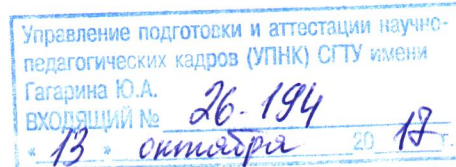


ОТЗЫВ



официального оппонента доктора технических наук

**Ночовой Надежды Алексеевны на диссертацию и автореферат
Фомина Александра Александровича «Научные основы термических
процессов получения оксидных покрытий на титановых медицинских
изделиях с применением токов высокой частоты» по специальностям
05.09.10 – Электротехнология и 05.16.01 – Металловедение и термическая
обработка металлов и сплавов.**

1. Актуальность темы диссертационного исследования

Титановые сплавы, традиционно являясь одним из самых распространенных материалов, применяемых в медицинской технике благодаря их биоинертности в сочетании с высокой прочностью и коррозионной стойкостью, в настоящее время не всегда обеспечивают решения сложных практических задач, которые ставит современная медицина.

В последние годы все большее значение приобретает не только создание новых материалов, но и разработка технологических процессов, позволяющих повысить их эксплуатационные свойства. Опыт производства и эксплуатации современных медицинских изделий, в первую очередь, имплантатов различного назначения из титановых сплавов, широко используемых в медицине, свидетельствует, что одной из самых значимых проблем в этой сфере, является повышение прочностных характеристик, обеспечение химической и структурной совместимости имплантата с окружающими биотканями. При этом основную нагрузку несет поверхность и приповерхностные слои, функционирующие в условиях биокоррозионного воздействия, истирающих и сосредоточенных нагрузок. Именно поэтому в настоящее время возникает потребность в новых технологических решениях модификации поверхности для формирования структуры, обеспечивающей требуемый комплекс свойств.

Исходя из вышеизложенного, можно констатировать, что рассматриваемая диссертационная работа, посвященная созданию технологических основ модификации поверхности и получения биосовместимых покрытий на изделиях медицинского назначения из титановых сплавов и решающая проблему повышения их эксплуатационных свойств, является актуальной задачей современного материаловедения.

Актуальность диссертационной работы также подтверждается успешным выполнением научных исследований в качестве руководителя по грантам РФФИ, международной программе «Михаил Ломоносов» Минобрнауки РФ и DAAD, стипендии Президента РФ для молодых ученых, а также в качестве ответственного исполнителя по прочим проектам и грантам.

2. Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Основными теоретическими и экспериментально обоснованными научными положениями, результатами, выводами и рекомендациями, полученными в данной работе являются:

- решение самосогласованной задачи электродинамики и теплопроводности для системы «индуктор – изделие», которая позволила адекватно описать кинетику нагрева титановых изделий, выдержку при заданной температуре, с учетом геометрии элементов системы, изменение свойств титанового сплава в процессе нагрева, тепловые потери и процесс формирования оксидного покрытия, что позволило получить модель процесса обработки ТВЧ изделий из титановых сплавов.

- разработка конструкции индукторов, учитывающие специфику технологических процессов получения покрытий и обеспечивающие требуемые режимы термообработки малогабаритных титановых изделий и определение технологических режимов обработки ТВЧ технического титана для формирования нанокристаллических покрытий рутила с повышенной твердостью (в 2,8 раза), стойкостью к царапанию (в 4 раза),

характеристиками прочности (на 31–52 %) и пластичности (на 12 %) основы изделий по сравнению с исходным материалом.

- разработка способов модификации оксидных покрытий наполнителем наночастиц гидроксиапатита и последующего спекания с использованием обработки ТВЧ для получения композиционного твердого покрытия ($19,5 \pm 0,5$ ГПа) и способа электроискрового легирования танталом поверхности титановых образцов (из сплава ВТ16) и последующей обработки ТВЧ, который обеспечивает получение твердых ($9,0 \pm 0,5$ ГПа) нанокристаллических композиционных покрытий системы «Ti-основа – Ta – $(\text{Ti}, \text{Ta})_x\text{O}_y$ ».

- проведение экспериментальные медико-биологические исследований изделий с оксидными и композиционными покрытиями, результаты которых показывают высокую эффективность обработки ТВЧ и комбинированных методов воздействия на поверхность малогабаритных медицинских титановых изделий (костных фиксаторов, стоматологических имплантатов).

3. Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов диссертационного исследования подтверждается использованием современных методов исследования, такими как, растровой электронной микроскопии, рентгенофазового анализа, а также взаимодополняющими аналитическими методами, корректностью выполненных расчетов и согласованностью теоретических и экспериментальных данных, а также апробации результатов в ветеринарной и медицинской практике. Предлагаемые параметры технологических процессов получения оксидных и композиционных покрытий учитывают особенности обработки ТВЧ, искрового легирования и плазменного напыления, что, несомненно, может эффективно использоваться в серийном производстве малогабаритных и сложнопрофильных титановых изделий медицинской техники (костных фиксаторов для аппаратов Илизарова, стоматологических имплантатов и металлических компонентов эндопротезов).

4. Новизна полученных результатов

Соискателем впервые обосновано применение обработки ТВЧ, в сочетании с процессами коллоидной модификации, электроискрового легирования и электроплазменного напыления для создания оксидных и композиционных покрытий на малогабаритных титановых имплантатах, что отражено в следующих научных результатах:

1. Уточнена модель кинетики нагрева ТВЧ титановых изделий, которая учитывает протекание процесса формирования пористо-кристаллической структуры оксидного покрытия. Полученная модель служит для выбора технологических режимов обработки ТВЧ.

2. Разработаны технические решения компоновки системы «индуктор – изделие», которые обеспечивают формирование нанокристаллических оксидных покрытий при кратковременном высокотемпературном воздействии ТВЧ на титан в воздушной атмосфере при нормальном давлении. **Новизна** подтверждается патентами РФ № 2604085 и № 2611617.

3. Получены регрессионные модели изменения состава (концентрации кислорода), параметров структуры (размера зерен, пор, фрактальных показателей) и физико-механических свойств (твердости, модуля упругости, стойкости к царапанию) оксидных покрытий и приповерхностного слоя титановых изделий, подвергнутых обработке ТВЧ в широком диапазоне изменения технологических режимов (температуры и продолжительности выдержки). **Новизна** отражена в патентах РФ № 2604085, № 2611617 и № 2623979.

4. Разработаны и обоснованы способы формирования биосовместимых твердых и высокопористых композиционных покрытий различного состава и структуры:

- «Ti-основа – TiO_2 – КНЧ-ГА», полученных коллоидной модификацией оксидных покрытий наночастицами и последующим их спеканием;

- «Ti-основа – Ta – $(\text{Ti,Ta})_x\text{O}_y$ », полученных электроискровым легированием и последующей термообработкой ТВЧ;
- «Ti-основа – Ti – TiO_2 », полученных за счет обработки ТВЧ высокопористых покрытий титана, сформированных плазменным напылением;
- покрытий гидроксиапатита, полученных плазменным напылением с активацией титановой основы изделий. **Новизна** отражена в патенте РФ № 2430192.

Значимость результатов работы для практического использования состоит в совершенствовании существующих и разработке новых высокоэффективных технологий изготовления медицинских имплантатов с покрытиями. **Новизна** практических решений подтверждена патентами РФ на способы формирования плазменнонапыленных, оксидных и оксидно-биокерамических покрытий (№ 2430192, № 2571080, № 2581824, № 2604085, № 2611617, № 2623979), а также разработку конструкции устройства для индукционной термообработки (оксидирования) малогабаритных титановых имплантатов (полезная модель № 132802). Результаты диссертационной работы внедрены в научно-практическую деятельность образовательных и лечебных учреждений г. Саратова.

5. Анализ содержания работы, апробация работы и публикации

Диссертационная работа изложена на 421 странице машинописного текста, имеет 191 рисунок и 46 таблиц, список литературы содержит 332 наименования. Работа состоит из введения, шести глав, выводов, списка литературы и 7 приложений.

Первая глава, посвящена анализу научно технической литературы (332 литературных источника) в области получения функциональных покрытий и основополагающих принципов упрочняющей термической обработки, В главе рассмотрены вопросы применения материалов для эндопротезирования, их свойства и характеристики, в частности вопросы биолерантности материалов, а также методы модифицирования поверхности

имплантируемых материалов, обеспечивающие получение биосовместимых покрытий с высокой адгезионной прочностью. Большое внимание автором уделено вопросам физических основ нагрева ТВЧ и применению этого метода для термической обработки различных металлов и сплавов.

Во второй главе «Моделирование электродинамических процессов и теплопередачи» поставлена и решена задача моделирования процессов при нагреве изделий ТВЧ для определения технологической возможности нагрева металлических изделий, в частности, титановых сплавов. В результате моделирования получены решения самосогласованной краевой задачи электродинамики и теплопроводности для системы индуктор-изделие, описывающие кинетику нагрева титановых изделий при обработке ТВЧ, что более полно отражает процессы изменения свойств изделий при их обработке.

В третьей главе автором приводятся основные характеристики устройства для обработки ТВЧ. На основе экспериментальных данных, полученных при обработке ТВЧ титановых образцов, были построены обобщенные регрессивные зависимости кинетики нагрева ТВЧ в диапазоне температур 570- 1400 С, разработана конструкция устройства для оксидирования титановых сплавов, способы получения покрытий системы Ti-основа - Ta- $(Ti.Ta)_xO_y$ и Ti - основа-Ti- TO_2 и наноструктурированных покрытий гидрооксиапатита с предварительной обработкой поверхности изделий ТВЧ. В главе представлены технологические параметры проведения вышеуказанных процессов и схемы их проведения.

В 4-ой и 5-ой главах представлены результаты исследований состава, структуры и свойств оксидных и композиционных покрытий, описаны методы этих исследований. Показано, что данные о микроструктуре поверхности, подтверждают ранее полученные рядом авторов данные при исследовании морфологии поверхности в низко- и среднетемпературном диапазонах обработки ТВЧ при короткой продолжительности выдержки. Особый интерес представляют исследования, проведенные автором по кинетике окисления, в экстремально высокотемпературном диапазоне обработки ТВЧ при 1200 ± 30 °С, а также исследования структуры

поверхности титановых образцов после ЭИЛ танталом и последующей обработки ТВЧ. Автор показал, что в этом случае структура характеризуется формированием композиционных покрытий системы «Ti-основа – Ta – (Ti,Ta)_xO_y», а функциональные покрытия образованы нано- и субмикрометровыми оксидными кристаллами, при этом их твердость достигала 9–15 ГПа.

Как известно, особое значение имеет изменение характеристик прочности и пластичности металлоизделий после термической обработки, являющиеся показателями надежности и ресурса этих изделий и, следовательно, эффективности разработанной технологии. Именно поэтому результаты изменения комплекса механических свойств материала после обработки ТВЧ, являются особенно актуальными. Анализ данных показал, что предел текучести σ_T и предел прочности σ_B титановых образцов, подвергнутых вышеуказанным способам обработки, увеличивались на 38–60 % и 60–68 % соответственно. При этом относительное удлинение снижалось не более чем на 15–25%.

Глава 6 посвящена проверке функциональных качеств биосовместимости изучаемых образцов покрытий *in vitro* и *in vivo*. В главе представлены технологические рекомендации по получению оксидных покрытий, содержащие следующие основные этапы: подготовку титановой основы изделия, включая очистку в ультразвуковой ванне (в водном растворе ПАВ), абразивно-струйную обработку поверхности и промывку в ультразвуковой ванне (в водно-спиртовом растворе); формирование оксидного покрытия согласно выбранному режиму; свободное охлаждение изделия с покрытием; контроль качества изделий с покрытиями.

Автором опубликовано 63 работы, в том числе 22 статьи в центральных изданиях из перечня ВАК, 24 статьи в зарубежных журналах и сборниках конференций, индексируемых в базах Scopus / Web of Science, 7 статей в прочих журналах, 1 монография и 2 главы в рецензируемом зарубежном справочнике, 6 патентов на изобретение и 1 патент на полезную модель. Основные результаты работы представлены на 31 международной

конференции и выставке, включая 11 зарубежных высокорейтинговых мероприятий, а также 4 всероссийских научно-практических конференциях.

6. Замечания по диссертации

1. Во второй главе автор предлагает использовать метод конечных элементов для моделирования процесса индукционной обработки титановых изделий. Много внимания уделено решению поставленной задачи, применительно к изделиям простой дисковой формы, тогда как реальные изделия (имплантаты, фиксаторы, компоненты эндопротезов) имеют более сложную форму или отдельные конструктивные элементы. В связи с указанным, возникает вопрос, как именно результаты математического моделирования, методические аспекты которого подробно описанные для образцов-дисков, можно применить для реальных изделий.

2. В третьей главе описываются комбинированные методы получения покрытий с использованием электроискрового легирования и плазменного напыления, однако нет обоснования использования указанных подготовительных методов получения танталовых и титановых покрытий. Данные методы широко используются в технологии отделки и восстановления поверхностей металлоизделий.

3. В четвертой главе (разделы, посвященные исследованию химического состава поверхности покрытий) не приведены результаты, которые характеризовали бы глубину слоя, насыщенного водородом. Это затрудняет оценку представленных результатов на предмет известной проблемы взаимодействия титана с водородом и прочими газами воздушной атмосферы.

4. В четвертой главе представлены изображения микроструктур (электронные фотографии шлифов) покрытий и приповерхностного слоя, на которых отмечается изменение формы и размера зерен. Не вполне ясно, как именно эти фазово-структурные изменения влияют на комплекс физико-механических свойств, включая прочность самих изделий.

5. В пятой главе представлена численная модель расчета температуры и скорости напыляемых частиц микропорошка биокерамики, однако возникает вопрос целесообразности представленных результатов. Закономерности процесса плазменного напыления порошковых покрытий хорошо изучены, в том числе это применимо и к керамическим материалам.

6. В шестой главе (раздел, посвященный технологическим рекомендациям) представлено много таблиц с указанием технологических рекомендаций по получению того или иного типа покрытий, включающих технологические параметры (мощность, частота и сила тока обработки ТВЧ) и температурные показатели (температура, продолжительность выдержки). Нет четких данных по определению взаимосвязи приведенных оптимальных режимов.

7. Следует отметить некорректность используемых в некоторых случаях автором технических терминов, таких, как например. «стойкость к царапанию».

Отмеченные замечания не снижают ценности представленных результатов, как с практической так и с научной точки зрения.

7. Заключение, включая соответствие диссертации и автореферата требованиям Положения ВАК о порядке присуждения ученых степеней

Диссертация и автореферат по структуре и содержанию соответствуют требованиям ВАК Министерства образования и науки РФ, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени доктора технических наук. Содержание автореферата достаточно полно отражает основные выводы и результаты диссертационной работы.

Считаю, что диссертация Фомина Александра Александровича «Научные основы термических процессов получения оксидных покрытий на титановых медицинских изделиях с применением токов высокой частоты» выполнена на высоком научно-техническом уровне, является законченным научным исследованием и отвечает всем требованиям и критериям п.9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановления Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г.

№ 842, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени доктора технических наук, а соискатель, заслуживает присуждения ученой степени по двум специальностям 05.09.10 – Электротехнология и 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Доктор технических наук по
специальности 05.16.01 –
Металловедение и термическая
обработка металлов и сплавов,
старший научный сотрудник
ФГУП «Всероссийский
научно-исследовательский институт
авиационных материалов»,
заместитель начальника лаборатории
«Титановые сплавы для конструкций
планера и двигателя самолета»



Н.А. Ночовная

Подпись д.т.н., с.н.с. Ночовой Н.А. удостоверяю



Ученый секретарь



М.В.Шишимиров

Ночовная Надежда Алексеевна, д.т.н., с.н.с.

Адрес: 105005, г. Москва, ул. Радио, 17.

Тел.: (499) 263-85-7. E-mail: admin@viam.ru .