

Сведения о выполненных работах
в период с 01.07.2023 г. по 30.06.2024 г.

по проекту **«Разработка метода реакционно-диффузионного спекания для создания биосовместимых пористых материалов на основе никелида титана с развитой террасовидной поверхностью стенок пор и гистерезисным характером формоизменения»**,

поддержанному Российским научным фондом

Соглашение № 19-79-10045

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

Получены пористо-монокристаллические экспериментальные образцы на основе порошковой шихты с различным соотношением инертной и реакционной компонент. Исследовано 3 состава порошковой части $[(TiNi):(Ti+Ni)]$ на основе $(TiNi-5Ti-0.5Ni)$ с шихтой Ti и Ni в эквимолярном соотношении в различной пропорции (1:1; 1:0,75; 1:0,5). Подготовлен монокристаллический материал $Ti_{49.5}Ni_{50.5}$ с температурами $A_f = 18-23^\circ C$, проведена его химическая (водный раствор HNO_3+HF) и электронно-пучковая обработка с плотностью энергии $3,5 \pm 0,6$ Дж/см² при 20 кэВ, 15 импульсов. Получены опытные образцы эндопротеза ребра (ширина 16 мм, длина 130 мм) после НСЭП в режиме сканирования, которые имеют оптимальный комплекс конструктивных и функциональных характеристик материала.

Разработан метод получения нового порошкового пористо-монокристаллического материала на основе TiNi с помощью сочетания реакционно-диффузионного спекания и электронно-пучковой обработки для создания эндопротезов ребер. Определены основные критерии создания и обработки порошковой и монокристаллической частей для достижения оптимальных свойств имплантируемой конструкции на основе TiNi.

Для создания эндопротеза ребра используют монокристаллическую пластину очищенную водным раствором азотной и плавиковой кислот и обработанной с помощью НСЭП. Совместная электронно-пучковая и химическая обработка позволяют получать двухфазный материал на основе аустенитной и мартенситной фаз TiNi. Порошковая шихта имеет соотношение основной и активирующей добавки [1:1]. Использование порошковой шихты на основе TiNi с таким соотношением экзотермической добавки соответствует цели создания пористо-монокристаллического материала и позволяет снизить температуру спекания на $150^\circ C$.

Так как эндопротез имеет две пористые части вокруг монокристаллической, то поэтому порошок помещали на монокристаллическую пластину в два этапа – на верхнюю и нижнюю плоскость материала и проводили 2 спекания. Спекание пористо-монокристаллического материала проводили при температуре $1100^\circ C$ в течение 15 минут. После получения пористо-монокристаллической заготовки ее порошковую часть с двух сторон обрабатывали НСЭП с плотностью энергии $3,5 \pm 0,6$ Дж/см² при 20 кэВ. Для опытных образцов эндопротезов облучение проводили в режиме сканирования, так как общая длина экспериментального образца составила 130 мм. Сочетание реакционно-диффузионного спекания и электронно-пучковой обработки позволило получить пористо-монокристаллический материал на основе никелида титана с развитой структурой порошковой пористой части. Экспериментальный материал имеет однородную структуру с величиной среднего арифметического отклонения профиля Ra в

интервале (60–65) мкм при R_z (295–310) мкм. Исследование деформационно-прочностных характеристик полученных пористо-монокристаллических материалов показало, что материал сохраняет высокий предел прочности (1291 МПа) и максимальную деформацию в момент разрушения (33,9 %). Кривая зависимости $S(E)$ содержит участки с упругой, мартенситной, пластической модами деформации.

Члены научного коллектива в 2023-2024 гг. приняли участие в работе 11 конференций. Представили 16 докладов, 13 из них, очные, 1 приглашенный, 2 отмечены дипломами I и II степени. Аникеев С.Г. представил доклад «Пористые биомиметические материалы: как природа помогает улучшить имплантаты» с основными результатами проекта [https://rscf.ru/fondfiles/other/RSF_school_2023.pdf] в рамках проведения Школы РНФ (Тематика «Наука за 10 минут: грантополучатели РНФ рассказывают о своих исследованиях») на III Конгрессе молодых ученых в федеральной территории Сириус, г. Сочи [<https://rscf.ru/news/found/v-rabote-shkoly-rmf-v-ramkakh-iii-kongressa-molodykh-uchenykh-prinyali-uchastie-pochti-300-issledova/>].

Опубликовано 4 статьи в российских изданиях, из них 2 в журналах, которые индексируются библиографическими базами Web of Science и Scopus, 2 статьи в изданиях, индексируемых в библиографической базе данных RSCI и РИНЦ.

Возможность практического использования результатов проекта:

Научные исследования, проводимые в рамках проекта, нацелены на получение и изучение свойств нового биосовместимого композиционного пористо-монокристаллического материала на основе никелида титана с целью его дальнейшего использования в медицинской практике для эндопротезов ребер нового поколения в торакальной хирургии. Необходимым требованием к используемым имплантатам является их хорошая биосовместимость с тканями организма, высокая коррозионная стойкость и механическая прочность

В связи с этим целью проекта явилась разработка новой технологии получения материалов, которые бы сочетали все вышеуказанные параметры. Необходимо отметить, что в течение двух последних десятилетий в нашей стране широкое распространение в медицине получили биосовместимые пористые сверхэластичные материалы и имплантаты с памятью формы на основе никелида титана. После помещения в тканевые дефекты такие имплантаты не отторгаются, а биологические ткани врастают и образуются в их пористой структуре с образованием единого функционирующего с имплантационным материалом органотипичного регенерата благодаря уникальным свойствам деформироваться и восстанавливать исходную форму при нагрузке и разгрузке подобно живым костным и мягким тканям. Данное обстоятельство позволило с высокой степенью эффективности применять указанные имплантаты для замещения утраченных тканей и органов в различных отраслях реконструктивной хирургии, в стоматологии, челюстно-лицевой хирургии. Для изготовления имплантируемых конструкций широко используются как монокристаллические, так и пористые материалы. Благодаря осуществлению термоупругих мартенситных превращений монокристаллические материалы обладают очень хорошими механическими характеристиками, необходимыми для имплантируемых структур, но при этом имеют достаточно плохую адгезию тканевых клеток к их гладкой поверхности. В то же время пористые материалы TiNi, будучи более совместимыми с пористыми костными тканями и демонстрируя лучшее прикрепление и рост клеток,

не имеют удовлетворительных показателей механических характеристик. Таким образом, объединение монолитных и пористых структур TiNi в один материал для имплантации представляется весьма перспективным подходом. Пористые, монолитные и композиционные материалы TiNi уже широко используются для создания эндопротезов различного назначения, таких как замена резецированных фрагментов ребер, устранение дефектов нижней челюсти, дентальная имплантация и т.д. Все имплантируемые устройства и конструкции на основе TiNi, как правило, имеют схожую композитную структуру, сочетающую в себе монолитную пластину TiNi и пористую часть TiNi, полученную спеканием или методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). Эндопротезы нижней челюсти и дентальные имплантаты имеют относительно массивные пористые части, так как не испытывают изгиба и должны выдерживать механические нагрузки. При этом, поскольку реберные имплантаты подвержены изгибу, их пористая TiNi часть должна быть как можно тоньше, чтобы не допустить снижения ресурса деформации подстилающей их монолитной подложки.

В рамках проекта получен пористо-монолитный материал с высокими функциональными свойствами путем спекания порошка никелида титана на монолитных пластинах TiNi с последующей модификацией поверхности низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком. Создание пористой части на монолитной пластине никелида титана позволяет в более короткие сроки интегрироваться конструкции в ткани организма. Пористая структура композита после имплантации конструкции прорастает окружающей тканью, кровеносными сосудами и имплантат интегрируется в организм. В таком материале его монолитная часть необходима для улучшения деформационно-прочностных характеристик при знакопеременных нагрузках, тогда как пористая часть увеличивает выживаемость имплантируемой конструкции за счет ее лучшего прикрепления к окружающим биологическим тканям различной природы (соединительные, хрящевые, костные).

С технической точки зрения особого внимания требует граница между пористой и монолитной частями искусственных ребер. При создании биосовместимого материала большое значение уделяли получению его пористой части с необходимой структурой и морфологией поверхности, которые приводят к кардинальному улучшению биосовместимости материала и его коррозионной стойкости. Настоящее исследование было сосредоточено на производстве таких материалов путем спекания и обработки поверхности НСЭП. Ввиду более развитой макроструктуры губчатых частиц порошков и террас на их поверхности использование таких порошков TiNi приводит к увеличению удельной поверхности материалов. Кроме того, известно, что обработка электронным пучком гомогенизирует поверхность обрабатываемых материалов. Многократное воздействие пучка электронов высокой энергии приводит к плавлению поверхностных слоев, которые имеют толщину 10-15 микрон. Таким образом, спекание с последующей модификацией электронным пучком позволяет эффективно контролировать макроструктуру пористого верхнего слоя, образующегося на поверхности монолитного никелида титана. Полученные материалы оценены комплексом методов поверхностного и фазового анализа, коррозионной стойкости и биосовместимости (гемолиз, цитотоксичность и жизнеспособность клеток), проведены тесты на рост клеток. Обнаружено, что по сравнению с монолитным TiNi

разработанные материалы обладают лучшей коррозионной стойкостью, а также демонстрируют хорошую биосовместимость и потенциал для роста клеток на их поверхности. Благодаря биосовместимости никелида титана с тканями организма индивидуальные эндопротезы ребер на его основе после помещения в зону дефекта будут длительно функционировать, обеспечат полноценное восстановление функциональных возможностей организма и позволят свести до минимума все виды осложнений, присущие данному типу вмешательств. В данном случае повысится эффективность реабилитации больных с реберными дефектами на основе применения медицинских технологий использования полученных новых материалов. Таким образом, разработанные в настоящем проекте биосовместимые композиционные пористо-монолитные материалы на основе никелида титана являются перспективными в качестве потенциальных имплантатов нового поколения для использования в эндопротезах ребер.

Выполненная в рамках Проекта задача разработки биосовместимых композиционных пористо-монолитных материалов на основе никелида титана, использование которых необходимо в медицинской практике, будет способствовать существенному улучшению непосредственных и удаленных результатов лечения, снижению потребности в повторных реконструктивных операциях и более ранней медико-социальной реабилитации больных.