

ПОЛУЧЕНИЕ ПОРОШКОВ НИКЕЛЯ СОНОЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ДЛЯ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЕКАНИЯ

Мозжаров С.Е.¹, Кулак М.М.¹, Шут В.Н.²¹Институт технической акустики НАН Беларуси, г. Витебск, Беларусь,²Витебский государственный технологический университет, г. Витебск, Беларусь
lkm_ita@vitebsk.by

В настоящее время в связи с активным внедрением цифровых технологий в медицине бурно развивается направление по 3D-принтингу органов и тканей человеческого организма. Одним из разделов 3D-печати являются аддитивные технологии, основанные на методах прототипирования различных отделов человеческого скелета из нерезорбируемых материалов (пластик, металлы и др.). Как правило, эндопротезы (имплантаты), изготавливаемые методами аддитивных технологий имеют однородную поверхность. Производитель таких протезов редко проводит научные исследования по изучению ответных реакций организма на материалы и поверхность таких конструкций. Так как поверхность сложного имплантата контактирует с разными видами тканей (костная, хрящевая, соединительная, мышечная и т.д.), то и поверхность имплантата должна иметь морфологию, на которую тканевой ответ не будет принимать форму воспаления. На сегодняшний день экспериментально и клинически доказано, что для успешной остеоинтеграции необходимо чтобы поверхность имплантата отвечала определенным параметрам (например, средняя глубина шероховатости должна быть в пределах 1,2 - 1,8 мкм). Материал для самих имплантатов должен быть биологически инертным, не вызывать побочных эффектов, при этом материал должен быть химически стойким и обладать определенными прочностными характеристиками. Для изготовления имплантата зубного корня удовлетворяющего перечисленным требованиям и практически соответствующего корню естественного зуба по геометрическим, структурным и механическим характеристикам может использоваться подход, основанный на объединении селективного лазерного спекания и селективного лазерного плавления порошка [1], который позволяет получить изделие с анизотропной структурой – плотной сердцевиной и пористой оболочкой.

Инфекция на границе раздела кость-имплантат является наиболее вероятной причиной разрушения имплантата после вживления [2]. Следовательно, использование материалов с антибактериальными свойствами является преимуществом, поскольку антибактериальный агент может действовать локально и постоянно в месте инфекции. Как известно такие металлы, как серебро, цинк, никель и медь, обладают антибактериальными свойствами [3]. Для обеспечения однородности сплавов получаемых в процессе лазерной обработки желательны субмикронные частицы и ультратонкие порошки (~ 1 мкм). На сегодняшний день существует большое количество методов, позволяющих получать ультрадисперсные порошки металлов: химические, физические, механические [4]. Несмотря на многообразие этих методов поиск простых, экономичных и экологически безопасных способов синтеза ультрадисперсных материалов остается актуальным. Использование ультразвука при электрохимическом осаждении порошков металлов, может служить одним из возможных подходов к решению данной задачи [5]. В работе [6] описан процесс получения медных порошков соноэлектрохимическим методом для аддитивных технологий. Получение порошков никеля, обладающих антибактериальными свойствами, по аналогичной методике и изучение их свойств, для дальнейшего использования при селективном лазерном спекании является целью настоящей работы.

Для получения порошков использовали сульфатный электролит, на основе $NiSO_4 \times 7H_2O$ (в качестве буферной добавки использовали борную кислоту H_3BO_3 , для устранения пассивации анодов в электролит добавляли хлористый никель $NiCl_2 \times 6H_2O$). Длительность импульса тока при соноэлектрохимическом процессе, во всех

экспериментах составляла 400 мс. Полученные порошки осаждали и промывали на центрифуге с фактором разделения $F=350$.

Анализ размеров частиц полученных порошков, проводили на приборе ANALYSETTE 22 MicroTec plus фирмы "FRITSCH".

На рисунке 1 показано изменение размера частиц в зависимости от плотности катодного тока. Анализ данных гранулометрического анализа, (рисунок 1), показывает, что размеры частиц увеличиваются с ростом плотности катодного тока. Так при плотности катодного тока 0.8 A/cm^2 среднеарифметический размер частиц равен 8.94 мкм ., а при 0.6 A/cm^2 – 6.68 мкм .

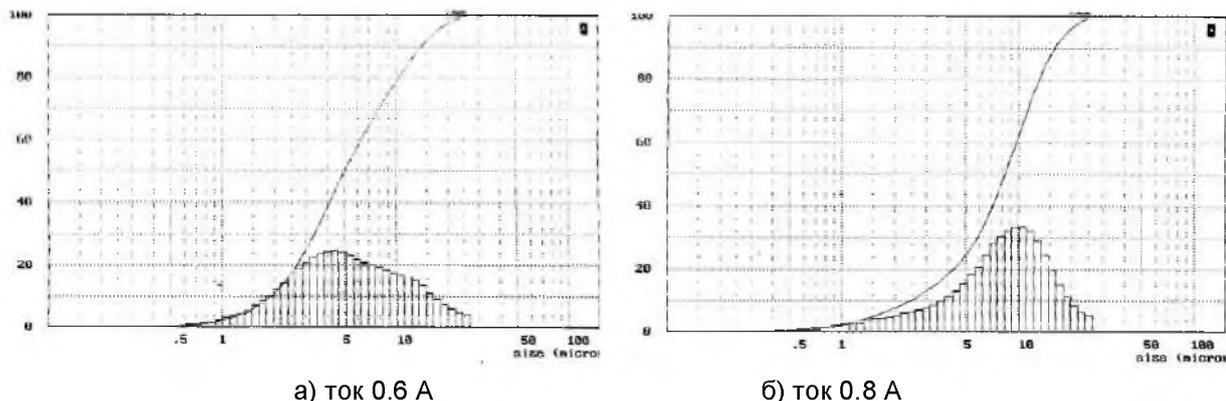


Рисунок 1 – График Fritsch-анализа порошка никеля

Fritsch-анализ не дает представления о морфологии частиц, поэтому образовавшиеся конгломераты считаются за частицу крупных размеров. На рисунке 2 приведена фотография порошка никеля (ток 0.8 A .) полученные на сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения "Mira" фирмы "Tescan" (Чехия).

Анализируя полученные фотографии, можно сделать вывод, что полученный порошок состоит из волокон диаметром $\sim 80 \text{ нм}$, агрегированных в трехмерных кластерах размерами $\sim 2 \text{ мкм}$, которые, в свою очередь, создают конгломераты с размерами, приближающимися к 10 мкм .

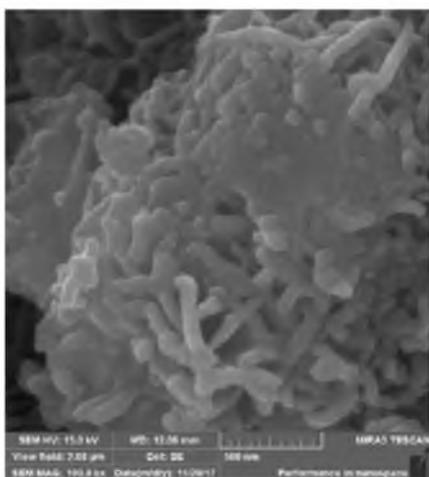


Рисунок 2 – Фотография порошка никеля (СЭМ)

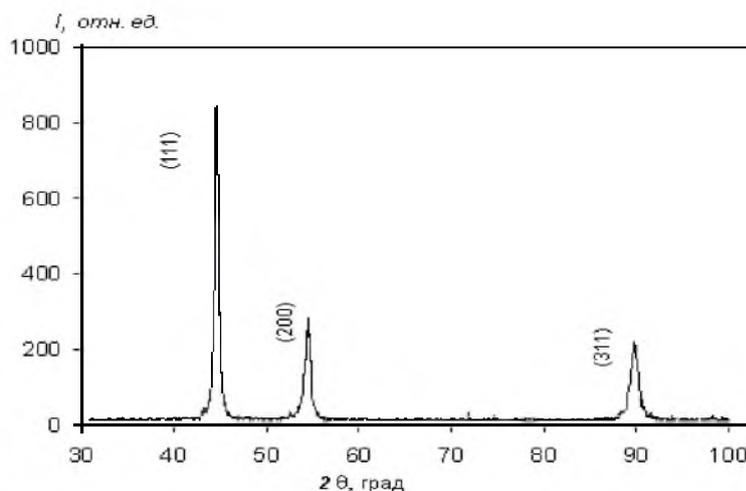


Рисунок 3 – Дифрактограмма порошка никеля

Рентгеноструктурный анализ синтезированного порошка проводили на дифрактометре, с использованием излучения $\text{CuK}\alpha$, длина волны λ принималась средневзвешенной по $\text{K}\alpha$ дуплету $\lambda=1.5418 \text{ \AA}$, напряжение анода -35 кВ , ток анода -15 мА . На рисунке 3 приведена дифрактограмма порошка никеля, полученного при токе 0.6 A .

Рентгеновские пики на дифрактограмме совпадают с эталонными значениями картотеки JCPDS [7]

Как было показано в [8], легирование *in-situ* является эффективным способом получения новых материалов с помощью лазерного плавления материалов; тем не менее, производство однородного сплава является сложной задачей. Для эффективных процессов легирования *in-situ* необходимо оптимизировать не только параметры процесса спекания-плавления, но также необходимо провести анализ свойств материала и размера порошка, чтобы гарантировать эффективное плавление и смешивание материалов.

В работе получены соноэлектрохимическим методом ультратонкие порошки никеля и изучены параметры, влияющие на морфологию и размер порошков. В дальнейшем полученный порошок планируется испытать на легирование *in-situ* современных антибактериальных материалов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Мозжаров, С.Е. Способ получения изделий преимущественно формы тел вращения с анизотропной структурой из металлических порошков: Патент Респ. Беларусь / С.Е. Мозжаров, В.В. Савич, Н.К. Толочко; заявитель ИПМ НАН Беларуси - № 11377; опубликован 13.12.08.

2. Romano, C.L. Antibacterial coating of implants in orthopaedics and trauma: A classification proposal in an evolving panorama/ C.L. Romano [et al.] // Journal of Orthopaedic Surgery and Research.-2015.- V.10 .-P.1 –11.

3. Argueta-Figueroa, L. Synthesis, characterization and antibacterial activity of copper, nickel and bimetallic Cu–Ni nanoparticles for potential use in dental materials / L. Argueta-Figueroa[et al.] // Progress in Natural Science: Materials International.-2014.- V.24.-P. 321–328.

4. Андрусишина, И.Н. Наночастицы металлов: способы получения, физико-химические свойства, методы исследования и оценка токсичности / И.Н. Андрусишина // Сучасні проблеми токсикології.– 2011.– № 3.– С .5-14.

5. Sáez, V Sonoelectrochemical Synthesis of Nanoparticles/ V. Sáez, T.J. Mason // Molecules .– 2009, – V.14.–P 4284–4299.

6. Шут, В.Н. Характеристики ультрамелкодисперсных медных порошков, полученных соноэлектрохимическим методом, для аддитивных технологий/ В.Н.Шут А.А. Кузнецов, С.Е. Мозжаров, И.А. Ядройцев, И.А. Ядройцева // Вестник ВГТУ.– 2021.– № 1(40).– С .148-157.

7. Powder Diffraction File. Data Cards. Inorganic Section. Sets 1-34. JCPDS. Swarthmore, Renssylvania, USA, 1948-2014.

8. Vrancken, B. Microstructure and mechanical properties of a novel β titanium metallic composite by selective lasermelting/ B.Vrancken, L.Thijs, J. P.Kruth, J.Van Humbeeck, // ActaMaterialia.–2014.–V.68.–P.150–158.