

УДК 621.357:544.653.23

ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛАЗМЕННО-ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ НА УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОМ ТИТАНЕ GRADE 4

А. Г. Стоцкий¹, В. Р. Мукаева², Р. Г. Фаррахов³, А. Г. Рааб⁴, Е. В. Парфенов⁵

¹stockii_andrei@mail.ru, ²veta_mr@mail.ru, ³frg1982@mail.ru, ⁴agraab@mail.ru, ⁵evparfenov@mail.ru

ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет» (УГАТУ)

Поступила в редакцию 12.07.2020

Аннотация. Получены результаты исследования покрытий, сформированных методом плазменно-электролитического оксидирования (ПЭО) на образцах из ультрамелкозернистого титана Grade 4. Проведена оценка влияния технологических параметров длительности обработки, частоты рабочих импульсов напряжения, температуры, концентрации и состава электролита на свойства ПЭО-покрытия. Исследованы морфология и фазовый состав покрытия. Предложены режимы ПЭО, позволяющие получать наиболее перспективные покрытия для титановых имплантатов. Приведено сравнение результатов, полученных на ультрамелкозернистой и крупнозернистой подложках.

Ключевые слова: плазменно-электролитическое оксидирование; ультрамелкозернистый титан; биосовместимые покрытия; имплантаты.

ВВЕДЕНИЕ

При выборе материалов для имплантатов нового поколения необходимо учитывать их биологическую совместимость, усталостные характеристики, конструктивное обеспечение восстанавливаемой костной ткани кровью и надежность костной фиксации. В этом плане технически чистый титан, благодаря своему уникальному свойству – биоинертности, является золотым стандартом в современной травматологии [1, 2]. Однако в ряде случаев использование титана ограничивается его невысокими прочностными характеристиками [3]. В большинстве таких случаев альтернативными материалами остаются нержавеющие стали, CoCr-сплавы и двухфазные титановые сплавы, например VT6 (Ti-6Al-4V). Необходимо отметить, что данные сплавы содержат в своем составе ряд химических элементов (Co, Cr, Fe, Ni), оказывающих негативное влияние на живые ткани, а в со-

ставе сплава VT6 содержится токсичный ванадий [4].

В связи с этим повышение уровня прочностных свойств коммерчески чистого титана – актуальная задача. Это возможно достичь за счет использования современных методов интенсивной пластической деформации (ИПД), которые позволяют перевести материал в ультрамелкозернистое (УМЗ) или наноструктурное состояние [5, 6]. Формирование таких структур позволяет значительно повысить прочностные характеристики материала, что, в свою очередь, дает возможность широко использовать его в медицинских целях для изготовления имплантатов, в том числе имплантатов нового поколения с биосовместимыми покрытиями [7].

Данная статья посвящена исследованию формирования биосовместимых покрытий, полученных в различных режимах плазменно-электролитического оксидирования (ПЭО) на УМЗ-титане Grade 4.

Метод ПЭО представляет собой анодный процесс, проводимый при высоких напряжениях 400–600 В, при которых развиваются микроразряды, способствующие интенсивному росту покрытия [8]. ПЭО-покрытия обладают развитой пористой поверхностью, способствующей закреплению остеообластов [9]. Сетка пор образует фрактальную структуру с порами, укрупняющимися к поверхности. Такая морфология обеспечивает плавное изменение модуля упругости от металлического имплантата к кости. В предыдущей статье [10] был проведен поиск режима обработки, обладающего наибольшими перспективами с точки зрения возможности интеграции клеток костной ткани на образцах из крупнозернистого (КЗ) титана. Структура подложки оказывает влияние на формирование покрытия, поэтому целью данной работы является оценка влияния основных технологических параметров на ПЭО-покрытие на УМЗ-титане, приводится сравнение с предшествующими результатами.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

Материалом исследования являлся технически чистый титан Grade 4 с УМЗ-структурой, полученной при ИПД методом равноканального углового прессования (РКУП). Средний размер зерна в УМЗ-состоянии составил $d \sim 200$ нм. Химический состав титана Grade 4: Ti, 0.36 % O, 0.15 % Fe, 0.05 % C, 0.007 % N, 0.002 % H.

ПЭО проводилось на автоматизированной установке [11] в водном растворе фосфата натрия в биполярном импульсном режиме при напряжении положительных импульсов $U_p = 470$ В и отрицательных импульсов $U_n = -40$ В.

Для оценки влияния процесса оксидирования на формирование покрытий проводилось изменение следующих технологических параметров: время обработки t , температура электролита T , концентрация водного раствора, частота импульсного напряжения f , состав электролита. План экспериментов представлен в табл. 1.

Микрофотографии поверхности образцов с ПЭО-покрытиями и поперечных шлифов были получены с помощью растрового

электронного микроскопа (РЭМ) JEOL JSM-6390 с ускоряющим напряжением 15 кВ. По РЭМ-изображениям поверхности образцов с использованием программы ImageJ был проведен расчет следующих параметров: средний размер пор, пористость (доля поверхности, занимаемой порами). Расчеты проведены в соответствии с ASTM E112-10. Толщина покрытия оценивалась по РЭМ-микрофотографиям шлифов, а также измерялась вихретоковым толщиномером Defelsko Positector 6000. Шероховатость поверхности измерялась профилометром TR-220.

Таблица 1

Режимы процесса ПЭО для УМЗ-титана Grade 4

Режим ПЭО	Условия обработки					
	U_p , В	U_n , В	f , Гц	T , °С	t , мин	электролит
P1	470	40	300	20	10	20 г/л $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$
P2			300	20	5	20 г/л $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$
P3			300	10	5	20 г/л $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$
P4			300	20	5	30 г/л $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$
P5			1000	20	5	20 г/л $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$
P6			300	20	5	20 г/л $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ + 25 г/л ацетат Ca

Рентгенофазовый анализ (РФА) был выполнен на дифрактометре Rigaku Ultima IV в излучении Cu-K α при напряжении 40 кВ, токе трубки 30 мА.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Проведено сравнение ПЭО-покрытий, полученных в различных режимах обработки P1–P6. На рис. 1 представлены РЭМ-фотографии поверхности и поперечных шлифов, на рис. 2 – гистограммы значений средней шероховатости поверхности, толщины покрытия, пористости и среднего размера пор.

МОРФОЛОГИЯ ПОКРЫТИЯ

Покрытие, полученное в режиме P1 ($h = 15,7 \pm 1,1$ мкм), немного толще, чем покрытие P2 ($h = 13,9 \pm 0,7$ мкм), т. к. дли-

тельность обработки больше. Незначительное различие толщины объясняется тем, что формирование основной толщины покрытия происходит в первые 3 минуты ПЭО [12, 13]. Шероховатость поверхности покрытия на уровне $Ra = 1,83 \pm 0,06$ мкм при обработке в режиме P1 и $Ra = 1,95 \pm 0,10$ мкм в режиме P2. Анализ среднего размера пор в обоих состояниях показал близкие значения и составил около 2,4 мкм для P1 и 2,5 мкм для P2, при этом пористость в режиме P2 оказалась выше, чем в P1: $13,2 \pm 1,1$ % против $11,6 \pm 0,6$ % соответственно. Меньшая пористость в режиме P1 может быть связана с сокращением числа микроразрядов на поверхности образца и залечиванием пор. С увеличением времени обработки покрытие дольше переплавляется и становится более плотным [12], и требуется большее количество энергии для разряда электрического пробоя.

При уменьшении температуры электролита с 20 до 10 °С в режиме P3 значения толщины, шероховатости и пористости мало отличаются от P2 и находятся в пределах погрешности, их значения составили $h = 14,3 \pm 0,9$ мкм, $Ra = 2,06 \pm 0,13$ мкм, пористость – 11 %. Понижение температуры привело к уменьшению среднего размера пор до 2,3 мкм (рис. 2). Это может быть связано с тем, что уменьшение температуры приводит к уменьшению подвижности ионов солей, растворенных в электролите, к снижению электропроводности и, как следствие, уменьшению числа и мощности микроразрядов.

Режим P4 (повышенная концентрация) сильно отличается от остальных режимов с точки зрения целостности покрытия, а именно: на подложке наблюдались наросты островного типа. Вероятно, в процессе оксидирования происходил откол части покрытия. Толщина покрытия составила ~17 мкм. При этом измерение шероховатости показало наибольшее значение и сильный разброс данных $2,79 \pm 0,88$ мкм по сравнению с другими режимами обработки, что также свидетельствует о существенной

неравномерности ПЭО-покрытия. Пористость находилась в пределах 10–11 %, а значение среднего размера пор оказалось ниже, чем в других режимах, и составило ~2,1 мкм. Неоднородность нанесения покрытия в процессе ПЭО может являться следствием более сильного воздействия микроразрядов на растущее покрытие из-за повышения проводимости электролита при увеличении концентрации раствора.

Увеличение частоты импульсов рабочего напряжения с 300 до 1000 Гц (режим P5) приводит к несущественным изменениям в толщине покрытия $h = 14,1 \pm 0,8$ мкм. Шероховатость покрытия составила $Ra = 1,78 \pm 0,09$ мкм. Однако пористость покрытия $14,9 \pm 1,2$ % оказалась более высокой по сравнению с предыдущими режимами, также и средний размер пор увеличился по сравнению с P2 до ~2,8 мкм.

Короткие по длительности импульсы в режиме P5 генерируют менее мощные микроразряды с большей частотой, поэтому образовалось большее количество пор. Увеличение размеров пор на поверхности может быть связано с электрическими пробоями по путям наименьшего сопротивления, которые проходят через уже образованные поры. Кроме того, может сказываться эффект слияния соседних пор.

Также следует отметить (рис. 1, л), что в режиме P5 появляется более толстый внутренний слой покрытия, который расположен между пористым внешним слоем и металлом по сравнению с режимами P1–P4. Развитый плотный внутренний слой покрытия благоприятен для повышения коррозионных свойств.

Использование фосфатного электролита с добавлением ацетата кальция (P6) приводит к существенным изменениям в морфологии покрытия. В рассматриваемом ряду в режиме P6 наблюдается наибольшая толщина покрытия ~20 мкм, пористость – 16 % и наименьший средний размер пор ~2,1 мкм.

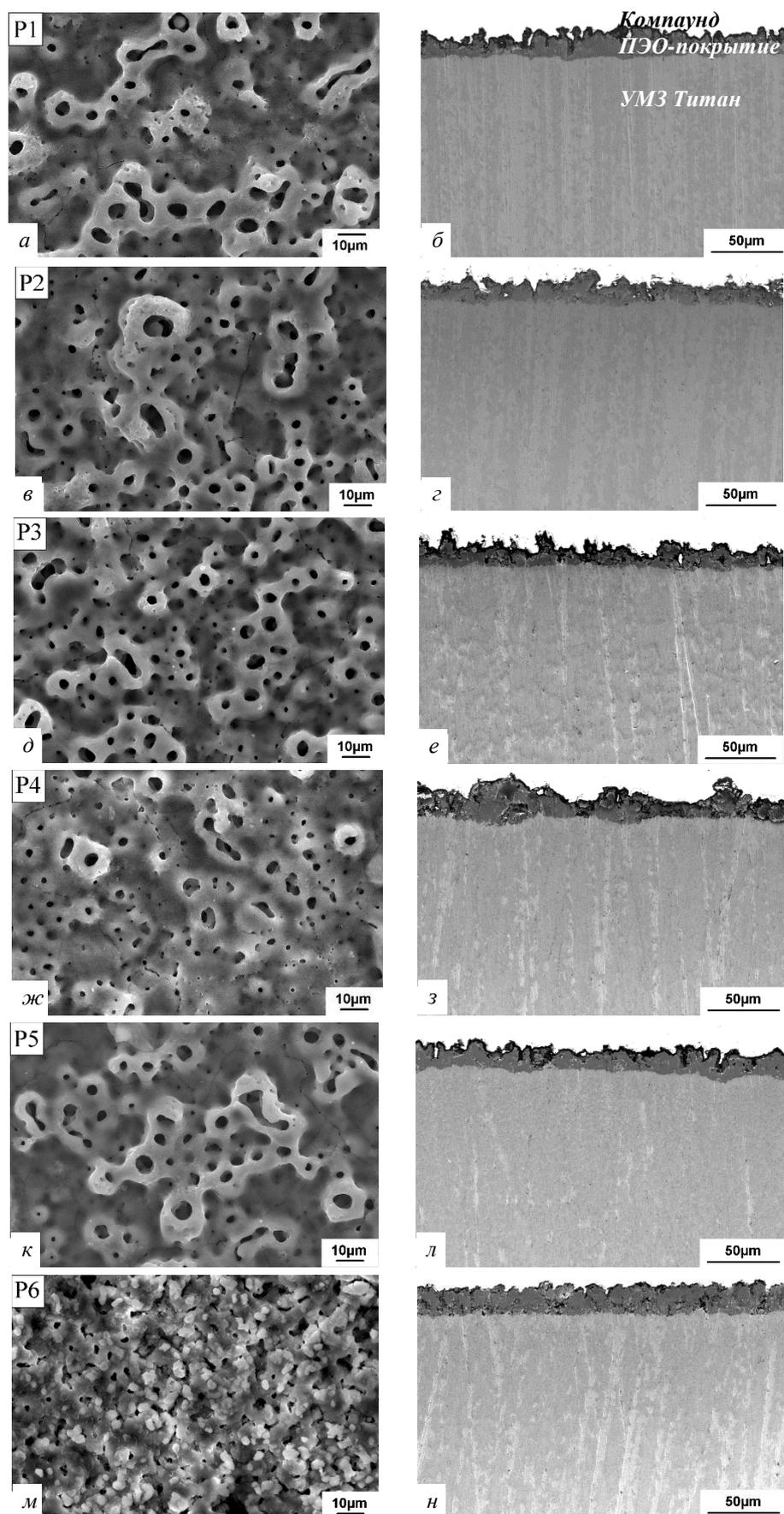


Рис. 1. Микрофотографии покрытий – вид сверху и в поперечном сечении после ПЭО согласно табл. 1: а, б – время обработки 10 мин (P1); в, г – время обработки 5 мин (P2); д, е – температура электролита 10 °С (P3); ж, з – повышенная концентрация электролита (P4); к, л – частота импульсов рабочего напряжения 1000 Гц (P5); м, н – электролит с биодобавкой (P6)

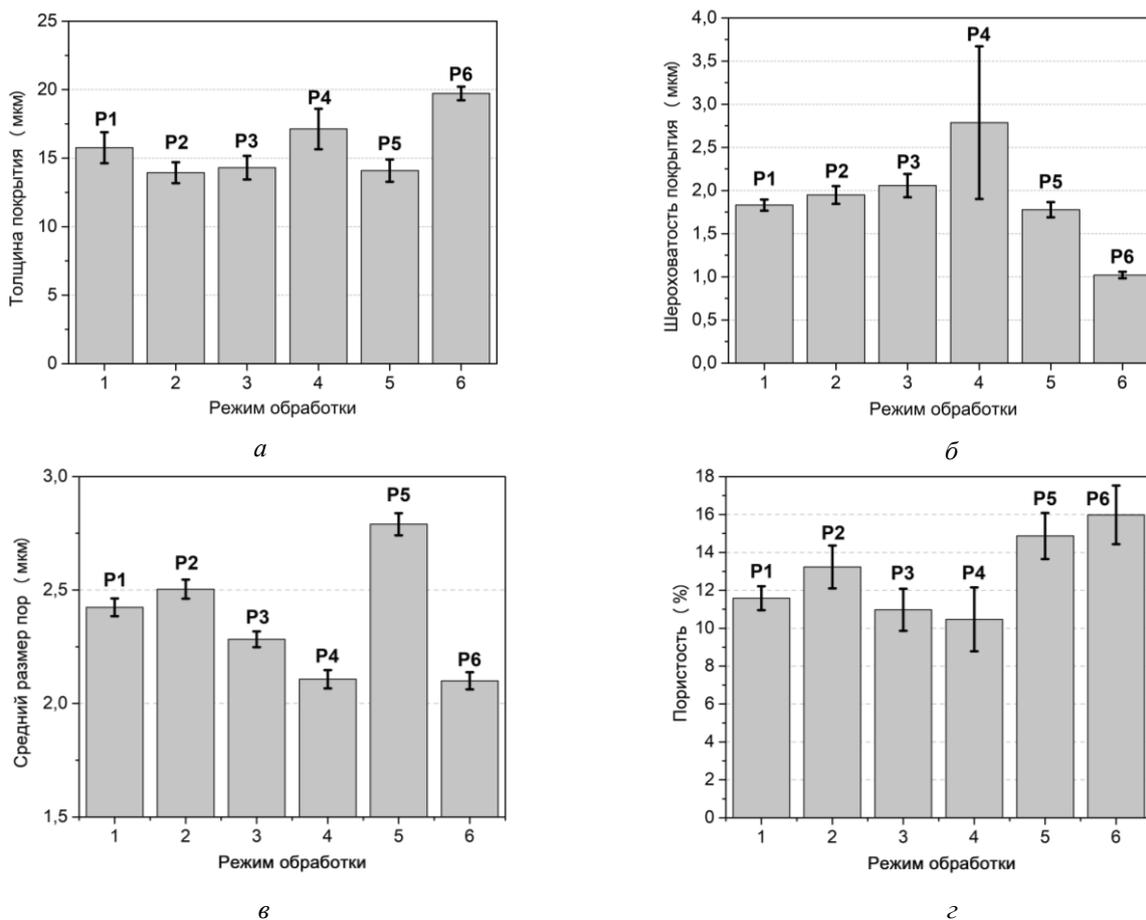


Рис. 2. Результаты исследования ПЭО-покрытий, полученных в различных режимах: а, б, г – толщина, шероховатость, пористость покрытий соответственно; в – средний размер пор

ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПОКРЫТИЯ

Рентгеноструктурный анализ показал, что все покрытия P1–P6 содержат оксидные фазы рутила и анатаза. Комбинация этих соединений положительно влияет на приживаемость клеток [14]. В покрытиях P1–P5 анатаз составляет большую долю (табл. 2), что благоприятно влияет на биосовместимость [15].

Наибольшее количество анатаза наблюдается в режиме с понижением температуры электролита до 10 °С, что может быть связано с более быстрым охлаждением вновь образуемого покрытия в процессе ПЭО.

Для покрытия P6 рутил составляет около 14 % кристаллической фазы, его содержание выше, чем анатаза. Это можно объяснить тем, что покрытие P6 толще, чем покрытия P1–P5. Образование рутила происходит при более высокой температуре, требует больше энергии, чем образование анатаза. Когда покрытие тонкое, микроразряды ПЭО малы и имеют относительно низкую мощность; в результате в таких условиях преимущественно образуется анатаз.

При пробое более толстого покрытия мощные микроразряды способствуют образованию рутила. Помимо рутила и анатаза, покрытие P6 содержит биоактивные вещества перовскита CaTiO_3 , гидроксиапатита $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, образование которых связано с осаждением компонентов электролита в состав покрытия. Кроме того, рентгенограмма имеет широкий пик аморфных кальцийфосфатов в диапазоне 2θ от 25° до 45°.

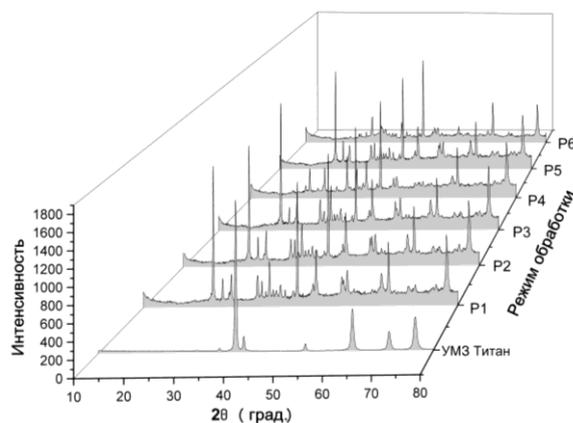


Рис. 3. Рентгенограммы покрытий после данных режимов обработки

Таблица 2
Результаты рентгенофазового анализа покрытий для различных режимов

<i>Рутил</i>	<i>Анаказ</i>	<i>Перовскит</i>	<i>Гидроксианатит</i>
22,8 ± 1,2	77,2 ± 1,2	–	–
25,6 ± 0,8	74,4 ± 0,8	–	–
18,3 ± 1,5	81,7 ± 1,5	–	–
24,9 ± 3,1	75,1 ± 3,1	–	–
27,5 ± 3,1	72,5 ± 3,1	–	–
14,0 ± 2,0	2,0 ± 0,8	16,0 ± 2,2	68,0 ± 3,2

СРАВНЕНИЕ ПОКРЫТИЙ НА КРУПНОЗЕРНИСТОМ И УМЗ-ТИТАНЕ

В предыдущем исследовании [10] серия режимов Р1–Р6 была отработана на образцах из крупнозернистого титана. Проведем сравнение результатов двух работ.

Толщина покрытия в обоих исследованиях имеет схожие значения. Различие наблюдается только в режиме Р3, на УМЗ-подложке покрытие толще. Можно отметить, что на УМЗ-подложке получено более равномерное покрытие. Об этом свидетельствует меньший разброс значений на 20–50 % в зависимости от режима. Наибольший эффект замечен в режиме с биодобавкой (Р6). Такие результаты могут объясняться влиянием комплекса явлений. Скорость химических реакций и, следовательно, скорость роста покрытия на межзеренных границах выше, чем на поверхности зерен. Это может отражаться в перепадах толщины внутреннего слоя покрытия на крупнозернистой подложке. УМЗ-структура способствует повышению равномерности толщины покрытия. С другой стороны, измельчение зерна приводит к уменьшению температуры плавления металла на основе критерия Линдемана [16]. Вследствие этого на поверхности УМЗ-титана под действием микроразрядов переплавляется и вступает в электрохимические реакции больший объем металла, чем на поверхности КЗ-титана. Также уменьшение размера зерна уменьшает теплопроводность металла [17], что препятствует возникновению впадин в металле на границе «металл – оксид». Такое изменение тепловых физических свойств способ-

ствует формированию плотного равномерного внутреннего слоя покрытия.

Поверхность ПЭО-покрытия на УМЗ-подложке характеризуется большей пористостью на 5–40 % во всех режимах, кроме Р4, и средней шероховатостью на 20–40 % во всех режимах, кроме Р6. Повышенные значения пористости могут объясняться тем, что на границах зерен на поверхности металла концентрируется плотность тока и зарождаются микроразряды. В этом случае при УМЗ-структуре микроразрядов зарождается больше, следовательно, возникает больше пор.

Наличие пор увеличивает шероховатость поверхности. В случае с режимом Р6 частицы гидроксианатита и перовскита заполняют поры [18], поэтому среднее значение шероховатости не изменилось с увеличением пористости для УМЗ-образца.

Следует отметить, что содержание гидроксианатита в ПЭО-покрытии на УМЗ-подложке выше в сравнении с КЗ-образцом. Это может быть связано с более высокой пористостью покрытия УМЗ-образца (в 1,7 раза). Система пор образует большую площадь поверхности для осаждения Са-, Р-содержащих соединений. В работе [19] наблюдалась аналогичная закономерность увеличения количества Са-, Р-содержащих соединений при уменьшении размера зерна. Это объяснялось тем, что высокоэнергетические границы зерен являются подходящим местом для диффузии Са и Р элементов из-за увеличения кинетики химических реакций.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Анализ режимов плазменно-электролитического оксидирования показал, что получаемые покрытия являются достаточно плотными, с небольшой шероховатостью. Также стоит отметить пористую поверхность покрытия, которая подобна поверхности кости, что с точки зрения биосовместимости является положительным аспектом.

В режимах Р1 и Р2 покрытия имеют схожие характеристики по толщине, шероховатости и среднему размеру пор. Рентгенофазовый анализ также показал небольшие различия в количестве рутила и анатаза.

P2 является наименее энергоемким режимом при схожести параметров покрытий с другими режимами. Данный режим с точки зрения получения покрытий для медицины представляет большой интерес, поэтому он будет использован для дальнейших исследований.

Снижение температуры электролита (P3) практически не сказалось на таких параметрах, как толщина и шероховатость покрытия. Средний размер пор и пористость оказались немного ниже, чем режим P2, что связано с замедленной диффузией ионов в электролите. Так как получаемое по данному режиму покрытие имеет схожие характеристики, то излишнее охлаждение электролита нецелесообразно.

Повышенная концентрация электролита (режим P4) приводит к достаточно сильной неравномерности покрытия, о чем свидетельствует как повышенная шероховатость, так и разброс измерений. Основным недостатком данного режима – высокая вероятность получения сколотого покрытия, что недопустимо.

Увеличение частоты импульсного напряжения привело к увеличению среднего размера пор и общей пористости. Крупные поры благоприятны для приживаемости клеток. В то же время в режиме P5 сформирован более толстый по сравнению с режимами P1–P4 внутренний слой покрытия.

С точки зрения получения покрытий на изделиях сложной формы повышение частоты напряжения может дать более качественный результат – более равномерное покрытие на поверхности. Данный режим также стоит использовать для дальнейших исследований.

В режиме P6 был использован электролит с биодобавкой ацетата кальция. Использование модифицированного электролита привело к изменению всех параметров покрытия. Данное покрытие является очень равномерным и гладким, о чем свидетельствуют параметры толщины и шероховатости. Также оно самое пористое из всех полученных покрытий. Кроме того, сильно изменился его состав – наличие биосовместимых веществ: перовскита и гидроксипапата. Это может способствовать активному восстановлению костной ткани организма после переломов. Данный режим является

перспективным и будет исследоваться как биосовместимое ПЭО-покрытие на УМЗ-титане Grade 4.

Сравнение ПЭО-покрытий на КЗ и УМЗ-титане в различных режимах показало, что размер зерна оказывает влияние на равномерность покрытия, пористость и шероховатость поверхности. При разработке программы управления технологическим процессом ПЭО для обеспечения заданных свойств покрытий медицинских имплантатов необходимо учитывать параметры зеренной структуры материала изделия.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Muller M. E., Perren S. M., Allgower M. Manual of internal fixation: techniques recommended by the AO-ASIF Group. New York: Springer-Verlag, 1991. 750 p. [M. E. Muller, S. M. Perren, M. Allgower, *Manual of internal fixation: techniques recommended by the AO-ASIF Group*. New York: Springer-Verlag, 1991.]
2. Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review / M. Geetha, et al. // *Progress in materials Science*. 2009. Vol. 54. Pp. 397-425. [M. Geetha, et al., “Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review”, in *Progress in materials Science*, 2009, vol. 54, pp. 397-425.]
3. Figueiredo R. B., Langdon T. G. Fabricating ultrafine-grained materials through the application of severe plastic deformation: A review of developments in Brazil // *Journal of Materials Research and Technology*. 2009. Vol. 1 (1). Pp. 55-62. [R. B. Figueiredo, T. G. Langdon, “Fabricating ultrafine-grained materials through the application of severe plastic deformation: A review of developments in Brazil”, in *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 1 (1), pp. 55-62, 2009.]
4. Estrin Y., Vinogradov A. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science // *Acta Materialia*. 2013. Vol. 61 (3). Pp. 782-817. [Y. Estrin, A. Vinogradov, “Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science”, in *Acta Materialia*, vol. 61 (3), pp. 782-817, 2013.]
5. Nanostructured titanium for biomedical applications / R. Z. Valiev, et al. // *Advanced Engineering Materials*. 2008. Vol. 10 (8). Pp. B15-7. [R. Z. Valiev, et al., “Nanostructured titanium for biomedical applications”, in *Advanced Engineering Materials*, vol. 10 (8), pp. B15-7, 2008.]
6. Nanostructured commercially pure titanium for development of miniaturized biomedical implants / R. Z. Valiev, et al. // *Titanium in Medical and Dental Applications*, F. H. Froes and M. Qian, Editors. Woodhead Publishing, 2018. Pp. 393-417. [R. Z. Valiev, et al., “Nanostructured commercially pure titanium for development of miniaturized biomedical implants”, in *Titanium in Medical and Dental Applications*, 2018, pp. 393-417.]
7. Niinomi M. Biologically and mechanically biocompatible titanium alloys // *Materials Transactions*. 2008. Vol. 49 (10). Pp. 2170-2178. [M. Niinomi, “Biologically and mechanically biocompatible titanium alloys”, in *Materials Transactions*, vol. 49 (10), pp. 2170-2178, 2008.]

8. **Plasma** electrolytic oxidation (PEO) for production of anodised coatings on lightweight metal (Al, Mg, Ti) alloys / F. C. Walsh, et al. // *Transactions of the Institute of Metal Finishing*. 2009. Vol. 87 (3). Pp. 122-135. [F. C. Walsh, et al., "Plasma electrolytic oxidation (PEO) for production of anodised coatings on lightweight metal (Al, Mg, Ti) alloys", in *Transactions of the Institute of Metal Finishing*, vol. 87 (3), pp. 122-135, 2009.]

9. **PEO-generated** Surfaces Support Attachment and Growth of Cells In Vitro with No Additional Benefit for Micro-roughness in Sa (0.2-4 μm) / O. Jung, et al. // *In Vivo* (Athens, Greece). 2016. Vol. 30 (1). Pp. 27-33. [O. Jung, et al., "PEO-generated Surfaces Support Attachment and Growth of Cells In Vitro with No Additional Benefit for Micro-roughness in Sa (0.2-4 μm)", in *In Vivo*, vol. 30 (1), pp. 27-33, 2016.]

10. **Исследование** режимов формирования покрытий методом плазменно-электролитического оксидирования на титане Grade 4 / А. Г. Стоцкий [и др.] // *Вестник УГАТУ*. 2019. Т. 23, № 4 (86). С. 57-64. [A. G. Stotskiy, et al., "Research of regimes of applying coats by the method of plasma electrolytic oxidation on titanium Grade 4", (in Russian), in *Vestnik UGATU*, vol. 23, no. 4 (86), pp. 57-64, 2019.]

11. **Автоматизированная** технологическая установка для исследования электролитно-плазменных процессов / Е. В. Парфенов [и др.] // *Вестник УГАТУ*. 2016. Т. 20, № 4 (74). С. 23-31 [E. V. Parfenov, et al., "Automated technological equipment for research into electrolytic plasma processes", (in Russian), in *Vestnik UGATU*, vol. 20, no. 4 (74), pp. 23-31, 2016.]

12. **Электролитно-плазменная** обработка: моделирование, диагностика, управление: монография / Е. В. Парфенов [и др.]. М.: Машиностроение, 2014. 380 с. [E. V. Parfenov, et al., *Electrolyte-plasma processing: modeling, diagnostics, control*, (in Russian). М.: Mashinostroenie, 2014.]

13. **Yerokhin A., Parfenov E. V., Matthews A.** In situ impedance spectroscopy of the plasma electrolytic oxidation process for deposition of Ca- and P-containing coatings on Ti // *Surface & Coatings Technology*. 2016. Vol. 301. Pp. 54-62. [A. Yerokhin, E. V. Parfenov, A. Matthews, "In situ impedance spectroscopy of the plasma electrolytic oxidation process for deposition of Ca- and P-containing coatings on Ti", in *Surface & Coatings Technology*, vol. 301, pp. 54-62, 2016.]

14. **In vitro** and in vivo evaluation of PEO-modified titanium for bone implant applications / A. Santos-Coquillat, et al. // *Surface and Coatings Technology*. 2018. Vol. 347. Pp. 358-368. [A. Santos-Coquillat, et al., "In vitro and in vivo evaluation of PEO-modified titanium for bone implant applications", in *Surface and Coatings Technology*, vol. 347, pp. 358-368, 2018.]

15. **Antibacterial** photocatalytic activity of different crystalline TiO_2 phases in oral multispecies biofilm / H. N. Pantaroto, et al. // *Dental Materials*. 2018. Vol. 34 (7). Pp. 182-195. [H. N. Pantaroto, et al., "Antibacterial photocatalytic activity of different crystalline TiO_2 phases in oral multispecies biofilm", in *Dental Materials*, vol. 34 (7), pp. 182-195, 2018.]

16. **Буланов Е. Н.** Получение и исследование наноструктурированных биосовместимых материалов на основе гидроксиапатита: учебно-методическое пособие. Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2012. 103 с. [E. N. Bulanov, *Obtaining and research of nano-structured biocompatible materials based on hydroxyapatite*, (in Russian). Nizhny Novgorod: Nizhegorodskij gosuniversitet, 2012.]

17. **Процессы** и технологии получения наноразмерных порошков и наноструктурированных материалов / И. А. Батаев [и др.]. Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2017. 283 с. [I. A. Bataev, et al., *Processes and technologies for producing nanosized powders and nanostructured materials*, (in Russian). Novosibirsk: NGTU, 2017. 283 p.]

18. **Hydroxyapatite** coating deposited on grade 4 titanium by plasma electrolytic oxidation / C. A. Ant6nio, et al. // *Materials Research*. 2014. Vol. 17. Pp. 1427-1433. [C. A. Ant6nio, et al., "Hydroxyapatite coating deposited on grade 4 titanium by plasma electrolytic oxidation", in *Materials Research*, vol. 17, pp. 1427-1433, 2014.]

19. **Surface** modification of severe plastically deformed ultrafine grained pure titanium by plasma electrolytic oxidation / F. Reshadi, et al. // *Surface & Coatings Technology*. 2017. Vol. 316. Pp. 113-121. [F. Reshadi, et al., "Surface modification of severe plastically deformed ultrafine grained pure titanium by plasma electrolytic oxidation", in *Surface & Coatings Technology*, vol. 316, pp. 113-121, 2017.]

ОБ АВТОРАХ

СТОЦКИЙ Андрей Геннадиевич, инженер НИИ ФПМ УГАТУ. Дипл. магистр по направл. «Механика и мат. моделир.» (СПбГУ, 2018). Иссл. в обл. обработки титановых сплавов.

МУКАЕВА Вета Робертовна, ст. науч. сотрудник каф. теор. основ электротехн. Дипл. магистр в обл. инф.-измерит. техники и технологий (УГАТУ, 2011). Канд. техн. наук по автомат. и упр. технол. проц. и произв. (УГАТУ, 2014). Иссл. в обл. диагностики и моделирования технол. процессов.

ФАРРАХОВ Рузиль Галиевич, доц. каф. теор. основ электротехн. Дипл. инженер-механик (УГИС, 2004). Канд. техн. наук по информ.-измерит. и управл. системам (Астраханск. гос. ун-т, 2007). Иссл. в обл. электротехнол. процессов.

РААБ Арсений Георгиевич, науч. сотрудник Института физики перспективных материалов УГАТУ. Дипл. магистра по направлению «Технологические машины и оборудование» (УГАТУ, 2008). Канд. техн. наук по спец. «Обработка металлов давлением» (МГТУ им. Носова, 2018). Иссл. в обл. обработки металлов давлением, методов интенсивной обработки металлов.

ПАРФЕНОВ Евгений Владимирович, проф. каф. теор. основ электротехн. Дипл. инж. по пром. электронике (УГАТУ, 1997). Д-р техн. наук по автомат. и упр. технол. проц. и произв. (УГАТУ, 2012). Иссл. в обл. управления технол. процессами электролитно-плазменной обработки.

METADATA

Title: Research of plasma electrolytic coatings on ultrafine-grained titanium Grade 4.

Authors: A. G. Stotskiy¹, V. R. Mukaeva², R. G. Farrakhov³, A. G. Raab⁴, E. V. Parfenov⁵

Affiliation:

Ufa State Aviation Technical University (UGATU), Russia.

Email: ¹stockii_andrei@mail.ru, ²veta_mr@mail.ru, ³frg1982@mail.ru, ⁴agraab@mail.ru, ⁵evparfenov@mail.ru

Language: Russian.

Source: Vestnik UGATU (scientific journal of Ufa State Aviation Technical University), vol. 24, no. 3 (89), pp. 36-44, 2020. ISSN 2225-2789 (Online), ISSN 1992-6502 (Print).

Abstract: The paper discusses experimental study for the coatings formed by plasma electrolytic oxidation (PEO) on ultrafine-grained titanium Grade 4 samples. The influence of technological parameters: treatment time, frequency of the voltage pulses, temperature, concentration and composition of the electrolyte was evaluated with respect to the properties of the PEO coating. The morphology and phase composition of the coating were investigated. Proposed PEO regimes allowing to obtain the most promising coatings for titanium implants were identified. A comparison of the results obtained on ultrafine-grained and coarse-grained substrates was also given.

Key words: plasma electrolytic oxidation; ultrafine-grained titanium; biocompatible coatings; implants.

About authors:

STOTSKIY, Andrey Gennadievich, Engineer, Institute of Physics of Advanced Materials, MSc. in Mechanics and Mat. Model. (SPbSU, 2018).

MUKAEVA, Veta Robertovna, Senior researcher, Dept. of Theoretical Basis of Electrical Engineering. MSc. in information measurement technics and technology (USATU, 2011). PhD. in Tech. Sci. (USATU, 2014).

FARRAKHOV, Ruzil Galievich, Associate Prof., Dept. of Theoretical Basis of Electrical Engineering. Dipl. Engineer-mechanic (UGIS, 2004). PhD. in Tech. Sci. (Astrakhan State University, 2007).

RAAB, Arseniy Georgievich, Researcher, Institute of Physics of Advanced Materials USATU. Dipl. Master's degree in Technological Machines and Equipment (USATU, 2008). PhD in Tech. Sci. for special. Metal forming (MSTU named Nosov, 2018).

PARFENOV, Evgeny Vladimirovich, Prof., Dept. of Theoretical Basis of Electrical Engineering. Dipl. Eng. in Industrial Electronics (USATU, 1997). DSc. in Tech. Sci. (USATU, 2012).