

**МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ  
МЕДИЦИНСКИХ ИМПЛАНТАНТОВ  
МИКРООКСИДИРОВАНИЕМ ТИТАНОВЫХ  
МАТРИЦ УПРОЧНЕННЫХ КАРБИДОМ  
ТИТАНА**

Выполнил: Инан Етхем Чагри, гр. ФК-11

Руководитель: к.т.н., проф., Степанчук Анатолий Николаевич

**Киевский политехнический институт**

2015

# ВВЕДЕНИЕ

- ✘ Титан и его сплавы это инженерные материалы, свойствами которых являются: высокая прочность, малый вес и устойчивость к коррозии.
- ✘ При получении небольших образцов с модулем упругости близким к модулю упругости кости, титановые биомедицинские имплантаты используются в ортопедической практике, и обеспечивает эффективное замещение биоматериалов.
- ✘ Чаще всего, титан и его сплавы используются в зубном протезировании за счет низкой износостойкости, а также инертности, но этих свойств недостаточно для полного протезирования всего человеческого тела.
- ✘ Эта дипломная работа направлена на улучшение свойств поверхности карбида титана армированием поверхности титанового матричного композита, с целью увеличения биосовместимости формированием пористого слоя оксида.
- ✘ Для повышения биологической активности, проводили обработку микродуговым оксидированием (МАО) что дает возможность получать на поверхности матричные композиты с 30 % TiC пористые слои оксида в форме анатаза и рутила толщиной 5 мкм

# БИОМАТЕРИАЛЫ



Искусственные биосовместимые материалы используются в организме, когда ткани частично или полностью не в состоянии исполнять свои обязанности.

# ТИ И ТИТАНОВЫЕ СПЛАВЫ

- ✘ Имплантаты из титана и его сплавов заменяют нержавеющей сталь и CoCr сплавы благодаря более низкой плотности (4,5 г/см<sup>3</sup>), что коррелирует с плотностью костной ткани.
- ✘ Они не являются магнитными, МРТ и не создают проблем при исследовании человеческого организма.
- ✘ Выше: прочность, биосовместимость, остеоинтеграция (стабильная химическая связь), обрабатываемость и коррозионная стойкость.
- ✘ Титановые матрицы могут покрываться гидроксиапатитом ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) различными методами, что повышает биоактивность материалов

# ПРЕИМУЩЕСТВА МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ (МАО)

- ✘ Простота оборудования: электрический источник питания, бассейн с электролитом, анод, катод, система охлаждения.
- ✘ Сущность процесса МАО состоит в погружении анода с раствор электролита, подаче отрицательного напряжения на катод, что формирует дугу. Как результат, на поверхности образца образуется оксидное покрытие.
- ✘ Процесс не является вредным для окружающей среды, не требует сложной подготовки образцов.
- ✘ Применяется для широкой группы материалов и покрытий.
- ✘ Для понимания различности свойств покрытий, предстоит проведение дополнительных исследований.

# ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ ЭКСПЕРИМЕНТА

- ✘ При подготовке образцов для испытаний были использованы порошки со средними размерами: порошок титана - 40 мкм и графитовый порошок - 15 мкм.
- ✘ Получение образцов включало: смешивание порошков титана и графита, прессование, горячее спекание, проведение микродугового окисления.
- ✘ Квадратные образцы размерами 5x5 см изготавливаются методом горячего изостатического прессования с усилием 6 тонн предварительно смешанных порошковых смесей.
- ✘ Испытуемые образцы 5 см x 5 см x 2 см в виде пластин, содержат 5%, 10%, 15%, 20%, 25% и 30% карбида титана.

# ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ ЭКСПЕРИМЕНТА

- ✘ Для дополнительного спекания использовали образцы размерами 5 мм x 10 мм.
- ✘ Параметры спекания:  $10^{-1}$  бар под давлением и температуре  $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течении 150 минут.
- ✘ Чтобы предотвратить искажение и образование трещин в образцах, образцы нагревали ступенчато с выдержкой:  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  и  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$  и во время охлаждения образцы выдержка при  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 30 минут.
- ✘ Образцы размерами 5x10 мм полировали на абразивной бумаге SiC P240-1200.

# ПРОВЕДЕНИЕ МИКРООКСИДИРОВАНИЯ

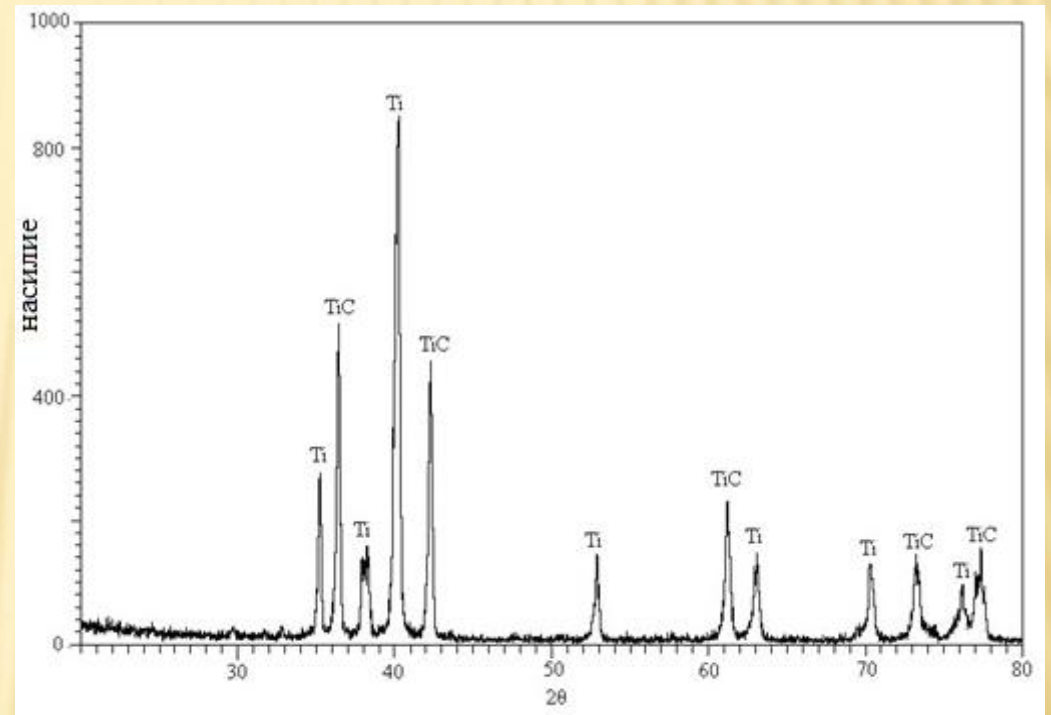
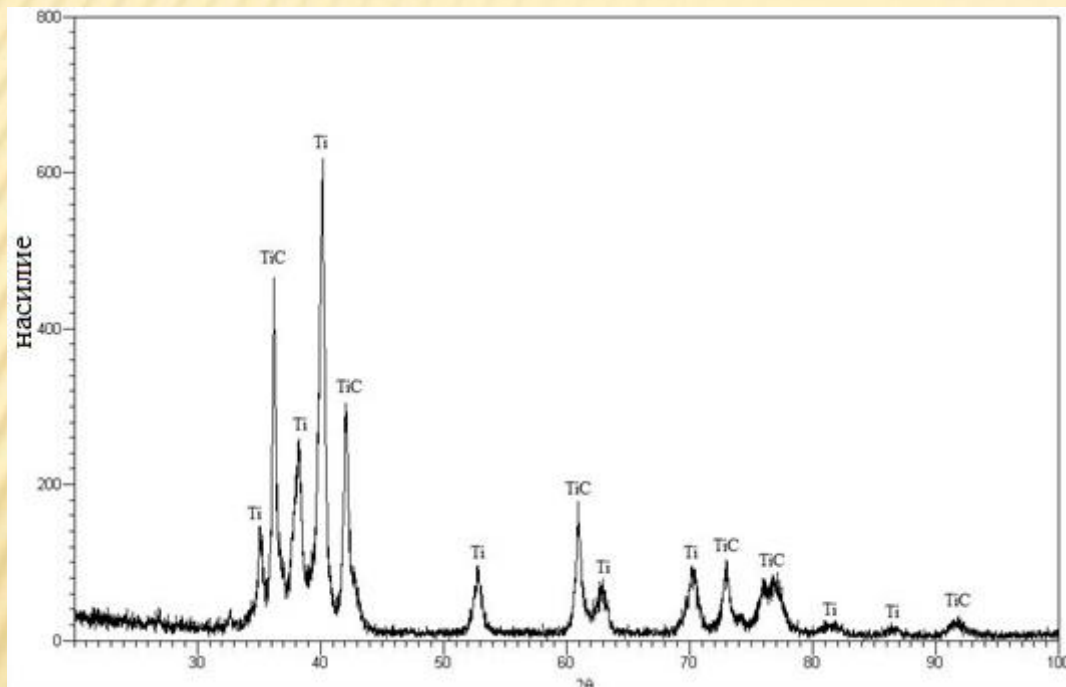
- ✘ Спеченные при  $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 150 минут образцы размерами 5 мм x 10 мм подвергались процессу микродугового окисления.
- ✘ Процесс микро-дугового окисления выполнялся при положительном 350V и отрицательном 55V напряжении
- ✘ Формирование оксидного слоя проводилось в растворе электролита, 10 литров чистой воды содержащего соединения 150 г ацетата кальция  $((\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ca}\cdot\text{H}_2\text{O})$  и 90 г фосфата натрия  $(\text{Na}_3\text{PO}_4)$  в течение 5 минут .



# МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ ПОЛУЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ

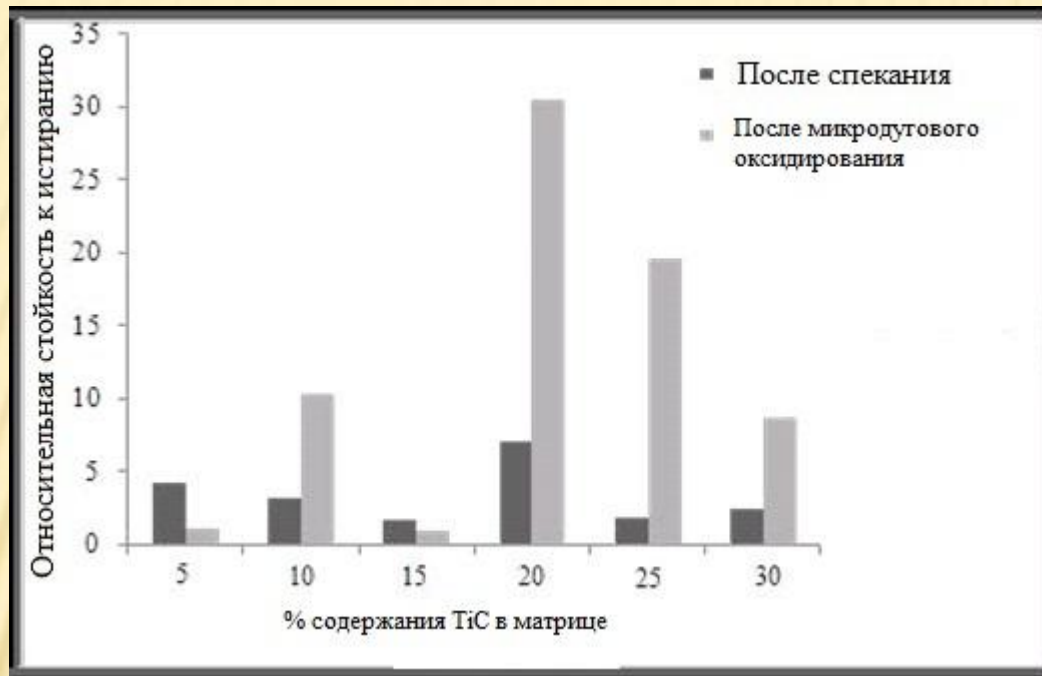
- ✗ РДА (дифракция рентгеновских лучей).
- ✗ Для расчета плотности и пористости определение архимедовской плотности,
- ✗ Оптическая микроскопия и анализ SEM для внешнего и вида распределение пор, определение твердости и проведение истирания для изучения механических свойств.
- ✗ Макро- и микро-анализ поверхности.
- ✗ Измерение шероховатости поверхности, твердость испытаний и абразионные испытания.
- ✗ Для исследований био-совместимости выполнялись анализы: SEM,EDS рентгеновский дифракционный анализ.
- ✗ Имитация биологических испытаний в подготовленном растворе в течении месяца.

# ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ



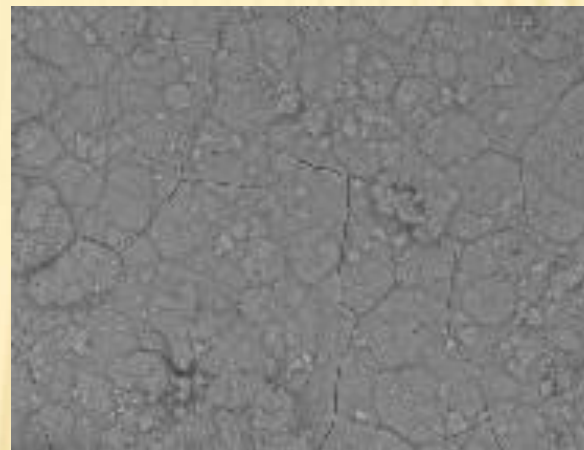
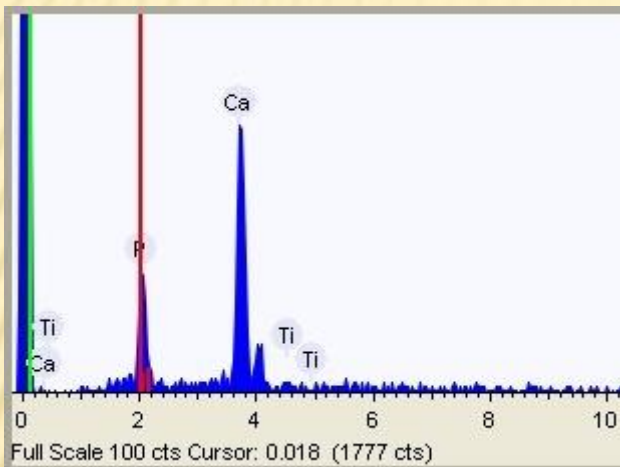
После дополнительного спекания (при 1300 °С в течение 150 минут) образцы с 20 % карбида титана исследовались XRD. Микроструктура состоит из фаз Ti и TiC, с повышенной интенсивностью, в сравнении с образцами только после горячего прессования.

# РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ НА ИСТИРАНИЕ



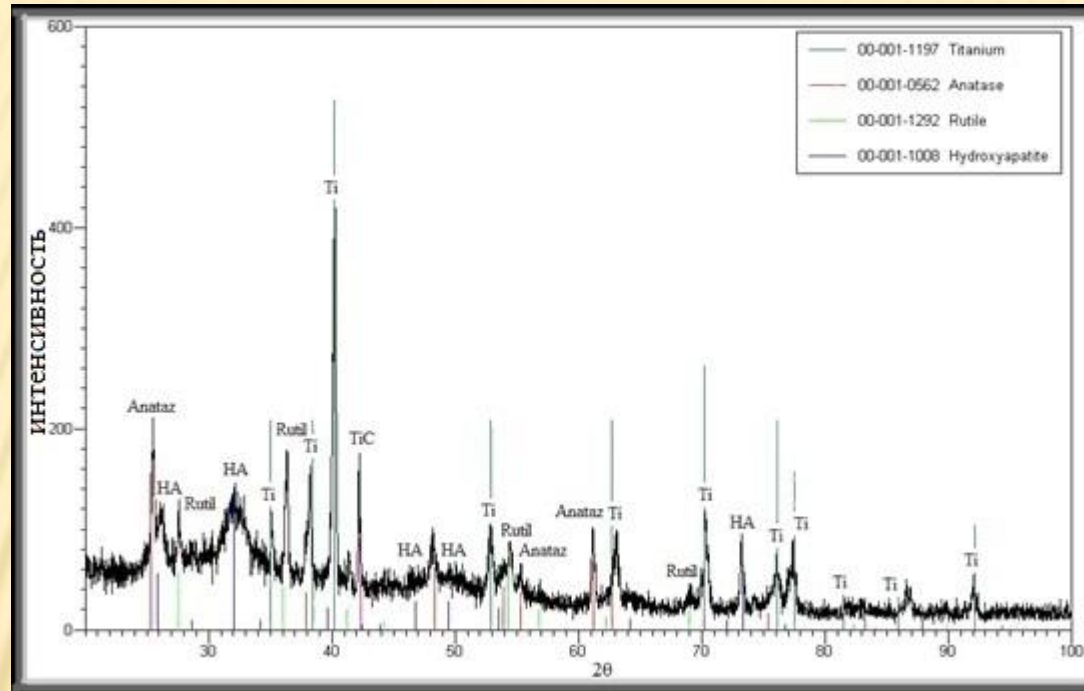
Сравнительная износостойкость образцов содержащих разное количество карбида титана, а также после спекания и MAO

# РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЯ БИОАКТИВНОСТИ



Эти образцы содержат 30% TiC, анализ EDS и SEM изображений полученные на образцах после 4 недель испытания биологической активности. Анализ SEM изображения показал, что поверхность композита не появляется в некоторых областях, эти области осаждают кальций и фосфор. Наблюдаемые пики Ti в очень небольшом анализе EDS связаны с плотностью поверхности осадка. В этом случае осадок на поверхности образца считается гидроксиапатитом.

# РЕЗУЛЬТАТЫ РЕНТГЕНО-ФАЗОВОГО АНАЛИЗА



При исследовании в имитаторе жидкости тела процесса MAO в течение 4 недель, для образцов армированных 30% TiC, XRD анализом были обнаружены пики анатаза, рутила и гидроксиапатита (ГА), что определяется как показатели биоактивности.

# ВЫВОДЫ

- ✘ После спекания композиционных материалов (предусматривающее горячее прессование), как следствие пористость увеличивается, а также уменьшается плотность. Количество локализованного в микроструктуре TiC увеличивается, что увеличивает пористость, но со временем, плотность уменьшается.
- ✘ После дополнительного спекания композитов, значения твердости возрастают с увеличением количества TiC. Спеченные композиционные материалы получили гораздо большие значения твердости, чем значения твердости у образцов после горячего прессования. Дополнительно спеченные композиты, имеют более высокую твердость, чем композиты после горячего прессования.
- ✘ Процесс MAO на поверхности пористого композита формирует оксидный слой толщиной около 5 мкм, содержащий анатаз и рутил. Оксидный слой является биоактивным и увеличивает коррозионную стойкость материала к истиранию, в целом. В исследованиях биологической активности в имитаторе жидкости тела для образцов после микродугового оксидирования, особенно для сплавов 30% TiC заметны значительные осадения гидроксиапатита. Это доказало биологическую активность образцов.