

## **МИКРОДУГОВОЕ ОКСИДИРОВАНИЕ ТИТАНОВЫХ ИМПЛАНТАТОВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В МЕДИЦИНЕ**

Сметкин А.А., Осипчук М.К.

*Пермский национальный исследовательский политехнический университет, г.  
Пермь, Россия*

*Аннотация: Представлены результаты экспериментальных исследований по микродуговому оксидированию в электролите КОН+жидкое стекло поверхности образцов из титанового сплава ВТ1-0. С использованием оптической микроскопии и рамановской спектроскопии дана оценка структуры и состава полученных оксидных пленок. Формирование оксидного слоя предназначено для последующего осаждения на поверхности углеродных нанотрубок, как эффективных центров остеосинтеза живых тканей. При различных режимах МДО получены оксидные пленки, преимущественно состоящие по данным рамановской спектроскопии из анатаза.*

*Ключевые слова: микродуговое оксидирование, оксидный слой, титан, имплантант, анатаз.*

### **Введение**

Титан является наиболее широко используемым ортопедическим материалом в медицине. Однако современные ортопедические имплантаты из сплавов титана имеют среднюю функциональную продолжительность жизни всего 10-15 лет. Есть много причин, почему ортопедические имплантаты неудачны, и одной из них является отсутствие начальной и устойчивой интеграции в костную ткань. Для улучшения совместимости и цитосвойств титановых ортопедических имплантатов в последнее время представляю интерес со стороны многих исследователей многостенные углеродные нанотрубки (УНТ), осажденные или выращенные на нанотубулярном титане путем химического осаждения из газовой фазы [1].

Получение на поверхности титановых и алюминиевых сплавах защитного оксидного покрытия при помощи МДО-технологии приобретает все большую актуальность и рассматриваются альтернативные возможности использования получаемых покрытий. Как одна из альтернатив – это применение оксидного слоя как платформы для роста нанотрубок, способствующих росту органических тканей на титановых имплантатах, применяемых в медицине.

### **Методики эксперимента и исследований**

В ходе исследования были выбраны образцы титана марки ВТ1-0 различных размеров. Поверхность образцов была очищена от сторонних загрязнений шлифованием с остаточной шероховатостью и обезжирена перед

нанесением оксидного покрытия методом МДО-технологии (рис. 1) в жидком электролите (KOH+жидкое стекло) при различных режимах тока (табл. 1).

Таблица 1 – Площадь образцов и параметры режимов

№ образца	$S_{обр}, \text{см}^2$	Сила тока I, А	Время t, мин
1	7,16	10	1,5
2	2,73		
3	2,6		
4	2,73		
5	2,47	15	3
6	2,21		
7	2,47		

Режимы нанесения оксидного покрытия проводились на установке микродугового оксидирования в Научном Центре Порошкового Материаловедения (НЦ ПМ). Для проведения оксидирования малых по площади образцов установка была модернизирована добавлением ванны объемом  $\approx 1$  литр и соответственно перенаправлением течения тока на малую ванну с основной (рис. 1).



Рисунок 1 – Установка микродугового оксидирования

Способ охлаждения малой ванны “охлаждающая рубашка” по сравнению со способом охлаждения большой ванны, “теплообменная камера” (рис. 2), он менее эффективен в связи с чем охлаждение жидкого электролита недостаточно и раствор перегревается, начинает кипеть и интенсивно испаряться с течением времени.

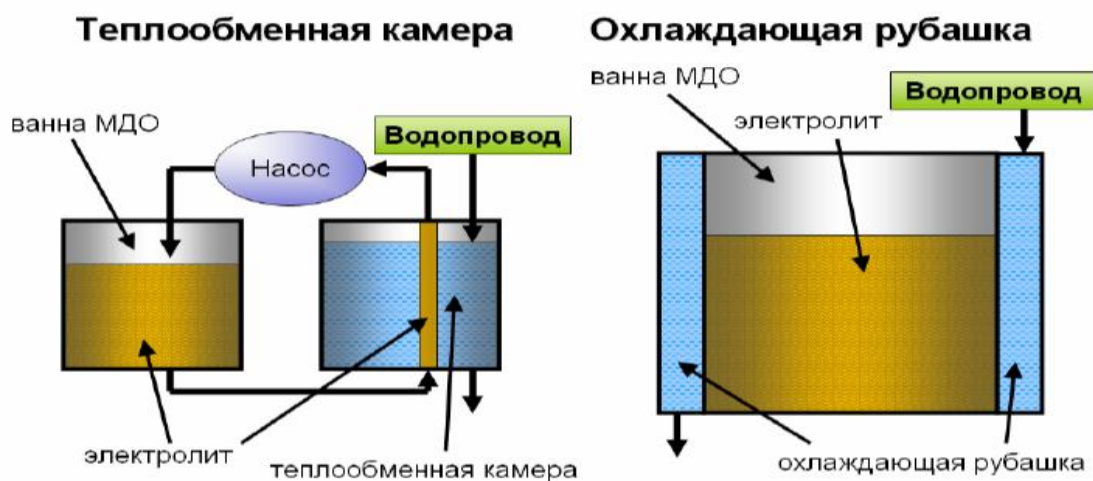


Рисунок 2 – Типы ванн

В данной установке используется конденсаторный источник тока (рис. 3), имеющий несколько ступеней с определенными значениями подаваемого тока [3].

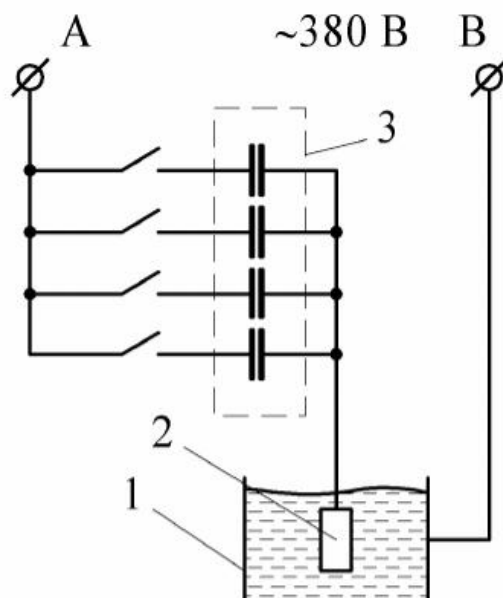
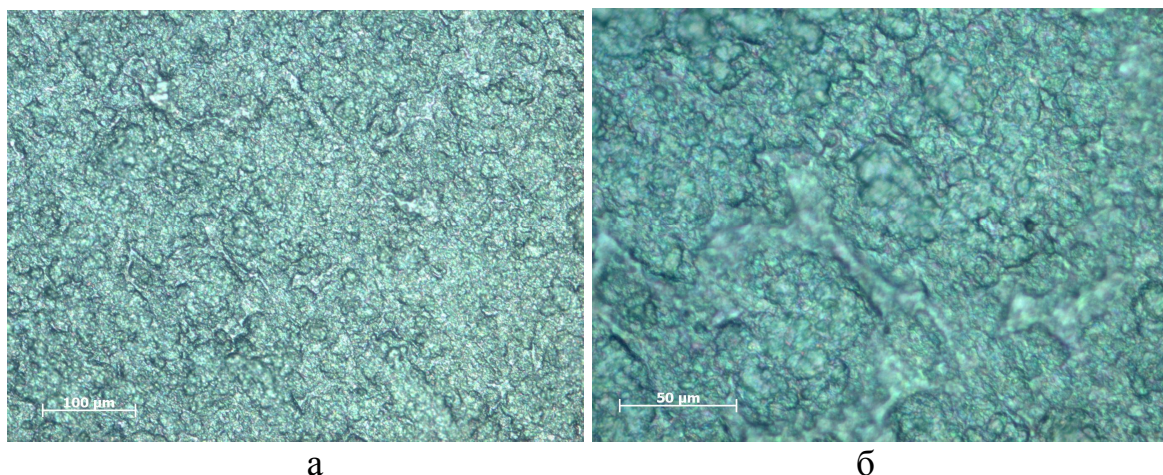


Рисунок 3 - Схема конденсаторного источника: 1 – Ванна с электролитом; 2 – Оксидируемая деталь; 3 – Конденсаторная батарея

После проведения режима поверхность образцов наблюдали при помощи микроскопа Axiovert 40 MAT (Carl Zeiss) для установления морфологии полученного покрытия. С помощью КР-спектрометра Senterra (Bruker) изучен состав покрытия.

### Результаты и их обсуждение

В ходе проведения на все образцы было нанесено оксидное покрытие с неравномерной ячеистой структурой (рис. 4).



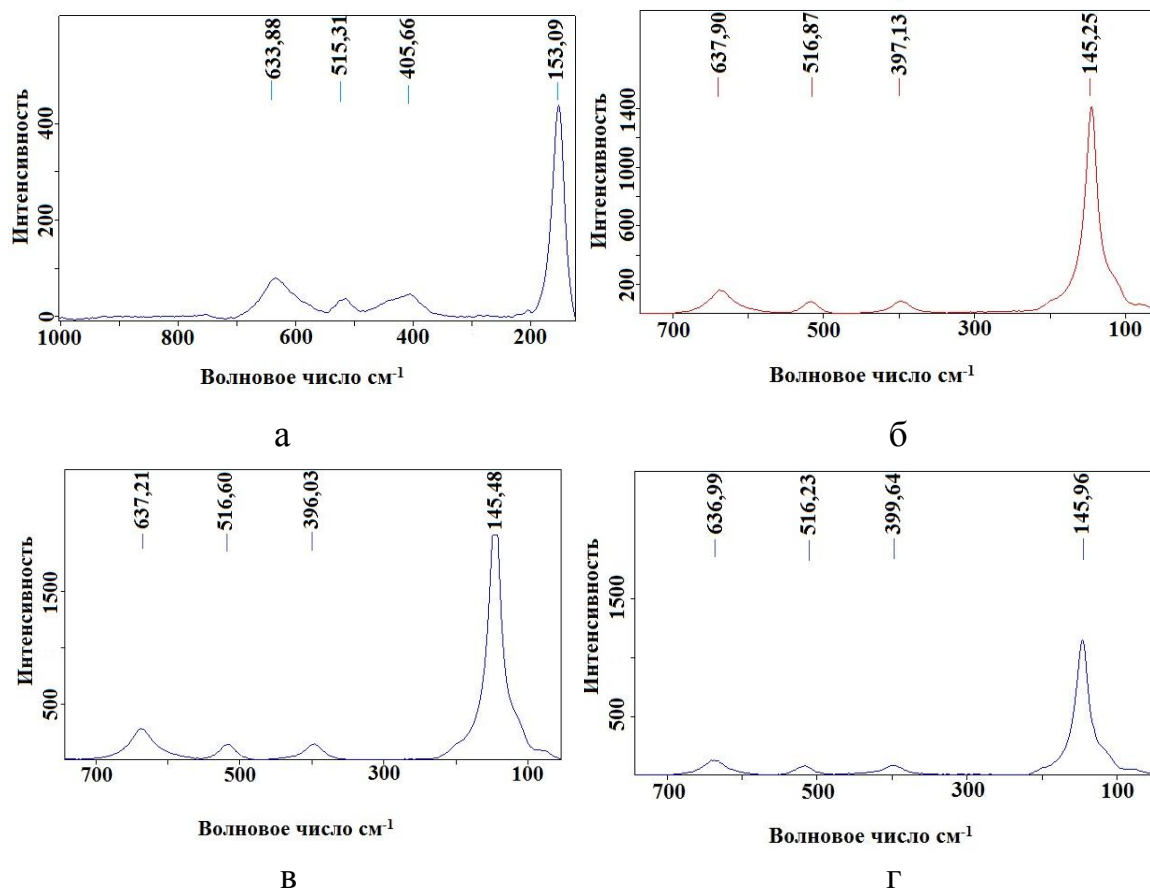
а

б

Рисунок 4 – Поверхность оксидного слоя; а – 20-кратное увеличение; б – 50-кратное увеличение;

Подобная структура поверхности обосновывается остаточной шероховатостью при подготовке поверхности образцов, а так же при проведении оксидирования образцов 2-7 происходило обильное тепловыделение с поверхности образцов, приведшее к кипению и испарению раствора электролита. Следуя из выше сказанного при большем увеличении заметны более глубокие ячейки, образование которых можно объяснить возникновением на поверхности образцов при кипении воздушных пузырьков.

В ходе проведения рамановской спектроскопии бы получены КР-спектры (рис. 5).





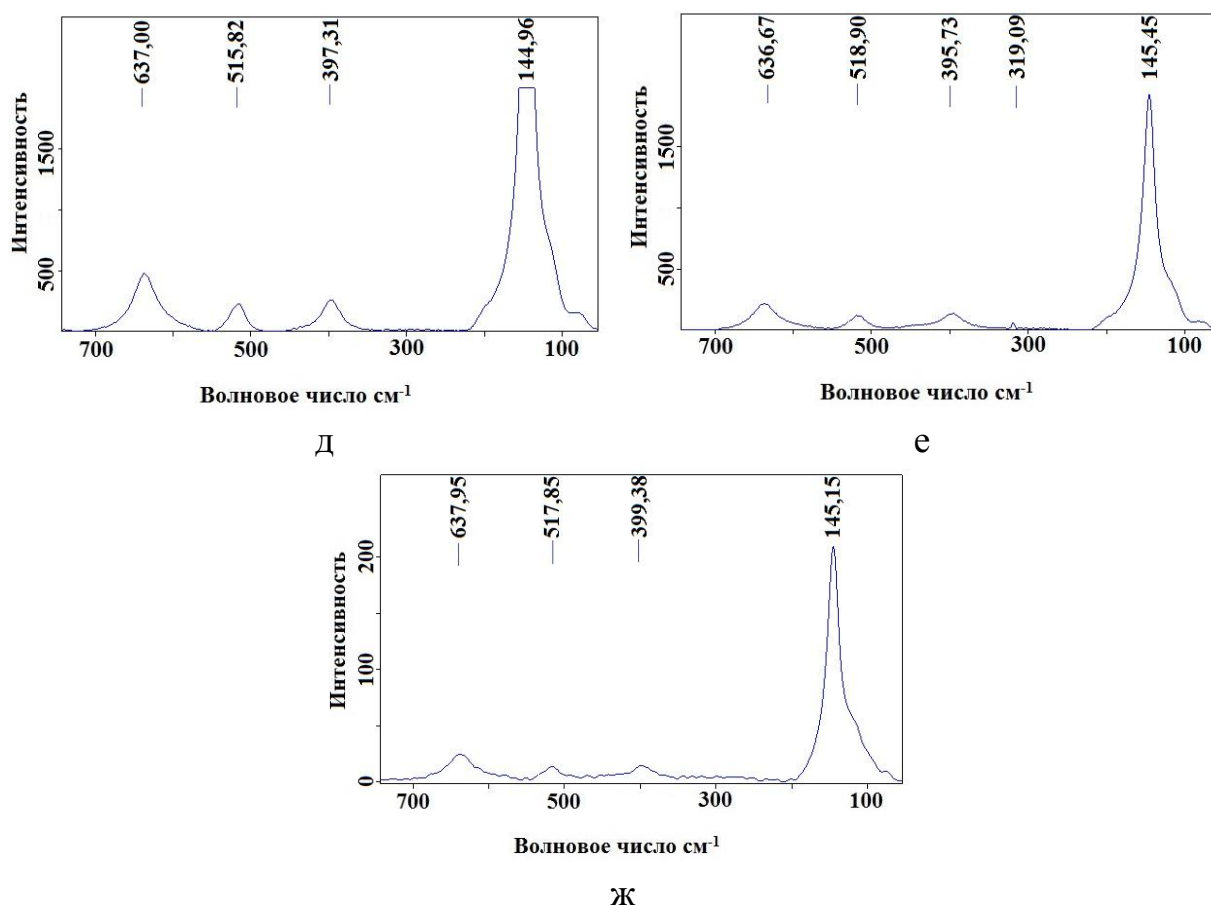


Рисунок 5 – КР-спектры полученного оксидного покрытия; а – 1; б – 2; в – 3; г – 4; д – 5; е – 6; ж – 7;

Анализируя полученные спектры и однородность нахождения пиков интенсивности на определенных значениях волны света обнаруживается их сходство друг с другом что свидетельствует о получении покрытия одного состава на всех образцах. Так же по величине интенсивности можно судить о величине образовавшегося покрытия и количестве диоксида титана, соответствующего пикам анатаза в модах  $E_g(153, 633)$  и  $A_{1g}(513)$  [2], преобладающего в составе покрытия. По ширине пиков так же можно определить размеры частиц участвовавших в образовании покрытия. Исходя из ширины пиков и их интенсивности со стечением времени от начала проведения процесса МДО покрытие образуется частичек диоксида титана от 10 нм до 60 нм. Такое увеличение частиц объясняется повышением температуры жидкого электролита и его последующего кипения, способствующие слипанию частиц, а так же повышение напряжения, что является следствием роста покрытия.

### Выводы

В ходе проведения исследования удалось получить несколько различных по толщине оксидных покрытий с ячеистой структурой поверхности для последующего выращивания на них углеродных нанотрубок. Подобраны режимы МДО-технологии создания покрытия, состоящего преимущественно из анатаза.

### Список литературы

1. Sirinrath Sirivisoot, Chang Yao, Xingcheng Xiao, Brian W Sheldon, Thomas J Webster Greater osteoblast functions on multiwalled carbon nanotubes grown from anodized nanotubular titanium for orthopedic applications // Nanotechnology. 2007. №18.
2. Swamy, V. Finite-size and pressure effects on the Raman spectrum of nanocrystalline anatase TiO<sub>2</sub> / V. Swamy, A. Kuznetsov, L. S. Dubrovinsky, R. A. Caruso, D. G. Shchukin, B. C. Muddle // Phys. Rev. B. – 2005. – V. 71, N. 18. – P. 184302/1-184302/11.
3. Жуковский А.В., к.ф-м.н. Морозов Е.М. к.т.н., проф. Шандров Б.В. Технология и оборудование упрочнения поверхностей деталей методом микродугового оксидирования // - С 126-130.