

ОТЗЫВ

официального оппонента на
диссертационную работу Радюка Алексея Александровича на тему:
«Закономерности формирования композиционных плазменных покрытий
титан – гидроксипатит», представленную на соискание учёной степени
кандидата технических наук по специальности 2.6.5 (05.16.06)
«Порошковая металлургия и композиционные материалы»

Актуальность темы. Диссертационная работа Радюка А.А. посвящена разработке и исследованию процессов формирования способом плазменного напыления на поверхности титановых подложек композиционных металлических, керамических и композиционных покрытий с пористой структурой. Исследование акцентировано на перспективных вариантах плазменного напыления, позволяющих создавать контролируемую структуру покрытий. Следует отметить, что выбранная тема является весьма актуальной. В последние десятилетия во всём мире отмечается рост интенсивности исследований в данной области. Значимость подобных разработок для РФ ежегодно отражается в различных директивных документах, государственных научно-технологических программах, межотраслевых, ведомственных и академических планах стратегического развития.

Всё сказанное свидетельствует о несомненной актуальности темы, выбранной соискателем.

Цель работы автор сформулировал как разработку, исследование и установление общих закономерностей формирования плазменным напылением композиционных металл – керамических покрытий с новым типом пористой структуры, названным им трёхмерным капиллярно – пористым (ТКП) покрытием.

В качестве основного способа напыления покрытий, определяющего функциональные свойства слоёв, выбрано аномальное плазменное напыление. Для повышения адгезии и когезии, стабилизации фазового состава и структуры покрытий активно использовано тройное действие дуговых разрядов, нагрев подложки, дополнительные гидротермическая (ГТО) и термическая обработка в вакууме.

Научная новизна. На мой взгляд заявляемая соискателем научная новизна работы может состоять в:

- установлении факта повышения сдвиговой прочности Ti ТКП покрытия при пористости 46% вследствие формирования монолитной структуры границы раздела в результате действия несамостоятельно дугового разряда на Ti подложку при ведении процесса напыления с дуговым разрядом на распыляемую проволоку.
- установлении тримодального распределение пористости: во впадинах между гребнями и на стенках гребней.
- установлении тенденции повышения стабильности ГА покрытия с ростом температуры Ti подложки с 20°C до 550°C.
- установлении повышения сдвиговой прочности композиционного ТКП покрытия Ti – ГА, определяемое химическим взаимодействием ГА с Ti на стадии напыления, о чём, по мнению автора, свидетельствуют взаимные диффузионные потоки Ti и Ca.

Перечисленные позиции безусловно характеризуют наличие научной ценности данной диссертационной работы.

Практическую значимость определяют реализация результатов исследования на стандартной промышленной установке, дополненной камерой для напыления в инертной атмосфере; адаптация разработанного процесса для роботизированной установки с двумя последовательно напыляющими плазмотронами с получением патента (RU 2623944 C1) на способ напыления; опробование покрытий на реальных тазобедренных имплантатах в ООО «Эндосервис», г. Новосибирск.

Достоверность результатов и выводов определяется использованием комплекса современного аналитического, технологического оборудования и методов исследования, воспроизводимостью экспериментальных данных. Интерпретация полученных данных в основном согласуется с результатами работ других исследователей в данной области. Корректность моделей и гипотез, представленных в работе, подтверждается способностью управлять процессом формирования покрытий, а также практической апробацией достигнутых результатов.

Структурно текст диссертации, изложенный на 158 страницах, состоит из введения, 6 глав, заключения и 1 приложения. Работа содержит 59 рисунков, 29 таблиц и списка литературы из 126 наименований.

Во введении обоснована актуальность выбранной темы, сформулированы цель, новизна и значимость работы, основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлено современное состояние исследований в области плазменного напыления пористых покрытий, их структура, фазовый состав и механические свойства. Конкретизированы цель и задачи исследования.

Вторая глава посвящена описанию использованных в работе методик и материалов: напылению Ti и гидроксиапатитовых (ГА) покрытий, композиционных покрытий ТКП Ti + ГА. Кроме того, содержится информация о вживлении имплантатов с ТКП Ti и ТКП Ti + ГА покрытиями экспериментальным животным.

В третьей главе описаны результаты исследований механических свойств и структуры металлических ТКП покрытий. Приведён отчёт об изучении сдвиговой прочности ТКП Ti покрытия на титановой цилиндрической подложке, пористости, микроструктуры, химический состав и микротвёрдости. Кратко смоделирован механизм формирования ТКП покрытия. Здесь же представлены результаты, относящиеся к напылению ТКП бронзовых покрытий и испытаний их способности к теплообмену.

В четвёртой главе представлены результаты исследования покрытий из гидроксиапатита (ГА). Описана методика плазменного напыления и дополнительной гидротермической обработки ГА покрытий, охарактеризованы макро- и микроструктура, химический и фазовый состав исходного порошка и получаемых покрытий. Приведены данные дифференциальной сканирующей калориметрии, сделана оценка сдвиговой прочности покрытий.

Пятая глава содержит сведения об исследованиях, связанных с формированием композиционных ТКП Ti + ГА покрытий, измерением их сдвиговой прочности. Представлены данные изучения (включая Оже-спектроскопию) границы между ГА покрытием и Ti подложкой, измерений микротвёрдости ГА покрытия, Ti подложки и границы раздела.

В шестой главе описаны результаты двухэтапного *in vivo* тестирования имплантатов с ТКП Ti + ГА покрытиями.

Все главы завершают промежуточные выводы.

Приложение представляет собой копию акта сдачи-приёмки выполненных работ по нанесению пористого титанового покрытия на

имплантаты тазобедренного сустава в рамках договора ИМЕТ с ООО «Эндосервис», г. Новосибирск.

Результаты, полученные диссертантом, широко апробированы в виде докладов научной общественности на ряде конференций, отражены в 33 работах, из которых 10 статей в журналах, включенных в Перечень рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, 8 статей в журналах, переводные версии которых индексируются Web of Science и Scopus, 3 статьи в зарубежных изданиях, индексируемых Web of Science и Scopus, 1 патент Российской Федерации, 11 публикаций в сборниках материалов международных и всероссийских научных и научно-практических конференций.

Автореферат в целом отражает содержание диссертации.

Вместе с тем, при прочтении работы возник ряд замечаний и вопросов.

1. Замечания по оформлению. Большое количество опечаток и стилистических ошибок. Весьма некорректное и совершенно волюнтаристское обращение с аббревиатурами. Использование их без априорной дефиниции (СНФ стр. 76-83; повсеместно ТКФ, ТТКФ). Рандомное их написание буквами латинского и кириллического алфавитов (например, микроплазменное оксидирование МПО и МРО на стр. 48; НА и ГА покрытия стр. 90; плотность активных центров зародышеобразования NSD стр. 78, 80; ТТСР табл. 15 стр. 99). Смещение аббревиатур и химических символов (например, табл. 2 стр. 15: ГА, ТКФ, ТТКФ и СаО, Са/Р). Обозначение одних и тех же веществ разными сокращениями (повсеместно три кальций фосфат ТКФ, ТТКФ; фосфат кальция АФК, ФК на стр. 20, 48 и др.).

2. Требуется более четкого объяснения какие именно принципы формирования ТКП покрытий для внутрикостных имплантатов были использованы при напылении бронзовых порошков на теплообменник? И вообще, как соотносится данный объект исследования (а ему посвящён приличный фрагмент работы, разделы 3.5 и 3.6 на стр. 69-88!) с общим наименованием работы?

3. Температура плавления ГА 1650 °С, оптимальные режимы напыления предполагают температуру напыляемых частиц 2024 – 2431 °С (стр. 90). А

какова была температура ГА в плазме? Возможно ли полное или частичное сохранение при этом химической целостности и агрегатности состояния ГА, или имела место его декомпозиция или даже ионизация? Кстати, не связаны ли пики на ДСК диаграммах (рис.42, стр. 102) с устранением декомпозиции?

4. Насколько методически корректно измерение микротвёрдости границы между ГА покрытием и Тi подложкой уколom пирамидкой (рис. 49 стр. 114)? Расстояние от центра отпечатка до края фазы должно быть не менее двойного размера отпечатка (п. 5.7 ГОСТ 9450—76). И почему осталась совершенно неизученной граница ГА покрытие – ТКП Тi с его тримодальными порами?

5. Непонятны представленные в Таблице 23 на стр. 115 данные и их интерпретация. С учётом приведённых величин отклонений при проведении измерений, различий между средними значениями практически нет. И в чём заключался смысл усреднения результатов измерений микротвёрдости в центре титановой подложки для совершенно различных режимов напыления и видов обработки?

6. Материалы, содержащиеся в шестой главе, не позволяют дать однозначный ответ на вопрос о том, какой из применённых способов предпочтительнее для нанесения биоактивного слоя – формирование фосфат-кальциевых (ФК) покрытий микроплазменным оксидированием или плазменное напыление гидроксиапатита (ГА)? Причём не только по индикаторам сдвиговой прочности. Хотелось бы услышать мнение соискателя по этому поводу.

Указанные замечания и пожелания, тем не менее, не снижают общего положительного впечатления о диссертационной работе, не умаляют её достоинств, научной и практической значимости. Исследование выполнено на современном научном уровне и демонстрирует высокий научный потенциал диссертанта.

Заключение. Диссертационная работа Радюка А.А. выполнена на достаточно высоком теоретическом и экспериментальном уровне, полученные результаты обладают признаками научной новизны и практической значимости. В ней изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения, внедрение которых способно внести значительный вклад в развитие теории и практики способов нанесения покрытий.

Поставленные цели и задачи исследования достигнуты, а положения, выносимые на защиту доказаны. Таким образом, диссертационная работа «Закономерности формирования композиционных плазменных покрытий титан – гидроксиапатит» представляет собой завершённое научное исследование, отвечает требованиям п.п. 9-11, 13, 14 Положения о присуждении научных степеней, утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 (в действующей редакции) в части критериев, предъявляемых к диссертациям на соискание учёной степени кандидата наук, соответствует паспорту и формуле специальности 2.6.5 (05.16.06) «Порошковая металлургия и композиционные материалы», а её автор – Радюк Алексей Александрович – заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 (05.16.06) «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Официальный оппонент

доктор технических наук (05.16.06 – порошковая металлургия и композиционные материалы), доцент, профессор кафедры «Технологии производства приборов и информационных систем управления летательных аппаратов» ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет)», лауреат премии Правительства РФ в области науки и техники



Борис Львович Крит

125993, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4
+7 (495) 915-54-41, +7 (916) 677-26-08
e-mail: bkrit@mail.ru

Подпись Б.Л. Крита заверяю

зам. нач. Управления по работе с органами

