

ОТЗЫВ

официального оппонента 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 специальности 2.6.6. - Нанотехнологии и наноматериалы

Актуальность темы исследования. Современный уровень развития медицины предполагает широкое использование искусственных материалов для замены повреждённых или отсутствующих тканей и органов человека с целью ускорения процесса его реабилитации и повышения качества жизни. Среди направлений медицины, массово применяющие имплантаты и нуждающиеся в постоянном усовершенствовании материалов, из которых они изготовлены, являются челюстно-лицевая хирургия и дентальная имплантация. Большую часть востребованных имплантатов изготавливают из металлических материалов, таких как нержавеющие стали, титановые и кобальтовые сплавы. При этом в их составе присутствуют вредные для живых организмов легирующие элементы, ухудшающие биосовместимость.

Технически чистый титан Grade 4 (Россия) является биологически совместимым материалом, обладающим высокой коррозионной стойкостью и низкой плотностью, находит все большее применение для изготовления имплантатов. Однако он обладает невысокими прочностными свойствами, ограничивающими его широкое использование. Повышение прочностных свойств титана возможно за счет мегапластических деформаций и формирования наноструктурированного или ультрамелкозернистого состояния. Однако природа повышения его прочности остается до конца не изученной и представляет особый научный интерес.

Проведенный автором диссертационной работы подробный микроструктурный и фазовый анализ, подкрепленный расчетами вкладов структурных составляющих в прочность материала, позволяет научно-обоснованно управлять свойствами заготовок для имплантатов, регулируя режимы термомеханической обработки.

Оценка структуры и содержания работы. Диссертационная работа, изложенная на 118 страницах, состоит из введения и пяти глав, содержит 60 рисунков, 24 таблицы и список литературы из 162 наименований.

Во введении диссертационной работы обоснована актуальность работы, сформулированы цель и задачи, приведены научная новизна, теоретическая и практическая значимость работы, основные положения, выносимые на защиту, отмечен личный вклад автора.

В первой главе представлен обзор научно-технической литературы по теме исследования. Приведены данные о материалах, используемых в медицинской промышленности. Описаны известные методы деформационных обработок,

ВХОД. № 6-43-13
« 04 » 03 2024г.

используемые для повышения прочностных характеристик металлических материалов. Отдельно рассмотрено влияние различных способов модификации поверхности на остеоинтеграционные свойства материалов.

Во второй главе представлены сведения о материале, используемом для выполнения работы. Описаны технологические режимы получения опытных образцов и используемое оборудование. Описаны методы микроструктурных исследований, рентгенофазового анализа, определения механических свойств. Приведены методики обработки поверхности образцов и биотестирования *in vivo*.

Третья глава посвящена изучению структуры и механических свойств лабораторных образцов технически чистого Grade 4 после термомеханической обработки, заключающейся в чередовании интенсивной пластической деформации кручением и термических отжигов. В исходном горячекатаном состоянии в исследуемом материале были обнаружены частицы вторых фаз, расположенные как по границам, так и внутри зерен. Применение термомеханической обработки позволило сформировать в материале ультрамелкозернистую структуру со средним размером зерен 80 нм и с наночастицами и, тем самым, достичь высокого предела прочности, равного 1510 ± 30 МПа. С помощью просвечивающей электронной микроскопии и рентгенофазового анализа наночастицы были идентифицированы, как частицы β -фазы титана и интерметаллида Ti_2Fe . Отдельно приведены расчеты вкладов различных механизмов упрочнения после каждого этапа термомеханической обработки. Оценки вкладов в деформационное упрочнение показали, что основное упрочнение титана Grade 4 обеспечивается зернограницным и дислокационным механизмами, а также вкладом от дисперсных частиц. Автор полагает, что дополнительный вклад дает упрочнение, связанное со структурой границ зерен и зернограницными сегрегациями.

В четвертой главе представлены структурные и механические параметры объемных заготовок в виде прутков, полученных методом равноканального углового прессования по схеме «Конформ» с последующим волочением, предназначенных для изготовления опытных имплантатов. Проведенные микроструктурные исследования позволили определить средние размеры элементов зеренной структуры, они оказались равными 117 нм в поперечном сечении, и подтвердить наличие в объеме материала нанодисперсных частиц вторых фаз, идентифицируемых как частицы β -фазы титана и интерметаллида Ti_2Fe . В продольном направлении в образцах зерна были неравноосными и имели вытянутую форму с размерами до 2 мкм. Полученное состояние, согласно известному определению, следует также отнести к наноструктурированному состоянию. По результатам механических испытаний на растяжение установлено, что прочность титана Grade 4 после равноканального углового прессования по схеме «Конформ» с последующим волочением имеет меньшие показатели, чем у лабораторных образцов, полученных за счет применения интенсивной пластической деформации кручением и отжигов (глава 3). Различия в величинах пределов прочности объясняется следующими двумя факторами. 1. В случае применения интенсивной

пластической деформации кручением образцы были вырезаны в поперечном направлении, а после равноканального углового прессования по схеме «Конформ» с дальнейшим волочением - в продольном направлении. 2. В образцах после равноканального углового прессования по схеме Конформ с волочением имеется текстура, размер зерен в продольном направлении зерна имеют размеры в нескольких микрометрах, что, как считают автор работы, и приводит к снижению зернограницного упрочнения.

Далее в главе приведены результаты анализа шероховатости прутков с нано- и крупнозернистой структурой после механической обработки резанием. Установлено, что повышение скорости резания позволяет сформировать гладкий профиль на нанопрутках с меньшим параметром шероховатости, равным $Ra = 0,30 \pm 0,03$ мкм, по сравнению с прутками с крупнозернистой структурой, где параметр шероховатости оказался равным $Ra = 0,64 \pm 0,17$ мкм.

Заключительными результатами главы является сравнение прочностных свойств медицинских изделий в виде пластин и винтов из нанотитана и из титана с крупнозернистой структурой. Изделия из нанотитана Grade 4 обладают более высокой прочностью при различных видах нагружения (испытания на растяжение, усталостная прочность, кручение) по сравнению с изделиями из титана с крупнозернистой структурой.

В **пятой главе** показано влияние обработок поверхности на рельеф и топографию опытных образцов-имплантатов из наноструктурированного титана. Все исследования были проведены в сравнении с серийными имплантатами фирмы ООО «Конмет». Химическое травление образцов-имплантатов в виде игл, изготовленных из наноструктурированного технически чистого титана Grade 4, по сравнению с крупнозернистым титаном Grade 4, ускоряет формирование кости на границе «кость-имплантат». Проведенное комплексное исследование свидетельствует о высокой эффективности использования имплантатов, изготовленных из наноструктурированного технически чистого титана Grade 4. Установлена хорошая биосовместимость и улучшенная остеоинтеграция наноструктурных титановых мини-пластин и мини-винтов при закреплении костных отломков челюсти.

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации.

Обоснованность и достоверность научных результатов и выводов обеспечивается использованием современных средств и методик проведения исследований, анализом и статистической обработкой результатов. По материалам работы опубликовано 20 научных работ, из них 5 работ - в рецензируемых журналах, входящих в перечень ВАК. Результаты работы были представлены и обсуждены на всероссийских и международных научных конференциях. Положения диссертации, выносимые на защиту, обоснованны и подтверждаются результатами работы.

Научная новизна диссертационной работы заключается в следующем. Впервые, автором на основе анализа структурно-фазового состояния и результатов

механических испытаний установлено, что интенсивная пластическая деформация в сочетании с промежуточными термическими обработками, существенно изменяет распределение и морфологию наноразмерных частиц вторых фаз (β -фазы и интерметаллидов Ti_2Fe) в титане Grade 4, что оказывает значительное влияние на его механические и функциональные свойства. Анализ вкладов механизмов упрочнения наноструктурированного технически чистого титана Grade 4 показал, что его высокопрочное состояние может быть достигнуто за счет дополнительного дисперсионного упрочнения наноразмерными частицами β -фазы, интерметаллидами Ti_2Fe и образованием сегрегаций легирующих элементов на границах зерен, с сохранением при этом высокой доли зернограничного упрочнения. Во-вторых, наноструктурирование технически чистого титана Grade 4 улучшает обрабатываемость резанием при изготовлении прутков полуфабрикатов для медицинских изделий и позволяет улучшить их конструкцию. В-третьих, к научной новизне необходимо отнести и демонстрацию повышенных механических свойств образцов-имплантатов, изготовленных из наноструктурированного технически чистого титана Grade 4, при различных видах нагружения и ускорение процессов остеоинтеграции за счет создания наноразмерной шероховатости после химического модифицирования поверхности.

Теоретическая значимость полученных автором результатов. Установлены закономерности формирования наноструктурированного титана Grade 4 с наноразмерными частицами вторых фаз, а именно, частиц β -фазы со средним размером 90 ± 10 нм и интерметаллидов Ti_2Fe со средним размером 22 ± 2 нм.

Практическая значимость работы заключается в научно-обоснованных режимах термомеханической обработки, позволяющих сформировать высокие механические свойства прутков-полуфабрикатов наноструктурированного технически чистого титана Grade 4, которые могут быть использованы для изготовления медицинских имплантатов и для выбора режима механической обработки резанием этих прутков с возможностью повышения ее производительности за счет увеличения скорости резания. Значимым с практической точки зрения также является улучшение эксплуатационных свойств и ускорение процессов остеоинтеграции имплантатов в виде пластин и винтов для челюстно-лицевой хирургии, изготовленных из наноструктурированного технически чистого титана Grade 4.

По форме и содержанию диссертации необходимо сформулировать **следующие замечания.**

1. Следует отметить не всегда последовательное использование терминов как ультрамелкозернистая структура, наноструктура, наноструктурное состояние, нанотитан и т.д. Так в главе 3, в выводе 1 говорится о «наноструктуре», а в выводе 3 – об «ультрамелкозернистой структуре»; в главе 5, в выводе 1 речь идет о «наноструктурном титане Grade 4 с УМЗ структурой», а в выводе 2 – о «нанотитане с УМЗ структурой». По-видимому, в таких случаях надо говорить о наноструктурированном титане с УМЗ структурой. Термины

«наноструктурный» и «наноструктурированный» несут разный физический смысл.

2. Необходимо последовательно использовать термин «технически чистый титан Grade 4», этот материал отличается от «коммерчески чистого титана Grade 4» страной и производителем. По элементному составу оба материала подобны.

3. В главе 4 приведены результаты измерения размера зерен в поперечном сечении, средняя величина равна 117 нм. А при измерении ширины полос в продольном сечении их средняя величина равна 103 нм. Фактически это та же самая величина.

4. Вывод 5 в разделе «Заключение» подтверждает ранее полученные результаты в Томске об оптимальном интервале шероховатости титановой поверхности, 2-4 мкм по Ra, для которого наблюдается успешная остеоинтеграция.

Указанные замечания не снижают ценности диссертационной работы в целом, которая посвящена актуальному направлению улучшения механических и медицинских свойств металлических титановых материалов, используемых для изготовления имплантатов.

Автореферат диссертации полностью отражает содержание и положения диссертации.

Заключение. Диссертационная работа Резяповой Луизы Рустамовны на соискание ученой степени кандидата технических наук является законченной научно-квалификационной работой, в которой содержится решение задачи повышения механических и биомедицинских свойств имплантатов для челюстно-лицевой хирургии, изготовленных из технически чистого титана Grade 4, за счет его наноструктурирования методами интенсивной пластической деформации. Решенные в диссертационной работе задачи имеют существенное значение для развития материаловедения титановых сплавов и производства отечественных металлических имплантатов с повышенными конструкционными и функциональными свойствами.

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».

Даю согласие на обработку персональных данных.

Шаркеев Юрий Петрович, доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник лаборатории физики наноструктурных биокomпозитов, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН), 634055, Томск, проспект Академический, 2/4, www.ispms.ru, тел. раб.: +7 (3822) 492850, sharkeev@ispms.ru.

Главный научный сотрудник
лаборатории физики наноструктурных
биокomпозитов ИФПМ СО РАН, профессор,
доктор физико-математических наук, 01.04.07 –
«Физика конденсированного состояния»

 Шаркеев Юрий Петрович

Собственноручную подпись Шаркеева Ю. П.
удостоверяю:

Ученый секретарь ИФПМ СО РАН,
кандидат физико-математических наук

 Матолыгина Наталья Юрьевна

26.02.2023 г.

