

Научно-технический журнал

Издается с 2003 г.

Выходит один раз в квартал

Февраль 2011 г.

**ВЕСТНИК
САРАТОВСКОГО
ГОСУДАРСТВЕННОГО
ТЕХНИЧЕСКОГО
УНИВЕРСИТЕТА
2011**

**№ 1 (53)
Выпуск 2**

Журнал включен в перечень ведущих рецензируемых журналов и научных изданий, утвержденный президиумом ВАК Министерства образования и науки РФ, в которых публикуются основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук

**Главный редактор
Зам. главного редактора
Ответственный секретарь**

д.и.н., профессор И.Р. Плеве
д.т.н., профессор А.А. Сытник
д.т.н., профессор А.А. Игнатъев

Редакционный совет: д.т.н. В.И. Волчихин, д.т.н. В.А. Голенков, д.и.н. В.А. Динес, д.х.н. В. Зеленский (Польша), д.т.н. В.А. Игнатъев, д.т.н. В.В. Калашников, д.т.н. И.А. Новаков, д.и.н. И.Р. Плеве (председатель), д.т.н. А.Ф. Резчиков, д.социол.н. С.Б. Суоров, д.т.н. А.А. Сытник (заместитель председателя), д.ф.-м.н. Ян Аврейцевич (Польша), д.э.н. Улли Арнольд (Германия), д.ф.-м.н. Энтони Мерсер (Великобритания), д.э.н. Э.де Соузе Феррейра (Португалия), д.т.н. Т. Чермак (Чехия), д.э.н. Ю.В. Шленов.

Редакционная коллегия: д.т.н. К.П. Андрейченко, д.т.н. Ю.С. Архангельский, д.филос.н. А.С. Борщов, д.т.н. А.С. Денисов, д.т.н. Ю.Г. Иващенко, д.т.н. Ю.Н. Климочкин, д.т.н. В.А. Коломейцев, д.т.н. А.В. Королев, д.т.н. В.А. Крысько, д.и.н. Г.В. Лобачева, д.т.н. В.И. Лысак, д.т.н. В.Н. Лясников, д.т.н. А.И. Финаенов, д.т.н. М.А. Щербаков.

Редактор Л.А. Скворцова
Компьютерная верстка Н.В. Лукашовой
Перевод на английский язык Ю.С. Ольховцева

Адрес редакции:
Саратов, 410054, ул. Политехническая, 77
Телефон: (845 2) 99 86 38
E-mail: vestnik @ sstu. ru
<http://dni.sstu.ru/vestnik.nsf>
Факс: (845 2) 52 53 02

Подписано в печать 01.12.10
Формат 60×84 1/8 Бум. офсет.
Усл. печ. л. 28,5 Уч.-изд. л. 13,0
Тираж 500 экз. Заказ 123
Отпечатано в Издательстве СГТУ,
410054, г. Саратов, ул. Политехническая, 77

Подписной индекс 18378
(каталог «Газеты. Журналы» на 1-е полугодие 2011 г.)



Scientific Journal

Since 2003
Once in a quarter
February 2011

This journal is included into the list of leading reviewed journals and scientific publications approved by the presidium of Ministry of Education and Sciences of Russian Federation where major scientific results for academic degree competition for a doctor and a candidate of sciences

Editor-in-chief	Doctor of Historical Sciences, Pr. I.R. Pleve
Editor-in-chief assistant	Doctor of Technical Sciences, Pr. A.A. Sytnik
Executive secretary	Doctor of Technical Sciences, Pr. A.A. Ignatyev

Drafting committee: Pr. V.I. Volchihin, Pr. V.A. Golenkov, Pr. V.A. Dines, Pr. V. Zelensky (Poland), Pr. V.A. Ignatyev, Pr. V.V. Kalashnikov, Pr. I.A. Novakov, Pr. I.R. Pleve (Chairman), Pr. A.F. Rezchikov, Pr. A.A. Sytnik (Vice of the Chairman), Pr. S.B. Surovov, Pr. Yan Avreytsevich (Poland), Pr. Ulli Arnold (Germany), Pr. Anthony Merser (UK), Pr. E. D'Sousa Ferreira (Portugal), Pr. T. Chermak (Chezh Republic), Pr. Y.V. Shlenov.

Editorial board: Pr. K.P. Andreychenko, Pr. Y.S. Arkhangelsky, Pr. A.S. Borshov, Pr. A.S. Denisov, Pr. Y.G. Ivashenko, Pr. Y.N. Klimochkin, Pr. V.A. Kolomeitsev, Pr. A.V. Korolyov, Pr. V.A. Krysko, Pr. G.V. Lobatcheva, Pr. V.I. Lysak, Pr. V.N. Lyasnikov, Pr. A.I. Finaenov, Pr. M.A. Sherbakov.

Editor L.A. Skvortsova
Computer-based page-proof N.V. Lukashova
Rendering Yu.S. Olkhovtseva

Editorial office: 77, Politechnicheskaya Street
Saratov, 410054
Russia
Telephone: +8(8452) 99 86 38
E-mail: vestnik @ sstu. ru
<http://dni.sstu.ru/vestnik.nsf>
Fax: +8 (8452) 52-53-02

Signed for publishing 01.12.10
Format 60x84 1/8 Paper offset.
Apr. tp. l. 28,25 Acc.-pbl. l. 13,0
Edition 500 psc. Order 123
Printed in Publishing office of SSTU,
77, Politechnicheskaya St., Saratov, 410054, Russia

СОДЕРЖАНИЕ

НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ

Бржозовский Б.М., Мартынов В.В., Зинина Е.П. Математическое обеспечение процесса формирования наноструктурированной режущей части инструмента в низкотемпературной плазме комбинированного разряда	7
Здев Г.А., Никитина Л.В., Кособудский И.Д., Юрков Г.Ю. Синтез и исследование строения, структуры полититаната калия, интеркалированного ионами никеля	15
Лясникова А.В., Мельникова И.П., Гришина И.П. Использование процесса иммобилизации микрочастиц гидроксипатита и оксида алюминия на макрочастицах гидроксипатита для получения высокоэффективных покрытий внутрикостных имплантатов.....	21
Лясников В.Н., Протасова В.А., Байбусинова З.А. Плазменное напыление биокомпозиционных покрытий при создании внутрикостных стоматологических имплантатов.....	25
Нежметдинова Р.А. Нанокompозитные биоматериалы на основе наноструктурированных синтетических полимеров и органических производных фуллерена [60].....	32
Нечаев Г.Г., Выборнова Н.Д., Гавкин А.А., Ушаков В.И. Формирование биоактивных и биоинертных покрытий методом микродугового оксидирования	37
Папшев В.А., Лясников В.Н., Сурменко Е.Л. Перспективные направления совершенствования внутрикостных имплантатов с применением лазерных технологий.....	40
Перинская И.В., Лясников В.Н., Перинский В.В., Муктаров О.Д. Механизмы влияния ионной имплантации химически инертной примеси при создании наноразмерного состояния материалов.....	56
Перинский В.В., Перинская И.В., Муктаров О.Д. Вариант моделирования методом молекулярной динамики изменения структуры и напряжённого состояния в материале при энергетическом ионном воздействии.....	61
Перинский В.В. Оценка параметров пучков ионов, используемых для наноструктурной модификации металлов медицинской техники.....	66
Перинская И.В., Перинский В.В., Маркелова О.А. Практические аспекты наноструктурной модификации материалов ионно-лучевой обработкой, в качестве базового метода кластерного оборудования	71
Подлесная О.А., Нежметдинова Р.А. Модифицирование поверхности хитозана методами ионно-плазменной технологии	78
Протасова Н.В., Дударева О.А. Выбор параметров покрытий и технологических режимов при электроплазменном напылении.....	85
Протасова Н.В. Методология разработки технологии формирования плазменных покрытий на сопрягаемых деталях машино- и приборостроения с учетом условий контакта и корреляции структуры их поверхностей	88
Рамазанов К.Н., Хайруллина И.З., Ковалевич А.А. Формирование защитно-упрочняющих покрытий на поверхности титановых сплавов методом ионного азотирования	96
Сперанский С.К., Сперанский К.С., Потапов А.А. Напыление покрытий с использованием нейронных сетей и генетического алгоритма оптимизации.....	102
Фомин А.А., Лясников В.Н., Штейнгауэр А.Б., Телегин С.В., Мезенцов С.А. Методология фрактально-спектрального исследования морфологии поверхности биоактивных покрытий.....	109

Фомин А.А., Лясников В.Н., Штейнгауэр А.Б., Телегин С.В., Мезенцов С.А. Теоретический анализ физических процессов, происходящих при плазменном напылении гидроксиапатита.....	116
Таран В.М., Лясникова А.В., Смирнова Е.А. Математическое моделирование наноструктурированных покрытий медицинских имплантатов	127
Дмитриенко Т.Г., Лясникова А.В. Селенсодержащие материалы: особенности синтеза, медико-биологические свойства, перспективы применения.....	134
Казинский А.А. Тепловое влияние гомогенного зародышеобразования на процесс дендритной кристаллизации расплава сварочно-наплавочной ванны	144
АВТОМАТИЗАЦИЯ И УПРАВЛЕНИЕ	
Таран В.М., Лясникова А.В., Дударева О.А. Адаптивная система управления процессом плазменного напыления покрытий.....	152
Бобырев С.В., Буров Ю.А., Микульская Е.Г., Колодин М.В., Тихонов Д.А., Лясникова А.В. Компьютерное моделирование сосудистой системы как основа диагностики с использованием прибора Modulab.....	161
Таран В.М., Лясникова А.В., Маркелова О.А., Дударева О.А. Автоматизация процесса исследования медико-биологических свойств эндопротезов	166
ЭЛЕКТРОНИКА И ПРИБОРОСТРОЕНИЕ	
Архангельский Ю.С., Гришина Е.М. Терминологическая база вероятностных методов в проектировании СВЧ-электротехнологических установок.....	170
ПРОБЛЕМЫ ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК	
Индюхин А.А., Индюхин А.Ф., Коржук Н.Л., Рогожникова Е.О., Тархов Н.С. Биотехническая система психофизиологической диагностики.....	177
Исаева Е.А., Исаева А.А., Плотников М.В., Зимняков Д.А. Влияние оптической иммерсии на формирование «горячих зон» при объемном рассеянии лазерного излучения гранулярными средами: перспективы использования в материаловедении и биомедицине.....	184
Каменских Т.Г., Тишкова А.С., Галанжа В.А., Колбенеv И.О., Бучарская А.Б., Маслякова Г.Н., Буров А.М., Башкатов А.Н., Генина Э.А. Иммуногисто- и цитохимические исследования хрусталика при различных формах катаракты	191
Каменских Т.Г., Захарова Н.Б., Козорезова О.В., Величко В.А., Колбенеv И.О. Эффективность современных методов тампонады витреальной полости при витреоретинальной хирургии.....	198
Пономарева А.С., Сургученко В.А., Богданова, Можейко Н.П., Севастьянов В.И. Исследование дифференцировочного Н.Б. потенциала мезенхимальных стромальных клеточек жировой ткани человека.....	203
Усанова Л.Д., Усанова А.Д. Анализ влияния ритмическоговизуально-звукового воздействия на параметры электроэнцефалограммы человека	208
Усанова Л.Д., Усанова А.Д. Защитные покрытия от электромагнитного излучения сотовых телефонов	211
СОЦИАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ СОВРЕМЕННОСТИ	
Савченко Н.Д. Современные направления и методы исследования дистанционной занятости.....	217
ЭКОНОМИКА	
Локтюхина Н.В. Когнитивная карта рынка труда с учетом состояния национальной экономики	222

CONTENTS

NEW MATERIALS AND TECHNOLOGIES

Brzhozovsky B.M., Martynov V.V., Zinina H.P. Mathematical software process formation of nanostructured cutting parts tool in low-temperature plasma combined discharge	7
Gvozdev G.A., Tychkov Yu.Yu., Nikitina L.V., Kosobudsky I.D., Yurkov G.Yu. Synthesis and research of the structure, structure and catalytic properties potassium polytitanate, intercalated nickel ions	15
Lyasnikova A.V., Melnikova I.P., Grishina I.P. Use of the immobilization microparticles hydroxyapatite and aluminum oxide on macroparticles hydroxyapatite for production the highly effective coating of intraosteal implants.....	21
Laysnikov V.N., Protasova V.A., Baibusinova Z.A. Plasma spraying biocomposite coatings for creation intraosseous dental implants.....	26
Nezhmetdinova R.A. Nanocomposite biomaterial on the base of nanostructured artificial polymers and organic derivatives of fullerene [60].....	32
Nechaev G.G., Vybornova N.D., Gavkin A.A., Ushakov V.I. Formation of bioactive and bioinert coatings by microarc oxidation.....	37
Papshev V.A., Lyasnikov V.N., Surmenko E.L. Future directions of improving the dental implants using laser technology	41
Perinskaya I.V., Lyasnikov V.N., Perinsky V.V., Muktarov O.D. Mechanisms of ion implantation of chemically inert impurities in the creation of nano-sized state of materials	56
Perinsky V.V., Perinskaya I.V., Muktarov O.D. Option method of molecular dynamics simulation of changes of structure and stress state in material for energy ion impact	61
Perinsky V.V. Evaluation parameters beam used for modification of nanostructured metal medical equipment.....	66
Perinskaya I.V., Perinsky V.V., Markelova O.A. Practical aspects of nanostructured material modifications ion-beam treatment, as the basic method of cluster equipment	71
Podlesnaya O.A., Nezhmetdinova R.A. Modification of chitosan surface by methods of ion-plasma technology.....	78
Protasova N.V. Selection of parameters of coatings and technological conditions for plazma spraying	85
Protasova N.V. Methodology for technology of plasma coatings on mating parts machinery and equipment production subject the conditions contact and correlation structure of surfaces	89
Ramazanov K.N., Khairullina I.Z., Kovalevich A.A. The formation of protective, strengthening coatings on the surface of titanium alloys by ion nitriding	96
Speransky S.K., Speransky K.S., Potapov A.A. Plasma spraying coating is based on artificial neural networks and genetic algorithm	102
Fomin A.A., Lyasnikov V.N., Steinhauer A.B., Telegin S.V., Mezentsov S.A. Methodology of bioactive coatings surface morphology fractal and spectral research.....	110
Fomin A.A., Lyasnikov V.N., Steinhauer A.B., Telegin S.V., Mezentsov S.A. Theoretical analysis of physical processes during hydroxyapatite plasma spraying	117
Taran V.M., Lyasnikova A.V., Smirnova E.A. Mathematical modeling of nanostructured coatings on medical implants	127
Dmitrienko T.G., Lyasnikova A.V. Selenium-containing materials: medical-biological properties and prospects of application	135
Kazinsky A.A. Kinetics of concentrated oversaturation before the front of dendritic crystallization of welding – surfacing bath.....	145

AUTOMATION AND MANAGEMENT

Taran V.M., Lyasnikova A.V., Dudareva O.A. Adaptive system for control plasma spraying	152
Bobyrev S.V., Burov YU.A., Mikulskaya E.G., Kolodin M.V., Tikhonov D.A., Lyasnikova A.V. Computer simulation of the circulatory system as the basis of diagnostics with the use of the device Modulab.....	161
Taran V.M., Lyasnikova A.V., Markelova O.A., Dudareva O.A. Automatization of research the biomedical properties of implants	166

ELECTRONICS AND INSTRUMENT MARKING

Arkhangelskiy Yu.S., Grishina E.M. Terminological of probability methods microwave electrical-technological of the installations	170
--	-----

PROBLEMS OF NATURAL SCIENCES

Indyukhin A.A., Indyukhin A.F., Korzhuk N.L., Rogozhnikova E.O., Tarhov N.S. Bioengineering system of psychophysiological diagnostics.....	177
Isaeva E.A., Isaeva A.A., Plotnikov M.V., Zimnyakov D.A. On the influence of optical immersion on the «hot zones» formation under the condition of bulk scattering of laser light by granular media: the potential of application in materials science and biomedicine	185
Kamenskih T.G., Tishkova A.S., Galanzha V.A., Kolbenev I.O., Bucharskaya A.B., Maslyakova G.N, Burov A.M., Bashkatov A.N., Genina E.A. Immunohystological and immunocytochemical investigations of human eye lens in different forms of the cataract.....	192
Kamenskih T.G., Zaharova N.B., Kozorezova O.V., Velichko V.A., Kolbenev I.O. Efficiency of modern metodsof vitreos tamponade	198
Ponomareva A.S., Surguchenko V.A., Bogdanova N.B., Mozheiko N.P., Sevastianov V.I. Adipose-derived mesenchymal stromal cells differentiation potential analysis	204
Usanova L.D., Usanova A.D. The analysis of rhythmic visual-aural infiuence on parameters of person's electroencephalogram	208
Usanova L.D., Usanova A.D. The protection coverings from electromagnetic radiation of cellular telephones.....	212

SOCIAL PROBLEMS OF THE PRESENT

Savchenko N.D. The modern directions and methods of research of the distance work.....	217
--	-----

ECONOMICS

Loktiukhina N.V. The cognitive map of the labour market taking into account the national economy condition	222
--	-----

НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ

УДК 621.9.048.7:621.9.025

Б.М. Бржозовский, В.В. Мартынов, Е.П. Зинина

МАТЕМАТИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ПРОЦЕССА ФОРМИРОВАНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОЙ РЕЖУЩЕЙ ЧАСТИ ИНСТРУМЕНТА В НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМЕ КОМБИНИРОВАННОГО РАЗРЯДА

Представлены модели для описания микротвердости наноструктурированных приповерхностных слоев, отображающие физические процессы взаимодействия низкотемпературной плазмы с материалом режущей части инструмента.

Микротвердость, взаимодействие плазмы с материалом, математическое описание процесса нагрева поверхности.

B.M. Brzhozovsky, V.V. Martynov, H.P. Zinina

MATHEMATICAL SOFTWARE PROCESS FORMATION OF NANOSTRUCTURED CUTTING PARTS TOOL IN LOW-TEMPERATURE PLASMA COMBINED DISCHARGE

Models for describing the micro hardness of nanostructured subsurface layers that display the physical processes of interaction low-temperature plasma with the material cutting tools are presented.

Microhardness, interaction of plasma with the material, mathematical description of the process of heating of the surface.

Одной из основных тенденций развития современного производства является использование высокопроизводительного износостойкого режущего инструмента. Применение такого инструмента имеет прямые экономические выгоды для потребителей, поскольку ведет к сокращению затрат на приобретение инструмента, повышению скорости обработки, сокращению времени выполнения вспомогательных операций.

Изготовление режущего инструмента с улучшенными эксплуатационными характеристиками вызвало развитие многих технологических направлений, в том числе наноструктурирования его рабочих поверхностей с целью повышения прочности за счет регулирования размеров и формы структурных элементов (частиц, зерен, кристаллов).

Перспективным направлением наноструктурирования рабочих поверхностей является воздействие на инструмент низкотемпературной плазмой комбинированного разряда пониженного давления [1]. В результате обработки в приповерхностных объемах формируются тонкие особо прочные модифицированные слои, которые обеспечивают существенное

увеличение износостойкости инструмента при обработке различных материалов. Кроме этого, появляются реальные возможности получения поверхностей с заданными свойствами, отвечающими реальным условиям эксплуатации инструмента. Особенностью технологии является то, что плазменный объем формируется непосредственно у обрабатываемой поверхности, локализуясь на режущих кромках инструмента. При этом износостойкость инструмента повышается в 3-4 раза.

В связи с этим представляет интерес математическое описание процесса воздействия низкотемпературной плазмы на поверхность режущей части, т.е. получение его математической модели по определенной совокупности исходных данных, отражающих физическую сущность и (или) результаты взаимодействия плазмы с поверхностью инструмента. В связи с этим в качестве исходных данных примем результаты исследований по изучению воздействия низкотемпературной плазмы комбинированного разряда на поверхность режущего инструмента, результаты которых изложены в [1], и на принципиальном уровне выглядят следующим образом.

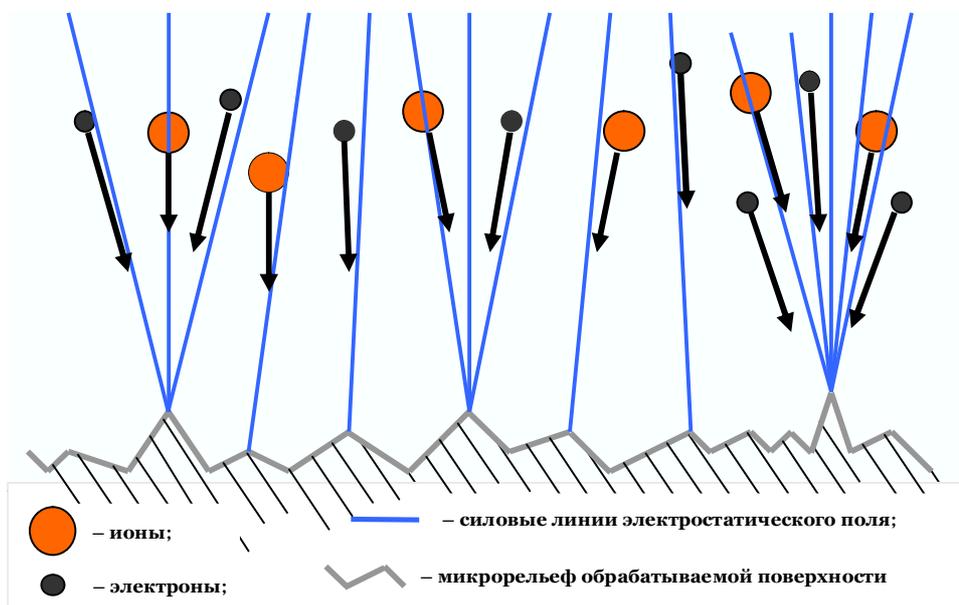


Рис. 1. Концентрация потоков ионов и электронов на микронеровностях поверхности

Воздействие низкотемпературной плазмы на поверхность режущего инструмента заключается во внедрении ее активных частиц в кристаллическую решетку инструментального материала с передачей ей и атомам внедрения своей энергии и оседании пассивных частиц плазмы на поверхности режущей кромки с образованием плотноупакованной пленки. Установлено, что максимальное воздействие приходится на выступающие элементы (микронеровности, микровыступы) или заостренные кромки инструмента, которые в электростатическом поле становятся концентраторами силовых линий (рис.1). Потоки электронов и ионов, ускоряясь в силовом поле до энергий, достаточных для преодоления потенциального барьера на границе плазма-металл, концентрируются на выступах микронеровностей и при ударе передают поверхности свою кинетическую энергию, которая имеет значения порядка 10^2 - 10^3 эВ. Кроме того, присутствие заряженных частиц на границе раздела фаз плазма-металл снижает потенциальный барьер, возникающий при переходе электронов из металла в газ или обратно. Этим создаются условия, которые способствуют внедрению ионов скомпенсированного потока, сформированного в плазме комбинированного разряда пониженного давления, в обрабатываемую поверхность режущей кромки. Другими словами, ионы не отсеиваются на

поверхности из скомпенсированного потока, а увлекаются электронами (поскольку на границе раздела между металлом и плазмой на электроны действует сила, направленная внутрь металла), в результате чего возникает их направленный дрейф в кристаллической решетке металла, обусловленный взаимодействием с электронами (т.н. «электронный ветер»). Следствием этого становится процесс электропереноса, вызывающий интенсивный разогрев поверхности, оплавление мелких поверхностных дефектов и расплавление приповерхностных слоев. Анализ представленных материалов позволяет констатировать, что главным результатом воздействия низкотемпературной плазмы на поверхность режущей части инструмента является ее интенсивный разогрев, вызывающий необратимые структурные изменения в поверхностных слоях на определенную глубину. В связи с этим математическое описание процесса взаимодействия плазмы с поверхностью представляется целесообразным с точки зрения отображения закономерностей этих изменений, т.е. их траекторию, поскольку тогда процессом воздействия можно будет управлять, гарантированно формируя поверхность с заданными свойствами.

Известно, что основной спецификой тепловых процессов является зависимость величины приращения температуры от ее абсолютного значения; чем больше ее значение, тем меньше величина приращения. Другими словами любая температурная кривая имеет асимптотическое значение, бесконечно приближаясь, к нему, но никогда его не достигая. В связи с этим в качестве математической модели температурной кривой на практике используется экспоненциальная (или показательная) кривая с параметрами a и b , имеющая следующий вид:

$$y_x = a \times b^x, \quad (1)$$

причем параметр b определяет асимптотическое поведение y_t (стремление к нулю): при $x \rightarrow -\infty$, если $b > 1$ и при $x \rightarrow \infty$, если $b < 1$.

В нашем случае за время воздействия плазмы прогрев поверхности происходит на определенную глубину, т.е. характеризуется насыщением, поэтому его описание имеет смысл только с помощью кривых, имеющих ненулевую асимптоту. Наиболее простым представителем семейства таких кривых является кривая, получившая название модифицированной экспоненты [2]. Ее уравнение отличается от простой экспоненты (1) лишь тем, что в нем содержится дополнительное слагаемое k :

$$y_x = k + a \times b^x. \quad (2)$$

Эта функция имеет горизонтальную асимптоту $y = k$ и ее график стремится к ней либо при $x \rightarrow -\infty$, либо при $x \rightarrow \infty$ также никогда ее не пересекая. Параметр a при $x = 0$ равен разности между ординатой кривой (при $x = 0$) и асимптотой. Если параметр a отрицателен, то асимптота находится выше кривой, если положителен – проходит ниже ее (рис. 2). Параметр b равен отношению последовательных приростов выходной величины. На рис. 2 показаны варианты модифицированной экспоненты при различных сочетаниях ее параметров.

Даже простой анализ кривых позволяет констатировать, что они хорошо описывают процессы, в которых имеются факторы, постоянно влияющие на значение выходной величины ограничением ее прироста, причем эффективность этого влияния растет вместе с каждым вновь достигаемым значением, т.е. имеет монотонный характер. Это означает, что отличительная особенность модифицированной экспоненты состоит в том, что отношения последовательных приростов при равномерном распределении ординат по оси абсцисс постоянны, т.е.

$$\frac{u_{x_2}}{u_{x_1}} = \frac{u_{x_3}}{u_{x_2}} = \frac{u_x}{u_{x-1}} = b = \text{const}. \quad (3)$$

Логарифмы приростов ординат этой кривой линейно зависят от переменной x :

$$u_{x+1} = y_{x+1} - y_x = k + a \times b^{x+1} - k - a \times b^x = a \times b^x \times b, \quad (4)$$

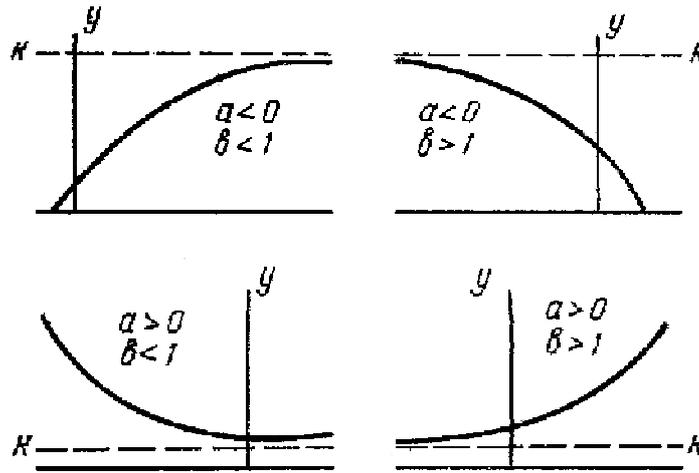


Рис. 2. Модифицированная экспонента (варианты)

откуда

$$\log u_{x+1} = \log a + \log(b - 1) + x \times \log b. \quad (5)$$

Полученный результат имеет важное практическое значение, связанное с решением задачи оценки параметров модифицированной экспоненты. Значение асимптоты k определяет общую глубину модификации и может быть задано. Постоянные выражения (5) $\log a$ и $\log(b - 1)$ можно объединить в одну, назвав ее z , т.е. $z = \log a + \log(b - 1)$, тогда

$$\log u_{x+1} = z + x \times \log b. \quad (6)$$

Параметры уравнения (6) можно определить любым способом, в частности, путем составления системы и решения системы нормальных уравнений, которые для данного случая имеют вид [2]

$$\begin{aligned} \sum \log u_{x+1} &= z \times (n - 1) + \log b \times \sum x, \\ \sum \log u_{x+1} \times x &= z \times \sum x + \log b \times \sum x^2, \end{aligned} \quad (7)$$

где n – число членов ряда, который представляет собой данные об изменении выходной величины, принятой за показатель качества процесса наноструктурирования, определенные по результатам проведения экспериментальных исследований. Суммирование производится по x от 1 до $n - 1$. По найденным оценкам z и $\log b$, можно легко найти $\log a = z - \log(b - 1)$, а, следовательно, и параметр a .

Значения параметров модифицированной экспоненты позволяют определить значения физических параметров, используемых при технической реализации процесса наноструктурирования.

Экспериментальные данные для проверки возможности использования представленных моделей были получены по результатам измерения твердости поверхности наноструктурированных сверл $\varnothing 2-5$ мм и метчиков M10-M12 из быстрорежущей стали P6M5 без покрытия и с покрытием TiN. Инструмент был предоставлен ОАО «КАМАЗинструментспецмаш» и используется при изготовлении деталей из чугуна ЧВГ и легированных сталей 42ХМФА, 40Х, 45Г2 и 40ХН2МА. Плазменная обработка инструмента была проведена на установке «Хром» [1].

Твердость измеряется различными методами, однако в данном случае необходимо использование такого метода, который позволит оценить не обобщенную характеристику прочности под действием фиксированной нагрузки (в соответствии с ГОСТ 9450-76), а ее распределение в приповерхностных (наноструктурированных) слоях (т.е. микротвердость), общая глубина которых не превышает 2,5 мкм. Для этого при измерениях нагрузка задавалась переменной (грузами различной массы) и действовала на поверхность образца в течение фиксированного времени. Количество измерений для каждой нагрузки принималось равным четырем и связано с ограниченным пространством на рабочей поверхности инструмента и ее кривизной.

Измерения микротвердости выполнялись на микротвердомере ПМТ-3 по методу Виккерса (HV), который является наиболее чувствительным. После снятия каждой нагрузки и измерения размеров диагоналей отпечатков алмазной пирамиды полученные значения усреднялись и определялись:

– величина микротвердости HV:

$$HV = F/S = 1,854 \times F/d^2, \quad (8)$$

где F – нормальная нагрузка, приложенная к алмазному наконечнику, Н; S – условная площадь боковой поверхности полученного отпечатка, мм²; d – среднее арифметическое длин обеих диагоналей квадратного отпечатка;

– глубина отпечатка h :

$$h = \frac{d}{2\sqrt{2}\operatorname{tg}\left(\frac{j}{2}\right)}, \quad (9)$$

где φ – угол между противоположными гранями при вершине алмазной пирамиды.

По полученным средним значениям микротвердости строились графики ее зависимости от глубины проникновения индентора h и проводился сравнительный анализ результатов до и после плазменной обработки инструмента.

Результаты измерений позволили установить следующее.

1. Обработка инструмента в низкотемпературной плазме комбинированного разряда обеспечивает направленное увеличение прочностных свойств его структуры, поскольку у всех обработанных инструментов микротвердость возросла, в среднем (т.е. по всем измеренным значениям), в 1,53 раза.

2. Максимальное увеличение микротвердости пришлось на наиболее близко расположенные к рабочим поверхностям инструментов слои. Здесь оно составило в среднем 1,77 раза.

3. Отклонение режимов обработки от их заданных значений (в первую напряжения смещения, которое регулирует энергию ионов в скомпенсированном потоке плазмы и, как следствие, степень ее воздействия на поверхность) вызывает нарушение однородности структуры приповерхностных объемов; об этом свидетельствуют более глубокие отпечатки на поверхности при одних и тех же нагрузках, больший разброс значений глубин отпечатков и больший разброс значений микротвердости (рис. 3).

4. Повышение прочности инструмента без покрытия является результатом образования на поверхности высокомолекулярной полимерной пленки вследствие оседания пассивных частиц плазмы, скорость роста которой возрастает с увеличением потока на поверхность частиц, стимулирующих протекание процессов поверхностной диффузии. При этом основными очагами образования пленок в результате миграции атомов по поверхности и поверхностной диффузии являются дефекты поверхности – ступеньки, сколы, трещины. Повышение прочности инструмента, имеющего покрытие, является следствием укрепления адгезионных связей наноструктурированных приповерхностных слоев с материалом инструментальной матрицы вследствие более глубокого проникновения в нее атомов материала покрытия. Результатом в обоих случаях является повышение степени сопротивляемости инструмента процессу зарождения микротрещин, число которых под действием силовых и тепловых процессов при резании растет в результате ослабления и

разрушения связей между элементарными ячейками структуры материала поверхностного слоя [3]. В конечном итоге происходит объединение и локализация микротрещин в дефекты с последующим отслаиванием и выносом материала из зоны локализации, носящим характер выкрашивания. В процессе движения материала на рабочей поверхности инструмента образуются проточки, которые и формируют площадку ее износа.

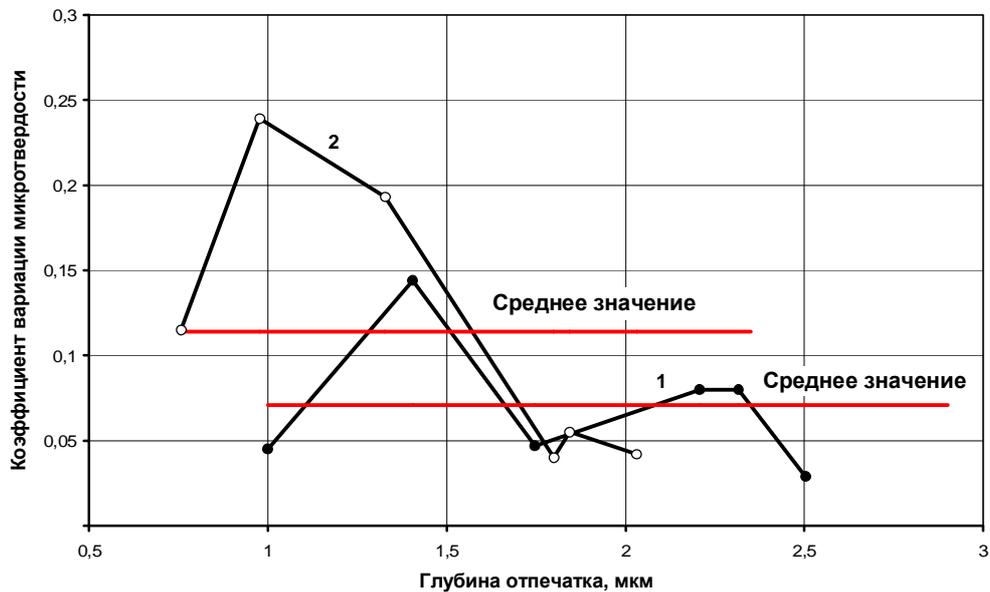


Рис. 3. Относительный разброс значений микротвердости до (1) и после (2) плазменной обработки

В целом полученные результаты означают, что, во-первых, характер структурных изменений в поверхностных слоях режущей части инструмента является различным, во-вторых, структурные изменения неравномерно распределены по глубине поверхностного слоя. С чисто математических позиций изложенное означает нарушение условия (3) постоянства приростов значений модифицированной экспоненты (2), т.е. постоянства действия влияющих факторов. Анализ данных измерений микротвердости поверхности инструмента после плазменной обработки показал, что в ряде случаев влияние факторов является переменным, следствием чего становится появление явных точек перегиба на графиках на определенной глубине, т.е. двух последовательных лавинообразных процессов: одного с ускорением развития, другого – с замедлением. Следствием этого становится немонокотное распределение микротвердости по глубине приповерхностного слоя, что при его математическом описании определяет необходимость реализации возможностей перехода от класса монотонных моделей к классу так называемых S-образных моделей.

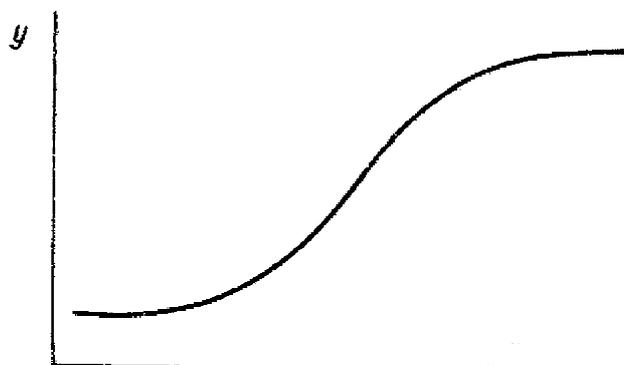


Рис. 4. Логистическая кривая

Наиболее простым способом перехода от модифицированной экспоненты к S-образной кривой является замена в выражении (2) y_x на $1/y_x$, которая позволяет получить кривую, называемую логистической кривой или кривой Перла-Рида [2]:

$$1/y_x = k + a \times b^x. \quad (10)$$

Однако логистическая кривая является центрально симметричной относительно точки перегиба (рис. 4), что позволяет использовать ее для управления процессом плазменного воздействия только в тех случаях, когда необходимо получить режущую кромку с фиксированной глубиной наноструктурирования. Поэтому для общего случая целесообразным является использование другой S-образной кривой, получившей название кривой Гомперца и имеющей уравнение следующего вида [2]:

$$y_x = k \times a^{b^x}. \quad (11)$$

Возможные варианты вида этой кривой показаны на рис.5, из которого следует, что она несимметрична.

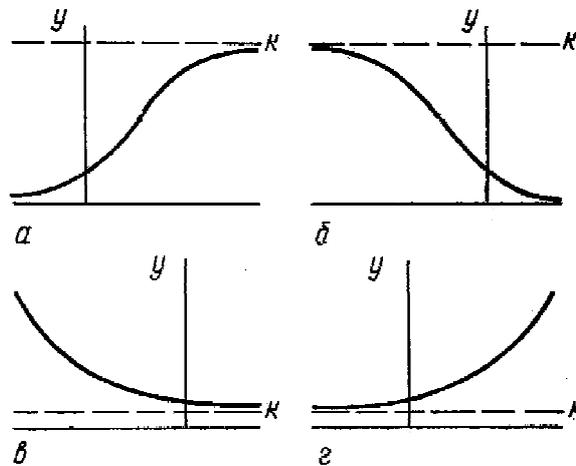


Рис. 5. Кривая Гомперца: а – $\log a < 0, b < 1$; б – $\log a < 0, b > 1$; в – $\log a > 0, b < 1$; г – $\log a > 0, b > 1$

Анализ кривой Гомперца позволяет выделить четыре этапа в развитии уровня, границы между которыми более или менее условны. Если параметр b меньше единицы (при отрицательном $\log a$), то обнаруживается, что на первом этапе прирост незначителен, причем он медленно увеличивается по мере роста x , на следующем этапе прирост увеличивается быстрее, затем, после точки перегиба, приросты начинают уменьшаться. Вблизи от линии асимптоты приросты опять незначительны. Это связано с тем, что кривая Гомперца имеет следующую характерную особенность: отношение последовательных приростов равноотстоящих по оси абсцисс ординат в логарифмическом масштабе является постоянным, т.е.

$$\frac{\log y_{x+1} - \log y_x}{\log y_x - \log y_{x-1}} = \frac{\log a \times (b^{x+1} - b^x)}{\log a \times (b^x - b^{x-1})} = b = \text{const}. \quad (12)$$

Если прологарифмировать выражение (8), то можно получить

$$\log y_x = \log k + b^x \times \log a, \quad (13)$$

т.е. вновь модифицированную экспоненту, но для $\log y_x$.

Таким образом, при формировании математического обеспечения процесса наноструктурирования режущей части инструмента наиболее предпочтительным является использование кривой Гомперца, поскольку она позволяет решать задачу поиска оптимальных значений его режимных параметров (давления, СВЧ-мощности, напряжения смещения) не только по критерию оптимального распределения прочности по глубине

модифицированного слоя, но и по критерию достижения ее максимально возможного в рамках данного метода значения за счет формирования оптимального значения среднего размера элемента структуры модифицированной поверхности. Последнее положение является особенно важным, поскольку измельчение зеренной структуры материала сопровождается ростом твердости лишь до некоторого критического значения среднего размера (т.н. наноразмерный эффект). При дальнейшем же уменьшении среднего размера зерна происходит снижение твердости из-за проскальзывания по межзеренным границам (ротационный эффект). Подобные результаты и были получены при обработке некоторых инструментов в условиях отклонений по различным причинам значений режимных параметров от их оптимальных значений (рис. 3).

В заключение необходимо отметить, что использование предложенных моделей позволит не только повысить эксплуатационную надежность режущих инструментов, но и существенно расширить область их применения. В первую очередь речь идет о тех операциях механической обработки, где возникают нагрузки, зачастую приводящие к разрушению обычных инструментов уже в самом начале работы – высокоскоростная обработка, обработка заготовок из труднообрабатываемых материалов с большими толщинами среза (точение, фрезерование) и др.

ЛИТЕРАТУРА

1. Бржозовский Б.М. Упрочнение режущего инструмента воздействием низкотемпературной плазмы комбинированного разряда / Б.М. Бржозовский, В.В. Мартынов, Е.П. Зинина. Саратов: Сарат. гос. техн. ун-т, 2009. 176 с.

2. Четыркин Е.М. Статистические методы прогнозирования / Е.М. Четыркин. М.: Статистика, 1975. 184 с.

3. Постнов В.В. Влияние микротвердости режущего инструмента на его изнашивание / Постнов В.В., Хадиуллин С.Х., Каримов И.Г. // СТИН. 2007. №10. С. 34-37.

Бржозовский Борис Максович – заслуженный работник высшей школы РФ, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Конструирование и компьютерное моделирование технологического оборудования в машино- и приборостроении» Саратовского государственного технического университета

Brzhozovsky Boris Maksovich – Honored worker higher education of Russian Federation, doctor of technical sciences, professor, head of sub-faculty «Design and computing aided simulation of a processing environment of machine- and device building» of Saratov state technical university

Мартынов Владимир Васильевич – доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Конструирование и компьютерное моделирование технологического оборудования в машино- и приборостроении» Саратовского государственного технического университета

Martynov Vladimir Vasilievich – doctor of technical sciences, professor, professor of sub-faculty «Design and computing aided simulation of a processing environment of machine- and device building» of Saratov state technical university

Зинина Елена Петровна – кандидат технических наук, доцент кафедры «Конструирование и компьютерное моделирование технологического оборудования в машино- и приборостроении» Саратовского государственного технического университета

Zinina Helena Petrovna – candidate of technical sciences, associate professor of sub-faculty «Design and computing aided simulation of a processing environment of machine- and device building» of Saratov state technical university

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 546.56

Г.А. Гвоздев, Л.В. Никитина, И.Д. Кособудский, Г.Ю. Юрков

**СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ СТРОЕНИЯ, СТРУКТУРЫ
ПОЛИТИТАНАТА КАЛИЯ, ИНТЕРКАЛИРОВАННОГО ИОНАМИ
НИКЕЛЯ**

Работа посвящена синтезу нанокomпозиционных материалов на основе полититаната щелочного металла, в структуру которого различными методами интеркалированы частицы переходного металла, а также изучению свойств и структуры полученных композитов.

Полититанат калия, прекурсор, наночастицы никеля, синтез, структура, свойства

G.A. Gvozdev, Yu.Yu. Tychkov, L.V. Nikitina, I.D. Kosobudsky, G.Yu. Yurkov

**SYNTHESIS AND RESEARCH OF THE STRUCTURE, STRUCTURE
AND CATALYTIC PROPERTIES POTASSIUM POLYTITANATE,
INTERCALATED NICKEL IONS**

Work is devoted to the synthesis of nanocomposite materials based on polytitanate alkali metal in the structure of which various methods of intercalated transition metal particles and to study the structure and properties of the composites.

Potassium polytitanate, precursor, nickel nanoparticles, synthesis, structure, properties

На протяжении последних десяти лет особый интерес вызывает синтез мезопористых материалов проявляющих высокие адсорбционные свойства в сочетании с каталитической активностью [1-3]. При этом было отмечено, что синтез мезопористых оксидов переходных металлов, обладающих рядом преимуществ в силу высокой каталитической активности, по ряду причин затруднен, что связывается с высокой скоростью гидролиза ионов переходных металлов и их склонностью к формированию структур с высокими значениями координационного числа [2].

Удобным экспериментальным способом преодоления этой проблемы является интеркаляция переходных металлов в структуру слоистых минералов, выступающих в качестве носителя [4-6]. Использование для этого слоистых модификаций оксида титана и его производных предоставляет возможность формирования различных вариантов структур с повышенной каталитической активностью. Здесь можно рассмотреть титанаты, интеркалированные ионами переходных металлов; допированные титанаты, в которых ряд атомов титана замещен на атомы переходных металлов, и комбинированные структуры, состоящие из слоев полупроводника с относительно большими значениями ширины запрещенной зоны (оксид титана) и полупроводника с относительно узкой шириной запрещенной зоны (оксиды переходных металлов).

Разработка методов синтеза нанокomпозитных материалов на основе неорганических матриц. Синтез полититаната калия проводили согласно следующей методике: порошкообразный TiO_2 (анатаз, чистота 99%+, средний размер частиц 3 мкм, Aldrich) помещали в алундовый тигель, содержащий расплав смеси KOH и KNO_3 (чистота 99%+, Aldrich); состав реакционной смеси (масс.%): TiO_2 (10), KOH (10), KNO_3 (80). Тигель с

реакционной смесью выдерживали при температуре 500 °С в течение 2 ч, после чего содержимое отливали в воду. Полученный порошкообразный продукт промывали дистиллированной водой, при массовом отношении вода: расплав равном 20 : 1, для удаления остатков водорастворимых компонентов сырьевой смеси, отфильтровывали и просушивали в сушильном шкафу при температуре 60 °С в течение 6 ч.

В дальнейшем интеркаляция частиц d-металла в структуру полтитаната калия осуществлялась тремя методами:

- 1) методом пропитки прекурсора водными растворами солей никеля, меди;
- 2) методом высокоскоростного терморазложения растворов прекурсора в эмульсии полтитаната калия в инертной среде – минеральном масле (методика «Класпол» [7]);
- 3) методом механохимической обработки смеси полтитаната калия и солей никеля.

Изучение структуры и состава полученных материалов методами

В работе использовался метод дифференциально-термического анализа (ДТА), с помощью которого нами были предложены схемы процессов, связанных с химическими и фазовыми переходами в системе. Исследования синтезированных образцов проводились на венгерском дериватографе системы Ф.Паулик, И.Паулик, А.Эрдей. Этот прибор позволяет регистрировать наряду с кривыми дифференциально-термического анализа (ДТА), температурой (Т), кривую убыли массы (TG) и скорость изменения массы (DTG). Дериватограммы снимались при следующих условиях: сопротивление в цепи ДТА-1/10, цепи DTG-1/5. Нагревание велось от комнатной температуры до 1000⁰С со скоростью 10 град/мин, исследуемое вещество в количестве 200 мг помещалось в кварцевый тигель. Цена одного деления весовой шкалы равнялась 2 мг. Для изучения процесса дегидратации скорость нагревания составляла 2,5 град/мин, при этом навеска в количестве 200 мг распределялась на платиновых тарелках. Цена деления весовой шкалы TG при этом составляла 0,5 мг. В качестве эталона применялся прокаленный оксид алюминия. Температура измерялась платино-платинородиевой термопарой. Для определения состава промежуточных продуктов проводилось изотермическое прокаливание продуктов при температурах соответствующего эффекта в печи с внутренним обогревом в кварцевых тиглях. Прокаливание велось до постоянной массы с точностью ±5 мг. Масса фиксировалась торсионными весами типа ВТ-500.

Первоначально исследованию на термостабильность подвергали исходный полтитанат калия. Температурный нагрев осуществлялся до 1000 °С. Как показывают данные ДТА, разложения и какой-либо значительной потери массы вещества не наблюдается, что подтверждает термостабильность полтитаната калия.

На рис. 1 представлен результат ДТА образца, представляющего собой композит полтитаната калия, интеркалированного никелем из раствора сульфата никеля (ПТКС).

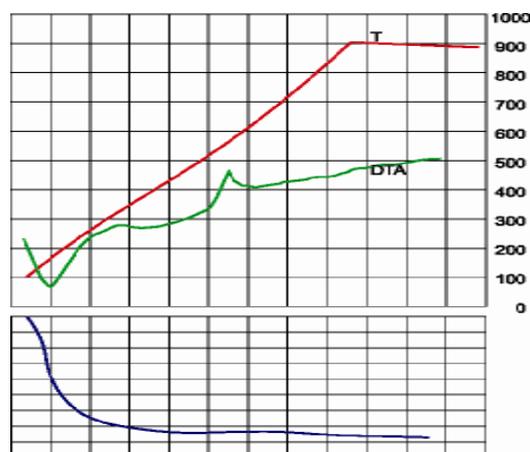


Рис. 1. Термограмма образца ПТКС

Из данных ДТА образца ПТКС, подвергнутого температурному воздействию до 900 °С, видно, что при $T = 160^{\circ}\text{C}$ происходит потеря кристаллизационной воды, а при дальнейшем процессе нагревания образца ($T = 570^{\circ}\text{C}$) происходит дальнейшее его разложение с выделением летучего продукта – оксида S (VI) SO_3 (эндотермический пик, вероятно связанный с разрушением кристаллической структуры сульфата никеля). К 850 °С общая потеря массы образца составляет 30 %. В целом процесс терморазложения ПТКС, предположительно, можно представить в виде



На рис. 2 представлен результат ДТА образца, представляющего собой композит полититаната калия, интеркалированного никелем из раствора формиата никеля (ПТКФ).

Анализ полученных данных свидетельствует о том, что потеря кристаллизационной воды происходит при $T = 160^{\circ}\text{C}$. В интервале температур $220^{\circ} \div 450^{\circ}\text{C}$ происходит выделение газообразных оксидов углерода (II и IV), о чем свидетельствуют явно выраженные экзотермические пики. Предположительно процесс разложения ПТКФ можно представить в виде:

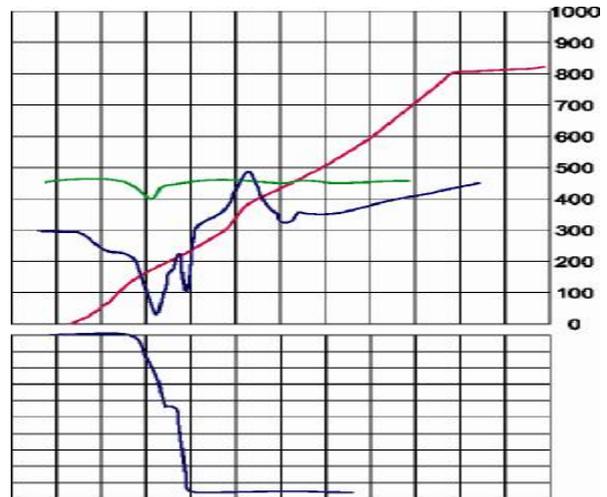
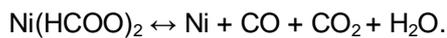


Рис. 2. Термограмма образца ПТКФ

Полученные после термической обработки образцы по методу влажной пропитки исследовали с использованием методов сканирующей электронной микроскопии и рентгеновского фазового анализа. Для анализа дифрактограмм использовалась база данных PCPDFWIN, v. 2.02, 1999, Международного Центра по дифракционным данным (JCPDS).

Полученные данные показывают, что дифрактограммы образцов полититаната калия до термической обработки имеют вид, характерный для материалов с высокой степенью дефектности. При этом вид дифрактограмм как исходного полититаната калия, так и интеркалированного никелем из различных растворов, однотипен. Однако если исходный полититанат калия имеет белый цвет, то оба порошка ПТК интеркалированного никелем, имеют одинаковый салатный цвет. Следует отметить, что у интеркалированных никелем образцов проявляются пики при малых углах 2θ , свидетельствующие об упорядочении межслойных расстояний в слоистой структуре полититаната калия.

Рентгеновские дифрактограммы порошков полититаната калия, интеркалированного никелем из растворов формиата и сульфата никеля после термической обработки по различным режимам, приведены на рис. 3.

Термическая обработка интеркалированных полититанатов калия приводит к различным эффектам в случае использования одно- и двухстадийного режимов. Одностадийный режим (обработка при 850 °С) приводит к формированию кристаллической структуры, относящейся к группе голландита (hollandite), кроме того, на дифрактограммах керамических порошков, полученных на основе ПТКС (как в случае одностадийного, так и двухстадийного отжига), присутствуют пики, относящиеся к металлическому никелю ($2\theta = 44,39; 49,89; 75,90$). Примечательно, что данный порошок имеет ярко-желтый цвет, что указывает на принципиальное влияние электронной структуры материала-прекурсора на полученный продукт.

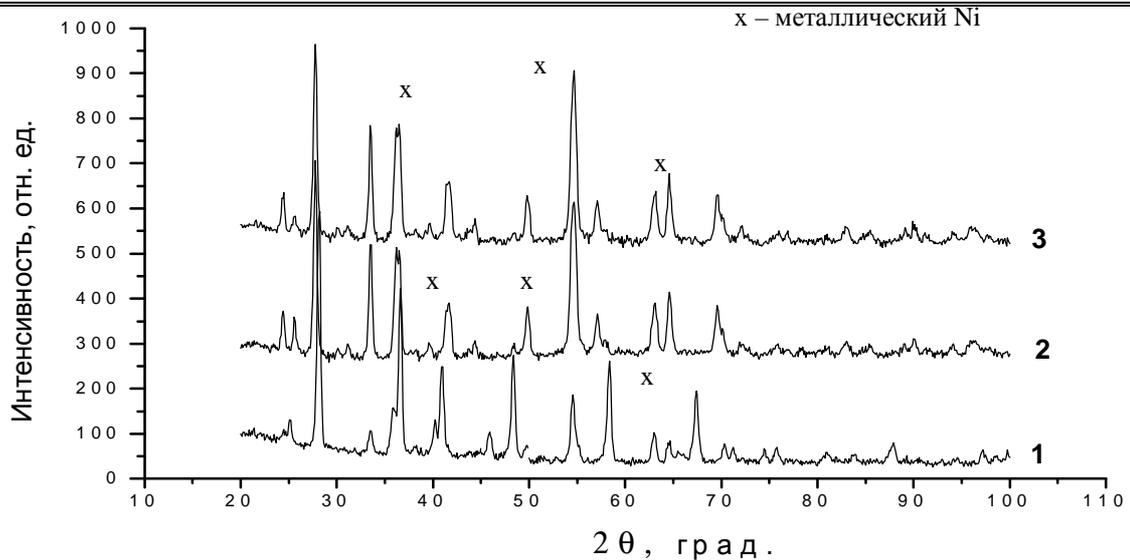


Рис. 3. Рентгеновские дифрактограммы образцов, полученных методом пропитки:
 1 – ПТКФ (температура отжига $T = 850^{\circ}\text{C}$, время отжига $\tau = 1$ ч); 2 – ПТКС ($T = 850^{\circ}\text{C}$; $\tau = 1$ ч);
 3 – ПТКС ($T_1 = 300^{\circ}\text{C}$, $\tau_1 = 1$ ч; $T_2 = 850^{\circ}\text{C}$, $\tau_2 = 1$ ч)

С другой стороны, на дифрактограммах продукта, полученного при термической обработке материала-прекурсора ПТКФ, отсутствуют пики, относящиеся к металлическому никелю. Сам продукт после обжига сохраняет светло-зеленую окраску. Полученный результат указывает, скорее всего, на то, что в данном случае никель в составе продукта сохраняется как форму иона Ni^{2+} , так и некоторое количество металлического никеля аналогично ранее наблюдаемому нами случаю синтеза наночастиц переходных металлов в матрицах карбоцепных полимеров [8-11].

Проведено исследование композиционных материалов на основе полититаната калия методом СЭМ (сканирующей электронной микроскопии с энергодисперсионным микроанализом) и ПЭМ (просвечивающей электронной микроскопией). На рис. 4 представлены микрофотографии, полученные с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) частиц никеля, локализованных в матрице ПТКФ (а), ПТКС (б)

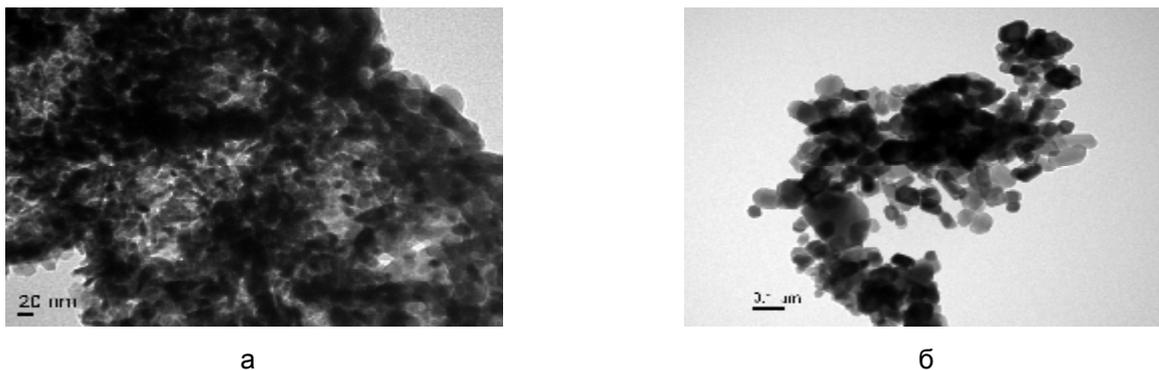


Рис. 4. Микрофотография частиц никеля, локализованных в матрице ПТКФ, ПТКС:
 а – образец ПТКФ (средний размер наночастиц – 15-20 нм);
 б – образец ПТКС (средний размер наночастиц – 100 нм)

Как видно из микрофотографий, размеры наночастиц никеля в образе ПТКФ на порядок меньше, чем размеры частиц никеля в ПТКС (порядка 100 нм), что подтверждается расчетами, сделанными на основе микрофотографий ПЭМ.

Кроме выше описанных методов исследования, для изучения структуры синтезированных объектов нами использовался метод инфракрасной спектроскопии. Исследования проводили на спектрометре Инфралюм-ФТ 801.

По данным ИК-спектроскопии (рис. 5) для образцов полититаната калия, интеркалированного 10% $\text{Ni}(\text{HCOO})_2$, до и после термической обработки при 850°C наблюдается существенное различие. На ИК-спектре для образца полититаната калия интеркалированного 10% $\text{Ni}(\text{HCOO})_2$ не прошедшего температурную обработку наблюдаются валентные и деформационные колебания OH^- группы (3358 и 1637 см^{-1} , соответственно). Валентные колебания групп $\text{C}=\text{O}$ (1739 см^{-1}), $\text{C}-\text{H}$ (2921 , 2852 см^{-1}) принадлежит интеркалированной соли никеля. На ИК-спектре интеркалированного и прошедшего термическую обработку при 850°C полититаната калия, интеркалированного никелем, отсутствуют полосы поглощения после 700 см^{-1} . Полосы поглощения в области $500\text{--}700\text{ см}^{-1}$ на обоих спектрах (до и после отжига при 750°C) отвечают колебаниям группы $\text{Me}-\text{O}$.

Таким образом, нами разработаны методики интеркаляции в матрицу неорганического материала металлических частиц переходного металла – никеля различными методами. Подобные системы могут с успехом применяться в качестве чрезвычайно перспективного материала для производства широкого круга композитов, предназначенных для машиностроения, приборостроения, автомобильной и аэрокосмической промышленности, энергетики и химической и электротехнической промышленности. С помощью современных физико-химических методов исследования доказано наличие в структуре полититаната калия частиц переходного металла.

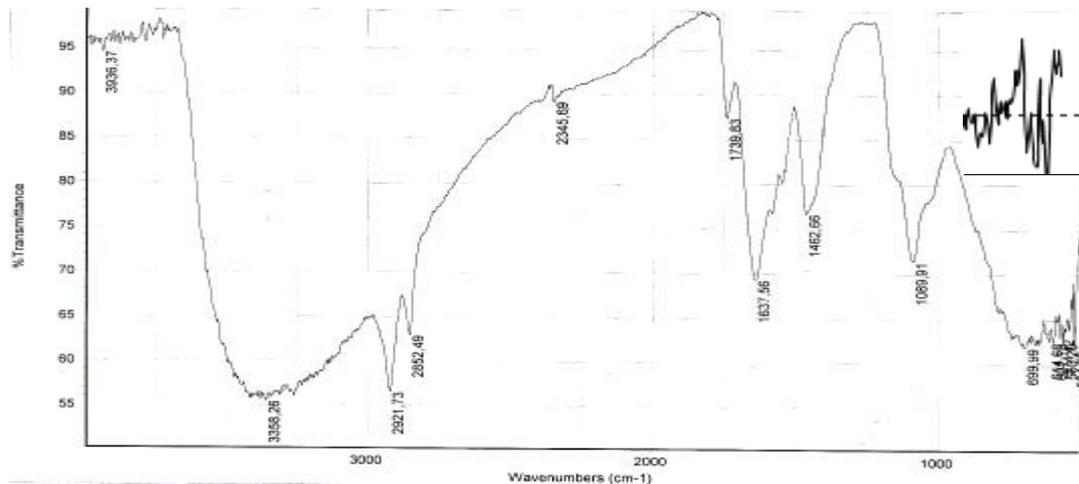


Рис. 5. Изображение ИК-спектра полититаната калия, интеркалированного 10% $\text{Ni}(\text{HCOO})_2$, не прошедшего термическую обработку, вставка: область $700\text{--}500\text{ см}^{-1}$ для того же образца, прошедшего термическую обработку при 850°C

Работа выполнена при поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (проект П869) и АВЦП «Развитие научного потенциала высшей школы (2009-2011 годы)» (проект 1587).

ЛИТЕРАТУРА

1. Molten Salt Synthesis and Characterization of Potassium Polytitanate Ceramic Precursors with Varied $\text{TiO}_2/\text{K}_2\text{O}$ Molar Ratios / Tomas Sanchez-Monjaras, Alexander Gorokhovskiy, Jose I. Escalante-Garcia // *J. Am. Ceram. Soc.* 2008. S. 1-8.
2. Synthesis of Potassium Polytitanate Precursors by Treatment of TiO_2 with Molten Mixtures of KNO_3 and KOH / A.V. Gorokhovskiy, J. I. Escalante-Garcia, T. Sanchez-Monjaras, and C. A. Gutierrez-Chavarria // *J. Eur. Ceram. Soc.* 24(2004). S. 3541-3546.
3. Gurunathan K. Studies on polyaniline and colloidal TiO_2 composites / Karupphasamy, Dinesh Chandra Trivedi // *J. Materials Letters* 45 (2000). 262-268.

4. Композиты на основе полититаната калия, интеркалированные наночастицами переходных металлов / А.В. Гороховский, И.Д. Кособудский, Л.В. Никитина, А. И. Палагин // Современная химическая физика: XXI симпозиум. 25 сент.-6 окт. 2009. Туапсе, 2009. С.188.
5. Гороховский А.В. Синтез нанокпозиционных никельсодержащих соединений на основе полититаната калия / А.В. Гороховский, И.Д. Кособудский, Л. В. Никитина // Химия твердого тела: монокристаллы, наноматериалы, нанотехнологии: материалы IX Междунар. конф. 11-16 окт. 2009. Кисловодск, 2009. С. 287-289.
6. Photoreduction of carbon dioxide with water over $K_2Ti_6O_{13}$ photocatalyst combined with Cu/ZnO catalyst under concentrated sunlight / Guoqing Guan, Tetsuya Kida, Tomohiro Harada, Munetoshi Isayama, Akira Yoshida // J. Applied Catalysis A: General .249 (2003). 11–18.
7. Губин С. П. Однофазные металлополимеры / С. П. Губин, И. Д. Кособудский // ДАН СССР. 1983. Т. 273. № 5. С. 1155-1158.
8. Gubin S.P. Nanomaterials based on metal-containing nanoparticles in polyethylene and other carbon-chain polymers / S.P. Gubin, G.Yu.Yurkov, I.D. Kosobudsky // International Journal of Materials and Product Technology, 2005. Vol. 23, № 1-2. P. 2-25.
9. Наночастицы оксидов металлов в полиэтиленовой матрице / К.В. Записис, И.Д. Кособудский, Н.М. Ушаков, М.Н. Журавлева // Вестник Саратовского государственного технического университета. 2004. № 2. С. 8-14.
10. Нанокристаллические частицы полупроводниковых оксидов и сульфидов в полимерных матрицах / М.Н. Журавлева, И.Д. Кособудский, Г.Ю. Юрков, К.Ю. Пономарева, К.А. Разумов // Физико-химические основы нанотехнологии: материалы Междунар. школы-конф. Ставрополь, 13-15 дек. 2005 г. / СевКавГТУ. Ставрополь, 2005. С. 108-118.
11. Нанокристаллические полупроводниковые соединения в полимерных материалах / И.Д. Кособудский, К.В. Записис, Г.Ю. Юрков, К.Ю. Пономарева и др. // Химия твердого тела и современные микро- и нанотехнологии: материалы V Междунар. науч. конф. Кисловодск, 17-23 сент. 2005 г.) / Сев.-КавГТУ. Ставрополь, 2005. С. 72-73.

Гвоздев Герман Артурович –
студент второго курса Саратовского
государственноготехнического университета

Gvozdev German Arturovich –
the student of the second course
of Saratov state technical university

Никитина Людмила Владимировна –
кандидат технических наук, доцент
Саратовского государственного технического
университета

Nikitina Lyudmila Vladimirovna –
candidate of technical sciences, associate professor
of Saratov state technical university

Кособудский Игорь Донатович –
доктор химических наук, профессор
Саратовского государственного
технического университета

Kosobudskiy Igor Donatovich –
doctor of chemical sciences, professor
of Saratov state technical university

Юрков Глеб Юрьевич –
доктор технических наук, доцент Института
металлургии и материаловедения РАН
им. В.А. Байкова

Yurkov Gleb Yurievich –
doctor of technical sciences, associate professor,
Institute of metallurgy and materials science
Russian Academy Of Sciences them. V.A. Baikov

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

А.В. Лясникова, И.П. Мельникова, И.П. Гришина

**ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПРОЦЕССА ИММОБИЛИЗАЦИИ
МИКРОЧАСТИЦ ГИДРОКСИАПАТИТА И ОКСИДА АЛЮМИНИЯ
НА МАКРОЧАСТИЦАХ ГИДРОКСИАПАТИТА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ
ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫХ ПОКРЫТИЙ ВНУТРИКОСТНЫХ
ИМПЛАНТАТОВ**

Исследованы процессы, приводящие к повышению равномерности, прочности, остеointеграционного потенциала биосовместимых покрытий медицинских имплантатов, полученных электроплазменным напылением порошков, подвергнутых специальной модификации перед напылением. Модификация заключается в изменении морфологии частиц исходных порошков при закреплении мелких частиц гидроксиапатита и оксида алюминия на крупных гранулах гидроксиапатита.

Внутрикостные имплантаты, гидроксиапатит, оксид алюминия, плазменное напыление, прочность, термомеханическая обработка, наноструктурирование

A.V. Lyasnikova, I.P. Melnikova, I.P. Grishina

**USE OF THE IMMOBILIZATION MICROPARTICLES
HYDROXYAPATITE AND ALUMINUM OXIDE ON
MACROPARTICLES HYDROXYAPATITE FOR PRODUCTION THE
HIGHLY EFFECTIVE COATING OF INTRAOSTEAL IMPLANTS**

The authors studied processes that lead to increased uniformity, strength, osteointegrative potential biocompatible coatings of intraosteal implants produced elektroplazma coated powders subjected modification before spraying. The modification is a change the morphology of the particles powders at securing small pieces of hydroxyapatite and aluminium oxide on the large granules of hydroxyapatite.

Intraosteal implants, hydroxyapatite, aluminium oxide, plasma spraying, strength, thermomechanical processing, nanostructure

Имплантационные материалы должны обладать определенными механическими, физико-химическими и биологическими свойствами, чтобы обеспечить заданный характер взаимодействия с внутренней средой организма. Основным недостатком алюмооксидной и кальцийфосфатной керамик, обладающих наилучшими показателями биосовместимости, является их низкая механическая прочность. Поэтому при изготовлении имплантатов, предназначенных для замещения костных дефектов различной этиологии, их используют в качестве покрытий на поверхности металлического эндопротеза.

Данная работа выполнена при поддержке федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (Гос. контракт П2535 от 20.11.2009 г.) и направлена на решение ранее обозначенной проблемы несостоятельности внутрикостных эндопротезов за счет использования для напыления покрытий подготовленных по специальной технологии порошков биосовместимых материалов [1].

Биоактивные покрытия внутрикостных имплантатов должны обладать развитой морфологией поверхности и открытой пористостью (при общей пористости 35-60%) с обязательным наличием пор размером 100-200 мкм, быть равномерными по структуре, прочными, активными в процессе остеоинтеграции с костью [1-3].

Согласно положениям, применяемым в порошковой металлургии, размер пор (D_n) в пористых каркасах связан с размером частиц (D_c), из которых он состоит, и пористостью каркаса P по формуле Козени [4]

$$D_n = \frac{2}{3} \cdot \frac{P}{1-P} D_c.$$

Поэтому для получения необходимой пористой структуры биоактивного покрытия в настоящее время используют порошок гидроксиапатита (ГА) с размером частиц 40-100 мкм. Известно, что равномерность и прочность покрытий можно повысить, применяя порошки, максимально приближенные к монодисперсному состоянию.

Известен способ повышения качества порошков по гранулометрическому составу, приводящий к устранению ультрадисперсной и мелкой фракций, который заключается в термомеханической обработке (ТМО) с применением длительного отжига и последующего легкого размола [1]. В процессе ТМО порошок выравнивается по гранулометрическому составу. При этом средний размер частиц порошка (D_{cp}) увеличивается. Таким образом, этот процесс должен привести к развитию морфологии покрытия и повышению равномерности его структуры.

Для изготовления покрытия использовали порошок ГА с размером частиц 40-100 мкм, синтезированный химическим способом, фракционирование которого выполнялось с применением сит.

Перед ТМО исходного порошка гидроксиапатита (ГА) с размером частиц 40-100 мкм в него был введен порошок гидроксиапатита с частицами размером менее 40 мкм в количестве 20% от веса исходного порошка. Кроме того, была изготовлена смесь порошков на основе ГА, содержащая 20% частиц алунда электровакуумного с размером частиц ~ 1-3 мкм по ТУ ЩеО.027.000.

После тщательного перемешивания порошков в керамической ступе смеси отжигали в керамической лодочке в муфельной печи при температурах из интервала 800-1100 °С в течение 3 часов, после чего размалывали в керамической ступе легкими нажатиями пестика в течение 20 минут.

Металлографический и фрактографический анализ формы и структуры частиц порошков, а также морфологии покрытий производили на микроскопах МБС-10, МИМ-7, АГПМ-6 в светлопольном и темнопольном изображениях. Оценивали также величину открытого порового канала на тонких покрытиях толщиной ~ 30 мкм при помощи металлографического анализа поверхности в светлом поле по светящимся участкам подслоя из Ti-порошка.

Оценку прочности плазмонапыленных покрытий из ГА и смесей на его основе после различных режимов отжига ТМО выполняли методом царапания его алмазной призмой при одинаковом усилии и сравнения ширины царапин.

Полученные порошки напыляли на образцы из титана марки ВТ1-00 с подслоем толщиной ~ 18 мкм из титанового порошка с размером частиц 250 мкм (рис. 1, 2).

На рис. 1а можно наблюдать натирание гидроксиапатитового покрытия на эпоксидную смолу, в которую залиты детали при изготовлении шлифа. ТМО порошка устраняет этот недостаток покрытия (рис. 1б-г).

На рис. 2в видно, что с увеличением температуры отжига ТМО до 1000 °С укрупнение частиц приводит к получению более развитой морфологии поверхности покрытия и повышению размеров открытых поровых каналов, чем при более низких температурах ТМО (рис. 2б, г).

Целесообразно для повышения остеоинтеграции покрытия имплантата и кости введение в покрытие керамических частиц нанодиапазона. Это создаст микрорельеф для улучшения закрепления материала имплантата на кости, а также наночастицы повысят активность поверхности, а следовательно и процессы остеоинтеграции.

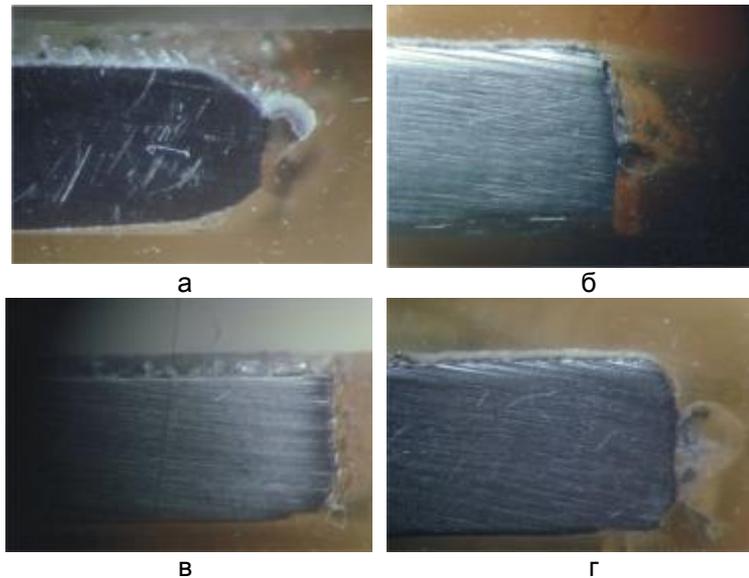


Рис. 1. Шлифы образцов титана с подслоем из порошка титана для гидроксиапатитового покрытия (ГА) в исходном состоянии (а) и после термомеханической обработки смеси ГА 40-100 мкм + 20% ГА 40 мкм при температуре отжига 800 °С (б), 1000 °С (в) и смеси ГА 40-100 мкм + 20% Al_2O_3 ~2 мкм после ТМО при 800 °С (г) перед плазменным напылением, увеличение 25^{\times}

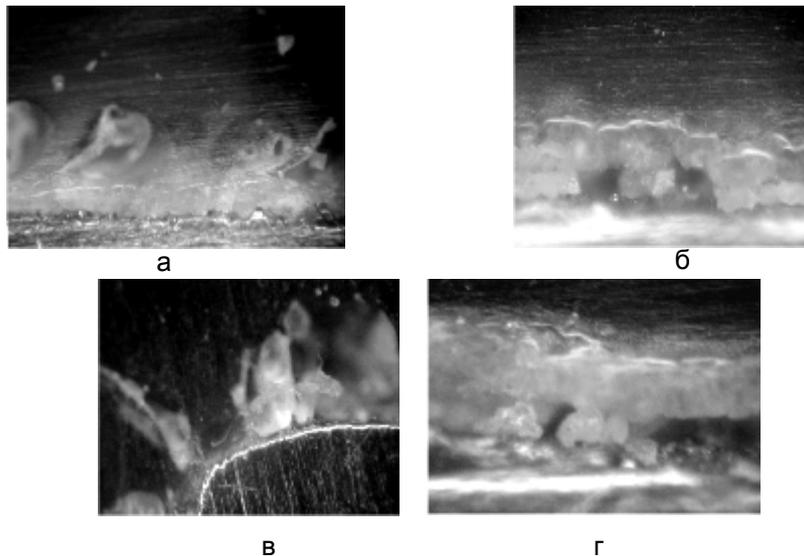


Рис. 2. Структура гидроксиапатитовых покрытий на титановой основе с подслоем из титанового порошка в исходном состоянии (а) и после термомеханической обработки смеси ГА 40-100 мкм + 20% ГА 40 мкм при температуре отжига 800 °С (б), 1000 °С (в) и смеси ГА 40-100 мкм + 20% Al_2O_3 2 мкм после ТМО при 800 °С (г) перед плазменным напылением, увеличение 500^{\times}

Прочность покрытий после ТМО, напыленных из порошков ГА и смесей на основе ГА с порошками оксида алюминия и более мелкими порошками ГА, оцененная по ширине царапины, увеличивается с введением мелких частиц ГА и окиси алюминия, добавленных к крупным частицам исходного ГА. Основываясь на результатах анализа шероховатости поверхности, можно сделать вывод, что мелкие активные частицы с развитой поверхностью интенсифицируют процесс иммобилизации частиц, а следовательно способствуют формированию покрытия с равномерной пористой структурой из порошков с модернизированным гранулометрическим составом. Повышение равномерности биоактивного покрытия должно привести к повышению его прочности. Образование трикальцийфосфата после ТМО смеси частиц ГА разного размера при температуре 1000 °С также приводит к повышению прочности покрытия. Введение окиси алюминия значительно упрочняет (более чем в 2 раза) биосовместимое покрытие на основе ГА после ТМО порошка при 800 °С (табл. 1).

Оценка прочности биосовместимого покрытия на основе ГА по ширине царапины

Состав порошков перед напылением	Температура отжига ТМО, °С	Ширина царапины*, мкм
ГА	800	120
ГА 40-100 мкм +20% ГА менее 40 мкм	800	100
ГА 40-100 мкм +20% ГА менее 40 мкм	1000	80
ГА 40-100 мкм +20% Al ₂ O ₃ ~ 2 мкм	800	50

* Выполнено на микроскопе МИМ-7 при увеличении $\times 200$

В [1] также рассматривались вопросы возможного наноструктурирования покрытий при плазменном напылении частиц, представляющих собой иммобилизацию мелких и ультрамелких биосовместимых частиц на гидроксипатите.

Проведенная атомно-силовая микроскопия показала наличие частиц нанометрового диапазона размерами ~ 70 нм после ТМО при 800°C и $100\text{-}130$ нм после ТМО при 900°C , а также нанобразований на микрочастицах оксида алюминия размером ~ 20 нм и менее в структуре плазмонанпыленного покрытия из модифицированных порошков (рис. 3).

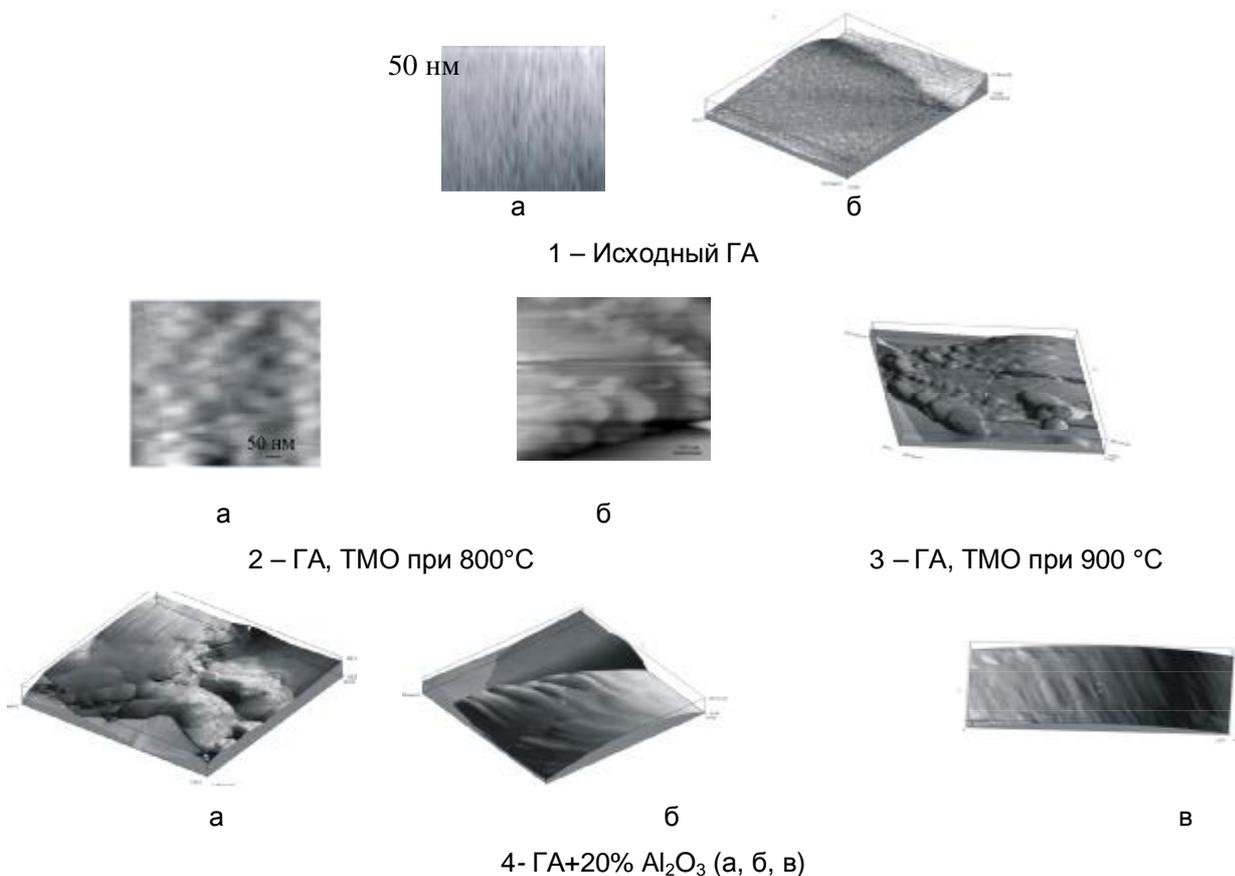


Рис. 3. Микрорельеф, образованный наночастицами на 1 – ГА ,2 – ГА (40-100 мкм + 20% ГА менее 40 мкм) после ТМО при 800°C , 3 – ГА (40-100 мкм + 20% ГА менее 40 мкм) после ТМО при 900°C , 4 – ГА 40-100 мкм + 20% Al₂O₃ 2 мкм после ТМО при 800°C ; 1а , 2, 3а – двумерное изображение, 1 б, 3 б, 4 а, б, в – трехмерное изображение: участка $0,6\times 0,6$ мкм (1б), участка 2×2 мкм (3б), участков $1,2\times 1,2$ мкм (4а, б), участка $0,27\times 1,7$ мкм (4 в)

Результаты исследований показали, что для повышения функциональных характеристик биосовместимых покрытий на основе оксида алюминия и ГА, целесообразно использовать ТМО исходных порошков для выполнения процесса иммобилизации микрочастиц оксида алюминия и ГА на гранулах этих материалов с целью последующего наноструктурирования покрытий из них при плазменном напылении, а также улучшения структурных характеристик пористой структуры (равномерности, прочности) и морфологии поверхности имплантата.

Данная работа выполнена при поддержке федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (Гос. контракт П2535 от 20.11.2009 г.).

ЛИТЕРАТУРА

1. Мельникова И.П. Исследование возможности повышения функциональных характеристик биосовместимых покрытий медицинских имплантатов за счет изменения морфологии частиц порошков перед электроплазменным напылением / И.П. Мельникова, А.В. Лясников, В.Н. Лясников // Вестник СГТУ. 2010. № 3 (46). С. 68-76.
2. Стоматологические имплантаты. Исследование, разработка, производство и клиническое применение / А.В. Лясникова, А.В. Лепилин, Н.В. Бекренев, Д.С. Дмитриенко. Саратов: Саратов. гос. техн. ун-т, 2006. 254 с.
3. Лясникова А.В. Внутрикостные имплантаты в медицинской практике: учеб. пособие / А.В. Лясникова, Ю.В. Серянов. Саратов: Саратов. гос. техн. ун-т, 2005. 102 с.
4. Белов С.В. Пористые материалы в машиностроении / С.В. Белов. М: Машиностроение, 1976. 184 с.

Лясникова Александра Владимировна – кандидат технических наук, профессор кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Lyasnikova Alexandra Vladimirovna – doctor of technical sciences, head of the department «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Technical University

Мельникова Ираида Прокопьевна – кандидат физико-математических наук, доцент кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Melnikova Iraida Prokopenva – candidate of physical-mathematical sciences, assistant professor of the department «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Technical University

Гришина Ирина Петровна – магистрант кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Grishina Irina Petrovna – graduate student of the department «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Technical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 621.9.048.7; 616.31

В.Н. Лясников, В.А. Протасова, З.А. Байбусинова

ПЛАЗМЕННОЕ НАПЫЛЕНИЕ БИОКОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ ПРИ СОЗДАНИИ ВНУТРИКОСТНЫХ СТОМАТОЛОГИЧЕСКИХ ИМПЛАНТАТОВ

Рассмотрена технология изготовления внутрикостных стоматологических имплантатов, позволяющих формировать на поверхности имплантата слой с определенной пористой структурой.

Рассмотрено оборудование для напыления многослойного биосовместимого покрытия.

Имплантат, биокomпозиционное покрытие, плазма, остеоинтеграция

V.N. Laysnikov, V.A. Protasova, Z.A. Baibusinova

PLASMA SPRAYING BIOCOMPOSITE COATINGS FOR CREATION INTRAOSSEOUS DENTAL IMPLANTS

The article deals with technology of intraosseous dental implants, allowing to form on the implant surface layer with a specific pore structure. Considered equipment for deposition of multilayer biocompatible coating.

Implant, biocomposite coating, plasma, osseointegration

Дентальные имплантаты (искусственные корни зубов) в настоящее время нашли достаточно широкое применение при устранении дефектов зубных рядов [1-5]. В то же время известно, что к основным свойствам имплантатов при этом относят биосовместимость, механическую прочность и коррозионную стойкость. Из многочисленных используемых в клинической практике материалов указанным требованиям в наибольшей степени отвечают биоинертные материалы: титан и цирконий.

Установленные в челюсть внутрикостные стоматологические имплантаты вступают в сложное взаимодействие с окружающей живой тканью, и вследствие чрезвычайно неравномерного распределения напряжений, возникающих при знакопеременных жевательных нагрузках, появляется опасность отторжения имплантата, т.е. нарушения границы контакта между его поверхностью и костью. Кроме того, имплантаты находятся в различных органических агрессивных средах, которые не могут быть отделены друг от друга. Поэтому существует проблема создания конструкции имплантата, которая по функциональным свойствам максимально приближалась бы к естественному корню зуба, а это значит, что возникает важная проблема создания оптимальной технологии изготовления такой конструкции [6-8].

Из применяемых в настоящее время в зубной имплантологии материалов наиболее часто используются гидроксиапатитовая керамика, титан и его сплавы. Многочисленные исследования биологической совместимости и влияния на организм этих материалов показали, что титан является практически полностью биоинертным материалом и не оказывает на организм человека какого-либо заметного вредного воздействия, а гидроксиапатит является полностью биосовместимым материалом, и кроме того, активно стимулирует остеоинтеграционные процессы [9, 10]. Однако высокая хрупкость и большая твердость керамики не позволяют применять ее для изготовления безметаллических конструкций имплантатов. Титан же обладает отличными механическими свойствами и хорошей коррозионной стойкостью, но не имеет таких ярко выраженных биоактивных свойств. Поэтому объединяя преимущества и устраняя недостатки этих материалов создается комбинированная конструкция дентальных имплантатов в виде несущей металлической основы и системы поверхностных слоев, обладающих биоактивностью и способностью к высокой остеоинтеграции [8]. Одним из наиболее эффективных методов создания порошковых биокomпозиционных покрытий на поверхности имплантатов является напыление в плазме электрической дуги (электроплазменное напыление пористо-порошковых покрытий) [7, 11]. Этот метод также позволяет получать самые разнообразные покрытия с оптимальной адгезией и пористостью. В этом случае покрытия должны обладать достаточно противоречивыми свойствами: высокой адгезией, необходимой для обеспечения возможности противостоять знакопеременным жевательным нагрузкам, приходящимся на

вживляемый имплантат, а также большой пористостью гидроксиапатита, обеспечивающим нормальную остеоинтеграцию имплантата в пародонт. Многослойное напыление вначале плотного титанового подслоя, а затем системы слоев с определенным содержанием титанового и гидроксиапатитового порошка. Последний внешний слой из чистого гидроксиапатита эпитаксиально покрывает предпоследний слой. На рис. 1 приведена структурная схема многослойного биокomпозиционного покрытия «титан-гидроксиапатит».

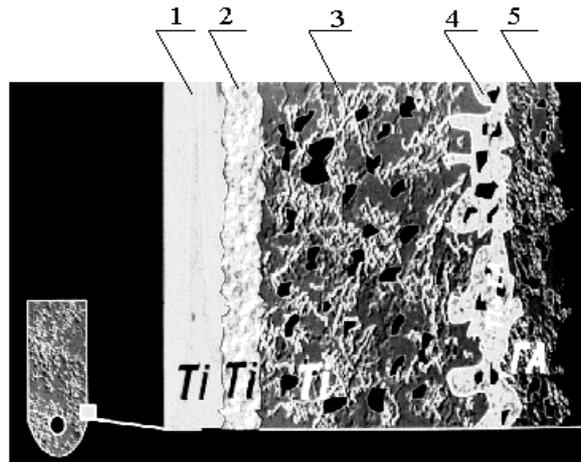


Рис. 1. Структурная схема многослойного биокomпозиционного покрытия «титан-гидроксиапатит»:
 1 – поверхность титановой основы имплантата; 2 – переходной слой титана толщиной 5-10 мкм;
 3 – пористый слой титана толщиной 100-115 мкм; 4 – переходной слой смеси титана и гидроксиапатита толщиной 15 мкм; 5 – пористый слой гидроксиапатита толщиной 20-30 мкм

Данная технология изготовления внутрикостных стоматологических имплантатов позволяет формировать на поверхности основы слой с определенной пористой структурой, морфологией поверхности, адгезионно-когезионными и другими свойствами, которые максимально приближают конструкцию имплантата в целом по функциональным качествам, к натуральному корню зуба [2].

Следует иметь в виду, что при двухслойной системе покрытия имплантата максимум вероятности распределения пор порядка 30% приходится на поры с диаметром около 40 мкм, которые явно малоприспособные для качественной остеоинтеграции.

В настоящее время получили развитие два направления решения проблемы оптимизации адгезионно-пористых свойств получаемых покрытий. Согласно первому из них после напыления подслоя пористого титана производят последовательное напыление еще двух промежуточных титан-гидроксиапатитовых слоев с увеличивающимся содержанием гидроксиапатита и лишь затем наносят «финишный» гидроксиапатитовый слой.

Второе направление связано с наложением на титановую подложку встречных ультразвуковых колебаний, которые способствуют увеличению пористости титан-гидроксиапатитовых покрытий за счет кавитационных явлений в метастабильных «каплях» – частицах, разогретых плазменной струей до квазижидкого состояния при температурах порядка 2000 °С .

Оба технологических приема позволяют реализовать сдвиг максимумы распределения пор в оптимальную область пористости порядка 120-150 мкм и даже несколько увеличить при этом адгезию вплоть до значений 20-25 МПа.

С помощью технологических параметров напыления можно регулировать основные свойства плазмонапыленного покрытия, например, пористость может изменяться от 5-10 до 50-60 %. Морфология поверхности имплантата с гидроксиапатитовым покрытием приведена на рис. 2.

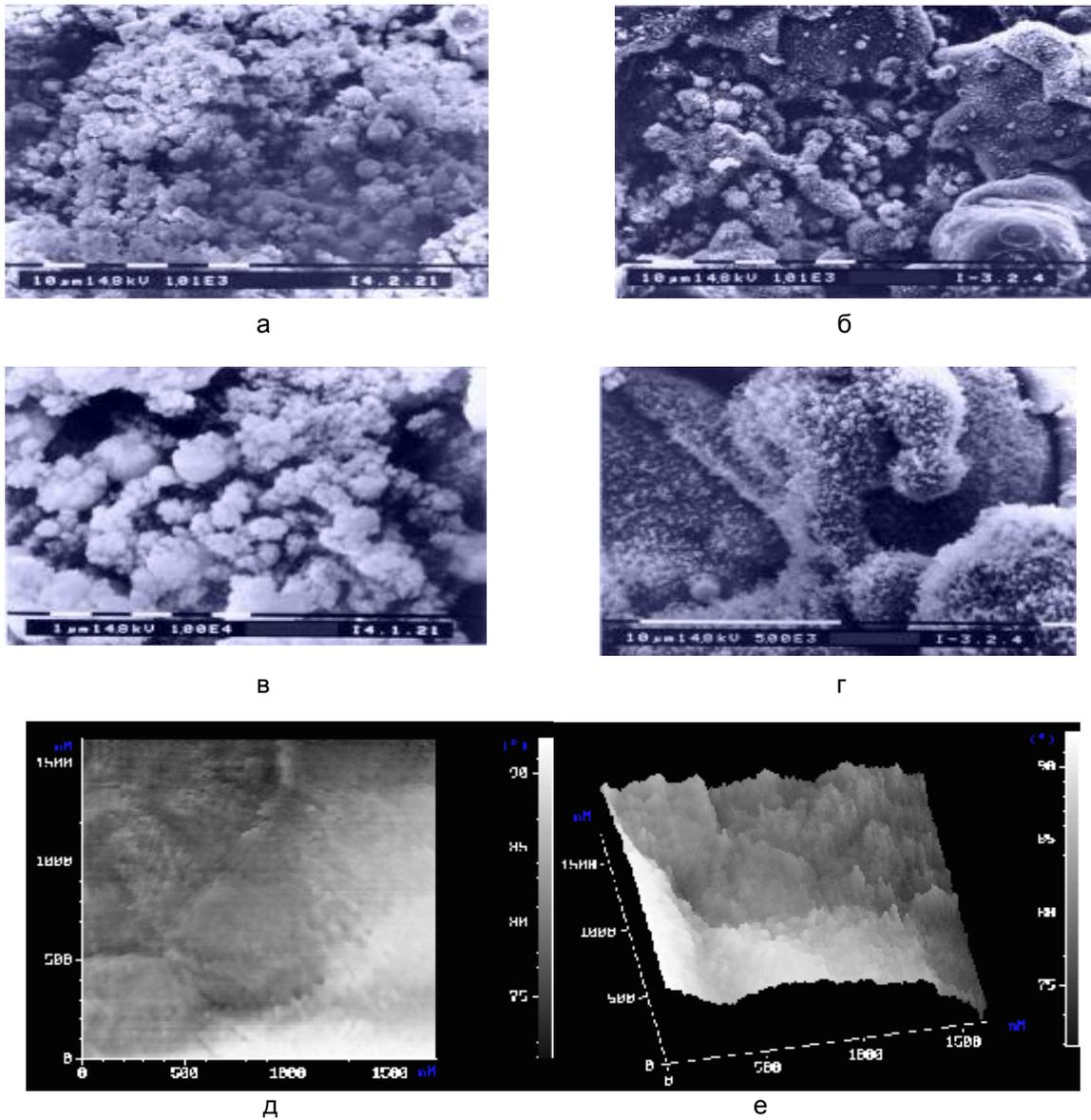


Рис. 2. Морфология поверхности имплантата с плазмонапыленным поверхностным слоем гидроксиапатита

Динамика остеоинтеграционных процессов представлена на рис. 3. Исследуемые имплантаты (цилиндрические из титана с биопокрытием диаметром 1 мм и длиной 3 мм) вживляли крысам в медиальный мышечлок дистального эпифиза бедренной кости. Остеоинтеграцию оценивали через 15, 30 и 60 суток после установки имплантатов.



(увеличение $\times 25,4$)

(увеличение $\times 30,2$)

(увеличение $\times 7,5$)

Рис. 3. Динамика остеоинтеграции имплантата в костной ткани

Благодаря оптимальному подбору режимов электроплазменного напыления и ультразвукового воздействия на подложку и напыляемые частицы порошка в плазменной среде получается определенным образом сформированное наноструктурированное биокomпозиционное покрытие (рис. 4). Такое покрытие обладает улучшенными медико-биологическими и физико-механическими свойствами [4, 12].

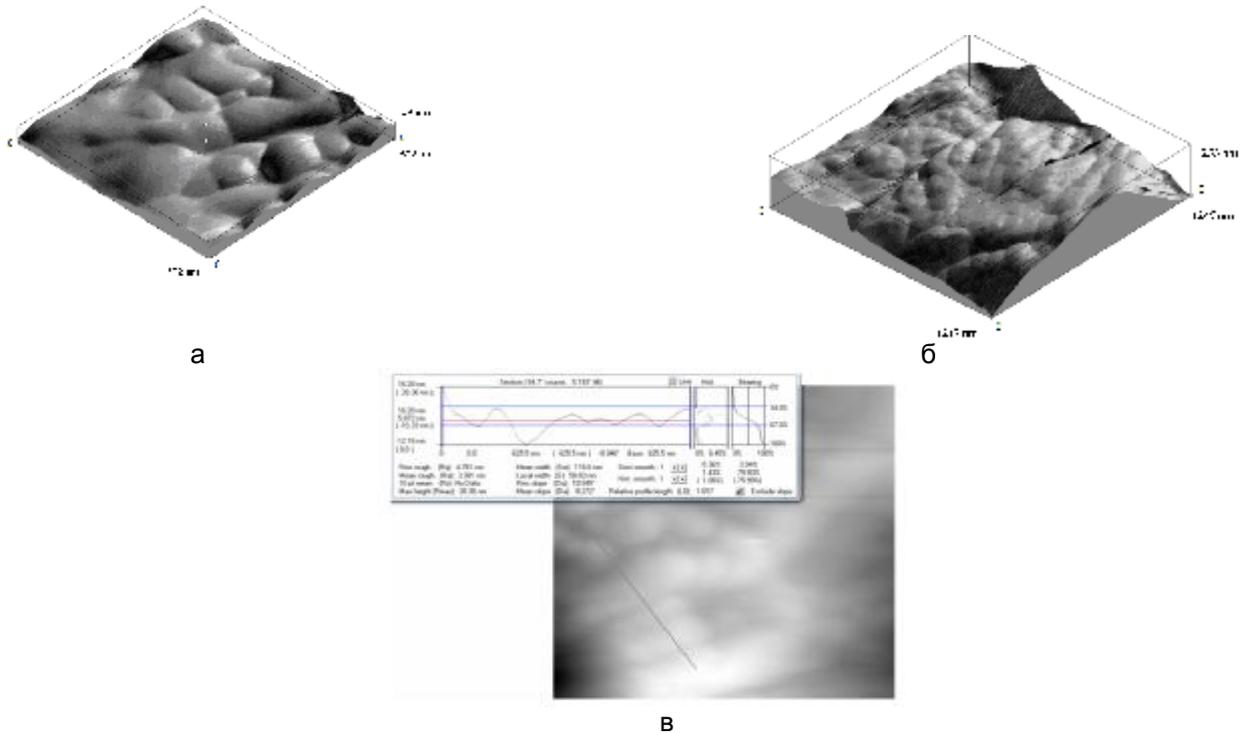


Рис. 4. Наноструктурированное биокomпозиционное покрытие: а – АСМ гидроксиапатитового покрытия; б – 3D-изображение поверхности ГА покрытия; в – профилограмма ГА покрытия

Структурная схема электроплазменного напыления биокomпозиционного покрытия с ультразвуковым воздействием приведена на рис. 5.

Внешний вид установки электроплазменного напыления приведен на рис. 6.

Оборудование напыления состоит из собственной установки, источника питания, порошкового питателя и плазмотрона [11]. Некоторые типопредставители внутрикостных имплантатов, внедренных в клиническую практику, приведены на рис. 7.

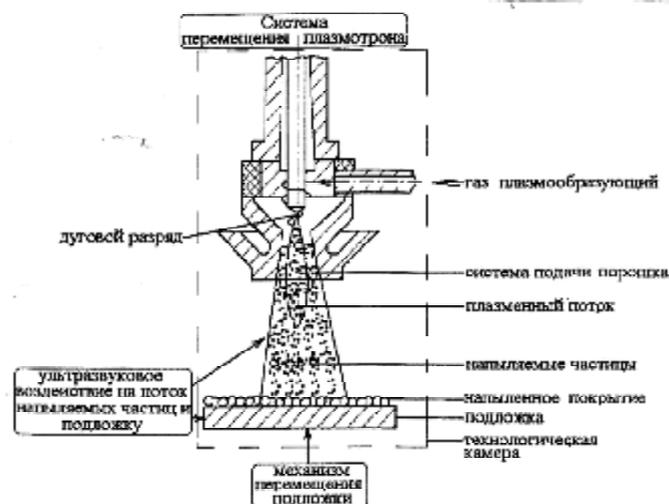


Рис. 5. Структурная схема электроплазменного напыления наноструктурированного биокomпозиционного покрытия на дентальный имплантат



Рис. 6. Установка электроплазменного напыления порошковых материалов ВРЭС 744.3227.001

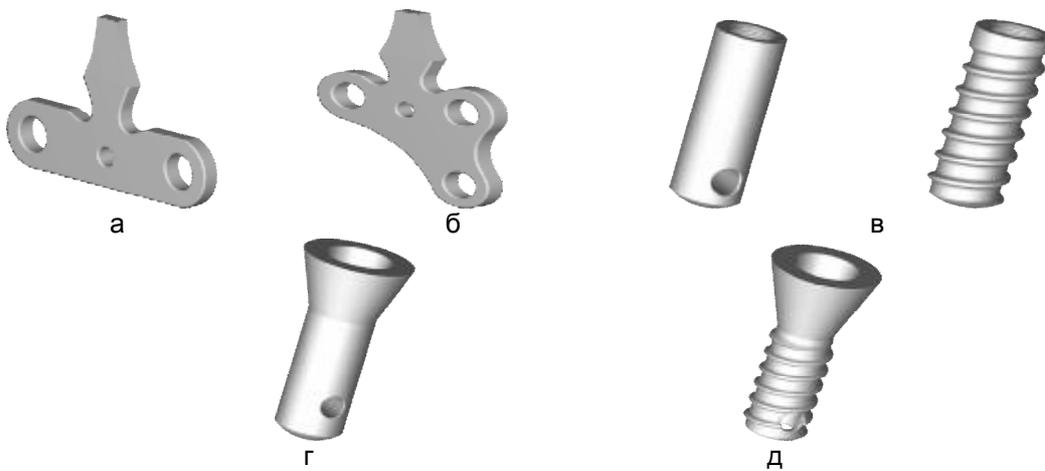


Рис. 7. Имплантаты, созданные в СГТУ на кафедре МВПО: а – имплантат пластинчатый; б – имплантат цилиндрический гладкий; в – имплантат цилиндрический винтовой; г – имплантат конусный гладкий; д – имплантат винтовой

Таким образом, как свидетельствует многочисленная клиническая практика, внутрикостные имплантаты с многослойным биокomпозиционным покрытием находят все более широкое применение в хирургической и ортопедической стоматологии при устранении дефектов зубных рядов. Это позволяет решить проблему реабилитации пациентов с полной или частичной адентией.

По мере развития научных исследований, а также разработки новых концепций в технологии, производстве и применении имплантатов в стоматологии значительно выросли требования к функциональным, прочностным и эстетическим параметрам ортопедических конструкций. Совершенствование их достигается комплексным решением конструкторско-технологических и материаловедческих проблем, непосредственным поиском и оптимизацией средств, а также методов проведения операций и последующего лечения с учетом индивидуальных особенностей пациента. Практическая ценность имплантационных материалов, конструкций и систем возрастает по мере приближения их физико-химических, механических и других свойств к свойствам и функциональным особенностям тех органов и систем, которые они замещают.

ЛИТЕРАТУРА

1. Робустова Т.Г. Имплантация зубов (хирургические аспекты) / Т.Г.Робустова. М.: Медицина, 2003. 560 с.

2. Стоматологические имплантаты. Исследование, разработка, производство и клиническое применение / А.В. Лясникова, А.В. Лепилин, Н.В. Бекренев, Д.С. Дмитриенко; под ред. засл. деятеля науки РФ, д.т.н., проф. В.Н. Лясникова; засл. врача РФ, д.м.н., проф. А.В. Лепилина. Саратов: СГТУ, 2006. 254 с.
3. Применение плазменного напыления в производстве имплантатов для стоматологии / В.Н. Лясников, В.В. Петров, В.Р. Атоян, Ю.В. Чеботаревский; под ред. В.Н. Лясникова. Саратов: СГТУ, 1993. 40 с.
4. Лясникова А.В. Внутрикостные имплантаты в медицинской практике: учеб. пособие / А.В. Лясникова, Ю.В. Серянов. Саратов: СГТУ, 2005. 102 с.
5. Внутрикостные стоматологические имплантаты / Н.В. Протасова, А.В. Лясникова, А.В. Лепилин, В.Н. Лясников.. Саратов: СГТУ, 2002. 113 с.
6. Новые концепции в технологии, производстве и применении имплантатов в стоматологии: тр. Междунар. конф. Саратов, 15-18 июня 1993 г. Саратов: СГТУ, 1993.
7. Электроплазменное напыление в производстве внутрикостных имплантатов / К.Г. Бутовский, А.В. Лясникова, А.В. Лепилин, Р.В. Пенкин, В.Н. Лясников. Саратов: СГТУ, 2006.
8. Научные основы разработки и применения современных дентальных имплантатов / В.Н. Лясников, К.Г. Бутовский, А.В. Лепилин, И.В. Фомин // Клиническая имплантология и стоматология. 1998. №2 (5). С. 30-35.
9. . Внутрикостные стоматологические имплантаты / Н.В. Протасова, А.В. Лясникова, А.В. Лепилин, В.Н. Лясников. Саратов: СГТУ, 2002. 113 с.
10. Новые технологии в стоматологии и имплантологии: материалы 9 Всерос. науч.-практ. конф., посв. 20-летию стоматологического факультета Саратов. гос. мед. ун-та / под общ. ред. чл.-корр. РАМН, проф. П.В. Глыбочко. Саратов: Изд-во Саратов. мед. ун-та, 2008. 325 с.
11. Плазменное напыление покрытий в производстве изделий электронной техники / В. Н. Лясников, В. С. Украинский, Г. Ф. Богатырев; под ред. В.С. Кошелева. Саратов: Изд-во Саратов. ун-та, 1985. 199 с.
12. . Непосредственные дентальные имплантаты с антимикробным покрытием / А.В. Лепилин, В.Н. Лясников, С.Б. Фищев, А.В. Красников, Е.С. Красникова, Д.А. Смирнов, О.С. Мостовая // Институт стоматологии. Научно-практический журнал. 2010. № 1(46). С. 34-37.

Лясников Владимир Николаевич – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Физическое материаловедение и технологии новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Lyasnikov Vladimir Nikolaevich – Doctor of Technical Sciences, Professor Head of the Department of «Physical materials and technologies of new Materials» of Saratov State Technical University

Протасова Валентина Александровна – студентка Саратовского государственного технического университета

Protasova Valentina Aleksandrovna – the student of Saratov state technical university

Байбусинова Зарина Алпамешевна – студентка Саратовского государственного технического университета

Baybusinova Zarina Alpameshevna – the student of Saratov state technical university

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

Р.А. Нежметдинова

**НАНОКОМПОЗИТНЫЕ БИОМАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СИНТЕТИЧЕСКИХ ПОЛИМЕРОВ
И ОРГАНИЧЕСКИХ ПРОИЗВОДНЫХ ФУЛЛЕРЕНА [60]**

Проведены исследования поверхности характеристик полимерного материала ПЭТФ, модифицированного органическими производными фуллерена [60] с фрагментами индола и хинолина. Установлена зависимость антимикробной активности от вида микроорганизмов, условий формирования НСП и типа фуллеренового модификатора.

Полиэтилентерефталат, фуллерен, ионно-плазменные методы обработки, атомно-силовая микроскопия, антимикробная активность

R.A. Nezhmetdinova

**NANOCOMPOSITE BIOMATERIAL ON THE BASE OF
NANOSTRUCTURED ARTIFICIAL POLYMERS AND ORGANIC
DERIVATIVES OF FULLERENE [60]**

The study of surface characteristics of PET, modified by organic derivatives of fullerene [60] with indol and quinoline fragments. Were carried out and results of this study are presented in the paper. It was established that antimicrobial activity depends upon the type of microorganisms, conditions for preparation of nanostructured surface and the kind of fullerene modifier.

Fullerene, ion-plasma processing technique, atomic-force microscopy, anti-infective activity

Создание нанобиоматериалов различного назначения на основе полимерных материалов является в настоящее время весьма перспективным и экономически оправданным направлением научно-технических разработок. Полимерные материалы с антибактериальным действием находят широкое применение в различных областях науки и техники. В частности, в микроэлектронике они могут служить для защиты материалы от биокоррозии, исключения влияние организмов на наноуровне, при создании биологически активных фильтров для очистки технологических газовых и жидких сред, защитных корпусов и тары и т.п. Широкие перспективы применения нанобиоматериалов с антимикробным действием в медицине и биотехнологии связаны с созданием медицинских препаратов и полифункциональных лечебных средств нового поколения, например, трансдермальных лечебных форм.

В [1-3], в том числе и в данной работе, рассматривается возможность придания антимикробных свойств полимерным материалам при помощи формирования наноструктурированных поверхностей (НСП). Принципиально новым подходом к созданию НСП является использование методов ионно-плазменной технологии, являющихся составляющими одной из базовых технологий микро- и нанoeлектроники.

Использование органических производных фуллеренов в качестве нового класса биологически активных соединений и их применение для конструирования биологически активных материалов также является принципиально новым и перспективным направлением в данной области. В последнее время особое внимание уделяется целенаправленному

конструированию производных C_{60} , обладающих полезными свойствами, особое место занимает возможность применения производных фуллерена в биологической и медицинской химии. Помимо разнообразных биологических свойств производных фуллерена C_{60} , перспективность их применения обусловлена и их достаточно низкой токсичностью. Исследования показали, что производные C_{60} не канцерогенны при применении на коже.

При соединении двух наноматериалов – полимеров с НСП и органических производных фуллерена [60] возникает ряд вопросов, ответы на которые пока отсутствуют. К таким вопросам относятся: распределение молекул органических производных фуллерена [60] на наноструктурированных поверхностях полимеров, их влияние на суммарные медико-биологические свойства нанокompозитного материала и др. В настоящей работе была сделана попытка ответить на некоторые из этих вопросов.

В качестве исходного материала выбран полиэтилентерефталат (ПЭТФ). В ходе исследований был использован ПЭТФ марки ПЭТ-Э (ГОСТ 24234-80) толщиной 30 мкм, производства Владимирского химического завода. Выбор ПЭТФ определялся как его широким использованием в медицине и биотехнологии, так и возможностью обеспечения большого диапазона свойств, при модифицировании образованных поверхностей.

Формирование рельефа на исходной (гладкой) поверхности ПЭТФ производили с помощью двух методов. Первый – ионно-плазменным методом, обработка потоками ионов химически активной смеси газов $O_2 + N_2$. В качестве химически активной смеси использовалась воздушная смесь, как наиболее экономичный и экологически чистый химический реагент. Второй – нанесение углеводородных пленок различной толщины методом ионно-стимулированного осаждения из газовой фазы, при использовании паров циклогексана. Толщина пленок составила 10, 20, 50 и 100 нм. В качестве углеводорода использовался циклогексан C_6H_{12} , в молекуле которого длина связей С-С и углы между связями близки к алмазу. Нанесение пленки из циклогексана позволяет придать материалу дополнительную механическую прочность. Перед загрузкой в камеру поверхность ПЭТФ обрабатывалась этиловым спиртом. Затем производилось модифицирование НСП органическими производными фуллерена (N-метилфуллеропирролидины с фрагментами индола, хинолина). Нанесение на полимеры диад C_{60} -хинолин и C_{60} -индол – проводилось методом *spin coating* (нанесение капель вещества на вращающуюся подложку).

Характеристики микрорельефа ПЭТФ с наноструктурированной поверхностью

Описание образца		R_q , нм	R, нм	H, нм
ПЭТФ	контрольный	2,7	356	7,3
	Воздух (3 мин)	11	142	12
	воздух (3 мин) + α -С:Н (10 нм)	8	89	17
	воздух (3 мин) + α -С:Н (20 нм)	5	162	13
	воздух (3 мин) + α -С:Н (50 нм)	11	121	20
	воздух (3 мин) + α -С:Н (100 нм)	8	98	16
ПЭТФ - C_{60} - хинолин	контрольный	16	415	83
	Воздух (3 мин)	39	821	186
	воздух (3 мин) + α -С:Н (10 нм)	18	602	96
	воздух (3 мин) + α -С:Н (20 нм)	20	564	97
	воздух (3 мин) + α -С:Н (50 нм)	12	616	70
	воздух (3 мин) + α -С:Н (100 нм)	21	866	85
ПЭТФ - C_{60} - индол	контрольный	7	401	69
	Воздух (3 мин)	35	437	158
	воздух (3 мин) + α -С:Н (10 нм)	8	540	62
	воздух (3 мин) + α -С:Н (20 нм)	18	532	105
	воздух (3 мин) + α -С:Н (50 нм)	10	408	85
	воздух (3 мин) + α -С:Н (100 нм)	17	296	79

Исследование топографии поверхности образцов ПЭТФ с различными видами модифицирования проводили на сканирующем зондовом микроскопе «ФемтоСкан» («Центр перспективных технологий», МГУ) с максимальным полем сканирования 10×10 мкм в режиме атомно-силовой микроскопии.

Для каждого из рассматриваемых образцов были получены изображения поверхности в разных точках и при различном увеличении. На основе данных сканирования для каждого скана находили совокупность характеристик микрорельефа поверхности. Основными определяемыми параметрами являлись: характерные горизонтальный размер R и высота пика H , определяемые осреднением значений, получаемых с помощью проведения в произвольном направлении сечений поверхности, шероховатость поверхности R_q (среднеквадратичное отклонение, рассчитываемое по всем точкам скана). Для обработки изображений поверхности дополнительно использовалась программа *ScanMaster* микроскопа СММ-2000 (пр. «МНТЦ»). В таблице приведены значения характеристик топографии поверхности исследуемых образцов (значения приведены для размера скана 10×10 мкм).

Нанесение покрытия на ПЭТФ в первый момент времени приводит к выравниванию поверхности. Об этом свидетельствует уменьшение шероховатости поверхности. Далее, с ростом толщины пленки, высота неровностей начинает увеличиваться, причем диаметр конгломератов некоторое время практически не изменяется. Затем, при достижении некоторой толщины, происходит сращивание отдельных конгломератов, в результате чего их размер увеличивается, а поверхность становится в меньшей степени изрезанной.

Нанесение фуллереновых модификаторов на НСП ПЭТФ приводит к существенному изменению характера поверхности. Это можно проследить, сравнив значения шероховатостей поверхности – ПЭТФ, обработанный воздухом 3 мин, – значение $R_q=11$; ПЭТФ- C_{60} -хинолин при предварительной обработке ПЭТФ воздухом 3 мин – значение $R_q=39$; ПЭТФ- C_{60} -индол при предварительной обработке ПЭТФ воздухом 3 мин – значение $R_q=35$. На рис. 1 представлена зависимость шероховатости образцов ПЭТФ- C_{60} -хинолин и ПЭТФ- C_{60} -индол условно от толщины пленки углерода. Где обозначения p1, p2, p3, p4, p5, p6 соответствуют образцам в зависимости от толщины пленки, соответственно: контрольный образец, образец, обработанный воздухом 3 мин, образцы с толщиной пленки 10, 20, 50, 100 нм.

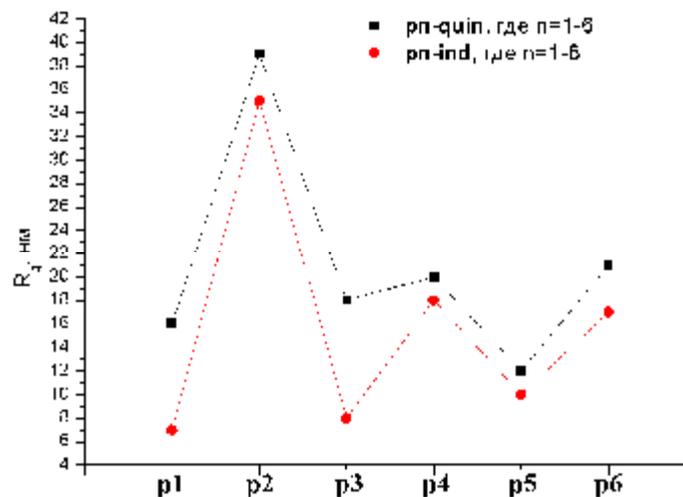


Рис. 1. Зависимость шероховатости поверхности для образцов ПЭТФ – C_{60} -хинолин и ПЭТФ – C_{60} -индол от толщины пленки

Как видно из рис. 1, ход зависимостей значений шероховатости для образцов ПЭТФ- C_{60} -хинолин и ПЭТФ- C_{60} -индол повторяют друг друга. Это позволяет предположить, что нанесение фуллеропирролидинов приводит к формированию близких по характеру рельефов.

На рис. 2, 3 и 4 представлены изображения топографий образцов ПЭТФ, ПЭТФ – C_{60} -хинолин и ПЭТФ – C_{60} -индол. Несмотря на одинаковый ход зависимостей шероховатости условно от толщины пленки углерода, каждый из образцов имеет ряд особенностей. Из

изображений топографии поверхности видно, что агрегация частиц в случае нанесения индольного производного более выражена, чем при нанесении хинолинового производного.

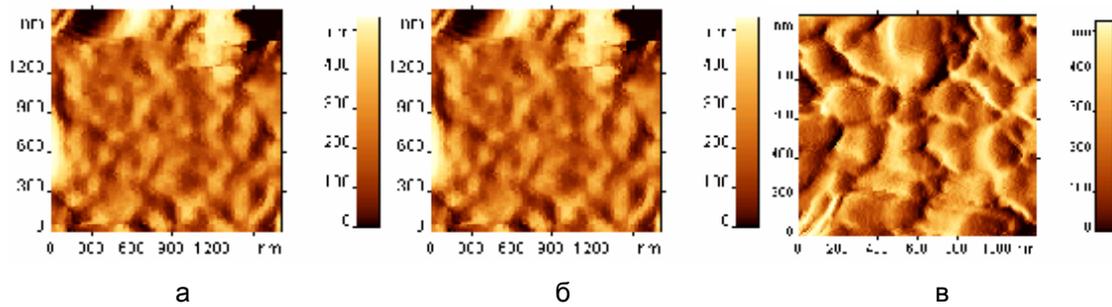


Рис. 2. Топологии поверхности ПЭТФ: а – контрольный образец; б – образец, обработанный 3 мин воздухом; в – образец, обработанный 3 мин воздухом и модифицированный пленкой углерода толщиной 100 нм

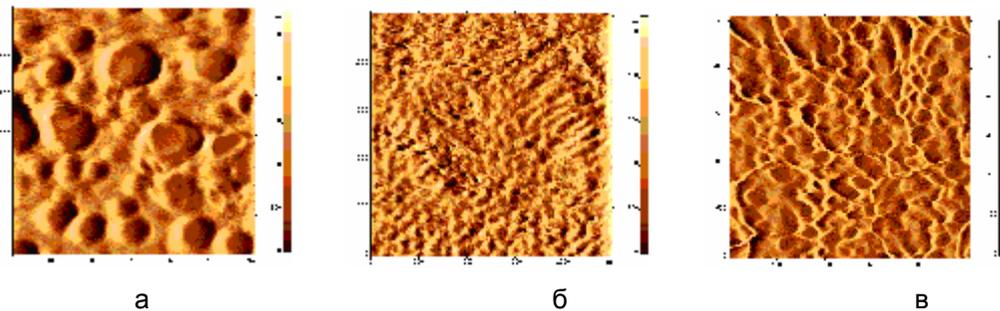


Рис. 3. Топологии поверхности нанокompозитного материала, полученного нанесением диады C_{60} – хинолин на поверхность ПЭТФ с НСП: а – контрольный образец; б – образец, обработанный 3 мин воздухом; в – образец, обработанный 3 мин воздухом и модифицированный пленкой углерода толщиной 100 нм

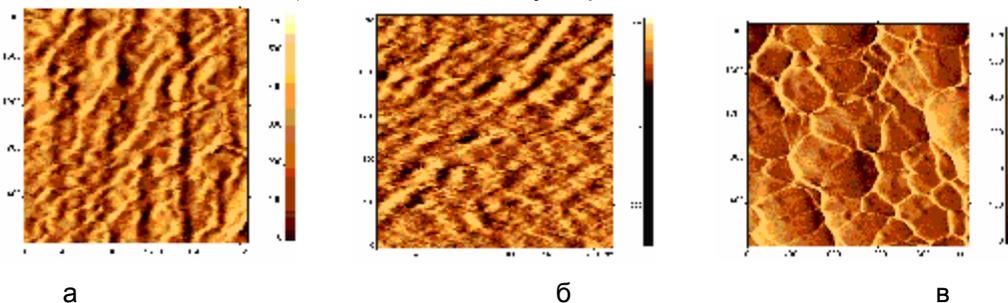


Рис. 4. Топологии поверхности нанокompозитного материала, полученного нанесением диады C_{60} – индол на поверхность ПЭТФ с НСП: а – контрольный образец; б – образец, обработанный 3 мин воздухом; в – образец, обработанный 3 мин воздухом и модифицированный пленкой углерода толщиной 100 нм

Для исследования антимикробной активности были использованы музейные штаммы грамположительных, грамотрицательных бактерий и грибов. Штаммы: *Staphylococcus aureus* ATCC 29213, *Escherichia coli* ATCC 54383, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853, *Candida albicans* – клинический штамм, выделенный от онкологического больного. Антимикробная активность наноструктурированных полимерных материалов определялась аппликационным методом по стандартной методике. Результаты исследования антимикробной активности (для случая предварительной обработки ПЭТФ воздушной смесью в течение 3 мин) представлены в сравнительных диаграммах на рис. 5, здесь отражено снижение титра (единицы – разы) тест-организмов.

На приведенных диаграммах черным отмечено снижение титра микроорганизмов при действии на них исходных полимерных материалов, светло-серым – ПЭТФ НСП,

модифицированных диадой C₆₀-хинолин, темно-серым – ПЭТФ НСП, модифицированных диадой C₆₀-индол.

Как видно из представленных диаграмм, антимикробная активность зависит от вида микроорганизмов, условий формирования НСП и типа фуллеренового модификатора. Если для грибов *Candida albicans* возможно как сильное воздействие НСП без модификатора (для указанных условий формирования НСП), так и большое усиление и селективное антимикробное воздействие НСП с фуллереновыми модификаторами; то для *Staphylococcus aureus* наблюдается появление антимикробной активности и усиления по сравнению с полимерами с НСП в зависимости от условий формирования НСП.

Как видно из диаграмм, представленных на рис. 5, полимерные материалы, модифицированные диадой C₆₀-индол, проявляют в большинстве случаев более выраженную антимикробную активность по сравнению с ПЭТФ НСП, модифицированными хинолиновым производным фуллерена.

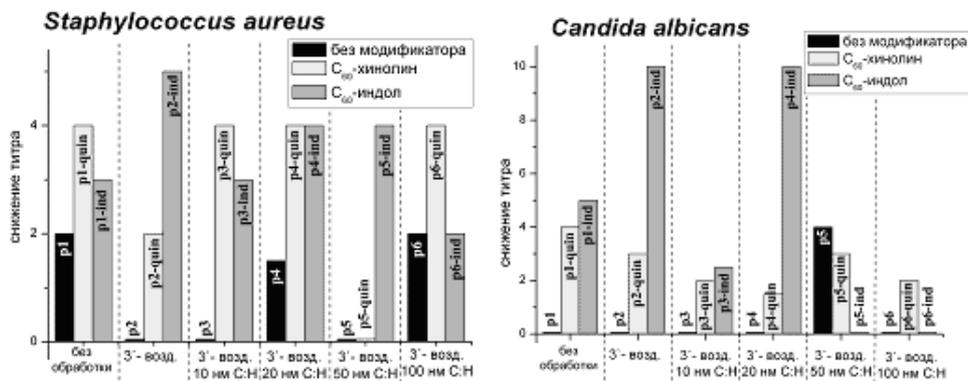


Рис. 5. Сравнительные результаты антимикробной активности исследуемых материалов

Материалы на основе полиэтилентерефталата с наноструктурированной поверхностью, модифицированные нанесением углеводородных пленок и осаждением органических производных фуллерена, проявляют антимикробное действие по отношению к различным микроорганизмам, позволяют обеспечивать селективное воздействие на микроорганизмы различных видов. Использование органических производных фуллеренов в качестве нового класса биологически активных соединений и их применение является принципиально новым и перспективным направлением в данной области.

ЛИТЕРАТУРА

1. Полимерные наноструктурированные материалы с антимикробным действием / В.М. Елинсон, А.Н. Лямин, С.С. Стенин, О.С. Зилова // Научные труды МАТИ. 2006. Вып. 10(82). С.168-173.
2. Антимикробная активность наноструктурированных поверхностей синтетических и природных полимеров / В.М. Елинсон, А.Н. Лямин, С.С. Стенин, Т.П. Хованская // Научные труды МАТИ. 2007. Вып. 12(84). С. 154-160.
3. Антимикробная активность синтетических и природных полимеров как результат наноструктурирования поверхности методами ионно-плазменной технологии / В.М. Елинсон, А.Н. Лямин, А.В. Наумкин, С.С. Стенин, С.Ю.Спирин, О.С. Зилова, С.Б.Нестеров // Вакуумная наука и техника. 2007. №1.

Нежметдинова Рамиля Амировна – аспирантка кафедры НТР Российского государственного технологического университета им. К.Э.Циолковского (МАТИ)

Nezmetdinova Ramilya Amirovna – A post graduate student of the chair Radioelectronics Technology, Moscow Aviation Technology Institute (Russian State Tsiolkovski Technical University)

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

Г.Г. Нечаев, Н.Д. Выборнова, А.А. Гавкин, В.И. Ушаков

ФОРМИРОВАНИЕ БИОАКТИВНЫХ И БИОИНЕРТНЫХ ПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ

Проведен анализ публикаций по получению биосовместимых и биоинертных покрытий методом микродугового оксидирования (МДО). Приведена методика получения оксидных покрытий методом МДО, методика исследования физико-механических свойств покрытий. Представлены оригинальные данные, полученные в ходе исследования оксидных покрытий, сформированных методом МДО.

Микродуговое оксидирование, имплантаты, биосовместимые и биоинертные покрытия

G.G. Nechaev, N.D. Vybornova, A.A. Gavkin, V.I. Ushakov

FORMATION OF BIOACTIVE AND BIOINERTNYH COATINGS BY MICROARC OXIDATION

The analysis of publications on obtaining biocompatible and bioinertnyh coatings by microarc oxidation (MAO). The reception technique oxide coatings by method MAO, a technique of research of physicomachanical properties of coatings is resulted. Presented original data from the study of oxide coatings formed by MAO.

Microarc oxidation, implants, biocompatible and bioinertny coverage

В настоящее время в имплантационной хирургии широко применяют титан и его сплавы как материалы с приемлемыми для этих целей коррозионными и коррозионно-механическими свойствами. Однако для лучшей адаптации организма к имплантату целесообразно создание на его поверхности биоактивных слоев, обладающих высокой совместимостью с костной тканью. Кроме того, такие покрытия не должны быть токсичными [1]. Актуальность представленной работы определена необходимостью повышения поверхностной прочности и долговременной стойкости покрытий при обеспечении соответствующей биосовместимости медицинских конструкций и имплантатов, применяемых в ортопедии и стоматологии.

Микродуговое оксидирование (МДО) – сравнительно новый вид поверхностной обработки и упрочнения главным образом металлических материалов, берущий свое начало от традиционного анодирования, и соответственно относится к электрохимическим процессам. Отличительной особенностью микродугового оксидирования является участие в процессе формирования покрытия поверхностных микроарядов, оказывающих весьма существенное и специфическое воздействие на формирующееся покрытие, в результате которого состав и структура получаемых оксидных слоев существенно отличаются, а свойства значительно повышается по сравнению с обычными анодными пленками. Другими положительными отличительными чертами процесса МДО являются его экологичность, а также отсутствие необходимости тщательной предварительной подготовки поверхности в начале технологической цепочки и применения холодильного оборудования для получения относительно толстых покрытий [2].

МДО-покрытие, сформированное в щелочном фосфатсодержащем электролите, состоит из диоксида титана [3]. Фазовый состав покрытий можно изменять, варьируя состояние и состав электролита [4] и получать покрытия, содержащие рутил и (или) анатазную модификацию оксида титана.

В [2, 5] показана возможность формировать методом МДО на поверхности изделий из титановых сплавов кальцийфосфатных электрохимических покрытий и слоев, содержащих гидроксиапатит. Согласно приведенным данным [5] микротвердость на поверхности покрытия оксидированного способом МДО без предварительной обработки подложки ультразвуком составляет $1539 \pm 15,4$ МПа.

Перспективность применения метода МДО для формирования на поверхности никелида титана покрытий, улучшающих его морфологическую структуру и электрохимические свойства, базируется на результатах проведенных исследований [6]. Кроме того, формируемые антикоррозионные защитные покрытия, значительно уменьшая диффузию никеля из никелида титана, препятствуют его аккумуляции в тканях человека.

Тот факт, что микродуговое оксидирование, повышающее потенциал свободной коррозии, одновременно увеличивает и остаточные сжимающие напряжения, способствующие упрочнению и долговечности материала [7], подтверждают целесообразность микродугового оксидирования титановых сплавов для высоконагруженных конструкций.

Многочисленные исследования установили необходимое требование к внутрикостным имплантатам – поверхность имплантата должна быть шероховатой или микропористой [8]. Шероховатость создает соединение костной ткани с имплантатом и предотвращает отторжение. Исследования показали, что имплантаты с шероховатой поверхностью лучше укрепляются в кости и меньше подвержены вредному влиянию действующих на них сил.

Формирование оксидных покрытий на титановых сплавах методом МДО и исследование соответствия характеристик получаемых покрытий требованиям, предъявляемым к внутрикостным имплантатам, является целью проводимого исследования.

Методика эксперимента

Оксидные покрытия были получены на образцах в форме прямоугольных пластин размерами $10 \times 10 \times 2$ мм из титанового сплава ВТ1-0. Микродуговое оксидирование проводили в анодно-катодном (знакопеременном) режиме при потенциодинамическом увеличении напряжения. Время формирования покрытия составляло 15 минут. Процесс проводили в электролите состава: NaOH – 4 г/л, жидкое стекло натриевое $m\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2$ – 12 г/л. Температура электролита 18°C .

Измерения открытой пористости и визуальный осмотр структуры и строения поверхности сформированного покрытия были выполнены с использованием анализатора изображения микроструктур АГПМ-6М ФУЛК 401 163.001-01.

При измерении толщины сформированных покрытий использовался токовихревой метод неразрушающего контроля. Метод основан на регистрации взаимодействия собственного электромагнитного поля преобразователя с электромагнитным полем вихревых токов, наводимых этим преобразователем в детали и зависящих от электрофизических и геометрических параметров основного металла и покрытия.

Для измерения толщины был использован токовихревой толщиномер Qualex 1500 с прямопоказывающим цифровым индикатором. Относительная погрешность метода $\pm 5\%$.

Адгезионную прочность покрытия определяли методом решетчатого надреза (DIN 53151). Согласно методике, лезвием делали 4-5 параллельных надрезов на расстоянии от 0,5 до 2 мм друг от друга, а потом несколько таких же параллельных надрезов, но перпендикулярных к первым. Затем на получившуюся решетку наклеивали клейкую пленку и резко отрывали. Производили осмотр поверхности и делали оценку адгезионной прочности покрытия. Оценка проводилась по шестибальной шкале по количеству отслоившихся квадратов.

Измерение микротвёрдости производили в соответствии с требованиями ГОСТ 9450-76 «Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников» с помощью микротвердомера ПМТ-3М.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

При проведении процесса МДО выход на режим микродуговых разрядов произошел в течение 20 с. Процесс протекал равномерно по всей поверхности и сопровождался интенсивным выделением газа.

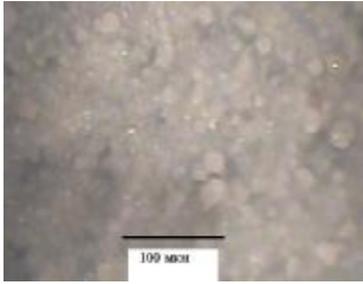


Рис. 3. Характерный вид поверхности оксидного покрытия, сформированного методом МДО на титане



Рис. 4. Поры на поверхности оксидного покрытия (результат обработки изображения поверхности с помощью АГПМ-6М)

При визуальном осмотре поверхности покрытий, сформированных методом МДО, было установлено: покрытие сплошное, однородное, имеет серо-голубой цвет. Сколов и микротрещин на поверхности покрытия не выявлено. Толщина МДО-покрытий составляет 20 мкм. Изучение поверхности покрытия с использованием АГПМ-6М позволило установить, что поверхность состоит из образований скругленной (овальной) формы (рис. 3).

Максимальный характерный размер таких образований составляет 25-30 мкм. Средний размер подавляющего большинства гранул – 10-15 мкм. Открытая пористость сформированных покрытий составляет 15-20%. Поры имеют неправильную форму и размеры от 3 до 30 мкм (рис. 4). Адгезионная прочность МДО-покрытия оценена как очень высокая, 0 баллов (отсутствие отслоения).

Исследования физико-механических свойств, коррозионной стойкости МДО-покрытий и интегральных механических характеристик изделий медицинского назначения с МДО-покрытием продолжаются.

Таким образом, установлено, что оксидные слои, сформированные на титановом образце методом МДО, имеют хорошие физико-механические показатели и поры с характерными размерами от 3 до 30 мкм. Такие характеристики отвечают требованиям, предъявляемым к поверхности внутрикостных имплантатов. Сочетание свойств титановой основы и керамического покрытия, простота и экологическая чистота технологического процесса МДО позволяют сделать вывод о перспективности применения процесса микродугового оксидирования в производстве внутрикостных имплантатов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Формирование на титане поверхностных слоев, содержащих гидроксиапатит / С.В. Гнеденков, О.А. Хрисанфова, С.Л. Синебрюхов и др. // Коррозия: материалы, защита. 2008. № 8. С. 24-30.
2. <http://tompve.ru/science/Obzor-pribor.htm>
3. Антикоррозионные, электрохимические свойства МДО-покрытий на титане / П.С. Гордиенко, С.В. Гнеденков, С.Л. Синебрюхов, В.О. Гудовцева // Электронная обработка материалов. 1993. № 3. С. 21-24.
4. Фазовый состав микродуговых покрытий на титане в боратном электролите / М.С. Васильева, В.С. Руднев, Л.М. Тырина и др. // Журнал прикладной химии. 2002. Т. 75, Вып. 4. С. 583-586.
5. Формирование рельефа кальцийфосфатных электрохимических покрытий, определенное ультразвуковой обработкой титана / Л.Б. Ботаева, В.И. Верещагин, В.А.Клименов, Т.С. Петровская // Новые технологии в стоматологии и имплантологии: сб. науч. тр. по материалам 8-й Всерос. конф., 23-24 мая 2006 г. Саратов: СГТУ, 2006. С. 31-35.

6. Композиционные защитные покрытия на поверхности никелида титана / С.В. Гнеденков, О.А. Хрисанфова, С.Л. Синебрюхов и др. // Коррозия: материалы, защита. 2007. №2. С. 20-25.

7. Циклическая прочность в морской воде титановых сплавов, подвергнутых микродуговому оксидированию / Г.А. Лаврушин, С.В. Гнеденков, П.С. Гордиенко, С.Л. Синебрюхов // Защита металлов. 2002. Т. 38, № 4. С. 412-414.

8. <http://www.implant.su/faq/>

Нечаев Геннадий Георгиевич – кандидат технических наук, доцент кафедры БМА Саратовского государственного технического университета

Nechaev Gennady Georgievich – Candidate Technical Science, Associate Professor of BMA Saratov State Technical University

Выборнова Нина Дмитриевна – бакалавр кафедры БМА Саратовского государственного технического университета

Vybornova Nina Dmitrievna – 2 year Bachelor of Department BMA Saratov State Technical University

Гавкин Алексей Александрович – студент 5 курса кафедры БМА Саратовского государственного технического университета

Gavkin Alexey Aleksandrovich – 5 year student of Department BMA Saratov State Technical University,

Ушаков Виталий Игоревич – студент 5 курса кафедры БМА Саратовского государственного технического университета

Ushakov Vitaly Igorevich – 5 year Student of Department BMA Saratov State Technical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 621.7

В.А. Папшев, В.Н. Лясников, Е.Л. Сурменко

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ ВНУТРИКОСТНЫХ ИМПЛАНТАТОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ ЛАЗЕРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

Рассматриваются перспективные методы создания биоактивной поверхности на биосовместимых материалах с применением лазерных технологий. Среди них описаны способы микро- и наноструктурирования поверхности, импульсного осаждения биокерамических покрытий, формирования оксидных покрытий на титане. Также отмечены методы лазерной ИК-обработки плазмонапыленных покрытий и упрочнения титановой основы.

Лазерные технологии, обработка поверхности, биокерамика, покрытия

V.A. Papshev, V.N. Lyasnikov, E.L. Surmenko

**FUTURE DIRECTIONS OF IMPROVING THE DENTAL IMPLANTS
USING LASER TECHNOLOGY**

In this paper promising methods for creating bioactive surfaces on biocompatible materials by using laser technology. Among them practical ways of micro- and nanostructuring of surfaces, pulsed laser deposition of bioceramic coatings, forming of oxide coatings on titanium. Also described a method laser treatment of plasma spraying coating and method hardening of the titanium framework.

Laser technologies, treatment, bioceramic, coatings

Введение. Для решения проблем исправления дефектов и повреждений костных структур широко используются внутрикостные имплантаты, которые применяются при зубопротезировании и лечении костей черепно-лицевого скелета, а также опорно-двигательного аппарата. Известно, что конструкция современных дентальных имплантатов, испытывающих воздействия не только биологических, но и механических функциональных факторов, должна отвечать как высоким медико-биологическим требованиям, так и новейшим технологическим разработкам. Последние научные достижения медицины требуют развития и внедрения нанотехнологий, как области взаимодействия биоматериалов с тканями человека на наноуровне. В связи с этим получила распространение конструкция металлического имплантата с поверхностью, модифицированной электрофизическими или электрохимическими методами. Под модификацией следует понимать обработку поверхностного слоя материала воздействием концентрированного потока энергии (КПЭ), либо нанесением микро- или наноструктурного покрытия. Среди таких распространенных технологий обработки КПЭ, как ионно-лучевые, газотермические, электрохимические и другие, продолжают развиваться перспективные лазерные технологии [1,2]. Разработаны лазеры с излучением глубокого УФ-диапазона и фемтосекундной длительностью импульсов, применение которых позволяет создавать четкие микроструктуры различного размера и формы в любых материалах. Изменяя время и энергию воздействия лазерного импульса, можно реализовать широкий спектр режимов воздействия от локального нагревания до дозированного удаления материала.

Целью данной работы является рассмотрение таких лазерных технологий, которые применяются для модификации биосовместимых материалов либо находятся на стадии разработки для совершенствования внутрикостных имплантатов (рис. 1). Важным условием применения того или иного метода является возможность формирования поверхности на биосовместимом материале, обладающей высокими биоактивными качествами. Так, например, последние научные достижения свидетельствуют о повышенной биоактивности поверхности, наноструктурированной различными способами. Кроме того, многочисленные исследования указывают на то, что воздействие на биокерамический и биоинертный материал ультрафиолетового либо лазерного излучения способно усиливать разрастание костных клеток на поверхности в условиях *in vitro* [2-6].

Особое значение имеет комплексный метод плазменно-лазерного формирования покрытий. Это связано с тем, что плазменное напыление, являясь эффективным способом создания функциональных биопокрытий, в то же время обуславливает появление некоторых нежелательных последствий, компенсация которых возможна дополнительной лазерной обработкой [17,18].

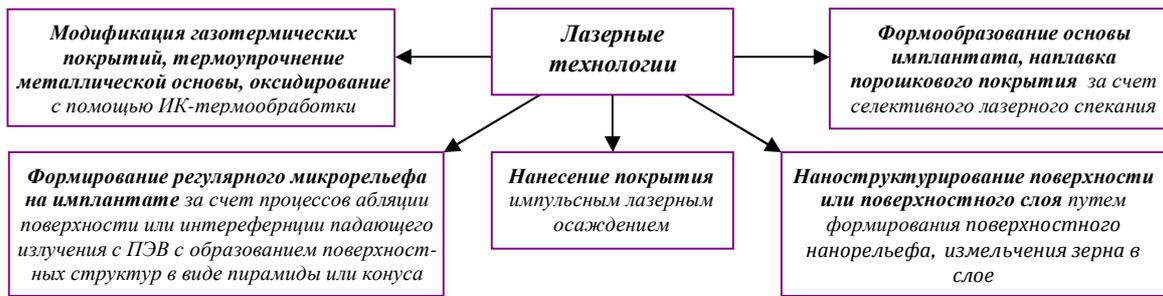


Рис. 1. Виды лазерных технологий, используемых при создании внутрикостных имплантатов

Приоритетными направлениями использования лазера в биомедицинском материаловедении являются методы формообразования имплантата и покрытия на нем, например, селективного спекания порошкового материала, импульсного осаждения покрытия, оксидирования поверхности, а так же способы упрочнения структуры материала и повышения коррозионной его стойкости. Развитие такого рода процессов во времени определяется разного вида структурными процессами, термомеханическими эффектами, физическими переходами, поверхностными химическими реакциями и другими фундаментальными явлениями. Другими перспективными направлениям является лазерная модификация биоматериалов, направленная на образование микро- и наноструктур на их поверхности либо в поверхностном слое, которая может базироваться, например, на высокотемпературных процессах обработки, приводящих к абляции или возбуждению пространственно-временных гидродинамических неустойчивостей поверхности [7, 8].

Лазерная ИК-обработка плазмонапыленных биокерамических покрытий, термоупрочнение металлической основы имплантата, оксидирование поверхности.

Среди внутрикостных дентальных имплантатов широко распространена комбинированная конструкция, включающая металлическую несущую основу с необходимыми биомеханическими качествами, а также керамическое покрытие, обладающее биоактивностью [10, 11]. Электроплазменное напыление является распространенным методом формирования кальцийфосфатных покрытий на имплантатах [9]. При этом, несмотря на известные достоинства метода плазменного напыления, такие как формирование пористой структуры, развитой морфологии, оптимальной адгезии покрытия, получаемое покрытие имеет и недостатки: неравномерность толщины, аморфизация структуры, появление нежелательных фаз, таких как дикальцийфосфат (ДКФ), СаО и других. Кроме того, известно, что при плазменном напылении покрытий из ГА существует противоречие между получением плотной структуры покрытия, состоящей из аморфных частиц, и ускоренной резорбцией этих частиц в биотканях. В связи с этим использование биосовместимых материалов в качестве покрытий может быть обусловлено концепцией системы двухфазных материалов «гидроксиапатит-трикальцийфосфат» (ГА-ТКФ) с возможностью регулирования кинетики резорбции путем заданного изменения соотношения фаз менее растворимых (ГА) и более растворимых (ТКФ) в одном материале [10]. Такая двухфазная система ГА-ТКФ может быть получена как механическим смешиванием компонентов, так и термической обработкой кальций-дефицитного апатита (Са:Р=1,5-1,67) при температуре $>700\text{ }^{\circ}\text{C}$, получаемого, к примеру, осаждением из растворов [11, 17, 18].

Комплексные технологии лазерной обработки материалов в сочетании с плазменным напылением, влиянием ультразвука и других видов воздействия, создают возможность получения повышенных, либо новых физико-механических свойств, не достижимых другими известными способами. Распространены, к примеру, технологии газотермического напыления покрытий в сочетании с лазерным воздействием на подложку в одном техпроцессе или с последующей лазерной обработкой сформированных покрытий [12-16].

Исследование лазерного воздействия с $\lambda=1,06\text{ мкм}$ на плазмонапыленное ГА покрытие позволяет заключить, что существует узкий диапазон плотности энергии излучения, в котором возможно проводить модификацию. Например, ИК-обработка излучением с $\tau=4\text{ мс}$

ниже плотности энергии $Q=1$ Дж/мм² не вызывает каких либо структурных изменений, а превышение величины $2,5$ Дж/мм² разрушает покрытие вплоть до металлической основы. Обработка же излучением $1-2$ Дж/мм² обеспечивает повышение степени кристалличности покрытия на величину 40% и фактически структурирует морфологию (рис. 2). Данные рентгеноструктурного анализа и ИК-спектроскопии, характеризующиеся сужением пиков и полос поглощения, свидетельствуют об упорядочивании структуры плазменного биокерамического покрытия, прошедшего лазерную обработку [17-19].

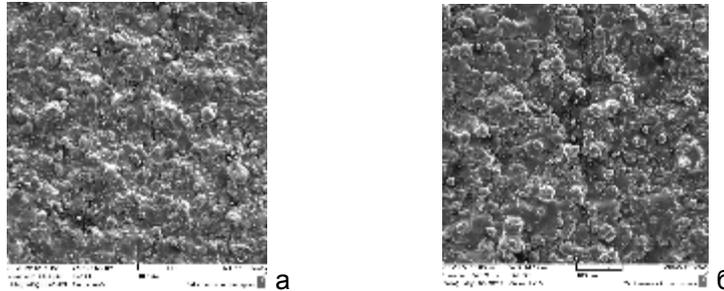


Рис. 2. Морфология плазменного ГА покрытия: а – до лазерной обработки; б – после лазерной обработки при $Q=1,5$ Дж/мм² при $t=4$ мс

В отличие от печного лазерный нагрев является более предпочтительным, так как обеспечивает локальность воздействия и сокращает время пребывания материала при температурах интенсивного окисления и газонасыщения поверхностных слоев. При этом, скоростной лазерный нагрев в сравнении с печным вообще не приводит к образованию нежелательных в покрытии фаз, таких как Ca_4PO_9 , $Ca_3(PO_4)_2$, P_2O_5 , CaO , $CaTiO_3$, Ti_3P , т.е. не наблюдается глубокого распада ГА, а фазы $Ca(H_2PO_4)_2$ и $CaHPO_4$ сохраняют фармакологические свойства ГА покрытия [10,11,20].

Дентальный имплантат с покрытием, установленный в челюстную кость, испытывает циклические жевательные нагрузки, а так же воздействие щелочно-кислой среды ротовой полости. Поэтому применяемые в имплантологии биосовместимые материалы, среди которых наиболее часто используется титан, должны обладать такими необходимыми параметрами, как износостойкость и коррозионная стойкость. Известна и разработана технология лазерного упрочнения поверхности, основанная на высоких скоростях нагрева поверхности при нагреве выше температуры закалки и ее охлаждения. При этом высокие значения температуры и ее градиентов ≈ 108 град/с в зоне лазерного воздействия облегчают диффузию легирующих элементов в термообрабатываемый материал [21-23]. Например, обработка CO_2 -лазером газотермического цинкового покрытия мощностью $4,6$ кВт при диаметре пятна 4 мм существенно улучшает его противокоррозионные свойства во влажной атмосфере [24].

Известно, что к повышению износостойкости за счет увеличения глубины упрочненного слоя приводит импульсное облучение поверхности лазерным лучом с использованием плотности мощности излучения $q=10^3-10^4$ Вт/см² [26]. Вариантом такой технологии является обработка с временем импульса $1,5-1,8$ мс, энергией $15-20$ Дж и диаметром пучка 2 мм в атмосфере гелия при давлении $3 \cdot 10^5$ Па [25]. К недостаткам относится низкое значение глубины упрочненного слоя – величиной до $0,3$ мкм. Обработка же титана в воздушной среде лучом лазера с перекрытием соседних треков величиной $\approx 0,8 \pm 0,1$ диаметра луча, временем взаимодействия луча с обрабатываемой поверхностью в пределах значений от $0,6$ до $1,5$ с и перемещения его в области $0,2-1,5$ см/с, обеспечивает глубину упрочненного слоя до значений $100-170$ мкм [23, 25]. Также экспериментально показано повышение коррозионной устойчивости биосовместимой металлической подложки после лазерной ИК-обработки [26].

В отличие от известных способов термообработки с целью объемного упрочнения материала лазерное воздействие на ряд материалов имеет некоторые положительные особенности. Процесс, происходящий на поверхности и имеющий большую степень

локализации, не создает деформаций изделия, а локализация термического воздействия позволяет реализовать поверхностное упрочнение на определенных участках детали. Скорости нагрева и охлаждения в зоне термического воздействия лазерного облучения достаточно велики и составляя величину 10^6 C⁰/с практически исключают выдержку при высокой температуре, при этом величина нагрева может принимать значения выше температуры плавления или испарения [23].

Повышенный интерес наблюдается в последнее время к оксидным покрытиям на внутрикостных имплантатах и стоматологических компонентах [28]. При этом больше распространены оксидные покрытия на титане. Это обусловлено тем, что титан обладает самой высокой способностью к пассивированию. Присутствие оксидных слоев на поверхности титана не только защищает его от коррозионного разрушения, но и способно улучшить биологические свойства [29,30]. Альтернативой известным способам получения оксидных покрытий на титане, таких как электрохимическое, газотермическое или микродуговое оксидирование, можно считать способы лазерного оксидирования в кислородной среде [28-33]. При этом можно выделить несколько направлений, отличающихся по типу кислородной среды и виду лазера.

Широко используется *подача струи кислорода в зону лазерного воздействия, либо напуск в камеру обработки атмосферы кислорода либо атмосферы воздуха*. Лазерное излучение, как правило, соответствует ИК-диапазону, с использованием Nd:YAG-лазеров или CO₂-лазеров с плотностью мощности $\approx 5 \cdot 10^3$ Вт/см² [31, 34, 35].

В последнее время распространены методы *лазерного осаждения металла в кислородсодержащей среде*, которые создают условия получения наноструктурных оксидных покрытий [36]. Так, результаты проведенного исследования показывают, что повышение давления в камере с 13,3 до 133 Па приводит к увеличению среднего диаметра первичных наночастиц от 5,9 до 32 нм, дальнейшее увеличение давления приводит к уменьшению среднего диаметра наночастиц [37]. Облучение эксимерным KrF лазером пленок TiO₂, осажденных на стеклянные подложки, приводит к образованию микрокристаллических структур размером 5-10 нм. С увеличением числа импульсов облучения постепенно формируются кристаллы TiO₂ со структурой рутила [38].

Разработано оксидирование металлической поверхности, заключающееся в *нанесении на основу перекиси водорода с последующим воздействием лазерным либо световым лучом видимого или ультрафиолетового диапазона спектра* [28].

Таким образом, можно заключить, что получение оксидных покрытий на титановых имплантатах лазерным воздействием является перспективным направлением, учитывая, что такие покрытия способны повышать износостойкость имплантатов, устанавливаемых с натягом [39].

Формообразование основы имплантата и наплавка порошкового покрытия способом селективного лазерного спекания (SLS-процесс). Одним из перспективных направлений технологий лазерной обработки являются методы быстрого прототипирования с использованием лазерного излучения. При этом большой интерес в области формообразования вызывает технология «селективного лазерного спекания» или SLS (Selective Laser Sintering)-процесс. Это технология изготовления изделия любой формы, в том числе имплантата, в соответствии с компьютерной моделью, из порошкового материала, путем его послойного селективного спекания лазерным излучением [40-42].

В этой технологии используются режимы лазерной обработки с непрерывным или импульсным характером воздействия с высокой энергией излучения, обеспечивающей термическое воздействие, достаточное для расплавления металлов и керамики [42-44]. При этом в рабочей камере, заполненной инертным газом, через систему снабжения происходит послойная подача порошка. После этого через сканирующую систему лазерный луч сканирует по поверхности порошка и спекает порошок. Процесс управляется через систему компьютерного моделирования и повторяется до формирования готового изделия.



Рис. 3. Титановый имплантат с послойно наплавленным порошковым титановым покрытием (а) и модель коренного зуба, спеченного из металлического порошка (б)

Несмотря на невысокую точность (13-14 квалитет), с помощью данной технологии удастся создавать как титановый пористый имплантат, так и наплавливать покрытие на компактную основу (DMD-технология) (рис. 3). В качестве рабочего материала для пористых имплантатов используются порошки титана и никелида титана дисперсностью 0,05 мм и 0,25 мм соответственно [45]. Данным методом возможно также проводить синтез применяемых в имплантологии биокompозитов [41, 43, 45].

Важным достоинством технологии является то, что она практически безотходная, а получаемый данным методом имплантат имеет пористую структуру, необходимую для наилучшей остеоинтеграции, и изделие при этом может практически любой формой.

Структурирование поверхности с формированием упорядоченного микро рельефа. Исследования в области воздействия лазерного излучения на материалы подготовили теоретическую и практическую базу для создания метода лазерного микро структурирования поверхностей. Вид лазерного излучения и особенности физико-механических свойств обрабатываемого материала определяют различные способы их взаимодействия. В методе лазерного микро структурирования поверхности можно выделить воздействия излучения, основанные на локальном испарении вещества, либо на возникновении поверхностной электромагнитной волны (ПЭВ). Это определяется величиной плотности мощности и длительностью импульса. В конечном итоге процесс зависит от типа лазера и режима генерации (таблица) [46].

Различные длительности импульса лазеров и варианты их реализации

Длительность, с	Варианты реализации (тип лазера, режим модуляции)
Миллисекунды (10^{-3})	Nd:YAG-лазер – режим свободной генерации; импульсный CO ₂ – лазер; сканирующие непрерывные CO ₂ -лазер, Nd:YAG – лазер, аргоновый лазер
Микросекунды (10^{-6})	Nd:YAG – лазер: акустооптическая модуляция, электрооптическая модуляция, диодная накачка; импульсный CO ₂ -лазер
Наносекунды (10^{-9})	Азотный лазер, лазер на парах меди, эксимерные лазеры
Пикосекунды (10^{-12})	Nd:YAG – лазер: режим самосинхронизации импульсов, эксимерные лазеры
Фемтосекунды (10^{-15})	Ti-сапфир – лазер: режим самосинхронизации импульсов, эксимерные лазеры
Аттосекунды (10^{-18})	Ti-сапфир – лазер

Микро структурирование, основанное на испарении вещества. Для обработки лазерными импульсами длительностью от $\tau=10^{-3}-10^{-9}$ с характерным является взаимодействие излучения с материалом по типу «нагрев-плавление-испарение (взрывной выброс)» материала, что определяет образование зоны термического влияния; в зависимости от материала ее размеры могут достигать десятков микрометров. Эти процессы характерны для интенсивностей облучения $q \geq 10^5$ Вт/см². Результатом лазерной абляции как явления упорядоченного разрушения материала с удалением вещества поверхности, является образование поверхностных крупномасштабных ($d=5-20$ мкм) периодических многочисленных структур в виде пирамид, конусов или столбов [47-50]. При определенных технологических параметрах обработки, кроме испарения, различают механизмы термоударного разрушения, развития ударной волны и некоторые другие [1, 47, 51].

Образование и развитие упорядоченных микроструктур наиболее просто осуществляется при испарении материала в атмосфере воздуха или в жидкостях. Часто для этого применяется несколько типов лазерных источников, например *Nd:YAG*-лазер ИК-диапазона с длиной волны $\lambda=1,06$ мкм. Частоту следования импульсов обычно выбирают в пределах 1-10 Гц при плотности энергии $E=20-50$ Дж/см², излучение фокусируется на поверхность металлической мишени в пятно диаметром от 10 до 100 мкм. Другой тип источника излучения – лазеры видимого диапазона излучения, например, лазер на парах меди с параметрами $\lambda=510,6$ нм, $\tau=20$ нс, частотой следования импульсов $f=7,5$ кГц и плотностью энергии на поверхности мишени $E=30$ Дж/см², диаметром сфокусированного пятна от 10 до 60 мкм. Рассмотренные режимы обработки приводят к формированию конусных структур в атмосфере воздуха на поверхности монокристаллического кремния, а также германия и титана. Кроме того, аналогичные структуры получают на подложках из бронзы и меди, погруженных в дистиллированную воду или этанол [48,52,53]. Микроструктуры на поверхности титана в форме столбов можно получить воздействием излучения несколько иных режимов, при этом процесс носит характер лазерного сверления микроотверстий (рис.4). Используются энергия излучения 0,3-1,2 Дж, длительность 0,5-2 мс, частота 10-25 Гц, количество импульсов в точке 2-6, диаметр пучка 0,3-0,7 мм [54].

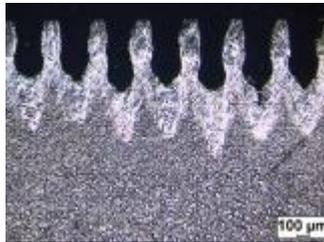


Рис. 4. Микроструктуры на поверхности титана с характерными зонами термического влияния

К другому типу применяемых лазеров относятся лазеры УФ-диапазона – эксимерные газовые лазеры с длиной волны $\lambda=193$ нм (ArF), 248 нм (KrF), 353 нм (XeF), позволяющие уменьшить зону термического влияния в металлах [15, 17]. Лазеры этого типа обеспечивают сверхкороткую длительность импульса, кроме того, основываясь на положениях из геометрической оптики, можно считать, что минимальный размер структур, получаемых лазерной абляцией, создается при использовании УФ-излучения. Так, на основе положений геометрической оптики следует считать, что минимальный диаметр пятна d_0 в фокусе для лазерного Гауссового одномодового пучка с поперечным распределением интенсивности определяется выражением: $d_0 = 1,26 \frac{\lambda}{D} F$, где D – диаметр пучка на выходе, F – фокусное расстояние, $1,26 \frac{\lambda}{D} = q$ – угол расходимости по классической дифракции.

Микроструктурирование поверхности, основанное на возбуждении поверхностной электромагнитной волны (ПЭВ). При использовании более коротких импульсов, составляющих $\tau=10^{-9}-10^{-14}$ с, реализуется иной механизм разрушения – «нагрев–абляция», где расплавленная фаза практически исключена, а также отсутствует зона термического влияния. Выбор длительности импульса излучения зависит от типа лазера и режимов генерации (табл. 1) [1, 51].

В последнее время широко применяется способ создания микроструктур при фемтосекундной длительности импульса (рис. 5) [56-58, 62]. В этих условиях реализуются другие более сложные механизмы взаимодействия лазерного излучения с веществом. Как правило, они объясняются результатом интерференции падающего излучения с поверхностными электромагнитными волнами (ПЭВ) [59]. Например, для модификации титановой пластины на воздухе используется многократное воздействие в точке от 10 до 230 импульсов при плотности энергии $Q \approx 1$ Дж/см² [57, 62]. Пространственный период и размер микроконусных структур, развивающихся в процессе лазерного испарения при постоянной плотности энергии, составляет 10-20 мкм с углом при вершине $\sim 20-25^\circ$ и зависит от

количества импульсов в точке [58]. При этом важное значение имеет направленность излучения: изменение угла наклона от 20 до 80° обеспечивает повышение шероховатости до $R_{\max}=150$ мкм относительно $R_{\max}=10$ мкм при перпендикулярном падении [60, 61].

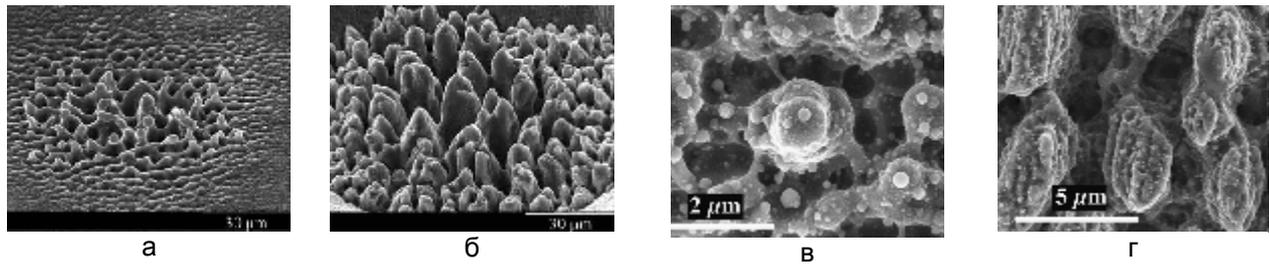


Рис. 5. СЭМ-изображения характерных микроструктур, полученных при импульсном лазерном воздействии фемтосекундной длительности с плотностями энергии $Q=1,00$ Дж/см² при числе импульсов 75 (а), 1000 (б) и $Q=0,16$ Дж/см² при числе импульсов 40 (в), 200 г

Наличие определенной шероховатости, пор или углублений на поверхности внутрикостной части имплантата способствует адгезии остеогенных клеток, фибро- и остеобластов, синтезу специфических белков и усилению факторов роста, что, в конечном итоге, позволяет достичь увеличения площади костной интеграции [63-65]. Например, преобразование гладкой структуры поверхности имплантатов из титана и корунда в грубошероховатую повышает их остеокондуктивные свойства, что благоприятствует взаимосвязи между имплантатом и костью [6]. Вокруг имплантатов с гладкой поверхностью образуется фиброзная ткань с различной степенью выраженности, а при шероховатой поверхности – имеет место аппозиционное костеобразование [11, 66]. Таким образом, формирование микроструктур на поверхности может использоваться как способ повышения качества биосовместимости имплантата [64]. Другим применением метода создания упорядоченного микрорельефа может являться способ предварительная подготовка поверхности перед газотермическим напылением, например, для увеличения прочности сцепления покрытия за счет повышения уровня шероховатости [61].

Модификация структуры поверхностного слоя с формированием нанорельефа.

В связи с широким спектром режимов и возможностями лазерной обработки представляется затруднительным выделить единую технологию лазерного наноструктурирования материала с созданием на поверхности характерных периодических наноразмерных структур. Данные исследования проводятся практически во всем диапазоне длин волн лазерного излучения: от области УФ-эксимерных лазеров с $\lambda=193$ нм до области ИК-лазеров с $\lambda=10,6$ мкм на твердом активном (*Nd:YAG*-лазер), либо газовом элементе (*Ar*, *CO₂*) при непрерывной или импульсной накачке. Длительность импульса и формируемая плотность мощности в экспериментах также выбираются из широкой области значений, как правило, равных $\tau=10^5-10^{15}$ с и $q=10^4-10^{12}$ Вт/см² соответственно. Помимо режимов, влияние на процесс модификации оказывают состав атмосферы, физико-механические и химические свойства поверхностного слоя материала, например, чистота, кристаллическая структура. Таким образом, из-за различной длины волны излучения, особенностей его поглощения материалом, а также других параметров и явлений в зоне воздействия, формируемые наноструктуры на поверхности имеют различные объяснения их природы. Среди них выделяют абляционное происхождение, гидродинамические нелинейные процессы, интерференция падающего лазерного излучения с поверхностными плазмонно-полярионными волнами, образованными в результате изначальных случайных поверхностных неоднородностей. Получаемые наноструктуры могут иметь вид протяженных борозд, столбов, поверхностных дефектов кристаллической структуры и др. (рис. б). При этом в одном режиме облучения могут образовываться субмикронные элементы размерами как до 100 нм, так и более 500 нм [7, 8, 67-71].

Известна возможность образования наноструктур на поверхности твердых тел (в поверхностном слое) при воздействии лазерных импульсов, приводящих к оплавлению поверхностного слоя [71, 72]. Авторами предложена модель, согласно которой при высоких скоростях охлаждения $\varepsilon=10^7-10^6$ °C/с возможно формировать в объеме слоя зародыши кристаллов размерами $r=10-100$ нм [73]. Такие значительные скорости охлаждения возможны при сверхкоротких длительностях импульса (менее 10^{-9} с). При этом показано, что многократное облучение поверхности нитрида кремния мощными наносекундными импульсами F_2 -лазера ($\lambda=157$ нм) приводит к ее оплавлению и формированию нанорельефа.

Наибольший интерес представляют разработки наноструктурирования титана, как одного из основных материалов медицинских имплантатов, например, создание нанорельефа на его поверхности. Экспериментально показано, что переход на наноструктурный уровень взаимодействия искусственных и естественных тканей обеспечивает ускоренное и лучшее приживление имплантатов [74-76].

Излучение фемтосекундной длительности активно используют как для создания микроструктур, так и наноструктурирования поверхности металлов (рис. 6). В этом случае за счет использования низких величин плотности энергии ($Q \leq 0,1$ Дж/см²), разделения во времени процессов поглощения излучения в веществе и термической диффузии происходит значительное уменьшение области термического разрушения, что в результате обеспечивает необходимую размерность получаемых структур [62].

При исследовании обработки сухой поверхности титана фемтосекундными лазерными импульсами отмечено, что увеличение плотности энергии излучения приводит к уменьшению периодичности образующихся наноструктур, при этом обработка титана в воде характеризуется уменьшением периода до 90 нм (рис. 6) [70].

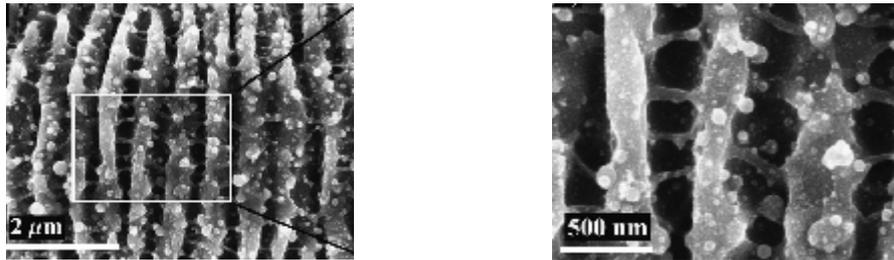


Рис. 6. СЭМ-изображения периодических наноструктур на поверхности титана при $Q=0,084$ Дж/см² и числе импульсов 800

Формирование периодического нанорельефа в виде протяженных элементов поверхности с размерами до 500 нм можно получить при воздействии пространственно модулированного излучения за счет интерференции двух или более волн, падающих на поверхность под прямым углом или при его отклонении $\pm 12^\circ$ [69, 75, 76]. Для этого используется излучение второй гармоники $Nd:YAG$ -лазер с $\lambda=532$ нм длительностью импульса $\tau \sim 12$ нс, $f=10$ Гц, количеством импульсов в точке около 100–200 импульсов, при изменении плотности энергии в диапазоне 10–70 мДж/см². Аналогичный эффект интерференции излучения также возможно получать через маску в виде проецируемых на поверхность шаблонов [35]. Кроме того, применяется комбинация лазерного пучка с механическим воздействием иглы атомно-силового микроскопа, что позволяет последовательно индуцировать изменение рельефа материала в ряде поверхностных нанометровых областей [36-37].

В то же время, многие исследователи указывают на то, что физические механизмы образования подобных структур с размерами, значительно меньшими, чем длина волны используемого излучения, еще окончательно не выяснены. Можно утверждать, что в настоящее время идет процесс накопления как экспериментального материала, так и теоретических представлений о явлении наноструктуризации.

Нанесение тонкопленочных покрытий импульсным лазерным излучением (PLD-процесс). Для повышения биоактивных качеств костных имплантатов широко применяются тонкие кальцийфосфатные покрытия, сформированные импульсным осаждением из газовой фазы. Наряду с ионным осаждением развита технология импульсного лазерного осаждения в вакуумной камере или PLD (Pulsed Laser Deposition) – процесс, позволяющая формировать тонкопленочные металлические и кальцийфосфатные покрытия на биосовместимом материале. Технология основана на использовании физических процессов, происходящих при воздействии излучения на твердый материал, а так же его нагреве и испарении с последующим удалением вещества из области воздействия. Вытесненный материал, достигая подложки, конденсируется в виде тонкой пленки. Особенностью таких покрытий является их наноструктурный состав [77, 78]. Для этого используется широкий спектр типов лазеров, работающих в импульсном режиме: лазеры на твердом активном элементе, CO₂-лазер, либо эксимерные газовые лазеры.

Можно выделить необходимые технологические параметры лазерного воздействия, оказывающие влияние на рост и физико-механические свойства получаемых пленок, к которым относятся [1,46,51]:

- плотность энергии излучения, от которой зависит энергия и скорость абляционных частиц, с чем связана степень ионизации абляционного материала и стехиометрия пленки, а также скорость осаждения и роста пленки,
- температура на поверхности, оказывающая влияние на шероховатость покрытия и плотность нуклеации, которая, как правило, уменьшается с повышением температуры подложки,
- состояние поверхности основы (предварительная обработка, морфология, наличие дефектов), влияющее на зарождение и рост покрытия,
- рабочее давление в камере системы напыления, обеспечивающее необходимые стехиометрию поверхности и плотность нуклеации,
- расстояние от основы до мишени.

Непосредственно для создания тонких кальцийфосфатных покрытий на поверхности пористых и непористых биосовместимых имплантатов разработаны режимы для разного типа лазеров [27,79-83]. В последнее время часто используется излучение УФ-эксимерных лазеров с $\lambda=248\text{nm}$ (KrF), $\lambda=193$ (ArF) при $\tau \geq 20\text{ns}$, $E=3-7$ Дж/см², либо импульсных твердотельных Nd:YAG-лазеров 3-й гармоники с $\lambda=355\text{nm}$. При скорости осаждения порядка 17 Å/мин были получены покрытия толщиной 1-3 мкм (рис. 7) [84].

Кальцийфосфатные покрытия характеризуются стекловидной структурой гидроксиапатита (ГА) и α -трикальцийфосфата (α -ТКФ), что выявляется по рентгеновским дифрактограммам. Отмечено, что содержание ТКФ снижается с уменьшением скорости осаждения, при этом на минимальной скорости фиксируется наличие только фазы ГА [82,84]. Указанный состав покрытия отвечает необходимым критериям биосовместимости, в частности, стабильности механических свойств и способности к резорбции.

Лазерная абляция для формирования потока осаждаемых частиц, имеет определённые недостатки, к которым относится низкий коэффициент использования материала мишени. Интенсивное испарение происходит из узкой зоны эрозии, определяемой размером фокального пятна ($\sim 10^{-2}$ см²), и вследствие этого формируется лишь небольшая площадь осаждения (~ 10 см²). Значение коэффициента полезного использования материала мишени при лазерном напылении составляет 1-2 % и менее. Повышение однородности плёнок и увеличения срока службы мишени требует использования скоростной системы плоскопараллельного сканирования мишени, что позволяет избежать перекрытия соседних фокальных пятен, и, вследствие этого, локального перегрева мишени и образования на ней глубоких кратеров,

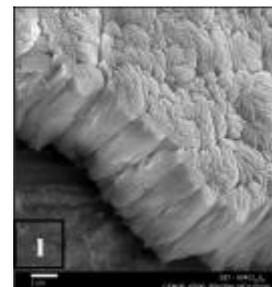


Рис. 7. Покрытие из гидроксиапатита на основе Ti-6Al-4V, полученное импульсным лазерным осаждением

что в целом существенно усложняет конструкцию внутрикамерного устройства и сам процесс напыления. Несмотря на это, осажденные покрытия обладают высокими биоактивными качествами [85]. Как было отмечено, на поверхности современных имплантатах создают специальный макро- и микрорельеф. Тонкое покрытие повторяет рельеф подложки, тем самым не изменяя заданную морфологию поверхности.

Выводы

Различия физико-химических и механических свойств имплантата и костной ткани предполагают, что прочность соединения будет зависеть не только от организации химической связи, но и от оптимальной макро- и микроструктуры поверхности имплантата. В настоящее время изготовители внутрикостных имплантатов, например, торговых марок: Alpha Bio, Bicon, Nobel Biocare, ЛИКО, НИТОР и др., создают микрорельеф различного вида по запатентованным технологиям либо за счет создания биоактивного покрытия либо модифицированием поверхности (ионно-лучевым, электрохимическим или другими методами).

Высокая плотность мощности, локальность воздействия, возможность изменения режимов в широких пределах и управления свойствами слоев при формировании качеств биосовместимости позволяет использовать лазерные методы для решения ряда перспективных задач.

Дополнительная лазерная ИК-обработка электроплазменных биопокрытий позволяет компенсировать различные недостатки плазменного напыления, среди которых появление нежелательных фаз, аморфизация структуры покрытия. Лазерное упрочнение целесообразно использовать для повышения прочности апикальной (пришеечной) части имплантата и других поверхностей имплантата с покрытием, испытывающих сдвигающие нагрузки при установке в костное ложе, а также для повышения биомеханических качеств и коррозионной стойкости. Достаточно универсальным можно считать способ лазерного оксидирования, благодаря тому, что оксид титана с одной стороны повышает биоактивные качества поверхности, с другой – увеличивают износостойкость поверхностного слоя, что является необходимым для медицинских имплантатов, установленных с натягом.

Значение характера морфологии поверхности при создании оптимальных пространственных условий для 3-мерного образования костной ткани, не угнетая при этом ее остекондукции, подтверждается данными, полученными при использовании имплантатов со специально обработанной шероховатой поверхностью. Поэтому способ создания регулярного микрорельефа, основанный на процессе испарения вещества под воздействием лазерного излучения, следует считать высокоэффективным и перспективным в применении к изготовлению костных имплантатов. Для этой цели могут быть использованы лазеры, создающие при фокусировке излучения плотность мощности достаточную для испарения материала.

Из рассмотренных технологических методов лазерного модифицирования поверхности наилучшие медико-технологические результаты могут обеспечить методы наноструктурирования поверхности имплантатов, являющиеся наиболее перспективными.

ЛИТЕРАТУРА

1. Вейко В.П. Опорный конспект лекций по курсу «Лазерные технологии». Раздел: Введение в лазерные технологии / В.П. Вейко, А.А. Петров. СПб: СПбГУ ИТМО, 2009. 143 с.
2. Henrich A. Laser-modified titanium implants for improved cell adhesion / A. Henrich, K. Dengler, T. Koerner, C. Haczek, H. Deppe, B. Stritzker // *Lasers Med. Sci.*, 2008. 23. № 1. P. 55-58.
3. The effect of ultraviolet functionalization of titanium on integration with bone / H. Aita, N. Hori, M. Takeuchi, T. Suzuki // *Biomaterials*, 2009. № 30. P. 1015–1025
4. Laser surface treatment of hydroxyapatite for enhanced tissue integration: surface characterization and osteoblastic interaction studies / S. Teixeira, F.J. Monteiro, M.P. Ferraz, R. Vilar, S. Eugénio // *Journal of biomedical materials research. A.* 2007. Vol.81. № 4. P. 920-929.

5. Effect of surface finish on the osseointegration of laser-treated titanium alloy implants / H.E. Gotz, M. Muller, A. Emmel, U. Holzwarth, etc. // *Biomaterials*. 2004. 25. № 18. P. 4057-4064.
6. Laser surface modification of Ti implants to improve osseointegration: 8 International Conference on Laser Ablation (COLA'05), Banff, 11-16 Sept., 2005 / M. Marticorena, G. Corti, D. Olmedo, M.B. Guglielmotti, S. Duhalde // *J. Phys. Conf. Ser.* 2007. 59. P. 662-665.
7. Мирзоев Ф.Х. Деформационная неустойчивость и генерация поверхностных упорядоченных структур при лазерном воздействии / Ф.Х. Мирзоев // *Квантовая электроника*. 1996. №9. 23. С. 827-830.
8. Прокошев В.Г. Микро- наноструктуры и гидродинамические неустойчивости, индуцированные лазерным излучением на поверхности твердых тел, и их диагностика методами лазерной и зондовой микроскопии: автореф. дис. ... д- физ.мат. наук / В.Г. Прокошев. Новосибирск, 2008. 41 с.
9. Бутовский К.Г. Электроплазменное напыление в производстве внутрикостных имплантатов / К.Г. Бутовский, А.В. Лясникова, В.Н. Лясников Саратов: СГТУ, 2006. 120 с.
10. Баринов С.М. Керамические и композиционные материалы на основе фосфатов кальция для медицины / С.М. Баринов // *Успехи химии*. 2010. Т. 79. №1. С. 15-32
11. Корж Н.А. Имплантационные материалы и остеогенез. Роль оптимизации и стимуляции в реконструкции кости / Н.А. Корж, Л.А. Кладченко, С.В. Малышкина // *Ортопедия, травматология и протезирование*. 2008. №4. С. 5-14.
12. Мурзин С.П. Тепловое воздействие на материалы комбинированных энергетических потоков при плазменно-лазерном нанесении покрытий / С.П. Мурзин // *Лазерная техника и технология*. 2002. С. 81-86
13. Пат. РФ 2165997, МКИ7 С 23 С 4/12. Способ лазерно-газотермического нанесения покрытия / Гришанов В.Н., Мордасов В.И., Мурзин С.П., Скляренко К.В.: Бюл. 12. 27.04.2001.
14. Iwamoto N. Laser treatment of plasma-sprayed ceramic coatings / N. Iwamoto, N. Umesaki, S. Endo // *Adv. Therm. Spray. ITSC'86 Proc. 11th Int. Therm. Spray. Conf., Montreal, Sept. 8-12, 1986. New York, e. a. 1986. P. 563-568*
15. Лазерная обработка газотермических покрытий на титановых сплавах / С. А. Астапчик, В. В. Ваганов, В. С. Голубев, Г. Ю. Пинчук // *Весці АН Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. н.*, 1995. № 3. С. 3-9.
16. Liquid precursor plasma spraying of functional materials: a case study for Yttrium Aluminum Garnet (YAG) / Ravi B.G., Gandhi S.A., Guo X.Z., Margolies // *Journal of Thermal Spray Technology*. 2008. March. Vol. 17(1). pp. 82-90.
17. Pulsed laser treatment of plasma sprayed HA / P. Cheang, K.A. Khor, L.L. Teoh, S.C/Tarn // *Biomaterials*, 1996. № 17. P. 1901-1904.
18. Модификация плазмонапыленных гидроксиапатитовых покрытий лазерным излучением В.А. / Папшев, В.Н. Лясников, В.И. Кочубей, Е.Л. Сурменко и др. // *Проблемы оптической физики и биофотоники: материалы 13-й Междунар. молодежной науч. школы по оптике, лазерной физике и биофизике*. 21-24 сентября 2009 г. Саратов, 2009. С. 73-77
19. Modification of hydroxyapatite crystal using laser / S. Saton, A. Danjyo, M. Goto, S. Yamabe, etc. // *Proceedings of the 2004 FEL Conference, 2004. P. 695-698*.
20. Взаимодействие гидроксиапатита с никелидом титана и титаном // И.А. Шевченко, В. И. Итин, А.Л. Тухфатуллин и др. // *Письма в ЖТФ*. 1998. Т. 24. С. 41-44.
21. Постников В.С. Лазерное упрочнение поверхности титана / В.С. Постников, В.Р. Томинский, В.В. Будцова // *Межвузовский сборник научных трудов*. Пермь, 1991. С. 74-78.
22. Коррозионные и электротехнические свойства титана, поверхностно обработанного методом лазерного облучения / Н.Д. Томашов, Т.В. Чукаловский и др. // *Защита металлов*. 1987. Т.23. №3. С. 338-393
23. Хаскин В.Ю. Процессы упрочнения и нанесения покрытий с использованием лазерного излучения: (обзор) / В.Ю. Хаскин // *Автомат. сварка*, 2008. № 12. С. 24-32.

24. Ларионов В. П. Влияние лазерной обработки на износостойкость плазменных покрытий / В. П. Ларионов, Н. П. Болотина, Г. Г. Винокуров (Институт физико-технических проблем Севера СО РАН) // Наука – производству. 2004. №9. С. 34-36
25. Пат. 2183692, C22F1/18, C23C8/16. Способ лазерного упрочнения поверхности титана и его сплавов / Рыбин В.В., Горынин В.И., Попов В.О. и др.
26. Муратов В. С. Изменение физико- механических свойств поверхностных слоев титана под воздействием лазерного излучения / В. С. Муратов, А. П. Морозов // Высокие технологии в машиностроении: материалы Междунар. науч.-техн. конф. Самара, 19-21 окт., 2005. Самара: Изд-во СамГТУ, 2005. С. 198-199.
27. Zhen-duo C. Применение лазерной модификации при изготовлении биоактивной поверхности / Xian-jin Y., Sheng-li Z. // Jinshu rechuli = Heat treated metals, 2001. №3. P. 4-6
28. Пат. 6589365 США, МПК 7 C 23 C8/00. Matsumoto Dental Univ., Ito Michio. Method of forming an oxide film on a metallic member.
29. Родионов И. В. Функциональные характеристики биопокрытий, полученных различными видами высокотемпературного оксидирования металлоимплантатов / И. В. Родионов, К.Г. Бутовский // Инженерная физика. 2009. № 1. С. 17-22.
30. Characterization of a bioactive nanotextured surface created by controlled chemical oxidation of titanium / Ji-Hyun Y., Bernard C. Variola F.b, Zalza S. F. // Surface Science, 2006. Vol. 600. P. 4613–4621.
31. Прибытков Д. М. Лазерно-термическое окисление тонких пленок титана / Д. М. Прибытков, Д. А. Ховив // Рост монокристаллов и тепломассоперенос (ICSC-2005): сб. тр. 6 Междунар. конф. Обнинск, 25-30 сент., 2005. Обнинск: ФЭИ, 2005. Т. 1. С. 150-154.
32. Koshizaki N. Preparation of nanocrystalline titania films by pulsed laser deposition at room temperature / Koshizaki Naoto, Narazaki Aiko, Sasaki Takeshi // Appl. Surface Sci., 2002. Vol. 197-198. P. 624-627.
33. Ранняя стадия лазерного окисления титановых подложек. The early stage of the laser-induced oxidation of titanium substrates / L. Lavissee, D. Grevey, C. Langlade, B. Vannes // Appl. Surface Sci., 2002. 186. № 1-4. P. 150-155.
34. Синхротронные исследования лазерно-термически окисленных тонких пленок титана / А. М. Ховив, Д. М. Прибытков, Д. А. Ховив, Э.П. Домашевская // Изв. РАН. Сер. Физ. 2008. 72. № 4. С. 542-546.
35. Coloring of titanium through laser oxidation: comparative study with anodizing / Pe´rez del Pino A., Fernandez-Pradas J.M., Serra P., Morenza J.L. // Surface & Coatings Technology , 2004. Vol. 187. P. 106–112
36. Titanium oxide nanostructured films by reactive pulsed laser deposition / Fusi M., Russo V., Casari C. S., Li Bassi A., Bottani C. E. // Appl. Surface Sci., 2009. 255, № 10. P. 5334-5337.
37. Naoto K. Preparation of nanocrystalline titania films by pulsed laser deposition at room temperature / K. Naoto, N. Aiko, S. Takeshi // Appl. Surface Sci., 2002. vol. 197-198. P. 624-627.
38. Yo I. Microcrystal structures in titanium oxide films produced by pulsed UV-laser irradiation / Yo I., Kentaro S., Syun-ichiro K., Koichi K. // Jap. J. Appl. Phys. Pt 2, 2001. 40. № 10A. P. 1054-1057.
39. Kun Z., Geng-xing L., Guang-nan C. // Jinshu rechuli=Heat Treat. Metals, 2005. vol. 30, № 3. P. 8-10.
40. Григорьянц А.Г. Технологические процессы лазерной обработки: учеб. пособие для вузов / А.Г. Григорьянц, И.Н. Шиганов, А.И. Мисюров; под ред. А.Г. Григорьянца. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2006. 664 с.
41. Шишковский И.В. Селективное лазерное спекание и синтез функциональных структур: автореф. дис. д-ра физ.-мат. наук / И.В. Шишковский. Самара, 2005. 38 с.
42. Грицанюк М.В. Экспериментальное обоснование применения пористых имплантатов, полученных методом селективного лазерного спекания / М.В. Грицанюк, А.Д. Сабакаев // Человек и медицина XXI века: традиции, инновации и приоритеты российской науки: сб. тез. докл. 74 итоговой конференции СНО. Самара, 2006. С. 84-85.

43. Шишковский И.В. Синтез биокompозита на основе никелида титана с гидроксипатитом при селективном лазерном спекании / И.В. Шишковский, Е.Ю. Тарасова, Л.В. Журавель // Письма в ЖТФ. 2001. Т.27. Вып.5. С.81–86.
44. Гуреев Д.М. Исследование условий селективного лазерного спекания керамических порошковых материалов системы цирконата-титаната свинца / Д.М. Гуреев, Р.В. Ружечко, И.В. Шишковский // Письма в ЖТФ. 2000. Т.26. Вып. 6. С.84-89.
45. Шишковский И.В. Лазерный синтез функциональных мезоструктур и объемных изделий. / И.В. Шишковский. М.: Физматлит, 2009.
46. Вейко В.П. Сборник задач по лазерным технологиям / В.П. Вейко, Е.А. Шахно. 3-е изд., испр. и доп. СПб: СПбГУ ИТМО, 2007. 67 с.
47. Прокошев В.Г. Микро- наноструктуры и гидродинамические неустойчивости, индуцированные лазерным излучением на поверхности твердых тел, и их диагностика методами лазерной и зондовой микроскопии: автореф. дис. ... д-ра физ.мат. наук / В.Г. Прокошев. Новосибирск, 2008. 41 с.
48. Формирование конических микроструктур при импульсном лазерном испарении твердых тел / В.В. Воронов, С.И. Долгаев, С.В. Лаврищев и др. // Квантовая электроника. 2000. Т.30. №8. С. 710-714
49. Казакевич В.П. Образование периодических структур при лазерной абляции металлических мишеней в жидкости / В.П. Казакевич, А.В. Симакин, Г.А. Шафеев // Квантовая электроника. 2005. №35. С. 831-834
50. Laser dulling for roll surface by pulsed Nd:YAG laser / He Yunfeng, Du Dong, Sui Bo, Xiong Lijuan // Proc. SPIE. 2002. Vol. 4915. P. 187-192.
51. Вейко В.П. Опорный конспект лекций по курсу «Физико-технические основы лазерных технологий». Разд.: Технологические лазеры и лазерное излучение / В.П. Вейко. 2-е изд., испр. и доп. СПб.: СПбГУ ИТМО, 2007. 52 с.
52. Казакевич В.П. Образование периодических структур при лазерной абляции металлических мишеней в жидкости / В.П. Казакевич, А.В. Симакин, Г.А. Шафеев // Квантовая электроника. 2005. №35. С. 831-834.
53. Модификация поверхности кристаллического кремния под действием наносекундных импульсов второй гармоники Nd:YAG лазера / Д.А. Зуев, В.В. Рочева, Е.В. Хайдуков, О.Д. Храмова и др. // Концентрированные потоки энергии в космической технике, электронике, экологии и медицине: тр. X межвуз. науч. школы молодых специалистов. 23-24 ноября 2009 г. М., 2009. С. 83-86.
54. Man H.C. Laser surface microdrilling of Ti and laser gas nitrided Ti for enhancing fixation of dental implants / H.C. Man, Q. Wang, X. Guo // Optics and Lasers in Engineering. 2010. Vol. 48. P. 583–588.
55. Surface texturing of aluminum alloy / D. Kai, E.T. Knobbe, R.L. Parkhill, W. Yinmin // Via femto- and nanosecond pulse excimer laser irradiation. IEEE J. Selected topics in quant. El, 2000. Vol.6. P. 689.
56. Effects of femtosecond laser ablation on the surface morphology and microstructure of a bulk TiCuPdZr glass alloy / H. Wang, C. Liang, X. Chen etc. // Rare metals. 2009. No. 3. Vol.29. P.272-275.
57. Microstructures formation on titanium plate by femtosecond laser ablation / M. Tsukamoto, T. Kayahara, H. Nakano, M. Hashida // J. Phys. Conf. Ser. 2007. 59. P. 666-669.
58. Oliveira V. Surface micro/nanostructuring of titanium under stationary and non-stationary femtosecond laser irradiation / V. Oliveira, S. Ausset, R. Vilar // Applied Surface Science. 2009. Vol. 255. P. 7556-7560.
59. Либенсон М.Н. Поверхностные электромагнитные волны в оптике / М.Н. Либенсон // Соросовский образовательный журнал. 1996. № 10. С.110-115.
60. Enhancement of adhesive joint strength by laser surface modification / E. G. Baburaj, D. Starikov, J. Evans, G. A. Shafeev, A. Bensaoula // Int. J. Adhes. and Adhes. 2007. 27. № 4. P. 268-276.

61. Заявка 102007023 Германия, МПК С 23 С 4/02 (2006.01), В 23 К 26/40 (2006.01). Daimler AG. N 102007023418.1; Заявл. 18.05.2007; Опубл. 20.11.2008. Нем. Gruner M., Haug T., Lahres M., Methner O., Neufang O. Verfahren zum aufrauen von oberflächen für die spätere aufbringung von spritzschichten.
62. Vorobyev A.Y. Femtosecond laser structuring of titanium implants / A.Y. Vorobyev, Chunlei Guo // *Applied Surface Science*. 2007. Vol. 253. P. 7272–7280
63. Optimization of Surface Micromorphology for Enhanced Osteoblast Responses in vitro / K.T. Bowers, J.Сю Keller, B.A. Randolph et al. // *Int. J. Oral Maxillofac. Implants*, 1992. Vol.7. P.302-310.
64. Formation of mineralizing osteoblast cultures on machined, titanium oxide grit-blasted, and plasma-sprayed titanium surfaces / L. Cooper, T. Masuda, W. Whitson et al. // *Int. J. Oral Maxillofac. Implants*. 1999. Vol. 14. P.37-47.
65. Does titanium surface treatment influence the bone-implant interface. SEM and Histomorphometry in a 6-Month Sheep Study / G. Hure, K. Donath, M. Lesourd et al. // *Int. J. Oral Maxillofac. Implants*. 1996. Vol.11. P.506-511.
66. Duguay N. Biomaterials and osseous regeneration / N. Duguay, A. Petite, E. Arnaud // *Ann.Chir. Plast. Esthet*. 2000. Vol.45. №3. P. 364-376.
67. Макин В. Упорядоченное наноструктурирование полупроводников фемтосекундным излучением / В. Макин // *Фотоника*. 2009. №14. С.16-20.
68. Прямое лазерное наноструктурирование поверхности алмазных пленок и керамики нитрида кремния наносекундными импульсами излучения F₂-лазера / К.Э. Лапшин, А.З. Обидин, В.Н. Токарев, В.Ю. Хомич и др. // *Российские нанотехнологии*. 2007. Т.2. №11-12. С. 50-57.
69. Исследование особенностей возбуждения плазмон-поляритонов в периодически наноструктурированных металлических пленках методом фотонной сканирующей туннельной микроскопии / В.М. Ясинский, Е.В. Ивакин, А.В. Суходолов и др. // *Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии: VII Междунар. семинар. г. Минск, 1-3 ноября 2006 г.* С.37-42.
70. Фемтосекундная лазерная запись субволновых одномерных квазипериодических наноструктур на поверхности титана / Е. В. Голосов, В. И. Емельянов, А. А. Ионин, Ю.Р. Колобов и др. // *Письма в ЖЭТФ*. 2009.Т. 90. Вып. 2. С. 116-120.
71. Формирование протяженных периодических микроструктур при «точечном» облучении золотой пленки фемтосекундными лазерными импульсами / Б.Н. Миронов, С.А. Асеев, В.С. Макин и др. // *Письма в ЖЭТФ*. 2008.Т. 88.Вып. 4. С. 299-302.
72. Формирование наноструктур при лазерном плавлении поверхности твердых тел / В.Н. Токарев, В.Ю. Хомич, В.А. Шмаков, В.А. Ямщиков // *Доклады Академии наук*. 2008. Т.419. №6. С.754-758.
73. Формирование наноструктур на поверхности нитрида кремния под воздействием излучения F₂-лазера / К.Э. Лапшин, А.З. Обидин, В.Н. Токарев и др. // *Физика и химия обработки материалов*. 2008. №1. С.43-49.
74. Webster T.J. Ti, Ti₆Al₄V и CoCrMo. Increased osteoblast adhesion on nanophase metals: Ti, Ti₆Al₄V, and CoCrMo / T.J. Webster, J.U. Ejiоfor // *Biomaterials*. 2004. Vol. 25. № 19. P. 4731-4739.
75. Liu H. Nanomedicine for implants: A review of studies and necessary experimental tools / H. Liu, T.J. Webster // *Biomaterials*. 2007. 28. №2. P. 354-369
76. Ejiоfor J.U. Bone cell adhesion on titanium implants with nanoscale surface features / J.U. Ejiоfor, T.J Webster // *Int. J. Powder Met*, 2004. 40. №2. P. 43-53.
77. Huang S.M., Hong M.H., Lu Y.F., Luk'yanchuk B.S., et al. // Pulsed-Laser assisted nanopatterning of metallic layers combined with atomic force microscopy. *J. Appl. Phys*. 2002. V. 91. P. 3268.

78. Koshizaki N. Preparation of nanocrystalline titania films by pulsed laser deposition at room temperature / N. Koshizaki, A. Narazaki, T. Sasaki // Appl. Surface Sci. 2002. Vol. 197-198. P. 624-627.
79. Пат 7001672 США, МПК⁷, В32В 15/01, В32В 15/16. Medicine Lodge Inc., / Justin Daniel F., Stucker Brent E. Laser based metal deposition of implant structures.
80. Особенности построения костной ткани у поверхности имплантата с покрытием из гидроксиапатитата, напыленным эксимерным и CO₂-лазерами / А.И. Воложин, В.Б. Лиханов, А.А. Докторов и др. // Стоматология. 1996. №6. С. 4-7
81. Laser deposited hydroxyapatite films on dental implants biological evaluation in vivo / T. Dostálová, M. Jelínek, L. Himmlová, Ch. Grivas // Laser Physics. 1998. Vol. 8. № 1. P. 182–186.
82. Hydroxyapatite thin films grown by pulsed laser deposition and radio-frequency magnetrons sputtering: comparative study / V. Neleaa, C. Morosanub, M. Iliescuc, u I.N. Mihailesc // Applied Surface Science, 2004.- vol. 228.- P. 346–356
83. Fu Liu. Hydroxyapatite coatings deposited on titanium substrate by pulsed laser deposition / Fu Liu, Ying Song, Fu Ping Wang // Key Engineering Materials, 2007. Vol. 336 – 338. P. 1670-1672.
84. CaO-P₂O₅ glass – hydroxyapatite thin films obtained by laser ablation: characterisation and in vitro bioactivity evaluation / M. P. Ferraz, F. J. Monteiro, D. Gião, B. Leon etc. // Key engineering materials, 2004. P. 347-350/
85. Pulsed laser deposition of hydroxyapatite thin films / C.F. Koch, S. Johnson, D. Kumar, M. Jelinek // Materials Science and Engineering, 2007. Vol. C 27. P. 484–494.

Папшев Вячеслав Андреевич – аспирант 3-го года, ассистент кафедры «Физическое материаловедение и технология новых материалов Саратовского государственного технического университета

Papshev Vyacheslav Andreevich – post-graduate student, third year, the assistant of the department "Physical material science and technology of new materials of the Saratov state technical university

Лясников Владимир Николаевич – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Физическое материаловедение и технологии новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Lyasnikov Vladimir Nikolaevich – doctor of technical sciences, professor, head of the department of Physical materials science and technology of new materials" Saratov state technical university

Сурменко Елена Львовна – ведущий электроник, кандидат физико-математических наук, доцент кафедры «Электронное машиностроение и сварка»

Surmenko Elena Lvovna – leading elec-tronic, candidate of physico-mathematical sciences, assistant professor of chair of «Electronic masha-ностроение and welding»

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 621.002.3

И.В. Перинская, В.Н. Лясников, В.В. Перинский, О.Д. Муктаров

**МЕХАНИЗМЫ ВЛИЯНИЯ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ
ХИМИЧЕСКИ ИНЕРТНОЙ ПРИМЕСИ ПРИ СОЗДАНИИ
НАНОРАЗМЕРНОГО СОСТОЯНИЯ МАТЕРИАЛОВ**

Детализированы физико-химические особенности ионно-лучевой обработки материалов и выделены два основных эффекта: в процессе имплантации ионов на поверхности материала синтезируется сверхтонкое углеродное наноразмерное покрытие, которое может играть роль биоактивного слоя; при дозе ионов, превышающей $\Phi_{\text{полим}}$, формируется ультрадисперсная наноразмерная структура имплантированных слоев.

Ионно-лучевая обработка, углеродное покрытие, ультрадисперсная структура

I.V. Perinskaya, V.N. Lyasnikov, V.V. Perinsky, O.D. Muktarov

MECHANISMS OF ION IMPLANTATION OF CHEMICALLY INERT IMPURITIES IN THE CREATION OF NANO-SIZED STATE OF MATERIALS

Detailed physical and chemical characteristics of ion-beam processing of materials and identified two main effects: in the process of ion implantation on the surface of the material synthesized hyperfine carbon nano-coating that can play the role of the bioactive layer of ions at a dose exceeding F_{polim} , formed ultradispersive nanoscale structure of implanted layers.

Ионно-лучевая обработка, обработка углеродом, ультрадисперсная структура. Научная идея заключается в применении известных механизмов влияния ионной имплантации на химическую активность металлов к многослойной системе кальций-фосфатного покрытия титановой основы дентального имплантата (рис. 1).

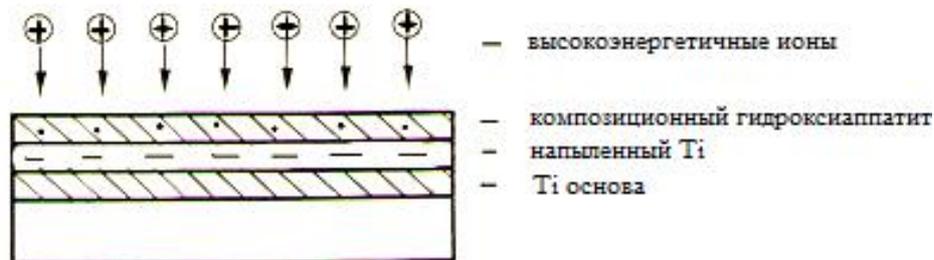


Рис. 1. Схема ионно-лучевой обработки многослойного покрытия

Из предложенных до настоящего времени моделей [6] достаточным для интерпретации эффекта наноструктурирования ионно-облученных материалов является допущение о совместном действии двух – поверхностного и объемного – механизмов ионно-стимулированного влияния.

Роль процесса поверхностного наноразмерного синтеза

Поверхностный механизм наноразмерного синтеза (НС) связан с полимеризацией углеродсодержащих фрагментов, введенных в вакуумную камеру на поверхность имплантируемого слоя. На его роль в НС имплантированных материалах указывают экспериментальные результаты, такие как, изменение оптических характеристик и морфологии поверхности, данные ВИС и Оже-анализа о кинетике осаждения углеродных фрагментов, проявлении диэлектрических свойств имплантированных поверхностей, усиление этих эффектов при многократном облучении. Ослабление эффекта при увеличении

ионного тока и уменьшения времени ионно-лучевой обработки, что ограничивает адсорбцию; близость пороговых доз НС для различных материалов, электронная дополимеризация и УФ-депассивация.

Необходимо отметить, что высокая воспроизводимость свойств синтезированной полимерной пленки, слабая зависимость от рабочего вакуума, уникальные защитные и механические свойства при незначительной (десятки нм) толщине указывают на специфический механизм образования, равномерность и беспористость возникающих пленок. Сделанным и оправданным является допущение об электронном механизме ионно-стимулированной полимеризации, согласно которому при ионно-лучевой обработке в поверхностном слое углеродсодержащих адсорбированных фрагментов происходят процессы ионизации и диссоциации молекулярных фрагментов, приводящие к возникновению заряженных радикалов с ненасыщенными связями, процесс сшивания которых и, возможно, их адсорбция стимулируется энергетическим воздействием ионного пучка и контролируется поступлением электронов из нижележащего металла и вакуума.

Модель объемных наноструктурных превращений в имплантированных материалах

Ряд экспериментальных результатов указывает на существование и другого, объемного механизма изменения структуры и физико-химических свойств имплантированных материалов [3]. Собственно, и химическая пассивность «лунных» материалов имеет объемный характер, т.к. образование органических пленок в космосе маловероятно.

Можно выделить следующие основные механизмы проявления объемных наноструктурных превращений материалов:

- изменение характера взаимодействия поверхности металла с внешней средой [4];
- изменение физико-химических свойств существующих и образование новых внутренних поверхностей раздела в объеме имплантированного металла [4];
- изменение фазового и химического состава металла [5];
- радиационно-стимулированные наноструктурные превращения в объеме металла [2, 6]. В частности, именно с введением радиационных дефектов связывается химическая активация материалов.

Очевидно, по крайней мере, для не очень больших доз (Φ) ионов, ионно-лучевая обработка сопровождается хорошо изученным процессом накопления радиационных дефектов, стимулирующим растяжение, увеличение энергии и возможную переориентацию химических связей вблизи дефектов и повышение химической активности материала, отмеченное в области промежуточных доз. Устойчивость атомной структуры понижается, создаются предпосылки для ее перехода в новое состояние.

Накопление и взаимодействие радиационных дефектов играет особую роль в образовании новых структурных форм. Зарождение, рост и слияние отдельных аморфизованных областей в полупроводниках обусловлено дальнедействующим взаимодействием дефектов между собой через электрические и упругие поля напряжений. В металлах и диэлектриках такой процесс затруднен из-за сильного экранирования взаимодействия между дефектами, что может приводить к накоплению более высоких концентраций дефектов типа вакансий и возникновению специфических образований надмолекулярного уровня.

Имеется ряд указаний на существование подобных локальных форм. Действительно, при только структурных или только химических превращениях кристалл, обработанный ускоренными ионами, находится в пределах случая очень малых и очень больших доз в однофазовом состоянии и не проявляет химическую пассивацию, которая, следовательно, связана с одновременным сосуществованием двух фаз или мелкодисперсным наноструктурным состоянием кристалла. Из-за термической неустойчивости новых структурных форм представляется маловероятным цепной характер перестройки атомной структуры. Более оправдано допущение об активационном протекании этого процесса, что в

свою очередь делает невозможным одновременный переход в новое состояние всего объема кристалла из-за дефицита энергии, вводимой ионно-лучевой обработкой в систему. Это допущение приводит к выводу либо о постепенном накоплении в процессе ионно-лучевой обработки некоторого промежуточного состояния с последующим спонтанным переходом в новое химически пассивное состояние, либо о переводе кристалла в новое состояние локальными областями с их последующим перекрытием. Наиболее вероятно совместное действие этих механизмов.

Таким образом, в процессе ионно-лучевой обработки формируется ультрадисперсная структура обрабатываемого кристалла [6]. Именно ультрадисперсность является характерным признаком лунных материалов.

В процессе имплантации соседние области (пики) торможения ионов обмениваются как собственными атомами отдачи, так и выбитыми примесями, причем, обмен между «вакансионными» и «междоузельными» пиками в количественном отношении несимметричен; происходит постепенное обеднение примесями первоначально возникших вакансионных пиков в процессе последующих обменов.

Например, если при имплантации двух соседних ($j=0, 1$) областей с одинаковыми исходными концентрациями собственных (N_0) и примесных (P_0) атомов выбивается i атомов на ион, причем четные ($i=0, 2, 4$) ионы внедряются в нечетную, а нечетные ионы в четную область, то вероятность выбивания атомов есть n/L^j , $L^j = N^i + P^j$, из них долю P^j/L^j составляют примеси. При этом изменения после внедрения i -го иона выражаются рекуррентной формулой:

$$\begin{aligned} P_i^j &= P_{i-1}^j + \Delta P_i^j, \\ \Delta P_i^j &= (-1)^{i+j} \times (P_{i-1}^k / L_{i-1}^k)^2_{n,k} = 1/2 [1 + (-1)^i] \\ L_i^j &= L_0 + 1/2 (-1)^j [(-1)^i - 1]^n \end{aligned} \quad (1)$$

Численные расчеты показывают, что такая ионно-лучевая обработка ведет к усилению неравенства $P^0 < P'$, в частности, после внедрения 10 ионов различия P^0 , P' уже достигает 1,5 %. Этот эффект незначителен при малых Φ , но играет существенную роль при дозах наноразмерной обработки, приводит в реальных условиях к образованию плотных примесных границ областей торможения ионов.

Специфические условия внутри области возбуждения (локальное повышение температуры, насыщение объема вакансиями из-за ухода атомов отдачи, большая концентрация электронно-дырочных пар, являющихся очень активными окислительно-каталитическими агентами) стимулируют образование химических соединений в примесной оболочке с участием электронов кластера, что приводит к изоляции кластеров псевдоокисленными поверхностями.

Основной примесью, стабилизирующей металлические кластеры и их примесные границы путем образования твердых растворов и устойчивых химически инертных карбидов, является, по-видимому, углерод, концентрация которого в объеме ионно-легированного материала возрастает как за счет активации исходно содержащихся атомов, так и при внедрении углерода атомами отдачи из углеродсодержащих пленок на поверхности образцов. Не исключено влияние также и других распространенных примесей (азота, кислорода).

Очевидно, роль «затравки» при зарождении кластеров, отделенных друг от друга и объема граничными поверхностями, может выполнять поверхность кристалла. В этом случае следует ожидать образования не объемной, а поверхностной (приповерхностной) кластерной субструктуры материала.

Сопоставление моделей с экспериментальными результатами

Количественные оценки моделей могут быть получены следующим образом. На поверхности образца к моменту ионно-лучевой обработки исходно адсорбировано M_0 (г/см²) углеродных фрагментов; плотность ионного тока j постоянна, так что время облучения $t = \Phi / j$. Изменение массы (M) углеродных фрагментов при облучении из-за их ионного распыления (со скоростью $V_{расп}$) и адсорбции ($I_{од}$ постоянна благодаря развитию поверхности и проявлению ионных участков адсорбции) при ионно-лучевой обработке есть:

$$d_M = I_3 \times d_\phi, I_3 = I_{од} - I_\phi, \quad (2)$$

$$M = M_0 + I_3 \times d_\phi = M_n + M_n, \quad (3)$$

где M_n, M_n – масса полимера и исходных мономеров.

При массовом выходе ионно-стимулированной полимеризации учтем, что вероятность полимеризации W пропорциональна вероятности попадания иона в неполимеризованную область (M_H / M) и обратно пропорциональна (из-за ослабления туннелирования электронов) относительному приращению массы (M_0 / M). Тогда:

$$\frac{dM_n}{d\Phi} = I_3 - mW, W = \frac{M_0 \times M_n}{(M_0 \times I_3 \times \Phi)^2}, \text{ откуда с учетом условий } M_n(\Phi = 0) = M_0 \text{ получим}$$

$$M_n = M_0 \cdot a \cdot \exp\left(\frac{d}{x}\right) \int_{a/z}^d z^{-1} e^{-z} dz, \quad a = \frac{m}{V_3}, \quad (4)$$

$$x = \frac{M}{M_0} = \frac{M_0 + I_3 \Phi}{M_0}. \quad (5)$$

Учитывая, что при установившемся росте туннелирование электронов не является лимитирующей стадией, т.е. $W = M_H / M$, получаем аналогичное выражение:

$$\frac{dM_H}{d\Phi} + \frac{m}{M_0 V_3 \Phi} M_H = V_3, \quad (6)$$

$$M_n = \frac{M_0}{a+1} (1 - ax^{-a}), \quad (7)$$

$$M_n = M - M_H. \quad (8)$$

Время травления полимерной пленки пропорционально объемной доле гель-фракции:

$$t_{nn} \approx \frac{M_n}{M}, t_{nn} = \frac{a}{1+a} \left(1 - \frac{1}{x^{1+a}}\right) t_\infty, t_\infty = const. \quad (9)$$

Причем решение имеет смысл при $a \geq 1$, т.к. в первом случае отсутствует массодоставка реагентов из-за их распыления.

Для получения аналитического выражения эффекта объемной пассивации примем, что область ядерных энергетических потерь ионов, соответствующая пассивированным слоям, совпадает с максимумом гауссовского распределения внедренных ионов $N(x)$, причем, условие пассивации:

$$N(x) = N_0 \exp\left[-\frac{1}{2} \left(\frac{x - R_p}{\Delta}\right)^2\right] \geq N_n, \int_0^3 N(x) dx = \Phi, N_0 = \frac{\Phi}{\Delta} \sqrt{\frac{2}{p}}. \quad (10)$$

где R_p, Δ – среднее значение и дисперсия пробегов, N_n – условная концентрация ионов, соответствующая порогу энергетических потерь ионов, необходимых для химической пассивации.

Толщина наноразмерного слоя равна разности корней уравнения $N(x) = N_n$:

$$d_n = |x_2 - x_1| = 2^{3/2} \Delta \sqrt{\ln \frac{N_0}{N_n}} = 2^{3/2} \Delta \sqrt{\frac{\Phi}{\Delta N_n}} \sqrt{2/p}. \quad (11)$$

Таким образом, в процессе имплантации доз $\Phi \leq \Phi_{\text{полимер}}$ формируется двухслойная структура «пассивирующая полимерная пленка – имплантированный материал», концентрация дефектов в которой еще недостаточна для заметного изменения объемных свойств. Дальнейшее увеличение дозы до значений $\sim \Phi_{\text{акт}}$ приводит к значительным структурным нарушениям; как правило, материал переходит в аморфизованное состояние с повышенной химической активностью, которая обычно маскируется поверхностной полимерной пленкой, но проявляется при удалении полимера в травителях с HF.

Формируется трехслойная структура «пассивирующая наноразмерная углеродная пленка – активированный материал – нижележащий немодифицированный металл». Не исключено, что в области сверхбольших доз возможны процессы физического разрушения материала.

ЛИТЕРАТУРА

1. Перинская И.В. Механизмы влияния ионной имплантации на химическую активность металлов / И.В. Перинская, В.Н. Лясников // Технология металлов. 2009. № 8. С. 22-25.
2. Перинский В.В. Ионно-лучевая пассивация меди / В.В. Перинский, И.В. Перинская // Технология металлов. 2008. № 11. С. 31-34.
3. Перинская И.В. Применение ионной имплантации аргона при создании ультрадисперсной наномодифицированной поверхности титановых дентальных имплантатов / И.В. Перинская, В.Н. Лясников // Перспективные материалы. 2009. № 5. С. 45-49.
4. Перинская И.В. Влияние параметров наноструктурной обработки ускоренными ионами аргона на химические свойства поверхностных слоев титана, меди, алюминия / И.В. Перинская, В.Н. Лясников, В.В. Перинский // Научно-методические и научные фундаментальные и прикладные исследования в области нанотехнологий на кафедрах материаловедения и технологии конструкционных материалов вузов России: сб. ст. Всерос. совещ. зав. каф. материаловедения и ТКМ; Азово-Ченоморск. госуд. агроинжен. акад. зерноград, 2008. С. 56-65.
5. Перинская И.В. Наноструктурные факторы химической коррозии металлов, имплантированных ионами аргона / И.В. Перинская, В.В. Перинский // Технология металлов. 2008. № 10. С. 20-22.
6. Перинская И.В. Совершенствование и применение ионно-лучевой технологии субмикронной пассивации металлов для безрезистной литографии и защиты от коррозии: автореф. ...дис. канд. техн. наук / И.В. Перинская. Саратов, 2010. 18 с.

Перинская Ирина Владимировна – ассистент кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Лясников Владимир Николаевич – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Физическое материаловедение и технологии новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Перинский Владимир Владимирович – доктор технических наук, профессор кафедры «Физическое материаловедение и технологии новых материалов»

Perinskaya Irina Vladimirovna – Junior Research staff member of the «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Technical University

Lyasnikov Vladimir Nikolaevich – Doctor of Technical Sciences, Professor Head of the Department of «Physical materials and technologies of new Materials» of Saratov State Technical University

Perinsky Vladimir Vladimirovich – Doctor of Technical Sciences, Professor of «Physical materials and technologies of new Materials» of Saratov State

Саратовского государственного
технического университета

Technical University

Муктаров Орынгали Джулдгалиевич –
аспирант кафедры «Физическое
материаловедение и технологии новых
материалов» Саратовского
государственного
технического университета

Muktarov Oryngali Dzhuldgalievich –
Post-graduate Student
of the Department of «Physical materials
and technologies of new Materials» of
Saratov State Technical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 621.002.3

В.В.Перинский, И.В.Перинская, О.Д. Муктаров

**ВАРИАНТ МОДЕЛИРОВАНИЯ МЕТОДОМ МОЛЕКУЛЯРНОЙ
ДИНАМИКИ ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРЫ И НАПРЯЖЁННОГО
СОСТОЯНИЯ В МАТЕРИАЛЕ ПРИ ЭНЕРГЕТИЧЕСКОМ ИОННОМ
ВОЗДЕЙСТВИИ**

Исследования в области физики, материаловедения невозможны без широкого и разнообразного использования компьютерной техники. При этом имеются в виду не только вычислительные и численные методы, но и компьютерное моделирование, компьютерная графика и анимация и многое другое. В связи с этим и возникли термины computer physics и более общий computer science.

Компьютерное моделирование, метод молекулярной динамики, метод Монте-Карло

V.V. Perinsky, I.V. Perinskaya, O.D. Muktarov

**OPTION METHOD OF MOLECULAR DYNAMICS SIMULATION OF
CHANGES OF STRUCTURE AND STRESS STATE IN MATERIAL FOR
ENERGY ION IMPACT**

Research in physics, materials science is impossible without a broad and diverse use of computer technology. In this case, refers not only to computational and numerical methods, and computer modeling, computer graphics and animation and much more. In this regard, and any terms computer physics, and more general computer science.

Computer simulation, molecular dynamics, Monte Carlo

Следует напомнить, что в результате любого компьютерного моделирования на выходе получается набор численных точек (зависимостей); в этом смысле результат оказывается таким же, как и в экспериментальной физике. Работы в областях компьютерной физики предполагают не только использование уже готовых подходов, алгоритмов и программ, но и их оригинальное развитие. В первую очередь это делается для получения новых научных результатов.

Метод молекулярной динамики (МД) является одним из доминирующих методов компьютерного моделирования физических процессов в computer science. Дополненный

методами теоретической физики, теории устойчивости, случайных процессов и др., метод МД является основным инструментом исследований систем с большим числом степеней свободы [8]. Метод МД основан на численном решении классических уравнений движения частиц в некотором выделенном объеме среды. Все частицы, находящиеся в выделенном объеме, взаимодействуют друг с другом посредством заданного потенциала взаимодействия. Выбор потенциала взаимодействия частиц является наиболее важным этапом построения численной модели и вызывает немало дискуссий. Для определения микроскопических характеристик среды, как правило, используется расчет корреляционных функций.

В основе методов молекулярной динамики лежит модельное представление о многоатомной молекулярной системе, в которой все атомы представляют собой материальные точки [1,2], причём поведение отдельного атома описывается классическими уравнениями движения и имеет вид

$$m_i \frac{d^2 \mathbf{r}_i(t)}{dt^2} = \mathbf{F}_i, \quad (1)$$

i – номер атома ($1 \leq i \leq n$), n – полное число атомов в системе, m_i – масса атома, \mathbf{r}_i – радиус-вектор атома, \mathbf{F}_i – равнодействующая сил, действующих на атом.

Равнодействующая сила складывается из двух составляющих:

$$\mathbf{F}_i = - \frac{\partial U(\mathbf{r}_1, \dots, \mathbf{r}_n)}{\partial \mathbf{r}_i} + \mathbf{F}_i^{ex}, \quad (2)$$

U – потенциальная энергия системы, \mathbf{F}_i^{ex} – сила, определяемая взаимодействиями с молекулами среды.

Первая составляющая – сила, действующая на данный атом со стороны всех остальных атомов. Взаимодействие между атомами является потенциальным, и поэтому первая сила записана как градиент потенциальной энергии системы. Потенциальную энергию системы можно представить в виде суммы вкладов от различных типов взаимодействий между атомами [3]:

$$U = U_b + U_g + U_j + U_f + U_{qq} + U_{vw} + U_{hb}, \quad (3)$$

U_b – потенциальная энергия валентных связей (4), U_g – валентных углов (5), U_j – торсионных углов, U_f – плоских групп и псевдоторсионных углов (6), U_{qq} – кулоновских сил (7), U_{vw} – взаимодействий Ван-дер-Ваальса (8), U_{hb} – водородных связей (9).

Для каждого типа взаимодействий вводится свой феноменологический закон.

Энергия валентных взаимодействий и энергия колебаний валентных углов описывается параболическими потенциалами (4), (5).

$$U_b(r) = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^{N_b} K_{b,i} (r_i - r_{o,i})^2, \quad (4)$$

$K_{b,i}$ – эффективная жёсткость валентной связи, i – номер связи в молекуле, N_b – полное число валентных связей, r_i – длина связи, $r_{o,i}$ – равновесная длина связи.

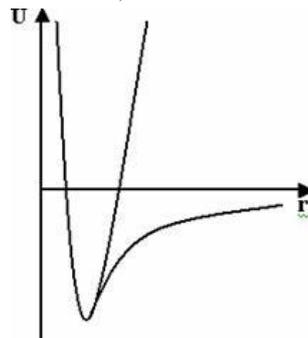


Рис. 1. Параболический 1 и реальный 2 потенциал для валентной связи

$$U_n(\mathbf{a}) = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^{N_n} K_{n,i} (\mathbf{a}_i - \mathbf{a}_{o,i})^2, \quad (5)$$

$K_{n,i}$ – эффективная упругость валентного угла, i – номер валентного угла, N_n – полное число валентных углов, \mathbf{a}_i – значение валентного угла, $\mathbf{a}_{o,i}$ – его равновесное значение.

Замена реального потенциала, описывающего валентные взаимодействия, на параболический (рис. 1) оправдана тем, что при комнатных температурах колебания валентных связей малы. В то же время для задач ионной имплантации необходимо проводить модельные расчёты при высоких температурах, и тогда использование параболического потенциала не приводит к разрыву валентных связей.

Потенциальная энергия для торсионных углов, плоских групп и псевдоторсионных углов задается общим выражением (6), представляющим собой ряд Фурье [3-5,8]. Было установлено, что во всех случаях достаточно оставлять не более четырёх членов ряда (включая нулевой).

$$U_j(\mathbf{a}) = \frac{1}{2} \sum_{j=1}^{\phi} \sum_{l=1}^L K_{j,l} [1 + g_{j,l} \cos(n_{j,l} \mathbf{a}_j)], \quad (6)$$

$K_{j,l}$ – константа, j – номер торсионного угла, l – номер гармоники, $g_{j,l}$ – вклад гармоники в потенциал торсионного угла ($-1 < g_{j,l} < 1$), $n_{j,l}$ – кратность гармоники. Потенциалы U_f и U_j отличаются константами.

Потенциальная энергия взаимодействия заряженных атомов характеризуется электростатическим потенциалом [8]:

$$U_{qq}(\mathbf{r}_i, \mathbf{r}_j) = \sum_{i \neq j} \frac{q_i q_j}{\epsilon r_{i,j}}, \quad (7)$$

$\mathbf{r}_i, \mathbf{r}_j$ – координаты взаимодействующих атомов, q_i, q_j – их парциальные заряды, ϵ – диэлектрическая проницаемость среды (для вакуума $\epsilon = 1$), $r_{i,j} = |\mathbf{r}_i - \mathbf{r}_j|$.

Взаимодействие между атомами, не связанными валентной (Ван-Дер-Ваальса) связью, описываются с помощью потенциала Леннард-Джонса (8) или потенциала для водородной связи (9) [6, 8].

$$U_{vw}(\mathbf{r}_i, \mathbf{r}_j) = \sum_{i \neq j} \left[\frac{A}{r_{i,j}^{12}} - \frac{B}{r_{i,j}^6} \right], \quad (8)$$

$$U_{hb}(\mathbf{r}_i, \mathbf{r}_j) = \sum_{i \neq j} \left[\frac{A'}{r_{i,j}^{12}} - \frac{B'}{r_{i,j}^{10}} \right], \quad (9)$$

B и A , A' и B' – константы, определяющие глубину потенциальной ямы и расположение её минимума, $r_{i,j} = |\mathbf{r}_i - \mathbf{r}_j|$, где $\mathbf{r}_i, \mathbf{r}_j$ – координаты взаимодействующих атомов.

Отталкивание в этих формулах аппроксимируется членом $\sim \frac{1}{r_{i,j}^{12}}$, выбор степени 12 обусловлен математическими условиями [8].

Водородная связь относится к специальному типу связи и обусловлена тем, что радиус иона H^+ на порядок меньше, чем у других ионов. В формулах (8) и (9) имеется различие во вкладах, описывающих притяжение. Зависимость $\frac{B}{r_{i,j}^6}$ в (8) соответствует дисперсионному диполь-дипольному взаимодействию, а $\frac{B'}{g_{i,j}^{10}}$ в (9) вводится исходя из феноменологических соображений (рис. 2).



Рис. 2. Потенциал для водородной связи и для взаимодействия Ван-дер-Ваальса.

Наиболее часто используемые силовые поля при расчётах биомакромолекулярных структур [8]:

- AMBER (Assisted Model Building with Energy Refinement) используется для белков, нуклеиновых кислот и ряда других классов молекул. Не рекомендуется использовать для расчётов свойств материалов.
- CHARMM (Chemistry at HARvard Macromolecular mechanics) используется для различных систем от небольших молекул до сольватированных комплексов биологических макромолекул.
- CVFF (Consistent Valence Force Field) включает уточняющие вклады ангармоничности и взаимодействия составляющих силового поля. Поле параметризовано для расчётов пептидов и белков.

В программной реализации молекулярной динамики внутренние координаты системы пересчитываются в декартовы координаты атомов и, наоборот, с помощью алгоритма Эйринга.

Для описания движения атомов или частиц применяется классическая механика. Закон движения частиц находят при помощи аналитической механики. Силы межатомного взаимодействия можно представить в форме классических потенциальных сил (как градиент потенциальной энергии системы). Точное знание траекторий движения частиц системы на больших промежутках времени не является необходимым для получения результатов макроскопического (термодинамического) характера. Наборы конфигураций, получаемые в ходе расчетов методом молекулярной динамики, распределены в соответствии с некоторой статистической функцией распределения, например отвечающей микроканоническому распределению. Однако метод молекулярной динамики применим, если длина волны Де Бройля атома (или частицы) много меньше, чем межатомное расстояние. Также классическая молекулярная динамика неприменима для моделирования систем, состоящих из легких атомов, таких как гелий или водород [8]. Кроме того, при низких температурах квантовые эффекты становятся определяющими, и для рассмотрения таких систем необходимо использовать квантовохимические методы. Необходимо, чтобы времена, на которых рассматривается поведение системы, были больше, чем время релаксации исследуемых физических величин.

Наиболее популярными пакетами программного обеспечения для моделирования динамики биологических молекул являются: AMBER, CHARMM (и коммерческая версия CHARMM), GROMACS, GROMOS, и NAMD.

Одно из существенных достоинств численных экспериментов - возможность проверить исходные физические гипотезы и вычислительные методики, оставаясь в рамках самих экспериментов. Современные ЭВМ позволяют проводить численные эксперименты для систем с относительно небольшим числом N частиц (как правило, $N = 10^2-10^3$). Поэтому для моделирования изотропных макроскопических систем часто полагают, что все пространство заполнено тождественными ячейками с граничными условиями (например, кубическими ячейками, когда считаются тождественными противоположные грани).

В молекулярно-динамических экспериментах непосредственно моделируется молекулярное движение. Частицы (отдельные атомы, атомные группы) представляются материальными точками; потенциалы межмолекулярного взаимодействия задаются в явном виде.

Метод МД позволяет понять механизм образования кристаллических дефектов под воздействием ионизирующих излучений, термического и механического нагружения. Этот метод используют для изучения аморфных металлов, стекол, полимеров, белковых молекул.

Метод Монте-Карло позволяет оценивать динамические свойства системы на основе данных о ее свободной энергии. При этом для решения задач молекулярной динамики используют известный метод вычислительной и прикладной математики, называемый методом статистических испытаний. Его широко применяют в физической химии при изучении структурных параметров и термодинамических свойств равновесных неупорядоченных или частично упорядоченных молекулярных систем (расплавов металлов, жидких кристаллов, растворов и расплавов полимеров). Для решения задач молекулярной динамики методом Монте-Карло применяют схему моделирования ансамбля взаимодействующих частиц. Благодаря использованию реалистичных потенциалов функций взаимодействия были получены важные сведения о локальных молекулярных структурах – вблизи межфазных границ, ионных оболочек расплавов. Метод Монте-Карло позволяет определить вероятность различных равновесных конфигураций молекул и оценить подвижность молекул при разных температурах: найти средние значения амплитуды колебаний атомов, определить возможные пути внутри- и межмолекулярных перестроек.

ЛИТЕРАТУРА

1. Крокетон К. А. Физика жидкого состояния: пер. с англ. / К. А. Крокетон. М., 1978.
2. Федосеев Д. В. Гетерогенная кристаллизация из газовой фазы. Вопросы кинетики и численное моделирование / Д. В. Федосеев, Р. К. Чужко, А. Г. Гривцов. М., 1978.
3. Лагарьков Л. Н. Метод молекулярной динамики в статистической физике / Л. Н. Лагарьков, В. М. Сергеев // Успехи физ. наук. 1978. Т. 125. Вып. 3. С. 409-448.
4. Методы Монте-Карло в статистической физике: пер. с англ. М., 1982.
5. Орлов А. Н. Моделирование на ЭВМ радиационных дефектов и процессов в кристаллах / А. Н. Орлов, Ю. В. Трушин // Природа. 1983. № 10. С. 34-43.
6. Лихтенберг А. Регулярная и стохастическая динамика: пер. с англ. / А. Лихтенберг, М. Либерман. М., 1984.
7. Физическая кинетика макромолекул / Ю. Я. Готлиб, А. А. Даринский, Ю. Е. Светлов, М. А. Мазо. Л., 1986.
8. Кривцов А. М. Моделирование методом динамики частиц внутренней структуры и напряжения в материале при сильном термическом воздействии / А. М. Кривцов // Механика твердого тела. 2005. № 1. С. 87.

Перинский Владимир Владимирович – доктор технических наук, профессор кафедры «Физическое материаловедение и технологии новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Перинская Ирина Владимировна – ассистент кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Муктаров Орынгали Джулдгалиевич – аспирант кафедры «Физическое материаловедение и технологии новых материалов» Саратовского государственного

Perinsky Vladimir Vladimirovich
Doctor of Technical Sciences, Professor of «Physical materials and technologies of new Materials» of Saratov State Technical University

Perinskaya Irina Vladimirovna – Junior Research staff member of the «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Technical University

Muktarov Oryngali Dzhuldgalievich
Post-graduate Student of the Department of «Physical materials and technologies of new Materials» of Saratov State Technical University

технического университета

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 621.002.3

В.В. Перинский

ОЦЕНКА ПАРАМЕТРОВ ПУЧКОВ ИОНОВ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ДЛЯ НАНОСТРУКТУРНОЙ МОДИФИКАЦИИ МЕТАЛЛОВ МЕДИЦИНСКОЙ ТЕХНИКИ

Рассмотрены уравнения, описывающие проникновение ускоренных ионов в твердые тела, проведена оценка параметров пучков ионов, используемых при ионной имплантации металлов, а также вероятность и сила взаимодействия имплантированных ионов с отдельными компонентами рассматриваемой системы. Конкретизированы физические условия применимости интегро-дифференциальных уравнений.

Ионный пучок, пробег иона, скорость иона, интегро-дифференциальные уравнения

V.V. Perinsky

EVALUATION PARAMETERS BEAM USED FOR MODIFICATION OF NANOSTRUCTURED METAL MEDICAL EQUIPMENT

The equations describing the penetration of the accelerated ions in solids, the estimation of parameters of ion beams used in ion implantation of metals, as well as the likelihood and strength of the interaction of implanted ions with the individual components of the system. Specified physical conditions of the applicability of the integro-differential equations.

Ion beam path of an ion, the ion velocity, integro-differential equations

Используемые в ионной имплантации пучки ионов обычно имеют энергию в диапазоне от долей килоэлектронвольта до нескольких мегаэлектронвольт. Диапазон порядковых номеров и масс ионов и атомов мишени охватывает всю периодическую таблицу. Плотность тока ионных пучков ограничена техническими возможностями ускорителей ионов и разогревом мишени, который может приводить к её разрушению. Так, для установок, работающих в непрерывном режиме, характерны токи до 100 мА/см², а для импульсных установок и фокусированных ионных пучков плотность ионного тока может достигать 300 А/см².

Оценим характерные пробеги ионов и времена торможения, приняв в качестве средней потери энергии величину, равную 1 МэВ/мкм. Тогда средний пробег равен

$$R = \int \frac{dE}{dE/dx}, \quad (1)$$

где R (мкм) $\approx 10^{-3} E$ (кэВ), а время торможения иона, двигавшегося от точки влета до остановки, при $R = 1$ мкм и скорости иона $v = 10^6$ м/с

$$t = \int \frac{dE}{ndE/dx} \approx \frac{R}{n} \approx 10^{-12} \text{ с.} \quad (2)$$

Теперь оценим, какова вероятность встречи двух движущихся ионов из внешнего пучка при существующих плотностях тока.

Принимая в качестве максимальной плотности тока $j=600 \text{ А/см}^2$, получаем, что за время $t_0=10^{-12} \text{ с}$ в объеме, ограниченном пробегом, собираются $jet_0=10^{10} \text{ см}^{-2}$ движущихся ионов на единицу площади поверхности. При пробеге $R=1 \text{ мкм}$ средняя концентрация движущихся первичных ионов в слое равна $N_l = 10^{14} \text{ см}^{-3}$, а среднее расстояние между ними составляет $N_l^{-1/3} \approx 0,2 \text{ мкм}$. Это расстояние примерно на три порядка превышает характерные размеры межатомных взаимодействий, следовательно, взаимодействие между собой первичных ионов во время их торможения в твердой мишени пренебрежимо мало даже при наивысших плотностях тока.

Каждая из частиц, проникающих в мишень, имеет конкретную траекторию движения и точку остановки, однако нас интересует распределение, например, точек остановки, которое получается в результате реализации отдельных траекторий движения многими частицами. Распределения такого типа носят статистический характер, они формируются в результате сочетания случайных и детерминированных факторов. Так, движение каждой из частиц в потенциальном поле другой отдельной частицы строго определяется начальными условиями, однако расположение частиц относительно друг друга (начальное условие) случайно. В результате и распределение частиц по энергии, местоположению и другим параметрам оказывается случайным. Один из способов описания случайных процессов – введение понятия о сечении. Однако сечение дает лишь вероятность процессов при взаимодействии моноэнергетического, мононаправленного пучка с тонким слоем вещества.

Введем распределение проникающих частиц по углам и энергиям $F(E, n; r)$ в точке r и обратное распределение $F(r; n, E)$, т.е. распределение частиц по пробегам (точкам остановки) r при условии, что все частицы стартовали из точки $r=0$ в направлении n с энергией E .

Данные функции распределения описывают одно и то же явление с разных сторон и удовлетворяют похожим, но не одинаковым интегро-дифференциальным уравнениям.

Кинетическое уравнение для функции распределения ионов по энергиям и направлениям движения в общем случае может быть записано в виде:

$$\frac{\partial F(E, n; r)}{\partial t} + n \frac{\partial F(E, n; r)}{\partial r} = I_{cm}, \quad (3)$$

где I_{cm} – интеграл столкновений, выражающий изменение функции распределения за единицу времени из-за столкновений. Рассмотрим, как изменяется функция $F(E, n; r)$ при взаимодействии с веществом, обладающим атомарной плотностью N в общем случае зависящей от местоположения r . Величина Nds – вероятность элементарного процесса, описываемого дифференциальным сечением ds при прохождении частицей в веществе пути в единицу длины. Если в точке r функция распределения была $F(E, n; r)$, то после некоторого (небольшого) отрезка времени dt частица, движущаяся со скоростью $n = (2E/M)^{1/2}$, проходит путь ndt , а вероятность рассеяния в состояние, описываемое дифференциальным сечением ds , равна $Nndtds$. Та часть ионов, которые из-за столкновений покидают состояние (E, n) , равна $F(E, n; r)Nndt \int ds(T, n'; E, n)$.

Интеграл по дифференциальному рассеянию охватывает все возможные конечные состояния $(E—T, n')$ частиц, имевших начальную энергию E и направление движения n . Говоря о вероятности рассеяния, мы тем самым подразумеваем конечность полного сечения рассеяния, которое выражено интегралом по ds . Это требование не является, однако, необходимым для существования кинетического уравнения и, кроме того, не является препятствием для его решения.

Наряду с процессами рассеяния, приводящими к удалению частиц из состояния (E, n) , имеют место столкновения, пополняющие состояние (E, n) . Если рассматривать столкновения ионов с покоящимися атомами мишени, то это соответствует переходам ионов из состояния с более высокой энергией $E + T$ в состояние, характеризующееся энергией E . Доля частиц, которые пополняют функцию распределения в окрестности состояния (E, n) за время dt , равна

$$\int_{T, n''} F(E + T, n''; r) N v'' dt dS(T, n; E + T, n''), \quad (4)$$

где n'' – единичный вектор, указывающий направление движения частиц до столкновения, приведшего к переходу в состояние (E, n) ; $n'' = (2(E + T)/M_1)^{1/2}$ – скорость иона, соответствующая первоначальному состоянию $(E + T, n'')$. Таким образом, изменение функции распределения за единицу времени, выражаемое интегралом столкновений

$$I_{ст} = N(r) \int_{T, n''} dS(T, n; E + T, n'') v'' F(E + T, n''; r) - N(r) \int_{T, n'} dS(T, n'; E, n) v F(E, n; r). \quad (5)$$

Введем в рассмотрение поток частиц Φ , равный количеству частиц, пронизывающих единичную площадку, перпендикулярную скорости за единицу времени: $\Phi(E, n; r) = nF(E, n; r)$. Кинетическое уравнение для потока запишется следующим образом. Из равенств (3) и (5) следует:

$$\frac{1}{V} \frac{\partial \Phi}{\partial t} + n \frac{\partial \Phi}{\partial r} = N(r) [\int dS' \Phi' - \int dS \Phi], \quad (6)$$

где $\Phi = \Phi(E, n; r)$; $\Phi' = \Phi(E + T, n'; r)$; $dS = dS(T, n''; E, n)$; $dS' = dS(T, n; E + T, n')$.

Строго говоря, интеграл столкновений рассматриваемого уравнения отличается от интеграла столкновений в уравнении Больцмана. Основное отличие состоит в том, что в уравнении (6) атомы мишени предполагаются покоящимися до столкновения с налетающими ионами, а следовательно, в интеграл столкновений не входит функция распределения по скоростям атомов мишени. Кроме того, при записи интеграла столкновений в (6) не используется свойство реверсивности и инверсивности столкновений, как это делается при выводе уравнения Больцмана, значит, уравнение (6) справедливо не только для чисто упругих столкновений. В силу того, что переходы с получением энергии от атомов мишени не реализуются, равновесным решением уравнений (3) и (5) при $t \rightarrow \infty$ является не распределение Больцмана, а состояние, в котором все упавшие ранее ионы приобретают нулевую энергию.

Решение кинетического уравнения (6) зависит, естественно, от начальных и граничных условий. Так, если пучок ограничен во времени и представляет собой δ -образный всплеск интенсивности: $\Phi(t) = (2E/E_1)^{1/2} \times d(t) d(E - E_0) d(x)$, то решение для таких начальных условий будет представлять собой временное и пространственное изменение пучка частиц, влетающих в мишень вдоль направления x с энергией $E = E_0$ в момент времени $t = 0$. Такое решение (с временной зависимостью) позволяет исследовать временные характеристики проникновения пучка ионов и развития каскада в твердых телах.

Для изучения лишь пространственных характеристик проникновения ионов, достаточно рассмотреть стационарный случай с начальными условиями, не зависящими от времени. Тогда $\partial(t)/\partial(t) = 0$ и соответствующий член в уравнении (6) может быть опущен. Эволюция потока при этом осуществляется в результате дрейфа и столкновений без явной временной зависимости. Результаты, полученные с применением стационарного уравнения, справедливы также для квазистационарных случаев. Характерная величина для скорости изменения потока в процессе дрейфа и соударений определяется временем торможения, составляющим величину порядка 10^{-12} с. Если внешний поток частиц изменяется мало за t_0 , то такой случай рассматривается как стационарный, временная зависимость может не учитываться, а уравнение (6) упрощается:

$$n \frac{\partial \Phi}{\partial r} = N(r) [\int ds' \Phi' - \int ds \Phi]. \quad (7)$$

Уравнение (7), как и уравнение с явной временной зависимостью (6), относится к *прямым* кинетическим уравнениям, описывающим поток частиц в зависимости от времени и от пространственной координаты. Прямые кинетические уравнения для потоков ионов, проникающих в твердые тела, – это аналоги уравнения Больцмана, отличающиеся, однако, видом интеграла столкновений, позволяющим учесть в его рамках как упругие, так и неупругие процессы.

Обратимся теперь к функции распределения частиц по пробегам $F(r; n, E)$ и запишем для нее основное уравнение. Рассмотрим, как изменится функция распределения ионов по пробегам r после прохождения ионами небольшого расстояния dr . Предположим, что частицы стартовали из точки $r = 0$. Если среда однородна по всему пространству, то сдвиг начала координат на dr приведет к тому, что функция распределения для частиц, начавших движение из точки dr с той же энергией E и направлением движения n , будет иметь вид $F(r - dr; n, E)$ т.е. просто сдвинется на dr . Вероятность изменения состояния движения при изменении точки старта ионов может быть записана через сечение рассеяния. Так, вероятность рассеяния иона при прохождении расстояния $|dr|$ равна $N |dr| \int ds (T; E)$, а вероятность того, что ион прошел слой $|dr|$, не изменив состояние своего первоначального движения, равна $1 - N |dr| \int ds$.

Распределение по пробегам частиц, стартовавших из $r = 0$, может быть представлено как наложение двух распределений: распределения $F(r - dr; n, E)$ с вероятностью, соответствующей сохранению первоначального состояния движения, и распределения $F(r; n', E - T)$ с вероятностью, соответствующей изменению состояния движения из (n, E) в $(n', E - T)$. В итоге получаем следующее соотношение:

$$F(r; n, E) = N |dr| \int ds (n', T; n, E) F(r; n', E - T) + [1 - N |dr| \int ds (n', T; n, E)] F(r - dr; n, E), \quad (8)$$

где интегрирование по ds должно быть проведено по всем возможным соударениям.

Учитывая члены до первого порядка по $|dr|$ и соотношение $dr/|dr| = n$, так как dr выбрано вдоль направления первоначального движения ионов, получаем интегро-дифференциальное уравнение для функции распределения по пробегам:

$$n \frac{\partial F(r; n; E)}{\partial r} = N \int ds [F(r; n', E - T) - F(r; n, E)], \quad (9)$$

где $ds = ds(n', T; n, E)$. Это уравнение называют обратным кинетическим уравнением. По структуре оно похоже, на уравнение (7) для потока частиц с той лишь разницей, что первый член под интегралом в уравнениях (7) и (9) имеет отличающиеся аргументы как в сечении, так и в искомой функции.

В связи с тем, что прямое кинетическое уравнение описывает изменение потока частиц, оно позволяет решать задачи о прохождении частиц в неоднородных мишенях, исследовать явления, происходящие вблизи поверхности и границ раздела, если мишень состоит из нескольких слоев. Обратное кинетическое уравнение, более простое по структуре, эффективно решается путем применения метода моментов, однако оно справедливо только для однородной среды.

Чтобы очертить границы применимости интегро-дифференциальных уравнений вида (7) и (9), конкретизируем физические условия, при которых они справедливы:

1. При выводе уравнений предполагалось, что вероятность рассеяния на малых расстояниях пропорциональна длине пути. Это справедливо, если столкновения случайны и некоррелированы, т. е. эффект каналирования не включен в данные уравнения.

2. Функции распределения должны однозначно описывать ситуацию. Значит, характерные размеры распределений должны превышать межатомные размеры, т. е. энергия частиц не должна быть слишком малой. Решение уравнения – это распределение, получающееся в результате усреднения по всем реализациям траекторий частиц.

3. В силу условия линейности процессов концентрация внедренных частиц не должна изменять рассеивающие и тормозящие свойства мишени. Условие линейности требует, чтобы эти свойства не зависели от воздействия пучка на мишень.

4. Вывод уравнений производится без конкретизации сечений, однако если сечения процессов установлены, то уравнения одинаково справедливы для любого вида сечений, включающих как упругие, так и неупругие процессы.

5. Обратное кинетическое уравнение выведено в предположении, что среда однородна, в нем не учитывается влияние поверхности на распределение внедренных ионов.

6. Как прямое, так и обратное уравнения допускают простое обобщение на случай многокомпонентных мишеней путем применения правила о независимости процессов рассеяния и торможения на отдельных компонентах. Формально обобщение делается путем замены $Nd\sigma$ на $\sum N_i d\sigma_i$ где N_i и $d\sigma_i$ – соответственно парциальная атомная плотность и дифференциальное сечение рассеяния для i -го компонента.

ЛИТЕРАТУРА

1. Елисеев А.А. Философия наносинтеза / А.А. Елисеев, А.С. Синицкий; под ред. Е.А. Гудилина. [http:// www.nanomater.ru/2007/12/15](http://www.nanomater.ru/2007/12/15) опублик. 16.12.2007.

2. Углеродные нанотрубки позволят создать улучшенные имплантаты / Томас Уэбстер. artyukhov@Eternalmind.ru 02.10.2007. 2 с.

3. Перинская И.В. Применение ионной имплантации аргона при создании ультрадисперсной наномодифицированной поверхности титановых дентальных имплантатов / И.В. Перинская, В.Н. Лясников // Перспективные материалы. 2009. № 5. С. 45-49.

4. Перинская И.В. Влияние параметров наноструктурной обработки ускоренными ионами аргона на химические свойства поверхностных слоев титана, меди, алюминия / И.В. Перинская, В.Н. Лясников, В.В. Перинский // Научно-методические и научные фундаментальные и прикладные исследования в области нанотехнологий на кафедрах материаловедения и технологии конструкционных материалов вузов России: сб. ст. Всерос. совещ. зав. каф. материаловедения и ТКМ; Азово-Ченоморск. гос. агроинж. акад. Зерноград, 2008. С. 56-65.

5. Козейкин Б.В. Анализ свойств тонких слоёв, имплантированных ионами средних энергий, с позиции кластерной динамики / Б.В. Козейкин // Кластерная динамика и физические основы прочности: межвуз. сб. / Горьк. гос. политехн. ин-т. Горький, 1984. С. 7-15.

Перинский Владимир Владимирович – доктор технических наук, профессор кафедры «Физическое материаловедение и технологии новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Perinsky Vladimir Vladimirovich – Doctor of Technical Sciences, Professor of «Physical materials and technologies of new Materials» of Saratov State Technical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

И.В. Перинская, В.В. Перинский, О.А. Маркелова

**ПРАКТИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ НАНОСТРУКТУРНОЙ МОДИФИКАЦИИ
МАТЕРИАЛОВ ИОННО-ЛУЧЕВОЙ ОБРАБОТКОЙ, В КАЧЕСТВЕ БАЗОВОГО
МЕТОДА КЛАСТЕРНОГО ОБОРУДОВАНИЯ**

Разработка «разумного» технологического оборудования для реализации нанотехнологий является важнейшим условием достижения успеха в обеспечении воспроизводимого создания материалов с заданными структурными и электрофизическими свойствами. Принципиальная новизна предлагаемых научных и технических решений связана с применением ионно-лучевой обработки в качестве базового технологического метода.

Кластерное оборудование, ионная имплантация, ионно-лучевая технология, кластерная структура материала

I.V. Perinskaya, V.V. Perinsky, O.A. Markelova

PRACTICAL ASPECTS OF NANOSTRUCTURED MATERIAL MODIFICATIONS ION-BEAM TREATMENT, AS THE BASIC METHOD OF CLUSTER EQUIPMENT

Develop a «reasonable» technological equipment for the implementation of nanotechnology is essential to achieve success in ensuring a reproducible materials with desired structural and electrical properties. The novelty of the proposed scientific and technical decisions related to the use of ion-beam processing as a basic technological method

Cluster equipment, ion implantation, ion-beam technology, a cluster structure of the material

Кроме наноэлектроники, приоритетными направлениями развития нанотехнологий общепризнанными являются [1-3]:

- получение квазикристаллических наноматериалов, сочетающих повышенную прочность, низкий коэффициент трения и термостабильность для перспективных изделий машиностроения, альтернативной водородной энергетики;
- органические наноматериалы и биологические наноструктуры, в которых роль функциональных элементов выполняют биополимеры, позволяющие реализовывать принципы приема и обработки информации;
- биосовместимые наноматериалы для создания искусственной кожи, принципиально новых перевязочных материалов, внутрикостных имплантатов с антимикробной, противовирусной и противовоспалительной активностью;
- биосенсоры и биологические микрочипы, в том числе для видовой идентификации возбудителей особо опасных инфекций и токсинов;
- пленочные материалы для нелинейных оптических и магнитных систем, газовых сенсоров, биосенсоров, мультислойных мембран;
- лекарственные препараты нового поколения для адресной доставки в клетки-мишени и др.

Среди методов получения наночастиц можно выделить метод электроискровой эрозии, распыление, осаждение из газовой фазы, механическое размалывание, химические

методы, стекловолоконную технологию, ионно-лучевую обработку. Важное место занимают плазменные методы получения нанокompозитных материалов. Предусматривается разработка ионно-лучевых и плазменных технологий получения и исследование наноразмерных структур и пленок, слоистых пленочных структур и сверхрешеток с нульмерным электронным газом, пленочных материалов с наноразмерными кристаллитами различных аллотропных фаз углерода, в том числе и нанотрубных, осаждаемых селективно за счет применения катализаторов роста, а также различных матриц, содержащих наночастицы.

Исследования последних лет показали, что одна из аллотропных фаз углерода – карбин обладает высокими биосовместимыми свойствами. Это позволяет использовать его в качестве покрытия поверхности эндопротезов. Более того, карбин является биоактивным веществом, стимулирующим быстрое образование на нем живых тканей [4].

Среди новых, ожидаемых сфер применения в медицине алмазоподобных и карбиносодержащих углеродных пленок, целесообразно выделить такую проблему, как бактерицидные свойства инструмента. Нанесение углеродной пленки заданной аллотропной фазы, а затем ее удаление в кислородосодержащей плазме позволяет получить одноразовый медицинский инструмент с бактерицидными свойствами и упроченной поверхностью, используя одну и ту же основу.

Создание эндопротезов с карбиновым покрытием и медицинских инструментов нового поколения, обладающих биологической стойкостью и бактерицидностью, является исключительно актуальной проблемой. Его применение позволит решить такую важную проблему, как отторжение имплантатов организмом. При этом сроки лечения больных сократятся в два-три раза.

Для получения приемлемого выхода годных в таком производстве, так же как при изготовлении наноструктур, должны быть условия для минимальных дефектообразований как в самом технологическом оборудовании, так и вне его при загрузках и транспортировках обрабатываемых пластин.

Уменьшение привносимых дефектов достигается в самом технологическом оборудовании за счет рабочей и внешней сред. Для последней создают специальные «чистые» комнаты, запыленность в которых для субмикронной технологии должна быть не хуже 1 класса, что требует больших материальных затрат. В качестве выхода из этого положения современная тенденция развития полупроводникового и медицинского наномашиностроения предусматривает отказ от больших объемов «чистых» комнат и переход на оборудование, которое обеспечивает уменьшение чистых объемов, повышение выхода годных за счет интеграции нескольких технологических операций, что позволяет обрабатывать полупроводниковую пластину без извлечения на атмосферу до завершения определенного технологического микроцикла. Такие установки называют кластерными. Их разработка и создание являются важнейшим приоритетным направлением развития нанотехнологий [5].

Использование кластерного оборудования позволит реализовать целый ряд преимуществ по сравнению с существующим оборудованием:

- наращивание кластеров для проведения укрупненных технологических циклов, включая системы электронно-лучевого контроля и экспонирования, экстремальной ультрафиолетовой литографии, плазменной очистки, технику фокусированных ионных пучков, комплексы зондовой микроскопии и др.;
- снижение затрат на «чистые» комнаты, а в ряде случаев и полное их исключение;
- уменьшение затрат на приобретение оборудования при изменении производства за счет имеющихся транспортных модулей;
- гибкость при переходе к новым процессам за счет простоты изменения состава кластера;
- снижение внешних загрязнений при уменьшении транспортировок пластин между установками;

- обеспечение в пределах установок непрерывного потока обработок пластин с исключением очередей и буферных накопителей;
- обеспечение необходимой чистоты процессов за счет транспортировки пластин между операциями в вакууме, минимизация загрязнений правильной герметизации и т.д.;
- компоновка в одном кластере модулей разных поставщиков оборудования.

В настоящее время разработкой и внедрением кластерного оборудования в производстве схем занимаются десятки зарубежных фирм (Alcatel, Motorola, Balzers, Leibold-Heraeus и др.). Созданы установки и модули для осаждения, травления и планаризации диэлектрических слоев, осаждения металлических слоев, нанесения и проявления резистивных слоев и т.д. Номенклатура разработанных технологических модулей непрерывно возрастает. В России первые целенаправленные разработки кластерного оборудования начаты в 1989 году и продолжены в 1990-1992 гг. Однако из-за ограниченности финансирования темпы и масштабы разработок недостаточны.

Например, в настоящее время предусматривается разработка и создание оригинального многоцелевого технологического модуля ионно-плазменной кластерной установки на основе микроволнового газового разряда в магнитном поле. Принципиальная новизна предлагаемых научных и технических решений связана с повышением частоты электромагнитного поля вплоть до СВЧ-диапазона (2,45 ГГц), которое способствует лучшему вакуумированию разряда, а для приложения внешнего магнитного поля (для создания условий электронно-циклотронного резонанса). Повышение частоты электрического поля способствует увеличению критической плотности электронов плазмы, большему, чем в ВЧ-разряде, разрыву между величинами электронной и ионной температур, что обеспечивает лучшую управляемость, эффективность и «мягкость» энергетического воздействия на обрабатываемые материалы.

Благодаря вакуумной чистоте безэлектродного СВЧ газового разряда в магнитном поле широкому диапазону рабочих параметров процесса (давлений газа от 0,01 до 100 Па, энергии ионов от 20 до 1500 эВ, плотности токов до 2,5 мА/см² и т.д.) возможна реализация в одной установке процессов низкотемпературного плазмохимического осаждения и прецизионного глубоко субмикронного «сухого» травления с минимальной привносимой дефектностью и управляемыми селективностью и анизотропностью различных полупроводниковых, проводящих и диэлектрических слоев. Изменением состава рабочих газовых смесей возможна реализация вакуумно-плазменного осаждения и субмикронного травления широкого набора материалов (Si, SiO₂, Si₃N₄, MoW) и гетероструктур на их основе. Низкоэнергетичная высокоионизованная плазма микроволнового газового разряда с электронным циклотронным резонансом обладает несомненными преимуществами как с точки зрения удовлетворения самым жестким требованиям производства наноматериалов, так и с точки зрения многообразия реализуемых технологических процессов. По своим потенциальным возможностям одна установка с микроволновым газовым разрядом может заменить 4...5 установок с обычным высокочастотным возбуждением газового разряда.

Получение новых материалов с заданным электрофизическими свойствами, с одной стороны, и повышение требований к функциональным параметрам структур, с другой, обеспечивается созданием и использованием в современном кластерном оборудовании методов контроля свойств плазмы и получаемых образцов материалов непосредственно в ходе проведения процессов. В связи с этим зарубежные фирмы-разработчики оборудования стремятся к насыщению технологических установок системами встроенного контроля.

Разрабатываемый технологический модуль предполагается оснастить оригинальными средствами активного контроля воспроизводимости плазменных процессов и изучения, адаптивного контроля и управления процессами обработки и синтеза наноструктур *in situ*. Разработка методик, алгоритмов и программно-аппаратных средств многопараметрового контроля и мониторинга электрофизических свойств материалов и структур на различных этапах их синтеза основываются на твердотельном зондировании с использованием эллипсометрии, рефлектометрии, одноволновой и спектральной интерферометрии,

сканирующей зондовой микроскопии. Планируется создание уникального дистанционно управляемого нанотехнологического комплекса, обеспечивающего измерения физико-технических параметров нанообъектов всеми основными видами сканирующей зондовой микроскопии: туннельной, атомно-силовой, оптической ближнего поля, а также реализацию типовых нанотехнологических операций. Технологический модуль может использоваться для реализации высокопрецизионных безрадиационных технологий двойного назначения: для обработки материалов микро- и нанoeлектроники на пластинах сверхбольшого диаметра (до 300 мм) с минимальными размерами элементов 0,5-0,3 мкм и менее и создания наноструктур и наноматериалов специального назначения. Это делает очевидным экономическую целесообразность создания и конкурентоспособность таких кластерных систем.

Разработка «разумного» технологического оборудования для реализации нанотехнологий является важнейшим условием достижения успеха в обеспечении воспроизводимого создания материалов с заданными структурными и электрофизическими свойствами.

Начало планомерных исследований физико-химических особенностей и возможностей практического применения эффектов аномально сильного изменения химической активности имплантированных ионами материалов связано, в том числе как базового метода кластерного оборудования, по-видимому, с открытием уникальных химических свойств лунных материалов, подвергавшихся воздействию «солнечного ветра» (Свойства неокисляемости ультрадисперсных форм простых веществ, находящихся на поверхности космических тел // Открытие СССР. № 219. 1979). Аналогичный эффект химической пассивации (ХП) тонких металлических слоев, облученных ионами аргона с энергией до 150 КэВ, был установлен рядом авторов (Дорфман В.Ф., Козейкин Б.В., Перинский В.В., Соколов Е.Б., Перинская И.В.) и в дальнейшем воспроизведен в Московском институте стали и сплавов, НИИ «Волга», НПП «Алмаз», Саратовском государственном техническом университете, НИИ вакуумной техники (г. Москва), НИИ материаловедения (г. Зеленоград) и т.д. Начали проявляться зарубежные публикации (Япония, США) об исследовании и о практическом применении эффектов ионно-стимулированной пассивации материалов в процессах литографии, качественного травления топологических рисунков и для повышения коррозионной стойкости материалов. В настоящее время имплантационное регулирование химической активности металлов, так же как и имплантационная микрометаллургия в целом, являются наиболее быстро развивающимися направлениями радиационной материаловедения и технологии материалов [6].

Основной реакционно-активной составляющей наноматериалов твердотельных устройств является поверхность. Ионная имплантация открывает новые возможности для придания поверхности свойств, не зависящих от характеристик, определяемых всей массой материала. Таким образом, можно создавать уникальные структуры и составы: получать сплавы, которые в жидком состоянии не смешиваются, вводить одно вещество в другое в необходимых пропорциях, которые невозможно достичь даже при использовании высоких температур.

По отношению к полупроводникам ионная имплантация применяется почти исключительно для изменения их электрических свойств. Что касается металлов, то в этом случае на первый план выдвигаются задачи изменения их структуры, механических и химических свойств. Такой способ получения желаемых свойств материала ценен тем, что он требует изменения размеров или объемных свойств деталей; к тому же адгезия имплантированных поверхностей не ухудшается в отличие от тех случаев, когда применяются различного рода покрытия.

Рассмотрим перспективы применения ионной имплантации в качестве базового метода изготовления наноустройств [7].

При выполнении ряда технологических операций нежелательны как электрические, так и химические последствия имплантации. Это требует имплантации ионов инертных газов (ЭИП). Для создания наноструктурных модификаций и ионного перемешивания достаточно введения радиационных дефектов либо энергетического воздействия ионов на обрабатываемый материал. При ионной имплантации ЭИП введенные дефекты зачастую

можно удалить последующей термической обработкой. Некоторые достоинства ионной имплантации при ограниченных возможностях современного оборудования можно реализовать только на ЭНП, например, небольшим пробегом в бомбардируемых материалах обладают ионы самого легкого элемента, являющегося ЭНП, водорода. Широкими возможностями обладает ионная имплантация ЭНП в технологии полупроводниковых наноразмерных устройств. Например, при создании активных полупроводниковых областей ионная имплантация ЭНП обеспечивает изменение числа радиационных дефектов, приходящихся на один атом внедренной примеси путем двойной имплантации электрически активной и неактивной примесей, что позволяет управлять электрическими свойствами получаемых слоев и кинетической отжига радиационных дефектов. Так, одновременное легирование арсенида галлия ионами галлия и селена увеличивает коэффициент использования селена и влияет на профиль распределения электронов в легированном слое.

Ионная имплантация ЭНП в ряде случаев улучшает электрические свойства диэлектриков, например, двуокиси кремния. Возможно и непосредственное создание активных слоев при ионной имплантации ЭНП, например легированием атомами отдачи.

Представляет практический интерес метод направленного изменения электрических свойств полупроводниковых нано-областей путем ионной имплантации ЭНП.

Он используется:

- при контролируемом уменьшении толщины активных слоев до нано-толщин (изоляция части слоя, создании скрытых высокоомных слоев);
- при создании заданного профиля залегания примесей в исходных кристаллах (контролируемом уменьшении концентрации носителей заряда путем частичной компенсации примесей, в том числе их нейтрализацией в примесных скоплениях)

Ионная имплантация ЭНП может использоваться в имплантационной микрометаллургии для получения новых материалов и химических соединений. Такие материалы зачастую обладают ценными свойствами и специальными характеристиками. К этому направлению относится получение нитридов, резистивных композиций, металлических резисторов, использование процессов ионного перемешивания и структурной модификации.

Например, исследования кинетики ионно-лучевого перемешивания многослойных пленок различного состава. Исследовано перемешивание пленок Fe-Al с целью создания металлических резисторов. Многослойная структура с последовательным чередованием слоев Fe-Al (по 3 слоя каждого элемента при толщине слоя 10-20 нм) подвергалась бомбардировке ионами с $E=250$ кэВ при температуре 300 К. Одновременно с ионной бомбардировкой проводилось измерение электрического сопротивления образцов. Установлено, что зависимость электрического сопротивления от дозы ионного облучения имеет тенденцию к насыщению при критической дозе, соответствующей полному перемешиванию многослойной пленки.

Имплантацию ионов ЭНП можно использовать при получении металлических слоев и композиций металл-полупроводник в таких процессах как:

- ионное распыление металлов на подложки;
- подгонка электрических номиналов металлических резисторов;
- создание комбинированных планарных резисторов полупроводник-металл;
- формирование омических контактов при пониженных температурах.

С технической точки зрения представляет наибольший интерес увеличение адгезии материалов при ионном перемешивании. Например, при облучении ионами аргона пленок сурьмы, нанесенных методом вакуумного напыления на полированную поверхность алмаза, адгезия увеличивается в 15-25 раз по сравнению с необлученной частью пленки.

Известны методы направленного изменения свойств пленок фоторезиста под действием облучения различными частицами с целью увеличения адгезии, изменения структуры, оптических свойств и других параметров.

Пленки металлов (меди, хрома, алюминия, титана и др.), прошедшие облучение, кроме изменения механических свойств приобретают высокую стойкость к химическим

воздействиям и выдерживают многочасовое кипячение в растворителях и кислотах. Потемнение пленок, увеличение адгезии, изменение химической стойкости связано с полимеризацией на поверхности органических покрытий из углеродосодержащей атмосферы, количеством и распределением внедряемых атомов, о чем говорят зависимости перечисленных параметров от массы ионов, энергии и дозы облучения. Другие органические пленки, подвергнутые облучению, ведут себя аналогичным образом. Эффекты аномально сильного изменения химической активности твердых тел при ионном облучении значительно расширяют возможности ионно-лучевой технологии, в частности при ионной литографии, пассивации, травлении. Эти эффекты наиболее важны при проведении основных технологических операций литографии и травления.

При имплантации электрически активных примесей возможно образование новых химических соединений и изменение электропроводности материала, что приводит к изменению химической активности материала в целом. Такие изменения имеют место при ионной имплантации ЭНП и носят характер как повышения активности, так и пассивации.

Авторы установили, что при бомбардировке алюминия ионами на облученных участках формируются области с меньшей скоростью травления в химических реагентах по сравнению с областями, не подвергшимся бомбардировке. Изучались пленки алюминия толщиной 0,1 мкм, полученные электронно-лучевым напылением на кремниевые монокристаллические подложки. Рисунок создавался ионной имплантацией через маску из металлической фольги, в которой фотолитографией был сформирован набор отверстий. Медно-бериллиевая маска прижималась к алюминиевой пленке. Ионы бора, фосфора, кремния, аргона, алюминия имплантировались с разными энергиями и дозами. После имплантации образец помещался в растворитель при комнатной температуре на три минуты и далее промывался водой. Нестравленные участки слоя имели высоту 100 нм. Однако слой полностью растворялся, если образец оставался в травителе дольше 6 минут. Исследование влияния ионной бомбардировки на химическую активность металлических пленок проведено авторами. Показано, что эффекты пассивации и активации проявляются при различных дозах и энергиях бомбардирующих ионов. Таким образом, оба эффекта могут быть воспроизводимо разделены подбором режимов имплантации. Пассивация более сильно выражена при сравнительно невысоких энергиях (50 кэВ-75 кэВ), а активация, напротив, при энергиях выше 135 кэВ. При высоких энергиях (150 кэВ) эффекты активации наиболее ярко выражены и воспроизводимы, пассивация теряет пороговый характер. Наблюдаемые эффекты слабо зависят от природы материалов, из которых приготовлены образцы, и их кристаллической структуры.

При ионной имплантации ЭНП наблюдаются и значительные изменения, электрохимических свойств материалов. Например, после ионной обработки металлических пленок, применяемых в изделиях медицинской техники, не только заметно повышается инертность к внешним химическим воздействиям, но и эффективно предотвращается их электрокоррозия при высокой влажности.

Анализ совокупности полученных экспериментальных результатов и литературных данных свидетельствует о доминирующей роли двух процессов, приводящих к химической пассивации имплантированных металлов. Один из них связан с ионно-стимулированной полимеризацией углеродсодержащих фрагментов атмосферы вакуумной камеры на поверхности облученного металла в условиях импульсного энергетического воздействия ионов. Высокие защитные свойства образующихся наноразмерных алмазоподобных пленок определяются ионным перемешиванием на границе полимер-металл и электронным механизмом лимитирования скорости реакции полимеризации, которая вносит основной вклад в химическую пассивацию при малых и средних дозах ионов. При больших дозах ионов достигается более сильная объемная пассивация металла, имеющая пороговый характер и связанная с формированием ультрадисперсной химически-пассивной кластерной субструктуры материала в областях максимума выделения энергии при ядерных потерях бомбардирующих ионов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Создание базы данных, действующих и перспективных совершенных технологий, включая проведение НИР и ОКР в области применения в СВЧ электронике, наноматериалов и конкурентоспособной нанотехники: отчет по договору с ЗАО «НПЦ «Алмаз-фазотрон» № 4/06 от 15.10.2006 г. / В.В. Перинский, В.Н. Лясников, Б.А. Маренко, А.В. Лясникова, И.В. Перинская.

2. Перинский В.В. Ионно-лучевые методы обработки материалов в технологии твердотельных приборов СВЧ / В.В. Перинский, А.М. Панфилов, И.В. Перинская // Электроника и вакуумная техника: приборы и устройства. Технология. Материалы: материалы науч.-техн. конф., г. Саратов 14-15 февраля 2007 г. Саратов: СГТУ, 2007. С. 167-169.

3. Перинская И.В. Влияние параметров наноструктурной обработки ускоренными ионами аргона на химические свойства поверхностных слоев титана, меди, алюминия / И.В. Перинская, В.Н. Лясников, В.В. Перинский // Сборник статей Всероссийского совещания заведующих кафедрами материаловедения и технологии конструкционных материалов. Зерноград: Изд-во ФГОУ ВПО АЧГАА, 2008. С. 56-65.

4. Исследование и анализ современных достижений нанотехнологий с целью использования их в твердотельной микроэлектронике: отчет по договору с ЗАО «НПЦ «Алмаз-фазотрон» № 8ПП-08 от 06.06.2008 г. / В.В. Перинский, Б.А. Маренко, В.Н. Лясников, И.В. Перинская.

5. Перинская И.В. Направленное изменение микротвердости, химических и структурных свойств поверхности титана при ионно-лучевой обработке / И.В. Перинская, В.Н. Лясников, В.В. Перинский // Электроника и вакуумная техника: приборы и устройства. Технология. Материалы: материалы науч.-техн. конф. г. Саратов, 21-22 мая 2009 г. Саратов: СГТУ, 2009.

6. Перинская И.В. Ультрадисперсная наноразмерная пассивирующая кластеризация поверхности металлов ионно-лучевой обработкой / И.В. Перинская, В.Н. Лясников // Пленки и покрытия-2009: сборник докладов 9-й Междунар. конф., г. Санкт-Петербург, 26-29 мая 2009 г. СПб., 2009.

7. Перинская И.В. Наноструктурная модификация поверхности титановых имплантатов ионно-лучевой обработкой / И.В. Перинская, В.Н. Лясников // Медико-экологические информационные технологии-2009: сб. докл. 12-й Междунар. науч.-техн. конф., г. Курск, май 2009 г. Курск: КГТУ, 2009.

Перинский Владимир Владимирович – доктор технических наук, профессор кафедры «Физическое материаловедение и технология новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Perinsky Vladimir Vladimirovich – Doctor of Technical Sciences, Professor of «Physical materials and technologies of new Materials» of Saratov State Technical University

Перинская Ирина Владимировна – ассистент кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Perinskaya Irina Vladimirovna – Assistant Department «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Technical University

Маркелова Ольга Анатольевна – студент кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Markelov Olga Anatolevna – student of the «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Technical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

О.А.Подлесная, Р.А.Нежметдинова

МОДИФИЦИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ХИТОЗАНА МЕТОДАМИ ИОННО-ПЛАЗМЕННОЙ ТЕХНОЛОГИИ

Рассматривается возможность управления геометрическими, химическими и антимикробными свойствами поверхности хитозана путем модификации различными методами ионно-плазменной технологии. Приводятся результаты исследования химического состава поверхности хитозана, который определялся методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Представлены результаты анализа топологии поверхности и результаты исследования антимикробной активности образцов хитозана в отношении различных видов микроорганизмов.

Хитозан, ионно-плазменные методы обработки, атомно-силовая микроскопия, антимикробная активность

О.А.Podlesnaya, R.A. Nezhmetdinova

MODIFICATION OF CHITOSAN SURFACE BY METHODS OF ION-PLASMA TECHNOLOGY

In the paper the possibility for managing of geometrical, chemical and antimicrobial properties of chitosan surface by means of its modification by different methods of ion-plasma technology is under discussion. The results for chemical content study of chitosan surface which were obtained by X-ray photoelectron spectroscopy are presented in the paper. Topology analysis data and results of the study of antimicrobial activity in relation of the different type of microorganisms are also presented.

Chitosan, ion-plasma processing technique, atomic-force microscopy, anti-infective activity

Одним из наиболее перспективных биополимеров является уникальный полимер хитозан, получаемый различными способами из природного биополимера хитина. Хитозан считается перспективным биоматериалом будущего; интерес к нему связан с уникальными физиологическими, биологическими и экологическими свойствами, такими как биосовместимость, биодеструкция, физиологическая активность, установление антибактериальной, противовирусной, и противовоспалительной активности при практическом отсутствии токсического действия на организм человека.

При деацетилировании хитина получается хитозан. В зависимости от эффективности реакции деацетилирования получают хитозаны с различным числом деацетилирования. Хитозан может иметь разную молекулярную массу (ММ), и от этого напрямую зависят антимикробные свойства материала [1]. В результате для работы были выбраны и затем получены пленки хитозана со следующими характеристиками: молекулярной массой 500 кДа, имеющей степень деацетилирования (78%).

Образование плёнок происходит следующим образом, слабый кислотный раствор хитозана наносят на стеклянную пластину. Слой уксуснокислого раствора хитозана необходимо просушить, и в итоге получается прозрачная плёнка.

Известно [2], что поверхностные методы модифицирования могут улучшать биомедицинские характеристики некоторых материалов. Для создания наноструктурированной

поверхности (НСП) могут быть использованы методы ионно-плазменной технологии. Для создания НСП используются методы ионно-плазменной технологии. Обработку в плазме при пониженном давлении смесью газов N_2+O_2 проводили с помощью источника ионов ИИ-4-015, ВЧ-диодной системы, а также в вакуумной установке «Плазма-600Т».

Поверхностный слой, подверженный ионно-плазменной обработке, является очень тонким, поэтому для того чтобы изучить изменения химического состава используется такой метод как РФЭС (рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия) из-за его высокой поверхностной чувствительности. Эффективный слой твердого вещества для выхода фотоэлектронов составляет 40-50 Å, применение РФЭС особенно перспективно при изучении состава, состояния и строения поверхностных слоев и пленок, включая мономолекулярные [3].

Рентгеновские фотоэлектронные спектры регистрировали на спектрометре XSAM-800 фирмы Kratos. Результаты количественного анализа приведены в табл. 1.

Исследуемые образцы содержали $CaCO_3$ и для получения реальных соотношений C/O и N/O из интенсивности сигнала кислорода и углерода были вычтены соответствующие концентрации, приходящиеся на $CaCO_3$. Данные приведены в табл. 2.

Таблица 1

Результаты количественного анализа

Образец	C,%	O,%	N,%	Ca2p,%
0 порошок 500 кДа	61,7	31,0	6,7	0,6
1 контроль 500 кДа	69,4	25,6	5,0	
2 ВЧ диод, 5 мин, 500 кДа	66,5	26,5	5,2	0,9
3 ВЧ диод, 10 мин, 500 кДа	54,7	28,3	5,2	5,1
4 ИИ-4-015, 5 мин, 500 кДа	72,2	18,1	5,9	1,1
5 ИИ-4-015, 10 мин, 500 кДа	77,4	17,2	4,6	0,8
6 Плазма 600-Т, 5 мин, 500 кДа	50,1	35,5	9,0	2,4
7 Плазма 600-Т, 10 мин, 500 кДа	47,7	29,4	10,2	1,9

Таблица 2

Отношения концентраций элементов в образцах с учетом присутствия в образцах Ca

Образец	O _{Ca} ,%	O/N	C _{Ca} ,%	C/O	C/N
хитин		5		1,6	8
хитозан		4		1,5	6
0 порошок 500 кДа	29,2	4,4	61,1	2,1	9,1
1 контроль 500 кДа			69,4		13,9
2 ВЧ диод, 5 мин, 500 кДа	23,8	4,6	65,6	2,8	12,6
3 ВЧ диод, 10 мин, 500 кДа	13,05	2,5	49,5	3,8	9,5
4 ИИ-4-015, 5 мин, 500 кДа	15,6	2,7	71,1	4,6	12,1
5 ИИ-4-015, 10 мин, 500 кДа	18,4	4	76,6	4,2	16,7
6 Плазма 600-Т, 5 мин, 500 кДа	28,3	3,1	47,7	1,7	5,3
7 Плазма 600-Т, 10 мин, 500 кДа	23,7	2,3	45,8	1,9	4,5

Из табл. 2 видно, что отношения O/N, C/O и C/N находятся в диапазонах 2,3 – 4,6; 1,7– 4,6; 4,5 – 16,7 соответственно, тогда как в стехиометрической форме для хитозана эти же коэффициенты имеют значение 4, 1,5 и 6 для соответствующих отношений. Отсюда можем сказать, что к изменениям приводят различные виды плазменной модификации поверхности образцов и длительность обработки.

На рис. 1а представлено изменение спектра C1s контрольного образца после обработки с помощью источника ионов ИИ-4-015. На рисунке представлены спектры чистого хитозана с СДА 78%, нормированные по высокоэнергетическому краю, площадь под пиками отражает максимальную долю сохранившегося хитозана. Из рисунка видно, что в процессе обработки происходит увеличение интенсивности сигнала в области низких энергий, что соответствует образованию групп C-C/C-N и в меньшей степени групп C-O. Некоторое

расхождение в области высоких энергий может быть приписано с присутствием CaCO_3 . Увеличение длительности обработки приводит к сохранению данной тенденции.

В спектре N1s (рис. 1б) отсутствуют сильные изменения, что указывает на то, что на поверхности образца присутствует хитозан. Некоторое увеличение ширины линии свидетельствует о некотором увеличении степени неоднородности приповерхностной области. В спектрах не наблюдается появление дополнительных состояний.

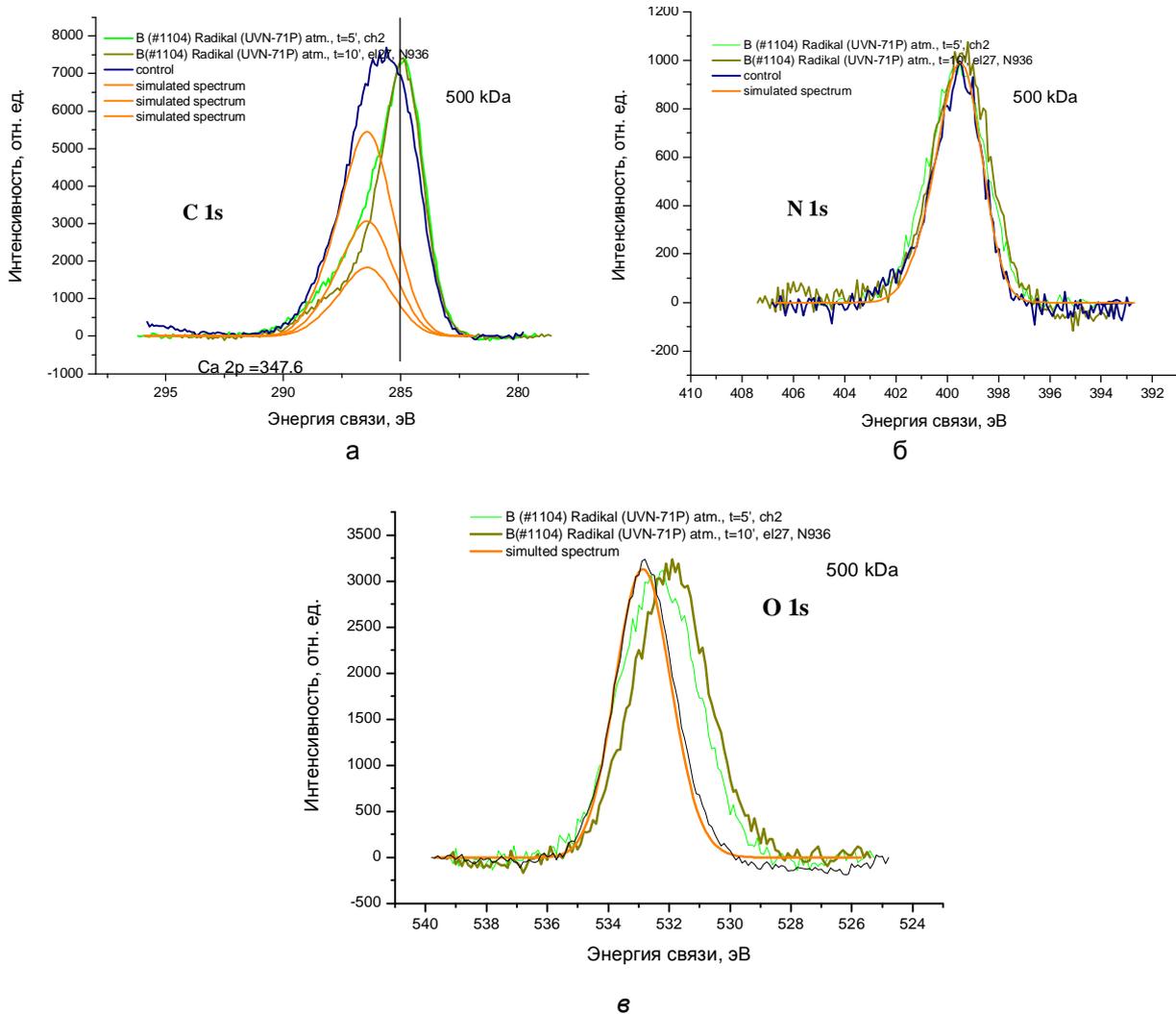


Рис. 1. Спектры образцов хитозана, обработанных на установке ИИ-4-015:
а – спектры C1s; б – спектры N 1s; в – спектры O1s

В спектре O1s (рис.1в) в результате обработки появляется дополнительное состояние в области низких энергий, которое частично можно приписать увеличению концентрации CaCO_3 . И образованию групп C-O_x. С увеличением времени воздействия происходит смещение пика максимальной интенсивности в область низких энергий, что указывает на сохранение этой тенденции. Спектр O1s также подтверждает уменьшение концентрации хитозана на поверхности.

При обработке на установке ВЧ-диодная система так же наблюдается изменения (рис.2а) как и в случае обработки с помощью источника ионов ИИ-4-015, однако доля сохранившегося хитозана в этом случае существенно больше. Увеличение времени воздействия также приводит к уменьшению концентрации хитозана в приповерхностной области. Отличительной особенностью этого воздействия является появление состояний в спектре углерода с энергией меньше 285 эВ, что можно интерпретировать как появление

низкомолекулярных фрагментов. Тот факт, что энергия соответствующего пика C1s близка к 283,5 эВ, указывает на проявление дифференциальной зарядки. Увеличение продолжительности воздействия в 2 раза приводит к заметным изменениям в низкоэнергетической области спектра.

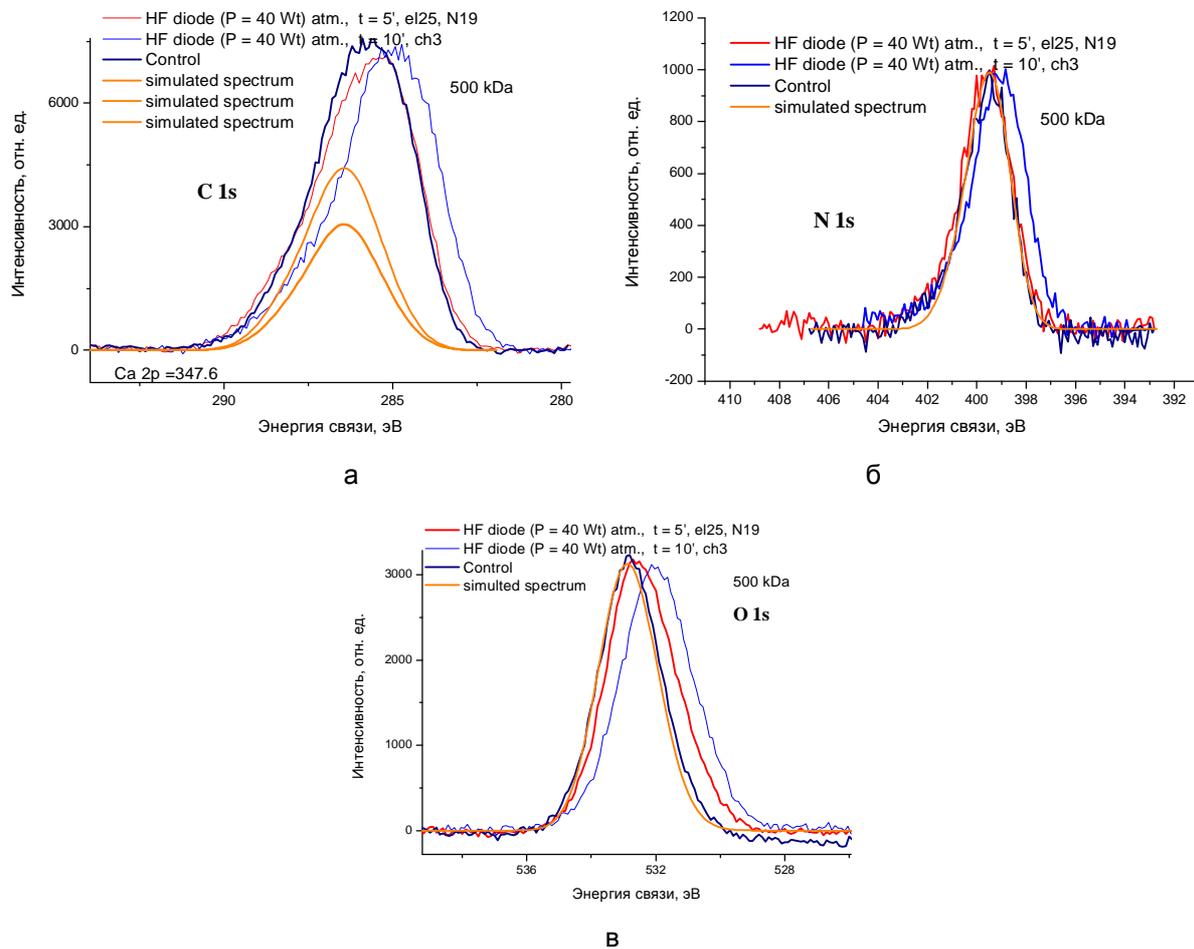


Рис. 2. Спектры образцов хитозана обработанные на установке ВЧ-диодная система: а – спектры C1s; б – спектры N 1s; в – спектры O1s

Смещение максимума интенсивности в область низких энергий также наблюдается в спектрах O1s (рис.2в). С другой стороны, смещение в области низких энергий всех спектров может быть обусловлено дифференциальной зарядкой и увеличением неопределенности учета поверхностной зарядки по пику Ca 2p_{3/2}, поскольку наблюдается заметное увеличение ширины этого пика. Смещение пика O1s в область низких энергий является следствием изменения состояния кальция в приповерхностной области образца.

Это находит отражение в спектре N1s (рис. 2б), в котором после 10 мин воздействия наблюдается сильное изменение. Оно выражается как в появлении дополнительного состояния в области высоких энергий, так и в заметном смещении всего спектра в область более низких энергий связи. Это указывает на значительную деструкцию хитозана.

На рис. 3а представлено изменение спектров C 1s после обработки на установке Плазма 600Т. Характер изменения этих спектров такой же как и при обработке на установке ВЧ-диодная система. Однако степень проявления плазмы в спектре C1s при обработке на установке Плазма 600Т меньше, чем при обработке на установке ВЧ-диодная система.

В спектре N1s (рис. 3б), в отличие от других типов обработки, наблюдаются существенные отличия, которые выражаются в том, что явно проявляется второе состояния азота. На начальном этапе преобладает доля высокоэнергетического состояния в спектре N1s, а с увеличением времени растет доля низкоэнергетического состояния, что указывает на

некоторые нелинейности зависимости состава поверхности от времени, и требует проведения дополнительных исследований в зависимости от времени воздействия.

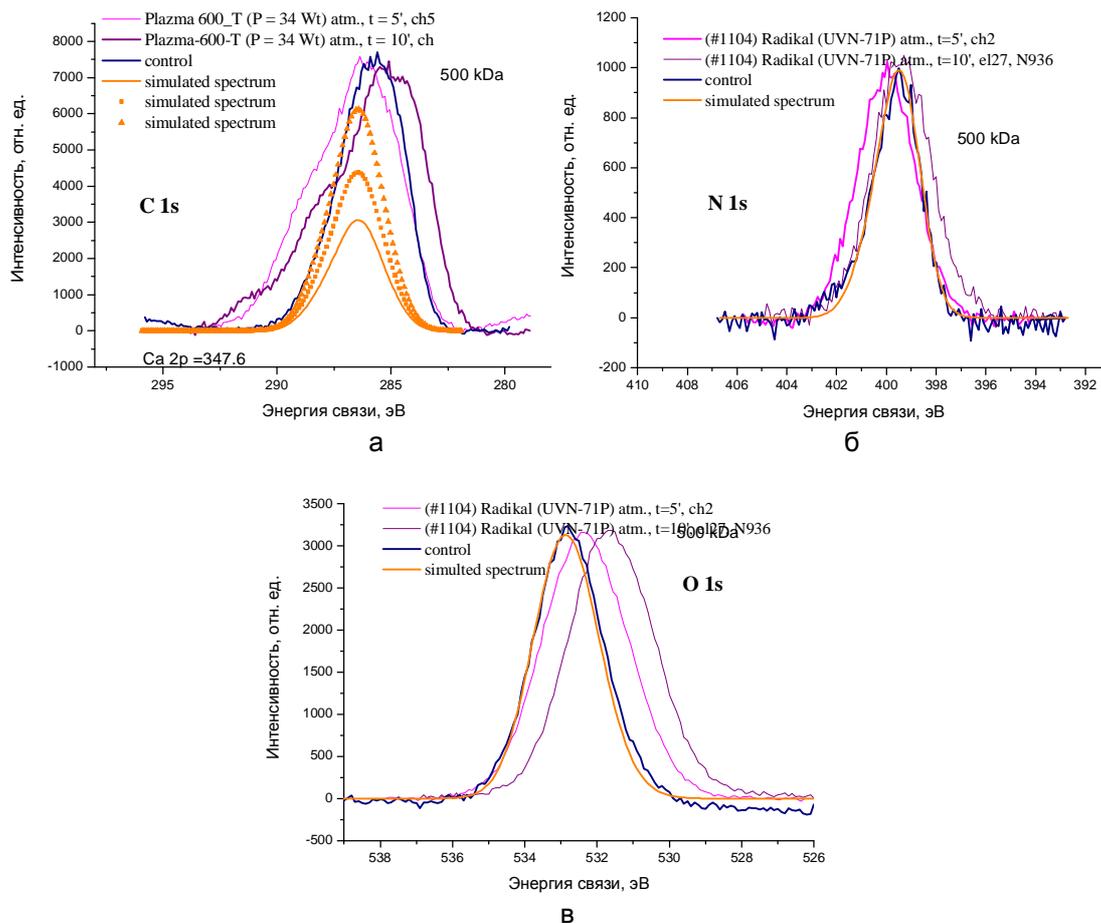


Рис. 3. Спектры образцов хитозана обработанные на установке Плазма 600-Т: а – спектры C1s; б – спектры N 1s; в – спектры O1s

Для спектра O1s (рис. 3в) характерно поведение, как и для других типов обработки, т.е. смещение пика в область меньших энергий связи, что обусловлено совокупностью вышеприведенных причин.

Процесс ионно-плазменной обработки поверхности образцов приводит и к изменению геометрических характеристик. Исследование топографии поверхности образцов с различными видами модифицирования проводили на сканирующем зондовом микроскопе «ФемтоСкан» в режиме атомно-силовой микроскопии (АСМ).

Основными определяемыми параметрами являлись: характерные горизонтальный размер R и высота пика H , определяемые осреднением значений, получаемых с помощью проведения в произвольном направлении сечений поверхности, шероховатость поверхности R_q (среднеквадратичное отклонение, рассчитываемое по всем точкам скана). В табл. 3 приведены значения характеристик топографии поверхности исследуемых образцов.

Ниже приведены изображения топологии поверхностей (рис. 4). По сравнению с контрольным образцом после обработки в течение 5 минут поверхность приобретает мелкозернистую структуру. С увеличением времени обработки увеличивается шероховатость, размер конгломератов растет и поверхности становятся более изрезанными.

Таблица 3

Характеристики образцов

Описание образца		Размер скана, мкм	Rq, нм	R, нм	H, нм	Периметр L, нм
1	Контроль 500 кДа	5,5×5,5	3	543	12	2447
2	ВЧ диод, 5 мин, 500 кДа		11	176	64	1198
3	ВЧ диод, 10 мин, 500 кДа		24	194	64	1313
4	ИИ-4-015, 5 мин, 500 кДа		17,5	156	52	827
5	ИИ-4-015, 10 мин, 500 кДа		20	922	61	-
6	Плазма 600-Т, 5 мин, 500 кДа		7,2	134	29	1009
7	Плазма 600-Т, 10 мин, 500 кДа		22	264	54	1292

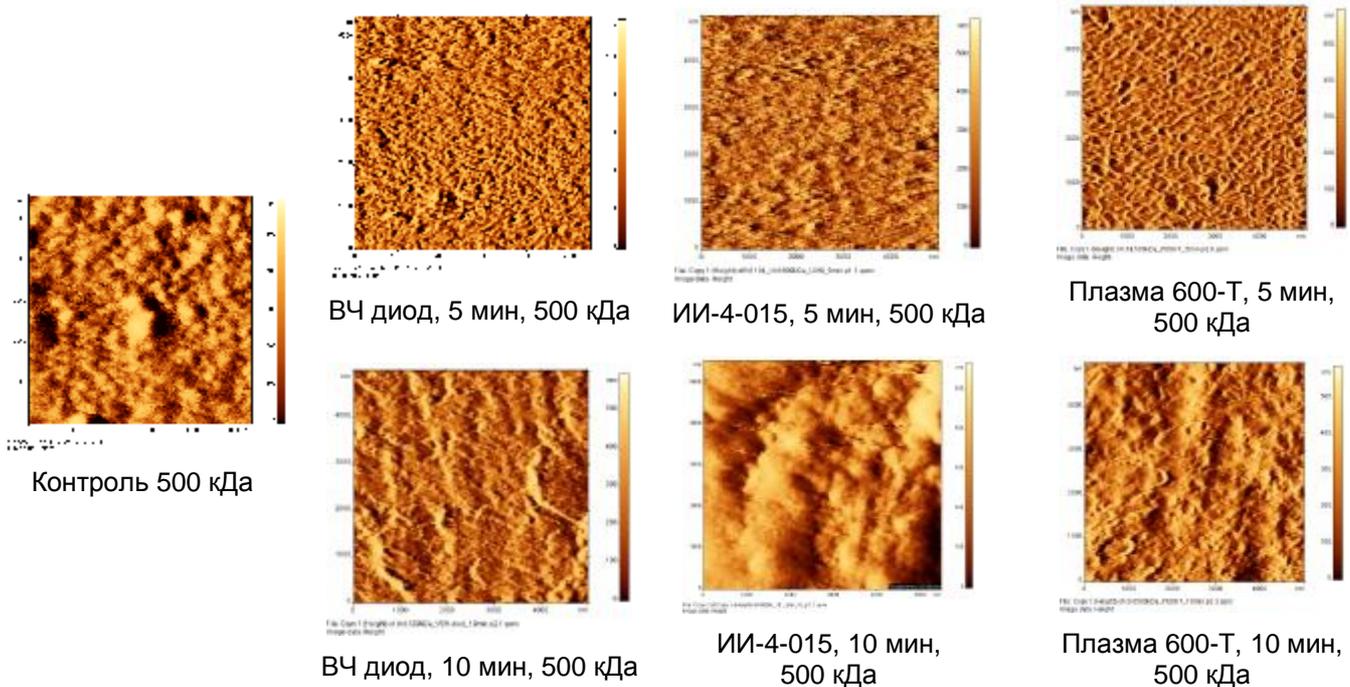


Рис. 4. Изображения топологии поверхностей (размер скана 5×5 мкм)

Таблица 4

Механические характеристики

Образец	P_H , кг/обр.	δ , кг/мм ²
Контроль 500 кДа	5,14	7,34
ВЧ диод, 5 мин, 500 кДа	5,22	6,9
ИИ-4-015, 10 мин, 500 кДа	6,25	7,81
Плазма 600-Т, 5 мин, 500 кДа	3,05	4,32

Различные методы обработки образцов влияют на их механическую прочность. Необходимым этапом является контроль их механических свойств и характеристик, таких как учет эффекта разрыва. Прочность хитозана во время испытаний на растяжение (на разрыв) характеризуется P_H – нагрузкой или усилием на образце и δ – напряжением образца. Данные приведены в табл. 4.

Анализ показал, что обработка пленок хитозана на установке Плазма 600-Т приводит к ухудшению механических характеристик.

Антимикробная активность образцов хитозана в отношении различных видов микроорганизмов

Режим	Использованные тест-штаммы			
	<i>Staphylococcus aureus</i>	<i>Escherichia coli</i>	<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	<i>Candida albicans</i>
Контроль 500 кДа	Снижение титра в 4 раза	Снижение титра в 2 раза	Снижение титра в 1,5 раза	Нет снижения титра
ИИ-4-015, 10 мин, 500 кДа	Снижение титра в 3 раза	Снижение титра в 3 раза	Снижение титра в 4,5 раза	Нет снижения титра

Антимикробная активность определялась по отношению к различным видам микроорганизмов. Из табл. 5 видно, что хитозан по своей природе уже является хорошим бактерицидным материалом, так как контрольный образец пленочного хитозана показывает снижение титра у трех из четырех использованных в данном исследовании тест-штаммов [4]. Плазменная обработка поверхности увеличивает данные показатели для грамотрицательных бактерий и уменьшает для грамположительных, у грибов вида *Candida albicans* по-прежнему не выявлено изменений по отношению к контрольному образцу [5].

Проведенные исследования доказывают возможность управления геометрическими, химическими свойствами поверхности полимерных материалов и их биомедицинскими характеристиками. Результаты работы продемонстрировали возможность селективного изменения антимикробной активности представленных материалов, что открывает большие возможности для создания материалов и изделий медицинского назначения с заданными антимикробными характеристиками по отношению к широкому спектру микроорганизмов или селективным действием по отношению к определенному классу микроорганизмов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Антибактериальная и антиадгезивная активность хитозана / В.М. Червинец, В.М. Бондаренко, В.Ф. Виноградов, В.В. Чернин, С. Н. Базлов, Б.А. Комаров, А.И. Албулов, Л. В. Смоленская // Высокие технологии в промышленности России (материалы и устройства функциональной электроники и микроэлектроники): материалы XV Междунар. науч.-техн. конф.
2. Исследование влияния метода ионно-плазменной модификации пленочного хитозана на геометрические, энергетические, химические и медико-биологические свойства его поверхности / В.М.Елинсон, Р.А.Нежметдинова, А.Н.Лямин, С.Б.Нестеров, А.В.Наумкин // Тонкие пленки в электронике: материалы XXII Междунар. симпозиума / под ред. д.т.н. А.Ф.Белянина, д.т.н. Ю.В.Панфилова, д.ф.м.н. М.И.Самойловича. М.: ОАО «ЦНИТИ «Техномаш», 2009.С. 307-311.
3. . Порай-Кошиц М.А. Рентгеноэлектронная спектроскопия и ее возможности / М.А. Порай-Кошиц, В.И. Нефедов // Вестник АН СССР. Научные обзоры и сообщения. С.34.
4. Елинсон В.М., Ерастова Е.И., Лямин А.Н., Стенин С.С., Хованская Т.П. // Материалы с антимикробным действием на основе наноструктурированных полимеров: XXXIII Международная (Звенигородская) конференция по физике плазмы и УТС, 13-17 февраля 2006 г. Звенигород, 2006.
5. Biomedical properties of nanostructured surfaces formed by ion-plasma methods | V.M. Elinson, V.V. Sleptsov, V.V. Potraysay, A.N. Laymin // NATO. Science Series.Cluer Publisher, USA, 2004. P. 307-319.

Подлесная Ольга Андреевна – аспирантка кафедры НТР Российского государственного технологического университета им. К.Э.Циолковского (МАТИ)

Podlesnaya Olga Andreevna – A post graduate student of the chair Radioelectronics Technology, Moscow Aviation Technology Institute (Russian State Tsiolkovski Technical University)

Нежметдинова Рамиля Амировна – аспирантка кафедры НТР Российского государственного технологического университета им. К.Э.Циолковского (МАТИ)

Nezmetdinova Ramilya Amirovna – A post graduate student of the chair Radioelectronics Technology, Moscow Aviation Technology Institute (Russian State Tsiolkovski Technical University)

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 621.9.048.7; 616.31

Н.В. Протасова, О.А. Дударева

ВЫБОР ПАРАМЕТРОВ ПОКРЫТИЙ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ ПРИ ЭЛЕКТРОПЛАЗМЕННОМ НАПЫЛЕНИИ

Выявлены наиболее оптимальные режимы напыления покрытия. Также предложены технологические рекомендации по напылению покрытий на изделия.

Электроплазменное напыление, биокomпозиционное покрытие, гидроксипатит

N.V. Protasova, O.A. Dudareva

SELECTION OF PARAMETERS OF COATINGS AND TECHNOLOGICAL CONDITIONS FOR PLAZMA SPRAYING

The explored influences mode plasma spraying evaporations on roughness, porosity and adhesion covering, are revealed the most optimum mode of the evaporation of the covering. Also technological recommendations are offered on evaporation covering on products.

Plazma spraying, biocomposite coating, hydroxyapatite

Основная часть технологии формирования биокomпозиционного покрытия состоит из нескольких основных этапов, главными из которых являются:

- транспортировка напыляемого порошка в высокотемпературную зону плазменной струи;
- разогрев и разгон частиц порошка;
- формирование покрытия.

Эти этапы повторяются для каждого из напыляемых слоев биоактивного покрытия дентального имплантата в оптимизированных режимах.

Для напыления целесообразно использовать автоматизированные программные комплексы плазменного напыления, но возможно использование и более простых установок типа 083.00 28 или ВРЕС. В этом случае они должны быть модернизированы.

Параметры покрытий и технологические режимы их плазменно-дугового напыления должны выбираться исходя из данных табл. 1 – 4, в зависимости от конструкции имплантатов и требований к их установке в костное ложе.

Таблица 1

Выбор технологических режимов напыления в зависимости от пористости покрытия

L, мм	I, А						
	455	459	462	466	467	468	469
110	50						
95		45					
85			37				
80				25			
82					20		
81						15	
80							10

Таблица 2

Выбор пористости покрытия в зависимости от прочности и строения костной ткани альвеолярного отростка и площади покрываемой поверхности имплантата

Площадь поверхности, мм ²	Рыхлая, МПа $\delta < 20$	Средняя, МПа $20 < \delta < 45$	Плотная $\delta > 45$ МПа
80,0	50	25	15
100,0	45	20	13
130,0	37	17	11

Таблица 3

Выбор минимальной пористости покрытия имплантата в зависимости от его типа и условия установки в костное ложе

Тип имплантата	Размеры, мм	Положение при замещении зубов		
		1 - 3	4 - 6	7 - 8
1	2	3	4	5
ИП – 1	22×6×2	-	10	16
ИП – 2	17×6×2	-	10	16 – 18
ИП – 3	15×15×2	-	9	15
ИП – 4	12×6×2	-	11	18
ИП – 5	30×8×2	-	8	12
ИП – 7	20×8×2	-	9	14

При этом выбрана оптимальная по параметру адгезии величина исходных частиц напыляемого материала, равная 30 мкм. При этой дисперсности обеспечивается требуемая пористость покрытия.

Таблица 4

Дистанция напыления имплантатов в зависимости от параметров костного ложа (ток дуги 450 – 500 А)

δ , МПа	25			43			60		
	3	4	5	3	4	5	3	4	5
L, мм	50	50	50	50	60	120	65	110	80

В данном случае будет обеспечено минимальное значение адгезии. Если сравнить эти данные с табл. 1, то очевидно, что дистанции 50-65 мм и 120 мм не могут быть приняты вследствие того, что не обеспечивают требуемую пористость покрытия. Поскольку с точки зрения надежности покрытия всегда желательнее обеспечение максимальной адгезии, то можно рекомендовать напыление при дистанции 80-110 мм, регулируя ее в этом диапазоне для получения требуемой пористости. Поскольку влияние тока дуги на адгезию в диапазоне 450-500 А мало выражено, эта величина также может регулироваться согласно рекомендациям табл. 1.

Обработка имплантатов после напыления состоит в отжиге при температуре 250-300°C в течение часа, в результате чего происходит снятие остаточных внутренних напряжений.

Контроль качества покрытий производится в два этапа. На первом этапе все имплантаты подвергаются визуальному осмотру с отбраковкой покрытий низкого качества. На втором этапе реализуется выборочный контроль примерно 10 % имплантатов от всей изготовленной партии с присоединением имплантатов, предварительно отбракованных на первом этапе. Выборочный контроль производится с помощью неразрушающих методов определения адгезии по нагреву до 200°C (ГОСТ 3.302-88), микрометрического определения толщины и микроскопического определения шероховатости (ГОСТ 9378-93).

Как правило, выход годных имплантатов при соблюдении технологической схемы составляет 95-99 %. Последней операцией финишной обработки имплантатов после напыления является размерная обработка в ультразвуковом поле.

Амплитуда ультразвуковых колебаний излучателя 15-20 мкм при резонансной частоте 22 кГц. Частота вращения имплантатов 10-20 об/мин, скорость возвратно-поступательного перемещения имплантатов относительно излучателя – 30-40 мм/мин. имплантаты должны быть помещены в дистиллированную воду на расстоянии 10 мм от торца излучателя. Время обработки должно определяться исходным диаметром имплантата и требуемым по чертежу размером, но быть не меньше 20 с, т.к. в этом случае результат обработки будет практически не виден. После размерной обработки имплантаты подвергаются стерилизации.

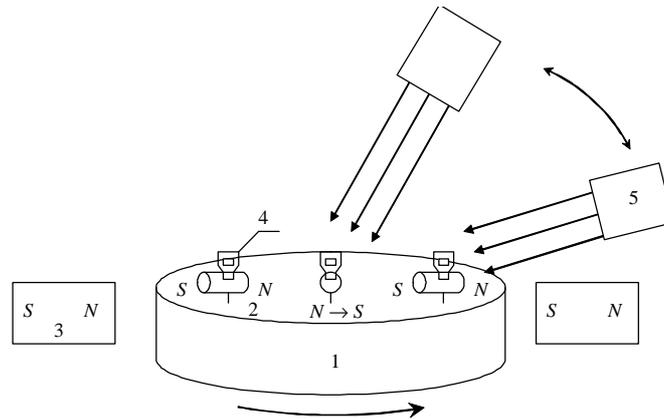
Вопросам создания научных основ разработки плазменных напылительных установок посвящено достаточно много работ. Однако более дешевыми, что немаловажно в современных условиях, считаются установки 1-го поколения. Относящаяся к ним установка 083.00.28, хотя и позволяет напылять широкий спектр порошковых материалов на изделия различных типов, не лишена существенных недостатков:

1. Жесткая система электроприводов не позволяет быстро перестраивать кинематику установки при смене типа напыляемого изделия, не позволяет корректировать по заданному закону дистанцию напыления и изменять ориентацию плазмотрона относительно детали, что необходимо при напылении покрытий на боковые и торцовые поверхности имплантатов.

2. Наличие одного вращающегося шпинделя приводит к тому, что напыляемые имплантаты размещены в кассете неподвижно и вращаются вместе с ней так, что одна поверхность имплантатов напыляется при одной дистанции от плазмотрона, а другая – на дистанции, по крайней мере, вдвое отличающейся. Это приводит к явной неоднородности параметров покрытия по поверхности имплантата.

3. Установка лишена средств контроля толщины покрытия, что не позволяет получать высокие точности размеров имплантатов, необходимые для создания первичного натяга при их установке в костное ложе.

Для равномерного напыления покрытий по цилиндрической или плоской поверхности имплантатов может быть применен планетарный механизм вращения по предлагаемой нами схеме (рисунок).



Принцип равномерного группового плазменного напыления биоактивных покрытий на пластинчатый имплантат: 1 – вращающаяся платформа; 2 – вращающиеся вокруг боковой оси цилиндрические магниты; 3 – неподвижные магниты; 4 – имплантаты; 5 – качающийся плазматрон

Для получения плазменно-дуговых покрытий с погрешностью по толщине, не превышающей 10-15 %, разработана система позиционирования, предусматривающая сочетание кругового орбитального и планетарного вращения имплантатов с возвратно-поступательным качением плазменной горелки в вертикальной плоскости.

ЛИТЕРАТУРА

1. Протасова Н.В. Управление формообразованием и свойствами биокомпозиционных покрытий дентальных имплантатов при электроплазменном напылении: дис. канд. техн. наук / Н.В. Протасова. Саратов, 2000. 251 с.
2. Кудинов В.В. Плазменные покрытия / В.В. Кудинов. М.: Наука, 1977. 184 с.
3. Биоактивные материалы и покрытия в дентальной имплантологии / К.Г. Бутовский, А.В. Лясникова, А.В. Лепилин, В.Н. Лясников. Саратов: СГТУ, 2004. 94 с.

Протасова Наталия Владимировна – кандидат технических наук, доцент кафедры «Физическое материаловедение и технология новых материалов» Саратовского государственного технического университета
Дударева Олеся Александровна – кандидат технических наук, доцент кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Protasova Nataliya Vladimirovna – Candidate of Technical Sciences, Associate Professor of the Department of «Material Physis and New Material Technology» of Saratov State Techical University
Dudareva Olesya Aleksandrovna – Candidate of Technical Sciences, Associate Professor of the Department of «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Techical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 621.793, 621.357.7, 621.9.048.7

Н.В. Протасова

МЕТОДОЛОГИЯ РАЗРАБОТКИ ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ НА СОПРЯГАЕМЫХ ДЕТАЛЯХ МАШИНО- И ПРИБОРОСТРОЕНИЯ С УЧЕТОМ УСЛОВИЙ КОНТАКТА И КОРРЕЛЯЦИИ СТРУКТУРЫ ИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ

Выдвинута гипотеза о возможности улучшения функционирования сопрягаемых пар в машино- и приборостроении за счет повышения

корреляции характеристик их поверхности при условии описания их структур фракталами одного типа и размерности. Обоснована методология разработки оптимальных технологических маршрутов формирования поверхности одного из элементов пары путем плазменного напыления покрытия с учетом фрактальных характеристик контртела. Предложено определять технологические режимы напыления покрытий на основе сопоставительного фрактального анализа структуры.

Технологические режимы напыления, фрактальные характеристики

N.V. Protasova

METHODOLOGY FOR TECHNOLOGY OF PLASMA COATINGS ON MATING PARTS MACHINERY AND EQUIPMENT PRODUCTION SUBJECT THE CONDITIONS CONTACT AND CORRELATION STRUCTURE OF SURFACES

Hypothesized about the possibility of improving the functioning of mating pairs in the machine-and instrument-making by increasing the correlation characteristics of their surfaces, provided descriptions of their structures fractals of the same type and dimension. Sound methodologies for the development of optimal technological routes of formation of the surface of one of the elements of the pair by plasma spray coating, taking into account the fractal characteristics of the rider. Asked to define technological regimes of deposition of coatings on the basis of comparative fractal analysis of the structure.

Technological conditions of deposition, fractal characteristics

Плазменное напыление позволяет формировать высококачественные покрытия, используемые в различных областях науки и техники. Только неполный перечень областей применения плазмонапыленных покрытий составляет 70 в 14 основных отраслях производства [1]. Среди большого многообразия изделий с плазмонапыленными покрытиями можно выделить две группы, характеризующиеся взаимодействием с окружающей средой:

- контактирующие с каким-либо твердым телом;
- не контактирующие с твердыми телами.

Ко второй группе можно отнести различные защитные и декоративные покрытия, находящиеся в контакте с жидкостями или газами; эмиссионные и антиэмиссионные покрытия; а также газопоглощающие покрытия, работающие в условиях вакуума, и им подобные. Для этих покрытий наиболее важными свойствами помимо адгезионной прочности являются удельная поверхность и суммарная пористость, определяемые микрорельефом поверхности и его структурой. При этом для работоспособности изделия не важно распределение пор по объему покрытия, их размеры и форма. Принципиальным является определенная величина пористости и удельной поверхности, которая, как показывает большинство исследований [2-4], может быть сравнительно просто обеспечена подбором дисперсности напыляемых материалов и регулировкой режимов напыления: тока дуги, расхода плазмообразующего газа и дистанции напыления. Покрытия первой группы находятся в более сложном взаимодействии с внешней средой. Помимо воздействия химических факторов, характерных для второй группы, здесь имеет место непосредственный механический контакт двух тел. К покрытиям первой группы можно отнести твердые износостойкие покрытия на парах трения (гидростатические и гидродинамические опоры, режущий и штамповый инструмент), а также биокпозиционные покрытия, способствующие приживлению внутрикостных имплантатов различного типа. В парах трения, работающих в условиях жидкостной смазки, весьма важна величина шероховатости

поверхности, особенно – опорная поверхность, размеры впадин и шаг элементов, поскольку они обеспечивают условия размещения смазки в своеобразных «микрокарманах», что создает эффект постоянной масляной подушки, снижает износ элементов пары и уменьшает коэффициент трения. В прецизионных парах типа газодинамических опор (рис. 1) особенно важна стабильность функционирования, которая может быть обеспечена только при равномерном характере распределения элементов структуры покрытий на обоих телах пары.



Рис. 1 Детали газодинамической опоры с плазмонапыленной поверхностью контакта:
а – подпятник; б – ось

При нарушении этого условия возможен преимущественный износ какого-либо участка, что вызывает сбой в работе устройства и в конечном случае приведет к катастрофическому износу и разрушению детали. Если это произойдет, возникнет задача восстановления работоспособности узла путем изготовления изношенного элемента пары. Однако, вследствие стохастичности процесса напыления параметры покрытия возможно будут отличаться от ранее присутствующих в изделии. Это может привести к изменению условий работы. Очевидно для особо ответственных пар трения (типа газодинамических опор) необходимо формировать структуру покрытия, соответствующую таковой на ответной детали, что обеспечит восстановление нарушенных условий контактирования.

Более сложный случай наблюдается в случае биокomпозиционных покрытий на внутрикостных имплантатах. Для максимального приближения условий их биомеханического взаимодействия с костной тканью необходимо не только формирование слоя из материала, активно стимулирующего костеобразование и врастание имплантата, но и обеспечить преимущественный размер пор, отвечающих условию прорастания в них костных волокон [2]. При этом распределение пор, величина пористости должна отвечать конкретной клинической ситуации, которая изменяется в зависимости от состояния костной ткани и зоны имплантации. К тому же количественные характеристики пористой структуры должны обеспечивать надежность восприятия имплантатом действующих на него нагрузок, а его размеры не должны при установке вызывать деформацию костной ткани, способную вызвать ее разрушение. Очевидно, что имеют важное значение упруго-демпфирующие свойства имплантата, которые должны соответствовать таковым у замещаемого органа, например, зубного корня. Однако в настоящее время не разработана методология электроплазменного напыления пористых покрытий с параметрами, в достаточной степени сходными по структуре в паре контактирующих деталей.

В настоящее время электроплазменное напыление покрытий с параметрами, соответствующими параметрам пористой структуры находящегося с ними в контакте объекта, вследствие отсутствия научного обоснования представляет собой достаточно сложную актуальную проблему. В данной проблеме можно выделить следующие основные направления, разработка которых необходима для повышения качества покрытий, получаемых электроплазменным напылением:

1. Формирование на поверхности покрытия микрорельефа с заданными по условиям функционирования конкретного изделия величинами агломератов и углублений, определяющими его шероховатость.

2. Формирование пористой структуры, поры которой имеют размеры и форму, соответствующие контактирующему объекту для получения заданных упруго-демпфирующих характеристик.

3. Обеспечение адгезии покрытия, минимально достаточной для противодействия силам, действующим в контакте объектов при их взаимодействии.

4. Разработка методологии определения технологических режимов электроплазменного напыления, обеспечивающих стабильное получение покрытий с параметрами, соответствующими заданным условиям контактного взаимодействия.

Формирование пор требуемой формы представляет собой достаточно сложную задачу, поскольку при плазменном напылении действует много случайных факторов, влияющих на форму поры: размеры исходной части, скорость частицы в момент удара о поверхность основы, условия растекания частицы, определяемые шероховатостью поверхности и степенью проплавления, которая в свою очередь зависит от мощности, плазменной струи, размеров частиц, их теплофизических свойств и дистанции напыления [1-4].

По-видимому, возможно на основе анализа зависимости структуры покрытий от режимов напыления подобрать такие их параметры, которые позволили бы формировать структуру покрытия не только с требуемой пористостью и морфологией, но и с определенной формой их элементов, что позволит максимально сблизить их параметры у элементов контактирующей пары.

Известно, что структуры сложной формы могут с достаточной степенью совпадения описываться фракталами – объектами с дробной размерностью, каждому из которых соответствует определенная математическая зависимость [5]. Таким образом, становится возможным достаточно строго описать различные объекты и подобрать два объекта с наилучшей сходимостью форм и размеров.

Цель проведенных нами исследований была сформулирована следующим образом: на основе фрактального анализа структур покрытия на элементах контактной пары подобрать такие структуры одного из них, математическое описание элементов которых с наибольшей степенью соответствует описанию другого, и определить технологический маршрут и режимы, обеспечивающие напыление покрытий, в которых такие объекты были бы преобладающими.

Анализ микрофотографий поверхности и микрошлифов поперечных срезов плазмонапыленных покрытий показывает чрезвычайное разнообразие как закономерностей залегания пор, так их формы и размеров, а также агломератов. При этом прослеживается определенная зависимость между этими параметрами и режимами напыления. По-видимому, возможно на основе анализа этой закономерности подобрать такие технологические режимы напыления, которые позволили бы формировать структуру покрытия не только с требуемой пористостью и морфологией, но и с определенной формой их элементов, что позволит максимально оптимизировать условия контакта пары.

Графически эта задача и ее решение могут быть представлены алгоритмом (рис. 2).

Методология определения режимов выглядит следующим образом.

При фрактальном анализе используется построение фракталов типа «Mandelbrot», «Julia», «Julia-2». Производится последовательное сравнение полученных фракталов с элементами пористой структуры поверхности каждого из элементов контактной пары, микрофотографии которых обработаны при помощи программы «Микрошлиф» и преобразованы в черно-белые изображения на компьютерном анализаторе АГПИМ-6М. При этом сначала выбирается форма элемента, частота появления которого в стандартном поле зрения анализатора 430×430 мкм превышает 50%. Затем производится сравнение этой формы с построенными фракталами.

Принимается, что фрактал, совпадающий по форме более чем с 50% реальных элементов структуры, вполне адекватно описывает ее. Подсчитывается фрактальная размерность структурного образования покрытия и подобранного адекватно описывающего его фрактала по известному выражению [5]:

$$D_{\text{покр}} = \lim_{d \rightarrow 0} \left[\frac{\ln[N(d)]}{\ln\left(\frac{1}{d}\right)} \right], \quad (1)$$

где $N(d)$ – количество клеток, в которое укладывается линия, описывающая контур фрактала; d – сторона квадрата (расстояние между параллельными сторонами квадрата).

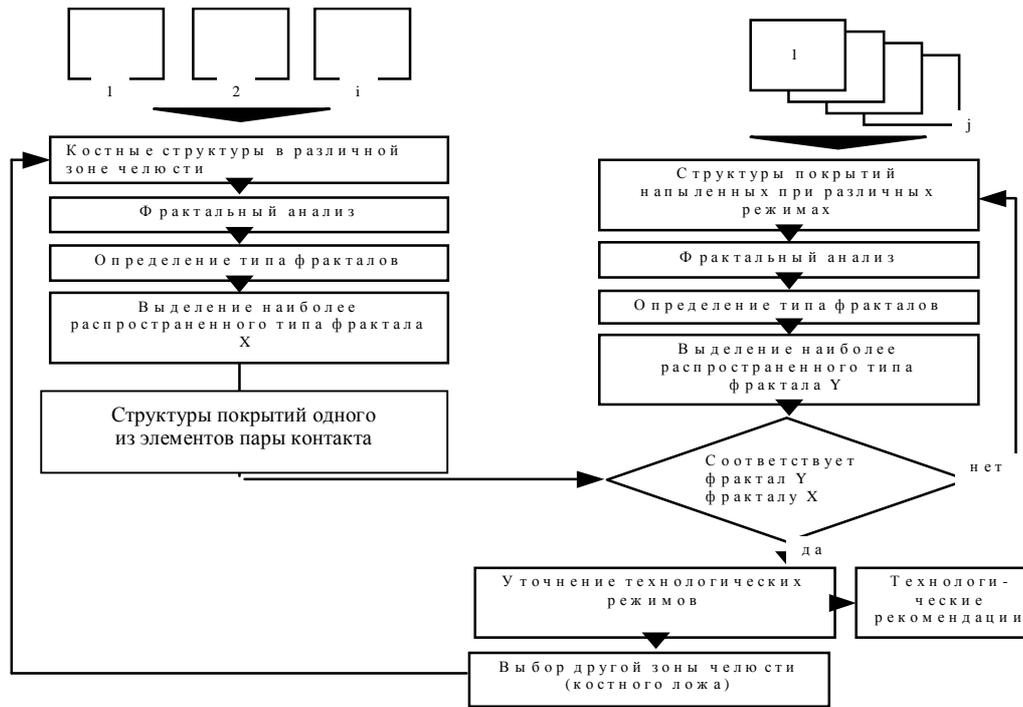


Рис. 2. Алгоритм решения задачи по подбору структуры покрытий согласно форме пор и агломератов контактирующей костной ткани

Аналогично определяется фрактальная размерность структуры ответной детали $D_{конт}$, контактирующей с покрытием, и наиболее адекватной фрактальной модели $D_{фрак}$. При этом для определения размерности по выражению (1) используется метод наложения квадратной сетки на профиль компьютерного изображения фрактала, описывающего данный элемент структуры. Подсчитывается число клеток, в которые попадает исследуемая кривая. Сторона квадрата минимизируется при помощи возможностей компьютера. Расчет осуществляется, когда расстояние между параллельными сторонами клетки становится достаточно малым.

Сходимость фрактальных описаний оценивается отношениями:

$$k_1 = \frac{D_{конт} - D_{покp}}{D_{конт}}, \quad k_2 = \frac{D_{фрак} - D_i}{D_{фрак}}, \quad (2)$$

где k_1 и k_2 – коэффициенты сходимости (чем ближе величина k к нулю, тем больше совпадают фрактальные описания покрытия, контактирующей костной ткани и фрактальной модели, а значит, для напыления необходимо использовать режимы, при которых была получена данная характеристика структуры).

Экспериментальные исследования состояли из трех этапов, на которых осуществлялось изучение структур и анализ их сходимости.

1этап. Изучение структуры покрытий (или поверхности) одного из элементов пары производится по микрофотографиям при увеличении $\times 50$ и $\times 500$. Выполняются плоские срезы. Распределение пор по размерам, дисперсия размеров и количество пор анализируются при помощи подпрограммы «Гранулы» программы обработки изображений комплекса АГПИМ-6М. Для получения черно-белого изображения используется подпрограмма «Поры». Оценка частоты появления различных форм пор осуществляется путем ручного выделения характерных однородных объектов в поле зрения анализатора.

Путем построения фракталов отмеченных выше типов производится их сравнение с реальными объектами.

2этап. Изучение пористых структур покрытий второго элемента пары, полученных плазменным напылением.

Производится плазменное напыление порошков дисперсностью 40, 60, 80, 180 мкм. Дистанция напыления принимается равной 50, 70, 90, 110, 130 мм. Ток дуги 400, 450, 500, 550 А. Анализ структуры и выбор фрактальной модели осуществляется аналогично этапу 1.

3 этап. Определение технологических режимов.

Осуществляется сравнение полученных фракталов и выделение наиболее совпадающих по форме моделей, описывающих структуры первого и второго элементов пары. При отсутствии полного совпадения возможна экстраполяция режимов в сторону приближения к требуемой форме фрактала. Затем производится уточнение режимов.

Таким образом, определяются режимы напыления непосредственно под каждую структуру.

Выше нами была отмечена проблема обеспечения соответствия поверхностных структур (покрытий) двух сопрягаемых элементов пары не только по общей пористости и размерам пор, но и по их форме. Предположительно в этом случае будет обеспечиваться оптимальное взаимодействие объектов. Одним из перспективных путей решения данной проблемы на наш взгляд является использование фрактального моделирования указанных структур, поскольку в этом случае становится возможным математическое описание объектов и автоматизированная оценка сходимости их по форме при помощи программных средств. Представляет также интерес сравнение полученных в ходе фрактального анализа результатов с результатами многопараметрической оптимизации режимов, выполненной в

Были изучены микрофотографии поверхности одного из элементов пары (торца ротора газодинамической опоры) в сопоставлении с поверхностью плазмонапыленных покрытий карбида вольфрама, нанесенных на подпятник, контактирующий с ротором. Покрытия на подпятнике были получены при сочетании различных режимов напыления. Были построены при помощи специальной компьютерной программы фракталы Mandelbrot, Julia и Julia-2 с различным числом итераций и геометрических параметров. При этом установлено следующее.

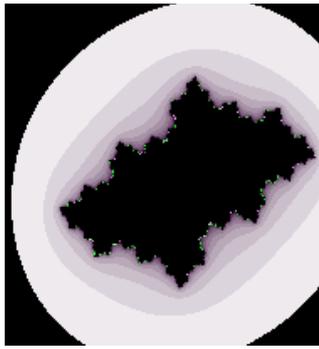
В структуре поверхности торца ротора встречаются фракталы Mandelbrot, Julia, Julia-2. При этом более 65% образований соответствует форме фрактала Julia, 25% – Mandelbrot и около 10% – Julia-2.

Среди изображений структур покрытий не удалось выявить структур, напоминающих «Ковер Серпинского». Фракталы Julia составляют около 70%, Mandelbrot – 7-8 % и Julia-2 – 23-22%.

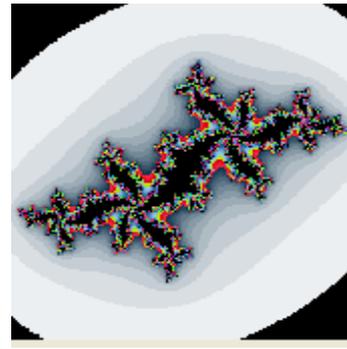
Фрактальное компьютерное моделирование и сопоставление вариантов моделей с изображениями реальных фракталов покрытий на подпятнике показали, что среди фракталов вида Julia в покрытиях объекты с параметрами: $X_{min} = -4$, $X_{max} = 1,5$, $Y_{min} = -3$, $Y_{max} = 1,5$, $A = -0,5$, $B = 0,4$, $C = 300$ составляют около 89%, с параметрами $X_{min} = -1,5$, $X_{max} = 1,5$, $Y_{min} = -1,5$, $Y_{max} = 1,5$, $A = -0,5$, $B = 0,4$, $C = 300$ – около 8%, остальное приходится на другие формы данного фрактала. В структурах поверхности ротора абсолютно преобладают фракталы Julia с параметрами: $X_{min} = -4$, $X_{max} = 1,5$, $Y_{min} = -3$, $Y_{max} = 1,5$, $A = -0,5$, $B = 0,4$, $C = 300$.

Рассчитанные по формуле (1) фрактальные размерности структур поверхности торца ротора и их отклонения от размерности модели, определенные по (2), приведены в табл. 1. В табл. 2 приведены рассчитанные фрактальные размерности структур покрытий на подпятнике и их отклонения от размерности моделей. Видно, что наименьшее расхождение с моделью имеет покрытие, полученное при напылении порошка карбида вольфрама дисперсностью 40-60 мкм на дистанции 90 мм и токе дуги 400-450 А.

При сопоставлении внешнего вида структурных форм, их фрактальных размерностей и с учетом частоты появления в покрытии на подпятнике и роторе выявлено, что покрытие на подпятнике, формируемое порошком дисперсностью 40-60 мкм при токе дуги 400-450 А, полностью идентично по фрактальной размерности структурных элементов параметрам поверхности торца ротора. На рис. 3 приведены значения отклонений фрактальной размерностей структурных элементов покрытий подпятника и торца ротора.



$X_{\min} = -4; X_{\max} = 1,5; Y_{\min} = -3,$
 $Y_{\max} = 1,5 D = 1,214$
 а



$X_{\min} = -1,5; X_{\max} = 1,5; Y_{\min} = -1,5; Y_{\max} = 1,5$
 $D = 1,372$
 б

Рис. 3. Наиболее часто встречающиеся в плазмонапыленных пористых структурах формы фрактала Julia

Таблица 1

Фрактальные размерности костных структур и их расхождение от параметров фрактальных моделей

Параметр	Торец ротора (центральная область)			Торец ротора (периферия)		
	Режим 1	Режим 2	Режим 3	Режим 1	Режим 2	Режим 3
D_k	1,195	1,205	1,395	1,236	1,236	1,186
$\delta, \%$	1,57	0,7	1,57	1,8	0,3	2,3

Таблица 2

Фрактальные размерности структуры плазмонапыленного карбида вольфрама и их расхождение от параметров фрактальных моделей

Параметр	Подпятник (периферия)			Подпятник (центральная область)		
	Режим 1	Режим 2	Режим 3	Режим 1	Режим 2	Режим 3
D_n	1,189	1,236	1,175	1,157	1,287	1,599
$\delta, \%$	2,06	1,8	3,2	4,7	6,0	31,7

Таблица 3

Сходимость фрактальных параметров структуры покрытия на подпятнике и поверхности торца ротора

Параметр	Периферия			Центральная область		
	Режим 1	Режим 2	Режим 3	Режим 1	Режим 2	Режим 3
D_n	1,189	1,236	1,175	1,157	1,287	1,599
D_k	1,236	1,236	1,186	1,195	1,205	1,395
$\delta, \%$	3,8	0	0,9	3,2	6,8	15,3

Анализ влияния режимов напыления на фрактальную размерность структуры покрытий показал следующее. Фрактальная размерность структурных элементов увеличивается при напылении на больших токах дуги и при применении порошков меньших дисперсностей. Этот факт можно объяснить тем, что мелкодисперсные частицы формируют более рельефное покрытие, образованное агломератами с большим количеством элементов профиля за счет большего количества частиц, участвующих в их образовании. Граница таких агломератов (или макропор, ограниченных ими) становится более сложной, чем при применении крупнодисперсных порошков, образующих овальные сглаженные агломераты, часто сохранившие твердое сфероидное ядро.

При увеличении тока дуги возрастает степень проплавления частиц и при ударе о поверхность основы они в большей степени деформируются, интенсивно растекаясь по

поверхности. При этом образуются «языки» и брызги, увеличивающие сложность контура агломератов и, как следствие – их размерность.

Проведенные нами исследования позволяют предложить следующую общую методологию разработки технологии плазменно-дугового напыления порошковых покрытий с заданными свойствами, соответствующим характеристикам контактирующей с внешней стороной покрытия поверхности, а также полнее отвечающих условиям функционирования в изделиях.

1) По техническим условиям на изделие определяются адгезия и пористость покрытия.

2) По зависимостям, полученным в [2] определяются технологические режимы напыления, включающие ток дуги, дистанцию, размеры исходных частиц с учетом их возможного термоударного дробления и последующего растекания по поверхности основы.

3) Находятся компромиссные значения режимов, обеспечивающие оптимальное сочетание адгезии и пористости покрытия.

4) На установленных режимах осуществляют напыление покрытия на одну из деталей сопрягаемой пары.

5) Изучают структуру поверхности полученного покрытия, включая фрактальный анализ формы пор и определение их размеров, а также параметров микрорельефа.

6) Режимы корректируются с учетом получения формы пор, соответствующей наиболее распространенным порам.

7) Осуществляется подготовка порошков и поверхности под напыление, обеспечивающая минимизацию случайных факторов, могущих вызвать отклонение требуемой фрактальной размерности элементов структуры покрытия.

8) Выбирается схема напыления покрытия: двухслойное, с переходным композиционным слоем, многослойное.

Типовой технологический процесс плазменного напыления покрытий по предлагаемой методологии может состоять из следующих основных этапов:

- выбор и обоснование материала основы и покрытия;
- подготовка напыляемого материала (ультразвуковое дробление исходного порошка для получения требуемой дисперсности и выравнивания фракционного состава);
- подготовка поверхности основы перед напылением (формирование микрорельефа с однородной шероховатостью с определенной ориентацией рисок путем, например, ультразвукового микрорезания);
- контроль качества подготовки;
- процесс плазменного напыления (режимы выбираются по критерию обеспечения требуемой фрактальной размерности поверхностных структур);
- окончательная доработка детали (при необходимости шлифовка, доводка, полировка, ультразвуковая размерная обработка);
- контроль качества покрытия и упаковка.

Выводы

1. На основе анализа фрактальной размерности поверхностных структур сопрягаемых элементов пары деталей возможно оптимизировать технологические режимы их обработки, в частности – плазменного напыления покрытий, по критерию совпадения параметров микрорельефа и структуры.

2. На примере покрытий деталей газодинамических опор установлена хорошая сходимост теоретических предпосылок и реального эксперимента по выявлению оптимальных режимов напыления покрытий, при которых обеспечивается расхождение фрактальной размерности элементов структуры поверхностей сопрягаемых элементов пары в пределах (0-3)%.

3. Разработана и экспериментально подтверждена методология разработки технологического процесса плазменного напыления порошковых покрытий с учетом контактного сопряжения деталей по совпадению размеров и формы элементов структуры.

ЛИТЕРАТУРА

1. Кудинов В.В. Нанесение плазмой тугоплавких покрытий / В.В. Кудинов, В.М. Иванов. М.: Машиностроение, 1981. 220 с.
2. Протасова Н.В. Управление формообразованием и свойствами биокомпозиционных покрытий дентальных имплантатов при электроплазменном напылении: дис. ... канд. техн. наук / Н.В. Протасова. Саратов, 2000. 251 с.
3. Бекренев Н.В. Исследование морфологии поверхности и структуры титанового плазменно-дугового покрытия / Н.В. Бекренев, Д.В. Трофимов, Н.В. Протасова // Современная электротехнология в промышленности центра России: тр. VII региональной науч.-техн. конф. Тула, 2 июня 2004 г. Тула: ТулГУ, 2004. С. 120-126.
4. Лясников В.Н. Плазменное напыление / В.Н. Лясников, А.Ф. Большаков, В.С. Емельянов. Саратов: Изд-во Сарат. ун-та, 1992. 200 с.
5. Синергетика и фракталы в материаловедении / В.С. Иванова, А.С. Баланкин, И.Ж. Бунин, А.А. Оксогоев. М.: Наука, 1994. 430 с.

Протасова Наталия Владимировна – кандидат технических наук, доцент кафедры «Физическое материаловедение и технология новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Protasova Nataliya Vladimirovna – Candidate of Technical Sciences, Associate Professor of the Department of «Material Physis and New Material Technology of Saratov StatenTechical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 621.785.532

К.Н. Рамазанов, И.З. Хайруллина, А.А. Ковалевич

ФОРМИРОВАНИЕ ЗАЩИТНО-УПРОЧНЯЮЩИХ ПОКРЫТИЙ НА ПОВЕРХНОСТИ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ МЕТОДОМ ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ

Исследованы закономерности формирования градиентно-слоевой структуры и фазового состава диффузионной зоны, возникающей в результате ионного азотирования с эффектом полого катода (ЭПК) биосовместимых материалов на основе титановых сплавов ВТ-6 и ВТ-20 и их влияния на механические свойства. Для сравнения проведено азотирование в тлеющем разряде без ЭПК.

Ионное азотирование; эффект полого катода; титановые сплавы; микроструктура; фазовый состав

K.N. Ramazanov, I.Z. Khairullina, A.A. Kovalevich

THE FORMATION OF PROTECTIVE, STRENGTHENING COATINGS ON THE SURFACE OF TITANIUM ALLOYS BY ION NITRIDING

The mechanisms of formation of gradient-layered structure and phase composition of the diffusion zone of biocompatible materials based on titanium

alloy VT-6 and BT-20 which formed by ion nitriding with the hollow cathode effect (HCE) and their influence on the mechanical properties are investigated. For comparison, nitriding in a glow discharge without HCE is carried out.

Ion nitriding; effect of hollow cathode, titanium alloys, microstructure, phase composition

Введение. Для расширения области практического применения титановых сплавов BT-6 и BT-20 в медицине, в частности для изготовления тяжелонагруженных компонентов имплантатов, необходимо увеличить прочностные характеристики, коррозионную стойкость, твердость поверхностных слоев, а так же снизить концентрацию токсичных атомов легирующих элементов на контактной поверхности изделий и уменьшить возможность их вывода в растворы и ткани живых организмов [1, 2]. Одним из способов повышения этих свойств является формирование защитно-упрочняющих покрытий методом ионного азотирования, позволяющим получать градиентно-слоевую структуру с плавным изменением фазового состояния по глубине модифицированных приповерхностных слоев без резких границ между ними [3].

Целью данной работы является исследование влияния ионного азотирования как в условиях проявления ЭПК, так и без него, на структуру, фазовый состав и микротвердость диффузионного слоя титановых сплавов BT-6 и BT-20.

Методика проведения исследований. Эксперименты проводились на базе модернизированных установок ЭЛУ-5 и ННВ-6,6-И1.

Для интенсификации процесса насыщения обрабатываемой поверхности в работе предложено использование тлеющего разряда с ЭПК, который позволяет существенно увеличить плотность ионного тока вследствие многократной осцилляции электронов в катодной полости, образованной поверхностью детали и экраном [4, 5, 6].

Эксперименты проводились в импульсном режиме на образцах из материалов BT-20, BT-6, в качестве рабочего газа использовалась смесь азота, аргона (N_2 15%, Ar 85%).

Образцы подвергались предварительной ионной чистке при $P = 50$ Па, $I = 0,2$ А, $U = 700$ В, в процессе катодного распыления температура поверхности не превышала $T = 450^\circ C$ (время очистки составило 15 минут) и далее:

– высокотемпературному азотированию в тлеющем разряде без ЭПК, при $P = 300$ Па, $I = 860$ мА, $U = 700$ В. Температура поверхности обрабатываемых образцов составила $T = 700^\circ C$; обработка проводилась в течение $t = 4$ ч;

– высокотемпературному азотированию в тлеющем разряде с ЭПК, при $P = 300$ Па, $I = 1200$ мА, $U = 500$ В. Температура поверхности обрабатываемых образцов составила $T = 700^\circ C$; обработка проводилась в течение $t = 4$ ч.

Для выявления структуры азотированного слоя были проведены микроструктурные исследования с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ), а детальное исследование фазового состава – с использованием рентгеноструктурного анализа (ДРОН-4-07).

Экспериментальные результаты и их обсуждение. Результаты замеров микротвердости с поверхности образцов BT-20 и BT-6 приведены в таблице.

Микротвердость с поверхности азотированных образцов

Вид и параметры обработки	Материал	Исходная микротвердость H_v , МПа	Микротвердость после обработки H_v , МПа
Высокотемпературное азотирование в тлеющем разряде без ЭПК	BT-6	5480	14860
	BT-20	4000	9600
Высокотемпературное азотирование в тлеющем разряде с ЭПК	BT-6	5480	15100
	BT-20	4000	9900

Установлено, что в результате высокотемпературного азотирования как в условиях проявления эффекта полого катода (ЭПК) так и без него, произошло увеличение микротвердости в 2,5-3 раза, что связано с образованием в поверхностной зоне азотирования нитридов титана различного стехиометрического состава (TiN , Ti_2N). Более высокие значения поверхностной микротвердости установлены на образцах после обработки в тлеющем разряде с ЭПК, вследствие интенсификации процесса насыщения обрабатываемой поверхности ионами азота.

На рис. 1 приведено изменение микротвердости по глубине диффузионного слоя для сплава ВТ-20, азотированного в тлеющем разряде как в условиях проявления ЭПК, так и без него. Эффективная толщина слоя определялась по кривой распределения твердости до значения твердости неазотированного материала.

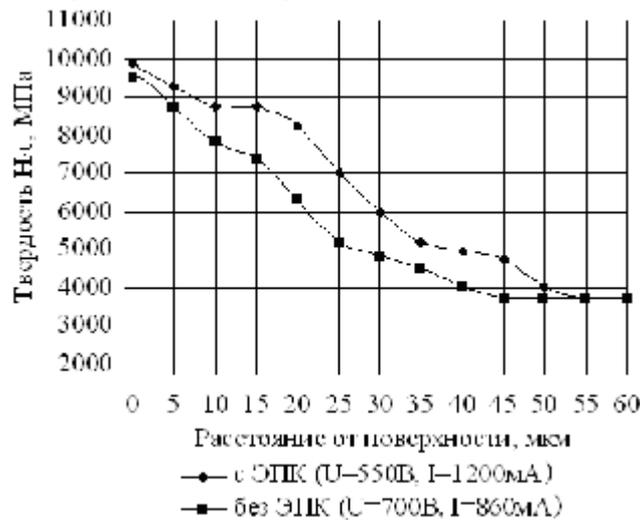


Рис. 1. Изменение микротвердости по глубине азотированного слоя сплава ВТ-20

Из рис. 1 видно, что азотирование в тлеющем разряде с ЭПК позволяет увеличить глубину азотированного слоя на 30% по сравнению с азотированием без ЭПК при равных параметрах процесса, таких как рабочее давление и длительность насыщения.

Увеличение глубины азотированного слоя на образцах, азотированных в тлеющем разряде в условиях ЭПК, объясняется увеличением степени ионизации, более высокой плотностью тока, что приводит к интенсификации процессов распыления поверхности (так как нитридный слой, формируемый на поверхности является барьером для эффективного насыщения основы атомами азота), конденсации нитридов титана и диффузии атомов азота в глубь материала.

На рис. 2 показана структура образцов из титанового сплава ВТ-6, подвергнутых высокотемпературному азотированию в тлеющем разряде как в условиях проявления ЭПК, так и без него.

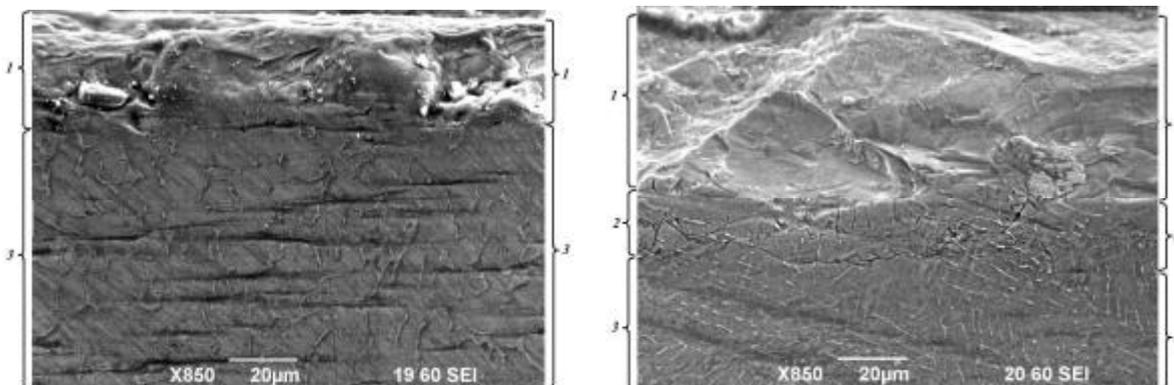


Рис. 2. Микроструктура образцов из титанового сплава ВТ-6 после высокотемпературного азотирования в тлеющем разряде: а – без ЭПК; б – с ЭПК.

На рис. 2 приняты следующие условные обозначения: 1 – нитридный слой, 2 – диффузионный слой, 3 – основа.

Анализ структуры титанового сплава ВТ-6 после высокотемпературного азотирования в тлеющем разряде как в условиях проявления ЭПК, так и без него (рис. 3) показывает, что на поверхности образуется плотная, хорошо сцепленная с матрицей нитридная пленка, которая придает азотируемому материалу золотистый цвет, а также наличие диффузионной зоны. При этом образуются однородные гомогенные слои с ожидаемым градиентом изменения микроструктуры от поверхности образцов к сердцевине.

Установлено, что глубина нитридного и диффузионного слоя в случае проявления ЭПК больше по сравнению с насыщением без ЭПК при равных параметрах процесса, таких как рабочее давление и длительность насыщения, что обусловлено влиянием более концентрированного потока заряженных частиц и как следствие более интенсивными процессами диффузии.

Анализ микроструктуры (рис. 2) показал, что высокотемпературное азотирование приводит к формированию пластинчатой структуры с колониальным расположением пластин α -фазы. Из литературных источников [7, 8] известно, что пластинчатая микроструктура обладает повышенной термической стабильностью, обеспечивает повышенную вязкость разрушения, ударную вязкость, более высокое сопротивление распространению усталостных трещин, повышенное сопротивление ползучести, более высокую длительную прочность.

На рис. 3 показана дифрактограмма поверхности сплава ВТ-6 в исходном состоянии.

Дифрактограмма сплава ВТ-6 в исходном состоянии содержит рефлексы от ГПУ- и ОЦК-решеток α - и β -фаз с соотношением их интенсивности, отвечающим теоретическому [7]. Параметры кристаллических решеток α - и β -фаз были соответственно равны: $a_\alpha=0,29$ нм, $c_\alpha=0,467$ нм, и $a_\beta=0,331$ нм.

На рис. 4-5 показаны дифрактограммы образцов, прошедших высокотемпературное азотирование в тлеющем разряде.

Анализ дифрактограммы образца после высокотемпературного азотирования показал, что произошло увеличение β -фазы в связи с приближением к температуре полиморфного превращения $\alpha \rightarrow \beta$ -фазу (рис. 4). Высокотемпературное азотирование привело к синтезу нитрида титана различного стехиометрического состава (Ti_2N , $TiN_{0.30}$, $TiN_{0.90}$, Ti_4N_{3-x}), что связано с протеканием различных диффузионных процессов и химических реакций в процессе насыщения.

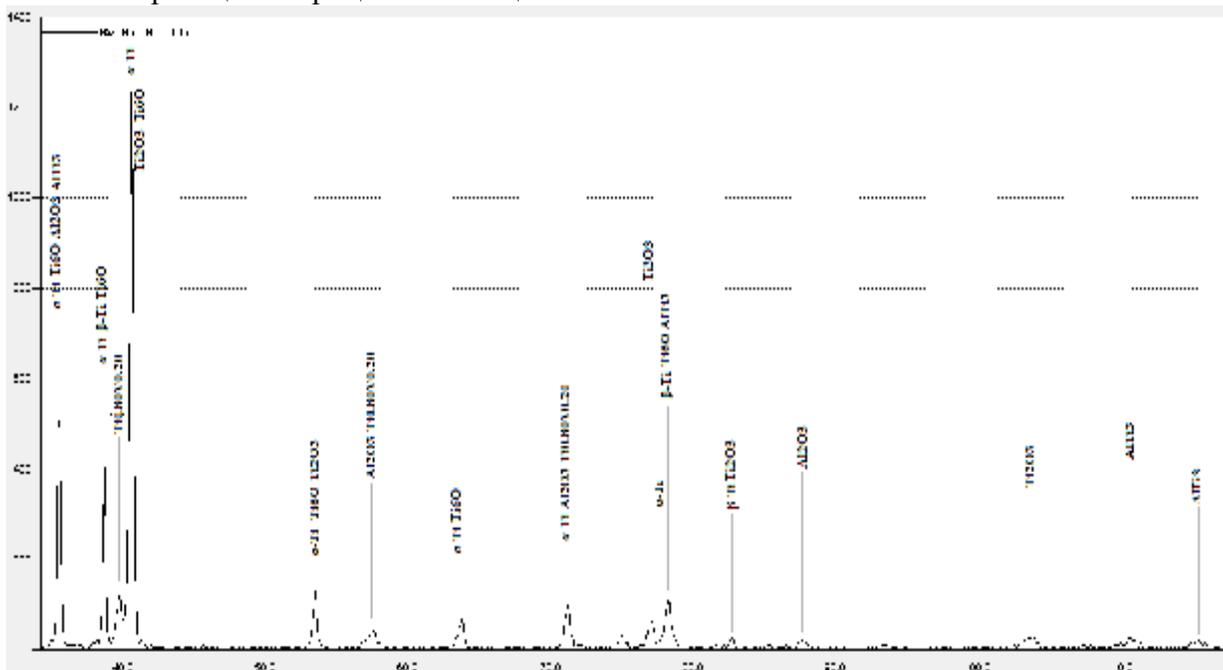


Рис. 3. Дифрактограмма сплава ВТ-6 в исходном состоянии

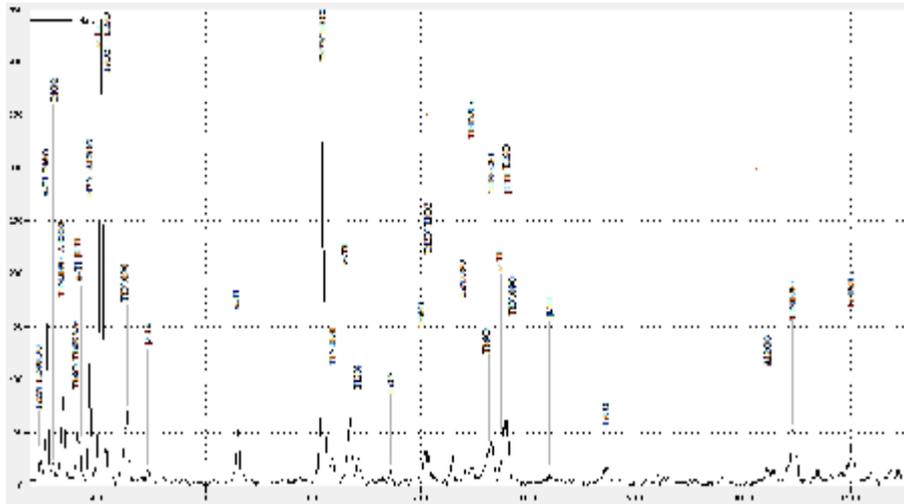


Рис. 4. Дифрактограмма сплава ВТ-6 после высокотемпературного азотирования без ЭПК

Выявлено образование оксидов титана различного полиморфного состояния (Ti_6O , TiO_2), что связано с высокой химической активностью титана по отношению к кислороду. Полиморфизм вызывается в основном действием двух факторов – давления и температуры.

Анализ дифрактограммы образца после высокотемпературного азотирования в тлеющем разряде с ЭПК показал, что произошло уменьшение количества α -фазы по сравнению с исходным образцом, что связано приближением к температуре полиморфного превращения (рис. 5).

Установлено, что высокотемпературное азотирование с ЭПК по сравнению с высокотемпературным азотированием без ЭПК привело к увеличению количества β -фазы, нитридов титана, а также оксидов (Ti_6O , Al_2O_3), что связано с интенсификацией процесса азотирования за счет большей генерации заряженных частиц осциллирующими электронами. Также установлено образование сложного интерметаллидного соединения Ti_3AlN .

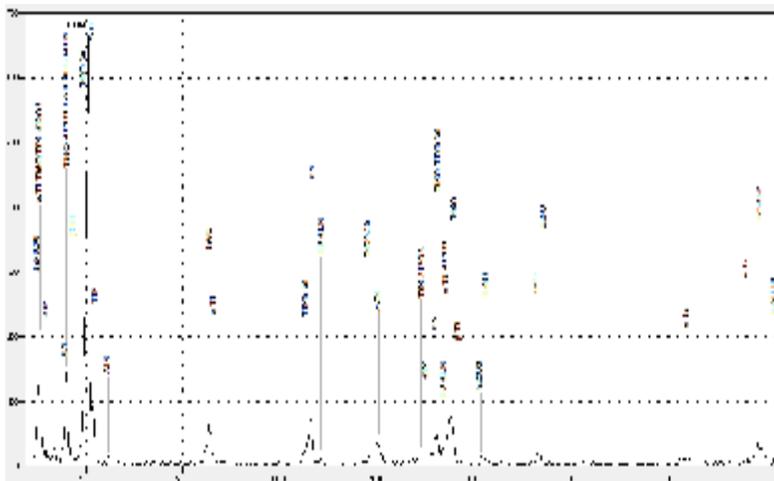


Рис. 5. Дифрактограмма сплава ВТ-6 после высокотемпературного азотирования с ЭПК

Выводы. В результате высокотемпературного ионного азотирования титановых сплавов ВТ-6 и ВТ-20 возникают внешние поверхностные слои на основе нитридных фаз и происходит изменение химического и фазового состава примыкающих к ним внутренних модифицированных слоев сплавов, что ведет к формированию градиентно-слоевых материалов. При этом особую важность для всего комплекса физико-механических свойств таких гетерогенно-слоевых материалов имеют как свойства поверхностного слоя, так и морфология и структура границ раздела различных модифицированных подзон приповерхностного слоя. Подобные границы могут играть роль мезоконцентраторов напряжений в процессе деформирования материалов с гетерогенной и/или градиентной

структурой поверхностных слоев. Применение ЭПК приводит к интенсификации процесса диффузионного насыщения и к активным химическим реакциям на обрабатываемой поверхности, при этом происходит значительное увеличение микротвердости поверхности и глубины диффузионного слоя, а также интенсивное образование нитридов титана и легирующих элементов (VN, AlN), оксидов различного полиморфного состояния (Ti_6O , Al_2O_3) и сложного интерметаллидного соединения Ti_3AlN . Формирование внешнего слоя из моонитрида титана с низким содержанием атомов V в его составе и структуры примыкающей к ней деформируемой зоны, характеризующейся плавным изменением структурно-фазового состояния соседних подзон, составляет основу технологии получения нитридного защитно-упрочняющего покрытия для титановых сплавов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Стоматологические имплантаты. Исследование; разработка, производство и клиническое применение / А.В. Лясникова, А.В.Лепилин, Н.В.Бекренев, Д.С.Дмитриенко. Саратов: СГТУ, 2006.
2. Комплексные технологии создания износостойких высоконагруженных компонентов эндопротезов крупных суставов из титановых сплавов / А.А. Ильин, А.М. Мамонов, В.Н. Карпов, Л.М. Петров // Технология машиностроения. 2007. №9. С. 43-46.
3. Теория и технология азотирования / Ю.М. Лахтин, Я.Д. Коган, Г.И. Шпис, З. Бемер. М.: Металлургия, 1991. 320 с.
4. Шехтман С.Р. Использование разряда с полым катодом для обработки поверхности конструкционных материалов / С.Р. Шехтман, В.В. Будилов, Р.М. Киреев // Физика и химия обработки материалов. 2001. №2. С. 31-35.
5. Крендель Ю.Е. Эффект полого катода при азотировании в тлеющем разряде / Ю.Е. Крендель, Н.М. Лемешев, А.И. Слосман // Электронная обработка материалов. 1990. Вып. 6. С. 38-47.
6. Будилов В.В. Технология ионного азотирования в тлеющем разряде с полым катодом / В.В. Будилов, Р.Д. Агзамов, К.Н. Рамазанов // МиТОМ. 2007. №7. С. 25-29.
7. Титановые сплавы. Металловедение титана и его сплавов / С.П. Белов, М.Я. Брун, С.Г. Глазунов и др. М.: Металлургия, 1992. 352 с.
8. Шашков Д.П. Азотирование титана и его сплавов / Д.П. Шашков, В.Е. Кольцов // Материалы и поверхностное упрочнение деталей машин и инструментов для повышения их надежности и долговечности. М.: МАДИ, 1989. С. 86-94.

Рамазанов Камиль Нуруллаевич – кандидат технических наук, доцент кафедры «Технология машиностроения» Уфимского государственного авиационно-технического университета

Ramazanov Kamil Nurullaevich – Candidate of Science, associate professor of Mechanical Engineering Department, Ufa State Aviation Technical University

Хайруллина Ильяна Закуановна – студент кафедры «Технология машиностроения» Уфимского государственного авиационно-технического университета

Khairullina Ilyana Zakuanovna – student of the Mechanical Engineering Department, Ufa State Aviation Technical University

Ковалевич Александра Андреевна – студент кафедры «Технология машиностроения» Уфимского государственного авиационно-технического университета

Kovalevich Aleksandra Andreevna – student of the Mechanical Engineering Department, Ufa State Aviation Technical University

С.К.Сперанский, К.С.Сперанский, А.А.Потапов

НАПЫЛЕНИЕ ПОКРЫТИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НЕЙРОННЫХ СЕТЕЙ И ГЕНЕТИЧЕСКОГО АЛГОРИТМА ОПТИМИЗАЦИИ

С помощью нейронных сетей предсказывается фрактальная размерность покрытия при использовании различных режимов напыления. Для оптимизации процесса обучения нейронных сетей и расчета весовых коэффициентов применен генетический алгоритм, как наиболее прогрессивный в настоящий момент.

Искусственные нейронные сети, весовые коэффициенты, генетический алгоритм, фрактальная размерность

S.K.Speransky, K.S. Speransky, A.A.Potapov

PLASMA SPRAYING COATING IS BASED ON ARTIFICIAL NEURAL NETWORKS AND GENETIC ALGORITHM.

Neural networks are powerful modeling tools used for predicting nonlinear behavior of plasma processes and require a minimum of knowledge about the physical system involved. This approach can be used to predict fractal dimension T_i coatings obtained in the plasma spray process under different parameter settings. Genetic algorithm, is used to create a new and better population of the weight coefficients in neural networks.

Artificial neural networks, weight coefficients, genetic algorithm, fractal dimension

Не имея методики оценки топографических свойств поверхности и ее геометрических характеристик, адекватно отражающей реальные процессы формирования поверхностного рельефа, невозможно с удовлетворительной достоверностью предсказать поведение этой поверхности в процессе эксплуатации детали или изделия. Особая заинтересованность в такой оценке проявляется в прогнозировании эксплуатационных характеристик таких сложных технических систем, как изделия медицинского назначения с повышенными требованиями к надежности и безопасности функционирования [1]. Все это ставит задачу разработки новых подходов в оценке шероховатости поверхности. Одним из возможных направлений поиска таких подходов является использование теории фракталов, а в качестве оценочного количественного параметра – фрактальной (дробной) размерности D и фрактальных сигнатур [2]. Теория фракталов служит базой для количественного описания диссипативных структур, формирующихся в условиях, далеких от равновесных состояний, как это происходит при плазменном напылении [3].

Анализ полученных с помощью электронного микроскопа фотографий агрегатов частиц (рис. 1), напыленных при разных режимах, показывает различие и в их фрактальных размерностях – D . Программная реализация методов вычисления фрактальных характеристик плазмонапыленных покрытий [4, 5, 6] позволяет непосредственно на экране компьютера отображать экспериментальные распределения локальных фрактальных размерностей (рис. 2).

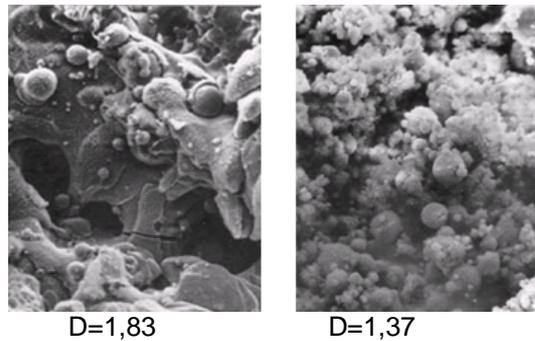


Рис.1. Микроструктура плазмонапыленного биопокрyтия из гидроксипатата при разных параметрах напыления.

Цвет каждой траектории изображения на образце прямо пропорционален значениям D_i . Все изображения получаются в большой палитре псевдоцветов. При этом на двумерном изображении поверхности образца псевдоцветом выделяются все кластеры заданной величиной D фрактальной размерности.

Важной задачей является установить соотношение между параметрами напыления и фрактальной размерностью. В данной работе показано использование нейронных сетей и генетического алгоритма оптимизации для ее обучения. Биологический нейрон имеет тело (сому), дерево входов – дендритов и выход – аксон (рис. 3а). На соме и дендритах располагаются окончания других нервных клеток. Каждое такое окончание называется синапсом. Проходя через синапс, электрический сигнал меняет свою амплитуду: увеличивает или уменьшает. Это можно интерпретировать как умножение амплитуды сигнала на весовой (синаптический) коэффициент, который может меняться в процессе функционирования синапса. Входные сигналы суммируются в соме, и затем на аксонном выходе генерируется выходной импульс, поступающий на дендриты других нейронов. Искусственный нейрон работает подобным образом. Нейронной сетью называется динамическая система, состоящая из совокупности связанных между собой узлов называемых формальными нейронами, и способная генерировать выходную информацию в ответ на входное воздействие.

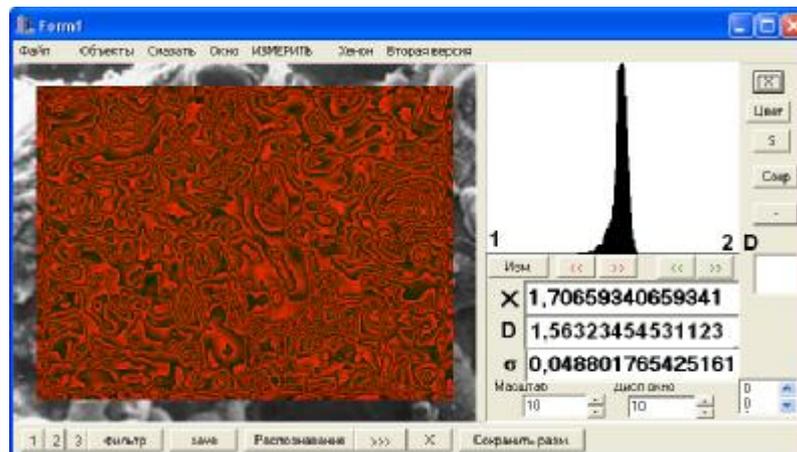


Рис. 2. Поле и экспериментальное распределение локальных фрактальных размерностей
Математическую модель искусственного нейрона можно представить уравнением

$$y = f(R) = f\left(\sum_{i=1}^n w_i x_i + w_0\right) \quad (1)$$

где y – выходной сигнал нейрона; $f(R)$ – функция выходного блока нейрона; w_i – постоянный коэффициент – вес i – го входа; x_i – i -й входной сигнал; $i=1,2,3,\dots,n$ – номер входа нейрона. Выражению (1) может быть поставлена в соответствие структурная схема искусственного нейрона, представленная на рис.3(б). Как видно из рисунка схема включает n входных блоков умножения на коэффициенты w_i , один сумматор и выходной блок функционального

преобразования. Функция, которую реализует выходной блок, получила название *функции активации*. Коэффициенты w_i получили название *синаптических коэффициентов* или *коэффициентов межнейронной связи*. Эти коэффициенты являются аналогами синапсов биологических нейронов.

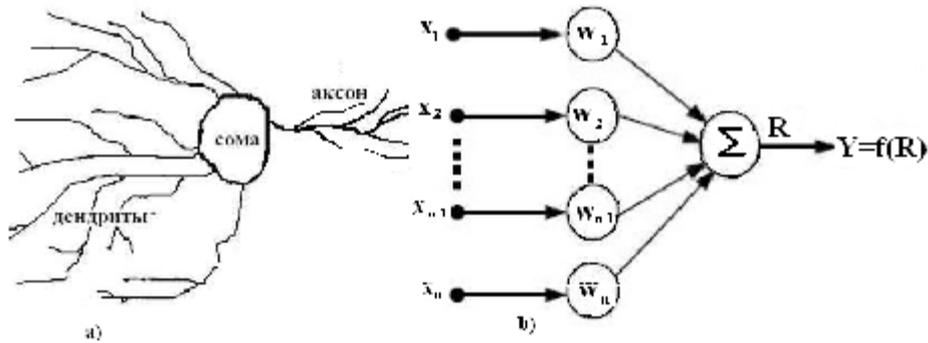


Рис. 3. Биологический (а) и искусственный нейрон (b)

Перед началом работы на блок сумматора подают сигнал начального состояния. На каждый вход нейрона поступают сигналы x_i либо от других нейронов, либо с устройства ввода. Каждый входной сигнал x_i умножается на коэффициент межнейронной связи w_i . В блоке сумматора взвешиваются входные сигналы и алгебраически складываются. Результат суммирования R подается на блок функционального преобразования $f(R)$. Вид функции активации во многом определяет возможности нейронных сетей и метод обучения этой сети. В нашей работе применялась функция активации на базе гиперболического тангенса $f[R(t)]=th[R(t)]$.

Искусственная нейронная сеть (рис. 4) не производит вычислений, она трансформирует входной сигнал (входной образ – ток дуги, дисперсность порошка, дистанция напыления) в выходной (фрактальность нанесенного покрытия) в соответствии со своей топологией и значениями коэффициентов межнейронной связи. При функционировании нейронной сети выделяют два главных режима работы – обучение и рабочий. Суть режима обучения заключается в настройке коэффициентов межнейронных связей на совокупность входных образов конкретной задачи.

Установка коэффициентов осуществляется на примерах, сгруппированных в обучающие множества. Такое множество состоит из обучающих пар (не менее 100), в которых каждому эталонному значению входного образа соответствует желаемое (эталонное) значение выходного образа (таблица).

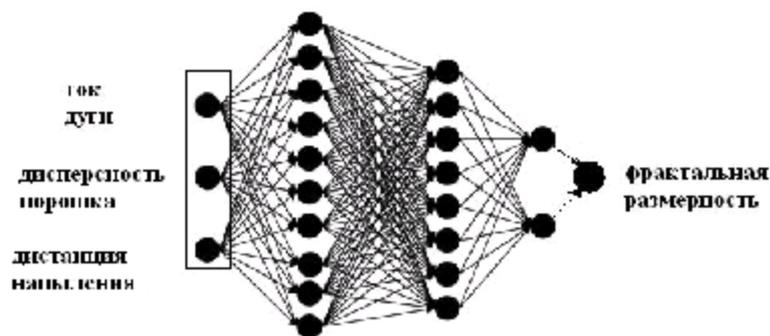


Рис. 4. Искусственная нейронная сеть для моделирования процесса напыления

Пример обучающих пар для расчета коэффициентов межнейронных связей

Режим напыления (входной образ)			Фрактальность покрытия D (выходной образ)
Ток дуги, А	Дисперсность порошка, мкм	Дистанция напыления, мм	
400	50-60	70	2,36

450	70-80	85	2,48
500	40-50	100	2,57

При первой подаче очередного эталонного входного образа (ток дуги, дисперсность порошка, дистанция напыления) выходной сигнал (фрактальность) отличается от эталонного. Блок обучения оценивает величину ошибки и корректирует коэффициенты межнейронных связей с целью ее уменьшения. При каждой последующей подаче этого же эталонного входного образа ошибка уменьшается. Процесс продолжается до тех пор, пока ошибка не достигнет требуемого значения. Подсчет отклонения производится суммированием и делением разности между полученным выходным значением и количеством «пар». Мерой успешности данного решения служит отклонение, являющееся разницей между исходными выходными данными и данными, полученными при подстановке в сеть всех тренировочных входных данных, т.е.

$$otkly_i = |\exp y_i - realy_i|, \quad otkl = \frac{\sum_{i=1}^N otkly_i}{N}, \quad (2)$$

где $\exp y_i$ – значение, полученное при пропуске входных параметров i -го тренировочного комплекта через текущее решение данной сети; $realy_i$ – действительное значение выходного параметра; $otkly_i$ – отклонение сети для i -го тренировочного комплекта; N – общее количество тренировочных комплектов; $otkly$ – среднее отклонение сети по всем тренировочным комплектам, является мерой успешности обучения.

Процесс обучения представляет собой решение задачи оптимизации, целью которой является минимизация функции ошибки на данном множестве примеров путем выборки коэффициентов межнейронных связей. Для того чтобы каждая компонента входного вектора данных лежала на отрезке $[0,1]$ или $[-1,1]$ проводят нормирование и центрирование. При известном диапазоне изменения входной переменной, например $[x_{\min}, x_{\max}]$ целесообразно использовать вид преобразования выполняемый по формуле

$$p = \frac{(x - x_{\min})(p - z)}{(x_{\max} - x_{\min})} + a, \quad (3)$$

где $[a,b]$ – диапазон приемлемых входных сигналов; $[x_{\min}, x_{\max}]$ – диапазон изменения значений входной переменной (например: ток дуги); p – преобразованный входной сигнал, подаваемый на вход нейронной сети.

В качестве алгоритма обучения сетей используется генетический алгоритм, как наиболее прогрессивный на данный момент. Генетический алгоритм – это стратегия выхода из локальных оптимумов, ради достижения глобального минимума. Она заключается в параллельной обработке множества альтернативных решений, концентрируя поиск на наиболее перспективных из них.

Основой эволюционных процессов служит популяция, в данном случае это многообразие сетей, свойства каждой из сетей (особей) представлены в виде набора коэффициентов, образующих матрицы преобразования ($A..Z$) и смещения ($a..z$) каждого слоя, содержащегося в сети. Т.е. решение ищется в виде

$$y = th[Z[th[...th(AX + a)]+...]+z] \quad (4)$$

где X – вектор входных значений.

Нами введены новые понятия: эра – промежуток времени, состоящий из N эпох, реальность – направление развития популяции за период эры. Эти понятия служат для описания усовершенствований в традиционном генетическом алгоритме. В каждый момент времени существуют K реальностей, каждой из которых поставлена в соответствие совокупность нейронных сетей. В момент начала новой эры происходит определение наилучшей совокупности сетей и параметрами остальных нейронных сетей становятся параметры наилучшей. Таким образом, на графике отклонений в момент перехода в новую

эру мы имеем характерную точку, совпадающую с отклонением наилучшей совокупности сетей. Последующее обучение начинается, в отличие от начального момента, с определенных значений достигнутой наилучшей совокупности. Критериями остановки обучения служат прохождение определенного количества эр, либо достижение максимально требуемого отклонения. Следует отметить, что разделение на эры позволяет не только найти наиболее оптимальное решение, но и распределить решение задачи для сети из нескольких компьютеров.

Рассмотрим работу генетического алгоритма функционирования, приведенного на рис. 5, 6.

- 1) Происходит задание начальных параметров обучения и тренировочных комплектов.
- 2) Устанавливается количество эр.
- 3) Количество реальностей можно сделать изменяемым с течением эр.
- 4) Сохраняются все матрицы весовых коэффициентов и смещений лучшей сети из реальности.
- 5) Сравниваются отклонения лучших сетей всех реальностей и находится наименьшее отклонение, что позволяет всем совокупностям сетей новой эры присвоить свойства лучшей реальности предыдущей эры.
- 6) Происходит создание новой совокупности сетей и определение начальных весов всех сетей (если это первая эра, то эти значения произвольны).
- 7) Количество эпох соответствует количеству итераций подбора коэффициентов данной совокупности.
- 8) При достижении максимально требуемого отклонения цикл прерывается.
- 9) В зависимости от выбранных параметров отбора происходит разделение особей на подходящие для дальнейшего размножения и на недееспособные, подлежащие уничтожению.
- 10) Кроссинговер – оператор, который выбирает две родительские особи (сети) и путем передачи некоторых весов от одной к другой образуется необходимое количество новых особей. Мутации – добавляют небольшие изменения к передающим весам. Путём мутаций возможно появление особей с новыми свойствами, лучшими чем у родителей. Коэффициент мутации в данной программе вычисляется по формуле:

$$KM = koef \cdot random(5) \cdot \ln\left(\frac{1}{2 \cdot kvotkl}\right), \quad (5)$$

где *kvotkl* – отклонение между решениями каждой из сетей; *koef* – подбирается для каждой задачи индивидуально и находится в диапазоне от 0,0001 до 0,01; *random(5)* – произвольное число 0...4 применяется для большего разнообразия мутаций.

11) После преобразований старая популяция заменяется на новую и происходит полное преобразование совокупности особей.

12) Происходит сравнение между тренировочными и выходными параметрами, а также рассчитываются отклонения полученного результата от истинного значения.

На этом заканчивается одна итерация.

С математической точки зрения задача обучения нейронных сетей сводится к продолжению функции, заданной в конечном числе точек на всю область определения. При таком подходе входные данные сети считаются аргументами функции, а ответ сети – значением функции.

На этом заканчивается одна итерация.

Описанный алгоритм обладает тем свойством, что если долго пропускать через нейронную сеть все пары входных и выходных векторов, то приходим к такому распределению весов, при котором для каждого входного вектора обеспечивается выработка правильного выходного вектора.

Нейронная сеть и генетический алгоритм реализованы в среде программирования Delphi. В диалоговом окне (рис. 7) устанавливается конфигурация нейронной сети, количество тренировочных пар, количество эпох, количество слоев, адрес регистра, откуда считываются параметры плазменного напыления, и адрес регистра, куда записывается фрактальная размерность. В левой стороне окна показан процесс обучения нейронной сети с каждой итерацией, количество которых задается в окне «количество эпох». Это отклонение подсчитывается по формуле (2) и, как видно из рисунка, с каждой итерацией приближается к нулю. Достоинство данной программы состоит в том, что для обучения и настройки сети можно задавать произвольное количество входных параметров плазменного напыления, а на выходе получать один – фрактальную размерность.

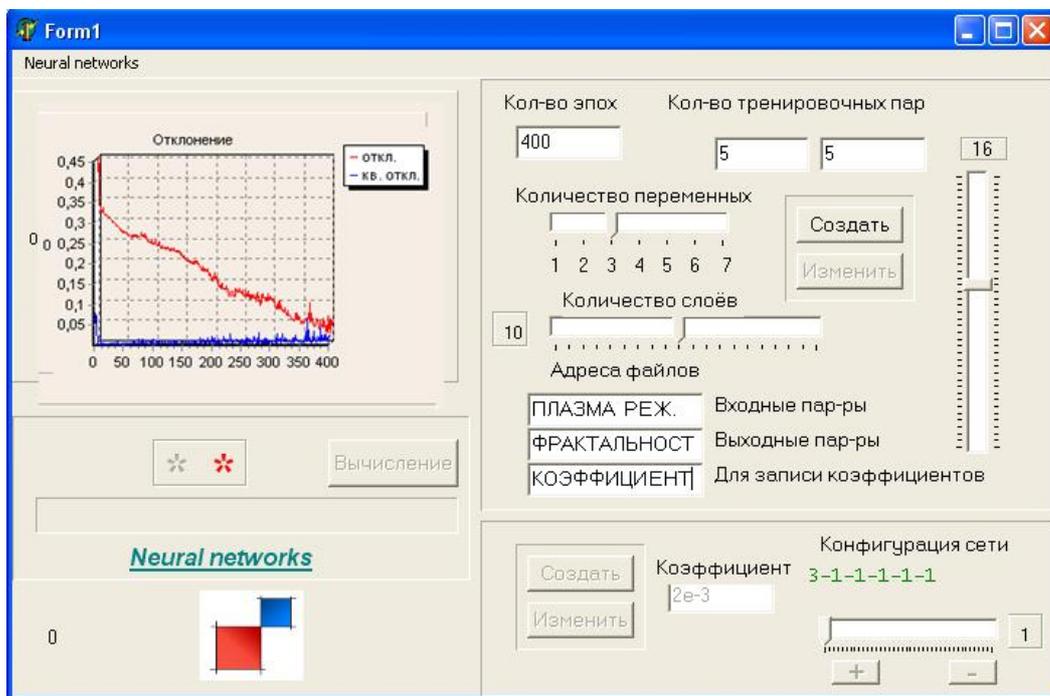


Рис. 7. Диалоговое окно для настройки нейронных сетей для плазменного напыления

Заключение

1. В статье впервые приведена методика определения фрактальной размерности плазмонапыленных покрытий при известных параметрах напыления с использованием нейронных сетей.
2. Обучение нейронных сетей производилось с помощью генетического алгоритма оптимизации как наиболее прогрессивного на данный момент.
3. Нейронная сеть и генетический алгоритм обучения реализованы в среде программирования Delphi.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лясников В.Н. Плазменное напыление в электронике и биомедицинской технике: учеб. пособие для студ. физ.-техн. спец. / В.Н. Лясников, Н.В. Протасова. Саратов : СГТУ, 2010. 285 с.

2. Scale-Sensitive Fractal Analysis for Understanding the Influence of Substrate Roughness in Thermal Spraying», Siegmann / St. & C.A. Brown // United Thermal Spray Conference / ed. Berndt C.C. ASM International, Materials Park, Ohio 44073-0002, USA, Indianapolis, USA, 1997.
3. Кудинов В.В. Нанесение покрытий плазмой / В.В. Кудинов, П.Ю. Пекшев. М.: Наука, 1990. 408 с.
4. Потапов А.А. Фракталы в радиофизике и радиолокации / А.А. Потапов. М.: Логос, 2002. 664 с.
5. Потапов А.А. Фракталы в радиофизике и радиолокации: Топология выборки / А.А. Потапов. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Университетская книга, 2005. 848 с.
6. Новейшие методы обработки изображений: монография / А.А. Потапов, Ю.В. Гуляев, С.А. Никитов, А.А. Пахомов, В.А. Герман; под ред. А.А. Потапова. М.: Физматлит, 2008. 496 с. (по гранту РФФИ № 07 – 07 – 07005).

Сперанский Сергей Константинович – кандидат технических наук, доцент кафедры «Физическое материаловедение и технология новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Speransky Sergey Konstantinovich – candidate of technical science, Saratov State Technical University, senior lecturer chair «Physical substance and technology new materials»

Сперанский Константин Сергеевич – акционерное предприятие «АЛСиТЕК»

Speransky Konstantin Sergeevich – corporate enterprise «ALS&TEC»

Потапов Александр Алексеевич – доктор физико-математических наук Института радиотехники и электроники РАН

Potapov Aleksandr Alecseevich – doctor of physic-mathematical science, Institute of radio engineering and electronics

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 621.793

А.А. Фомин, В.Н. Лясников, А.Б. Штейнгауэр, С.В. Телегин, С.А. Мезенцов

МЕТОДОЛОГИЯ ФРАКТАЛЬНО-СПЕКТРАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ БИОАКТИВНЫХ ПОКРЫТИЙ

Предлагается оригинальная трактовка и область приложения фрактального анализа изображений атомно-силовой микроскопии с использованием фрактальных спектров и интегральной оценки фрактально-спектральной гетерогенности морфологии поверхности гидроксипатитовых покрытий.

Плазменное напыление, фрактальная размерность, фрактальный спектр, морфологическая гетерогенность, покрытие

A.A. Fomin, V.N. Lyasnikov, A.B. Steinhauer, S.V. Telegin, S.A. Mezentsov

METHODOLOGY OF BIOACTIVE COATINGS SURFACE MORPHOLOGY FRACTAL AND SPECTRAL RESEARCH

An original understanding and application field of atomic force microscopy images fractal analysis using fractal spectra and integral evaluation of hydroxyapatite surface morphology fractal and spectral heterogeneity is suggested.

Plasma spraying, fractal dimension, fractal spectrum, heterogeneous morphology, coating

Введение. Одной из функциональных характеристик поверхности биосовместимых покрытий внутрикостных имплантатов является морфологическая гетерогенность, которая, в свою очередь, характеризуется количеством элементов поверхности (выступов, углублений и пор), параметрами микрорельефа, а также фрактальной размерностью. Анализ указанных характеристик является затруднительным, т.к. условия получения изображений различных структур зависят от метода визуализации и характерных для данных методов условий (например, освещенность и спектральный состав излучения для оптической микроскопии, скорость сканирования, усилие прижатия и тип кантилевера при использовании (АСМ) атомно-силовой микроскопии). Указанное выше существенным образом влияет на восприятие визуальной информации как человеческим глазом, так и приборами технического зрения.

Для адекватной оценки условий функционирования внутрикостных имплантатов и других ортопедических конструкций необходимо располагать данными химического состава и основных физико-механических характеристик костной ткани, при этом важно детально исследовать структуру костной ткани и биоактивных покрытий на уровне нанометровых и субмикрометровых структур.

Костная ткань является сложным, уникальным природным образованием, обладающим высокой удельной прочностью и разнообразным клеточным составом. Основными элементами макроструктуры кости являются компактный и губчатый слои. Анализ наноструктуры минеральных биоматериалов позволяет определить важное структурно-функциональное взаимодействие в комплексе «органический – неорганический композит». АСМ внешней поверхности костных трабекул продемонстрировала наличие плотного скопления коллагеновых фибрилл, покрытых минеральными пластинками гидроксиапатита (ГА). Размеры пластинок принимают значения от 30 до 200 нм (рис. 1 в). Исследование наноструктурной архитектуры помогает понять важность рассмотрения такого биокомпозита в целом. Частицы в разных областях отличаются размерами и находятся в диапазоне 25...70 нм с относительным разбросом 30...50 % для параметра длины, а также вдвое меньшей величиной для параметра ширины [1]. Помимо размерных характеристик ГА пластинок костной ткани и элементов поверхности покрытий (наночастиц, волокон, пластинок, пор) мерой сходства может служить мультифрактальная оценка размерности (рис. 4 в).

Методика исследования. Экспериментальными образцами служили пластины из титанового сплава ВТ1-00 толщиной 2 мм, которые при подготовке под покрытие промываются и обезжириваются в моющем растворе ПАВ и спирте при их размещении в ванне с воздействием ультразвуковых колебаний частотой 22 кГц, продолжительности воздействия в течение 1 минуты. Формирование покрытий на основе биокерамики гидроксиапатита кальция (ГА) осуществлялось электроплазменным напылением на установке ВРЕС 744.3227.001 при дистанции напыления 90 мм (рекомендуемое значение [2, 3]), средней дисперсности частиц порошка 90 мкм, токе дуги плазматрона 540 А, напряжении 30 В.

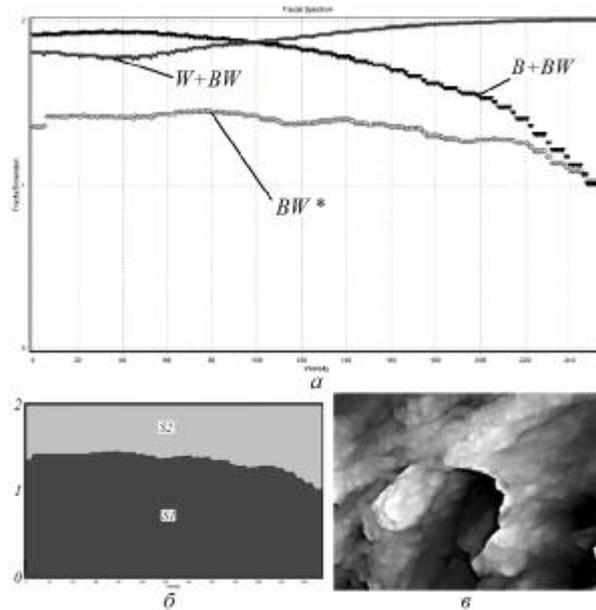


Рис. 1. Фрактально-спектральный анализ изображения АСМ пластинок ГА коллагеновых фибрилл костной ткани: а – фрактальный спектр (BW^* – «черно-белая» характеристика фрактального анализа пограничной области между выступами и впадинами; $B+BW$ – суммарная «черная» и «черно-белая» характеристика фрактального анализа; $W+BW$ – суммарная «белая» и «черно-белая» характеристика фрактального анализа); б – площади $S1$ и $S2$ разграниченные кривой BW ; в – изображение АСМ (ширина кадра 860 нм) [1]

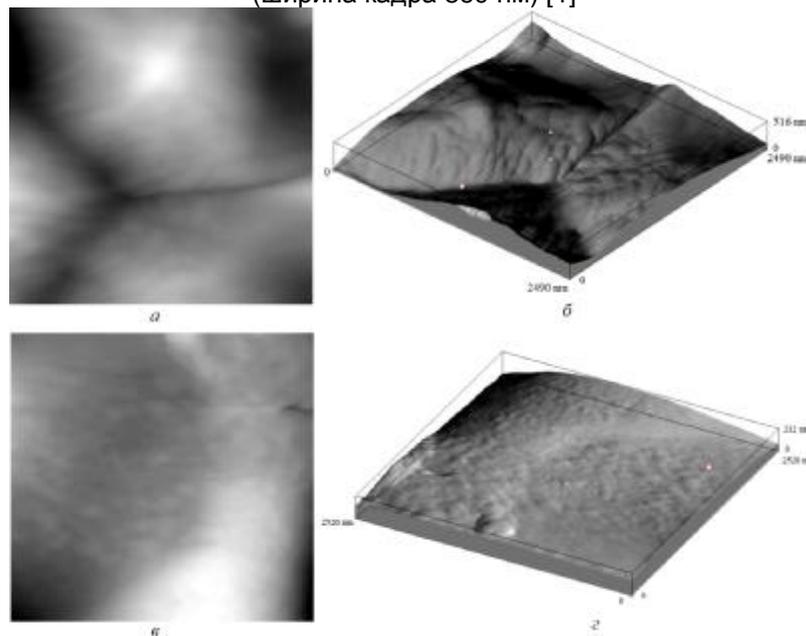


Рис. 2. АСМ и 3D изображения ГА покрытий:
а, б – режим «0»; в, г – режим «0» с воздействием УЗК

Исследовалось влияние термической активации основы перед напылением в интервале температур 20...600 °С, обеспечиваемом применением специально разработанного устройства индукционного нагрева. Образцам покрытий присваивались номера, в которых цифра показывала температуру предварительного нагрева основы («0» – без нагрева, «1» – 100 °С, «2» – 200 °С, ..., «6» – 600 °С).

Методы исследования структурного состояния образцов в нанометровом масштабе предусматривали определение величины показателя фрактальной размерности изображений АСМ костной ткани и поверхности ГА покрытий, сформированных при различных режимах (рис. 2а, 4а, 4б). При этом использовались атомно-силовой микроскоп СММ-2000. Образцы

покрытий с показателями данного комплекса параметров, приближенных к параметрам структуры костных трабекул с минеральными пластинками гидроксиапатита, считались наилучшими как соответствующие необходимому качеству геометрической биоактивности в нанометровом диапазоне. Для адекватной оценки необходимо сравнение структуры в нанометровом масштабе для костной ткани на уровне коллагеновых фибрилл, покрытых пластинками природного ГА. В рамках данного исследования также сравнивались показатели наноструктуры для ГА покрытий, сформированных при воздействии ультразвуковых колебаний (УЗК) амплитудой 8 мкм и частотой 22 кГц, сообщаемых покрываемой основе (рис. 2в). Фрактальные спектры являются функцией фрактальной размерности D от интенсивности I , определяемой в диапазоне от 0 до 254 единиц по бинаризованным изображениям (рис. 1а, 3, 4г-и, 5). Полученные изображения были обработаны специализированной программой с получением фрактальных спектров.

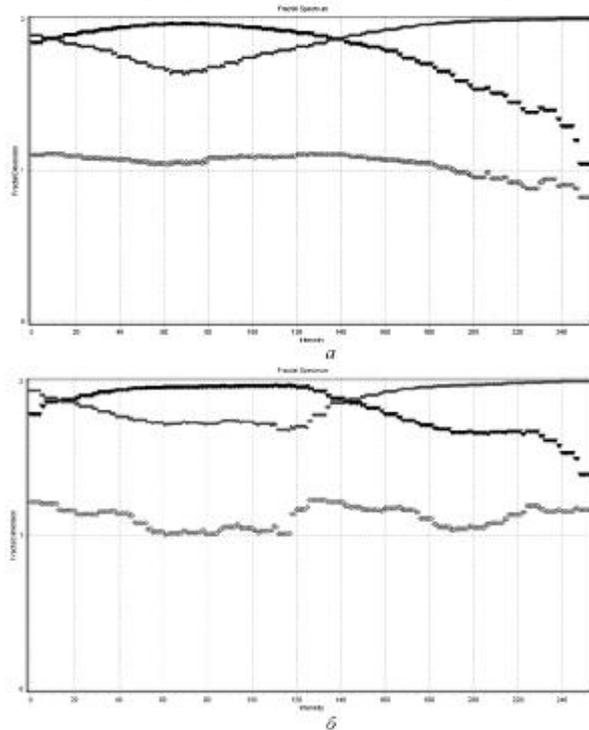


Рис. 3. Спектры образцов ГА покрытий: а – режим «0»; б – режим «0» с УЗК

Принцип обработки изображений ACM показан на примере костной ткани в том же масштабе исследований, что и морфология ГА покрытий (рис. 1 в). Критерием наилучшей геометрической биоактивности поверхности является наибольшая площадь $S1$ фрактального спектра цифровых изображений (рис. 1 б). Целесообразным считается введение новой характеристики количественной оценки морфологической гетерогенности покрытий

$$FSHM = S1/(S1+S2),$$

где $FSHM$ – фрактально-спектральная гетерогенность морфологии (Fractal Spectrum Heterogeneous Morphology); $S1$ – площадь, ограниченная «сверху» кривой BW ; $S2$ – оставшая часть области, характеризующая отсутствие фрактальных свойств «черно-белой» области. При $S2 \rightarrow 0$ показатель $FSHM$ достигает максимума, равного 1.

Наноструктура костной ткани образована переплетением коллагеновых волокон, покрытых ГА пластинками (рис. 1 в). Типичный спектр такой биоструктуры представлен на рис. 1 а, характеризуется равномерностью, функция $D(I)$ – гладкая, имеет «широкий» максимум фрактальной размерности 1,451 для отдельных фибрилл с пластинками ГА и 1,828 для пластинок ГА коллагеновых фибрилл (при меньшем увеличении), показатель $FSHM$ находится на высоком уровне 0,6708 и 0,8102, соответственно. Указанные величины характеризуют кость как морфологически гетерогенный мультифрактальный биообъект с

большим количеством самоподобных структур, равномерно «заполняющих» поверхность по всей площади с устремлением $D \rightarrow 2$ и минимизацией точечных структур с $D \rightarrow 0$.

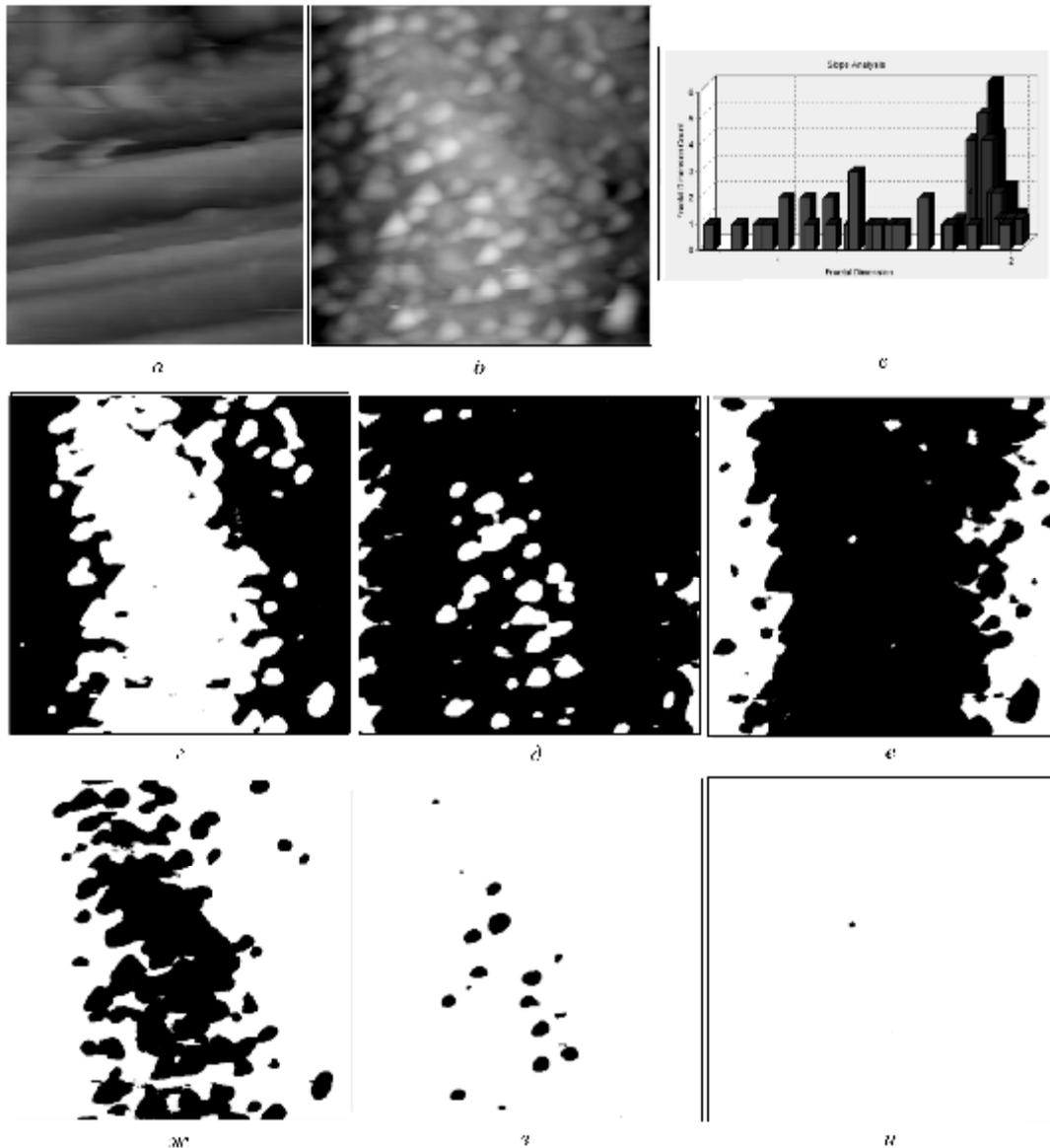


Рис. 4. Фрактально-спектральный анализ изображений АСМ ГА покрытий, полученных по режиму «6»: а – волокнистая структура (ширина кадра 670 нм); б – округлые и овальные наночастицы (ширина кадра 632 нм); в – распределение фрактальных объектов по их размерности; г-и – бинаризованные изображения с шагом изменения интенсивности 50 ед. в интервале [0; 250]

Морфология наноструктуры покрытий ГА определяется условиями растекания напыляемых частиц и интенсивного охлаждения сплэтов, позволяющими сформировать морфологически гетерогенную поверхность. Напыляемые частицы имеют оплавленную поверхность, что обеспечивает их эффективное физико-химическое взаимодействие с материалом основы. При этом сплэты приобретают плоскую, тарельчатую и куполообразную форму на микроуровне, а их поверхностный слой образован, в основном, округлыми и овальными наночастицами (нанометровыми зернами) или субмикрометровыми образованиями – агломератами наночастиц, субмикрометровыми зернами. Именно эти сплэты с наибольшей высотой 10...20 мкм, интенсивно охлаждаются, причем контактная температура и скорость охлаждения определяют тип более тонкой структуры – аморфно-нанокристаллическую, нанокристаллическую или субмикрокристаллическую (рис. 2, 4 а, 4 б) [4-7]. Каждый из этих типов структуры характеризуется своим фрактальным спектром, а комбинация этих типов и пространственно-геометрических особенностей определяет оценку *FSHM*.

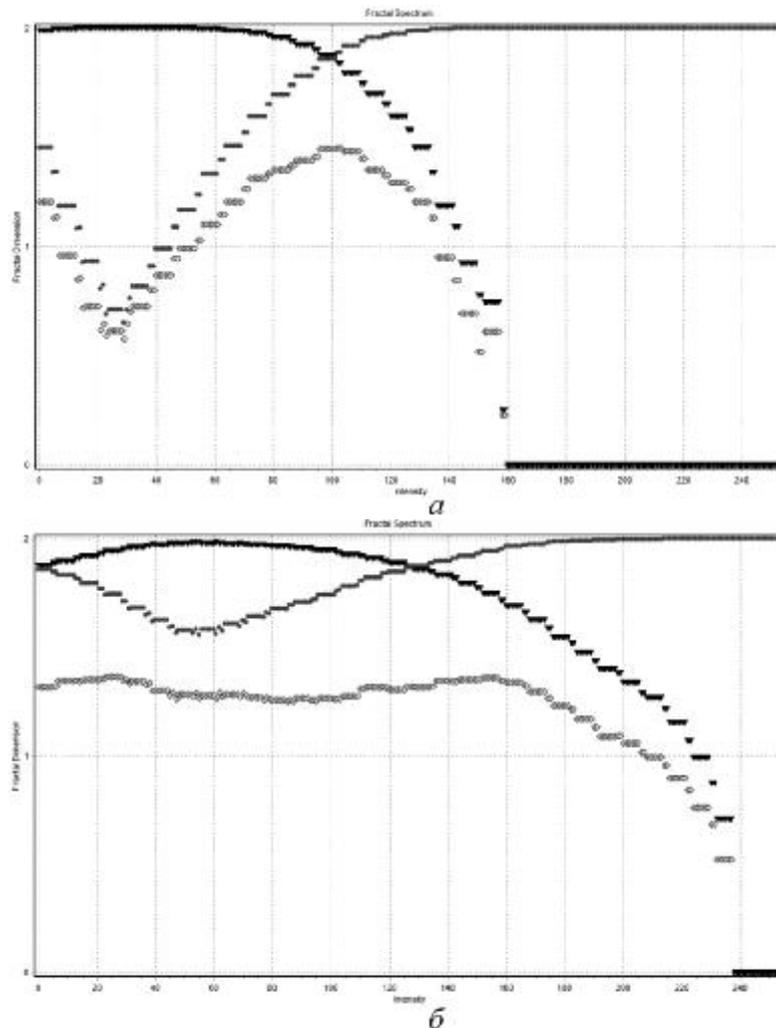


Рис. 5. Спектры образцов ГА покрытий, сформированных по режиму «б»:
а – волокнистая структура; б – равномерная наноструктура

Фрактально-спектральный анализ и оценка морфологической гетерогенности изображений АСМ костной ткани и напыленных гидроксипатитовых покрытий

Фрактальные спектры изменяются в зависимости от температуры предварительного электронагрева титановой основы. При условии полного отсутствия термической активации покрытия, сформированные по режиму «0», характеризуются показателем D равным 1,112 и $FSHM$ – 0,5180. Данные показатели являются невысокими и характеризуют морфологическую гетерогенность данных образцов покрытий на среднем уровне. Дополнительное воздействие на основу УЗК способствует некоторому повышению показателей D до 1,229 и $FSHM$ – 0,5542. Однако данные величины указывают на немного большее сближение их морфологии с аналогичными показателями кости на нанометровом уровне.

В связи с указанными причинами и полученными результатами фрактально-спектрального анализа образцов покрытий, полученных с применением традиционной технологии плазменного напыления и с дополнительным низкоэнергетическим воздействием УЗК, необходимо определить условия нанесения покрытий, приводящие к заметному повышению показателей D и $FSHM$, а именно приближению указанных показателей к структуре кости. Наиболее очевидным является активация основы титановых имплантатов, например, с помощью температурного воздействия, приводящего к лучшему растеканию сплэтов по поверхности основы. Описанное явление сопровождается формированием четко выраженной наноструктуры, представленной овальными и округлыми наночастицами ГА, выявлением новых механизмов структурообразования – кристаллизации с образованием

пластинчатой и волокнистой структуры [4-7]. Термическая активация в диапазоне температур от 450 до 600 °С способствует приближению показателей D и $FSHM$ к параметрам для костной ткани. В качестве примера рассмотрим образец ГА покрытий «б» со структурой поверхности в виде овальных и округлых наночастиц, равномерно распределенных по поверхности (рис. 4 б). При этом получены наибольшие показатели $D = 1,364$ и $FSHM = 0,5706$, что характеризует такие покрытия как морфологически гетерогенные. Однако высокотемпературная активация способствует образованию фазы тетракальцийфосфата (ТФ) волокнистого типа структурной организации (рис. 4 а). Фрактальная размерность достигает своего пика – $D = 1,450$, однако волокна покрыты или образованы наночастицами неравномерно, что сказалось на сужении фрактального спектра и уменьшении $FSHM$ до 0,3325. Последнее считается нежелательным и указывает на необходимость уменьшения количества таких участков по поверхности ГА покрытий.

Выводы. Фрактальная размерность D и оценка фрактально-спектральной гетерогенности морфологии $FSHM$ количественно характеризуют биоактивность покрытий внутрикостных имплантатов. Применение дополнительной термической активации основы в диапазоне температур 450...600 °С позволяет улучшить данные показатели, при этом прослеживается четкая взаимосвязь структуры и рассматриваемых характеристик. Наиболее рациональным считается формирование структуры ГА покрытий, представленной овальными и округлыми наночастицами, образующими на субмикрометровом уровне волокна с определенным периодом их расположения, сходные с костными биоструктурами. Общими требованиями при разработке материалов и покрытий внутрикостных имплантатов является повышение до максимальных значений показателей $D \rightarrow 2$ и $FSHM \rightarrow 1$, однако указанные рекомендации должны учитывать другие требования, связанные с механическими свойствами покрытий.

Работа выполнена при финансовой поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009 – 2013 годы (гос. контракт № П2535 от 20.11.09).

ЛИТЕРАТУРА

1. A New technique for imaging mineralized fibrils on bovine trabecular bone fracture surfaces by atomic force microscopy / J.H. Kindt, G.E. Fantner, P.J. Thurner, G. Schitter, P.K. Hansma // Materials Research Society Symp. Proc. 2005. Vol. 874.
2. Фомин А.А. Плазменно-индукционное получение титан-гидроксиапатитовых покрытий на дентальных имплантатах / А.А. Фомин // Вестник Саратовского государственного технического университета. 2008. № 2 (32). Вып. 1. С. 49-58.
3. Фомин А.А. Плазменное напыление гидроксиапатитовых покрытий титановых имплантатов с нагревом основы / А.А. Фомин, В.Н. Лясников // Технология металлов. 2008. № 9. С. 26-29.
4. Фомин А.А. Структурообразование биокерамических покрытий имплантатов при напылении с предварительной индукционно-термической активацией основы / А.А. Фомин, А.Б. Штейнгауэр, В.Н. Лясников // Инновации и актуальные проблемы техники и технологий: материалы Всерос. науч.-практ. конф. молодых ученых: в 2 т. Саратов: Саратов. гос. техн. ун-т, 2010. Т. 2. С. 33-37.
5. Фомин А.А. Газотермические кальций-фосфатные покрытия и особенности их структурообразования на наноуровне / А.А. Фомин, А.Б. Штейнгауэр, В.Н. Лясников // Сб. матер. Междунар. совещ. зав. каф. материаловедения и технологии конструкционных материалов. Саратов, 2010. С. 132-138.
6. Фомин А.А. Наноструктурирование покрытий внутрикостных имплантатов / А.А. Фомин, А.Б. Штейнгауэр // Защитные и специальные покрытия, обработка поверхности в машиностроении и приборостроении: сб. статей VII Всерос. науч.-практ. конф. Пенза: Приволж. Дом знаний, 2010. С. 84-86.

7. Фомин А.А. Структурообразование биокерамических напыленных покрытий, сформированных с предварительной индукционно-термической активацией основы имплантатов / А.А. Фомин, В.Н. Лясников // Вестник Саратовского государственного технического университета. 2010. № 3 (48). Вып. 3. С. 94-98.

Фомин Александр Александрович – кандидат технических наук, доцент кафедры «Физическое материаловедение и технология новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Fomin Aleksandr Aleksandrovich – Candidate of Technical Sciences, Associate Professor, Department of Physical Material Science and Technology of New Materials, Saratov State Technical University

Лясников Владимир Николаевич – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Физическое материаловедение и технология новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Lyasnikov Vladimir Nikolaevich – Doctor of Technical Sciences, Professor, Chair, Department of Physical Material Science and Technology of New Materials, Saratov State Technical University

Штейнгауэр Алексей Борисович – ОАО «Саратовский радиоприборный завод»

Steinhauer Aleksey Borisovich – Saratov Radio Instrument Plant

Телегин Сергей Владимирович – студент кафедры «Физическое материаловедение и технология новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Telegin Sergey Vladimirovich – Student, Department of Physical Material Science and Technology of New Materials, Saratov State Technical University

Мезенцов Сергей Александрович – студент кафедры «Физическое материаловедение и технология новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Mezentsov Sergey Aleksandrovich – Student, Department of Physical Material Science and Technology of New Materials, Saratov State Technical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 621.793

А.А. Фомин, В.Н. Лясников, А.Б. Штейнгауэр, С.В. Телегин, С.А. Мезенцов

ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ФИЗИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ, ПРОИСХОДЯЩИХ ПРИ ПЛАЗМЕННОМ НАПЫЛЕНИИ ГИДРОКСИАПАТИТА

Моделирование физических процессов, происходящих при плазменном напылении, позволяет описать нагрев и ускорение напыляемых частиц порошка гидроксиапатита, рассчитать скорость охлаждения сплэтов и прочность их сцепления с материалом основы с учетом состояния ее поверхности. Придание улучшенных механических свойств напыленным покрытиям возможно при детальном рассмотрении процессов

теплопередачи между плазмой и частицами, а также их фазовых превращений.

Плазменное напыление, гидроксиапатит, биосовместимое покрытие, адгезия

A.A. Fomin, V.N. Lyasnikov, A.B. Steinhauer, S.V. Telegin, S.A. Mezentsov

THEORETICAL ANALYSIS OF PHYSICAL PROCESSES DURING HYDROXYAPATITE PLASMA SPRAYING

Modelling of physical processes during plasma spraying enables to describe sprayed hydroxyapatite powder particles heating and acceleration, to calculate splats cooling velocity and the strength of their adhesion to the base considering its surface condition. Attachment of enhanced mechanical properties to plasma sprayed coatings is possible when heat transfer between plasma and the particles, and their phase transformations are studied in detail.

Plasma spraying, hydroxyapatite, biocompatible coating, adhesion

Биосовместимость внутрикостных имплантатов повышается конструктивно-технологическими методами за счет улучшения и стабилизации физико-механических и биологических характеристик медицинских материалов. В частности, прочная металлическая основа имплантатов требует создания биосовместимого, предпочтительнее всего, биоактивного интерфейса взаимодействия между поверхностью самой внутрикостной конструкции и костной тканью. Наиболее оптимальным способом решения данной проблемы является нанесение биокерамических покрытий газотермическими методами, вакуумным осаждением пленок, а также золь-гелевым способом и микродуговым оксидированием. В большинстве случаев биокерамические покрытия на имплантатах получают с помощью электроплазменного напыления, учитывая легкость в управлении его технологическими режимами, широкий диапазон варьирования технологических параметров. При этом необходимо отметить, что традиционные газотермические покрытия имеют недостатки, связанные с трещинообразованием, непредсказуемостью фазового состава, невысокой адгезией покрытий и др. Можно минимизировать указанные недостатки за счет детального теоретического анализа физических процессов, происходящих при плазменном напылении.

Рассмотрим теплофизические процессы, происходящие при плазменном напылении порошковых покрытий, на примере гидроксиапатита кальция (ГА), которые можно разделить на две стадии:

1. Нагрев напыляемого порошка и придание его частицам скорости в струе низкотемпературной плазмы.

2. Контакт оплавленных и расплавленных частиц с основой и образование покрытия из сплэтов (напыленных частиц), сопровождающееся процессами интенсивного охлаждения и затвердевания последних.

Рассмотрим первую стадию, протекающую в плазменной струе, и особенности, связанные с конструкцией плазмотрона. При газотермическом, в частности электроплазменном, напылении величина электрической мощности определяет теплоотдачу от плазмы к поверхности частицы. Высокая мощность обеспечивает плавление частиц порошка, а также может вызвать их перегрев.

Угол и дистанция ввода частиц порошка в плазменную струю влияют на время их пребывания в высокотемпературном участке плазменной струи. Во многих конструкциях плазмотронов предусмотрен радиальный ввод частиц в канал сопла-анода, что гарантирует

их подачу в высокотемпературный участок плазмы. Данное обстоятельство особенно важно при использовании металлических и керамических порошковых материалов.

Дистанция напыления L позволяет эффективно регулировать тепловое воздействие на частицу. Влияние дистанции напыления и дисперсности порошка на величину температуры $T_{\text{ч}}$ и скорости $V_{\text{ч}}$ частицы рассчитано с помощью специализированной программы на примере частиц компактного гидроксиапатита (ГА), поступающих в канал сопла под углом 95° (конструктивный параметр плазмотрона ГН-5) к его оси при расходе транспортирующего газа до 4...5 л/мин и плазмообразующего аргона – 60 л/мин.

Результаты расчета принимают графическую форму с описанием распределения указанных выше показателей в пространстве. При этом задаются параметры ввода напыляемых частиц в струю плазмы – угол ввода и скорость ввода частиц. С помощью программы рассчитываются также траектория движения и текущая температура частицы с использованием решения разностных схем уравнений тепло- и массопереноса.

При расчете параметров источника нагрева порошкового материала используются следующие конструктивно-технологические параметры:

- вид плазмообразующего газа – аргон;
- расход плазмообразующего газа – 60 л/мин;
- диаметр сопла плазмотрона – 6 мм;
- дистанция напыления – 120 мм (наибольшая при расчете);
- состав окружающей среды (воздух) при нормальном давлении 100 кПа (1 атм.);
- электрическая мощность – 16 кВт (ток дуги плазмотрона – 540 А);
- КПД нагрева плазмообразующего газа электрической дугой – 75 %;
- температура на срезе сопла плазмотрона – 12000 К.

Численный расчет текущих показателей температуры частиц ГА в зависимости от средней дисперсности представлен на рис. 1. Диапазон изменения дисперсности условно разделен на «крупные» частицы – от 90 до 30 мкм и «мелкие» – менее 10 мкм. Ниже приведены диаграммы, связывающие показатели температуры частицы, дистанции напыления и времени, отсчитанного от момента ввода частицы порошка в поток плазмы и до контакта с основой.

Расчет показывает, что при использовании напыляемых порошков с дисперсностью от 30 до 90 мкм нагрев частиц у основы не превышает 800...1100 К. Эти частицы, находясь в твердом состоянии, приобретают скорость около 200...300 м/с на подлете к основе, в отличие от спадающей характеристики для частиц с размерами менее 10 мкм.

Из графиков следует, что температура частицы вначале стремительно возрастает, с определенного момента перестает увеличиваться, после чего спадает. Это можно объяснить уменьшением температурного воздействия со стороны потока плазмы на большом удалении от среза сопла плазмотрона. Наиболее предпочтительно использование частиц с размерами около 10 мкм, поскольку они полностью проплавляются (достигая 1843 К) и имеют высокую скорость на подлете к основе – около 300 м/с. Следует также отметить, что и при напылении «крупных» частиц в струе плазмы могут создаваться термокинетические условия, приводящие к дроблению частиц на мелкие фрагменты. Этот факт обусловлен явлением термоударного дробления, присущим многим керамическим материалам с полиморфным превращением [1].

На приведенных графиках показано, что при использовании порошков с дисперсностью менее 10 мкм их объем полностью проплавляется, тем самым могут возникать условия для достижения температуры испарения. Эти частицы быстро ускоряются до 270...300 м/с, однако на подлете к основе их скорость падает до 130...160 м/с.

Проведенный анализ теплофизических процессов при газотермическом напылении порошковых покрытий, сопровождающихся интенсивным охлаждением и кристаллизацией напыляемых частиц на поверхности металлической основы рассматриваемых биомедицинских изделий, и получении металлических лент спиннингованием, позволяет высказать рабочую гипотезу об их сходстве. Толщина таких лент составляет десятки микрометров, что сопоставимо по высоте со сплэтами, являющимися структурными

составляющими напыляемого покрытия, а их структура представлена аморфной или квазиаморфной фазой. При описании процессов кристаллизации микрослитков сплэтов возникает ряд трудностей, связанных со следующими факторами:

1. Малый размер частиц, формирующих покрытие. Согласно полученным данным, для биокерамических покрытий гидроксиапатита (ГА) средний показатель этого значения лежит в диапазоне от 5 до 8 мкм [2].

2. Большой разброс размеров сплэтов относительно их средней величины. Формирующая несущую основу покрытия доля сплэтов с размерами менее 5 мкм составляет 65...75 % от всего их количества. Максимальные размеры указанных биокерамических покрытий ГА при этом достигают десятков и даже сотен микрометров, однако доля частиц свыше 30 мкм не превышает 5...10 % (рис. 2 а) [2].

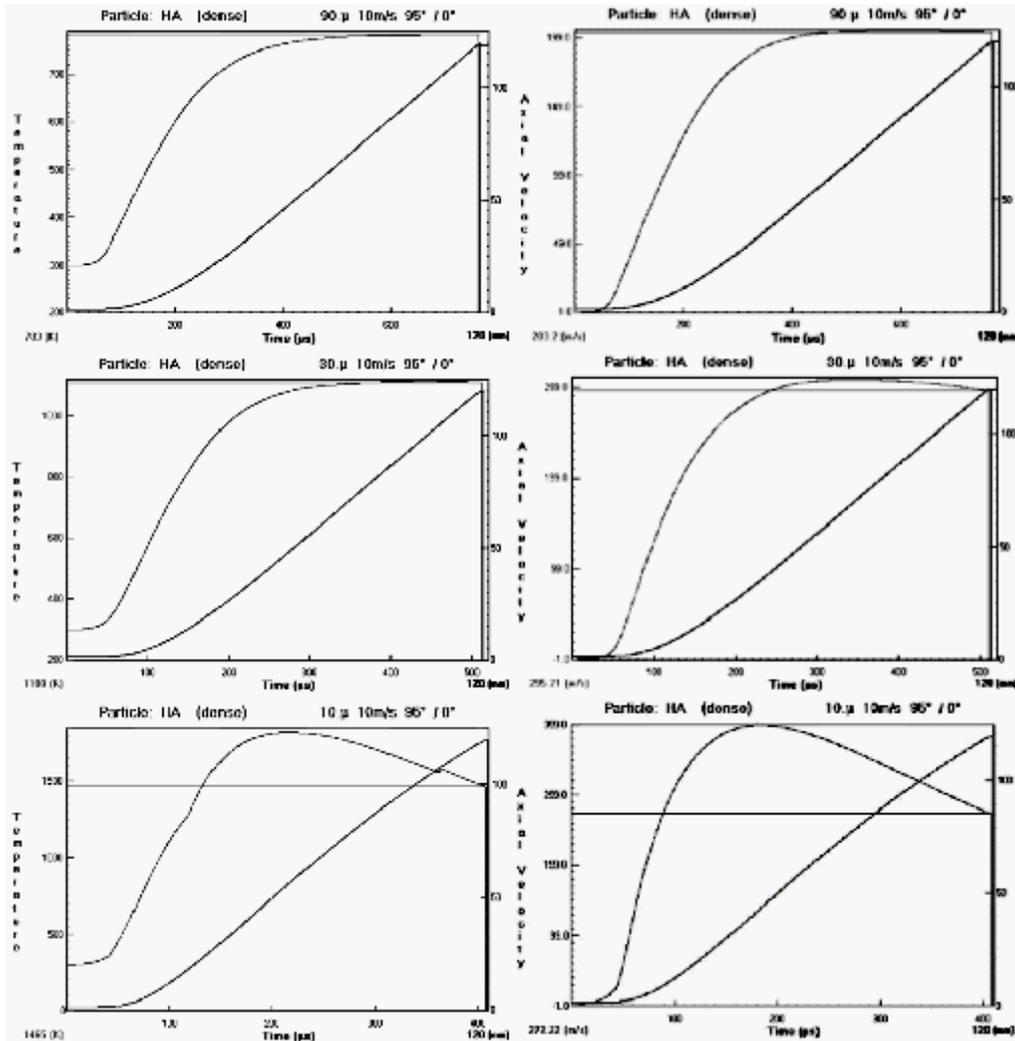


Рис. 1. Графики расчетной температуры и скорости частиц ГА $T_{\text{ч}}$ (ось ординат, слева; К) на дистанции напыления (ось ординат, справа; мм; нижняя кривая всех графиков) до 120 мм при средней дисперсности порошков – 90, 30 и 10 мкм (указана в верхнем правом углу графиков) через различные промежутки времени после ввода частиц в струю плазмы (ось абсцисс; мкс)

3. Высокая скорость охлаждения частиц на «холодной» основе, достигающая $10^5 \dots 10^7$ К/с [3]. Это приводит к многочисленным недостаткам, к основным из которых относятся аморфизация, появление легкорезорбируемых фаз и, как следствие, снижение механических свойств. В качестве примера приведены микрофотографии шлифов отторженных конструкций внутрикостных имплантатов с кальцийфосфатными покрытиями (рис. 2) [4]. На возможные осложнения, вызванные наличием аморфной фазы кальцийфосфатных покрытий,

указывают результаты других исследований [5, 6]. Выявленное отторжение имплантатов вызвано ускоренным растворением аморфной фазы, приводящей к снижению несущей способности ортопедических конструкций при высоких значениях нагрузки.

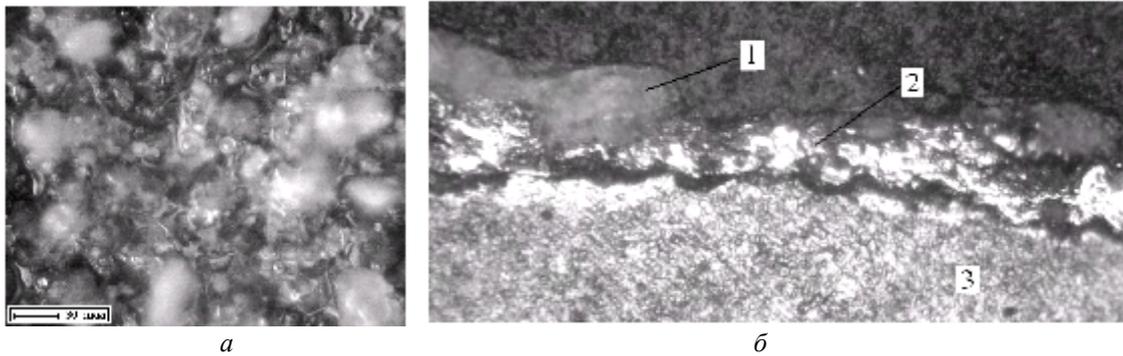


Рис. 2. Структура поверхности ГА покрытия (а) и частично растворенное биокерамическое покрытие 1 на титановом подслое 2 отторженного внутрикостного имплантата с титановой основой 3 ($\times 680$, метка 30 мкм)

4. Разброс напыляемых частиц по температуре и скорости, в свою очередь, зависящих от дистанции, положения относительно оси потока, предположительно объясняется эффектом термоударного дробления для таких материалов, как кальцийфосфатная ГА керамика [1].

В первом приближении скорость охлаждения $V_{Oxл}$ жидкой частицы может быть рассчитана с помощью выражения (3):

$$V_{Oxл} = \frac{a \cdot (T_{чж} - T_{OCH})}{c_{уд} \cdot \rho_{чж} \cdot h}, \quad (3)$$

где $c_{уд}$ – удельная теплоемкость жидкой частицы, Дж/(кг \times К); ρ – плотность частицы, кг/м³; h – высота сплэта, м; $T_{чж}$ и T_{OCH} – температуры расплава жидкой частицы и поверхности покрываемой основы, К; a – коэффициент теплопередачи, зависящий, в том числе, от числа Bi (для идеального контакта $Bi > 30$, для ньютоновского – $Bi = 0,015$), на границе сплэт-основа, Вт/(м² \times К) [3].

При постоянных температурах $T_{чж}$ и T_{OCH} скорость охлаждения пропорциональна коэффициенту теплопередачи на границе «расплав жидкой частицы – покрываемая основа» (рис. 3). В ходе экспериментов по получению металлических аморфных или квазиаморфных лент спиннингованием было установлено, что изменение температуры поверхности лент соответствовало расчетному коэффициенту теплопередачи a , находящемуся в диапазоне от 10^8 Вт/(м² \times К) на начальной стадии процесса, когда жидкая капля сплава касается барабана, до 10^4 Вт/(м² \times К), соответствующему твердому состоянию ленты, находящейся на барабане. Объяснение настолько резкого спада связано с тем, что для начальной стадии процесса состояние границы раздела характеризуется идеальным тепловым контактом. Далее, для стадии затвердевшего состояния ленты этот тепловой контакт характеризуется как ньютоновский. Такое изменение состояния границы раздела объясняется усадкой. Это наблюдение объясняет почти двукратное увеличение коэффициента теплопередачи с $6,3 \times 10^5$ Вт/(м² \times К) до $1,05 \times 10^6$ Вт/(м² \times К) для процесса спиннингования при переходе с гладкой полированной поверхности барабана к матовой шероховатой [3]. Повышенные параметры шероховатости поверхности основы будут способствовать закреплению изготавливаемой ленты. В технологии нанесения покрытий, в частности, биосовместимых покрытий кальцийфосфатных соединений, предполагается подготовка основы посредством абразивно-струйной обработки электрокорундовым песком. Посредством указанной подготовительной технологической операции поверхность основы очищается от загрязнений и оксидных пленок. При этом производится активация поверхности основы, упрочнение наклепом приповерхностного слоя на глубину до 10 мкм, увеличивается развитость микрорельефа по основным показателям шероховатости. Поэтому можно утверждать, что при

газотермическом напылении микронеровности шероховатой подложки способствуют закреплению частиц при их охлаждении до $T_{ОСН}$ аналогично процессу спиннингования. Улучшить смачивание можно за счет перегрева расплава, чем также снижается вязкость. В случае спиннингования отмечается, что коэффициент теплопередачи увеличивается с 6×10^4 Вт/(м²×К) до 21×10^4 Вт/(м²×К) с уменьшением толщины ленты с 95 до 35 мкм [3].

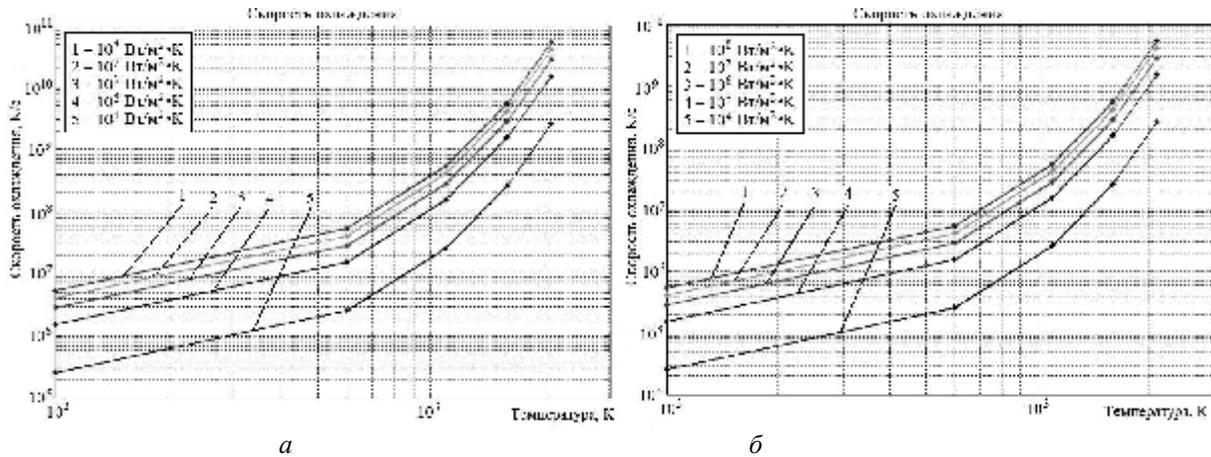


Рис. 3. Зависимость скорости охлаждения сплэта от разности температур частицы с основой и коэффициента теплоотдачи: а – $h = 10$ мкм; б – $h = 1$ мкм

Повышение температуры расплава уменьшает его вязкость, что, в свою очередь, способствует лучшему растеканию жидкой пленки, при этом уменьшается ее толщина и, следовательно, увеличивается скорость охлаждения последней. При напылении повышенная температура расплава увеличивает скорость протекания химических реакций между напыляемой частицей и основой, что также повышает скорость охлаждения напыляемой частицы. Однако адсорбированный газ будет ограничивать коэффициент теплопередачи a до 10^8 Вт/(м²×К).

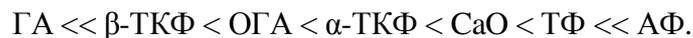
При анализе расчетов величины скорости охлаждения сплэтов ГА, представленных на рис. 3, получаем следующие результаты. В среднем скорость охлаждения на начальной стадии отличается не более чем на один порядок, и лишь на заключительной стадии, что соответствует твердой фазе, скорость охлаждения спадает на 2...3 порядка. Однако и эта величина существенна, так как при скоростях охлаждения $5 \times 10^3 \dots 5 \times 10^4$ К/с происходят процессы, близкие к закалке. Следует отметить, что при напылении на холодную основу скорость охлаждения для большинства сплэтов, толщиной порядка десятков микрометров, составляет $5 \times 10^5 \dots 5 \times 10^7$ К/с. Для мелких частиц порядка единиц микрометров эта величина достигает $10^8 \dots 10^{10}$ К/с, для больших частиц около 100 мкм – $5 \times 10^5 \dots 10^6$ К/с. При использовании дополнительного предварительного нагрева основы скорость охлаждения можно уменьшить ниже критических отметок, и она будет составлять $5 \times 10^4 \dots 10^5$ К/с, что является гарантией протекания процессов кристаллизации, а не практически полной аморфизации как при традиционном напылении.

При плазменном напылении застывающая кальций-фосфатная жидкость напыляемой частицы ГА трансформируется в аморфное твердое тело, что обусловлено вышеуказанной скоростью охлаждения свыше 10^6 К/с. Помимо аморфной фазы в затвердевшем сплэте присутствуют высокотемпературные фазы. Согласно фазовой диаграмме CaO-P₂O₅, для ГА прогнозируются фазовые превращения приблизительно при 1823 К в α-трикальцийфосфат и тетракальцийфосфат (α-ТКФ+ТФ). Температуру плавления компактного ГА условно принято считать $T_{пл} = 1843$ К, что одновременно является температурой ликвидуса смеси α-ТКФ и ТФ, являющихся химической композицией ГА, и это считается точкой плавления ГА [7]. В результате можно предположить, что структура любой части порошка до столкновения трансформируется после затвердевания и охлаждения в следующие фазы:

– α -ТКФ и ТФ, в той части частиц, где температура находилась в диапазоне от 1823 до 1843 К. Фактически, при напылении вначале из жидкой фазы α -ТКФ+ТФ испарится P_2O_5 , и эти превращения протекают по следующим реакциям: $Ca_4P_2O_9 \rightarrow Ca_3(PO_4)_2 + CaO$ и $Ca_3(PO_4)_2 \rightarrow 3CaO + P_2O_5 \uparrow$;

– аморфный фосфат кальция, в той части частиц, где температура превышает $T_{пл}$;

– оксигидроксиапатит (ОГА) и оксиапатит (ОА) – продукты разложения твердого состояния ГА при дегидратации. Характерной особенностью традиционного плазменного напыления ГА и других существующих методов, в том числе вакуумных и химических, является наличие в покрытии аморфной фазы (АФ) и легкорезорбируемых составляющих, таких как СаО, монокальцийфосфат (МКФ), дикальцийфосфат (ДКФ), ТКФ, ТФ и др. Доля этих фаз не должна превышать определенного предела, так как их наличие приводит к ускоренной резорбции покрытия, из-за чего существует опасность отторжения имплантата ввиду отсутствия его остеоинтеграции. Скорость резорбции составляющих фаз покрытия ГА в биожидкостях представляет последовательность [8]:



При плазменном напылении ГА возможно получение нескольких вариантов фазового состава покрытия. Если частица имеет стехиометрический состав, соответствующий ГА, когда $Ca/P = 1,67$, то при скоростях охлаждения ниже критических (менее 10^6 К/с) в покрытии формируется кристаллическая фаза, а при повышенных скоростях охлаждения появляется значительное количество АФ. Если частица имеет нестехиометрический состав, то в ней могут формироваться фазы ТКФ и ТФ как на стадии нагрева, так и охлаждения [7, 8]. Что касается адгезионной прочности покрытия, то в процессе напыления частица ГА на своей поверхности имеет АФ, и при ударе о холодную основу в месте образования контакта ее доля возрастает, из-за чего снижается прочность сцепления. Некоторые исследования подтверждают, что при напылении на подогретую до 800 °С основу АФ в покрытии практически отсутствует, однако происходит образование дополнительных фаз ТКФ и ТФ [10].

Покрытие с большим количеством АФ в окружающей биосреде быстро резорбируется, поэтому для увеличения степени кристалличности необходима последующая либо предварительная термообработка. Аморфная фаза ГА переходит в кристаллическую при температурах 600...630 °С, поэтому некоторые авторы предлагают обработку электроплазменных ГА покрытий при температуре 125 °С в течение 6 ч в среде водяного пара [9-12]. За счет данного способа кристалличность повышается с 26 до 88 %, скорость растворения в дистиллированной воде снижается в 3 раза. Помимо печного нагрева, для отжига, покрытия из ГА можно подвергать лазерной термообработке, при этом, однако, возникает опасность образования проплавленных участков и трещин, приводящих к отслоению покрытий [9, 13, 14].

Среди приведенных параметров выражения (3) величина радиуса частиц, а вместе с ней и высота сплэта h , может сильно измениться при действии многих факторов, в основном, в связи с изменением электрической мощности процесса напыления. Повышенная электрическая мощность усиливает термическое воздействие и приводит к вышеупомянутому термоударному дроблению крупных частиц на мелкие и их возможному последующему полному проплавлению и даже перегреву с испарением. Образующиеся многочисленные мелкие фрагменты имеют различную температуру и скорость, что является причиной неоднородности физико-механических и биоактивных свойств покрытия. Образование высокой пористости и большого количества малопрочных и легкорезорбируемых фаз (особенно аморфной), возникающих при перегреве частиц ГА в струе плазмы и взаимодействии с холодным материалом основы, приводит к падению вышеуказанных свойств покрытия. Поэтому представляется необходимым рассмотреть влияние на контактную температуру не только технологических режимов электроплазменного напыления при нагреве и ускорении частицы, но и специальных методов повышения температуры основы.

В теории плазменного напыления известна зависимость прочности сцепления частицы с основой от фундаментальных физико-химических параметров [15]:

$$s_{сц} = \left[1 - \exp \left(- \frac{nt}{\exp \left(\frac{E_a}{kT_K} \right)} \right) \right] \times s_B, \quad (4)$$

где $\sigma_{сц}$ – прочность сцепления частицы с основой, МПа; σ_B – предел прочности материала частицы, МПа; $\nu \approx 10^{13}$ Гц – частота собственных колебаний атомов основы; $\tau = 10^7 \dots 10^4$ с – характерные величины времени взаимодействия расплавленной частицы с материалом основы; $k = 1,38 \cdot 10^{-23}$ Дж / К – постоянная Больцмана; $E_a = 2,1 \cdot 10^{-19}$ Дж – энергия активации атомов титановой основы; T_K – контактная температура в зоне взаимодействия частицы с основой, К.

Анализ приведенной зависимости (4) показывает, что для повышения прочности сцепления покрытия необходимо также повышать контактную температуру T_K , которая, в свою очередь, зависит как от температур частицы и основы, так и от вида применяемых материалов.

Прочное приваривание частицы к основе создается при достижении определенной температуры основы T_O , обеспечивающей формирование в контактной зоне участков сваривания на площади 40...70 % [15]. Температурный порог, приводящий к необходимому увеличению относительной прочности покрытия по показателю $\sigma_{сц} / \sigma_B$, существует для всех сочетаний материалов. При рассмотрении материала основы наибольший интерес представляют биосовместимый титан и образующаяся на нем пленка монооксида титана TiO. После подстановки в формулу (4) известных значений всех параметров для Ti и TiO с проведением расчетов величины $\sigma_{сц} / \sigma_B$ при изменении температуры T_K в пределах 500...2000 К, получим графическую зависимость относительной прочности $\sigma_{сц} / \sigma_B$ покрытия на Ti и на пленке TiO от контактной температуры T_K (рис. 4).

Графики показывают, что для защитной пленки TiO величина относительной прочности нанесенного покрытия не достигает требуемых значений $\sigma_{сц} / \sigma_B = 0,4 \dots 0,7$. В случае образования пленки TiO значительной толщины энергия активации возрастает до величины $E_a = 5,1 \cdot 10^{-19}$ Дж, когда образование прочного сцепления между основой и частицей практически невозможно [16].

Для титана в условиях малой продолжительности взаимодействия максимальная прочность достигается при контактной температуре равной 1300 К. С увеличением τ происходит снижение данной температуры до 800 К. При наличии оксидной пленки при низкой продолжительности τ значение относительной прочности становится ничтожно малым. С повышением температуры и увеличением времени τ значение относительной прочности остается недостаточным. Величина контактной температуры при этом характеризует твердое состояние материалов основы и частицы, что препятствует развитию их физико-химического взаимодействия.

Увеличение контактной температуры T_K наиболее эффективно обеспечивается двумя путями: повышением температуры частицы T_q и повышением температуры основы T_O .

Влияние температуры частицы и основы на контактную температуру с учетом свойств материалов можно представить согласно следующему выражению [17]:

$$T_k = \frac{b_o T_o + b_q T_q}{b_o + b_q}, \quad (5)$$

где T_O – начальная температура материала основы, К; T_q – температура частицы в момент соприкосновения с основой, К; $b = \sqrt{Icr}$ – коэффициент аккумуляции тепла; λ – коэффициент теплопроводности, Вт/м·К; c – удельная теплоемкость, кДж/кг·К; ρ – плотность, кг/м³.

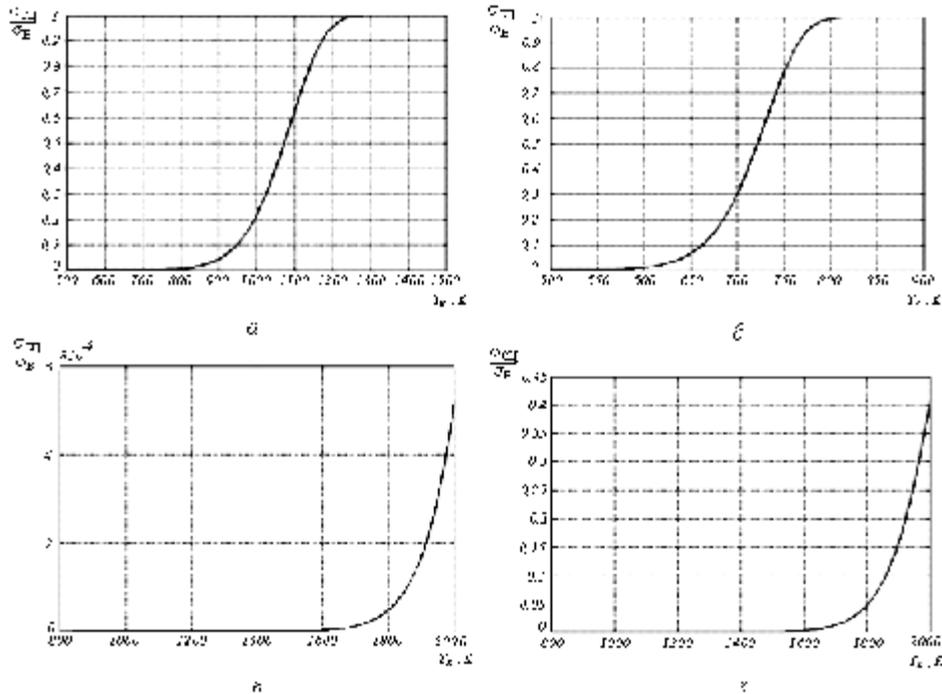


Рис. 4. Зависимость относительной прочности плазменных покрытий от контактной температуры и продолжительности взаимодействия частиц с основой из Ti либо образующейся на нем пленки TiO: а – Ti, $t = 10^{-7}$ с; б – Ti, $t = 10^{-4}$ с; в – TiO, $t = 10^{-7}$ с; з – TiO, $t = 10^{-4}$ с

Зависимость величины T_K при напылении титана на титановую основу и ГА на титановый подслоя изучается в диапазоне нагрева частиц от 1000 до 2200...2600 К, а основы – до 900...1100 К. Значения физических констант для титана составляют $\lambda = 22,065$ Вт/м×К, $c = 0,523$ кДж/кг×К и $\rho = 4320$ кг/м³. ГА представляет собой сложное химическое соединение и поэтому не имеет определенных значений λ , c и ρ . Их значения зависят от температуры, согласно следующим выражениям [7]:

$$I = r_{ГА} \cdot a \cdot c ,$$

$$c_{ГА} = 269,55 \cdot \ln(T_q) - 748,22, \tag{6}$$

$$r_{ГА} = \frac{r_0}{1 + 3\alpha(T_{кон} - T_{нач})},$$

где $\alpha = 13,3 \times 10^{-6}$ К⁻¹ – коэффициент температурного расширения ГА.

После подстановки в выражения (5) определенных значений T_0 и T_q рассчитываются величины T_K и строится ее графическая зависимость (рис. 5). Графики показывают, что нагрев основы T_0 оказывает сильное влияние на T_K , и для слабо прогретой частицы при температурах около 1000 К созданные условия процесса благоприятствуют образованию достаточного количества очагов взаимодействия с основой. При напылении титанового подслоя контактная температура T_K изменяется линейно, а для ГА зависимость T_K отличается сильной нелинейностью, так что значительное увеличение температуры частицы или основы нельзя считать однозначным путем увеличения прочности.

Обобщенная зависимость для определения прочности покрытия с учетом неравномерности температуры частицы в плазменном потоке может быть определена с помощью формулы

$$s_{сц} = \left[1 - \exp \left(- \frac{nt}{\exp \left(\frac{E_a (b_0 + b_q)}{k (b_0 T_0 + b_q T_{ср})} \right)} \right) \right] \times s_B , \tag{7}$$

где $T_{ср}$ – среднрадиальная температура частиц, определяемая выражением [18]:

$$T_{\text{чср}} = \sqrt{p} \cdot T_{\text{ч00}} \cdot \text{erf} 0,5 - 0,923 \cdot T_{\text{ч00}}. \quad (8)$$

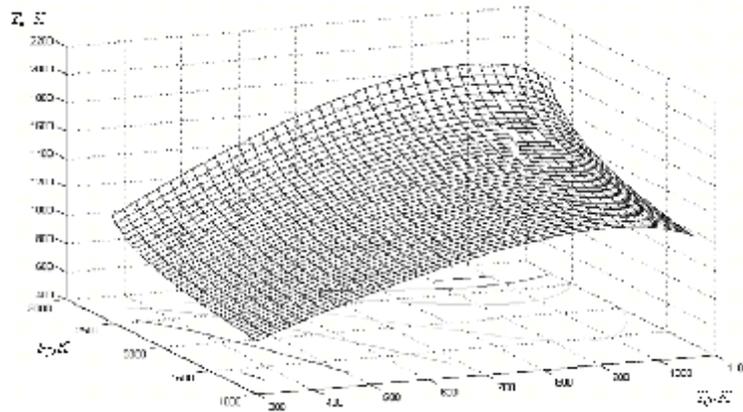


Рис. 5. Зависимость контактной температуры T_k от температур частицы T_p и основы T_0 : а – для титанового подслоя; б – для ГА слоя

Следует отметить, что наибольшая температура напыляемых частиц $T_{\text{ч00}}$ не должна превышать допустимого порога, вызывающего растрескивание покрытий вследствие возникновения чрезмерных динамических напряжений [18].

Выводы

1. Расчет температуры и скорости частиц в потоке плазмы показывает, что наиболее предпочтительно использовать порошки с дисперсностью около 10 мкм или обеспечить условия термоударного дробления «крупных» частиц. Эти частицы, находясь в вязкопластическом состоянии, приобретают скорость около 200...300 м/с на подлете к основе, при этом их температура достигает высоких температур свыше 1000 К. Частицы менее 10 мкм полностью проплавляются, достигая 1843 К, и имеют высокую скорость на подлете к основе около 300 м/с.

2. Высота сплэта может сильно измениться при действии многих факторов, в частности, электрической мощности процесса напыления и дистанции напыления. Образующиеся многочисленные мелкие фрагменты имеют различную температуру и скорость, что является причиной неоднородности физико-механических и биоактивных свойств покрытия. Представляется необходимым рассмотреть влияние на контактную температуру не только технологических режимов электроплазменного напыления при нагреве и ускорении частицы, но и специальных методов повышения температуры основы.

3. В заключение отметим, что происходящие процессы при контакте напыляемых частиц с основой многостадийные, к основным из которых относятся интенсивное охлаждение со скоростью не менее $10^5 \dots 10^6$ К/с и сцепление сплэтов с основой. Причем прочность сцепления является основополагающим параметром для газотермических, в частности, плазменных покрытий, и она, в свою очередь, зависит от большого количества факторов. По результатам исследования установлено, что основным фактором является температура контакта частиц с материалом основы, а также немаловажно наличие условия химически активного состояния основы – отсутствия толстых пленок оксидов титана.

ЛИТЕРАТУРА

1. Влияние термических напряжений на дробление частиц при электроплазменном напылении / Н.В. Протасова, С.Н. Барабанов, Н.В. Бекренев, А.А. Караваев // Технология металлов. 2008. № 3. С. 37-40.
2. Фомин А.А. Плазменно-индукционное получение титан-гидроксиапатитовых покрытий на дентальных имплантатах // Вестник Саратовского государственного технического университета. 2008. № 2 (32). Вып. 1. С. 49-58.
3. Калита В.И. Плазменные покрытия с нанокристаллической и аморфной структурой: монография / В.И. Калита, Д.И. Комлев. М.: Лидер М, 2008. 388 с.

4. Фомин А.А. Плазменно-индукционная технология формирования покрытий на имплантатах / А.А. Фомин // Молодые ученые – науке и производству: материалы конф. молодых ученых. Саратов: СГТУ, 2007. С. 228-230.
5. Gross K.A. Analysis of retrieved hydroxyapatite-coated hip properties / K.A. Gross, W. Walsh, E. Swarts // Journal of thermal spray technology. 2004. Vol. 13 (2). Pp. 190-199.
6. International retrospective multicenter study of 8130 HA-coated cylinder implants: 5-year survival data / M.A. Pikos, G. Cannizzaro, L. Korompilas, E.A. Turrillas, A. El Askary, W. Rao, G. Carusi, Y. Lauverjat // International Magazine of Oral Implantology, 2002. № 3 (1). pp. 6-15.
7. Numerical simulation of hydroxyapatite powder behavior in plasma jet / S. Dyshlovenko, B. Pateyron, L. Pawlowski, D. Murano // Surface and Coating Technology, 2004. № 179. pp. 110-117.
8. Surface characterization of plasma sprayed hydroxyapatite coatings / S. Limin, C.C. Berndt, A. Knenk, R.S. Lima, K.A. Khor // <http://doi1.eng.sunysb.edu/tsl/berndt1.html>.
9. Калита В.И. Физика и химия формирования биоинертных и биоактивных поверхностей на имплантатах: обзор / В.И. Калита // Физика и химия обработки материалов. 2000. № 5. С. 28-45.
10. Пат. 1254031 Китай. Method for raising crystallinity of hydroxyapatite coating layer in plasma spraying process / T. Shunyan, H. Minhui, J. Heng, 2000.
11. Пат. 483480 Китай. Post-treatment method for plasma spraying hydroxyapatite coating / Yang C. Yong J. Amin F., 2004.
12. Пат. 1699616 Китай. Method for post treatment of plasma spraying hydroxyapatite coating / Huang Y., 2005.
13. Пат. 2165997 РФ. Способ лазерно-газотермического нанесения покрытия / Гришанов В.Н., Мордасов В.И., Мурзин С.П., Скляренко К.В., 1999.
14. Formation and characterization of hydroxyapatite coating layer on Ti-based implant metal by electron-beam deposition / J. Choi, Y. Kong, S. Kim, H. Kim, C. Hwang // Journal of Material Research. 1999. Vol. 14. № 7. Pp. 2980-2985.
15. Физико-химические процессы при плазменном напылении и разрушении материалов с покрытиями / Г.Г. Максимович, В.Ф. Шатинский, В.И. Копылов. – Киев: Наук. думка, 1983. 264 с.
16. Куприянов И.Л. Газотермические покрытия с повышенной прочностью сцепления / И.Л. Куприянов, М.А. Геллер. Минск: Навука і тэхніка, 1990. 176 с.
17. Соколов Ю.В. Плазменное формообразование: монография / Ю.В. Соколов. Минск: УП «Технопринт», 2003. 198 с.
18. Калганова С.Г. Исследование процесса плазменного напыления многослойных покрытий на дентальные имплантаты: дис... канд. техн. наук / С.Г. Калганова. Саратов, 1999.

Фомин Александр Александрович – кандидат технических наук, доцент кафедры «Физическое материаловедение и технология новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Лясников Владимир Николаевич – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Физическое материаловедение и технология новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Fomin Alexandr Alexandrovich – Candidate of Technical Sciences, Associate Professor, Department of Physical Material Science and Technology of New Materials, Saratov State Technical University

Lyasnikov Vladimir Nikolaevich – Doctor of Technical Sciences, Professor, Chair, Department of Physical Material Science and Technology of New Materials, Saratov State Technical University

Штейнгауэр Алексей Борисович –
ОАО «Саратовский радиоприборный завод»
Телегин Сергей Владимирович –
студент кафедры «Физическое
материаловедение и технология новых
материалов» Саратовского
государственного технического
университета

Steinhauer Alexey Borisovich –
Saratov Radio Instrument Plant
Telegin Sergey Vladimirovich –
Student, Department of Physical Material
Science and Technology of New Materials,
Saratov State Technical University

Мезенцов Сергей Александрович –
студент кафедры «Физическое
материаловедение и технология новых
материалов» Саратовского
государственного технического
университета

Mezentsov Sergey Alexandrovich –
Student, Department of Physical Material
Science and Technology of New Materials,
Saratov State Technical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 539.23; 616-089.843

В.М. Таран, А.В. Лясникова, Е.А. Смирнова

МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ МЕДИЦИНСКИХ ИМПЛАНТАТОВ

Рассмотрена модельная структура покрытий медицинских имплантатов, включающая каркас, сформированный из твердых частиц структурированных нанопорами и макропорами, которые предварительно, перед установкой имплантата в организм, насыщаются лекарственным веществом, необходимым для повышения биосовместимости живой ткани с материалом имплантата. Разработана математическая модель для исследования характеристик наноструктурированного покрытия методом статистических испытаний.

Биологическая совместимость, наноструктурированные покрытия, статистическое моделирование, массоперенос.

V.M. Taran, A.V. Lyasnikova, E.A. Smirnova

MATHEMATICAL MODELING OF NANOSTRUCTURED COATINGS ON MEDICAL IMPLANTS

We consider a model structure of coatings on medical implants, including the base which is made from solids structured nanopores and macropores, which previewed, before installing the implant into the body, fill medicinal substance necessary to improve the biocompatibility of living tissue with implant. A mathematical model for studying the characteristics of the nanostructured coating method of statistical tests was creating.

Biocompatibility, nanostructured coatings, statistical modeling, mass transfer

Биологическая совместимость имплантационного материала с тканями организма является самым важным критерием при оценке его пригодности для эндопротезирования [1,2]. Однако нередко даже в случае применения материалов с высокой биосовместимостью в периимплантатной зоне возникают воспалительные реакции, которые приводят к резорбции костной ткани и отторжению имплантата. Для предотвращения подобных проблем предлагается придание поверхности имплантата особых свойств за счет введения в состав покрытия различных лекарственных веществ (антибиотиков, бактерицидных, ранозаживляющих и стимулирующих остеоинтеграцию препаратов).

Как показала практика, наиболее эффективным способом нанесения покрытий на эндопротезы является электроплазменное напыление [1-3]. Мы предлагаем формировать поверхность имплантата по специальной электроплазменной технологии, позволяющей получать в объеме покрытия разное количество микро и нанопор, которые обеспечивают высвобождение лекарственного вещества с различной скоростью и таким образом, обеспечивают лечебное воздействие поверхности имплантата в течение от нескольких дней до нескольких месяцев [4,5].

Основными структурными элементами получаемых нами покрытий являются твердый каркас, образованный из напыленных частиц, и макропоры, т.е. пустоты, образованные вследствие неплотной упаковки твердых частиц в процессе напыления. Важными элементами структуры покрытия являются нанопоры, которые образуются в основном вследствие особенностей кристаллизации материала частиц каркаса, в частности дендритного характера кристаллизации.

Каркас покрытия, структурированный нанопорами, представляет собой фильтр, который предварительно, перед установкой имплантата в организм, насыщают лекарственным веществом. После установки имплантата в организм лекарственное вещество будет с определенной скоростью, в течение прогнозируемого времени, поступать в зону контакта живой ткани с поверхностью имплантата.

Очевидно, что с медицинской точки зрения важно согласовать интенсивность поступления лекарственного вещества с теми вероятностными медицинскими событиями, которые могут происходить в зоне контакта живой ткани с поверхностью имплантата.

Для облегчения анализа явлений, связанных со строением покрытия и процессами, происходящими с перемещением в покрытии лекарственного вещества, целесообразно прибегнуть к модельному представлению рассматриваемых структур и процессов.

Структура плазменного покрытия формируется из огромного числа напыленных частиц в результате их укладки и сложных физико-химических взаимодействий на поверхности основного материала.

Внутренняя структура плазменного покрытия отличается большой сложностью, что обусловлено разнообразием форм, размеров и взаимного расположения твердых частиц и пор покрытия. Однако применение микроскопии (оптической и РЭМ) позволяет определить размеры пор и провести их классификацию.

Для плазменного напыления покрытий свойственна определенная взаимосвязь структурных параметров пор с режимом технологического процесса. Однако эта взаимосвязь носит не строгую функциональную зависимость, а проявляется в форме корреляционной связи основанной на статистических данных.

Исходным материалом для корреляционного анализа служат результаты микроскопических замеров геометрических параметров пор и данные параметров технологических режимов напыления покрытий. Тесноту корреляционной связи по экспериментальным данным можно оценить только по относительным значениям рассматриваемых параметров [6].

$$z_{12} = \frac{1}{n} \sum tx_1 \times tx_2;$$

$$tx_1 = \frac{x_1 - \bar{x}_1}{\sigma_{x_1}};$$

$$tx_2 = \frac{x_2 - \bar{x}_2}{\sigma_{x_2}}.$$
(1)

где x_1, x_2 – значения исследуемых параметров в натуральном масштабе измерения;

\bar{x}_1, \bar{x}_2 – средние значения параметров;

$\sigma_{x_1}, \sigma_{x_2}$ – среднеквадратичные отклонения соответственно параметров x_1 и x_2 ;

n – число составляющих пар наблюдений, для которых определяется корреляционная связь;

z_{12} – коэффициент парной корреляции ($-1 \leq z_{12} \leq 1$).

Если коэффициент корреляции $z_{12} < 0,5$, то предполагаемая взаимосвязь технологического параметра и геометрического размера поры отклоняется.

В общем случае механизм переноса лекарственного вещества из пористого покрытия в живую ткань складывается из трех процессов: массопроводность лекарственного вещества внутри покрытия; массопередача от границы покрытия в живую ткань и массопроводность внутри живой ткани (рис.1). Движущей силой переноса лекарственного вещества являются диффузионные процессы.

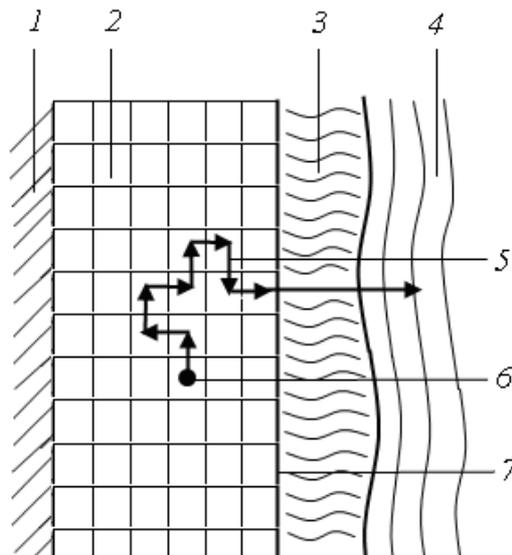


Рис.1. Схема переноса лекарственного вещества из пористого покрытия в живую ткань:
 1 – материал имплантата; 2 – пористое покрытие; 3 – фиброзный слой; 4 – живая ткань;
 5 – траектория перемещения дозы лекарственного вещества; 6 – порция лекарственного вещества;
 7 – граница соприкосновения пористого покрытия и ткани организма

В рамках рассматриваемой модели предполагается, что лекарственное вещество передается от одной поры к другой порциями (дозами). Перемещение порции лекарственного вещества в рассматриваемой модельной системе представляет собой случайные переходы системы из состояния в состояние.

Геометрический образ модели наноструктурированного покрытия представлен в виде каркаса, состоящего из твердых частиц, между которыми имеются макропоры (пустоты с усредненным диаметром более 200 нм). Макропоры соединяются между собой нанопорами (средний диаметр менее 200 нм), которые образуются в процессе плазменного напыления на стыке укладки твердых частиц каркаса (рис.2). Система макро- и нанопор образует сложный трехмерный лабиринт, по которому перемещается лекарственное вещество.

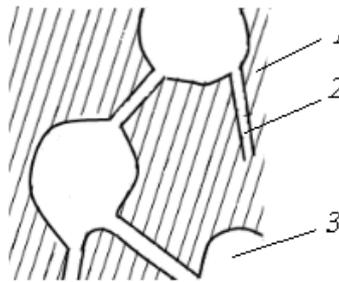


Рис.2. Геометрический образ наноструктурированного покрытия:
1 – каркас покрытия; 2 – макропора; 3 – нанопора

Объемная величина переданной порции лекарственного вещества определяется выражением

$$q = \lambda \Delta t, \tag{2}$$

где q – порция лекарственного вещества, переданная от передающей макропоры к приемной; λ – интенсивность протекания определенного объема лекарственного вещества в единицу времени через нанопору; Δt – интервал времени, в течение которого происходит передача лекарственного вещества через нанопору.

Перемещение порции лекарственного вещества в объеме покрытия представлено в виде хаотически блуждающей точки $M(x,y,z)$ координаты которой определяются в процессе статистического моделирования (рис.3).

Процесс блуждания точки $M(x,y,z)$ заканчивается в том месте системы координат, где эта точка выходит за пределы объема покрытия.

В качестве примера рассматривается конфигурация покрытия в виде полого цилиндра, ось симметрии которого совпадает с осью z цилиндрической системы координат (рис. 4).

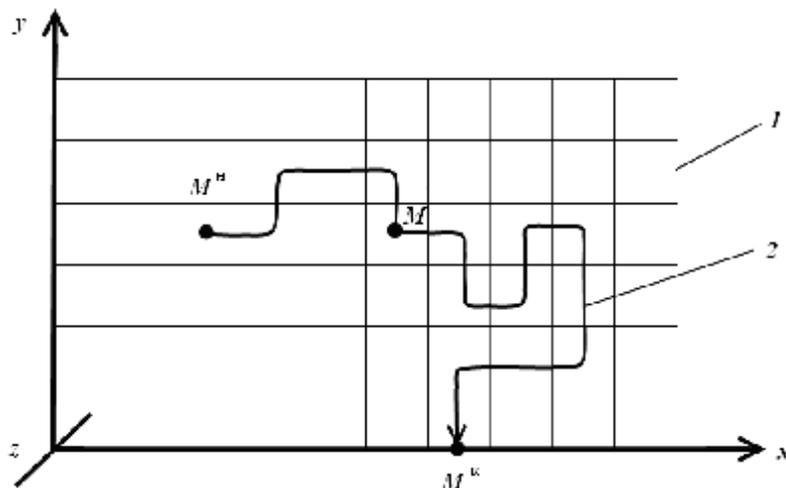


Рис.3. Схема перемещения точки M в процессе статистического моделирования:
1 – координатная сетка; 2 – траектория хаотического блуждания точки M ;
 M_H, M_K – соответственно начало и конец точки M

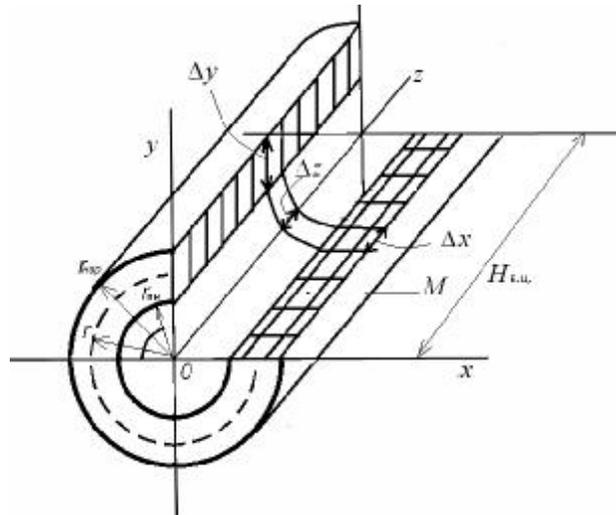


Рис.4. Расчетная схема покрытия в цилиндрической системе координат:
 r – радиус покрытия; $r_{вн}$ – внутренний радиус покрытия; $r_{нар}$ – наружный радиус покрытия;
 $\Delta x, \Delta y, \Delta z$ – приращения координат в процессе моделирования;
 M – хаотически блуждающая точка

Связь между прямоугольной и цилиндрической системами координат устанавливается следующими зависимостями [7]:

$$\begin{cases} r = [(x_M \pm \Delta x)^2 + (y_M \pm \Delta y)^2]^{\frac{1}{2}}; \\ \varphi = \arctg \frac{(y_M \pm \Delta y)}{(x_M \pm \Delta x)}; \\ z = z_M + \Delta z, \end{cases} \quad (3)$$

где x_m, y_m, z_m – координаты точки M в прямоугольной системе координат; $\Delta x, \Delta y, \Delta z$ – приращение координат в процессе статистического моделирования; r, φ, z – координаты точки M в цилиндрической системе координат.

Устанавливаются следующие ограничения на изменение координат блуждающей точки M :

$$\begin{cases} r_{вн} < [(x_M \pm \Delta x)^2 + (y_M \pm \Delta y)^2]^{\frac{1}{2}} < r_{нар} \\ 0 < (z + \Delta z) < H_{в.ц.} \end{cases} \quad (4)$$

Для обеспечения равновероятного перемещения точки M по всему объему покрытия параметры моделируемой системы рассчитываются по следующим выражениям:

$$\begin{aligned} \varphi &= 2\pi p_\varphi [0,1]; \\ \Delta x &= \Delta x_0 p_x [0,1]; \\ \Delta y &= \Delta y_0 p_y [0,1]; \\ \Delta z &= \Delta z_0 p_z [0,1]; \\ \Delta t &= \Delta t_0 p_{\Delta t} [0,1]; \\ \Delta \lambda &= \Delta \lambda_0 p_\lambda [0,1]; \end{aligned} \quad (5)$$

$p_\lambda [0,1] = 0$, если знак в формулах (3) «+»

$p_\lambda [0,1] = 1$, если знак в формулах (3) «-»

где $\Delta x_0, \Delta y_0, \Delta z_0$ – начальные значения приращения координат; Δt_0 – начальное значение интенсивности пропускания лекарственного вещества через нанопоры; $p_\phi[0,1], p_x[0,1], p_y[0,1], p_z[0,1], p_{\Delta t}[0,1], p_i[0,1]$ – случайные числа в пределах от 0 до 1, генерируемые генератором случайных чисел для соответствующих параметров.

В связи со сложными и трудноформализуемыми физико-химическими связями между параметрами решаемой задачи их начальные значения целесообразно определять при помощи экспертных оценок [2].

По окончании процесса моделирования перемещения точки M (т.е. после выхода ее траектории за пределы объема покрытия) подсчитываются средние значения параметров q и Δt

$$\bar{q} = \frac{\sum_{i=1}^m q}{m} \tag{5}$$

где \bar{q} – среднее значение порции лекарственного вещества; m – количество перемещений точки M в процессе ее блуждания по объему покрытия.

$$\bar{t} = \frac{\sum_{i=1}^m \Delta t}{m} \tag{7}$$

где \bar{t} – среднее значение интервала времени Δt .

Время, в течении которого лекарственное вещество будет поступать в зону контакта живой ткани с поверхностью имплантата, определяется из выражения

$$T = \frac{V_{пор}}{\bar{q}} \bar{t}, \tag{8}$$

где T – прогнозируемое время поступления лекарственного вещества в зону контакта; $V_{пор}$ – общий объем макропор покрытия.

Количество доз лекарственного вещества на границе «покрытие – живая ткань» в рамках принятой модели рассматривается как случайная величина $X(t)$. Процесс поступления доз лекарственного вещества к границе, т.е. формирование величины $X(t)$, определяется как цепь событий, в которой каждое состояние S_i (кроме двух крайних S_0 и S_n) связаны прямой и обратной связью с двумя соседними S_{i-1}, S_{i+1} , а каждое из двух крайних связано прямой и обратной связью только с одним соседом (рис.5).

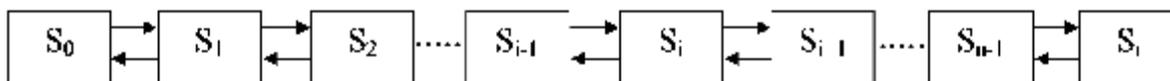


Рис.5. Схема случайного процесса гибели и размножения доз лекарственного вещества

Такая схема случайного процесса называется схемой гибели и размножения [7].

Будем предполагать, что цепь состояний на рис. 5 представляет собой марковский процесс, а переходы в цепи случайных событий из состояния в состояние происходит под воздействием пуассоновских потоков событий [6].

Цепи Маркова служат целям построения статистических моделей, позволяющих изучать закономерности изменения случайной величины от изменения неслучайной величины.

Вероятность перехода системы (рис.5) из состояния в состояние определяется интенсивностью пуассоновского потока событий. Интенсивность пуассоновских потоков события, ведущих к увеличению $X(t)$ (размножение) обозначается $\lambda_i(t)$, где индекс i соответствует индексу того состояния S_i из которого выходит стрелка. Интенсивность пуассоновского потока событий, ведущих к уменьшению $X(t)$ (гибели) обозначается $\mu_i(t)$, где индекс i также соответствует индексу состояния S_i .

Если известны все интенсивности пуассоновских потоков событий, переводящих систему из состояния в состояние, то можно составить дифференциальные уравнения Колмогорова для вероятностных состояний, отображающих изменение во времени количества доз лекарственного вещества на границе покрытие – живая ткань.

Система уравнений Колмогорова для процесса гибели и размножения с ограниченным числом состояний имеет вид [7]:

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{dp_0(t)}{dt} = \mu_1(t)p_1(t) - \lambda_0(t)p_0(t), \\ \dots\dots\dots \\ \frac{dp_i(t)}{dt} = \lambda_{i-1}(t)p_{i-1}(t) + \mu_{i+1}(t)p_{i+1}(t) \\ - (\lambda_i(t) + \mu_i(t))p_i(t) \quad (i = 1, 2, \dots, n-1), \\ \dots\dots\dots \\ \frac{dp_n(t)}{dt} = \lambda_{n-1}(t)p_{n-1}(t) - \mu_n(t)p_n(t), \\ p_i(0) \geq 0 \quad (i = 0, 1, 2, \dots, n), \\ \sum_{i=0}^n p_i(0) = 1 \end{array} \right. \quad (9)$$

где $p_i(t)$ – вероятность i -го события.

При нахождении вероятностей состояний марковской цепи на каждом ее шаге нужно знать начальное распределение вероятностей $p_i(0)$, а также интенсивности λ_i и μ_i и количество состояний n . Эти данные в процессе моделирования целесообразно определять при помощи экспертных оценок [3].

Решения уравнений (9) на ЭВМ позволяет проследить характер изменения потока доз лекарственного вещества, поступающего из покрытия имплантата в живую ткань.

Если предположить, что поры покрытия представляют собой достаточно регулярную структуру, то можно принять интенсивность постоянными $\lambda(t) = \lambda$, $\mu(t) = \mu$.

В этом случае появление K доз лекарства за время t можно определить по уравнению Пуассона[7]:

$$p_t(k, \alpha) = \frac{\alpha^k \times e^{-\alpha}}{k!},$$

где $a = \frac{l}{m}$.

Предложенные модели могут также найти применение в системах адаптивного проектирования и управления, связанных с применением современных нано- и плазменных технологий в процессах разработки биотехнических систем различного назначения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лясникова А.В. Стоматологические имплантаты. Исследование, разработка, производство, клиническое применение / А.В. Лясникова, А.В. Лепилин, Н.В. Бекренев, Д.С. Дмитриенко. Саратов: СГТУ, 2006. 54 с.
2. Лясникова А.В. Биосовместимые материалы в дентальной имплантологии / А.В. Лясникова, Г.А. Воложин. Саратов: СГТУ, 2006. 124 с.
3. Таран В.М., Лисовский С.М., Лясникова А.В. Проектирование электроплазменных технологий и автоматизированного оборудования. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2005. 256 с.
4. Лясникова А.В. Моделирование наноструктурированных покрытий эндопротезов медицинского назначения методом статистических испытаний / В.М. Таран, А.В. Лясникова // Нанотехника. 2010. № 3 (23). С. 82-85.
5. Лясникова А.В. Формирование микропористой структуры биокomпозиционных покрытий при их плазменном напылении с воздействием ультразвука / А.В. Лясникова, Н.В.

Бекренев, О.А. Дударева // Вестник Саратовского государственного технического университета. 2010. № 3 (48). С. 71-79.

6. Кузин Л.Т. Основы кибернетики. Т.1. Математические основы кибернетики / Л.Т. Кузин. М.: Энергия, 1973 504 с.

7. Бронштейн И.Н. Справочник по математике для инженеров и учащихся вузов / И.Н. Бронштейн, К.А. Семендяев. М.: Наука. Гл. ред. физ.-мат. лит., 1986. 544 с.

8.

Таран Владимир Маркович – доктор технических наук, профессор кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Taran Vladimir Markovich – Doctor of Technical Sciences, Professor of the department «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Technical University

Лясникова Александра Владимировна – доктор технических наук, заведующая кафедрой «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Lyasnikova Alexandra Vladimirovna – Doctor of Technical Sciences, Head of the department «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Technical University

Смирнова Елена Алексеевна – студент кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Smirnova Elena Alekseevna – student of the department «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Technical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 61:577.1, 616-089.843

Т.Г. Дмитриенко, А.В. Лясникова

СЕЛЕНСОДЕРЖАЩИЕ МАТЕРИАЛЫ: ОСОБЕННОСТИ СИНТЕЗА, МЕДИКО-БИОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА, ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ

Исследованы особенности синтеза, медико-биологические свойства и перспективы применения в комбустологии и имплантологии органических селенсодержащих материалов. Экспериментально подтверждено наличие у них бактерицидного и ранозаживляющего эффектов при наружном применении, в частности в составе противоожоговых препаратов. Изученные аспекты биологического действия селеноорганических соединений позволяют выявить вероятный механизм антибактериального и антиоксидантного действия изучаемых материалов, что позволит синтезировать новые более эффективные малотоксичные антибактериальные препараты. Рассмотрена возможность применения данных материалов в составе биосовместимых покрытий медицинских имплантатов.

Селенсодержащие материалы, синтез, медико-биологические свойства, имплантология, биосовместимые материалы

T.G. Dmitrienko, A.V. Lyasnikova

SELENIUM-CONTAINING MATERIALS: MEDICAL-BIOLOGICAL PROPERTIES AND PROSPECTS OF APPLICATION

The authors studied the features of the synthesis, medico-biological properties and prospects of application in combustiology and implantology organic selenium-containing materials. Experimentally confirmed that they have antibacterial and wound healing effects when used externally, in particular in the again-burns materials. Studied aspects of the biological action of selenium-organic compounds can determine the probable mechanism of antibacterial and antioxidant action of the studied materials, which will synthesize new, more effective low toxicity antibacterial materials. The possibility of using these materials in the biocompatible coatings of medical implants was studied.

Selenium-containing materials, synthesis, medico-biological properties, implants, biocompatible materials

В последнее время интенсивно изучается роль селена в биохимических процессах, протекающих в живых организмах, поскольку он является необходимым ультрамикрэлементом, входящим в состав ферментов, участвующих в окислительно-восстановительных реакциях [1, 2]. В настоящее время многие хронические заболевания человека, такие как рак, атеросклероз, сердечно-сосудистые заболевания, артрит связывают с недостаточностью селена. Селен выполняет роль катализатора ряда ферментативных реакций, участвует в регуляции окислительно-восстановительных процессов, является стабилизатором плазматических, ядерных и внутриклеточных мембран, обладает антиокислительными свойствами и в некоторых биохимических реакциях заменяет витамин Е.

Следует отметить, что в возникновении многих патологических процессов значительную роль играет свободно-радикальное окисление липидов биологических мембран, которое приводит к нарушению клеточного метаболизма. Своевременное ингибирование свободно-радикального окисления липидов может способствовать предотвращению развития патологических процессов [3].

Структура халькогенсодержащих арилатифатических 1,5- дикетонов позволяет рассматривать их как потенциальные антиоксиданты, взаимодействующие как с гидроперекисями, так и, при условии монооксигеназной модификации, с органическими радикалами [4,5].

Большой интерес к селеноорганическим соединениям обусловлен применением их в качестве пищевых добавок [6,7]. Однако большинство известных селеноорганических препаратов токсичны, поэтому одним из направлений органического синтеза является поиск более активных и менее токсичных соединений, таких как соли селенопирилия, октагидроселеноксантилия, селенопираны, селенсодержащие 1,5-дикетоны. Предполагаемая цитотоксическая активность соединений селеноксантилия и селенопирилия приводит к необходимости разработки новых препаратов, которые обладали бы выраженными антибактериальными свойствами и были бы лишены факторов мутагенности.

Несомненно, актуальной и малоизученной проблемой является обоснование возможности наружного и внутритканевого применения селенсодержащих органических материалов, в частности в составе покрытий медицинских имплантатов различного назначения. Появляется необходимость в изучении действия селеноорганических соединений на биологические системы, в первую очередь на бактериальные клетки, поскольку микро-

организмы являются естественным биологическим барьером на пути соединений селена, которые могут подвергаться превращениям в желудочно-кишечном тракте с участием микрофлоры кишечника и оказывать на микрофлору антибактериальное действие. Следует отметить, что клетки бактерий являются наиболее простыми и надежными биологическими системами для исследования механизма действия селенорганических соединений.

Цель данной работы – исследование особенностей синтеза и медико-биологических свойств селенсодержащих материалов, в том числе их бактерицидного потенциала, а также перспектив применения в имплантологии.

Экспериментальная часть

В качестве объектов исследования были использованы:

- 1,5-дифенил-3,3-дихлор-3-селенапентандион – 1,
- Хлорид 2,4,6- трипараметоксифенилселенопирилия – 2,
- 9-парахлорфенил-симм.-октагидроселеноксантен – 3,
- 9-парафторфенил-симм.-октагидроселеноксантен – 4,
- 9-фенил-1 -оксопергидроселеноксантен – 5.

1. Синтез селенсодержащих препаратов.

1.1. Синтез 1,5-дифенил-3,3-дихлор-3-селенапентандиона-1,5. К 80 мл 33% - го раствора HCl добавляли 15,28 г H_2SeO_3 (0,12 моль). После растворения H_2SeO_3 приливали 20 мл диэтилового эфира. Полученную смесь охлаждали при перемешивании до рабочей температуры $10^\circ C$ на водяной бане при постоянном перемешивании. Затем постепенно приливали 28 мл (0,24 моль) $PhCOCH_3$. Выпавшие белые кристаллы отфильтровывали, промывали водой до нейтральной реакции, сушили в вакууме и использовали без дополнительной очистки для синтеза 1,5-дифенил-3- селенапентандиона -1,5.

1.2. Синтез 1,5-дифенил-3-селенапентандиона-1,5. В трехгорлую колбу при непрерывном перемешивании помещали 20 мл бензола, 20 мл дистиллированной воды, 49,6 г (0,2 моль) кристаллогидрата тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$). В приготовленный раствор добавляли кристаллы 1,5-дифенил-2,4-диметил-3,3-дихлор-3-селенапентандиона-1,5, полученные по предыдущей методике при перемешивании в течение 4 часов при температуре $50^\circ C$. После этого бензольный раствор отделяли, сушили сульфатом натрия Na_2SO_4 , затем бензол отгоняли с помощью водоструйного насоса. Оставшееся масло перекристаллизовывали из спирта. Выход – 30 - 35%, $T_{пл}$ $72^\circ C$.

1.3. Синтез 1,5-ди-(п-хлорфенил)-3,3-дихлор-3-селенапентандиона-1,5. 14,39 г (0,15 моль) селенистой кислоты растворяли в 40 мл 33%-го раствора соляной кислоты. Затем добавляли раствор 0,142 моль п-R.- фенилацетофенона и 10 мл диэтилового эфира и охлаждали до температуры $2^\circ C$ в течение первых 30 минут реакции. Затем смесь перемешивали при комнатной температуре в течение 4-х часов. Выпавшие кристаллы отфильтровывали и промывали водой 4x20 мл. Полученный продукт без очистки и идентификации восстанавливали до соответствующего селеноэфира.

1.4. Синтез 1,5-ди-(п-хлорфенил)-3-селенапентандиона-1,5. К раствору 35 г кристаллогидрата тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) в 20 мл дистиллированной воде добавляли кристаллы 1,5-ди-(п-R-фенил)-3,3-дихлор-3-селенапентандиона-1,5 и оставляли реакционную смесь на 14 суток (включая перемешивание по 8 часов в сутки). Кристаллический продукт отфильтровывали, сушили, перекристаллизовывали из этанола. Суммарный выход 1,5-ди-(п-хлорфенил)-3-селенапентандиона -1,5 – 75 %.

Для идентификации продуктов синтеза использовали хроматомасс-спектрометрию. При попадании в организм животного препарат подвергается воздействию кислотного катализа, однако исследования его поведения в данных условиях проводились только в безводных средах.

Для изучения поведения препарата 1,5-дифенил-3-селенапентандиона-1,5 в условиях кислотного катализа в водных средах его растворяли в диметилсульфоксиде (0,1 моль/л) и добавляли 0,5 мл полученного раствора к 10 мл соляной кислоты с концентрацией 0,003; 0,01; 0,03; 0,1 и 1 моль/л. Реакцию проводили в течение 10 суток. Ход реакции контролировали

методом ТСХ (элюэнт – гексан : эфир : хлороформ – 3:1:1). При проведении реакции несколько раз отбирали пробу по 0,2 мл реакционной массы, экстрагировали 1 мл бензола и анализу ГХ с МСД подвергали бензольные вытяжки. На 10 сутки содержимое колбы переносили в делительную воронку и добавляли 3 мл бензола и 5 мл дистиллированной воды.

2. Методики биологических исследований

2.1. Методика лечения подопытных животных селеносодержащими соединениями

Учитывая растворимость препаратов в гидрофобных веществах (оливковое масло), их вводили подопытным животным растворенными в соответствующем объеме масла (16 мкг препарата на 10 мкл масла) при помощи «Ленпипета».

Для проведения процедуры перорального введения вещества в организм подопытных животных, их кормления, животных помещали в фиксирующее устройство. При проведении эксперимента животные содержались в специальных клетках и получали в соответствии с диетой дневной рацион пищи.

Для проведения опытов по принципу аналогов из беспородных белых мышей-самцов были сформированы четыре опытные и одна контрольная группы животных по 5 особей в каждой.

Животным первой группы после ожога наносилась повязка с мазью «Левомеколь».

Животным второй группы после ожога перорально вводили препарат 1,5-дифенил-3,3-дихлор-3-селенапентандион из расчета 0,8 мг/кг.

Животным третьей группы после ожога наносилась повязка с препаратом 1,5-дифенил-3,3-дихлор-3-селенапентандион.

Животным четвертой группы после ожога перорально вводили 1,5-ди-(п-хлорфенил)-3-селенапентандион-1,5 из расчета 0,8 мг/кг.

Животным пятой группы после ожога наносилась повязка с 1,5-ди-(п-хлорфенил)-3-селенапентандионом-1,5 из расчета 0,8 мг/кг.

2.2 Методика нанесения ожогов

Перед проведением эксперимента животное необходимо было ввести в наркоз, для этого внутримышечно вводили смесь калипсола и дроперидола (из расчёта соответственно калипсола - 70 мг/ кг массы тела животного, дроперидола -1 мг/кг).

После введения в наркоз на спине у животного ножницами срезали шерсть, а остатки волос выбрили, чтобы выбритая поверхность была в 2 раза больше, чем диаметр горлышка пробирки.

Затем кипяток наливали в чистую тёплую пробирку до половины, плотно прижав животное к горлышку, пробирку переворачивали дном вверх, чтобы кипяток соприкасался с кожей животного, и удерживали её в таком положении 15 секунд (предполагается получение модели ожога III А степени).

Вздувшийся на образовавшейся ране пузырь или отслоившуюся кожу срезали ножницами. С четырёх сторон от раны кожу животного прошивали шелковыми нитками, швами на расстоянии 3-5 мм от краёв раны, и образовавшиеся нитки связали попарно над марлей, туго прижав её к поверхности раны.

Смену повязок осуществляли первый раз через 2 дня, затем 3 раза в неделю.

Наблюдения проводили с помощью микроскопа и снимки делали с помощью цифрового фотоаппарата с выводом результатов на монитор компьютера.

3. Методика исследования бактерицидной активности селеноорганических соединений

В экспериментах исследовались штаммы E.coli HB-101, C-600, K-12. Единичная колония выращивалась в 1,5 мл LB-среды (10 г бактотриптона фирмы «Pronadisa», 5 г дрожжевого экстракта фирмы "Pronadisa", 10 г NaCl, 50 мг NaOH фирмы «Sigma», pH 7,5 и

до 1 л дистиллированной водой) в пронумерованных пробирках объемом 2 мл фирмы "Eppendorf" при 37 °С в течение 12 ч до оптической плотности 0,2-0,4 о.е. ($\lambda = 600$ нм).

Оптическая плотность соответствовала логарифмической фазе роста клеток и измерялась на спектрофотометре Specord M40. Твердая питательная среда готовилась из питательного агара в пропорции 5,5 г порошка на 100 мл дистиллированной воды, автоклавировалась в течение 60 минут при 1 атм, разливалась на чашки Петри диаметром 60 мм (10 мл), чашки стерилизовались ультрафиолетовым излучением в течение 30 минут. В экспериментах использовались только свежеприготовленные твердые питательные среды.

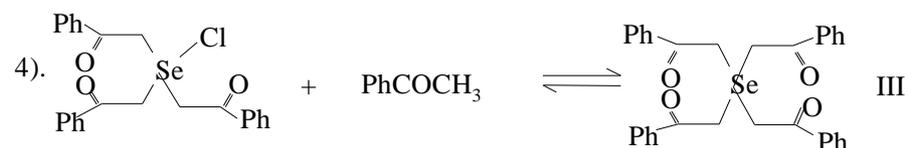
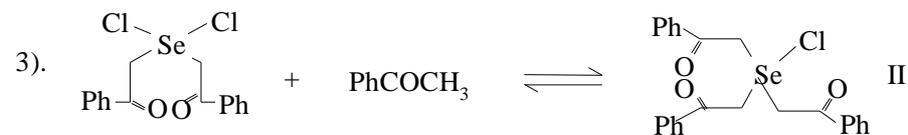
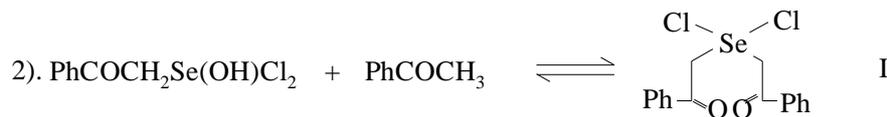
Непосредственно перед проведением опытов готовили серию разведений исследуемых соединений концентрацией от 10^{-2} М до 10^{-5} М, при этом растворы концентрацией 10^{-2} М готовили в диметилформамиде, а остальные в дистиллированной воде. В полипропиленовых пробирках объемом 0,5 мл фирмы «Eppendorf» смешивали 10 мкл раствора исследуемого соединения с 10 мкл LB-среды, содержащей около 500 бактериальных клеток, и выдерживали при 20 °С в течение 15 минут. Затем 20 мкл бактериальной культуры с помощью автоматической пипетки с полипропиленовым наконечником наносили на слой агара в центре чашки тщательно растирали по всему слою агара изогнутой стеклянной палочкой. Агар не содержал антибиотика. Чашки выдерживали 18 часов при 37 °С и подсчитывали абсолютное число выросших колоний. Концентрацию бактериальных клеток подбирали таким образом, чтобы иметь до 500 колоний на чашке.

Обсуждение результатов

Изучение реакции ацетофенона с селенистой кислотой

1,5-Дифенил-3,3-дихлор-3-селенапентандион-1,5 **1** является полупродуктом при синтезе селенсодержащего ветеринарного препарата 1,5-дифенил-3-селенапентандиона-1,5 и получается при взаимодействии ацетофенона с селенистой кислотой в присутствии высоких концентраций соляной кислоты [8,9].

Следует отметить, что соединение **1** является основным, но не единственным продуктом данной реакции, которая может протекать по следующим направлениям (схема 1):



Наиболее стабильными соединениями, которые могут получаться во время реакции будут соединения **1** и **3**. Кроме предложенных вариантов, в реакционной среде может осуществляться ряд вторичных процессов, которые представлены ниже:

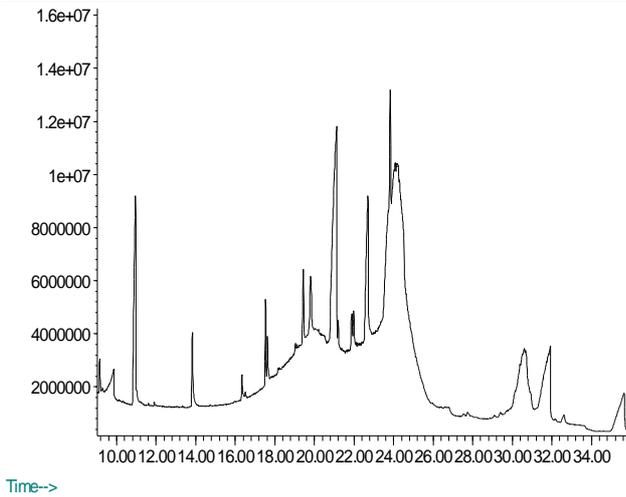


Рис.1. Хроматограмма 1,5 – дифенил-3-селенапентандиона – 1,5

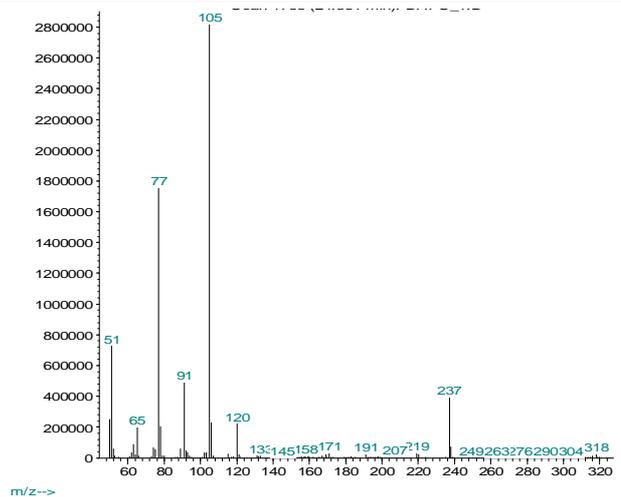
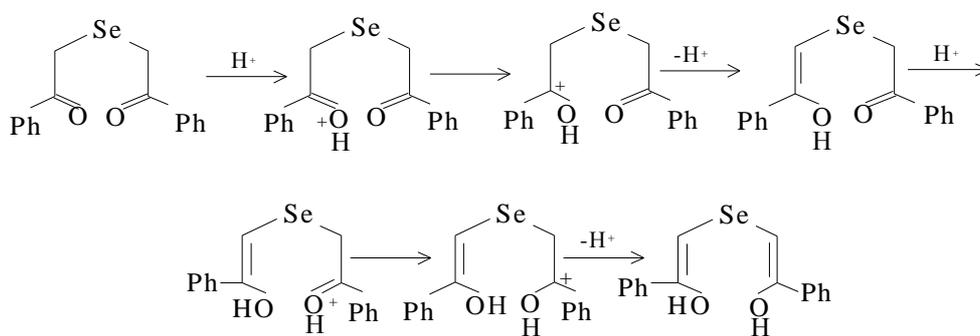
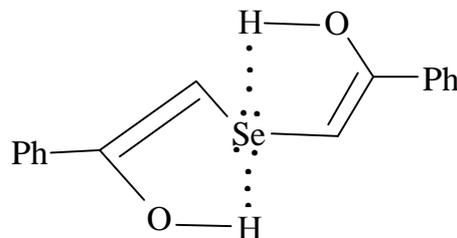


Рис. 2. Масс-спектр 1,5 – дифенил-3-селенапентандиона – 1,5



Стабильность енольной формы селенсодержащего 1,5-дикетона можно объяснить высокой нуклеофильностью атома селена, за счет которого могут образовываться водородные связи с образованием соответствующих химических структур:

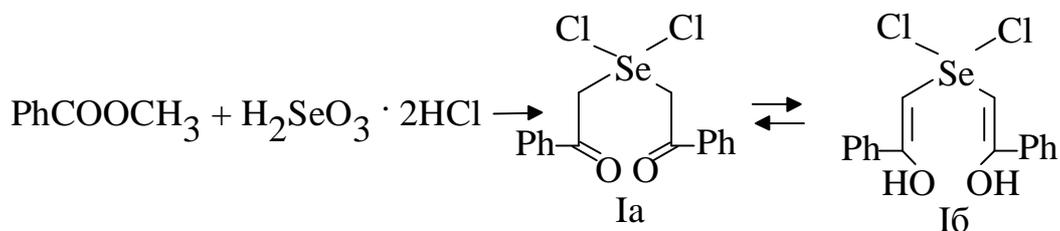


При высоких концентрациях кислот происходит полная деструкция селенсодержащих 1,5-дикетонов вследствие разложения селениевых соединений, которые в данном случае находятся в равновесии с исходной структурой.

Исследование процесса комплексообразования 1,5-дифенил-3,3-дихлор-3-селенапентандиона-1,5

Известно, что хлорированные селеноэфирсы могут образовывать устойчивые комплексы при взаимодействии с рядом катионов металлов Mg^{2+} , Ca^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} , Al^{3+} и Ga^{3+} . Указанное свойство используется при синтезе препарата 1,5-дифенил-3-селенапентандиона-1,5 для стабилизации промежуточно образующихся соединений. Спектрофотометрическим анализом нами было изучено комплексообразование соединения **1** с рядом катионов металлов неорганических солей.

Соединение **1** может находиться в двух формах:



Для исследования комплексообразования соединения **1** с неорганическими ионами навески исходных веществ растворяли в минимальном количестве концентрированной соляной кислоты. Полученные растворы подвергали интенсивному перемешиванию в течение трех часов, осадки отфильтровывали и высушивали открытым способом.

ПМР-спектр разбавленного раствора в CDCl_3 строго соответствует структуре **1a**. В нем присутствует три серии сигналов: синглет в области 5,59 м.д. интенсивностью в 4 протона, отнесенный к метиленовому звену, и два мультиплета, соответствующих ароматическим протонам в области 7,58 и 8,01 м.д. с интенсивностью, соответствующей 6 и 4 протонам соответственно. Однако ИК-спектр указывает преимущественное содержание енольной формы **1b**, так как в нем наблюдаются широкие, высокой интенсивности, полосы гидрозольной группы $\sim 3500 \text{ см}^{-1}$ и практически отсутствуют полосы карбонильной группы в области $1600 - 1750 \text{ см}^{-1}$. Следует отметить, что соединение **1** плохо растворимо во всех растворителях, поэтому ИК-спектры записывались в виде суспензии в вазелиновом масле.

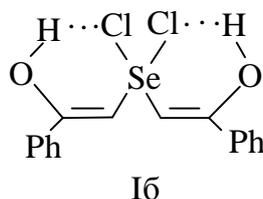
Исследовалось комплексообразование соединения **1** с катионами Mg^{2+} , Ca^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} , Al^{3+} , Ga^{3+} , для чего навески исходных веществ (их берут из расчета соль: соединение **1** = 1 : 1) растворяли в минимальном количестве концентрированной соляной кислоты. Полученные растворы сливали и подвергали интенсивному перемешиванию в течение трех часов, осадки отфильтровывали и высушивали открытым способом.

Комплекс с MgCl_2 имел слабое поглощение соответствующее карбонильной группе $\sim 1680 \text{ см}^{-1}$, однако оставалась широкая полоса, соответствующая гидроксильной группе, что свидетельствует о появлении существенных количеств кето-формы **1a**.

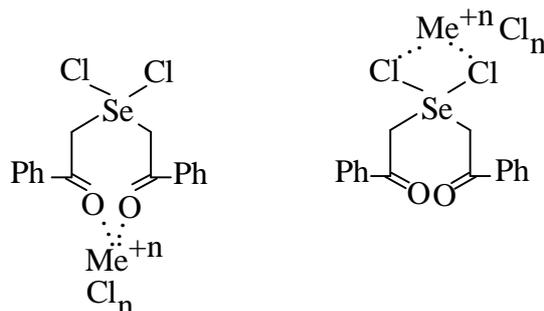
Комплекс с CaCl_2 имел слабую широкую полосу гидроксильной группы $\sim 3500 \text{ см}^{-1}$ и интенсивную полосу поглощения карбонильной группы в области 1680 см^{-1} . Более выраженный переход к форме **1a** наблюдается у комплексов с ZnCl_2 , CuCl_2 и AlCl_3 . В комплексе с GaCl_3 форма **1b** практически отсутствовала.

Из приведенных экспериментальных данных видно, что в случае соединения **1** комплексообразование, вероятно, происходит по карбонильной группе или атомам хлора, что способствует стабилизации формы **1a**.

В случае соединения **1b** его структура может быть представлена в следующем виде:



При образовании комплексов происходит следующее превращение:



По способности пассивации процесса енолизации 1,5-дифенил-3,3-дихлор-3-селенапентандиона-1,5 ионы металлов можно расставить в следующий ряд: $Mg^{2+} < Ca^{2+} < Zn^{2+} < Cu^{2+} \approx Al^{3+} < Ga^{3+}$, учитывая их жесткость, как кислот Льюиса, в соответствии с принципами теории ЖМКО [3], согласно которой мягкие кислоты Льюиса (для них характерен меньший заряд, низкая электроотрицательность, высокая поляризуемость) образуют более стабильные комплексы с мягкими основаниями ($-C=O$), а жесткие кислоты (к ним относятся кислоты Льюиса с малым радиусом и высоким положительным зарядом. Они имеют низкую поляризуемость, значительную электропроводность) предпочтительно связываются с жесткими основаниями (СГ).

Исследование возможности применения селенсодержащих 1,5 – дикетонов для лечения ожогов

Для применения 1,5 – дифенил-3-селенапентандиона – 1,5 и хлорсодержащих 1,5 – дикетонов в качестве препаратов для лечения ожогов необходимо было испытать его действие на животных, которые имели обожженные участки кожи. В качестве объекта исследования были взяты беспородные белые мыши-самцы со средней массой 20 г.

Для проведения опытов по принципу аналогов из беспородных белых мышей-самцов были сформированы четыре опытные и одна контрольная группы животных.

Первая группа белых мышей была контрольной, им после ожога наносилась повязка с мазью «Левомеколь».

На следующий день после нанесения ожога у мышей контрольной группы отмечались вялость, сильная заторможенность. Рана покрылась плотным ожоговым струпом. Площадь поверхности ожога составила $1,7 \text{ см}^2$. Смерть наступила на 3-й день эксперимента. Таким образом, применяемая для лечения ожогов мазь «Левомеколь» не оказывает достаточно эффективного влияния на процесс заживления ран.

Для изучения свойства препаратов 1,5-дифенил-3,3-дихлор-3-селенапентандиона-1,5 (ДАФС-25) и 1,5-ди-(п-хлорфенил)-3-селенапентандиона-1,5 нивелировать эффект, вызванный контактным ожогом, сформировали 4 опытные группы.

Животным первой опытной группы наносился контактный ожог III степени. Затем через 1 час эксперимента перорально вводили препарат ДАФС-25, растворенный в соответствующем объеме масла (800 мкг/кг). После этого на рану накладывалась чистая сухая марля и перевязка не проводилась, по мере заживления ожога марля отваливалась сама. На следующий день после нанесения ожога у мышей первой опытной группы отмечалась вялость, заторможенность, затруднение дыхания. Площадь поверхности ожога составила $1,7 \text{ см}^2$. На 3-й день эксперимента рана покрылась ожоговым струпом и наступила смерть.

Животным второй опытной группы наносился контактный ожог III степени, а на перевязках накладывалась повязка с препаратом 1,5 – дифенил-3-селенапентандиона-1,5. У этих животных на следующий день после нанесения ожога наблюдалась относительная бодрость. Рана покрылась тонким ожоговым струпом. На 3-й день эксперимента вокруг раны хорошо была видна краевая эпителизация. Площадь поверхности ожога составила $1,4 \text{ см}^2$. На 4-й день эксперимента наступила смерть.

Животным третьей опытной группы в количестве 5 мышей-самцов наносился контактный ожог III степени. Затем через 1 час эксперимента перорально вводили препарат 5-ди-(п-хлорфенил)-3-селенапентандион-1,5, растворенный в соответствующем объеме масла (800 мкг/кг). У мышей третьей опытной группы отмечались вялость, заторможенность, рана покрылась ожоговым струпом. Площадь поверхности ожога составила $1,6 \text{ см}^2$. На 2-й день эксперимента наступила смерть.

Животным четвертой опытной группы в количестве 5 мышей самцов наносился контактный ожог III степени, а на перевязках наносилась повязка с препаратом 5-ди-(п-хлорфенил)-3-селенапентандиона-1,5. У этих животных на следующей день после нанесения ожога наблюдалась заторможенность, затруднение дыхания, на ране вздулся пузырь, заполненный темной жидкостью. На 3-й день эксперимента наступила смерть, на ране

хорошо был заметен тонкий ожоговый струп. Отмечалось начало краевой эпителизации. Площадь поверхности ожога составила $1,5 \text{ см}^2$.

Таким образом, применение селеноорганических препаратов ДАФС-25 и 5-ди-(п-хлорфенил)-3-селенапентандиона-1,5 с нанесением на ожоговую поверхность положительно влияет на заживление кожи беспородных белых мышей-самцов. Однако при пероральном использовании этих препаратов положительных результатов не наблюдалось.

Исследование бактерицидной активности

Нами также проведены исследования бактерицидной активности некоторых селеноорганических соединений.

Следует отметить, что вероятность критерия соответствия для исследуемых соединений при концентрациях $10^{-5} - 10^{-4}$ моль/л была больше 0,75 в случае клеток *E.coli* С-600 и К-12, что указывает на отсутствие выраженного цитотоксического действия изученных селеноорганических соединений. Таким образом, для *E.coli* НВ-101 достоверно обнаруживается антибактериальное действие препаратов **2**, **3**, **5** при концентрациях $10^{-2} - 10^{-5}$ М и соединения **4** при концентрациях $10^{-2} - 10^{-4}$ М. Для штаммов *E.coli* С-600 антибактериальным действием обладали соединения: **2** при концентрациях $10^{-2} - 10^{-4}$ М; **3**, **5** и **4** при концентрации 10^{-2} М; **1** в концентрациях $10^{-2} - 10^{-4}$ М. Клетки *E.coli* К-12 подвержены антибактериальному действию соединения **2** при концентрациях последнего $10^{-2} - 10^{-5}$ М, соединения **3** ($10^{-2} - 10^{-4}$ М), вещества **5** ($10^{-2} - 10^{-3}$ М), соединения **4** ($10^{-2} - 10^{-4}$ М), препарата **1** при концентрации 10^{-2} М.

Таким образом, обнаружена взаимосвязь между строением селеноорганического соединения и его цитотоксическим действием.

В случае *E.coli* К-12 большей активностью обладало соединение **2**. Антибактериальная активность соединений **3** и **4** на всех клетках *E.coli* НВ-101, С-600, и К-12 отличалась незначительно и была низкой.

Можно предположить, что различия в цитотоксическом действии соединений **2** и **5** на разные штаммы *E.coli* зависят от строения клеточной стенки и от возможности проникновения внутрь клетки. Обнаруженная цитотоксическая активность соединений селеноксантилия и селенопирилия предполагает разработку новых препаратов, которые обладали бы выраженными антибактериальными свойствами и были бы лишены факторов мутагенности.

Выводы

В результате проведенных исследований показано, что синтез материала 1,5-дифенил-3,3-дихлор-3-селенапентандион, способен образовывать комплексные соединения с солями магния, кальция, цинка, меди и алюминия, что можно использовать для стабилизации первой стадии получения препарата. Доказано, что в присутствии CuCl_2 равновесие реакции II при $T=271 \text{ К}$ сдвигается в сторону образования синтона препарата 1,5-дифенил-3,3-дихлор-3-селенапентандион вследствие комплексообразования. При этом увеличивается степень превращения АФ и возрастает скорость реакции.

Обнаружено, что материал 1,5-дифенил-3,3-дихлор-3-селенапентандион обладает ранозаживляющими свойствами и особенно эффективен при наружном применении, в частности при лечении ожогов различной степени. Установлено также, что данный материал обладает выраженным бактерицидным эффектом. На основании изложенного можно сделать вывод, что селенсодержащие препараты, в частности 1,5-дифенил-3,3-дихлор-3-селенапентандион, перспективны для применения в составе покрытий медицинских имплантатов с целью улучшения их функциональных характеристик. Однако необходимо проведение комплексных физико-химических и медико-биологических исследований с целью установления безопасной и эффективной концентрации препарата в составе покрытия эндопротеза, отсутствия токсичности полученных композиционных материалов и их остеоинтеграционного потенциала.

Изученные аспекты биологического действия селеноорганических соединений позволяют выяснить вероятный механизм антибактериального, а также антиоксидантного действия изучаемых соединений, что позволит синтезировать новые более эффективные малотоксичные антибактериальные препараты.

ЛИТЕРАТУРА

1. Селен в организме человека: метаболизм, антиоксидантные свойства, роль в канцерогенезе / Тутельян В.А., Княжев В.А., Хотимченко С.А. и др. М.: Изд-во РАМН, 2002. 221 с.
2. Burk R.F. Selenoprotein metabolism and function: evidence for more than one function for selenoprotein P / Burk R.F., Hill K.E., Motley A.K. // J. Nutr. 2003. Vol. 133. № 5. P. 15175-15205.
3. Барабой В.А. Механизмы стресса и перекисное окисление липидов / В.А. Барабой // Успехи совр. биол. 1991. Т 111. Вып. 6. С. 923-931.
4. Пат. № 2171110 РФ. А 61 К 33/04. Средство для лечения и профилактики инфекционных заболеваний и отравлений / Древки Б.И., Древки Р.И., Антипов В.А., Чернуха Б.А., Яковлев А.Н. // Оpubл. в Бюл. № 21 за 2001.
5. Пат. 2051681 РФ А 61К 33/04. Средство для лечения и профилактики болезней, вызываемых недостаточностью селена / Древки Б.И., Антипов В.А., Жуков О.И. и др. // Оpubл. в Бюл. №1 за 1996 г.
6. Влияние повышенного поступления органического селена с диетой на резистентность крыс воздействию ионизирующего излучения, афлотоксина В₁ и инфекции / Книжников В.А., Комлева В.А., Тутельян В.А. и др. // Вопр. питания. 1991. № 4. С. 52-55.
7. Селенообогащенные дрожжи *Saccharomyces cerevisiae* / Голубкина Н.А., Соколов Я.А., Хотимченко С.А. и др. // Биотехнология. 1996. № 5. С. 52-56.

Дмитриенко Татьяна Генадьевна – доктор химических наук, профессор кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Dmitrienko Tatyana Genadevna – the Doctor of Chemistry, the professor of chair «Biotechnical and medical devices and systems» the Saratov state technical university

Лясникова Александра Владимировна – доктор технических наук, заведующая кафедрой «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Lyasnikova Alexandra Vladimirovna – Doctor of Technical Sciences, Head of the department «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Technical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 691.791.5:532.78

А.А. Казинский

ТЕПЛОВОЕ ВЛИЯНИЕ ГОМОГЕННОГО ЗАРОДЫШЕОБРАЗОВАНИЯ НА ПРОЦЕСС ДЕНДРИТНОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ РАСПЛАВА СВАРОЧНО-НАПЛАВОЧНОЙ ВАННЫ

Приведены результаты исследования теплового влияния гомогенного зародышеобразования перед фронтом дендритной кристаллизации

сварочно-наплавочной ванны на основе анализа модели динамической системы с применением положений теории автоматического управления.

Спектральная плотность колебаний, гомогенное зародышеобразование, фронт дендритной кристаллизации, сварочно-наплавочная ванна, амплитудно-частотная характеристика, динамическая система.

A.A. Kazinsky

KINETIKS OF CONCENTRATED OVERSATURATION BEFOR THE FRONT OF DENDRITIC CRYSTALLIZATION OF WELDING – SURFACING BATH

The problems of kinetics of dendritic crystallization in the overcooled area and conditions of formation of concentrated oversaturation by admixture have been considered. The possibility of the realization process by the periodic duty by means of blocking of the growth of dendritic crystals at the begining of the overcooling process.

Spectral density of fluctuations, homogeneous nucleation, the front of the dendritic solidification, welding and surfacing wire bath, amplitude-frequency characteristic, dynamic system.

В теории стационарных случайных процессов известно предположение о частотном спектре воздействия на фронт кристаллизации, получаемом в результате теоретического исследования или эмпирических испытаний. Для сварочно-наплавочной ванны примем частоты 1 – 4 Гц. Амплитуда не превышает несколько градусов. Т.е. частотный спектр мерцательных пульсаций температуры расплава металла обладает определенной полосой пропускания. Составляют эмпирическую функцию $S_x(w)$ спектральной плотности колебаний температуры расплава, являющуюся основной вероятностной характеристикой его в зоне роста гомогенов. Помимо спектральной плотности колебаний, $S_x(w)$ используют также корреляционную функцию $R_x(t^*)$ и дисперсию S_x^2 , связанные соотношениями:

$$R_x(t^*) = \int_{-\infty}^{\infty} S_x(w) \cos wt_x dw, \quad (1)$$

$$d_x^2 = R_x(0) = \int_{-\infty}^{\infty} S_x(w) dw, \quad (2)$$

где t^* – интервал времени между двумя соседними отсчетами случайной величины; w – частота случайных колебаний (частота образования групп гомогенных зародышей); S_x^2 характеризует величину среднеквадратичных отклонений изучаемого параметра. Отклонение dx от среднего значения \bar{x} , называется математическим ожиданием:

$$|dx| = \pm \sqrt{S_x^2}. \quad (3)$$

Самойлович и др. /1,2/ рассматривают зону активного роста дендритов (АРДЗ) как динамическую систему, характеристики которой изменяются во времени в соответствии с решением известного дифференциального уравнения. Предполагают, что на вход этой системы подается внешнее воздействие $X(t)$, обладающее свойствами случайного процесса и характеристиками $S_x(w)$ и $R_x(t^*)$. Следует ожидать, что динамическая система (фронт кристаллизации) под влиянием внешнего воздействия, обладающего свойствами случайного

процесса, приобретает определенные случайные черты, которые определяют с помощью корреляционной теории. Пусть $S_x(w)$ – спектральная плотность колебаний, характеризующих гомогенное зародышеобразование перед фронтом дендритной кристаллизации сварочно-наплавочной ванны, а $F(iw)$ – амплитудно-частотная характеристика изучаемой динамической системы. Тогда спектральная плотность колебаний на выходе динамической системы определяется зависимостью:

$$S_y(w) = F(iw)F(-iw)S_x(w) \quad (4)$$

Функция $F(iw)$ получается при замене оператора Лапласа p произведением iw , где $i = \sqrt{-1}$ в выражении передаточной функции динамической системы.

Изучение статистической взаимосвязи двух случайных функций времени – температуры расплава и концентрации примеси в АРДЗ ведут, исходя из предположения, что температура расплава $\bar{T}(t)$ и переохлаждение $q(t) = T_{\text{лo}} - \bar{T}(t)$ является стационарной случайной функцией времени, обладающей известной спектральной плотностью колебаний $S_x(w)$, а пересыщение расплава $\Delta\bar{C}(t)$ изменяется во времени в соответствии с решением дифференциального уравнения (1). Принимая во внимание для скорости роста кристалла соотношение:

$$R = m_1 \Delta\bar{T} = m_1 (q - b_0 \Delta\bar{C}) \quad (5)$$

Уравнения динамики пересыщения расплава примесью с учетом соотношения 5 (1):

$$l_0 \frac{d^2 \Delta\bar{C}}{dt^2} + (k_m + k_d) \frac{d\Delta\bar{C}}{dt} + b_0 m_1 g \Delta\bar{C} = m_1 g q(t) + (1 - k_0) C_0 \frac{S_1}{S_0} N_1 m_1 \frac{dq(t)}{dt}$$

Аналогично

$$\begin{aligned} l_0 \frac{d^2 \Delta\bar{C}}{dt^2} + (k_m + k_d) \frac{d\Delta\bar{C}}{dt} + b_0 m_1 g \Delta\bar{C} = \\ = m_1 g q(t) + (1 - k_0) C_0 \frac{S_1}{S_0} N_1 m_1 \frac{dq(t)}{dt} + (1 - k_0) C_0 \frac{S_2}{S_0} N_2 m_2 g \frac{dq(t)}{dt}. \end{aligned}$$

где $k_d = (1 - k_0) b_0 C_0 S_1 N_1 m_1 / S_0$, l_0 – протяжённость АРДЗ; k_m – коэффициент массопередачи; C – концентрация примеси в расплаве в зоне АРДЗ; C_0 – исходная концентрация примеси в расплаве ванны; плотность потока вещества (примеси) на границе твердой и жидкой фаз; γ – коэффициент вихревого взвешивания примеси в расплаве (1/с);; $R_1 = m_1 (\Delta\bar{T}(t))$ – скорость движения фронта кристаллизации; m_1 – коэффициент роста

скорости от переохлаждения; $\Delta\bar{T}(t) = \frac{1}{l_0} \int_0^{l_0} \Delta T(z:t) dz = q(t) - b_0 \cdot \Delta\bar{C}(t)$;

$\Delta\bar{C}(t) = \frac{1}{l_0} \int_0^{l_0} \Delta C(z:t) dz$; $\Delta T = T_{\text{л}} - T$; $\Delta C = C - C_0$; $T_{\text{л}} = T_0 - b_0 C$; T_0 – температура ликвидус чистого компонента растворителя сплава; b_0 – коэффициент падения температуры ликвидус в сплаве (1/K); $q(t)$ – реально действующее переохлаждение относительно температуры ликвидус растворителя сплава; k' – коэффициент разделительной диффузии, а $k_0 < 1$ равновесный коэффициент распределения примеси.

Здесь в правой части потоки примеси в расплав от гомогенного зародыша, дендритного, с учётом взвешивания примеси. Слагаемое $(1 - k_{02}) C_0 \frac{S_2}{S_0} N_2 m_2 q(t)$ представляет собой поток примеси в расплав при переохлаждении $q(t)$ и учитывает влияние

соседнего зародыша через примесную блокаду. В связи с этим, в дифференциальное уравнение требуется введения в $2h$ ещё одного слагаемого: $k_{d_2} = (1 - k_{02})C_{02} \frac{S_2}{S_0} N_2 m_2 b_0$.

Для приведения выражений к каноническому виду: $X = q(t)$; $Y = \Delta \bar{c}(t)$;
 $2h = (k_m + k_d) / l_0$; $k^2 = b_0 m_1 g / l_0$; $A = m_1 g / l_0$; $B = (1 - k_0)C_0 \frac{S_1}{S_0} N_1 m_1 / l_0$,
 $C = (1 - k_{02})C_{02} \frac{S_2}{S_0} N_2 m_2 g / l_0$ получают:

$$\ddot{X} + 2h\dot{X} + k^2 Y = AX + (B + C)X \quad (7)$$

где точка означает дифференцирование по времени t . Далее вводят отклонения переменных q и \bar{C} от их средних значений q_{cp} и \bar{C}_{cp} : $x = q - q_{cp}$, $y = \Delta \bar{C} - \Delta \bar{C}_{cp}$. Предполагают, что средние значения переменных q_{cp} и \bar{C}_{cp} связаны соотношением $q_{cp} = b_0 \Delta \bar{C}_{cp}$.

Так как $q_{cp} = b_0 \Delta \bar{C}_{cp}$, а $b_0 \approx 20 \gg 1$, тогда дифференциальное уравнение принимает вид

$$\frac{2h}{k^2} \ddot{X} + Y = \frac{A}{k^2} (X - (-\frac{B+C}{A})X)$$

Введя новые переменные: $\frac{2h}{k^2} = T$, $\frac{A}{k^2} = k$, $(-\frac{B+C}{A}) = T_0$, получим:

$$T\ddot{X} + Y = k(X - T_0 X)$$

Дифференциальное уравнение устойчивого инерционного неминимально-фазового звена системы автоматического регулирования. Или дифференциальное уравнение устойчивой инерционной нелинейно-фазовой динамической системы. Амплитудно-частотная характеристика такой системы имеет вид [3]:

$$A(w) = k \frac{\sqrt{1 + T_0^2 w^2}}{\sqrt{1 + T^2 w^2}}$$

Фазовая характеристика имеет вид: $j(w) = -\arctg T_0 w - \arctg T w$

А передаточная функция имеет вид $W(p) = \frac{k(1 - T_0 p)T w}{1 + T p}$

$$\left. \begin{aligned} F(iw) &= \frac{k(1 - T_0 iw)}{1 + T iw} \\ F(-iw) &= \frac{k(1 + T_0 iw)}{1 - T iw} \end{aligned} \right\} \text{Так что } F(iw)F(-iw) = k^2 \frac{1 + (T_0 w)^2}{1 + (T w)^2}$$

Теперь можно использовать общее соотношение корреляционной теории (4). Тогда спектральная плотность на выходе динамической системы определяется зависимостью

$$S_y(w) = S_x(w) k^2 \frac{1 + (T_0 w)^2}{1 + (T w)^2} \quad (8)$$

При задании спектральной плотности температурной флуктуаций связанной с зарождением гомогенов $S_x(w)$ предельную полосу пропускания в частотном спектре принимают:

$$S_x(w) = S_0 / (1 + w^2 / w_0^2)$$

Дисперсия температурных колебаний по:

$$d_x^2 = R_x(0) = \int_{-\infty}^{\infty} S_x(w)dw$$

$$d_x^2 = \tilde{S}_0 \int_{-\infty}^{\infty} \frac{dw}{1+w^2/w_0^2} = pw_0 \tilde{S}_0, \text{ откуда: } \tilde{S}_0 = d_x^2 / (pw_0), \text{ тогда}$$

$$S_x(w) = w_0 d_x^2 / [p(w_0^2 + w^2)]. \quad (9)$$

Корреляционная функция для температурных колебаний по (1) с учетом (9):

$$R_x(t_*) = (w_0^2 d_x^2 / p) \int_{-\infty}^{\infty} \frac{\cos wt_* dw}{w_0^2 + w^2} = d_x^2 \exp(-w_0 |t_*|);$$

$$R_x(t_*) = R_x(0) \exp(-w_0 |t_*|), \quad (10)$$

где $R_x(0) = d_x^2$.

Полученная корреляционная функция $R_x(t_*)$ обладает следующими общими свойствами: $R_x(t_*) \rightarrow 0$ при $t_* \rightarrow \infty$, $R_x(t_*) = R_x(-t_*)$; $R_x(t_*) \leq R_x(0)$.

Физический смысл (10): статистическая связь (корреляция) случайных явлений (в данном случае температуры расплава) ослабевает по мере увеличения интервала времени между двумя соседними отсчетами случайной величины. Подставив выражение спектральной плотности $S_x(w)$ из (9) в общее соотношение (8) корреляционной теории, получим:

$$S_y(w) = w_0 s_x^2 k^2 (1 + (T_0 w)^2) \cdot [p(w_0^2 + w^2)(1 + (Tw)^2)]^{-1} \quad (11)$$

w_0 – предельное значение полосы пропускания в частотном спектре внешнего воздействия в нашем случае – частоты воздействия быстрого зародыша. Для низкочастотной области спектра принимают $w^2 \ll w_0^2$. В этом случае выражение (11) упрощается:

$$S_y(w) = \tilde{S}_1 (1 + (T_0 w)^2) \cdot (1 + (Tw)^2)^{-1}; \quad (12)$$

$$\tilde{S}_1 = d_x^2 k^2 / (pw_0) \quad (13)$$

Спектральной плотности (12) соответствует корреляционная функция вида:

$$R_y(t_*) = \int_{-\infty}^{\infty} S_y(w) \cos wt_x dw = \frac{\tilde{S}_1}{|t_*|} \frac{1 + T_0^2 w^2}{1 + T^2 w^2} \sin w|t_*| = s_y^2 a \frac{1}{|t_*|} \sin b|t_*|; \quad (14)$$

где: $s_y^2 = k^2 d_x^2 / (pw_0)$; $a = \frac{1 + T_0^2 w^2}{1 + T^2 w^2}$; $b = w$.

Согласно $s_y^2 = k^2 s_x^2 / (pw_0)$ взаимосвязь переменных $\Delta \bar{C}$ и q описывается

коэффициентом $\frac{k^2}{pw_0} = \frac{A \cdot l_0}{b_0 m_1 g(pw_0)} = \frac{1}{b_0 pw_0}$, откуда:

$$|d\Delta\bar{C}| = \frac{1}{b_0 p w_0} |dq|; \quad (15)$$

где, $|dq| = +(s_x^2)^{1/2}$; $|d\bar{C}| = +(s_y^2)^{1/2}$.

Согласно выражению (15) флуктуация переменной $\Delta\bar{C}$ тем меньше, чем шире полоса пропускания w_0 (т.е. чем чаще образуются группы гомогенных кристаллов) и чем больше наклон линии ликвидуса сплава.

Увеличение наклона линии ликвидуса говорит о способности сплава к росту вторичных пересыщенных кристаллов без значительного переохлаждения и о низкой склонности, в связи с этим, к пересыщению зоны АРДЗ примесью. Следует предполагать, что первичные кристаллы в свою очередь предпочитают способности к быстрому росту способность равномерного роста без задержек с высокой степенью диффузности структуры.

Видимо, снижение флуктуаций связано с замедлением роста первичных кристаллов, который сопровождается интенсивным диффузионным процессом.

Следовательно, увеличение наклона линии ликвидуса, снижающее флуктуацию $\Delta\bar{C}$ может быть важным фактором управления процессом кристаллизации наряду с общим снижением или увеличением концентрации примеси в двухфазной зоне. В этом смысле наиболее эффективным при кристаллизации было бы формирование вертикальной линии ликвидус, например, за счёт образования химического соединения, забирающего примесь. Для сплавов с крутой линией ликвидус следует ожидать возможности достижения высоких степеней переохлаждения расплава даже при невысоких скоростях охлаждения и как следствие расширения полосы пропускания в частотном спектре приведенной модели АРДЗ. Правда, в этом случае снижается степень переохлаждения расплава и скорость роста кристаллов, что в свою очередь должно увеличивать флуктуацию $\Delta\bar{C}$.

Общее увеличение концентрации примеси в расплаве и рост первичных кристаллов способствует снижению величины флуктуации примеси из-за общего пересыщения расплава и снижения скоростей роста всех образующихся кристаллов, связанной с деградацией переохлаждения.

Проанализируем характер корреляционной функции (14) с учетом расшифровки коэффициентов a и b согласно соотношениям:

$$a = \frac{1 + T_0^2 w^2}{1 + T^2 w^2}; \quad b = w; \quad d_y^2 = k^2 d_x^2 / (p w_0).$$

Параметр a характеризует скорость убывания статистической связи между двумя соседними отсчетами переменной $\Delta\bar{C}$. Согласно (11) эта связь убывает тем скорее, чем больше a .

Аргумент тригонометрической функции в обоих случаях w – является действительной величиной, и корреляционная функция $R_y(t_*)$ приобретает признаки периодичности.

При $a \rightarrow t^*$ корреляционная функция вырождается в синусоиду, а энергетический спектр – в импульсную S – функцию на частоте $b = w$. Таким образом, параметр $b = w$ характеризует частоту периодического процесса, лежащего в основе случайной функции $\Delta\bar{C}(t)$, а параметр a характеризует степень размытости, нерегулярности, случайности переменной $\Delta\bar{C}(t)$.

Характер изменения во времени переменной $\Delta\bar{C}(t)$ зависит от соотношения между a и b . Если a/b мало, то функция $\Delta\bar{C}(t)$ напоминает синусоиду или косинусоиду с медленно изменяющейся амплитудой и фазой (a – амплитуда, b – фаза, a – малое, b –

большое), иначе говоря, значения переменной $\Delta\bar{C}(t)$ оказываются сильно коррелированными, если отсчеты функции $\Delta\bar{C}(t)$ берутся через промежутки времени $2p/b$. С увеличением отношения a/b периодичность функции $\Delta\bar{C}(t)$ становится все менее заметной.

Параметр a имеет вид: $a = \frac{1+T_0^2 w^2}{1+T^2 w^2}$. Величина параметра a зависит от отношения вторых слагаемых в числителе и знаменателе. Таким образом, следует анализировать соотношение:

$$((1-k_0) \frac{S_1}{S_0} N_1 m_1 + (1-k_{02}) \frac{S_2}{S_0} N_2 m_2 g)^2 (\frac{C_0 w^2}{m_1 g})^2 = (k_m + k_d)^2 (\frac{w^2}{b_0 m_1 g})^2.$$

С увеличением a/b периодичности функции $\Delta\bar{C}(t)$ становится всё менее заметной. Таким образом, получаем зависимость, когда коэффициент массопередачи в активной зоне роста дендритного кристалла k_m связан с коэффициентом прироста концентрации примеси в АРДЗ от гомогенного кристалла вследствие обогащения жидкой фазы ликвидирующими элементами с учетом коэффициента диффузности границы гомогенного кристалла.

Причем, чем больше коэффициент массопередачи и меньше коэффициент обогащения и степени диффузности по значению границы, тем меньше коэффициент усиления колебаний a и периодичность функции $\Delta\bar{C}(t)$ становится всё более заметной и наоборот.

Коэффициент массопередачи в общем случае зависит от скорости движения потока расплава V и степени турбулизации потока и, в результате, следует ожидать увеличения коэффициента усиления колебаний a и снижения периодичности функции $\Delta\bar{C}(t)$ в АРДЗ первичного кристалла.

$$a = \frac{f^2 + (k_{d_1} + k_{d_2} g)^2}{f^2 + (k_m + k_d)^2}; \text{ где } f^2 = \frac{m_1^2 g^2 b_0^2}{w^2}, f = \frac{m_1 g b_0}{w} - \text{параметр.}$$

Параметр a прямо пропорционален квадратам коэффициента скорости роста первичного кристалла (дендрита), коэффициента размыва примеси (коэффициент вихревого взвешивания примеси), коэффициента сползания ликвидуса и обратно пропорционален квадрату частоты колебаний температуры. Если a уменьшается, периодичность колебаний увеличивается. Таким образом, с увеличением скорости роста, коэффициента размыва и коэффициента сползания ликвидуса, периодичность процесса изменения концентрации примеси в АРДЗ тоже увеличивается. Напротив, она уменьшается при увеличении частоты w . С другой стороны, уменьшение коэффициента обогащения АРДЗ вторичного кристалла и увеличение степени диффузности увеличивает периодичность колебаний концентрации в АРДЗ первичного кристалла k_m . Таким образом, статистическая периодичность изменения концентрации примеси в АРДЗ проявляется при соблюдении условий:

Если усиление периодичности означает увеличение степени коррелированности функции $\Delta\bar{C}(t)$, то уменьшение степени коррелированности функции $\Delta\bar{C}(t)$ – означает увеличение степени размытости, нерегулярности, случайности переменной $\Delta\bar{C}(t)$, соответствующих уменьшению a и увеличению b .

Последнее возможно при:

- уменьшении скорости роста дендрита;
- уменьшении коэффициента вихревого взвешивания примеси;
- уменьшении коэффициента сползания ликвидуса сплава;

- увеличении частоты образования вторичных кристаллов перед дендритным фронтом кристаллизации;
- уменьшении степени диффузности гомогенных кристаллов;
- увеличении коэффициента массопереноса на границе АДЗ.

Выполненный анализ свидетельствует о том, что при соблюдении ряда физических оправданных условий, в основе которых лежит взаимодействие фронта кристаллов с расплавом (с пограничным слоем), принципиально возможно упорядоченное во времени изменение переменной $\Delta\bar{C}(t)$, даже, если переохлаждение расплава претерпевает флуктуации со значительным разбросом по частоте, то есть при достаточно размазанном спектре колебаний (флуктуации переохлаждения – появление, рост и плавление гомогенных кристаллов с высокой степенью диффузионности границ).

ЛИТЕРАТУРА

1. Самойлович Ю.А. Системный анализ кристаллизации слитка / Ю.А. Самойлович. Киев: Наук. думка, 1983. 248 с.
2. Григорович В.К. Металлическая связь и структура металлов / В.К. Григорович. М.: Наука, 1988.
3. Львов Н.С. Автоматика и автоматизация сварочных процессов: учеб. пособие / Н.С. Львов, Э.А. Гладкова. М.: Машиностроение, 1982. 302 с.

Казинский Алексей Алексеевич – кандидат технических наук, доцент кафедры «Физическое материаловедение и технология новых материалов» Саратовского государственного технического университета

Казинский Aleksey Alekseevich - candidate of technical sciences, associate professor of the department "Physical material science and technology of new materials" Saratov state technical university

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

АВТОМАТИЗАЦИЯ И УПРАВЛЕНИЕ

УДК 550.3:004

В.М. Таран, А.В. Лясникова, О.А. Дударева

АДАПТИВНАЯ СИСТЕМА УПРАВЛЕНИЯ ПРОЦЕССОМ ПЛАЗМЕННОГО НАПЫЛЕНИЯ ПОКРЫТИЙ

На современном уровне развития автоматизации технологических процессов наиболее прогрессивной тенденцией является создание адаптивных систем управления на основе микропроцессорной техники. Отличительная особенность разработанной авторами автоматизированной системы управления состоит в том, что система выполнена в виде адаптивного регулятора, который содержит набор алгоритмов, позволяющих оптимизировать процесс напыления покрытий.

Плазменное напыление, автоматизация, адаптивная система управления

V.M. Taran, A.V. Lyasnikova, O.A. Dudareva

ADAPTIVE SYSTEM FOR CONTROL PLASMA SPRAYING

At the present time in automation of technological processes the most progressive trend is the creation of adaptive systems for control based on microprocessor technology. Our automated system for control is designed as an adaptive controller that contains a set of algorithms to optimize the spraying process.

Plasma spraying, automation, adaptive system for control.

Автоматизация технологического процесса плазменного напыления покрытий является важнейшим условием повышения качества обрабатываемых изделий. Необходимость автоматизации любых технологических процессов обуславливается также возникновением новой социальной обстановки, вызванной научно-техническим прогрессом. Она характеризуется повышенным уровнем образования, увеличением доли квалифицированного и уменьшение неквалифицированного физического труда.

На современном уровне развития автоматизации технологических процессов наиболее прогрессивной тенденцией является создание адаптивных систем управления на основе микропроцессорной техники [1].

Имеется существенное различие между адаптивным и неадаптивным управлением технологическим процессом плазменного напыления. При неадаптивном управлении достаточно исследовать статические и динамические характеристики объектов

технологической системы и на их основе ввести в управляющую систему так называемые «жесткие» алгоритмы управления. При этом получается система программного управления технологическим процессом. Адаптивная система не требует полной информации обо всех характеристиках объектов технологической системы и обеспечивает оптимальный режим обработки при определенных изменениях условий технологического процесса.

В общем случае адаптивная система управления имеет основной контур регулирования, образованный объектом регулирования, датчиками, исполнительными механизмами и локальными регуляторами, а также контур адаптации, основным элементом которого является компьютерная система (рис.1).



Рис. 1. Структурная схема компьютерной адаптивной системы управления: ИМ1...ИМN – исполнительные механизмы; OP1...OPN – объекты регулирования; Д1...ДN – датчики; AP1...APN – локальные автоматические регуляторы

В настоящей работе рассматриваются вопросы разработки адаптивной системы управления в приложении к процессам плазменного напыления покрытий на сетки генераторных ламп.

При плазменном напылении покрытий необходимо оценивать свойства покрытия, среди которых одним из основных является прочность сцепления покрытия с основой. Среди традиционных методов контроля прочности сцепления покрытия с основой наиболее широкое применение нашли такие методы как штифтовой, метод склеивания и метод сдвига.

Традиционные методы контроля прочности сцепления покрытия с основой (в дальнейшем сокращенно «прочности сцепления») практически не пригодны для автоматизации технологического процесса напыления покрытия. В работе описывается метод динамического удара для контроля прочности сцепления, позволяющий проводить непрерывный контроль непосредственно в зоне напыления покрытия. Предложенный метод контроля разработан применительно к технологии напыления плазменных покрытий на изделия сетчатой конструкции.

Суть метода контроля состоит в том, что обработанное изделие (сетка генераторной лампы) взвешивается непосредственно после плазменного покрытия, затем «бомбардируется» частицами порошка в специальной распылительной установке, после чего вновь производится ее взвешивание.

Разность весов сетки до «бомбардировки» частицами порошка и после на основании специальных статических исследований переводится в относительные единицы прочности сцепления.

Для автоматизации технологического процесса плазменного напыления покрытия на сетки генераторных ламп требуется комплекс сложных технических устройств и систем, которые в системе автоматического управления должны быть представлены как

исполнительные механизмы, выполняющие технологические операции и датчики, контролирующие включение этих операций. Структурная схема комплекса оборудования для плазменного напыления покрытий и измерения качественного показателя покрытия приведена на рис. 2. Комплекс функционирует по следующему циклу: робот-манипулятор 8 осуществляет загрузку сеток в установку плазменного напыления путем захвата и транспортировки их из стола-накопителя 1 в камеру очистки установки 2. После окончания обработки робот-манипулятор перегружает сетку на стол-накопитель 3, который входит в состав измерительного стенда. Кроме стола-накопителя 3 в состав измерительного стенда входят электронные весы 4, 6; распылительная установка 5, автоматический манипулятор 9 и компьютерная система, которая включает устройство сопряжения (УСО) ЭВМ с объектом управления и контроля.

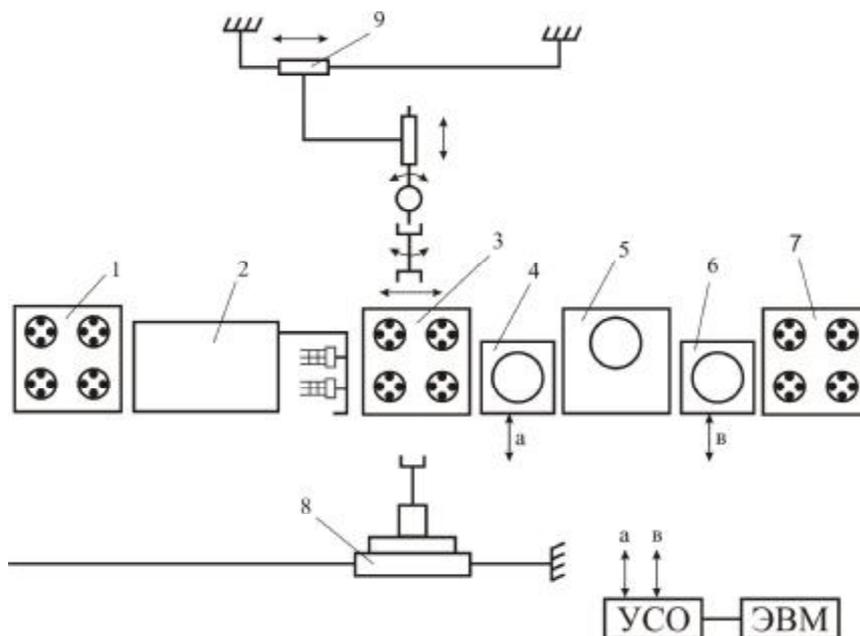


Рис. 2. Структурная схема комплекса оборудования для плазменного напыления и измерения прочности сцепления покрытия

Плазменная установка имеет две вакуумные камеры, разделенные затвором. Одна из камер является загрузочной и одновременно используется для очистки сеток газовым разрядом, другая предназначена для плазменного напыления порошковых покрытий на сетки. С помощью манипуляторов сетки устанавливаются сначала на рабочие позиции очистки, а затем перемещаются в камеру плазменного напыления. В процессе напыления детали совершают вращательные и возвратно-поступательные движения вдоль плазматрона. Дистанция между соплом плазматрона и поверхностью сетки, а также угол наклона плазменной струи регулируются специальными манипуляторами.

Анализ технологии плазменного напыления покрытий показывает, что для получения качественного покрытия требуется поддерживать на заранее установленных оптимальных условиях определенные факторы, которые определяют режим напыления покрытия.

К наиболее существенным факторам режима напыления можно отнести такие факторы как устойчивость работы плазматрона и порошкового питателя, расход плазмообразующего газа, величину тока плазматрона, дистанцию между плазматроном и обрабатываемым изделием. Важным фактором является также стабильная работа кинематической схемы установки.

Плазматрон является одним из основных технических устройств технического комплекса плазменного напыления. Основная функция плазматрона состоит в генерации

плазменной струи для ускорения и нагрева напыляемого порошка. Плазменная струя образуется в результате продувания плазмообразующего газа через дуговой разряд, возбуждаемый между катодом и соплом – анодом плазмотрона [1]. Для образования плазменной струи и подачи в нее напыленного порошка применяется система питания плазмотрона в состав которой входят: газовая система, система охлаждения, система электропитания и система подачи порошка.

Неустойчивая работа плазмотрона существенно ухудшает нагрев порошка, что резко снижает качество покрытия. При этом основным фактором неустойчивой работы плазмотрона является нарушения равномерного (точнее, близкого к равномерному) движения дугового разряда внутри сопла – анода. Если дуговой разряд перемещается неравномерно или устанавливается неподвижно в какой-либо области сопла, то это неизбежно приводит к ухудшению устойчивости работы плазмотрона или даже выхода его из строя. К сожалению, обеспечить устойчивую работу плазмотрона средствами автоматики достаточно сложно. Более рациональный подход состоит в комплектовании плазменной установки двумя взаимозаменяемыми плазмотронами с возможностью использования одного из них по мере ухудшения характеристик другого. Важным условием устойчивой работы плазмотрона является стабилизация параметров питающих систем плазмотрона.

В связи с этим схема автоматизации систем питания плазмотрона (рис.3) содержит датчики, исполнительные механизмы и компьютерную систему управления для стабилизации параметров.

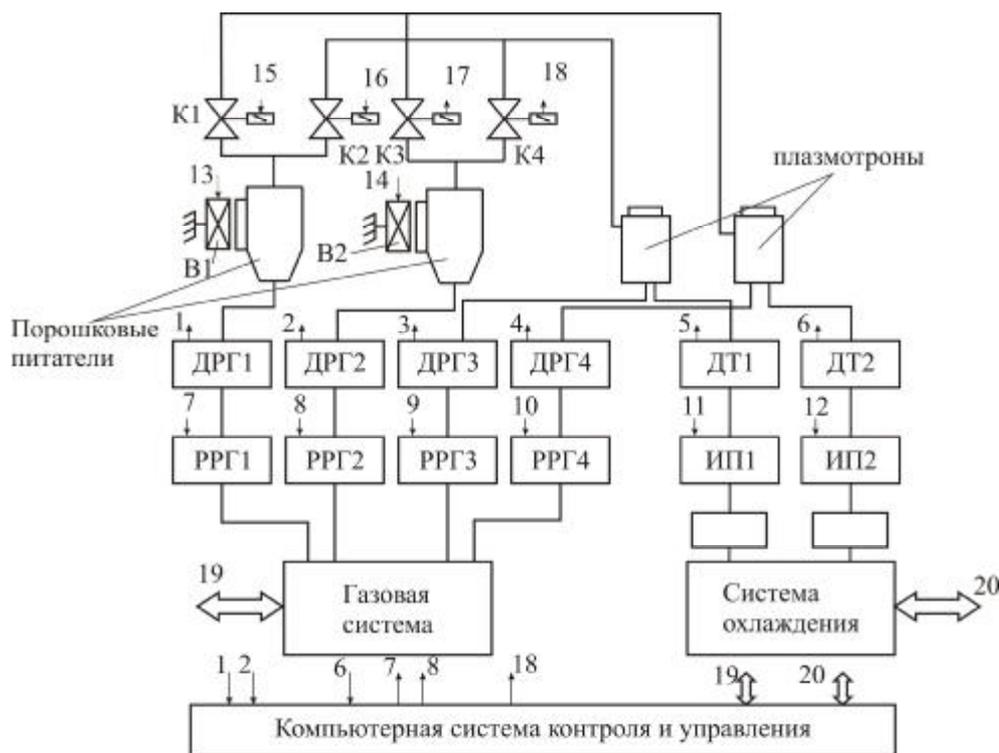


Рис. 3. Схема компьютерного управления системами питания плазмотрона:
 K1...K4 – электромагнитные клапаны; V1, V2 – вибропреобразователи;
 ДРГ1...ДРГ4 – датчики расхода газа; РРГ1...РРГ4 – регуляторы расхода газа;
 ДТ1, ДТ2 – датчики тока плазмотронов;
 ИП1, ИП2 – источники электропитания плазмотронов

Для получения покрытия равномерной толщины на сплошной конфигурации сетки ее необходимо равномерно вращать и одновременно перемещать возвратно-поступательно относительно плазменной струи, при этом плазмотрон должен осуществлять качательные

движения. В связи с этим важным фактором получения качественного покрытия является рациональная конфигурация кинематической схемы установки и стабильность ее работы. Важным условием стабильной работы кинематической схемы является ее автоматизация. Представленная на рис. 4 кинематическая схема установки обеспечивает необходимые движения сетки и плазмотрона для получения покрытия равномерной толщины.

Манипулятор М1 участвует в операциях загрузки сеток в установку и их выгрузки после окончания обработки, а также выполняет функцию держателя сетки в процессе их очистки газовым разрядом в камере очистки. Манипулятор М2 осуществляет перегрузку сеток из камеры очистки в камеру напыления, а также осуществляет вращения сеток и одновременное их возвратно-поступательное перемещение относительно плазмотрона в процессе плазменного напыления.

Манипуляторы М3 и М4 предназначены для установки дистанции напыления и качательных движений плазмотрона.

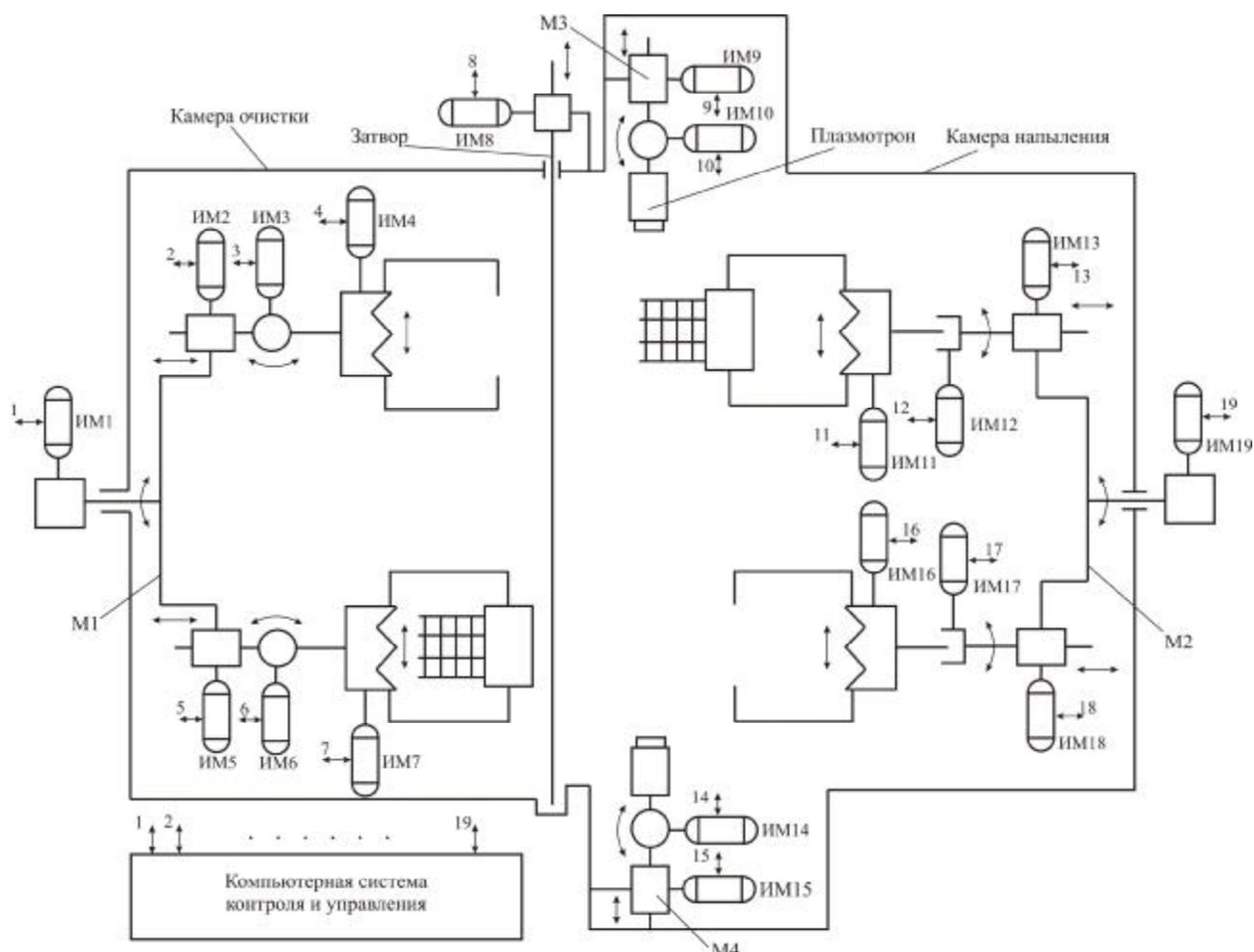


Рис. 4. Схема автоматизации кинематической схемы:

- 1...19 – системы управления и контроля;
- ИМ1...ИМ19 - исполнительные механизмы;
- М1...М4 – манипуляторы.

Автоматизация манипуляторов технологического комплекса осуществляется на базе однотипных исполнительных механизмов, которые включают электропривод и датчики для контроля положения кинематических звеньев манипуляторов.

Стабилизация скорости вращения электроприводов манипуляторов осуществляется системами автоматического регулирования (САР) реализованных на ЭВМ по ПИД-законам

программным способом. Коэффициент ПИД-регуляторов подбирается в процессе отладки технологического комплекса.

Отличительной особенностью разработанной автоматизированной системы управления по сравнению с традиционными системами управления установками плазменного напыления покрытий, состоит в том, что система выполнена в виде адаптивного регулятора, который содержит набор алгоритмов, позволяющих оптимизировать процесс напыления покрытий на сетки генераторных ламп при изменениях технологических условий. В основу функционирования адаптивного регулятора заложены следующие положения:

1) в процессе разработки технологического процесса формируется множество алгоритмов управления в зависимости от особенностей протекания технологического процесса;

2) с помощью блока датчиков происходит автоматическое распознавание особенностей протекания технологического процесса;

3) с помощью операторов математической логики среди набора стандартных текущих ситуация выбирается наиболее близкая текущей;

4) произвести выбор алгоритма.

Адаптивный регулятор технически реализован на базе компьютерной системы, которая содержит набор программ взаимосвязанных в логическую трехуровневую иерархическую сеть управляющих алгоритмов (рис. 5).

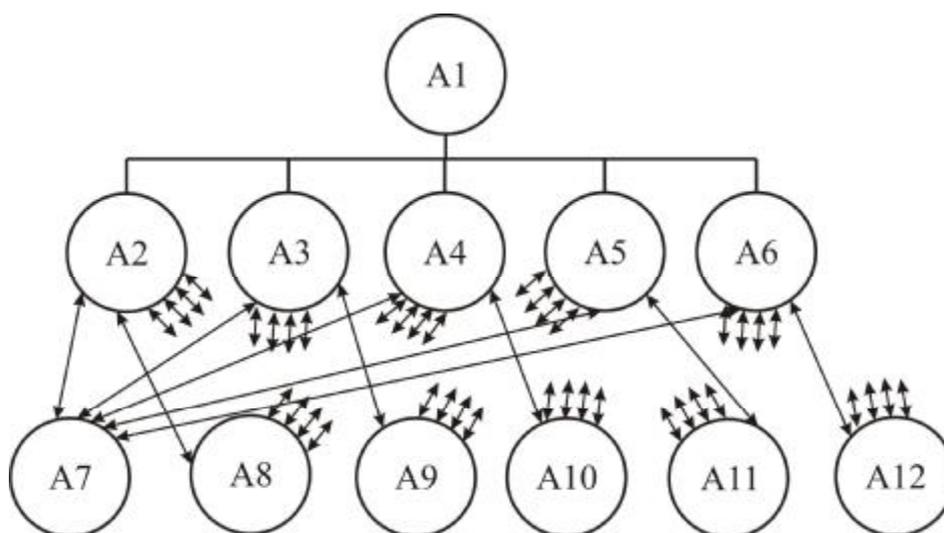


Рис. 5. Логическая сеть управляющих алгоритмов

Перечень управляющих алгоритмов и их функциональное назначение представлены в табл. 1.

Таблица 1

Перечень управляющих алгоритмов адаптивного регулятора

Условное обозначение	Функциональное назначение алгоритма
A1	Логическое управление технологическим процессом
A2...A6	Алгоритмы проведения испытаний методом дисперсионного анализа
A7...A8	Алгоритмы управления исполнительными механизмами

Алгоритм A1 предназначен для работы во внешнем контуре адаптивного регулятора. Его назначение состоит в логическом управлении технологическим комплексом плазменного напыления в соответствии со складывающейся в процессе напыления технологической ситуацией.

Обобщенная математическая формула алгоритма А1 может быть представлена логическим выражением:

ЕСЛИ <Технологические условия> ТО <Управляющие действия>

<Технологические условия> определяются в процессе обработки технологии плазменного напыления покрытий на сетки генераторных ламп, а также непосредственно во время производственного процесса напыления покрытий. <Технологические условия> включают показатель качества обрабатываемого изделия, в качестве которого принята прочность сцепления покрытия с основой σ .

Построение логического алгоритма А1 предусматривает предварительную классификацию состояний показателя качества. Суть классификации состоит в том, что внутри поля допуска на показатель качества устанавливается определенное количество зон расположения значений отклонений прочности сцепления от номинального значения (рис. 6).

По технологическим соображениям число зон может быть больше или меньше.



Рис. 6. Диаграмма отклонения прочности сцепления от значения: σ_n – номинальное значение прочности сцепления покрытия с основой.

Алгоритмы А2...А6 реализуют статическую обработку результатов измерения прочности сцепления и их зависимость от факторов на основе использования математических моделей дисперсионного анализа [3]. Математическая связь этих методов состоит в выделении определенного числа доминирующих факторов (как правило, не более пяти) и варьировании их значений в соответствии с правилами предписываемыми определенной комбинаторной таблицей [2]. При этом под факторами понимаются технологические параметры, оказывающие существенное влияние на выходную величину (в нашем случае – прочность сцепления покрытия с основой). Факторы подразделяются на количественные и качественные. Хотя к качественным факторам нельзя применять числовую шкалу, как это применяется для количественных факторов, однако можно построить условную порядковую шкалу, которая ставит в соответствие качественным факторам числа натурального ряда [3], например, присвоение им номеров. В таблице 2 представлены факторы, которые учитывались в моделях дисперсионного анализа для статической оценки их влияния на прочность сцепления покрытия с основой σ . В алгоритме А2...А6 предусмотрена реализация полного факторного эксперимента дисперсионного анализа и статические расчеты по методу Йетса [5]. Данные статического расчета по методу Йетса приведены в табл. 2.

Определение значимости факторов определяется сравнением вычисленного критерия F_i с табличным критерием Фишера F для уровня значимости $\alpha=0,01$ [2]. Если $F_i > F$, то соответствующий фактор значим. Например, если влияние фактора Ф1 на прочность сцепления покрытия более значимо, чем фактор Ф2, то управляющее воздействие должно быть направлено на включение в состав технологического комплекса плазматрона N2.

Алгоритмы А7...А13 предназначены для управления исполнительными механизмами технического комплекса. Задача обеспечения согласованного управления совокупностью

исполнительных механизмов решается путем описания каждого устройства технического комплекса математической моделью конечного автомата [4].

$$K = \{U, X, Y, \Phi, \Psi\},$$

Таблица 2

Факторы для проведения дисперсионного анализа

Условное обозначение	Наименование	Степень влияния на показатель качества
Ф1	Плазмотрон №1	при потере устойчивости снижается показатель качества
Ф2	Плазмотрон №2	то же
Ф3	Порошковый питатель №1	
Ф4	Порошковый питатель №2	то же
Ф5	Расход плазмообразующего газа по режиму №1	влияет на устойчивость работы плазмотрона
Ф6	Расход плазмообразующего газа по режиму №2	то же
Ф7	Расход плазмообразующего газа по режиму №3	то же
Ф8	Ток плазмотрона по режиму №1	то же
Ф9	Ток плазмотрона по режиму №2	то же
Ф10	Дистанция напыления по режиму №1	может повышать или понижать показатель качества
Ф11	Дистанция напыления по режиму №2	качества
Ф12	Дистанция напыления по режиму №3	то же
		то же

Таблица 3

Данные дисперсного анализа

Источник изменчивости	Сумма квадратов $S_i, i=0,1,2,3,4,5$	Степень свободы K_i	Средний квадрат $M_i = \frac{S_i}{K_i}$	Критерий $F_i = \frac{M_i}{M_0}$
Факторы:	S_1	K_1	M_1	F_1
5 факторов из таблицы	S_2	K_2	M_2	F_2
	S_3	K_3	M_3	F_3
	S_4	K_4	M_4	F_4
	S_5	K_5	M_5	F_5
Сумма	S	K		
Ошибка	$S_0 = S - \sum_{i=1}^5 S_i$	K_0	M_0	

где $U=(u_1, u_2, \dots, u_i)$ – входной алфавит;
 $X=(x_1, x_2, \dots, x_n)$ – множество состояний;
 $Y=(y_1, y_2, \dots, y_m)$ – выходной алфавит;
 $\Phi: X \times U \rightarrow X$ – функция переходов;
 $\Psi: X \rightarrow Y$ – функция выходов.

Конечный автомат рассматривается как некоторый объект, который может находиться в одном из состояний $X_i \in X$ до тех пор, пока на его вход не поступит какой-либо символ из входного алфавита $U_i \in U$. В этом случае автомат переводит в новое состояние, определяемое преобразованием функций Φ и Ψ .

В разработанной логической схеме адаптивного регулятора третий иерархический уровень управляющих алгоритмов представляет собой сеть конечных автоматов, объединенных общими входами и выходами, при этом число конфигураций сети определяется структурой технического комплекса и особенностями технологического процесса.

Разработанная адаптивная система управления техническим комплексом плазменного напыления позволяет улучшить качество плазменных покрытий генераторных ламп и повысить производительность процесса.

ЛИТЕРАТУРА

1. Таран В.М., Лисовский С.М., Лясникова А.В. Проектирование электроплазменных технологий и автоматизированного оборудования. – М.: Изд. МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2005. – 256 с.
2. Длин А.М. Факторный анализ в производстве. М.: Статистика, 1975. – 328 с.
3. Оптимальное управление точностью обработки деталей в условиях АСУ./ В.И. Каптор, О.Н. Анисимов, Г.А. Алексеева и др. – М.: Машиностроение, 1981.– 256 с.
4. Системы очувствления и адаптивные промышленные роботы /В.Б. Брагин, Ю.Г. Войлов, Ю.Д. Жаботинский и др.; Под общ. ред. Е.П. Попова, В.В. Клюева. – М.: Машиностроение, 1985. – 256 с.

1. Taran V.M., Lisowski S.M., Lyasnikova A.V. Designing elektroplazma technologies and automated equipment. - M.: MSTU. NE Bauman, 2005. - 256.
2. Dlin A.M. Factor analysis in production. M.: Statistika, 1975. - 328.
3. Optimal control of precision machining in ASC./ V.I. Kaptor, O.N. Anisimov, G.A. Alexeyev and others - M.: Mashinostroenie, 1981. - 256.
4. Sensitizing and adaptive systems, industrial robots / V.B. Bragin, J.G. Voyle, J.D. Jabotinsky and others. Ed. H.E. Popova, V.V. Klyuev. - M.: Mashinostroenie, 1985. - 256.

Таран Владимир Маркович – доктор технических наук, профессор кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Taran Vladimir Markovich – Doctor of Technical Sciences, Professor of the Department «Biotechnical and Medical Apparatus and Systems» of Saratov State Technical University

Лясникова Александра Владимировна – доктор технических наук, профессор, заведующая кафедрой «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Lyasnikova Alexandra Vladimirovna – Doctor of Technical Sciences, Professor, Head of the Department «Biotechnical and Medical Apparatus and Systems» of Saratov State Technical University

Дударева Олеся Александровна – кандидат технических наук, доцент кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного

Dudareva Olesya Aleksandrovna - candidate of technical sciences, associate professor of the department "Biotechnical and medical devices and systems" Of saratov state technical

УДК 681.3.08

**С.В. Бобырев, Ю.А. Буров, Е.Г. Микульская, М.В. Колодин,
Д.А. Тихонов, А.В. Лясникова**

КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ СОСУДИСТОЙ СИСТЕМЫ КАК ОСНОВА ДИАГНОСТИКИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПРИБОРА MODULAB

Работа посвящена созданию автоматизированной системы измерения показателей кровотока в нижних конечностях. Технической основой системы является прибор MODULAB, который доработан целью обеспечения возможности подключения его к современному компьютеру. Программное обеспечение системы позволяет производить диагностику состояния сосудистой системы нижних конечностей и выработать варианты лечения.

Информационная система, диагностика заболеваний сосудов, модель сосудистой системы, автоматизированные измерения, MODULAB

**S.V.Bobyrev, YU.A. Burov, E.G. Mikulskaya, M.V.. Kolodin,
D.A. Tikhonov, A.V. Lyasnikova**

COMPUTER SIMULATION OF THE CIRCULATORY SYSTEM AS THE BASIS OF DIAGNOSTICS WITH THE USE OF THE DEVICE MODULAB

The work is devoted to creation of the automated system of the measurement of blood flow in lower extremities. The technical basis of the system is the modulab, which finalized the purpose of a possibility to connect it to the modern computer. The system software allows you to make diagnostics of the state of the vascular system of the lower extremities and to develop treatment options.

System information, diagnostics of diseases of vessels, the vascular system, automated measurements, MODULAB

В отделении хирургии сосудов находятся больные с тяжёлой патологией артерий верхних конечностей, нижних конечностей и сосудов, кровоснабжающих головной мозг. Наиболее тяжёлая категория больных – это пациенты с критической ишемией нижних конечностей. Это больные, которые не могут спать и фактически не могут жить из-за тромбозов и окклюзий в сосудах нижних конечностей. Для решения вопросов о плане консервативного и оперативного лечения необходимо провести целый ряд исследований с использованием измерительных комплексов, управляемых с помощью компьютеров.

Наиболее сложно визуально представить трёхмерные поля. Это можно сделать или путём показа плоских сечений (слайсов) или путём «отшелушивания» слоёв оболочек, аналогично, как очищается кочан капусты или головка лука

Таким образом, возникает задача создания математической модели, и визуализации результатов моделирования, при котором определяется:

- Поле кровотока в отдельном сосуде
- Деформация стенок сосуда под действием кровяного давления
- Распределение кровотока в капиллярном поле

Для совершенствования штатного программного обеспечения была предпринята попытка моделирования простейших качественных процессов поступления и истечения крови из сосудистой системы.

Основным математическим аппаратом, использованным для моделирования, были выбраны уравнения в частных производных, т.к. именно ими описываются движение жидкости (кровь и лимфа), деформация оболочек (стенки сосудов) и поля распределения векторных и скалярных функций в пространстве. В качестве численного метода решения уравнений был выбран метод конечных элементов, как наиболее универсальный, ориентированный на использование компьютеров. В качестве инструментального программного средства была выбрана среда MATLAB +FEMLAB, ориентированная на решение уравнений в частных производных методом конечных элементов, имеющая большую библиотеку различных задач и позволяющая легко и наглядно визуализировать результаты моделирования.

На первом этапе была решена задача моделирования кровотока в отдельном сосуде, включающая процессы поступления, истечения и депонирования крови в сосуде.

Понятно, что результатами измерений являются числовые данные и именно по ним врач диагностирует заболевание. Однако ряды чисел и таблицы – наиболее трудно воспринимаемый формат данных. Гораздо нагляднее – графики, отражающие зависимости между измеряемыми параметрами. Но ещё более наглядно представление, отражающее внешнюю картину процесса, например органические и функциональные изменения сегмента конечности. Например, отображение цветом окклюзированных, стенозированных и/или спазмированных сосудов.

Такое представление, носящее качественный характер, позволяет сосредоточить внимание врача на наиболее опасных сторонах процессов и снижает вероятность их пропуска. Затем, после того как на процесс было обращено должное внимание, врач может рассмотреть количественные характеристики, лежащие в основе наглядной картинки и установить точный диагноз, подтвердив или опровергнув первоначальные положения.

При исследованиях сосудистой системы весьма желательно отображать направление кровотока, его ламинарность или турбулентность, поле скоростей по сечению и по оси сосуда. При исследовании микроциркуляции важно отображать поля перфузионного давления, давление на входе в капилляры и на выходе из них. При исследовании функционирования сосудистой системы на экране должны отображаться такие показатели, как сопротивление стенок сосуда расширяющему действию кровотока.

Чрезвычайно важно определение критического значения перфузионного давления, при котором начинается проталкивание крови по сосудам вверх т.к. по этому определяются венозный стаз, лимфостаз.

Обобщая требования к визуализации процессов в сосудистой системе, можно сказать, что необходимо в наглядной форме представлять поля в трёхмерном пространстве, поля на искривлённых поверхностях (например, на стенках сосудов), поля в плоских сечениях.

Первым шагом для решения указанных задач исследования сосудистой системы была выбрана разработка более совершенного программного обеспечения для прибора MODULAB (рис.1), изначально ориентированного на исследование венозной системы. Он необходим, в частности, для того, чтобы на дооперационном этапе выявлять поражение

венозной системы ,артерио-венозное шунтирование и на основании полученных данных выставлять показания к оперативному или консервативному лечению и прогнозировать исход заболевания.



Рис.1. Измерительный комплекс MODULAB

Штатный компьютер, управляющий прибором, имеет ограниченные возможности для визуализации. Фактически на экране представлены (рис. 2) только укрупнённая схема и временной график, отражающие изменение кровотока при наложении на конечности манжет, позволяющих при управлении от компьютера дозированно по определённому закону, пережимать вены.

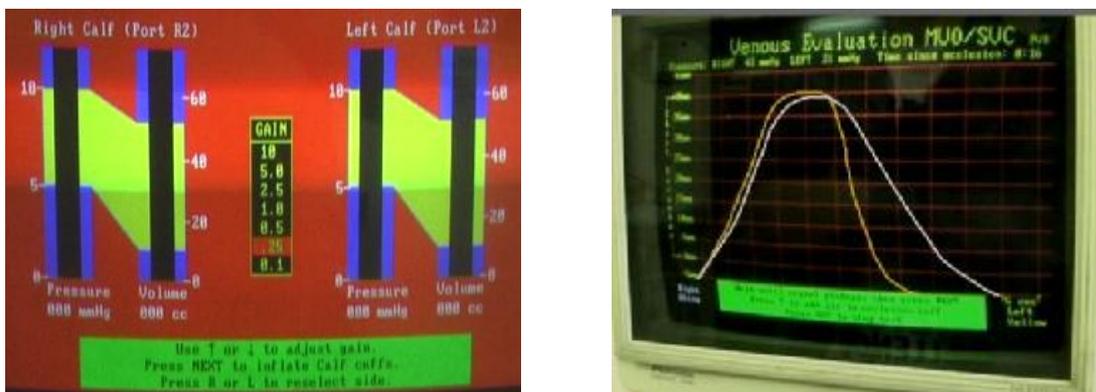


Рис.2. Графическое отображение кровотока в виде схемы (слева) и временного графика (справа) в измерительном комплексе MODULAB

Для совершенствования штатного программного обеспечения была предпринята попытка моделирования простейших качественных процессов поступления и истекания крови из сосудистой системы

Основным математическим аппаратом, использованным для моделирования, были выбраны уравнения в частных производных, т.к. именно ими описываются движение жидкости (кровь и лимфа), деформация оболочек (стенки сосудов) и поля распределения векторных и скалярных функций в пространстве. В качестве численного метода решения уравнений был выбран метод конечных элементов, как наиболее универсальный,

ориентированный на использование компьютеров. В качестве инструментального программного средства была выбрана среда MATLAB +FEMLAB, ориентированная на решение уравнений в частных производных методом конечных элементов, имеющая большую библиотеку различных задач и позволяющая легко и наглядно визуализировать результаты моделирования.

На первом этапе была решена задача моделирования кровотока в отдельном сосуде, включающая процессы поступления, истечения и депонирования крови в сосуде.

Интерактивная модель позволяет задавать параметры входного и выходного сечения сосуда и интенсивность кровотока. В другом случае эти параметры задаются автоматически с помощью специального генератора.

Результат решения отображается (рис. 3) в виде трёхмерной картины или на экране, совмещающем временные графики изменения параметров модели и двухмерное эквивалентное осевое сечение сосуда, изменяющееся при изменении количества депонированной крови.

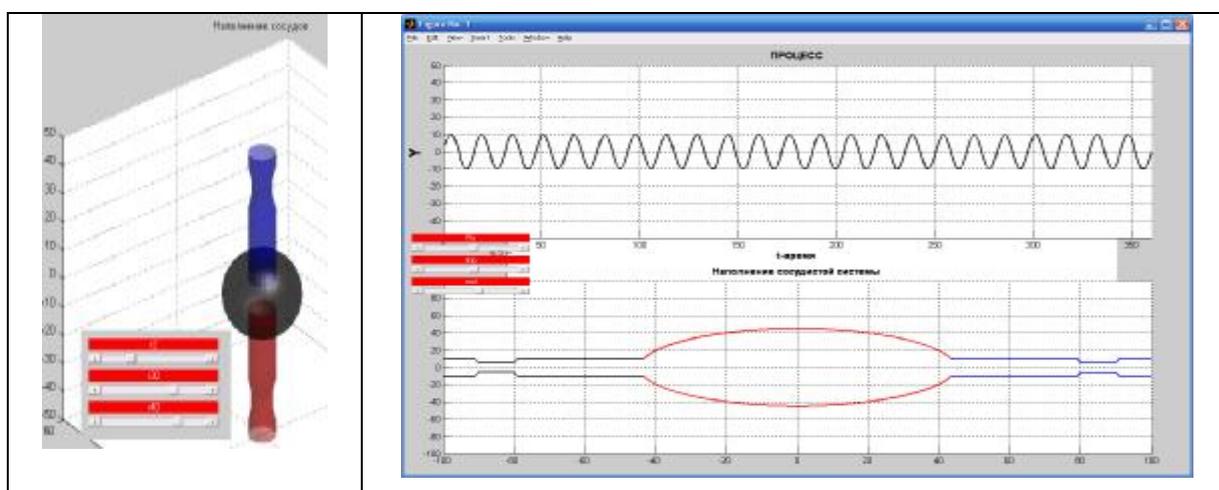


Рис. 3. Визуализация результатов стартового варианта моделирования сосудистой системы (единичный отдельный сосуд). Интерактивная трёхмерная схема (слева) и совмещённый экран (справа)

Укрупнённая модель системы кровообращения представляет собой систему, в которой крупные артерии и вены представлены отдельно и объединены в дерево, а сосуды микроциркуляции, пронизывающие ткань, рассматриваются совместно и описываются как векторное поле движения крови.

Для совершенствования штатного программного обеспечения была предпринята попытка моделирования простейших качественных процессов поступления и истечения крови из сосудистой системы

В модели присутствуют (рис. 4):

- Аорта – основной магистральный артериальный сосуд организма
- Подвздошная, бедренная, подколенная, берцовая артерия стопы
- Основные магистрали Нижней конечности
- Коллатеральные сосуды
- Микроциркуляторное русло
- Вены стопы
- Поверхностная венозная система (Большая и малая подкожные вены)
- Глубокая венозная система: берцовые, суральные, подколенные, бедренные,

подвздошные, нижняя полая вена

- Перфорантные вены – соединяют поверхностную и глубокую венозную систему: артериовенозные свищи (шунты)

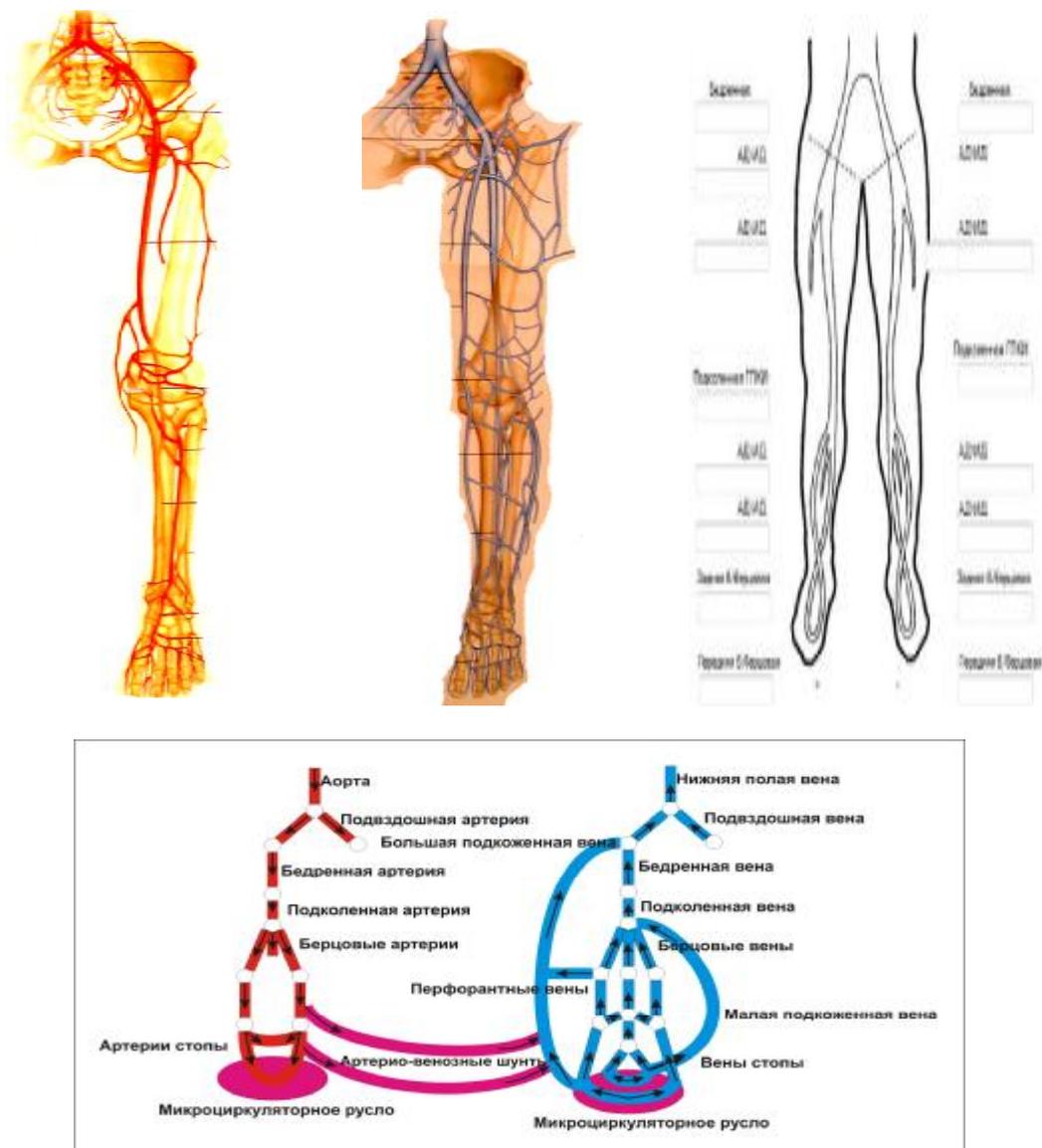


Рис. 4. Элементы модели сосудистой системы, подлежащие визуализации в компьютерной системе

Бобырев Сергей Владимирович – доктор технических наук, профессор кафедры «Прикладные информационные технологии» Саратовского государственного технического университета

Taran Vladimir Markovich – doctor of technical sciences, professor of the department "Applied information technologies" of the Saratov state technical university

Буров Юрий Александрович – доктор медицинских наук, заведующий сосудистым отделением 1-й городской клинической больницы

Burov Yuri Alexandrovich – doctor of medical sciences, head of the vascular compartment of the 1st city hospital

Микульская Елена Георгиевна – кандидат медицинских наук, врач отделения

Mikulskaya Elena Georgievna – candidate of medical sciences, the doctor of

функциональной диагностики 1-й городской
клинической больницы

Колодин Максим Владимирович - врач
сосудистого отделения 1-й городской
клинической больницы

Тихонов Дмитрий Анатольевич - студент
ИСТ-51 Международного факультета
прикладных информационных технологий
Саратовского государственного технического
университета

Лясникова Александра Владимировна –
доктор технических наук, профессор,
заведующая кафедрой «Биотехнические и
медицинские аппараты и системы»
Саратовского государственного технического
университета

functional diagnostics of the 1st city hospital

Kolodin Maxim Vladimirovich –
doctor of the 1st city hospital

Tikhonov Dmitriy Anatol'evich - the student
of IST-51 International faculty of applied
information technologies of Saratov state
technical university

Lyasnikova Alexandra Vladimirovna –
Doctor of Technical Sciences,
Professor, Head of the Department
«Biotechnical and Medical Apparatus and
Systems» of Saratov State Technical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 001.89:004

В.М.Таран, А.В. Лясникова, О.А. Маркелова, О.А. Дударева

**АВТОМАТИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА ИССЛЕДОВАНИЯ
МЕДИКО-БИОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ЭНДОПРОТЕЗОВ**

*В статье приводится описание автоматизированного комплекса
технических средств для проведения длительных испытаний эндопротезов
на предмет их биологической совместимости с живыми тканями.*

Эндопротез, биосовместимость, автоматизация исследований

V.M. Taran, A.V.Lyasnikova, O.A. Markelova, O.A. Dudareva

**AUTOMATIZATION OF RESEARCH THE BIOMEDICAL
PROPERTIES OF IMPLANTS**

*The article describes an automated complex of technical resources for long-
time researches of implants on their biocompatibility with living tissues.*

Implant, biocompatibility, automatization of research

К материалам, применяемым в имплантологии, предъявляются специальные требования, среди которых одним из основных является биологическая совместимость материалов с живой тканью [1]. В связи с этим на поверхность эндопротезов (имплантатов) наносится специальное пористое покрытие, которое является одновременно емкостью и транспортным средством для лекарственных веществ, обеспечивающих благоприятную совместимость живой ткани с материалом эндопротеза на протяжении длительного времени после внедрения его в организм [2]. Исследование медико-биологических свойств эндопротезов представляет собой длительный и непрерывный процесс, который может проходить в течение недель, месяцев и более.

В процессе испытаний необходимо производить сбор данных от измерительных устройств, а также осуществлять обработку этих данных математическими методами. Очевидно, что автоматизация процесса испытаний позволяет существенно облегчить труд людей, участвующих в испытаниях, а также повысить их производительность. Необходимость автоматизации различных процессов обусловлена также существенным повышением уровня образования населения, а также стремление работников (особенно молодых людей) выполнять квалифицированную работу.

Для проведения длительных испытаний эндопротезов на их биосовместимость мы предлагаем использовать автоматизированный комплекс технических средств.

Автоматизированный комплекс (рис.1) включает: карусельную установку для размещения на ней кювет с различными типами лекарственных веществ; электронные весы для взвешивания эндопротезов по заданной программе в процессе испытаний; емкость с заменителем живой ткани; манипулятор для автоматизации процессе транспортировки эндопротезов на различные испытательные позиции; информационно-измерительный комплекс.

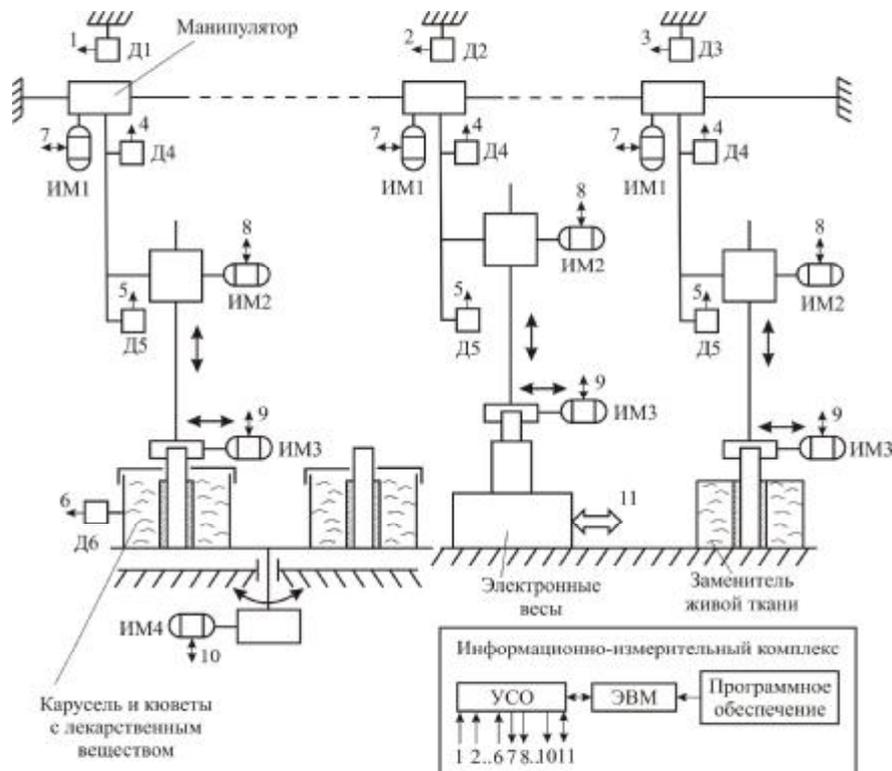


Рис.1. Схема автоматизированного комплекса для испытания свойств покрытия стоматологического эндопротеза: Д1...Д5 – датчики позиционирования звеньев манипулятора; Д6 – датчик идентификации кювет с лекарственным веществом; ИМ1...ИМ4 - исполнительный механизм; УСО – устройство сопряжения датчиков и исполнительных механизмов с ЭВМ; 1...10 – сигналы датчиков и исполнительных механизмов; 11 – сигналы управления и контроля электронных весов

Комплекс функционирует по следующему циклу. Эндопротезы первоначально взвешиваются на электронных весах, после чего загружаются в специальные кюветы с различными типами лекарственных веществ. На позиции карусельной установки покрытие эндопротеза должно насыщаться лекарственным веществом. Через определенное время заданное программой испытаний манипулятор последовательно перемещает эндопротезы с позиции карусельной установки на позицию электронных весов для их повторного взвешивания. Затем эндопротезы перемещаются манипулятором на позицию емкости с заменителем живой ткани для испытания на длительность перехода лекарственного вещества из пористого покрытия эндопротеза в объем заменителя живой ткани. На этой позиции также производится периодическое взвешивание эндопротезов в соответствии с программой испытаний.

Автоматизация манипулятора испытательного комплекса осуществляется на базе однотипных исполнительных механизмов, которые включают электропривод и датчики для контроля положения кинематических звеньев. Стабилизация скорости вращения электроприводов осуществляют системами автоматического регулирования реализованных на ЭВМ по ПИД-законам программным способом.

Информационно-измерительный комплекс реализован на базе компьютерной системы, которая содержит набор программ взаимосвязанных в логическую трехуровневую иерархическую сеть алгоритмов (рис.2). Перечень алгоритмов и их функциональное назначение представлено в таблице.

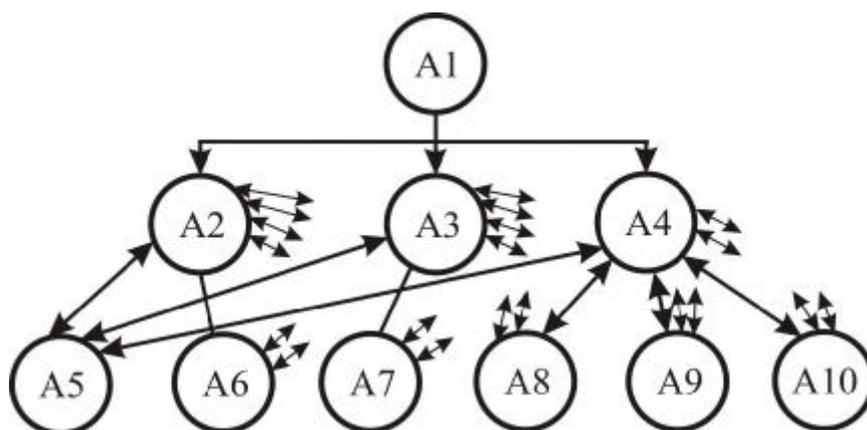


Рис.2. Логическая сеть управляющих алгоритмов

Таблица

Перечень алгоритмов информационно-управляющего комплекса

Условное обозначение	Функциональное назначение
A1	Логическое управление последовательностью технологического цикла испытаний
A2 A3 A4	Алгоритмы проведения экспериментальных исследований: по методике дисперсионного анализа; по методике корреляционного анализа; по методике планирования эксперимента.
A5...A10	Алгоритмы управления исполнительными механизмами и считывание показаний датчиков

Назначение алгоритма A1 состоит в логическом управлении последовательностью технологического цикла испытаний. Обобщенная математическая формула алгоритма A1 может быть представлена логическим выражением:

ЕСЛИ <Технологические условия испытаний> ТО <Управляющее воздействие>
<Технологические условия испытаний> задаются в процессе разработки методики испытаний конкретных видов эндопротезов.

Алгоритмы А2...А4 реализуют процедуры проведения экспериментальных исследований на основе использования статистических методов анализа экспериментальных данных [3].

Алгоритмы А5...А10 предназначены для управления исполнительными механизмами и считывания показателей датчиков. Управление исполнительными механизмами решается путем описания каждого устройства математической моделью конечного автомата [4].

Использование разработанного комплекса в производстве современных имплантатов, в том числе дентальных, позволит значительно повысить качество изготавливаемых изделий, повысить производительность и условия труда обслуживающего персонала.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лясникова А.В. Стоматологические имплантаты. Исследование, разработка, производство, клиническое применение / А.В. Лясникова, А.В. Лепилин, Н.В. Бекренев, Д.С. Дмитриенко. - Саратов: Сарат. гос. техн. ун-т, 2006. - 254 с.
2. В.М. Таран Моделирование наноструктурированных покрытий эндопротезов медицинского назначения методом статистических испытаний / В.М. Таран, А.В. Лясникова // Нанотехника. - 2010. - № 3 (23). - С. 82-85.
3. Алиев Т.А. Экспериментальный анализ. М.: Машиностроение, 1991. 272 с.
4. Системы очувствления и адаптивные промышленный роботы/ В.Б. Брагин, Ю.Г. Войлов, Ю.Д. Жаботинский и др.; под общ. ред. Е.П. Попова, В.В. Ключева. М.: Машиностроение, 1985. 256 с.

Таран Владимир Маркович – доктор технических наук, профессор кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Taran Vladimir Markovich – Doctor of Technical Sciences, Professor of department «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Technical University

Лясникова Александра Владимировна – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Lyasnikova Aleksandra Vladimirovna -- Doctor of Technical Sciences, Professor, head of department «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Technical University

Маркелова Ольга Анатольевна – студент кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Markelov Olga Anatolevna – student of department «Biotechnical and medical devices and systems» of Saratov State Technical University

Дударева Олеся Александровна – кандидат технических наук, доцент кафедры «Биотехнические и медицинские аппараты и системы» Саратовского государственного технического университета

Dudareva Olesya Aleksandrovna - candidate of technical sciences, associate professor of the department "Biotechnical and medical devices and systems" Of saratov state technical university

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

ЭЛЕКТРОНИКА И ПРИБОРОСТРОЕНИЕ

УДК 621.365.5

Ю.С. Архангельский, Е.М. Гришина

ТЕРМИНОЛОГИЧЕСКАЯ БАЗА ВЕРОЯТНОСТНЫХ МЕТОДОВ В ПРОЕКТИРОВАНИИ СВЧ-ЭЛЕКТРОТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ УСТАНОВОК

Рекомендованы термины и определения применительно к вероятностным методам в проектировании СВЧ электротехнологических установок

Проектирование, СВЧ установка, фактор риска, терминологическая база, вероятностные методы, модификация, полимерные материалы.

Yu.S. Arkhangelskiy, E.M. Grishina

TERINOLOGICAL OF PROBADILISTIC METHODS MICROWAVE ELECTRICAL-TECHNOLOGICAL OF THE INSTALLATIONS

Recommended terms and determinations with reference to probabilistic method in designing microwave electricaltechnological of the installation

Designing, microwave installation, factor of the risk, terminological base, probabilistic methods, modification, polymeric material.

В СВЧ электротехнологии, на наш взгляд, имеется достаточная теоретическая база для проектирования СВЧ электротехнологических установок (СВЧ ЭТУ), реализующих технологические процессы тепловой и нетепловой модификации диэлектрических сред, материалов и изделий из них, таких как нагрев, сушка, в том числе сублимационная, размораживание (дефростация), вулканизация, пастеризация, отверждение смол, нетепловая модификация синтетических нитей, тканей на их основе и компаундов на базе эпоксидной смолы. Так, предложен метод определения конкурентоспособности СВЧ ЭТУ между собой и установками с иным способом энергоподвода, основанный на сравнении экономической эффективности (чистой дисконтированной прибыли) этих установок [1]. Разработан алгоритм оптимизации структуры и элементной базы СВЧ ЭТУ, в котором в качестве целевой функции выбрана чистая прибыль на временном интервале в один год при условии возврата банковского кредита в течение года [2,3], причем рассмотрены СВЧ ЭТУ, работающие в периодическом и методическом режимах автономно, в технологической

линии, в самостоятельной технологической линии [4]. На базе решения самосогласованной краевой задачи электродинамики, тепломассопереноса и термомеханики решены задачи синтеза рабочих камер с бегущей волной (КБВ) и камер лучевого типа (КЛТ) и математического моделирования перечисленных выше технологических процессов [5-8]. Решена задача оптимизации ущерба и резервирования в СВЧ электротехнологии, что позволяет ещё на стадии проектирования выбрать допустимые ущерб и вариант резервирования, при которых будет обеспечена максимальная экономическая эффективность СВЧ ЭТУ [9]. Следует указать еще на наличие компьютерного сопровождения проектирования, разработанные методы и средства измерений в СВЧ электротехнологии [10,11] и учебные пособие по СВЧ ЭТУ для студентов направления 140600 «Электроэнергетика и электротехника» [11-13].

Приведенные ссылки на публикации о проблемах и решениях в проектировании СВЧ ЭТУ свидетельствуют, что в этой области доминирует детерминистический подход, когда геометрические, электрические, экономические параметры СВЧ ЭТУ устанавливаются как детерминированные показатели. Однако, строго говоря, ряд этих показателей, например СВЧ мощность и частота электромагнитных колебаний СВЧ генератора, время его работы до первого отказа, геометрические размеры рабочей камеры, ряд экономических параметров требуют для их описания применения вероятностных методов и подходов.

Между тем такие методы и подходы в СВЧ электротехнологии практически не применяются. Видимо основные трудности применения при проектировании СВЧ ЭТУ вероятностных методов заключаются в определении законов распределения исследуемых показателей и, если они установлены, в их суммировании: пока что нет сведений о серьёзных статистических исследованиях проблемы надёжности и рисков СВЧ ЭТУ, в отношении которых в других отраслях техники чаще всего применяют вероятностные методы.

Так, впервые проблема применения вероятностных методов в исследовании надёжности СВЧ ЭТУ (СВЧ печей бытового назначения) была затронута в работе [14]. В ней речь идет о наблюдении всего лишь 18 печей «Волжанка-2000» в течение 1,5 лет. Так что сведений о надёжности СВЧ печи пока что явно недостаточно.

Что касается риска, то в работах [1,15] его предлагается учитывать поправкой при определении нормы дисконта при расчете экономического эффекта от применения СВЧ ЭТУ.

В то же время теория риска широко применяется в проектировании, например, строительных конструкций, автомобильных дорог, объектов энергетики [16-18], автоматических систем управления движением автотранспорта [20], в бизнесе [21,22].

Исторически так сложилось, что, по нашему мнению, в области СВЧ электротехнологии сейчас ведут исследования специалисты, не имеющие углубленной подготовки в области теории вероятностей и математической статистики. В этой ситуации вопрос о терминологической базе вероятностных методов в проектировании СВЧ ЭТУ несомненно достаточно актуален.

Опыт исследований в области СВЧ электротермии показал, что терминологическая база этого раздела электротехнологии складывалась постепенно. Это объясняется в первую очередь тем, что около пятидесяти лет назад в это новое для того времени научно-техническое направление пришли специалисты в области техники, электродинамики и электроники СВЧ, а также специалисты по конкретным технологиям.

В работе [23] справедливо указывается, что в последнее десятилетие СВЧ диэлектрический нагрев привлек внимание новой большой группы специалистов в области радиоэлектроники СВЧ, работавших до этого в других отраслях, не знакомых со сложившейся терминологической базой СВЧ электротермии. Как следует, в последующие годы в публикациях все чаще используются новые термины взамен общепринятых. Так, общеизвестно, что вместо *СВЧ диэлектрический нагрев (СВЧ нагрев)* стали говорить *микроволновый нагрев*, вместо *СВЧ печь – микроволновая печь* и т.д.

Особенности формирования терминологической базы СВЧ электротермии были учтены в начале исследований в области нетепловой модификации диэлектриков в СВЧ ЭТУ – были предложены основные термины и определения в этом новом разделе СВЧ электротехнологии [24]. То же следует сделать в начале системных работ по применению вероятностных методов в проектировании СВЧ ЭТУ.

Рабочая камера СВЧ ЭТУ. При проектировании СВЧ ЭТУ наибольшее внимание приходится уделять рабочей камере, так как от неё в первую очередь зависит равномерность обработки диэлектрика, т.е. качество готовой продукции и в значительной степени – производительность СВЧ ЭТУ. Параметры, используемые в проектировании рабочей камеры, можно подразделить на три типа:

– *входные параметры*, которые воздействуют на рабочую камеру (например, мощность и частота СВЧ генератора, количество источников СВЧ энергии, одновременно работающих на рабочую камеру, диэлектрические параметры обрабатываемого диэлектрика, загружаемого в рабочую камеру);

– *параметры рабочей камеры*, которые определяются, например, её конструкцией (габаритами рабочего пространства камеры, местоположение и габариты обрабатываемого диэлектрика, электрофизические свойства материалов, из которых изготовлена рабочая камера и др.);

– *выходные параметры*, которые являются мерой реакции рабочей камеры на входные параметры (внешнее воздействие), например, равномерность (неравномерность) обработки диэлектрика, время обработки (производительность).

В расчетах рабочих камер СВЧ ЭТУ *входные параметры* и *параметры рабочей камеры* рассматриваются как *исходные данные* задачи, решение которой определяет выходные параметры *реакцию* рабочей камеры. При этом решение задачи можно представить в виде [16]

$$u(t)=u[w(t),k(t)], \quad (1)$$

где w – входные параметры, k – параметры рабочей камеры.

Если формула (1) является аналитической, то решение может быть в *замкнутой форме*. В противном случае (1) означает численную процедуру, которая позволяет определить реакцию на исходные данные.

Надежность и случайность. При проектировании рабочей камеры СВЧ ЭТУ знание исходных данных в некоторой степени неопределенно. Например, мощность СВЧ, поступающая в рабочую камеру в данный момент и в дальнейшем точно никогда не известна. Разумеется, она может быть в действующей СВЧ ЭТУ измерена, для чего придется оснастить установку измерителями генерируемой СВЧ генератором мощности и той её части, которая отражается от рабочей камеры [11], но такие измерения в СВЧ ЭТУ обычно не применяются, т.к. они существенно увеличивают цену СВЧ ЭТУ и уменьшают её конкурентоспособность на рынке технологического оборудования.

Параметры рабочей камеры также имеют неопределенность, хотя и меньшую, чем входные параметры. Например, геометрические размеры рабочего пространства камеры могут быть изготовлены достаточно точно, но с неизбежными отклонениями от их расчетных значений.

Параметр, обладающий неопределенностью, называют *случайным параметром*, *случайной величиной*, если он не изменяется во времени, *случайным процессом*, если он зависит от времени или какого-либо параметра. Каждая конкретная реализация случайного процесса называется *выборочной функцией*. Множество всех возможных выборочных функций и составляет случайный процесс, который из-за этого можно охарактеризовать его *вероятностными свойствами*, что позволяет давать лишь приблизительные оценки.

Параметры, неопределенность которых пренебрежимо мала, называют *детерминированными*. В этом случае все выборочные функции одинаковы.

Если входные параметры или параметры рабочей камеры случайны, их неопределенность определяется выходным параметром. В этом случае *вероятностный расчет* рабочей камеры состоит в использовании соотношения (1) для определения вероятностных свойств случайного процесса на выходе (реакции) в зависимости от случайных свойств исходных данных.

Предельные состояния рабочей камеры СВЧ ЭТУ. В практике проектирования рабочей камеры считается, что она будет в *предельном состоянии*, когда определенный параметр реакции рабочей камеры на внешнее воздействие достигает *порогового значения*. Для рабочей камеры может быть установлено несколько предельных состояний. Например, одно пороговое состояние может быть установлено предельно максимально допустимым коэффициентом отражения от рабочей камеры, при котором отраженная СВЧ мощность от камеры недопустимо велика для СВЧ генератора, вынужденного поглотить эту мощность. Другое пороговое состояние может быть определено максимальным разбросом температуры по объему обрабатываемого диэлектрика.

Риск. Имеются весьма разные понимания термина риска. Общим здесь является то, что риск всегда включает неизвестность, произойдет ли нежелательное событие и возникнет ли неблагоприятное состояние.

При проектировании СВЧ ЭТУ выбор варианта решения, так или иначе связан с риском. Полностью свободной от риска СВЧ ЭТУ, несмотря на самые большие затраты, не существует. Для проектных решений в СВЧ электротехнологии можно дать следующую формулировку: величина риска определяется как произведение величины события на меру возможности его наступления [17], откуда

$$R=Aq, \tag{2}$$

где R – величина риска, A – последствие нежелательного события или состояния (может описываться и оцениваться своими специфическими параметрами, например экономическими), q – мера возможного наступления события (вероятность его наступления).

Наиболее полно, на наш взгляд, описать ситуацию с риском можно по типу угрозы, ущербу и параметрам [17] (рис. 1).

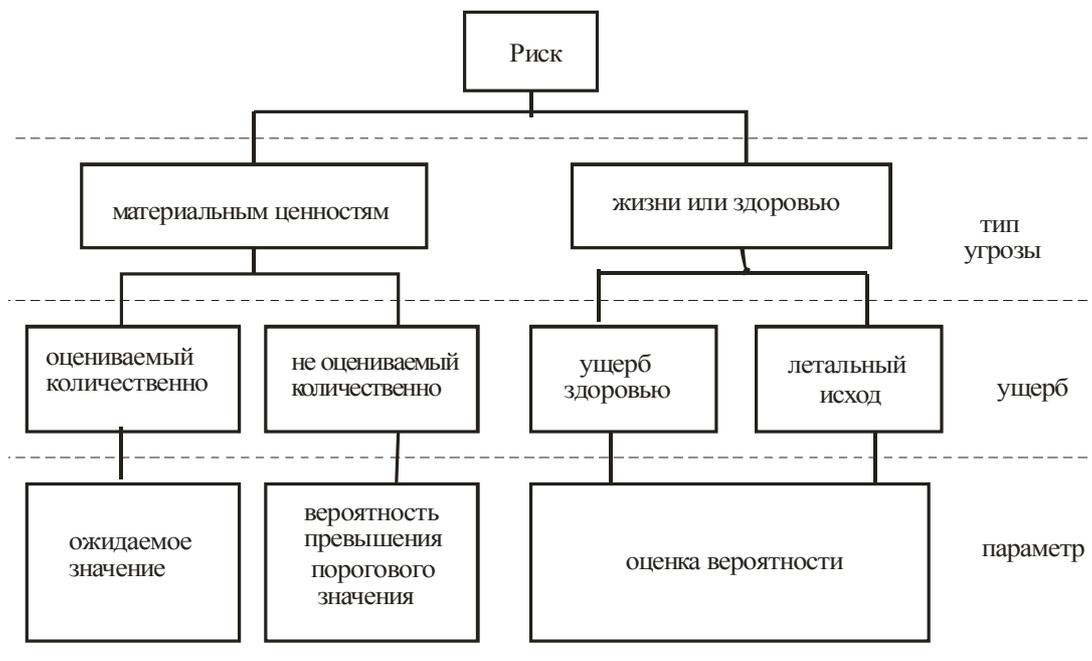


Рис.1. Риск при принятии проектного решения

При угрозе материальным ценностям степень риска целесообразно измерять в денежном выражении. При риске, связанным со здоровьем и жизнью, последствия могут быть частично оценены количественно (например, простой и оплата подменяющего персонала), а количественные оценки при существовании угрозы жизни людей, строго говоря, отсутствуют (в последнее время появились количественные оценки и здесь). Но могут быть угрозы и материальным ценностям и людям одновременно. В этой связи можно выделить две точки зрения на риск. Первая основана на научных и технических оценках (*теоретический риск*). Вторая зависит от человеческого восприятия риска (*эффективный риск*). В последние годы появилось понятие *эвентологический риск*, которые можно рассматривать как попытку объединения в одном понятии теоретический и эффективный риски.

Частные случаи риска. *Технический риск* при проектировании СВЧ ЭТУ учитывается, если выходные параметры (параметр) нельзя выразить в экономических категориях, если экономические последствия важны, но не поддаются количественной оценке, если экономические соображения играют подчиненную роль. Этот риск характеризуется вероятностью превышения порогового значения выходного параметра. В этом случае [17]

$$P = \int_{-\infty}^0 \left(\int_{-\infty}^{+\infty} f_x(u-u, t) f_y(u, t) du \right) du,$$

где f_x, f_y – плотности вероятности соответственно переменного (случайного) входного параметра X и переменного (случайного) параметра установки (рабочей камеры) Y .

Если же существует множество n независимых друг от друга величин X_i и Y_i , то

$$R = 1 - \prod_{i=1}^n p_i(Y_i < X_i).$$

Технико-экономический риск учитывается при наличии случайного характера внешнего воздействия на СВЧ ЭТУ, X параметра системы Y и реакции на эту ситуацию $A(x, y)$, так что [17]

$$R = \int_{x=-\infty}^{+\infty} \int_{y=-\infty}^{+\infty} A(x, y) f_x(x) f_y(y) dx dy, \quad (3)$$

где f_x, f_y – плотности вероятности случайных величин X и Y .

Соотношение (1) является частным случаем соотношения (3). Если процессы X и Y описываются дискретными распределениями, то

$$R = 1 - \prod_{i=1}^n p_i(Y_i < X_i),$$

где у X значения $x_1 \dots x_n$; у Y – $y_1 \dots y_n$, а их вероятности $q_1 \dots q_n$ и $p_1 \dots p_n$.

Риск в бизнесе – одна из весьма обсуждаемых и развиваемых тем в теории бизнеса [21]. Наиболее часто встречаются следующие определения: *субъективный риск* – риск, последствия которого невозможно объективно оценить; *финансовый риск* – риск, прямые последствия которого заключаются в денежных потерях; *фундаментальный риск* – риск с тотальными последствиями; *чистый риск* – риск, последствиями которого могут быть лишь ущерб или сохранение текущего положения; *объективный риск* – риск с точно измеримыми последствиями; *нефинансовый риск* – риск с неденежными потерями, например, потерей здоровья; *статический риск* – риск, не меняющийся во времени, например риск пожара; *чистый риск* – риск с локальными последствиями; *спекулятивный риск* – риск, одним из последствий которого может быть выгода; *индивидуальный риск* – риск, характеризующийся опасностью для отдельного индивидуума; *приемлемый риск (допустимый риск)* – риск минимальной величины, которая достижима по техническим, экономическим и

технологическим возможностям; *профессиональный риск* – риск, связанный с профессиональной деятельностью человека.

Выводы

1. Предложенная применительно к применению в проектировании СВЧ ЭТУ на базе вероятностных методов терминологическая база учитывает сложившуюся терминологию в области инженерного проектирования с учетом факторов риска.

2. Предложенная терминология не исчерпывает проблемы создания терминологической базы проектирования СВЧ ЭТУ с учетом факторов риска. Этот процесс, несомненно, потребует время и существенно ускорится и обострится по мере разработки и применения вероятностных методов проектирования СВЧ ЭТУ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Дунаева Т.Ю. Обеспечение конкурентоспособности СВЧ электротермических установок и мероприятия по её повышению на стадиях проектирования и эксплуатации / Т.Ю. Дунаева // Диссертация на соискание ученой степени к.т.н. Саратов: Сарат. гос. техн. ун-т, 2009.

2. Толстов В.А. Эффективность электротехнологических установок / В.А. Толстов, Ю.С. Архангельский. Саратов: Сарат. гос. техн. ун-т, 2000. 146 с.

3. Архангельский Ю.С. Элементная база СВЧ электротермического оборудования / Ю.С. Архангельский, В.А. Воронкин. Саратов: Сарат. гос. техн. ун-т, 2003. 213 с.

4. Колесников Е.В. Проектирование электротехнологических установок / Е.В. Колесников. Саратов: Сарат. гос. техн. ун-т, 2006. 282 с.

5. Архангельский Ю.С. Сверхвысокочастотные нагревательные установки для интенсификации технологических процессов / Ю.С. Архангельский, И.И. Девяткин. Саратов: Изд-во СГУ, 1983. 131 с.

6. Архангельский Ю.С. СВЧ электротермия / Ю.С. Архангельский. Саратов: СГТУ, 1998. 408 с.

7. Архангельский Ю.С. СВЧ электротермические установки лучевого типа / Ю.С. Архангельский, С.В. Тригорлый. Саратов: СГТУ, 2000, 122 с.

8. Архангельский Ю.С. Камеры лучевого типа СВЧ электротехнологических установок / Ю.С. Архангельский, К.Н.Огурцов, Е.М. Гришина. Саратов: Изд. дом «Полиграфия Поволжья», 2010. 229 с.

9. Архангельский Ю.С. Ущерб и резервирование в СВЧ электротермии / Ю.С. Архангельский, А.В. Доценко. Саратов: Изд. дом «Полиграфия Поволжья», 2010. 114 с.

10. Архангельский Ю.С. Компьютерное моделирование СВЧ электротермических процессов и установок / Ю.С. Архангельский, С.В. Тригорлый. Саратов: СГТУ, 2006. 212 с.

11. Архангельский Ю.С. Измерение в СВЧ электротехнологии / Ю.С. Архангельский, С.Г. Калганова. Саратов: Сарат. гос. техн. ун-т, 2008. 151 с.

12. Архангельский Ю.С. Установки диэлектрического нагрева, СВЧ установки / Ю.С. Архангельский. Саратов: Сарат. гос. техн. ун-т, 2008. 342 с.

13. Колесников Е.В. Проектирование и эксплуатация электротехнологических установок / Е.В. Колесников, Ю.С. Архангельский. Саратов: СГТУ, 2008. 197 с.

14. Рогов И.А. Техника сверхвысокочастотного нагрева пищевых продуктов / И.А. Рогов, С.В. Некрутман, Г.В. Лысов. М: Легкая и пищевая промышленность, 1981. 199 с.

15. Дунаева Т.Ю. Оценка эффективности проектов в СВЧ электротехнологии с учетом фактора риска / Т.Ю. Дунаева // Вестник СГТУ. 2006. № 4(19). С. 133-138.

16. Аугусти Г. Вероятностные методы в строительном проектировании / Г. Аугусти, А Баратта, Ф. Кашиати. М.: Стройиздат, 1988. 584 с.

17. Мушик Э. Методы принятия технических решений / Э. Мушик, П. Мюллер. М.: Мир, 1990. 206 с.
18. Сеницын А.П. Расчет конструкций на основе теории риска / А.П. Сеницын. М.: Стройиздат, 1985. 304 с.
19. Столяров В.В. Проектирование автомобильных дорог с учетом теории риска / В.В. Столяров. Саратов: СГТУ, 1994. Т. 1. 181 с. Т. 2. 231 с.
20. Ветлинский В.Н. Автоматические системы управления движением автотранспорта / В.Н. Ветлинский, А.В. Осипов. Л.: Машиностроение, 1986. 216 с.
21. Грабовский П.Г. Риски в современном бизнесе / П.Г. Грабовский, С.П. Петрова, С.Н. Полтавцев, К.Г. Романова, Б.Б. Хрусталева, С.М. Яровенко. М.: Аланс, 1994. 237 с.
22. Баззел Р.Д. Информация и риск в маркетинге / Р.Д. Баззел, Д.Т. Кокс, Р.В. Браун. М.: Финстройинформ, 1993.
23. Архангельский Ю.С. Сверхвысокочастотный или микроволновый? / Ю.С. Архангельский // Электро- и теплотехнологические процессы и установки: межвуз. науч. сб. Саратов: СГТУ, 2003. С. 4-5.
24. Калганова С.Г. Терминологическая база проблемы / С.Г. Калганова // Вестник СГТУ. 2006. № (19). Вып. 4. С. 102-109.

Архангельский Юрий Сергеевич – заслуженный деятель науки РФ, доктор технических наук, профессор кафедры «Автоматизированные Электротехнологические установки и системы» Саратовского государственного технического университета

Arkhangelskiy Yuri Sergeyevich – Honoured Worker of Science of the Russian Federation, Doctor of Technical Science, Professor, Head of the Department of «Automated Electrical-Technological Plants and Systems» of Saratov State Technical University

Гришина Екатерина Михайловна – кандидат технических наук, доцент кафедры «Автоматизированные электротехнологические установки и системы» Саратовского государственного технического университета

Grishina Ekaterina Mikhailovna – Candidate of Technical Science, Associate Professor of the Department of «Automated Electrical-Technological Plants and Systems» of Saratov State Technical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

ПРОБЛЕМЫ ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

УДК 616.8-073.7:004.9

**А.А. Индюхин, А.Ф. Индюхин, Н.Л. Коржук, Е.О. Рогожникова,
Н.С. Тархов**

БИОТЕХНИЧЕСКАЯ СИСТЕМА ПСИХОФИЗИОЛОГИЧЕСКОЙ ДИАГНОСТИКИ

Работа относится к разряду новаторских исследований, направленных на разработку нового высокотехнологического приёма диагностики, позволяющего проводить оценку неврологического и психофизиологического состояний пациента, от выявления грубой патологии до определения времени реакции и когнитивных вызванных потенциалов. Приведены структурные схемы устройства для реализации принципиально нового способа обработки электроэнцефалограммы (ЭЭГ), на основе которого предполагается построить биотехническую систему скрининговой диагностики неврологических и психофизиологических нарушений.

Электроэнцефалограмма, вызванные потенциалы, когнитивные вызванные потенциалы, неврологические нарушения, фильтр с переменной частотой настройки, фазо-частотная характеристика, узкополосный фильтр

**A.A. Indyukhin, A.F. Indyukhin, N.L. Korzhuk, E.O. Rogozhnikova,
N.S. Tarhov**

BIOENGINEERING SYSTEM OF PSYCHOPHYSIOLOGICAL DIAGNOSTICS

Research is to groundbreaking research for development a new high technological method diagnostics. It does allow appraising neurologic and psychophysiological the patient's condition, from exposure of rough pathology to time test reactions and cognitive generated potentials. There are structure charts of equipment for realization on principle new method processing electroencephalogram (EEG), on basis of it is going to build biotechnological system of screening diagnostics neurologic and psychophysiological disorders.

Electroencephalogram, evoked potentials, cognitive evoked potentials, neurologic infringements, filter a control variable frequencies, phase – frequency response, narrowband filter

В настоящее время для России характерно такое сочетание неблагоприятных социальных и экологических факторов, которое представляет реальную угрозу здоровью населения. Увеличивается число детей и подростков с врождённой и приобретённой патологией центральной нервной системы, сенсорных систем, отклонениями в нервно-психическом развитии, нарушениями речи.

Диагностика неврологических и сенсорных расстройств возможна только с привлечением нейрофизиологических исследований, регистрации ЭЭГ и вызванных потенциалов (ВП) [1].

В отличие от судорожных проявлений (грубая патология) механизмы выявления других неврологических нарушений (НН) по записям ЭЭГ еще недостаточно отработаны [2].

Психофизиологические функции до настоящего времени регистрировались инструментальными методами в отрыве от электрофизиологических исследований. В разрабатываемой системе психофизиологические характеристики (время реакции) определяются по результатам записи и обработки ЭЭГ. Это позволит изучать единичные психофизиологические реакции вместо осреднённых показателей.

Разрабатываемый комплекс соответствует по своей реализации (портативный прибор с минимальным временем обследования и выдачей заключения на миниатюрный экран) востребованному на современном этапе процессу проведения комплексного изучения состояния здоровья, динамики психофизиологического развития и нейродинамики подрастающего поколения.

Электрофизиологический комплекс предполагается построить на новом способе количественного анализа ЭЭГ – динамическом анализе, значительно ускоряющем и автоматизирующем обработку данных пациента. Регистрируемые сигналы подаются в вычислительное устройство на базе микропроцессора, автоматически определяющего частоту и уровень максимальной синхронизации для любой пары отведений, параметры когнитивных ВП на вспышку света и коэффициент корреляции между амплитудами сигналов (для выявления грубой патологии). Такой подход позволит определять диагностические значимые параметры фоновой и вызванной электрической активности мозга, дифференцировать по количественным показателям степень различных нарушений нервно-психического развития. Схема комплекса представлена на рис. 1.

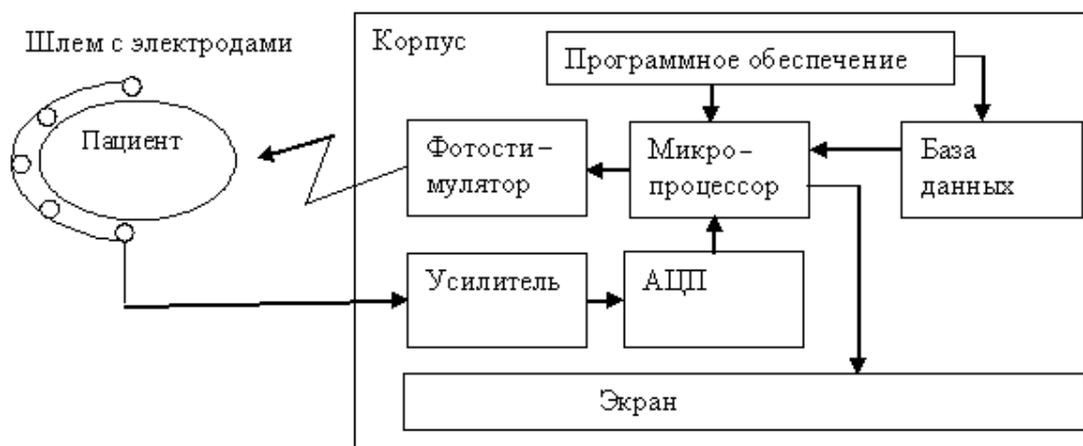


Рис. 1. Блок-схема электрофизиологического комплекса для диагностики неврологических нарушений

При работе комплекса поэтапно решаются следующие задачи.

Первый этап:

- регистрация ЭЭГ и запись в память системы;
- визуализация ЭЭГ на экране прибора;
- обработка ЭЭГ в реальном времени на предмет обнаружения грубой патологии;

- выдача сообщения о наличии у пациента грубой патологии.

В случае обнаружения грубой патологии обследование прекращается. Если патологии не обнаружено, выполняются следующие операции.

Второй этап:

- попарная обработка записей ЭЭГ по тем парам отведений, для которых в базе системы отмечены достоверные отличия различных НН от нормы (по этим парам рассчитываются частоты и уровни синхронизации);
- полученные значения сравниваются с хранимыми в базе величинами для нормы и НН;
- выдаётся заключение о принадлежности пациента к группе НН.

Третий этап включает операции определения реакции пациента на подаваемые прибором вспышки фотостимулятора. Пациенту даётся инструкция мысленно считать вспышки света, проговаривая слова «один», «два», «три» и т.д.

Для проведения обследования на пациента надевается шлем с электродами, общее время пребывания в нем не превышает 3-4 минуты и не должно вызывать утомления.

Программное обеспечение комплекса имеет четыре составляющих: модель фильтра с переменной частотой настройки (ФП), корреляционный блок, логический алгоритм анализа данных пациента [3] и базу данных по различным группам НН.

По соответствующей математической модели разработано программное обеспечение, которое обрабатывает записи ЭЭГ [4]. Входной сигнал ФП представляет собой либо исходные кривые, либо получается как произведение двух нативных кривых. В первом случае определяется коэффициент корреляции, при значимом уровне которого диагностируется грубая патология. Обработка ЭЭГ на участке подачи вспышек света от фотостимулятора позволяет выявить единичные реализации когнитивных ВП и определить время реакции, что позволит оценить соответствие возрастной норме и выявить определённые патологические состояния. Во втором случае (исследование попарных произведений сигналов) оценивается интегративная деятельность головного мозга. Фильтр настраивается на частоту максимальной синхронизации ЭЭГ [6, 7].

Информация о пациентах в компактном виде будет храниться в базе данных, причём при отнесении пациента к группе НН его данные могут быть включены в массив для экспертной оценки последующих пациентов.

Логическая схема позволит выявлять значимые электрофизиологические маркеры практически всех основных групп НН, нарушений зрительной, слуховой и речевой функций, минимальной мозговой дисфункции.

Программное обеспечение разрабатывается поэтапно и первоначально отлаживается на языке VB6. Накопление базы данных по электрофизиологическим маркерам НН осуществляется по результатам электрофизиологических обследований детей в учреждениях здравоохранения г. Тулы. Для определения психофизиологических параметров используется экспериментальная установка и лаборатория кафедры «Приборы и биотехнические системы» Тульского государственного университета.

Аппаратурная реализация комплекса построена на микроконтроллере LPC1768.

Основным элементом комплекса является ФП, резонансная частота фильтра автоматически настраивается на частоту доминирующего ритма. В результате узкополосной фильтрации, после окончания переходного процесса, доминирующая частота (ритм) ЭЭГ проходит на выход фильтра без фазовых искажений. При этом в любой момент времени становится известной частота доминирующего ритма в частотном диапазоне, заданном ограничениями на частоту [5].

На первом этапе исследования ведётся обработка частоты настройки ФП (рис. 2).

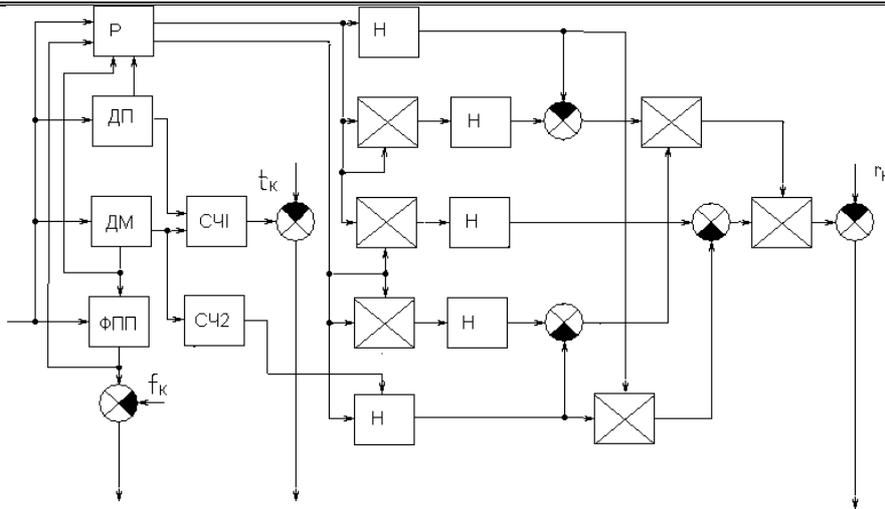


Рис. 2. Схема обработки ЭЭГ при выявлении грубой патологии. Р – реле; ДП – датчик пика (скачка) сигнала в положительную сторону; ДМ – датчик пика в отрицательную сторону; СЧ1, СЧ2 – счетчики; Н – накопители; t_k , f_k , Γ_k – соответственно, критические значения времени, частоты и коэффициента корреляции

Схема работает следующим образом.

При обнаружении пика (спайка) критической (малой) длительности в нескольких отведениях грубая патология (эпилептическая активность) считается выявленной. Если патологическая активность проявляется по типу замедления доминирующего ритма, она выявляется по признаку уменьшения частоты настройки ФП до критической величины $f_k = 3$ Гц. Выявление комплекса «острая – медленная волна» производится корреляционным методом, условием запуска является выявление острой волны. В накопителях (Н) суммируются в течение времени, задаваемого СЧ2, данные, по которым рассчитывается коэффициент корреляции.

Рассмотрим структуру подсистемы, осуществляющей расчет частот и уровней синхронизации (рис. 3).

Выходные сигналы усилителя ЭЭГ – всего 16 каналов, по очереди, одновременно с двух каналов поступают на попарно одинаковые фильтры диапазонов (ФД1), после которых сигналы идут на блоки произведений, на выходе которых при наличии в сигналах общих синусоидальных составляющих будет присутствовать некоторый уровень постоянного сигнала. Количество анализируемых диапазонов может соответствовать стандартным шести (дельта, тета-1, тета-2, альфа, бета-1, бета-2).

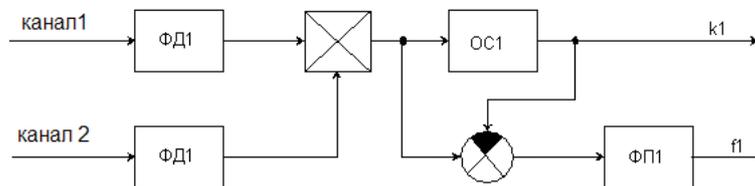


Рис. 3. Структурная схема устройства определения уровня и частоты синхронизации для одного частотного диапазона. ФД1 – фильтры диапазона, выходные сигналы которых подаются на блок произведений; ОС1 - осреднитель; ФП1 – фильтр переменной частоты настройки; k_1 - коэффициент синхронизации; f_1 – частота синхронизации

Для предварительного выбора параметров такой системы разработана методика проектирования, основанная на математической модели первого уровня приближения. Методика базируется на том предположении, что фазовый сдвиг, вносимый ФП в выходной

сигнал, имеет установившееся значение, определяемое его фазо-частотной характеристикой (ФЧХ), а в процессе настройки претерпевает некий переходный процесс.

Передачная функция фильтра имеет вид:

$$W(p) = \frac{2 \cdot \Delta w_n \cdot p}{w_r^2 + 2 \cdot \Delta w_n \cdot p + p^2} \quad (1)$$

Фазовый сдвиг сигнала определяется формулой:

$$j(t) = \operatorname{arctg} \frac{U_{\text{ВЫХ}}(t)}{U_{\text{ВХ}}(t)} \quad (2)$$

Величина фазового сдвига определяется не только величиной расстройки (разницей частоты настройки и частоты входного сигнала), но и полосой пропускания фильтра. Для малых расстроек, когда разность частот $w_{\text{вх}}$ и w_r меньше половины полосы пропускания, эта зависимость близка к аperiодической с постоянной времени, обратно пропорциональной половине полосы пропускания.

Коэффициент усиления звена определяется наклоном ФЧХ в районе малых расстроек относительно частоты настройки w_r .

$$j = 90^\circ - 57.3 \operatorname{arctg} \frac{2 \cdot \Delta w_n w}{w_r^2 - w^2}, \quad (3)$$

$$j' = \frac{2 \cdot \Delta w_n \cdot (w_r^2 + w^2)}{(w_r^2 - w^2)^2 + 4 \cdot \Delta w_n^2 \cdot w^2}, \quad (4)$$

При $w = w_r$:

$$j' = \frac{1}{\Delta w_n} \quad (5)$$

Таким образом, передачная функция искомого звена имеет вид:

$$W(p) = \frac{1}{p + \Delta w_n} \quad (6)$$

В математическую модель первого уровня приближения входят также интегратор и коэффициент передачи фазового детектора. Полученная модель позволяет обеспечить устойчивость (запас по фазе) путём правильного выбора коэффициента передачи интегратора. Тем не менее, она не отражает тот факт, что переходный процесс в системе зависит от частоты входного сигнала: при частотах меньших начальной частоты настройки ФП имеет место колебательный характер переходного процесса. Таким образом, устойчивость системы уменьшается при низких частотах входного сигнала. В связи с этим возникает задача разработки математической модели второго уровня приближения. В настоящей работе описана методика оценки фазового запаздывания узкополосного фильтра (УФ) в зависимости от частоты входного сигнала, как первый шаг к уточнению математической модели ФП.

На рис. 4 представлена схема оценки точности работы ФП.

Суть методики состоит в следующем:

1. Моделируется работа двух одинаковых УФ, на первый подаётся синусоидальный входной сигнал, на второй – косинусоидальный.

Рассмотрим схему оценки точности работы ФП (рис. 4).

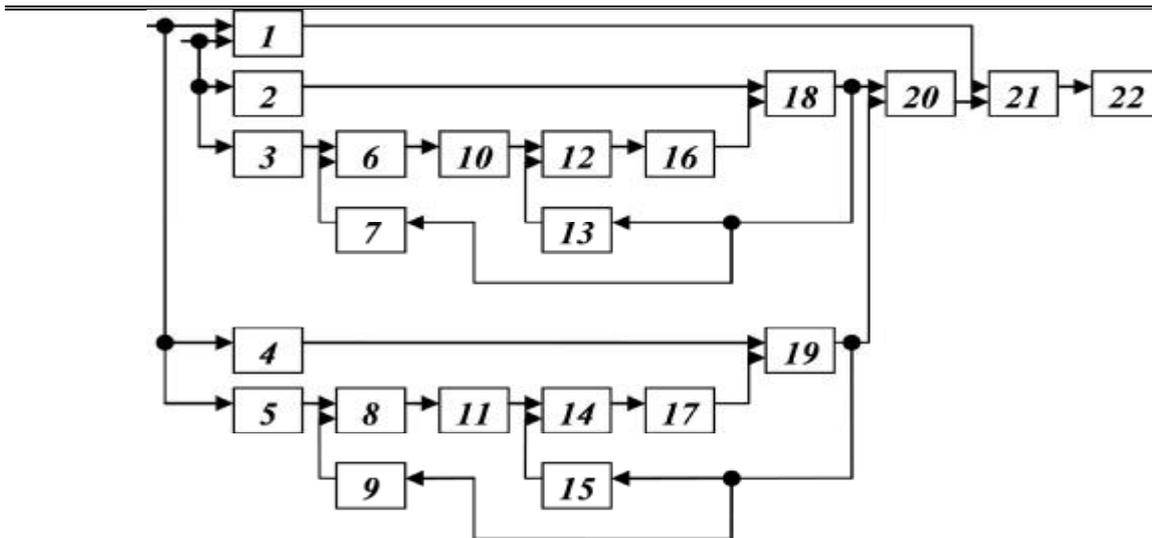


Рис. 4. Схема оценки точности работы ФП: 1, 20 – функциональные блоки взятия функции \arctg ; 6, 8, 12, 14, 18, 19 – сумматоры; 2, 3, 4, 5, 7, 9, 13, 15 – усилители; 10, 11, 16, 17 – линии задержки; 21 – блок вычитания; 22 – блок анализа

На вход двух УФ подаются сигналы с частотами, находящимися в промежутке от 3 Гц до 30 Гц с шагом 2 Гц. Сигналы проходят через УФ и поступают в блок 20.

2. В блоке 1 осуществляется функциональное преобразование входных сигналов.

3. Сигналы проходят через УФ и поступают в блок 20. В блоке 20 осуществляется функциональное преобразование сигнала, поступающего с УФ1, и сигнала, поступающего с УФ2.

4. В блоке 21 осуществляется вычитание из сигнала, поступающего с блока 20, сигнала, поступающего с блока 1. Результаты вычислений поступают в блок анализа 22.

Угол между векторами входного и выходного сигналов – фазовое запаздывание (опережение) УФ и является исследуемой характеристикой.

На рис. 5 представлена серия результатов – графики фазового сдвига УФ при различных параметрах – частотах входного сигнала. Установившееся значение, в соответствии с ФЧХ, изменяется на рис. 5 от положительного к отрицательному.

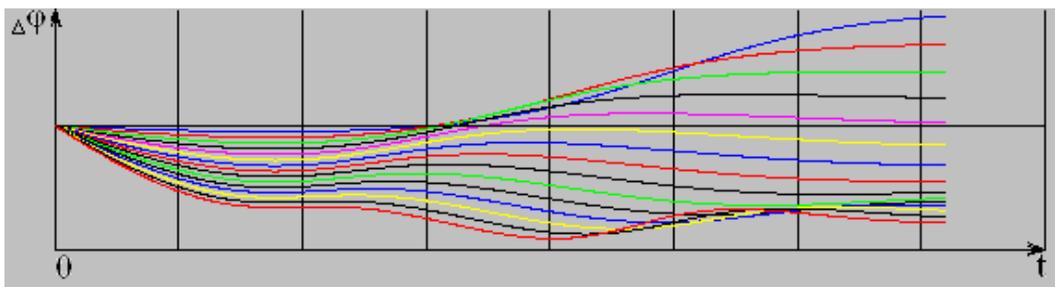


Рис. 5. Серия результатов – графики фазового сдвига УФ от времени

Как видно из рис. 5, в переходном процессе фазовый сдвиг ведёт себя далеко не так, как предполагается в известной методике, и не соответствует звену (б).

Представляет интерес наблюдаемый на низких частотах провал по фазовому сдвигу, что фактически означает неустойчивость системы регулирования частоты настройки ФП.

Таким образом, известная методика представляет собой слишком большую идеализацию и не позволяет с достаточной точностью назначить параметры самонастраивающегося фильтра. Предполагается исследовать динамику запаздывания сигнала в фазовых детекторах, и по полученным результатам уточнить методику проектирования ФП подобного рода, уточнить его структуру с целью повышения быстродействия и качества фильтрации.

Выводы

1. Разработана структура, математическая модель и программное обеспечение системы психофизиологической диагностики.
2. Параметры системы определены по расчётной схеме модели первого уровня приближения.
3. Математическая модель второго уровня приближения более детально показывает динамику процесса настройки, выявляя причину неустойчивости в диапазоне низких частот входного сигнала.
4. Учёт изменения знака сигнала обратной связи позволит разработать более быстродействующую систему и регистрировать более высокочастотные компоненты биоэлектрической активности мозга

ЛИТЕРАТУРА

1. Зенков Л.Р. Функциональная диагностика нервных болезней / Л.Р. Зенков, М.А. Ронкин. М.: Медпресс, 2002. 530 с.
2. Жеребцова В.А. Системный анализ механизмов организации высших психических функций в онтогенезе: дис. ... докт. биол. наук / Жеребцова Валентина Александровна. Тула, 2004. 473 с.
3. Индюхин А.Ф. Электрофизиологические маркеры для экспертной системы неврологических нарушений / А.Ф. Индюхин, Е.С. Новоселова, М.Ю. Хабарова, И.Э. Садовская, Е.В. Михалева // VI Сибирский физиологический съезд: в 2 т. Барнаул: Принтэкспресс, 2008. Т. 2. С. 202.
4. Индюхин А.Ф. Программный комплекс поиска частот синхронизации ЭЭГ / А.Ф. Индюхин // Известия ЮФУ. Технические науки. Тематический выпуск. «Медицинские информационные системы». Таганрог: ТТИ ЮФУ, 2008. № 5. С. 79-82.
5. Пат. 2240036 Российская Федерация, МПК А61В5/0484, Способ диагностики длиннолатентного вызванного потенциала мозга и устройство для его осуществления / В.А. Жеребцова, А.Ф. Индюхин, Э.М. Соколов, А.А. Хадарцев, В.И. Морозов, В.П. Васильев; заявитель и патентообладатель Тульский государственный университет. № 2003105106/14; заявл. 19.02.2003; опубл. 20.11.2004, Бюл. № 23. 10 с.
6. Коржук Н.Л. Способ электроэнцефалографической диагностики неврологических нарушений / Н.Л. Коржук, А.А. Индюхин, А.Ф. Индюхин, В.В. Савельев // Известия ЮФУ. Технические науки. Тематический выпуск: «Медицинские информационные системы». Таганрог: ТТИ ЮФУ. 2010. № 8 (109). С. 121-127.
7. Коржук Н.Л. Цифровой комплекс экспресс-диагностики неврологических нарушений / Н.Л. Коржук, А.А. Индюхин, А.Ф. Индюхин, М.Ю. Хабарова // Известия ЮФУ. Технические науки. Тематический выпуск: Перспективы медицинского приборостроения. Таганрог: ТТИ ЮФУ. 2009. № 9 (98). С. 83-89.

Индюхин Алексей Алексеевич – аспирант кафедры «Приборы и биотехнические системы» института высокоточных систем им. В.П. Грязева ГОУ ВПО «Тульский государственный университет»

Индюхин Алексей Федорович – кандидат биологических наук, доцент кафедры «Приборы и биотехнические системы» института высокоточных систем им. В.П. Грязева ГОУ ВПО «Тульский

Indyukhin Alexey Alekseevich – the post-graduate student of faculty «Devices and biotechnical systems» of institute of precision systems by V.P. Grjazeva OSA HVE «The Tula state university»

Indyukhin Alexey Fedorovich – candidate biological science, the senior lecturer of faculty «Devices and biotechnical systems» of institute of precision systems by V.P. Grjazeva OSA HVE «The Tula state

государственный университет»
Коржук Николай Львович –
 кандидат технических наук, доцент,
 профессор кафедры «Приборы
 и биотехнические системы» института
 высокоточных систем им. В.П. Грязева
 ГОУ ВПО «Тульский государственный
 университет»

university»
Korzhuk Nikolay Lvovich –
 candidate technical sciences, the senior lecturer,
 the professor of faculty «Devices and
 biotechnical systems» of institute of precision
 systems
 by V.P. Grjazeva OSA HVE «The Tula state
 university»

Рогожникова Екатерина Олеговна –
 магистрант кафедры «Приборы и
 биотехнические системы» института
 высокоточных систем им. В.П. Грязева
 ГОУ ВПО «Тульский государственный
 университет»

Rogozhnikova Ekaterina Olegovna –
 the graduate student of faculty «Devices
 and biotechnical systems» of institute
 of precision systems by V.P. Grjazeva
 OSA HVE «The Tula state university»

Тархов Николай Сергеевич –
 кандидат технических наук, доцент кафедры
 «Приборы и биотехнические системы»
 института высокоточных систем
 им. В.П. Грязева ГОУ ВПО «Тульский
 государственный университет»

Tarhov Nikolay Sergeevich –
 candidate technical sciences, the senior lecturer,
 the senior lecturer of faculty «Devices and
 biotechnical systems» of institute of precision
 systems by V.P. Grjazeva OSA HVE «The Tula
 state university»

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 535.361; 621.763; 544.773

Е.А. Исаева, А.А. Исаева, М.В. Плотников, Д.А. Зимняков

ВЛИЯНИЕ ОПТИЧЕСКОЙ ИММЕРСИИ НА ФОРМИРОВАНИЕ «ГОРЯЧИХ ЗОН» ПРИ ОБЪЕМНОМ РАССЕЯНИИ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ГРАНУЛЯРНЫМИ СРЕДАМИ: ПЕРСПЕКТИВЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ И БИОМЕДИЦИНЕ

В экспериментах с оптически тонкими слоями модельных гранулярных сред (коллоидных суспензий микронных и субмикронных полистироловых и рутиловых частиц в этиленгликоле с добавленным селективным поглотителем – родамином-6Ж) исследован эффект формирования лазерных спеклов с негауссовой статистикой флуктуаций амплитуды рассеянного поля при рассеянии вперед лазерного излучения с длиной волны, соответствующей максимуму поглощения базовой среды, содержащей рассеивающие центры. Вблизи поверхности рассеивающего слоя формируются спекл-структуры, для которых характерно существование локальных зон с величиной плотности энергии электромагнитного поля, многократно превышающей среднее значение для рассеянной составляющей (так называемых «горячих зон»). В работе рассмотрен предположительный физический механизм данного явления и обсуждаются его возможные применения.

Спеклы, рассеяние, лазерное излучение, гранулярные среды, флуктуации интенсивности, биоконпозиты

E.A. Isaeva, A.A. Isaeva, M.V. Plotnikov, D.A. Zimnyakov

ON THE INFLUENCE OF OPTICAL IMMERSION ON THE «HOT ZONES» FORMATION UNDER THE CONDITION OF BULK SCATTERING OF LASER LIGHT BY GRANULAR MEDIA: THE POTENTIAL OF APPLICATION IN MATERIALS SCIENCE AND BIOMEDICINE

The effect of formation of non-Gaussian laser speckles under the conditions of forward scattering of laser light by optically thin layers of random granular media and correspondence of the laser wavelength to maximal absorption – of matrix media has been studied in the experiments with model granular media (colloidal suspensions of micrometer- and submicrometer- sized polystyrene and rutile particles in ethylene glycol with added selective absorber- rhodamine 6G). It was found that the specific speckle patterns are formed near the surface of scattering media; this speckle patterns are characterized by existence of local zones with electromagnetic energy density, which significantly exceeds the average value for the scattered light (so-called “hot zones”). The discussions of presumable physical mechanism and possible application of this effect is carried out.

Speckle, scattering, laser light, granular media, intensity fluctuations, biocomposites

Значительный интерес к свойствам пространственно-неоднородных лазерных полей, формируемых при распространении лазерных пучков в случайно-неоднородных средах с гранулярной структурой обусловлен потенциальными возможностями использования проявляющихся в подобных условиях фундаментальных физических явлений (существование пространственных, временных и частотных корреляций рассеянного излучения, эффект слабой локализации излучения, сильное влияние резонансных эффектов при рассеянии на транспортные характеристики среды и др.) для целого ряда практических приложений в различных областях (создание новых материалов с неупорядоченной структурой и уникальными оптическими характеристиками [1], развитие новых диагностических подходов в биомедицине и новых технологий синтеза биосовместимых материалов, исследование процессов нестационарного массопереноса в пористых средах [2] и др.). В части технологий синтеза биоконпозитов следует отметить так называемые скаффолд-технологии [3], основанные на формировании матричных пористых структур с добавлением биологически-активных агентов для контролируемого выращивания клеточных культур с последующей их имплантацией в организм пациента. Одним из способов получения пористых биосовместимых материалов является селективное лазерное спекание (СЛС) – метод послойного формирования трёхмерных объектов по данным компьютерного проектирования с помощью сфокусированного лазерного пучка. В частности, СЛС активно внедряется в ортопедические технологии [3,4].

К недостаткам селективного лазерного спекания относится неустойчивое поглощение лазерного излучения и, как следствие, перегрев поверхностных слоёв полимерных структур, что может приводить к ухудшению физико-механических характеристик синтезируемых материалов. Одним из возможных способов решения данной проблемы является введение в состав исходных гранулированных смесей «полимер – биологически активное вещество»

дополнительных наноразмерных частиц поглотителей лазерного излучения (например, углеродных или металлических; в последнем случае используется эффект плазмонного резонанса для увеличения эффективности поглощения) [5].

К альтернативным методам синтеза биокomпозитов можно отнести технологию генерации в спекаемой слое случайным образом распределенных «горячих зон», ассоциируемых с локальными областями с высокой плотностью энергии лазерного излучения по сравнению со средним по слою значением. Для развития данного подхода необходимо исследовать особенности формирования лазерных спекл-структур с существенно негауссовой статистикой поля в случайно-неоднородных гранулярных средах. Формирование пространственно-неоднородных лазерных полей с высокой степенью локализации представляет интерес и с точки зрения других биомедицинских приложений, в частности, стимулированной пролиферации клеточных структур [6-8].

Цель данной работы явились экспериментальные исследования пространственной структуры спекл-модулированных световых полей с негауссовой статистикой в оптически тонких слоях коллоидных суспензий микронных и субмикронных частиц, в том числе и в средах с селективным поглощением лазерного излучения. Для оценки корреляционных и статистических характеристик флукуационных составляющих рассеянных дисперсными слоями лазерных полей использовалась установка, использующая принцип конфокального детектирования оптических сигналов (рис. 1).

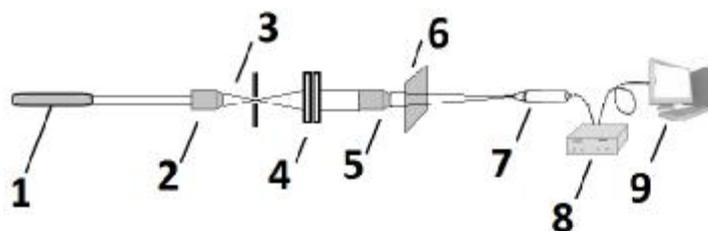


Рис. 1. Схема экспериментальной установки: 1 – источник излучения (He-Ne лазер с длиной волны 633 нм или АИГ:Nd лазер с диодной накачкой и удвоением частоты с длиной волны 532 нм); 2 – микрообъектив 20x/0.40; 3 – пространственный фильтр (диафрагма \varnothing 10 мкм); 4 – кювета с исследуемой суспензией; 5 – микрообъектив 8x/0.20 (объектив конфокальной системы); 6 – съемный светофильтр, блокирующий рассеянное лазерное излучение и пропускающий сигнал флуоресценции (ОС 13) либо интерференционный фильтр с максимумом пропускания 532 нм; 7 – входной торец оптического волокна; 8 – фотоприемный модуль Hamamatsu H7468; 9 – персональный компьютер

Образцы освещались расходящимся лазерным пучком с распределением интенсивности, близким к гауссовому. Образец помещался между диафрагмой 3 с диаметром отверстия 10 мкм и микрообъективом 5(8x0.20). Расстояние между пространственным фильтром 3 и образцом 4 составляло 50 мм; при этом вариациями интенсивности в приосевой зоне при сканировании образца по трассам длиной от 300 до 500 мкм можно было пренебречь.

Исследуемые образцы (суспензии полистироловых или рутиловых частиц в этиленгликоле с добавленным родамином бЖ или в воде) помещали в плоскопараллельную стеклянную кювету толщиной 70 мкм. Характеристики исследуемых коллоидных систем представлены в табл. 1.

Значения объемной доли твердых рассеивателей в суспензиях выбирались исходя из критерия близости расчетных значений коэффициента экстинкции исследуемых систем с полистироловым и рутиловым наполнением. Для суспензий полистироловых частиц объемная доля твердой фазы составила 0,06. Для суспензий рутиловых частиц объемная доля твердой фазы составила 0,07.

Таблица 1

Характеристики компонент коллоидных суспензий

Составляющие исследуемых суспензий	Средний диаметр частиц, нм	Показатель преломления при 20°С
Монодисперсные полистироловые частицы	1000	1,49
Полидисперсные частицы рутила (диоксида титана)	400	≈ 2,71
Этиленгликоль	-	1,43

В проводимых экспериментах основу коллоидных суспензий составляли растворы флуоресцирующего красителя (родамин 6Ж) различных концентраций в этиленгликоле. Концентрация родамина 6Ж в базовом веществе варьировалась в пределах $2 \cdot 10^{-3}$ – $7 \cdot 10^{-4}$ моль/л. Спектральные характеристики красителя родамина 6Ж представлены ниже.

Таблица 2

Спектральные характеристики красителя родамина 6Ж

	Центр линии люминесценции, нм	Максимум поглощения, нм
Родамин 6Ж	590	530

В ходе эксперимента сканирование образцов, осуществлявшееся перпендикулярно оптической оси системы с шагом в 1 мкм, производилось с помощью однокоординатного прецизионного позиционера. Рассеяние лазерного излучения в зондируемых образцах сопровождалось существенной флуоресценцией системы в желто-оранжевой области спектра, обусловленной добавкой родамина 6Ж в матричную среду (этиленгликоль). Для отсечки флуоресцентной составляющей интенсивности использовался интерференционный светофильтр 6. Рассеянное спекл-поле регистрировалось с помощью оптического волокна, входной торец которого играл роль диафрагмы конфокальной системы. В качестве детектора использован фотоэлектронный умножитель Hamamatsu H7468. Перед экспериментом коллоидные суспензии тщательно гомогенизировались в ультразвуковой ванне в течении 20-30 минут для достижения однородного пространственного распределения рассеивателей.

На рис. 2 представлены пространственные распределения интенсивности рассеянного лазерного излучения с длиной волны 532 нм вблизи границы раздела «суспензия – стекло», полученные для образцов с различной объемной долей родамина 6Ж в суспензии при поперечном смещении кюветы с шагом 1 мкм. При регистрации в оптической схеме рис.1 для подавления сигнала флуоресценции использован интерференционный фильтр. Необходимо отметить возрастание среднего значения детектируемого сигнала для случаев 2 и 3 по сравнению со случаем 1 с ростом концентрации красителя.

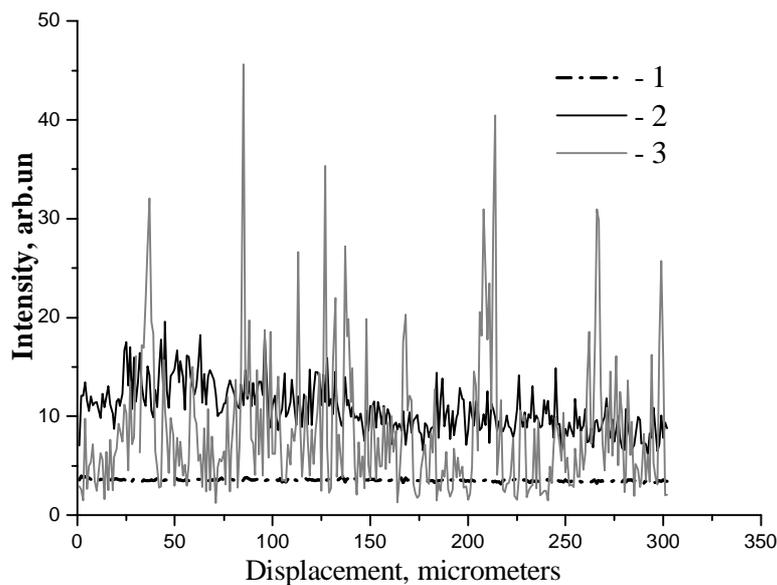


Рис.2. Пространственные распределения интенсивности рассеянного лазерного излучения с длиной волны 532 нм в приповерхностной области кюветы с суспензией полистироловых частиц в этиленгликоле с родамином 6Ж при различных концентрациях красителя в базовой среде: 1 – 0 моль/л; 2 – $7 \cdot 10^{-4}$ моль/л; 3 – $2 \cdot 10^{-3}$ моль/л.

Чувствительность фотоприемного модуля одинакова для всех трех случаев

Как видно из полученных результатов, пространственные распределения интенсивности подобных спеклов характеризуются наличием областей с характерными размерами, не превышающими нескольких микрометров и локальными значениями интенсивности, многократно превышающими среднее по анализируемому участку значение. Данная особенность может быть интерпретирована как эффект возникновения «горячих зон» при объемном рассеянии лазерного излучения случайно-неоднородными средами, характеризуемыми режимом рассеяния Ми для отдельных рассеивателей, в условиях частичного подавления флуктуаций действительной части показателя преломления базовой среды (раствор флуоресцирующего красителя в этиленгликоле) вследствие существенного влияния длины волны зондирующего излучения и концентрации красителя. Величина превышения факториальных моментов регистрируемого спекл-поля над соответствующими значениями для развитых спеклов возрастает при увеличении концентрации красителя в базовой среде (при этом также возрастает и интенсивность «когерентной», нерассеянной составляющей). Эффект не проявляется для суспензий частиц ругила, характеризуемых существенно большим показателем преломления и меньшим средним размером по сравнению с полистироловыми частицами, и подавляется в случае суспензий полистироловых частиц при значительной частотной отстройке зондирующего излучения от максимума поглощения базовой среды с добавленным флуорофором (излучение He-Ne лазера, рис. 3).

Статистические характеристики флуктуаций интенсивности рассеянного лазерного излучения и сигнала флуоресценции для различных экспериментальных условий приведены в табл. 3. Отметим, что сигнал флуоресценции при используемой чувствительности детектора не регистрировался при объемных долях красителя в базовой среде менее $7 \cdot 10^{-4}$ моль/л.

Из табл. 3 следует, что наибольшие факториальные моменты распределений интенсивности рассеянного излучения (и, соответственно, значений контраста, асимметрии и эксцесса) соответствуют монодисперсным суспензиям полистироловых частиц при концентрации красителя родамина 6Ж – $2 \cdot 10^{-3}$ моль/л в случае зондирования лазерным излучением с длиной волны $\lambda = 532$ нм, находящейся в области выраженного поглощения

красителя. Предположительно такой резкий рост статистических характеристик объясняется частичным подавлением флуктуаций показателя преломления в рассеивающей среде. Подобный иммерсионный эффект должен иметь место вследствие увеличения действительной части показателя преломления базовой среды на участке немонотонного поведения ее дисперсионной характеристики, соответствующем полосе поглощения красителя, при возрастании концентрации последнего. Возрастание показателя преломления базовой среды в области аномальной дисперсии обуславливает уменьшение величины сечения рассеяния (рис. 4) и, соответственно, увеличение нерассеянной, «когерентной» составляющей в проходящем через образец излучении.

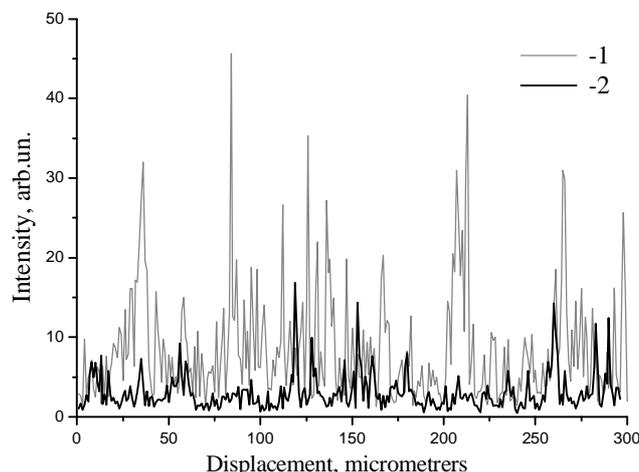


Рис. 3. Реализации интенсивности рассеянного лазерного излучения с длиной волны 532 нм (1) и 633 нм (2) нм в приповерхностной области кюветы с суспензией полистироловых частиц в этиленгликоле с родамином 6Ж при концентрации красителя в базовой среде, равной $2 \cdot 10^{-3}$ моль/л. Чувствительность фотоприемного модуля одинакова для случаев 1 и 2

Таблица 3

Значения контраста, коэффициента асимметрии и эксцесса интенсивности рассеянного лазерного излучения и сигнала флуоресценции в приповерхностной зоне исследуемых образцов

№ серии эксп.	Условия эксперимента	Контраст	Коэффициент асимметрии	Эксцесс
1	Полистироловые сферы в этиленгликоле, $\lambda=532$ нм	0,079	0,2	0,77
2	Полистироловые сферы в этиленгликоле с добавлением родамина 6Ж ($7 \cdot 10^{-4}$ моль/л), $\lambda=532$ нм	0,23	0,72	0,38
3	Полистирольные сферы в этиленгликоле с добавлением красителя родамина 6Ж ($2 \cdot 10^{-3}$ моль/л), $\lambda=532$ нм	<u>0,73</u>	<u>2,02</u>	<u>5,25</u>
4	Полистирольные сферы в этиленгликоле с добавлением красителя родамина 6Ж ($2 \cdot 10^{-3}$ моль/л), $\lambda=633$ нм	0,75	1,1	1,85
5	Полистирольные сферы в воде, $\lambda=532$ нм	0,42	1,3	1,55
6	Частицы диоксида титана TiO_2 в воде, $\lambda=532$ нм	0,37	1,1	1,84
7	Сигнал флуоресценции для системы №3	0,06	1,24	2,47



Рис. 4. Зависимость сечения рассеяния от показателя преломления базовой среды на длине волны 532 нм, соответствующая полистироловым сферам со средним диаметром частиц 1 мкм

Оценки значений действительной части показателя преломления раствора родамина БЖ в этиленгликоле при различных значениях объемной доли красителя, проведенные с использованием измерений коэффициента отражения границы раздела «раствор – воздух» по методике, аналогичной описанной в [9], показали, что действительная часть показателя преломления для длины волны 532 нм при возрастании доли красителя в растворе от 0 до $2 \cdot 10^{-3}$ моль/л увеличивается на 0,036. Это должно приводить к существенным изменениям транспортных характеристик зондируемых образцов (в частности, значительному убыванию коэффициента рассеяния в соответствии с данными рис. 4).

В результате проведенных исследований можно сделать вывод, что при определенных условиях в поверхностных слоях дисперсных сред могут быть индуцированы спекл-модулированные лазерные поля с достаточно большими значениями плотности энергии в случайно распределенных локальных зонах. Это необходимо учитывать при выборе режимов селективного лазерного спекания биокompозитных материалов с целью исключения локального перегрева и, как следствие, локальных нарушений структуры композита. С другой стороны, установленное в экспериментах существенное влияние дисперсионных характеристик матричной среды и рассеивающих центров в полосах селективного поглощения на пространственную структуру формируемых спекл-полей позволяет предложить методику управления подобной структурой на основе оптического иммерсионного эффекта при добавлении в матричную среду дополнительного поглотителя.

ЛИТЕРАТУРА

1. Van Soest G. Speckle experiments in random laser / G. Van Soest, F.J. Poelwijk and A. Lagendijk // *Phys. Rev.* 2002. Vol. 65. P. 046603:1-5.
2. Критическое поведение границ раздела фаз в пористых средах: анализ масштабных свойств с использованием некогерентного и когерентного света / Д. А. Зимняков, А.В. Садовой, М.А. Виленский, П.В. Захаров, Р. Мюллюля // *ЖЭТФ.* 2009. Т. 135. № 2. С. 351.
3. Hollister S.J. Porous scaffold design for tissue engineering / S.J. Hollister // *Nature Materials.* 2005. Vol. 4. P. 518-524.
4. Schindel R. Case Report TALUS: Application of Selective Laser Sintering Technology in Orthopaedics / R. Schindel, Ch. Lampert, W. Gross // *European Cells and Materials.* 2005. Vol. 10. P. 114-118.

5. Разработка метода поверхностного селективного лазерного спекания для формирования матриц тканеинженерных конструкций / Е.Н. Антонов, В.Н. Баграташвили, В.К. Попов, А.В. Попова, С.А. Бочкова, Л.И. Кротова, Дж. Барри, Р. Ореффо, С.М. Хоудл // <http://www.laser.ru>.
6. Peplow P.V. Laser photobiomodulation of proliferation of cells in culture: a review of human and animal studies / P.V. Peplow, T. Chung, B.G. Baxter // *Photomedicine and Laser Surgery*. 2010. Vol. 28. P. 303-320.
7. Gao X. Molecular mechanisms of cell proliferation induced by low power laser irradiation / X. Gao, X. Da // *Journal of Biomedical Science*. 2009. Vol. 16. № 4. P. 204-220.
8. Low-Level Laser Irradiation (InGaAlP-660 nm) Increases Fibroblast Cell Proliferation and Reduces Cell Death in a Dose-Dependent Manner / L. Frigo, G. M. Fávero, H. J. Campos Lima, D. A. Maria, J. M. Bjordal, J. Joensen, V .V. Iversen // *Photomedicine and Laser Surgery*. 2010. Vol. 28. P. 151-156.
9. Leupacher W. Refractive-index measurement of absorbing condensed media / W. Leupacher and A. Penzkofer // *Applied optics*. 1984. Vol. 23. № 10. P. 1554-155.

Исаева Елена Андреевна – аспирант кафедры «Приборостроение» Саратовского государственного технического университета

Isaeva Elena Andreevna – post-graduate student of the Department of «Instrument Making» of Saratov State Technical University

Исаева Анна Андреевна – аспирант кафедры «Приборостроение» Саратовского государственного технического университета

Isaeva Anna Andreevna – post-graduate student of the Department of «Instrument Making» of Saratov State Technical University

Плотников Михаил Викторович – НПФ «Пьезон» Саратовского государственного технического университета

Plotnikov Mikhail Victorovich – R&D company «Piezon» at Saratov State Technical University

Зимняков Дмитрий Александрович – доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедрой «Общая физика» Саратовского государственного технического университета

Zimnyakov Dmitriy Aleksandrovich – doctor of science, professor, head of the Department of «General physics» of Saratov State Technical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 617.741-004.1-076.5-079(045)

Т.Г. Каменских, А.С. Тишкова, В.А. Галанжа, И.О. Колбенов, А.Б. Бучарская, Г.Н. Маслякова, А.М. Буров, А.Н. Башкатов, Э.А. Генина

ИММУНОГИСТО - И ЦИТОХИМИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ХРУСТАЛИКА ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ФОРМАХ КАТАРАКТЫ

Изучены патологические изменения в хрусталике глаза при различных формах катаракты. Обследовано 220 больных (220 глаз) с катарактой. Проведены морфологические, иммуногистохимические и иммуноцитологические исследования.

химические исследования капсулы и вещества хрусталика с антителами к α - (α -А и α -В), β -, γ - кристаллинам, спектральный анализ мазков, морфометрическое исследование срезов. У больных сахарным диабетом выявлена более выраженная экспрессия альфа-В и бета-кристаллинов по сравнению с группой больных с возрастной катарактой. Выявлены морфологические отличия между корковой и ядерной формами возрастной катарактой и диабетической катарактой.

Катаракта, кристаллины, факоэмульсификация, сахарный диабет

**T.G. Kamenskih, A.S. Tishkova, V.A. Galanzha, I.O. Kolbenev, A.B. Bucharskaya,
G.N. Maslyakova, A.M. Burov, A.N. Bashkatov, E.A. Genina**

IMMUNOHISTOLOGICAL AND IMMUNOCYTOCHEMICAL INVESTIGATIONS OF HUMAN EYE LENS IN DIFFERENT FORMS OF THE CATARACT

Human lens pathology was studied in different forms of the cataract. 220 patients with a cataract (220 eyes) were included in this study. Morphological, immunohistological and immunocytochemical investigations of the lens capsule and lens substance (antibodies to α - (α -A and α -B), β -, γ - crystallines), spectroscopic analyses of the smears and morphometric analyses of the slices were performed. More significant expression of alfa-B and beta-crystallines was found in the patients with diabetes mellitus comparatively with the patients with age-related cataract. Morphological features were founded in the patients with cortical and nuclear forms of senile cataract and the diabetic cataract.

Cataract, crystalline, phacoemulsification, diabetes mellitus

В настоящее время катаракта (помутнение хрусталика) является ведущей причиной обратимой слепоты в мире. Катаракта является многофакторным, полиэтиологичным заболеванием. У пациентов, страдающих сахарным диабетом, катаракта встречается в 2 раза чаще и в более молодом возрасте (при сахарном диабете 1 типа она формируется к 35-40 годам). Как правило, эти больные также страдают диабетической ретинопатией, что повышает риск хирургического лечения катаракты и способствует развитию осложнений (гифема, гемофтальм) в послеоперационном периоде. Единственным эффективным методом лечения катаракты является хирургический. Основным методом хирургического лечения катаракты сегодня является факоэмульсификация с имплантацией интраокулярной линзы, но его выполнение у пациентов, страдающих сахарным диабетом, сопряжено с повышенным риском осложнений, что делает актуальным изучение молекулярных механизмов формирования катаракты у больных сахарным диабетом.

Цель исследования. Изучение патологических изменений в хрусталике глаза человека при различных формах катаракты по данным иммуногисто- и иммуноцитохимических исследований. Изучение влияния нарушений углеводного обмена на кристаллиновый состав хрусталика глаза (сравнительный анализ экспрессии α -А-, α -В-, β -, γ -кристаллинов).

Материалы и методы исследования. Проведено обследование 220 больных катарактой (220 глаз): основная группа – 120 больных сахарным диабетом (120 глаз), из них 11 пациентов с диабетической катарактой (11 глаз), 109 – с возрастной катарактой (109 глаз) на фоне сахарного диабета, контрольная группа – 100 пациентов с возрастной катарактой не страдающих сахарным диабетом (100 пациентов).

Всем больным проводились следующие виды офтальмологического обследования: биомикроскопия глаза, офтальмоскопия, ультразвуковое сканирование глаза (В-метод), НРТ-томография глаза, оптическая когерентная томография глаза, электрофизиологические исследования глаза (электроретинография ритмическая с частотой 10 Гц и общая, корковые зрительные вызванные потенциалы в ответ на вспышку), визометрия, периметрия, пневмотонометрия.

Всем больным проводились морфологические, иммуноцитохимические и иммуногистохимические исследования капсулы и вещества хрусталика глаза человека при использовании стандартных методик окрашивания для определения экспрессии α - (α -А и α -В), β -, γ - кристаллинов. Спектральный анализ мазков собственного вещества хрусталика, окрашенных иммуноцитохимическим методом, проводили с помощью спектрофотометра Lambda-950 (Perkin Elmer, USA). Морфометрическое исследование срезов хрусталика, окрашенных иммуногистохимическим методом, проводили с использованием автоматизированной комбинированной системы для анализа цифровых изображений ArioI SL50 (Genetix, Великобритания, 2009) на базе центра коллективного пользования «Симбиоз» ИБФРМ РАН. Изображения в автоматическом режиме были получены с применением микроскопа Olympus BX 61 с встроенной цифровой камерой U-CMAD3 с объективами PlanApo N 1.25x/0,04 и MPlanFL N 5x/0,15 для выбора рабочих областей, а также UPlanFL N 20x/0,5 для подсчета иммунопозитивных областей. Забор вещества хрусталика и его капсулы производился во время микрохирургических операций по поводу катаракты: ультразвуковой микрокоаксиальной факоэмульсификации, экстракапсулярной экстракции катаракты, интракапсулярной экстракции катаракты. Во время операции пациентам имплантировались интраокулярные линзы: линза AcrySof SN60AT, rAqua Sense («Rumex»), US-109 («U.S.Optics»), UA-501 («U.S.Optics»).

Результаты и обсуждение. В результате проведенных исследований нами было установлено, что при гистологическом исследовании препаратов передней капсулы хрусталика, окрашенного гематоксилином и эозином, не было выявлено грубых структурных изменений как в группе больных с возрастной катарактой на фоне сахарного диабета, так и в контрольной группе больных с возрастной катарактой.

У пациентов с возрастной катарактой и возрастной катарактой на фоне сахарного диабета толщина капсулы вместе с эпителием составляла 12-16 мкм, капсула была выстлана однорядным уплощенным эпителием с крупными ядрами. Капсула имела гомогенный вид и ровный наружный слой. У больных с диабетической катарактой стенка капсулы была неравномерно утолщена, толщина ее составляла 16-20 мкм, эпителий капсулы увеличен в размерах и по форме приближался к кубическому, имел полигональный вид, в клетках эпителия наблюдалась вакуолизация.

При ШИК-реакции (гистохимическая окраска на гликопротеины) обращала на себя внимание более яркая окраска препаратов капсулы хрусталика больных сахарным диабетом, как с диабетической катарактой, так и с возрастной катарактой на фоне сахарного диабета, что свидетельствовало о повышенном накоплении в ней углеводов соединений.

При световой микроскопии срезов катарактально измененных хрусталиков обнаруживались четкие морфологические отличия разных форм возрастной катаракты. При корковой катаракте во всех группах в корковом веществе между набухающими клетками хрусталика определялись клиновидные пространства и щели, которые были заполнены единичными вакуолями и детритом. На границе коркового вещества и ядра просматривалась зона интенсивной вакуолизации, а ядро хрусталика было сдавлено оводненными корковыми массами. При оценке иммуногистохимических реакций в срезах хрусталика у пациентов, как с диабетической катарактой, так и с катарактой на фоне сахарного диабета определялось интенсивное окрашивание в зоне выраженной экспрессии альфа-В кристаллина и бета-В1

кристаллина. Оно имело внутриклеточную локализацию в виде мелких гранул, равномерно распределенных в цитоплазме отдельных клеток хрусталика. При ядерной форме возрастной катаракты на фоне сахарного диабета специфическое окрашивание обнаруживалось только в ядерном отделе хрусталика. При обзорной окраске гематоксилином-эозином наблюдалось увеличенное в объеме ядро хрусталика.

При обзорной окраске гематоксилином и эозином, как в контрольной группе, так и в основной группе с возрастной катарактой расположение волокон в хрусталике было упорядоченным, толщина их была практически одинаковой. В основной группе с диабетической катарактой на отдельных участках обнаруживались признаки гомогенизации волокон, проявляющиеся в уменьшении и исчезновении промежутков между ними.

При световой микроскопии визуально оценить различия в интенсивности экспрессии различных кристаллинов в мазках собственного вещества хрусталика, окрашенных иммуноцитохимическим методом, как в одной группе, так и между группами больных было сложно, поэтому был проведен спектральный анализ иммуноцитохимических препаратов хрусталика на спектрофотометре Lambda 950 (Pevkin Elmer, USA). Были выявлены достоверные отличия ($p < 0,05$) в коэффициентах светопропускания между основной группой больных и контрольной группой больных (рис. 1).

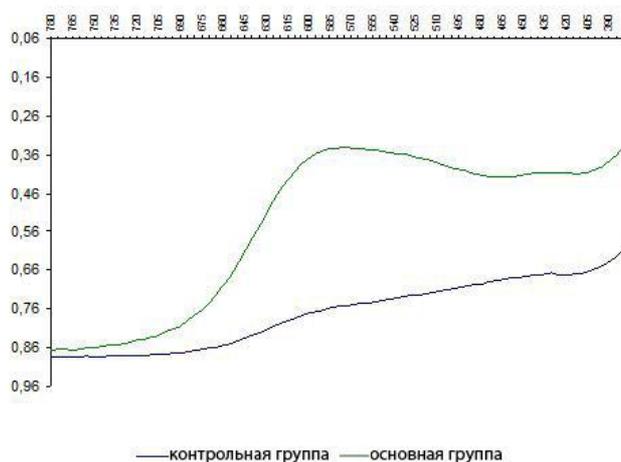


Рис. 1. Зависимость коэффициента пропускания иммуноцитохимических препаратов собственного вещества хрусталика, окрашенных с антителами к альфа-В-кристаллину от длины волны

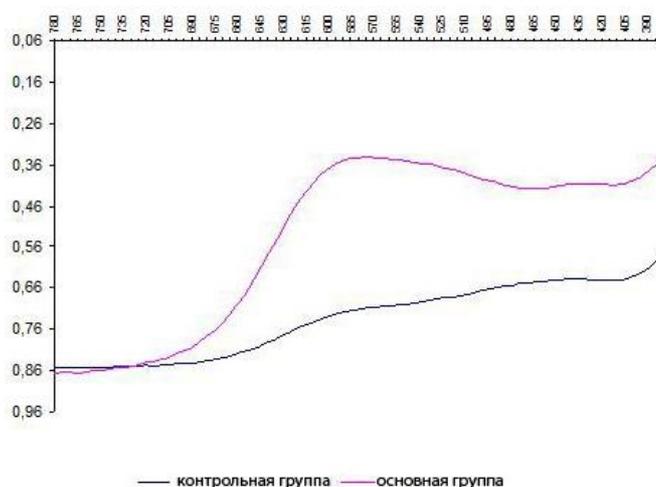


Рис. 2. Зависимость коэффициента пропускания иммуноцитохимических препаратов собственного вещества хрусталика, окрашенных на антитела к бета- кристаллину, от длины волны

При спектрофотометрии иммуноцитохимических препаратов собственного вещества хрусталика, окрашенных с антителами к альфа-В-кристаллину, коэффициент пропускания в группе больных сахарным диабетом был значительно меньше, что свидетельствовало о более выраженной у них экспрессии альфа-В кристаллина (рис. 2).

При спектрофотометрии коэффициент пропускания иммуноцитохимических препаратов собственного вещества хрусталика, окрашенных с антителами к бета-кристаллину в группе больных сахарным диабетом был меньше, чем у больных возрастной катарактой, что свидетельствует о более выраженной экспрессии в данной группе больных бета-кристаллинов.

У больных сахарным диабетом коэффициент пропускания иммуноцитохимических препаратов собственного вещества хрусталика, окрашенных с антителами к бета-кристаллину, был наименьшим по сравнению с коэффициентом пропускания препаратов, окрашенных на другие кристаллины, что свидетельствует о более выраженной экспрессии бета-кристаллинов в данной группе больных (рис. 3).

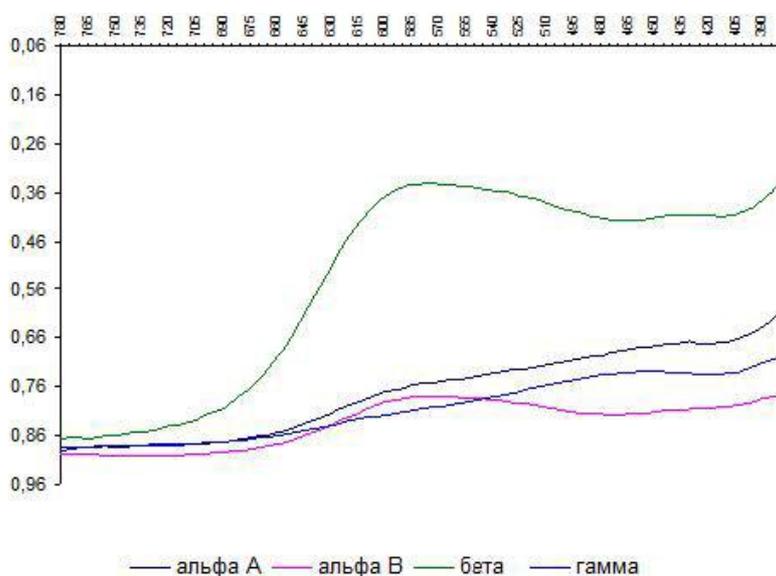


Рис. 3. Зависимость коэффициента пропускания иммуноцитохимических препаратов собственного вещества хрусталика больных сахарным диабетом, окрашенных на антитела к кристаллинам, от длины волны

При проведении морфометрического исследования срезов хрусталика, окрашенных иммуногистохимическим методом, было выявлено достоверное увеличение площадей положительной экспрессии бета- (75,9%) и альфа-В-кристаллинов (56,4%) в группе больных с сахарным диабетом по сравнению с группой больных с возрастной катарактой (47,1% и 37% соответственно), экспрессия альфа-А-кристаллина была снижена по сравнению с контрольными данными (рис.4) (по данным литературы соотношение альфа А к альфа В составляет в норме – 3:1) [Островский М.А., 2005].

При иммуногистохимическом и иммуноцитохимическом исследованиях хрусталиков была выявлена более выраженная экспрессия альфа-В и бета-кристаллинов у больных сахарным диабетом. Отмечалась отрицательная или очень слабая экспрессия гамма-кристаллина у всех больных.

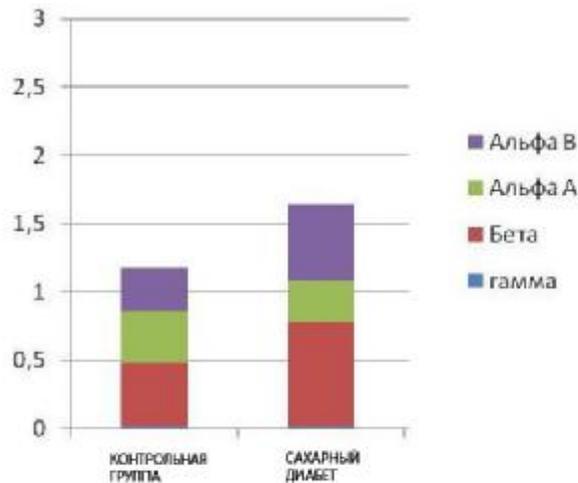


Рис. 4. Соотношение площадей положительной экспрессии кристаллинов в группе больных с сахарным диабетом и больных контрольной группы по данным морфометрического исследования срезов хрусталика

Для выявления различий в количественных соотношениях отдельных фракций кристаллинов между группами больных был проведен анализ яркости и цветности иммуногистохимических и цитохимических препаратов в равноконтрастной системе $L^*a^*b^*$ (МКО, 1976).

Были выявлены достоверные различия координат цветности (a^* , b^*) в мазках и срезах основного вещества хрусталика, окрашенных с антителами с альфа-В и бета-кристаллинами, свидетельствующие о высоком содержании данных фракций кристаллинов у больных с возрастной катарактой, развившейся на фоне сахарного диабета 2 типа и с диабетической катарактой.

Заключение

Таким образом, при проведении спектрального анализа и морфометрического анализа иммуногисто- и иммуноцитохимических препаратов хрусталика у больных сахарным диабетом как с осложненной диабетической, так и с возрастной катарактой на фоне сахарного диабета была выявлена более выраженная экспрессия альфа-В и бета-кристаллинов и сниженная экспрессия альфа-А-кристаллинов по сравнению с группой больных с возрастной катарактой.

Выявленные морфологические различия между корковой и ядерной формами возрастной и диабетической катаракты показало необходимость исследования молекулярных механизмов катарактогенеза при сахарном диабете для поиска новых патогенетически ориентированных антикатарактальных препаратов, что позволит достичь более высоких функциональных результатов в терапии пациентов с сахарным диабетом.

ЛИТЕРАТУРА

1. Мальцев Э.В. Биологические особенности и заболевания хрусталика / Э.В. Мальцев, К.П. Павлюченко. Одесса: Астропринт, 2002. 448 с.
2. Корсакова Н.В. Возрастная катаракта: современные аспекты патогенеза / Н.В. Корсакова. Чебоксары: ГУП «ИПК «Чувашия», 2010. 86 с.
3. Островский М.А. Молекулярные механизмы повреждающего действия света на структуры глаза и системы защиты от такого повреждения. / М.А. Островский // Успехи биологической химии. 2005. Т. 45. С. 173-204.

Каменских Татьяна Григорьевна – доктор медицинских наук, заведующий кафедрой глазных болезней Саратовского государственного медицинского университета им. В.И. Разумовского

Тишкова Антонина Сергеевна – аспирант кафедры глазных болезней Саратовского государственного медицинского университета им. В.И. Разумовского

Галанжа Владимир Анатольевич – офтальмохирург клиники глазных болезней Саратовского государственного медицинского университета им. В.И. Разумовского

Колбнев Игорь Олегович – кандидат медицинских наук, ассистент кафедры. глазных болезней Саратовского государственного медицинского университета им. В.И. Разумовского

Бучарская Алла Борисовна – кандидат биологических наук, руководитель НОЦ фундаментальной медицины и нанотехнологий Саратовского государственного медицинского университета им. В.И. Разумовского

Маслякова Галина Никифоровна – доктор медицинских наук, профессор, заведующий кафедрой патологической анатомии Саратовского государственного медицинского университета им. В.И. Разумовского

Буров Андрей Михайлович – кандидат химических наук, ведущий инженер УРАН ИБФРМ

Башкатов Алексей Николаевич – кандидат физико-математических наук, доцент кафедры оптики и биофотоники Саратовского государственного университета им.Н.Г.Чернышевского

Генина Элина Алексеевна – кандидат физико-математических наук, доцент кафедры оптики и биофотоники СГУ им.Н.Г.Чернышевского

Kamenskih Tatiana Grigorievna – Clinic of Eye Diseases and Department of Ophthalmology of Saratov State Medical University n. a. V. I. Razumovskiy

Tishkova Antonina Sergeevna – Clinic of Eye Diseases and Department of Ophthalmology of Saratov State Medical University n. a. V. I. Razumovskiy

Galanzha Vladimir Anatolyevich – Clinic of Eye Diseases and Department of Ophthalmology of Saratov State Medical University n. a. V. I. Razumovskiy

Kolbenev Igor Olegovich – candidate of medical sciences Clinic of Eye Diseases and Department of Ophthalmology of Saratov State Medical University n. a. V. I. Razumovskiy

Bucharskaya Alla Borisovna – candidate of biological sciences, head of the REC fundamental medicine and nanotechnology Saratov State Medical University them. V.I. Razumovskiy

Maslyakova Galina Nikiforovna – doctor of medical sciences, professor, head of the department of pathological anatomy of the Saratov State Medical University to them. V.I. Razumovskiy

Burov Andrey Mikhailovich – candidate of chemical sciences, leading engineer of Institute of Biochemistry and Physiology plants and Microorganismus of Russian of Academy of Science

Bashkatov Aleksey Nikolaevich – candidate of physico-mathematical sciences, associate professor, chair of optics of the Saratov State University to them. N. G. Chernyshevskiy

Genina Elina Alekseevna – candidate of physical-mathematical sciences, associate professor, chair of optics and biophotonics of the Saratov State University to them. N. G. Chernyshevskiy

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 617.747-07-089.45-036.8(045)

Т.Г. Каменских, Н.Б. Захарова, О.В. Козорезова, В.А. Величко, И.О. Колбенеv**ЭФФЕКТИВНОСТЬ СОВРЕМЕННЫХ МЕТОДОВ ТАМПОНАДЫ
ВИТРЕАЛЬНОЙ ПОЛОСТИ ПРИ ВИТРЕОРЕТИНАЛЬНОЙ
ХИРУРГИИ**

Развитие техники витреоретинальных вмешательств обусловило необходимость разработки методов замещения стекловидного тела. Проведен анализ эффективности витрэктомии с последующей тампонадой витреальной полости у 133 пациентов с различной витреоретинальной патологией. После проведенного оперативного лечения (витрэктомии с последующей тампонадой витреальной полости) у всех пациентов наблюдалось значимое повышение остроты зрения, расширение полей зрения на белый и красный свет, офтальмоскопически у всех пациентов сетчатка прилегла.

Витрэктомия, пролиферативная витреоретинопатия, стекловидное тело, сетчатка

T.G. Kamenskih, N.B. Zaharova, O.V. Kozorezova, V.A. Velichko, I.O. Kolbenev**EFFICIENCY OF MODERN METHODS OF VITREOS TAMPONADE**

The results of vitrectomy with vitreous tamponade in 133 patients with various vitreoretinal pathology were analyzed. In all cases, the significant improving of visual acuity, extending of the visual fields for the white and red lights, were founded. Touching of the retina was achieved in all the patients.

Vitrectomy, proliferative vitreoretinopathy, vitreous, retina

Среди причин, приводящих к инвалидности по зрению, витреоретинальная патология составляет по данным ряда авторов (Е.С. Либман, 2001, В.В. Нероев, 2004) от 8 до 15%, причем 84% страдающих – лица трудоспособного возраста. Развитие техники витреоретинальных вмешательств обусловило необходимость разработки методов замещения стекловидного тела (СТ). Тампонада витреальной полости позволяет обеспечить интраоперационное расправление сетчатки и внутреннее дренирование субретинальной жидкости, а также предоставляет возможность блокирования разрывов сетчатки в послеоперационном периоде.

Целью работы явился анализ эффективности витрэктомии с последующей тампонадой витреальной полости у пациентов с различной витреоретинальной патологией.

Материалы и методы. Под наблюдением находилось 133 больных (133 глаза) в возрасте от 23 до 65 лет, из них 77 (58%) женщины, 56 (42%) – мужчины с различной витреоретинальной патологией. Длительность заболевания у больных составляла от 2 недель до 8 лет.

Из 133 клинических случаев пациентов с пролиферативной диабетической ретинопатией (ПДР) наблюдалось 32 (24%), с отслойкой сетчатки – 76 (57%), фиброзом СТ – 14 (11%), деструкцией СТ – 3 (2%), гемофтальмом – 5 (4%), дислокацией ИОЛ в СТ – 3 (2%).

Всем пациентам выполнена трехпортальная витрэктомия по стандартной методике: обработка операционного поля раствором 70% спирта обычным способом, анестезия 2% раствором лидокаина, склеротомии по меридианам на 2, 8, 10 часах условного циферблата в 3 мм от лимба, витрэктомия 20G и 25G с последующей тампонадой витреальной полости стерильным воздухом, физиологическим раствором, перфторуглеродами (ПФОС) с последующей заменой на силиконовое масло 1300 сСт или силиконовым маслом 1300 сСт.

В ходе витрэктомии у пациентов проводился забор стекловидного тела для определения содержания молекулярных маркеров воспаления и ангиогенеза, таких как С-реактивный белок (СРБ), фактор некроза опухолей альфа (ФНО- α), интерлейкин1 (ИЛ1), интерлейкин 12 (ИЛ12), сосудистый эндотелиальный фактор роста (ФРЭС), трансформирующий ростовой фактор бета (ТРФ- β), моноцитарный хемоаттрактантный белок (MCP-1). Исследование выше перечисленных маркеров проводилось с использованием метода иммуноферментного анализа (ИФА) и реактивов фирм «Вектор Бест» (Новосибирск) и «Bender Medsystems» (Австрия).

Всем пациентам до и после лечения проводили клинические исследования: визометрию, офтальмобиомикроскопию, суточную тонометрию по Маклакову; исследование периферического поля зрения (компьютерная статическая периметрия на аппарате "ПЕРИКОМ"); ультразвуковое исследование, электрофизиологическое исследование - ритмическая ЭРГ, корковые зрительные вызванные потенциалы (ЗВП) с отведением потенциала от затылочной области на вспышку и на электрический импульс. Исследование внутриглазного кровотока методом ультразвукового цветового доплеровского картирования проводили на многофункциональной ультразвуковой системе Voluson 730 Pro, при этом оценивали спектральные скоростные показатели гемодинамики: максимальную систолическую скорость (V_{max}), конечную диастолическую скорость (V_{min}) и индекс периферического сопротивления (R_i). Обследование проводили до и после лечения.

Критериями оценки эффективности терапии служили: острота зрения, суммарные по 8 меридианам границы полей зрения, показатели ритмической ЭРГ, амплитуда ЗВП, показатели скорости кровотока в позвоночных, задних коротких цилиарных артериях (ЗКЦА) и центральной артерии сетчатки (ЦАС).

Результаты и обсуждение. У больных пролиферативной диабетической ретинопатией острота зрения при поступлении варьировала в интервале $1/\infty$ pr. cert. - 0,08. При офтальмоскопии мы наблюдали швартообразование в стекловидном теле, пролиферативную ткань парамаккулярно, на средней периферии, редко в макуле, неоваскулярные сосуды. Среднее значение суммарного поля зрения на белый цвет составило $190^{\circ} \pm 8^{\circ}$, на красный цвет - $27^{\circ} \pm 5^{\circ}$, средняя амплитуда ЗВП составляла $6,7 \text{ мкВ} \pm 0,49 \text{ мкВ}$. У данных больных снижение максимальной систолической и диастолической скорости кровотока в позвоночной артерии, ЗКЦА и ЦАС было резко выражено. Индекс периферического сопротивления в данных сосудах так же превышал возрастную норму.

В ходе витрэктомии тампонада витреальной полости силиконовым маслом 1300 сСт проведена 28 (88%) пациентам с ПДР, у 4 пациентов - авитрия (тампонада стерильным воздухом, физиологическим раствором). После проведенного оперативного лечения острота зрения у пациентов с ПДР повысилась на 0,02-0,09 в 7 случаях (22%), на 0,1-0,3 в 17 случаях (53%), более чем на 0,3 в 4 случаях (12,5%), составила $1/\infty$ pr. cert. - 0,01 в 4 случаях (12,5%). Поле зрения на белый цвет расширилось в среднем на 45° и на красный цвет на 10° . Максимальная систолическая скорость кровотока в ЗКЦА увеличилась на 13,5%, в ЦАС на 19,8 и 5,9% возросла в позвоночных артериях. Наблюдалось увеличение диастолической скорости кровотока в ЗКЦА и в ЦАС на 25 и 21% соответственно, и снижение на 13,2% - в позвоночной артерии. В позвоночной артерии наблюдалось снижение индекса периферического сопротивления на 29,6%, а в ЗКЦА и ЦАС - повышение данного показателя соответственно на 14,5 и 12,2%. Катаракта как осложнение силиконовой

тампонады наблюдалась в 5 случаях (16%), после проведенной факоэмульсификации острота зрения этих пациентов повысилась до 0,1- 0,3.

У больных фиброзом стекловидного тела острота зрения при поступлении варьировала в интервале $1/\infty$ pr. cert. – 0,3; офтальмоскопически – плавающие и фиксированные помутнения, швартообразование в стекловидном теле; среднее значение суммарного поля зрения на белый составило $200 \pm 7^\circ$, на красный цвет – $33 \pm 5^\circ$, средняя амплитуда ЗВП составляла $7,7 \text{ мкВ} \pm 0,39 \text{ мкВ}$.

У данных больных снижение максимальной систолической и диастолической скорости кровотока в позвоночной артерии, ЗКЦА и ЦАС было выражено умеренно. Индекс периферического сопротивления в данных сосудах не превышал возрастную норму.

В ходе витрэктомии тампонада витреальной полости силиконовым маслом 1300сСт проведена 6 (43%) пациентам с фиброзом СТ, у 8 (57%) пациентов – авитрия (тампонада стерильным воздухом, физ. раствором). После проведенного оперативного лечения острота зрения у пациентов с фиброзом СТ повысилась на 0,01-0,09 в 4 случаях (29%), на 0,1-0,3 в 7 случаях (50%), выше 0,3 в 4 случаях (12,5%). Поле зрения расширилось в среднем на белый цвет на 35° и на красный цвет на 10° . Максимальная систолическая скорость кровотока увеличилась на 8,5% в ЗКЦА, на 9,8% в ЦАС и на 5,6% возросла в позвоночных артериях. Наблюдалось увеличение диастолической скорости кровотока в ЗКЦА и в ЦАС на 15% и 21% соответственно, и снижение на 10,2% – в позвоночной артерии. В позвоночной артерии наблюдалось снижение индекса периферического сопротивления на 19,6%, а в ЗКЦА и ЦАС – повышение данного показателя соответственно на 24,5 и 22,2%. Осложнениями являлись отслойка сетчатки – 3 (21%) случая при первичной авитрии (после силиконовой тампонады острота зрения находилась в интервале 0,1-0,3), катаракта – 3 (21%) случая (после факоэмульсификации острота зрения повысилась до 0,1), увеит – 1 (7%) экспульсивная геморрагия – 1 (7%).

У пациентов с отслойкой сетчатки острота зрения при поступлении варьировала в интервале $1/\infty$ pr. cert. – 1,0. Среднее значение суммарного поля зрения на белый составило $180 \pm 9^\circ$, на красный цвет – $43 \pm 5^\circ$, средняя амплитуда ЗВП составляла $8,3 \text{ мкВ} \pm 0,49 \text{ мкВ}$. У данных больных снижение максимальной систолической и диастолической скорости кровотока в позвоночной артерии, ЗКЦА и ЦАС было выражено умеренно. Индекс периферического сопротивления в данных сосудах не превышал возрастную норму.

В ходе витрэктомии тампонада витреальной полости ПФОС с последующей заменой на силиконовое масло 1300сСт (через 7 дней) проведена всем пациентам с отслойкой сетчатки. После проведенного оперативного лечения острота зрения у пациентов с отслойкой сетчатки повысилась в интервале $1/\infty$ pr. cert. – 0,01 в 12 случаях (15,5%), на 0,02-0,09 в 11 случаях (14,5%), на 0,1-0,3 в 48 случаях (63%), выше 0,3 в 5 случаях (7%). Поле зрения расширилось в среднем на 45° на белый цвет и 15° на красный цвет. Максимальная систолическая скорость кровотока увеличилась на 18,5% в ЗКЦА, на 19,8% в ЦАС и на 5,6% возросла в позвоночных артериях. Наблюдалось увеличение диастолической скорости кровотока в ЗКЦА и в ЦАС на 25% и 31% соответственно, и снижение на 8,2% - в позвоночной артерии. В позвоночной артерии наблюдалось снижение индекса периферического сопротивления на 9,6%, а в ЗКЦА и ЦАС – повышение данного показателя соответственно на 28,5 и 29,2%. Осложнениями являлись рецидив отслойки сетчатки – 7 (9%) случаев, катаракта – 2 (3%) случая.

У пациентов с гемофтальмом острота зрения при поступлении варьировала в интервале $1/\infty$ pr. cert. – 0,1; офтальмоскопически – грубые плавающие и преретинальные помутнения в стекловидном теле; в большинстве случаев периметрию провести не удалось из-за низкой остроты зрения, среднее значение суммарного поля зрения на белый составило $130 \pm 9^\circ$, на красный цвет – $30 \pm 5^\circ$. У данных больных снижение максимальной систолической и диастолической скорости кровотока в позвоночной артерии, ЗКЦА и ЦАС было выражено

умеренно. Индекс периферического сопротивления в данных сосудах не превышал возрастную норму.

Тампонада витреальной полости силиконовым маслом 1300сСт проведена всем пациентам с гемофтальмом. После проведенного оперативного лечения острота зрения у пациентов с гемофтальмом повысилась на 0,01-0,09 в 2 случаях (40%), на 0,1-0,3 в 2 случаях (40%), более 0,3 в 1 случае (20%). Поле зрения расширилось в среднем на 65° на белый цвет и 35° на красный цвет. Максимальная систолическая скорость кровотока увеличилась на 16,5% в ЗКЦА, на 20,8% в ЦАС и на 8,6% возросла в позвоночных артериях. Наблюдалось увеличение диастолической скорости кровотока в ЗКЦА и в ЦАС на 27 и 33% соответственно, и снижение на 7,2% – в позвоночной артерии. В позвоночной артерии наблюдалось снижение индекса периферического сопротивления на 7,6%, а в ЗКЦА и ЦАС – повышение данного показателя соответственно на 29,5% и 27,2%.

У пациентов с деструкцией стекловидного тела острота зрения при поступлении варьировала в интервале 0,01-0,1; офтальмоскопически – плавающие и преретинальные помутнения в стекловидном теле. Среднее значение суммарного поля зрения на белый составило 230°±9, на красный цвет – 40°±5. У данных больных снижение максимальной систолической и диастолической скорости кровотока в позвоночной артерии, ЗКЦА и ЦАС было выражено незначительно. Индекс периферического сопротивления в данных сосудах не превышал возрастную норму. В ряде случаев при витрэктомии формировали первичную авитрию (стерильный воздух, физиологический раствор). После проведенного оперативного лечения острота зрения у пациентов с деструкцией стекловидного тела повысилась на 0,3-0,4 во всех случаях. Поле зрения расширилось в среднем на 55° на белый цвет и 33° на красный цвет. Максимальная систолическая скорость кровотока увеличилась на 18,5% в ЗКЦА, на 23,8% в ЦАС и на 6,8 % возросла в позвоночных артериях. Наблюдалось увеличение диастолической скорости кровотока в ЗКЦА и в ЦАС на 23% и 24% соответственно, и снижение на 7,4% - в позвоночной артерии. В позвоночной артерии наблюдалось снижение индекса периферического сопротивления на 7,3%, а в ЗКЦА и ЦАС – повышение данного показателя соответственно на 27,5% и 24,2%. Осложнений не выявлено.

У пациентов с дислокацией ИОЛ в стекловидное тело острота зрения при поступлении варьировала в интервале 0,1-0,4 (с коррекцией); офтальмоскопически – ИОЛ в полости стекловидного тела, картина глазного дна без патологии; среднее значение суммарного поля зрения на белый составило 235°±9°, на красный цвет – 40°±5°. У данных больных снижение максимальной систолической и диастолической скорости кровотока в позвоночной артерии, ЗКЦА и ЦАС не наблюдалось. Индекс периферического сопротивления в данных сосудах не превышал возрастную норму. В ходе витрэктомии наблюдалась первичная авитрия (стерильный воздух, физ. раствор). После проведенного оперативного лечения острота зрения у пациентов с дислокацией ИОЛ в стекловидное тело повысилась в интервале 0,3-0,5 во всех случаях. Поле зрения расширилось в среднем на 15° на белый цвет и 10° на красный цвет. Показатели доплерографии практически не изменились. Осложнений не выявлено.

После проведенного оперативного лечения (витрэктомии с последующей тампонадой витреальной полости) у всех пациентов наблюдалось значимое повышение остроты зрения, расширение полей зрения на белый и красный свет, увеличение показателей скорости кровотока в позвоночных, задних коротких цилиарных артериях (ЗКЦА) и центральной артерии сетчатки (ЦАС), офтальмоскопически у всех пациентов было констатировано восстановление целостности анатомических структур (сетчатка прилежит, оптические среды прозрачны).

Практически все пациенты в веществе удаляемого стекловидного тела имели высокие концентрации основных биомаркеров воспаления и ангиогенеза. Содержание С-реактивного белка в стекловидном теле превышало уровень нормы (для сыворотки крови) в 2-5 раз, особенно у пациентов на фоне диабетической ретинопатии.

Также в веществе удаляемого стекловидного тела имело место увеличение содержания таких ангиогенных провоспалительных цитокинов, как ИЛ-12 и ФНО α и такого хемоаттрактантного белка как MCP-1. Особенно высокие концентрации данного белка выявлены в стекловидном теле у пациентов с пролиферативной диабетической ретинопатией (939,3-3346пг/мл), с регматогенной отслойкой сетчатки (935,6-3129пг/мл). Значимых изменений MCP-1 (625-912,8 пг/мл) у пациентов с травматической отслойкой сетчатки (группа сравнения) не выявлено.

Очевидно, следствием воспалительных процессов становилось повышение содержания ФРЭС в стекловидном теле у пациентов с пролиферативной диабетической ретинопатией. При этом значимых изменений содержания ФРЭС у пациентов с регматогенной отслойкой сетчатки и с травматической отслойкой сетчатки не наблюдалось.

Заключение. Установленное высокое содержание в стекловидном теле у пациентов с пролиферативной диабетической ретинопатией основных провоспалительных цитокинов еще раз подтверждает, что при сахарном диабете одной из наиболее повреждаемых тканевых структур становится стекловидное тело. Накопление медиаторов воспаления в нем можно считать одним из факторов, свидетельствующих в пользу необходимости витреоретинальной хирургии. У больных с диабетической ретинопатией нарушение метаболизма становится основной причиной развития витреальной пролиферации, геморрагических проявлений, основой развития тракционной отслойки сетчатки, её ишемии. Совершенно очевидно, что основной механизм достижения эффективности витреоретинальных технологий при диабетической ретинопатии связан с устранением патологически измененного стекловидного тела.

Совершенствование витреоретинальных технологий должно быть основано на результатах исследования комплекса современных маркеров воспаления и ангиогенеза как в периферической крови, так и в стекловидном теле у больных с поражением стекловидного тела. Необходимо также отметить, что применение современных методов тампонады витреальной полости при витреоретинальной хирургии позволяет добиваться не только восстановления анатомических структур глаза, но и высоких функциональных результатов. Метод является высокоэффективным и может иметь развитие. Разработка новых полимеров, способных заменить стекловидное тело в ходе хирургического лечения является перспективным направлением в офтальмологии.

ЛИТЕРАТУРА

1. Байбородов Я.В. 25G-витрэктомия с силиконовой тампонадой для лечения макулярных разрывов с отслойкой сетчатки при миопии высокой степени / Я.В. Байбородов // Современные технологии лечения витреоретинальной патологии – 2010: сб. тез. / ФГУ «МНТК «Микрохирургия глаза». М., 2010. С. 16-17.
2. Результаты хирургического лечения неприлеганий и рецидивов отслоек сетчатой оболочки, осложненных тяжелой пролиферативной витреоретинопатией / Я.И. Глинчук, В.Г. Сидоренко, О.В. Каштан, Д.О. Шкворченко // Офтальмохирургия. 1994. №2. С. 20-25.
3. Казайкин В.Н. Завершение тампонады витреальной полости силиконовым маслом при лечении отслойки сетчатки / В.Н. Казайкин, А.А. Рапопорт // Съезд офтальмологов России, 9-й (16-18 июня 2010 г.): тез. докл. М.: Офтальмология, 2010. С. 237.
4. Особенности витреоретинальной хирургии при полной люксации хрусталика / В.Н. Канюков, О.М. Полякова, В.И. Коптев, Ю.В. Мягков, Е.А. Ломухина // Современные технологии лечения витреоретинальной патологии – 2010: сб. тез. / ФГУ «МНТК «Микрохирургия глаза». М., 2010. С. 59-61.
5. Захаров В.Д. Возможности лечения пролиферативной витреоретинопатии в свете современных аспектов ее этиологии и патогенеза / В.Д. Захаров, Д.Н. Шарипова, А.В. Шацких // Офтальмохирургия. 2006. №6. С.59-64.

6. Lavin M. Heavy liquids for postoperative tamponade / M. Lavin // Br. J. Ophthalmol. 1992. Vol. 76. P. 513-514.

Каменских Татьяна Григорьевна – доктор медицинских наук, заведующий кафедрой глазных болезней Саратовского государственного медицинского университета им. В.И. Разумовского

Kamenskih Tatiana Grigorievna – doctor of medical sciences, professor, head of the chair of ocular diseases of the Saratov state medical university of the name of V.I. Razumovskiy

Захарова Наталья Борисовна – профессор, заведующий Центральной научно-исследовательской лабораторией Саратовского государственного медицинского университета им. В.И. Разумовского

Zaharova Natalia Borisovna – doctor of medical sciences, professor, Central Research Laboratory of Saratov State Medical University of the name of V.I. Razumovskiy

Величко Владислав Анатольевич - офтальмохирург клиники глазных болезней и кафедры офтальмологии Саратовского государственного медицинского университета им. В.И. Разумовского

Velichko Vladislav Anatolyevich – Clinic of Eye Diseases and Department of Ophthalmology of Saratov State Medical University of the name of V.I. Razumovskiy

Козорезова Ольга Васильевна – врач-офтальмолог, аспирант кафедры глазных болезней Саратовского государственного медицинского университета им. В.И. Разумовского

Kozorezova Olga Vasilievna – doctor-otolaryngologist, post-graduate student of the department of eye diseases of Saratov State Medical University of the name of V.I. Razumovskiy

Колбнев Игорь Олегович – кандидат медицинских наук, ассистент кафедры глазных болезней Саратовского государственного медицинского университета им. В.И. Разумовского

Kolbenev Igor Olegovich – candidate of medical sciences, assistant of the department of eye diseases of Saratov State Medical University of the name of V.I. Razumovskiy

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК 611-018.26-013.3-083

А.С. Пономарева, В.А. Сургученко, Н.Б. Богданова, Н.П. Можейко, В.И. Севастьянов

ИССЛЕДОВАНИЕ ДИФФЕРЕНЦИРОВОЧНОГО ПОТЕНЦИАЛА МЕЗЕНХИМАЛЬНЫХ СТРОМАЛЬНЫХ КЛЕТОК ИЗ ЖИРОВОЙ ТКАНИ ЧЕЛОВЕКА

Использование мезенхимальных стромальных клеток (МСК) в сочетании с биоматриксом является одним из перспективных направлений исследований для восстановления и регенерации поврежденной ткани или

органа. В данной работе мы исследовали дифференцировочный потенциал МСК в адипогенном, миогенном и хондрогенном направлениях в условиях in vitro.

Мезенхимальные стромальные клетки, жировая ткань, дифференцировка

A.S. Ponomareva, V.A. Surguchenko, N.B. Bogdanova, N.P. Mozheiko, V.I. Sevastianov

ADIPOSE-DERIVED MESENCHYMAL STROMAL CELLS DIFFERENTIATION POTENTIAL ANALYSIS

Mesenchymal stromal cells (MSC) utilization with biomatrix is one of the promising fields of study for repair, regeneration and reconstruction of lost, damaged or degenerative tissues/organs. The aim of this work is to analyze MSC differentiation potential toward the adipogenic, myogenic, and chondrogenic lineages in vitro.

Mesenchymal stromal cells, adipose tissue, differentiation

В настоящее время перспективным направлением в регенеративной медицине является разработка тканеинженерных конструкций, включающих в себя клетки, способные формировать функционирующий внеклеточный матрикс; подходящий биodeградируемый субстрат для трансплантации клеток (матрикс); биоактивные молекулы (цитокины, факторы роста) которые оказывают биостимулирующее действие на клетки поврежденной ткани [1]. Большое внимание уделяют мезенхимальным стромальным клеткам (МСК) из жировой ткани человека, как клеточному компоненту тканеинженерной конструкции [2, 3]. Было показано, что клетки, полученные из жировой ткани, обладают фибробластной морфологией и фенотипическим сходством по ряду маркеров с другими мезенхимальными стромальными клетками из человеческого костного мозга и пуповинной крови, а также способны размножаться *in vitro* без специфических добавок и обладают потенциалом дифференцировки в адипогенном, остеогенном, хондрогенном и миогенном направлениях [4, 5]. Неоспоримым достоинством работы с МСК из жировой ткани простота получения аутологичного материала в необходимом количестве.

Ранее, нами были подробно описаны морфология культуры МСК и ее фенотипические характеристики [6]. Целью настоящей работы явилась отработка протокола дифференцировки МСК из подкожно-жировой клетчатки человека в адипогенном, миогенном и хондрогенном направлениях в условиях *in vitro*.

Материалы и методы. МСК получали из образцов подкожно-жировой клетчатки человека по стандартной методике, описанной ранее [6]. Кратко, жировую ткань отмывали от крови в фосфатном буфере, механически измельчали, а затем помещали в раствор коллагеназы Туре IА из расчета 600 ед./г ткани (Sigma, США). Фермент инактивировали полной ростовой средой (ПРС), состоящей из сред DMEM/F-12 (1:1) (ПанЭко, Россия), 10% эмбриональной телячьей сыворотки (Perbio-HyClone, США), 2 mM L-глутамина (ПанЭко, Россия), антибиотиков (гентамицина 50 мкг/мл, амфотерицина-В 2,5 мкг/мл), 1 mM NERES (ПанЭко, Россия). Клетки осаждали центрифугированием при 400 g, в течение 15 мин. Осадок ресуспендировали в ПРС, рассевали в культуральные флаконы (Corning-Costar, США) с плотностью посева 3000 кл/см² и культивировали на протяжении 2 пассажей в CO₂ инкубаторе в стандартных условиях: при 37°C, во влажной атмосфере, содержащей 5% CO₂. Смену ростовой среды проводили каждые 3 сутки.

Адипогенную дифференцировку проводили на II пассаже. Клетки высевали в 6 луночные планшеты (Corning-Costar, США) в концентрации 1000 кл/см² и культивировали 3-

5 суток в ПРС. Затем меняли среду на дифференцировочную (StemCells Technologies Inc., Канада) и инкубировали 10-14 суток.

Для подтверждения адипогенной дифференцировки клетки фиксировали в растворе кальций-формола (4% формальдегид, 1% Ca^{2+}) и окрашивали в свежefильтрованном растворе масляного красного (окраска на нейтральные жиры) (Sigma, США). Ядра клеток докрашивали гематоксилином по Майеру (Sigma, США).

Хондрогенную дифференцировку проводили на II пассаже с использованием набора STEMPRO® Chondrogenesis Differentiation Kit (Invitrogen, Великобритания) в соответствии с инструкцией производителя методом микросфер. Для получения микросфер готовили суспензию клеток с концентрацией 16×10^6 кл/мл в ПРС. Посев осуществляли добавлением 10 мкл полученной суспензии в центр лунки 96-луночного культурального планшета. Через 2 часа в планшет добавляли хондрогенную дифференцировочную среду и инкубировали 14 суток в стандартных условиях.

Через 14 суток для получения гистологических срезов, микросферы фиксировали в 4% параформальдегиде в течение 4 ч., обезвоживали в этаноле с восходящими концентрациями и заливали в парафин. Парафиновые блоки нарезали толщиной 4-5 мкм, депарафинизировали ксилолом и регидратировали дистиллированной водой. Полученные срезы окрашивали гематоксилином и эозином (Sigma, США) для оценки клеточной морфологии, трихромом по Массону для визуализации коллагенового матрикса и альциановым синим (Sigma, США) на наличие в микросферах сульфатированных гликозаминогликанов (ГАГ).

Для исследования миогенной дифференцировки, клетки, прошедшие 2 пассажа высевали в культуральные флаконы (Corning-Costar, США) с концентрацией 1000 кл/см² и культивировали в ПРС в течение 3-5 суток. Для индукции миогенной дифференцировки ПРС в культуре заменяли миогенной средой следующего состава: ПРС, 5% лошадиной сыворотки (Микроген, Россия), 0,1 мкМ дексаметазона, 50 мкМ гидрокортизона (Sigma, США). Время культивирования в миогенной среде составило 6 недель.

Миогенную дифференцировку подтверждали, используя метод иммуноцитологической оценки через 2, 3, 5 и 6 недель инкубации в миогенной среде. Для обнаружения внутриклеточных белков MyoD1, Myogenin и Smooth Muscle Myosin Heavy Chain, клетки перед окрашиванием были пермеабелизованы раствором BD Cytotfix/cytoperm fixation/permeabilization solution kit (Pharmlngen, США).

Результаты и обсуждение. В предыдущей работе было показано [6], что МСК из жировой ткани человека имеют фибробластоподобную морфологию, обладают способностью к колониеобразованию и следующим иммунофенотипом: CD10⁺, CD13⁺, CD29⁺, CD34⁻, CD44⁺, CD45⁻, CD59⁺, CD71⁻, CD73⁺, CD90⁺, CD105⁺, CD133⁻, HLA-ABC⁺ и сохраняют его в течение как минимум 5 пассажей.

После индукции адипогенной дифференцировки через 3 суток появились первые жировые включения. При дальнейшем культивировании в адипогенной среде количество таких клеток нарастало, и к 14-м суткам культивирования почти все клетки содержали жировые капли, становились крупными, распластанными (рис. 1).

На 2-й – 3-й день после индукции хондрогенной дифференцировки МСК из жировой ткани человека образовывали трехмерную структуру в виде непрозрачных микросфер диаметром ~ 1 мм. Периферия каждой микросферы состоит из 1-2 слоев хондробластов, имеющих вытянутую форму (рис. 2а). Под слоем хондробластов в гистологических препаратах микросфер присутствуют молодые и зрелые хондроциты. В препаратах также отсутствуют признаки трансформации хондроцитов в фибробласты. Полученная картина является типичной для нормальной гиалиновой хрящевой ткани.

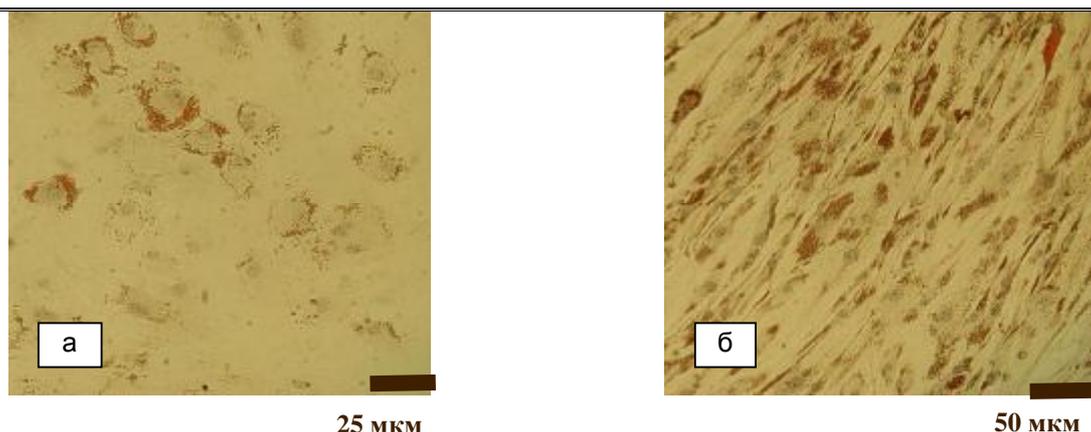


Рис. 1. Адипогенная дифференцировка МСК из жировой ткани человека: а – культура клеток на 3 сутки после индукции адипогенной дифференцировки; б – культура клеток к 14 суткам адипогенной дифференцировки. Окраска масляным красным, гематоксилином

На рис. 2б представлена микрофотография окраски гистологических срезов микросфер по Массону. Матрикс в поверхностной зоне представлен пучками коллагеновых волокон, расположенных параллельно поверхности микросферы, что характерно для нормальной хрящевой ткани. Культура МСК на 14 сутки хондрогенной дифференцировки давала окрашивание альциановым синим на ГАГ, которые являются одним из основных компонентов внеклеточного матрикса хрящевой ткани (рис. 2в). Полученные нами результаты согласуются с данными литературы [4, 7].

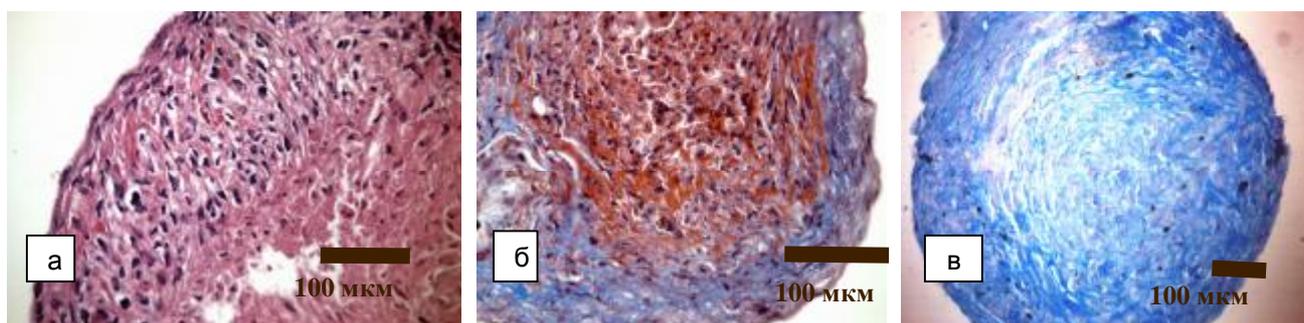


Рис. 2. Гистологический срез микросферы на 14-е сутки хондрогенной дифференцировки: а – окраска гематоксилин и эозин; б – окраска по Массону; в – окраска альциановым синим

В таблице представлен процент клеток, экспрессирующих внутриклеточные белки MyoD1, Myogenin и Myosin Heavy Chain. Известно, что MyoD1 и Myogenin являются ранними маркерами миогенной дифференцировки [4, 8]. В экспериментах мы обнаружили пик экспрессии MyoD1 и Myogenin на второй неделе после индукции дифференцировки. Smooth Muscle Myosin Heavy Chain является основным белком двигательного аппарата гладких мышечных клеток. Он экспрессируется на поздних этапах миогенной дифференцировки [4, 8], что подтверждают наши данные.

Экспрессия внутриклеточных антигенов в культуре МСК из жировой ткани человека

Время, недели	2	3	5	6
Негативный контроль IgG1, %	0,22	0,19	1,06	1,53
MyoD1, %	16,57	5,03	10,11	7,38
Myogenin, %	7,5	1,34	0,53	0,33
Smooth Muscle Myosin Heavy Chain, %	0,96	5,5	8,26	9,29

Заключение. Полученные результаты свидетельствуют в пользу выбранного протокола дифференцировки популяции МСК, выделенной из жировой ткани человека, в адипогенном, миогенном и хондрогенном направлениях. Следующим этапом работы будет изучение возможности создания тканеинженерной конструкции хрящевой ткани на основе 3D-биополимерного матрикса и преддифференцированных в хондрогенном направлении МСК из жировой ткани человека.

ЛИТЕРАТУРА

1. Atala A. Principles of regenerative medicine / A. Atala, R. Lanza, J.A. Thomson, R.M. Nerem // Elsevier, Burlington, 2008. 1148 p.
2. Зорин В.Л. Анализ зарубежного рынка регенеративной медицины / В.Л. Зорин, А.И. Зорина, В.Р. Черкасов // Клеточная трансплантология и тканевая инженерия. 2009. Т. IV, №3. С.68-78.
3. Concise review: Mesenchymal stem cells: their phenotype, differentiation capacity, immunological features, and potential for homing / Chamberlain G., Fox J., Aston B., Middleton J. // Stem cells. 2007. 25(11). Pp. 2739-2749.
4. Human adipose tissue is a source of multipotent stem cells / Zuk P.A., Zhu M., Ashjian P., De Ugarte D.A., Huang J.I., Mizuno H., Alfonso Z. C., Fraser J.K., Benhaim P., Hedrick M.H. // Molecular Biology of the Cell. 2002. Vol. 13. Pp. 4279-4295.
5. Культивирование и характеристика негемопозитических постнатальных стволовых клеток из жировой ткани человека / Сергеева Н.С., Свиридова И.К., Кирсанова В.А., Маршуткина Н.В., Ахмедова С.А., Махмурова Н.Т., Титова Н.С. // Молекулярная медицина. 2006. № 2. С. 23-29.
- 6., Характеристика фенотипа МСК из жировой ткани человека методом проточной цитометрии / Егорова В.А., Пономарева А.С., Богданова Н.Б., Абрамов В.Ю., Севастьянов В.И. // Технологии живых систем. 2009. Т.6. №5. С. 40-46.
- 7., Chondrogenic differentiation of human bone marrow and adipose tissue-derived mesenchymal stem cells / Danišovič L., Lesný P., Havlas V., Teyssler P., Syrová Z., Kopáni M., Fújeriková G., Trč T., Syková E., Jendelová P. // J. Appl. Biomed. 2007. 5(3). Pp.139-150.
- 8., Myogenic Differentiation by Human Processed Lipoaspirate Cells / Mizuno H., Zuk P.A., Zhu M., Lorenz H.P., Benhaim P., Hedrick M.H. // Plast. Reconstr. Surg. 2002. 109. Pp. 199-208.

Пономарева Анна Сергеевна – аспирант Московского физико-технического института

Ponomareva Anna Sergeevna – post-graduate student Moscow Institute of Physics and Technology (State University)

Сургученко Валентина Александровна – к.ф.-м.н., старший научный сотрудник лаборатории биоматериалов и систем доставки ФГУ «Федеральный научный центр трансплантологии и искусственных органов им. акад. В.И. Шумакова» Минздравсоцразвития Российской Федерации

Surguchenko Valentina Aleksandrovna – Ph.D., senior research assistant, Laboratory for biomaterials and delivery systems, Shumakov National Scientific Center of Transplantology and Artificial Organs

Богданова Наталья Борисовна – научный сотрудник лаборатории трансплантационной иммунологии, ФГУ «Федеральный научный центр трансплантологии и искусственных органов им. акад. В.И. Шумакова» Минздравсоцразвития Российской Федерации

Bogdanova Natalia Borisovna – research assistant, Laboratory of transplantation immunology, Shumakov National Scientific Center of Transplantology and Artificial Organs

Можейко Наталья Павловна –
кандидат медицинских наук, врач-патолог
отделения клинической патологии ФГУ
«Федеральный научный центр
трансплантологии и искусственных органов
им. акад. В.И. Шумакова»
Минздравсоцразвития Российской Федерации

Mozheiko Natalia Pavlovna –
Ph.D., pathologist, Department of clinical
pathology, Shumakov National Scientific Center
of Transplantology and Artificial Organs

Севастьянов Виктор Иванович –
доктор биологических наук, профессор,
заведующий отделом по исследованию
биоматериалов ФГУ «Федеральный научный
центр трансплантологии и искусственных
органов им. акад. В.И. Шумакова»
Минздравсоцразвития Российской Федерации

Sevastianov Viktor Ivanovich –
Doctor of Biological Science, Professor,
chief of Department for biomaterials research,
Shumakov National Scientific Center
of Transplantology and Artificial Organs

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК: 615.47:616-072.7

Л.Д. Усанова, А.Д.Усанова

АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ РИТМИЧЕСКОГО ВИЗУАЛЬНО-ЗВУКОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ПАРАМЕТРЫ ЭЛЕКТРОЭНЦЕФАЛОГРАММЫ ЧЕЛОВЕКА

Описан инновационный способ визуальной реализации музыкального произведения. Разработка позволяет получать однозначную идентификацию звукового ряда по визуальному сопровождению в реальном времени. Приведены результаты апробации разработанного способа, подтверждающие возможность более качественного восприятия музыки посредством визуального сопровождения звукового ряда.

Визуализация звукового ряда, электроэнцефалограмма

L.D. Usanova, A.D. Usanova

THE ANALYSIS OF RHYTHMIC VISUAL-AURAL INFLUENCE ON PARAMETERS OF PERSON'S ELECTROENCEPHALOGRAM

The innovative way of visual realization of a piece of music is described. The development allows to receive unequivocal identification of sound lines by visual support in real time. Results of approbation of the developed way confirming an opportunity of better perception of music by means of visual support of sound lines are resulted.

The visualization of the sound lines, electroencephalogram

В то время как слабослышащие люди могут воспринимать музыку в определенной степени, глухие люди воспринимают музыку только через вибрации стен, пола, воздуха. Однако всего этого не достаточно, чтобы четко уловить ритм, почувствовать характер мелодии. Именно для решения данной проблемы впервые реализован инновационный способ визуальной реализации музыкального произведения [1, 2]. Разработка позволяет получать однозначную идентификацию звукового ряда по визуальному сопровождению в реальном времени, реализуя возможность более качественного восприятия музыки. Способ основан на системе соответствия нот цветам, удовлетворяющей принципу индивидуальности каждого музыкального произведения. На данный момент разработаны несколько версий программного обеспечения.

Целью настоящего исследования является системный анализ влияния ритмического цветового, звукового и визуально-звукового воздействия на параметры электроэнцефалограммы (ЭЭГ). Ритмическое визуально-звуковое воздействие осуществляли с помощью специально разработанного программного обеспечения. При этом анализ влияния визуального воздействия осуществляли с помощью того же программного обеспечения в отсутствие звукового стимула, анализ звукового воздействия – в отсутствие цветового стимула. В настоящем исследовании цветовая стимуляция изображением периодически колеблющихся чередующихся по цвету полос осуществлялась с частотой от 2 до 20 Гц с шагом в 2 Гц. Изображение включало два цвета: белый цвет и цвет, соответствующий анализируемой ноте. Продолжительность сеанса воздействия – 5 мин. Для оценки влияния воздействия ритмического цветового, звукового и визуально-звукового воздействий анализировали изменение спектральных характеристик электрической активности коры головного мозга до и после воздействия. В исследованиях принимали участие 30 испытуемых обоих полов в возрасте 18-26 лет. Предварительно испытуемые находились с закрытыми глазами в течение 20 мин. Результаты последующего обследования без стимуляции использовали как контрольные. Затем испытуемые подвергались цветовому и визуально-звуковому воздействиям. Последовательность воздействий цветом и соответствующей данному цвету ноты [1, 2] для всех испытуемых была одной и той же (от ноты «до» до ноты «си»). Таким образом, исследования проводились для семи нот и семи цветов. Все этапы проводились с временным интервалом в 20 минут. Эффект стимуляции оценивали по направленности и выраженности изменений показателей, зарегистрированных до и через 1-2 минуты после воздействия. ЭЭГ регистрировали на 19-канальном электроэнцефалографе, записывая монополярно с электродов, располагавшихся на одинаковом расстоянии друг от друга над всеми основными отделами конвексимальной поверхности мозга: лобными, центральными, теменными, затылочными, височными согласно международной системе расположения электродов 10-20 % с индифферентными ушными электродами. С помощью пакета автоматизированной обработки ЭЭГ «СПЭГ-НСФТ» рассчитывали средние значения мощности, частоты и амплитуды бета-1, бета-2, альфа-, тета- и дельта-диапазонов (мкВ^2). Проводили спектральный анализ мощности альфа-ритма. Для каждого испытуемого и для всей группы в целом проводили статистический анализ значимости увеличения или уменьшения спектральной мощности альфа-ритма по каждому из отведений в последствии цветовой, звуковой и визуально-звуковой стимуляции по сравнению с фоном. Достоверность изменения показателей после каждого вида воздействия по сравнению с фоном оценивали с использованием критерия знаков, применяемого для сравнения совокупностей с попарно сопряженными вариантами.

Анализ ЭЭГ после цветового воздействия ритмически колеблющимся изображением чередующихся по цвету полос и визуально-звукового воздействия (на изображение периодически колеблющихся с заданной частотой чередующихся по цвету полос накладывалось звучание соответствующей анализируемому цвету ноты) показал, что независимо от цветовой окраски стимула ЭЭГ характеризовалась доминированием альфа-ритма с фокусом в затылочных областях, но мощность альфа-ритма оказалась сниженной.

Снижение мощности альфа-ритма происходило за счет снижения амплитуды, т.к. параметры амплитуды уменьшались, а показатели частоты нет. Было установлено, что максимальная амплитуда альфа-ритма в левом полушарии в отсутствие воздействий в среднем составила: 98 мкВ, в правом: 83 мкВ, при стимуляции цветом слева в среднем: 91 мкВ, справа: 67 мкВ, при стимуляции звуком слева в среднем: 85 мкВ, справа: 60 мкВ, при стимуляции цветом и звуком одновременно слева в среднем: 68 мкВ, справа: 41 мкВ.

Перестройка альфа-ритма под влиянием цветового, звукового и визуально-звукового воздействия аналогична реакции десинхронизации. Мощность тета-ритма также уменьшалась в затылочных (в левой и правой гемисферах) и в теменных областях. В остальных областях изменения были незначительными. Индекс дельта-ритма менялся под влиянием воздействий диффузно и в меньшем диапазоне, чем остальные ритмы. Анализ всей совокупности ЭЭГ (в целом по всей группе до и после воздействий) с вычислением среднестатистических значений показал, что использование стимула определяет вектор изменений структурной организации ЭЭГ под влиянием воздействия, несмотря на индивидуальную нестабильность картины фоновой активности. Выявленные изменения касаются всех частотных диапазонов, но наиболее значимые изменения связаны с динамикой альфа-активности, в частности с изменением параметра мощности в задних структурах мозга. Таким образом, во всех отведениях, кроме теменных, после воздействия цветом, звуком и визуально-звукового воздействия наблюдалось уменьшение спектральной мощности альфа-ритма, за исключением воздействия зеленым и синим цветовыми стимулами, когда, наоборот, было зарегистрировано незначительное увеличение. Учитывая, что хорошо выраженный альфа-ритм традиционно рассматривается как показатель покоя, релаксации, а наличие его в передних областях коры свидетельствует о низком общем активационном уровне мозга, уменьшение спектральной мощности альфа-ритма ЭЭГ лобных, центральных и затылочных отведений может рассматриваться как свидетельство ободряющего эффекта после стимуляции. Таким образом, в результате проведенного анализа параметров ЭЭГ реакции можно считать установленным, что эффект от визуально-звукового воздействия превышал суммарный эффект от воздействия звуком и цветом в отдельности, что свидетельствует о повышении качества восприятия звука в присутствии цветового стимула. Неоднородная картина может быть объяснена исходя из следующих соображений: стимуляция цветом и звуком оказывает влияние на временные параметры деятельности человека, изменяя его исходное состояние и уровень активации мозговых структур. Естественно, что визуальное воздействие, включающее релаксирующее (связанное со спецификой воздействия зеленого цвета) или активирующее (свойственное красному цвету) действие будет оказывать разнонаправленное влияние на испытуемых с разными исходными состояниями. Однако, несмотря на это, визуальное воздействие на всю группу в целом оказывало наименьшее влияние на параметры ЭЭГ испытуемых по сравнению с воздействием звука и визуально-звуковым воздействием.

Цель второго этапа анализа ЭЭГ – определить частоту, при которой наблюдается наибольшая степень выявленных отклонений от «фоновой» ЭЭГ. Для этого высчитывали разность спектральной мощности наиболее динамичного альфа-ритма ЭЭГ и ее фоновой величины после цветового, звукового и визуально-звукового воздействия. Отрицательные значения полученного показателя свидетельствовали о снижении, а положительные – о возрастании мощности альфа-ритма после стимуляции. Было установлено, что уменьшение спектральной мощности альфа-ритма для обоих видов воздействий наблюдалось вплоть до 6-8 Гц, после чего величина спектральной мощности альфа-ритма оставалась в среднем на одном и том же значении, что свидетельствует о присутствии некоего эффекта «насыщения» при ритмическом визуальном воздействии на частотах 10-12 Гц. Таким образом, воздействие в данном интервале частот можно расценивать как вызывающее максимальный отклик на стимуляцию звуком и цветом.

В результате проведенных исследований по параметрам ЭЭГ реакции было установлено, что цветовое воздействие оказывало наименьшее влияние на параметры ЭЭГ испытуемых по сравнению с воздействием звука и визуально-звуковым воздействием, при этом эффект от воздействия звуком и цветом одновременно превышал эффект от воздействия

данных стимулов в отдельности, что позволяет сделать вывод о возможности применения визуального сопровождения звукового ряда с целью повышения качества восприятия звука. Также в ходе проведенного анализа была выявлена частота максимального отклика на ритмическое цветовое и визуально-звуковое воздействия. Таким образом, можно считать, что данный интервал частот (10-12 Гц) обеспечивает максимальный уровень качества восприятия музыки с помощью визуального сопровождения звукового ряда.

ЛИТЕРАТУРА

1. Пат. на изобретение РФ № 2295376. Способ воспроизведения музыкального произведения в цвете / Усанова Л.Д., Усанова А.Д., Борисов А.И., Скрипаль А.В. Опубл. 20.03.2007. Бюл. №8.

2. Свидетельство об официальной регистрации программы РФ А.с. №2007610999 Цветомузыкальный центр (цветомузыка) / Усанова Л.Д., Усанова А.Д., Борисов А.И. Заявл. 06.03.07.

Усанова Лидия Дмитриевна – аспирант кафедры «Медицинская физика» ФНБМТ, младший научный сотрудник отделения механики и физики НИИ ЕН СГУ

Usanova Lidia Dmitrievna – the post-graduate student at sub-faculty «Medical physics», Faculty of nano- and biomedical technologies (FNBMT), the scientific employee of mechanics and physics department of scientific research institute of natural sciences at Saratov State University named after N.G.Chernyshevsky

Усанова Анастасия Дмитриевна – аспирант кафедры «Медицинская физика» ФНБМТ, младший научный сотрудник отделения механики и физики НИИ ЕН СГУ

Usanova Anastasia Dmitrievna – the post-graduate student at sub-faculty «Medical physics», Faculty of nano- and biomedical technologies (FNBMT), the scientific employee of mechanics and physics department of scientific research institute of natural sciences at Saratov State University named after N.G.Chernyshevsky

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

УДК: 681.51:621.391

Л.Д. Усанова, А.Д.Усанова

ЗАЩИТНЫЕ ПОКРЫТИЯ ОТ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ Сотовых ТЕЛЕФОНОВ

Описан инновационный способ защиты от электромагнитного излучения (ЭМИ) сотовых телефонов. Разработанные устройства на основе многослойных покрытий предназначены для уменьшения электромагнитных полей (ЭМП), излучаемых сотовыми телефонами, в результате гашения ближнего поля, возникающего вблизи антенны во время эксплуатации пользователем, тем самым, обеспечивая возможность безопасного использования телефонов, не ухудшая при этом качество звукового сигнала. Приведены результаты апробации разработанных

устройств, подтверждающие высокий уровень эффективности их применения целях защиты от ЭМИ сотовых телефонов.

Ближнее поле, электромагнитное излучение, электромагнитные поля

L.D. Usanova, A.D. Usanova

THE PROTECTION COVERINGS FROM ELECTROMAGNETIC RADIATION OF CELLULAR TELEPHONES

The essentially new way of protection from the electromagnetic fields radiated by mobile phones is described. The developed coverings are intended for absorption of the electromagnetic radiation from mobile phones, extinguish the near field arising around the aerial during operation and provide an opportunity of safe using of phones without worsening of quality of a sound signal. The results of approbation of protection devices showing that the developed devices provide a high level of protection from the electromagnetic radiation of mobile phones are described.

Near field, electromagnetic radiation, electromagnetic fields

На данный момент уже обнародована масса исследований вредного влияния полей от телефонов на здоровье человека. Так, например, было установлено, что уже в первые 20 секунд разговора по сотовому в электроэнцефалограмме человека происходят изменения, схожие с изменениями в ЭЭГ у больных эпилепсией. Кроме того, согласно результатам исследований американских ученых у людей, пользующихся сотовыми телефонами свыше пяти лет, существенно возрастает вероятность раковых заболеваний. Мы предлагаем решение данной проблемы «Защитные чехлы от электромагнитного излучения (ЭМИ) сотовых телефонов» [1]. Разработанные нами устройства предназначены для поглощения электромагнитных полей (ЭМП), излучаемых сотовыми телефонами, гасят ближнее поле, возникающее вблизи антенны во время эксплуатации, обеспечивают возможность безопасного использования телефонов, не ухудшая при этом качество звукового сигнала. На габаритные характеристики внутреннего проводящего слоя разработанных нами многослойных поглощающих покрытий наложены определенные условия, отвечающие принципам физического эффекта «Клетки Фарадея». Данные покрытия позволяют пользоваться сотовыми телефонами неограниченное количество времени, не опасаясь вредного влияния полей.

Основным назначением применения разработанных нами устройств является снижение плотности потока мощности (ППМ) к минимуму, без ухудшения качества связи и без искажения звукового сигнала. ППМ – это своего рода «вредность телефона», мера его биологического воздействия. Согласно принятым в России нормам уровень предельно допустимой ППМ или энергии установлен в 10 мкВт/см². При этом интересно отметить, что для Украины, например, значение допустимой ППМ составляет 2,5 мкВт/см². Однако в ходе измерений на датчиках плотности потока энергии ПЗ-18 и ПЗ-33 нами было установлено, что значение ППМ для всех исследуемых марок телефонов составила свыше 23 мкВт/см², что более чем в два раза превышает принятую в России норму. Таким образом, большинство телефонов рассчитаны на людей, пользующихся услугами связи редко и понемногу. После помещения телефона в защитные устройства величина ППМ была снижена до нормы и даже ниже и составила менее 1 мкВт/см², что свидетельствует о высокой эффективности применения данных устройств. Общий вид защитных устройств и установки в ходе эксперимента представлен на рис. 1.



Рис 1. Общий вид защитных устройств и установки измерителя плотности потока энергии ПЗ-33 в ходе эксперимента

В ходе апробации имеющихся на рынке устройств-аналогов, таких как устройства Wave Zorb в виде насадки из углеродистого материала на антенну, круглой пластины, прикрепляемая к трубке WaveShield американской компании и пластинки на основе молотого феррита Вега от производителя из Зеленограда было установлено, что лишь одно из них незначительно снижает ППМ, однако при этом существенно ухудшает качество связи (несколько раз телефон просто не мог подсоединиться к подстанции), остальные же, напротив, лишь увеличивали значение ППМ.

Нами были разработана и успешно апробирована на 7-ми установках серия опытных образцов с габаритными характеристиками, адаптированными под разные модели телефонов. Идея разработки защищена патентом, а их эффективность доказана на ряде установок: измерителях плотности потока энергии ПЗ-18 и ПЗ-33; «СПЭГ-НСФТ»; тепловизионная система ThermaCAM SC3000; электрокардиограф «Полиспектр»; установка для регистрации дыхательных движений и сердечных сокращений; установка для мониторинга скорости распространения пульсовой волны и др.

В ходе исследований электроэнцефалограммы при помощи установки «СПЭГ-НСФТ» были зафиксированы достоверные изменения в биоэлектрической активности мозга человека при воздействии излучения от открытого телефона, при этом в спектрах электроэнцефалограммы усиливался альфа-диапазон биоэлектрической активности мозга, что не наблюдалось при воздействии телефона в защитном покрытии. Схема установки «СПЭГ-НСФТ» в ходе эксперимента представлен на рис. 2.



Рис 2. Схема установки «СПЭГ-НСФТ» в ходе эксперимента и общий вид выносного датчика автодина, снабженного рупорной антенной

При исследованиях теплового эффекта сотового телефона с помощью тепловизионной системы ThermaCAM SC3000 было установлено, что телефон в защитном покрытии вызывает меньший нагрев исследуемой жидкости, что также немаловажно, поскольку, как известно, при определенном нагревании клеток мозга они начинают дегенерировать, необратимо разрушаться. Кривые зависимости изменения температуры воды от времени представлены на рис. 3.

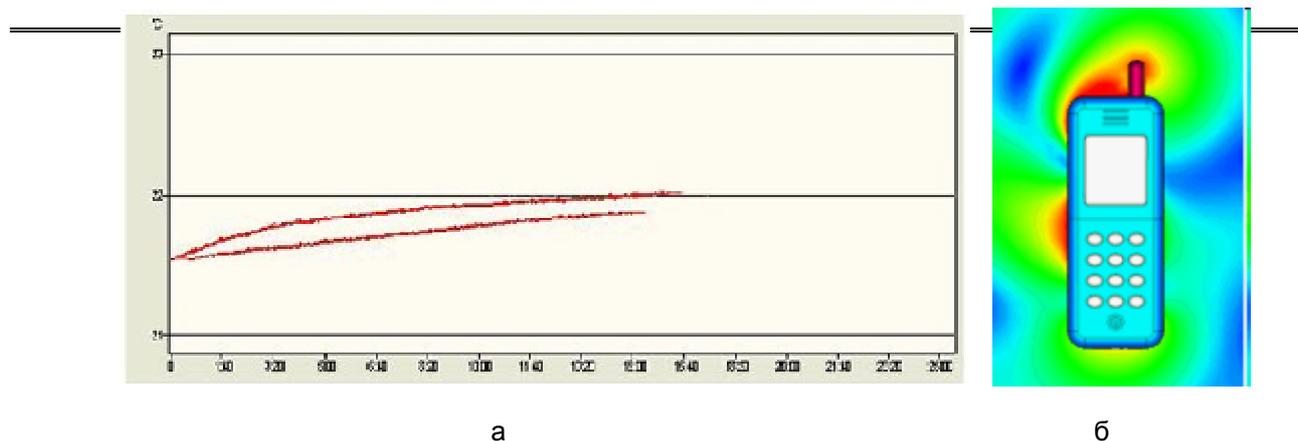


Рис. 3. Кривые зависимости температуры от времени $T(t)$: верхняя кривая - нагрев жидкости от открытого телефона; нижняя кривая - нагрев жидкости от телефона в защитном чехле

В ходе экспериментальных исследований влияния ЭМП сотовых телефонов на скорость распространения пульсовой волны (СРПВ) было зарегистрировано увеличение СРПВ в случае воздействия излучения от телефона без защитного покрытия, при этом было установлено отсутствие каких-либо изменений при воздействии ЭМП телефона в активном режиме, помещенного в защитное покрытие.

Тот же эффект был выявлен в ходе биометрического мониторинга физиологических параметров человека: периодических смещений грудной клетки, характеризующих дыхательные движения и сердечные сокращения, с использованием СВЧ-автодина на диоде Ганна при воздействии ЭМП телефонов в защитном покрытии и в его отсутствии, в ходе которого было установлено, что воздействие ЭМП от телефона в отсутствие защитного покрытия вызывает учащенное дыхание. Так, частота дыхательных движений при воздействии ЭМИ от сотового телефона в активном режиме в защитном чехле составила: 12,82 взд./мин и 3,28 мм, при воздействии ЭМИ от сотового телефона: 21,06 взд./мин., амплитуда дыхательных движений – 3 мм.

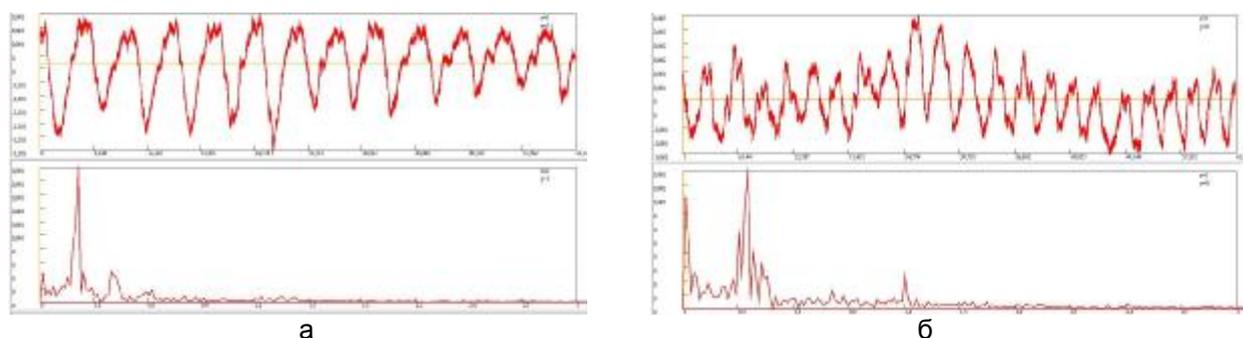


Рис. 4. Зависимость автодинного сигнала от времени при движении грудной клетки вследствие сердечных сокращений и его спектральное представление при воздействии ЭМП сотового телефона в активном режиме в (а) защитном покрытии и (б) при его отсутствии

Таким образом, результаты всех проведенных экспериментальных исследований свидетельствуют о высокой эффективности применения разработанных нами защитных устройств от ЭМИ сотовых телефонов.

В настоящее время проект находится на завершающей стадии НИОКР. Для реализации данного проекта создано малое предприятие ООО «Линкорп». Проект многократно отмечался медалями и премиями конкурсов, салонов и выставок инноваций и инвестиций международного и всероссийского уровня, а в 2009 г. был поддержан У.М.Н.И.К. Фонда содействия развитию МП НТС, (Госконтракт №6480р/8856), Грантом

субъектам малого предпринимательства на создание собственного бизнеса в рамках реализации областной целевой программы «Развитие малого и среднего предпринимательства в Саратовской области на 2008-2010 годы» от 15 мая 2009 года № 186-П.

Программа реализации продукции:

- получение патента за рубежом;
- выпуск малой серии для выхода на рынок;
- разработка и промо сайта;

Организация сбыта продукции:

- осуществление продаж через интернет;
- продажа неисключительной лицензии под процент от продаж;
- продвижение разработки на рынке: участие в выставках, ярмарках;
- проведение маркетинговой компании;
- размещение рекламы; изготовление рекламных буклетов, листовок, брошюр и каталогов, содержащих информацию о реализуемой продукции;

Наряду с новизной и качеством основным показателем конкурентоспособности продукции является ее цена. Особое значение цена на продукцию, планируемую к выпуску в рамках проекта, имеет в обеспечении конкурентоспособности с аналогами импортного производства. Стоимость обычного чехла-аксессуара в среднем: 300-500 руб. Стоимость импортных устройств-аналогов варьируется от 600 руб. до 1500 руб. Себестоимость защитного чехла: 150 руб. Рыночная стоимость защитного чехла: 350-500 руб. Предпосылками для достижения конкурентоспособных цен на нашу продукцию (при достаточно высоком показателе рентабельности) являются: современная и «дешевая» технология, положенная в основу производства защитных устройств; оптовая продажа продукции, что позволяет до минимума сократить издержки, связанные со сбытом; низкие (в сравнении с импортом) эксплуатационные затраты. Оптимизация процессов ценообразования в пользу конечного потребителя продукции достигается максимально возможным сокращением звеньев между производителем и конечным потребителем, а также установлением контроля над оптовыми компаниями и проведением единой ценовой политики. Отсутствие аналогов (либо наличие существенных преимуществ перед аналогами), а также высокое качество продукции, планируемой к выпуску, делают соответствующие сектора внутреннего рынка открытыми для продукции.

Оценены несистематические риски, связанные с реализацией предлагаемого проекта:

- риск несоблюдения расчетных сроков реализации проекта;
- риск, связанный со степенью доступности сырья;
- технологический риск;
- риск отсутствия или падения спроса при плохой осведомленности потенциальных заказчиков; пути минимизации – проведение широких рекламных акций и PR-компаний, профессионально разработанная и успешно реализуемая стратегия маркетинга, предполагающая:

- стратегию сбыта;
- оптимизацию ценообразования;
- широкое проведение мероприятий по рекламе и продвижению выпускаемой продукции.
- риск неплатежей;

Экономическая эффективность бизнес-проекта (рентабельность (доходность) бизнеса): свыше 30%; прибыль в первый год; рабочие места. Момент окупаемости достигается в течение 12 месяцев выполнения проекта. Финансовый анализ показывает, что вероятность получения отрицательного результата при внедрении разработки: Низкая (До 10%) Длительность получения дохода от разработки при реализации составляет свыше 5 лет. В перспективе, при расширении объемов производства продукции и рынков сбыта возможно

использование более эффективной системы реализации продукции через небольшое число крупных оптовых компаний. Основными критериями выбора оптовых компаний являются:

- широкая география охвата;
- уверенное положение на рынке;
- устойчивые темпы увеличения объемов продаж и числа клиентов;
- наличие собственных складов и отработанных транспортных схем.

ЛИТЕРАТУРА

1. Патент на полезную модель РФ №68186 от 10 ноября 2007. Устройство защиты биообъекта от электромагнитного излучения сотового телефона / Усанова Л.Д., Усанова А.Д.

Усанова Лидия Дмитриевна – аспирант кафедры «Медицинская физика» ФНБМТ, младший научный сотрудник отделения механики и физики НИИ ЕН СГУ

Usanova Lidia Dmitrievna – the post-graduate student at sub-faculty «Medical physics», Faculty of nano- and biomedical technologies (FNBMT), the scientific employee of mechanics and physics department of scientific research institute of natural sciences at Saratov State University named after N.G.Chernyshevsky

Усанова Анастасия Дмитриевна – аспирант кафедры «Медицинская физика» ФНБМТ, младший научный сотрудник отделения механики и физики НИИ ЕН СГУ

Usanova Anastasia Dmitrievna – the post-graduate student at sub-faculty «Medical physics», Faculty of nano- and biomedical technologies (FNBMT), the scientific employee of mechanics and physics department of scientific research institute of natural sciences at Saratov State University named after N.G.Chernyshevsky

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

СОЦИАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ СОВРЕМЕННОСТИ

УДК 331.5

Н.Д. Савченко

СОВРЕМЕННЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ДИСТАНЦИОННОЙ ЗАНЯТОСТИ

В статье речь идет о проблемах и современных методах исследования дистанционной занятости молодежи на рынке труда. Обсуждается и анализируется понятие дистанционной занятости молодежи с точки зрения классических социологических парадигм.

Интернет, дистанционная занятость, рынок, труд, парадигмы, анализ

N. D. Savchenko

THE MODERN DIRECTIONS AND METHODS OF RESEARCH OF THE DISTANCE WORK

In this article we talk about problems and the modern methods of research of distance work among young people on the market. This term is discussed from the point of view of classical social paradigms

Internet, the distance work, market, work, paradigm, analysis

В последние годы было сделано немало важных и даже сенсационных открытий в науке и технике, совершены огромные шаги в развитии экономики и занятости населения. Проведена огромная работа в области развития дистанционной занятости на современном рынке труда (занятость виртуально или через Интернет), что очень важно в наше время, ведь мы живем в мире высоких технологий и больших скоростей, а сеть Интернет помогает преодолеть расстояние за короткое время и в удобном месте пребывания.

Несомненно, во все времена существования человека занятость играла важную роль в развитии и становлении экономики, разделении и улучшении качества и критериев труда. Уже классические социологи, такие как Г. Зиммель, рассматривали концепцию сетевого анализа, в которой исследовали базовые модели социальных отношений. Теория сетевого анализа получила широкое распространение во всем мире. В докладе, подготовленном Европейской Комиссией, глобальная сетевая экономика определяется как «среда, в которой любая компания или индивид, находящиеся в любой точке экономической системы, могут контактировать легко и с минимальными затратами с любой другой компанией или индивидом по поводу совместной работы, для торговли, для обмена идеями и ноу-хау или просто для удовольствия». Р. Цвылев (см. [16]) связывает возникновение сетевой экономики с

развитием информационных технологий, что приводит к эволюции современных экономических систем, развитию нерыночных механизмов регулирования и сетевых организационных структур.

Рассмотрим дистанционную занятость молодежи на рынке труда с точки зрения классических социологических парадигм. Теория систем и системные идеи в социологии восходят к общей теории социальных систем Р. Берталанфи [15]. В соответствии с основными положениями теории систем дистанционная занятость представляет собой определенный набор абстракций из конкретных форм взаимосвязи и поведения. В данной теории принято различать проблемы, которые становятся объектом исследования различных наук, т.е. носят междисциплинарный характер, и проблемы, лежащие на «границах» социальной системы [17]. Примером нарушения адаптивного равновесия, приводящего к стрессам и создающего различные социально-психологические проблемы в дистанционной занятости, является не только изменение социального статуса, но и перестройка личностно-жизненного пространства, которые происходят, в частности, у молодежи после окончания вузов.

Дистанционная занятость является системой, которая действует внутри более широкого окружения, взаимодействуя с внешнеполитической, экономической, социальной и технической средой, в которой она постоянно вступает в сложные взаимодействия и испытывает на себе ее воздействие. Нарушение функционирования одной части системы вызывает трудности в других ее частях. Молодежь на данном предприятии является своего рода подсистемой, которая должна взаимодействовать бесконфликтно, чтобы процесс занятости через интернет, как целое, работал эффективно и надежно с повышением качества операции. Если что-то нарушается в этой цепи, то в итоге (если ее не сдерживать) это может повлиять на эффективность деятельности дистанционной занятости в целом.

Анализируя дистанционную занятость населения с точки зрения радикального структурализма, можем выявить проблему доступности для отдельных пользователей, соотносимую с проблемой неравенства трудоспособного населения. Рассматривая неравные возможности доступа к сети, интернет и возможности работать и участвовать в трудовой деятельности дистанционно (из удобного места пребывания), можно выделять ряд различных видов и форм неравенства, оно может быть связано с самыми различными ограничениями для человека, такими как: экономическое положение, технические возможности или другие причины. Существует ряд работ, направленных на исследование проблемы доступа людей с ограниченными возможностями в виртуальные сообщества. Например, исследования обеспечения социализации и коммуникаций через участие людей с ограниченными возможностями. Рассматривая различные виды неравенства в сфере дистанционной занятости, мы не можем не упомянуть об ограничении доступа на национальном уровне.

Помимо проблемы неравенства существует также проблема конфликта. Согласно концепции Л. Козера, обществу присущи фатально неизбежное социальное неравенство, вечная психологическая неудовлетворенность его членов и проистекающая отсюда напряженность между индивидами и группами, обусловленная их чувственно-эмоциональным, психическим расстройством, которая периодически находит выход в их взаимных коллизиях [1]. Поэтому социальный конфликт в системе дистанционной занятости сводится к напряженности между тем, что есть, и тем, что должно быть в соответствии с ожиданиями индивида. Под социальным конфликтом Л. Козер понимает борьбу за ценности и претензии на определенный статус, власть и ресурсы, борьбу, в которой целями противников являются нейтрализация, нанесение ущерба или уничтожение соперника.

Суть концепции Л. Козера состоит в следующем: любое общество постоянно подвержено изменению, социальные изменения вездесущи; в каждый момент общество переживает социальный конфликт, социальный конфликт вездесущ; каждый элемент общества способствует его изменению; любое общество опирается на принуждение одних его членов другими [5]. Поэтому для дистанционной занятости характерно неравенство

социальных позиций, занимаемых людьми по отношению к распределению обязанностей, а с этой точки зрения проистекают различия их интересов и устремлений, что вызывает взаимные трения, антагонизмы и, как результат, структурные изменения самого процесса работы. Подавленный конфликт можно сравнить «с опаснейшей злокачественной опухолью на теле общественного организма» [12]. Основываясь на идеях Г. Зиммеля, Л. Козер и Дж. Хаймс, полагают, что при некоторых обстоятельствах конфликт при дистанционной занятости может быть функциональным. Он способствует укреплению преданности и лояльности в работе, таким образом, выполняет интегрирующую роль. Конфликт способен также предотвратить застытие социальных систем, заставляя их изменяться и обновляться [12].

Если рассматривать дистанционную занятость сквозь призму ее функциональности, то становится очевидным, что она выполняет множество функций, таких как социализация, контроль, образование, коммуникация и другие. Основными функциями дистанционной занятости являются коммуникативная функция по средствам интернет технологии и структурно – профессиональная функция которая позволяет работать дистанционно, выполняя свои трудовые обязанности.

С точки зрения понимающей социологии дистанционную занятость можно рассматривать как систему, обеспечивающую социальные действия. При определении социального действия (общностно-ориентированного действия) М. Вебер пишет: «Об «общностно-ориентированных действиях» мы будем говорить в тех случаях, когда действия индивида субъективно осмысленно соотносятся с поведением других людей... Важный, хотя и не необходимый компонент общностно-ориентированных действий, составляет его смысловая ориентация на ожидание определенного поведения других, и в соответствии с этим (субъективная) оценка шанса на успех собственных действий» [4]. То есть все, что происходит дистанционно у работников, является социальным по определению. Эти действия осмысленны пользователем и сопоставляются с поведением других людей, неважно какой вид деятельности выполняет отдельный индивид. С точки зрения понимающей социологии особенно интересны процессы и закономерности формирования групп или сообществ, основанных на субъективных параметрах. Это может быть принадлежность к субкультуре, отношение к известному исполнителю, принадлежность к группе фанатов спортивной команды, отношение к бренду и т.д. (в нашем случае это дистанционная организация).

Символический интеракционизм утверждает, что взаимоотношения людей с физической или объективной реальностью контролируются символической средой — сознанием, «я» и обществом, которые они интернализировали [2]. Иначе говоря, значения, которыми люди наделяют знаки и символы, определяют их и ощущаемую ими реальность. В процессе социализации общекультурные значения контролируют как индивиды взаимодействуют со средой.

Символический интеракционизм в дистанционной занятости дает более реалистическое представление о взаимодействии между людьми, чем теория обмена. Но он сосредоточен лишь на субъективных аспектах взаимодействия в процессе дистанционной занятости, уникальных для данных индивидов, вступающих в общение [7]. На его основе не сделаны обобщения, применимые ко многим различным ситуациям. Для обоснования этого подхода необходимы дальнейшие исследования типичных образцов поведения и значений, которые им придают.

До сих пор мы рассматривали взаимодействие между двумя людьми: работодатель и наемный рабочий - в процессе дистанционной занятости. Но сторонники символического интеракционизма также считают, что наше осознание себя как личности формируется на основе социального взаимодействия [8]. Предметы становятся значимыми для нас только тогда, когда мы придаем им значение. Индивид в процессе дистанционной занятости

оценивает свои действия и наружность в соответствии с представляемыми оценками его «обобщенного другого», как бы смотрит на себя со стороны.

Следуя традиции Дж. Мида, представители символического интеракционизма утверждают, что дистанционная занятость создается людьми, когда они действуют в этом мире и интерпретируют происходящие в нем события [15]. Как отмечает А. Шюц, таких вещей, как факты, строго говоря, просто нет. Мы выбираем факты из универсального контекста посредством деятельности своего мозга, и по этой причине все «факты» – суть творения человека. Соответственно, представители символического интеракционизма считают, что мы воспринимаем дистанционную занятость как сконструированную реальность.

Преимущество этого подхода в том, что он вводит «людей» в панораму социологического исследования, направляет внимание на деятельность индивидов, вовлеченных в процесс дистанционной занятости в их повседневной жизни, и видит людей, ведущих общественный образ жизни, наделенных способностью мыслить. Посредством взаимодействия при дистанционной занятости, индивид оперирует символами и значениями, которые позволяют ему интерпретировать ситуации, оценивать преимущества и недостатки определенных действий и затем выбирать одно из них [9]. Однако подход символического интеракционизма имеет свои слабые стороны. При дистанционной занятости люди не обладают полной свободой в формировании своих действий, хотя представители данного подхода признают, что во многих действиях человек руководствуется системами установившихся смысловых значений, включая культуру и нормы поведения [8]. Критики утверждают, что теория социального взаимодействия на основе символов делает чрезмерный акцент на сиюминутной ситуации и «преувеличивает внимание к преходящему, эпизодическому и мимолетному» [6]. В отличие от традиционных формул символического интеракционизма функционалисты напоминают, что обществу присущи упорядоченность и повторяемость, которые ограничивают диапазон возможностей человека в дистанционной занятости. В свою очередь, конфликтологи указывают, что социальные структуры не являются нейтральными, а распределяют обязанности и привилегии между группами неравным образом [14]. Для преодоления некоторых из этих трудностей, присущих дистанционной занятости, ряд представителей символического интеракционизма, например, Ш. Страйкер, предприняли попытку ввести в свою теорию структурные компоненты, где происходит «объединение» дистанционной работы с индивидуумом посредством таких понятий, как «позиция» и «роль» [15].

Таким образом, можно подвести итог: социализация российской молодежи на уровне дистанционной занятости в настоящее время является нелегким процессом и протекает под влиянием различных факторов: политических перемен в стране, изменений ценностно-нормативной системы, усиления дифференциации общества [3]. Переход к рыночным отношениям сильно отразился на молодежи. Была ликвидирована сложившаяся ранее система социализации молодого поколения, что привело к необходимости самостоятельно приспособливаться к новым условиям вхождения в общество. Молодежь является особой группой, воспроизводящей в своих функциях и социальной роли единство позитивного опыта и негативных тенденций в общественном развитии. С одной стороны, она в большей мере ориентирована на социальный прогресс, с другой, адаптируясь к условиям рынка, жесткого социального, профессионального и интеллектуального отбора, наиболее остро чувствует все издержки трансформации общественных отношений. Функциональный подход является полезным инструментом для описания дистанционной занятости и определения его структурных элементов и их функций, давая развернутую картину процесса дистанционной занятости в целом, которая находит свое выражение в упорядоченном и повторяющемся поведении и устойчивых моделях институтов.

Несомненно, дистанционный режим работы – определённая тенденция, присущая современному деловому миру. Тот уровень, которого достигли электронные средства

коммуникации, позволил существенно повысить эффективность данного инструмента управления. Однако для того, чтобы работающие в таком режиме сотрудники (молодежь) были для работодателя действительно эффективны, необходима серьезная подготовка к этому шагу.

ЛИТЕРАТУРА

1. Агабекян Р.Л. Современные теории занятости: учеб. пособие / Р.Л.Агабекян, Г.Л.Авагян. М., 2001. С. 76-79.
2. Апокин А. Анализ студенческой занятости в контексте российского рынка труда / А.Апокин, М.Юджевич // Вопр. экономики. 2008. № 6. С.109-112.
3. Беляева М. Особенности трудовых отношений в условиях дистанционной занятости / М. Беляева <http://www.top-personal.ru/issue.html?1580> Обращение к ресурсу 30.11.2010.
4. Вебер М. О некоторых категориях понимающей социологии // Избранные произведения / М. Вебер. М.: Прогресс, 1990. С. 495-547.
5. Вишневская Н. Рынок рабочей силы - новые тенденции / Н. Вишневская // Мировая экономика и междунар. отношения. 1999. № 8. С. 20-25.
6. Дунаева Н. Молодежь на рынке труда / Н. Дунаева // Вопр. экономики. 1998. № 1. С. 81-91.
7. Дюркгейм Э. Метод социологии / Э. Дюркгейм // Социология. Хрестоматия / под ред. А.И. Кравченко. М., 2002. С. 11-19.
8. Дурнов В.В. Есть ли будущее у работы на расстоянии? / В.В. Дурнов // Трудовой Мир. 2001. №1(34). С.9-12.
9. Золкин Е.Ю. Социально-экономическое содержание и основные формы занятости населения / Е.Ю.Золкин. Ставрополь: СевКавГТУ, 2008. С. 143-146.
- 10.Ковалев В. Телеработа: ставим акценты / В. Ковалев <http://www.hardline.ru/4/86/2731/> Обращение к ресурсу 28.11.2010.
- 11.Кубишин Е.С. Неформальная занятость населения России / Е.С. Кубишин // ЭКО. 2003. № 2. С.176-178.
- 12.Лекторский В.А. О принципах исследования систем / В.А. Лекторский, В.Н Садовский. http://vphil.ru/index.php?option=com_content&task=view&id=37 Обращение к ресурсу 28.11.2010.
13. Маркс К. Экономическо-философские рукописи 1844 года / Маркс К., Энгельс Ф. Соч. Т. 42. С. 116-118.
- 14.Полянина А. Мотивация свободным временем / А. Полянина // Наука. 2008. № 1. С. 25-29.
- 15.Ритцер Дж. Современные социологические теории / Дж. Ритцер. 5-е изд., СПб.: Питер, 2002. С. 215-220.
- 16.Цвылев Р.И., Постиндустриальное развития. Уроки для России / Р.И. Цвылев. М.: Наука, 1996. 206 с.
- 17.Ядов В.А. Стратегия социологического исследования. Описание, объяснение, понимание социальной реальности / В.А. Ядов, В.В. Семёнова. М.: Добросвет, 2003. 596 с.

Савченко Николай Дмитриевич – аспирант кафедры социальная антропология и социальная работа Саратовского государственного технического университета

Savchenko Nicolai Dmitrievich – The graduate student of the social anthropology's and social works department, Saratov State Technical University

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11

ЭКОНОМИКА

УДК 331.5(075.8)

Н.В. Локтюхина

КОГНИТИВНАЯ КАРТА РЫНКА ТРУДА С УЧЕТОМ СОСТОЯНИЯ НАЦИОНАЛЬНОЙ ЭКОНОМИКИ

Обосновано применение когнитивных карт для построения сценариев развития рынка труда как слабоструктурированной системы. Исходя из современного состояния экономики России, обоснован перечень базисных факторов, положенный в основу построения когнитивной карты рынка труда, описаны причинно-следственные связи между факторами. Построена когнитивная карта национального рынка труда.

Рынок труда, когнитивная карта, знаковый граф, базисные факторы

N.V. Loktiukhina

THE COGNITIVE MAP OF THE LABOUR MARKET TAKING INTO ACCOUNT THE NATIONAL ECONOMY CONDITION

Cognitive cards application for market development scenarios construction of work as poorly structured system is proved. Proceeding from a Russia economy current state, the basic factors list taken as a principle the cognitive map construction of a labor market is proved. Causes and effect relationships between factors are described. The cognitive map of a national labor market is constructed.

Labor market, the cognitive map, the sign graph, basis factors

Рост риска безработицы, снижение уровня жизни населения, особенно в периоды экономических кризисов, может привести к возникновению чрезвычайных ситуаций в социально-экономической системе, что требует быстрой и адекватной реакции органов власти по коррекции регулирования рынка труда. Определить направления такой коррекции помогает технология когнитивного анализа [1].

Возможность применения когнитивного подхода для построения сценариев развития рынка труда определяется тем, что таковой является слабоструктурированной системой, т.е. характеризуется динамичным изменением ситуации, многоаспектностью происходящих процессов и их зависимостью от влияния внешней среды, отсутствием возможности полного количественного описания. Достаточно удачно проблемы исследования слабоструктурированной системы в текущей ситуации охарактеризовали специалисты Института проблем управления РАН: «Число факторов в ситуации может измеряться десятками. И все они вплетены в паутину меняющихся во времени причин и следствий. Увидеть и осознать логику развития событий на таком многофакторном поле крайне трудно. А ведь постоянно приходится отвечать (зачастую незамедлительно) на вопросы типа: «Что

нужно сделать (на какие факторы повлиять), чтобы улучшить состояние ситуации?», «Что будет с ситуацией через такое-то время, если ничего не предпринимать?», «Какие из предпринимаемых мероприятий будут эффективнее в плане достижения поставленной цели?» и пр.» [2]. Очевидно, что указанные проблемы характерны для анализа рынка труда, а отмеченные вопросы возникают относительно него у власти и широких слоев общества, особенно в периоды кризисных явлений в экономике.

Когнитивный подход, применяемый к изучению слабоструктурированных систем, позволяет проблемную область рынка труда представить в виде когнитивной карты, посредством которой можно выделить связи и факторы, определяющие структуру анализируемой ситуации на рынке труда, построить различные сценарии его развития [1].

Когнитивная карта представляется чаще всего в виде знакового или взвешенного графа $G(X, E)$. Данный граф является объектом, состоящим из двух множеств, находящихся между собой в некотором отношении [3]. Множество X состоит из вершин графа, которые отражают *базисные факторы*, определяющие и ограничивающие наблюдаемые явления и процессы в системе и окружающей среде. Эти факторы интерпретируются как существенные параметры, признаки системы. Множество E состоит из дуг (линий, ребер) между вершинами графа, которые отображают *связи* между факторами, определяемые как причинно-следственные.

При построении когнитивной карты национального рынка труда автором статьи учитывается ряд допущений относительно параметров (факторов) рассматриваемого рынка и связей, существующих как между ними, так и с внешней средой (экономикой России):

а) Российская экономика продолжает развиваться в русле экспортно-сырьевой модели, базирующейся на низкой стоимости производственных факторов – рабочей силы, топлива, электроэнергии. Как следствие, устойчивость социально-экономической системы зависит от конъюнктуры мирового рынка энергоносителей, от конкурентоспособности российских энергоресурсов.

б) Стратегической задачей государства является переориентация экономики на инновационный путь развития, что предусматривает реструктуризацию и диверсификацию отраслей экономики, а, следовательно, несет большие возможности и в то же время угрозы для рынка труда. Реализация этих возможностей – создание новых эффективных рабочих мест, а угрозы – высокие риски структурной безработицы, в частности, из-за отсутствия квалифицированной рабочей силы.

в) Ключевыми экономическими факторами, влияющими на состояние рынка труда, являются: динамика внутреннего валового продукта (ВВП) (или физического объема производства), вывоз капитала за границу, инвестиции, платежеспособный спрос, предложение товаров и услуг, структура рабочих мест и др.

г) Направление развития российской экономики в значительной мере определяется уровнем ее государственного регулирования. Предполагается всемерное укрепление государства, повышение его роли и ответственности в экономике и социальной сфере, жесткая бюджетная политика с учетом, что рост расходов на социальные программы уменьшает инвестиции в основной капитал.

д) Основной особенностью российского рынка труда является наличие специфических адаптационных механизмов, не позволяющих достигать значительного уровня безработицы даже в периоды экономических кризисов. Такими адаптационными механизмами являются: изменение режимов рабочего времени (введение неполного рабочего дня или рабочей недели, предоставление административных отпусков), задержки заработной платы, снижение уровня оплаты труда.

е) Значительные различия существуют в поведении общей и регистрируемой безработицы. На динамику последней существенное влияние оказывают пособия по безработице и активные программы содействия занятости, реализуемые государством.

Достаточно стабильным является контингент безработных – лица с пониженной конкурентоспособностью на рынке труда, низкоквалифицированная рабочая сила (РС).

ж) Демографический спад в России становится все более существенной угрозой для рынка труда, так как ежегодно сокращается численность населения трудоспособных возрастов. Трудовая миграция, с одной стороны, смягчает последствия демографического спада, а, с другой стороны, несет в себе негативные следствия для занятости россиян: занятые мигрантами рабочие места, а из-за наличия предложения дешевой рабочей силы мигрантов – снижение конкурентоспособности россиян на рынке труда, цены труда и др.

з) Важное место во всех звеньях социально-экономической системы России принадлежит коррупции, сущность которой заключается в злоупотреблении государственной властью для получения личной выгоды, существовании нелегальных финансовых потоков (скрываемого дохода).

Принятые выше допущения учтены при формировании набора базисных факторов (табл. 1), отражающих ситуацию на российском рынке труда, с выделением среди них целевых, управляющих, внутренних и внешних факторов [4]. К целевым относятся факторы, которые при достижении определенных значений отражают поставленную цель управления. Для рынка труда, например, одним из таких факторов является «Уровень безработицы», как наиболее важный результат оценки состояния рынка труда с точки зрения субъекта управления. Могут быть и иные целевые факторы, выбираемые исследователем в зависимости от конкретной задачи.

Факторы, изменение которых может непосредственно влиять для достижения цели управления, относятся к группе целевых, т.е. факторы данной группы рассматриваются в модели как потенциально возможные рычаги воздействия на ситуацию. Например, управляющим фактором являются «Инвестиции». Внутренние факторы отражают развитие внутренних процессов в рынке труда, влияющих на другие факторы, в том числе и на целевые. Внешние факторы показывают воздействия внешней среды на рынок.

Таблица 1

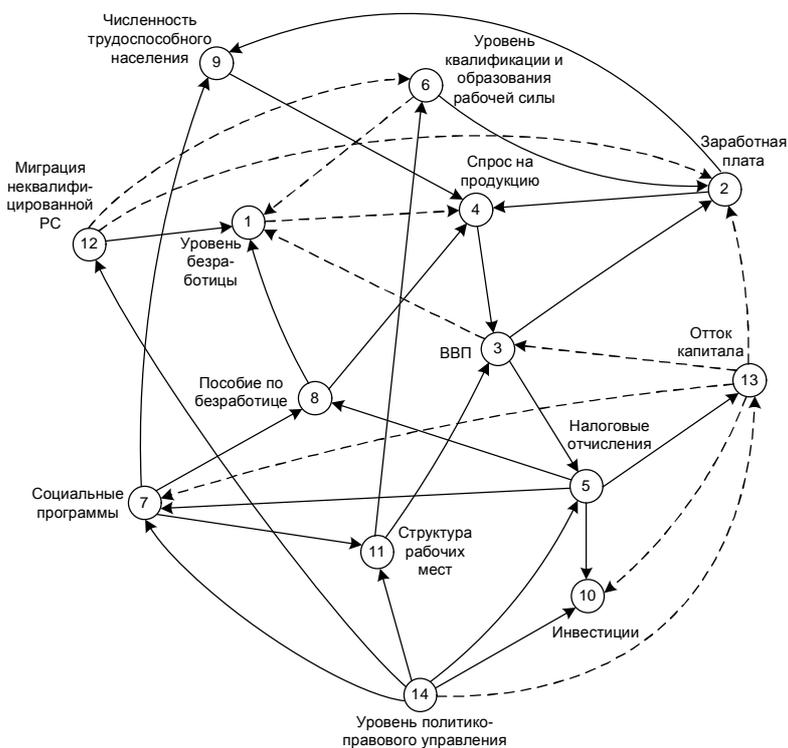
Базисные факторы когнитивной карты национального рынка труда

№ п/п	Базисные факторы	Тип фактора
1.	Уровень безработицы	Целевой
2.	Уровень заработной платы	Целевой
3.	Внутренний валовой продукт (ВВП)	Управляющий для рынка труда, целевой для экономики
4.	Спрос на продукцию	Внутренний
5.	Налоговые отчисления	Управляющий
6.	Уровень квалификации и образования работника	Внутренний
7.	Социальные программы	Управляющий
8.	Пособие по безработице	Внутренний
9.	Численность населения трудоспособного возраста	Внутренний
10.	Инвестиции	Управляющий
11.	Структура рабочих мест	Управляющий
12.	Миграция неквалифицированной РС	Внешний
13.	Отток капитала	Внешний
14.	Уровень политико-правового управления	Управляющий

Определение первоочередных факторов для приведенной на рис. 1 когнитивной карты национального рынка производится на основе анализа базисных процессов в исследуемом рынке как системы [5]. С этой целью выделяются наиболее значимые факторы, отражающие базисные процессы (отношения), характерные для рыночного механизма:

спроса и предложения рабочей силы при ее обмене на жизненные средства в ходе производства (факторы 1, 2, 3, 4), организуемого работодателем с учетом налоговых отчислений (фактор 5). Наряду с этим, также учитываются участие государства в регулировании рынка труда (факторы 6, 7, 10), в создании условий для повышения уровня образования и квалификации работников (фактор 8), состояние демографической ситуации и здоровья населения (фактор 9), формирование структуры рабочих мест (фактор 11).

Изменение значения одного фактора в какую-либо сторону (увеличение, уменьшение) вызывает изменение другого фактора в ту же сторону (увеличение, уменьшение): такой тип влияния является усиливающим (отмечен на карте дугой в виде сплошной линии). Увеличение (уменьшение) значение одного фактора может вызывать уменьшение (увеличение) другого фактора: этот тип влияния – тормозящий, его выделяют на знаковом графе дугой в виде пунктирной линии (см. рисунок). Изменение значения любого фактора ситуации приводит к возникновению «фронта» изменения других факторов когнитивной карты рынка труда, что позволяет получить на ее основе прогнозы развития ситуации.



Когнитивная карта рынка труда России с учетом состояния национальной экономики

Введение базисных факторов 12-14 обосновывается наличием ранее рассмотренных исходных предпосылок моделирования ситуации, соответствующих текущему состоянию экономики России. Учет в карте указанных вершин (факторов) и связей между ними позволяет формализовать знания исследователя при формировании сценариев развития российского рынка труда. Так, влияние трудовой миграции на условия найма на рынке труда приводит к необходимости учета в соответствующей когнитивной карте фактора «Миграция неквалифицированной рабочей силы». Включение в карту фактора «Отток капитала» обусловлено интенсивным выводом из России финансовых ресурсов (капитала).

Наличие указанных факторов отрицательно влияет на уровни заработной платы, безработицы (через снижение ВВП), инвестиций и социальных программ. Происходящее падение численности трудоспособного населения (фактор 9), уровня оплаты труда (фактор 2), рост безработицы (фактор 1) приводят к снижению объемов совокупного спроса (фактор 4), что влияет на замедление темпов роста физического объема производства и, соответственно, уровня ВВП (фактор 3) и т.д.

Значительный отток капитала отчасти обусловлен коррупционной составляющей, отраженной в факторе «Уровень политико-правового управления» (управляющий фактор 14). Только переход к правовому варианту управления позволяет усилить воздействие фактора 14 на изменение внутренних факторов когнитивной карты в интересах решения социальных проблем общества, отражаемых согласованными целевыми факторами.

Косвенно, в повышении позитивной роли фактора 14 отражается уровень политической воли руководства страны как важный управляющий элемент в государственном регулировании рынка труда. Так, в рамках правового варианта управления, улучшая финансовое обеспечение социальных программ (фактор 7), можно повысить уровень значений факторов 8, 9 и 11, а, проводя необходимую налоговую и таможенную политику, снизить отток капитала (фактор 13).

Более «тонкий» анализ сценария поведения рынка труда базируется на переходе к более точному описанию влияний между факторами в виде значений их весов, а также определению факторов в виде значений показателей, варьируемых от устанавливаемых влияний. Указанные аспекты реализуются на основе применения компьютерных средств моделирования когнитивных карт [6].

Таким образом, анализ когнитивной карты рынка труда, когда отсутствует детальное описание происходящих в нем процессов, на основе количественных характеристик позволяет выявить структуру проблемы (ситуации), найти наиболее значимые базисные факторы, влияющие на нее, оценить воздействие факторов друг на друга. Это позволяет субъекту управления определять стратегии предотвращения нежелательных последствий развития ситуации, в том числе путем введения в когнитивную модель (карту) необходимых управляющих факторов, а также задания направлений и силы их воздействий на другие факторы.

ЛИТЕРАТУРА

1. Авдеева З.К. Когнитивный подход в управлении / З.К. Авдеева, С.В. Коврига, Д.И. Макаренко // Проблемы управления. 2007. № 3. С. 2-8;
2. Максимов В.И. Когнитивные технологии для поддержки принятия управленческих решений / В.И. Максимов, Е.К. Корноушенко, С.В. Качаев // Технологии информационного общества 98 – Россия: распределенная конференция, 30 ноября-2 декабря 1998 г., Москва – Санкт-Петербург – Новгород – Ярославль. URL: <http://www.iis.ru/events/19981130/maximov.ru.html> (дата обращения: 03.10.2010).
3. Сценарный анализ динамики поведения социально-экономических систем / В.В. Кульба, Д.А. Кононов, С.С. Ковалевский и др. М.: ИПУ РАН, 2002. 122 с.
4. Кузнецов О.П. Интеллектуализация поддержки управляющих решений и создание интеллектуальных систем / О.П. Кузнецов // Проблемы управления. 2009. № 3.1. С. 64-72.
5. Локтюхина Н.В. Выявление базисных процессов в рынке труда на основе системного подхода. / Н.В. Локтюхина // Проблемы управления безопасностью сложных систем: тр. XVII Междунар. конф. М.: РГГУ, 2009. С. 124-128.
6. Кулинич А.А. Компьютерные системы моделирования когнитивных карт: подходы и методы / А.А. Кулинич // Проблемы управления. 2010, № 3. С. 2-16.

Локтюхина Наталья Викторовна – кандидат экономических наук, Департамент труда и занятости населения города Москвы, начальник отдела комплексного прогнозирования сферы труда

Loktiukhina Natalia Viktorovna – philosophy doctor, Work and employment department of the Moscow population, The work sphere complex forecasting department chief

Статья поступила в редакцию 25.12.10, принята к опубликованию 17.01.11