

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу
Лукиной Елены Александровны «Материаловедческие проблемы
надежности и биосовместимости перспективных конструкций из сплавов на
основе титана для стабилизации позвоночника и способы их решения»,
представленной на соискание ученой степени доктора технических наук по
специальности 2.6.17 «Материаловедение» (технические науки)

Актуальность.

Титановые сплавы благодаря хорошему сочетанию биологической инертности, высоких удельных прочностных свойств, относительно низкого модуля упругости и малой магнитной восприимчивости нашли широкое применение для изготовления различных типов имплантируемых медицинских изделий. Они широко применяются в конструкциях эндопротезов крупных суставов, пластинах для остеосинтеза и т.п. Повышение характеристик работоспособности и надежности таких изделий требует проведение исследований, направленных на разработку новых сплавов, совершенствование их конструкции и технологии обработки.

Особенно остро исследования необходимы при разработке принципиально новых конструкций имплантатов, позволяющих развивать перспективные медицинские технологии. В первую очередь это относится к динамическим системам стабилизации позвоночника и конструкциям для хирургической коррекции сколиотической деформации, особенно у детей с незавершенной стадией роста.

Особые условия применения и эксплуатации таких изделий в организме определяют специфические требования к материалу, конструкции и их характеристикам. Установление таких требований и поиск материаловедческих способов их обеспечения, которые составляют цель диссертационной работы Лукиной Е.А., являются, несомненно, актуальной научной задачей, имеющей важное практическое и социальное значение.

Общая характеристика работы.

В качестве основных объектов исследования в диссертационной работе рассмотрены динамический транспедикулярный аппарат и скользящая система для коррекции сколиотической деформации у детей с незавершенным ростом. Эти конструкции принципиально отличаются от наиболее часто применяемых в настоящее время ригидных транспедикулярных систем. В частности, для динамических аппаратов продольные силовые балки изготавливаются из сплавов с высокими упругими и сверхупругими свойствами, такими как никелид титана или псевдо β -сплавы титана, например, системы Ti-Nb-Zr. Эти балки в процессе эксплуатации подвергаются значительным деформациям под действием функциональных нагрузок организма, что не характерно для обычных конструкционных материалов. При эксплуатации скользящих систем реализуются постоянные микроперемещения элементов конструкции, которые могут приводить к износу конструкции, изготовленных из сплавов титана. Поэтому на первом

этапе диссертационной работы приведен анализ работоспособности таких изделий и выявлены материаловедческие причины потери их работоспособности, приводящие к осложнениям лечения и необходимости выполнения ревизионных операций.

Анализ клинических результатов использования перспективных конструкций для стабилизации позвоночника позволил автору сформулировать основные материаловедческие проблемы нарушения их работоспособности. Так для динамических систем было показано, что основной причиной потери их работоспособности является разрушение силовых продольных балок из никелида титана в результате механически усиленной щелевой коррозии. Для скользящих систем потеря работоспособности определяется нарушением биосовместимости конструкции вследствие повышенного износа ее элементов.

В соответствии с установленными материаловедческими проблемами в диссертационной работе определены задачи исследований, направленных на их решение. Для сплавов на основе никелида титана проведено изучение коррозионного поражения при различных методах испытаний, в том числе под действием прилагаемых нагрузок. Определено влияние структуры материала (объемной доли, размеров интерметаллидов типа Ti_4Ni_2O , Ti_3Ni_4) на коррозионную стойкость. Проведено моделирование конструкций соединительных элементов, определяющих величину напряжений и деформаций балок, провоцирующих их разрушение. Изучена роль технологии лазерной маркировки балок в их коррозионной стойкости.

Для скользящих систем проведены сравнительные испытания износостойкости сплавов на основе никелида титана при различных условиях. Выявлена связь механизма износа при испытаниях и условиях эксплуатации. Рассмотрена возможность повышения износостойкости материала применением различных покрытий. Особенное внимание уделено покрытию никелида титана сплавов системы $Ti-Nb-Zr-N$, позволяющим создать поверхностный градиент структуры и свойств материала, обеспечивающий плавный переход от сверхупругого механического поведения основы к твердой и износостойкой поверхности без нарушения работоспособности и коррозионной стойкости элементов конструкции.

На основе проведенных исследований в диссертационной работе Лукиной Е.А. разработаны методические и технологические рекомендации, которые использованы ООО «КИМПФ» при разработке и производстве имплантируемых конструкций для стабилизации позвоночника.

Диссертационная работа Лукиной Е.А. построена по классической материаловедческой схеме, состоит из введения, в котором рассмотрена актуальность темы, семи глав, в которых достаточно подробно излагается методика исследований и испытаний, приведены полученные результаты и их обсуждение, выводов по работе и приложений, в которых приведены акты внедрения результатов работы, обширного библиографического списка из 245 наименований.

Научная новизна

Научная новизна диссертационной работы Лукиной Е.А. не вызывает сомнения и состоит:

1. В установлении материаловедческих проблем потери работоспособности перспективных конструкций для стабилизации позвоночника, а именно:

– для динамических транспедикулярных конструкций с продольными балками из сплава на основе никелида титана – развитие механически усиленной щелевой коррозии в местах соприкосновения с элементами крепления, приводящей к преждевременному разрушению балок и повышению вероятности попадания в организм токсичных ионов никеля;

– для скользящих транспедикулярных конструкций из титанового сплава Ti6Al4V – повышенный износ компонентов, вызывающий снижение биосовместимости материала и приводящий к клиническим осложнениям.

2. Определены требования к условиям проведения испытаний для определения стойкости компонентов транспедикулярных конструкций к коррозионно-механическому разрушению и износу, позволяющих оценивать надежность и биосовместимость изделий.

3. Установлено, что для сплава на основе никелида титана уменьшение объемной доли и максимального размера частиц фазы Ti_4Ni_2O способствует повышению потенциала питтингообразования, снижению тока фреттинг-коррозии и содержания ионов никеля в испытательной коррозионной среде.

4. Показано, что получение функционально-градиентного покрытия системы Ti-Nb-Zr-N на элементах транспедикулярных конструкций из сплава на основе никелида титана позволяет повысить их стойкость к коррозионно-механическому разрушению и снижает выход ионов никеля при сохранении целостности покрытия при максимальной деформации балок до 3% и изгибающем моменте до 12 нм.

5. Установлено, что формирование покрытия на основе TiN при помощи вакуумной ионно-плазменной обработки сплава Ti6Al4V обеспечивает снижение объемного износа компонентов скользящей транспедикулярной конструкции ниже критической величины и обеспечивает ее биосовместимость.

6. Показано, что снизить риск развития механически усиленной щелевой коррозии в элементах динамической транспедикулярной конструкции можно использованием специально разработанных клипс и вставок для транспедикулярных винтов.

Практическая значимость

На основании проведенных исследований и испытаний в диссертационной работе Лукиной Е.А. разработаны следующие рекомендации:

1. По выбору состава сплава на основе никелида титана, метода выплавки слитков и режимов высокотемпературного вакуумного отжига,

обеспечивающих повышение коррозионной стойкости балок динамического транспедикулярного аппарата.

2. По проектированию элементов крепления балок динамических транспедикулярных аппаратов и обеспечивающих повышение стойкости к коррозионно-механическому разрушению и надежности конструкций.

3. По технологии ионно-плазменного создания функционально-градиентного покрытия Ti-Nb-Zr-N, обеспечивающей повышение стойкости к коррозионно-механическому разрушению при сохранении требуемых механических и функциональных характеристик балок их сплавов на основе никелида титана.

Достоверность полученных результатов

Достоверность результатов диссертационной работы Лукиной Е.А. не вызывает сомнений, т.к. они получены современными высокоточными методами на аттестованном оборудовании и подтверждены их успешным практическим использованием.

Замечания

1. В заголовке таблицы 2.2 на стр. 101 диссертации отмечено, что приведены данные по влиянию нескольких параметров на показатели питтинговой и щелевой коррозии сплавов на основе никелида титана. Однако показатели щелевой коррозии в таблице отсутствуют.

При получении потенциодинамических кривых анодной поляризации разброс значений потенциала свободной коррозии очень большой (-55 mV - -110 mV), при этом число параллельных опытов различно (5 или 3). Так как не приводится ошибка измерения, то нельзя выявить влияние каждого фактора на коррозионную стойкость. Неясно, каким образом определен потенциал начала пассивации при снятии 3-х или 5-ти кривых (по среднему значению из всех параллельных измерений или по одному первому измерению). Считаю, что из представленных данных с небольшой долей вероятности можно сказать, что малые объемная доля и размер частиц приводят к уменьшению питтинговой коррозии. В то же время логическое утверждение того, что уменьшение объемной доли и размеров частиц $Ti_4Ni_2O_x$ способствует повышению питтингостойкости и снижению тока фреттинг-коррозии верно. При этом влияют оба фактора, однако, по мнению оппонента, их влияние несколько различно. Желательно услышать мнение диссертанта.

2. Как объяснить утверждение (стр.117) о том, что «.. образующиеся при коррозионном повреждении балок ионы титана участвуют в образовании продуктов коррозии, в то время как ионы никеля выходят в окружающую коррозионную среду» в то время как на рис. 2.13, в содержание ионов титана в растворе больше, чем ионов никеля. В каком виде титан присутствует в продуктах коррозии (TiO , TiO_2 , Ti_xO_y ,...)?
3. В четвертой главе, рассматривая процесс обработки поверхности лазером, автор говорит об образовании наноразмерного слоя оксида титана на поверхности и его влияние на коррозионную стойкость

материала в агрессивной биологической среде. Однако оксид титана может быть в нескольких структурных модификациях (анатаз, рутил, бруксит), которые обладают различными свойствами и по-разному должны влиять на свойства материала. Желательно уточнить какой именно оксид способствует повышению коррозионной стойкости в рассматриваемом случае.

4. К сожалению, при анализе результатов износа (гл.5) нет данных о ошибке измерения при оценке величины износа, что затрудняет сопоставление полученных результатов. Так, анализируя результаты, представленные в таблице 5.5 (стр. 209) можно заключить, что при проведении испытаний в условиях смазки (разбавленная бычья сыворотка) при наличии в структуре аустенита независимо от его количества микроструктура не оказывает существенного влияния на износ компонентов. Практически аналогичная картина наблюдается и для режима сухого трения. Почему?
5. Автор проводит сравнение влияния среды на изностойкость материала и показывает, что в аустенитном состоянии сплав TiNi имеет наибольшую износостойкость в разбавленном растворе бычьей сыворотки и наименьшую в условиях сухого трения. Однако объяснения этого явления в работе нет, что несколько снижает полученный результат. Желательно обосновать причины появления и отслоения чешуйчатых частиц при изменении среды. В таблице 5.3 нет ошибки измерения, что не позволяет оценить значимость полученных значений величин объемного износа.

Сделанные замечания не затрагивают основных выводов работы, которая выполнена на высоком научном уровне.

Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, прошли апробацию на 30 всероссийских и международных научно-технических конференциях и семинарах. Основные результаты диссертации с достаточной полнотой представлены в 33 работах, в том числе в 25 статьях, опубликованных в рецензируемых научных журналах из Перечня ВАК РФ, из которых переведены в журналах, включенных в международные системы цитирования Web of Science и/или Scopus – 10, и в 8 статьях в высокорейтинговых журналах, входящих в международные базы данных и системы цитирования Web of Science и/или Scopus (в том числе в Q1 – 4 статьи).

Автореферат и опубликованные работы полностью отражают содержание диссертации.

В целом представленная диссертация выполнена на высоком научно-техническом уровне и представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой изложены новые научно-обоснованные технические и технологические решения по оптимизации фазово-структурного состояния сплавов на основе титана, созданию на их поверхности износостойких и механически совместимых с материалом

основы функционально-градиентных покрытий на элементах транспедикулярных конструкций, обеспечивающих их надежность и биосовместимость при проведении хирургических операций.

Диссертационная работа удовлетворяет критериям п.п. 9-14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденном Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор, Лукина Елена Александровна, заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение (технические науки).

Официальный оппонент:

Заведующий кафедрой термообработки и физики металлов
ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»,
профессор, доктор технических наук



Попов Артемий Александрович

Подпись А.А. Попова удостоверяю

Ученый секретарь Совета университета

Морозова Вера Анатольевна

620002, г. Екатеринбург,
ул. Мира, 19

Тел. +7-912-6052477

e-mail: a.a.popov@urfu.ru



ГЛАВНЫЙ СПЕЦИАЛИСТ
УЧЕНОГО СОВЕТА УРФУ
КУДРЯШОВА Н.Н.