

Сведения о выполненных работах  
в период с 01.07.2022 г. по 30.06.2023 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

В ходе реализации намеченного плана коллектив молодых ученых выполнил комплекс связанных между собой работ для достижения основной цели проекта – разработку нового биосовместимого порошкового пористо-монокристаллического материала на основе никелида титана, используемого при создании эндопротезов ребер, с помощью сочетания реакционно-диффузионного спекания и электронно-пучковой обработки. План работ выполнен в полном объеме и проведены дополнительные исследования по активации процессов спекания за счет различного соотношения основного порошкового компонента (гидридно-кальциевого порошка TiNi) и реакционных добавок порошков Ti+Ni, трибологическим исследованиям, изучению параметров механических свойств и смачиваемости поверхности экспериментальных материалов.

В концепции научного единства Проекта 2019 и 2022 гг. использовали наработки в области создания ПОРИСТЫХ материалов на основе TiNi методом реакционно-диффузионного спекания (состав шихты TiNi-5Ti-0,5Ni: крупная фракция гидридно-кальциевого порошка TiNi (100–160) мкм с совместной добавкой 5 ат. % Ti мелкой фракции (0–100) мкм и 0,5 ат. % Ni) и электронно-пучковой обработки с помощью низкоэнергетического сильнофокусированного электронного пучка (НСЭП) в режиме с энергией электронов 20-30 кэВ, 30 импульсов, длительность импульса – 2.5 мкс. Представим выполненные работы, исходя из ранее сформулированных пунктов:

1. Разработан способ подготовки поверхности монокристаллического материала на основе TiNi путем электронно-пучковой обработки и механической шлифовки.

2. Выполнена подготовка порошковой шихты на основе исходной А [TiNi-5Ti-1.5Ni – крупной фракции гидридно-кальциевого порошка TiNi (100–160) мкм с добавкой 5 ат. % Ti мелкой фракции (0–100) мкм и 0,5 ат. % Ni], и дополнительной реакционной добавки порошков Б [Ti и Ni в эквимолярном соотношении] для реализации экзотермической реакции с целью качественного припекания порошковой части к монокристаллической с сохранением развитой морфологии поверхности 2D материала на основе крупных частиц порошка TiNi с коэффициентом шероховатости Ra не менее 60–80 мкм при Rz 280-360 мкм. Получили 4 состава шихты с соотношением инертной (исходной) и реакционной компонент А:Б – 1:1; 1:0,75; 1:0,5; 1:0,25.

3. Установлены термо-временные режимы реакционно-диффузионного спекания в электровакуумной печи для получения пористых и пористо-монолитных образцов, которые удовлетворяют вышеупомянутым параметрам шероховатости поверхности и обеспечивают в перспективе качественную адгезию к основанию монолитного TiNi.

4. Выполнено изучение структурных особенностей металлографических шлифов пористых и пористо-монолитных образцов после спекания поперечного среза и поверхности (топография, микроструктура) с целью оценки качества адгезии и проведения трибологических испытаний полученного материала после реакционно-диффузионного спекания. Установлены оптимальный способ подготовки монолитного материала, состава шихты, режимов спекания.

5. Полученные результаты апробированы на 3 международных и всероссийских конференциях, представлено 6 докладов. Подготовлен материал для разработки патента и опубликовано 3 работы, что с учетом квартилей соответствует 4 статьям. Совместно с пресс-службой Томского государственного университета опубликован информационный материал на сайте tsu.ru. Подготовлен промежуточный отчет по результатам реализации Проекта, разработан план работ и командировок на завершающий этап Проекта.

#### Основные результаты:

1. Установлено что монолитный материал Pt(et)-20 обладает оптимальным комплексом структурных особенностей и свойств. Необходимо выполнять предварительную химическую чистку поверхности для удаления массивного оксидного слоя. Предложенный режим обработки позволяет получать однородную и свободную от частиц вторичных фаз поверхность, что отвечает решению задачи создания пористо-монолитного материала на основе никелида титана.

2. Определено влияние реакционной добавки (Ti-Ni) на структурные особенности пористого материала на основе гидридно-кальциевого порошка TiNi. Его роль, главным образом, заключается в изменении объемной доли вторичных фаз за счет активации процессов массопереноса в локальных участках межчастичных контактов, где наблюдается максимальный градиент химического состава в системе Ti-Ni за счет реакционной составляющей порошков титана и никеля. Предлагаемый подход соответствует задаче создания качественных межчастичных контактов в сложной порошковой системе и сохранения первичной (исходной) структуры зерен TiNi.

3. Установлено, что спекание при температуре 1100°C и времени выдержки 15 мин, позволяет получать пористый и пористо-монолитный материал с качественными межчастичными контактами и удовлетворительной степенью спекания. Разработанные порошковые составы [(TiNi):(Ti+Ni)] на основе (TiNi-5Ti-0.5Ni) с шихтой Ti и Ni в эквиатомном соотношении в различной пропорции (1:1; 1:0,75; 1:0,5) подходят для создания пористо-монолитных материалов на основе TiNi с необходимыми структурными характеристиками.

4. Получены результаты исследования структурных особенностей металлографических шлифов поперечного среза и поверхности (топографии, микроструктуры) с целью оценки качества адгезии и проведение трибологических испытаний полученного материала после реакционно-диффузионного спекания. Определены оптимальный способ подготовки монолитного материала, состав шихты, режимы спекания. Установлено, что монолитный материал на основе TiNi под обозначением Pl(et)-20 обладает оптимальным комплексом структурных особенностей и свойств, за счет выполненных работ на стадии получения слитка, передела в монолитные пластины, химической и электронно-пучковой обработки. Разработанные порошковые составы [(TiNi):(Ti+Ni)] на основе (TiNi-5Ti-0.5Ni) с шихтой Ti и Ni в эквиатомном соотношении в различной пропорции (1:1; 1:0,75; 1:0,5) подходят для создания пористо-монолитных материалов на основе TiNi с коэффициентом шероховатости Ra не менее 60–80 мкм при Rz 280-360 мкм. Комплекс выполненных работ подтвердил состоятельность заявленного плана научного исследования для успешной разработки нового биосовместимого порошкового пористо-монолитного материала на основе никелида титана, используемого при создании эндопротезов ребер, с помощью сочетания реакционно-диффузионного спекания и электронно-пучковой обработки.

5. Показатели кадрового состава научного коллектива и публикационные показатели реализации проекта соответствуют ранее заявленным.