

Федеральное государственное  
автономное образовательное  
учреждение высшего образования  
«Национальный исследовательский  
Томский государственный университет»  
(ТГУ, НИ ТГУ)

Ленина пр., 36, г. Томск, 634050  
Тел. (3822) 52-98-52, факс (3822) 52-95-85  
E-mail: rector@tsu.ru  
http://www.tsu.ru  
ОКПО 02069318, ОГРН 1027000853978  
ИНН 7018012970, КПП 701701001

Проректор по научной и  
вационной деятельности  
из.-мат. наук, профессор

А.Б. Ворожцов

23.11.2020

№ \_\_\_\_\_  
на № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

### ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу  
Тёммеса Александра

«Структура и свойства биосовместимых метастабильных сплавов Ti-Nb, полученных литьем в медные формы», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 – материаловедение (в машиностроении)

Развитие современной техники требует создания перспективных материалов, обладающих высокими эксплуатационными свойствами и новыми функциональными возможностями, которые, как правило, можно получить, только зная и регулируя параметры исходных материалов. Поэтому весьма актуальным представляется проведение исследований по разработке методических основ получения высокодисперсных материалов с высокими механическими свойствами. Одним из основных направлений при разработке титановых сплавов биомедицинского назначения является поиск тех из них, которые обладают минимальным модулем Юнга, близким к модулю Юнга костной ткани человека. В двухкомпонентных сплавах системы титан-ниобий при формировании однофазной метастабильной  $\alpha''$ -структуры возможно достичь чрезвычайно низкого модуля Юнга.

В этом отношении вопросы технологии, связанные с получением сплавов с новыми свойствами являются весьма актуальными и требуют своего совершенствования и дальнейшего развития с целью более широкого применения в промышленности. Учитывая сказанное, можно констатировать, что тема диссертационной работы Тёммеса Александра и совокупность полученных в ней результатов и в научном и в практическом плане являются **важными и актуальными**, а цель, поставленная в работе – направлена на получение метастабильной структуры в сплавах титан-ниобий методом литья с высокоскоростным охлаждением, а также на анализ структурно-фазовых преобразований, имеющих место в этих сплавах, с использованием дифракции синхротронного рентгеновского излучения, установление закономерностей формирования их микроструктуры несомненно обладает научной и практической значимостью.

## Анализ содержания диссертации

**Во введении** автор обосновывает актуальность работы, формулирует цель и задачи исследования, описывает значимость и научную новизну диссертации, формулирует защищаемые положения.

**В первом разделе** А. Тёммес рассматривает основные требования, предъявляемые к материалам медицинского назначения. В частности, он рассмотрел известные определения термина биосовместимость и проанализировал значение для биоматериалов таких свойств, как коррозионная стойкость, износостойкость, прочность и модуль Юнга. Кроме того, в первом разделе автор кратко представил известную информацию о структуре и свойствах титан-ниобиевых сплавов и ряда других сплавов титана, легированных  $\beta$ -изоморфными элементами.

**Во втором разделе** подробно описан метод получения образцов – дуговой переплав в атмосфере аргона с последующим литьем в медную форму. Использование такого подхода позволило А. Тёммесу получать сплавы заданного состава. Кроме того, в разделе описаны методы исследования структуры и свойств образцов. Для оценки структурно-фазового состояния А. Тёммес применил метод дифракции синхротронного рентгеновского излучения, который позволил ему получить высококачественные рентгенограммы и с высокой точностью оценить параметры решеток формируемых фаз. Для исследования микроструктуры сплавов автор применил методы световой микроскопии, растровой электронной микроскопии, просвечивающей электронной микроскопии, дифракции электронов и микрорентгеноспектрального анализа. Кроме того, в работе проводились измерения микротвердости и модуля Юнга. Все эти методики описаны достаточно подробно.

**Третий раздел** работы посвящен исследованию полученных образцов при помощи методов микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа. А. Тёммес подробно описывает особенности дендритной структуры полученных сплавов. Он показывает каким образом при увеличении содержания ниобия в сплаве изменяется разница в элементном составе вблизи к оси дендритов и в междендритном пространстве. Так, в соответствии с представленными им вычислениями и результатами экспериментов эта разница увеличивается при увеличении содержания ниобия в сплаве. Этот факт А. Тёммес объясняет характерной линзовидной формой двухфазной области «жидкость +  $\beta$ -фаза» на диаграмме состояния системы Ti-Nb. Кроме того, в разделе описываются особенности выделения  $\alpha'$ -,  $\alpha''$ -,  $\beta$ - и  $\omega$ -фаз. При увеличении содержания ниобия в сплаве происходит существенное уменьшение размера пластинок  $\alpha'$ - и  $\alpha''$ -фаз. Автор отмечает, что определить содержание ниобия, приводящее к переходу  $\alpha'$ -фазы в  $\alpha''$ -фазу, тяжело зафиксировать на основании металлографического анализа. Эту концентрацию он определяет в дальнейшем в четвертом разделе работы. В целом следует отметить, что металлографические исследования выполнены на достаточно высоком уровне.

**В четвертом разделе** работы представлены результаты рентгенофазового анализа сплавов титан-ниобий в диапазоне концентраций от 10 до 45 мас. % Nb. Для точного измерения параметров решетки различных фаз А. Тёммес использует дифракцию синхротронного рентгеновского излучения. Основная часть раздела посвящена сравнительному анализу геометрии элементарных ячеек фаз, формирующихся в литых титан-ниобиевых сплавах, а также влиянию ниобия на структурно-фазовое состояние образцов. А. Тёммес установил, что выделение  $\omega$ -фазы сопровождается небольшим изменением объема. На основании этого наблюдения он заключил, что  $\beta \rightarrow \omega$  превращение нельзя рассматривать как исключительно сдвиговое. В тоже время изменение объема при  $\beta \rightarrow \omega$  превращении существенно меньше, чем при  $\beta \rightarrow \alpha'$  и  $\beta \rightarrow \alpha''$  превращениях. При исследовании богатых ниобием сплавов (37,5 и 45 мас.

% Nb) А. Тёммес обнаружил наличие двух типов  $\beta$ -фазы, формирование которых он связал с наличием в системе Ti-Nb метастабильного разрыва смешиваемости.

В **пятом разделе** диссертационной работы представлены результаты in-situ исследований структурно-фазовых преобразований при нагреве до 900 °С, выдержке при этой температуре и охлаждении отливок, содержащих 20, 25, 27,5, 30, 32,5 и 35 % ниобия. Структурно-фазовое состояние образцов фиксировалось с использованием дифракции синхротронного рентгеновского излучения. Регистрируя изменение интенсивности рефлексов А. Тёммес уточнил температуры начала и окончания некоторых превращений в титан-ниобиевых сплавах. В частности, он представил экспериментальные данные по температурам начала и окончания выделения  $\omega$ -фазы. Кроме того, он оценил особенности изменения кристаллической структуры  $\omega$ -фазы при нагреве и охлаждении. Так он показал, что при нагреве образцов  $\omega$ -фаза склонна превращаться в тригональную форму, а при охлаждении – в гексагональную. Кроме того, в разделе представлены данные по изменению коэффициентов термического расширения различных фаз в различных кристаллографических направлениях и показано, что при нагреве  $\alpha''$ -фаза сжимается в направлении [010], но расширяется в направлениях [100] и [001]. Используя полученные в работе данные, А. Тёммес уточнил положение некоторых линий на метастабильной диаграмме состояния системы титан-ниобий.

**Шестой раздел** работы посвящен анализу механических свойств полученных материалов. Основное внимание автор уделил анализу модуля Юнга. Он отмечает, что высокий модуль Юнга большинства используемых в промышленности титановых сплавов является причиной эффекта экранирования напряжений, который приводит к резорбции костной ткани вокруг имплантатов. А. Тёммес показал, что наименьшим модулем Юнга обладает сплав Ti-17,5Nb, который обладает однофазной  $\alpha''$ -структурой. Кроме того, в разделе отмечается, что модуль Юнга  $\alpha''$ -сплавов титана будет тем меньше, чем ближе к единице показатель орторомбичности  $\alpha''$ -фазы. Некоторым недостатком раздела следует считать отсутствие данных о других механических свойствах, в особенности – пределе прочности сплавов.

В **седьмом разделе** представлены результаты практического использования полученных результатов. На основании значительного количества проведенных исследований автор разработал методические рекомендации по анализу структуры титановых сплавов с использованием дифракции синхротронного рентгеновского излучения. Разработанные рекомендации были переданы в АО «Институт прикладной физики», на «Новосибирский авиационный завод имени В.П. Чкалова», в «Сибирский научно-исследовательский институт авиации имени С.А. Чаплыгина». Кроме того, полученные автором результаты используются в учебном процессе на кафедре материаловедения в машиностроении НГТУ.

В **Заключении** на основании анализа полученных результатов сформулированы выводы.

**Теоретическая значимость** заключается в углублении и развитии представлений о создании новых сплавов с параметрами близкими к неорганическому костному матриксу. С использованием метода дифракции синхротронного рентгеновского излучения в ex-situ и in-situ режимах А. Тёммесом проведен подробный анализ структурно-фазового состояния литых титан-ниобиевых сплавов в диапазоне концентраций от 10 до 45 мас. % Nb. Данная диссертация является одним из наиболее подробных и высококачественных исследований литых титан-ниобиевых сплавов, представленных в последнее время. Автором было показано, что при достаточной скорости охлаждения уже в литом состоянии (без последующей термической обработки) в титан-ниобиевых сплавах может быть сформирована структура, обеспечивающая

низкий модуль Юнга (48 ГПа при содержании ниобия в сплаве равном 17,5 мас. %). Полученные результаты имеют большое значение для производства различных имплантатов. Низкомодульные титановые сплавы обеспечат снижение эффекта экранирования напряжений и позволят продлить срок службы имплантатов.

С научной точки зрения следует отметить следующие научные результаты. А. Тёммесом показано формирование двух типов  $\beta$ -фазы в титан-ниобиевых сплавах с высоким содержанием ниобия (более 37,5 %), что связано с наличием в системе Ti-Nb метастабильного разрыва смешиваемости. С использованием метода дифракции синхротронного рентгеновского излучения было доказано изменение объема при  $\beta \rightarrow \omega$  превращении. Установлена температурная зависимость фракционной координаты  $Z_\omega$ , которая характеризует к какому типу (гексагональному или тригональному) относится  $\omega$ -фаза. Установлены температуры начала и конца образования  $\omega$ -фазы при охлаждении сплавов, содержащих от 25 до 35 мас. % ниобия. Показана связь модуля Юнга титан-ниобиевых сплавов с орторомбичностью  $\alpha''$ -фазы.

Полученные автором результаты позволяют существенно улучшить понимание природы титан-ниобиевых сплавов, в частности, особенностей кристаллических структур различных метастабильных фаз, формируемых в этих материалах при их ускоренном охлаждении.

### **Практическое значение результатов работы**

Из диссертационной работы следует, что А. Тёммес приложил значительные усилия для разработки методики анализа картин дифракции синхротронного рентгеновского излучения титановых сплавов. При проведении исследований им было проанализировано несколько тысяч рентгенограмм. С этой целью А. Тёммес самостоятельно разработал компьютерные алгоритмы для автоматического анализа рентгенограмм и получения данных о кристаллической структуре различных фаз. Разработанные алгоритмы, реализованные на языке программирования Python, представляют практическую ценность и могут быть использованы другими исследователями и инженерами, выполняющими аналогичные исследования в области титановых сплавов.

Сплав Ti-17,5Nb, обладающим наиболее низким значением модуля Юнга (48 ГПа) является перспективным для дальнейшего анализа и оценки возможности его применения в медицинских целях.

Разработанные в диссертационной работе материалы могут проявить себя в качестве нерезорбируемых пористых высокопрочных материалов, формирующих каркас, в пределах порового пространства которого происходит образование костной ткани.

**Достоверность научных положений, результатов и выводов**, приведенных в работе, подтверждается использованием современных методов исследования, в том числе метода дифракции синхротронного рентгеновского излучения; использованием компьютерных алгоритмов обработки полученных результатов измерений; использованием нескольких взаимодополняющих методов исследования. Полученные результаты опубликованы в рецензируемых научных журналах и не противоречат имеющимся в научном сообществе представлениям о структуре и свойствах сплавов на основе титана.

Автореферат отражает основное содержание диссертации. Основные положения и результаты диссертации достаточно полно **опубликованы** в журналах, рекомендованных ВАК и докладах научных конференций различного уровня.

По диссертационной работе А. Тёммеса **принципиальных замечаний** нет, однако имеется несколько замечаний, носящих рекомендательный характер, устранение которых только бы усилило работу.

1. На рис.3.2 совершенно не ясно как построено изображение: если это изображение во вторичных электронах, то необходимо указать точки, в которых определены составы, если в рентгеновских лучах, то каких.

2. На рис.4.1 (и далее) присутствуют весьма сложные, налагаемые друг на друга линии. Для большей достоверности необходимо провести разложение линий.

3. На рис 5.18 говорится о «механизмах» превращений. Скорее надо говорить о схеме, иллюстрирующей смещение атомов при превращении.

Эти замечания носят частный характер и не отражаются на высоком качестве представленной работы.

### Заключение

Представленная к защите диссертация Александра Тёммеса «Структура и свойства биосовместимых метастабильных сплавов Ti-Nb, полученных литьем в медные формы» имеет как научную, так и практическую ценность. Публикации в научных изданиях и автореферат достаточно подробно отражают основное содержание диссертации. Выводы по работе являются достаточно полными и обоснованными. Диссертация написана хорошим научно-техническим языком и сопровождается высококачественным иллюстративным материалом.

Диссертационная работа А. Тёммеса полностью соответствует требованиям, предъявляемым Положением о присуждении ученых степеней (п. 9) и является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение научной задачи, имеющей значение для развития соответствующей отрасли знаний. На основании изложенного автор работы Александр Тёммес заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 – «Материаловедение (в машиностроении)».

Отзыв обсужден и одобрен на объединенном семинаре Лаборатории медицинского материаловедения НУ ТГУ и кафедры прочности и проектирования ФТФ ТГУ протокол № 45 от «23» 11 2020г.

Отзыв составил:

Зав. лабораторией

медицинского материаловедения


научного управления ТГУ

д.ф.м.н., профессор

Сергей Николаевич Кульков

Национальный исследовательский Томский государственный университет  
634050, г. Томск, пр. Ленина, 36

Тел: +7 (3822) 529 852. E-Mail: rector@tsu.ru. Официальный сайт организации: <http://www.tsu.ru/>

Поступил в совет 02.12.2020 

С отзывом ознакомлен 04.12.2020  Тёммес А.