



ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ  
АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ  
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО  
ОБРАЗОВАНИЯ

«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИСиС»  
(НИТУ «МИСиС»)

Ленинский проспект, 4, Москва, 119049  
Тел. (495)955-00-32; Факс: (499)236-21-05

<http://www.misis.ru>

E-mail: [kancela@misis.ru](mailto:kancela@misis.ru)

ОКПО 02066500 ОГРН 1027739439749

ИНН/КПП 7706019535/ 770601001

«УТВЕРЖДАЮ»

Проректор по науке и инновациям,  
доктор технических наук, профессор

  
М. Р. Филонов

2021 г.



## ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Конушкина Сергея Викторовича  
«Разработка технологии получения композиционного материала «основа Ti-Nb-Ta –  
биodeградируемый полимер», представленную на соискание ученой степени  
кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – «Порошковая металлургия  
и композиционные материалы»

### Актуальность темы

Материалы для имплантатов должны удовлетворять целому комплексу требований, по биомеханической и биохимической совместимости с тканями человеческого организма, а также высокими механическими характеристиками, для обеспечения длительной эксплуатации, сопоставимой с продолжительностью жизни человека. Для согласованной работы имплантата в организме человека материал имплантата должен обладать низким значением модуля упругости (модуля Юнга), максимально близко соответствующим значениям для тканей человеческого организма. Используемые в настоящее время материалы для медицинских имплантатов, к сожалению, не обладают всей необходимой совокупностью

эксплуатационных свойств. В связи с этим разработка новых материалов для имплантатов в том числе композиционных, является насущной задачей. Сплавы системы Ti-Nb-Ta обладают низким модулем Юнга и могут проявлять эффект сверхупругости и эффект запаздывания, поэтому их использование в качестве основы композиционного материала для имплантатов вполне закономерно. Для предотвращения послеоперационных осложнений желательно, чтобы имплантат мог обеспечить адресной доставки лекарственных средств. В связи с этим в данной диссертационной работе поставлена очень актуальная цель - разработка состава и технологии получения нового композиционного материала в виде основы из проволоки сплавов системы Ti-Nb-Ta с композиционным биodeградируемым покрытием из полилактида, содержащего частицы антибиотиков (линкомицина, цефотаксима или гентамицина) с улучшенной биомеханической и биохимической совместимостью и возможностью адресной доставки лекарственных средств.

#### **Научная новизна исследования и полученных результатов**

В качестве основных результатов представленной работы, имеющих выраженную научную новизну можно отметить следующие:

- разработан ряд новых сплавов состава (ат. %): Ti-15Nb-5Ta, Ti-20Nb-5Ta и Ti-25Nb-5Ta, не содержащих токсичных элементов и обладающих биосовместимостью, сверхупругостью, высокими механическими характеристиками и модулем упругости (модулем Юнга)  $E = 35...40$  ГПа, достаточно близко приближенным к модулю упругости тканей человеческого организма.

- разработаны технологии получения из этих сплавов пластин и подходящей для изготовления ряда типа имплантатов проволоки  $\varnothing 280$  мкм (включающие выплавку, гомогенизирующий отжиг, обработку давлением и термообработку);

- разработан новый композиционный материал на основе биodeградируемого полимера полилактид 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 компонентов металлической и полимерной природы в отдельности и композиции в целом, а также изменение свойств при переходе от структурных составляющих к итоговому материалу; доказана перспективность использования идей формирования градиентных композиционных структур в научных и практических целях.

### **Значимость для науки и производства полученных в диссертационной работе результатов**

С теоретической точки зрения важным результатом является выявление основных закономерностей влияния режимов термообработки на структуру, в т.ч. размер зерен, и механические свойства сплавов Ti-Nb-Ta в неизученной области концентрации ниобия; обнаружено существенное понижение температуры нагрева под закалку до 800°C (и соответственно температуры начала рекристаллизации сплава до «взрывного» роста размеров зерен) в отличие от 950°C, свойственных другим сверхупругим титановым сплавам согласно литературным данным; 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.

Также значимостью обладают полученные 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 падала, при этом скорость выхода зависит от параметров среды организма. При исследованиях pH варьировалась от 5,3 до 9,0.

Важным практическим результатом является оценка влияния 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 однородных 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. Также проведены исследования влияние состава сплавов Ti-(15-25)Nb-5Ta (ат. %) и параметров пластической деформации (температура и время предварительного и промежуточных отжигов, степени обжатия за проход, скорость волочения) на структуру, механические и химические свойства образцов в виде пластин и проволоки. Установлено, что прокатку слитков до пластины после выплавки и гомогенизирующего отжига следует проводить при подогреве до 600°C. Время нагрева заготовок перед первичной деформацией составляет 25 минут, промежуточный нагрев заготовок после каждого прохода проводится в течение 5 минут. При получении проволоки прокатка слитка так же 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;

Исследование влияния термической обработки на структуру и механические

свойства пластин и проволоки из сплавов Ti-(15-25)Nb-5Ta (ат. %), показало, что лучший комплекс механических характеристик достигается при закалке в воду с температуры 800 °С с предварительной выдержкой в течении 1-5 мин. Выявлено также, что данные сплавы обладают лучшей биосовместимостью по сравнению с Ti, сплавами Ti и нитинолом.

Исследования структуры и механических свойства композиционного материала «полилактид с молекулярной массой 180 кДа - частицы антибиотиков (линкомицин, цефотаксим или гентамицин)» в зависимости от содержания частиц показали, что наиболее плотная и равномерная структура этого композита достигается при содержании 3-5 мас.% частиц лекарственных препаратов. Композит имеет несколько меньшие прочностные характеристики по сравнению с чистым полилактидом, однако их уровень является достаточным для условий установки имплантата из разработанного композита и его нормального функционирования в человеческом организме.

Полученные результаты работы **нашли применение** в специализированных организациях: ООО «ПущИнноТех». Определены перспективы практического использования полученного материала, технологии его получения и изделий медицинского назначения, созданных на его основе.

### **Степень обоснованности и достоверности**

Научные положения, выводы и заключения, сформулированные автором диссертации, подтверждаются хорошей повторяемостью экспериментальных результатов, применением современных методов исследования структуры и свойств материалов, нового современного оборудования, систематическим характером проведенных исследований в рамках академических научных школ, а также согласованностью полученных результатов с литературными данными других авторов.

### **Публикации по результатам диссертационной работы**

Основные результаты диссертации достаточно полно отражены в 13 печатных работах, в том числе в 2 статьях в российских журналах, рекомендованных ВАК РФ

и 6 статьях в журналах, индексируемых в SCOPUS и WOS. Полученные результаты представлены на 5 международных и всероссийских конференциях.

По диссертационной работе могут быть сделаны следующие **замечания**:

1. Не слишком подробно изложено обоснование выбора конкретных составов предлагаемых сплавов для основы композиционного материала;

2. В работе представлены результаты влияния закалки и отжига на механические свойства предлагаемых сплавов, но не исследовано возможное влияние дополнительной термообработки после закалки;

3. В работе указано, что в разработанном композиционном материале покрытие на основе полилактида, содержащего линкомицин, цефотаксим или гентамицин, и основа сплава Ti-20Nb-5Ta обладают неплохой адгезией, но подтверждено это только фрактографическими исследованиями;

4. В работе не рассмотрена возможность дополнительной обработки поверхности проволоки после волочения;

5. Взаимодействие лекарственных препаратов с полимерной матрицей в процессе получения функционального покрытия не ожидается, но дополнительных исследований в этом направлении не проводилось;

6. При описании используемых методик не везде указано число образцов, используемых при проведении единичного испытания или измерения.

Сделанные замечания не снижают общей положительной оценки диссертационной работы Конушкина С.В. Диссертация является самостоятельной законченной научно-квалификационной работой, посвященной актуальной научной проблеме. В работе решен ряд актуальных задач, имеющих теоретическое и практическое значение.

Представленные в диссертационной работе результаты играют важную роль в развитии материаловедения в области композиционных материалов медицинского назначения и функциональных покрытий. Целесообразно использовать их при разработке имплантатов нового поколения.

Считаем, что диссертационная работа Конушкина С.В. «Разработка технологии получения композиционного материала «основа Ti-Nb-Ta –

биodeградируемый полимер» по экспериментальному, методическому и теоретическому уровням, объему работы, научной новизне, научной и практической значимости, актуальности полностью отвечает требованиям ВАК РФ (п.9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а автор диссертации, Конушкин Сергей Викторович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы.

Работа заслушана на объединённом заседании кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий (ПМиФП) и Научно-учебного центра СВС МИСиС-ИСМАН (НУЦ СВС) Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (протокол № 8 от «27» апреля 2021 г.).

Заведующий кафедрой ПМиФП,  
директор НУЦ СВС,  
доктор технических наук, профессор



Е.А. Левашов

Ученый секретарь кафедры ПМиФП,  
доцент кафедры ПМиФП,  
кандидат технических наук



В.Ю. Лопатин

Ученый секретарь НУЦ СВС,  
в.н.с., доцент кафедры ПМиФП,  
кандидат технических наук



В.В. Курбаткина

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049, г. Москва, Ленинский проспект, 4

Тел.: 7 (495) 638-45-00, Факс: 7 (499) 236-52-98, E-mail: [vvkurb@mail.ru](mailto:vvkurb@mail.ru)