

ВІДГУК

офіційного опонента старшого наукового співробітника відділу фізики міцності і пластичності матеріалів Інституту проблем матеріалознавства ім.

І.М. Францевича НАН України, кандидата технічних наук

Ульянчич Наталії Володимирівни

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»

1. Оцінка актуальності теми дисертаційної роботи.

Дисертаційна робота Калюжного С. М. присвячена дослідженню процесів формування біосумісних цирконієвих покриттів, що одержуються методом мікроплазмового напилення з дроту, їх структури та властивостей. Розвиток технології виробництва імплантатів для ортопедичного застосування та обробка поверхонь імплантатів із наданням їм функціональних властивостей, із високими показниками біосумісності та максимальним збереженням кісткової тканини є одним із пріоритетних напрямків наукових розробок. Особливо нагальною ця проблема є сьогодні, у зв'язку із збільшенням пацієнтів молодого віку, які потребують ендопротезування, як серед цивільних громадян, так і особливо серед військових. Існуючі металеві імплантати не забезпечують довготривалий експлуатаційний ресурс без побічних проявів негативного впливу на кісткову тканину. Для запобігання корозії металевих імплантатів після імплантації автором запропоновано наносити функціональні покриття мікроплазмовим методом із більш біосумісного матеріалу, яким є цирконій, який по механічним властивостям та біосумісності є більш толерантним до кісткової тканини. Підвищення терміну функціонування металевих імплантатів в кістковій тканині та її збереження за рахунок розробленої технології мікроплазмового напилення функціональних цирконієвих покриттів на існуючі імплантати безсумнівно є актуальним та своєчасним завданням.

2. Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.

Робота виконана відповідно до робочого плану програм досліджень відділу захисних покриттів Інституту електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України: цільової програми ВФТПМ НАНУ «Розробка складу і технології нанесення біосумісних покриттів на дентальні імплантати,

способів підготовки кісткової і м'яких тканин, у тому числі з використанням автоматизованого ВЧ зварювання біологічних тканин, для скорочення часу остеоінтеграції та попередження ускладнень» (№ держреєстрації 0118Г005296) (2018-2019 рр.), «Розробка складу та технології мікроплазмовего напилювання біосумісних керметних покриттів з керованою структурою» (№ держреєстрації 0117U004951) (2017-2021 рр.), відомчої «Розробка принципів оптимізації процесу формування структури покриттів триботехнічного і медичного призначення з підвищеною довговічністю та ефективністю» (№ держреєстрації 0117U001265) (2017-2021 рр.) та науково-дослідної роботи молодих вчених НАН України «Дослідження впливу параметрів режиму нанесення мікроплазмових біосумісних покриттів на їх фізико-механічні властивості» (№ держреєстрації 0121U112006) (2021-2022 рр.).

3. Загальна характеристика дисертаційної роботи.

Дисертаційна робота Калюжного С. М. виконана в Інституті електрозварювання ім. Е.О. Патона НАН України. Робота складається із вступу, 5 розділів, загальних висновків, списку використаних літературних джерел (185 найменувань на 21 сторінці), 5 додатків (на 15 сторінках), містить 20 таблиць та 54 рисунки. Основний текст роботи викладено на 156 сторінках. Загальний обсяг роботи становить 194 сторінки.

Тема і зміст роботи у повній мірі відповідають паспорту спеціальності 05.03.06 «Зварювання та споріднені процеси і технології».

У вступі обґрунтовано актуальність теми дисертації, вказано її зв'язок із науковими програмами, сформульовано мету та завдання дослідження, представлено наукову новизну та практичне значення отриманих результатів, наведено данні про апробацію та публікацію основних результатів досліджень.

У першому розділі розглянуто проблему використання найбільш поширених металів та сплавів, які застосовуються при виготовленні імплантатів, із наведеним негативним впливом на організм людини при довготривалому періоду їхнього знаходження в організмі. Проаналізовано перспективи застосування цирконію, як матеріалу з вищими біосумісними властивостями для отримання як імплантатів, так і покриттів, які можуть бути застосовані на поверхнях існуючих титанових імплантатів для покращення процесів їх остеоінтеграції. Для формування цирконієвих покриттів із біосумісними властивостями автор обрав мікроплазмове напилення, як більш перспективну технологію та поставив мету роботи у

розробці технології нанесення цирконієвих покриттів на деталі ендопротезів на основі встановлених особливостей процесу мікроплазмового напилення із дроту.

У другому розділі наведено опис використаних в роботі зразків, методики їх підготовки та обладнання для дослідження. Представлено методики за якими були проведені дослідження процесу диспергування, формування та вивчення властивостей покриттів. Серед методик, що використовуються автором було представлено доопрацьований метод визначення модуля пружності покриттів при трьохточковому згині зразків з покриттям, які застосовуються на поверхнях імплантатів.

Визначено технологічні параметри мікроплазмового напилення, вплив яких на процес формування цирконієвих покриттів та їх властивості вивчалися в роботі.

У третьому розділі автор надав аналіз та обґрунтування граничних значення досліджуваних параметрів процесу мікроплазмового напилення покриття із цирконієвого дроту. Представлено розроблену за допомогою методу математичного планування матрицю 2^{4-1} із досліджуваними параметрами режиму мікроплазмового напилення, при яких забезпечується стабільне плавлення та диспергування цирконієвого дроту, а їх вплив був вивчений в процесі дослідження формування біосумісних покриттів.

Встановлено закономірності зміни розміру (від $(128 \pm 3,6)$ мкм до (310 ± 31) мкм) і швидкість руху (від $(8,0 \pm 2,5)$ м/с до $(28,7 \pm 4,0)$ м/с) диспергованих частинок цирконієвого дроту в залежності від параметрів режиму мікроплазмового напилення, управління якими здійснюється завдяки силі струму та витраті плазмоутворюючого газу. Отримано рівняння регресії, які дозволяють прогнозувати даний вплив на розмір та швидкість диспергованих частинок цирконієвого дроту. Проаналізовано стан диспергованих частинок цирконієвого дроту при їх зіткненні з основою, показано, що стан частинок які формуються на режимі мікроплазмового напилення №8 є найбільш відповідним тому, при якому утворюються пористі покриття із розвиненим рельєфом поверхні.

Проведено оцінку втрат напилюваного матеріалу цирконієвого дроту та визначено коефіцієнт використання матеріалу, який при формуванні покриття визначений в 95%. Також досліджено втрати напилюваного матеріалу пов'язані з геометричним фактором, які були встановлені за допомогою отриманих фігур металізації із цирконієвого дроту та становили

найменше значення до 1% при ширині напилюваного зразка до 8 мм при мікроплазмовому напиленні на режимі №4.

У четвертому розділі автором вивчено характеристики цирконієвих покриттів. Із досліджень структури покриттів та морфології поверхонь встановлено, що розмір пор досягає значень 300 мкм, а об'ємна пористість до $(20,3 \pm 2,0)$ % при шорсткості поверхні Ra $(52 \pm 3,1)$ мкм. Отримано рівняння регресії яке дозволяє спрогнозувати зміну об'ємної пористості в цирконієвих покриттях в залежності від параметрів режиму мікроплазмового нанесення. Показано, що зростання об'ємної пористості цирконієвих покриттів до $(20,3 \pm 2,0)$ % дозволяє знижувати їх модуль пружності, значення якого при знаходженні покриття в зоні стиску становить до $(6,4 \pm 0,8)$ ГПа, а у випадку знаходження зони розтягу покриття до $(12,1 \pm 0,9)$ ГПа, що відповідає показнику модуля пружності кортикальної кісткової тканини. Досліджувані цирконієві покриття відповідали вимогам стандарту ISO 13179-1:2021 по міцності зчеплення їх з основою поверхні $(28,0 \pm 3)$ МПа, а їх захисна ефективність від корозії була на 50% вищою від аналогічних показників титанових покриттів.

У п'ятому розділі представлені рекомендації щодо вибору параметрів режиму мікроплазмового нанесення цирконієвих покриттів на імплантати, як малого, так і великого розміру. Наведено обґрунтований опис характеристик покриттів. Розроблено та наведено технологічну схему з її описом щодо формування біосумісних покриттів методом мікроплазмового напилення із цирконієвого дроту, що дозволяє практично застосувати розроблену технологію в умовах виробництва деталей ендопротезів. Показано практичну значимість розроблених цирконієвих покритті.

Загальні висновки відображають основні результати досліджень.

У додатках містяться документи, які підтверджують практичне застосування результатів роботи, а також список опублікованих праць.

4. Оцінка ступеня обґрунтованості наукових положень, висновків та рекомендацій, сформульованих в дисертації, їх достовірність.

Обґрунтованість та достовірність наукових положень, висновків та рекомендацій підтверджується глибоким аналізом сучасних літературних джерел, чітким формулюванням мети і завдань дослідження та шляхів їх реалізації. Достовірність наукових положень дисертації підтверджується значним обсягом експериментальних даних, отриманих залежностей, які

дозволяють спрогнозувати процес формування цирконієвого покриття з необхідною структурою та морфологією поверхні. Отримані результати апробовані на вітчизняних та міжнародних конференціях, а їх значущість схвалена лікарями-ортопедами ДУ «ІТО» НАМН.

5. Оцінка наукової новизни отриманих результатів.

Основним науковим здобутком роботи можна вважати те, що було теоретично обґрунтовано і експериментально досліджено механізм формування структури, морфології покриттів та встановлення їх властивостей. Зокрема:

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

- 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 ± 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;

- 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% відрізняються 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);

- отримало подальший розвиток уявлення про значний вплив витрати плазмоутворюючого 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;

- 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.

6. Оцінка практичного значення результатів роботи.

Практичне значення результатів роботи полягає в тому, що на основі проведених теоретичних і експериментальних досліджень були встановлені залежності впливу технологічних параметрів МПН на вміст об'ємної пористості Zr-покриття, що дозволяють прогнозувати модуль пружності покриття із забезпеченням відповідності його значення показнику модуля пружності кістки, а розроблена методика для встановлення модуля пружності може бути використана у визначенні показників пружних характеристик покриттів з високою пористістю без відокремлення їх від основи при трьохточковому згині.

Отримані задовільні результати досліджень міцності зчеплення покриттів з основою понад 22 МПа та цитотоксичних досліджень *in vitro*, сприяли на позитивне рішення від лікарів-ортопедів ДУ «ІТО» НАМН України включити дані покриттям до практичного застосування на деталях ендопротезів, які виготовлятимуться вітчизняними підприємствами.

Розроблені покриття були прийняті до використання у ветеринарній медицині та практичному застосуванні у науковій роботі навчального курсу кафедри хірургії та хвороб дрібних домашніх тварин Білоцерківського національного аграрного університету.

7. Повнота викладення основних результатів дисертаційної роботи в опублікованих працях.

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 (2 у виданнях, які індексуються в міжнародних наукометричних базах даних Scopus та 1 – Web of Science), 8 тез у збірниках всеукраїнських і міжнародних науково-технічних конференціях та 2 патенти України.

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

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

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

8. Зауваження до дисертаційної роботи.

Аналізуючи результати досліджень, вважаю доцільним зазначити наступне:

- в роботі представлені короточасні дослідження на корозійну стійкість в середовищі, яке імітує рідину організму людини, але не зрозуміло як буде змінюватися корозійна стійкість при довготривалому періоді експлуатації таких імплантатів із цирконієвим покриттям;

- не розглянуто проблему виникнення гальванічної пари при експлуатації покриттів із цирконію на поверхні титанового імплантату та який можливий розвиток корозійних процесів при їх сумісному застосуванні;

- відсутнє порівняння, як зміниться біосумісність імплантатів, виготовлених суто з титану та титану з нанесеним покриттям із цирконію в умовах живого організму;

- не наведено економічні розрахунки вартості виготовлення ендопротеза при зміні титанового покриття на цирконієве;

- у роботі зустрічаються окремі стилістичні та граматичні помилки за текстом.

Вищенаведені зауваження ні в якому разі не знижують загальної позитивної оцінки результатів наукових досліджень і практичну цінність наукової роботи, а навпаки можуть бути орієнтиром для розвитку подальших досліджень автора.

9. Загальна оцінка дисертаційної роботи.

Дисертаційна робота Калюжного С. М. за темою «Мікроплазмове нанесення цирконієвих покриттів на деталі ендопротезів» є завершеною науковою роботою, в якій отримані нові науково обґрунтовані результати щодо закономірностей впливу параметрів режиму мікроплазмового напилення на процес розпилення цирконієвого дроту та стан частинок при формуванні покриттів та вивченні властивостей покриттів. Це дозволяє рекомендувати створену технологію до застосування при виготовленні деталей ендопротезів безцементної фіксації для підвищення їх біосумісності та ресурсу експлуатації.

Робота відповідає паспорту спеціальності 05.03.06 «Зварювання та споріднені процеси і технології», не містить академічного плагіату та відповідає чинним 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

Таким чином вважаю, що Калюжний Сергій Миколайович заслуговує на присудження йому наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.03.06 «Зварювання та споріднені процеси і технології».

Офіційний опонент
старший науковий співробітник
відділу фізики міцності і
пластичності матеріалів
Інституту проблем
матеріалознавства ім. І.М.
Францевича НАН України,
кандидат технічних наук

Наталія УЛЬЯНЧИЧ

ЗГІДНО З
ОРИГІНАЛОМ