

решение диссертационного совета от 16 июня 2021 года № 109

**ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.060.02,**

созданного на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, о присуждении Конушкину Сергею Викторовичу, гражданину РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Разработка технологии получения композиционного материала «основа Ti-Nb-Ta – биodeградируемый полимер», в виде рукописи, по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы» принята к защите 12 апреля 2021 года, протокол № 107, диссертационным советом Д 002.060.02 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, 119334, г. Москва, Ленинский проспект, 49, приказ Минобрнауки РФ № 714/нк от 02.11.2012 г.

Соискатель, Конушкин Сергей Викторович, 1992 года рождения.

В 2016 году окончил Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана» по специальности 150501 «Материаловедение в машиностроении» с присвоением квалификации инженер.

С 2016 по 2020 год обучался в очной аспирантуре ИМЕТ РАН по направлению подготовки 22.06.01 – Технологии материалов.

С 2014 года работал в должности инженера-исследователя в лаборатории прочности и пластичности металлических и композиционных материалов и наноматериалов ИМЕТ РАН, с 2016 года работает в должности младшего научного сотрудника лаборатории физико-химических основ металлургии цветных и редких металлов ИМЕТ РАН.

Диссертация выполнена в лаборатории физико-химических основ металлургии цветных и редких металлов ИМЕТ РАН, на тему «Разработка технологии получения композиционного материала «основа Ti-Nb-Ta – биodeградируемый полимер» по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Научный руководитель КОЛМАКОВ Алексей Георгиевич, член-корреспондент РАН, доктор технических наук, заведующий лабораторией прочности и пластичности металлических и композиционных материалов и наноматериалов ИМЕТ РАН.

Официальные оппоненты:

- БАЖИН Павел Михайлович, доктор технических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории пластического деформирования материалов, заместитель директора ИСМАН, г. Черноголовка;

- ГВОЗДЕВ Александр Евгеньевич, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры технологии и сервиса ФГБОУ ВО "ТГПУ им. Л.Н. Толстого", г. Тула;

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация:

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «НИТУ МИСиС», в своем положительном отзыве, составленном на объединенном заседании кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий (ПМиФП) и Научно-учебного центра СВС МИСиС-ИСМАН (НУЦ СВС) заведующим кафедрой ПМиФП, директором НУЦ СВС доктором технических наук, профессором Е.А. ЛЕВАШОВЫМ, ученым секретарем кафедры ПМиФП кандидатом технических наук Ю.В. ЛОПАТИНЫМ, ученым секретарем НУЦ СВС доцентом кафедры ПМиФП, кандидатом технических наук В.В. Курбаткиной и утвержденном проректором по науке и инновациям НИТУ МИСиС, доктором технических наук, профессором М.Р. ФИЛОНОВЫМ

указала, что диссертационная работа по актуальности темы, научной новизне, теоретической и практической значимости, объему выполненных исследований, полноте освещенности результатов в технической литературе отвечает критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям «Положения о присуждении ученых степеней».

Соискатель имеет 86 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации 13 работ, в том числе: 6 статей в журналах, индексируемых в базах Web of Science и Scopus, 2 статьи в российских журналах, включенных в перечень ВАК. Общий объем работ по теме диссертации составляет 3,81 печатных листа (авторский вклад 75%).

Содержание диссертации достаточно полно отражено в опубликованных работах.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации и личный вклад автора:

1. Севостьянов М.А., Насакина Е.О., Баикин А.С., Сергиенко К.В., Каплан М.А., Конушкин С.В., Колмакова А.А., Якубов А.Д., Гудков С.В., Шатова Л.А., Колмаков А.Г. Исследование цитотоксических и механических свойств пленок из полилактида различной молекулярной массы. Перспективные материалы. - 2018. - № 11. - С.39–49. DOI: 10.30791/1028-978X-2018-11-39-49;

2. Севостьянов М.А., Баикин А.С., Насакина Е.О., Сергиенко К.В., Леонов А.В., Каплан М.А., Конушкин С.В., Хватов А.В., Тертышная Ю.В., Колмаков А.Г. Кинетика высвобождения антибиотика линкомицин из биодеградируемых биополимерных мембран на основе полилактида в водных растворах. Успехи современного естествознания. - 2016. - № 5 (часть 1). - С. 43-46.

3. Nasakina E. O., Sudarchikova M. A., Tsareva A.M., Sergiyenko K. V., Konushkin S. V., Kaplan M. A., Sevost'yanov M. A. Corrosion resistance of nonnickel shape memory alloy. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering Vol. 848, No. 1, p. 012102. (2020, May).

4. Nasakina E.O., Baikin A.S., Sergiyenko K.V., Kaplan M.A., Konushkin

S.V., Yakubov A.D., Izvin A.V., Sudarchikova M.A., Sevost'yanov M.A., Kolmakov A.G. Formation of biodegradated polymers as components of future composite materials on the basis of shape memory alloy of medical appointment. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. - 347 (2018). DOI: 10.1088/1757-899X/347/1/012016.

5. A S Baikin, M A Sevostyanov, E O Nasakina, K V Sergienko, M A Kaplan, S V Konushkin, A A Kolmakova, A D Yakubov and A G Kolmakov. Investigation of the influence of the composition on mechanical properties of polylactide. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. -347 (2018). DOI: 10.1088/1757-899X/347/1/012026.

6. Nasakina E.O., Baikin A.S., Kaplan M.A., Danilova E.A., Kolmakova A.A., Baskakova M.I., Fedyuk I.M., Sudarchikova M.A., Sergiyenko K.V., Konushkin S.V., Sevost'yanov M.A., Kolmakov A.G. Studying of the polymeric surface layer biodegradation of composite material of medical appointment. IOP Conf. Series: Journal of Physics, 2018. V.1134. DOI: 10.1088/1742-6596/1134/1/012044.

7. Nasakina E.O., Baikin A.S., Kaplan M.A., Danilova E.A., Kolmakova A.A., Baskakova M.I., Fedyuk I.M., Sudarchikova M.A., Sergiyenko K.V., Konushkin S.V., Sevost'yanov M.A., Kolmakov A.G. Studying of the Polylactide or Polyglycidolactide Surface Layer Biodegradation in Neutral Media for the Subsequent Layered Composite Creation. Journal of Materials and Applications. -2018. - V.7. - №2. - P.76-81.

8. S. V. Konushkin, K. V. Sergienko, A. S. Baikin, A. A. Kolmakova, N. V. Berezina, A.V. Mikhailova, Y.A. Morozova, E.P. Balashov, A.G. Kolmakov, M.A Sevostyanov Ti-(15-25) Nb-5Ta Alloy Plate Hardness Research for Medical Applications. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. - 2020. – Т. 848. – №. 1. – С. 012101. DOI: 10.1088/1757-899X/848/1/012101.

Личный вклад автора в перечисленных публикациях состоял в проведении экспериментов, анализе, обработке данных и интерпретации полученных результатов.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

профессора кафедры высокомолекулярных соединений Химического факультета МГУ имени М.В. Ломоносова, доктора химических наук Аржакова М.С.; директора Института прикладной физики НАН Беларуси, доктора технических наук, профессора Хейфец М.Л.; доктора технических наук, профессора кафедры «Материаловедение» МГТУ им. Н.Э. Баумана Кургановой Ю.А.; старшего научного сотрудника ИМАШ РАН, кандидата технических наук Татуся Н.А.; заведующего лабораторией Физики поверхностных явлений Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН), доктора физико-математических наук, доцента Панина А.В.; старшего научного сотрудника лаборатории кремнийорганических соединений и материалов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Трудового Красного Знамени Института химии силикатов им. И.В. Гребеньщикова Российской академии наук, доктора технических наук Перевислова С.Н.; профессора кафедры Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Воронежский государственный технический университет», доктора физико-математических наук, профессора Кущева С.Б.

Все отзывы положительные. В отзывах содержатся критические замечания, например:

- в работе не рассмотрено влияние закалки с других температур на свойства сплавов;
- в тексте автореферата не представлена информация о методе нанесения покрытия из полилактида;
- не приведены сведения об адгезионной прочности между основой и покрытием;
- в работе не рассмотрено влияние дополнительных термических обработок после предлагаемой закалки в воде на структуру и механические свойства выбранных сплавов;

- недостаточно представлен иллюстративный материал (нет картин рентгеновской дифрактометрии, оже-спектроскопии).

На все критические замечания даны подробные и исчерпывающие ответы (см. стенограмму).

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетенцией, наличием публикаций и достижений в области порошковой металлургии, разработки и исследования композиционных материалов и способностью определить научную и практическую ценность представленной в диссертационный совет диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработан ряд новых сплавов состава (ат. %): Ti-15Nb-5Ta, Ti-20Nb-5Ta и Ti-25Nb-5Ta, не содержащих токсичных элементов и обладающих низким модулем Юнга (до  $E = 35...40$  ГПа), сверхупругостью, биосовместимостью и высокими механическими характеристиками ( $\sigma_b = 470-670$  МПа,  $\delta = 25-30$  %) и основы технологии получения из сплава Ti-20Nb-5Ta (ат. %) проволоки  $\varnothing 280$  мкм (включающие выплавку, гомогенизирующий отжиг, прокатку, ротационную ковку и волочение) имеющей после волочения и закалки следующие характеристики:  $\sigma_{0,2} = 220$  МПа,  $\sigma_b = 600$  МПа,  $\delta = 10\%$ ;

- разработан новый композиционный материал на основе биodeградируемого полимера полилактида с молекулярной массой 180 кДа, содержащего частицы антибиотиков (линкомицин, цефотаксим или гентамицин) в количестве 1-8 мас. %, а также технология его получения;

- разработан новый композиционный материал «проволока  $\varnothing 280$  мкм из сплава Ti-20Nb-5Ta (ат. %) с покрытием толщиной 5-180 мкм из полилактида, содержащего линкомицин, цефотаксим или гентамицин в количестве 1-8 мас. %», который является перспективным для применения в имплантатах за счет сочетания биомеханической и биохимической совместимости сплава-

основы с функцией адресной доставки лекарств композиционного покрытия, а также технология получения такого композиционного материала;

- исследованы закономерности формирования структуры металлической основы и полимерного покрытия как отдельных компонентов, так и композиционного материала (металлическая проволока с покрытием) в целом.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- выявлены основные закономерности влияния режимов термообработки на структуру, в том числе размер зерен, и механические свойства сплавов Ti-Nb-Ta в неизученной ранее области концентрации ниобия; уточнен диапазон концентрации бета-стабилизаторов, необходимой для проявления эффекта сверхупругости, т.е. образования и долговременного существования  $\alpha''$ -фазы в титановом сплаве и наличия стабильного фазового превращения  $\alpha'' \leftrightarrow \beta$  в заданных условиях; выявлены закономерности фазовых превращений и сопутствующих механических характеристик в зависимости от термического воздействия (в области 400-800°C) для новых исследуемых составов системы Ti-Nb-Ta; зафиксировано проявление фаз ( $\alpha$ ) $\alpha'$ -Ti,  $\alpha''$ -Ti,  $\beta$ -Ti и  $\omega$ -Ti в зависимости от состава и режима термического воздействия в ранее не изученном диапазоне составов системы Ti-Nb-Ta;

- изучены кинетические зависимости выхода лекарственных средств из полимерной композиции и биосовместимость разрабатываемых материалов. Показано, что активно выход лекарственных средств происходил в первые сутки выдержки, затем скорость падает, при этом скорость выхода зависит от параметров среды организма. При исследованиях pH варьировалась от 5,3 до 9,0;

- изложены основные стадии (электро-дуговая плавка, прокатка, ротационная ковка, волочение, промежуточные и стабилизирующая термообработка, формование полимеров) и технологические параметры (число переплавов, масса шихты, длительность и температура подогрева, закалки, смазка, степень деформации, последовательность диаметров фильер, соотношение реагентов и т.д.) формирования многослойных композитных структур.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

- исследовано влияние параметров выплавки (сила тока, напряжение, давление инертной среды, количество переплавов) слитков сплава Ti-(15, 20 и 25)Nb-5Ta (ат. %) на структуру и механические свойства. Определено, что для получения гомогенных бездефектных слитков массой 30 г требуется не менее 7 переплавов при силе тока 400-500 А. Давление инертной среды при плавке может повышаться от 0,4 до 1 атм, напряжение составляет 25-30 В. Показано, что после выплавки слитки имеют твердость около 190-250 HV, что связано с выделением  $\alpha$ '- и  $\beta$ - фаз;

- исследовано влияние состава сплавов Ti-(15-25)Nb-5Ta (ат. %) и параметров пластической деформации (температура и время предварительного и промежуточных нагревов, степени обжатия за проход, скорость волочения) на структуру, механические и химические свойства образцов в виде проволоки. При получении проволоки прокатка слитка осуществляется при подогреве до 600°C с деформацией до получения сечения 10x10 мм<sup>2</sup>. Ротационная ковка проводится при подогреве до 500°C при смене бойков с диаметра 13 до 2 мм. Волочение проводится при подогреве до 300°C с последовательной сменой фильер с диаметра 2 до 0,28 мм, скорость волочения составляет 2-4 м/мин. Показано, что наименьшим значением модуля упругости ( $E = 30$  ГПа), приближенным к значениям модуля упругости тканей человеческого организма, в сочетании с высокими механическими характеристиками ( $\sigma_{0,2} = 220$  МПа,  $\sigma_b = 600$  МПа,  $\delta = 10\%$ ) обладает сплав Ti-20Nb-5Ta (ат. %) в виде проволоки диаметром 280 мкм;

- исследовано влияние термической обработки на структуру и механические свойства проволоки из сплавов Ti-(15-25)Nb-5Ta (ат. %), являющейся основой для разработанного композиционного материала. Лучший комплекс механических характеристик достигается при закалке в воду с температуры 800°C с предварительной выдержкой в течении 1-5 мин;

- проведены исследования биосовместимости сплавов Ti-(15-25)Nb-5Ta (ат.%) путем оценки *in vitro* жизнеспособности контрольных человеческих клеток и путем испытаний *in vivo* на крысах. Выявлено, что данные сплавы обладают лучшей биосовместимостью по сравнению с титаном и нитинолом;

- исследованы структура и механические свойства композиционного материала «полилактид с молекулярной массой 180 кДа - частицы антибиотиков (линкомицин, цефотаксим или гентамицин)» в зависимости от содержания частиц. Наиболее плотная и равномерная структура (равномерное распределение частиц лекарственных средств по объему) композиционного материала достигается при содержании 3-5 мас.% частиц лекарственных препаратов. Композиционный материал имеет несколько меньшие прочностные характеристики по сравнению с чистым полилактидом, однако их уровень ( $\sigma_b = 7,7-16,8$  МПа,  $\delta = 53-130\%$ ) является достаточным для условий установки имплантата из разработанного композиционного материала и его нормального функционирования в человеческом организме.

- полученные результаты работы нашли применение в специализированных организациях: ООО «ПущИнноТех».

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

- для экспериментальных работ результаты получены на сертифицированном оборудовании с использованием современных измерительных приборов, показана воспроизводимость результатов исследования в различных условиях;

- идея базируется на анализе и обобщении практического и теоретического международного опыта исследования эксплуатационных свойств и применения медицинских имплантируемых материалов, методов их получения и модификации за последние несколько десятилетий;

- установлено качественное совпадение авторских результатов с результатами, представленными в независимых источниках по данной тематике;

- использованы современные методики сбора и обработки исходной информации.

Личный вклад соискателя состоит в:

- все вошедшие в диссертационную работу результаты получены лично автором, либо при его непосредственном участии, интерпретация основных научных результатов осуществлялась с соавторами публикаций;

- результаты диссертационной работы были доложены и обсуждались на 5 научных конференциях.

Тема диссертации, а также ее проблематика и содержание, соответствуют паспорту специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы (области исследований п.1, п.5 и п.6).

Диссертация Конушкина Сергея Викторовича представляет собой научно-квалификационную работу, в которой решена актуальная задача разработки состава и технологии получения нового композиционного материала в виде основы из проволоки сплавов системы Ti-Nb-Ta с композиционным биodeградируемым покрытием из полилактида с улучшенной биомеханической и биохимической совместимостью и возможностью адресной доставки лекарственных средств, что имеет существенное значение для развития страны.

На заседании 16 июня 2021г. диссертационный совет принял решение присудить Конушкину Сергею Викторовичу ученую степень кандидата технических наук.

При проведении голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 8 докторов наук по специальности 05.16.06 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы», участвовавших в заседании, из 21 человека, входящих в состав совета, проголосовали: за – 16, против – 0. Решение совета принималось открытым голосованием в соответствии с Приказом Министерства науки и высшего образования Российской Федерации «Об особенностях порядка организации работы советов по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук» №734 от 22 июня 2020 года, направленных на предотвращение распро-

