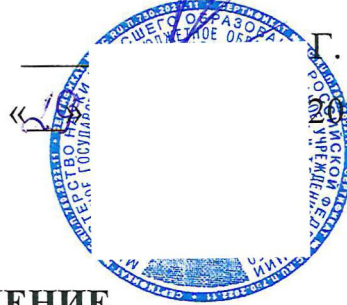


## УТВЕРЖДАЮ

Проректор по инновационной деятельности  
ФГБОУ ВО «Уфимский университет  
науки и технологий»  
к.т.н., доцент

Г. К. Агеев

2023 г.



## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения  
высшего образования «Уфимский университет науки и технологий»

**Диссертация** «Механические свойства и биосовместимость наноструктурного титана Grade 4 для медицинских применений» выполнена на кафедре «Материаловедение и физика металлов» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Уфимский университет науки и технологий» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

**В период подготовки диссертации соискатель** Резяпова Луиза Рустамовна работала и работает по настоящее время инженером научно-исследовательского института физики перспективных материалов ФГБОУ ВО «Уфимского университета науки и технологий» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

**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.

**Соискатель** Резяпова Луиза Рустамовна с 2019 года очно обучается в аспирантуре ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий» по специальности 22.06.01 – Технологии материалов.

**Справка о сдаче кандидатских экзаменов** по специальности 2.6.6 – Нанотехнологии и наноматериалы выдана в 2023 году ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий» Министерства науки и высшего образования РФ.

**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.

**По итогам обсуждения принято следующее заключение:**

Диссертация Резяповой Л.Р. является законченной научно-квалификационной работой, соответствующей п.9 Положения о присуждении ученых степеней. В работе исследованы микроструктурные особенности и механические свойства технически чистого титана Grade 4 после различных деформационных и термических обработок. Показано, что после горячей прокатки титана Grade 4 происходит выделение наноструктурных частиц вторых фаз –  $\beta$ -фазы и интерметаллидов  $Ti_2Fe$ , размеры которых равны  $22\pm 2$  нм после термомеханической обработки титана Grade 4, обеспечивающие высокую прочность.

**Соискателем лично получены все основные результаты, выносимые на защиту:**

– Закономерности формирования нанодисперсных частиц вторичных фаз ( $\beta$ -фазы размером  $90\pm 10$  нм и интерметаллида  $Ti_2Fe$  размером  $22\pm 2$  нм) в титане Grade 4 в результате фазовых превращений при последовательном применении методов интенсивной пластической деформации (интенсивная пластическая деформация кручением, равноканальное угловое прессование по схеме Конформ) и термических обработок.

– Вклад нанодисперсных частиц в упрочнение наноструктурного технически чистого титана Grade 4, полученного интенсивными пластическими деформациями

в сочетании с термическими обработками, обеспечивающий в совокупности с другими упрочняющими механизмами, наиболее высокую прочность материала.

– Результаты исследования влияния режимов резания на параметры шероховатости полуфабрикатов имплантатов из крупнозернистого и наноструктурного титана Grade 4, показывающие возможность достижения минимальной шероховатости Ra ( $0,3 \pm 0,03 \mu\text{м}$ ) нанотитана при повышенной скорости резания.

– Результаты исследования эксплуатационных свойств, а также *in vivo* исследований опытных имплантатов в виде пластины и винтов из нанотитана для челюстно-лицевой хирургии, демонстрирующие более высокие механические свойства и скорость остеоинтеграции по сравнению с широко используемыми изделиями.

В основных работах, приведенных в автореферате, соискателем лично получены следующие результаты:

В работе [1] 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.

В работе [2] показаны результаты механических испытаний титана *Grade 4* после деформационно-термических обработок.

В работах [3 и 4] изучается влияние деформационно-термической обработки титана *Grade 4*, позволившая получить высокую прочность материала, и выполнен анализ природы упрочнения.

Статьи опубликованы совместно с научным руководителем и другими членами научного коллектива.

**Достоверность полученных результатов и выводов основана** на использовании современного аналитического оборудования, стандартизированных методик проведения испытаний, корректным применением положений физического материаловедения и подтверждается внедрением результатов исследований в производственные условия.

**Научная новизна заключается в следующем:**

– Установлено, что интенсивная пластическая деформация в сочетании с термическими обработками наряду с формированием в титане *Grade 4*

наноструктуры со размером зерен  $\alpha$ -фазы  $100 \pm 10$  нм, существенно изменяет распределение и морфологию наноразмерных частиц вторых фаз ( $\beta$ -фазы и интерметаллидов  $Ti_2Fe$ ), что оказывает существенное влияние на механические и функциональные свойства материала.

– 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  $\beta$ -фазы, интерметаллидами  $Ti_2Fe$  и образованием сегрегаций легирующих элементов на границах зерен, с сохранением при этом высокой доли зернограницного упрочнения.

– Установлено повышение механических свойств наноструктурного титана Grade 4, полученного с помощью равноканального углового прессования по схеме Конформ с дальнейшим волочением также за счет выделения нанодисперсных частиц вторых фаз –  $\beta$ -фазы титана и интерметаллида  $Ti_2Fe$  и зернограницного упрочнения.

– 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.

– 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.

#### **Теоретическая и практическая значимость заключается в следующем:**

Теоретическая значимость работы заключается в том, что установленные закономерности формирования наноструктуры титана Grade 4 с наноразмерными частицами вторых фаз (частиц  $\beta$ -фазы с размером  $90 \pm 10$  нм и интерметаллидов  $Ti_2Fe$  с размером  $22 \pm 2$  нм) 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 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 остеинтеграции имплантатов в виде пластин и винтов для челюстно-лицевой хирургии, изготовленных из наноструктурного титана Grade 4.

**Ценность научных работ заключается в том, что в результате выполненных исследований:**

– Термомеханическая обработка, включающая в себя интенсивную пластическую деформацию кручением + отжиг при 700 °С + интенсивная пластическая деформация кручением + отжиг 350 °С, позволяет достигнуть в технически чистом титане Grade 4 рекордно высокую прочность  $\approx 1510$  МПа, природа которой обусловлена формированием ультрамелкозернистой структуры с размером зерна  $100 \pm 10$  нм, нанодисперсными частицами  $\beta$ -фазы, с размером частиц  $90 \pm 10$  нм и интерметаллидами  $Ti_2Fe$  размерами  $22 \pm 2$  нм.

– Сочетание равноканального углового прессования по схеме Конформ с дальнейшим волочением позволило получить наноструктурный технически чистый титан Grade 4 с нанодисперсными частицами  $\beta$ -фазы и интерметаллидов  $Ti_2Fe$  размерами  $12 \pm 4$  нм.

– Измельчение структуры титана Grade 4 методом равноканального углового прессования по схеме Конформ с дальнейшим волочением позволяет получать более равномерный и стабильный профиль прутков после механической обработки, по сравнению с титаном с крупнозернистой структурой.

– Опытные образцы-имплантаты в виде пластин и винтов, изготовленные из ультрамелкозернистого титана Grade 4, обладают более высокими механическими

свойствами, по сравнению с образцами-имплантатами из крупнозернистого титана. Пластины из ультрамелкозернистого титана выдерживают нагрузку в 3,5 раза выше, чем пластины из крупнозернистого титана при растяжении; пластины из ультрамелкозернистого титана выдержали число циклов нагружения до разрушения в 2,8 больше, чем пластины из крупнозернистого титана при усталостных испытаниях; крутящий момент, приводящий к разрушению винтов из ультрамелкозернистого титана, в 1,2 раза выше, чем крутящий момент винтов из крупнозернистого титана.

– Использование ультрамелкозернистого чистого титана Grade 4 в качестве имплантатов для челюстно-лицевой хирургии, а также модифицирование поверхности методом химического травления, способствует наилучшему процессу остеоинтеграции при комплексных *in vivo* исследованиях.

### **Обоснование выбранной специальности и отрасли науки диссертации**

Диссертация соответствует паспорту научной специальности 2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы, при этом работа соответствует следующим пунктам паспорта:

п.п. 1.1. «Технологические и экспериментальные исследования процессов получения наноматериалов и их обработки, в том числе посредством формирования наноструктур на подложках, объёмного модифицирования расплавов, интенсивной пластической деформации, консолидации нанопорошков, модифицирования поверхности материалов, облучения ускоренными частицами, термической и термомеханической обработки; разработка технологий и оборудования»;

п.п. 1.2 «Исследование влияния наноразмерных элементов структуры на свойства наноматериалов»;

п.п. 1.3 «Исследование фазовых равновесий, фазовых переходов, поверхностных явлений в наноматериалах»;

п.п. 1.5 «Исследование взаимосвязи химического и фазового составов, структурного состояния с физическими, механическими, химическими, технологическими, эксплуатационными и другими свойствами наноматериалов».

**Отрасль науки** – технические науки, поскольку приведенные результаты исследований представляют собой научно-прикладные сведения о влиянии нанодисперсных частиц вторых фаз технически чистого титана Grade 4 на его механические свойства.

### **Полнота изложения материалов диссертации**

По теме диссертации опубликовано 7 научных работ, в том числе 5 статей опубликовано в рецензируемых журналах из списка ВАК РФ и 1 статья в журнале, индексируемом в Scopus и Web of Science. Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных автором, достаточная.

### **Статьи в научных изданиях, включенных в перечень ВАК РФ:**

1. Резяпова Л.Р. 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. (2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы).

2. Резяпова, Л.Р. 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. (2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы).

3. Усманов, Э.И. Влияние термообработки на микроструктуру и микротвердость титана Grade 4, подвергнутого ИПДК / Э.И. Усманов, Л.Р. Резяпова, Р.Р. Валиев // Вестник Уфимского государственного авиационного технического университета, 2021. – Т. 25. – № 3(93). – С. 3-9.

4. Валиев Р.З. 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.

5. Усманов, Э.И. 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.

### **Другие публикации по теме диссертации:**

1. Klevtsov, G.V. 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. (Scopus, WoS, Q2).

2. Резяпова, Л.Р. Влияние термообработки на деформированный технически чистый титан / Л.Р. Резяпова, Р.Р. Валиев, Е.В. Сафронова // Молодежный вестник УГАТУ. – 2020. – №1 (22). – С. 120-123.

**Диссертация «Механические свойства и биосовместимость наноструктурного титана Grade 4 для медицинских применений» соответствует п. 14 Положения о присуждении ученых степеней:**

– отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем ученой степени работах, в которых изложены основные научные результаты диссертации;

– соискатель ссылается на авторов и источники заимствования.

Диссертация «Механические свойства и биосовместимость наноструктурного титана Grade 4 для медицинских применений» Резяповой Луизы Рустамовны. рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы.

**Заключение принято на заседании** кафедры «Материаловедения и физики металлов» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Уфимский университет науки и технологий» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Присутствовало на заседании 40 человек, из них докторов наук 9 чел.

Результаты голосования: «за» – 40 человек, «против» – нет, «воздержалось» – нет.

Протокол №15 от «29» июня 2023 г.

Д.т.н., профессор,  
заведующий кафедрой МиФМ



Е.В. Парфенов