

ПОДГОТОВКА ИСХОДНОГО ПОРОШКА ГИДРОКСИАПАТИТА КАЛЬЦИЯ ДЛЯ ДЕТОНАЦИОННО-ГАЗОВОГО НАПЫЛЕНИЯ НА ТИТАНОВУЮ ОСНОВУ

А. А. Ситников, В. И. Яковлев, Н.П. Тубалов, А. А. Попова,
Ю. П. Шаркеев, Е. В. Легостаева

В работе рассматриваются особенности подготовки порошка гидроксиапатита кальция для напыления, исследован гранулометрический состав. Представлена методика определения фракционного состава исходного порошка, произведена его классификация на 4 размерные группы (1-10 мкм, 10-20 мкм, 20-30 мкм, 50-300 мкм) для оптимизации технологии нанесения покрытий детонационно-газовым способом.

Ключевые слова: гидроксиапатит кальция, гранулометрический состав порошка.

В современной медицинской практике для исправления дефектов костной основы или замены поврежденных участков ткани используются имплантаты из титана и титановых сплавов. Но, применение имплантов со значительным различием физико-химических и механических свойств сплава и костной ткани, вызывает активное отторжение у организма и осложнения в лечении. Для уменьшения отрицательного влияния этих факторов необходимо создать между костью и имплантатом переходную зону, которая наряду с прочной связью с материалом имплантата должна иметь приемлемую для организма макро и микроструктуру. Такая зона должна быть получена в виде покрытия, имеющего определенную пористость, развитую морфологию, что требуется для эффективной приживляемости имплантатов. В настоящее время в качестве биоактивного материала для покрытий применяют, главным образом, гидроксиапатит (ГА). Улучшение совместимости имплантатов с покрытиями может обеспечиваться благодаря приближению их фазово-структурного состояния и свойств к параметрам костной ткани.

На сегодняшний день существует ряд методов получения кальций-фосфатных покрытий на поверхности металлов, например, шликерный (золь-гель), микродуговое оксидирование, магнетронное распыление, плазменное напыление, детонационно-газовое напыление и др. Известно большое количество работ, посвященных разработке и исследованию покрытий на основе фосфатов кальция, полученных различными методами. Тем не менее, сохраняется проблема

в области практического материаловедения и идет поиск новых технологий.

Метод детонационно-газового напыления имеет хорошие перспективы для нанесения биосовместимых покрытий, из-за идентичности фазового состава напыляемого материала и покрытия.

Первые работы с применением метода детонационно-газового напыления (ДГН) порошка ГА показали, что он имеет хорошие перспективы использования в области биосовместимых покрытий, но требуется проведение целого комплекса различных исследований напыления материалов [1].

При детонационно-газовом напылении важным технологическим параметром является скорость напыляемых частиц, которая способствует ускорению физико-химических процессов в контакте, и, следовательно, повышению прочности покрытия [2,3]. В очередь скорость напыляемых частиц зависит от их массы и размера.

Целью данной работы является исследование гранулометрического состава ГА и классификация его на размерные группы для оптимизации технологии нанесения покрытий детонационно-газовым методом.

В качестве материала использован биологический порошок гидроксиапатита кальция (ГА) различных фракций.

Подготовка порошка для детонационного напыления происходила в несколько этапов.

Во-первых, предварительная сушка исходного материала в муфеле при температуре 100-200⁰С, время выдержки 3 часа.

Далее, разделение полидисперсной порошковой смеси ГА по размерам частиц на фракции проводилась на центробежном

классификаторе КЦЕ-2. Был определен оптимальный режим работы классификатора с регулировками: число оборотов инерционного сепаратора - 3500 об/мин, вакуумный аспирационный канал – 30 мм. водяного столба, при производительности 0.6 кг./час.

В-третьих, определение размеров частиц полидисперсной порошковой смеси проводилось с применением автоматизированного экспериментального комплекса обработки изображений, состоящего из металлографического микроскопа ММР-4, цифровой камеры Vaumer Optronic Arg-1000с (персонального компьютера, платы ввода изображений в ЭВМ). Учитывая физико-механические свойства порошка гидроксиапатита, такие как удельную плотность материала, меньшую, чем у металлических сплавов, способность к конгломерированию на открытом воздухе, оптические свойства частиц, были разработана методика «Гранулометрия» по определению фракционного состава с помощью пакета программ анализа видеоизображений «ВидеоТест-Мастер-Структура 5.2».

Подготовка объекта (препараторское стекло с нанесенным тонким слоем порошка

гидроксиапатита) для исследования, осуществлялось путем осаждения на препараторское стекло размешанного в этиловом спирте небольшого количества исследуемого порошка с последующей сушкой при комнатной температуре.

Состав порошка был разбит на размерные классы по площадям с интервалом по площади в 20 мкм^2 (что соответствует примерно 5 мкм диаметра) начиная с 1 мкм^2 до максимального.

В ходе эксперимента была набрана статистика по нескольким кадрам полученных изображений. Разделение на классы, и измерение различных параметров частиц было произведено с помощью соответствующих инструментов по заранее заданным калибровочным характеристикам объекта.

Определены основные гранулометрические группы гидроксиапатита: 1-10 мкм; 10-20 мкм, 20-30 мкм, 50-300 мкм.

На рис. 1 представлены РЭМ изображения порошка гидроксиапатита различных фракций. Для всех размерных групп форма частиц имеет сферическую форму и гладкую поверхность.

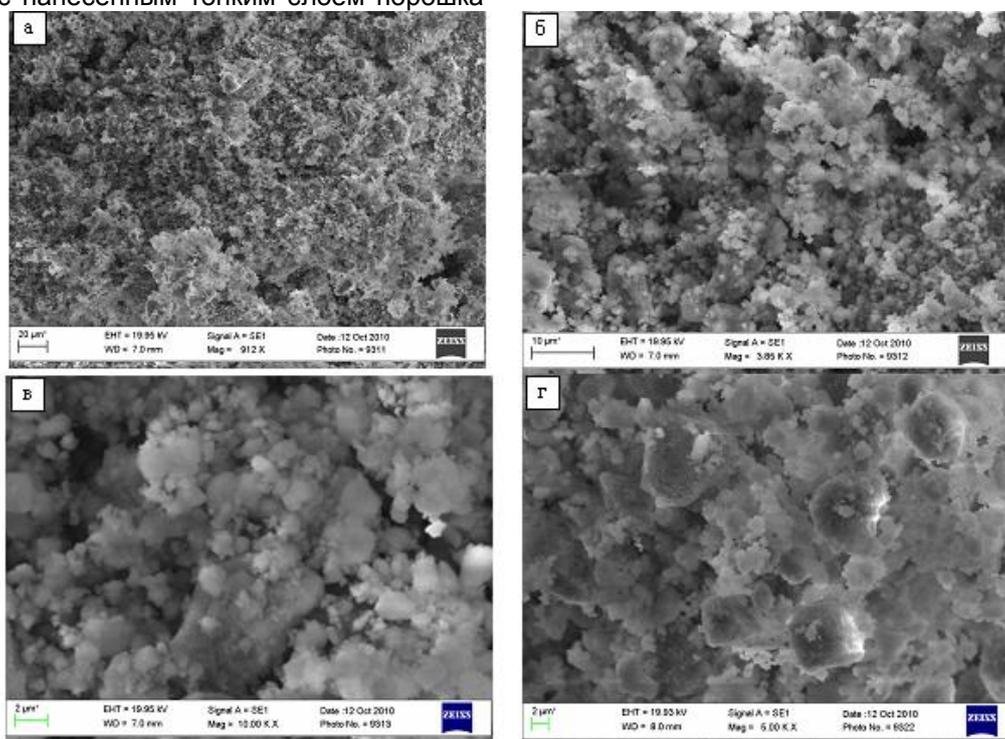


Рисунок 1 - РЭМ-изображение частиц гидроксиапатита: а – фракция – 1-10 мкм; б – фракция – 10-20 мкм, в – фракция – 20-30 мкм, г – фракция – 50-300 мкм

На рис. 2 приведены гистограммы распределения частиц гидроксиапатита по размерам, которые были построены по резуль-

270

татам измерения частиц. Для измерения размеров частиц применяли стандартный метод «секущей» [4]. Для размерной группы 1-

ПОДГОТОВКА ИСХОДНОГО ПОРОШКА ГИДРОКСИАПАТИТА КАЛЬЦИЯ ДЛЯ
ДЕТОНАЦИОННО-ГАЗОВОГО НАПЫЛЕНИЯ НА ТИТАНОВУЮ ОСНОВУ

10 мкм распределение частиц имеет одно-
модовый характер, при этом основная доля час-
тиц попадает в диапазон 0,1-2 мкм (рис.2 а).
В тоже время для размерных групп 10-20 мкм
и 20-30 мкм также присутствуют мелкие час-

тицы размерной группы 1-10 мкм. Для раз-
мерной группы 50-100 мкм наблюдаются еди-
ничные частицы, размер которых достигает
300 мкм (рис. 2 г).

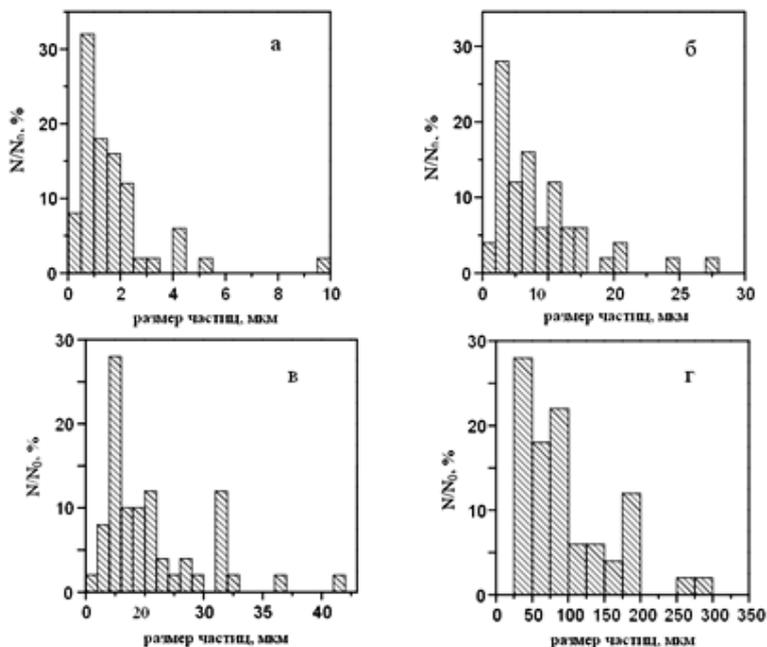


Рисунок 2 - Гистограммы распределения частиц гидроксиапатита по размерам:
а – фракция – 1-10 мкм; б – фракция – 10-20 мкм, в – фракция – 20-30 мкм,
г – фракция – 50-300 мкм, N/N_0 - % площади

В-четвертых, после разделения порош-
ковой смеси гидроксиапатита на фракции был
проведен контроль фазового состава каждой
размерной группы с помощью дифрактометра
ДРОН-6 в излучении Cu . Рентгеновская

съёмка осуществлялась с фокусировкой по
Бреггу-Брентано. Для фазового анализа ис-
пользовалась стандартная картотека ASTM.

На рисунке 3 приведены рентгенограм-
мы для каждой размерной группы.

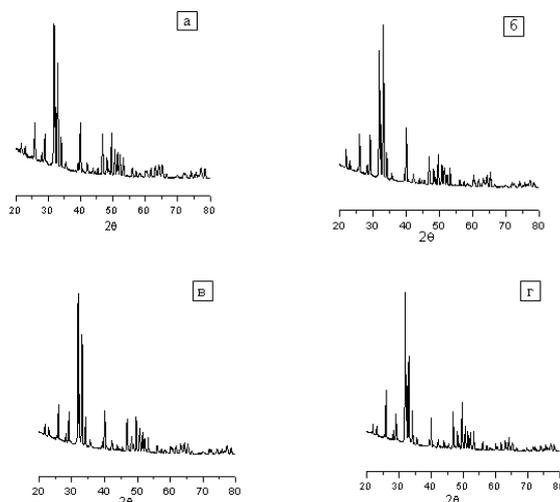


Рисунок 3 - Рентгенограммы порошковой смеси гидроксиапатита для различных размен-
ных групп: а – фракция – 1-10 мкм; б – фракция – 10-20 мкм,

в – фракция – 20-30 мкм, г – фракция – 50-300 мкм

Анализируя гистограммы всех размерных групп ГА можно сделать вывод о том, что в порошковой смеси посторонних фаз нет.

Выводы

1. Получены размерные группы (1-10 мкм; 10-20 мкм, 20-30 мкм, 50-300 мкм) исходной полидисперсной порошковой смеси гидроксиапатита. Для всех размерных групп форма частиц имеет сферическую форму и гладкую поверхность.

2. Разработана методика определения размера дисперсного материала. Распределение частиц во всех размерных группах равномерное и имеет одинаковый характер.

3. Рентгенофазовый анализ порошковой смеси во всех размерных группах не выявил помимо гидроксиапатита посторонних фаз.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Legostaeva E.V., Sharkeev Yu.P., Yakovlev V.I., Uvarin P.V., Kryazheva E.G. Formation of calcium-phosphate biocoatings by method of detonation gas spraying and its properties. – Proceeding of the second Asian Symposium on Advanced Materials, 2009 – P.305-308.

2. Кулик, А. Я. Газотермическое напыление композиционных порошков [Текст] / А. Я. Кулик, Ю. С. Борисов, А. С. Мнухин [и др.] – Л. : Машиностроение; Ленингр. отделение, 1985. – 199 с.

3. Шоршоров, М. Х. Физико-химические основы детонационно-газового напыления покрытий [Текст] / М. Х. Шоршоров, Ю. А. Харламов. – М. : Наука, 1978. – 224 с.

4. Тушинский Л.И. Методы исследования материалов: Структура, свойства и процессы нанесения неорганических покрытий [текст] – М.: Мир, 2004. –384 с.

Ситников А.А. д.т.н., профессор,
e-mail: sitalan@mail.ru;

Яковлев В.И. к.т.н., доцент,
e-mail: anicpt@rambler.ru;

Тубалов Н.П., д.т.н., профессор,

Попова А.А. аспирант,

Легостаева Е.В. к.ф.-м.н., с.н.с.

e-mail: lego@ispms.tsc.ru

Шаркеев Ю.П. д.ф.-м.н., профессор

e-mail: sharkeev@ispms.tsc.ru

ФГБОУ ВПО «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова»