

УДК 621.794.61

**Формирование и исследование микродуговых биопокровов
на основе волластонита и ZnO****В.В. Майер**

Научный руководитель: доцент, д.т.н. М.Б. Седельникова

Институт физики прочности и материаловедения, СО РАН

Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: vvm60@tpu.ru**Formation and research of the microarc bio-coatings based on wollastonite and ZnO****V.V Maier**

Scientific Supervisor: Ass., Prof., Dr. M.B. Sedelnikova

Institute of Strength Physics and Materials Science, Russia, Tomsk, Akademicheskyy pr. 2/4, 634055

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: vvm60@tpu.ru

Abstract. *In this study the micro-arc coatings with wollastonite and zinc oxide particles were synthesized on Mg-0,8 wt. % Ca alloy substrates. The influence of micro arc oxidation (MAO) process voltage on the morphological properties, surface roughness, and adhesion strength of the coatings was examined.*

Key words: *micro-arc oxidation, magnesium alloy, ZnO particles, wollastonite, surface morphology.*

Введение

В настоящее время большой интерес представляют биоразлагаемые материалы, такие как магний и его сплавы, которые способны растворяться в организме человека, постепенно замещаясь костной тканью [1, 2]. Однако, чистый магний и некоторые его сплавы подвержены слишком быстрой коррозии в физиологической среде человека, что приводит к разрушению имплантата уже на ранней стадии внедрения его в организм [2]. Для снижения скорости биорезорбции магниевых сплавов их поверхность модифицируют путем нанесения покрытий, которые также способны интенсифицировать процесс формирования новой кости [3]. Известно, что материалы, содержащие силикаты кальция, такие как волластонит (CaSiO_3), способствуют ускорению процессов биоминерализации и остеогенеза [4]. В настоящее время большой проблемой в имплантологии являются бактериальные инфекции, связанные с образованием биопленки. Введение цинка в состав покрытий позволяет добиться антибактериального эффекта [5].

Целью представленной работы является формирование биопокровов, содержащих волластонит и оксид цинка, методом микродугового оксидирования (МДО), а также исследование шероховатости, морфологии поверхности и адгезионной прочности покрытий в зависимости от напряжения процесса МДО.

Материалы и методы исследования

Образцы для нанесения покрытий были изготовлены в виде пластин размером $10 \times 10 \times 1$ мм из магниевых сплавов Mg-0,8 мас. % Ca (Mg0,8Ca). Их подвергали предварительной механической обработке и промывке в ультразвуковой ванне. Для нанесения покрытий на образцы из сплава Mg0,8Ca был подготовлен электролит, включающий следующие компоненты: Na_2SiO_3 , NaOH, NaF, CaSiO_3 , ZnO. Покрытия наносили на установке «MicroArc-3.0» с импульсным источником питания (ИФПМ СО РАН, г. Томск). Процесс МДО проводили в анодном потенциостатическом режиме, при следующих параметрах:

длительность импульсов – 350 мкс, частота следования импульсов – 60 Гц, длительность процесса – 10 мин, напряжение процесса 350-500 В. Шероховатость поверхности покрытий измеряли на профилометре-296 по параметру R_a . Морфологию поверхности покрытий исследовали методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на электронном микроскопе LEO EVO 50 («Zeiss», Германия). Адгезионную прочность оценивали с помощью макро скретч-тестера Revetest RST scratch tester (CSM Instruments SA, Пезе, Швейцария).

Результаты

Анализ микрофотографий поверхности покрытий (рис. 1) показывает, что они обладают пористой структурой с большим количеством округлых пор. Кроме того, на РЭМ-изображениях наблюдается наличие удлиненных частиц (рис. 1 а, отмечены синей стрелкой), характерных для природного волластонита. Также на поверхности покрытий обнаружены скопления мелких частиц ZnO (рис. 1 а, отмечены красной стрелкой). Установлено, что при повышении напряжения процесса МДО рельеф покрытий становится более выраженным, при этом уменьшается количество частиц на поверхности и их размеры (рис. 1 в, г).

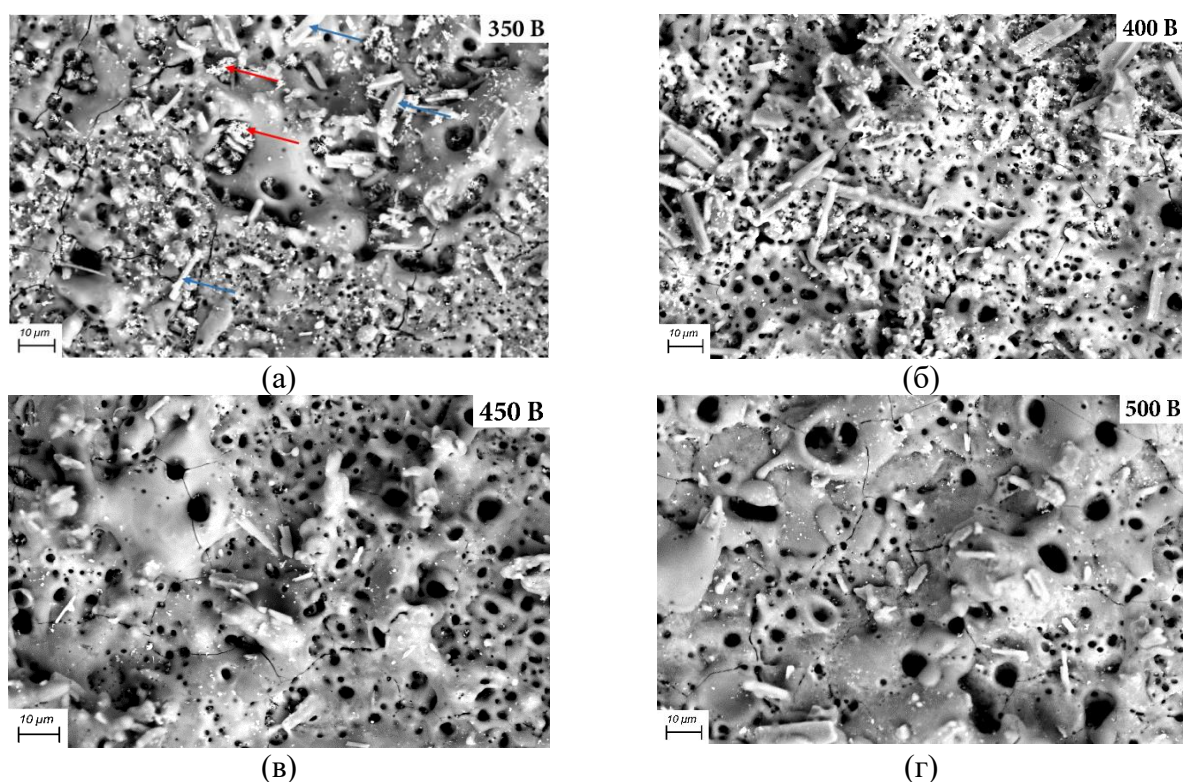


Рис. 1. РЭМ-изображения поверхности покрытий, нанесенных при напряжениях 350 В (а), 400 В (б), 450 В (в) и 500 В (г) (отмечены красной стрелкой – частицы ZnO, синей - CaSiO₃)

Выявлено, что при повышении напряжения процесса МДО от 350 до 500 В толщина и шероховатость покрытий увеличивались от 25 до 123 мкм и от 2,5 мкм до 21,5 мкм, соответственно.

Методом скретч-тестирования были исследованы адгезионные свойства покрытий. Анализ оптических изображений треков царапин (рис. 2 а) показывает, что условно царапины можно разделить на три зоны. Первая зона (I) – зона растрескивания покрытия, вторая зона (II) – зона скола покрытия и третья зона (III) – зона полного отслоения покрытия. Сравнение длин царапин показывает, что длина третьей зоны (III) для покрытия, сформированного при напряжении 350 В, является наименьшей. Для покрытия, нанесённого при 500 В, царапина имеет прерывистый характер, что объясняется высокой шероховатостью поверхности данного образца. Такой разброс длин зоны непрерывной перфорации показывает, что с увеличением напряжения покрытий, образцы выдерживают меньшую критическую нагрузку.

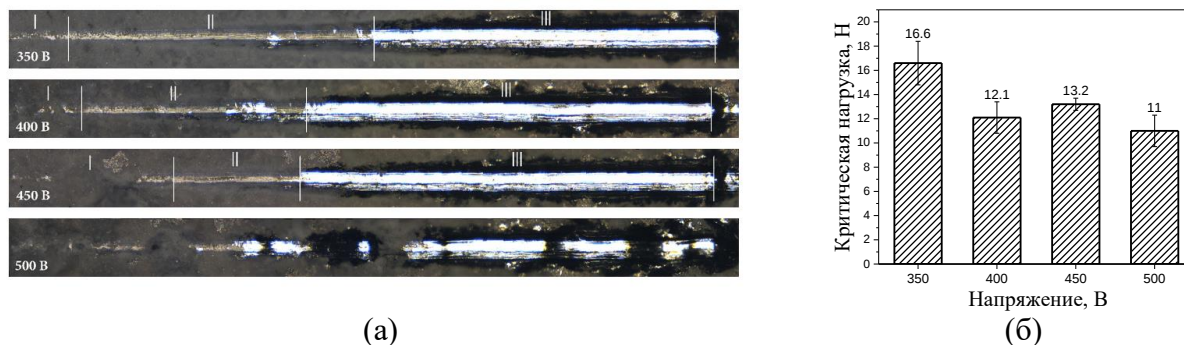


Рис. 2. Оптические изображения поверхности покрытий после скретч-тестирования (а), график зависимости критической нагрузки от напряжения процесса МДО (б)

Данные оптических изображений подтверждаются графиком зависимости критической нагрузки от напряжения (рис. 2 б). При увеличении напряжения процесса МДО значение критической нагрузки уменьшается от 16,6 до 11,0 Н.

Заключение

В результате проведенных исследований методом микродугового оксидирования, при варьировании напряжения процесса от 350 до 500 В, были сформированы биопокртия, содержащие частицы волластонита и ZnO. С ростом напряжения процесса МДО наблюдается увеличение толщины и шероховатости покрытий от 25 до 123 мкм и от 2,5 до 21,5 мкм, соответственно. Установлено, что покрытия, полученные при более низких напряжениях, характеризуются более высокой адгезионной прочностью. Предполагается, что такая зависимость связана с особенностями структуры покрытий, наличием на их поверхности большего количества кристаллических частиц, а также более низкими значениями шероховатости. При повышении напряжения процесса МДО в зоне локальных микродуговых разрядов реализуются высокотемпературные плазмохимические процессы, что приводит к оплавлению покрытий, уменьшению количества кристаллических частиц и снижению их адгезионной прочности.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН номер FWRW-2021-0007.

Список литературы

1. Maier P., Hort N., Magnesium alloys for biomedical applications // Metals. – 2020. – Vol. 10. – P. 1328.
2. Saha S., Lestari W., Dini C., Sarian M. N., Hermawan H., Barão V.A.R., Sukotjo C., Takoudis C. Corrosion in Mg-alloy biomedical implants - the strategies to reduce the impact of the corrosion inflammatory reaction and microbial activity // J. Magnes. Alloy. – 2022. – Vol. 10. – P. 3306–3326.
3. Molaei M., Fattah-alhosseini A., Nouri M., Nourian A., Systematic optimization of corrosion, bioactivity, and biocompatibility behaviors of calcium-phosphate plasma electrolytic oxidation (PEO) coatings on titanium substrates // Ceramics International. – 2022. – Vol. 48. – P. 6322–6337.
4. Padmanabhan S. K., Gervaso F., Carrozzo M., Scalera F., Sannino A., Licciulli A. Wollastonite/hydroxyapatite scaffolds with improved mechanical, bioactive and biodegradable properties for bone tissue engineering // Ceramics International. – 2013. – Vol. 39. – P. 619–627.
5. Mashtalyar D.V., Imshinetskiy I.M., Nadaraia K.V., Gnedenkov A.S., Sinebryukhov S.L., Ustinov A.Yu., Samokhin A.V., Gnedenkov S.V. Influence of ZrO₂/SiO₂ nanomaterial incorporation on the properties of PEO layers on Mg-Mn-Ce alloy // Journal of Magnesium and Alloys. – 2021. – Vol. 10. – P. 513–526.