

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

Корчагина Михаила Алексеевича

на диссертацию Поповой Анастасии Александровны

«Получение детонационных биосовместимых покрытий

на титановые импланты из порошковых механокомпозитов состава:

гидроксиапатит кальция – никелид титана»

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук

по специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и

композиционные материалы.

1. Актуальность темы диссертации

В современной медицинской практике для исправления дефектов или замены поврежденных участков костной ткани используются имплантаты из титана и титановых сплавов. Однако применение материалов со значительным различием физико-химических и механических свойств имплантата и костной ткани, может вызывать активное отторжение организма и осложнения в лечении. Для уменьшения отрицательного влияния этих факторов необходимо создать между костью и имплантатом переходную зону, которая наряду с прочной связью с материалом имплантата должна иметь приемлемый для организма химический состав и микроструктуру. Состав этой переходной зоны должен максимально совпадать с составом натуральной кости или быть способным имитировать костную ткань на своей поверхности. Наиболее распространенным решением этой проблемы является нанесение биоактивных кальций-фосфатных покрытий. В настоящее время в качестве биоактивного материала для покрытий применяют, главным образом, гидроксиапатит (ГА). Улучшение совместимости имплантатов с покрытиями может обеспечиваться приближением их фазово-структурного состояния к свойствам костной ткани. При создании биосовместимых покрытий особое внимание уделяется формированию определенного рельефа (шероховатости) на поверхности имплантата. Имплантационные материалы

нового поколения должны так же обладать высокой твердостью и прочностью на сжатие и растяжение, износо- и коррозионной стойкостью, низким модулем упругости, а также биосовместимостью.

В современной медицинской практике для нанесения данных биоактивных кальций-фосфатных покрытий применяются плазменное напыление, метод микродугового оксидирования, метод распылительной сушки, магнетронное распыление, ВЧ-магнетронное распыление и др. Однако низкие прочность, трещиностойкость и стойкость к ударным нагрузкам ограничивают применение имплантов, полученными с использованием данных методов. Поэтому в настоящее время идет поиск новых технологических решений создания биосовместимой шероховатой поверхности на имплантатах, обеспечивающей надежную интеграцию имплантата в костной ткани.

Согласно литературным данным очень перспективным для получения биосовместимых покрытий является метод детонационно-газового напыления (ДГН) порошка гидроксиапатита. Однако покрытия, полученные с использованием ДГН чистого гидроксиапатита, обладают низкой адгезионной прочностью. Задача создания прочных биосовместимых покрытий может быть решена введением в состав порошковой смеси из гидроксиапатита кальция пластичного материала, обладающего высокой биохимической и биомеханической совместимостью.

Поэтому актуальность темы диссертации А.А. Поповой, в которой с использованием метода механической активации исходных порошковых смесей в планетарной шаровой мельнице разработан метод получения механокомпозигов, состоящих из гидроксиапатита с различным содержанием никелида титана, получены биосовместимые детонационные покрытия на титановых имплантах и исследованы свойства этих покрытий, не вызывает сомнения.

Кроме того, актуальность темы диссертационной работы Поповой А.А. подтверждается тем, что она выполнялась в рамках: проекта РФФИ № 08-08-

99135p; гранта РФФИ по направлению «Мобильность молодых ученых», раздел «Технические науки», открытый конкурс Лот № 1, 2010-1.4-204-001 тема «Исследование тонкой структуры, рентгенофазовый и спектральный анализ детонационных биосовместимых покрытий из гидроксиапатита кальция»; г/к № 14.740.12.0853 от 22 апреля 2011 г., контракт заключен в рамках реализации ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы, тема лота: «Проведение поисковых научно-исследовательских работ в целях развития общероссийской мобильности в области физики и астрономии». На способ получения детонационного биосовместимого покрытия на медицинский имплант получен патент Российской Федерации.

Основная идея диссертации заключается в разработке нового класса биосовместимых композиционных материалов для создания покрытий на титановых имплантатах, а также разработка технологии их нанесения.

Считаю, что оригинальность подхода диссертации заключается в использовании для детонационного напыления механокомпозитов, состоящих из гидроксиапатита с различным содержанием никелида титана.

Наиболее значимыми результатами диссертации А.А. Поповой следует признать разработку метода получения биосовместимых детонационных покрытий на титановые медицинские импланты из кальций-фосфатных интерметаллидных механокомпозитов и исследование свойств полученных покрытий.

2. Достоверность и новизна полученных результатов.

Для достижения указанной в работе цели были сформулированы следующие задачи:

1. Установить закономерности влияния времени механоактивации и состава исходных порошковых смесей на изменение размеров кристаллитов композита и величины микронапряжений в них.

2. Установить влияние соотношения компонентов в механокомпозите на адгезионную прочность нанесенного покрытия.

3. Разработать методику нанесения детонационных кальций-фосфатных покрытий: определить скорости частиц порошка механокомпозита в детонационной струе, определить дистанцию нанесения (напыления) механокомпозита, а также соотношение газов рабочих детонирующих смесей.

4. Исследовать структуру, фазовый состав и свойства детонационных покрытий из композиционных материалов на основе гидроксиапатита кальция.

5. Сформулировать рекомендации по нанесению композиционных биопокрытий, полученных методом детонационно-газового напыления.

Считаю, что сформулированные задачи в объеме квалификационной работы решены полностью. Достоверность каждого основного вывода или результата диссертации не вызывает сомнения, так как они получены с использованием аттестованных методов и методик исследования на современном оборудовании.

Считаю, что научная новизна диссертации заключается в следующем:

1. Разработан метод получения механокомпозитов на основе гидроксиапатита кальция и никелида титана с разным процентным содержанием исходных компонентов. Экспериментально установлена зависимость величины микронапряжений и изменений размеров кристаллитов композита от процентного содержания интерметаллида и времени активации исходных порошковых смесей.

2. Разработана методика нанесения композиционных покрытий на титановую основу детонационно-газовым способом. Исследованы различные режимы напыления покрытий.

3. В ходе выполнения диссертационной работы были получены детонационные покрытия состава: гидроксиапатит кальция – никелид титана. Исследованы морфология и фазовый состав этих покрытий.

4. Исследовано влияние соотношения компонентов в композите на адгезионную прочность нанесенного покрытия. Установлено, что адгезионная прочность покрытия из механокомпозита состава 50% гидроксиапатита + 50% TiNi в 2,27 раза выше, чем у покрытия из чистого гидроксиапатита.

3. Ценность для науки и практики

Научная ценность проведенной соискателем работы заключается в получении механокомпозитов состава гидроксиапатит – никелид титана для дальнейшего нанесения на медицинские импланты.

Разработана технологическая схема детонационно-газового напыления порошкового композита гидроксиапатит-интерметаллид на имплант, позволяющая без дополнительной обработки изделия применять его в медицинской практике. Биологические испытания на мышах продемонстрировали биосовместимость и биоактивность разработанных композиционных покрытий. Установлено, что кальций-фосфатное покрытие, нанесенное методом ДГН, индуцирует рост тканевых пластинок со 100%-ой вероятностью. Это свидетельствует об оптимальности химического состава и поверхностного рельефа покрытия для прикрепления и роста биологической ткани.

Считаю, что полученные в диссертации результаты позволяют рекомендовать данный способ нанесения покрытия и разработанный материал для дальнейшего изучения и применения в имплантологии.

4. Оценка содержания диссертации, ее завершенности.

Диссертационная работа изложена на 132 страницах и состоит из введения, четырех разделов и выводов, а также списка литературы из 148 наименований и содержит Приложение.

Во введении диссертации раскрыта актуальность, цели и задачи работы, приведены данные о научной новизне, теоретической и практической значимости результатов исследования. Сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

В первом разделе представлен аналитический обзор исследований, связанных с применением материалов на основе фосфатов кальция. Приведен обзор различных биосовместимых покрытий, наносимых на поверхность металлических имплантантов. Отмечено, что, несмотря на разнообразие используемых покрытий, ни одно из них не обладает совокупностью необходимых механических, химических и биологических свойств, что ограничивает их применение в медицинской практике и требует поиска новых покрытий для имплантантов. Сформулирована проблема по характеристикам поверхности и методам нанесения биопокрытий на основе гидроксиапатита на титановые имплантаты. В соответствии с результатами проведенного литературного обзора сформулирована цель и определены задачи исследования

Во втором разделе описываются материалы, используемых для получения порошковых композитов, анализируется оборудование и методы реализации механической активации порошковых смесей исходных компонентов, а также аналитическое оборудование и методы, используемые для исследования порошковых материалов и напыленных покрытий.

Третий раздел диссертационной работы посвящен формированию гидроксиапатитовых композиционных покрытий на титане методом детонационно-газового напыления.

В четвертом разделе диссертационной работы представлены результаты исследования морфологии, микроструктуры, фазового состава,

физико-механических характеристик полученных покрытий на титановых подложках.

Полученные автором результаты представляются достоверными, а выводы и заключения убедительно обоснованы, так как базируются они на большом объеме экспериментальных данных. По каждому разделу сделаны четкие выводы.

Автореферат соответствует основному содержанию диссертации.

4. Подтверждение опубликования основных результатов диссертации в научной печати.

Результаты диссертации достаточно полно опубликованы в научной печати, они неоднократно обсуждались на различных конференциях и симпозиумах и получили одобрение ведущих специалистов в области композиционных материалов. Основные результаты диссертации опубликованы в 40 печатных работах. Из них 7 статей в периодических реферируемых изданиях, включенных в «Перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий» ВАК РФ, где должны быть опубликованы основные научные результаты диссертации на соискание ученой степени кандидата наук и 5 статей в других научных журналах. 27 работ в сборниках трудов международных и всероссийских научно-технических конференций, получен 1 патент Российской Федерации В автореферате приведен список из 30 основных публикаций.

Автор диссертационной работы Попова А.А. неоднократно была победителем краевых конкурсов, выставок и ярмарок инноваций с проектом «Технология нанесения биосовместимых покрытий на медицинские имплантаты с использованием энергии взрыва».

5. Замечания по оформлению диссертации.

1. Основные замечания относятся к оформлению текста диссертации. Некоторые разделы текста плохо скомпонованы. Довольно много страниц с большой пустой площадью.

2. Некоторые рисунки приведены дважды. Например, рисунок 3.8 повторно приведен на рисунке 4.11 (б). Это же замечание относится к рисункам 3.4 и 4.11 (а).
3. Не соблюдена последовательность в нумерации рисунков. Например, под номером 4.11 приведен рисунок на стр. 91, и под этим же номером есть рисунок на стр. 94, но это разные рисунки. Это же замечание откосится к рисункам с одинаковым номером 4.10 на стр. 90 и стр. 92.
4. В таблицах 4.1 – 4.3 после обозначения химического элемента непонятно зачем стоит буква К. Кстати, почему-то не у всех элементов. Если таким образом хотели обозначить линию K_{α} , то при использовании метода EDS это подразумевается автоматически.
5. В тексте диссертации и автореферата не приведены погрешности экспериментально определяемых параметров.
6. В автореферате практически не отражены очень важные результаты биологических испытаний на мышах биосовместимости и биоактивности разработанных композиционных покрытий.

Отмеченные недостатки снижают общее хорошее впечатление о диссертации, но они не влияют на главные экспериментальные и практические результаты диссертации.

6. Общее заключение по диссертации

Диссертация Поповой Анастасии Александровны соответствует специальности 05.16.06 – порошковая металлургия и композиционные материалы, имеет внутреннее единство и является завершенной научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований получены новые научные и практические результаты, имеющие важное значение для создания биосовместимых композиционных покрытий, используемых в медицинской имплантологии.

В целом диссертация производит впечатление законченного исследования, выполненного на высоком профессиональном уровне и

содержащего новые решения актуальных задач порошковой металлургии и медицинского материаловедения, имеющих важное народнохозяйственное значение.

Диссертация соответствует требованиям п. 9 "Положения о порядке присуждения учёных степеней" постановления Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842, а её автор Попова Анастасия Александровна достойна присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы.

Официальный оппонент,

Ведущий научный сотрудник

лаборатории химического материаловедения

Института химии твердого тела и

механохимии СО РАН,

доктор технических наук



Корчагин Михаил Алексеевич.

Тел. 8-913-982-15-61, e-mail: korchag@solid.nsc.ru

630128, г. Новосибирск, ул. Кутателадзе, 18, ИХТТМ СО РАН.

Тел. (383) 332-40-02. e-mail: root@solid.nsc.ru

Подпись д. т. н. Корчагина М.А. заверяю.

Ученый секретарь ИХТТМ СО РАН  Т.П. Шахтшнейдер.

10.03.2016 г.

