

«Утверждаю»

Зам. директора Федерального
государственного бюджетного
учреждения науки

Институт металлургии и материаловедения
им. А.А. Байкова Российской академии наук,

К.Т.Н.

И.О. Банных

«19» ноября 2020 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации

на диссертационную работу Коробковой Анастасии Анатольевны

**«Функциональные свойства сверхупругих сплавов на основе Ti-Zr для
внутрикостных имплантатов»**, представленную на соискание ученой степени кандидата
технических наук по специальности **05.16.09 – «Материаловедение (металлургия)»**

Актуальность темы диссертационной работы

В настоящее время, несмотря на большие достижения в области медицинского материаловедения, актуален вопрос создания костных имплантов, полностью совместимых с живым организмом. Во-первых, материал должен состоять из биосовместимых компонентов, не вызывающих отрицательной реакции организма; также важно, чтобы материал был устойчив к воздействию весьма агрессивной среды человеческого организма в условиях длительной эксплуатации. Во-вторых, известно, что по своим механическим характеристикам имплантаты должны быть как можно ближе к живой ткани, в противном случае нарушается естественный рост и развитие костной ткани.

В целом, указанным требованиям удовлетворяют широко применяемые в медицине сплавы на основе титана. Особое место среди этих материалов занимает никелид титана – сплав с эффектом сверхупругости, которые делают его схожим по деформационному поведению с костной тканью; в то же время, никель является токсичным элементом. В настоящее время разрабатываются сверхупругие титановые сплавы, не содержащие никель, например, Ti- Zr-Nb,Ta.

Также важным является создание и изучение нового класса металлических материалов с заданной пористостью для замещения дефектов губчатой костной ткани.

В диссертационной работе А.А. Коробковой изучены функциональные свойства материалов на основе сплава Ti-Zr. Таким образом, работа является в высокой степени актуальной.

Основные результаты работы были представлены и обсуждены на российских и международных научных конференциях, и симпозиумах. Основное содержание работы отражено в 24 печатных работах, из них 8 статей в изданиях, рекомендованных ВАК и входящих в международные базы данных «Scopus» или «Web of Science», 1 патента РФ и 4 ноу-хау.

Структура и основное содержание диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав и основных выводов. Работа изложена на 124 страницах машинописного текста, содержит 81 рисунок, 21 таблицу, список использованных источников из 158 наименований отечественных и зарубежных авторов, 1 приложение.

Во **введении** описана актуальность работы, сформулированы задачи, которые необходимо выполнить для реализации поставленной в исследовании цели. Представлены научная новизна и практическая ценность работы, методология и методы исследования, положения, выносимые на защиту, и апробация работы.

Первая глава посвящена аналитическому обзору литературы по металлическим биоматериалам на основе титана для костных имплантатов. Особое внимание уделяется титановым сплавам с эффектом памяти формы (СПФ) и сверхупругости, в частности СПФ на основе Ti-Nb и Ti-Zr. Показано, что при помощи термомеханической обработки (ТМО) возможно эффективно управлять структурой, механическими свойствами и функциональными свойствами СПФ.

Обоснован выбор композиций сплавов, а также актуальность применения пористых материалов для создания имплантатов. Показано, что данные материалы будут обладать повышенной коррозионной стойкостью и биомеханической совместимостью.

Во **второй главе** описаны изучаемые материалы, способы их получения и дальнейшая термомеханическая обработка.

Описаны методики исследования структуры и фазового состава, механических и функциональных свойств, характеристики поверхности и коррозионных испытаний в модельном биологическом растворе. Приведена методика расчета кристаллографического направления, соответствующего максимальной деформации решетки при мартенситном превращении.

В **третьей главе** представлены результаты изучения зеренной структуры и фазового анализа сплавов, механических функциональных испытаний на воздухе и в растворе и коррозионных испытаний. Было выявлено, что сверхупругий сплав Ti-18Zr-15Nb после термомеханической обработки, включающей холодную прокатку со степенью

истинной деформации $\epsilon=0,3$ и последеформационный отжиг при температуре 600 °С (30 минут) обладает наилучшим комплексом биомеханических и биохимических характеристик.

Четвертая глава посвящена возможности управления внутренней и внешней пористой структуры пеноматериалов полученных методом удаляемого порообразователя. Была разработана методика механохимической резки пеноматериалов на основе сплава Ti-Zr с заполнением пор модельным воском, позволяющая избежать замятия поверхностного слоя, нарушения и загрязнения его пористой структуры продуктами резки. Показано, что динамическое химическое протравливание с помощью 1М-3М раствора HCl позволяет контролируемо повышать пористость и проницаемость пеноматериалов с увеличением времени протравливания на 10-20% и 130-180%, соответственно.

Диссертационная работа заканчивается выводами и списком использованных источников.

Наиболее важными результатами диссертационной работы, обуславливающую ее **научную новизну** являются:

1. Установлена повышенная функциональная долговечность сплавов на основе Ti-Zr в ходе механического циклирования в растворе Хэнкса по сравнению с медицинским титаном.
2. Установлена связь химического состава сверхупругих сплавов на основе Ti-Zr с их функциональной усталостной долговечностью в растворе Хэнкса и на воздухе: замена Nb на Ta в сплаве Ti-18Zr-14Nb, а также добавление к нему Nb повышает количество циклов до разрушения в режиме сверхупругого циклирования. Указанная связь долговечности с химическим составом объяснена различиями в совершенстве сверхупругого поведения, обусловленными различным положением температуры начала мартенситного превращения относительно температуры испытания разных сплавов.
3. Установлена зависимость изменения свойств пеноматериалов от параметров динамического химического протравливания раствором соляной кислоты. При этом пористость пеноматериала на основе сплава Ti-22Nb-6Zr увеличивается быстрее, чем пористость пеноматериала на основе Ti-18Zr-14Nb, у которого обнаружено повышенное содержание в оксидной плёнке циркония, устойчивого к воздействию данной кислоты.

Практическая значимость работы заключается в создании устройства для изучения коррозионно-усталостного поведения металлов и сплавов в условиях, имитирующих их применение. Также был рекомендован сплав и пеноматериал для создания различных имплантатов и предложен новый способ механохимической обработки пеноматериалов.

Предложенный сплав Ti-18Zr-15Nb после ТМО в диссертационной работе использован при производстве прототипов балок для системы траспедикулярной

фиксации позвоночника в ООО «КОНМЕТ».

Достоверность результатов, полученных в диссертации А.А. Коробковой, обеспечивается большим объемом данных, полученных при помощи современного испытательного оборудования, применением известных методов обработки, не противоречием экспериментальных результатов современным теоретическим представлениям. Все научные положения, выводы и заключения, представленные в диссертационной работе, являются обоснованными и достоверными.

Диссертант А.А. Коробкова успешно представила результаты диссертационной работы в нашей организации и дала исчерпывающие ответы на все заданные вопросы.

Рекомендации по использованию результатов диссертации

Научные результаты, полученные в диссертации, и основные положения, выносимые на защиту, могут быть использованы при производстве широкого спектра костных имплантатов, практического применения, а также в качестве учебного материала в курсах лекций по металловедению и термической обработке металлов и сплавов.

Замечания по диссертационной работе:

По диссертационной работе можно сделать следующие замечания:

1. Выбор единообразной термомеханической обработки сплавов на основе Ti-Zr не обоснован.
2. Т.к. данные изделия в дальнейшем планируется использовать для медицины, то важным функциональным свойством является исследование его биохимической совместимости *in vitro*, но данный вопрос не был изучен в работе.
3. В работе имеются грамматические, орфографические и пунктуационные ошибки.

Сделанные замечания не влияют на общее положительное заключение по диссертации.

Заключение

Диссертация А.А. Коробковой является законченной научно-квалификационной работой, в которой получены новые результаты, имеющие как научную, так и практическую значимость. Она соответствует специальности 05.16.09 – Материаловедение (металлургия). Диссертационная работа написана в хорошем стиле и оформлена в полном соответствии с установленными требованиями. Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, опубликованы в восьми статьях в рецензируемых журналах из перечня ВАК и баз данных Scopus и Web of Science, а также доложены на российских и международных научных конференциях и симпозиумах. По результатам работы получено 4 ноу-хау и 1 патент. Автореферат и публикации соответствуют содержанию диссертации.

Диссертационная работа А.А. Коробковой соответствует всем требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Анастасия Анатольевна Коробкова заслуживает присуждения степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 – Материаловедение (металлургия).

Настоящий отзыв обсужден и утвержден на совместном заседании лаборатории металловедения цветных и легких металлов ИМЕТ РАН и лаборатории пластической деформации металлических материалов ИМЕТ РАН «19» ноября 2020 года. Протокол заседания № 45.

Зам. зав. лабораторией металловедения
цветных и легких металлов,
д.т.н., профессор



Л.Л. Рохлин

Докторская диссертация защищена по специальности 05.16.01 «Металловедение и термическая обработка металлов».

Зав. лабораторией пластической
деформацией металлических материалов,
д.т.н.



В.С. Юсупов

Докторская диссертация защищена по специальности 05.16.05 «Обработка металлов давлением».

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук

119334, г. Москва, Ленинский проспект, 49 / тел.: +7 (499) 135-20-60

rokhlin@imet.ac.ru - Рохлин Лазарь Леонович (+7 (499) 1358660)

vysusupov@mail.ru – Юсупов Владимир Сабитович (+7 (499) 1358651)

ibannykh@imet.ac.ru – Банных Игорь Олегович (+7 (499) 1357792)