

АҢДАТПА

8D05301 – «Техникалық физика» білім беру бағдарламасы бойынша философия докторы (PhD) ғылыми дәрежесін алу үшін ұсынылған Догадкин Дмитрий Сергеевичтың диссертациялық жұмысы

ПЛАЗМАЛЫҚ-ЭЛЕКТРОЛИТТІК ТОТЫҒУ ПРОЦЕСІНДЕ ТИТАН БЕТІНДЕГІ КАЛЬЦИЙ-ФОСФАТТЫ ЖАБЫНДАРДЫҢ ҚҰРЫЛЫМ ТҮЗІЛУІ МЕН ФУНКЦИОНАЛДЫҚ ҚАСИЕТТЕРІНІҢ ФИЗИКАЛЫҚ ЗАҢДЫЛЫҚТАРЫ

Диссертациялық зерттеу конденсацияланған күй физикасы, беткі қабат физикасы және биомедициналық имплантаттар материалтануы саласындағы кешенді эксперименттік және теориялық жұмыс болып табылады. Жұмыс «Техникалық физика» мамандығы аясында орындалды және плазмалық-электролиттік тотығу процесінде титан бетіндегі кальций-фосфатты жабындардың құрылым түзілуі мен функционалдық қасиеттерінің физикалық заңдылықтарын анықтауға арналған. Зерттеуде селективті лазерлік балқыту әдісімен дайындалған Ti-6Al-4V қорытпасынан жасалған негіздердегі «ПЭО өңдеу параметрлері – микроқұрылым эволюциясы – фазалық құрам – физика-механикалық қасиеттер» арасындағы өзара байланыстарды зерделеуге басты назар аударылған.

Диссертациялық зерттеу тақырыбының өзектілігі.

Жұмыстың өзектілігі жоғары механикалық беріктік пен биоактивтілікті үйлестіретін жаңа буын имплантаттарын жасау қажеттілігінен туындайды. Титан қорытпалары ортопедия мен стоматологияда кеңінен қолданылғанымен, олардың беткі қабаты сүйек тінімен бірігуге (остеоинтеграцияға) жеткілікті деңгейде қабілетті емес. ПЭО процесінде гидроксипатит тәрізді фазалардың түзілуін анықтайтын физикалық механизмдер, сондай-ақ түсірілген кернеудің жабындардың құрылымына, фазалық құрамына және трибомеханикалық қасиеттеріне әсері туралы ғылыми түсініктердің жеткіліксіздігі байқалады. Бұл мәселелерді шешу дербестендірілген медицина үшін алдын ала белгіленген сипаттамалары бар биоактивті жабындарды алу технологияларының ғылыми негіздемесін әзірлеу үшін қажет. Бұл бағыт Қазақстан Республикасының биомедициналық материалтану және аддитивті технологиялар саласындағы ғылымды дамытудың басым бағыттарына сай келеді.

Зерттеудің мақсаты.

Әртүрлі түсірілген кернеулердегі плазмалық-электролиттік тотығу процесінде титан бетіндегі кальций-фосфатты жабындардың құрылым түзілуі мен функционалдық қасиеттерінің физикалық заңдылықтарын анықтау, сондай-ақ имплантаттардың биомеханикалық қасиеттерін сүйек тінінің

қасиеттерімен сәйкестендіру үшін кеуекті құрылымдардың геометриялық параметрлерін негіздеу.

Зерттеу міндеттері:

1. Плазмалық-электролиттік тотығудың әртүрлі қолданылатын кернеулері кезінде селективті лазерлік балқыту әдісімен алынған Ti-6Al-4V қорытпасынан жасалған негіздердегі кальций-фосфатты жабындардың беткі морфологиясы, кеуектілігі, қалыңдығы мен құрылымы қалыптасуының заңдылықтарын анықтау.

2. Қалыптасатын жабындардың құрылымдық-фазалық эволюциясының физика-химиялық механизмдерін айқындау және плазмалық-электролиттік тотығу режимдеріне байланысты гидроксипатит тәрізді фазалардың қалыптасу заңдылықтарын белгілеу.

3. Плазмалық-электролиттік тотығу параметрлері, жабындардың құрылымдық-фазалық сипаттамалары және олардың физика-механикалық қасиеттері арасындағы байланыстарды орнату.

4. Медициналық бұйымдарды пайдалану жағдайларына байланысты қасиеттердің берілген кешені бар функционалды жабындарды қалыптастыру үшін плазмалық-электролиттік тотығудың оңтайлы режимдерін таңдау критерийлерін негіздеу.

5. Мақсатты функционалды қасиеттері бар көлемді кеуекті құрылымды әзірлеу және компьютерлік модельдеу мен эксперименталды талдау әдістері арқылы оның сүйек тінімен биомеханикалық сәйкестігін тексеру.

Зерттеу объектісі.

Селективті лазерлік балқыту әдісімен дайындалған Ti-6Al-4V қорытпасы негіздерінде плазмалық-электролиттік тотығу әдісімен түзілген кальций-фосфатты жабындар.

Зерттеу пәні.

ПЭО процесінде түсірілген кернеуге байланысты кальций-фосфатты жабындардың құрылым түзілуінің, фазалық және элементтік құрамының, механикалық және трибологиялық қасиеттерінің қалыптасуының физикалық заңдылықтары.

Зерттеу әдістері.

Жабындарды қалыптастыру үшін импульстік қуат көзімен жабдықталған плазмалық-электролиттік тотығу қондырғысы пайдаланылды. Беткі қабат пен көлденең қималардың морфологиясы энергиялық дисперсиялық микроталдау жүйесімен жабдықталған сканерлеуші (стрлі) электрондық микроскопия әдісімен зерттелді. Жабындардың фазалық құрамы Cu-K α сәулеленуін пайдалана отырып, рентгенқұрылымдық талдау әдісімен анықталды. Жабындардағы функционалдық топтарды сәйкестендіру үшін ИК-Фурье спектроскопиясы қолданылды. Механикалық қасиеттер (микроқаттылық,

серпімділік модулі) аспаптық инденциялау әдісімен және электромеханикалық сынақ машинасын пайдалану арқылы бағаланды. Трибологиялық сынақтар Al_2O_3 контрденесін (қарсы дене) пайдаланып, «шар-дискіде» (ball-on-disk) сызбасы бойынша жүргізілді. Қосымша имплантаттардың құрылымдық тұтастығын бағалау мақсатында шекті элементтер әдісімен модельдеу, жасанды нейрондық желілер негізіндегі суррогатты модельдеу және Байес талдауы орындалды.

Қорғауға ұсынылатын негізгі қағидалар:

1. Плазмалық-электролиттік тотығу кернеуінің өзгеруі жабынның фазалық құрамы мен қасиеттерін басқаруға мүмкіндік береді: кернеудің артуы жабын қалыңдығының 1-ден 35–37 мкм-ге дейін өсуіне және фазалық құрамның анатаздан рутил мен гидроксипатитке қарай ретті түрде түрленуіне әкеледі. 250 В кезінде гетерофазалық анатаз-рутилді құрылымның қалыптасуы серпімділік модулін барынша азайтуды және тозу жылдамдығын $2,765 \cdot 10^{-4}$ мм³/Н·м-ге дейін төмендетуді қамтамасыз етеді, ал 300 В режимі биоактивті гидроксипатитті фазаның басым болуымен сипатталады.

2. Плазмалық-электролиттік тотығу процесі негіздің беткі қабақтарында титанның β -фазасы мөлшерінің артуына әкеледі, бұл «жабын-негіз» композитінің тиімді серпімділік модулінің 110-нан 25–35 ГПа-ға дейін төмендеуіне және оның пластикалылығының артуына ықпал етеді.

3. Қабырғасының қалыңдығы 250 мкм, өлшемі 2 мм октетті ұяшық геометриясын қолдану (кеуектілігі 80,5 %, поралар өлшемі 750 мкм) алынған құрылымның тиімді серпімділік модулінің трабекулярлы сүйек тінінің механикалық сипаттамаларымен (1–22,3 ГПа) сәйкестігін қамтамасыз етеді, бұл соңғы элементтерді модельдеу және эмпирикалық талдау нәтижелерімен расталған.

Зерттеудің негізгі нәтижелері:

1. 200, 250 және 300 В кернеулерінде түзілген ПЭО-жабындарға жүйелі зерттеу жүргізілді. 200 В кернеуінде жыртықты-арналы морфологияға ие жұқа жабынның (~1 мкм) қалыптасатыны эксперименттік түрде дәлелденді. 250 В кезінде жабын қалыңдығы біркелкі кеуектілік сақтала отырып, 3-3,5 мкм-ге дейін артады. 300 В кернеуінде қалыңдықтың 35-37 мкм-ге дейін экспоненциалды өсуі байқалады, алайда бұл ретте жарықтар мен қабыршақтанулар пайда болады.

2. Ең жоғары тозуға төзімділікке 250 В кернеуінде қол жеткізілетіні анықталды (тозу жылдамдығы $2,765 \times 10^{-4}$ мм³/Н·м). 300 В кернеуінде максималды қалыңдыққа қарамастан, жоғары кеуектілік пен жарықшақтанудың болуы тозуға төзімділіктің нашарлауына әкеледі. Үйкеліс коэффициенті 0,50-ден (200 В) 0,60-қа (300 В) дейін артады

3. 300 В кезінде стехиометриялық көрсеткішке (1,67) жақын, Ca/P = 1,96 қатынасы бар кристалды гидроксипатиттің қалыптасатыны дәлелденді. Карбонатты топтардың бар екендігі расталды, бұл сүйек тініне үлкен ұқсастығы бар карбонат-алмасқан гидроксипатиттің түзілуін көрсетеді.

4. ПЭО процесінде 250 В кернеуінде $\alpha \rightarrow \beta$ ауысу температурасынан жоғары қызу және кейінгі жылдам шынықтыру салдарынан негіздің беткі қабатында титанның β -фазасы мөлшерінің локальді артуы орын алатыны алғаш рет көрсетілді. Бұл серпімділік модулінің 110 ГПа-дан (бастапқы қорытпа) 80-90 ГПа-ға (250 В кезінде) және 25-35 ГПа-ға (300 В кезінде) дейін төмендеуіне әкеліп, «кернеуді экрандау» эффектісін азайтады.

5. Октетті ұяшықтың оңтайландырылған геометриялық параметрлері (ұяшық өлшемі 2 мм, қабырға қалыңдығы 250 мкм) механикалық қасиеттері трабекулярлы сүйек тінінің қасиеттерімен сәйкес келетін кеуекті қаңқа алуға мүмкіндік берді.

Алынған нәтижелердің ғылыми жаңалығы:

1. Селективті лазерлік балқыту (СЛБ) әдісімен алынған Ti-6Al-4V қорытпасы негіздерінде ПЭО әдісімен кальций-фосфатты жабындардың құрылым түзілуінің физикалық заңдылықтары алғаш рет тағайындалды, бұл жабындардың құрылымы мен фазалық құрамының эволюциясында түсірілген кернеудің рөлін айқындауға мүмкіндік берді.

2. ПЭО-өңдеу параметрлері, жабындардың құрылымдық-фазалық күйі және олардың трибомеханикалық сипаттамалары арасындағы өзара байланысқа алғаш рет кешенді талдау жүргізілді. Механикалық және трибологиялық қасиеттердің оңтайлы үйлесіміне 250 В кернеуінде қол жеткізілетіні көрсетілді.

3. СЛБ әдісімен алынған Ti-6Al-4V негіздерінде ПЭО процесі кезінде титанның β -фазасы мөлшерінің локальді артуы алғаш рет дәлелденді; бұл түзілетін жабындардың серпімділік модуліне және олардың тозуға төзімділігіне айтарлықтай әсер ететіні анықталды.

4. Электролит құрамындағы Ca^{2+} , PO_4^{3-} және OH^- иондарының қатысуымен разряд аймағында жүретін плазмахимиялық реакцияларды қамтитын, 300 В кернеуіндегі ПЭО-жабындарда гидроксипатит фазасы түзілуінің физикалық механизмдері ашылды.

5. Құрылымның механикалық қасиеттерін трабекулярлы сүйек тінінің қасиеттерімен сәйкестендіру үшін кеуекті қаңқалардың октетті ұяшығының геометриялық параметрлері оңтайландырылды.

Практикалық маңыздылығы.

Жұмыс нәтижелері селективті лазерлік балқыту әдісімен дайындалған титан қорытпаларынан жасалған имплантаттарда биоактивті кальций-фосфатты жабындарды түзудің технологиялық режимдерін әзірлеу үшін практикалық маңызға ие.

Зерттеу нәтижелерінің маңыздылығы оларды келесі мақсаттарда қолдану мүмкіндігімен айқындалады:

- ПЭО әдісімен беткі қабатта гидроксипатит құрамды жабындарды қалыптастыру арқылы остеоинтеграциялық қасиеттері жақсартылған дербестендірілген титан имплантаттарын жасау;

- клиникалық қолдану аясына байланысты жабындардың алдын ала белгіленген құрылымдық-фазалық сипаттамалары мен қажетті механикалық қасиеттерін алу үшін ПЭО режимдерін оңтайландыру;
- аддитивті технологиялар мен ПЭО-модификациялауды ұштастыру арқылы серпімділік модулі реттелетін (25–110 ГПа) имплантаттарды әзірлеу, бұл «кернеуді экрандау» (stress shielding) эффектісін барынша азайтуға мүмкіндік береді;
- әртүрлі этиологиядағы сүйек ақауларын алмастыру мақсатында ортопедияда, стоматологияда және жақ-бет хирургиясында қолдану.

Алынған нәтижелердің сенімділігі мен негізділігі.

Зерттеу нәтижелерінің сенімділігі жүргізілген эксперименттік жұмыстардың жүйелілігімен және дәлдігімен, құрылымдық және элементтік талдаудың бірін-бірі толықтыратын әдістерін (РЭМ-ЭДС, XRD, ИК-Фурье) кешенді қолданумен, заманауи аттестатталған жабдықтарды пайдаланумен, сондай-ақ алынған деректердің қайталанушылығымен және олардың отандық және шетелдік ғылыми әдебиеттердегі мәліметтермен сәйкестігімен қамтамасыз етіледі.

Ғылымды дамыту бағыттарына немесе мемлекеттік бағдарламаларға сәйкестігі.

Осы диссертациялық жұмыстың эксперименттік нәтижелері «Шығыс Қазақстан облысының тау-кен металлургия өнеркәсібінің тұрақты дамуын қамтамасыз ету үшін бәсекеге қабілетті ғылыми негізделген технологияларды әзірлеу және енгізу» (BR24992854) бағдарламалық-нысаналы қаржыландыру, «Отандық медициналық аспаптар мен медициналық бұйымдардың үлгілерін дайындау технологиясын әзірлеу» (BR24992786) бағдарламалық-нысаналы қаржыландыру, сондай-ақ «Д. Серікбаев атындағы Шығыс Қазақстан техникалық университеті» КЕАҚ Физика орталығында орындалатын ғылыми-зерттеу жұмыстары аясында алынды. Жұмыс мазмұны Қазақстан Республикасының биомедициналық материалтану және аддитивті технологиялар саласындағы ғылымды дамытудың басым бағыттарына толық сай келеді.

Докторанттың әрбір жарияланымды дайындауға қосқан жеке үлесі:

Sagidugumar A., Dogadkin D., Turlybekuly A., Kaliyev D. Calcium Phosphate Coatings Deposited on 3D-Printed Ti–6Al–4V Alloy by Plasma Electrolytic Oxidation // Coatings. 2024.

Докторанттың үлесі: зерттеу міндеттерін қою және тұжырымдау, ПЭО әдісімен жабындар алу әдістемелерін әзірлеу, жабындардың құрылымын, фазалық құрамын және қасиеттерін эксперименттік зерттеу, алынған нәтижелерді талдау және қорытындылау, мақала мәтінін дайындау.

Dogadkin D., Sagidugumar A., Kaliyev D., Dmitriev N., Kozhakhmetov Y. The Role of Signal Waveforms in Plasma Electrolytic Oxidation // Coatings. 2025.

Докторанттың үлесі: әдебиет шолуын жасау, трибологиялық сынақтар жүргізу және деректерді талдау, нәтижелерді интерпретациялау, мақала мәтінін жазу және редакциялау.

Beisekenov N., Azamatov B., Sadenova M., Dogadkin D., Kaliyev D. Data-Driven Design and Additive Manufacturing of Patient-Specific Lattice Titanium Scaffolds for Mandibular Bone Reconstruction // Journal of Functional Biomaterials. 2025.

Докторанттың үлесі: шекті элементтер әдісімен модельдеуге қатысу, сандық модельдеу деректерін талдау, нәтижелерді талқылау, графикалық материалдарды дайындау.

Dogadkin D., Azamatov B., Alapati S., Kaliyev D., Rudenko S., Sadenova M., Dmitriev N. Integrated Experimental and Computational Analysis of SLM-Fabricated Ti6Al4V Octet-Truss Scaffolds for Bone Tissue Engineering // Materials. 2026.

Докторанттың үлесі: зерттеу міндеттерін қою және тұжырымдау, зерттеу әдістерін әзірлеу, құрылымды, фазалық құрамды және механикалық қасиеттерді эксперименттік зерттеу, алынған нәтижелерді талдау және қорытындылау, шекті элементтер әдісімен модельдеуге қатысу, сандық модельдеу деректерін талдау, нәтижелерді талқылау, графикалық материалдарды дайындау, мақала мәтінін дайындау.

Sagidugumar A.N., Dogadkin D.S., Azamatov B.N., Turlybekuly A., Rudenko S.O. Calcium phosphate coating formed on titanium scaffold by plasma electrolytic oxidation // Қарағанды университетінің хабаршысы. Физика сериясы. 2022.

Докторанттың үлесі: жабындарды синтездеу бойынша эксперименттік жұмыстарды жүргізу, XRD деректері мен механикалық сынақтарды талдауға қатысу, нәтижелерді талқылау, қолжазба мәтінін дайындау.

Sagidugumar A.N., Turlybekuly A., Dogadkin D., Pogrebnyak A.D., Kantay N., Sadibekov A. Phase transformations during the doping of zinc chloride and silver nitrate into calcium phosphates // Қарағанды университетінің хабаршысы. Физика сериясы. 2022.

Докторанттың үлесі: фазалық түрлендірулерді талдауға қатысу, нәтижелерді интерпретациялау, мақала мәтінін жазу және редакциялау.

Жарияланымдар тізімі:

1. Sagidugumar A., Dogadkin D., Turlybekuly A., Kaliyev D. Calcium Phosphate Coatings Deposited on 3D-Printed Ti-6Al-4V Alloy by Plasma Electrolytic Oxidation // Coatings. 2024. Vol. 14. No. 6. P. 696. Q2 (Materials Science, Coatings & Films), IF: 2.8. DOI: 10.3390/coatings14060696

2. Dogadkin D., Sagidugumar A., Kaliyev D., Dmitriev N., Kozhakhmetov Y. The Role of Signal Waveforms in Plasma Electrolytic Oxidation // Coatings. 2025. Vol. 15. No. 1. P. 36. Q2 (Materials Science, Coatings & Films), IF: 2.8. DOI: 10.3390/coatings15010036

3. Beisekenov N., Azamatov B., Sadenova M., Dogadkin D., Kaliyev D. Data-Driven Design and Additive Manufacturing of Patient-Specific Lattice Titanium Scaffolds for Mandibular Bone Reconstruction // Journal of Functional

Biomaterials. 2025. Vol. 16. No. 9. P. 350. Q1 (Engineering, Biomedical), IF: 4.8. DOI: 10.3390/jfb16090350

4. Dogadkin D., Azamatov B., Alapati S., Kaliyev D., Rudenko S., Sadenova M., Dmitriev N. Integrated Experimental and Computational Analysis of SLM-Fabricated Ti6Al4V Octet-Truss Scaffolds for Bone Tissue Engineering // Materials. 2026. Vol. 19. № 8. P. 1646. Q1 (Materials Science, General Materials Science), IF: 3.2. DOI: 10.3390/ma19081646

5. Sagidugumar A.N., Dogadkin D.S., Azamatov B.N., Turlybekuly A., Rudenko S.O. Calcium phosphate coating formed on titanium scaffold by plasma electrolytic oxidation // Вестник Карагандинского университета. Серия Физика. 2022. Т. 106. № 2. Б. 32–36. DOI: 10.31489/2022Ph2/32-36 (Журнал ҚР ҒЖБМ ҒЖБССҚЕК тізіміне енгізілген).

6. Sagidugumar A.N., Turlybekuly A., Dogadkin D., Pogrebnyak A.D., Kantay N., Sadibekov A. Phase transformations during the doping of zinc chloride and silver nitrate into calcium phosphates // Вестник Карагандинского университета. Серия Физика. 2022. Т. 106. № 2. Б. 18–23. DOI: 10.31489/2022Ph2/18-23 (Журнал ҚР ҒЖБМ ҒЖБССҚЕК тізіміне енгізілген).

7. Қазақстан Республикасының пайдалы модельге патенті №9325 «Омыртқааралық спондилодезге арналған трабекулярлық тор». Жарияланды 05.07.2024.

Жұмыстың апробациясы:

Диссертациялық зерттеудің негізгі нәтижелері келесі ғылыми іс-шараларда ұсынылды және талқыланды:

- «Өндірістің озық технологияларды және материалдарды зерттеу: жаңа материалдар мен әдістер (АММ&R 2021)» халықаралық конференциясы (2025 жылғы 19 ақпан, Өскемен, Қазақстан).

- «25th Conference on Process Integration, Modelling, and Optimisation for Energy Saving and Pollution Reduction (PRES'22)» халықаралық конференциясы (2022 жылғы 5–8 қыркүйек, Бол, Хорватия).