ее долю. Интенсивности дифракционных линий данной фазы пропорциональны ее доле, и соответствующий количественный анализ может быть выполнен после применения поправки на поглощение рентгеновских лучей в материале. Этот метод испытаний выполняется путем направления рентгеновского луча на образец и измерения интенсивности рассеяния как функции выходящего направления. После разделения луча рассеяние, также называемое дифракционной картиной, указывает на кристаллическую структуру образца. Затем используется метод уточнения Ритвельда, чтобы охарактеризовать кристаллическую структуру, которая, скорее всего, обеспечила наблюдаемую картину.

Каждое химическое соединение или фаза немного по-разному отражает рентгеновские лучи и поэтому имеет разную дифракционную картину. Смесь соединений дает узор, состоящий из узоров всех отдельных соединений. Взаимодействие падающих лучей с образцом вызывает конструктивную интерференцию (и дифрагированный луч), когда условия удовлетворяют закону Брэгга ($n\lambda = 2d \sin \theta$).

Таким образом, чтобы идентифицировать соединения, присутствующие в смеси, полученный образец сравнивается с большой базой данных образцов. Часто линии пересекаются, поэтому важны опыт и суждения. В качестве ориентира, когда идентификация фазы завершена, пики классифицируются как основные, второстепенные или следовые.



Рисунок 2.6 - Условие Брегга-Вульфа

Этот закон связывает длину волны электромагнитного излучения с углом дифракции и шагом решетки в кристаллическом образце. Затем эти дифрагированные рентгеновские лучи обнаруживаются, обрабатываются и подсчитываются.

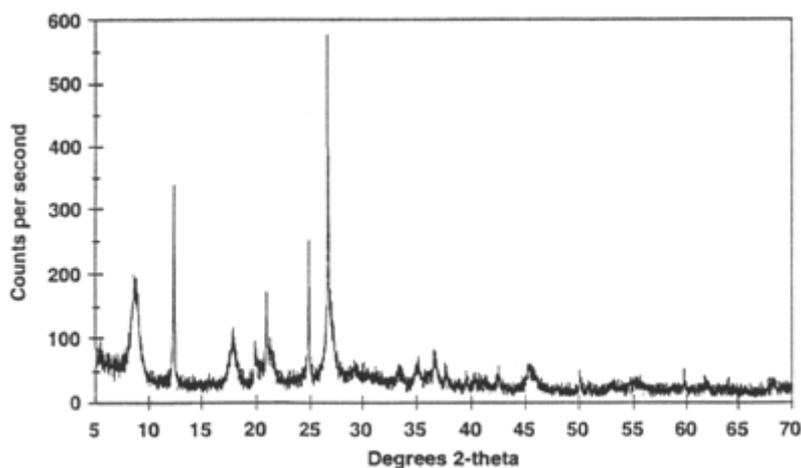


Рисунок 2.7 - Рентгеновская дифрактограмма.

Положения пиков возникают там, где рентгеновский луч дифрагирует на кристаллической решетке

Рентгеновские дифрактометры состоят из трех основных элементов: рентгеновской трубки, держателя образца и детектора рентгеновского

излучения. Рентгеновские лучи генерируются в электронно-лучевой трубке путем нагрева нити накала для образования электронов, ускоряющих электроны по направлению к цели за счет приложения напряжения и бомбардировка материала мишени электронами. Когда электроны обладают достаточной энергией, чтобы вытеснить электроны внутренней оболочки материала мишени, создаются характерные рентгеновские спектры. Эти спектры состоят из нескольких компонентов, наиболее распространенными из которых являются $K\alpha$ и $K\beta$. $K\alpha$ частично состоит из $K\alpha_1$ и $K\alpha_2$. $K\alpha_1$ имеет немного меньшую длину волны и вдвое большую интенсивность, чем $K\alpha_2$. Определенные длины волн характерны для материала мишени (Cu, Fe, Mo, Cr). Для получения монохроматических рентгеновских лучей, необходимых для дифракции, требуется фильтрация фольгой или кристаллическими монохроматорами. $K\alpha_1$ и $K\alpha_2$ достаточно близки по длине волны, поэтому используется их средневзвешенное значение. Медь является наиболее распространенным материалом мишени для дифракции на монокристаллах с излучением $CuK\alpha = 1,5418\text{\AA}$. Эти рентгеновские лучи коллимируются и направляются на образец. При вращении образца и детектора регистрируется интенсивность отраженных рентгеновских лучей. Когда геометрия падающих рентгеновских лучей, падающих на образец, удовлетворяет уравнению Брэгга, возникает конструктивная интерференция и возникает пик интенсивности. Детектор регистрирует и обрабатывает этот рентгеновский сигнал и преобразует сигнал в скорость счета, которая затем выводится на устройство, такое как принтер или монитор компьютера. [44]

2.1.8 Исследование адгезионной прочности при помощи склерометрического метода.

Испытание используется для определения прочности связи между покрытием и основным материалом. Алмазная игла протягивается с возрастающей нагрузкой на тестируемую систему покрытия. Затем оценивается

образовавшаяся царапина. В ходе испытания на царапину можно наблюдать различные дефекты покрытия, такие как трещины или сколы. Например, разделение слоев можно проанализировать с помощью микроскопического исследования.

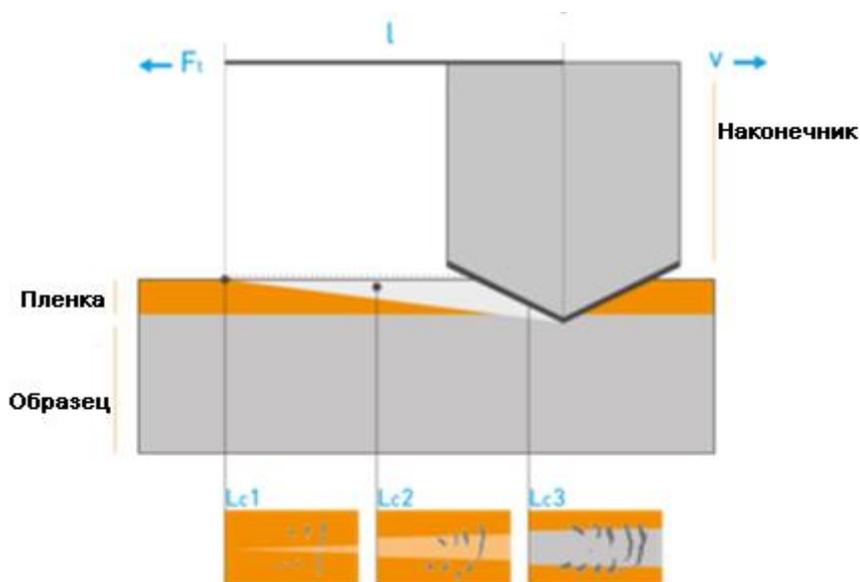


Рисунок 2.8 – Испытание адгезионной прочности скрэтч-тестом

Испытательное усилие, оказываемое алмазным наконечником на поверхность, может либо оставаться постоянным, либо увеличиваться. Постоянное испытательное усилие подходит для определения твердости материала до царапин. Однако в большинстве измерений используется прогрессивный режим. Здесь сила индентора увеличивается ступенчато или линейно.

При очень малых нагрузках покрытие может противостоять наконечнику. Но по мере увеличения силы увеличивается и напряжение материала - до определенной точки, когда наступает разрушение материала: критическая нагрузка. Образцы повреждений (трещины) от характерных для конкретного покрытия; наконец, покрытие отслаивается. Критическая нагрузка, при которой впервые наблюдается отслаивание, определяется как мера адгезии слоя. Кроме того, сила трения и акустическая эмиссия регистрируются во время измерения и используются для поддержки интерпретации результатов.

2.1.9 Определение коррозионной стойкости сплава Mg0.8Ca и кальцийфосфатных покрытий на поверхности сплава Mg0.8Ca

Эксперимент по биорезорбции образцов чистого сплава Mg0.8Ca и покрытий проводили по ГОСТ ISO 10993 -15-2011 в физиологическом водном растворе с 0,9% NaCl в течение 16 суток. С периодичностью 12 часов образцы извлекали и промывали в дистиллированной воде. Измеряли массу, рассчитывали потерю массы. Результаты оформили в виде графиков зависимости потери массы (%) от времени. Состояние поверхности образцов исследовали с помощью оптического микроскопа.

4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Перспективность научного исследования определяется не только ни сколько масштабом открытия, сколько коммерческой ценностью разработки. Оценка коммерческой ценности (потенциала) разработки является необходимым условием при поиске источников финансирования для проведения научного исследования и коммерциализации его результатов.

Целью данного раздела является определение перспективности и успешности научно-исследовательского проекта, разработка механизма управления и сопровождения конкретных проектных решений на этапе реализации.

4.1 Предпроектный анализ

4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

К основным сегментам научно-исследовательского проекта можно отнести медицинские и образовательные учреждения, небольшие предприятия производства медицинских приложений. Конечным продуктом, который будет реализован в данных сегментах, являются имплантаты медицинского назначения, а именно травматологические и стоматологические.

4.1.2. Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

Анализ конкурирующих разработок, необходимо проводить систематически, поскольку существующие рынки пребывают в постоянном движении. Данный вид анализа помогает вносить коррективы в научное исследование, чтобы успешнее противостоять своим конкурентам.

Данный анализ был проведен с помощью оценочной карты, которая приведена в таблице 4.1.

Таблица 4.1 - 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 Энергоэффективность	0,1	5	4	3	0,5	0,4	0,3
2. Уровень материалоемкости разработки	0,18	5	3	3	0,9	0,54	0,54
3. Надежность	0,05	5	4	3	0,25	0,2	0,15
4. Простота эксплуатации	0,1	5	3	3	0,5	0,3	0,3
5. Качество интеллектуального интерфейса	0,09	5	3	3	0,45	0,27	0,27
Экономические критерии оценки эффективности							
1. Конкурентоспособность продукта	0,07	5	4	3	0,35	0,28	0,21
2. Уровень проникновения на рынок	0,07	4	5	5	0,28	0,35	0,35
3. Цена	0,07	5	4	4	0,35	0,28	0,28
4. Предполагаемый срок эксплуатации	0,08	5	5	5	0,4	0,4	0,4
5. Послепродажное обслуживание	0,06	5	3	2	0,3	0,18	0,12
6. Финансирование научной разработки	0,03	4	5	4	0,12	0,15	0,12
7. Срок выхода на рынок	0,04	5	4	4	0,2	1,16	0,16
8. Наличие сертификации разработки	0,06	4	5	4	0,24	0,3	0,24
Итого	1	62	52	46	4,84	3,81	3,44

Критерии для сравнения и оценки ресурсоэффективности и ресурсосбережения, приведенные в табл. 1, подбираются, исходя из выбранных

объектов сравнения с учетом их технических и экономических особенностей разработки, создания и эксплуатации.

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

Анализ конкурентных технических решений определяется по формуле:

$$K = \sum B_i \cdot b_i, \quad (4.1)$$

где K – конкурентоспособность научной разработки или конкурента;

B_i – вес показателя (в долях единицы);

b_i – балл i -го показателя.

Итогом данного анализа, действительно способным заинтересовать партнеров и инвесторов, может стать выработка конкурентных преимуществ, которые помогут создаваемому продукту завоевать доверие покупателей посредством предложения товаров, заметно отличающихся либо высоким уровнем качества при стандартном наборе определяющих его параметров, либо нестандартным набором свойств, интересующих покупателя.

4.1.3. 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. Он проводится в несколько этапов.

В первом этапе описываются сильные и слабые стороны проекта, выявляются возможности и угрозы для реализации проекта, которые проявились или могут появиться в его внешней среде.

Второй этап состоит в выявлении соответствия сильных и слабых сторон научно-исследовательского проекта внешним условиям окружающей среды.

Соответствия или несоответствия помогут выявить степень необходимости проведения стратегических изменений. В рамках данного этапа строится интерактивная матрица проекта (таблица 4.1). Ее использование помогает разобраться с различными комбинациями взаимосвязей областей матрицы SWOT. Каждый фактор помечаем либо знаком «+» (означает сильное соответствие сильных сторон возможностям), либо знаком «-» (что означает слабое соответствие); «0» – если есть сомнения в том, что поставить «+» или «-». Результаты первого этапа SWOT-анализа представлены в табличной форме (таблица 4.2).

Таблица 4.2 – SWOT-анализ

	<p>Сильные стороны научно-исследовательского проекта:</p> <p>С1. Эффективный и удобный способ получения кальцийфосфатных покрытий с хорошими физико-химическими свойствами.</p> <p>С2. Методом МДО можно наносить покрытия на изделия сложной формы.</p> <p>С3. Отсутствие необходимости специальной предварительной подготовки поверхности (металлического образца).</p>	<p>Слабые стороны научно-исследовательского проекта:</p> <p>Сл1. Требования в биомедицинских исследованиях.</p> <p>Сл2. Широкий спектр разных методов модификации поверхности имплантатов, кроме МДО.</p> <p>Сл3. Недостаток финансовых средств.</p> <p>Сл4. Отсутствие необходимого оборудования для проведения испытания</p>

	<p>С4. Большие возможности управления структурой и морфологией покрытий.</p> <p>С5. Экологичность технологии</p>	опытного образца.
<p>Возможности:</p> <p>В1. Использование научно-исследовательских достижений ТПУ</p> <p>В2. Появление дополнительного спроса на новый продукт</p> <p>В3. Повышение стоимости конкурентных разработок</p>		
<p>Угрозы:</p> <p>У1. Отсутствие спроса на новые технологии</p> <p>У2. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства</p> <p>У3. Введения дополнительных государственных</p>		

требований к сертификации продукции		
---	--	--

Таблица 4.3 – Интерактивная матрица проекта

Сильные стороны проекта						
Возможности проекта		C1	C2	C3	C4	C5
	B1	+	-	-	-	-
	B2	+	+	+	+	+
	B3	0	0	0	0	-
Слабые стороны проекта						
Возможности проекта		Сл.1	Сл.2	Сл.3	Сл.4	
	B1	-	0	+	-	
	B2	0	+	+	0	
	B3	+	0	0	0	
Сильные стороны проекта						
Угрозы проекта		C1	C2	C3	C4	C5
	У1	-	-	-	-	-
	У2	-	-	-	-	-
	У3	0	0	0	0	0
Слабые стороны проекта						

Угрозы проекта		Сл.1	Сл.2	Сл.3	Сл.4
	У1	-	+	+	+
	У2	+	-	0	-
	У3	0	-	-	+

В рамках третьего этапа составлена итоговая матрица SWOT-анализа (таблица 4.4).

Таблица 4.4 – Итоговая матрица SWOT-анализа

	<p>Сильные стороны научно-исследовательского проекта:</p> <p>С1. Эффективный и удобный способ получения кальцийфосфатных покрытий с хорошими физико химическими свойствами.</p> <p>С2. Методом МДО можно наносить покрытия на изделиях сложной формы.</p> <p>С3. Отсутствие необходимости специальной предварительной подготовки поверхности (металлического образца).</p> <p>С4. Большие возможности управления структурой и морфологией покрытий.</p> <p>С5. Экологичность технологии</p>	<p>Слабые стороны научно-исследовательского проекта:</p> <p>Сл1. Требования в биомедицинских исследованиях.</p> <p>Сл2. Широкий спектр разных методов модификации поверхности имплантатов, кроме МДО.</p> <p>Сл3. Недостаток финансовых средств.</p> <p>Сл4. Отсутствие необходимого оборудования для проведения испытания</p>
--	--	---

		опытного образца
<p>Возможности:</p> <p>В1. Использование научно-исследовательских достижений ТПУ</p> <p>В2. Появление дополнительного спроса на новый продукт</p> <p>В3. Повышение стоимости конкурентных разработок</p>	<p>При использовании инновационной инфраструктуры ТПУ, упрощаются процессы обработки данных, полученных после проведения экспериментов. Появление спроса на новый продукт может быть увеличен за счет технологичности и экологичности продукта</p>	<p>Большое количество послеэкспериментальных исследований не всегда позволяет произвести весь объем обработки данных.</p> <p>Если использовать инновационную инфраструктуру и необходимые оборудования для проведения испытания опытного образца в ТПУ, то появится возможность избавиться от недостатка финансовых средств.</p>
<p>Угрозы:</p> <p>У1. Отсутствие спроса на новые технологии</p> <p>У2. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства</p> <p>У3. У руководства НИР проблемы с</p>	<p>На сегодняшний день существует широкий спектр разных методов модификации поверхности имплантатов, которые широко применяются в других научных организациях, поэтому может возникнуть проблема вывода имплантатов, модифицированных методом МДО, на рынок</p>	<p>Отсутствие спроса на новые технологии, могут ограничить поступление финансовых средств</p>

материально-техническим обеспечением		
--------------------------------------	--	--

4.2. Оценка готовности проекта к коммерциализации

Для того, чтобы оценить готовность научной разработки к коммерциализации необходимо заполнить специальную форму, содержащую показатели о степени проработанности проекта с позиции коммерциализации и компетенциям разработчика научного проекта. Таблица оценки готовности проекта к коммерциализации приведена в таблице 4.4

Таблица 4.5 – 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	4
2.	Определены перспективные направления коммерциализации научно-технического задела	3	4
3.	Определены отрасли и технологии (товары, услуги) для предложения на рынке	5	5
4.	Определена товарная форма научно-технического задела для представления на рынок	4	5
5.	Определены авторы и осуществлена охрана их прав	3	3
6.	Проведена оценка стоимости интеллектуальной собственности	2	2
7.	Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта	2	3

8.	Разработан бизнес-план коммерциализации научной разработки	2	2
9.	Определены пути продвижения научной разработки на рынок	3	4
10.	Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки	3	3
11.	Проработаны вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок	3	2
12.	Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот	3	3
13.	Проработаны вопросы финансирования коммерциализации научной разработки	2	2
14.	Имеется команда для коммерциализации научной разработки	3	3
15.	Проработан механизм реализации научного проекта	2	3
	ИТОГО БАЛЛОВ	44	47

По итогам таблицы видим, что $B_{\text{сум}}$ равно 44 и 47, что говорит о том, что перспективность разработки знания разработчика выше среднего.

4.3 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования

При коммерциализации научно-технических разработок продавец (а это, как правило, владелец соответствующих объектов интеллектуальной собственности), преследует вполне определенную цель, которая во многом зависит от того, куда в последующем он намерен направить (использовать, вложить) полученный коммерческий эффект. Это может быть получение средств для продолжения своих научных исследований и разработок (получение финансирования, оборудования, уникальных материалов, других научно-технических разработок и т.д.), одноразовое получение финансовых ресурсов для каких-либо целей или для накопления, обеспечение постоянного притока финансовых средств, а также их различные сочетания.

При этом время продвижения товара на рынок во многом зависит от правильности выбора метода коммерциализации. Задача данного раздела магистерской диссертации – это выбор метода коммерциализации объекта исследования и обоснование его целесообразности. Для того чтобы это сделать необходимо ориентироваться в возможных вариантах.

Выделяют следующие методы коммерциализации научных разработок.

1. *Торговля патентными лицензиями*, т.е. передача третьим лицам права использования объектов интеллектуальной собственности на лицензионной основе. При этом в патентном законодательстве выделяющие виды лицензий: исключительные (простые), исключительные, полные лицензии, сублицензии, опционы.

2. *Передача ноу-хау*, т.е. предоставление владельцем ноу-хау возможности его использовать другим лицом, осуществляемое путем раскрытия ноу-хау.

3. *Инжиниринг* как самостоятельный вид коммерческих операций предполагает, предоставление на основе договора инжиниринга одной стороной, именуемой консультантом. Другой стороне, именуемой заказчиком, комплекса или отдельных видов инженерно-технических услуг, связанных с проектированием, строительством и вводом объекта в эксплуатацию, с разработкой новых технологических процессов на предприятии заказчика, усовершенствованием имеющихся производственных процессов вплоть до внедрения изделия в производство и даже сбыта продукции.

4. *Франчайзинг*, т.е. передача или переуступка (на коммерческих условиях) разрешения продавать чьи-либо товары или оказывать услуги в некоторых областях.

5. *Организация собственного предприятия*.

6. *Передача интеллектуальной собственности* в уставной капитал предприятия.

7. *Организация совместного предприятия*, т.е. объединение двух и более лиц для организации предприятия.

8. *Организация совместных предприятий, работающих по схеме «российское производство – зарубежное распространение».*

Перспективность данного научного исследования выше среднего, поэтому не все аспекты рассмотрены и изучены. Таким образом, для организации предприятия этого не достаточно (пункт 4 – 8 не подходят). Но так как основной научно-технический задел определен, этого достаточно для коммерциализации для следующих методов (пункты 1 - 3): Торговля патентной лицензией; передача ноу-хау и инжиниринг. Степени проработанности научного проекта и уровень знаний разработчика достаточно для реализации пунктов, которые были выбраны.

4.4. Инициация проекта

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

Таблица 4.6 - Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованной стороной проекта	Ожидания заинтересованных сторон
Лаборатория физики наноструктурных биокomпозитов ИФПМ СО РАН.	Получить биоактивные кальцийфосфатные покрытия и результаты исследований

Таблица 4.7 - Цели и результат проекта

Цели проекта:	Целью является создание методом МДО кальцийфосфатных биопокровов с повышенными биоактивными свойствами на биорезорбируемом магниевом сплаве, исследования структуры и свойств покрытий в зависимости от параметров процесса МДО.
Ожидаемые результаты проекта:	Получить биоактивные кальцийфосфатные покрытия и результаты исследований
Критерии приемки результата проекта:	Эффективный и удобный метод нанесения покрытий для создания имплантатов с биоактивными свойствами
Требования к результату проекта:	Требование: Биоактивность покрытий -> не отторжение организмом человека

На этапе организационной структуры работы проекта решались 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. Эту информацию представить в табличной форме (табл. 4.8)

Таблица 4.8 – Организационная структура проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудо-затраты, час.
	Седельникова М.Б. старший научный сотрудник лаборатории физики наноструктурных биоконпозитов ИФПМ СО РАН.	Руководитель По ВКР (НИР)	Координация деятельности проекта	370

Хайдар С.Х. НИ ТПУ, кафедра плазменно-пучковых технологий, студент	Исполнитель	Выполнение НИР	570
ИТОГО:			940

Таблица 4.9 - Ограничения проекта

Фактор	Ограничения/ допущения
3.1. Бюджет проекта	171198,792
3.1.1. Источник финансирования	ИФПМ СО РАН»
3.2. Сроки проекта:	01.02.17-31.05.17
3.2.1. Дата утверждения плана управления проектом	01.02.17
3.2.2. Дата завершения проекта	05.06.17

4.5 Планирование управления научно-техническим проектом

4.5.1 Иерархическая структура работ проекта

Иерархическая структура работ (ИСР) – детализация укрупненной структуры работ. В процессе создания ИСР структурируется и определяется содержание всего проекта. На таблице 4.10 представлена иерархическая структура по выпускной квалификационной работе.

Таблица 4.10 – Иерархическая структура по ВКР

Выпускная квалификационная работа	1. Разработка ТЗ на ВКР	1.1 Составление и утверждение технического задания
	2. Выбор направления исследований	2.1 Выбор направления исследования и способов; 2.2 Сбор и изучение научно- технической литературы.

	3. Теоретические и экспериментальные исследования	3.1 Разработка методики экспериментальных исследований; 3.2 Проведение экспериментальных исследований; 3.3 Анализ и обработка полученных данных.
	4. Обобщение и оценка результатов	4.1 Оценка эффективности полученных результатов; 4.2 Оформление пояснительной; 4.3 Подготовка к защите ВКР.

4.6 Планирования управления научно-техническим проектом

4.6.1 План проекта

В рамках планирования выпускной квалификационной работы построен календарный график работы (таблице 4.11).

Таблица 4.11 - Календарный план проекта

Код работ ы (из ИСР)	Название	Длительность, дни	Дата начала работ	Дата окончания работ	Состав участников (ФИО ответственных исполнителей)
1	Разработка ТЗ на ВКР	1	01.02	01.02	руководитель
2	Составление и утверждение технического задания	2	02.02	03.02	руководитель
3	Выбор направления исследования и способов решения задач	11	03.02	14.02	исполнитель
4	Сбор и изучение научно-технической литературы	23	15.02	10.03	исполнитель
5	Теоретические и экспериментальные исследования.	12	11.03	23.03	Исполнитель, руководитель
6	Разработка методики экспериментальных исследований	24	24.03	17.04	Исполнитель, руководитель
7	Проведение экспериментальных исследований	17	18.04	05.05	Исполнитель, руководитель
8	Анализ и обработка полученных результатов	11	06.05	17.05	Исполнитель, руководитель
9	Обобщение и оценка эффективности полученных результатов научно-технической литературы	4	18.05	22.05	Исполнитель, руководитель
10	Оформление пояснительной записки.	6	23.05	29.05	Исполнитель,
11	Подготовка к защите	6	30.05	14.06	Исполнитель
Итого:		117	01.02	14.06	

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. Построен график в виде таблицы 4.11 с разбивкой по месяцам и декадам (10 дней) за период времени выполнения научного проекта. Работы на графике выделены различной штриховкой в зависимости от исполнителей, ответственных за ту или иную работу.

Таблица 4.12 - Календарный план-график проведения ВКР по теме

№ работы (из ИСР)	кал. дн	Исполнители	Февраль			Март			Апрель			Май			Июнь			
			Декады															
			1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2		
1	1		▨															
2	2		▨															
3	11		■	■	■													
4	23			■	■	■	■											
5	12						▨	▨										
6	24							▨	▨	▨								
7	17										▨	▨						
8	11												▨	▨				
9	4														▨			
10	6															■		
11	6															■		



- Исполнитель



- Руководитель

4.7. Бюджет научного исследования

При планировании бюджета научного исследования должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов планируемых расходов, необходимых для его выполнения: сырье, материалы, покупные изделия и полуфабрикаты (за вычетом отходов).

Таблица 4.13 - Группировка затрат по статьям

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	Отчисления на социальные нужды	Итого плановая себестоимость
958,5	82857,66	63175,541	5254,431	18952,66	171198,792
1000	90000	70000	10000	20000	191000

Таблица 4.14 - Сырье, материалы, комплектующие изделия и покупные полуфабрикаты

Наименование	Единица измерения	Количество	Цена за единицу, руб	Сумма, руб.
Вода дистиллированная	л.	2	50	100
Электролиты: Фосфат натрия	кг.	0,45	290	130,5
Спирт	л	2	130	260

Лабораторная химическая посуда	мл.	0,08	5000	400
Сплав магния		1	50	50
Всего за сырье и материалы:				940,5
Транспортно-заготовительные расходы (3-5 %)				18
Итого по статье См				958,5

4.7.1 Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

Таблица 4.15 - Расчет затрат по статье «Спецоборудование для научных работ»

Наименование оборудования	Стоимость оборудования, руб.	Норма амортизации, %	Время использования, час	Сумма амортизационных отчислений, руб
Компьютер	20000	-	720	20000
Установка МДО Microarc-3.0	2150000	10	12	430
Ультразвуковая мойка	5990	-	2	5990
Растровый электронный микроскоп	5200000	8,3	32	2300
Просвечивающий электронный микроскоп	45000000	6	36	16200
Профилометр	35000	-	- 5	35000
Дифрактометр ДРОН-7	4700000	7,6	32	1905,06
Итого по статье Са				82857,66

--	--	--	--	--

4.7.2 Основная заработная плата

Таблица 4.16 - Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Магистр
Календарное число дней	117	117
Количество нерабочих дней		
- выходные дни	38	50
- праздничные дни	15	15
Потери рабочего времени		
- отпуск	7	-
- невыходы по болезни		
Действительный годовой фонд рабочего времени	57	52

Таблица 4.17 - Расчёт основной заработной платы

Исполнители	З _б , руб.	k _р	З _м , руб	З _{дн} , руб.	T _р , раб.дн.	З _{осн} , руб.
Руководитель	15600,32	1,3	20280,416	921,83	57	52544,31
Магистрант	2275			103,40	52	5376,8

4.7.3 Дополнительная заработная плата научно-производственного персонала

Таблица 4.18 - Заработная плата исполнителей НТИ

Заработная плата	Руководитель	Магистрант
Основная зарплата	52544,31	5376,8

Дополнительная зарплата	5254,431	-
Итого по статье $C_{зп}$	57798,741	5376,8

4.7.4 Отчисления на социальные нужды

Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

$$C_{внеб} = k_{внеб} \cdot (З_{осн} + З_{доп}), \quad (4.2)$$

где $k_{внеб} = 30\%$ коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

Таблица 4.19 - Отчисления на социальные нужды

	Руководитель	Магистрант
Зарплата	52544,31	5376,8
Отчисления на социальные нужды	17339,6223	1613,04

4.7.5 Организационная структура проекта

Таблица 4.20 - Выбор организационной структуры научного проекта

Критерии выбора	Функциональная	Матричная	Проектная
Степень неопределенности условий реализации проекта	Низкая	Высокая	Высокая
Технология проекта	Стандартная	Сложная	Новая
Сложность проекта	Низкая	Средняя	Высокая
Взаимозависимость между отдельными частями проекта	Низкая	Средняя	Высокая

Критичность фактора времени (обязательства по срокам завершения работ)	Низкая	Средняя	Высокая
Взаимосвязь и взаимозависимость проекта от организаций более высокого уровня	Высокая	Средняя	Низкая

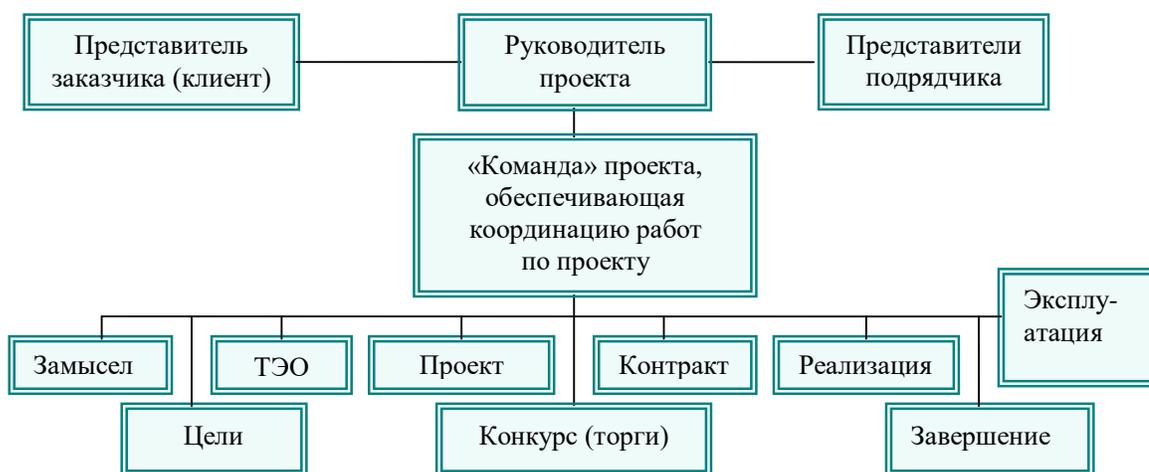


Рисунок 4.1 - Проектная структура проекта

Вывод: на основе проведенного анализа выбора организационной структуры научного проекта, было выявлено, что наиболее выгодной является проектная структура.

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

Эффективность научного ресурсосберегающего проекта включает в себя социальную эффективность, экономическую и бюджетную эффективность. Показатели общественной эффективности учитывают социально-экономические

последствия осуществления инвестиционного проекта как для общества в целом, в том числе непосредственные результаты и затраты проекта, так и затраты, и результаты в смежных секторах экономики, экологические, социальные и иные внеэкономические эффекты.

Показатели экономической эффективности проекта учитывают финансовые последствия его осуществления для предприятия, реализующего данный проект. В этом случае показатели эффективности проекта в целом характеризуют с экономической точки зрения технические, технологические и организационные проектные решения.

Бюджетная эффективность характеризуется участием государства в проекте с точки зрения расходов и доходов бюджетов всех уровней.

4.8.1 Динамические методы экономической оценки инвестиций

Динамические методы оценки инвестиций базируются на применении показателей:

- чистая текущая стоимость (**NPV**);
- срок окупаемости (**DP**);
- 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. Теоретически чистые денежные поступления можно приводить к любому моменту времени (к будущему либо текущему периоду). Но для практических целей оценку инвестиции удобнее осуществлять на момент принятия решений об инвестировании средств.

4.8.2 Чистая текущая стоимость (NPV)

Данный метод основан на сопоставлении дисконтированных чистых денежных поступлений от операционной и инвестиционной деятельности.

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

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

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

I₀ – разовые инвестиции, осуществляемые в нулевом году;

t – номер шага расчета (**t=0, 1, 2... n**);

n – горизонт расчета;

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 4.21 - Расчет чистой текущей стоимости по проекту в целом

№	Наименование показателей	Шаг расчета				
		0	1	2	3	4
1.	Выручка от реализации, тыс.руб	0	213,99 8	213,998	213,998	213,998

2.	Итого приток	0	213,99 8	213,998	213,998	213,998
3.	Инвестиционные издержки, тыс.руб.	- 171,198	0	0	0	0
4.	Операционные затраты, тыс. руб С+Ам+ФОТ	0	16,7	16,7	16,7	16,7
4.1	Налогооб прибыль=1-4	0	197,29 8	197,298	197,298	197,298
5.	Налоги Выр-опер=донал.приб*20%	0	39,459	39,459	39,459	39,459
6.	Итого отток Опер.затр+налоги	- 171,198	56,159	56,159	56,159	56,159
7.	Чистый денежный поток ЧДП=Пчист+Ам Пчист=Пдонал.-налог	- 171,198	115,03 9	115,039	115,039	115,039
8.	Коэффициент дисконтирования (приведения при $i=0,20$)	1,0	0,833	0,694	0,578	0,482
9.	Дисконтированный чистый денежный поток ($c7*c8$)	- 171,198	95,827	79,837	66,492	55,448
10.	То же нарастающим итогом (NPV = 126,406)	- 171,198	- 75,371	4,466	70,958	126,406

Таким образом, чистая текущая стоимость по проекту в целом составляет 126406 д. ед., что позволяет судить о его эффективности.

4.8.3 Дисконтированный срок окупаемости

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

Этот недостаток устраняется путем определения дисконтированного срока окупаемости.

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

Наиболее приемлемым методом установления дисконтированного срока окупаемости является расчет кумулятивного (нарастающим итогом) денежного потока (см. табл. 19).

Таблица 4.22 - Дисконтированный срок окупаемости

№	Наименование показателя	Шаг расчета				
		0	1	2	3	4
1.	Дисконтированный чистый денежный поток ($i=0,20$)	-171,198	95,827	79,837	66,492	55,448
2.	То же нарастающим итогом	-171,198	-75,371	4,466	70,958	126,406
3.	Дисконтированный срок окупаемости	$PP_{дск} = 1 + 75,371 / 79,837 = 1,9$ года				

4.8.4 Внутренняя ставка доходности (IRR)

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 расчете внутренней ставки доходности (IRR).

Между чистой текущей стоимостью (NPV) и ставкой дисконтирования (i) существует обратная зависимость. Эта зависимость следует из таблицы 20 и графика, представленного на рисунке 2.

Таблица 4.23 - зависимость NPV от ставки дисконтирования

№ п/п	Наименование показателя	0	1	2	3	4	NPV
1	Чистые денежные потоки	-171,198	115,039	115,039	115,039	115,039	
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	
	$i=0,4$	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	
	$i = 0.8$	1	0.588	0.308	0.171	0.095	
3	Дисконтированный денежный поток						
	$i=0,1$	-171,198	104,57	95,022	86,39	78,57	193,354
	$i=0,2$	-171,198	95,82	79,83	66,49	55,44	126,382

	$i=0,4$	-171,198	82,13	58,66	41,87	29,91	41,372
	$i=0,5$	-171,198	76,73	51,07	33,93	22,77	13,30
	$I=0.6$	-171,198	71,99	44,92	28,10	10,94	-15,248

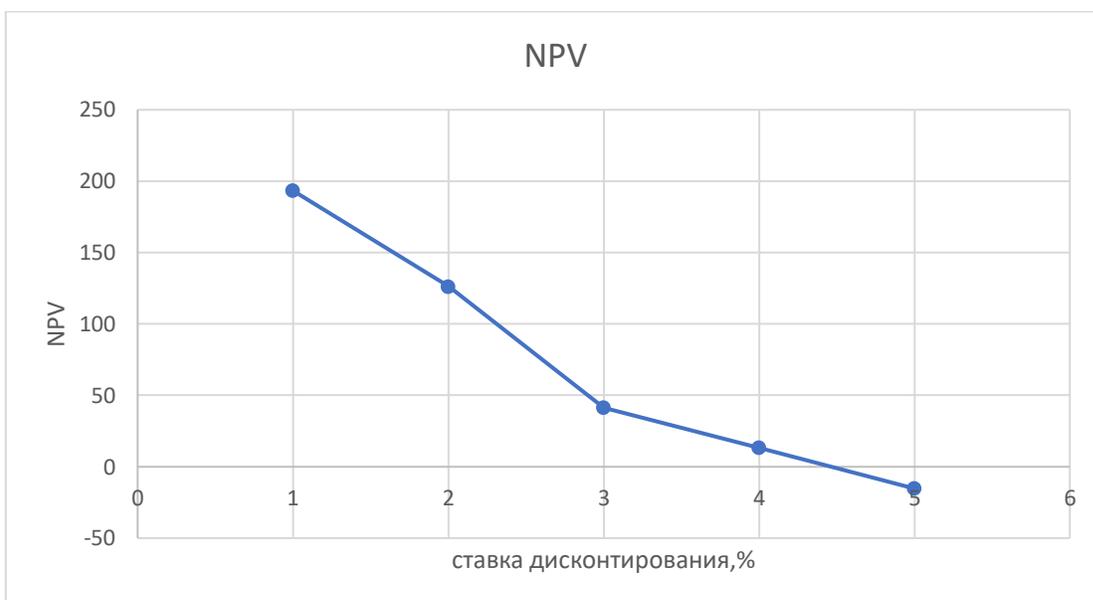


Рисунок 4.2 – Зависимость NPV от ставки дисконтирования

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 0,50.

4.9 Индекс доходности (рентабельности) инвестиций (PI)

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

Расчет этого показателя осуществляется по формуле

$$PI = \sum_{t=1}^n \frac{ЧПД_t}{(1+i)^t} / I_0, \quad (4.3)$$

где I_0 – первоначальные инвестиции.

$$PI = \frac{95,827 + 79,837 + 66,492 + 55,448}{171.198} = 1,7$$

$PI=1,7>1$, следовательно, проект эффективен при $i=0,1$; $NPV=126,406$

4.10 Оценка сравнительной эффективности исследования

Таблица 4.24 – Группировка затрат по статьям аналогов разработки

Вариант исполнения аналога №	Сырье, материалы (за вычетом возвратных отходов), покупные изделия и полуфабрикаты	Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	Основная заработная плата	Отчисления на социальные нужды	Итого плановая себестоимость
1	1500	90053.6	75893.7	22895	190342.3
2	2000	95000	80000	25000	202000

Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

$$I_{\phi}^p = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{max}} = \frac{171198,792}{202000} = 0,84$$

$$I_{\phi}^{a1} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{max}} = \frac{190342.3}{202000} = 0,94$$

$$I_{\phi}^{a2} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{max}} = \frac{202000}{202000} = 1$$

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 удешевление стоимости разработки в разы.

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

$$I_m^a = \sum_{i=1}^n a_i b_i^a, \quad I_m^p = \sum_{i=1}^n a_i b_i^p \quad (4.4)$$

где I_m – интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов; a_i – весовой коэффициент i-го параметра;

b_i^a , b_i^p – бальная оценка i-го параметра для аналога и разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания;

n – число параметров сравнения.

Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности рекомендуется проводить в форме таблицы, пример которой приведен ниже.

Таблица 4.25 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Аналог 1	Аналог 2

1. Способствует росту производительности труда пользователя	0,1	5	4	4
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0,1	4	4	4
3. Помехоустойчивость	0,2	4	4	3
4. Энергосбережение	0,2	4	4	3
5. Надежность	0,2	5	4	4
6. Материалоемкость	0,2	4	3	3
ИТОГО	1	26	23	21

$$I_m^p = 5 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,2 + 5 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,2 = 4,3$$

$$I_1^A = 4 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,2 + 3 \cdot 0,2 = 3,9$$

$$I_2^A = 4 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,1 + 3 \cdot 0,2 + 3 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,2 + 3 \cdot 0,2 = 3,5$$

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

$$I_{финр}^p = \frac{I_m^p}{I_{\phi}^p} = \frac{4,3}{0,84} = 5,11$$

$$I_{финр}^{a1} = \frac{I_m^{a1}}{I_{\phi}^{a1}} = \frac{3,9}{0,94} = 4,14$$

$$I_{финр}^p = \frac{I_m^{a2}}{I_{\phi}^{a2}} = \frac{3,5}{1} = 3,5$$

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

$$\mathcal{E}_{\text{ср}} = \frac{I_{\text{финр}}^p}{I_{\text{финр}}^{a1}} = \frac{5.11}{4.14} = 1,23$$

$$\mathcal{E}_{\text{ср}} = \frac{I_{\text{финр}}^p}{I_{\text{финр}}^{a2}} = \frac{5.11}{3,5} = 1,46$$

где $\mathcal{E}_{\text{ср}}$ – сравнительная эффективность проекта; $I_{mэ}^p$ – интегральный показатель разработки; $I_{mэ}^a$ – интегральный технико-экономический показатель аналога.

Таблица 4.26 - Сравнительная эффективность разработки

№ п/п	Показатели	Аналог 1	Аналог 2	Разработка
1	Интегральный финансовый показатель разработки	0.94	1	0,84
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	3,9	3,5	4,3
3	Интегральный показатель эффективности	5.11	4.14	3,5
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1,23		1,46

Сравнение значений интегральных показателей эффективности позволяет судить о приемлемости существующего варианта решения поставленной в магистерской диссертации технической задачи с позиции финансовой и ресурсной эффективности.

В ходе проведения анализа показателей эффективности инвестиций была получена чистая текущая стоимость (NPV) – 126,406 тыс. руб. Таким образом, данный инвестиционный проект можно считать выгодным, NPV является положительной величиной. Дисконтированный срок окупаемости проекта ($PP_{дск}$) составляет 1,9 года. Внутренняя ставка доходности (IRR) – 0,50, что позволяет признать инвестиционный проект экономически оправданным, так как выполняется условие неравенства $IRR > i$. Индекс доходности (PI) – 1,7 и, основываясь на том, что данная величина превышает единицу, можно утверждать, что данная инвестиция приемлема.

5 Социальная ответственность

Введение

В настоящее время одним из главных направлений улучшения профилактической работы по снижению профессиональной заболеваемости и производственного травматизма является повсеместное внедрение комплексной системы управления охраной труда, путем объединения разрозненных мероприятий в единую систему целенаправленных действий на всех уровнях и стадиях производственного процесса.

В настоящей магистерской диссертации ведется исследование модификации микродуговых кальцийфосфатных покрытий на магниевом сплаве импульсным электронным облучением.

Процесс нанесения покрытий осуществлялся на установке Micro-Arc 3. Исследование предполагает работу с высоким напряжением и различными газами. Алгоритм процесса представлен ниже:

1. Подготовка образцов с помощью шлифовально-полировальной бумаги
2. Разработка электролита содержащего ортофосфат кальция;
3. Нанесение покрытий с помощью установки Micro-Arc 3.0
4. Подача напряжения смещения на катод, диапазон которого варьировался от 350В до 500В;
5. Модификация образцов при помощи импульсного электронного облучения;
6. Исследование морфологии, фазового состава и свойств полученных покрытий
7. Анализ полученных данных с помощью специальных программ на ПК.

Научно-технической базой для проведения исследований стала лаборатория физики-наноструктурных биоконпозитов ИФПМ СО РАН.

5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

Специальные (характерные для рабочей зоны исследователя) правовые нормы трудового законодательства

Весь персонал обязан знать и строго соблюдать правила техники безопасности. Обучение персонала технике безопасности и производственной санитарии состоит и вводного инструктажа, и инструктажа на рабочем месте ответственным лицом (ГОСТ 12.0.004-2015 ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения).

Проверка знаний правил техники безопасности проводится квалификационной комиссией после обучения на рабочем месте. Проверяемому, присваивается соответствующая его знаниям и опыту работы квалификационная группа по технике безопасности и выдается специальное удостоверение.

К работе на лабораторной установке Micro-Arc 3.0 допускаются лица не моложе 18 лет, не имеющие медицинских противопоказаний, прошедшие вводный инструктаж и инструктаж по безопасности труда на рабочем месте. К самостоятельной работе допускаются работники после специального обучения и проверки знаний правил электробезопасности, приобретенных навыков и безопасных способов выполнения работы и имеющие не менее II группы по электробезопасности. [54]

Повторная проверка знаний норм и правил электробезопасности, правил безопасной работы с химическими веществами проводится с работниками не реже 1 раза в 12 месяцев, повторный инструктаж на рабочем месте – не реже 1 раза в 3 месяца.

Проведение всех видов инструктажа должно оформляться в Журнале регистрации инструктажа установленного образца, с обязательными подписями

получившего и проводившего инструктаж, с указанием даты проведения инструктажа, наименования и номеров инструкции на виды работ, по которым проводится инструктаж.

При введении в эксплуатацию нового оборудования сотрудники, которые будут работать на нем, должны пройти внеплановый инструктаж по правилам эксплуатации и безопасной работе на данном оборудовании (ГОСТ Р 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты).

5.1.1 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя

Рациональная планировка рабочего места предусматривает четкий порядок и постоянство размещения предметов, средств труда и документации. То, что требуется для выполнения работ чаще должно располагаться в зоне легкой досягаемости рабочего пространства, как показано на рисунке 5.1.

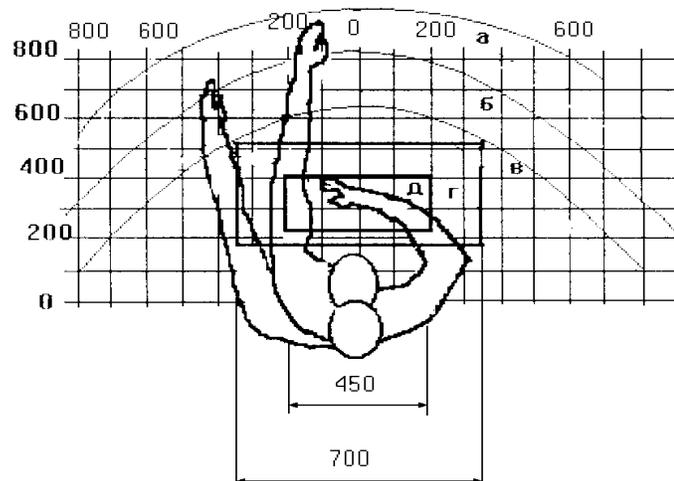


Рисунок 5.1 - Зоны досягаемости рук в горизонтальной плоскости

(а - зона максимальной досягаемости рук; б - зона досягаемости пальцев при вытянутой руке; в - зона легкой досягаемости ладони; г - оптимальное пространство для грубой ручной работы; д - оптимальное пространство для тонкой ручной работы.)

Оптимальное размещение предметов труда и документации в зонах досягаемости рук: дисплей размещается в зоне а (в центре); клавиатура - в зоне г/д; системный блок размещается в зоне б (слева); принтер находится в зоне а (справа); документация: в зоне легкой досягаемости ладони – в (слева) - литература и документация, необходимая при работе; в выдвижных ящиках стола - литература, не используемая постоянно.

При проектировании письменного стола должны быть учтены следующие требования.

Высота рабочей поверхности стола рекомендуется в пределах 680 - 800 мм. Высота рабочей поверхности, на которую устанавливается клавиатура, должна быть 650 мм. Рабочий стол должен быть шириной не менее 700 мм и длиной не

менее 1400 мм. Должно иметься пространство для ног высотой не менее 600 мм, шириной - не менее 500 мм, глубиной на уровне колен - не менее 450 мм и на уровне вытянутых ног не менее 650 мм.

Рабочее кресло должно быть подъёмно-поворотным и регулируемым по высоте и углам наклона сиденья и спинки, а также расстоянию спинки до переднего края сиденья. Рекомендуется высота сиденья над уровнем пола 420-550 мм. Конструкция рабочего кресла должна обеспечивать: ширину и глубину поверхности сиденья не менее 400 мм; поверхность сиденья с заглублённым передним краем.

Монитор должен быть расположен на уровне глаз оператора на расстоянии 500-600 мм. Согласно нормам, угол наблюдения в горизонтальной плоскости должен быть не более 45° к нормали экрана. Лучше если угол обзора будет составлять 30°. Кроме того должна быть возможность выбирать уровень контрастности и яркости изображения на экране.

Должна предусматриваться возможность регулирования экрана:

- по высоте +3 см;
- по наклону от 10 до 20 градусов относительно вертикали;
- в левом и правом направлениях.

Клавиатуру следует располагать на поверхности стола на расстоянии 100-300 мм от края. Нормальным положением клавиатуры является её размещение на уровне локтя оператора с углом наклона к горизонтальной плоскости 15°. Более удобно работать с клавишами, имеющими вогнутую поверхность, четырёхугольную форму с закруглёнными углами. Конструкция клавиши должна обеспечивать оператору ощущение щелчка. Цвет клавиш должен контрастировать с цветом панели.

При однообразной умственной работе, требующей значительного нервного напряжения и большого сосредоточения, рекомендуется выбирать неяркие, малоконтрастные цветочные оттенки, которые не рассеивают внимание

(малонасыщенные оттенки холодного зеленого или голубого цветов). При работе, требующей интенсивной умственной или физической напряженности, рекомендуются оттенки тёплых тонов, которые возбуждают активность человека.

5.2 Производственная безопасность

Производственные условия на рабочем месте характеризуются наличием опасных и вредных факторов, которые классифицируются по группам элементов: физические, химические, биологические, психофизиологические [51].

В таблице 8 приведены основные элементы производственного процесса, формирующие опасные и вредные факторы

Таблица 8 – Возможные опасные и вредные факторы

Факторы (ГОСТ 12.0.003–2015)	Этапы работ			Нормативные документы
	Разработка	Изготовление	Эксплуатация	
Недостаточная освещенность рабочей зоны	+	+	+	СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение
Отклонение показателей микроклимата в закрытом помещении	+	+	+	СанПиН 2.2.4.548-96 Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений
Повышенный уровень электромагнитного излучения	-	+	+	Электрические поля промышленной частоты. ГОСТ 12.1.002-84. Электромагнитные излучения

				радиочастотного диапазона. Санитарные правила и нормы СанПиН 2.2.4/2.1.8.055-96.
Повышенный уровень шума	-	+	-	СН 2.2.4/2.1.8.562-96. 2.2.4. Физические факторы производственной среды. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки.
Повышенная температура поверхностей оборудования, изделий	-	+	-	ГОСТ 12.2.003-91 «Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Оборудование производственное Общие требования безопасности»
Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека	-	+	-	ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые уровни напряжений прикосновения и токов

5.3 Обоснование мероприятий по снижению уровней воздействия опасных и вредных факторов на исследователя

В данном разделе будут представлены решения, обеспечивающие снижение влияния факторов, представленных в таблице 1. Также предлагаются мероприятия, обеспечивающие безопасность технологического процесса и эксплуатации оборудования.

5.3.1 Недостаточная освещенность рабочей зоны

Согласно СП 52.13330.2016 в лаборатории, где происходит периодическое наблюдение за ходом производственного процесса при постоянном нахождении людей в помещении освещенность при системе общего освещения не должна быть ниже 200 Лк.

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

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

Лаборатория, в которой производилось нанесение кальцийфосфатных покрытий имеет следующие размеры $A = 8$ м, ширина $B = 4,7$ м, высота $H = 3,2$ м. Высота рабочей поверхности над полом $h_{рп} = 1,0$ м. Требуется создать освещенность $E \geq 200$ лк. Данное значение соответствует СП 52.13330.2016 [2]. Площадь помещения равна:

$$S = A \cdot B = 8 \cdot 4,7 = 37,6 \text{ м}^2$$

Коэффициент отражения стен (свежепобеленные с окнами, без штор) $R_c = 50$ %, потолка (свежепобеленный) $R_n = 70$ %.

Коэффициент запаса (помещение с малым выделением пыли) $k = 1,5$, коэффициент неравномерности (для люминесцентных ламп) $Z = 1,1$.

Рассчитываем систему общего люминесцентного освещения.

В лаборатории применяется общая система освещения люминесцентными лампами ЛД.

Выбираем светильники "Светодиодный светильник " Ergolux 14230" офисный встраиваемый/накладной 1195×180×50мм, 30 Вт, 6500К, IP40 с рассеивателем призма стандарт". Внутри данного светильника 2 светодиодные лампы. Световой поток данного светильника составляет 3500 лм.

Интегральным критерием оптимальности расположения светильников является величина $\lambda = L/h$, характеризующая наивыгоднейшее относительное расстояние между светильниками. Уменьшение λ удорожает устройство и обслуживание освещения, а чрезмерное увеличение ведёт к резкой неравномерности освещённости. Для люминесцентных светильников с защитной решёткой λ лежит в диапазоне 1,1–1,3. Принимаем $\lambda = 1,2$.

Расстояние светильников от перекрытия (свес) $h_c = 0,3$ м.

Высота светильника над рабочей поверхностью определяется по формуле:

$$h = h_n - h_{rp},$$

где h_n – высота светильника над полом, высота подвеса;

h_p – высота рабочей поверхности над полом.

Высота светильника над полом, высота подвеса:

$$h_n = H - h_c = 3500 - 300 = 3200 \text{ мм}$$

Высота рабочей поверхности над полом: $h_{rp} = 1000$ мм.

Расчетная высота, высота светильника над рабочей поверхностью:

$$h = h_n - h_{rp} = 3200 - 1000 = 2200 \text{ мм} = 2,4 \text{ м}$$

Расстояние между соседними светильниками можно определить по формуле:

$$L = \lambda \cdot h = 1,2 \cdot 2,4 = 2,88 \text{ м}$$

Расстояние от крайнего ряда светильников до стены:

$$L/3 = 2,88/3 = 0,96 \text{ м}$$

Определим количество рядов светильников и количество светильников в ряду:

$$Nb = \frac{B - \frac{2}{3}L}{L} + 1 = \frac{4,3 - \frac{2}{3}2,88}{2,88} + 1 = 1,82 \approx 2$$

$$Na = \frac{A - \frac{2}{3}L}{L_{\text{св}} + 0,5} = \frac{5,7 - \frac{2}{3}2,88}{1,195 + 0,5} = 2,23 \approx 3$$

Общее число светильников в помещении определяется по формуле:

$$N = Na \cdot Nb = 2 \cdot 3 = 6$$

В одном светильнике 2 светодиодные лампы, таким образом общее число ламп равно 12.

Таким образом, размещаем по три светильника в 2 ряда. На рисунке изображен план помещения и размещения светильников с люминесцентными лампами. Однако необходимо провести дополнительные расчеты для ширины комнаты, для точного определения расположения светильника, где L_1 – расстояние между светильниками по ширине, L_2 – расстояние между светильниками по длине:

$$\begin{aligned} B &= L_1 + \frac{2}{3}L_1 + 2 \cdot L_{\text{св}} \\ 4300 &= \frac{5}{3}L_1 + 2 \cdot 1195 \\ L_1 &= \frac{(4300 - 2390) \cdot 3}{5} = 1146 \text{ мм} \\ l &= \frac{L_1}{3} = \frac{1146}{3} = 382 \text{ мм} \end{aligned}$$

Аналогичные расчеты проводим для длины комнаты, где $B_{\text{св}}$ – ширина светильника:

$$\begin{aligned} A &= 2L_2 + \frac{2}{4}L_2 + 3 \cdot B_{\text{св}} \\ 5700 &= \frac{10}{4}L_2 + 3 \cdot 180 \\ L_2 &= \frac{(5700 - 540) \cdot 4}{10} = 2064 \text{ мм} \\ l &= \frac{L_2}{4} = \frac{2064}{4} = 516 \text{ мм} \end{aligned}$$

Находим индекс помещения:

$$i = \frac{A \cdot B}{h \cdot (A + B)} = \frac{5,7 \cdot 4,3}{2,6 \cdot (5,7 + 4,3)} = 0,94$$

Зная величины коэффициентов отражения: коэффициент отражения стен (свежепобеленные с окнами, без штор) $R_c = 50 \%$, потолка (свежепобеленный) $R_n = 70 \%$, определим коэффициент использования светового потока $\eta = 33\%$.

Определяем потребный световой поток ламп в каждом из рядов:

$$\Phi_{\Pi} = \frac{E \cdot A \cdot B \cdot K_3 \cdot Z}{N \cdot \eta} = \frac{200 \cdot 5,7 \cdot 4,3 \cdot 1,5 \cdot 1,2}{6 \cdot 0,33} = 4456,36 \text{ лм}$$

E – нормируемая минимальная освещённость по СП 52.13330.2016, лк;

Делаем проверку выполнения условия:

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{ЛД} - \Phi_{\Pi}}{\Phi_{ЛД}} \cdot 100\% \leq 20\%;$$
$$\frac{\Phi_{ЛД} - \Phi_{\Pi}}{\Phi_{ЛД}} \cdot 100\% = \frac{3800 - 4456,36}{3800} \cdot 100\% = -0,17\%$$

Таким образом, получаем $-10\% \leq -0,17\% \leq 20\%$.

Определяем электрическую мощность осветительной установки:

$$P = 6 \cdot 30 = 180 \text{ Вт}$$

5.3.2 Отклонение показателей микроклимата в закрытом помещении

Микроклимат обеспечивает поддержание теплового равновесия между организмом человека и окружающей средой. Основными факторами, характеризующими метеорологические условия, являются температура воздуха, влажность воздуха и подвижность воздуха.

Длительное воздействие на человека неблагоприятных метеорологических условий резко уменьшает его самочувствие, снижает производительность труда и часто приводит к заболеваниям [53].

Влажность воздуха оказывает значительное влияние на терморегуляцию организма человека. Высокая относительная влажность воздуха при его высокой температуре способствует перегреванию организма. Низкая влажность вызывает пересыхание слизистых оболочек дыхательных путей. Подвижность воздуха весьма эффективно способствует теплоотдаче, что является положительным явлением при высокой температуре окружающей среды и отрицательным - при низкой.

При работе установки включены охлаждающие системы и одновременно с этим процессом происходит, нагрев вакуумной камеры, что приводит к изменению микроклимата в помещении. Параметрами, характеризующими микроклимат, являются:

1. температура воздуха;
2. относительная влажность воздуха;
3. скорость движения воздуха.

Выполняемые работы относятся к Iб категории работ. К данной категории относятся работы с интенсивностью энергозатрат 121–150 ккал/ч (140–174 Вт), производимые сидя, стоя или связанные с ходьбой и сопровождающиеся некоторым физическим напряжением. [48]

Оптимальные и допустимые показатели температуры, относительной влажности и скорости движения воздуха в рабочей зоне производственных помещений должны соответствовать значениям, указанным в таблице 9, согласно СанПиН 2.2.4.548-96 «Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений».

Интенсивность теплового облучения работающих от электронного оборудования, электронагревательных и осветительных приборов на постоянных рабочих местах не должна превышать 35 Вт/м² при облучении 50% поверхности тела и более, 70 Вт/м² при облучаемой поверхности от 25 до 50 % и 100 Вт/м² при облучении не более 50 % поверхности тела.

Таблица 9 – Оптимальные и допустимые нормы микроклимата на рабочих местах производственных помещений

Период года	Температура воздуха, °С	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный	21-23	60-40	0,1
Теплый	22-24	60-40	0,1

Согласно санитарным нормам и правилам в производственных помещениях, с объемом до 20 м³ и площадью 4,5 м² на одного работающего, при отсутствии загрязнения воздуха, вентиляция должна обеспечивать подачу наружного воздуха в количестве не менее 30 м³/час на каждого работающего. Такой обмен воздуха обеспечивается естественной вентиляцией посредством форточек.

5.3.3 Повышенный уровень электромагнитного излучения

Источником электромагнитных полей промышленной частоты являются ведущие части действующих электроустановок, в том числе ПК. Длительное воздействие электромагнитного поля на организм человека может вызвать нарушение состояния нервной и сердечно-сосудистой систем. Это выражается в повышенной утомляемости, болях в области сердца, изменениях кровяного давления и пульса [50]. В соответствии с ГОСТ 12.1.002-84 [56] нормы допустимых уровней напряженности электрических полей зависят от времени пребывания человека в контролируемой зоне. Время допустимого пребывания в рабочей зоне в часах составляет:

$$T = 50/E - 2,$$

где E – напряженность электрического поля. Работа в условиях облучения электрическим полем с напряженностью 20 – 25 кВ/м продолжается не более 10 минут. При напряженности не выше 5 кВ/м присутствие людей в рабочей зоне разрешается в течение 8 часов.

В соответствии с ГОСТ12.1.002-84 [56] установлена предельно допустимая напряженность электрического поля $E_{пд}$ в диапазоне 0,06–300 МГц и предельно допустимая энергетическая нагрузка за рабочий день (\mathcal{E} , $(В/м)^2 \cdot ч$).

В таблице 10 приведены предельно допустимые напряженность электрического поля и энергетическая нагрузка за рабочий день в диапазон частот 0,06–300 МГц

Таблица 10 – Предельно допустимая напряженность электрического поля и предельно допустимая энергетическая нагрузка

Частота, МГц	$E_{пд}$, В/м	\mathcal{E} , $(В/м)^2 \cdot ч$
0,06 – 3,0	500	20000
3,0 – 30	300	7000
30 – 300	80	80

Предельно допустимая напряженность магнитного поля в диапазоне частот 0,06 – 3 МГц в соответствии СанПиН 2.2.4/2.1.8.055-96 [50] должна составлять $H_{пд} = 50$ А/м, предельно допустимая энергетическая нагрузка за рабочий день 200 А/м².

К основным методам защиты от электромагнитных излучений относятся:

- а) рациональное размещение излучающих и облучаемых объектов, исключающее или ослабляющее воздействие излучения на персонал;
- б) ограничение места и времени нахождения работающих в электромагнитном поле;

- в) защита расстоянием, т. е. удаление рабочего места от источника электромагнитных излучений. Например, экран монитора ПК должен находиться от глаз пользователя на оптимальном расстоянии 60-70 см, но не ближе 50 см;
- г) уменьшение мощности источника излучений;
- д) использование поглощающих или отражающих экранов;

5.3.4 Повышенный уровень шума

Нанесение кальцийфосфатных покрытий осуществлялось на установке Micro-Arc 3.0, одними из основных частей которого являются источники импульса и насосы, создающие производственный шум.

В соответствии с СН 2.2.4/ 2.1.8.562-96 допустимый уровень шума при высококвалифицированной умственной работе, требующей сосредоточенности, составляет 55 дБЛ.

Шум неблагоприятно воздействуя на человека вызывает психические и физиологические нарушения, снижающие работоспособность и создает предпосылки для общих и профессиональных заболеваний (тугоухость, неврит слухового нерва и др.), а также для производственного травматизма [51].

Рекомендуется использовать следующие средства коллективной защиты: выгородки, объемные поглотители звука; средства индивидуальной защиты: специальные наушники, вкладыши в ушную раковину при работе на установке Micro-Arc 3.0.

В качестве материалов для шумозащитных экранов применяют минеральную вату, композитные материалы, пластмассы, поликарбонаты, древесина, металлы, кирпичную кладку, бетон.

5.3.5 Повышенная температура поверхностей оборудования, изделий

При соприкосновении с поверхностью нагретого оборудования возможен термический ожог, так как температура на поверхности катода достигает 1630 К источником данного фактора является подача напряжения смещения от источника импульсов.

Повышенная температура поверхностей оборудования является источником инфракрасного излучения. Основная реакция организма человека на инфракрасное облучение – повышение температуры частей тела (до 1,5-2°C).

Воздействуя на мозговую ткань облучение инфракрасными лучами может вызвать так называемый «солнечный удар». Человек при таком облучении ощущает головную боль, головокружение, учащение пульса и дыхания, нарушение координации движений и даже потерю сознания.

Температура внутренних поверхностей рабочей зоны (стены, пол, потолок), технологического оборудования (экраны и т.д.), наружных поверхностей технологического оборудования, ограждающих конструкций не должна выходить более чем на за пределы оптимальных величин температуры воздуха для данной категории работ, указанных в таблице 2.

5.3.6 Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека

В зависимости от условий в помещении опасность поражения человека электрическим током увеличивается или уменьшается. Не следует работать с ЭВМ и установкой в условиях повышенной влажности (относительная влажность воздуха длительно превышает 75%), высокой температуры (более 35°C), наличии токопроводящей пыли, токопроводящих полов и возможности одновременного прикосновения к имеющим соединение с землёй металлическим элементам и металлическим корпусом электрооборудования [54]. Оператор ЭВМ работает с

электроприборами: компьютером (дисплей, системный блок и т.д.) и периферийными устройствами.

Несоблюдение правил ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. «Электробезопасность. Предельно допустимые уровни напряжений прикосновения и токов» может привести к опасным последствиям [54]. Поражение электрическим током может произойти при прикосновении к токоведущим частям, находящимся под напряжением, на которых остался заряд или появилось напряжение. Электрический ток оказывает на человека термическое, электролитическое, биологическое и механическое воздействие. Действие электрического тока на человека приводит к травмам или гибели людей. Для переменного тока частотой 50 Гц допустимое значение напряжения прикосновения составляет 2 В, а силы тока – 0,3 мА, для тока частотой 400 Гц, соответственно – 2 В и 0,4 мА, для постоянного тока – 8 В и 1 мА.

Фактором воздействия электрического тока на человека на установке Micro-Arc 3.0, является источник питания высокочастотных импульсов который содержит в себе токоведущие части предназначенные для подачи напряжения смещения на подложку для нанесения покрытий.

Мерами защиты от воздействия электрического тока являются:

1 Защитные оболочки, защитные ограждения (временные или стационарные). В этом случае достигается недоступность токоведущих частей для случайного прикосновения. Ограждения в виде корпусов выполняются сплошными или сетчатыми. Для доступа непосредственно к электрооборудованию или токоведущим частям в ограждениях предусматриваются открывающиеся части: крышки, дверцы и т.д. Эти части закрываются специальными запорами или снабжаются блокировками.

2 Защитное заземление – это преднамеренное электрическое соединение с землей или ее эквивалентом металлических нетоковедущих частей, которые могут оказаться под напряжением. Защитное действие заземления основано на

снижении напряжения прикосновения при переходе напряжения на нетоковедущие части, что достигается уменьшением потенциала корпуса относительно «земли» как за счет малого сопротивления заземления, так и за счет повышения потенциала примыкающей к оборудованию поверхности земли.

3 Изоляция токоведущих частей. Использование двойной изоляции, состоящей из рабочей и дополнительной изоляции. Дополнительная изоляция предусмотрена для защиты от поражения электрическим током в случае повреждения рабочей изоляции. Дополнительная изоляция может выполняться покрытием металлических конструктивных частей (корпусов, рукояток и т.д.) слоем изоляционного материала. Для этого целесообразно использовать лаки, смолы, изолирующие пленки. Наиболее совершенным, обеспечивающим практически полную безопасность, является изготовление корпусов электрооборудования из изоляционного материала.

4 Защитное отключение – быстродействующая защита, которая обеспечивает автоматическое отключение электроустановки при возникновении в ней опасности поражения током. Устройства защитного отключения должны осуществлять защиту при глухих и неполных замыканиях на землю, автоматически контроль изоляции, цепей защитного заземления или зануления. К устройствам защитного отключения предъявляются следующие требования: чувствительность, быстродействие (не более 0,2 с), стабильность, надежность, помехоустойчивость.

При работе с установкой Micro-Arc 3.0 необходимо использование всех вышеперечисленных мер, для обеспечения безопасности работы на установке. Это прежде всего, связано с тем, что данная установка предусматривает использование высоких напряжений при нанесении кальцийфосфатных покрытий.

5.4 Экологическая безопасность

Экологичность отхода представляет собой способность отхода не оказывать отрицательного воздействия на окружающую среду за пределами допустимых значений. В настоящий момент ведутся активные работы по переработке отходов, их утилизации или обеспечения повторного использования. Переработка является процессом деятельности, направленным на изменение физического, химического состояния отхода для дальнейшего обращения с отходами.

При нанесении кальцийфосфатных покрытий при помощи установки Micro-Arc 3.0 отходами являются продукты химической реакции выделившихся в процессе окислирования между подложкой и электролитом. Данные продукты реакции (углекислый газ и др.) относятся к 4-му классу вредных веществ. [10]

Класс опасности вредных веществ устанавливается в зависимости от норм и показателей, указанных в таблице 11.

Таблица 11 – Класс опасности вредных веществ

Наименование показателя	Норма для класса опасности
	4-го
Предельно-допустимая концентрация (ПДК), мг/м ³	Более 10
Средняя смертельная доза при введении в желудок, мг/кг	Более 5000
Средняя смертельная доза при нанесении на кожу, мг/кг	Более 50000
Средняя смертельная концентрация в воздухе, мг/м ³	Более 50000
Коэффициент возможности ингаляционного отравления (КВИО)	Менее 3
Зона острого действия	Более 54,0
Зона хронического действия	Менее 2,5

К газообразным отходам, загрязняющие атмосферу помещения, относятся естественные выделения – углекислый газ, пары воды, летучие органические соединения ЛОС (альдегиды, кетоны), пары спирта и бензина, с помощью

которых происходит отмывка образцов. Перед выбросом воздух помещений подвергается обязательной очистке в фильтровентиляционных системах, что предотвращает атмосферу от загрязнения. К жидким отходам относятся отходы, образующиеся в процессе отмывки образцов в органических и неорганических растворителях (спирт, бензин, ацетон), в процессе влажной уборки помещения лаборатории, при пользовании водопроводом. Данные отходы сбрасываются в городскую канализацию и далее поступают в системы централизованной очистки на городских очистных сооружениях.

5.5 Безопасность при чрезвычайных ситуациях

Возможные ЧС, которые могут возникнуть при нанесении кальцийфосфатных покрытий на установке Micro-Arc 3.0: пожар, террористические действия, диверсия. Основными, наиболее вероятными ЧС, являются возникновение пожара. Причинами пожара могут быть: перегрузка проводов, короткое замыкание, большие переходные сопротивления в электрических цепях, электрическая дуга, искрение и неисправности оборудования.

Согласно федеральному закону от 22 июля 2008 г. N 123-ФЗ "Технический регламент о требованиях пожарной безопасности" помещения, по взрывопожарной и пожарной опасности, подразделяются на категории А, Б, В1-В4, Г и Д, а здания – на категории А, Б, В, Г и Д. Используемое помещение в лаборатории физики наноструктурных биокomпозитов относится к категории Г по пожарной и взрывопожарной опасности так, как в данном помещении используются (обращаются) негорючие вещества и горючие газы, жидкости и твердые вещества, которые сжигаются или утилизируются в качестве топлива.

Также в данном помещении расположены баллоны с инертными газами (азот, аргон), которые не относятся к категории А, Б или В [11].

Категории помещений и зданий определяются, исходя из вида находящихся в помещениях горючих веществ и материалов, их количества и пожароопасных свойств, а также, исходя из объемно-планировочных решений помещений и характеристик проводимых в них технологических процессов [11].

Факторами возникновения пожара в лаборатории физики наноструктурных биокмполитов являются инертные газы используемые для ионизации для нанесения покрытий.

К мерам противопожарной защиты относятся: применение пожарных извещателей; средств коллективной и индивидуальной защиты от факторов пожара; системы автоматической пожарной сигнализации; порошковых или углекислотных огнетушителей, два ящика с песком 0,5 м³.

В качестве организационно-технических мероприятий выполняют инструктаж работающих по пожарной безопасности, разработку схемы действия администрации и работающих в случае пожара и организацию эвакуации людей. Порядок действия в результате возникновения пожара и меры по ликвидации последствий: при обнаружении загорания рабочему немедленно необходимо сообщить по телефону 01 в пожарную охрану, сообщить руководителю, приступить к эвакуации людей и материальных ценностей. Тушение пожара организуется первичными средствами с момента обнаружения пожара. В лаборатории расположены огнетушители порошковые ОП-4(з)- АВСЕ-02 (предназначен для тушения твердых, жидких и газообразных веществ и электроустановок до 1000 вольт). Пострадавшим при пожаре необходимо обеспечить скорую медицинскую помощь.

Заключение

В ходе работы, которая проходила в лаборатории физики наноструктурных биокomпозитов ИФПМ СО РАН, была проведена работа по исследованию свойств кальцийфосфатных покрытий, нанесенных методом микродугового оксидирования при обработке импульсным электронным облучением.

В результате проделанной работы, были выбраны оптимальные параметры для нанесения кальцийфосфатных покрытий методом МДО на магниевые сплавы, а также изучены два режима воздействия ИЭО на исходный магниевый сплав. В следствии чего, можно сделать следующие выводы:

1) Были выбраны оптимальные параметры процесса МДО и сформированы кальцийфосфатные покрытия на сплаве $Mg_{0.8}Ca$ с толщиной 40 мкм, шероховатостью 4 мкм;

2) Покрытия были обработаны методом ИЭО при использовании двух режимов (при плотности энергии 5 Дж/см² и 10 Дж/см²);

3) При обработке покрытия ИЭО кальцийфосфатных покрытий происходит расплавление частиц ТКФ и обогащение поверхности Ca, P, Mg в результате диффузионных процессов;

4) При плотности энергии 5 Дж/см² происходит формирование дополнительной кристаллической фазы MgO. При дальнейшем увеличении плотности энергии 10 Дж/см² происходит полная аморфизация кристаллической структуры;

5) По скорости биорезорбции модифицированные образцы не отличаются от исходного образца, не подвергнутому ИЭО.

6) Адгезионные свойства покрытия при плотности энергии 5 Дж/см² падают за счет формирования напряжения и трещин в локальных зонах, между сплавленным и пористым слоем, но при плотности энергии 10 Дж/см², покрытие по адгезионным свойствам сравнимо с исходным покрытием.

Список использованных источников:

1. Шаркеев Ю.П., Псахье С.Г. и др. Биокompозиты на основе кальцийфосфатных покрытий, наноструктурных и ультрамелкозернистых биоинертных металлов, их биосовместимость и биодеградация / отв. ред. Н.З. Ляхов. – Томск: Издательский Дом Томского государственного университета, 2014. – 596 с.
2. Д.Н. Данильченко Структура и свойства апатитов кальция с точки зрения биоминералогии и биоматериаловедения // Вісник СумДУ. Серія Фізика, математика, механіка 2007. № 2. С.27
3. В.И.Путляев, т.В. Сафранова. Новое поколение кальций фосфатных биоматериалов: роль фазового и химического составов. МГУ им М.В Ломоносова//Стекло и керамика.- 2006. -№3. -с.33.
4. Карлов А.В., Шахов В.П.. Системы внешней фиксации и регуляторные механизмы оптимальной биомеханики. – Томск: STT, 2001. – 480 с.
5. Баринов С.М., Комлев В.С. Биокерамика на основе фосфатов кальция/ С.М. Баринов, В.С. Комлев; [отв. ред. К.А. Солнцев]; Институт физико-химических проблем керамических материалов. – М.: Наука, 2005. – 204с.
6. Лясникова А.В. Воложин Г.А. Повышение остеоинтегративных свойств дентальных имплантатов путем электроплазменного напыления биокompозиционных покрытий на основе β -трикальцийфосфата. г. Москва Том 8. Стоматология, июнь 2007. -стр 11.
7. Lee K-Y., Park M., Kim H-M., Lim Y-J., Chun H-J., Kim H., Moon S-H. Ceramic bioactivity: progresses, challenges and perspectives // Biomedical Materials. 2006. V.1. №. 2. P. 31–37.

8. Hijo'n N., Manzano M., Salinas A.J., Vallet-Regi M. Bioactive CaO-SiO₂-PDMS coatings on Ti6Al4V substrates // Chemistry Of Materials. 2005. V. 17. №. 6. P. 1591–1596.
9. Легостаева Е.В., Шаркеев Ю.П. Гнеденков С.В., Комарова Е.Г., Егоркин В.С., Синебрюхов С.Л., Лямина Г.В., Хлусов И.А. Микродуговые кальцийфосфатные покрытия на поверхности наноструктурированного титана: морфология, физико-механические и электрохимические свойства // Материаловедение. – 2013. – №4. – С.48-56.
10. Васин С. Л., Немец Е. А. и др. Биосовместимость / под ред. И. В. Севастьянова. М.:Тривант, 1999. С. 368
11. Иголкин А. И. Титан в медицине // Титан 1993. № 1. С. 86.
12. Б.В.Шандров, Е.М.Морозов, А.В.Жуковский Основы технологии микродугового оксидирования: Учебное пособие. - М.: "ИД Альянс", 2008 - 80с.
13. Ki Ryong Shina, Young Gun Kob, Dong Hyuk Shina, Effect of electrolyte on surface properties of pure titanium coated by plasma electrolytic oxidation, Journal of Alloys and Compounds, 17 February, 2011 – p.478-481
14. Kulsreshath M.K., Schwaederle L., Overzet L.J., Study of dc micro-discharge arrays made in silicon using CMOS compatible technology 2012 J. Phys. D: Appl. Phys. 28 June 2012 – p.282-286
15. Rakoch A. G., Khokhlov V. V., Bautin V. A., Lebedeva N. A., Magurova Yu. V., Bardin I. Model Concepts on the Mechanism of Microarc Oxidation of Metal Materials and the Control over This Process July 16, 2005.
16. Суминов И.В. Микродуговое оксидирование (теория, технология, оборудование) /– М.: ЭКОМЕТ, 2005. – 368 с.
17. Городецкий В.В. Препараты магния в медицинской практике. Малая энциклопедия магния/ В.В. Городецкий, О.Б. Талибов. – М.: Медпрактика, 2003. – 44 с.

18. Дроздов А.А. Неорганическая химия/ А.А. Дроздов, М.В. Дроздова. – М., 2008. – С. 25–36.
19. Сомов А.А. Остеосинтез рассасывающимся металлом/ А.А. Сомов// Хирургия. – 1956. – №1. – С. 36–42. Шенгюль Х. Экспериментальное обоснование применения растворимых стентов в лечении окклюзирующих заболеваний сосудов: 2009. – 18 с.
20. Троицкий В.В. Рассасывающийся металлический сплав«Остеосинтезит» как материал для скрепления кости при переломах/ В.В. Троицкий, Д.Н. Цитрин// Хирургия. – 1944. – №4. – С. 41–44
21. Шенгюль Х. Экспериментальное обоснование применения растворимых стентов в лечении окклюзирующих заболеваний сосудов/– К., 2009. – 18 с
22. Школьников М.А. Метаболизм магния и терапевтическое значение его препаратов/ М.А. Школьников. – М.: Мед-практика, 2002. – 28 с.
23. Witte F.The history of biodegradable magnesium implants: A review / F. Witte // Acta Biomaterialia. – 2010. – Vol. 6. – P. 1680–1692.
24. Magnesium Alloys as Promising Degradable Implant Materials in Orthopaedic Research, Magnesium Alloys - Corrosion and Surface Treatments, Frank Czerwinski (Ed.), ISBN: 978-953-307-972-1, InTech, DOI: 10.5772/14143. <http://www.intechopen.com/>.
25. Электронный источник: <https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%A1%D1%82%D0%B5%D0%BD%D1%82>
26. Электронный источник: <http://www.rusmedserv.com/dentalimplants/types/screw/>
27. Электронный источник: http://www.rusmedserv.com/dentalimplants/types/plate_implant

28. Электронный источник:
<http://mikrobiki.ru/nauka/mikroskopy/rastrovyyi-elektronnyi-mikroskop.html>
Растровой электронной микроскопии (РЭМ)
29. Ю.П.Солнцев, В.Ю.Пирайнен, С.А.С Вологжанина.
Материаловедение специальных отраслей машиностроения. Санкт -
Петербург.2007
30. О.С.Уэллс, Сканирующей Электронной Микроскопии, Макгро -
Хилл, Нью-Йорк. 1974
31. Л.И.Миркин. Рентгеноструктурный анализ. Справочное
руководство. Получение и измерение, рентгенограмм. -М. 1976.
32. А.И.Китайгородский. Рентгеноструктурный анализ
мелкокристаллических и аморфных тел. - М.1952
33. Кульков С.Н, Буюкова С.П. Современные методы анализа в
материаловедении: учебное пособие / Томский политехнический университет. -
Томск: Изд - во Томского политехнического университета, 2011. - 16с.
34. Jiaping Han, Carsten Blawert, Shawei Tang Formation and corrosion
behaviors of calcium phosphate coatings on plasma electrolytic oxidized Mg under
changing chemical environment
35. Staiger M.P., Pietak A.M., Huadmai J., Dias G. Magnesium and its alloys
as orthopedic biomaterials: A review. *Biomaterials*. 2006;27:1728–1734. doi:
10.1016/j.biomaterials.2005.10.003
36. Witte F. The history of biodegradable magnesium implants: A review.
Acta Biomater. 2011;6:1680–1692. doi: 10.1016/j.actbio.2010.02.028.
37. Song Y.W., Shan D.Y., Han E.H. Electrodeposition of hydroxyapatite
coating on AZ91D magnesium alloy for biomaterial application.
38. Friedrich H.E., Mordike B.L. *Magnesium Technology*. Springer;
Berlin/Heidelberg, Germany: 2006

39. Kannan M.B., Raman R.K.S. In vitro degradation and mechanical integrity of calcium-containing magnesium alloys in modified-simulated body fluid. *Biomaterials*. 2008
40. Bo Gao, Yi Hao, Ganfeng Tu, Shiwei Li, Fuxiao Yu, Liang Zuo, Liang Hu, Surface modification of Mg67–Zn30–Y3 quasicrystal alloy by high current pulsed electron beam, *Surface and Coatings Technology*.
41. Shengzhi Hao, Mincai Li, Producing nano-grained and Al-enriched surface microstructure on AZ91 magnesium alloy by high current pulsed electron beam treatment
42. Shengzhi Hao, Bo Gao, Aimin Wu, Surface modification of steels and magnesium alloy by high current pulsed electron beam *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* 240 (2005)
43. Argast, Anne and Tennis, Clarence F., III, 2004, A web resource for the study of alkali feldspars and perthitic textures using light microscopy, scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectroscopy, *Journal of Geoscience Education* 52, no. 3, p. 213-217.
44. Brady, John B., and Boardman, Shelby J., 1995, Introducing Mineralogy Students to X-ray Diffraction Through Optical Diffraction Experiments Using Lasers. *Jour. Geol. Education*, v. 43 #5, 471-476.
45. Yingchao Su, Irsalan Cockerill, Yufeng Zheng, Biofunctionalization of metallic implants by calcium phosphate coatings, *Bioactive Materials*, Volume 4, 2019
46. Chen Y Xu Z Smith C Sankar, 2014, Recent advances on the development of magnesium alloys for biodegradable implants, *Acta Biomaterialia*
47. Bowen P., Drelich J., Buxbaum R., Rajachar R., Goldman J., 2012, New approaches in evaluating metallic candidates for bioabsorbable stents, *Emerging Materials Research*
48. СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 "Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы" (с

изменениями на 21 июня 2016 года). URL:
<https://docs.cntd.ru/document/901865498>.

49. СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение. URL:
<https://docs.cntd.ru/document/456054197>

50. СанПиН 2.2.4/2.1.8.055-96. Электромагнитные излучения радиочастотного диапазона. Санитарные правила и нормы. URL:
<https://docs.cntd.ru/document/1200001537>

51. ГОСТ 12.1.029-80 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Средства и методы защиты от шума. Классификация. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2001.

52. ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Оборудование производственное. Общие требования безопасности. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2001

53. СанПиН 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений; URL: <https://docs.cntd.ru/document/901704046>

54. ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. «Электробезопасность. Предельно допустимые уровни напряжений прикосновения и токов» URL:
<https://docs.cntd.ru/document/5200313>

55. Постановление Минтруда России и Минобразования России от 13 января 2003 г. N 1/29 "Об утверждении Порядка обучения по охране труда и проверки знаний требований охраны труда работников организаций" (зарегистрирован Минюстом России 12 февраля 2003 г. N 4209).

56. ГОСТ12.1.002-84. Электрические поля промышленной частоты. Допустимые уровни напряженности и требования к проведению контроля на рабочих местах. Издательство стандартов. – Москва. – 1984.

57. ГОСТ 12.1.007-76 «Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности».

58. Федеральный закон от 22 июля 2008 г. N 123-ФЗ "Технический регламент о требованиях пожарной безопасности"

Приложение А

(справочное)

Modification of a microarc calcium phosphate coating on a magnesium alloy by the method of pulsed electron irradiation

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОДМ91	Хайдар С.Х.		

Руководитель ВКР:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
старший научный сотрудник ИФПМ СО РАН:	Седельникова М.Б	д.т.н		

Консультант – лингвист отделения иностранных языков школы ШБИП

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент отделения иностранных языков ШБИП	Зеремская Юлия Александровна	к. филол. н		

2 Coating method of microarc oxidation (MAO) and research methods of coatings

2.1. Application of coatings by the method of MAO

MDO was performed using the MicroArc-3.0. This setting (Fig.2.1) consists of a switching power supply, a electroplating refrigerated bath, a set of electrodes and software for management and control of the electrophysical parameters of the application, and a digital oscilloscope, allowing to obtain the kinetic dependencies in the process. This setting allows you to operate in anodic and cathodic modes, and also to vary the oxidation parameters in wide ranges.

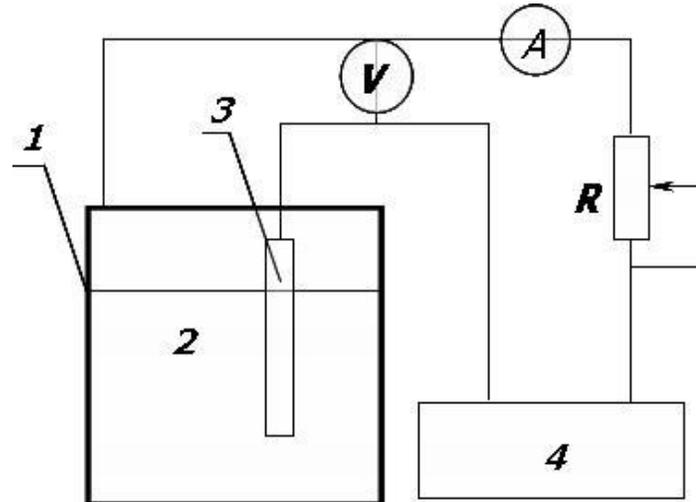


Fig 2.1 Experimental setup of micro-arc oxidation MicroArc-3.0. a) installation diagram: 1 – bath – cathode, 2 – electrolyte (electrolyte composition Na_2HPO_4

*12H₂O + Ca(OH)₂ + Na(OH) + NaF), 3 – sample – anode, 4 – switching power supply, b) installation photos

2.1.2 Selection of the mode and parameters of the MAO process

The coating was produced in the anodic potentiostatic mode. The MAO method parameters were varied within the following limits: the duration of the pulse is 100-500 μs, the pulse repetition frequency is 50-100 Hz, the initial current density is 0.13-0.5 A/cm², the processing time is 5 - 10 min, electric voltage is 350 - 500V.

2.1.3 Development of the electrolyte composition

For the production of coatings, an electrolyte-suspension of an alkaline composition was created. The composition of the electrolyte was injected Na₂HPO₄ *12H₂O (30-40 wt.%), Ca(OH)₂ (1-1,5 wt.%), Na(OH) (5-10 wt.%), NaF(3-5 wt.%). As a dispersed component beta - tricalcium phosphate β Ca₃(PO₄)₂ (30-60 wt.%) was injected in the electrolyte to obtain bioresorbable calcium-phosphate coatings.

2.1.4 Preparation of Mg alloy samples for coatings using MAO method

Preparation of samples for the coating includes mechanical treatment (grinding) with sandpaper № 120, 480, 600 and 1200, a degreasing surfactant solution after machining, cleaning with alcohol in an ultrasonic washing unit for 5 min at 50°C, washing in distilled water for 5-10 min and drying in a drying cabinet for 30 min at a temperature of 150 °C.

2.2 Study of the surface morphology and chemical composition of the coatings by scanning electron microscopy (SEM)

Scanning electron microscope (scanning electron microscope) is one of the most versatile devices used for research and morphology analysis of microstructures and the study of the chemical composition of materials. To understand the basics of electron microscopy it is necessary to know the main principles of light optics. Using the naked eye the human can distinguish objects with angular sizes up to 1/60 of a degree that corresponds to the resolution of about 0.1 mm (the optimum distance for observation is 25 cm). The resolution limit of the optical microscope, by increasing the angular aperture by means of optical lenses, is about 2000 Å. Light microscopy continues to play an important role in scientific research. Since the time when in the experiments conducted in the 90s it was discovered that the electrons were deflected in magnetic fields, the principles of electron microscopy where the light source was replaced by a beam of high energy electrons were developed [29-30]. When electrons interact with matter, as shown in Fig. 2.2, there is a lot of secondary radiation. The incident electron beam can be absorbed, elastically scattered, and it can pass through a substance with the diffraction and excite x-ray radiation, cause the appearance of low-energy secondary and auger electrons.

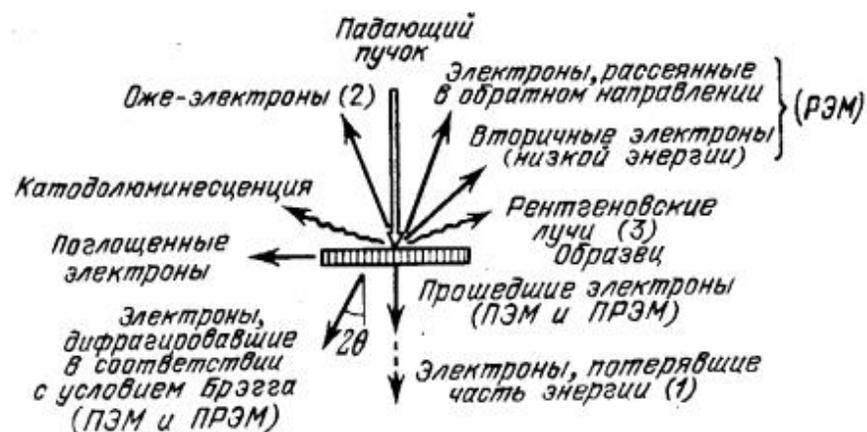


Fig 2.2. The resulting radiation from the interaction of the primary electron beam with matter

Arising from the interaction of sample material with the incident primary electron beam the energy spectrum of the electrons is depicted in Figure 2.2. We

emphasize here the so-called secondary electrons, their energy is not too big, it does not exceed 50...100 eV. The reason for this interest is that their number depends on surface topography.[30] The electrons of the probe, assuming the element, feel the loss of energy in braking and scattering, awakening grid the atoms and their electrons. The excited electrons is obtained sufficient energy to exit the substance of the object, and leave it unable to be captured by a detector, with secondary electrons which are converted on the output of this detector into an electrical signal [30]

While moving the probe on the surface of the object, the signal change from point to point is due to the change of the angle θ between the direction of incidence of the probe and the normal (perpendicular) to the surface of the object at the point of incidence. The current of secondary electrons (the number) is expressed as follows:

$$J = k \sec \theta, \quad (2.1)$$

and change it to:

$$J = k \sec \theta \operatorname{tg} \theta d\theta \quad (2.2)$$

As the measure of image contrast goes, it is possible to take two adjacent micro-area of the object, the normals of which are inclined to each other at an angle:

$$dJ/J = \operatorname{tg} \theta d\theta \quad (2.2).$$

The formation of this contrast is explained by the presence of the angles that changes from point to point.



Figure 2.3. The energy spectrum of electrons

The working principle of SEM is based on the movement of a thin infinite beam (probe) along the surface of the sample along closely spaced to each other lines. The process of forming the image in a raster microscope is similar to the process of forming the optical image, visible in the optical microscope. This leads to the similarity in appearance to images obtained in SEM and the optical microscope. It should be noted that the light rays that create the image are propagated in straight lines, while the secondary electrons can reach the detector along the curved trajectories. In a similar way, to form the image in SEM not the path of the electrons to the detector is important, but the number of electrons reaching the detector from a given point of the object.

The schematic diagram of the microscope is shown in Fig. 2.3 and 2.4. The electron beam emitted by the cathode is collected by electronic lens in slim electronic probe, which is deployed on the object to the raster using raster coils.

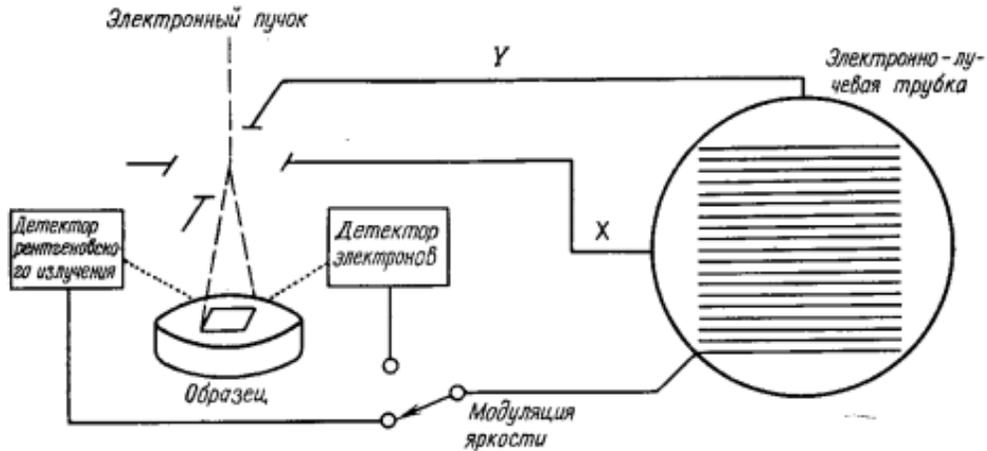


Fig. 2.4. Schematic diagram of the raster microscope

The signal of the secondary electrons emerging from the sample because of the impact of the primary beam, is detected by the detector and is sent to the amplifier. From the output of the amplifier, it goes to the modulator of the cathode-ray tube and controls the brightness of the spot on the screen. The deviation of the electronic probe and the object beam on the screen is carried out from a single generator. In this way, the displacement of the probe on the object corresponds to the movement of the beam across the screen.

Image magnification is equal to the ratio of the linear dimensions of the rasters on the screen and the object and can be changed in wide limits by changing the current in the raster coils deflecting the electron beam. Almost, as in other optical and electro-optical devices, useful magnification is limited by the resolution capability of the device.

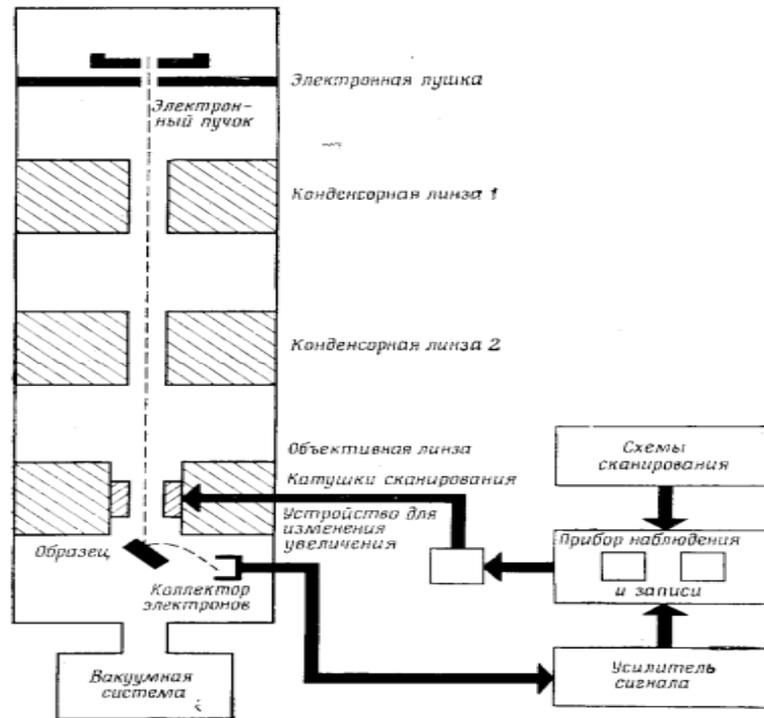


Fig. 2.5. Diagram of a raster microscope

2.3 Determination of the phase composition of the coatings by x-ray diffraction analysis (XRD)

X-ray analysis is the method of studying the structure of a substance by the spatial distribution of X-ray waves and the intensity of radiation scattered on the analyzed sample. X-ray structural analysis along with neutron diffraction and electron diffraction is considered a diffraction structural method. It is based on the interaction of x-ray radiation with the electrons of the element, as a result of which X-ray diffraction appears [14].

X-ray diffraction is the scattering of x-rays by crystals (or molecules of liquids and gases), where the initial beam of rays is rejected by the secondary beams of the same wavelength, resulting from the interaction of primary x-rays with electrons of the

element; the directivity and intensity of the secondary beams depend on the structure of the scattering object.

X-ray diffractometer is a device for measuring the intensity and direction of x-rays diffracted on the crystal object. X-ray diffractometer is used for various problems of x-ray structural analysis. It allows determining the intensity diffracted in a predetermined direction of radiation with an accuracy of 10% and the angles of diffraction with a precision of 10 minutes.



Fig.2.6. X-ray diffractometer

Diffusion characteristics of x-ray emission was measured with nuclear radiation detectors. Depending on the condition of the test sample and its properties, and also the nature and volume of data that must be purchased, a variety of methods for x-ray structural analysis is used. The single crystals selected for studying the atomic structure must have a scale of ~ 0.1 mm.

Bragg-Wolf condition characterizes the state of the interference maxima of X-rays scattered by a crystal without changing the wavelength. It was noted in 1913 by the English scientist W. L. Bragg and by the Russian scientist G. V. Wolfe and later by the German scientist M. Laue and his team of x-ray diffraction [11].

In accordance with the Bragg-Wolfe theory, maxima appear when X-rays are reflected from a system of parallel crystallographic planes, if the rays reflected by different planes of this system have a path difference equal to an integer number of wavelengths. Brega-Wolfe requirement can be written in the following form: $2d\sin\theta = \lambda m$.

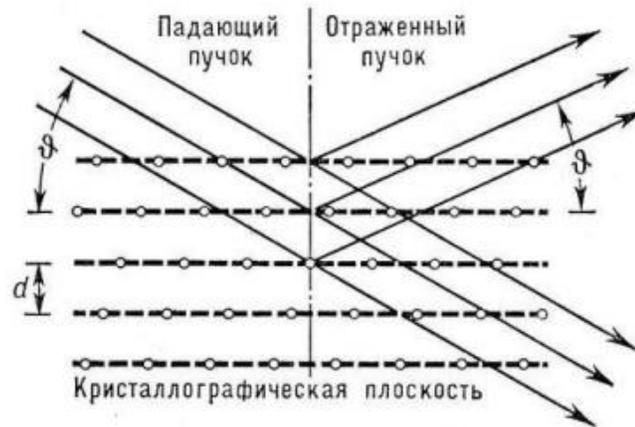


Fig 2.7. Bragg-Wolfe's condition

2.4 Determination of thickness, mass, roughness of coatings

Thickness of coatings was measured with a micrometer MK-25. The mass of coating was determined as the difference of the masses of the sample before coating and after coating.

The condition of the surface layer is characterized by the presence of roughness and topography, which is formed as a result of various causes and has various functional value.

Numerous studies have found that the surface of endosseous implants must be roughened or microporous. The roughness creates a strong bond between the bone tissue and the implant, preventing rejection. Studies have shown that implants with a

rough surface are better connected to the bone and less susceptible to the harmful influence of the forces operating on them.

The surface roughness was investigated with respect to the parameter Ra, which was defined as the average roughness result within several lengths of the measurement sites (GOST 2789-73) at the profilometer-296 (Institute of SB RAS, Tomsk). The length L of the trace for roughness estimation was 6 mm, the speed measurement of parameters is 0.5 mm/s. On each of the samples an independent calculation of the roughness parameters was carried out for three measurements at different sites, and then averaging of the measurement results was carried out.

The parameter Ra is widely recognized and most often used in various countries as a roughness characteristic. Usually this parameter is defined as the average result within several lengths of the measurement sites "L". The parameter Rz is numerically equal to the difference between the average heights between the five highest protrusions and the five deepest depressions within the estimated length of the measurement site, this parameter is determined within only one length of the measurement site. R_{max} is the maximum height measured from the bottom protrusion to the valley on the profile within the measurement area L (Figure 2.8) [27].

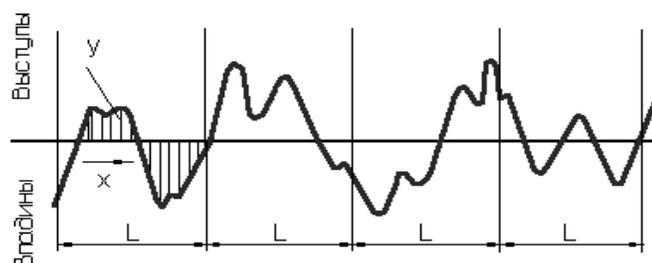


Fig. 2.8. The image of the real surface roughness profile.

$$Ra = \frac{1}{L} \int_0^L |y(x)| dx \quad (2.3)$$

$$Rz = \frac{1}{5} \left(\sum_{i=1}^5 (H_{i_{max}}) - \sum_{i=1}^5 (H_{i_{min}}) \right) \quad (2.3)$$

H_{imax} and H_{imin} - the distance to the specified points of the profile of a straight line that is parallel to the midline and not crossing the profile.

Table 2.1 shows the parameters of roughness.

Classes of surface roughness	Discharges	Roughness parameters, mkm		Base length l, mm
		Ra	Rz	
1	-		320 to 160	8.0
2	-		160 to 80	
3	-		80 to 40	
4	-		40 to 20	2.5
5	-		20 to 10	
6	a	2.5 to 2.0	-	
	b	2.0 1.6		
	d	1.6 1.25		
7	a	1.25 to 1.0	-	
	b	1.00 0.80		
	d	0.80 0.63		
8	a	0.63 to 0.50	-	
	b	0.50 0.40		
	d	0.40 0.32		
9	a	0.32 to 0.25	-	0.25
	b	0.25 0.20		
	d	0.20 0.16		
10	a	0.16 to 0.125	-	
	b	0.125 0.100		
	d	0.100 0.080		
11	a	0.08 to 0.063	-	
	b	0.063 0.050		
	d	0.050 0.040		
12	a	0.040 to 0.032	-	

	b	0.032 0.025		
	d	0.025 0.020		
13	a	-	0.100 to 0.080	0.08
	b		0.080 0.063	
	d		0.063 0.050	
14	a	-	0.050 to 0.040	
	b		0.040 0.032	
	d		0.032 0.025	

For calcium phosphate coatings, optimum roughness values for Ra in the range 2.5-5.0 μm (Grade 5, GOST 2789-73) are typical and this promotes better osseointegration of the coating with a bone tissue [8].

2.5 Study of the corrosion resistance of Mg0.8Ca alloy and calcium phosphate coatings on the surface of Mg0.8Ca alloy

The study was carried out using a 3.5% NaCl solution as a medium. A 3.5% NaCl solution was prepared. Samples were weighed, samples were placed by means of a holder into a test tube. The sample was retained in a 3.5% NaCl solution for 3.5 days. With a periodicity of 12 hours, the samples were removed and washed in distilled water. The mass was measured, and the loss of mass was calculated. The results were plotted in the form of plots of mass loss (%) versus time. The surface condition of the samples was examined with an optical microscope.

The optical microscope is an instrument for obtaining enlarged images of objects (or details of their structure).



Fig. 2.9. Optical microscope

Fig. 2.10. Optical scheme of the microscope: 1 - light source, 2 - collector, 3 - diaphragm I, 4 - mirror, 5 - diaphragm II, 6 - capacitor, 7 - object, 8 - lens, 9 - eyepiece, 10 - stage.

The object located on the stage is usually illuminated by an artificial light from an illuminator (lamp and collector lens) using a mirror and a condenser. To enlarge the object, the lens and the eyepiece are used. The lens forms a real inverted and enlarged image 7' of the object 7. The eyepiece forms a second magnified imaginary image of 7" as a rule in the best viewing distance $D = 250$ mm. If the eyepiece is translated in this way, in order for the image 7' to be the front focus of the eyepiece F_{ok} , the image provided by the eyepiece becomes valid and can be purchased on a screen or film.