

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.060.04 НА БАЗЕ
Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт
металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии
наук ПО ДИССЕРТАЦИИ ПЕТРАКОВОЙ НАТАЛИИ ВАЛЕРЬЕВНЫ НА
СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 22.05.2014 протокол № 4-2014

О присуждении Петраковой Наталии Валерьевне, гражданство РФ,
ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Влияние условий синтеза и спекания нанопорошков гидроксиапатита на формирование микроструктуры и свойств керамики» в виде рукописи по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов принята к защите 12 декабря 2013 г., протокол № 9-2013 диссертационным советом Д 002.060.04 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ФГБУН ИМЕТ РАН), индекс 119991, адрес г.Москва, Ленинский проспект, д. 49. Номер и дата приказа о создании диссертационного совета: №2260-2872 от 28.12.2009.

Соискатель, Петракова Наталия Валерьевна, 1983 года рождения, в 2006 г. окончила Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева, в 2009 году завершила обучение в заочной аспирантуре ФГБУН ИМЕТ РАН, работает в должности младшего научного сотрудника лаборатории керамических композиционных материалов № 20 ИМЕТ РАН. Диссертация выполнена в ИМЕТ РАН, лаборатории №20.

Научный руководитель – доктор технических наук, Баринов Сергей Миронович, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, заведующий лабораторией керамических композиционных материалов, заместитель директора Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук.

Официальные оппоненты:

Шаяхметов Ульфат Шайхизаманович, доктор технических наук, профессор, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования Башкирский государственный университет, заведующий кафедрой инженерной физики и физики материалов;

Сафронова Татьяна Викторовна, кандидат технических наук, доцент, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, старший научный сотрудник кафедры неорганической химии химического факультета

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук (ИОНХ РАН), Москва, в своем положительном заключении о диссертации, подписанном ведущим научным сотрудником лаборатории термического анализа и калориметрии, доктором химических наук Гуськовым Владимиром Николаевичем, утвержденном заместителем директора ИОНХ РАН, доктором химических наук Сидоровым Алексеем Анатольевичем, указала, что диссертационная работа Н.В. Петраковой является научно-квалификационной работой, в которой изложены научно-обоснованные технологические решения получения гидроксипатита с заданными характеристиками, имеющие существенное значение для получения современных имплантационных материалов.

Полученные в результате выполнения диссертационной работы

Петраковой Н.В. результаты могут быть использованы в научной и научно-педагогической деятельности следующих организаций: ИОНХ РАН, ФНМ МГУ, ИХС РАН, РХТУ им. Д.И. Менделеева, ИНХ СО РАН, Томского политехнического университета и др. Практические результаты и рекомендации полезны для оптимизации технологии в организациях, занимающихся производством гидроксиапатита и других имплантационных материалов для медицинских применений.

Диссертация Н.В. Петраковой является целостным комплексным исследованием, в котором рассмотрены важные аспекты технологии керамики из нанопорошков гидроксиапатита. Учитывая актуальность, достоверность и новизну основных результатов, их научную и практическую значимость, а также объем выполненных автором исследований, считаем, что диссертация «Влияние условий синтеза и спекания нанопорошков гидроксиапатита на формирование микроструктуры и свойств керамики» удовлетворяет изложенным в п.9 Положения о присуждении ученых степеней (в ред. Постановления Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842) требованиям, предъявляемым ВАК Российской Федерации к кандидатским диссертациям, а ее автор, Н.В. Петракова, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов по п. 1.2 Паспорта специальности «Керамические и огнеупорные материалы и изделия на их основе. Получение исходных материалов, в том числе порошков с требуемой структурой (химическим и фазовым составом, формой частиц, размером, распределением по размеру); смешивание компонентов; формование заготовок; процессы обжига и спекания; послеобжиговая обработка для придания требуемых свойств».

Соискатель имеет 23 опубликованных работы, в том числе по теме диссертации 9 работ, опубликованных в рецензируемых научных изданиях, а также 13 тезисов докладов на российских и международных конференциях, получен 1 патент РФ на изобретение. Авторский вклад Петраковой Н.В. в

указанные публикации – не менее 70%, их объем превышает 6 уч.изд.л.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. **Петракова Н. В.**, Лысенков А.С., Ашмарин А.А., Егоров А.А., Федотов А.Ю., Шворнева Л.И., Комлев В.С., Баринов С.М. Влияние температуры горячего прессования на микроструктуру и прочность гидроксиапатитовой керамики // *Материаловедение*. 2012. № 11. С. 50-56.
2. Фадеева И.В., **Бакунова Н.В.**, Комлев В.С., Медвецкий Л., Фомин А.С., Гурин А.Н., Баринов С.М. Цинк- и серебросодержащие гидроксиапатиты: синтез и свойства // *Доклады Академии наук*. 2012. Т. 442. № 6. С. 780.
3. Алымов М.И., **Бакунова Н.В.**, Баринов С.М., Белуник И.А., Фомин А.С., Иевлев В.М., Солдатенко С.А. Особенности уплотнения при прессовании нанопорошков гидроксиапатита // *Российские нанотехнологии*. 2011. Т. 6. № 5-6. С. 105-107.
4. **Бакунова Н.В.**, Баринов С.М., Иевлев В.М., Комлев В.С., Титов Д.Д. Влияние термообработки на спекание и прочность керамики из нанопорошков гидроксиапатита // *Материаловедение*. 2010. № 12. С. 11-15.
5. **Бакунова Н.В.**, Комлев В.С., Шворнева Л.И., Федотов А.Ю., Фомин А.С., Баринов С.М., Иевлев В.М., Пономарёв Ю.А., Солдатенко С.А. Влияние термообработки на характеристики нанопорошков гидроксиапатита // *Материаловедение*. 2010. № 4. С. 21-26.
6. **Бакунова Н.В.**, Лапин А.Н., Смирнов В.В., Баринов С.М. Влияние условий синтеза и формования порошков на свойства керамики на основе гидроксиапатита // *Перспективные материалы*. 2010. № 9. С. 28-32.
7. Баринов С.М., Фомин А.С., Иевлев В.М., **Бакунова Н.В.**, Комлев В.С., Ферро Д., Фадеева И.В., Михайлов Б.П., Белоногов Е.К., Смирнов В.В., Федотов А.Ю. Нанопорошки и нанокристаллическая гидроксиапатитовая биокерамика // *Перспективные материалы*. 2008. № 5. С. 1-7.

8. **Бакунова Н.В.**, Баринов С.М., Шворнева Л.И. Влияние температуры синтеза на размер наночастиц гидроксиапатита // Российские нанотехнологии. 2007. Т. 2. № 9-10. С. 102-105.
9. **Бакунова Н.В.**, Фомин А.С., Фадеева И.В., Баринов С.М., Шворнева Л.И. Нанопорошки кремнийсодержащих гидроксиапатитов // Журнал неорганической химии. 2007. Т. 52. № 10. С. 1594-1599.
10. Баринов С.М., Фадеева И.В., Фомин А.С., **Бакунова Н.В.**, Смирнов В.В. Способ получения наноразмерного порошка на основе системы трикальцийфосфат-гидроксиапатит для синтеза керамических биоматериалов. Патент на изобретение RUS 2367633 05.12.2007.

На диссертацию и автореферат поступили 12 отзывов. Все отзывы положительные, в некоторых имеются замечания и рекомендации.

1. Отзыв профессора кафедры химической технологии керамики и огнеупоров РХТУ им. Д.И. Менделеева, доктора технических наук, Лукина Евгения Степановича, содержит следующее замечание:

– Следовало бы при спекании ориентироваться не только на плотность прессовок, а в большей степени на достигаемую плотность после обжига.

2. Отзыв профессора кафедры химических технологий Владимирского государственного университета, кандидата технических наук Сысоева Эдуарда Павловича содержит следующие замечания:

– Почему-то отсутствует список использованной литературы? Как раз по ГА, начиная с 2000 г. прошло огромное количество публикаций и ценность работы еще вероятно более бы проявилась при сравнении полученных результатов с зарубежными.

– Качество рис. 4, к сожалению, не дает возможности что-то рассмотреть.

3. Отзыв заведующей лабораторией неорганического синтеза ФГБУН Институт химии силикатов им. И.В. Гребенщикова Российской академии

наук, доктора химических наук Шиловой Ольги Алексеевны и ученого секретаря того же института, доктора химических наук Ефименко Людмилы Павловны содержит следующие замечания:

– Из текста автореферата не понятно, насколько использование механохимического активирования позволило снизить температуру синтеза гидроксиапатита по сравнению с другими используемыми методами.

– Какие методы и подходы были использованы для снижения степени агломерации осаждаемых гелей в процессе синтеза высокодисперсных порошков?

– Несоответствие названия верхней строки таблицы 2 ее содержанию. Она обозначена как «Температура синтеза», а на самом деле (как можно понять из описания) в ней представлены значения длительности старения продукта.

4. Отзыв научного сотрудника ФГБУН Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. Т.В. Тананаева Кольского научного центра Российской академии наук, кандидата технических наук, Громова Олега Григорьевича содержит следующие замечания:

– Вероятность вхождения карбонат-ионов в структуру ГА, синтезированного осаждением из растворов, необходимо было подтвердить хотя бы ИК-спектроскопией.

– Неясно на чем основывается утверждение о том, что механохимическая активация с использованием планетарной мельницы является «простым и производительным методом».

– К «приоритетным» технологическим условиям отнесен обжиг прессовок в вакууме или горячим прессованием. Какой из этих технологических процессов более приоритетен?

5. Отзыв доцента кафедры химической технологии стекла и ситаллов, кандидата технических наук Строгановой Елены Евгеньевны содержит следующие замечания:

- в методической части излишне подробно описаны стандартные методы

испытаний материалов, а текст практически всех разделов перегружен цифровыми данными (температур, размеров частиц и кристаллов и т.п.), которые могли быть представлены в виде графиков, диаграмм, таблиц.

- диссертантом проведено систематическое и подробное исследование влияния температуры, влажности, продолжительности старения и механоактивации на процесс кристаллизации синтезированных нанопорошков гидроксиапатита (в частности на морфологию и размеры кристаллов), однако результаты этих исследований не использованы в технологических рекомендациях по спеканию и в обсуждении свойств спеченных материалов.

6. Отзыв профессора кафедры химической технологии тугоплавких неорганических и силикатных материалов Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета), доктора химических наук Орданьяна Сукияса Семеновича содержит следующие замечания:

– Объяснение нестехиометрии ГА появлением в препарате карбонат-ионов не убедительно.

– Понятие «уменьшение дисперсности» автор применяет разнопланово (стр. 16).

– Нет объяснения того, почему спекание в воздушной среде порошков 1, ГСП и 2, ГСП (таблица 5, стр. 19) обеспечивает высокие показатели $\sigma_{изг}$, а в вакууме спеки из этих порошков отличаются так разительно.

7. Отзыв ведущего научного сотрудника лаборатории нестационарных поверхностных процессов ФГБОУН Институт химии ДВО РАН, доктора химических наук, доцента Синебрюхова Сергея Леонидовича, без замечаний.

8. Отзыв ведущего научного сотрудника Химического факультета МГУ имени М.В. Ломоносова, кандидата химических наук Портного Валерия Кимовича без замечаний.

9. Отзыв заместителя генерального директора по науке, ЗАО «НТЦ «Бакор»», научно-технического центра специальной керамики, кандидата технических наук Тарасовского Вадима Павловича без замечаний.

10. Отзыв профессора кафедры «Материаловедение и технология обработки материалов» ФГБОУ ВПО «МАТИ» - Российского государственного технологического университета им. К.Э. Циолковского, доктора технических наук Шляпина Дмитрия Сергеевича без замечаний.

11. Отзыв профессора кафедры материаловедения и индустрии наносистем Воронежского государственного университете, доктора физико-математических наук Белоногова Евгения Константиновича без замечаний.

12. Отзыв научного руководителя Научного центра материаловедения ФГБОУ ВПО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» (ПНИПУ), академика РАН, доктора технических наук, профессора Анциферова Владимира Никитовича без замечаний.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается следующим. Официальный оппонент Шаяхметов Ульфат Шайхизаманович является признанным специалистом в области технологии керамики. Официальный оппонент Сафронова Татьяна Викторовна является известным специалистом в области технологии биокерамики на основе фосфатов кальция. Ведущая организация ИОНХ РАН решает широкий круг научных и прикладных задач, связанных с разработкой и изучением новых материалов, в том числе на основе фосфатов кальция, полученных методами химического синтеза.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований им лично получены следующие основные научные результаты:

установлены физико-химические основы синтеза нанопорошков ГА методами осаждения и механохимии и выявлено влияние условий синтеза на дисперсность и морфологию продуктов синтеза;

предложены оригинальные технологические решения для изготовления высокопрочной ГА-керамики, которую можно использовать в качестве материала перманентных имплантатов;

доказана перспективность применения предложенных технологических рекомендаций и разработок.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что установлены закономерности влияния условий процессов синтеза на характеристики нанопорошков, а последующей обработки - на формирование микроструктуры и механических свойств керамики на основе нанопорошков.

Применительно к проблематике диссертации результативно использован комплекс существующих базовых методов исследования, в том числе экспериментальных методик.

Изложены технологические этапы и стадии получения наноразмерных порошков гидроксиапатита и керамики на их основе.

Изучены причинно-следственные связи в ходе проведения процессов при синтезе и спекании нанопорошков гидроксиапатита.

В результате модернизирована технология получения гидроксиапатитовой керамики с повышенными прочностными характеристиками.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается разработкой технологического регламента на получение гидроксиапатитовой нанокристаллической керамики для использования в экспериментальном производстве на базе ИМЕТ РАН и испытанием образцов такой керамики.

Определены перспективы практического использования полученных результатов.

Выработаны рекомендации для получения гидроксиапатитовой керамики с повышенными прочностными характеристиками из нанопорошков, на основании которых сделаны предложения по дальнейшему совершенствованию технологии имплантатов.

Оценки достоверности результатов исследования выявила, что результаты получены на сертифицированном оборудовании, работа базируется на анализе и обобщении передового мирового опыта и достижений в данной сфере, использовано сравнение авторских данных и данных, полученных ранее по рассматриваемой тематике, установлено качественное и количественное совпадение авторских результатов с результатами, представленными в источниках по данной тематике, использованы современные методики сбора и обработки исходной информации.

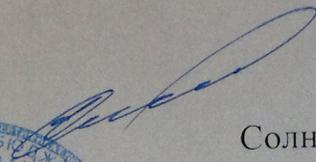
Личный вклад соискателя состоит во включенном его участии на всех этапах процесса, непосредственном участии соискателя в получении исходных данных и научных экспериментов, личном участии в апробации результатов исследования, обработке соискателем экспериментальных данных, подготовке основных публикаций по выполненной работе с участием соискателя.

Диссертационная работа Н.В. Петраковой удовлетворяет критериям п. 9 Положения о порядке присуждения ученых степеней, а именно она является научно-квалификационной работой, в которой решена задача получения гидроксипатитовой керамики с заданными характеристиками, что имеет существенное значение для развития химической технологии материалов медицинского назначения.

На заседании 22.05.2014 г. диссертационный совет принял решение присудить Петраковой Н.В. ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 17 человек, из них 10 докторов наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов, участвовавших в заседании, из 17 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за 17, против 0 (нет), недействительных бюллетеней 0 (нет).

Председатель
диссертационного совета Д 002.060.04,
академик РАН, д.х.н.


Солнцев К.А.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 002.060.04,
к.г.-м.н.


Ивичева С.Н.

