



**Уральский
федеральный
университет**

имени первого Президента
России Б.Н.Ельцина

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» (УрФУ)

ул. Мира, 19, Екатеринбург, 620002, тел.: +7 (343) 375-45-07
контакт-центр: +7 (343) 375-44-44, 8-800-100-50-44 (звонок бесплатный)
e-mail: rector@urfu.ru, www.urfu.ru
ОКПО 02069208, ОГРН 1026604939855, ИНН/КПП 6660003190/667001001

26 ФЕВ 2024

№ 01.09 - 04/113
На № _____ от _____

УТВЕРЖДАЮ:

Проректор по науке

ФГАОУ ВО «Уральский федеральный

университет имени первого

Президента России Б.Н. Ельцина»,

Д.Ф.М.Н. Доцент



Германенко А.В.

2024 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Резяповой Луизы Рустамовны
на тему «Механические свойства и биосовместимость наноструктурного
титана Grade 4 для медицинских применений», представленную на соискание
ученой степени кандидата технических наук
по научной специальности 2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы

Актуальность темы исследования

Диссертационная работа Резяповой Л.Р. посвящена улучшению механических и биомедицинских свойств технически чистого титана *Grade 4* – материалу, широко применяемому для изготовления различных медицинских имплантатов. Актуальность выбранной темы не вызывает сомнений и обоснована рядом значимых причин. Во-первых, это разработка технологии совершенствования материалов, способствующих ускоренному заживлению и даже восстановлению костной ткани человека, сокращению периода постоперационной реабилитации и повышения качества жизни человека. Во-вторых, это разработка перспективных технологий изготовления функциональных материалов с заданным комплексом свойств в условиях импортозамещения, становлению и развитию новых отраслей отечественной промышленности.

ВХОД. № 660-13
«01» 03 2024

244673

Поставленную задачу автор решает за счет наноструктурирования технически чистого титана *Grade 4*, используя методы интенсивной пластической деформации, обеспечивающие формирование ультрамелкозернистой структуры в объеме материалов.

При этом автор использует комплексный подход, в котором на первом этапе проводит исследования на лабораторных образцах, на втором переходит к промышленным заготовкам, на третьем проводит всю цепочку технологических операций доводя исследования до получения опытных образцов, и на четвертом проводит клинические испытания.

Оценка структуры и содержания работы

Диссертация изложена на 118 страницах, состоит из введения, пяти глав, основных результатов и заключения, списка литературы из 162 наименований. Содержание и структура диссертации соответствуют поставленной цели исследования и находятся в логическом единстве.

Во введении диссертационной работы описано состояние проблемы, обоснована актуальность выбранной темы диссертационной работы, сформулированы цель и задачи исследования, научная новизна, теоретическая и практическая значимость работы, положения, выносимые на защиту.

В первой главе автор проводит анализ существующих материалов, применяемых для конструкций дентальных имплантатов, их положительные и отрицательные аспекты применения с точки зрения гистологии, а также методов повышения физико-механических и остеointеграционных свойств.

В результате выполненного анализа научно-технической литературы поставлена цель работы и сформулированы задачи исследования.

Вторая глава диссертации посвящена описанию экспериментальных методов, используемых в ходе выполнения данной работы, в том числе приведены методики исследования микроструктуры и фазового состава, механических свойств материала, интенсивной пластической деформации, эксплуатационных и остеointеграционных свойств опытных образцов-имплантатов.

В третьей главе представлены результаты исследований особенностей формирования наноструктуры технически чистого титана *Grade 4* после термомеханической обработки с применением метода интенсивной пластической деформации кручением.

Показано, что в исходном горячекатаном состоянии в объеме материала присутствуют выделения вторых фаз различных размеров и морфологии, которые, наряду с матричными зёрнами исследуемого материала, при последовательном применении интенсивной деформации и различных отжигов уменьшаются до наноразмеров и обеспечивают повышение прочностных характеристик титана *Grade 4* до рекордно высоких значений.

Качественно проведенный фазовый анализ исследуемого материала различными методами позволил автору идентифицировать выявленные

частицы вторых фаз как частицы β -фазы и интерметаллида Ti_2Fe и оценить их вклад в повышение прочности деформированного материала.

В четвертой главе представлены результаты исследования структуры и свойств объемных заготовок из нанотитана в виде прутков заданных размеров, полученных методом равноканального углового прессования по схеме Конформ с дальнейшим волочением, предназначенных для изготовления опытных имплантатов.

Показано, что также, как и при исследовании лабораторных образцов, сочетание РКУП-К и волочения приводит к заметному измельчению зерен и выявленных выделений вторых фаз. Однако прочностные параметры полученных промышленных прутков с наноструктурой несколько ниже, чем на лабораторных образцах, что связано с особенностями микроструктуры.

Приведены сравнительные результаты механической обработки резанием прутков полуфабрикатов из исследуемого сплава в различном структурном состоянии. Определены оптимальные параметры механической обработки резанием нанотитана ($n = 1800$ об./мин, $s = 0,06$ мм/об., $t = 0,3$ мм). Показано, что увеличение скорости резания позволило получить меньший параметр шероховатости Ra на прутках с наноструктурой ($Ra = 0,30 \pm 0,03$ мкм) по сравнению с прутками с крупнозернистой структурой ($Ra = 0,64 \pm 0,17$ мкм).

Также представлены результаты сравнительных испытаний опытных пластин и винтов из нанотитана с серийно выпускаемыми отечественными предприятиями. Показано, что изделия медицинского назначения (пластины и винты) из нанотитана Grade 4 с УМЗ структурой обладают более высокой прочностью при различных видах нагружения (растяжение, усталостная прочность, скручивание) по сравнению с изделиями из КЗ титана. Это открывает возможность миниатюризации изделий медицинского назначения из нанотитана с УМЗ структурой при сохранении их основных эксплуатационных свойств.

В пятой главе представлены результаты сравнительного анализа влияния модифицирования поверхности на остеоинтеграционные свойства образцов-имплантатов из титана Grade 4.

По экспериментальным результатам испытаний *in vivo* показано, что все внедренные образцы-имплантаты из технически чистого титана не являются токсичными для тканей живого организма, независимо от рельефа поверхности, процесс остеоинтеграции происходил на всех образцах. При этом формирование костной ткани наиболее интенсивно произошло на наноструктурных образцах после химического травления, где четко наблюдаются остециты и остеобласты, создающие костную ткань. Установлено, что формирование наноструктуры и создание микрорельефа поверхности путем травления образцов-имплантатов приводит к улучшению показателей остеоинтеграции, увеличивая количество костной ткани на границе кость-имплантат, тем самым ускоряя процесс заживления.

В качестве наиболее важных научных результатов диссертационной работы, определяющих ее новизну следует отметить следующие:

1. Установлено, что интенсивная пластическая деформация в сочетании с термическими обработками наряду с формированием в титане Grade 4 наноструктуры с размером зерен α -фазы 100 ± 10 нм, изменяет распределение и морфологию наноразмерных частиц вторых фаз (β -фазы и интерметаллидов Ti_2Fe), что оказывает существенное влияние на механические и функциональные свойства материала.

2. Анализ вкладов механизмов упрочнения наноструктурного титана Grade 4 показал, что его высокопрочное состояние ($\sigma_b = 1510\pm 30$ МПа) может быть достигнуто за счет дополнительного дисперсионного упрочнения наноразмерными частицами и образованием сегрегаций легирующих элементов на границах зерен, с сохранением при этом высокой доли зернограницного упрочнения.

3. Наноструктурирование титана методами интенсивной пластической деформацией позволяет не только повысить его механические свойства, но и улучшает его обрабатываемость резанием при изготовлении прутков полуфабрикатов для медицинских изделий и дает возможность улучшить их конструкцию.

4. Показано, что медицинские имплантаты типа пластины и винта из нанотитана демонстрируют повышенные механические свойства при различных видах нагружения (испытания на растяжение, усталость и скручивание) и обладают ускоренной остеоинтеграцией за счет создания наноразмерной шероховатости после химического модифицирования поверхности.

Степень достоверности результатов исследования

Достоверность полученных результатов и выводов обеспечивается использованием современного аналитического оборудования, стандартизированных методик проведения испытаний, корректным применением положений физического материаловедения и подтверждается положительными результатами *in vivo* экспериментов опытных образцов-имплантатов из нанотитана.

В целом диссертационная работа соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатской диссертации. В работе активно использован широкий комплекс современных методов изучения свойств, структуры и фазового состава материалов, проведен углубленный анализ полученных результатов, опубликованных в 20 научных работах в рецензируемых журналах. Результаты диссертационной работы по исследованию и получению высокопрочного наноструктурного титана для производства дентальных имплантатов использованы и внедрены в производственной деятельности ООО «НС Технология». По совокупности всего вышесказанного достоверность сделанных выводов не вызывает сомнения.

Теоретическая и практическая значимость результатов, полученных автором диссертационной работы, заключаются в следующем:

Теоретическая значимость диссертационной работы заключается в том, что установленные закономерности формирования наноструктуры титана Grade 4 с наноразмерными частицами вторых фаз имеют фундаментальную ценность для титановых сплавов и разработки режимов их термомеханической обработки, приводящей к сверхпрочному состоянию (от $\sigma_b = 680 \pm 10$ МПа до $\sigma_b = 1510 \pm 30$ МПа).

Практическая значимость диссертационной работы заключается:

- в научно-обоснованных режимах термомеханической обработки, включающей последовательное применение термических обработок, равноканального углового прессования по схеме Конформ и волочения, улучшающих механические свойства полуфабрикатов – прутков, пригодных для изготовления изделий имплантатов в виде пластин и винтов, и их миниатюризации;

- в результатах исследования механической обработки прутковых полуфабрикатов титана Grade 4, представляющих практический интерес в связи с возможностью повышения ее производительности за счет увеличения скорости резания для наноструктурного титана по сравнению с крупнозернистым титаном с целью достижения минимальной шероховатости Ra ($0,3 \pm 0,03$ мкм) обработанной поверхности;

- в улучшении эксплуатационных свойств и ускорении процессов остеоинтеграции имплантатов в виде пластин и винтов для челюстно-лицевой хирургии, изготовленных из наноструктурного титана Grade 4.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертационной работы

Результаты диссертационной работы по исследованию и получению высокопрочного наноструктурного титана для производства дентальных имплантатов использованы и внедрены в производственной деятельности ООО «НС Технология».

Замечания по диссертационной работе

1. В главах 3, 4 диссертации не всегда дана расшифровка электронограмм и в большинстве случаев не указано в каком рефлексе и какой фазы снято темнопольное изображение, хотя это важно, так как авторы в тексте указывают, что в сплаве Grade4 присутствует несколько фаз. На рисунке 3.6.б представленная электронограмма рассчитана неверно. Ее вид не соответствует указанной оси зоны и, следовательно, по этим результатам нельзя говорить о наличии β -фазы по границам зерен.

2. Представленные в диссертации данные по механическим свойствам не содержат информации об относительном сужении сплава – важной характеристике пластических свойств.

3. Указанное в Таблице 3.5 для одной из обработок (ИПДК+отжиг 700°C) 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 присутствие 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.%.

4. 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°C, исходя из данных таблицы 3.5..

5. В Таблицах 5.3 и 5.5. некорректно указывать содержание Ti в сплаве равным 100%, что противоречит данным таблицы 2.1.

Указанные замечания не касаются основных выводов диссертационной работы Резяповой Л.Р.

Заключение по диссертационной работе о соответствии её требованиям «Положение о присуждении ученых степеней»:

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.

Отзыв обсужден на заседании кафедры термообработки и физики металлов ИНМТ УрФУ 15 февраля 2024. Протокол №2.

Отзыв составлен:

Заведующим кафедрой Термообработки и физики металлов
Института новых материалов и технологий Уральского
федерального университета им. первого Президента России Б.Н.Ельцина,
профессором, д.т.н. Поповым Артемием Александровичем


А.А.Попов

620002, Екатеринбург, ул.Мира, 19
Уральский федеральный университет
им. первого Президента России Б.Н.Ельцина
Тел. +7 343 3745964
E-mail: a.a.popov@urfu.ru