ISSN 1561-8323 (Print) ISSN 2524-2431 (Online)

УДК 621.793.14 https://doi.org/10.29235/1561-8323-2021-65-1-119-128

Поступило в редакцию 05.11.2020 Received 05.11.2020

### Член-корреспондент В. В. Рубаник<sup>1</sup>, Д. А. Багрец<sup>1</sup>, В. В. Рубаник<sup>1</sup> мл., В. И. Урбан<sup>1</sup>, А. Н. Ужекина<sup>1</sup>, В. Г. Дородейко<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Институт технической акустики Национальной академии наук Беларуси, Витебск, Республика Беларусь <sup>2</sup>Медицинское предприятие «Симург», Витебск, Республика Беларусь

## ЗАДАНИЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ TINI СПЛАВАМ В ПРОЦЕССЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО ОСАЖДЕНИЯ ПОКРЫТИЙ

Аннотация. Работа посвящена исследованию влияния технологических параметров процесса ионно-плазменной обработки (ИПО) на функциональные свойства TiNi сплава с эффектом памяти формы и его биосовместимость. В качестве объекта исследования выбран сплав Ті-50,8 ат. % Ni, широко применяемый в медицинских изделиях и устройствах. Ионно-плазменную обработку осуществляли путем вакуумно-дугового испарения катода из титана при значениях потенциала смещения 0, -100 и -500 В с последующим осаждением защитно-декоративного TiN покрытия. Контрольную группу образцов подвергали термообработке при температурах 200-700 °C в течение 20 мин. Функциональные свойства TiNi сплава после ИПО исследовали методом дифференциальной сканирующей калориметрии. Биосовместимые свойства оценивали методом атомно-эмиссионной спектрометрии, измеряя количество никеля в 0,9 %-ном растворе NaCl после выдержки в нем TiNi образцов с TiN покрытием. Установлено, что задавая температурный режим нагрева образцов из сплава Ti-50,8 ат. % Ni за счет технологических параметров процесса ИПО, можно менять интервал реализации термоупругих мартенситных превращений, а следовательно, и температуру срабатывания устройств, изготавливаемых из этого сплава, т. е. задавать им необходимые функциональные свойства. Сопоставительный анализ характеристических температур после термической и ионно-плазменной обработок позволил сделать вывод о корректности предложенного метода расчета температуры TiNi подложки при ИПО. Расчетная температура образцов TiNi при нулевом потенциале составила ~275 °C, что достаточно для смещения характеристических температур сплава. Осаждение при потенциале -100 В обеспечило нагрев подложки до ~400 °С, при –500 В – свыше 600 °С. Концентрация Ni в модельном растворе после годовой выдержки не превышала 0,14 мг/л, что свидетельствует о высокой биосовместимости TiNi сплава с TiN покрытием.

Ключевые слова: никелид титана, биосовместимость, мартенситные превращения, термообработка, ионно-плазменное осаждение, ионный поток, потенциал смещения, подложка

Для цитирования. Задание функциональных свойств TiNi сплавам в процессе ионно-плазменного осаждения покрытий / В. В. Рубаник [и др.] // Докл. Нац. акад. наук Беларуси. – 2021. – Т. 65, № 1. – С. 119–128. https://doi. org/10.29235/1561-8323-2021-65-1-119-128

#### Corresponding Member Vasili V. Rubanik<sup>1</sup>, Dzmitry A. Bahrets<sup>1</sup>, Vasili V. Rubanik jr.<sup>1</sup>, Vadzim I. Urban<sup>1</sup>, Anastasija N. Uzhekina<sup>1</sup>, Viachaslau G. Dorodeiko<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Institute of Technical Acoustics of the National Academy of Sciences of Belarus, Vitebsk, Republic of Belarus <sup>2</sup>Medical Enterprise "Simurg", Vitebsk, Republic of Belarus

## SETTING THE FUNCTIONAL PROPERTIES OF TINI ALLOYS DURING THE ION-PLASMA COATING DEPOSITION PROCESS

**Abstract.** The aim of the present work is to study the influence of the technological parameters of the ion-plasma treatment (IPT) on the functional properties of a TiNi shape memory alloy and its biocompatibility. The object of the study was the Ti–50.8 at. % Ni alloy, widely applied in medical devices. IPT was carried out by vacuum-arc evaporation of a titanium cathode at different values of the bias potential (0, –100, and –500 V), followed by TiN deposition. The functional properties of the TiNi alloy after IPT were investigated using differential scanning calorimetry. The biocompatible properties were evaluated using atomic emission spectrometry to measure a nickel concentration after one year holding TiN-coated TiNi samples in the 0.9 % NaCl solution. It has been determined that by setting the temperature regime of heating of Ti–50.8 at. % Ni alloy samples due to the technological parameters of the IPT process, it is possible to change the interval of realization of thermoelastic martensitic transformations, and, consequently, the temperature response of devices made of this alloy, i. e. to set the necessary functional properties. The comparative analysis of the characteristic temperatures after heat and ion-plasma treatments allow us to conclude that the proposed method for calculation of the TiNi substrate temperature is correct at IPT. The calculated temperature of the TiNi samples was ~275 °C at the zero potential, which is sufficient to shift the characteristic temperatic temperature of the TiNi samples was ~275 °C at the zero potential, which is sufficient to shift the characteristic temperature of the TiNi samples was ~275 °C at the zero potential, which is sufficient to shift the characteristic temperatures of the alloy. The substrate temperature during deposition was ~400 °C at a -100 V bias and above 600 °C at a -500 V bias, respectively. The Ni concentration in the model solution did not exceed 0.14 mg/l after one year holding, which indicates the high biocompatibility of the TiN-coated TiNi samples.

Keywords: titanium nickelide, biocompatibility, martensitic transformations, heat treatment, ion-plasma deposition, ion flow, bias potential, substrate

**For citation.** Rubanik V. V., Bahrets D. A., Rubanik V. V. jr., Urban V. I., Uzhekina A. N., Dorodeiko V. G. Setting the functional properties of TiNi alloys during ion-plasma coating deposition process. *Doklady Natsional'noi akademii nauk Belarusi = Doklady of the National Academy of Sciences of Belarus*, 2021, vol. 65, no. 1, pp. 119–128 (in Russian). https://doi. org/10.29235/1561-8323-2021-65-1-119-128

Введение. Биосовместимые сплавы никелида титана (TiNi), обладая высокой коррозионной стойкостью, проявляют эффекты памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичности. Известно множество конкретных примеров использования имплантов и устройств из никелида титана в различных отраслях медицины: ортодонтии, челюстно-лицевой и сердечно-сосудистой хирургии, ортопедии и др. [1; 2]. Однако высокий процент содержания никеля в сплаве и возможный его выход в биологическую среду с последующим накоплением в тканях является сдерживающим фактором и вынуждает иногда проявлять осторожность при внедрении TiNi в медицине, так как никель вызывает аллергенные, токсические и канцерогенные реакции даже после кратковременного контакта и, тем более, после имплантации [3–5].

Традиционно задание изделиям из сплава с ЭПФ необходимой формы осуществляют с помощью изотермической выдержки при определенной температуре с последующим охлаждением или закалкой [6]. Предложен способ изготовления изделий медицинского или иного назначения из материала с эффектом памяти формы на основе TiNi, обеспечивающий задание формы изделию в процессе нанесения на его поверхность TiN покрытия<sup>1</sup>. Для этого проволочной заготовке предварительно придают требуемую форму, деформируя ее. Затем фиксируют в этом состоянии, помещают в камеру вакуумной установки ионно-плазменного осаждения (ИПО) и посредством бомбардировки ускоренными ионами титана нагревают до температур, обеспечивающих задание формы. Последующий переход на режим осаждения позволяет сформировать на поверхности заготовки TiN покрытие, которое характеризуется высокой биоинертностью и хорошими декоративными свойствами. Разработанный способ имеет перспективы для использования в технологических процессах изготовления медицинских устройств, в частности, ортодонтических дуг из TiNi сплавов [7].

Целью работы являлось исследование функциональных свойств TiNi сплава с TiN покрытием в зависимости от технологических параметров процесса ионно-плазменной обработки, а также его биосовместимых свойств.

Материалы и методы исследования. Для проведения исследований использовали проволочные образцы из медицинского сплава Ti–50,8 ат. % Ni диаметром 0,5 мм (МАТЭК-СПФ, г. Москва). Рабочая длина образцов варьировалась от 30 до 120 мм.

Предварительная подготовка образцов включала в себя очистку от загрязнений и обезжиривание поверхности в ультразвуковой ванне УЗУ-0,25. В качестве моющей среды использовали Нефрас-C2-80/120. Далее образцы устанавливали на подложкодержатель в виде перфорированного стального диска диаметром 100 мм и помещали в вакуумную камеру установки «Булат-6».

Ионно-плазменную обработку осуществляли путем вакуумно-дугового испарения катода из титана марки ВТ 1-0 при следующих режимах: потенциал смещения – 0, 100 и 500 В, ток дуги – 100 А, давление остаточных газов – 3 · 10<sup>-2</sup> Па, время обработки – 20 мин.

TiN покрытия осаждали путем подачи в камеру азота до достижения давления 0,2–0,4 Па, время осаждения варьировалось от 2 до 45 мин, что соответствовало толщине покрытия от 0,2 до 2 мкм.

Контрольную группу образцов из сплава Ti–50,8 ат. % Ni в состоянии поставки подвергали термообработке (TO) в печи СНОЛ 12/12 при температурах 200–700 °С в течение 20 мин.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Способ изготовления биоинертного изделия из материала с эффектом памяти формы на основе никелида титана: пат. 19507 Респ. Беларусь / Д. А. Багрец, В. В. Рубаник, В. Г. Дородейко, В. В. Рубаник мл.; дата публ.: 30.10.2015.

Кинетику и температуры мартенситных превращений образцов после ИПО и ТО исследовали методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) с помощью прибора DSC822° (Mettler Toledo, Швейцария). Скорость охлаждения и нагрева образцов составляла 5 °С/мин.

Биосовместимые свойства оценивали в соответствии с ИСО 16428–2014, измеряя концентрацию никеля в изотоническом 0,9 %-ном растворе NaCl после выдержки в нем проволочных образцов TiNi с покрытием нитрида титана и без него. Время выдержки составляло 1 год; соотношение объема испытательного раствора и площади образца с TiN покрытием – 10 мл/см<sup>2</sup>. Количественный элементный анализ в пробах осуществляли методом атомно-эмиссионной спектрометрии (АЭС) с индуктивно связанной плазмой VISTA Pro.

**Результаты и их обсуждение.** Основным физическим параметром процесса ионно-плазменного осаждения является плотность потока ионизированных частиц ( $i_0$ ,  $1/M^2 \cdot c$ ), испускаемых источником плазмы, которая пропорциональна току дуги и зависит как от размеров, так и материала катода

$$i_0 = \frac{\mu I}{m_{\rm a} S_{\rm K}},$$

где  $\mu$  – коэффициент эрозии материала катода, кг/Кл; I – ток дуги испарителя, A;  $m_a$  – масса атома материала катода, кг;  $S_{\kappa}$  – площадь катода, м<sup>2</sup>.

Ток дуги, определяющий режим работы катода, обычно выбирается таким, чтобы обеспечить максимальную производительность процесса (скорость осаждения) и качество покрытий (минимальное содержание капельной фазы в потоке). Нижний предел параметра I ограничен током устойчивого горения дуги. С учетом этого для титанового катода оптимальный диапазон тока достаточно узок и составляет 90–120 А, поэтому плотность ионного потока  $i_0$  для данного материала определяется лишь его физическими характеристиками.

Распределение плотности потока ионов *i* в произвольной точке вакуумной камеры зависит от ее геометрии и описывается выражением [8]

$$i = \frac{i_0}{2} \left( 1 + \frac{r^2 - h^2 - b^2}{\sqrt{(r^2 + h^2 + b^2)^2 - 4r^2 b^2}} \right),\tag{1}$$

где r – радиус катода, м; h – расстояние от торца катода до подложки, м; b – смещение относительно оси потока, м.

Нагрев напыляемой основы происходит за счет диссипации кинетической и потенциальной энергии потока частиц *i*, плотность потока энергии  $(q_{in}, BT/M^2)$  при этом определяется из выражения

$$q_{\rm in} = i(+W_{i,\rm m}).$$

Имея начальную кинетическую энергию  $W_{i,0}$  (Дж), ионизированный поток частиц дополнительно ускоряется под действием отрицательного потенциала подложки. Вклад кинетической энергии в величину  $q_{in}$  может быть представлен в виде

$$W_{i,k} = W_{i,0} + e \overline{Z} U,$$

где e – элементарный заряд, 1,6 · 10<sup>-19</sup> Кл;  $\overline{Z}$  – средний заряд ионов в потоке; U – потенциал смещения, В.

Для тугоплавких металлов потенциал ионизации больше работы выхода соответствующего металла основы [9], поэтому при взаимодействии с поверхностью происходит нейтрализация иона с выделением энергии:

$$W_{i\pi} = \overline{I} - e \,\overline{Z} \,\phi,$$

где  $\overline{I}$  – энергия ионизации потока частиц, Дж;  $\varphi$  – работа выхода электрона, эВ.

Величина  $\overline{I}$  определяется из выражения

$$\overline{I} = \sum_{z=1}^{n} Z \eta_Z I_Z, \qquad (2)$$

где η<sub>z</sub> – доля ионов кратности Z в потоке; I<sub>z</sub> – энергия ионизации Z-кратного иона, Дж.

Нейтрализованные ионы конденсируются на поверхности основы в виде покрытия с тепловым эффектом  $W_{Me}$  (Дж). Как видно (табл. 1), энергия конденсации титанового покрытия  $W_{Ti}$  на порядок меньше начальной кинетической энергии потока заряженных ионов. Это позволяет в дальнейших расчетах вклад  $W_{Ti}$  в величину плотности потока энергии, выделяемой на подложке, не учитывать.

# Таблица 1. Основные характеристики ионного потока, сформированного испарением титанового катода [9; 10]

T a b l e 1. Main characteristics of the ion flow formed by the evaporation of a titanium cathode [9; 10]

μ, кг/Кл	$m_a$ , кг	е, Кл	Ī	<i>Ī</i> , Дж	φ, эΒ	W <sub>i,0</sub> , Дж	W <sub>ті</sub> , Дж
μ, kg/C	$m_a$ , kg	е, С		<i>Ī</i> , Ј	φ, eV	W <sub>i,0</sub> , J	W <sub>ті</sub> , Ј
53 · 10 <sup>-9</sup> [9]	7,93 · 10 <sup>-26</sup>	1,6 · 10 <sup>-19</sup>	1,79 [9]	$39,9 \cdot 10^{-19}(2)$	4,50	122 · 10 <sup>-19</sup> [9]	7,9 · 10 <sup>-19</sup> [10]

Потери подводимой к подложке энергии происходят за счет излучения нагретой поверхности, теплопроводности контакта с подложкодержателем, нагрева остаточной атмосферы, распыления поверхности подложки. Как показали расчеты [9; 11], последними двумя составляющими при анализе теплового баланса подложки можно пренебречь. В качестве подложки в настоящей работе использовали проволочные TiNi образцы. Так как площадь их контакта с оснасткой составляла менее 1 % от площади ионной обработки, то процесс теплопередачи в месте контакта «подложка–подложкодержатель» при расчете также не учитывался.

Плотность потока энергии (q<sub>out</sub>, Bт/м<sup>2</sup>), отводимой с поверхности осаждения в результате теплового излучения, можно определить в соответствии с законом Стефана–Больцмана:

$$q_{\rm out} = \varepsilon(T)\sigma T^4$$

где є(T) – коэффициент излучения (для титана имеет вид, близкий к линейному [12]);  $\sigma$  – постоянная Стефана–Больцмана, 5,67 · 10<sup>-8</sup> Вт/м<sup>2</sup>·К<sup>4</sup>; T – абсолютная температура поверхности, К.

Уравнение теплового баланса для образца, подвергаемого воздействию ионного потока, может быть записано в виде:

$$\frac{dT}{dt} = \frac{\Delta QS}{cm},$$

где  $\Delta Q = q_{in} - q_{out}$ , Вт/м<sup>2</sup>;  $S = \pi dl$  – площадь боковой поверхности образца, м<sup>2</sup>; d, l – диаметр и длина образца, м; c – удельная теплоемкость материала подложки, Дж/кг·К; m – масса образца, кг.

Поскольку ось вращения образца была перпендикулярна ионному потоку, площадь обращенной к испарителю поверхности составляла половину площади боковой поверхности. Тогда приращение температуры в единицу времени может быть представлено как

$$dT = \frac{\pi dl \left(\frac{1}{2}q_{\rm in} - q_{\rm out}\right)}{cm} dt.$$

Представив *т* в виде

$$m = \rho V = \rho \frac{\pi d^2 l}{4},$$

где *р* – плотность материала подложки (кг/м<sup>3</sup>), получим:

$$dT = \frac{2q_{\rm in} - 4q_{\rm out}}{c\rho d} dt.$$
 (3)

Используемый в настоящей работе в качестве подложки сплав Ti–50,8 ат. % Ni в состоянии поставки находился в высокотемпературной аустенитной фазе, для которой c = 469 Дж/kr·K,  $\rho = 6500 \text{ кr/m}^3$  [13].

Рассчитанные в соответствии с (3) зависимости температуры неподвижной, расположенной в центре камеры, подложки из TiNi сплава от времени ИПО для различных значений потенциала смещения (U) показали (рис. 1, обозначены сплошными линиями), что температура подложки возрастает до тех пор, пока величина потока энергии, поступающего на ее поверхность, не сравняется с потоком энергии, отводимой в результате излучения:  $q_{in} = q_{out}$ .



Рис. 1. Температура образцов (*d* = 0,5 мм, *l* = 30 мм) из сплава Ti–50,8 ат. % Ni в зависимости от времени ионно-плазменной обработки при различных потенциалах смещения

Fig. 1. Temperature of samples (d = 0.5 mm, l = 30 mm) of the Ti–50.8 at. % Ni alloy depending on the time of ion-plasma treatment at different bias potentials

Для различных U равновесие достигается за разное время: для 500 В – менее 1 мин, для  $100 \text{ B} - \sim 2$  мин, для  $0 \text{ B} - \sim 6$  мин. При этом равновесная температура составила: ~615 °C при 500 В, ~410 °C при 100 В, ~275 °C при 0 В.

Для учета вращения подложкодержателя в (1) необходимо внести поправки:

$$h = h_1 + R(1 - \cos \alpha);$$
$$b = |R \sin \alpha|,$$

где  $h_1$  – расстояние от торца катода до оси вращения стола, м; R – радиус стола, м;  $\alpha = \omega t$  – угол поворота стола относительно нормали к ионному потоку, рад;  $\omega$  – угловая скорость вращения образца, размещенного на подложкодержателе, рад/с (рис. 2).

Расчетные зависимости температуры вращающейся подложки из TiNi сплава от времени ИПО для  $\omega = 0,18$  рад/с;  $h_1 = 0,45$  м; R = 0,09 м при различных значениях потенциала смещения (U) показали (рис. 1, штриховые линии), что в этом случае температура TiNi образца изменяется, причем диапазон растет с увеличением потенциала смещения: 267–277 °C (0 B), 395–422 °C (100 B), 577–660 °C (500 B).

Для экспериментальной проверки рассчитанных температурных зависимостей обычно применяют термопарный метод измерения температуры образцов. Однако его использование в вакуумно-плазменных технологиях имеет ряд трудностей, связанных, в первую очередь, с контактным характером измерения. Специальные меры по уменьшению погрешностей являются весьма трудоемкими, например, при установлении надежного теплового контакта термопары с вращающейся подложкой. Вторая трудность при использовании термопар связана с высоким уровнем электромагнитных полей, присутствующих в ионно-плазменных установках.



Рис. 2. Схема осаждения покрытий из плазмы вакуумно-дугового разряда на установке «Булат-6» с учетом вращения вокруг оси стола: *1* – испаритель; *2* – охлаждаемый катод; *3*, *5* – стабилизирующая и фокусирующая катушки; *4* – корпус анода; *6* – поворотный стол

Fig. 2. Scheme of deposition of coatings from the plasma of a vacuum-arc discharge on the "Bulat-6" installation, taking into account rotation around the table axis: 1 – evaporator; 2 – cooled cathode; 3, 5 – stabilizing and focusing coils; 4 – anode body; 6 – rotary table

Для TiNi сплавов широко применяется метод определения химического состава по кривым ДСК [14]. Метод основан на сопоставлении характеристических температур исследуемого сплава после определенной термообработки с табличными значениями характеристических температур сплавов известных химических составов. Можно предположить, что для известного химического состава сплава TiNi сопоставление его характеристических температур после стандартной термической обработки в печи и после ионно-плазменной обработки позволит определить температуру подложки при осаждении.

Действительно, сопоставительный анализ показал, что расчетные температуры TiNi подложки при ИПО хорошо согласуются с экспериментальными данными, полученными методом ДСК (рис. 3). После термообработки при 200 °C в образце наблюдался сильно размытый переход  $B2 \leftrightarrow R$  в интервале от -40 до 7 °C (рис. 3, *a*, *b*). Расчетная температура нагрева подложки при ИПО с нулевым потенциалом смещения составила ~275 °C. С увеличением температуры нагрева характеристические температуры исследуемого сплава смещаются в положительную сторону. Причем, начиная с 300 °C, кинетика мартенситного превращения меняется и осуществляется по схеме B19' $\rightarrow$ R $\rightarrow$ B2 при нагреве и B2 $\rightarrow$ R, R $\rightarrow$ B19' при охлаждении. Энтальпия мартенситных превращений образцов после ИПО и ТО в интервале 200–400 °C не превышала 4 Дж/г.

После термической обработки при 500 °С и выше (рис. 3, *c*, *d*) скрытая теплота фазового перехода увеличивается, что связано с уменьшением внутренних напряжений в материале. Начиная с температуры отжига 600 °С, переход осуществлялся по схеме В2↔В19′. В интервале 600–700 °С характеристические температуры смещались в область отрицательных значений и изменялись незначительно. Это связано со старением никелида титана и выделением вторичных фаз при этих температурах.



Рис. 3. ДСК-кривые проволочных образцов из TiNi сплава, подвергнутых ИПО и ТО при температурах от 200 до 700 °С в течение 20 мин (\* – расчетная температура образца при ИПО)

Fig. 3. DSC curves of the TiNi wire samples treated by IPT and HT at temperatures from 200 to 700 °C for 20 min (\* – calculated temperature of the sample at IPT)

Температурой срабатывания материала с ЭПФ в различных исполнительных устройствах является температура окончания обратного мартенситного превращения –  $A_f$ . В зависимости от температурного режима обработки (как TO, так и ИПО) значение  $A_f$  можно изменять в широком диапазоне (рис. 4). Видно, что до 300 °C рост температуры  $A_f$  – незначительный, максимальное ее повышение можно получить, выдерживая материал при температурах от 350 до 450 °C. В этом



Рис. 4. Зависимость  $A_f$  от температуры подложки из сплава Ti–50,8 ат. % Ni Fig. 4. Dependence of  $A_f$  on the substrate temperature of the Ti–50.8 at.% Ni alloy

же диапазоне температур наблюдается и максимальное влияние продолжительности термообработки на функциональные свойства материала.

Таким образом, ионно-плазменная обработка исследуемого TiNi сплава позволяет обеспечить необходимые термомеханические свойства за счет задания технологических параметров процесса осаждения защитно-декоративных покрытий. И если целесообразность нанесения декоративного TiN покрытия не вызывает сомнения, то биосовместимые свойства (в частности, выход никеля в биосреду) медицинского TiNi сплава с покрытием нуждаются в подтверждении.

Результаты измерения выхода никеля в 0,9 %-ный раствор NaCl не выявили каких-либо существенных различий для образцов с TiN покрытием и без него (табл. 2). Влияние толщины TiN покрытия также не было выявлено: значения концентрации варьировались в диапазоне 0,13–0,14 мг/л, что свидетельствует о высокой биосовместимости исследуемых образцов.

#### Таблица2. Концентрация никеля в 0,9 %-ном растворе NaCl после выдержки (время выдержки – 1 год) в нем проволочных образцов TiNi без покрытия и с покрытиями нитрида титана, осажденными в течение различного времени

T a b l e 2. The concentration of nickel in the 0.9 % NaCl solution after holding (holding time – 1 year) of TiNi wire samples without coating and with titanium nitride coatings deposited for different times

Маркировка образца Sample marking	Концентрация никеля, мг/л Nickel concentration, mg/l		
TiNi	0,13		
TiNi + TiN (5 min)	0,14		
TiNi + TiN (45 min)	0,13		
TiNi + TiN (45 min + def. 6%)	0,13		

Заключение. Показано, что задавая температурный режим нагрева образцов из сплава Ti– 50,8 ат. % Ni за счет технологических параметров процесса ионно-плазменной обработки, можно менять интервал реализации термоупругих мартенситных превращений, а следовательно, и температуру срабатывания устройств, изготавливаемых из данного сплава, т. е. задавать им необходимые функциональные свойства.

Сопоставительный анализ характеристических температур после термической и ионно-плазменной обработок позволяет сделать вывод о корректности предложенной методики расчета температуры TiNi подложки при ИПО и подтверждает перспективы управления функциональными свойствами сплавов с памятью формы на основе TiNi. Так, в отсутствие ускоряющего потенциала расчетная температура образцов TiNi составляет ~275 °C, что достаточно для изменения характеристических температур сплава. Осаждение при потенциале –100 В обеспечивает нагрев подложки до ~400 °C, при –500 В – свыше 600 °C.

Концентрация Ni в 0,9 %-ном растворе NaCl после годовой выдержки не превысила 0,14 мг/л, что свидетельствует о высокой биосовместимости TiNi сплава как с TiN покрытием, так и без него.

### Список использованных источников

Гюнтер, В. Э. Никелид титана. Медицинский материал нового поколения / В. Э. Гюнтер. – Томск, 2006. – 296 с.
Temenoff, J. S. Biomaterials: The Intersection of Biology and Materials Science / J. S. Temenoff, A. G. Mikos. – Pearson Prentice Hall, 2008. – 504 p.

3. Al-Waheidi, E. M. Allergic reaction to nickel orthodontic wire: a case report / E. M. Al-Waheidi // Quintessence Int. – 1995. – Vol. 26. – P. 385–387.

4. Bass, J. K. Nickel hypersensitivity in the orthodontic patent / J. K. Bass, H. Fine, G. J. Cisneros // Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop. – 1993. – Vol. 103, N 3. – P. 280–285. https://doi.org/10.1016/0889-5406(93)70009-d

5. Evaluation of carcinogenecity and chronic toxicity associated with orthopedic implants in mice / K. Takamura [et al.] // J. Biomed. Mat. Res. – 1994. – Vol. 28, N 5. – P. 583–589. https://doi.org/10.1002/jbm.820280508

6. Foundations of heat and thermomechanical treatments and their effect on the structure and properties of titanium-nickelide based alloys / V. Brailovski [et al.] // Phys. Met. Metallogr. – 2004. – Vol. 97, N 1. – P. 3–55. 7. Функциональные свойства ортодонтических сверхэластичных дуг из никелида титана с защитными покрытиями нитрида титана / В. В. Рубаник [и др.] // Докл. Нац. акад. наук Беларуси. – 2019. – Т. 63, № 5. – С. 608–619. https:// doi.org/10.29235/1561-8323-2019-63-5-608-619.

Будилов, В. В. Математическое моделирование процесса осаждения вакуумных ионно-плазменных покрытий /
В. Будилов, В. С. Мухин, О. Б. Минаева // Изв. вузов. Авиационная техника. – 1995. – № 1. – С. 92–95.

9. Барвинок, В. А. Управление напряженным состоянием и свойства плазменных покрытий / В. А. Барвинок. – М., 1990. – 384 с.

10. Шагинян, Л. Р. Температура поверхности конденсации как инструмент для исследования механизмов формирования пленок / Л. Р. Шагинян, С. А. Фирстов, И. Ф. Копылов // Журн. техн. физики. – 2018. – Т. 88, вып. 4. – С. 578– 586. https://doi.org/10.21883/jtf.2018.04.45727.2428

11. Лойко, В. А. Исследование температурного режима подложки при нанесении вакуумно-плазменных покрытий на прецизионные детали сельскохозяйственной техники / В. А. Лойко, В. С. Ивашко // Опыт, проблемы и перспективы развития технического сервиса в АПК: в 2 ч. – Минск, 2009. – Ч. 1. – С. 352–358.

12. Голубева, И. Л. Тепловое излучение твердых и жидких металлов / И. Л. Голубева, В. В. Сагадеев // Вестн. технолог. ун-та. – 2017. – Т. 20, № 2. – С. 31–32.

13. Применение материалов с эффектом памяти формы в науке, технике и медицине: справочно-библиографическое издание / сост. С. А. Муслов. – М., 2007. – 328 с.

14. Influence of Ni on martensitic phase transformations in NiTi shape memory alloys / J. Frenzel [et al.] // Acta Materialia. – 2010. – Vol. 58, N 9. – P. 3444–3458. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.02.019

#### References

1. Gyunter V. E. Titanium nickelide. New generation medical material. Tomsk, 2006. 296 p. (in Russian).

2. Temenoff J. S., Mikos A. G. *Biomaterials: The Intersection of Biology and Materials Science*. Pearson Prentice Hall, 2008. 504 p.

3. Al-Waheidi E. M. Allergic reaction to nickel orthodontic wire: a case report. *Quintessence International*, 1995, vol. 26, pp. 385–387.

4. Bass J. K., Fine H., Cisneros G. J. Nickel hypersensitivity in the orthodontic patent. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics*, 1993, vol. 103, no. 3, pp. 280–285. https://doi.org/10.1016/0889-5406(93)70009-d

5. Takamura K., Hayashi K., Ishinishi N., Yamada T., Sugioka Y. Evaluation of carcinogenecity and chronic toxicity associated with orthopedic implants in mice. *Journal of Biomedical Materials Research*, 1994, vol. 28, no. 5, pp. 583–589. https://doi.org/10.1002/jbm.820280508

6. Brailovski V., Khmelevskaya I. Y., Prokoshkin S. D., Pushin V. G., Ryklina E. P., Valiev R. Z. Foundations of heat and thermomechanical treatments and their effect on the structure and properties of titanium-nickelide based alloys. *Physics of Metals and Metallography*, 2004, vol. 97, no. 1, pp. 3–55.

7. Rubanik V. V., Rubanik V. V. jr., Bahrets D. A., Dorodeiko V. G. Functional properties of superelastic orthodontic nickel-titanium archwires with protective titanium nitride coatings. *Doklady Natsional'noi akademii nauk Belarusi = Doklady of the National Academy of Sciences of Belarus*, 2019, vol. 63, no. 5, pp. 608–619 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8323-2019-63-5-608-619

8. Budilov V. V., Muhin V. S., Minaeva O. B. Mathematical modeling of the process of deposition of vacuum ion-plasma coatings. *Izvestiya vuzov. Aviacionnaya tekhnika* [Izvestiya. Aviation technology], 1995, no. 1, pp. 92–95 (in Russian).

9. Barvinok V. A. Stress state control and properties of plasma coatings. Moscow, 1990. 384 p. (in Russian).

10. Shaginyan L. R., Firstov S. A., Kopylov I. F. Condensation surface temperature as a means for studying film formation mechanisms. *Technical Physics*, 2018, vol. 63, no. 4, pp. 563–570. https://doi.org/10.1134/s1063784218040187

11. Lojko V. A., Ivashko V. S. Investigation of the temperature regime of the substrate during the application of vacuum-plasma coatings on precision parts of agricultural machinery. *Opyt, problemy i perspektivy razvitiya tekhnicheskogo servisa v APK: v 2 chastyakh* [Experience, problems and prospects for the development of technical service in the agro-industrial complex: in 2 vol.]. Minsk, 2009, vol. 1, pp. 352–358 (in Russian).

12. Golubeva I. L., Sagadeev V. V. Thermal radiation of solid and liquid metals. *Vestnik tekhnologicheskogo universiteta* = *Technological University Bulletin*, 2017, vol. 20, no. 2, pp. 31–32 (in Russian).

13. Muslov S. A., ed. Application of materials with shape memory effect in science, technology and medicine: reference and bibliographic edition. Moscow, 2007. 328 p. (in Russian).

14. Frenzel J., George E. P., Dlouhy A., Somsen Ch., Wagner M. F.-X., Eggeler G. Influence of Ni on martensitic phase transformations in NiTi shape memory alloys. *Acta Materialia*, 2010, vol. 58, no. 9, pp. 3444–3458. https://doi.org/10.1016/j. actamat.2010.02.019

#### Информация об авторах

Рубаник Василий Васильевич – член-корреспондент, д-р техн. наук, заведующий лабораторией. Институт технической акустики НАН Беларуси (пр. Генерала Людникова, 13, 210009, Витебск, Республика Беларусь). E-mail: ita@vitebsk.by.

Багрец Дмитрий Александрович – науч. сотрудник. Институт технической акустики НАН Беларуси (пр. Генерала Людникова, 13, 210009, Витебск, Республика Беларусь). E-mail: bagurets@gmail.com

Рубаник Василий Васильевич (мл.) – д-р техн. наук, доцент, директор. Институт технической акустики НАН Беларуси (пр. Генерала Людникова, 13, 210009, Витебск, Республика Беларусь). E-mail: ita@vitebsk.by.

*Урбан Вадим Иванович* – аспирант. Институт технической акустики НАН Беларуси (пр. Генерала Людникова, 13, 210009, Витебск, Республика Беларусь). E-mail: vadik.urban1995@mail.ru.

*Ужекина Анастасия Николаевна* – мл. науч. сотрудник. Институт технической акустики НАН Беларуси (пр. Генерала Людникова, 13, 210009, Витебск, Республика Беларусь). E-mail: ita@vitebsk.by.

Дородейко Вячеслав Геннадьевич – канд. техн. наук, директор. Медицинское предприятие «Симург» (пр. Генерала Людникова, 13, 210009, Витебск, Республика Беларусь). E-mail: info@simurg.by.

#### Information about the authors

Rubanik Vasili V. – Corresponding Member, D. Sc. (Engineering), Head of the Laboratory. Institute of Technical Acoustics of the National Academy of Sciences of Belarus (13, General Lyudnikov Ave., 210009, Vitebsk, Republic of Belarus). E-mail: ita@vitebsk.by.

Bahrets Dzmitry A. – Researcher. Institute of Technical Acoustics of the National Academy of Sciences of Belarus (13, General Lyudnikov Ave., 210009, Vitebsk, Republic of Belarus). E-mail: bagurets@gmail.com.

Rubanik Vasili V. (jr.) – D. Sc. (Engineering), Associate professor, Director. Institute of Technical Acoustics of the National Academy of Sciences of Belarus (13, General Lyudnikov Ave., 210009, Vitebsk, Republic of Belarus). E-mail: ita@vitebsk.by

Urban Vadzim I. – Postgraduate student. Institute of Technical Acoustics of the National Academy of Sciences of Belarus (13, General Lyudnikov Ave., 210009, Vitebsk, Republic of Belarus). E-mail: vadik.urban1995@mail.ru.

Uzhekina Anastasija N. – Junior researcher. Institute of Technical Acoustics of the National Academy of Sciences of Belarus (13, General Lyudnikov Ave., 210009, Vitebsk, Republic of Belarus). E-mail: ita@vitebsk.by.

Dorodeiko Viachaslau G. – Ph. D. (Engineering), Director. Medical enterprise "Simurg" (13, General Lyudnikov Ave., 210009, Vitebsk, Republic of Belarus). E-mail: info@simurg.by.