

«УТВЕРЖДАЮ»

Заместитель директора по научной работе

ФГБУН Институт металлургии и

материаловедения им. А.А. Байкова Российской

академии наук (ИМЕТ РАН),

доктор технических наук,



Колмаков Алексей Георгиевич

« 27 » ноября 2015 г.

Отзыв

ведущей организации на диссертационную работу Поляковой Вероники Васильевны на тему «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 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

1. Актуальность избранной темы.

На сегодняшний день отмечается значительный интерес к расширению спектра применения и повышения инновационного потенциала малолегированных титановых сплавов в медицине в частности специально разработанного псевдо- α сплава Ti-6Al-7Nb. Однако до настоящего времени, основными причинами, сдерживающими его использование в качестве функционального материала для изделий, испытывающих циклические нагрузки, являлись его недостаточная прочность и долговечность по сравнению с нержавеющей сталями, которые традиционно используются в остеосинтезе и ортопедии. В связи с этим решение задачи повышения его механических и усталостных свойств видится весьма актуальным. Улучшение механических свойств прутковых полуфабрикатов сплава Ti-6Al-7Nb за счет процессов старения, используя термическую обработку, в отличие от титановых сплавов ($\alpha+\beta$)-класса, не совсем эффективно по причине малого количества β -фазы. Поэтому автор работы предлагает использовать для этих целей деформационно-термическую обработку (ДТО), включающую интенсивную пластическую деформацию непрерывным равноканальным угловым прессованием (РКУП) по схеме «Конформ» (РКУП-К) и дополнительное волочение,

позволяющую значительно повысить уровень свойств в полуфабрикатах за счет формирования в них ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры.

Изучение взаимосвязи особенностей строения материалов медицинского назначения, их механических и биологических характеристик, является весьма важной задачей как с точки зрения фундаментальных, так и прикладных исследований. В этой связи диссертационная работа В. В. Поляковой, посвященная изучению формирования УМЗ структуры во взаимосвязи с механическими свойствами псевдо- α сплава Ti-6Al-7Nb, подвергнутого ДТО для получения высокопрочных длинномерных прутковых полуфабрикатов безусловно является актуальной.

1. Связь работы с планами соответствующих отраслей науки и народного хозяйства.

Диссертационная работа В. В. Поляковой выполнена в рамках проекта Международного научно-технического центра #4003 «Разработка наноструктурного титана и технологий биоактивного покрытия для производства зубных имплантатов» (2011-2013 гг.) и государственных контрактов № 02.527.11.9019 «Разработка методов получения объемных металлических наноструктурных материалов для инновационного применения» (2007-2008 гг.), а также № 02.740.11.5101 «Фундаментальные и прикладные аспекты усталостного разрушения и получение оптимальных свойств в наноструктурных титановых сплавах» (2009-2010 гг.).

3. Новизна исследования и полученных результатов, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации.

Научная новизна работы определяется, главным образом, постановкой задач исследований, решение которых позволило сформулировать следующие положения:

1. Установлены закономерности формирования УМЗ структуры в псевдо- α сплаве Ti-6Al-7Nb в зависимости от степени и температурно-скоростных параметров деформации, реализуемой методом РКУП. Изучены процессы деформации α -фазы глобулярной и пластинчатой морфологии, особенности эволюции межзеренных и межфазных границ в процессе интенсивной пластической деформации, а также взаимосвязь структуры и механических свойств.

2. Определены рациональные температурно-скоростные условия РКУП сплава Ti-6Al-7Nb для формирования не менее 70 % однородной УМЗ структуры. Установлены параметры УМЗ 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 $\sigma_{02} - 1190 \text{ МПа}$, $\sigma_6 - 1210 \text{ МПа}$, $\delta \geq 12 \%$, относительное сужение $\psi \geq 40 \%$.

3. Выявлены причины повышения прочности УМЗ 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. Показано, что в УМЗ сплаве Ti-6Al-7Nb протекание при отжиге 500 °С двух конкурирующих процессов, а именно, возврата и старения, приводит к повышению прочности и пластичности.

4. Установлены рациональные режимы ДТО, включающей последовательно ТО, РКУП-К и теплое волочение, которые позволяют достигать в сплаве $\sigma_{02} \geq 1490$ МПа, $\sigma_{\epsilon} \geq 1550$ МПа, $\delta \geq 12\%$, $\psi \geq 45\%$ за счет формирования не менее 70% регламентированной УМЗ структуры со средним размером зерна 180 нм.

4. Значимость для науки и производства (практики) полученных автором диссертации результатов.

Работа В. В. Поляковой имеет важное научно-практическое значение. Автором установлены и научно обоснованы рациональные режимы ДТО сплава Ti-6Al-7Nb, включающей последовательность термической обработки, РКУП-К и последующего волочения, обеспечившую получение длинномерных полуфабрикатов в виде прутков с УМЗ структурой и уникальным уровнем свойств ($\sigma_{\epsilon} - 1550$ МПа, $\delta - 12\%$, $\sigma_{-1} - 710$ МПа на базе 10^7 циклов), превышающем уровень свойств нержавеющей сталей медицинского назначения.

На основании комплекса исследований механических, функциональных и биологических свойств продемонстрированы преимущества применения сплава Ti-6Al-7Nb в УМЗ состоянии для остеосинтеза в сравнении с традиционными материалами.

Изготовлены опытные изделия из УМЗ сплава Ti-6Al-7Nb в виде интрамедуллярных спиц и элементов костного крепежа, которые успешно прошли аттестацию в лаборатории компании «Beznoska», г. Кладно, Чешская Республика.

5. Конкретные рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации

Разработанная на основе результатов диссертационной работы опытная технология получения высокопрочных прутковых полуфабрикатов УМЗ сплава Ti-6Al-7Nb, функциональные свойства которых превышают традиционные материалы медицинского назначения, имеет широкие перспективы использования на предприятиях и в компаниях, ориентированных на разработку и производство медицинских имплантатов, как в России (ЗАО «АРЕТЕ», ООО «КОНМЕТ»), так и за рубежом. Примером таких компаний может послужить фирма Beznoska (Чешская Республика), от которой было получено положительное заключение о возможности применения высокопрочных прутковых полуфабрикатов УМЗ сплава Ti-6Al-

7Nb для изготовления современных медицинских изделий с высоким комплексом функциональных и биологических свойств. Все это является неоспоримым свидетельством практической значимости результатов данной работы.

Работа вносит значительный вклад в развитие материаловедения наноструктурированных металлов и сплавов. Результаты диссертации 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.

6. Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и заключений.

Степень обоснованности полученных результатов обеспечивается использованием современных методов исследования структуры, включая различные методики просвечивающей и растровой электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа, стандартных методов механических и усталостных испытаний, их статистической обработкой, воспроизводимостью результатов экспериментов и сравнением с имеющимися литературными данными.

Достоверность полученных результатов подтверждается использованием взаимодополняющих комплексных методов исследования, а также публикациями в реферируемых журналах и обсуждением на всероссийских и международных конференциях.

7. Оценка содержания диссертации, ее завершенность в целом, замечания по оформлению.

Структура диссертационной работы и ее оформление выполнено согласно ГОСТ Р 7.0.11-2011. Содержание диссертационной работы изложено в 5 главах на 154 страницах, содержит 59 рисунков и 9 таблиц, а также список из 178 цитируемых источников. Выводы диссертации возникают из результатов, полученных автором, их достоверность не вызывает сомнений. В целом работа носит фундаментально-прикладной характер и представляет собой целостное завершенное исследование.

В качестве замечаний следует отметить следующее:

1. В научной новизне отмечена причина повышения прочности УМЗ сплава Ti-6Al-7Nb после термической обработки - отжига при 500 и 550 °С, которая связана с проявлением эффекта дисперсионного твердения – образования в зернах α -фазы наноразмерных частиц α_2 -фазы. Данное утверждение выглядит скорее как гипотеза, основанная на анализе только электронограмм и литературных данных (см. раздел 3.4).
2. В разделе 4.2 автор обосновывает повышение прочности в УМЗ сплаве Ti-6Al-7Nb аддитивным вкладом зернограничного, дислокационного и дисперсионного механизмов

упрочнения, реализованных при комбинированном методе деформации. На наш взгляд в работе не хватает количественной оценки этих вкладов, включая вклад формирующейся в прутках после волочения текстуры.

3. Для исследования способности материала к сопротивлению усталости полезными могли бы быть испытания не только гладких, но и образцов с концентратором напряжений, особенно для медицинских изделий, имеющих резьбовую часть.

8. Соответствие автореферата основным положениям диссертации.

Автореферат полностью отражает содержание диссертации и соответствует основным ее положениям. Структура автореферата диссертации и оформление его структурных элементов выполнено согласно ГОСТ Р 7.0.11-2011.

9. Подтверждения опубликованных основных результатов диссертации в научной печати.

Основные результаты, полученные в рамках решения задач диссертационной работы представлены в 12 научных статьях и 1 патенте. Из них 9 статей опубликованы в Российских и международных реферируемых научных журналах, входящих в Перечень ВАК РФ и базы данных Web of Science, 3 статьи опубликованы в периодических изданиях, включенных в перечень базы данных SCOPUS.

10. Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней.

Таким образом, диссертация Поляковой Вероники Васильевны является научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований и их интерпретаций получены новые результаты, совокупность которых можно квалифицировать как решение важной, имеющей значение для развития материаловедения титановых сплавов, задачи оптимизации условий формирования методом равноканального углового прессования и последующего волочения ультрамелкозернистой структуры в малолегированном псевдо- α титановом сплаве Ti-6Al-7Nb с целью получения из него высокопрочных прутковых полуфабрикатов с высоким уровнем функциональных и биологических свойств.

Тематика выполненных исследований соответствует паспорту специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов», а именно п. 2 – «Теоретические и экспериментальные исследования фазовых и структурных превращений в металлах и сплавах, происходящих при различных внешних воздействиях»; п. 3 – «Теоретические и экспериментальные исследования влияния структуры на свойства металлов и сплавов»; п. 5 – «Теоретические и экспериментальные исследования влияния фазового состава

и структурного состояния на зарождение и распространение трещин при различных видах внешних воздействий»; п. 6 – «Разработка новых и совершенствование существующих технологических процессов объемной и поверхностной термической, химико-термической, термомеханической и других видов обработок, связанных с термическим воздействием, а также специализированного оборудования», а также п. 9 – «Разработка новых принципов создания сплавов, обладающих заданным комплексом свойств, в том числе для работы в экстремальных условиях».

В целом, по актуальности и уровню решения поставленных задач, объему выполненных исследований, научной новизне, достоверности, практической значимости полученных результатов и выводов, диссертационная работа Поляковой В. В. «Особенности структуры и механические свойства ультрамелкозернистого сплава Ti-6Al-7Nb для медицинских применений» соответствует критериям, 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».

Настоящий отзыв обсужден и утвержден на совместном заседании лаборатории металловедения цветных и легких металлов ИМЕТ РАН и лаборатории пластической деформации металлических материалов ИМЕТ РАН «26» ноября 2015 года. Протокол заседания № 31.

Зав. лабораторией металловедения
цветных и легких металлов,
д.т.н., профессор

С.В. Добаткин

Зав. лабораторией пластической деформации
металлических материалов, д.т.н.

В.С. Юсупов

dobatkin@imet.ac.ru – Добаткин Сергей Владимирович (+7 (499) 1357743)

yusupov@aport2000.ru – Юсупов Владимир Сабитович (+7 (499) 1358651)

kolmakov@imet.ac.ru – Колмаков Алексей Георгиевич (+7 (499) 1354531)

Сведения о ведущей организации

Полное наименование: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук

Краткое наименование: ИМЕТ РАН

Адрес: 119991, Москва, Ленинский проспект, 49

Телефон: +7(499) 135-2060

Факс: +7(499) 135-8680

Е-mail: imet@imet.ac.ru

<http://www.imet.ac.ru>

Основные научные направления:

- Физико-химические основы металлургии цветных и редких металлов.
- Металловедение цветных и легких металлов.
- Пластическая деформация металлических материалов.
- Конструкционные стали и сплавы.
- Физикохимия аморфных и нанокристаллических сплавов.
- Прочность и пластичность металлических и композиционных материалов и наноматериалов.

Публикации в сфере исследований, которым посвящена диссертация:

1. V. F. Terentev, S. V. Dobatkin, S. A. Nikulin, V. I. Kopylov, D. V. Prosvirnin, S. O. Rogachev, I. Bannykh. Fatigue strength of submicrocrystalline Ti and Zr-2.5%Nb alloy after equal channel angular pressing. *Kovove Materialy*, Vol. 49 (2011), no. 1, pp. 65 – 73.
2. Е. Г. Астафурова, Г. Г. Захарова, Е. В. Найденкин, Г. И. Рааб, С. В. Добаткин. Влияние высокотемпературных отжигов на микроструктуру и механические свойства феррито-перлитной стали 10Г2ФТ, подвергнутой равноканальному угловому прессованию. *Физика металлов и материаловедение*, 2011, том 111, № 1, с. 64–73.
3. С.А. Никулин, С.О. Рогачев, А.Б. Рожнов, М.В. Горшенков, В.И. Копылов, С.В. Добаткин. Сопротивление коррозионному растрескиванию под напряжением сплава Zr-2,5%Nb с ультрамелкозернистой структурой // *Металловедение и термическая обработка металлов.*– 2012.–№ 8.–С. 32-38
4. С.В. Добаткин, В.Ф. Терентьев, В. Скروتски, О.В.Рыбальченко, М.Н. Панкова, Д.В. Просвирнин, Е.В. Золотарев. Структура и усталостная прочность стали 08X18H10T после равноканального углового прессования и нагрева. *Металлы*, 2012, №6, с.38-47.

5. В.Ф. Терентьев, С.В. Добаткин, В.И. Копылов, Д.В. Просвирнин, Н.В. Петракова. Особенности статического и циклического разрушения субмикрористаллического Al-Mg-Sc сплава // *Материаловедение*, 2013, №2, С.7-14.
6. В.Н. Серебряный, Г.С. Дьяконов, В.И. Копылов, Г.А. Салищев, С.В.Добаткин. Вклад текстуры и структуры в повышение низкотемпературной пластичности сплава МА2-1пч системы Mg-Al-Zn-Mn, подвергнутого РКУП и отжигам // *Физика металлов и металловедение*, 2013, Т.114, №5, С.488-496.
7. Dobatkin S.V., Skrotzki W., Terent'ev V. F., Rybalchenko O. V., Belyakov A.N., Prosvirnin D. V., Zolotarev E.V. Structure and Fatigue Properties of Cr-Ni-Ti Austenitic Steel after Equal Channel Angular Pressing and Heating // *Materials Science Forum*, Vols. 783-786 (2014) pp. 2611-2616.
8. A.M. Kliauga, V.L. Sordi, S. Dobatkin. Microstructural Evolution of AF138 Austenitic Stainless Steel after Deformation by ECAP and HPT. *Materials Science Forum* Vols. 775-776. 2014. P.482-486.
9. С.В. Добаткин, О.В. Рыбальченко, А. Клиауга, А.А. Токарь. Влияние сдвиговой деформации на структуру и свойства хромоникелевых коррозионно-стойких сталей. *Металловедение и термическая обработка металлов*. №4, 2015, с. 44 - 51.
10. 11. G. Purcek, H. Yanar, M. Demirtas, Y. Alemdag, D.V. Shangina, S.V. Dobatkin. Optimization of strength, ductility and electrical conductivity of Cu-Cr-Zr alloy by combining multi-route ECAE and aging. *Materials Science & Engineering A*, 649 (2016) 114–122.

Ученый секретарь ИМЕТ РАН,

к.т.н.

О.Н. Фомина