

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.2.479.14,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
БЮДЖЕТНОГО ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ «УФИМСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ НАУКИ И
ТЕХНОЛОГИЙ» МИНИСТЕРСТВА НАУКИ И ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО ДИССЕРТАЦИИ
НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 20.03.2024 г. № 01

О присуждении Резяповой Луизе Рустамовне, гражданину РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Механические свойства и биосовместимость наноструктурного титана Grade 4 для медицинских применений» по научной специальности 2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы принята к защите 27.12.2023 г., протокол № 2 диссертационным советом 24.2.479.14 на базе Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Уфимский университет науки и технологий» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, 450076, г. Уфа, ул. Заки Валиди, д. 32, созданного приказом Министерства науки и высшего образования Российской Федерации № 1977/нк от 18.10.2023 г.

Соискатель **Резяпова Луиза Рустамовна**, 08 марта 1997 года рождения, в 2017 году окончила ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет» по направлению подготовки 22.03.01 – Материаловедение и технологии материалов с присвоением квалификации бакалавр. В 2019 году окончила с отличием ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет» по направлению подготовки 22.04.01 – Материаловедение и технологии материалов с присвоением квалификации магистр. В 2023 году окончила аспирантуру ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий» по направлению подготовки 22.06.01 – Технологии материалов с присвоением квалификации «Исследователь. Преподаватель-исследователь». Диплом об окончании аспирантуры выдан 07 июля 2023 года

Федеральным государственным бюджетным образовательным учреждением высшего образования «Уфимский университет науки и технологий».

Соискатель работает в должности инженера научно-исследовательского института физики перспективных материалов ФГБОУ ВО «Уфимского университета науки и технологий» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Диссертация выполнена на кафедре материаловедения и физики металлов и в институте физики перспективных материалов ФГБОУ ВО «Уфимского университета науки и технологий» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – доктор физико-математических наук, профессор Валиев Руслан Зуфарович, профессор кафедры «Материаловедения и физики металлов», директор научно-исследовательского института физики перспективных материалов федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Уфимский университет науки и технологий» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Официальные оппоненты:

Салищев Геннадий Алексеевич, доктор технических наук (05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов), профессор, заведующий лабораторией объемных наноструктурных материалов, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет»;

Шаркеев Юрий Петрович, доктор физико-математических наук (01.04.07 – Физика конденсированного состояния), профессор, главный научный сотрудник лаборатории физики наноструктурных биоконструкций, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», город Екатеринбург, в своем **положительном заключении** подписанном Поповым Артемием Александровичем д.т.н., профессор, заведующим кафедрой термообработки и физики металлов Института новых материалов и технологий УрФУ указала, что «Диссертационная работа Резяповой Луизы Рустамовны на тему «Механические свойства и биосовместимость наноструктурного

титана Grade 4 для медицинских применений» по критериям актуальности, научной новизны, практической значимости, обоснованности и достоверности выводов соответствует требованиям п. 9 «Положение о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г., № 842 (с изменениями, содержащимися в Постановлениях Правительства Российской Федерации от 21.04.2016 г. № 335, от 02.08.2016 г. № 748, от 29.05.2017 г. № 650, от 28.08.2017 г. №1024, от 01.10.2018 г. № 1168, от 20.03.2021 г. № 426), предъявляемым к диссертации на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор – Резяпова Луиза Рустамовна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы».

Соискатель имеет 20 опубликованных работ, в том числе 5 работ опубликовано в рецензируемых журналах из списка ВАК РФ, 1 работа в журнале, индексируемом в Scopus и Web of Science и 13 работ в сборниках трудов конференций. Общий объем – 9,4 п.л., личный вклад соискателя – 3,49. В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем ученой степени работах. **Наиболее значимые работы:** 1. Исследование выделений вторых фаз в наноструктурном технически чистом титане. Л.Р. Резяпова, Р.Р. Валиев, В.Д. Ситдииков, Р.З. Валиев. Письма о материалах. 2021. Т. 11, № 3 (43). С. 345-350. (по специальности 2.6.6) Представлены результаты исследований процесса выделения дисперсных вторых фаз в технически чистом титане класса 4 — *Grade 4* и влияние этих выделений на его структуру и микротвердость в крупнозернистом и наноструктурном состоянии. 2. Исследование старения и механических свойств наноструктурного титана. Л. Р. Резяпова, Р. Р. Валиев, Э. И. Усманов, Р. З. Валиев. Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2021. № 3(57). С. 67-73. (по специальности 2.6.6) Результаты механических испытаний титана *Grade 4* после деформационно-термических обработок. 3. Сверхпрочность наноструктурных металлических материалов: физическая природа и механизмы упрочнения. Р.З. Валиев, Э.И. Усманов, Л.Р. Резяпова. Физика металлов и металловедение. 2022. Т. 123. № 12. С. 1355-1361. Показано влияние деформационно-термической обработки титана *Grade 4*, позволившая получить высокую прочность материала, и выполнен анализ природы упрочнения. 4. Strength of products made of ultrafine-grained titanium for bone osteosynthesis. G.V. Klevtsov, R.Z. Valiev, L.R. Rezyapova, N.A. Klevtsova, M.N. Tyurkov, M.L. Linderov, M.V. Fesenyuk, O.A. Frolova. Materials. 2022. V.15. P.8403. Исследование эксплуатационных свойств медицинских изделий ультрамелкозернистого титана. 5. Высокопрочное состояние и механизмы упрочнения титана с ультрамелкозернистой структурой. Э.И.

Усманов, Л.Р. Резяпова, Р.З. Валиев. Физическая мезомеханика. 2023. Т.26. № 3. С. 5-17. Показано влияние деформационно-термической обработки титана *Grade 4*, позволившая получить высокую прочность материала, и выполнен анализ природы упрочнения

На диссертацию и автореферат поступили 9 положительных отзывов: 1. **Клевцов Г.В.**, ФГБОУ ВО «Тольяттинский государственный университет»; 2. **Матчин А. А.**, ФГБОУ ВО "Оренбургский государственный медицинский университет"; 3. **Даутов С.С.**, Автономная некоммерческая образовательная организация высшего образования «Сколковский институт науки и технологий»; 4. **Смирнов А.М., Романов А.Е.**, ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский университет ИТМО»; 5. **Мерсон Д.Л.**, ФГБОУ ВО «Тольяттинский государственный университет»; 6. **Найденкин Е.В., Раточка И.В.** ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН; 7. **Добаткин С.В.**, ФГБУН Институт металлургии и материаловедения Российской академии наук; 8. **Песин М.В.**, ФГАОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет»; 9. **Абросимова Г.Е.**, ФГБУН Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна РАН

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их высокой компетентностью в данной области наук, наличием публикации в соответствующей сфере исследования и способностью определить научную и практическую ценность диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработана научная концепция формирования высокопрочного состояния технически чистого титана при последовательном сочетании интенсивных пластических деформаций и термических обработок, приводящих к измельчению до наноразмеров не только зерен α -фазы, но и обнаруженных частиц β -фазы и интерметаллида Ti_2Fe размером 22 ± 2 нм; **предложены** оригинальные суждения о природе достигнутой высокой прочности технически чистого титана в результате интенсивных пластических деформаций и особого влияния сегрегаций по границам зерен; **доказана** перспективность использования интенсивных пластических деформаций для формирования наноструктуры в прутках-полуфабрикатах для изготовления челюстно-лицевых и дентальных имплантатов с повышенным комплексом механических, эксплуатационных и биомедицинских свойств.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что: доказаны закономерности формирования наноструктуры технически чистого титана *Grade 4* с наноразмерными частицами β -фазы и интерметаллида Ti_2Fe в результате интенсивных

пластических деформаций, приводящих к высокой прочности материала до $\sigma_B=1510\pm 30$ МПа; **применительно к проблематике диссертации результативно использован** комплекс существующих базовых методов экспериментального исследования состава, структуры и свойств объемных наноструктурных материалов, полученных в результате интенсивных пластических деформациях; **изложены** закономерности формирования микроструктуры объемных наноструктурных прутках-полуфабрикатах технически чистого железа с нанодисперсными частицами β -фазы и интерметаллида Ti_2Fe ; **раскрыто и изучено** влияние нанодисперсных частиц β -фазы и интерметаллида Ti_2Fe на микроструктуру и свойства технически чистого титана.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что: разработан и внедрен в производство комбинированный режим получения наноструктурного титана для медицинских применений; **определены** перспективы практического использования наноструктурного титана Grade 4 для изготовления медицинских имплантатов миниатюризированной конструкции с улучшенным комплексом механических, эксплуатационных и биомедицинских свойств; **созданы** практические рекомендации по назначению режимов термомеханической обработки технически чистого титана Grade 4, обеспечивающих повышение прочностных характеристик, обрабатываемости резанием прутков-полуфабрикатов, а также методов заключительной поверхностной обработки, обеспечивающих в совокупности повышение остеоинтеграционных свойств; **представлены** положительные подтверждения *in vivo* исследований и механических испытаний образцов-имплантатов, изготовленных из наноструктурного титана Grade 4, полученного изучаемой термомеханической обработкой, и перспективности миниатюризации изделий для стоматологии и челюстно-лицевой хирургии.

Оценка достоверности результатов исследования выявила: для экспериментальных работ результаты получены на сертифицированном оборудовании; **теория** основана на известных базовых положениях и постулатах физического материаловедения, обработки металлов давлением, определяющих влияние границ зерен наноструктурных материалов на их физико-механические свойства и хорошо согласуется с экспериментальными результатами; **идея базируется** на анализе структурно-фазового состава, механических и эксплуатационных свойств, а также свойств поверхности, представленными в научных статьях, и базовых экспериментальных исследованиях отечественных и зарубежных ученых; **использовано** сравнение авторских данных и литературных данных, полученных ранее по рассматриваемой тематике; **установлено** качественное и количественное совпадение

полученных экспериментальных и теоретических результатов с результатами, представленными в независимых источниках по данной тематике; **использованы** современные методики исследований, статистики и обработки полученных результатов, выборочные совокупности с обоснованием выбора объектов и методов исследования.

Личный вклад соискателя состоит в: непосредственном участии в процессах получения наноструктурного титана Grade 4 после различных термомеханических обработок, проведении комплекса микроструктурных исследований и определения физико-механических характеристик, анализе полученных результатов, исследовании морфологии поверхности после механической обработки резанием, обработке и изучении топографии поверхности опытных образцов-имплантатов, формулировке основных научных положений и выводов, подготовке всех основных опубликованных работ по результатам диссертации, участии в апробации результатов исследований на Международных и Всероссийских конференциях.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие критические замечания:

- 1) Не понятно о зернограницных сегрегациях каких элементов в сплаве Grade4 идет речь, чтобы они смогли внести практически половину вклада в упрочнение после отжига при 350 °С, исходя из данных таблицы 3.5.
- 2) Стр. 62 диссертации. Дисперсионное упрочнение рассчитывали с помощью уравнения Орована, принимая во внимание наличие частиц β -фазы. Однако эти частицы, имея размер тот же самый, что и средний размер зерен, очевидно располагаются не внутри зерен. Таким образом, расчет вклада прочности может быть выполнен только для случая микродуплексной структуры, для которой уравнение Орована не применимо.
- 3) На странице 13 указано, что для исследования механических свойств образцы после ИПДК вырезались в поперечном направлении, а после РКУП-К – в продольном – учитывалась ли автором анизотропия микроструктуры при исследовании механических свойств?
- 4) Не понятно, почему автор априори считает, что чем ниже шероховатость поверхности, тем лучше? Очень часто, все наоборот – чем более развитая (менее гладкая) поверхность, тем лучше к ней приживаются биологические ткани.
- 5) В главе четвертой указывается, что различие механических свойств рассматриваемого титана после кручения и равноканального углового прессования может быть связано, в том числе, с различным типом образцов. В частности, с различным направлением вырезки образцов. Однако, судя по автореферату, при этом не делается никаких оценок о возможном влиянии на механические свойства нанотитана текстуры и размеров рабочей базы образцов.
- 6) Высокопрочное состояние титана Grade 4 с $\sigma_b = 1510 \pm 30$ МПа было получено на лабораторных образцах кручением под высоким давлением, при котором обеспечиваются высокие степени деформации,

недостижимые при равноканальном угловом прессовании. Возможно ли достичь такой же прочности на объемных прутках, для их дальнейшего практического использования? 7) Указанное в Таблице 3.5 для одной из обработок (ИПДК+отжиг 700 °С) количество фазы Ti_2Fe в структуре ($3\pm 0,5\%$) видимо завышено, так как в этом случае, исходя из стехиометрии соединения, общее содержание железа в сплаве должно быть около 1 ат.% или более 1 мас.%, и это без учета присутствия железа в $\beta-Ti$, которого после этой обработки по данным автора около $2,5\pm 0,5\%$. А исходя из таблицы 2.1. содержание железа в сплаве не превышает 0,4% мас.%. 8) Автор детально не рассматривает и не анализирует влияние кислорода на механическое поведение титана в результате применённых деформационных и термических обработок, хотя известно, что наличие кислорода может существенно увеличить прочность данного материала. Может ли с этим быть связано существенное расхождение между экспериментальной и рассчитанной величиной предела текучести для состояния после ИПДК и отжига? 9) Не совсем понятно, играет ли ведущую роль УМЗ структура или шероховатость поверхности материала после резания с точки зрения улучшенной остеоинтеграции?

Соискатель Резяпова Л.Р. согласилась с замечаниями и на задаваемые ей в ходе заседания вопросы и привела собственную аргументацию. С использованием 3Д-атомной томографии в литературе было обнаружено повышение прочностных характеристик, связанное не только с малым размером зерна, но и с сегрегациями атомов железа, углерода, азота и кислорода на границах зерен. Несмотря на малое количество данных примесных элементов в составе материала, они вносят значительный вклад в прочность, поскольку эти сегрегации затрудняют зарождение и перемещение дислокаций на границах зерен. В некоторых состояниях размер зерен основной фазы сопоставим с размером частиц β -фазы. Расчет вклада β -фазы был также проведен по механизму, композитную модель «замедления сдвига», учитывающая морфологию фаз, а также их объемную долю. Полученные значения совпали со значениями, рассчитанными по уравнению Орована. Дентальные имплантаты и имплантаты для челюстно-лицевой хирургии изготавливаются из длинномерных прутков, путем механической обработки вдоль оси прутка. В этой связи показатели механических свойств определяются вдоль оси прутка. Помимо этого, диаметр прутков, полученных РКУП-К+волочение составлял 5 мм, что не позволяет изготовить даже микрообразцы для испытаний, вырезанных в поперечном направлении. Действительно развитая поверхность имплантатов способствует лучшей приживаемости к тканям организма. Это также подтверждается в диссертационной работе результатами испытаний *in vivo* на опытных образцах-имплантатах в виде игл с подготовленной поверхностью травлением.

Предварительное достижение менее гладкой поверхности на прутках-полуфабрикатах было необходимо для придания стабильного и равномерного профиля, с минимальным отклонением от заданного размера, перед погрузкой титановых прутков в ЧПУ станки для формирования готовой конструкции изделия.

На заседании 20.03.2024 г. диссертационный совет принял решение - за новые научно обоснованные технические и технологические решения и разработку материала для медицинских имплантов в виде пластин и винтов с улучшенными эксплуатационными свойствами, имеющие существенное значение для развития страны, присудить Резяповой Луизе Рустамовне ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 7 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 18 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 15, против – 1, недействительных бюллетеней – 0.

Заместитель председателя
диссертационного совета



Еникеев Нариман Айратович

Ученый секретарь
диссертационного совета

Бобрук Елена Владимировна

20 марта 2024 года