

ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) ВУ (11) 24651

(13) С1

(45) 2025.07.20

(51) МПК

C 25D 11/30 (2006.01)

A 61L 27/04 (2006.01)

A 61L 27/56 (2006.01)

F 61L 27/58 (2006.01)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЗАЩИТНЫХ БИОСОВМЕСТИМЫХ
КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА СПЛАВЕ МАГНИЯ WE43

(21) Номер заявки: а 20230335

(22) 2023.12.21

(71) Заявитель: Учреждение образования
"Белорусский государственный техно-
логический университет" (ВУ)

(72) Авторы: Пospelов Андрей Влади-
мирович; Касач Александр Алек-
сандрович; Курило Ирина Иоси-
фовна; Цыганов Александр Риммо-
вич (ВУ)

(73) Патентообладатель: Учреждение обра-
зования "Белорусский государственный
технологический университет"
(ВУ)

(56) ПОСПЕЛОВ А.В. и др. Защитные био-
резорбируемые покрытия на сплаве
магния WE43 на основе полилактида.
Нефтегазохимия - 2022: Материалы
V Международного научно-техни-
ческого форума по химическим техно-
логиям и нефтегазопереработке.
Минск: БГТУ, 2022, с. 98-101.
US 2013/0150978 A1.
RU 2785579 C1, 2022.
WO 2017/051356 A1.
WO 02/068358 A1.
RU 2686747 C1, 2019.
US 2011/0033540 A1.
EA 019109 B1, 2014.

(57)

Способ получения защитных биосовместимых композиционных покрытий на сплаве магния WE43, при котором проводят плазменно-электролитическое оксидирование поверхности сплава в водном растворе электролита, содержащем пирофосфат натрия в количестве 10 г/дм³ и гидроксид натрия в количестве 1 г/дм³, в импульсном режиме при скважности импульсов 2, частоте 2 Гц и анодной плотности тока импульса 20-40 А/дм³ в течение 450 с, ее термическую обработку при температуре 100-110 °С в течение 10-20 мин с получением плотного мелкопористого покрытия, после чего наносят слой биосовместимого биорезорбируемого полимера методом однократного окунания в 5%-ный раствор полилактида и осуществляют сушку полученного покрытия при температуре 18-22 °С в течение часа.

Изобретение относится к обработке сплавов магния, а именно к нанесению композиционных покрытий, формируемых сочетанием плазменно-электролитического оксидирования и нанесения биосовместимого полимера, и может быть применено в медицине для изготовления биорезорбируемых ортопедических имплантатов.

Магниевого сплавы являются незаменимыми при изготовлении биорезорбируемых ортопедических имплантатов, так как в слабокислой среде человеческого организма, содержащей хлорид-ионы, магний постепенно замещается продуктами остеогенеза - натуральной костной тканью. При этом магний проявляет хорошую биологическую совместимость, а продукты растворения имплантата не являются токсичными для организма и не вызывают нежелательных негативных последствий (токсикоз, аллергические реакции, опухоли и т. д.). Однако без дополнительной обработки магний и его сплавы в биологических средах подвергаются быстрой коррозии, которая протекает с водородной деполяризацией и может приводить к нарушению механической целостности имплантата до того, как произойдет восстановление костной ткани. Основными подходами для снижения скорости биодеградации магния являются легирование и нанесение на его поверхность функциональных покрытий.

Наиболее эффективным методом модификации поверхности магниевых сплавов и защиты их от коррозии является химическое или электрохимическое оксидирование.

Известен способ формирования защитных покрытий на магниевых сплавах [1], основанный на применении плазменно-электролитического оксидирования (ПЭО) в электролите, содержащем силикат натрия в концентрации от 12 до 30 г/л и фторид натрия в концентрации от 5 до 10 г/л. Процесс осуществляется в биполярном режиме с определенным соотношением периодов анодной и катодной поляризации. Напряжение изменяется в диапазоне от 0 до 250-300 В со скоростью 0,25-0,28 В/с, а плотность тока составляет 0,5-1,0 А/см² при анодной поляризации изделия и постоянном напряжении 25-30 В при катодной поляризации изделия в течение 8-20 мин. Однако защитные свойства покрытия, полученного данным способом, существенно снижаются при его эксплуатации в коррозионно-активных средах, что объясняется диффузией агрессивных ионов в порах покрытия к металлической подложке, приводящей к образованию микродефектов и развитию локальной коррозии сплава.

Таким образом, данный способ не обеспечивает достаточно длительного срока службы разработанных антикоррозионных покрытий.

Известен способ получения защитного покрытия для магния и его сплавов [2], включающий три этапа. На первом этапе формируется первичное покрытие толщиной не менее 15 мкм на подложке методом микродугового оксидирования (МДО) в водном электролите, содержащем от 10 до 40 г/л метасиликатов щелочных металлов, от 2 до 10 г/л фторидов щелочных металлов и от 3 до 15 г/л гидроксидов щелочных металлов. Процесс выполняется с использованием импульсного тока с амплитудой 400-450 В и длительностью импульсов 250-350 мкс. На втором этапе осуществляется первое химическое травление покрытия в водном растворе, содержащем от 0,5 до 1,5 моль/л фосфорной кислоты и от 0,5 до 1,5 моль/л фтороводорода или фторида. Затем формируется вторичное покрытие на подложке с использованием электролита и режима МДО первого этапа, после чего проводится второе химическое травление покрытия в водном растворе первого травления. На третьем этапе применяется электролит и режим МДО первого этапа для формирования финишного наноструктурного неметаллического неорганического защитного покрытия. Недостатками данного метода являются его многостадийность и сложность, что может ограничивать его масштабное применение.

Известен способ получения на магнии защитного покрытия [3], основанный на методе микродугового оксидирования в моделирующей жидкости организма фосфатном электролите (Na₃PO₄), дополнительно содержащем 0,5-10,0 г/л мелкодисперсного (до 1 мкм) порошка диоксида кремния SiO₂, в результате которого формируются покрытия, включающие в себя оксид магния, фосфат магния, силикат магния в форме форстерита и/или метасиликата магния, а также высокопрочную фазу силиката магния в виде вадслеита, общее содержание которых составляет от 1 до 40 %.

Защитное покрытие, предложенное в данном изобретении, характеризуется наличием четырех основных фаз, образующихся в процессе микродугового оксидирования. Каждая из этих фаз при формировании вызывает внутренние напряжения, что приводит к образованию микротрещин и других дефектов в структуре покрытия. В процессе эксплуатации покрытий, полученных с использованием данного метода, в коррозионно-активной среде, содержащей хлорид-ионы, последние проникают в образовавшиеся микротрещины и взаимодействуют с металлической подложкой, что способствует развитию локальных видов коррозии сплавов магния.

Предложен способ получения на сплавах магния защитного покрытия [4], который включает в себя плазменно-электролитическое оксидирование (ПЭО) поверхности сплава в водном электролите, содержащем силикат натрия и фторид натрия. После этого сплав с полученным ПЭО-покрытием выдерживают при комнатной температуре в течение 100-120 мин в растворе 8-оксихинолина C_9H_7NO . Данный раствор получается путем растворения 8-оксихинолина в воде при нагревании до 90 °С с добавлением NaOH до достижения значения pH 12,0-12,5. Завершающим этапом является термическая обработка полученного покрытия при температуре 140-150 °С в течение 100-120 мин. Основными недостатками данного метода являются высокая трудоемкость и значительные энергозатраты.

Наиболее близким к заявляемому является способ нанесения полимерной пленки поливинилиденфторида на поверхность сплавов магния с использованием плазменно-электролитического оксидирования [5]. Технический результат достигается путем проведения процесса в биполярном потенциодинамическом режиме с использованием электролита, содержащего силикат натрия и фторид натрия. Напряжение поддерживается в диапазоне от 30 до 260-270 В со скоростью возрастания 16-18 В/мин при анодной поляризации образца и -(30-50) В при его катодной поляризации.

Нанесение полимерной пленки осуществляется погружением образца в раствор поливинилиденфторида в N-метил-2-пирролидоне в течение 10-15 с, с последующей термической обработкой при температуре 70-110 °С в течение 3-5 ч. Оптимальные характеристики покрытия достигаются при трехкратном погружении в раствор поливинилиденфторида, каждое из которых сопровождается термообработкой.

Недостатком данного способа является энергозатратность и продолжительность термообработки, которая составляет 3-5 ч после каждого погружения в раствор фторполимера. Кроме того, несмотря на биосовместимость поливинилиденфторида, он отличается высокой химической инертностью, в том числе и в биологических жидкостях организма, что делает его непригодным для использования в качестве материала для изготовления биоразлагаемых имплантатов.

Задачей изобретения является разработка способа получения защитных биосовместимых композиционных покрытий на сплаве магния WE43, обеспечивающих повышение антикоррозионных свойств, контролируемую биодеградацию в биологических средах и пригодных для использования в качестве материалов медицинского назначения.

Технический результат заключается в получении защитных биосовместимых композиционных покрытий на магниевом сплаве WE43, обеспечивающих повышение антикоррозионных свойств, контролируемую биодеградацию в биологических средах и пригодных для использования в качестве биоразлагаемых материалов медицинского назначения.

Технический результат предлагаемого способа заключается в повышении биосовместимости и антикоррозионных свойств материалов на основе магниевых сплавов WE43, обеспечивающих их контролируемую резорбцию в имитирующих среду костной ткани биологических средах (растворе Хэнкса).

Указанный технический результат достигается способом получения защитных покрытий на сплаве магния WE43, включающим плазменно-электролитическое оксидирование (ПЭО) поверхности сплава и последующее нанесение полимерного полилактидного по-

крытия. Согласно изобретению, ПЭО магниевого сплава WE43 осуществляют в водном растворе электролита, содержащем пиррофосфат натрия в количестве 10 г/дм^3 и гидроксид натрия в количестве 1 г/дм^3 , в импульсном режиме при скважности импульсов 2, частоте 2 Гц и анодной плотности тока импульса $20\text{--}40 \text{ А/дм}^2$ в течение 450 с. После этого проводят термическую обработку образцов при температуре $100\text{--}110^\circ\text{C}$ в течение 10–20 мин для получения плотного мелкопористого покрытия. Формирование полимерного покрытия осуществляют методом однократного окунания магниевого сплава с ПЭО-покрытием в 5%-ный раствор полилактида в хлороформе. Сушку образцов с нанесенным полимерным покрытием проводят в течение часа при температуре $18\text{--}22^\circ\text{C}$.

Способ осуществляют следующим образом.

Электролит для ПЭО, содержащий 10 г/дм^3 пиррофосфата натрия ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) и 1 г/дм^3 гидроксида натрия (NaOH), приготовленный путем последовательного растворения компонентов в дистиллированной воде, помещали в электролитическую ванну. В процессе окислирования температуру электролита поддерживали в пределах $25 \pm 2^\circ\text{C}$. В качестве катода использовали нержавеющую сталь марки X18H9T. Плазменно-электролитическую обработку поверхности предварительно подготовленной подложки из сплава магния WE43 осуществляют при анодной поляризации в импульсном режиме при скважности импульсов 2 и частоте 2 Гц. Анодная плотность тока импульса составляет $20\text{--}40 \text{ А/дм}^2$, длительность обработки – 450 с.

ПЭО сплава WE43 протекает в три стадии: образование изолирующего слоя на поверхности магневой подложки, приводящее к резкому увеличению напряжения; пробой изолирующего слоя, сопровождающийся плавным увеличением напряжения и образованием многочисленных микроискровых разрядов по всей поверхности электрода (микродуговой режим ПЭО); стабилизация напряжения, образование крупных одиночных разрядов (дуговой режим ПЭО). Для получения плотного мелкопористого покрытия после ПЭО образцы подвергали термической обработке при температуре $100\text{--}110^\circ\text{C}$ в течение 10–20 мин.

В результате ПЭО на магневом сплаве WE43 формируется плотное покрытие светло-серого цвета толщиной 20–25 мкм, характеризующееся равномерно распределенными по поверхности мелкими порами. По данным рентгенофазового анализа в состав ПЭО-покрытия входят фазы MgO и $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$.

Формирование полимерного покрытия на поверхности магниевого сплава WE43 после ПЭО-обработки проводили методом их однократного окунания в 5%-ный раствор полилактида в хлороформе.

Сушку образцов с нанесенным полимерным покрытием проводили в течение часа при температуре $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

Плотность тока коррозии исходного образца сплава WE43 в растворе Хэнка составляет $3,2 \cdot 10^{-5} \text{ А/см}^2$. Полученное на сплаве WE43 защитное биосовместимое покрытие способствует уменьшению скорости коррозии образца в растворе Хэнка на 3 порядка, что обусловлено образованием структурированного покрытия, ограничивающего контакт металла подложки с электролитом.

Сущность изобретения поясняется следующими примерами.

Пример 1.

Образцы сплава магния WE43 (Y – 4,1 мас. %; Nd – 2,2 мас. %; Zr – 0,4 мас. %) размером $20 \times 20 \times 5 \text{ мм}$ подвергали предварительной подготовке, включающей: механическое шлифование в среде этилового спирта (96 %) наждачной бумагой различной зернистости (P800–P2000); ультразвуковую очистку и обезжиривание в 96%-ном этаноле в течение 5 мин. Генератором ультразвуковых колебаний служил гомогенизатор ультразвуковой UP 200 Ht.

Подготовленные пластины из сплава магния WE43 помещали в электролитическую ванну с водным раствором электролита, содержащим 10 г/дм^3 пиррофосфата натрия

($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) марки "чда" и 1 г/дм^3 гидроксида натрия (NaOH) марки "хч". В процессе оксидирования температуру электролита поддерживали в пределах $25 \pm 2^\circ\text{C}$ с помощью помещенного непосредственно в электролитическую ванну теплообменника, выполненного в виде змеевика из нержавеющей стали и охлаждаемого проточной водой. Источником тока служил компьютеризированный источник питания с регулируемой формой поляризующего сигнала. В качестве катода использовали нержавеющую сталь марки X18H9T.

Плазменно-электролитическую обработку поверхности сплава магния WE43 осуществляли при анодной поляризации в импульсном режиме при скважности импульсов 2 и частоте 2 Гц; длительность обработки составляла 450 с, анодная плотность тока импульса - 20 А/дм^2 . После ПЭО образцы подвергали термической обработке при температуре $100\text{-}110^\circ\text{C}$ в течение 10-20 мин.

В результате плазменно-электролитической и последующей термической обработки магниевое сплава WE43 в предлагаемом режиме на его поверхности сформировалось плотное покрытие светло-серого цвета толщиной 20 мкм, характеризующееся равномерно распределенными по поверхности образца мелкими порами диаметром $1,9\text{-}2,3 \text{ мкм}$.

Фазовый состав поверхности устанавливали при помощи дифрактометра D8 Advance (Bruker AXS, Германия). Материал анода - Cu ($K \alpha$ -1,5406 Å). Регистрация дифрактограмм проводилась в диапазоне 2θ от 5 до 80° при шаге сканирования $0,05^\circ/\text{с}$. Идентификация фаз проводилась с помощью программного обеспечения Match по положению и относительной интенсивности полученных пиков с использованием эталонной базы дифракционных данных COD (Crystallography Open Database). Фазовый состав покрытий, сформированных в процессе ПЭО-обработки магниевое сплава при анодной плотности тока импульса 20 А/дм^2 , представлен MgO и $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$ в соотношении 11 % и 89 %.

Формирование полимерного покрытия на поверхности образцов магниевое сплава после ПЭО-обработки проводили методом их однократного окунания в 5%-ный раствор полилактида в хлороформе. Сушку образцов с нанесенным полимерным покрытием проводили на открытом воздухе в течение часа при температуре $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

Электрохимические исследования коррозии полученных покрытий проводили на потенциостате/гальваностате Autolab PGNST 302N в трехэлектродной ячейке с нижним креплением рабочего электрода. Коррозионной средой служил имитирующий среду костной ткани раствор Хэнка (pH 7,4) следующего состава, г/дм^3 : NaCl - 8; KCl - 0,2; CaCl_2 - 0,14; $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ - 0,1; $\text{MgCl}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ - 0,10; $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ - 0,06; KH_2PO_4 - 0,06; NaHCO_3 - 0,35. Активная площадь рабочего электрода составляла 1 см^2 . В качестве электрода сравнения использовали насыщенный хлоридсеребряный электрод, а противоиэлектрода - платиновую проволоку. Поляризационные кривые снимали в диапазоне потенциалов от -200 до $+500 \text{ мВ}$ относительно стационарного потенциала при линейной скорости развертки потенциала $0,001 \text{ В/с}$. Время установления стационарного потенциала - 30 мин. Токи коррозии рассчитывали по пересечению прямолинейных тафелевских участков катодных и анодных кривых при поляризации более $\pm 50 \text{ мВ}$.

Установленное значение плотности тока коррозии для полученного композиционного ПЭО/полилактидного покрытия составило $5,8 \cdot 10^{-8} \text{ А/см}^2$, что в $\approx 5,5 \cdot 10^2$ раза меньше значения этого параметра ($3,2 \cdot 10^{-5} \text{ А/см}^2$) для образца сплава WE43 без покрытия.

Пример 2.

Образцы сплава магния WE43 (Y - 4,1 мас. %; Nd - 2,2 мас. %; Zr - 0,4 мас. %) размером $20 \times 20 \times 5 \text{ мм}$ подвергали предварительной подготовке, включающей: механическое шлифование в среде этилового спирта (96 %) наждачной бумагой различной зернистости (P800-P2000); ультразвуковую очистку и обезжиривание в 96%-ном этаноле в течение 5 мин. Генератором ультразвуковых колебаний служил гомогенизатор ультразвуковой UP 200 Ht.

Подготовленные пластины из сплава магния WE43 помещали в электролитическую ванну с водным раствором электролита, содержащим 10 г/дм^3 пирофосфата натрия

($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) марки "чда" и 1 г/дм^3 гидроксида натрия (NaOH) марки "хч". В процессе оксидирования температуру электролита поддерживали в пределах $25 \pm 2^\circ\text{C}$ с помощью помещенного непосредственно в электролитическую ванну теплообменника, выполненного в виде змеевика из нержавеющей стали и охлаждаемого проточной водой. Источником тока служил компьютеризированный источник питания с регулируемой формой поляризующего сигнала. В качестве катода использовали нержавеющую сталь марки X18H9T.

Плазменно-электролитическую обработку поверхности сплава магния WE43 осуществляли при анодной поляризации в импульсном режиме при скважности импульсов 2 и частоте 2 Гц; длительность обработки составляла 450 с, анодная плотность тока импульса - 30 А/дм^2 . После ПЭО образцы подвергали термической обработке при температуре $100\text{-}110^\circ\text{C}$ в течение 10-20 мин.

В результате плазменно-электролитической и термической обработки подложки из магниевых сплава WE43 в предлагаемом режиме на его поверхности сформировалось плотное покрытие светло-серого цвета толщиной 22 мкм, характеризующееся равномерно распределенными по поверхности мелкими порами диаметром 2,0-2,4 мкм.

Фазовый состав полученных образцов устанавливали при помощи дифрактометра D8 Advance (Bruker AXS, Германия). Материал анода - Cu ($K \alpha$ -1,5406 Å). Регистрация дифрактограмм проводилась в диапазоне 2θ от 5 до 80° при шаге сканирования $0,05^\circ/\text{с}$. Идентификация фаз проводилась с помощью программного обеспечения Match по положению и относительной интенсивности полученных пиков с использованием эталонной базы дифракционных данных COD (Crystallography Open Database).

Фазовый состав покрытий, сформированных в процессе ПЭО-обработки при анодной плотности тока импульса 30 А/дм^2 , представлен MgO и $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$ в соотношении 32,5 % и 67,5 %.

Формирование полимерного покрытия на поверхности образцов магниевых сплава WE43 после ПЭО-обработки проводили методом их однократного окунания в 5%-ный раствор полилактида в хлороформе. Сушку образцов с нанесенным полимерным покрытием проводили на открытом воздухе в течение часа при температуре $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

Электрохимические исследования коррозии полученных покрытий проводили на потенциостате/гальваностате Autolab PGNST 302N в трехэлектродной ячейке с нижним креплением рабочего электрода. Коррозионной средой служил раствор Хэнка (pH 7,4) следующего состава, г/дм^3 : NaCl - 8; KCl - 0,2; CaCl_2 - 0,14; $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ - 0,1; $\text{MgCl}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ - 0,10; $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ - 0,06; KH_2PO_4 - 0,06; NaHCO_3 - 0,35. Активная площадь рабочего электрода составляла 1 см^2 . В качестве электрода сравнения использовали насыщенный хлоридсеребряный электрод, а противоиэлектрода - платиновую проволоку. Поляризационные кривые снимали в диапазоне потенциалов от -200 до $+500 \text{ мВ}$ относительно стационарного потенциала при линейной скорости развертки потенциала $0,001 \text{ В/с}$. Время установления стационарного потенциала - 30 мин. Токи коррозии рассчитывали по пересечению прямолинейных тафелевских участков катодных и анодных кривых при поляризации более $\pm 50 \text{ мВ}$.

Установленное значение плотности тока коррозии для полученного композиционного ПЭО/полилактидного покрытия составило $2,5 \cdot 10^{-8} \text{ А/см}^2$, что в $\approx 1,3 \cdot 10^3$ раза меньше значения этого параметра ($3,2 \cdot 10^{-5} \text{ А/см}^2$) для образца сплава WE43 без покрытия.

Пример 3.

Образцы сплава магния WE43 (Y - 4,1 мас. %; Nd - 2,2 мас. %; Zr - 0,4 мас. %) размером $20 \times 20 \times 5 \text{ мм}$ подвергали предварительной подготовке, включающей: механическое шлифование в среде этилового спирта (96 %) наждачной бумагой различной зернистости (P800-P2000); ультразвуковую очистку и обезжиривание в 96%-ном этаноле в течение 5 мин. Генератором ультразвуковых колебаний служил гомогенизатор ультразвуковой UP 200 Ht.

Подготовленные пластины из сплава магния WE43 помещали в электролитическую ванну с водным раствором электролита, содержащим 10 г/дм³ пирофосфата натрия (Na₄P₂O₇) марки "чда" и 1 г/дм³ гидроксида натрия (NaOH) марки "хч". В процессе оксидирования температуру электролита поддерживали в пределах 25 ± 2 °С с помощью помещенного непосредственно в электролитическую ванну теплообменника, выполненного в виде змеевика из нержавеющей стали и охлаждаемого проточной водой. Источником тока служил компьютеризированный источник питания с регулируемой формой поляризующего сигнала. В качестве катода использовали нержавеющую сталь марки X18H9T.

Плазменно-электролитическую обработку поверхности сплава магния WE43 осуществляли при анодной поляризации в импульсном режиме при скважности импульсов 2 и частоте 2 Гц; длительность обработки составляла 450 с, анодная плотность тока импульса - 40 А/дм². После этого образцы подвергали термической обработке при температуре 100-110 °С в течение 10-20 мин.

В результате плазменно-электролитической обработки и термической обработки подложки из магниевых сплава WE43 в предлагаемом режиме на его поверхности сформировалось плотное покрытие светло-серого цвета толщиной 25 мкм, характеризующееся равномерно распределенными по поверхности мелкими порами диаметром 2,5-2,9 мкм.

Фазовый состав полученных образцов устанавливали при помощи дифрактометра D8 Advance (Bruker AXS, Германия). Материал анода - Cu (K α-1,5406 Å). Регистрация дифрактограмм проводилась в диапазоне 2θ от 5 до 80° при шаге сканирования 0,05°/с. Идентификация фаз проводилась с помощью программного обеспечения Match по положению и относительной интенсивности полученных пиков с использованием эталонной базы дифракционных данных COD (Crystallography Open Database).

Фазовый состав покрытий, сформированных в процессе ПЭО-обработки при анодной плотности тока импульса 40 А/дм², представлен MgO и Mg₃(PO₄)₂ в соотношении 36,7 % и 63,3 %.

Формирование полимерного покрытия на поверхности образцов магниевых сплава WE43 после ПЭО-обработки проводили методом их однократного окунания в 5%-ный раствор полилактида в хлороформе. Сушку образцов с нанесенным полимерным покрытием проводили в течение часа на открытом воздухе при температуре 20 ± 2 °С.

Электрохимические исследования коррозии полученных покрытий проводили на потенциостате/гальваностате Autolab PGST 302N в трехэлектродной ячейке с нижним креплением рабочего электрода. Коррозионной средой служил раствор Хэнка (pH 7,4) следующего состава, г/дм³: NaCl - 8; KCl - 0,2; CaCl₂ - 0,14; MgSO₄·7H₂O - 0,1; MgCl₂·7H₂O - 0,10; Na₂HPO₄·2H₂O - 0,06; KH₂PO₄ - 0,06; NaHCO₃ - 0,35. Активная площадь рабочего электрода составляла 1 см². В качестве электрода сравнения использовали насыщенный хлоридсеребряный электрод, а противоелектрода - платиновую проволоку. Поляризационные кривые снимали в диапазоне потенциалов от -200 до +500 мВ относительно стационарного потенциала при линейной скорости развертки потенциала 0,001 В/с. Время установления стационарного потенциала - 30 мин. Токи коррозии рассчитывали по пересечению прямолинейных тафелевских участков катодных и анодных кривых при поляризации более ±50 мВ.

Установленное значение плотности тока коррозии для полученного композиционного ПЭО/полилактидного покрытия составило 1,3·10⁻⁸ А/см², что в ≈2,5·10³ раза меньше значения этого параметра (3,2·10⁻⁵ А/см²) для образца сплава WE43 без покрытия.

Таким образом, предлагаемый способ позволяет получить биосовместимые защитные композиционные покрытия на магниевом сплаве WE43, обеспечивающие повышение антикоррозионных свойств, контролируемую биodeградацию в биологических средах и пригодные для использования в качестве биоразлагаемых материалов медицинского назначения.

BY 24651 C1 2025.07.20

Источники информации:

1. RU 2357016 C1.
2. RU 2620224 C2.
3. RU 2660746 C2.
4. RU 2543580 C1.
5. RU 2617088 C1.