

ОТЗЫВ

официального оппонента Жиляева Александра Петровича на диссертацию Поляковой Вероники Васильевны «Особенности структуры и механические свойства ультрамелкозернистого сплава Ti-6Al-7Nb для медицинских применений», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallorv i splavov.

Формирование ультрамелкозернистых структур методами интенсивной пластической деформации обеспечивает в металлических материалах проявление уникального сочетания физико-механических свойств. Это особенно важно для функциональных материалов медицинского назначения, так как позволяет обеспечить механическую прочность конечных изделий и их устойчивость к усталостному разрушению в среде организма человека, что в свою очередь даст возможность сочетать высокую результативность оперативного вмешательства и улучшить жизнь пациента в процессе лечения. Благодаря высокой биосовместимости и коррозионной стойкости малолегируемые титановые сплавы типа сплава Ti-6Al-7Nb относятся к важнейшему классу материалов, применяемых в медицине, и улучшение их функциональных свойств, несомненно, имеет большой практический интерес. Однако на момент постановки задач диссертационной работы в литературе практически отсутствовали данные об особенностях структурообразования в сплаве Ti-6Al-7Nb в процессе интенсивной пластической деформации, взаимосвязи структуры со свойствами, а также режимах получения в нем ультрамелкозернистой структуры. Решение этих задач позволит расширить области применения сплава Ti-6Al-7Nb и, за счет достижения в нем высокопрочного состояния, повысить его инновационный потенциал. В связи с этим, тема диссертационной работы, посвященная исследованиям формирования ультрамелкозернистой структуры и механическим свойствам сплава Ti-6Al-7Nb для медицинских применений, безусловно, обладает новизной и актуальностью.

Содержание диссертационной работы изложено в 5 главах на 154 страницах, содержащих 59 рисунков, 9 таблиц и список из 178 цитируемых источников.

Во введении обоснованы актуальность темы диссертационной работы, научная новизна, практическая значимость полученных результатов, сформулирована цель исследований, приведены положения, выносимые на защиту, а также сведения об апробации работы и публикациях автора.

В **первом разделе** диссертации систематизированы данные о функциональных свойствах металлических материалов, применяемых в настоящее время для медицинских конструкций внешней и внутренней фиксации переломов. На основе международных стандартов сформулирован ряд принципиальных требований к таким материалам. Определена задача повышения прочности и долговечности малолегируемого титанового сплава Ti-6Al-

7Nb, как наиболее биосовместимого металлического материала медицинского назначения, и необходимость ее решения. Показано, что улучшение функциональных свойств металлических материалов возможно за счет формирования в них ультрамелкозернистых структур методами интенсивной пластической, в том числе с использованием равноканального углового прессования и его сочетанием с традиционными методами обработки металлов давлением. Проанализировано влияние структурных параметров на механические свойства материалов, получаемых методами интенсивной пластической деформации. Показано, что их высокая прочность и усталостная выносливость обусловлена, в первую очередь, уменьшением размера зерен в соответствии с соотношением Холла-Петча. В ходе анализа способов повышения пластичности ультрамелкозернистых материалов без потери прочностных характеристик установлено, что одним из эффективных подходов повышения равномерной деформации является создание композитных или бимодальных структур, состоящих из зерен нано или субмикронного диапазона и 25 % зерен микронного ($d \approx 1-10$ мкм) масштаба. В заключение первой главы, основываясь на результатах, обзора и анализа литературы, сформулированы цель и задачи диссертации.

Во **втором разделе** описан материал исследования и подробно рассмотрены методы обработки материала, исследования его структуры, механических и усталостных свойств.

В **третьем разделе** представлены результаты экспериментальных исследований формирования микроструктуры бимодального типа в сплаве Ti-6Al-7Nb, из анализа которых был выбран режим предварительной термической обработки, включающей неполную закалку с температуры 985 °C и высокий отпуск в течение 4 часов при температуре 750 °C, обеспечивающий формирование смешанного типа структуры с содержанием зерен первичной α -фазы 25 %. Также в разделе представлены оригинальные результаты исследований влияния температуры (400-600 °C), скорости и степени деформации ($\epsilon_n = 0-4,02$) равноканального углового прессования на процессы структурообразования и механические свойства псевдо- α сплава Ti-6Al-7Nb с целью научно-обоснованного выбора эффективного режима получения в нем ультрамелкозернистой структуры, обеспечивающей высокопрочное состояние исследуемого материала. Детальный анализ микроструктурных особенностей и механического поведения сплава Ti-6Al-7Nb позволил автору определить зависимости, отражающие эволюцию формирующихся границ с увеличением степени деформации, выявить стадийность структурообразования и установить ее влияние на механические свойства.

Также в диссертационной работе представлены результаты о нетипичном повышении микротвердости, предела прочности, равномерного и общего удлинения ультрамелкозернистого сплава Ti-6Al-7Nb после отжига при температуре 500 °C и времени выдержки 2 часа. Изменение свойств автор объясняет протеканием конкурирующих процессов возврата и выделения наноразмерных частиц α_2 -фазы.

В четвертом разделе представлены результаты систематизированных исследований влияния режимов непрерывного равноканального углового прессования по схеме «конформ» ($\varphi = 120^\circ$, 550°C , $\dot{\epsilon} = 3 \text{ с}^{-1}$, $\epsilon_0 = 4,02$) и дополнительного волочения (450°C , суммарная степень обжатия $\sim 80\%$) на микроструктуру и механические свойства в длинномерных заготовках (более 1 м) псевдо- α титанового сплава Ti-6Al-7Nb. В результате исследований были разработаны режимы получения высокопрочных прутковых полуфабрикатов ультрамелкозернистого сплава Ti-6Al-7Nb со следующим комплексом механических свойств: $\sigma_{02} \geq 1490 \text{ МПа}$, $\sigma_a \geq 1550 \text{ МПа}$, $\delta \geq 12\%$, $\psi \geq 45\%$, которые предлагаются в качестве конструкционного материала для изготовления медицинских изделий, испытывающих однократные или циклические нагрузки. Была проведена оценка параметров качества полученных прутковых полуфабрикатов из УМЗ титанового сплава Ti-6Al-7Nb на соответствие российским и международным стандартам.

В пятом разделе изучены усталостные свойства прутковых полуфабрикатов ультрамелкозернистого сплава Ti-6Al-7Nb по схеме «растяжение-сжатие» (ГОСТ 25.502-79). Автором показано, что полученные по рекомендованным режимам прутковые полуфабрикаты демонстрируют повышенные усталостные свойства (710 МПа на базе 10^7 циклов), которые в 1,57 раз выше, чем в прутках, полученных по традиционной технологии (450 МПа при подобных условиях испытаний).

Представлены результаты исследований необходимых для применения свойств опытных изделий из высокопрочных прутков ультрамелкозернистого сплава Ti-6Al-7Nb, имитирующие спицы кортикальные винты. Показано, что опытные изделия в виде спиц демонстрируют повышенную выносливость (на 25 % выше по сравнению с традиционным материалом) при изгибающих циклических нагрузках в условиях, рекомендованных международным стандартом ASTM F2193-02. Также установлено, что опытные изделия в виде кортикальных винтов с резьбой M3.5 по своим механическим характеристикам при кручении превосходят аналоги из традиционного медицинского материала и нормативы, установленные международным стандартом ASTM F543-07. Также в работе автором показаны результаты *in vitro* исследований биологических характеристик и анализа биологической активности поверхности образцов, которые продемонстрировали соответствие сплава Ti-6Al-7Nb с ультрамелкозернистой структурой медико-биологическим требованиям, предъявляемым к функциональным медицинским материалам.

В последнем разделе представлены общие **выводы** по диссертационной работе. Все выводы обоснованы и вытекают из приведенных в диссертации результатов исследований и их анализа.

Материалы диссертации изложены и оформлены в соответствии с установленными ГОСТ Р 7.0.11-2011 требованиями. Основное содержание диссертации отражено в 12 научных статьях, опубликованных в рецензируемых отечественных и зарубежных периодических

изданиях, и 1 патенте. Из них 9 статей в журналах, входящих в Перечень ВАК РФ и базы данных WebofScience, 3 статьи опубликованы в периодических изданиях, включенных в перечень базы данных SCOPUS.

К наиболее важным и практически значимым результатам работы, определяющим ее новизну следует отнести:

- закономерности формирования ультрамелкозернистой структуры в псевдо- α сплаве Ti-6Al-7Nb в зависимости от степени и температурно-скоростных параметров деформации, реализуемой методом равноканального углового прессования;
- рациональные температурно-скоростные условия равноканального углового прессования сплава Ti-6Al-7Nb для формирования не менее 70 % однородной ультрамелкозернистой структуры. Параметры такой структуры (размер зерна не более 350 нм, плотность дислокаций – $8 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$, плотность большеугловых границ не менее 6 мкм^{-1}), обеспечивающие в сплаве $\sigma_{02} - 1190 \text{ МПа}$, $\sigma_{\sigma} - 1210 \text{ МПа}$, $\delta \geq 12 \%$, относительное сужение $\psi \geq 40 \%$;
- механизмы повышения прочности ультрамелкозернистого сплава Ti-6Al-7Nb после термической обработки - отжига при 500 и 550 °С, которые связаны с проявлением эффекта дисперсионного твердения – образования в зернах α -фазы наноразмерных частиц α_2 -фазы;
- рациональные режимы деформационно-термической обработки, включающей последовательность термической обработки, непрерывного равноканального углового прессования по схеме «конформ» и теплое волочение, которые позволяют достигать в сплаве $\sigma_{02} \geq 1490 \text{ МПа}$, $\sigma_{\sigma} \geq 1550 \text{ МПа}$, $\delta \geq 12\%$, $\psi \geq 45\%$ за счет формирования не менее 70% регламентированной ультрамелкозернистой структуры со средним размером зерна 180 нм.

Достоверность научных результатов, обоснованность выводов и выносимых на защиту научных положений не вызывает сомнений, так как они обеспечены корректной постановкой задач и использованием современных методов исследования. Описание полученных в ходе исследований экспериментальных данных автор диссертации сопровождает подробными иллюстрациями и критическим анализом с сопоставлением полученных результатов с литературными источниками, что подтверждает достоверность основных положений, выносимых на защиту.

Результаты диссертационной работы могут представлять интерес для специалистов в области материаловедения наноструктурных металлических материалов, могут быть использованы в научных и образовательных учреждениях, а также на предприятиях по производству металлопродукции предназначенной для изготовления изделий как медицинского, так и технического назначения. Значимость диссертационной работы для науки и практики также подтверждена имеющимся у автора патентом и актом апробации высокопрочных прутков ультрамелкозернистого сплава Ti-6Al-7Nb в качестве полуфабрикатов для производства медицинских изделий для остеосинтеза.

В качестве замечаний к диссертации можно отметить следующее:

Замечания к 1 главе:

1. В литературном обзоре в разделе 1.1 отсутствуют некоторые определения специальных терминов, используемых в медицине.
2. Известно, что предел прочности (σ_e) костной ткани на растяжение составляет не более 100 МПа, при этом σ_e исследуемого сплава Ti-6Al-7Nb в горячекатаном состоянии – 900 МПа, что значительно превышает свойства кости. Отсюда вытекает вопрос целесообразности постановки задачи дополнительного повышения прочностных свойств сплава Ti-6Al-7Nb.

Замечания ко 2 главе:

1. Из описания используемых в работе методик исследования не понятно - каким методом определялась плотность дислокаций в материале.
2. Отсутствует методика определения длины трещины в материале исследования после усталостных испытаний

Замечания к 3 главе:

1. В разделе 3.2 на рисунке 3.13 представлена зависимость предела прочности и относительного удлинения сплава Ti-6Al-7Nb от степени деформации. Не совсем ясно как проводилась интерполяция полученных данных σ_e . На мой взгляд, вернее было бы использовать не линейную $\sigma \sim k\varepsilon$, а степенную функцию $\sigma \sim k\varepsilon^n$.
2. В сплаве Ti-6Al-7Nb присутствует две основные равновесные фазы – α и β . Плотность дислокаций какой фазы представлена на рисунке 3.20.

Замечания к 4 главе:

1. В разделе 4.2. необоснован режим волочения. При выборе температуры деформации автор основывается на результатах поведения материала исследования, представленных в главе 3, послеотжига в интервале 400-500 °С, однако процессы, протекающие в ходе теплой деформации волочением и отжига существенно отличаются и их сравнение не совсем корректно.
2. На рисунке 4.12 под литерой e не указано, по какому сечению построена гистограмма распределения размера зерен.
3. В работе явно не хватает исследований структуры и механических свойств исследуемого материала или аналогичных литературных данных только после волочения до соответствующих степеней деформации для демонстрации необходимости проведения равноканального углового прессования перед волочением и его влияния на структурообразование и свойства в прутках сплава Ti-6Al-7Nb.

Указанные замечания не снижают общую положительную оценку работы и подвергают сомнению достоверность и обоснованность выводов и положений, выносимых на защиту. Диссертация Поляковой В. В. представляет собой законченное научное исследование, которое соответствует паспорту специальности 05.16.01 «Металловедение и термическая обработка

металлов и сплавов». В соответствии с Положением о порядке присуждения ученых степеней диссертация может рассматриваться как научно-квалификационная работа, в которой изложены результаты исследований, направленных на разработку режимовполучения высокопрочных прутковых полуфабрикатовмалолегированных титановых сплавов с ультрамелкозернистой структурой, способствующих достижению высокого уровня функциональных и биологических свойств.

По уровню решаемых задач, научной новизне, практической значимости и объему полученных результатов диссертационная работа «Особенности структуры и механические свойства ультрамелкозернистого сплава Ti-6Al-7Nb для медицинских применений» удовлетворяет требования, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней, утвержденным постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор – Полякова Вероника Васильевна – заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Доктор физико-математических наук,

Главный научный сотрудник

Института проблем сверхпластичности металлов» РАН

23 ноября 2015 г.

А. П. Жилиев

Подпись А. П. Жилиева удостоверяю:

Начальник отдела кадров ИПСМ РАН



Т.П. Соседкина

Жилиев Александр Петрович,

главный научный сотрудник ФГБУН «Институт проблем сверхпластичности металлов» РАН

450001 РБ, г. Уфа, ул. С. Халтурина, 39.

тел. раб. +7(347) 2823815 (доп. 474), тел. моб. +79033125150

email: alexz@anrb.ru