

<https://doi.org/10.52889/1684-9280-2024-1-71-14-20>

УДК 616-089.28/29; 615.465

МРНТИ 76.29.41; 76.09.43

Оригинальная статья

## Оценка антибактериальных свойств монослойных покрытий Cu-Nb и Cu-Ta на биомедицинском сплаве Ti-6Al-4V

[Азаматов Б.Н.](#)<sup>1</sup>, [Борисов А.А.](#)<sup>2</sup>, [Джес А.В.](#)<sup>3</sup>, [Маратулы Б.](#)<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Руководитель Центра компетенции Smart Engineering, Восточно-Казахстанский технический университет имени Даулета Серикбаева, Усть-Каменогорск, Казахстан. E-mail: adzhes@edu.ektu.kz

<sup>2</sup> Инженер-исследователь Центра компетенции Smart Engineering, Восточно-Казахстанский технический университет имени Даулета Серикбаева, Усть-Каменогорск, Казахстан. E-mail: borisov\_alexander@mail.ru

<sup>3</sup> Главный специалист Офиса коммерциализации технологий, Восточно-Казахстанский технический университет имени Даулета Серикбаева, Усть-Каменогорск, Казахстан. E-mail: adzhes@edu.ektu.kz

<sup>4</sup> Инженер-исследователь Центра компетенции Smart Engineering, Восточно-Казахстанский технический университет имени Даулета Серикбаева, Усть-Каменогорск, Казахстан. E-mail: bauyrzhan9301@outlook.com

### Резюме

**Цель исследования:** Оценка антибактериальных свойств двухкомпонентных металлических покрытий на основе Cu-Ta и Cu-Nb нанесенных на образцы из биомедицинского сплава Ti-6Al-4V методом магнетронного напыления.

**Методы.** Двухкомпонентные металлические покрытия на основе Cu-Ta и Cu-Nb были получены методом магнетронного напыления при совместном распылении мишеней из чистых металлов Cu, Nb, Ta. Оценка антибактериальных и противомикробных свойств покрытий проводилась *in vitro* с использованием метода дисковой диффузии, также известного как метод радиальной диффузии в агар.

**Результаты.** Было установлено, что покрытия толщиной 10 мкм продемонстрировали различную степень антимикробной эффективности в течение трех дней тестирования: максимальная зона ингибирования покрытия Ta-Cu достигала 24,0 мм для *S. Aureus* и 17,0 мм для *C. Albicans*. Для покрытия Nb-Cu максимальная зона ингибирования достигала 25,0 мм для *S. Aureus* и 15,5 мм для *C. Albicans*.

**Выводы.** Подобраны режимы магнетронного напыления постоянного тока антибактериальных тонких пленок Ta-Cu Nb-Cu на подложки из сплава Ti-6Al-4V. Антимикробное действие покрытий Ta-Cu и Nb-Cu более эффективно против бактерий, чем против грибов, и при одинаковой толщине покрытия Ta-Cu лучше подходит для защиты эндопротеза от микробных инфекций, чем покрытия Nb-Cu. Покрытия Ta-Cu и Nb-Cu перспективны для производства эндопротезных имплантатов с повышенной устойчивостью поверхности как к бактериям, так и к грибкам. Полученные результаты перспективны для развития технологий получения покрытий для медицинских имплантатов с повышенными бактерицидными и биосовместимыми свойствами поверхности.

**Ключевые слова:** биомедицинский сплав, магнетронное распыление, антибактериальное покрытие, перипротезная инфекция.

Corresponding author: Bagdat Azamatov, Smart Engineering Competence Centre, D. Serikbayev East Kazakhstan Technical University, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan.  
Postal code: 070010  
Address: 19 Serikbayev St. Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan.  
Phone: +7 771 486 8684  
E-mail: bazamatov@ektu.kz

J Trauma Ortho Kaz 2024; 1 (71): 14-20  
Received: 12-02-2024  
Accepted: 17-03-2024



This work is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

## Введение

Использование сплава Ti-6Al-4V в качестве биоматериала для изделий медицинского назначения в широких масштабах вполне объяснимо. Этот сплав имеет превосходное сочетание механических, биомедицинских, технологических и коммерческих показателей [1-5]. К сожалению, сплав Ti-6Al-4V не может препятствовать микробной колонизации на своей поверхности, а также выделению из своего объема таких токсичных металлов как алюминий и ванадий в окружающие ткани. Для предотвращения этих явлений применяются многофункциональные покрытия, обладающие одновременно как бактерицидными, так и барьерно-защитными свойствами [6-15]. Антибактериальными свойствами обладают некоторые металлы (а также их оксиды и нитриды) в настоящее время широко используемые в медицине [16,17]. Клинические исследования показали, что имплантаты, изготовленные из титанового сплава Ti6Al4V, будут разъедаться жидкостями организма, выделяя токсичные ионы металлов с побочными эффектами, такие как V<sup>5+</sup> и Al<sup>3+</sup>, и вызывая местную иммунную дисфункцию, воспаление и цитотоксические реакции в организме человека, а также сплав Ti6Al4V сам по себе не обладает бактерицидной активностью, и даже более того - титановый сплав с богатым ванадием фазой может привлекать адгезию бактерий [18]. Поэтому клинические исследования по улучшению антикоррозионных и антибактериальных свойств сплава Ti6Al4V в настоящее время являются серьезной проблемой.

Использованию магнетронного распыления для создания биосовместимых покрытий на поверхности имплантатов и других медицинских изделий ежегодно посвящается большое количество публикаций. Покрытия, получаемые методом магнетронного распыления в вакууме, обладают высокими показателями чистоты, что особенно важно для изделий медицинского назначения. Магнетронное распыление обладает некоторыми преимуществами по сравнению с другими методами [19,20], эта гибкая технология позволяет управлять процессом напыления, получать покрытия заданного состава и с заданными физическими свойствами, а также просто масштабировать процесс получения покрытий до производственных размеров оборудования с простотой эксплуатации.

В последние годы двухкомпонентные покрытия Cu-Ti, Cu-Ta, Cu-Nb, Ti-Ta и многокомпонентные покрытия Cu-Ta-Nb, Ti-Ta-Nb привлекли большое внимание при модификации поверхности промышленных [21-29], и биомедицинских [30-34] материалов благодаря их превосходным физическим и химическим свойствам и биосовместимости. Также

## Материалы и методы

Магнетронное напыление меди на диски из титанового сплава осуществляли на установке EPOS-PVD-440 (Beams&Plasmas, Россия), снабженной тремя магнетронами постоянного тока (магнетрон-479) и ионным источником ИИ-400 (Beams&Plasmas, Россия). Мишени были изготовлены из чистой меди, тантала и ниобия и имели размеры: 472X132X18. Монослойные покрытия напыляли с помощью одновременного сораспыления двух магнетронов постоянного тока.

исследовались однокомпонентные пленки Nb [35,36] и Ta [26,37,38], и пленки на основе оксидов Nb [39-41], Ta [30,31,42,43] и Cu [44].

Stranak et al. [32] сообщали об антибактериальном эффекте тонких пленок титан-медь (Ti-Cu) в сочетании с достаточным ростом клеток остеобластов человека. Тонкие пленки Ti - Cu были приготовлены с помощью трех различных методов магнетронного распыления: магнетронного распыления на постоянном токе (dc-MS), двойного магнетронного распыления (dual-MS), а также двойного высокомоощного импульсного магнетронного распыления (dual-HiPIMS). В целом исследования [32,33] подтвердили концепцию, согласно которой тонкопленочное Ti-Cu покрытие Ti имплантата может обеспечить локальную антибактериальную среду, оставаясь при этом относительно нетоксичным для линии клеток остеобластов человека.

Чистая медь имеет плохие механические свойства, износостойкость и адгезию. Авторы [22-27,36,45-47] сообщают, что легирование медных покрытий Ti, Ta и Nb значительно увеличивает прочность, адгезию и износостойкость покрытий по сравнению с чистыми Cu, Ta, Ti и Nb.

Ding et al. [30] исследовали покрытия Cu-MTa205, их исследования показали, что Многослойное покрытие Ta205/Ta205-Ti/Ti обладает более высокой адгезионной прочностью, более высокой твердостью, меньшим коэффициентом трения и более низкой скоростью износа по сравнению с однослойным Ta205 и двухслойным Ta205/Ti покрытиями. Но зато монослойное покрытие показало наилучшую коррозионную стойкость вследствие большей толщины.

**Целью данного исследования** была оценка анти-бактериальных свойств по отношению к *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa* и *Candida albicans* (in vitro) для однослойных двухкомпонентных покрытий Cu-Ta и Cu-Nb разной толщины на подложках из титанового сплава Ti-6Al-4V, чтобы получить максимальный антибактериальный эффект при необходимых и достаточных стабильности, механической прочности и химической стойкости, а также подобрать оптимальные режимы получения данных покрытий способом магнетронного напыления постоянного тока.

Режимы и условия магнетронного напыления были следующими: в качестве рабочего газа использовался аргон; расход рабочего газа (аргона) составлял 62 мл/мин; базовое давление в камере - 7\*10<sup>-6</sup> мбар; рабочее давление в камере - 2\*10<sup>-3</sup> мбар. Расстояние d от каждой из мишеней до подложки было одинаковым - 210 мм (рисунок 1).

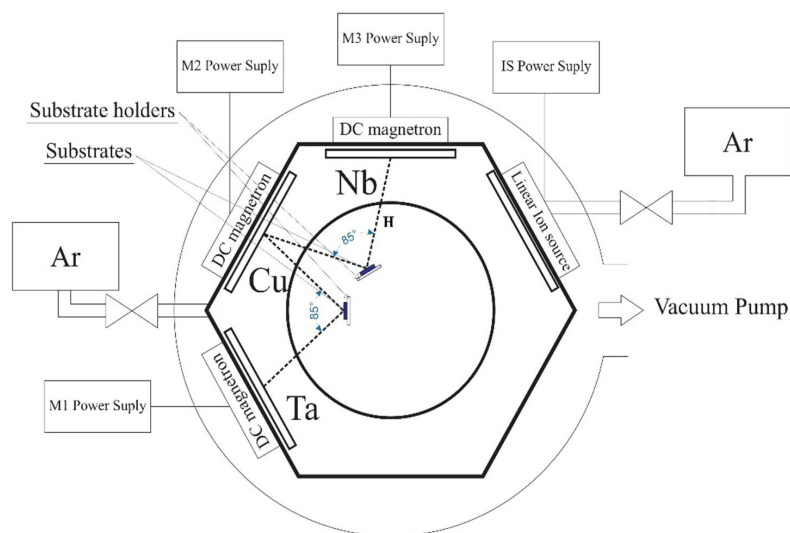


Рисунок 1 - Схема установки магнетронного напыления EPOS-PVD

Напыление покрытия Cu-Ta и Cu-Nb производилось в течение 90 и 180 минут. Режимы и условия магнетронного напыления были следующими: в качестве рабочего газа использовался аргон; расход рабочего газа (аргона) составлял 62 мл/мин; базовое давление в камере –  $7 \cdot 10^{-6}$  мбар; рабочее давление в камере –  $2 \cdot 10^{-3}$  мбар; расстояние  $d$  от мишеней до подложки – 210 мм; для медной мишени сила разрядного тока – 0,6 А; разрядное напряжение – 400 В. Для танталовой мишени сила разрядного тока – 3,0 А; разрядное напряжение – 315 В. Режимы для покрытий Cu-Nb: для ниобиевой мишени сила разрядного тока – 3,0 А; разрядное напряжение – 285 В. Для медной мишени сила тока – 0,3 А; разрядное напряжение – 374 В.

В качестве подложки использовался титановый сплав Ti-6Al-4V (ГОСТ 26492-85, аналог grade 5, DOT, Rostock, Германия), в виде прутков в состоянии поставки диаметром 10 мм, из которых на станке с числовым программным управлением (ЧПУ) CTX 510 esoline (DMG MORI AG, Германия) нарезались диски толщиной 2 мм.

Непосредственно перед магнетронным напылением образцы очищали в дистиллированной воде в ультразвуковой ванне Stegler 22DT (Shenzhen Bestman Instrument Co., Ltd., China) в течение 30 минут и сушили на воздухе в течение 40-60 минут, затем подвергали очистке ионным источником ИИ-400

## Результаты

Результаты исследования антимикробной активности Cu, Ti-Cu, Ta-Cu и Nb-Cu пленок и титанового сплава без покрытия представлены в таблице 1 и 2, как результаты измерения областей подавления роста бактериальных штаммов, и на рисунке 2,

(Beams&Plasmas, Россия), установленным в вакуумной камере магнетронной установки, со следующими параметрами: давление базовое в камере –  $7 \cdot 10^{-6}$  мбар; давление рабочее в камере –  $1,8 \cdot 10^{-3}$  мбар; расход рабочего газа (аргон) – 124 мл/мин; разрядное напряжение – 280 В, разрядный ток – 1,7 А, расстояние от ионного источника до образца – 150 мм; время обработки – 20 минут, после чего непосредственно проводилось магнетронное напыление.

Определение антимикробной активности образцов в отношении штаммов *S. Albicans* и *S. Aureus*, осуществляли следующим образом. Тестируемые штаммы первоначально культивировали в МПБ и инкубировали при  $37^\circ\text{C}$  в течение 24 часов в термостате. Затем готовили свежую суспензию с концентрацией клеток  $3 \cdot 10^7$  колониеобразующих единиц на мл (КОЕ-мл-1) для золотистого стафилококка и  $1 \cdot 10^6$  КОЕ-мл-1 для *Candida albicans*. Эти концентрации соответствуют стандарту бактериальной мутности, равному 0,5 в соответствии с McFarland. Затем эту суспензию равномерно распределяли в виде "газона" по поверхности чашки Петри, содержащей 0,1 мл питательной среды МПА, используя стерильный микробиологический шпатель.

как изображения роста тест-штаммов бактерий на металлических дисках, включая изображения контрольного полипропиленового (PP) диска. Данные по антимикробной активности покрытий представлены на рисунке 2.

Таблица 1 - Зоны угнетения роста двухсуточных тест-культур бактерий *S. Aureus*

Образцы проб	Зоны ингибирования, в мм
Ta-Cu 2 мкм	20,0
Ta-Cu 10 мкм	24,0
Nb-Cu 2 мкм	0
Nb-Cu 10 мкм	25,0
Контроль PP	Нет ингибирования

## Обсуждение

Зоны ингибирования бактерий *Staphylococcus aureus*, наблюдаемых в этом эксперименте для покрытий толщиной 10 мкм составили до 24,0 мм для

Ta-Cu и до 25,0 мм для Nb-Cu. Для покрытий толщиной 2 мкм зоны ингибирования бактерий *Staphylococcus aureus* до 20 мм для Ta-Cu и 0 для Nb-Cu.

Таблица 2 - Зоны угнетения роста двухсуточных тест-культур бактерий *S. Albicans*

Образцы проб	Зоны ингибирования, в мм
Ta-Cu 2 мкм	12,0
Ta-Cu 10 мкм	17,0
Nb-Cu 2 мкм	0
Nb-Cu 10 мкм	15,5
Контроль РР	Нет ингибирования

Зоны ингибирования бактерий *Candida albicans*, покрытия Ta-Cu толщиной 2 мкм проявили заметный противогрибковый эффект, создав зону замедленного роста протяженностью до 12 мм. Покрытия Ta-Cu толщиной 10 мкм были еще более эффективными, с

зонами ингибирования в диапазоне от 13,0 до 17,0 мм. Покрытия Nb-Cu толщиной 10 мкм проявляли умеренный противогрибковый эффект, создавая зону задержки до 15,5 мм. Покрытия Nb-Cu толщиной 2 мкм не проявляли никакой противогрибковой активности.

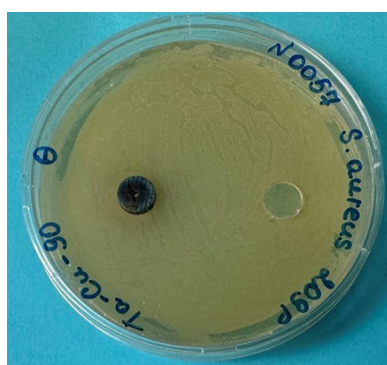


Рисунок 2 - Покрытия Ta-Cu на дисках из сплава Ti-6Al-4V и контрольном полипропиленовом диске в питательном растворе *S. Aureus* (а) и *C. Albicans* (б)

Образец титанового сплава Ti-6Al-4V не влиял на рост и развитие исследуемых бактерий в течение заданного времени. В ходе исследований установлено,

что образцы из чистой меди и сплава Ti-6Al-4V с покрытием оказывали ингибирующее действие на рост бактерий.

## Выводы

Выполнена оценка антибактериальных свойств по отношению к *Staphylococcus aureus* и *Candida albicans* (in vitro) для покрытий Cu-Nb и Cu-Ta разной толщины на подложках из биомедицинского титанового сплава Ti-6Al-4V. Сравнение зон ингибирования бактерий *Staphylococcus aureus*, наблюдаемых в этом эксперименте для покрытий толщиной 10 мкм: до 24,0 мм для Ta-Cu и до 25,0 мм для Nb-Cu. Для покрытий толщиной 2 мкм зоны ингибирования составили до 20 мм для Ta-Cu и 0 для Nb-Cu.

получения покрытий для медицинских имплантатов с повышенными бактерицидными и биосовместимыми свойствами поверхности.

**Конфликт интересов.** Авторы работы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

**Финансирование.** Данное исследование финансируется Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (грант №ИРН АР14871715).

**Вклад авторов.** Концептуализация – А.Б.Н.; методология – Б.А.А.; проверка – Д.А.В.; формальный анализ – М.Б., написание (оригинальная черновая подготовка) – А.Б.Н.; написание (обзор и редактирование) – Б.А.А.

Все авторы прочитали, согласились с окончательной версией рукописи и подписали форму передачи авторских прав.

Подобраны режимы магнетронного напыления постоянного тока антибактериальных тонких пленок Cu-Ti на подложки из сплава Ti-6Al-4V. Полученные результаты перспективны для развития технологий

## Литература

- Wilson J. 1 - *Metallic biomaterials: State of the art and new challenges. Fundamental Biomaterials: Metals. Woodhead Publishing Series in Biomaterials. 2018; 1–33. [Crossref]*
- Nicholson J.W. *Titanium Alloys for Dental Implants: A Review. Prosthesis 2. 2020; 2(2): 100–116. [Crossref]*

3. Gepreel M.A., Niinomi M. Biocompatibility of Ti alloys for long term implantation. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2013; 20: 407-415. [[Crossref](#)]
4. Kaur M., Singh K. Review on titanium and titanium based alloys as biomaterials for orthopaedic applications. *Mater Sci Eng C.* 2019; 102: 844–862. [[Crossref](#)]
5. Apostu D., Lucaciu O., Lucaciu G.D.O., Crisan B. et al. Systemic drugs that influence titanium implant osseointegration. *Drug Metab Rev.* 2017; 49: 92–104. [[Crossref](#)]
6. Saini M., Singh Y., Arora P., Arora V. et al. Implant biomaterials: A comprehensive review. *World J Clin Cases.* 2015; 3: 52–57. [[Crossref](#)]
7. Cizek J., Matejcek J. Medicine Meets Thermal Spray Technology: A Review of Patents. *J Therm Spray Tech.* 2018; 27(8): 1251–1279. [[Crossref](#)]
8. Civantos A., Dominguez C., Pino R.J., Setti G. et al. Designing bioactive porous titanium interfaces to balance mechanical properties and in vitro cells behavior towards increased osseointegration. *Surf Coat Technol.* 2019; 368: 162–174. [[Crossref](#)]
9. Liu W., Liu S., Wang L. Surface Modification of Biomedical Titanium Alloy: Micromorphology, Microstructure Evolution and Biomedical Applications. *Coatings.* 2019; 9(4): 249. [[Crossref](#)]
10. Sola A., Belluci D., Cannillo V. Functionally graded materials for orthopedic applications-an update on design and manufacturing. *Biotechnol Adv.* 2016; 34(5): 504–531. [[Crossref](#)]
11. Ke D., Vu A.A., Bandyopadhyay A., Bose S. Compositionally graded doped hydroxyapatite coating on titanium using laser and plasma spray deposition for bone implants. *Acta Biomater.* 2019; 84: 414–423. [[Crossref](#)]
12. Ataee A., Li Y., Wen C. A comparative study on the nanoindentation behavior, wear resistance and in vitro biocompatibility of SLM manufactured CP-Ti and EBM manufactured Ti64 gyroidscaffolds. *Acta Biomaterialia.* 2019; 97: 587-596. [[Crossref](#)]
13. John A.A., Jaganathan S.K., Supriyanto E., Manikandan A. Surface modification of titanium and its alloys for the enhancement of osseointegration in orthopaedics. *Curr Sci.* 2016; 111: 1003–1015. [[Crossref](#)]
14. Murr L.E. Strategies for creating living, additively manufactured, open-cellular metal and alloy implants by promoting osseointegration, osteoinduction and vascularization: An overview. *J Mater Sci Technol.* 2019; 35(2): 231–241. [[Crossref](#)]
15. Zhao L., Chu P.K., Zhang Y., Wu Z. Antibacterial coatings on titanium implants. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2009; 91(1): 470–480. [[Crossref](#)]
16. Мелешко А.А., Афиногенова А.Г., Афиногенов Г.Е., Спиридонова А.А. и др. Антибактериальные неорганические агенты: эффективность использования многокомпонентных систем // *Инфекция и иммунитет.* – 2020. – Т. 10. – №4. – С. 639-654. [[Crossref](#)]
- Meleshko A.A., Afinogenova A.G., Afinogenov G.E., Spiridonova A.A. i dr. Antibakterial'nye neorganicheskie agenty: effektivnost' ispol'zovaniia mnogokomponentnykh sistem (Antibacterial inorganic agents: effectiveness of using multicomponent systems) [in Russian]. *Infektsiia i immunitet.* 2020; 10(4): 639-654. [[Crossref](#)]
17. Moore C., Di C.T. *Environmental Microbiology Encyclopedia.* 2002: 10 p. Electronic resource. [Cited 11 Dec 2023]. Available from URL: [https://www.researchgate.net/publication/284504093\\_Encyclopedia\\_of\\_Environmental\\_Microbiology](https://www.researchgate.net/publication/284504093_Encyclopedia_of_Environmental_Microbiology)
18. Wang A., Jones I.P., Landini G., Mei J. et al. Backscattered electron imaging and electron backscattered diraction in the study of bacterial attachment to titanium alloy structure. *J Microsc.* 2018; 270: 53–63. [[Crossref](#)]
19. Кадыржанов К.К., Комаров Ф.Ф., Погребняк А.Д., Русаков В.С. и др. Ионно-лучевая и ионно-плазменная модификация материалов. – М.: Изд-во МГУ. - 2005. – С. 640. [[Google Scholar](#)]
- Kadyrzhanov K.K., Komarov F.F., Pogrebniak A.D., Rusakov V.S. i dr. Ionno-luchevaia i ionno-plazmennaiia modifikatsiia materialov (Ion-beam and ion-plasma modification of materials) [in Russian]. – М.: Izd-vo MGU. 2005; 640. [[Google Scholar](#)]
20. Плотников С.В., Ердыбаева Н.К., Погребняк А.Д., Соболев О.В. Физические основы ионно-лучевых технологий / Учебно-методическое пособие. - Усть-Каменогорск. - 2017. – С. 350.
- Plotnikov S.V., Erdybaeva N.K., Pogrebniak A.D., Sobol' O.V. Fizicheskie osnovy ionno-luchevykh tekhnologii (Physical basis of ion beam technologies) [in Russian] *Uchebno-metodicheskoe posobie.* - Ust'-Kamenogorsk. 2017; 350 p.
21. Журавина В., Батаев И.А., Руктуев А.А., Алхимов А.П. и др. Вневакуумная электронно-лучевая наплавка порошков системы титан-тантал-ниобий на титан VT1-0 // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты).* – 2012. – №1(54). – С. 90-95. [[Google Scholar](#)]
- Zhuravina V., Bataev I.A., Ruktuev A.A., Alkhimov A.P. i dr. Vnevakuumnaia elektronno-luchevaia naplavka poroshkov sistema titan-tantal-niobii na titan VT1-0 (Extra-vacuum electron beam surfacing of powders of the titanium-tantalum-niobium system on titanium VT1-0) *Obrabotka metallov (tekhnologiia, oborudovanie, instrumenty)* [in Russian]. 2012; 1(54): 90-95. [[Google Scholar](#)]
22. Шморгунов В.Г., Слаутин О.В., Евстропов Д.А., Таубе А.О. и др. Структура и механические свойства металло-интерметаллидных композитов системы Ti-Cu // *Вестник СибГИУ.* - 2014. - №1(7):3-6. [[Google Scholar](#)]
- Shmorgun V.G., Slautin O.V., Evstropov D.A., Taube A.O. i dr. Struktura i mekhanicheskie svoistva metallo-intermetallidnykh kompozitov sistemy Ti-Cu (Structure and mechanical properties of metal-intermetallic composites of the Ti-Cu system) [in Russian]. *Vestnik SibGIU.* 2014; 1(7):3-6. [[Google Scholar](#)]
23. Володин В.Н., Тулеушев Ю.Ж., Жаканбаев Е.А. Строение и некоторые свойства сплавов бета-тантала с медью в пленках // *Доклады Национальной академии наук Республики Казахстан.* – 2013. - №05. - С. 32-36. [[Google Scholar](#)]
- Volodin V.N., Tuleushev Iu.Zh., Zhakanbaev E.A. Stroenie i nekotorye svoistva splavov beta-tantala s med'iu v plenkakh (Structure and some properties of beta-tantalum alloys with copper in films) [in Russian]. *Doklady Natsional'noi akademii nauk Respubliki Kazakhstan.* 2013; 05: 32-36. [[Google Scholar](#)]
24. Тулеушев Ю.Ж., Володин В.Н., Жаканбаев Е.А. Наноразмернолегированные медью покрытия из бета-тантала: получение, структура и свойства // *Физика металлов и металловедение.* - 2013. - Т. 114. - №7. – С. 625. [[Crossref](#)]
- Tuleushev Iu.Zh., Volodin V.N., Zhakanbaev E.A. Nanorazmernolegirovannye med'iu pokrytiia iz beta-tantala: poluchenie, struktura i svoistva (Nanosized copper-alloyed beta-tantalum coatings: preparation, structure and properties) [in Russian].

*Fizika metallov i metallovedenie*. 2013; 114(7): 625. [[Crossref](#)]

25. Глезер А.М., Пермякова И.Е. Перспективные материалы на основе системы Cu-Nb: получение, свойства, применение / Перспективные материалы и технологии. – Витебск. - 2017. - Т. 2. - С. 54-72. [[Google Scholar](#)]

Glezer A.M., Permyakova I.E. *Perspektivnye materialy na osnove sistemy Cu-Nb: poluchenie, svoystva, primeneniye (Promising materials based on the Cu-Nb system: preparation, properties, application)* [in Russian]. *Perspektivnyye materialy i tekhnologii*. – Vitebsk. 2017; 2: 54-72. [[Google Scholar](#)]

26. Зайцев Е.Ю., Спиринов А.В., Заяц С.В., Кайгородов А.С. и др. Исследование механических свойств компактных и волокнистых материалов на основе наноструктурного медь-ниобиевого композита // Физика. Технологии. Инновации: тезисы докладов X Международной молодежной научной конференции, посвященной 120-летию со дня рождения академиков И.В. Курчатова и А.П. Александрова. - Екатеринбург: Издательство АМБ. - 2023. - С. 736-738. [[Google Scholar](#)]

Zaitsev E.Yu., Spirin A.V., Zaiats S.V., Kaigorodov A.S. i dr. *Issledovanie mekhanicheskikh svoystv kompaktnykh i voloknistykh materialov na osnove nanostrukturnogo med'-niobievogo kompozita (Study of the mechanical properties of compact and fibrous materials based on nanostructured copper-niobium composite)* [in Russian]. *Fizika. Tekhnologii. Innovatsii: tezisy dokladov X Mezhdunarodnoi molodezhnoi nauchnoi konferentsii, posviashchennoi 120-letiiu so dnia rozhdeniia akademikov I.V. Kurchatova i A.P. Aleksandrova*. - Ekaterinburg: Izdatel'stvo AMB. - 2023. - С. 736-738. [[Google Scholar](#)]

27. Deng L., Han K., Hartwig K.T., Siegrist T.M. et al. Hardness, electrical resistivity, and modeling of in situ Cu-Nb microcomposites. *Journal of Alloys and Compounds*. 2014; 602: 331-338. [[Crossref](#)]

28. Bahrami A., Álvarez J., Depablos-Rivera O., Mirabal-Rojas R. et al. Compositional and Tribo-Mechanical Characterization of Ti-Ta Coatings Prepared by Confocal Dual Magnetron Co-Sputtering. *Advanced Engineering Materials*. 2018; 20(3): 1700687. [[Crossref](#)]

29. Bahrami A., Onofre Carrasco C.F., Cardona A.D., Huminiuc T. et al. Mechanical properties and microstructural stability of CuTa/Cu composite coatings. *Surface and Coatings Technology*. 2019; 364: 22-31. [[Crossref](#)]

30. Ding Z., Zhou Q., Wang Y., Ding Z. et al. Microstructure and properties of monolayer, bilayer and multilayer Ta2O5-based coatings on biomedical Ti-6Al-4V alloy by magnetron sputtering. *Ceramics International*. 2021; 47: 1133-1144. [[Crossref](#)]. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.02.072>

31. Zhao S., Liu S., Xue Y., Li N. et al. Microstructure and Properties of Monolayer Ta and Multilayer Ta/Ti/Zr/Ta Coatings Deposited on Biomedical Ti-6Al-4V Alloy by Magnetron Sputtering. *Coatings*. 2023; 13(7): 1234. [[Crossref](#)]

32. Stranak V., Wulf H., Rebl H., Zietz C. et al. Hippler Deposition of thin titanium-copper films with antimicrobial effect by advanced magnetron sputtering methods. *Materials Science and Engineering*. 2011; 31: 1512-1519. [[Crossref](#)]

33. Stranak V., Wulf H., Ksirova P., Zietz C. et al. Hippler, Ionized vapor deposition of antimicrobial Ti-Cu films with controlled copper release. *Thin Solid Films*. 2014; 550: 389-394. [[Crossref](#)]

34. Pogrebnjak A.D., Kimosov R., Myakinin A., Plotnikov S.V. et al. Physical and Biological Properties of TiNbTa Alloy. 2018 IEEE 8th International Conference Nanomaterials: Application & Properties (NAP). 2018; 1-3. [[Crossref](#)]

35. Gunzel R., Mandl S., Richter E., Liu A. et al. Corrosion protection of titanium by deposition of niobium thin films. *Surface & Coatings Technology*. 1999; 116: 1107-1110. [[Crossref](#)]

36. Olivares-Navarrete R., Olaya J.J., Ramirez C., Rodil S.E. Biocompatibility of Niobium Coatings. *THE Coatings*. 2011; 1(1): 72-87. [[Crossref](#)]

37. Hee A.C. Wear and corrosion resistance of tantalum coating on titanium alloys for biomedical implant applications. PhD Thesis. 2017; 184. [[Google Scholar](#)]

38. Смирнов С.В., Чистоедова И.А., Литвинова В.А. Структура и свойства тонких пленок тантала, полученных магнетронным распылением // Доклады Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники. 2005; 4(12): 80-83. [[Google Scholar](#)]

Smirnov S.V., Chistoedova I.A., Litvinova V.A. *Struktura i svoystva tonkikh plenok tantala, poluchennykh magnetronnym raspyleniem (Structure and properties of thin tantalum films obtained by magnetron sputtering)* [in Russian]. *Doklady Tomskogo gosudarstvennogo universiteta sistem upravleniia i radioelektroniki*. 2005; 4(12): 80-83. [[Google Scholar](#)]

39. Kalisz M., Grobelny M., Mazur M., Wojcieszak D. et al. Mechanical and electrochemical properties of Nb2O5, Nb2O5:Cu and graphene layers deposited on titanium alloy (Ti6Al4V). *Surface & Coatings Technology*. 2015; 271: 92-99. [[Crossref](#)]

40. Senocak T.C., Ezirmik K.V., Aysin F., Simsek Ozek N. et al. Niobium-oxynitride coatings for biomedical applications: Its antibacterial effects and in-vitro cytotoxicity. *Materials science & engineering. C, Materials for biological applications*. 2020; 120: 111662. [[Crossref](#)]

41. Ramirez G., Rodil S.E., Arzate H., Muhl S. et al. Niobium based coatings for dental implants. *Applied Surface Science*. 2011; 257(7): 2555-2559. [[Crossref](#)]

42. Цимбалистов А.В., Быстров Ю.А., Ласка В.Л. и др. Лечение больных с непереносимостью акрилатов методом изоляции протезов тонкими вакуумными пленками окиси тантала // Труды VI съезда Стоматологической ассоциации России. - Москва. – 2000. - С. 285-287.

Tsimbalistov A.V., Bystrov Yu.A., Laska V.L. i dr. *Lechenie bol'nykh s neperenosimost'iu akrilatov metodom izoliatsii protezov tonkimi vakuumnymi plenkami okisi tantala (Treatment of patients with intolerance to acrylates by isolating prostheses with thin vacuum films of tantalum oxide)* [in Russian]. *Trudy VI s"ezda Stomatologicheskoi assotsiatsii Rossii*. - Moskva. 2000; 285-287.

43. Михайлова Е.С. Использование покрытий оксида тантала для лечения непереносимости стоматологических конструкционных материалов // Вестник Северо-Западного государственного медицинского университета им. И.И. Мечникова. 2013; 5(1): 18-23. [[Google Scholar](#)]

Mikhailova E.S. *Ispol'zovanie pokrytii oksida tantala dlia lecheniia neperenosimosti stomatologicheskikh konstruktivnykh materialov (Use of tantalum oxide coatings to treat intolerance to dental structural materials)* [in Russian]. *Vestnik Severo-Zapadnogo gosudarstvennogo meditsinskogo universiteta im. I.I. Mechnikova*. 2013; 5(1): 18-23. [[Google Scholar](#)]

44. Norambuena G.A., Patel R., Karau M.J., Wyles C.C. et al. Antibacterial and Biocompatible Titanium-Copper Oxide Coating May Be a Potential Strategy to Reduce Periprosthetic Infection: An In Vitro Study. *Clinical Orthopaedics and Related Research*. 2017; 475(3): 722-732. [[Crossref](#)]
45. Vella J.B., Mann A.B., Kung H.H., Chien C.L. et al. Mechanical properties of nanostructured amorphous metal multilayer thin films. *Journal of Materials Research*. 2004; 19(6): 1840-1848. [[Crossref](#)]
46. Guo C., Zhou J., Yu Y., Wang L. et al. Microstructure and tribological properties of Ti-Cu intermetallic compound coating. *Materials & Design*. 2012; 36: 482-489. [[Crossref](#)]
47. Sharma G., Sharma V., Mishra M.C., Dhaka M.S. et al. Electron momentum density distribution in TiCu. *Intermetallics*. 2011; 19: 666-670. [[Crossref](#)]

### Ti-6Al-4V биомедициналық қорытпасындағы Cu-Nb және Cu-Ta моноқабатты жабындарының бактерияға қарсы қасиеттерін бағалау

[Азаматов Б. Н.](#)<sup>1</sup>, [Борисов А.А.](#)<sup>2</sup>, [Джес А.В.](#)<sup>3</sup>, [Маратулы Б.](#)<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Smart Engineering құзыреттілік орталығының басшысы, Дәулет Серікбаев атындағы Шығыс Қазақстан техникалық университеті, Өскемен, Қазақстан. E-mail: [adzhes@edu.ektu.kz](mailto:adzhes@edu.ektu.kz)

<sup>2</sup> Smart Engineering құзыреттілік орталығының инженер-зерттеушісі, Дәулет Серікбаев атындағы Шығыс Қазақстан техникалық университеті, Өскемен, Қазақстан. E-mail: [borisov\\_alexander@mail.ru](mailto:borisov_alexander@mail.ru)

<sup>3</sup> Технологияларды коммерцияландыру кеңсесінің бас маманы, Дәулет Серікбаев атындағы Шығыс Қазақстан техникалық университеті, Өскемен, Қазақстан. E-mail: [adzhes@edu.ektu.kz](mailto:adzhes@edu.ektu.kz)

<sup>4</sup> Smart Engineering құзыреттілік орталығының инженер-зерттеушісі, Дәулет Серікбаев атындағы Шығыс Қазақстан техникалық университеті, Өскемен, Қазақстан. E-mail: [bauyrzhan9301@outlook.com](mailto:bauyrzhan9301@outlook.com)

#### Түйіндеме

**Зерттеудің мақсаты:** магнетронды бүрку әдісімен Ti-6Al-4V биомедициналық қорытпасының үлгілеріне қапталған Cu-Ta және Cu-Nb негізіндегі екі компонентті металл жабындарының бактерияға қарсы қасиеттерін бағалау.

**Әдістері.** Cu-Ta және Cu-Nb негізіндегі екі компонентті металл жабындар Cu, Nb, Ta таза металл нысандарын магнетронмен бірлесіп бүрку нәтижесінде алынды. Жабындардың бактерияға және микробқа қарсы тұру қасиеттерін бағалау дискілі диффузия әдісін қолдана отырып *in vitro* жүргізілді, оны ағардағы радиалды диффузия әдісі деп те атайды.

**Нәтижесі.** Қалыңдығы 10 мкм жабындар үш күндік тестілеу кезінде микробқа қарсы тиімділіктің әртүрлі дәрежесін көрсетті: Ta-Cu жабынының максималды тежелу аймағы *S. Aureus* үшін 24,0 мм және *C. Albicans* үшін 17,0 мм-ге жетті. Nb-Cu жабыны үшін максималды тежелу аймағы *S. Aureus* үшін 25,0 мм және *C. Albicans* үшін 15,5 мм-ге жетті.

**Қорытынды.** Ti-6Al-4V қорытпасынан тұратын төсенішке Ta-Cu, Nb-Cu жабындарын қаптауға арналған тұрақты токпен магнетронды бүрку режимдері таңдалды. Ta-Cu және Nb-Cu жабындарының бактерияларға қарсы әсері саңырауқұлақтарға қарсы әсерінен қарағанда тиімдірек және бірдей қалыңдықта Ta-Cu жабындары эндопротезді микробтық инфекциялардан қорғау үшін Nb-Cu жабындарына қарағанда жақсырақ. Ta-Cu және Nb-Cu жабындары бар бактерияларға да, саңырауқұлақтарға да төзімділігі жоғары эндопротездік имплантаттарды өндірудің келешегі зор. Алынған нәтижелер бактерицидтік және биоүйлесімді қасиеттері жоғары медициналық имплантаттарға арналған жабындарды алу технологияларын дамыту үшін пайдалы болып табылады.

**Түйін сөздер:** биомедициналық қорытпа, магнетронды бүрку, бактерияға қарсы жабын, протезмаңы инфекциясы.

### Antibacterial Evaluation of Cu-Nb and Cu-Ta Monolayer Coatings on Biomedical Ti-6Al-4V Alloy

[Bagdat Azamatov](#)<sup>1</sup>, [Alexander Borisov](#)<sup>2</sup>, [Alexey Dzhes](#)<sup>3</sup>, [Baurzhan Maratuly](#)<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Head of the Competence Center "Smart engineering", East Kazakhstan Technical University named after D. Serikbayev, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan. E-mail: [adzhes@edu.ektu.kz](mailto:adzhes@edu.ektu.kz)

<sup>2</sup> Research engineer at the Competence Center "Smart Engineering", East Kazakhstan Technical University named after D. Serikbayev, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan. E-mail: [borisov\\_alexander@mail.ru](mailto:borisov_alexander@mail.ru)

<sup>3</sup> Chief Specialist of the Technology Commercialization Office, East Kazakhstan Technical University named after D. Serikbayev, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan. E-mail: [adzhes@edu.ektu.kz](mailto:adzhes@edu.ektu.kz)

<sup>4</sup> Research engineer at the Competence Center "Smart Engineering", East Kazakhstan Technical University named after D. Serikbayev, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan. E-mail: [bauyrzhan9301@outlook.com](mailto:bauyrzhan9301@outlook.com)

#### Abstract

**The aim of this study:** Evaluation of the antibacterial properties of two-component metal coatings based on Cu-Ta and Cu-Nb applied to samples from the biomedical Ti-6Al-4V alloy by magnetron sputtering.

**Methods.** Two-component metal coatings based on Cu-Ta and Cu-Nb were obtained by magnetron sputtering with joint spraying of targets made of pure metals Cu, Nb, Ta. The antibacterial and antimicrobial properties of the coatings were evaluated *in vitro* using the disk diffusion method, also known as the radial diffusion method in agar.

**Results.** It was found that coatings with a thickness of 10 microns demonstrated varying degrees of antimicrobial efficacy during three days of testing: the maximum inhibition zone of the Ta-Cu coating reached 24.0 mm for *S. Aureus* and 17.0 mm for *C. Albicans*. For Nb-Cu coating, the maximum inhibition zone reached 25.0 mm for *S. Aureus* and 15.5 mm for *C. Albicans*.

**Conclusions.** The optimal parameters of direct current magnetron sputtering of Ta-Cu Nb-Cu antibacterial thin films on Ti-6Al-4V alloy substrates have been selected. The antimicrobial effect of Ta-Cu and Nb-Cu coatings is more effective against bacteria than against fungi, and with the same thickness, Ta-Cu coatings are better suited to protect the endoprosthesis from microbial infections than Nb-Cu coatings. Ta-Cu and Nb-Cu coatings are promising for the production of endoprosthesis implants with increased surface resistance to both bacteria and fungi. The results obtained are promising for the development of technologies for obtaining coatings for medical implants with increased bactericidal and biocompatible surface properties.

**Keywords:** biomedical alloy, magnetron sputtering, antibacterial coating, periprosthetic infection.