

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию  
Слезко Максима Юрьевича «Влияние модифицирования поверхности полиионным пучком на структуру и свойства изделий медицинского назначения из сплава ВТ1-0», представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение (технические науки)

### 1. Актуальность темы диссертационного исследования

Развитие дентальной имплантации и челюстно-лицевой хирургии связано с разработкой различных конструкций металлических имплантатов из титановых сплавов. При создании имплантатов важен выбор рационального материала для их изготовления.

Дентальные и челюстно-лицевые имплантаты в настоящее время изготавливаются из технически чистого титана (сплавы марок ВТ1-0 и ВТ1-00 по ГОСТу 19807–91). В зарубежной практике также находит применение титановый сплав Ti-6Al-4V. В России аналогом указанного сплава является сплав ВТ6.

Прочностные свойства указанного сплава достигаются за счет легирования алюминием и ванадием. Содержащийся в сплаве ВТ6 ванадий оказывает токсическое действие на биологические объекты. В силу отмеченного весьма актуальным вопросом становится повышение временного сопротивления технически чистого титана (сплавов ВТ1-0 и ВТ1-00). Повысить прочностные свойства сплавов ВТ1-0 и ВТ1-00 можно за счет процесса равноканального углового прессования, в результате которого в титановых сплавах формируется ультрамелкозернистая структура (УМЗ) с размером зерна в диапазоне 45–90 нм. Формирование УМЗ структуры позволяет повысить временное сопротивление (а также условный предел текучести) примерно в 1,5 раза.

Помимо прочностных свойств материала на характеристики работоспособности имплантатов из титановых сплавов и процессы остеоинтеграции важную роль играет состояние их поверхности. В настоящее время за счет модификации поверхности имплантатов решают следующие проблемы:

- улучшение антибактериальных свойств;
- повышение остеоинтеграции;
- повышение износостойкости.

Эти проблемы достаточно успешно решаются ионной имплантацией титановых сплавов, полученных по стандартной технологии с крупной зеренной (КЗ) структурой (350–800 нм).

Среди металлов антибактериальным действием обладают серебро и медь, особенно в виде наночастиц. Поэтому введение в поверхностный слой титанового имплантата наночастиц указанных металлов будет способствовать предотвращению развития микроорганизмов в области контакта имплантата и костной ткани и обеспечит профилактику бактериальных инфекций.

В связи с отмеченным выше весьма актуальным является создание покрытий внутреннего типа на поверхности имплантата из титанового сплава VT1-0, содержащих наночастицы меди и серебра, посредством ионной имплантации.

Имплантаты из титановых сплавов обладают высокими физико-химическими свойствами, среди которых особо следует отметить прочность, коррозионную стойкость, низкую плотность, обеспечивающие биосовместимость с живым организмом. Повышение эффективности процессов остеоинтеграции, которые важны для обеспечения прочности сцепления их с костной тканью, можно за счет формирования на их поверхности с наличием поверхностным микропор и танталсодержащих оксидных покрытий с электретным зарядом.

Однако, создание таких модифицированных поверхностей с повышенным комплексом функциональных свойств для материалов с УМЗ структурой и высокими механическими свойствами практически не рассмотрено.

Кроме того, материал дентального имплантата для выполнения своих функций должен выдерживать давление и обладать высоким сопротивлением к износу.

Целесообразность решения этих вопросов с более высоким уровнем качества определила выбор темы, формулировку цели, постановку задач и основные направления исследования. Изложенное выше подтверждает, что тема диссертационного исследования является актуальной и направлена на решение научно-практической задачи, имеющей важное народно-хозяйственное значение.

## **2. Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертационной работе**

Обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций не вызывает сомнений, поскольку содержит:

1. Результаты экспериментов по влиянию среднего размера зерна сплава VT1-0 на глубину проникания ионов металлов (меди и серебра) и на его износостойкость.

2. Влияние содержания меди и серебра в катоде Cu-Ag на глубину проникания имплантируемых ионов в сплав VT1-0 с различным средним размером зерна.

3. Экспериментально обоснованные режимы имплантации титанового сплава VT1-0 кластерными ионами аргона, способствующие формированию и вскрытию поверхностных микропор диаметром 95–150 мкм.

4. Результаты исследований влияния облучения мишени из наноструктурированного сплава VT1-0 ионами тантала на его износостойкость и коррозионную стойкость.

Общие выводы по диссертации доказывают положения, выносимые на защиту.

В первом выводе работы автором показано, что термомеханическая обработка, включающая прессование заготовки из титанового сплава ВТ1-0 в равноканальный ручей и последующей раскатки заготовки при варьировании температуры нагрева позволяет увеличить временное сопротивление с 410 МПа (ВТ1-0 в состоянии поставки) до 735 МПа, которая составила 85% от значения временного сопротивления прутка сплава ВТ6 (ГОСТ 26492–85). Это позволяет рекомендовать наноструктурированный титановый сплав ВТ1-0 (со средним размером зерна 51–85 нм) для изготовления имплантатов.

Во втором выводе работы автором отмечено, что трибологическими испытаниями при сухом трении выявлен более интенсивный износ наноструктурированного титанового сплава ВТ1-0 с размером зерна 51–85 нм по сравнению с образцами сплава с крупным зерном (765 нм) в одинаковых условиях испытаний.

В третьем выводе работы отмечено, что для предотвращения развития периимплантной инфекции в области контакта имплантата из титанового сплава ВТ1-0 и костной ткани целесообразна имплантация поверхности ионами серебра и меди. При одном и том же значении флюенса  $2,3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  глубина проникания серебра в УМЗ титановый сплав ВТ1-0 примерно в 1,5 раза (850 нм против 520 нм), хотя значение пиковой концентрации серебра меньше (28 ат.% против 56 ат.% для крупнозернистого сплава ВТ1-0).

В четвертом выводе работы установлено, что имплантация ионов меди и серебра в УМЗ титановый сплав ВТ1-0 со средним размером зерна 51–85 нм при флюенсе  $2,3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  способствует снижению массового износа при сухом трении примерно на 26–28%.

В пятом выводе работы построена регрессионная математическая модель, связывающая содержание серебра и меди в материале имплантера, величину флюенса облучения и средний размер зерна в структуре сплава ВТ1-0 с содержанием указанных элементов в ионно-легированном слое. Анализ регрессионной модели показал, что при содержании серебра в материале катода имплантера на уровне 12–18 масс. % рациональные значения флюенса имплантации находятся в диапазоне  $(5,5–28) \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  в ионно-легированном слое УМЗ титанового сплава ВТ1-0 содержание серебра и меди соответствует требуемым значениям 7–10 и 24–29 ат. % соответственно.

В шестом выводе работы экспериментально показано, что при имплантации поверхности мишени из сплава ВТ1-0 кластерными ионами аргона  $\text{Ar}(500)\text{с}$  флюенсом имплантации  $2,5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  достигается значительное снижение шероховатости поверхности. Увеличение значения флюенса облучения до  $7,5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  при направлении пучка кластерных ионов под углом 65–70° к нормали к поверхности мишени из титанового сплава ВТ1-0 сопровождается формированием рельефа с четко прослеживающимися поверхностными микропорами с большой степенью регулярности.

В седьмом выводе работы автором отмечено, что начиная с порогового значения флюенса облучения кластерными ионами аргона  $\text{Ar}(500) 9,2 \cdot 10^{16}$

см–2 происходит вскрытие крышек поверхностных микропор и формирование открытой пористости в поверхностном слое титановой мишени. Таким образом, создается топография поверхности мишени из титанового сплава BT1-0, с диаметром открытых микропор в диапазоне 9,5–11,2 мкм.

В восьмом выводе работы автором отмечено, что модифицирование поверхностного слоя УМЗ титанового сплава BT1-0 со средним размером зерна 51–85 нм танталом путем магнетронного распыления с последующим ионным перемешиванием в результате облучения ионами титана позволило повысить износостойкость по сравнению с неимплантированными образцами в 3–5 раз.

В девятом выводе работы автором отмечено, что повышение износостойкости УМЗ титанового сплава BT1-0 за счет введения в его поверхностный слой тантала можно связать с формированием в нем частиц оксида тантала Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, которые формируются при магнетронном распылении в атмосфере аргона с добавлением 1,6–2,3 об. % кислорода с образованием на поверхности титанового образца пластинчатых структур.

В десятом выводе работы автором указано, что им разработана комбинированная технология обработки поверхности дентальных имплантатов из наноструктурированного титанового сплава BT1-0 на основе магнетронного распыления тантала, имплантации кластерными ионами аргона и совместной имплантации ионов меди и серебра. В зависимости от схемы реализации комбинированной технологии возможно получение конечного продукта в виде имплантата: 1) с повышенной износостойкостью поверхности; 2) модифицированной серебром и медью поверхности для предотвращения возникновения периимплантантной инфекции на границе между имплантатом и костной тканью; 3) с сочетанием свойств по пунктам 1 и 2.

### 3. Научная новизна и достоверность

Научная новизна работы состоит в следующем:

1. Исследовано влияние параметров режима интенсивной пластической деформации на физико-механические свойства и средний размер зерна в сплаве BT1-0. Всестороннее изотермическое прессование (abc-прессование) с дополнительной многопроходной прокаткой при 300 °С позволяет уменьшить размер зерна до 51 нм и повысить предел прочности сплава с 415 МПа до 700–710 МПа при условном пределе текучести 440–450 МПа и относительном удлинении 12–14%.

2. Показано, что при имплантации ионов серебра с флюенсом  $2,3 \cdot 10^{18}$  см<sup>-2</sup> в титановый сплав BT1-0 с размером зерна 51 мкм формируется ионно-легированный слой толщиной 750–800 нм при суммарной максимальной концентрации внедренных элементов на уровне 25–28 ат.%. Имплантация сплава BT1-0 с размером зерна 765 нм с таким же значением флюенса облучения сопровождается снижением общей толщины ионно-легированного слоя до 450–520 нм при суммарной максимальной концентрации внедренных элементов 47–54 ат. %.

3. Выявлено формирование пористой структуры поверхности титановой подложки имплантата из сплава VT1-0 с размером пор 95–150 мкм при облучении кластерными ионами аргона с флюенсом до  $7,5 \cdot 10^{16}$  см<sup>-2</sup>. Показано, что начиная с порогового значения флюенса  $9,2 \cdot 10^{16}$  см<sup>-2</sup> происходит вскрытие крышек блистеров и образование пор в поверхности титановой подложки.

4. Показано, что введение в ионно-легированный слой наноструктурированного титанового сплава VT1-0 ионов тантала в количестве 3,2–5,3 ат.% за счет магнетронного распыления в атмосфере аргона с добавкой 2% кислорода и последующим ионным перемешиванием при облучении ионами титана с флюенсом  $(5,2–7,5) \cdot 10^{17}$  см<sup>-2</sup>, способствует повышению износостойкости и коррозионной стойкости наноструктурированного сплава VT1-0.

Достоверность и обоснованность полученных результатов обеспечиваются принятой методологией исследования, включающей в себя Результаты диссертационной работы в полном объеме получены на сертифицированном аналитическом оборудовании при использовании лицензионного программного обеспечения. Стандартные испытания и исследования проводились в соответствии с нормативной документацией (ГОСТ и ISO), которые действуют на территории Российской Федерации. Научные положения, выводы и рекомендации, сформулированные в диссертации, подтверждены теоретическими расчетами и экспериментальными данными.

#### **4. Оценка содержания работы**

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка цитируемой литературы (216 наименований), 3 приложений и содержит 237 страниц машинописного текста, в том числе 82 рисунка и 41 таблицу.

Автореферат диссертации представлен на 22 страницах и включает в себя общую характеристику работы, содержание работы, основные результаты работы и список основных работ, опубликованных автором по теме диссертации.

В главе 1 приведен анализ применяемых конструкций дентальных имплантатов из титановых сплавов.

В главе 2 приведено описание применяемого в исследованиях технологического и аналитического оборудования, а также методик проведения экспериментов.

В главе 3 рассмотрены результаты исследования влияния режимов интенсивной пластической деформации титанового сплава VT1-0 на его физико-механические свойства и средний размер зерна в структуре, а также результаты исследований глубины проникания ионов меди и серебра в титановый сплав в зависимости от условий имплантации.

В главе 4 представлены результаты исследований влияния имплантации кластерными ионами аргона на микрорельеф поверхности титанового имплантата.

В главе 5 приводятся результаты исследований влияния тантала на механические и коррозионные свойства ионно-легированного слоя сплава ВТ1-0 с различным средним размером зерна в структуре.

### **Замечания по работе:**

1. В первой главе приведен анализ применяемых конструкций дентальных имплантатов из титановых сплавов, но не указана причина выбора для исследований сплава конкретной марки ВТ1-0.

2. Во второй главе приведено описание применяемого в исследованиях технологического и аналитического оборудования, но не представлены данные об их поверке и сертификации.

3. В третьей главе рассмотрены результаты исследования влияния режимов интенсивной пластической деформации титанового сплава ВТ1-0 на его физико-механические свойства, но не указан параметр оптимизации данного процесса и основные действующие на него факторы.

4. В четвертой главе представлены результаты исследований влияния имплантации кластерными ионами аргона на микрорельеф поверхности титанового имплантата, но не отмечена практическая значимость полученных результатов.

5. В пятой главе приводятся результаты исследований влияния тантала на механические и коррозионные свойства ионно-легированного слоя сплава ВТ1-0 с различным средним размером зерна в структуре, но не отмечена при этом роль ионов серебра.

6. В заключении отсутствуют перспективы дальнейшего использования полученных результатов и их экономическая оценка.

Указанные замечания не снижают общей положительной оценки выполненной работы.

### **5. Заключение**

В целом диссертационная работа «Влияние модифицирования поверхности полиионным пучком на структуру и свойства изделий медицинского назначения из сплава ВТ1-0» является завершенной, хорошо оформленной, отличается достаточно глубокой проработкой и анализом теоретического и экспериментального материала, имеются необходимые иллюстрации и таблицы, комментирующие полученные автором результаты исследований.

На используемые заимствованные материалы приведены необходимые ссылки. Диссертация обладает внутренним единством, содержит новые научные результаты и положения, выдвигаемые для публичной защиты.

Автореферат диссертации отражает основное содержание работы. Диссертационная работа «Влияние модифицирования поверхности полиионным пучком на структуру и свойства изделий медицинского назначения из сплава ВТ1-0» по тематике, содержанию и результатам соответствует области исследования по 4. «Разработка физико-химических и физико-механических процессов формирования новых металлических, неметаллических и композиционных материалов, обладающих уникальными функциональными, физико-механическими, биомедицинскими, эксплуатационными и технологическими свойствами, оптимальной себестоимостью и экологической чистотой» паспорта научной специальности 2.6.17. Материаловедение (технические науки).

Диссертационная работа «Влияние модифицирования поверхности полиионным пучком на структуру и свойства изделий медицинского назначения из сплава ВТ1-0» соответствует требованиям п. 9...11, 13, 14 «Положение о порядке присуждения учёных степеней» Постановления Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 г. (ред. от 25.01.2024 г.), а ее автор, Слезко Максим Юрьевич, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение (технические науки).

Агеева Екатерина Владимировна

Профессор кафедры технологии материалов и транспорта Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Юго-Западный государственный университет», 305040, РФ, г. Курск, ул. 50 лет Октября, д. 94.

Ученая степень: доктор технических наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Ученое звание: доцент по специальности по специальности 2.6.17. Материаловедение.

E-mail: [ageeva-ev@yandex.ru](mailto:ageeva-ev@yandex.ru). Тел.: 8(910)310-33-36.

Подпись Агеевой Е.В.  
Удостоверяю Сермаха М.В.  
05.11.2024