

Федеральная целевая программа

«Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014—2020 годы»

Индустрия наносистем

Тема: Разработка прототипа технологических решений нанесения биологически совместимых наноструктурированных покрытий с заданными свойствами на основе металлов платиновой группы на материалы, применяемые при создании изделий и устройств медицинского назначения

Соглашение 14.604.21.0080
на период 2014 - 2016 гг.

Руководитель проекта: зав. лабораторией, д.х.н. Морозова Н.Б.

Получатель субсидии: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт неорганической химии им. А.В.Николаева Сибирского отделения Российской академии наук

Цели и задачи проекта

Актуальность выполняемого проекта связана с задачами организации производства электрофизиологических диагностических, электрохирургических электродов, которые не выпускаются в РФ в настоящее время, хотя потребность в них постоянно растет. При производстве медицинских приборов, содержащих платину, иридий или их сплав, как правило, используют объемные материалы. Замена объемного изделия из благородных металлов на более доступные, технологичные и дешевые материалы с нанесенным на них покрытием из благородного металла необходима для усовершенствования устройств, расширения функциональных характеристик, что в результате ведет к повышению их эффективности и удешевлению, а также к решению задачи импортозамещения. Цель проекта: разработка методик нанесения биологически совместимых наноструктурированных металлических (Ir, Pt) и композиционных (Ir-IrO₂, Pt_xIr_y) покрытий методом MOCVD (Metal-Organic Chemical Vapor Deposition, химическое осаждение из паровой фазы) с заданными электрофизиологическими свойствами на материалы, применяемые при создании изделий и устройств медицинского назначения: электрические полюса катодов и анодов электрофизиологических диагностических, электрохирургических и эндокардиальных электродов.

Ожидаемые результаты проекта

Основные результаты проекта: патентные исследования в соответствии с ГОСТ 15.011-96; модифицированные методики синтеза прекурсоров иридия и платины Ir(I, III), Pt(II, IV); опытные партии прекурсоров, методы синтеза в укрупненном масштабе (до 100 г), методы утилизации отходов благородных металлов; результаты исследования термодинамических характеристик прекурсоров иридия и платины в конденсированной и газовой фазах; изготовленный и протестированный макет MOCVD установки, комплект эскизной конструкторской документации на макет установки, техническая документация; образцы эндокардиальных электродов, изготовленные с применением полученных в рамках проекта покрытий с использованием макета MOCVD установки, результаты исследований характеристик указанных образцов электродов; проект ТЗ на ОКР по теме «Создание опытно-промышленной MOCVD установки по нанесению покрытий из благородных металлов». Результаты работы будут использованы для отработки и внедрения технологии нанесения покрытий из благородных металлов с заданными свойствами в условиях реального производства медицинских изделий на ООО «ЭЛЕСТИМ-КАРДИО», г. Москва. Одним из приоритетных направлений в области разработки медицинских приборов является топологическое уменьшение их размеров с сохранением функциональных характеристик. Возможность замены «объемного» материала (платины, иридия), применяемого в современных кардиохирургических устройствах, на пленочные системы необходимого состава и структуры ведет к уменьшению стоимости существующих устройств и созданию новых видов медицинской продукции. Метод MOCVD является одним из перспективных для осаждения слоев на основе платины и иридия на изделия сложной геометрии (катоды и аноды). Таким образом, разработка MOCVD процессов осаждения покрытий из благородных металлов на детали медицинских устройств соответствует мировому уровню и вызывает интерес, прежде всего у российских производителей.

Перспективы практического использования

Перспективы использования результатов проекта, прежде всего в области импортозамещения, заключаются в создании научной и методологической базы для дальнейшего внедрения индустриальным партнером российской технологии производства электрофизиологических диагностических и электрохирургических абляционных электродов, которые на данный момент не производятся в России. На основе результатов данного исследования российская медицинская промышленность сможет осуществить:

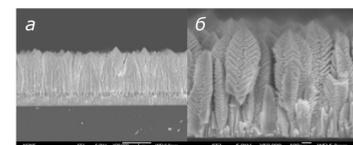
- улучшение потребительских свойств существующей продукции – эндокардиальных электродов для кардиостимуляции;
- создание новых материалов, на основе которых станет возможным разработка и производство новой продукции, такой, как диагностические электроды и электроды для радиочастотной абляции.

Результаты исследовательской работы, полученные в 2015 г.

Синтезирован ряд β-дикетонатных производных Ir(cod)(L) (L=acac, thd, tfac, ptac, btfac, hfac) и (CH₃)₃Pt(L)Py (L= acac, thd, tfac, ptac, hfac), впервые получены Ir(cod)(btfac) и (CH₃)₃Pt(ptac)Py, методом PCA установлены их кристаллохимические параметры. Методом ДСК для Ir(cod)(L) и (CH₃)₃Pt(acac)Py определены термодинамические параметры процесса плавления. Адиабатическим методом проведено исследование теплоемкости Ir(cod)(acac) при низких температурах. Методами тензиметрии измерены температурные зависимости давления насыщенного пара и вычислены параметры парообразования для Ir(cod)(L) и (CH₃)₃Pt(L)Py. Методом in situ высокотемпературной масс-спектрометрии исследованы процессы термораспада Ir(cod)(L) и (CH₃)₃Pt(acac)Py в вакууме и в присутствии водорода, установлены температурные интервалы разложения паров и основные продукты термораспада. С использованием Ir(acac)₃, Ir(cod)(acac), Ir(acac)(CO)₂, Pt(acac)₂ и (CH₃)₃Pt(acac)Py проведена серия MOCVD экспериментов по осаждению монометаллических Ir, Pt и композиционных Ir-IrO₂, Pt_xIr_y покрытий. Впервые проведены эксперименты по осаждению покрытий состава Pt_xIr_y-IrO₂. Исследованы характеристики слоев. В окислительной атмосфере получены однофазные покрытия IrO₂ из Ir(acac)₃, Ir из Ir(cod)(acac) и композиционные покрытия Ir-IrO₂ из Ir(acac)(CO)₂ с фрактально-подобной поверхностью, характеризующиеся максимальной величиной средней шероховатости (525 нм). С использованием Pt(acac)₂ и Ir(acac)₃ в окислительной атмосфере получены композиционные покрытия Pt_xIr_y-IrO₂. Проведены серии экспериментов по осаждению Pt_xIr_y слоев из комбинаций прекурсоров Pt(acac)₂ и Ir(acac)₃, Ir(acac)(CO)₂ и (CH₃)₃Pt(acac)Py с толщинами до 1 мкм. Разработана схема макета MOCVD установки. При выборе конструкции учтены особенности проведения процессов осаждения различными вариантами метода. Проведены разработка и изготовление блоков макета MOCVD установки. Выполнена сборка макета в режиме ручного управления для тестирования составляющих узлов и блоков и проверки работоспособности установки в целом. Проведена проверка макета MOCVD установки совместно с вакуумной системой на герметичность: натекание установки составляет величину менее чем 5x10⁻³ л Торр/с. Время откачки до минимального давления менее 20 мин (соответствуют требованиям ТЗ, рис. 1). Выполнены исследования электрохимических характеристик экспериментальных образцов катодов и анодов с покрытиями. Для измерения предложен ряд методик: метод циклической вольтамперометрии, метод хронопотенциометрии при импульсной подаче, метод годографа импеданса и методика измерения импеданса с использованием прибора Е7-22. Разработан и изготовлен лабораторный стенд для измерения емкости, электрического сопротивления системы электрод – раствор, электрохимически активной (или реальной) поверхности, коэффициента шероховатости, способности к накоплению заряда при поляризации электрода в области устойчивости воды. Проведены измерения удельной емкости образцов. Индустриальным партнером (ИП) выполнены исследования электрических параметров образцов катодов и анодов с покрытиями на основе благородных металлов. Сопоставление величин удельной емкости и импеданса, полученных для образцов, со значениями, которые необходимо достичь (удельная емкость ~ 2-4 мкФ/мм²), показало, что большинство полученных образцов имеют характеристики, которые удовлетворяют требованиям ИП, более того, ряд образцов обладает электрическими параметрами (~ 5-58 мкФ/мм²; импеданс ~34-95.5 Ом), которые превосходят используемые в настоящее время электроды «Элестим кардио» (импеданс 106-309 Ом) и «Биотроник» (импеданс 164-345 Ом). Выполненные исследования показали перспективность использования покрытий на основе благородных металлов в качестве материалов электродов.



Макет MOCVD установки



СЭМ изображения Ir(a) и Pt(b) покрытий на Si

Партнеры проекта

Одним из ведущих производителей электродов для электрокардиостимуляции в России является компания «Элестим-Кардио», которая выступает индустриальным партнером по проекту. «Элестим-Кардио» производит более 8 000 электрокардиостимуляторов и около 12 000 временных и постоянных имплантируемых эндокардиальных электродов в год. В количественном выражении, в отношении рынка электродов для кардиостимуляторов, это составляет около 15% объема закупок в России. При производстве эндокардиальных электродов «Элестим-Кардио» использует собственную технологию обработки титановой поверхности анодов и катодов, которая обеспечивает достаточные электрические параметры для кардиостимуляции, но не позволяет производить качественные диагностические электроды. Отсутствие в настоящее время соответствующей технологии является сдерживающим фактором для разработки этих новых видов медицинских изделий, вывода на рынок новой продукции и реализации политики импортозамещения. Объем внебюджетного финансирования – 700 тыс. руб. Основные исполнители: Войцеховский А.В. (генеральный директор), Дмитриев Е.В. (инженер-исследователь).