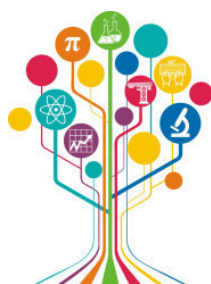


МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ



ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК

Том 1. Физика

Сборник научных трудов

XVIII Международной конференции студентов, аспирантов
и молодых ученых

27–30 апреля 2021 г.

PROSPECTS OF FUNDAMENTAL SCIENCES DEVELOPMENT

Volume 1. Physics

Abstracts

XVIII International Conference of students, graduate students
and young scientists

April 27–30, 2021



Томск 2021

УДК 538.911

**ВЛИЯНИЕ ГАЗОВОЙ СРЕДЫ АЗОТА НА СТРУКТУРУ, УСТАЛОСТНУЮ ПРОЧНОСТЬ И
БИОСОВМЕСТИМОСТЬ ПОРИСТЫХ СПЛАВОВ НИКЕЛИДА ТИТАНА**А.А. Шишелова, К.М. Дубовиков, М.А. Ковалёва

Научный руководитель: к.ф.-м.н. Е.С. Марченко

Национальный исследовательский Томский государственный университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050

E-mail: arina.sh9906@gmail.com**INFLUENCE OF A NITROGEN GAS MEDIUM ON THE STRUCTURE, FATIGUE STRENGTH AND
BIOCOMPATIBILITY OF POROUS TINI ALLOYS**A.A. Shishelova, K.M. Dubovikov, M.A. Kovaleva

Scientific Supervisor: PhD E.S. Marchenko

Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050

E-mail: arina.sh9906@gmail.com

Abstract. *The article presents the study of the influence of a nitrogen gas medium on the structural-phase composition, fatigue strength and biocompatibility of porous SHS-TiNi alloys. It was established by the three-point bending method that porous samples do not withstand more than 400 thousand cycles. The SEM method has shown a presence of large number of cracks and brittle inclusions on the fracture surface. XRD analysis has established that formed nitride phases on the surface improve biocompatibility of porous TiNi alloys. Confocal microscopy showed that the cells have covered surface of porous TiNi framework is 90%.*

Введение. Пористый сплав на основе TiNi, полученный методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) в среде аргона, успешно применяется в медицине благодаря способности обратимо вязко-упруго деформироваться в условиях циклической знакопеременной нагрузки и биоинертной поверхности [1, 2]. Биоинертность пористых СВС–TiNi сплавов обеспечивается поверхностным плотным градиентным слоем интерметаллических оксикарбонитридов, который формируется в процессе СВС [3]. Одним из способов повышения коррозионной стойкости может служить модификация газовой среды в процессе получения сплава. Исследований влияния газовой среды при получении пористых СВС-TiNi сплавов на структурно-фазовый состав и усталостную прочность в литературе не обнаружено.

Целью исследования является исследование влияние газовой среды азота на структурно-фазовый состав, усталостную прочность и биосовместимость пористых СВС-TiNi сплавов.

Экспериментальная часть. Пористый TiNi сплав был получен методом СВС в режиме послойного горения в проточном реакторе в атмосфере азота. Для дальнейшего исследования из цилиндрического образца электроэрозионной резкой были вырезаны 7 пластин с размерами 0,7×7×80 мм. Пластины циклически нагружали методом трехточечного изгиба с частотой 20 цикл/мин и прогибом 12 мм на воздухе. Поверхности разрушения пористых образцов в результате циклической нагрузки изучали, используя SEM изображения, полученные на микроскопе VEGA3 TESCAN.

Для исследования фазового состава и структурных параметров пористый CBC-TiNi сплав дезинтегрировали на гранулы. Рентгеноструктурный анализ проводили в геометрии скользящего падения луча под углом 1° на дифрактометре XRD-6000 Cu K α -излучении. Для полнопрофильного анализа рентгенограмм использовали программу POWDER CELL 2.4 и базу данных PDF-4+.

Клетки MCF-7 культивировали в течение 72 часов в стандартных условиях при температуре 37°C , 5% CO $_2$ и увлажненной атмосфере. Для визуализации клеток применяли двойную окраску акридиновым оранжевым и этидиумом бромидом. Поверхность пористого CBC-TiNi сплава с осажденными клетками изучали на конфокальном сканирующем зондовом микроскопе «НТ-МДТ» с вакуумной камерой SOLVER HV. При наложении флуоресцентных изображений получали локализацию живых клеток зеленым цветом и мертвых – красным цветом в режиме проходящего света.

Результаты. Из 7-ми пористых пластин сплава CBC-TiNi, полученного в среде азота все образцы разрушились, не достигнув 400 000 циклов изгиба. Характер разрушения был проанализирован при исследовании поверхности разрушения пористой пластины CBC-TiNi, которая выдержала максимальное число циклов – 365 000.

Поверхности разрушения в основном содержат участки хрупкого разрушения (Рис. 1, а). Часто встречаются участки квазихрупкого разрушения мартенситной фазы в сочетании с глубокими трещинами, проходящими через всю поверхность разрушения перемычки. На поверхности и в матрице обнаружены многочисленные хрупко растрескавшиеся включения. Поверхностный слой также разрушается хрупко с многочисленными трещинами. Большое количество трещин на каждой перемычке образуется из-за напряженного состояния матрицы и множества хрупких неметаллических фаз.

На образцах CBC-TiNi сплава с осажденными клетками обнаружена высокая плотность и однородность распределения зеленой клеточной массы (Рис. 1, б). Процент покрытия поверхности клетками составляет 90 %, что свидетельствует о высокой цитосовместимости поверхности сплава.

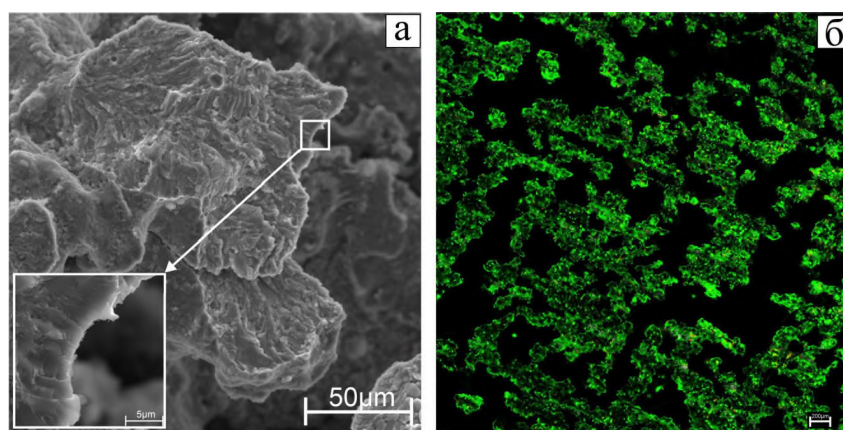


Рис. 1. РЭМ изображения поверхности разрушения TiNi (а) и конфокальная микроскопия поверхности TiNi с клетками MCF-7 (б)

По результатам РСА установлено, что характерной особенностью поверхности CBC-TiNi сплава является смешанное структурное состояние: кристаллическое и аморфно-нанокристаллическое (Рис. 2). Рентгеноаморфную структуру на рентгеновских спектрах характеризует диффузное гало в области начальных углов. Поверхность сплавов является многофазной и в основном состоит из

нанокристаллической интерметаллической фазы $Ti_4Ni_2O(N)$ с объемной долей 50-55 об. %, группы оксидных TiO_2 , $MgAl_2O_4$ и нитридных TiN , Ti_2N , $Ca_{11}N_8$, SiC_2N_4 , SrO_2 кристаллических фаз с суммарной объемной долей 25-30 об. %. На фазу матрицы $TiNi$ с ОЦК структурой приходится около 20 об. %. О нанокристаллическом состоянии оксинитридной $Ti_4Ni_2O(N)$ фазы свидетельствуют уширенные дифракционные отражения и малые значения ОКР равные 8 нм. Степень кристалличности поверхностного слоя крупнопористого сплава на глубине 100 нм составляет ≈ 60 %.

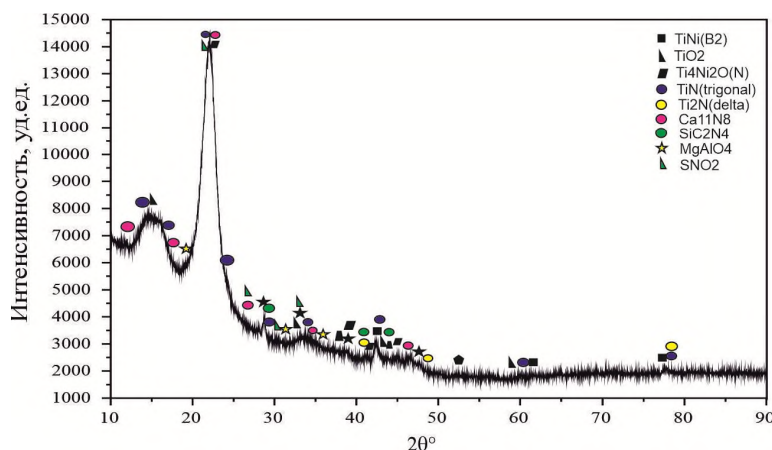


Рис. 2. Рентгеноструктурный анализ пористого CBC-TiNi сплава

Заключение. В результате проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

1. Установлено, что пористые пластины, полученные в среде азота, выдерживают не более 365 тыс. циклов трехточечного изгиба.
2. Методом РСА установлено, что поверхность CBC-TiNi сплава является многофазной с наличием кристаллических и аморфно-нанокристаллических фаз. Установлено, что газовая среда азота приводит к формированию на поверхности пористого каркаса нитридных фаз, улучшающих биосовместимость.
3. Процент покрытия поверхности клетками MCF-7 доказывает высокую цитосовместимость сплава.
4. Причинами низкой выносливости пористых сплавов $TiNi$, синтезированных в среде азота является: структурно-фазовая неоднородность, присутствие большого количества трещин и хрупких фаз в поверхностном слое.

Работа выполнена в рамках проекта Госзадания Министерства образования и науки Российской Федерации, проект № 0721-2020-0022.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Gorbunova Y.A., Krivosheina O.I., Zapuskalov I.V. Implant of porous titanium nickelide impregnated with autologous blood monocytes for the formation of orbital stump in the experiment // Bulletin of Siberian Medicine. – 2018. – V. 10., №. 4. – P. 12-14.
2. Gunther V. et al. Study of the knitted $TiNi$ mesh graft in a rabbit cranioplasty model // Biomedical Physics & Engineering Express. – 2019. – V. 5., №. 2. – P. 027005.
3. Yasenchuk Y. et al. Biocompatibility and clinical application of porous $TiNi$ alloys made by self-propagating high-temperature synthesis (SHS) // Materials. – 2019. – V. 12., №. 15. – P. 2405.