



«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Институт физики высоких технологий
Направление подготовки 18.04.01 «Химическая технология»
Кафедра технологии силикатов и наноматериалов

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОПЛЕНОК НА ОСНОВЕ КРЕМНЕЗЕМА

УДК 661.88:621.793:616.31

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4ГМ4Б	Арсхан Дауренбек		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор кафедры ТСН	Петровская Т.С.	д.т.н.		18.06.16

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент кафедры менеджмента	Грахова Е.А.			27.05.16

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор кафедры ЭБЖ	Федорчук Ю.М.	д.т.н.		08.05.16

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор кафедры ТСН	Погребенков В. М.	д.т.н.		18.06.16

Томск – 2016 г.

**ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ООП 18.04.01 -
ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ**

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
<i>Профессиональные компетенции</i>	
P1	Применять <i>глубокие</i> естественно-научные, математические и инженерные <i>знания</i> для создания <i>новых</i> материалов
P2	Применять <i>глубокие знания</i> в области современных технологий химического производства для решения <i>междисциплинарных</i> инженерных задач
P3	Ставить и решать <i>инновационные</i> задачи <i>инженерного анализа</i> , связанные с созданием материалов и изделий, с использованием системного анализа и моделирования объектов и процессов химической технологии
P4	Разрабатывать химико-технологические процессы, <i>проектировать</i> и использовать <i>новое</i> оборудование для создания материалов, конкурентоспособных на <i>мировом</i> рынке
P5	Проводить теоретические и экспериментальные <i>исследования</i> в области создания <i>новых</i> материалов, современных химических технологий, нанотехнологий
P6	Внедрять, <i>эксплуатировать</i> современные высокотехнологичные линии автоматизированного производства, обеспечивать их <i>высокую эффективность</i> , соблюдать правила охраны здоровья и безопасности труда на химическом производстве, выполнять требования по защите окружающей среды
<i>Универсальные компетенции</i>	
P7	Использовать <i>глубокие знания</i> по <i>проектному менеджменту</i> для ведения <i>инновационной</i> инженерной деятельности с учетом юридических аспектов защиты интеллектуальной собственности
P8	<i>Активно</i> владеть <i>иностранным языком</i> на уровне, позволяющем работать в иноязычной среде, разрабатывать документацию, презентовать и защищать результаты инновационной инженерной деятельности
P9	Эффективно работать индивидуально, в качестве <i>члена и руководителя группы</i> , состоящей из специалистов различных направлений и квалификаций, демонстрировать ответственность за результаты работы и готовность <i>следовать корпоративной культуре</i> организации
P10	Демонстрировать <i>глубокие знания социальных, этических и культурных аспектов</i> инновационной инженерной деятельности, компетентность в вопросах <i>устойчивого развития</i>
P11	<i>Самостоятельно учиться</i> и непрерывно <i>повышать квалификацию</i> в течение всего периода профессиональной деятельности

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования



**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
 ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт физики высоких технологий
 Направление подготовки 18.04.01 «Химическая технология»
 Кафедра технологии силикатов и наноматериалов

УТВЕРЖДАЮ:
 Зав. кафедрой ТСН

 (Подпись) (Дата) (Ф.И.О.) Погребенков В.М.

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Магистерской диссертации

Студенту:

Группа	ФИО
4ГМ4Б	Арслан Дауренбек

Тема работы:

Управление процессами формирования глиносодержащих композиций	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	1880/с от 25.03.2015

Срок сдачи студентом выполненной работы:	09.06.2015
--	------------

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Объект исследования — процессы, происходящие при получении тонких пленок на основе ТЭОС. Основной целью исследований является разработка биоактивных кальций-фосфатных покрытий для хирургических имплантатов
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	1. Приготовление ПОР; 2. Изучение физико-химических процессов в растворах; 3. Исследование процессов формирования оксидной системы пленки.
Перечень графического материала	Демонстрационный материал (презентация в MS PowerPoint);
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы	
Раздел	Консультант

Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Ассистент кафедры менеджмента Грахова Е.А.
Социальная ответственность	Профессор кафедры ЭБЖ Федорчук Ю.М.
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	
Раздел 1 Литературный обзор	
Раздел 2.2 Объект и методы исследования	

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	01.02.2016
--	------------

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор кафедры ТСН	Петровская Т.С.	д.т.н.		1.02.16.

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4ГМ4Б	Арсхан Дауренбек		1.02.16.

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа	ФНО
4ГМ4Б	Арсхан Дауренбек

Институт	ИФВТ	Кафедра	Технология силикатов и наноматериалов
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	Химическая технология

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

1. Стоимость ресурсов научного НИИ: материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	При проведении исследования используется база лабораторий ТПУ кафедры ТСН; в исследовании задействованы 2 человека: студент-исполнитель и научный руководитель.
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	В соответствии с ГОСТ 14.322-83 «Нормирование расхода материалов», ГОСТ Р 51541-99 «Энергосбережение. Энергетическая эффективность» и система окладов оплаты труда ППС ТПУ
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	Отчисления по страховым взносам – 30% от ФОТ

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого и инновационного потенциала НИИ	1.1. Потенциальные потребители результатов исследования 1.2. Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения 1.3. SWOT-анализ 1.4. Оценка готовности проекта к коммерциализации 1.5. Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования
2. Планирование процесса управления НИИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок	2.1. Планирование выполнения работ по НИИ 2.2. Организационная структура НИИ 2.3. Формирования бюджета исследования 2.4. Распределения ответственности
3. Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности	Оценка социальной и сравнительной эффективности исследования

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. Сегментирование рынка
2. Оценка конкурентоспособности технических решений
3. Матрица SWOT

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику 01.02.2016

Задание выдал консультант:

Должность	ФНО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент кафедры Менеджмента	Грахова Е.А			19.04.16

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФНО	Подпись	Дата
4ГМ4Б	Арсхан Дауренбек		19.04.16

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
4ГМ4Б	Арсхан Дауренбек

Институт	ИФВТ	Кафедра	Технология силикатов и наноматериалов
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	Химическая технология

Тема дипломной работы: Исследования процессов формирования нанопленок на основе кремнезема.

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:			
Целью данной работы является получение тонких пленок методом золь-гель технологии для титановых имплантатов. Описание рабочего места на предмет возникновения: вредных проявлений факторов производственной среды (для обслуживающего персонала необходимо обеспечить оптимальные, в крайнем случае, допустимые значения метеословесных на рабочем месте, исключить контакт с вредными, токсичными веществами, обеспечить комфортную освещенность рабочего места, уменьшить до допустимых пределов шум от мельниц и экструдера, вентиляции; опасных проявлений факторов производственной среды (в связи с присутствием электричества для питания электрических оборудования и освещенности лаборатории, наличии горючих и взрывоопасных газов необходимо предусмотреть, если есть, то перечислить средства коллективной и индивидуальной защиты от электро-, пожаро- и взрывоопасности); необходимо предусмотреть мероприятия по предотвращению негативного воздействия на окружающую природную среду используемых энергетических проявлений и образующихся отходов: бракованные образцы, пылевидных частиц, «черновые» листы бумаги, отработанные картриджи, принтеры и др. оргтехника; - необходимо обеспечить устойчивую работу вашего производственного участка при возникновении чрезвычайных ситуаций, характерных для Сибири – сильные морозы, пурга, человеческий фактор, диверсия (рассмотреть минимум 2 ЧС – 1 природную, 1 техногенную).			
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:			
Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности: а) приводится перечень всех используемых в работе реагентов, их агрегатное состояние, класс опасности (токсичности), механизм воздействия их на организм человека, единицы измерения количества (концентрации); приводится перечень средств коллективной и индивидуальной защиты персонала, а также защиты окружающей среды; б) приводятся данные по оптимальным и допустимым значениям микроклимата на рабочем месте, перечисляются методы обеспечения этих значений; приводится 1 из расчетов (расчет освещенности на рабочем месте, расчет потребного воздухообмена на рабочем месте, расчет необходимого времени эвакуации рабочего персонала); в) приводятся данные по реальным значениям шума на рабочем месте, разрабатываются или, если уже есть, перечисляются мероприятия по защите персонала от шума, при этом приводятся значения ПДУ, средства коллективной защиты, СИЗ;			
Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности: а) приводятся данные по значениям напряжения используемого оборудования, классификация помещения по электробезопасности, допустимые безопасные для человека значения напряжения, тока и заземления (в т.ч. статическое электричество, молниезащита - источники, средства защиты); перечисляются СКЗ и СИЗ; б) приводится классификация пожароопасности помещений, указывается класс пожароопасности вашего помещения, перечисляются средства пожаробезопасности и принцип их работы, средства пожаротушения, принцип работы, назначение (какие пожары можно тушить, какие – нет), маркировка; пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия).			
Охрана окружающей среды: организация безотходного производства (приводится перечень отходов при эксплуатации установки, перечисляются методы улавливания, переработки, хранения и утилизации, образовавшихся на вашем производстве промышленных отходов).			
Защита в чрезвычайных ситуациях:			

Приводятся возможные для Сибири ЧС; Возможные ЧС: морозы, диверсия
 разрабатываются превентивные меры по предупреждению ЧС;
 разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС;
 разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий
 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:
 специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства
 (приводится перечень ГОСТов, СНиПов и др. законодательных документов, использованных в своей работе);
Перечень графического материала:
 1) Пути эвакуации
 2) План размещения светильников на потолке рабочего помещения

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	01.02.2016
--	------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор кафедры ЭБЖ	Федорчук Ю.М.	д.т.н.		10.02.16

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4ГМ4Б	Арсхан Дауренбек		10.02.16

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования



**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт физики высоких технологий
Направление подготовки 18.04.01 «Химическая технология»
Кафедра технологии силикатов и наноматериалов
Уровень образования – магистр
Период выполнения – осенний/весенний семестр 2015/2016 учебного года

Форма представления работы:

магистерская диссертация

КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
выполнения выпускной квалификационной работы

Срок сдачи студентом выполненной работы:	07.06.2016 г.
--	---------------

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
20.05.2016 г.	Основная часть	60
25.05.2016 г.	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	15
30.05.2016 г.	Социальная ответственность	10
05.06.2016 г.	Обязательное приложение на иностранном языке	15

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Учёная степень	Подпись	Дата
Профессор кафедры ТСН	Петровская Т.С.	д.т.н.		23.03.16

СОГЛАСОВАНО:

Зам. Кафедрой	ФИО	Учёная степень	Подпись	Дата
Профессор кафедры ТСН	Погребенков В. М.	д.т.н.		23.03.16

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа содержит 102 страниц, 22 рисунков, 25 таблиц, 44 источников, 1 приложение.

Ключевые слова: тонкие пленки, золь-гель технология, биоматериал, имплант, покрытия для имплантов.

Эта работа является продолжением изучения процессов в растворах на основе тетраэтоксисилана (ТЭОС). Основной целью исследований является разработка биоактивных кальций-фосфатных покрытий для хирургических имплантатов. Работа направлена на получение тонких пленок на основе системы $\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$, изучение физико-химических процессов в растворах и процессов формирования оксидной системы пленки.

Разработаны составы пленкообразующих растворов (ПОР) для получения тонких пленок по золь-гель технологии. В качестве исходных материалов использовали ТЭОС, CaCl_2 , H_3PO_4 , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$.

Для исследования физико-химических процессов, происходящих в ПОР и способствующих формированию оксидной системы пленки, применялись методы: дифференциальный термический анализ (ДТА), термогравиметрический анализ (ТГА), вискозиметрия, рентгенофазовый анализ.

Основные результаты исследования обсуждались на международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых «Химия и химическая технология» (г. Томск, 2016).

Определения, обозначения, сокращения и нормативные ссылки

ТЭОС – тетраэтоксисилан

ПОР – пленкообразующий раствор

ДТА – Дифференциальный термический анализ

ТГА – Термогравиметрический анализ

БАМ – Биоактивный материал

ГАП – Гидроксиапатит

ТКФ – трикальцийфосфат

РФА – Рентгенофазовый анализ

БД – биодegradация

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей работе использованы ссылки на следующие стандарты:

1. ГОСТ 12.0.003-74. «Система стандартов безопасности труда. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация»
2. ГОСТ 12.1.005-88. «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны»
3. СанПиН 2.2.4.548-96. «Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений»
4. ГОСТ 124021-75. «Системы вентиляции. Общие требования»
5. ГН 2.2.5.1313-03. «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны»
6. ГОСТ 12.1.003-88. «Шум. Общие требования безопасности»
7. СНиП 23.05-95 «Естественное и искусственное освещение»
8. ГОСТ Р 12.1.019-2009. «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты»
9. Постановление Правительства РФ от 25.04.2012 N 390 (ред. от 17.02.2014) «О противопожарном режиме» (вместе с "Правилами противопожарного режима в Российской Федерации")
10. ГОСТ Р 51057-2001 «Техника пожарная. Огнетушители переносные. Общие технические требования»
11. Федеральный закон от 21.12.1994 N 68-ФЗ «О защите населения и территорий от чрезвычайных ситуаций природного и техногенного характера»

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	14
1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР	16
1.1 Современные биоматериалы и имплантаты.....	16
1.2 Области применения биоматериалов и имплантатов.....	24
1.3 Способы повышения биоактивности имплантатов	27
1.4 Получение композиционных титановых имплантатов	29
1.5 Покрытия и пленочные неорганические покрытия.....	31
1.6 Золь-гель метод получения пленок	34
2 ОБЪЕКТ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	38
2.1 Характеристика исходных материалов.....	38
2.2 Методы исследования.....	39
3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ.....	44
3.1 Методика расчета и приготовления пленкообразующих растворов	44
3.2 Разработка составов для исследований	46
3.3 Исследование изменения вязкости ПОР.....	47
3.4 Подготовка образцов для физико-химических исследований	50
3.5 Термический анализ сухих гелей	51
3.6 Рентгенофазовый анализ сухих гелей.....	54
4 ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ.....	57
4.1 Предпроектный анализ	57
4.2 Инициация исследования	64
4.3 Планирование управления научно – техническим исследованием	66
4.4. Определение сравнительной эффективности исследования	77
5 СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ.....	80
5.1 Анализ выявленных вредных факторов	80
5.2 Анализ опасных производственных факторов	88
5.3 Охрана окружающей среды	92
5.4 Защита в чрезвычайных ситуациях.....	93
ВЫВОДЫ	95

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ СТУДЕНТА.....	97
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	98
ПРИЛОЖЕНИЕ А	102

ВВЕДЕНИЕ

К числу современных медицинских технологий относится использование искусственных биоматериалов для изготовления имплантатов, замещающих или способствующих восстановлению поврежденных тканей, в том числе костной ткани. Такие материалы должны соответствовать повышенным требованиям. С одной стороны, они должны быть биосовместимыми с тканями организма и способствовать регенерации естественных процессов. С другой стороны, они должны обладать высокой прочностью. В настоящее время существует значительный практический интерес к технологии композиционных материалов, сочетающих различные характеристики составляющих их компонентов [1]. В классе композитов большая роль принадлежит имплантатам на основе титана и его сплавов.

Титановые имплантаты биоинертны, устойчивы к коррозии, легкие и широко используются в медицине в качестве материала для замены костей. Стабильные биосовместимые пленки на поверхности создают благоприятные физико-химические условия для образования кальций-фосфатных соединений непосредственно на поверхности имплантата и определяют адгезию и связывание белка [1].

Важно также, что золь-гель синтез пленок обеспечивает превосходную (на молекулярном уровне) гомогенизацию исходных смесей и высокую чистоту продукта на всех стадиях синтеза, дает значительно более низкое потребление энергии и способствует образованию материалов с избытком энергии поверхности, что имеет важное значение для формирования биосовместимых материалов.

Биоматериалы прошли путь от первых применений выдающимися хирургами, которые лишь в исключительных случаях имели контакты с инженерами, до современного состояния, когда они разрабатываются в тесном сотрудничестве хирургов, инженеров, химиков и физиков. В то же время, новые идеи из области материаловедения, такие как разделение фаз,

анодирование, модификация поверхности и поверхностный анализ были быстро ассимилированы в инструментарий и лексику ученых, занимающихся биоматериалами. Некоторые из важных идей, которые подготовили почву для современного развития науки биоматериалов, это: адсорбция белков, концепция биосовместимости, тканевая инженерия, регенеративная медицина, нано технологии, биоспецифические биоматериалы и др. [2].

Цель работы: исследование процессов в растворах для получения нанопленок на основе кремнезема.

Задачи:

- получить пленкообразующий раствор, изучить физико-химические процессы, проходящие в растворе на основе тетраэтоксисилана.
- изучить закономерности изменения вязкости спиртовых растворов на основе тетроэтоксисилана,
- исследовать физико-химические процессы, протекающие при сушке и термообработке гелей, полученных из растворов,
- установить фазовый состав продуктов термообработки пленкообразующих растворов.

1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Современные биоматериалы и имплантаты

1.1.1 Биоматериалы

Биоматериалом является материал, предназначенный для замены поврежденных частей тела: отдельных органов и тканей. Биоматериалом являются: 1) материал из живой ткани; 2) синтетический или натуральный материалы, используемые в медицинских устройствах или в контакте с биологическими системами. Наука биоматериалов существует около пятидесяти лет. Она охватывает элементы медицины, биологии, химии, тканевой инженерии и материаловедения. Биоматериалы могут быть биоактивными и биоинертными [3].

В пластической хирургии, когда люди хотят изменить черты их лица, медицина прибегает к помощи биоматериалов. Например, перелом или травма приводит к искусственному имплантату, чтобы заменить поврежденный участок. Биоматериалы можно разделить на две группы: трансплантаты и имплантаты. Особое место занимают биоматериалы, построенные из клеток или их носителей.

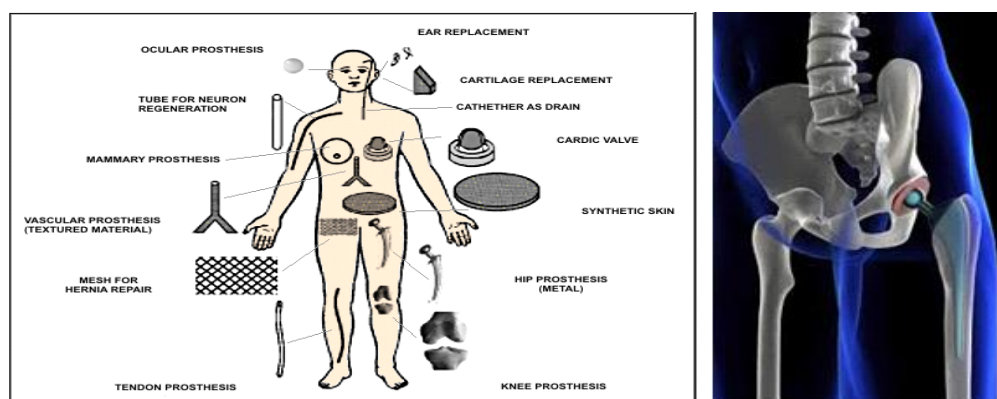


Рисунок 1.1 – Имплантаты человеческого тела

Согласно свойствам, составу и структурой костной ткани, биоматериалам предъявляются следующие требования:

- Химические свойства – отсутствие коррозии, отсутствие реакционной способности с тканями и межтканевыми жидкостями;
- Механические свойства – свойства материала должны быть близкими к свойствам костей;

— Биологические свойства – отсутствие отторжения организмом, биосовместимость, стимулирование процесса образования костной ткани [4].

1.1.2 Имплантаты

Имплантаты (нем. Implantat) — класс изделий медицинского назначения, используемых для вживления в организм либо в роли протезов (заменителей отсутствующих органов человека), либо в качестве идентификатора (например, чип с информацией, вживляемый под кожу), замены зубов и др.

Имплантаты класс медицинских устройств, используемых для имплантации в организм или как протезы (заменителей отсутствующих органов человека) или идентификатор (например, информации чипа, имплантированного под кожу), и другой зубами замены (рис. 2).

В настоящее время используются более 50 видов имплантатов из различных композиционных материалов для восстановления и замены различных частей человеческого тела, включая мышечную ткань, кожные покровы, нервные волокна, кровеносные сосуды, и костную ткань [3].

Имплантат представляет собой препарат (например, подкожный гормонально имплантат), протез (например, искусственных тазобедренных суставов) или источник радиоактивного вещества, который вводят в тело человека. В стоматологии эта жесткая конструкция, которая крепится к кости или надкостнице на месте удаленных зубов для лучшей фиксации протеза или моста. Кость имплантата (костное интегрированные имплантаты) содержит несколько специальных металлических вставок (обычно титан), которые могут быть помещены в челюстную кость, а на них сверху на выводе обычно прилагается искусственный зуб. Эти имплантаты используются также для хранения протеза лицевой части.

Титановые имплантаты. В 1791 году Уильям Мак-Грегори, химик, использовал магнит для извлечения руды, что мы теперь знаем, как ильменит

из местной реки. Затем он извлечен из этой черной железного порошка с соляной кислотой и дает остаток, который нечистыми оксид титана. После 1932 г. процесс, разработанный Уильямом Кролом открыл коммерческое производство титана минеральных источников.

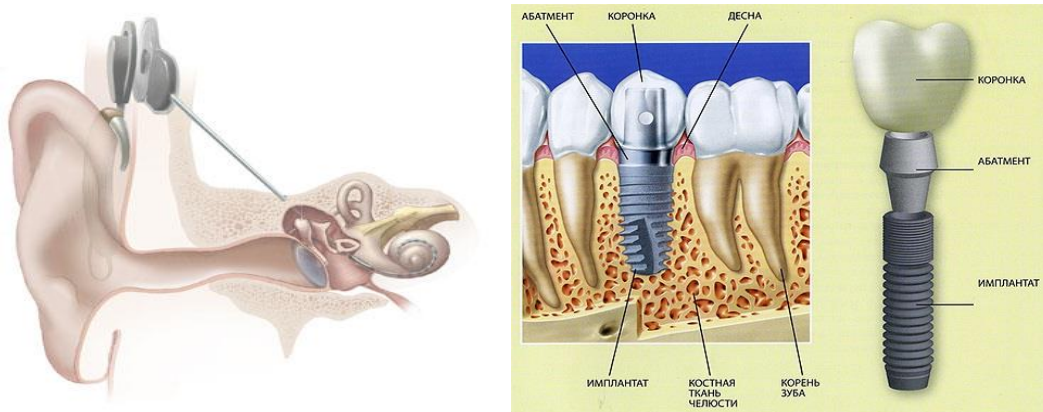


Рисунок 1.2 – Кохлеарный и зубной имплантат

Титановые имплантаты.

В 1791 году Уильям Мак-Грегор, химик, использовал магнит для извлечения руды, что мы теперь знаем, как ильменит из местной реки. Затем он извлек железо из этого черного порошка с помощью соляной кислоты, и получил остаток, который был нечистым оксидом титана. После 1932 года, процесс, разработанный Уильямом Кролом, открыл коммерческую добычу титана из минеральных источников.

Осознанное и обоснованное использование металлов и медицине стало возможным лишь в XIX-XX вв., когда, наряду с принципами асептики и антисептики, были развиты научные подходы к проблеме биосовместимости имплантируемых материалов и созданию адекватных технологий в металлургии (Вильямс, Рауф, 1978; Thull, 1992, 1994).

Из чего состоят имплантаты?

Имплантат тоже имеет свое строение. Он состоит из двух частей:

1) корневая часть – собственно имплантат (находится в кости

2) абатмент – верхняя часть имплантат, которая является непосредственной опорой для коронки. Все это изготавливается из металлов титановых групп.

В настоящее время титан – это самый популярный материал для имплантата. Чем он так хорош? Долгие годы врачи не могли найти материал, полностью совместимый с человеческими тканями. Что только не было перепробовано: керамика и нержавеющей сталь, золото и драгоценные камни. Но у всех были свои недостатки. Керамика и золото плохо срастались с костью. Нержавеющая сталь плохо приживалась.

Поиски продолжались до 1950 года, когда случайное открытие перевернуло медицину. Шведский ученый Бранемарк установил на кость подопытного животного телекамеру в титановой оболочке. Целью его эксперимента было вовсе не найти совместимый материал. Он пытался наблюдать, как ведет себя ткань под воздействием фармацевтических препаратов. Когда исследование было закончено, ученый попытался снять телекамеру, но она приросла. Титан и кость стали единым целым. Это открытие стало переломным в медицине. Осознанное и обоснованное использование металлов в медицине стало возможным лишь в XIX-XX вв., когда, наряду с принципами асептики и антисептики, были развиты научные подходы к проблеме биосовместимости имплантируемых материалов и созданию адекватных технологий в металлургии (Вильямс, Рауф, 1978; Thull, 1992, 1994) [1].

До того, как титан начали использовать в стоматологии, он уже зарекомендовал себя в общей имплантологии. Например, использовался для изготовления протезов конечностей. В стоматологию титан пришел около 30 - 40 лет назад. Использование титановых имплантатов в медицине обусловлено его свойствами. Титан очень прочный. Есть пациенты, которые пользуются зубными протезами не меньше 25 лет. Он срастается с костью, безопасен, не вызывает аллергии или отторжения [25].

Титановые имплантаты выпускаются в большом ассортименте: пластины, винты и др.

1.1.3 Требования, предъявляемые к биоматериалам

Биосовместимость (англ. *biocompatibility*) - это обеспечение желательной реакции живых тканей на нежизнеспособные материалы. При разработке нового биоматериала обеспечение биосовместимости является главным требованием. Биосовместимость – способность материала при введении (имплантации) в живой организм не вызывать побочных клинических проявлений: аллергии, токсической реакции, отторжения [5].

Анализируя современные представления можно выделить следующие основные свойства биосовместимых материалов:

- отсутствие местной воспалительной реакции;
- отсутствие токсического и аллергического действия на организм;
- отсутствие канцерогенного действия;
- не стимулировать развитие инфекции;
- не терять функционирования в течение уставноленного срока эксплуатации.

Биосовместимые материалы функционируют согласованно при нахождении в организме, не вызывая заболеваний или болезненных реакций. Они могут быть в организме в течение длительного периода достаточного для выполнения функции, не вызывая в нем развития негативных реакций.

Биосовместимые материалы в зависимости влияния на ткани организма делятся на биотолерантные (сплавы и полимеры), биоинертные (керамика) и биоактивные (силикофосфатные материалы) [1].

Процесс разложения материалов при контакте с тканями, клетками и биологическими жидкостями называется биодеградацией (БД). Примерами биодеградации могут быть коррозия металлов, фагоцитоз кальциофосфатов и химическое замещение кораллов на гидроксиапатит. Биодеградируемые материалы могут растворяться частично или полностью, поглощаться макрофагами, участвовать в метаболических и биохимических процессах или

заменяться живой тканью. Они могут быть в организме в течение длительного периода достаточного для выполнения функции, не вызывая в нем развития негативных реакций.

Гидроксилapatит является важнейшим из фосфатов кальция, присутствующих в человеческом организме. Наряду с ним присутствуют еще ряд фосфатов кальция в кристаллической и аморфной формах с различным отношением Са/Р. Наличие фосфатов кальция в искусственных материалах определяет их биосовместимость [20].

Обязательным требованием для применения любого материала в медицине является предварительное тестирование в условиях *in vitro* и *in vivo*.

In vitro (лат. — «в стекле») — это методика выполнения экспериментов, когда исследования проводятся «в пробирке» — вне организма. В широком смысле этот термин является противоположным термину *in vivo* — эксперимент на живом организме: на человеке или на животных. Большинство экспериментов, имеющие то или иное отношение к биологии, биохимии, фармакологии, медицине, генетике проводятся вне живого организма, на культуре живых клеток или в бесклеточной модели.

Эксперименты *in vitro*, в случаях, когда заменой являются исследования на животных или на человеке, считаются менее правильными, чем *in vivo*, и в большинстве случаев используется как предварительная оценка возможности и необходимости последующих исследований *in vivo*[2]. Кроме этого, эксперименты *in vitro* удешевляют и упрощают предварительные исследования и позволяют уберечь подопытных животных.

Биосовместимость материала исследуется *in vivo* (на животных), оценивается отсутствие негативных реакций организма на внедрение имплантата форме воспаления, а также токсичность материала. Степень биосовместимости оценивается показателями крови и состоянием ткани вокруг импланта. Негативными реакциями могут быть некроз, воспаление образование рубцовой ткани. Биосовместимость может быть условно

оценена в эксперименте *In vitro*, исследованием влияния имплантата на рост и деление мультипотентных мезенхимальных стволовых клеток костного мозга.

Для имплантатов костной ткани были предложены термины; биоталерантные, биоинертные и биоактивные материалы[21].

Биоактивные материалы – это материалы, предназначенные для связывания их с биологическими системами с целью повышения эффективности лечения, образования или замещения любой ткани, органа при выполнении тех или иных функций организма (Williams et al.,1992). В настоящее время среди БАМ выделяют 5 основных категорий:

- Кальций фосфатная керамика.
- Стекло и стеклокерамика.
- Биоактивные полимеры.
- Биоактивные гели.
- Композиты.

Одной из важнейших задач современного материаловедения является разработка керамических материалов разного функционального назначения для медицины, в т.ч., для имплантирования. Биокерамика – это керамика, природная для внедрения в биосистемы, которые восстанавливают и улучшают функции человеческих тканей и органов. В зависимости от целей и места применения имплантаты могут быть как биоинертными, так и биоактивными.

Общей характерной чертой для всех биоактивных имплантатов, применяемых в медицине, является образование на их поверхности карбонатного гидроксиапатитового слоя при имплантации, который близок по составу и структуре минеральной фазе кости. Вследствие чего происходит связывание неорганической поверхности имплантата с живыми тканями. Таким образом, связь между биоактивным имплантатом и костью почти не отличается от естественно возникающей связи между костями и сухожилиями и связками [6].

Известными примерами биоактивных материалов являются биостекла ($\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{SiO}_2-\text{P}_2\text{O}_5$), а также композиты на основе гидроксиапатита (ГАП) $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ и силикофосфаты кальция. Можно в широких пределах регулировать биоактивность таких материалов путем изменения состава композиционных материалов.

Биоматериалы на основе фосфатов кальция отторгаются организмом как инородное тело, и поэтому заслуженно являются высоко биосовместимыми. Кроме того, биохимические процессы, происходящие на границе кость-биоматериал, стимулирует образование костной ткани в области контакта и, в следствии чего происходит срастание имплантата в кость, что наглядно показывает их биоактивность [7].

Биоактивными являются материалы на основе гидроксиапатита и других фосфатов кальция. Гидроксилапатит – основной минерал естественной кости, имеет химический состав, выражаемый формулой $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ со стехиометрическим отношением $\text{Ca}/\text{P}=1,67$. В эмали зуба содержится до 75% ГАП, в минеральной составляющей кости – до 95%, при этом кристаллы гидроксилапатита покрывают аморфный кальцийфосфаты, так что они вместе создают в живом организме динамическую систему обмена кальция и фосфора [7]. В медицине синтетический гидроксиапатит используется как наполнитель, замещающий части утерянной кости (в травматологии и ортопедии, хирургии кисти), и как покрытие имплантатов, способствующее нарастанию новой кости. В стоматологии гидроксиапатит применяется в зубных пастах, как элемент реминерализующий и укрепляющий зубную эмаль.

Биоинертные материалы не способны взаимодействовать с окружающими тканями, и вызывать образования выраженного фиброзного слоя и стимуляцию остеогенеза. При этом в непосредственной близости от поверхности имплантата может формироваться кость. Соединение таких биоматериалов с костью почти невозможно и может осуществляться только за счет проникновения соединительной ткани в поры импланта, размеры

которых определяют величину механической фиксации. Следует отметить, что никакой материал, имплантируемый организм, не является инертным. На границе раздела ткань-имплантат наблюдается связь, который зависит от многих факторов [8].

Биотолерантные материалы включаются в кость через механизмы дистантного остеогенеза. При этом их от костной ткани отделяет прорастающий массивный фиброзный слой.

Биодеградируемые материалы способны частично или полностью растворяться, поглощаться макрофагами, участвовать в метаболических и биохимических процессах и/или заменяться живой тканью. Они могут быть в организме в течение длительного периода достаточного для выполнения функции, не вызывая в нем развития негативных реакций [8].

1.2 Области применения биоматериалов и имплантатов

Существует много различных биоматериалов, но нет ни одного биоматериала, про который можно сказать, что он является лучшим для всех имплантатов и подходит для всех пациентов. Конкретные требования материала имплантата могут различаться в зависимости от того, для какого использования имплантат был разработан.

Благодаря своим превосходным механическим и химическим свойствам металлы и сплавы используются в качестве биоматериала во многих областях жизнедеятельности человека. В частности, они широко применяются в зубных и ортопедических протезах, мышечной и скелетной системах, и сердечных клапанах. Из применяемых в зубных пломбах, мостиках и протезах биоматериалов можно выделить нержавеющей сталь, кобальтовые и хромовые сплавы, зубные амальгамы и популярные в последнее время титановые сплавы. По сравнению с другими биоматериалами в последнее время титан стал более предпочитаемым биоматериалом из-за своей легкости, отсутствия кислотных реакций с

тканями и биосовместимости. Другим примером металлического биоматериала является сплав никеля с титаном, обладающий «эффектом памяти», а также высокой коррозионной и эрозионной стойкостью. Этот сплав (нитинол) обладает свойством «помнить свое прошлое», а точнее, принимать после деформации и соответствующей обработки свою прежнюю форму. Этот «умный» материал применяется в производстве оправ для очков и некоторых автомобильных запчастей. А в медицине он широко применяется, в частности, в лечении сердечнососудистых заболеваний и производстве зубных брикетов. Также он используется в производстве сейсмологических амортизаторов. Термин «сплав с памятью формы» используется для металлических материалов, обладающих способностью принять заранее заданную форму при нужной термической обработке. Стенд (проволочный цилиндрический каркас или пористая трубочка), который вводится в кровеносные сосуды для устранения сужения, является биоматериалом с памятью формы. После вставления в проток в виде трубки он под действием температуры тела принимает форму сосуда, чем помогает устранить сужение в сосуде.

Используется нержавеющая сталь - это сложный сплав, состоящий из железа, хрома, никеля, марганца, молибдена, ниобия ($\text{Fe, Cr}_{22}, \text{Ni}_{10}, \text{Mn}_2, \text{N, Nb}$). Биокерамика является другим видом биоматериала. В ортопедии с 1985 года используется керамика из циркония (оксида циркония ZrO_2). Для молодых пациентов применяется керамика с полиэтиленом ввиду предпочтительности из-за своей прочности. Основное преимущество этого вида протезирования является небольшой износ по сравнению с металлом. Однако керамический материал является более дорогостоящим, чем другие.

Сегодня керамика широко применяется в качестве протеза поврежденного или изношенного органа в таких областях медицины, как стоматология, ортопедия и челюстно-лицевая хирургия. В качестве примеров биокерамики можно назвать оксидную керамику, биокерамику на основе фосфатов кальция, стекло и стеклокерамику. Биокерамика широко

применяется особенно при лечении таких болезней, как остеопороз у пожилых людей. Биостеклянные протезы также применяются вместо костей среднего уха у больных с проблемами слуха.

Биоматериалы на основе природных или синтетических полимеров активно применяют во многих областях. Например, в фармацевтике, генной инженерии, производстве диализных препаратов, хирургических шовных нитей, искусственных кровеносных сосудов, пакетов крови и протезов. Ибо их легко изготовить, они дешевы, и им легко придать нужную форму. Поэтому они предпочтительнее металла и керамики.

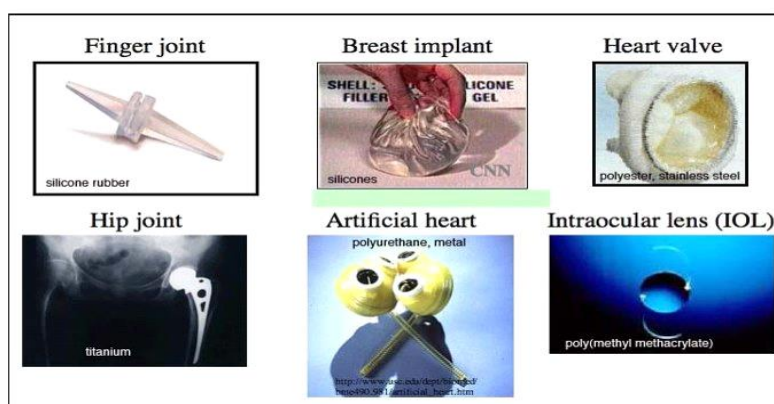


Рисунок 1.3 – Имплантаты человеческого тела

Ортопедические имплантаты являются высоко технологичными и довольно сложными. Одним из наиболее значительных новшеств медицины за последние 40 лет является эндопротезирование тазобедренного сустава. Повреждение тазобедренного сустава вызывает боль и мешает повседневной деятельности и, несмотря на лечение, часто необходимо операция эндо протезирование тазобедренного сустав. Наиболее распространенной причиной этого недуга является артроз, но и травмы, переломы и опухоли костей могут привести к разрушению тазобедренного сустава и необходимости замены. Замена тазобедренного сустава помогла миллионам людей преодолеть болезненный артрит, оправиться от переломов бедра и улучшить качество жизни. Однако установка имплантата не проходит без риска или осложнений. Много получателей имплантата испытывают осложнения, связанные с заменой части тела.

Исторически использование имплантатов было ограничено, однако достижения в технологиях материалов, из которых они сделаны и хирургические процедуры, используемые для имплантирования сделали эндопротезирование тазобедренного сустава одной из самых распространённых ортопедических процедур сегодня. Хирурги предлагают процедуры для пациентов моложе 55 без необходимости замены износившихся составных частей имплантата в дальнейшем.

1.3 Способы повышения биоактивности имплантатов

Биомедицинское материаловедение имеет в настоящее время интенсивно развивающееся направление – это разработка и создание новых полимерных композитов, которые используются для замены поврежденных или вообще отсутствующих детали кости человека, а также направленной регенерации костной ткани в ортопедии и черепно-челюстно-лицевой хирургии. Различные типы биоактивных керамик, получают спеканием порошкообразных фосфатов кальция (гидроксиапатит, трикальций фосфат и др.). Такие биоактивные керамики, а также биосовместимые стекла (Al_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2 , SiO_2) являются твердыми и неэластичными. Это свойства снижает их биосовместимость с живыми тканями организма, сильно отличающейся от них своими биомеханическими характеристиками. Кроме этого, в ряде случаев твердые микрочастицы, образующиеся в процессе эксплуатации этих материалов, являются источником различных воспалительных процессов, приводящих к отторжению имплантатов и повторным операциям. Именно по этим причинам, все больше интерес привлекают к себе различные полимерные материалы, а также композитные материалы на основе минерал-полимера, и также новые методы их обработки с целью производства, как индивидуальных имплантатов, так и сложных композитных матриц для тканевой инженерии. Разные сочетания новых биотехнологических и физико-химических методов позволяет получать стабильные и

биорезорбируемые (растворяющиеся в организме) минеральные и полимерные матрицы, содержащие необходимый состав костеобразующих клеток, морфогенетических белков и ферментов, стимулирующих рост новой костной ткани и контролирующих как скорость этого процесса, так и скорость биоресорбции синтетической основы [9]. В настоящее время наибольший интерес представляют минерал–полимерные композиты на основе дисперсных фосфатов кальция – гидроксиапатита и трикальций фосфата, как с точки зрения получения необходимых прочностных свойств, так и особенно с точки зрения повышения биоактивности материала имплантата [10]. Гидроксиапатит является главным минеральным составляющим естественной костной ткани. ГАП образует пористую объемную матрицу, обеспечивающую высокие физико-механические характеристики кости. Это происходит благодаря комбинации прочности ГАП с эластичностью коллагеновых нитей, прорастающих сквозь матрицу. Кроме этого, гидроксиапатит непосредственно участвует в биохимическом цикле регенерации костной ткани, создавая новую минерализованную основу, наряду с остеокластами, остеобластами и ферментами.

В работе авторов [11] исследовали свойства наноразмерного Si–ГАП и выяснили, что, введение силикат-ионов в кристаллическую решетку гидроксиапатита повышает его биоактивность. Кроме этого было установлено что, биоактивность прямо зависит от содержания кремния в образцах Si–ГАП. Модифицированные образцы Si–ГАП по сравнению с не измененными гидроксиапатитами имеют повышенную сорбционную активность к ионам меди, которая в свою очередь зависит от содержания кремния. Результаты позволяют полагать, что гидроксиапатит содержащий наноразмерный кремний является перспективным биоматериалом для ортопедического и дентального протезирования.

В работе [12] предложен и разработан способ получения биоактивных пористых минерал-полимерных композитов – это синтез гомогенно наполненных гидроксиапатитов, биоактивных и биорезорбируемых

композитов, имеющих поры, непосредственно в среде сверхкритической двуокиси углерода CO_2 . Метод основан на использовании уникальных свойств сверхкритических флюидов (СКФ) – сред, находящихся при температуре и давлении выше своих критических значений. Имея свойства газов высокого давления, который имеет низкую вязкость, высокий коэффициент диффузии, и жидкостей с высокой растворяющей способностью, экологически чистые СКФ позволяют производить экстракцию разных органических и неорганических соединений из биоматериалов, полимеров и различных нанопористых структур с более высокой эффективностью, чем при экстракции с применением обычных газов или жидких растворителей. Помимо этого, СКФ практически без остатка испаряются из полимера после экстракции – сбросом давления даже чуть ниже критического значения. Применение ск- CO_2 эффективно усиливает процесс интеграции импланта с костью за счет исключения токсичных примесей, при этом снижает интенсивность и продолжительность постоперационного воспаления в области нахождения импланта. Кроме того, применение данного метода стимулирует образования развитой поверхности и пористой внутренней структуры. Костные трабекулы проникают в микропоры импланта и неровности его морфологии, связываясь в них с участками, содержащими гидроксиапатит. Важно отметить что разработанный композит (биостабильный полиакриловый композит “ПолиГАП”) уже успешно прошел клинические испытания.

1.4 Получение композиционных титановых имплантатов

Качество титановых имплантатов, используемых в ортопедии и травматологии, существенно повысилось в последние десятилетия за счет покрытий, улучшающих их биосовместимость и биомеханические свойства. Накоплен положительный опыт разработки и применения биоинертных покрытий, преимущественно оксидной природы [13]. Перспективы

дальнейшего повышения качество титановых имплантатов связывают с формированием на их поверхности биоактивных покрытий с использованием кальцийфосфатов – гидроксилapatита (ГАП), трикальцийфосфата (ТКФ) и других, близких к костной ткани по химическому и минеральному составу, благодаря чему продукты их разрушения уничтожаются естественным образом и выводятся из организма человека, не нанося ему вреда. Кроме этого кальций и фосфор как естественные метаболиты костной и зубной ткани участвуют в биологических процессах, протекающих в организме [14].

Сочетание биохимических свойства кальцийфосфатов и физико-механических свойства титана в одном изделии - композиционном титановом имплантате – стало эффективным инженерным решением проблемы создания биосовместимых биоактивных инженерных конструкций для травматологии и ортопедии. Вместе с тем при создании композиционного имплантата для конкретного применения приходится решать совокупность задач, связанных с биохимическими и технологическими аспектами проблемы. Главная задача – разработка состава покрытия с требуемыми свойствами, обеспечивающих биосовместимость и прогнозируемое поведение имплантата в организме: связь с биохимической средой; ускорение процесса регенерации костной ткани; динамика и механизм взаимодействия с костью (стимулирование остеосинтеза), степень остеоинтеграции. Не менее важен выбор метода нанесения покрытия, прочность его сцепления с металлической основой имплантата, степень технологичности производственного процесса и экономическая обоснованность.

Тонкие пленки имеют важное значение в современной технике. Особенно широко применяются в областях электронной техники, светотехнической промышленности, строительной технологии. Тонкие пленки различными методами, из которых одни основаны на физических явлениях (например, испарение легколетучих веществ в вакууме), а другие – на химических реакциях взаимодействия вещества на различных поверхностях. К настоящему времени имеется множества работ,

посвященных преимущественно изучению физических свойств тонких пленок и методом их получения, основанным на физических явлениях. В монографии Н. В. Суйковской «Химические методы получения прозрачных пленок» изложены различные химические методы получения тонких пленок, а также рассмотрены физико-химические явления, протекающие при формировании тонких пленок, была издана 30 лет тому назад [15].

В настоящее время требования, предъявляемые к тонкопленочным материалам, ужесточаются по мере возрастания ограничений, накладываемых на материал, размеры пленок и технологию их получения.

1.5 Покрyтия и пленочные неорганические покрyтия

В отличие от биоинертных покрyтий на основе TiO_2 (диоксид титана), которые обеспечивают механическое сцепление имплантата и кости, покрyтия на основе фосфатов кальция и гидроксилапатита обеспечивают устойчивую биологическую фиксацию. Кроме этого в практике имплантации в ортопедии и травматологии требует рационального подхода, в котором учитывается характер травмы и тип костной ткани, возраст и другие особенности организма пациента, предполагаемую длительность лечения, цели и срок введения имплантата. Таким образом, главной задачей является целенаправленное регулирование физико-химических свойств покрyтия для выполнения определенных функций. Комбинация биологических и химических свойств имплантов на основе фосфатов кальция и физико-механических свойств титановых сплавов в одном материале – композиционном титановом имплантате – является удачным решением проблемы создания биосовместимых и биоинженерных конструкций для применения в таких областях медицины как, ортопедия и травматология [1].

Понятие тонких пленок

Пленка – тонкий слой представляет собой метастабильную и термодинамический стабильную фрагмент гетерогенной системы. Пленка бывает размером от нескольких монослоёв до мкм. Она занимает промежуточное положение между отдельными молекулами или макромолекулами и объемными компонентами твердого тела.

Тонкопленочная наносистема - тонкий слой вещества, образующийся на границе раздела фаз размером от 10 до 100 нм. Тонкие пленки можно классифицировать на две большие категории: естественные и искусственные. Естественные тонкие пленки появляются на границе раздела фаз, а искусственные тонкие пленки получаются физико-химическими методами синтеза пленок. Также тонкие пленки можно классифицировать по агрегатному состоянию самой пленки: жидкие – находятся на поверхности жидкости, эта так называемые пленки Ленгмюра, а жидкие пленки, называемые пленками Ленгмюра – Блоджетт – на твердой поверхности, и твердые пленки на твердой поверхности [15].

Следует отметить что до сих пор нет объективной классификации тонких пленок, но для простоты их можно разделить по толщине, по агрегатному состоянию, кристаллической структуре, виду химической связи, химическим и физическим свойствам, технологии обработки, типу изделий из них и т.д. [16].

1. Тонкие пленки по толщине обычно делят на нанометровые ($0,1 \div 100$ нм) и субмикронные ($0,1 \div 1$ мкм). Также используют термин – ультратонкие, это пленки толщиной до нескольких атомных монослоев ($0,1 \div 10$ нм). В таких слоях большую роль играют размерные эффекты. Свыше 10 нм пленки считаются просто тонкими.

2. По агрегатному состоянию пленки обычно могут находиться только в конденсированном состоянии – твердом или жидком состоянии.

3. Тонкие пленки по структуре классифицируются на монокристаллические, поликристаллические, стеклообразные, аморфные, керамические, полимерные, жидкокристаллические и жидкие и т.д.

4. По размерности пленки могут быть слоистыми – квазидвумерными, могут обладать цепочечным строением – квазиодномерным, могут быть кластерного или островкового типа – называются квазинульмерными, либо обладать обычной трехмерной структурой.

5. По однородности строения пленки могут быть сплошными и многосвязными – композитами, пленками дендритного или колончатого типа, керамическими, гранулированными, пористыми, островковыми и т.д.

6. Внутри пленки также, как и в объемном теле химические связи могут быть различными, например, металлическими, ковалентными, ионными, водородными и т.д.

7. По химическим и физическим свойствам: элементы, сплавы, соединения, твердые растворы и т.д.

8. Спектр использования пленок и изделий из них чрезвычайно широк: пленочные конденсаторы, резисторы и целые схемы из них; защитные, износостойкие, декоративные, тонирующие, просветляющие покрытия и т.д.

Методы формирования тонких пленок можно разделить на четыре группы.

1. Физические способы – напыление пленок в вакууме или в газовых средах, проходящее без протекания химических реакций. В основе этих методов лежат два основных физических процесса: испарение атомов или молекул с поверхности конденсированного материала или выбивание атомов из мишени, изготовленной из необходимого вещества, под действием потоков высокоэнергетических частиц.

2. Химические способы – приготовление пленок при результате химических реакций, как во время ее осаждения, так и при последующей

обработке. Такие химические реакции могут быть как гетерогенными, так и гомогенными, как гомофазными, так и гетерофазными.

3. Механические способы – формирование образцов, механическим нанесением пленки на некоторую подложку. Это может быть механохимический синтез пленки, создание монофазных, гетерофазных, коллоидных покрытий и т.д. на поверхности выбранной подложки.

4. Керамические способы – формирование пленок с помощью керамической технологии. Согласно данному методу выполняется смешивание и дальнейшее спекание дисперсных порошков с формированием покрытия. Если учесть, что деление между этими способами условное, то в некоторых методах приготовления пленок могут присутствовать процессы разнопланового характера.

Начало новой «золь–гель технологии» получения тонкопленочных материалов и объемных композиционных материалов различного назначения положили химические методы, основанные научной группой И. В. Гребенщикова и Н. В. Суйковской.

Золь-гель метод находит широкое применение для получения полифункциональных материалов, как один из эффективных методов, позволяющих значительно расширить разнообразие составов и возможности управления их свойствами. Одним из существенных достоинств золь-гель метода является то, что реологические свойства золь и гелей позволяют применять их для получения покрытий и пленок, которые, в свою очередь, способны придавать особые свойства поверхности материалов.

1.6 Золь-гель метод получения пленок

Золь-гель технология – методика получения материалов с заданными химическими и физико-механическими свойствами, включающий получение золя и дальнейший перевод его в гель [17].

Данная технология позволяет извлекать дисперсные порошки, волокна или пленки из растворов при более низких температурах, чем в случае твердофазных систем. Основные преимущества данной технологии заключаются в следующем:

1. Относительно низкая температура процесса получения геля: снижение температуры получения кремниевого стекла от 2000 до 1000 °С.

2. Исключение примесей, потерь из-за летучести сырьевых материалов – чистота получаемого материала. Обеспечивается высокая гомогенность.

3. Регулирование условий формирования пленки. Можно регулировать морфологию, размер частиц, удельную поверхность материала изменяя содержание исходных растворов, сушки ксерогеля, оксидный состав,

4. Наличие ультразвукового воздействия на раствор. Среди всех методов получения нанопорошков и изолированных нано-частиц метод получения из не истинных растворов обладает наиболее селективностью. Он позволяет формировать стабилизированные нано кластеры с очень точным распределением по размерам частиц, что очень важно при использовании нано-частиц в качестве катализаторов или в микроэлектронике.

Все основные процессы золь-гель синтеза, происходящие во время золь–гель перехода, и материалы, получаемые золь–гель-синтезом, схематически изображены на рис.1, где обозначены: I – созревание золя и гелеобразование: золь (1) → гель (2); II – сушка в супер критических условиях или промывание геля в растворителях: гель (2) → аэрогель (3); III – сушка в обычных условиях: гель (2) → ксерогель (4); IV – осаждение наночастиц: золь (1) → порошок (6); V – нанесение золя на подложки: золь (1) → пленка ксерогеля (7); VI – обжиг: ксерогель (4) или пленка ксерогеля (7) → монолитные стекло и керамика (5) или пленки и покрытия (8). (рис 1.4) [18].

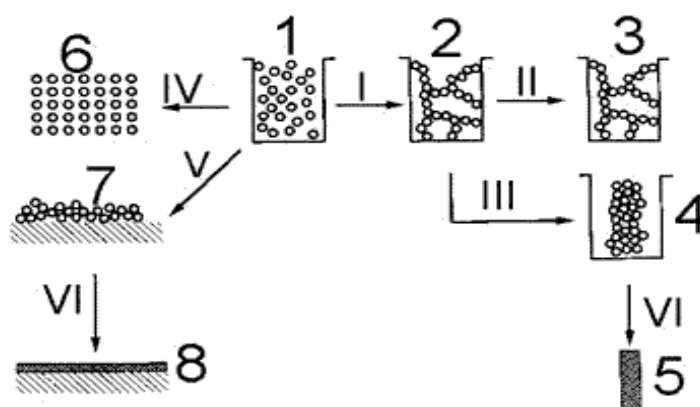


Рисунок 1.4 – Принципиальная схема получения различных материалов, покрытий и порошков методами золь-гель технологии

Вещества, благодаря которым происходит образование золя называются прекурсорами (precursor в переводе с английского – "предшественник"). В качестве прекурсоров могут использоваться практически все гидролизующиеся соединения – алкоксиды кремния $\text{Si}(\text{OR})_4$ и ряда других металлов (Me, Al, Ti, Sn, Zr и др.), соли металлов (хлориды титана, оксохлориды ванадия). Для осуществления процесса гидролиза и поликонденсации (гидролитической поликонденсации), в реакционную среду вводят воду. Для обеспечения инициирования гидролиза и регулирования его скорости, добавляют катализаторы. Обычно в этих целях используют кислоты или щелочи.

В зависимости от вида катализатора в золь-гель технологии гидролиз принято подразделять на кислый и щелочной. В целях придания новые полезные свойства получаемым материалам и покрытиям в золи можно добавлять модифицирующие добавки. В качестве добавок можно использовать водо-спирторастворимые соли и кислоты, органические соединения. Как правила перед введением в реакционную среду соли растворяют в неорганическом или органическом растворителе. В начале, в момент смешивания исходных материалов друг с другом, они представляют собой истинные растворы. В результате гидролитической поликонденсации молекул прекурсора образуется коллоидный раствор, включающий нано частицы, размер которых обычно находится в диапазоне 1-100 нм.

В золь-гель технологии золь – это дисперсная система с жидкой дисперсионной средой и твердой нано дисперсной фазой. По мере «созревания» или старения золя начинается процесс агрегации частиц, который постепенно приводит к образованию трехмерной структуры (гигантского кластера) – геля.

Гель – это композиционный материал, структура которого представляет собой взаимопроникающие твёрдую и жидкую фазы [17 - 23].

Требования к подложкам для нанесения пленок

1. Подложка должна иметь идеальную поверхность, на которую наносят пленку. Кроме этого лицевая часть должна быть строго параллельна тыльной поверхности. Это обеспечивает уменьшения температурных изменений во время термической обработки пленки.

2. В подложке не должно быть пор, впадин, трещин и углублений. Таким образом исключаются разрывы в приготовленной пленке, а также выделения газов из пор при работе в вакууме.

3. Химическая стойкость.

4. Гидрофобность – на поверхности подложки не должно быть молекул воды. В противном случае имеет место плохой адгезии пленки и выделения паров воды с поверхности подложки.

5. Термическая устойчивость и высокая температура рекристаллизации и плавления. В этом случае исключаются фазовые и структурные превращения в подложках. Также это требование способствует приготовлению стабильных пленок при высоких температурах.

6. Значения коэффициентов термического расширения КТР пленки и подложки должны быть близкими – исключает термические напряжения при термообработке.

7. Механическая прочность.

8. Экономическая обоснованность производства подложки.

Необходимо знать, что поверхность подложек должна быть оптически гладкой с минимальной шероховатостью, минимальной волнистостью и

идеальной плоскостностью. Для того, чтобы поверхность подложки была пригодна для нанесения пленки, ее необходимо подготовить [16].

2 ОБЪЕКТ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Характеристика исходных материалов

Для получения тонкопленочных и дисперсных материалов на основе системы $\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$ используются пленкообразующие растворы, которые готовятся из тетраэтоксисилана, ортофосфорной кислоты, хлорида кальция.

Ортофосфорная кислота

Ортофосфорная кислота H_3PO_4 , молекулярная масса 97,93 г/моль, плотность 1,680 г/см³. Неядовитая. Окислительные свойства для нее не характерны.

Тетраэтоксисилан (ТЭОС)

Тетраэтоксисилан $(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_4\text{Si}$, молекулярная масса 208,33 г/моль, плотность 0,94 г/см³, бесцветная жидкость; т. пл. – 82 °С, т. кип. 169 °С. Растворяется в инертных органических растворителях. Обладает химическими свойствами, характерными для алкосисиланов. При гидролизе, а также при взаимодействии со спиртами и силанолами выделяет $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$. Получают ТЭОС взаимодействием SiCl_4 с этанолом.

Хлорид кальция

Хлорид кальция CaCl_2 , молекулярная масса 110,98 г/моль, расплывется на воздухе. Легко растворяется в воде, спиртах и карбоновых кислотах.

В качестве растворителя использовали этиловый спирт предварительно перегонный и осушенный. Содержание воды определяли по плотности. Рабочим раствором являлся 96% (масс.) $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$.

Этиловый спирт

Этиловый спирт (этанол) $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, молекулярная масса 46,01 г/моль. Бесцветная легко подвижная жидкость со жгучим вкусом, Т кип. 78 °С, смешивается в любых соотношениях с водой, спиртами, эфиром, глицерином и др. растворителями, горит бесцветным пламенем. Этанол образует со многими соединениями азеотропные смеси. Проявляет все химические

свойства спиртов. Для исследований этиловый спирт перегоняли до получения концентрации 96%.

2.2 Методы исследования

2.2.1 Методика измерения вязкости

Налить исходный раствор в стакан и с помощью груши наполнить резервуар вискозиметра раствором. При достижении раствором верхней риски вискозиметра включить секундомер. После достижения жидкости *нижней риски* секундомер выключить. Данные записать в журнал. Опыт провести 3-4 раза и найти среднее значения времени стечения жидкости из резервуара вискозиметра. Занести опытные данные в таблицу.

Расчет кинематической вязкости проводится по средней величине времени истечения жидкости по формуле:

$$\eta = T * K \quad (1)$$

где K – постоянная вискозиметра, $\text{мм}^2/\text{с}^2$;

T – время истечения, с;

η – кинематическая вязкость жидкости, $\text{мм}^2/\text{с}$

Вязкость приготовленных пленкообразующих растворов, для установления временного интервала пригодности ПОР, измеряли с помощью стеклянного капиллярного вискозиметра типа ВПЖ-2. Определение вязкости основано на измерении времени истечения ПОР через резервуар вискозиметра, определенного объема. Расчет кинематической вязкости проводили по средней величине времени истечения

$$v = \frac{g}{9,807} * T * K \quad (2)$$

Где K – постоянная вискозиметра, $\text{мм}^2/\text{с}^2$

T – время истечения, с;

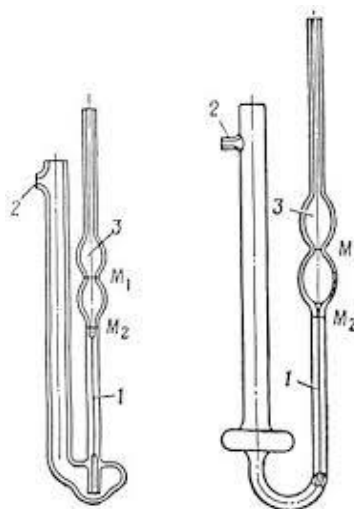
g – ускорение свободного падения $9,81 \text{ м}/\text{с}^2$;

V – кинематическая вязкость жидкости, $\text{м}^2/\text{с}$.

Постоянную вискозиметра оценивали по времени истечения воды через резервуар вискозиметра диаметром 0,99 мм. Для данного вискозиметра постоянная вискозиметра (K) равна $0,0716 \text{ мм}^2/\text{с}^2$.

Ниже приведена таблица с экспериментальными данными вязкости (таблица 4).

На рисунке приведена диаграмма, показывающая изменение вязкости в первые часы после приготовления растворов.



1 - измерительный резервуар; 2, 3 – резервуары

Рисунок 2.1 – Стекланные капиллярные вискозиметры ВПЖ-2, диаметр капилляра 0,96мм, (0,73мм)

2.2.2 Термический анализ

Термический анализ представляет собой метод физико-химического анализа, основанный на регистрации тепловых эффектов превращений, протекающих в исследуемом образце в условиях программируемого изменения температуры. Качественный термический анализ является одним из наиболее распространенных методов, используемых, например, при построении диаграмм фазовых равновесий. Количественный термический анализ широко используется для определения теплофизических характеристик веществ (энтальпии, энтропии, теплоемкости и т.д.) наибольшее распространение получил метод дифференциального

термического анализа (ДТА), заключающийся в одновременной регистрации температуры исследуемого образца и разности температур исследуемого вещества и этанола, находящихся в одинаковых тепловых условиях. Наряду с ДТА, широко развит метод исследования вещества и процессов, происходящих при изменении массы, который носит название термовесового или термогравиметрического анализа (ТГА). Метод заключается в регистрации изменения массы образца при изменении условий, в которых находится навеска исследуемого вещества.

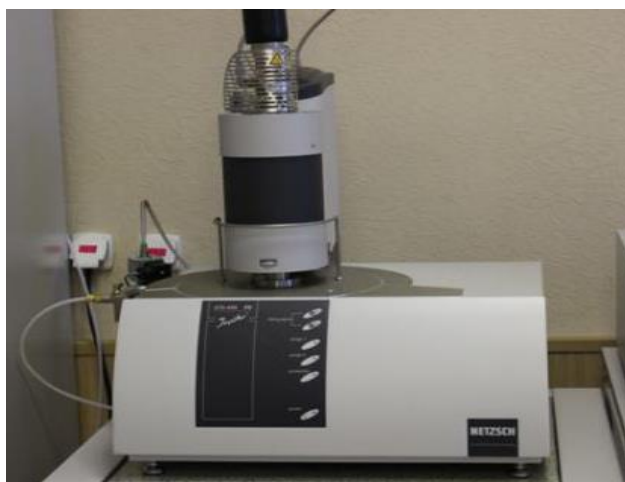


Рисунок 2.2 – Установка для термического анализа
NETZSCH STA 449 F3 Jupiter

Дифференциальный термический анализ (ДТА) – метод исследования, заключающийся в нагревании или охлаждении образца с определенной скоростью и записи временной зависимости разницы температур между исследуемым образцом и образцом сравнения (эталоном), не претерпевающим никаких изменений в рассматриваемом температурном интервале.

Метод используется для регистрации фазовых превращений в образце и исследования их параметров. ДТА — один из вариантов термического анализа.

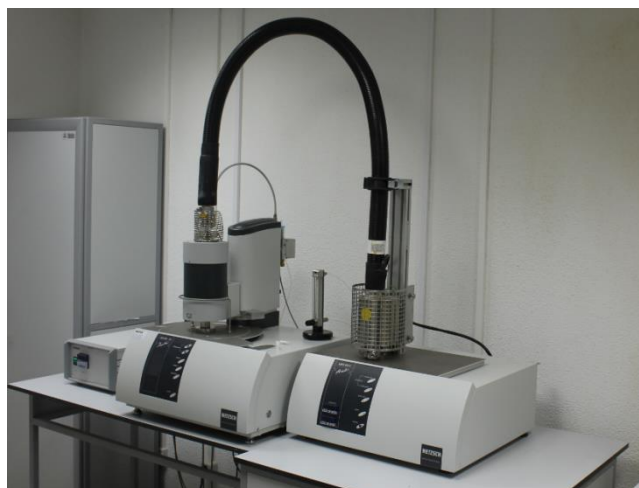


Рисунок 2.3 – Установка для дифференциального термического анализа

2.2.3 Рентгенофазовый анализ

Главной задачей рентгенофазового анализа (РФА) является распознавание различных фаз в их смеси на основе анализа дифракционной картины, получаемый из исследуемого образца. Определение фаз в смеси проводится по наличию его межплоскостных расстояний и относительным интенсивностям имеющихся линий на рентгенограмме.

Когерентно рассеянные рентгеновские лучи интерферируют между собой, при этом дифракционной решеткой для рентгеновского излучения служит кристаллическая решетка, поскольку межплоскостные расстояния в кристалле сравнимы с длиной волны излучения.

Целью рентгенофазового анализа является идентификация вещества в смеси по набору его межплоскостных расстояний (d) и относительным интенсивностям (I) соответствующих линий на рентгенограмме. Для этого, согласно закону Брэгга – Вульфа, необходимо определение углов отражения θ .

Обучение рентгенофазовому анализу обычно начинается с промера рентгенограмм кубических веществ, на рентгенограммах которых легко различаются, а– и р–линии, это позволяет приобрести навык в оценке интенсивностей. Ошибки в оценке интенсивностей существенны только

тогда, когда они являются очень грубыми (например, когда, а– и р–линии от одного и того же d оцениваются, соответственно, как очень яркая и яркая и т. д.). Следует также подчеркнуть, что при сравнении полученных данных с табличными надо учитывать ряд факторов, влияющих на интенсивность при разных способах съемки (подробнее этот вопрос рассмотрен ниже). Значительно проще определение интенсивностей линий по дифрактограммам. Интегральная интенсивность линии пропорциональна ее площади. Ширина линий до $\theta = 30\text{--}35^\circ$ остается практически постоянной, поэтому интегральная интенсивность будет пропорциональна максимальной интенсивности. Для определения максимальной интенсивности достаточно измерить высоту линии над фоном. Конечно, в случае количественного фазового анализа необходимо пользоваться значениями.



Рисунок 2.4 – Рентгеновский дифрактометр D8 Advance Bruker AXS (Германия)

4 ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ

4.1 Предпроектный анализ

4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

К настоящему времени используются более 40 видов имплантатов из различных материалов и композитов для лечения, восстановления и замены различных частей человеческого тела, включая кожные покровы, мышечную ткань, кровеносные сосуды, нервные волокна, и костную ткань. Важнейшее место занимает имплантаты из биоактивных материалов. Данная работа направлена на разработку биоактивных кальций-фосфатных покрытий для титановых хирургических имплантатов.

Целевым рынком для внедрения медицинских изделий на основе оксидированных титановых имплантатов является такая обширная область, как здравоохранение.

Для анализа потребителей результатов исследования необходимо рассмотреть целевой рынок и провести его сегментирование. Потенциальные потребители предоставляемых мною услуг будут травматология и ортопедия, стоматология. Основные сегменты рынка биоимплантов представлена в рисунке 4.1.



Рисунок 4.1 – Основные сегменты рынка биоимплантатов в России.

Как видно из сегментирования дентальные имплантаты и импланты применяемые при остеосинтезе составляют львиную долю (568,5 тыс. шт/год) рынка биоимплантов России.

4.1.2 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

Основными конкурентами в производстве порошков на основе оксидов кремния и кальция являются компания ООО «Русимплант» и ООО «КОНМЕТ» компании по разработке и производстве изделий медицинского назначения из биосовместимой медицинской керамики для травматологии и ортопедии.

Детальный анализ конкурирующих разработок, существующих на рынке, необходимо проводить систематически, поскольку рынки пребывают в постоянном движении.

Данный анализ проводился с помощью оценочной карта, которая представлена в таблице 4.1.

Анализ конкурентных технических решений определяется по формуле:

$$K = \sum V_i \cdot B_i \quad (3)$$

где, K – конкурентоспособность научной разработки или конкурента;

V_i – вес показателя (в долях единицы);

B_i – балл i -го показателя.

Таблица 4.1 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений.

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б _ф	Б _{к1}	Б _{к2}	К _ф	К _{к1}	К _{к2}
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1. Биосовместимость	0,15	5	5	4	0,75	0,6	0,6
2. Долговечность	0,20	5	4	3	1	0,8	0,8
3. Прочность	0,15	5	5	4	0,6	1	0,6
4. Безопасность	0,15	4	4	4	0,6	0,6	0,6
Экономические критерии оценки эффективности							
1. Конкурентоспособность продукта	0,10	5	5	5	0,5	0,5	0,5
2. Уровень проникновения на рынок	0,10	4	4	4	0,3	0,4	0,4
3. Цена	0,15	5	4	4	0,75	0,45	0,6
Итого	1	33	29	28	4,5	4,35	4,1

Б_ф – продукт проведенной исследовательской работы;

Б_{к1} – ООО «Русимплант»;

Б_{к2} – ООО «КОНМЕТ».

4.1.3 SWOT-анализ

SWOT – (Strengths – сильные стороны, Weaknesses – слабые стороны, Opportunities – возможности и Threats – угрозы) – это комплексный анализ научно-исследовательского работа. SWOT-анализ применяют для исследования внешней и внутренней среды исследования.

В первую очередь надо выявить сильные и слабые стороны исследования, возможностей и угроз для реализации исследования, которые проявились или могут появиться в его внешней среде:

1. Сильные стороны

Сильными сторонами данного проекта, безусловно, являются биосовместимость, долговечность имплантов и низкая цена по сравнению с конкурентами.

2. Слабые стороны

Слабые стороны – недостаток научно-исследовательских данных о процессах структурообразования, недостаток оборудования и финансирования научного исследования, большой срок сырьевых материалов и комплектующих, используемых при проведении НИР.

3. Возможности

Главным благоприятным условием для продвижения проекта является наличие инновационной инфраструктуры ТПУ. Вдобавок к этому стоимость конкурентных иностранных разработок является выше в разы.

4. Угрозы

Главной угрозой данного исследования является развитая конкуренция на рынке биосовместимых имплантатов. Кроме этого, несвоевременное финансовое и сырьевое обеспечение.

Далее выявляется соответствие сильных и слабых сторон научно-исследовательского проекта внешним условиям окружающей среды. Это соответствие или несоответствие должны помочь выявить степень необходимости проведения стратегических изменений. Возможно использование этой матрицы в качестве одной из основ для оценки вариантов стратегического выбора. Каждый фактор помечается либо знаком «+» (означает сильное соответствие сильных сторон возможностям), либо знаком «-» (что означает слабое соответствие); «0» – если есть сомнения в том, что поставить «+» или «-». На таб. 4.2 представлена итоговая матрица SWOT-анализа.

Таблица 4.2 – SWOT-анализ реализации исследования.

		Сильные стороны научно-исследовательского исследования: С1. Биосовместимость имплантов. С2. Долговечность имплантов. С3. Более низкая стоимость производства по сравнению с другими технологиями.			Слабые стороны научно-исследовательского исследования: Сл1. Недостаток научной базы в области исследования Сл2. Недостаток оборудования и финансирования НТИ Сл3. Большой срок поставок материалов		
		С1	С2	С3	Сл1	Сл2	Сл3
Возможности: В1. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ В2. Повышение стоимости конкурентных разработок В3. Повышение пошлин и налогов на импортную продукцию	В3	+	+	+	-	0	+
	В2	+	+	+	-	-	0
	В1	-	-	+	+	+	-
Угрозы: У1. Развитая конкуренция на рынке У2. Несвоевременное финансовое обеспечение У3. Возможный рост цен на сырье	У3	+	+	+	-	-	+
	У2	-	-	0	-	+	+
	У1	+	+	+	-	+	0

Таким образом, продвижению НТИ способствуют наличие устойчивого спроса на продукт в связи с низкой стоимостью производства в сравнении с другими технологиями. Требуется более глубокое изучение данного вопроса.

4.1.4 Оценка готовности исследования к коммерциализации

На какой бы стадии жизненного цикла ни находилась научная разработка, полезно оценить степень её готовности к коммерциализации и выяснить уровень собственных знаний для её проведения (или завершения). В таблице 4.3 показаны оценки степени готовности научного проекта к коммерциализации.

Таблица 4.3 – Оценки степени готовности научного исследования к коммерциализации.

№ п/п	Наименование	Степень проработанности научного исследования	Уровень имеющихся знаний у разработчика
1.	Определен имеющийся научно-технический задел	4	4
2.	Определены перспективные направления коммерциализации научно-технического задела	5	4
3.	Определены отрасли и технологии (товары, услуги) для предложения на рынке	5	4
4.	Определена товарная форма научно-технического задела для представления на рынок	5	4
5.	Определены авторы и осуществлена охрана их прав	5	4
6.	Проведена оценка стоимости интеллектуальной собственности	5	4
7.	Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта	5	4
8.	Разработан бизнес-план коммерциализации научной разработки	5	4
9.	Определены пути продвижения научной разработки на рынок	5	4
10.	Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки	5	4
11.	Проработаны вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок	3	2
12.	Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот	3	1
13.	Проработаны вопросы финансирования коммерциализации научной разработки	3	3

№ п/п	Наименование	Степень проработанности научного исследования	Уровень имеющихся знаний у разработчика
14.	Имеется команда для коммерциализации научной разработки	4	4
15.	Проработан механизм реализации научного исследования	4	3
	ИТОГО БАЛЛОВ	66	53

Оценка готовности научного проекта к коммерциализации (или уровень имеющихся знаний у разработчика) определяется по формуле:

$$B_{\text{сум}} = \sum B_i \quad (4)$$

где $B_{\text{сум}}$ – суммарное количество баллов по каждому направлению;

B_i – балл по i -му показателю.

Значение $B_{\text{сум}}$ позволяет говорить о мере готовности научной разработки и ее разработчика к коммерциализации. Для показателя степени проработанности исследования $B_{\text{сум}}=66$, что входит в интервал $60 \div 75$. Перспективность высокая. Для показателя уровня имеющихся знаний у разработчика $B_{\text{сум}}=53$, что входит в интервал $45 \div 59$. Перспективность выше среднего.

4.1.5 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования

Методом коммерциализации научной разработки был выбран инжиниринг. Данный метод как самостоятельный вид коммерческих операций предполагает предоставление на основе договора инжиниринга одной стороной, именуемой консультантом, другой стороне, именуемой заказчиком, комплекса или отдельных видов инженерно-технических услуг, связанных с проектированием, строительством и вводом объекта в эксплуатацию, с разработкой новых технологических процессов на

предприятию заказчика, усовершенствованием имеющихся производственных процессов вплоть до внедрения изделия в производство и даже сбыта продукции. Это означает что разработчик научного проекта выступает консультантом, заказчиком – предприятия по производству имплантов.

4.2 Инициация исследования

4.2.1 Цели и результат исследования

Инициация исследования определит изначальные цели исследования или содержание работы. Также, в данном разделе определяются изначальные экономические – финансовый затраты. По данной работе также надо определить внутренние и внешние заинтересованные стороны проекта, которое влияют на общий результат НТИ. Для этого научного исследования тоже имеется заинтересованные группы (таблица 4.4). Ниже указаны, изначальные цели и результат исследования (таблица 4.5).

Таблица 4.4 – Заинтересованные стороны НТИ

Заинтересованные стороны исследования	Ожидания заинтересованных сторон
Компании по производству титановых имплантатов	Разработка методов получения порошкового материала для высокочистой биосовместимой керамики
Университет	Наличие проекта НИОКР
Студент	Защита магистерской диссертации, Получение высшего образования

Таблица 4.5 – Цели и результат НТИ

Цели исследования:	исследовать физико-химические процессы, протекающие при сушке и термообработке гелей, полученных из растворов
Ожидаемые результаты исследования:	Получение по золь-гель технологии пленкообразующих растворов (ПОР)
Требования к результату	Требование:
	Применимость метода для получения нанопорошков

исследования:	Получение высокочистого композиционного порошка с наилучшими прочностными свойствами
	Улучшить характеристику получаемого порошка и уменьшить затраты для использования данного метода
Критерии приемки результата НТИ:	Чистота покрытия и соответствие заданным характеристикам

4.2.2 Разработка организационной структуры исследования

В данном разделе приводится рабочая группа НТИ и роль и функции каждого участника в данном исследовании.

Таблица 4.6 – Рабочая группа исследования

№ п/п	Фамилия И.О. место работы, должность	Функции в НТИ	Основные обязанности
1	Петровская Т.С. д.т.н. профессор	Руководитель проекта	Осуществляет детальное планирование НТИ; информацию для создания и актуализации планов работ; контролирует сроки выполнения работ по проекту
2	Арсхан Д. магистрант	Исполнитель проекта	Выполняет НТИ

4.2.3 Ограничения и допущения исследования

Ограничения исследования – это все факторы, которые могут послужить ограничением степени свободы участников команды исследования, а также «границы проекта» - параметры проекта или его продукта, которые не будут реализованных в рамках данного исследования.

Таблица 4.7 – Ограничения исследования

Фактор	Ограничения/ допущения
<i>Бюджет исследования</i>	
Источник финансирования	—
<i>Сроки НТИ:</i>	
Дата утверждения плана управления НТИ	20.10.2015 г
Дата завершения исследования	04.06.2016 г
Прочие ограничения и допущения	• Ограничения по времени нахождения в лаборатории • Время работы участников проекта

4.3 Планирование управления научно – техническим исследованием

4.3.1 Иерархическая структура работ исследования

Иерархическая структура работ (ИСР) - детализация укрупненной структуры работ. В процессе создания ИСР структурируется и определяется содержание всего исследования. На рисунке 4.2 представлены ИСР по проекту разработки исследовать физико-химические процессы, протекающие при сушке и термообработке гелей, полученных из растворов и определить условия нанесения и закрепления пленочного кальций-фосфатного покрытия на титановой подложке [33].

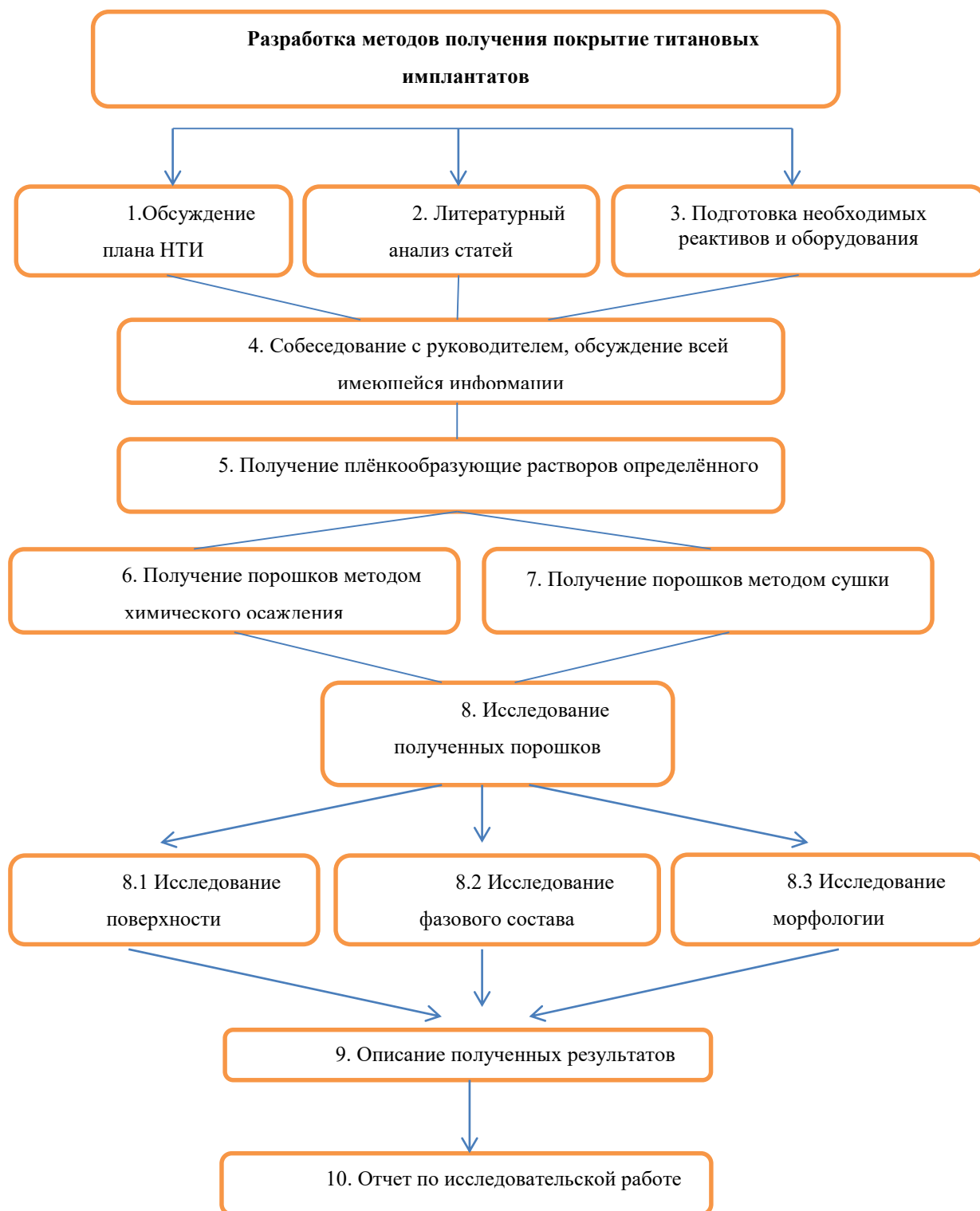


Рисунок 4.2 – ИСР

4.3.2 Планирования выполнения работ по исследованию

В рамках планирования научного исследования необходимо построить календарный и сетевой графики НТИ таблице.

Таблица 4.8 – Календарный план исследования

Код	Название	Длительность, дни	Дата начала работ	Дата окончания работ	Состав участников
1	Обсуждение плана НТИ	7	01.09.15	08.09.15	Петровская Т.С. Арсхан Д.
2	Литературный анализ статей	60	09.09.15	09.11.15	Арсхан Д.
3	Подготовка необходимых реактивов и оборудования	40	10.11.15	20.12.15	Арсхан Д.
4	Собеседование с руководителем, обсуждение всей имеющейся информации	7	21.12.15	28.12.15	Петровская Т.С. Арсхан Д.
5	Получение плёнкообразующие растворов определённого состава	10	29.12.15	08.02.16	Арсхан Д.
6	Получение порошков золь-гель методом химического осаждения	10	09.02.16	19.02.16	Арсхан Д.
7	Получение порошков методом сушки	5	20.02.16	25.02.16	Арсхан Д.
8	Исследование полученных порошков	30	26.02.16	26.03.16	Арсхан Д.
9	Описание полученных результатов	33	27.03.16	30.04.16	Петровская Т.С. Арсхан Д.
10	Отчет по исследовательской работе	40	01.05.16	10.06.16	Арсхан Д.
	ИТОГО	242			

Графический календарный план научного исследования используется для отображения план проведения работы по данной теме.

Диаграмма Ганта – это тип столбчатых диаграмм (гистограмм), который используется для иллюстрации календарного плана проекта, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ. График строится в виде табл. 4.9 с разбивкой по месяцам и декадам (10 дней) за период времени выполнения научного исследования.

Таблица 4.9 – Календарный план-график проведения НИОКР по теме

Код	Исполнитель	Кол. дней	Продолжительность работ								
			Сен.	Окт.	Ноя.	Дек.	Фев.	Март	Апр.	Май.	Июнь
1	Петровская Т.С. Арсхан Д.	7									
2	Арсхан Д.	60									
3	Арсхан Д.	40									
4	Петровская Т.С. Арсхан Д.	7				 					
5	Арсхан Д.	10									
6	Арсхан Д.	10									
7	Арсхан Д.	5									
8	Арсхан Д.	30									
9	Петровская Т.С. Арсхан Д.	33							 		
10	Арсхан Д.	40									
11	Арсхан Д.	10									



- магистр



- руководитель

Составлен план и календарный график НТИ. В графике наглядно иллюстрирован протяжённость каждой стадии исследования. Общая продолжительность работ составляет 242 дней.

4.3.3 Формирования бюджета научного исследования

Сырье, материалы, покупные изделия (за вычетом отходов)

В эту статью включаются затраты на приобретение всех видов материалов, комплектующих изделий и полуфабрикатов, необходимых для выполнения работ по данной теме. Количество потребных материальных ценностей определяется по нормам расхода. Результаты по данной статье заносятся в таблице 4.10.

Таблица 4.10 – Сырье, материалы, комплектующие изделия и покупные полуфабрикаты

Наименование	Кол-во	Цена за единицу, руб.	Сумма, руб.
Этанол (96%)	1л	1000	1000
Хлорид кальций	500г	380	380
Ортофосфорная кислота	1л	166	166
Тэтраэтоксисилан (ТЭОС)	1л	242	242
Перчатки латексные	10шт	130	130
Всего за материалы			1930

Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

В данную статью включают все затраты, связанные с приобретением специального оборудования (приборов, контрольно-измерительной аппаратуры, стендов, устройств и механизмов), необходимого для проведения работ по конкретной теме. Определение стоимости спецоборудования производится по действующим прейскурантам, а в ряде случаев по договорной цене.

Таблица 4.11 – Расчет затрат по статье «Спецоборудование для научных работ»

Наименование оборудования	Кол-во единиц оборудования	Цена единицы оборудования, тыс. руб.	Общая стоимость оборудования, тыс. руб.
Мерная колба на 50 мл	10 шт.	68	680
Вискозиметр ВПЖ-2	1 шт.	3150	3150
Сушильный шкаф SNOL67/350	1шт	56614	56614
Итого			60424

Расчет фонда заработной платы

Основная заработная плата

В настоящую статью включается основная заработная плата научных и инженерно-технических работников, рабочих макетных мастерских и опытных производств, непосредственно участвующих в выполнении работ по данной теме. Величина расходов по заработной плате определяется исходя из трудоемкости выполняемых работ и действующей системы оплаты труда. В состав основной заработной платы включается премия, выплачиваемая ежемесячно из фонда заработной платы (размер определяется Положением об оплате труда). Расчет заработной платы персоналу сведен в таблицу.

Зарплата определяется в соответствии с количеством отработанного времени по теме и установленным штатно-должностным окладом.

Для инженера 11 разряда по тарифу зарплата составляет 9000 руб/мес, для руководителя (профессор д.т.н.) 33162.87 руб/мес.

Основная заработная плата руководителя (лаборанта, инженера) рассчитывается по следующей формуле:

$$З_{\text{осн}} = З_{\text{дн}} \cdot Т_{\text{раб}} \quad (5)$$

где, $З_{\text{осн}}$ – основная заработная плата одного работника;

$T_{\text{раб}}$ – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн.;

$З_{\text{дн}}$ – среднедневная заработная плата работника, руб.

$$З_{\text{осн.рук}} = 2298.04 \times 50 = 114902.13 \text{ руб}$$

$$З_{\text{осн.инж}} = 414,8 \times 215 = 89182 \text{ руб}$$

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$З_{\text{дн}} = \frac{З_{\text{м}} \cdot М}{F_{\text{д}}} \quad (6)$$

где, $З_{\text{м}}$ – месячный должностной оклад работника, руб.;

$М = 11,2$ – количество месяцев работы без отпуска в течение года:

при отпуске в 24 раб. дня $М = 11,2$ месяца, 5-дневная неделя;

при отпуске в 48 раб. дней $М = 10,4$ месяца, 6-дневная неделя;

$F_{\text{д}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн. (таблице 4.12).

Таблица 4.12 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	50	215
Количество нерабочих дней		
- выходные дни	75	75
- праздничные дни	15	15
Потери рабочего времени		
- отпуск	24	45
- невыходы по болезни	35	11
Действительный годовой фонд рабочего времени	184	361

$$З_{\text{дн.рук}} = 68978.77 \times 6,13 / 184 = 2298.04 \text{ руб}$$

$$З_{\text{дн.инж}} = 18\,720 \times 8 / 361 = 414,8 \text{ руб}$$

Месячный должностной оклад работника

$$З_{\text{м}} = З_{\text{тс}} (1 + k_{\text{пр}} + k_{\text{д}}) \cdot k_{\text{р}} \quad (7)$$

где, $Z_{\text{тс}}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб.;

$k_{\text{пр}}$ – премиальный коэффициент, равный 0,3 (т.е. 30% от $Z_{\text{тс}}$);

$k_{\text{д}}$ – коэффициент доплат и надбавок составляет примерно 0,2 - 0,5 (в ТПУ – надбавка по статье «причисление к объектам культурного наследия» 30-50% от $Z_{\text{тс}}$ в НИИ и на промышленных предприятиях – за расширение сфер обслуживания, за профессиональное мастерство, за вредные условия: 15-20%);

$k_{\text{р}}$ – районный коэффициент, равный 1,3(для Томска).

$$Z_{\text{м.рук}} = 33162.87 \times (1+0,3+0,3) \times 1,3 = 68978.77 \text{ руб}$$

$$Z_{\text{м.инж}} = 9000 \times (1+0,3+0,3) \times 1,3 = 18\,720 \text{ руб}$$

Дополнительная заработная плата научно-производственного персонала

В данную статью включается сумма выплат, предусмотренных законодательством о труде, например, оплата очередных и дополнительных отпусков; оплата времени, связанного с выполнением государственных и общественных обязанностей; выплата вознаграждения за выслугу лет и т.п. (в среднем – 12 % от суммы основной заработной платы).

Дополнительная заработная плата рассчитывается исходя из 10-15% от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнении темы:

$$Z_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot Z_{\text{осн}} \quad (8)$$

где, $Z_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата, руб.;

$k_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной зарплаты ($k_{\text{доп}}=0,12$);

$Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата, руб.

Инженер: $Z_{\text{доп}} = 89182 \times 0,12 = 10701,84 \text{ руб.}$

Руководитель (доцент 15 разряда): $Z_{\text{доп}} = 114902.13 \times 0,12 = 13788.26$

Накладные расходы

В эту статью включаются затраты на управление и хозяйственное обслуживание, которые могут быть отнесены непосредственно на конкретную тему. Кроме того, сюда относятся расходы по содержанию, эксплуатации и ремонту оборудования, производственного инструмента и инвентаря, зданий, сооружений и др. В расчетах эти расходы принимаются в размере 70 - 90 % от суммы основной заработной платы научно-производственного персонала данной научно-технической организации.

Накладные расходы составляют 80-100 % от суммы основной и дополнительной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнение темы.

Расчет накладных расходов ведется по следующей формуле:

$$C_{\text{накл}} = k_{\text{накл}} \cdot (З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}) \quad (9)$$

где, $k_{\text{накл}}$ – коэффициент накладных расходов. ($k_{\text{накл}}=0,9$)

$$C_{\text{накл}} = 0,9 \times (204084.13 + 24490,08) = 205716.79 \text{ руб.}$$

Отчисления на социальные нужды

Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

$$C_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}) \quad (10)$$

где, $k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

Отчисления на социальные нужды составляет 30%.

Затраты на электроэнергию

Тариф на электроэнергию – 2,81 руб за 1 кВт·ч

Таблица 4.13 – Затраты на электроэнергию

№ п/п	Наименование оборудования	Мощность, кВт	Время эксплуатации, (час)	Расход электроэнергии, руб.
2.	Сушильный шкаф	2.0	1000	5620

	SNOL67/350			
3.	ИТОГО	2.0	1000	5620

Затраты на водоснабжение

Тариф на водоснабжение - 30,22 р. м³

Примерный расход воды за время исследований составляет - 15 м³

Затраты на водоснабжение за весь период исследования составляет - 453,3 руб.

Вода использовалась при процессе получении порошка методом химического обратного осаждения для приготовления растворов, для промывания геля от аммиака при фильтрации и приготовления суспензий для получения порошка методом распылительной сушки. Так же вода использовалась для мытья химической посуды и промывания установки Сушильный шкаф SNOL67/350.

В результате анализа бюджета научного исследования рассчитаны расходы на сырье и оборудования, энергозатраты, фонд заработной платы участников проекта. Общая стоимость и группировка затрат исследований представлена в таблице 4.14.

Таблица 4.14 – Группировка затрат по статьям

Статьи	Затраты, руб.
Основные и вспомогательные материалы	1930
Оборудование	60424
Заработная плата исполнителям	204084.13
Дополнительная заработная плата	24490.08
Затраты на электроэнергию	5620
Отчисления на социальные нужды	68572.26
Затраты на водоснабжение	453.3
Накладные расходы	205716.79
Итого	571090.56

4.3.4 Распределение ответственности

Для распределения ответственности между участниками НТИ формируется матрица ответственности (табл. 4.15).

Таблица 4.15 – Матрица ответственности.

Этапы исследования	Руководитель	Магистрант
Составление задания и составление плана работ	У	-
Литературный обзор	О	И
Постановка цели и задач	О	-
Разработка плана экспериментальных работ	С	И
Проведение эксперимента	-	И
Обработка экспериментальных данных, обсуждение результатов	О	И
Оформление результатов	С	И

4.3.5 Оценка рисков исследования

На пути реализации исследования могут возникнуть разного рода риски, представляющие опасность того, что поставленные цели проекта могут быть не достигнуты полностью или частично. Полностью избежать риска практически невозможно, но снизить их угрозу можно, уменьшая действие неблагоприятных факторов. Возможные риски представлены в таблице 4.16.

Таблица 4.16 – Реестр рисков.

№	Риск	Вероятность наступления (1-5)	Влияние риска (1-5)	Уровень риска	Способы смягчения риска
Технические риски					

№	Риск	Вероятность наступления (1-5)	Влияние риска (1-5)	Уровень риска	Способы смягчения риска
1	Требования	3	5	высокий	Поиск путей улучшения и удешевления производства изделий.
2	Технология	1	3	низкий	
3	Эффективность и надёжность	2	4	средний	
4	Качество	2	4	средний	
Внешние риски					
в5	Рынок	5	5	высокий	Поиск путей повышения конкурентоспособности товара. Отслеживание появления новых конкурентов.
6	Заказчик	1	5	средний	
Организационные риски					
7	Ресурсы	1	4	средний	Поиск дополнительных источников ресурсов и финансирования.
8	Финансирование	1	4	средний	
Управление проектом					
9	Оценки	3	5	средний	Отслеживание себестоимости и характеристик продукции конкурентов.

Рассмотрены все возможные события, которые могут возникнуть в ходе выполнения проекта и их последствия. Уровень рисков определяется как средний.

4.4. Определение сравнительной эффективности исследования

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования. Его

нахождение связано с определением двух средневзвешенных величин: финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности рекомендуется проводить в форме таблицы, пример которой приведен ниже.

Таблица 4.17 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта.

ПО Критерий	Весовой коэффициент параметра	Порошок, полученный методом распылительной сушки	Порошок, полученный методом механического синтеза
1. Рост производства	0,15	5	3
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0,15	4	3
3. Цена (уменьшение себестоимость продукции)	0,2	5	4
4. Энергосбережение	0,15	4	3
5. Надежность	0,2	4	4
6. Материалоемкость	0,15	4	3
ИТОГО	1	4,35	3.4

$$I^{\text{п}}_{\text{м}}=0,15\times5+0,15\times4+0,2\times5+0,15\times4+0,2\times4+0,15\times4=4.35$$

$$I^{\text{б}}_{\text{м}}= 0,15\times3+0,15\times3+0,2\times4+0,15\times3+0,2\times4+0,15\times3=3.4$$

При оценке сравнительной эффективности производства имплантатов методом механического синтеза и методом распылительной сушки, который является использованным в данном исследования, можно сделать вывод, что настоящий исследования является более ресурсоэффективным по сравнению с имеющимися аналоговыми конкурентами.

Вывод по разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Таким образом, в данном разделе были решены следующие задачи:

1. Определены потенциальные потребители результатов исследования – производители биоимплантов;

2. Проанализированы варианты конкурентных проектных решений - биосовместимость результата исследования является выше, чем у конкурентов, и служит долго;

3. Проведен SWOT-анализ: продвижению НТИ способствуют наличие устойчивого спроса на продукт в связи с низкой стоимостью производства в сравнении с другими технологиями;

4. Определен метод коммерциализации – инжиниринг;

5. Осуществлено планирование выполнения работ (роль участников и календарный план). Общая продолжительность НТИ составляет 242 дней;

6. Сформирован бюджет исследования (зарплаты, сырьевые и материальные затраты и тд). Так, общий бюджет НТИ составил – **571 090,56 рублей**;

7. Оценены потенциальные риски, в целом, уровень возможных рисков исследования определяется как средний;

Сделаны выводы о целесообразности и эффективности исследования.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ СТУДЕНТА

1. Арсхан Д., Демидова С., Биоактивные покрытия для композиционных имплантатов // XVII Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых, имени профессора Л.П. Кулёва, посвященной 120-летию Томского политехнического университета 17–20 мая 2016 г. Томск