УТВЕРЖДАЮ:
Ректор НИУ «БелГУ»,
доктор политических наук, профессор
_____ О.Н. Полухин
«02»марта 2020 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Окулова Артема Владимировича «Прочные низкомодульные сплавы на основе систем Ti-Zr, Ti-Hf, Ti-Nb, Ti-Fe и Ti-Ni для биомедицинского применения», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Актуальность темы диссертации

В классе полифункциональных биомедицинских материалов особо важное место занимают низкомодульные титановые сплавы, обладающие комплексом чрезвычайно важных характеристик: высокими прочностными и пластическими свойствами, коррозионной стойкостью, биосовместимостью и рядом других. Вместе с благоприятными физико-механическими характеристиками, сплавы на основе титана обладают довольно большой жесткостью (более высоким модулем Юнга) по сравнению с характеристиками кости. Данное несоответствие приводит к эффекту «экранирования напряжения», вызывающему резорбцию кости вокруг имплантата и, следовательно, его дезинтеграцию. Для сохранения высокой прочности и одновременного уменьшения модуля Юнга сплавов на основе титана,автором был использован разработанный в последние годы метод деаллоинга в жидком Mg, позволяющий получать прочные микропористые материалы.С помощью метода деаллоинга были получены микропористые бинарные сплавыTi-Zr, Ti-Hf, Ti-Nb и Ti-Fe(обобщенно обозначенные как$Ti_x(Zr/Hf/Nb/Fe)_{100-x}$) и металл-полимерные композиты на их основе $Ti_x(Hf/Nb/Fe)_{100-x}$, пропитанные полимером BPF. Кроме того, для сравнения физико-механических свойств в работе был получен ряд объемных сплавов на основе Ti-Ni.

Структура и основное содержание диссертационной работы

Диссертационная работа А.В. Окулова состоит из введения, шести глав, заключения и списка литературы. Всего в диссертации 139 страниц, в том числе 11 таблиц и 9 формул. Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель и задачи исследования, их связь с научными программами, описан личный вклад автора, показаны научная новизна, практическая и теоретическая значимость, а также степень достоверности полученных результатов. Основное содержание диссертации представлено в 4 научных публикациях в рецензируемых журналах, входящих в перечень ВАК, а также в 5 тезисах докладов в материалах российских и международных конференций.

В первой главе диссертации выполнен аналитический обзор литературы. В нем подробно рассмотрены различные физико-механические свойства и области применения биоматериалов, а также перечислены основные требования к ним. Подробно описаны особенности структуры, фазовых превращений и влияния легирования на полиморфное превращение в сплавах на основе Ti-Ni. Кроме того, приведены примеры микроструктур и рентгенограмм бинарных титановых сплавов систем Ti-Zr, Ti-Hf, Ti-Nb и Ti-Fe, аналогичных по составу с полученными в настоящей работе. Основное внимание уделено рассмотрению

используемого в настоящей работе методу – деаллоингу, показаны его разновидности. В конце главы сформулированы цель и задачи исследования.

Во второй главе представлены используемые материалы для изготовления из них сплавов-предшественников $(Ti_x(Zr/Hf/Nb/Fe)_{100-x})_yCu_{100-y}$ и сплавов на основе Ti-Ni. Показано, что в качестве образцов для исследования были синтезированы микропористые сплавы на основе систем $Ti_x(Zr/Hf/Nb/Fe)_{100-x}$ из сплавов-предшественников методом деаллоинга в жидком Mg, и металл-полимерные композиты на основе $Ti_x(Hf/Nb/Fe)_{100-x}$, полученные посредством пропитки микропористых сплавов эпоксидной смолой (BPF). Для сравнения был выплавлен ряд объемных сплавов на основе Ti-Ni.

В третьей главе исследовано влияние параметров деаллоинга (времени и температуры), а также химического состава (содержания Cu и Zr) сплавов-предшественников $(Ti_xZr_{100-x})_yCu_{100-y}$ на микроструктуру, фазовый состав и механические свойства синтезированных микропористых образцов Ti_xZr_{100-x}.

Четвертая глава посвящена изучению влияния микроструктуры на механические свойства микропористых сплавов системы Ti_xHf_{100-x}, синтезированных методом деаллоинга в жидком Mg из соответствующих сплавов-предшественников $(Ti_xHf_{100-x})_yCu_{100-y}$, а также металл-полимерных композитов на их основе, полученных посредством пропитки вышеперечисленных пористых сплавов полимером BPF.

В пятой главе уделено внимание комплексному изучению влияния параметров деаллоинга на микроструктуру и механические свойства микропористых сплавов Ti_xNb_{100-x}, Ti_xFe_{100-x} и металл-полимерных композитов на их основе. Показано, что изменение параметров процесса деаллоинга позволяет контролировать формирование фаз и микроструктуру получаемых материалов. Кроме того, обнаружено, что реструктуризация материалов в процессе деаллоинга, сопровождаемая фазовыми превращениями, приводит к изменению объема образцов – усадке. Значения усадки полученных сплавов достигают нескольких десятков процентов.

В шестой главе исследовано влияние легирования никелем, железом и медью сплавов на основе Ti-Ni с эффектами памяти формы (ЭПФ) на их микроструктуру, фазовые превращения и требуемые биомедицинские физико-механические характеристики.

Выводы, в которых сформулированы основные результаты работы, завершают диссертационную работу.

Научная новизна результатов диссертационной работы

В работе получен ряд новых и важных научных результатов. К наиболее существенным относятся следующие:

1. Разработаны и синтезированы методом деаллоинга в жидком магнии конструкционные материалы нового класса: прочные низкомодульные микропористые бинарные сплавы систем $Ti_x(Zr/Hf/Nb/Fe)_{100-x}$ и металл-полимерные композиты на основе $Ti_x(Hf/Nb/Fe)_{100-x}$.

2. Установлено влияние химического состава сплавов-предшественников $(Ti_x(Zr/Hf/Nb/Fe)_{100-x})_yCu_{100-y}$ и параметров процесса деаллоинга (времени и температуры) на фазовый состав, микроструктуру и физико-механические свойства полученных микропористых сплавов.

3. Определены зависимости механических свойств синтезированных микропористых сплавов $Ti_x(Zr/Hf/Nb/Fe)_{100-x}$ от их микроструктуры, фазового и химического состава, а также их пропитки полимером BPF.

4. Установлено, что микропористые сплавы $Ti_x(Zr/Hf/Nb/Fe)_{100-x}$ и металл-полимерные композиты на основе $Ti_x(Hf/Nb/Fe)_{100-x}$ обладают высокими значениями предела текучести

(72–480 МПа), значительно превышающими предел текучести кортикальной кости (50–150 МПа), и низкими значениями модуля Юнга (3–21 ГПа), которые сопоставимы с их значениями для костной ткани (4–30 ГПа).

Теоретическая и практическая значимость результатов диссертационной работы

Установленные в работе закономерности влияния химического состава сплавов-предшественников $(Ti_x(Zr/Hf/Nb/Fe)_{100-x})_yCu_{100-y}$ и параметров процесса деаллоинга (времени и температуры) на фазовый состав, микроструктуру и физико-механические свойства позволили разработать новый класс прочных низкомодульных микропористых материалов $Ti_x(Zr/Hf/Nb/Fe)_{100-x}$ и заложили научные основы для их дальнейшего теоретического изучения и практического применения. Автором получены микропористые сплавы $Ti_x(Zr/Hf/Nb/Fe)_{100-x}$ и металл-полимерные композиты на основе систем $Ti_x(Hf/Nb/Fe)_{100-x}$ с высокими значениями предела текучести (72–480 МПа) и низкими значениями модуля Юнга (3–21 ГПа), что дает возможность использовать данные материалы для разработки, изготовления и последующего биомедицинского применения. В соответствии с полученными данными по упругим и механическим характеристикам изученные высокопрочные низкомодульные сплавы на основе Ti-Ni могут быть использованы в качестве медицинского инструмента с эффектом памяти формы или сверхупругих имплантатов.

Замечания по диссертационной работе

1. Из текста диссертации не вполне понятно, почему происходит увеличение толщины лигаментов в ходе повышения температуры или времени деаллоинга. Как эти параметры влияют на механические свойства пористых образцов?

2. В главе 5 отсутствуют данные об объемной доле пор в исследованных сплавах, как это было в главах 3 и 4.

3. В главах 3–5 указывается на сохранение в полученных с помощью деаллоинга сплавах определенного количества меди, но нет никаких комментариев как ее присутствие может отразится на биосовместимости.

4. Связь фазового состава сплава TiNb с параметрами деаллоинга не вполне очевидна и может быть связана с разной скоростью охлаждения с температуры деаллоинга. Информации о скорости охлаждения в диссертации обнаружено не было.

5. Как и почему изменяется механизм деформации композитов, пропитанных BPF (стр. 113 диссертации)?

Сделанные замечания не снижают ценности полученных результатов и никак не влияют на общую положительную оценку рассматриваемой работы.

Общая оценка диссертационной работы

В целом диссертационная работа А.В. Окулова «Прочные низкомодульные сплавы на основе систем Ti-Zr, Ti-Hf, Ti-Nb, Ti-Fe и Ti-Ni для биомедицинского применения» представляет собой завершенную научно-квалифицированную работу, в которой получены важные теоретические и экспериментальные результаты. Диссертация имеет все необходимые разделы, начиная от формулирования цели и постановки задач, а также методов их решения до получения экспериментальных данных, их анализа, выводов и практических рекомендаций. Основные положения и результаты проведенных исследований обсуждались на международных и всероссийских конференциях, и опубликованы в высокорейтинговых журналах. Автореферат диссертации в полной мере отражает содержание работы.

Заключение

Считаем, что диссертационная работа «Прочные низкомодульные сплавы на основе систем Ti-Zr, Ti-Hf, Ti-Nb, Ti-Fe и Ti-Ni для биомедицинского применения» соответствует всем требованиям пункта 9 Положения «О присуждении ученых степеней» ВАК Министерства науки и высшего образования РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Окулов Артем Владимирович достоин присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Диссертация, автореферат диссертации и отзыв обсуждены на заседании кафедры материаловедения и нанотехнологий института инженерных и цифровых технологий ФГАОУ ВО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет» 05 февраля 2020 г, протокол № 7

И. о. зав. кафедрой материаловедения
и нанотехнологий института инженерных и
цифровых технологий ФГАОУ ВО НИУ «БелГУ»,
кандидат физико-математических наук — Марина Сергеевна Тихонова
(01.04.07 Физика конденсированного состояния) — «21» февраля 2020 г.

Профессор кафедры материаловедения
и нанотехнологий института инженерных и
цифровых технологий ФГАОУ ВО НИУ «БелГУ»,
доктор технических наук — Сергей Валерьевич Жеребцов
(05.16.01 Металловедение и термическая
обработка металлов и сплавов) — «21» февраля 2020 г.

Почтовый адрес: 308015, г. Белгород, ул. Победы, 85
Тел.: +7(4722) 30-12-11
E-mail: info@bsu.edu.ru

Личную подпись удостоверяю
Документовед управления по развитию персонала и кадровой работе

С отзывом ознакомлен
Окулов А.В.
05.03.2020

Сведения о ведущей организации

по диссертации Окулова Артема Владимировича «Прочные низкомодульные сплавы на основе систем Ti-Zr, Ti-Hf, Ti-Nb, Ti-Fe и Ti-Ni для биомедицинского применения» на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Полное наименование организации в соответствии с Уставом	Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет».
Сокращенное наименование организации в соответствии с Уставом	ФГАОУ ВО НИУ «БелГУ»
Тип организации	Образовательное учреждение
Ведомственная принадлежность	Министерство науки и высшего образования Российской Федерации (Минобрнауки России)
Адрес с указанием индекса	308015, г. Белгород, ул. Победы, д. 85
Контактный телефон	тел.: +7(4722) 30-12-11; факс: +7(4722) 30-12-13
Адрес электронной почты	e-mail: info@bsu.edu.ru
Веб-сайт	www.bsu.edu.ru

Список основных публикаций работников ведущей организации (по теме диссертации соискателя) в рецензируемых научных изданиях за последние 5 лет (не менее пяти)

1. Yurchenko, N.Y., Stepanov, N.D., Gridneva, A.O., Mishunin, M.V., Salishchev, G.A., Zherebtsov, S.V. Effect of Cr and Zr on phase stability of refractory Al-Cr-Nb-Ti-V-Zr high-entropy alloys// J. Alloys Compd. 2018. [V. 757]. P. 403-414
2. Sokolovsky V.S., Stepanov N.D., Zherebtsov S.V., Nochovnaya N.A., Panin P.V., Zhilyakova M.A., Popov A.A., Salishchev G.A. Hot deformation behavior and processing maps of B and Gd containing β-solidified TiAl based alloy// Intermetallics. 2018. [V. 94]. P. 138-151.
3. Klimova, M.V., Shaysultanov, D.G., Zherebtsov, S.V., Stepanov, N.D. Effect of second phase particles on mechanical properties and grain growth in a CoCrFeMnNi high entropy alloy// Mater. Sci. Eng. A. 2019. [V.748]. P. 228-235.
4. Klimova, M., Zherebtsov, S., Stepanov, N., Salishchev, G., Haase, C., Molodov, D.A. Microstructure and texture evolution of a high manganese TWIP steel during cryo-rolling// Mater. Charact. Elsevier. 2017. [V.132]. P. 20-30
5. Stepanov, N.D., Shaysultanov, D.G., Chernichenko, R.S., Ikornikov, D.M., Sanin,

V.N., Zherebtsov, S.V. Mechanical properties of a new high entropy alloy with a duplex ultra-fine grained structure// Mater. Sci. Eng. A. 2018. [V.728]. P. 54-62
6. Shaysultanov, D.G., Salishchev, G.A., Ivanisenko, Y.V., Zherebtsov, S.V., Tikhonovsky, M.A., Stepanov, N.D. Novel Fe36Mn21Cr18Ni15Al10 high entropy alloy with bcc/B2 dual-phase structure// J. Alloys Compd. 2017. [V. 705]. P. 756-763.

Список верен

Проректор по науке И.С. Константинов

(МП)