

ФОРМИРОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ПОВЕРХНОСТИ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ С ПОМОЩЬЮ ВЧ-ПЛАЗМЫ Пониженного Давления

Ключевые слова: струя, ВЧ плазма, температура, пониженное давление.

Проведены исследования распределения температуры по высоте плазменной струи высокочастотного индукционного разряда пониженного давления при ее взаимодействии с обрабатываемым изделием.

Keywords: RF plasma, stream, temperature, low pressure.

The paper is dedicated to studying of temperature distribution on RF inductive plasma stream height in interacting with treaded sample..

Известно отрицательное воздействие на живой организм материала инородных тел. В местах воздействия проявляется реакция живого организма, т.е. образование капсул, воспаления, нагноения, незаживающих ран, отторжения. Металлические и полимерные имплантаты испытывают также отторжение в связи с их плохой биологической совместимостью [1, 2].

При синтезе на поверхности металлических имплантатов (зубные протезы, пластины для соединения костей, клипсы, суставы и др.) биологически инертных соединений, отсутствует реакция отторжения со стороны живого организма. Кроме прочего, эти соединения могут иметь биоактивные свойства и уменьшать сроки реабилитационных периодов, угнетать болезнетворную микрофлору и т.п. [3-5] Как показали предварительные исследования, сверхтвердые и инертные структуры состоят из нитридов и карбидов переходных металлов. Они имеют мелкозернистую или наноструктуру, определяющую свойства этих материалов. Синтезированные в плазменной фазе, эти соединения должны отвечать медико-биологическим и медико-техническим требованиям для их применения в медицине. Синтез в плазменной фазе позволяет регулировать свойства получаемых веществ в широком диапазоне.

Использование новых биосовместимых материалов в медицине позволит уменьшить риск послеоперационных осложнений, уменьшит реабилитационные сроки, повысит стойкость и надежность металлических имплантатов. Все это снизит показатели послеоперационных осложнений, уменьшит затраты на его нужды. Позволит создать новое поколение медицинских инструментов и имплантатов с повышенной конкурентоспособностью и мировым приоритетом.

Актуальность проблемы создания защитных биосовместимых материалов в виде покрытий металлических имплантатов повышается в настоящее время в связи с катастрофическим повышением аллергических реакций человека на имплантируемые металлы [3, 6-8].

Хирургические имплантаты - это изделия, вводимые в организм для выполнения каких-либо его функций в течение длительного времени.

Наиболее распространенной разновидностью имплантатов, расположенных в теле больного, являются элементы для соединения отломков костей, которые используются при оперативном лечении пострадавших с переломами костей. Этот метод оперативного лечения представляет внутренний остеосинтез. Среди способов, применяемых для внутреннего остеосинтеза, различают соединение пластинами (накостный), винтами (картикальный), спицами, проволокой. Фиксация отломков пластинами предусматривает их закрепление винтами на поверхности кости.

Изучение общих закономерностей процессов взаимодействия биологической ткани с материалом медицинских изделий показало, что все они протекают на поверхности изделия. Одним из путей нейтрализации негативного влияния материала на окружающие ткани является модификация его поверхности с целью придания ему биосовместимых свойств.

Следует отметить, что характеристики металлических материалов медицинских изделий и их поверхностей должны быть ориентированы на функции изделия, т.е. должны быть функциональными.

В последние годы особую актуальность приобретает лечение повреждений и заболеваний костной системы. В связи с интенсивным развитием транспорта и появлением других высокоэнергетических травмирующих факторов среды наблюдается увеличение числа пострадавших с переломами длинных костей конечностей.

Переломы длинных костей составляют значительную часть от всех переломов костей скелета.

Проведенный анализ показал, что самыми востребованными являются имплантаты для выполнения стабильно-функционального остеосинтеза.

С их помощью обеспечивается ренозикация костей после переломов и стабилизация костных структур при лечении костей или их сращения и/или для их поддержки или коррекции. После достижения поставленной цели имплантаты либо

удаляют из организма, либо остаются в месте вживления.

Имплантаты являются медицинскими изделиями с высокой степенью риска (класс 3 ГОСТ Р 51609-2000). Основные показатели назначения имплантатов для остеосинтеза определены ГОСТ Р ИСО 14602-99.

При разработке имплантатов должны быть учтены следующие основные факторы:

- материалы и их биосовместимость;
- физические, механические и химические свойства материалов, включая их коррозионную стойкость, долговечность и прочность;
- влияние технологических процессов (включая стерилизацию) на характеристики материалов и эксплуатационные свойства;
- уровни микробиологического загрязнения и загрязнения макрочастицами и т.д.

Биосовместимые свойства могут быть получены технологическими изменениями, биоселекцией исходного сырья, модификацией структуры материалов на нано- и молекулярном уровне. Наибольший интерес здесь представляет плазменная модификация, как наиболее универсальный инструмент обработки неорганических и органических материалов. Даже простое воздействие плазмой инертных газов приводит к значительным изменениям в свойствах поверхности материалов и позволяет их целенаправленно регулировать. Модификация нанодисперсными материалами позволит ещё больше повлиять на свойства, в т.ч. достичь биосовместимости [9, 10].

Как показывают исследования, сверхтвердые и инертные структуры имеют химические соединения: нитриды, карбиды переходных металлов. Они имеют мелкозернистую или наноструктуру, определяющую свойства этих материалов. Синтезированные в высокочастотной плазменной фазе, эти соединения должны отвечать медико-биологическим и медико-техническим требованиям для их применения в медицине. Процесс синтеза в этой технологии позволяет регулировать свойства получаемых веществ в широком диапазоне.

Плазма высокочастотных (ВЧ) разрядов пониженного давления ($p = 13,3 - 133 \text{ Па}$) является перспективным инструментом обработки материалов различной природы. Она позволяет эффективно обрабатывать органические и неорганические материалы с различным внутренним составом и структурой, а также поверхности изделий сложной конфигурации.

ВЧ-плазменная установка состоит из ВЧ генератора, вакуумной части (блока), системы питания рабочим газом, высоковольтного выпрямителя, ВЧ плазмотрона и аппаратуры контроля.

ВЧ генератор. В данной установке используется ВЧ генератор, собранный по одноконтурной схеме, настроенных на индукционную нагрузку на частоте 1,76 МГц.

ВЧ плазмотроны. Для изготовления разрядных камер плазмотрона использовалось кварцевое стекло. Причиной такого выбора послужили хорошая оптическая прозрачность, высокие термостойкость и

механическая прочность, а также малость диэлектрических потерь кварца в используемом диапазоне частот. В установке реализованы струйные ВЧ разряды индукционного типа с соленоидальным индуктором. Конструкция плазмотрона, предназначенного для получения потока плазмы, представлена на рис.1.

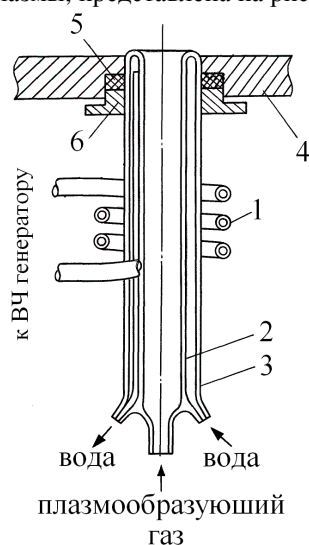


Рис. 1 Конструкции плазмотрона

- 1 – индуктор; 2 – разрядная камера; 3 – рубашка охлаждения; 4 – базовая плита; 5 – уплотнительное кольцо; 6 – прижимной фланец.

Вакуумный блок (рис.2) создан на базе установки, предназначенной для нанесения тонких слоев металлов и диэлектриков в вакууме. Основание вакуумного блока смонтировано в виде сварного каркаса, на верхней плоскости которого крепится плита. На ней размещены вакуумный колпак и подколпачные механизмы: карусели с образцами, устройства подъема и опускания карусели. Внутри каркаса блока размещены ВЧ плазмотрон, система вакуумных трубопроводов, вентили, подъемник колпака с электроприводом, блок электропитания, система водяного охлаждения узлов установки. В колпаке предусмотрены устройства ввода и вывода для подачи дополнительного потенциала на изделие.



Рис.2. Вакуумный блок установки для получения ВЧ плазмы.

Вакуумная откачная система построена на базе двухроторного насоса типа АВР-50 с быстрой действия 50 л/с.

Система питания плазмотрона рабочим газом состоит из баллона со сжатым газом, редуктора для понижения давления, образцового манометра и ротаметра для определения расхода газа и игольчатого накателя для регулирования расхода, устройства для получения смеси газов.

Система водоснабжения установки служит для обеспечения заданного теплового режима деталей и узлов, наиболее нагруженных в тепловом отношении: генераторной лампы, индуктора, разрядной камеры, вакуумного колпака. Подвод воды к установке и отвод из нее осуществляется при помощи резиновых шлангов.

Аппаратура контроля применяется для контроля входных параметров установки: ВЧ напряжения и тока, частоты генератора при проведении всех экспериментов по обработке материалов.

Для измерения давления в ходе исследования использовался образцовый манометр. Калибровка образцового манометра производилась по показаниям компрессионного манометра «вакустата» Брунера, с помощью которого оценивалась также точность показаний. Погрешность измерения давления в рабочей камере составляет 5 %.

С целью установления закономерностей взаимодействия ВЧ-плазмы с поверхностью материалов проводилась обработка образцов при варьировании входных параметров установки в следующих диапазонах: расход плазмообразующего газа 0,025-0,15 г/с, потребляемая мощность – от 2,5 до 10 кВт, частота генератора – 1,76 МГц.

В качестве рабочего газа при исследовании процессов финишной очистки и нанополировки поверхностей использовался технически чистый аргон. Для повышения микротвердости поверхности изделия использовалась смесь газов из аргона и азота в соотношении 70% на 30%. Предварительное давление в рабочей камере – от 1,33 до 13,3 Па, рабочее давление – от 13,3 до 133 Па, расход плазмообразующего газа – до 0,15 г/с.

Внутренние характеристики разряда и плазменной струи при этом изменяются в следующих диапазонах: концентрация электронов $n_e=10^{17}-10^{19}$ 1/м³, плотность тока в плазме $j=0,8-1,0$ А/м², напряженность магнитного поля в ВЧИ разряде $H_z=(0,6-2,5) \cdot 10^3$ В/м, скорость потока 70-500 м/с, толщина СПЗ до 1,5–2 мм, энергия ионов $W_i=40-80$ эВ и плотность ионного тока $j_i=0,3-15$ А/м².

Образцы материалов закреплялись в специальных креплениях на карусельных устройствах таким образом, чтобы при вводе их в поток неравновесной низкотемпературной плазмы проводилась обработка строго определенной зоны образца.

Образец устанавливался перпендикулярно потоку. Для устранения побочных эффектов образцы перед плазменной обработкой при изучении состава и структуры обезжировались и обезвоживались.

При исследованиях закономерностей изменения свойств поверхностного слоя материалов под воздействием ВЧППД применялись в основном плазмтроны с водяной рубашкой охлаждения, цилиндрической формы. Плазмообразующий газ во всех экспериментах подавался аксиально.

Температура образца при установлении закономерностей изменения свойств поверхностного слоя от плазменных параметров выбиралась такой, чтобы, с одной стороны, максимально интенсифицировать плазменные процессы, а с другой – чтобы при этой температуре термообработка не была бы доминирующим фактором.

После прекращения плазменного воздействия образцы либо подвергались интенсивному обдуву инертным газом, либо охлаждались до комнатной температуры в вакуумной камере.

Для теоретического исследования газодинамики струйного течения нейтральной компоненты ВЧ плазмы пониженного давления в вакуумной камере был использован метод, предложенный в [11]. Проведены расчеты газодинамических параметров струи ВЧ плазмы для модели вакуумной камеры радиусом $R=0.2$ м, радиусом входного отверстия $r=0.012$ м, длина камеры $l=0.5$ м. Давление на входе в вакуумную камеру устанавливалось 65-165 Па. Расчет проведен для модели с образцом, находящимся в струе ВЧ плазмы для плазмообразующего газа Аргон (Ar). Расчеты показывают, что для равномерной обработки материалов необходимо учитывать распределение температуры на поверхности образца за счет регулировки температуры плазмы, скорости течения и расхода плазмообразующего газа. На рис. 3. и рис. 4. показаны графики распределения температуры и скорости течения нейтральной компоненты ВЧ плазмы в зависимости от расстояния от входного отверстия для следующих параметров на входе в вакуумную камеру: $T_a = 750$ К, $P = 155$ Па, $V = 300$ м/с. Центр струи находится в точке $x=0$. Образец располагался на расстоянии 0.03 м от входного отверстия. Из графиков видно, что на расстоянии 0.001 м от входного отверстия наблюдается небольшой спад значений температуры и скорости в центре струи относительно края струи (кривая 1 рис.3., кривая 1 рис.4.), что объясняется торможением газа на входе в вакуумную камеру и переходом части кинетической энергии в тепловую. На расстоянии 0.025 м при рассмотренных параметрах течения неустойчивости по температуре и скорости не наблюдается и газодинамические параметры течения плазмы благоприятны для обработки образца (кривая 2 рис.3., кривая 2 рис.4.).

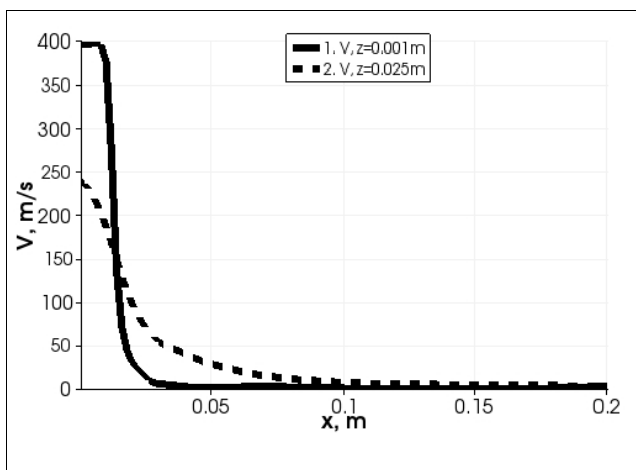


Рис.3. Скорость плазмообразующего газа в зависимости от расстояния от входного отверстия при наличии образца в струе

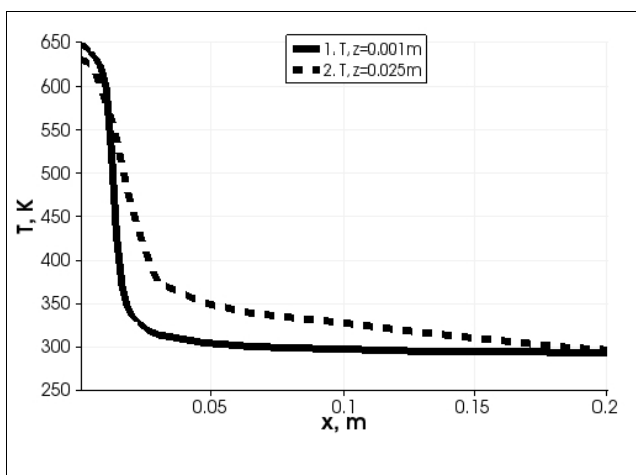


Рис.4. Температура плазмообразующего газа в зависимости от расстояния от входного отверстия при наличии образца в струе

Таким образом с помощью ВЧ плазмы пониженного давления получены модифицированные титановые импланты, отличающиеся улучшенными физико-механическими и биосовместимыми свойствами и проведены численные исследования газодинамических параметров нейтральной компоненты ВЧ плазмы пониженного давления в области обработки теоретического образца.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, гранты 10-01-00728а, 11-01-00864а, 12-01-00955а и Минобрнауки РФ, г/к от 06.09.2010г. № 14.740.11.0080

Литература

1. В.В. Савич, *Конструкции из композиционных материалов*, 4, 114 – 119 (2006).
2. Н.Н. Каркищенко, *Биомедицина*, 1, 5 – 27 (2009).
3. Ю.А. Рахманин, *Методические проблемы изучения и оценки био- и нанотехнологий (нановолны, частицы, структуры, процессы, биообъекты) в*

экологии человека и гигиене окружающей среды. Мир, Москва, 2007. 157 с.

4. Н.Н. Каркищенко, *Биомедицина*, 2, 5 -28 (2009).

5.

<http://stroy.databases.ru/Data1/52/52003/index.htm>

6. А. Hangfeldt, M. Gratzel *Chem. Rev.*, 95, 49 – 68 (1995).

7. D.F. Ollis, H. Al-Ekabi (Eds.). *Photocatalytic Purification of Water and Air*. Elsevier, Amsterdam, 1993. 432 p.

8. M. Xu, N. Huang, Z. Xiao, Z. Lu, *Supramol. Sci.*, 5, 449 – 451 (1998).

9. И.Ш. Абдуллин, А.А. Хубатхузин, *Вестник Казанского технологического университета*, 11; 625 – 627 (2010).

10. И.Ш. Абдуллин, А.А. Хубатхузин, *Вестник Казанского технологического университета*, 11; 628 – 629 (2010).

11. Желтухин В.С., Шемахин А.Ю. Расчет газодинамики струй ВЧ-плазмы пониженного давления // Учен. зап. Казан. ун-та. Сер. Физ.-матем. науки. - 2011. - Е. 153, кн.4. — С. 135-142.

А.А. Хубатхузин - к. т. н., доцент кафедры вакуумная техника электрофизических установок, КНИТУ, al_kstu@mail.ru

И.Ш. Абдуллин – д.т.н., профессор кафедры плазмохимических и нанотехнологий высокомолекулярных материалов, КНИТУ, abdullin_i@kstu.ru

Э.Б. Гатина – к.м.н., с.н.с. кафедры плазмохимических и нанотехнологий высокомолекулярных материалов, КНИТУ, mukalia@mail.ru

В.С. Желтухин — д.ф.-м.н., заведующий кафедрой математической статистики КФУ, vzheltukhin@gmail.com

А.Ю. Шемахин — аспирант, ассистент кафедры математической статистики КФУ, shemakhin@gmail.com