Сведения о выполненных работах в 2017 году
по проекту **«Разработка биосовместимых пористо-проницаемых материалов на основе никелида титана с модифицированной поверхностью стенок пор»,**
поддержанному Российским научным фондом

Соглашение № 17-79-10123

Руководитель канд. физ.-мат. наук Аникеев Сергей Геннадьевич

В ходе выполнения первого этапа Проекта были получены образцы биосовместимых пористо-проницаемых материалов на основе никелида титана с террасовидной морфологией поверхности стенок пор. Для создания экспериментальных образцов использован метод диффузионного жидкофазного спекания порошка никелида титана, полученного методом гидридно-кальциевого восстановления. Получение пористо-проницаемых материалов с оптимальными макроструктурными характеристиками (пористость, распределение пор по размерам, средний размер пор, удельная поверхность) создает определенные требования к температурно-временному режиму. При высокотемпературной выдержке жидкая фаза Ti2Ni смачивает и частично растворяет тело частиц порошка TiNi, образуя при кристаллизации межчастичные контакты во всем объеме порошковой системы. Свойства исходных порошков оказывают существенное влияние на структурные параметры и физико-механические характеристики получаемых методом спекания материалов, поэтому для интерпретации полученных результатов были дополнительно исследованы структурные и морфологические особенности исходных порошков никелида титана марки, полученного методом гидридно-кальциевого восстановления, которые были опубликованы в статье [Аникеев, С.Г. Структурные и морфологические особенности порошка никелида титана, полученного методом гидридно-кальциевого восстановления / С.Г. Аникеев, А.С. Гарин, Н.В. Артюхова и др. // Известия вузов. Физика. – 2018. – Т. 61, № 4. – С. 131–137].

В рамках реализации Проекта проведено исследование структурных параметров серии образцов, изготовленных по методикам однократного и двукратного диффузионного жидкофазного спекания порошка никелида титана марки ПВ–Н55Т45, полученного методом гидридно-кальциевого восстановления, в том числе с малыми добавками кобальта (менее 2 ат.% Co). Анализ структурных характеристик пористых образцов в зависимости от способа спекания и температурно-временного режима, начальной пористости порошковой насыпки и концентрации легирующих элементов, позволил подобрать оптимальные условия для создания пористо-проницаемых материалов на основе никелида титана с террасовидной морфологией поверхности стенок пор. Проведенное исследование на данном этапе позволяет выделить пористо-проницаемые материалы с достаточной степенью спекания и оптимальными макроструктурными параметрами для создания имплантируемых конструкций, которые будут использованы для дальнейших исследований в процессе реализации второго этапа Проекта. К таким материалам относятся: полученные методом однократного спекания при T1=1250 и 1260 °C, в том числе с добавками

кобальта 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 ат.% при T1=1260 °C, а также методом двукратного спекания при температуре T2=1250 °C (T1=1200 °C).

Исследование микроструктуры полученных пористых материалов различными способами диффузионного жидкофазного спекания методами оптической, растровой, просвечивающей микроскопий, методами энергодисперсионного анализа и рентгеноструктурного анализа показало, что металлическая матрица TiNi наследует структурно-фазовый состав порошка. По данным рентгеноструктурного анализа пористого сплава на основе никелида титана, полученного методом однократного и двукратного спекания, происходит гомогенизация порошковой системы при спекании по сравнению с исходным порошком, что выражается в увеличении доли основной фазы TiNi.

Для полученных образцов методом однократного и двукратного спекания, в том числе с добавками кобальта, во всех местах образования расплава на поверхности стенок пор установлено наличие террасовидного рельефа. Террасы находятся на участках свободных от частиц вторичных фаз и распространяются по искривленной поверхности стенок пор в пределах одного зерна, сохраняя периодическую структуру. При переходе из одного зерна к другому направление террас может меняться или оставаться прежним в зависимости от ориентации зерна. Высота ступеней составляет величину до 0,25 мкм при ширине террас 0,4–0,5 мкм. В некоторых местах удается определить островок гексагональной формы размером от 1 до 2 мкм. Величина центрального островка, как было установлено методом просвечивающей микроскопии при исследовании cross-section образцов, определяется расстоянием между пересекающимися кристаллами мартенсита B19′ пакетно-пирамидальной морфологии, в тех местах, где они имеют выход на поверхность стенки поры.

Согласно модели «террас–ступеней–изломов» (ТСИ), образование рельефа идет посредством присоединения адатомов к поверхностям излома, которые находятся на поверхности кристаллических тел. Появление данного рельефа диктуется процессами поверхностной диффузии адатомов, объемной диффузии атомов и их взаимодействием с дефектами подложки, которыми в данном случае, являются пластины мартенсита B19′. Формирование террасовидного рельефа на поверхности стенок пор спеченных материалов на основе никелида титана идет по механизму ступенчато-слоевого роста. При наличии естественной шероховатости в условиях высокой температуры в местах возникновения изломов в ступенях на поверхности стенок пор происходит адсорбция адатомов, образующихся при поверхностной диффузии. В этом случае рост ступени не требует возникновения зародышей и протекает в следующем порядке: адсорбция частиц на поверхности кристалла в виде адатома; поверхностная диффузия адатома по террасе в направлении к ступени с ее закреплением в угле; движение атомов вдоль ступени с закреплением в изломе ступени.

Результаты исследований методом ртутной порометрии подтверждают наличие ступеней террас в структуре поверхности стенок пор. На гистограммах распределения

микропор по размерам зафиксировано наличие пор от 0,2 до 300 мкм. Величина удельной поверхности, измеренной методом ртутной порометрии, составила 0,3090 м2/г, при вкладе террас в удельную поверхность 0,1135 м2/г, что составляет около 35%. Такое существенное приращение играет важную роль в интенсификации процессов взаимодействия клеточных популяций в поровом пространстве имплантируемой конструкции, созданной из биосовместимого материала на основе никелида титана с террасовидной морфологией поверхности стенок пор.

За время выполнения Проекта опубликованы две статьи в научном журнале «Известия вузов. Физика» (переводная версия Russian Physics Journal» находится в базах Web of Science и Scopus, ISSN 1064-8887). Результаты, полученные в ходе выполнения Проекта, представлены на двух международных конференциях ВТСНТ-2017 (г. Томск) и ПРФН-2018 (г. Томск). Гарин А.С., студент 4 курса группы № 541Б ФФ ТГУ, представил доклад на тему «Морфологические особенности порошка TiNi, используемого для создания биосовместимых пористо-проницаемых материалов» на VI международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике». Доклад Аникеева С.Г., старшего научного сотрудника лаборатории медицинских сплавов и имплантатов с памятью формы, на тему «Исследование террасовидного рельефа на поверхности стенок пор в биосовместимом пористом никелиде титана, полученном спеканием» на XV Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» отмечен дипломом II степени. Оба доклада вошли в сборники, которые индексируется базой данных РИНЦ.

Имеются 5 публикации в СМИ, посвященные результатам Проекта, с упоминанием о поддержке Российским научным фондом: в разделе «СМИ о Фонде и грантополучателях» Российского научного фонда от 21 февраля 2018 г. (http://rscf.ru/ru/node/2892), а также в новостной ленте Томского государственного университета (ТГУ) (http://www.tsu.ru/news/v-sfti-razrabotali-novyy-sposob-obrabotki-material/), Интернет-ресурсе «Новости сибирской науки» (http://www.sib-science.info/ru/heis/material-21022018), журнале Редкие земли /Rare Earth (http://rareearth.ru/ru/news/20180226/03746.html) и Региональном информационном агентстве «Томск» (РИА Томск) (https://www.riatomsk.ru/article/20180221/novij-sposob-obrabotki-materialov-dlya-implantatov-razrabotali-v-tomske/).