

Вх. № 152  
22 11 23

## ВІДГУК

офіційного опонента на дисертаційну роботу **Калюжного Сергія Миколайовича «Мікроплазмове нанесення цирконієвих покриттів на деталі ендопротезів»** яка подана на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук з галузі знань 13 «Механічна інженерія» за спеціальністю 05.03.06 «Зварювання та споріднені процеси і технології»

### **Актуальність обраної теми дисертації.**

В даний час однією з найважливіших медико-соціальних проблем ортопедії є діагностика та лікування захворювань суглобів, які за своєю частотою посідають друге місце після травми опорно-рухового апарату. Всесвітня організація охорони здоров'я, сповіщає зростання статистики захворювань з ревматичними та дегенеративно-дистрофічними ураженнями суглобів населення. За статистикою більше 5% вбудованих імплантатів відторгається організмом пацієнта через розвиток некрозу кісткової тканини, який виникає, коли поверхня імплантату руйнується, деформується і металеві частинки проникають в навколишні тканини тіла або через розвиток перопротезних бактеріальних інфекцій.

Поверхня імплантату перша взаємодіє з живою тканиною, коли імплантат поміщається в людське тіло, а значить початкова реакція живої тканини на матеріал імплантату залежить від властивостей його поверхні. Тому, в центрі уваги знаходиться розробка нових технологій обробки поверхні медичних імплантатів задля підвищення їх біосумісності.

Довготривалий період спостереження за титановими імплантатами показав негативні прояви у вигляді алергій та більш згубного впливу як токсичність титанових сплавів типу ВТ6. Це підтверджує, що пошук нових покриттів та дослідження методів їх отримання задля підвищення біосумісності та покращення властивостей, як нових видів імплантатів, так і тих що активно застосовуються є пріоритетним напрямком інженерії поверхні.

В даний час зріс інтерес до використання цирконію як матеріалу для медичних імплантатів. Через високу міцність та хімічну стабільність цирконію є перспективним матеріалом для ортопедії. Підвищена корозійна стійкість цирконію досягається завдяки відносно товстому (приблизно 5 мкм) поверхневого оксидного шару, проте він є дорогим у виробництві та застосовується переважно в особливих обставинах, за яких виникають такі

проблеми, як алергія на метал (гіперчутливість до металу). Однак, на сьогодні залишаються невисвітленими важливі процеси отримання цирконієвих покриттів, що безсумнівно визначає актуальність дисертаційної роботи автора і було поставлено за мету даної роботи.

**Метою роботи** є розробка технології нанесення цирконієвих покриттів на деталі ендопротезів на основі встановлених особливостей процесу мікроплазмового напилення дроту із цирконієвого сплаву марки КТЦ-110.

**У вступі** обґрунтована актуальність теми дисертації, сформульовані мета й основні завдання досліджень, визначені об'єкт та предмет дослідження, сформульовані наукова новизна й практичне значення отриманих результатів роботи, наведені відомості про їх апробацію та представлений перелік публікацій по темі дисертаційної роботи із зазначенням особистого внеску автора. Наведений зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.

**У першому розділі** проведено глибокий аналіз розгляду біосумісності поверхні імплантатів виготовлених із найбільш поширених металів та сплавів, і їх впливом на організм людини. Наведено докази що найбільш поширені сплави на основі титану, із яких виготовляють імплантати не задовільняють загальній біосумісності під час довготривалого знаходження в організмі людини, що потребує їх заміни на більш сумісний матеріал для виготовлення імплантатів. Автор підкреслив перспективність застосування цирконію, як матеріалу з більш кращою біосумісністю для отримання імплантатів та застосування його на поверхні існуючих титанових імплантатах у вигляді покриття. Це дозволить покращити біосумісність, підвищити надійність фіксації імплантату в кістці та зменшити прояв ефекту екранування напружень. Огляд методів нанесення покриттів дозволив автору обрати як найбільш перспективний метод мікроплазмового напилення, основними перевагами якого є низька потужність мікроплазмового струменя, що зменшує вірогідність перегріву імплантату та мала пляма напилення для формування покриттів.

**У другому розділі** наведено опис використаних в роботі зразків, їх підготовка та обладнання для дослідження.

Представлено методику математичного планування для виконання експериментів. Наведені методики за якими були проведені дослідження процесу диспергування дроту, формування та вивчення властивостей покриттів.

Описані дослідження розміру та швидкості руху диспергованих частинок цирконієвого дроту в умовах МПН, які були проведені з

використанням оптичних методів і розробленого за участю автора алгоритму обробки отриманих даних. Серед оригінальних методик було представлено автором удосконалений метод визначення модуля пружності покриттів в умовах трьохточкового згину зразків з покриттями.

**У третьому розділі** обґрунтовані граничні значення параметрів режиму процесу МПН покриття із цирконієвого дроту. За розрахованою швидкістю подачі цирконієвого дроту в мікроплазмовий струмінь та кількістю теплоти для плавлення 1 см довжини дроту, були визначені граничні значення параметрів режиму МПН. Дані параметри забезпечують стабільний процес плавлення і диспергування дроту, що посприяло для подальшого дослідження їх впливу на процес формування біосумісних цирконієвих покриттів.

Наведені результати досліджень щодо вивчення процесу диспергування цирконієвого дроту в мікроплазмовому струмені та встановлено закономірності зміни розміру і швидкості руху диспергованих частинок цирконієвого дроту в залежності від параметрів режиму МПН. Встановлено діапазон розмірів і швидкості руху розпилених цирконієвих частинок, показано, що вони залежать головним чином від сили струму та витрати плазмо-утворювального газу. Дослідження розпилених цирконієвих частинок при зіткненні з основою показало, що їх стан змінювався від повністю розплавлених до частково затверділих, а їх деформація залежала від досягнутої швидкості руху. Визначено, що найбільший показник КВМ із цирконієвого дроту був отриманий на режимі з мінімальними граничними значеннями параметрів МПН. Розрахунковим шляхом визначені мінімальні втрати напилюваного матеріалу, що пов'язано з геометричним фактором.

**У четвертому розділі** автором проведені дослідження характеристик цирконієвих покриттів із вивченням їх структури, вмісту об'ємної пористості та морфології поверхонь. Розрахунковим шляхом отримано рівняння регресії яке дозволяє визначати зміну об'ємної пористості в цирконієвих покриттях в залежності від параметрів режиму МПН. Отримано рівняння лінійної регресії, які дозволяють прогнозувати модуль пружності цирконієвих покриттів в залежності від об'ємної пористості та характеру навантаження. Встановлено, що показник міцності зчеплення напилених покриттів з пористістю  $20,3 \pm 2,0$  % нанесених на титанові зразки, відповідав вимогам стандарту ISO 13179-1:2021. Досліджені впродовж 1 години цирконієві покриття в розчині Рінгера, показали кращу протидію корозійному руйнуванню. Для даних покриттів зафіксоване більш позитивне значення потенціалу розімкнутого ланцюга та нижчий показник густини струму корозії, таким чином цирконієві покриття мають на 50% вищий коефіцієнт захисної ефективності поверхневого шару

ніж титанові покриття. Результати отриманих досліджень на цитотоксичність *in vitro* цирконієвих покриттів нанесених МПН підтвердили їх безпечність.

У п'ятому розділі на основі аналізу результатів досліджень розроблені наукові рекомендації щодо вибору параметрів режиму для нанесення цирконієвих покриттів на поверхні деталей ендопротезів. Надані рекомендації щодо нанесення даних покриттів через щільний підшар, котрий забезпечить підвищення міцності зчеплення з поверхнею деталей ендопротезів та її захист від корозії. Зовнішній біосумісний шар цирконієвого покриття запропоновано напилювати товщиною від 300 мкм до 500 мкм, з об'ємною пористістю орієнтовно  $20,3 \pm 2,0$  %, який включатиме розвинену мережу відкритих пір розміром від 100 мкм до 300 мкм та матиме шорсткість мікрорельєфу поверхні  $Ra > 50$  мкм. Цей шар сприятиме вrostанню кісткової тканини, функціонуванню її систем життєзабезпечення, підвищенню міцності фіксування ендопротеза в кістці, зниженню ефекту екранування напружень між поверхнею імплантату та кісткою. Розроблено та представлено технологічну схему з її описом щодо формування біосумісних покриттів методом МПН із цирконієвого дроту, що дозволяє впровадити комплекс операцій для практичного використання при виробництві деталей ендопротезів в реальних технологічних умовах.

**Загальні висновки** відображають основні результати дисертаційної роботи.

У додатках надані відомості, щодо практичного застосування результатів досліджень і список опублікованих праць.

**Обґрунтованість та достовірність основних наукових положень, висновків і рекомендацій роботи визначається наступним:**

- верифікацією та доброю збіжністю результатів аналітично-розрахункових і експериментальних досліджень;
- застосуванням автором добре апробованих методик досліджень;
- значним обсягом отриманих експериментальних даних шляхом проведення прямих експериментів;
- наявністю публікацій у фахових виданнях та апробацією основних результатів роботи на всеукраїнських та міжнародних конференціях.

Отримані автором теоретичні закономірності підтверджені дослідженнями реальних зразків. Вони не мають протиріч з існуючими теоретичними уявленнями та накопиченим досвідом. Наукові положення, висновки і рекомендації узгоджуються з існуючими концепціями.

## Оцінка наукової новизни отриманих результатів.

Положення наукової новизни відповідають поставленим завданням наукової роботи.

Основним науковим здобутком роботи можна вважати те, що були теоретично обґрунтовано і експериментально досліджено механізм формування структури, морфології покриттів із встановленими їх властивостями. Зокрема:

1. Вперше теоретично обґрунтовано і експериментально підтверджено можливість розпилення та формування покриття із цирконієвого дроту діаметром 0,3 методом мікроплазмового напилення застосовуючи діапазони параметрів режиму: сила струму ( $I$ ) від 16 А до 26 А, витрата плазмоутворювального газу ( $Q_{\text{пл}}$ ) від 160 л/год до 240 л/год, дистанція напилення ( $H$ ) від 40 мм до 120 мм та швидкість подачі дроту ( $V_{\text{др}}$ ) від 2,9 м/хв до 4,8 м/хв.

2. Вперше отримано механізм впливу параметрів режиму мікроплазмового напилення на процес диспергування цирконієвого дроту при якому формуються частинки розміром від  $128 \pm 3,6$  мкм до  $310 \pm 31$  мкм із швидкостями руху від  $8,0 \pm 2,5$  м/с до  $28,7 \pm 4,0$  м/с, що дозволяє при мінімальних граничних значеннях параметрів процесу нанести покриття з об'ємною пористістю до  $20,3 \pm 2,0$  % та розміром пор до 300 мкм із найбільш розвиненим мікрорельєфом поверхні шорсткістю  $Ra = 52 \pm 3,1$  мкм.

3. Вперше доопрацьовано методику визначення модуля пружності пористих покриттів при тьохточковому згині призматичних зразків з покриттям, що дозволило визначити значення модуля пружності цирконієвих покриттів, яке в зоні розтягу на 53% відрізняється від значень модуля пружності в зоні стиску при вмісту об'ємної пористості  $20,3 \pm 2,0$  % і знаходяться в межах існування показників модуля пружності кісток від 5 ГПа до 23 ГПа.

4. Отримало подальший розвиток уявлення про значний вплив витрати плазмоутворювального газу від 160 л/год до 240 л/год при мікроплазмовому напиленні на коефіцієнт використання матеріалу, який зростає до 95% при зменшенні витрати плазмоутворюючого газу на 33% завдяки зниженню розбрикування розплаву диспергованих частинок цирконію при формуванні покриття.

5. Вперше встановлено вплив параметрів процесу мікроплазмового напилення на фігуру металізації та втрати розпилюваного матеріалу в залежності від розміру напилюваної деталі, що дозволило рекомендувати параметри режиму  $I = 26$  А,  $Q_{\text{пл}} = 160$  л/год,  $H = 40$  мм,  $V_{\text{др}} = 4,8$  м/хв для

нанесення покриттів на імплантати малих розмірів при яких втрати напилюваного матеріалу становлять менше 1% на деталях розміром більше 8 мм.

### **Оцінка практичного значення результатів роботи.**

- Практичне значення результатів роботи полягає в тому, що на основі проведених теоретичних і експериментальних досліджень були встановлені залежності впливу основних технологічних параметрів МПН які забезпечують формування біосумісних цирконієвих покриттів із заданими характеристиками розміру пор до 300 мкм, об'ємною пористістю до  $20,3 \pm 2,0$  % та шорсткістю поверхні Ra понад 50 мкм.

- Отримані регресійні залежності для об'ємної пористості дозволяють планувати її зміну в покритті в залежності від технологічних параметрів МПН. Встановлені залежності зміни модуля пружності покриття від об'ємної пористості дозволять спрогнозувати його значення наблизивши до показника модуля пружності кістки.

- Розроблена оригінальна методика визначення модуля пружності покриттів в умовах трьохточкового згину зразків з покриттям, без відокремлення їх від основи, може в подальшому слугувати для визначення показників пружних характеристик покриттів з високою пористістю.

- Біосумісні покриття із цирконієвого дроту, отримані в результаті виконання дисертаційної роботи, рекомендовані лікарями-ортопедами Інституту травматології та ортопедії НАМН України до застосування при виготовленні деталей ревізійної ацетабулярної системи та стегнового компонента ендопротеза кульшового суглоба безцементного фіксування для підвищення їх біосумісності та ресурсу експлуатування.

### **Повнота викладення основних результатів дисертаційної роботи в опублікованих працях.**

Дисертація складається із вступу, 5 розділів, загальних висновків, списку використаних літературних джерел з 185 найменувань, 5 додатків, містить 20 таблиць та 54 рисунки. Основний текст роботи викладено на 156 сторінках. Загальний обсяг роботи становить 194 сторінки.

Основні здобутки дисертаційної роботи відображено у 20 наукових працях, які задовольняють вимоги МОН України щодо публікації результатів дисертаційних робіт, серед них 6 статей у вітчизняних і 4 у закордонних фахових наукових періодичних виданнях, в тому числі 2 у виданнях, які індексуються в міжнародних наукометричних базах даних Scopus та 1 у Web of Science, 8 тез у збірниках всеукраїнських і міжнародних науково-технічних конференціях та 2 патенти України.

Кількість публікації та їх тематика дають підстави вважати, що вони повною мірою висвітлюють основні наукові положення і висновки дисертації

і відповідають вимогам МОН України, що висуваються до кандидатської дисертації.

Зміст реферату ідентичний з основним положеннями дисертації й відображає наукові та практичні результати роботи.

### **Зауваження до дисертаційної роботи.**

Аналізуючи результати досліджень, вважаю доцільним зазначити наступне:

1. В дослідженні швидкості рух диспергованих частинок цирконію змінилася матриця планування, де не враховано вплив обраного в розділі 2 технологічного параметру дистанції напилення як одного із основних факторів процесу мікроплазмового нанесення покриттів.

2. У розділі 2 не вказано за якою методикою було проведено дослідження на цитотоксичність *in vitro*, а в тексті 4 розділу приведено результат із посиланням на Додаток Б та на ДСТУ EN ISO 10993-5:2015.

Стосовно визначення міцності зчеплення, то в одному місці робиться посилання на ISO 13179-1:2021, а в іншому на ASTM C633-13 (2021).

3. У розділі 4 досліджено властивості цирконієвих покриттів із вивченням об'ємної пористості та розміру пор, проте нічого не сказано про форму цих пор і як вона сприяє біосумісності та до якої форми та виду пор потрібно прагнути при формуванні покриттів.

4. Автор приводить загальні вислови про підвищення біосумісності титанових імплантатів застосовуючи на його поверхні цирконієве покриття, проте ніяких особистих експериментальних даних що засвідчують підвищення біосумісності такого імплантату не приводить в тексті, лише посилається на літературні джерела. Хотілося би все ж таки дізнатися, як змінилася сприятливість поверхні імплантату для кісткової тканини із цирконієвим покриттям в порівнянні із титановим.

5. По тексту зустрічаються термінологічні розбіжності, наприклад чергування «плазмовим струменем» та «мікроплазмовим струменем», крім того не зрозуміло в якому значенні автор застосовує «імплантат», а в деякому випадку словосполучення «деталь ендопротеза». На сторінці 5 вказано не вірні діапазони об'ємної пористості «об'ємна пористість змінюється від  $128 \pm 3,6 \%$  до  $20,3 \pm 2,0 \%$ ».

6. Регресійні моделі розробляються прості, які є поліномами першого ступеня. Як побажання, можливо у подальшій роботі ускладнити моделі, наприклад зробіть їх зі змішуванням факторів та вирішити задачу оптимізації із застосуванням сучасних програмних пакетів статистичної обробки експериментальних даних.

### Загальна оцінка дисертаційної роботи.

Дисертаційна робота Калюжного С. М. за темою «Мікроплазмове нанесення цирконієвих покриттів на деталі ендопротезів» є завершеною науковою роботою, яка за актуальністю, науковою новизною, обсягом проведених експериментальних досліджень, їх науковою і практичною цінністю задовольняє чинним вимогам до робіт на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук.

Робота відповідає паспорту спеціальності 05.03.06 «Зварювання та споріднені процеси і технології», не містить академічного плагіату, реферат об'єктивно і достатньо повно відображає зміст дисертації.

Таким чином вважаю, що представлена робота відповідає вимогам до робіт на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук, зокрема, пунктам 9, 11 та 12 «Порядку присудження наукових ступенів», затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 24.07.2013 №567, а Калюжний Сергій Миколайович заслуговує присудження йому наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.03.06 «Зварювання та споріднені процеси і технології».

### Офіційний опонент

професор кафедри зварювального виробництва навчально-наукового інституту матеріалознавства та зварювання ім. Є.О. Патона, Національного технічного університету України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського» МОН України, доктор технічних наук, професор

