

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию Шереметьева Вадима Алексеевича «Стабильность структуры и функциональных свойств термомеханически обработанных биосовместимых сплавов Ti-Nb-Zr и Ti-Nb-Ta с памятью формы», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Актуальность диссертационной работы.

В последние годы особое внимание исследователей в области материаловедения привлечено к решению проблемы повышения эксплуатационных свойств биосовместимых металлических материала для имплантатов, которые активно используются, например, в стоматологии и ортопедии. Потенциальные возможности использования данного класса материалов в настоящее время до конца не реализованы из-за сложностей связанных с биомеханической совместимостью металлических имплантатов и костной ткани, а также из-за токсического влияния некоторых химических элементов на организм человека, например, никеля. Возможным выходом из данной ситуации является использование в качестве материалов для имплантатов сплавов безникелевых систем Ti-Nb-Ta и Ti-Nb-Zr с эффектом памяти формы. В связи с вышесказанным диссертационная работа В.А. Шереметьева, посвященная систематическим исследования влияния термомеханически обработки (ТМО) на структурно-фазовый состав и физико-механические характеристики сплавов Ti-Nb-Zr и Ti-Nb-Ta, обладает **новизной и актуальностью.**

Структура и основное содержание диссертационной работы.

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, выводов и списка цитируемой литературы, включающего 122 источника.

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель и задачи исследования, обоснована научная новизна и практическая значимость полученных результатов, приведены положения, выносимые на защиту.

В первой главе диссертации представлен литературный обзор, в котором подробно рассмотрены современные металлические имплантаты, определены их достоинства и недостатки и указаны предъявляемые к ним требования. На основании литературных данных предложены оптимальные режимы ТМО сплавов Ti-Nb-Zr и Ti-Nb-Ta для достижения наилучшего комплекса функциональных свойств.

Во второй главе диссертации подробно описаны материалы исследования, технология их обработки, а также методики структурного анализа и изучения ряда физико-механических характеристик. Важно отметить, что в работе очень удачно выбраны сплавы для исследования. Были выбраны два сплава Ti-Nb-Ta (TNT) и Ti-Nb-Zr (TNZ) с эффектом памяти формы без никеля, т.к. никель оказывает токсическое действие на организм человека. Для сравнения функциональных свойств, которые были получены в сплавах TNT и TNZ в результате ТМО, был выбран сплав Ti-Ni (TN) и технически чистый титан Ti-Grade 4, которые широко используются в качестве имплантатов в медицине. Важным достоинством работы следует признать высококвалифицированное использование современных методов структурного анализа (просвечивающая и сканирующая электронная микроскопия, рентгеноструктурный анализ) и широкого спектра методов изучения физико-механических характеристик (усталостные и функциональные циклические испытания, динамическое индентирование, скреч-тестинг, трибологические испытания, определение краевого угла смачивания, метод «шар шлиф» для определения толщины покрытия и профилометрия).

В третьей главе диссертации описаны основные экспериментальные результаты по влиянию повторных функциональных механических

циклических испытаний по схеме «деформация-разгрузка» с промежуточными выдержками 40 и 365 дней на стабильность структуры и характеристик сверхупругого поведения сплавов TNT и TNZ, обработанных по различным режимам ТМО. При 1-ой серии циклических механических испытаний величины модуля Юнга у сплавов TNT и TNZ уменьшается, приближаясь к модулю Юнга плотной костной ткани (25–30 ГПа); у сплава TNT он систематически ниже, чем у сплава TNZ. Достигнутая в 1-ой серии испытаний и при выдержки 40 дней величина модуля Юнга у сплава TNZ стабильна при последующих механических циклических испытаний с промежуточной выдержкой 365 дней в отличие от сплава TNT. Показано, что постдеформационной отжиг (ПДО) при 600 °С, 30 мин приводит к формированию оптимальной наносубзеренной дислокационной субструктуры β -фазы в сплавах TNT и TNZ, что обеспечивает стабилизацию структурного состояния и наименьшее стабильное значение модуля Юнга в сплаве TNZ.

В четвертой главе диссертации представлены результаты экспериментальных исследований по влиянию механоциклирования в условно-упругой области на усталостное поведение и стабильность его характеристик, а также на структурные изменения в сплаве TNZ. Обнаружено, что максимальная долговечность при усталостных испытаниях в условно-упругой области ($\varepsilon_c=0,2\%$) наблюдается при сохранении в сплаве TNZ сильного деформационного наклепа. Наибольшая функциональная долговечность при переходе в область сверхупругих деформаций возникает при формировании в β -фазе наносубзеренная субструктуры. Автор резонно связывают наблюдаемое повышение функциональных свойств с увеличением вклада механизма сверхупругости в процесс деформации.

В пятой главе систематически исследован фазовый состав и физико-механические свойства поверхностного оксидного слоя в сплавах TNT и TNZ, сформированного при различных режимах ПДО. Автор диссертации обнаружил, что когезионная прочность оксидного слоя на поверхности

сплавов TNT и TNZ растет с увеличением температуры отжига в интервале температур 500-900 °С. Сформированный в сплавах TNT и TNZ в ходе ТМО поверхностный слой является наиболее гидрофильным и обладает более высокой износостойкостью в сравнении с характеристиками поверхности технически чистого титана и сплава Ti-Ni.

В конце работы представлены основные выводы, которые достаточно обоснованы и непосредственно вытекают из приведенных в диссертации результатов исследований и их корректного анализа.

Наиболее значимые результаты работы.

Для достижения поставленных в работе целей диссертантом был решен целый ряд экспериментальных задач с привлечением современных методов экспериментальных исследований. К наиболее важным и оригинальным результатам, а также практически значимым достижениям, полученным в диссертационной работе, на мой взгляд, следует отнести следующее:

1. Показано, в сплаве Ti-Nb-Zr формирование наносубзеренной дислокационной субструктуры β -фазы обеспечивает наибольшую стабильность структурного состава и физико-механических характеристик при различных режимах механоциклирования.
2. Установлено, что создание на поверхности сплавов Ti-Nb-Zr и Ti-Nb-Ta оксидного слоя позволяет значительно повысить износостойкость и гидрофильность поверхности по сравнению с поверхностью технически чистого титана и сплава Ti-Ni.
3. Выявлено, что в СПФ на основе систем Ti-Ni и Ti-Nb существует зависимость кристаллографического ресурса обратимой деформации от дефектности решетки высокотемпературной фазы.

Достоверность полученных результатов,

Достоверность результатов, полученных в диссертационной работе, обоснованность выводов и научных положений, выносимых на защиту, не вызывает сомнений, так как они обеспечены корректной постановкой задачи, использованием комплекса современных высокоэффективных методов структурных исследований и изучения физико-механических характеристик. Полученные результаты грамотно статистически обработаны и нашли свою трактовку в рамках современных достижений металловедения и теории термической обработки. Научные результаты работы нашли свое практическое применение при изготовлении прутковых заготовок для дентальных имплантатов в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ».

Замечания по диссертационной работе.

В качестве замечаний по диссертации можно отметить следующее:

1. В главе 5 автор методом рентгеноструктурного анализ с использованием CuK_α излучения исследует фазовый состав поверхностного оксидного слоя. При этом автор не указывает значение глубины проникновения рентгеновского излучения в образец. В итоге возникает вопрос, при изучении фазового состава поверхности вид рентгеновских спектров, определяется дифракционными линиями только от оксидного слоя или еще и от металлической основы.

2. К сожалению, в работе не изучена микроструктура поверхностного оксидного слоя, что могло бы также пролить свет на причины изменения механических характеристик поверхности исследуемых сплавов.

3. В работе автор исследует эволюцию структуры β -фазы методом рентгеноструктурного анализ и определяет ширину рентгеновских линий. При этом уширение рентгеновской линии автор связывает исключительно с увеличением плотности дислокаций, не учитывая вклад в уширение линии связанное с изменением размера зерна. Вместе с тем, при обсуждении

результатов необходимо иметь в виду, что, по крайней мере, оба этих фактора могут оказывать влияние на изменение ширины рентгеновской линии.

4. В работе имеется ряд ошибок при оформлении подписей к рисункам, например, два разных рисунка имеют один и тот же порядковый номер на стр. 76 и 77 (рис. 36), а также на стр. 33 и 80 (рис. 10). В списке литературы у ссылок 14, 27, 67 68, 104 и 121 не указаны страницы, а у ссылки 36 отсутствует год публикации.

Сделанные замечания не снижают общей достаточно высокой оценки диссертационной работы, которая выполнена на высоком научно-методическом уровне.

Общая оценка диссертационной работы.

По объему, оригинальности полученных результатов, их достоверности, научной новизне и практической значимости диссертационная работа «Стабильность структуры и функциональных свойств термомеханически обработанных биосовместимых сплавов Ti-Nb-Zr и Ti-Nb-Ta с памятью формы» удовлетворяет всем требованиям ВАК РФ, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – металловедение и термическая обработка металлов и сплавов. Диссертация написана четким, грамотным, физически корректным языком, оформлена в полном соответствии с установленными требованиями. Содержание диссертации отражено в многочисленных публикациях в рецензируемых отечественных и зарубежных периодических изданиях, материалах и трудах конференций. Автореферат полно и правильно отражает содержание диссертации.

Диссертационная работа В.А. Шереметьева соответствует паспорту специальности 05.16.01 – металловедение и термическая обработка металлов и сплавов и в целом «Положению о порядке присуждения ученых степеней».

Считаю, что Вадим Алексеевич Шереметьев заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Старший научный сотрудник
ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»,
кандидат физико-математических наук



Р.В. Сундеев

“Подпись Р.В. Сундеева заверяю”

Ученый секретарь
ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»,
кандидат технических наук



Т.П. Москвина

Москва 105005, ул. Радио 23/9, стр. 2
(495) 777-93-50
sundeev55@yandex.ru