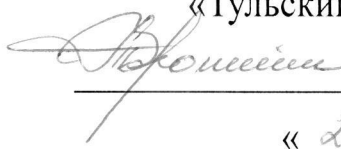




«Утверждаю»

Проректор по научной работе Федерального
государственного бюджетного образовательного
учреждения высшего образования

«Тульский государственный университет»,

 д.т.н., проф. Воротилин М.С.

« 27 » 08 2024 г.

ОТЗЫВ

**ведущей организации Федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего образования**

«Тульский государственный университет»

на диссертационную работу Деркача Михаила Анатольевича

«Структура и свойства сплава Ti-Zr-Nb с памятью формы,

подвергнутого комбинированной термомеханической обработке,

включающей равноканальное угловое прессование и

последедеформационный отжиг»,

представленную на соискание ученой степени

кандидата технических наук по специальности

2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Актуальность темы диссертации

Представленные в данной диссертационной работе исследования посвящены изучению влияния термомеханической обработки на особенности структурообразования и функциональные свойства низко модульного сплава Ti-18Zr-15Nb (в ат.%) для ортопедических имплантатов.

Создание прочных и долговечных медицинских имплантатов становится важной социальной задачей, направленной на улучшение качества и продолжительности жизни. Разработка биосовместимых металлических материалов, в частности сплавов системы Ti-Zr-Nb, является актуальным направлением современного металловедения для медицины. Эти материалы обладают низким модулем Юнга и проявляют сверхупругое поведение, что

делает их перспективными для изготовления постоянных костных имплантатов.

Повышение прочностных характеристик сплавов без ухудшения функциональных свойств возможно только за счет измельчения зерна, для чего может применяться термомеханическая обработка (ТМО), включающая интенсивную пластическую деформацию (ИПД), такую как кручение под высоким давлением (КВД), и равноканальное угловое прессование (РКУП). Например, метод КВД демонстрирует высокую эффективность в формировании наноструктуры и увеличении прочности материала. Для расширения области применения и глубокого изучения функциональных свойств необходимо получение объемных образцов сплавов в наноструктурном состоянии с помощью метода РКУП. Такие исследования не только повышают научный прогресс в металловедении безникелиевых сплавов с памятью формы и сверхупругостью, но и способствуют созданию нового класса материалов для ортопедических имплантатов с повышенным комплексом механических и функциональных свойств.

Таким образом, **актуальность исследований диссертационной работы** Деркача М.А., заключающаяся в повышении прочностных характеристик сплава Ti-18Zr-15Nb при сохранении высокого уровня функциональных свойств за счет управления структурой и фазовым состоянием путем применения комбинированной ТМО, включающей ИПД, не вызывает сомнений.

Структура и содержание работы

Диссертация состоит из введения, пяти глав, восьми выводов и списка литературы из 132 источников, изложена на 119 страницах, содержит 60 рисунков и 9 таблиц.

Во введении обоснована актуальность диссертационного исследования, сформулирована цель работы и задачи для ее достижения, указаны положения, выносимые на защиту, научная новизна и практическая значимость работы.

В первой главе проведен аналитический обзор современной литературы, посвященный металлическим биоматериалам, особенностям и

требованиям к ним. Основное внимание уделено титановым сплавам, включая разнообразные типы таких сплавов, как α , $\alpha+\beta$ и β сплавы. Выявлены наиболее перспективные материалы, включая сплавы с эффектом памяти формы и сверхупругости на основе системы Ti-Zr-Nb. Обоснован выбор состава исследуемого сплава. Рассмотрены методы термомеханической обработки сплава Ti-18Zr-15Nb и их влияние на структуру и свойства материала. Показана необходимость разработки новых методов деформации для улучшения прочностных и усталостных характеристик сплавов при сохранении сверхупругого поведения. Рассмотрены основные методы ИПД и их эффективность в формировании ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры в различных типах титановых сплавов.

Во второй главе представлено описание объекта исследования, включая химический состав слитка, технологию его получения и режимы термомеханической обработки. Особое внимание уделено методике проведения деформации сплава Ti-18Zr-15Nb методом осадки для изучения термомеханического поведения. Раздел охватывает также методы анализа, использованные для изучения изменений в структуре и свойствах сплава, подвергнутых различным режимам РКУП и последеформационного отжига (ПДО). Подробно описаны методы исследований и испытаний, направленные на изучение фазо- и структурообразования сплава, а также на оценку комплекса механических и функциональных свойств, в т. ч. усталостного поведения.

В третьей главе представлены исследования влияния РКУП на оснастке диаметром 10 мм, впервые применённой к сплаву Ti-18Zr-15Nb. Исследованы структура, фазовый состав и механические свойства материала после проведения 4 и 7 проходов прессования при температуре 250 °С. Показано, что метод РКУП способствует формированию в сплаве Ti-18Zr-15Nb преимущественно нанокристаллической структуры. Кроме того, выявлено, что сплав после 7 проходов при 250 °С достигает максимальной прочности ($\sigma_6=988$ МПа) при ограниченной пластичности ($\delta=5,4$ %).

В четвертой главе изучены особенности термомеханического поведения сплава Ti-18Zr-15Nb в различных температурно-скоростных

условиях деформации сжатием с целью определения благоприятных режимов РКУП на оснастке большего диаметра. Установлено, что деформация в диапазоне температур 250-400 °С нежелательна, т. к. в этом интервале сплав проявляет высокую скоростную чувствительность деформационного поведения и повышенное сопротивление деформации. Учитывая результаты исследования термомеханического поведения, а также технологические возможности реализации РКУП (максимальная температура разогрева оснастки не более 500 °С), для проведения РКУП на оснастке большего диаметра (20 мм) выбраны температуры 200 и 500 °С.

В пятой главе представлены исследования влияния комбинированной ТМО, включающей низко- и высокотемпературное РКУП на оснастке диаметром 20 мм и ПДО, на структурно-фазовое состояние, кристаллографическую текстуру, а также их связь с механическим, функциональным и усталостным поведением сплава Ti-18Zr-15Nb. В результате всестороннего анализа полученных экспериментальных данных выявлен наиболее рациональный режим проведения РКУП, обеспечивающий наилучший комплекс свойств.

Установлено, что 3 прохода РКУП при 200 °С приводят к образованию неоднородной нанозеренной и наносубзеренной микроструктуры β -фазы с присутствием большого количества деформационных полос. Повышение количества проходов РКУП до 4 приводит к уширению полос деформации, трещинам на поверхности и разрушению заготовки. После 3 проходов РКУП при 200 °С прочность сплава возрастает с 580 до 760 МПа. Кратковременный ПДО при 550-600 °С сохраняет высокую прочность ($\sigma_{\infty} \geq 600$ МПа) и удовлетворительную пластичность ($\delta \geq 10$ %). Величина сверхупругой обратимой деформации достигает максимума $\varepsilon_r^{SEmax} = 3,4$ % после ПДО при 600 °С (5 мин).

В результате РКУП при 500 °С ($n=4$) формируется сильно деформированная динамически полигонизованная субструктура β -фазы. В этом состоянии сплав обладает высокими механическими и функциональными характеристиками. Увеличение числа проходов до $n=8$ приводит к значительному субструктурному упрочнению материала, измельчению зерен/субзерен и выделению α -фазы.

Функциональные усталостные испытания образцов, проявляющих наиболее высокий комплекс механических и функциональных свойств после комбинированной ТМО, включающей низко- и высокотемпературное РКУП, выявили минимальные различия в усталостном поведении между двумя видами обработки. Показано, что сплав проявляет высокую функциональную усталостную долговечность, выражаемую в максимальном количестве циклов до разрушения: $N_{max}=11335 \pm 125$ для РКУП ($n=3$) при $200\text{ }^{\circ}\text{C} + \text{ПДО}$ при $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ (5 мин) и $N_{max}=11064 \pm 440$ для РКУП ($n=4$) при $500\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Научная новизна работы

1. Впервые изучено деформационное поведение сплава Ti-18Zr-15Nb в широком интервале температур ($20\text{-}600\text{ }^{\circ}\text{C}$) и скоростей ($\dot{\epsilon}=0,1\text{-}10\text{ c}^{-1}$) деформации сжатием. На основе обнаруженной осцилляции напряжений установлен температурный диапазон (от $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $400\text{ }^{\circ}\text{C}$) развития динамического деформационного старения, обусловленного, предположительно, взаимодействием дислокаций с сегрегациями растворенных атомов или частицами омега-фазы. Установлено, что сплав Ti-18Zr-15Nb обладает высокой скоростной чувствительностью деформационного поведения при температурах $250\text{-}300\text{ }^{\circ}\text{C}$.

2. Впервые показано, что в объемных образцах сплава Ti-18Zr-15Nb методом РКУП за 7 проходов при $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ возможно получение смешанной нанозеренной и наносубзеренной структуры β -фазы со средним размером структурных элементов от 20 до 100 нм, обеспечивающей наибольшую прочность ($\sigma_b=988\text{ МПа}$), но низкую пластичность ($\delta = 5,4\text{ }%$).

3. Экспериментально показано, что оптимальное сочетание механических и функциональных свойств сплава Ti-18Zr-15Nb достигается в результате кратковременного ПДО (до 5 мин) при температуре $600\text{ }^{\circ}\text{C}$. Формирующаяся в сплаве смешанная статически полигонизованная и рекристаллизованная структура β -фазы обеспечивает высокую прочность ($\sigma_b \geq 600\text{ МПа}$) и сверхупругую обратимую деформацию ($\epsilon_r^{SEmax}=3,4\text{ }%$) при удовлетворительной пластичности ($\delta \geq 10\text{ }%$).

4. Экспериментально установлено, что после 4-х проходов РКУП при $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ в сплаве Ti-18Zr-15Nb формируется динамически

полигонизованная субструктура β -фазы со средним размером субзерен около 500 нм и благоприятной кристаллографической текстурой с максимумом в направлении $[011]_{\beta}$, параллельным направлению прессования. В этом состоянии сплав обладает комплексом высоких механических и функциональных свойств.

Практическая значимость работы

Установлены закономерности изменения параметров диаграмм деформации сжатием в интервале температур деформации (20-600 °С), а также твердости, формирования структуры и фазового состояния сплава Ti-Zr-Nb. Эти данные формируют основу для выбора режимов ТМО сплавов Ti-Zr-Nb в указанном интервале температур.

Установлено, что использование высокотемпературного режима РКУП является более предпочтительным по сравнению с низкотемпературным режимом. РКУП при температуре 500 °С формирует в сплаве динамически полигонизованную субструктуру β -фазы с благоприятной кристаллографической текстурой, что обеспечивает комплекс высоких механических и функциональных свойств: прочность ($\sigma_6=670$ МПа), сверхупругую обратимую деформацию ($\varepsilon_r^{SEmax}=3,1$ %), низкий модуль Юнга ($E < 45$ ГПа), удовлетворительную пластичность ($\delta=13,3$ %), а также высокую функциональную усталостную долговечность (11064 ± 440 циклов до разрушения).

При высокотемпературном РКУП снижается риск возникновения дефектов (механических повреждений) на поверхности образцов и отсутствует необходимость в дополнительном ПДО.

Достоверность результатов исследования

Полученные результаты исследования обладают высокой степенью достоверности, обеспеченной тщательным проведением экспериментов с применением современных методов и комплексным анализом данных. Автор подробно изучил предшествующие научные работы, разработал методику исследования, что укрепило основу для достоверных выводов. При этом использование различных методов анализа позволило получить надежные

данные. Кроме того, активное участие автора в научных конференциях и публикации статей обеспечивает дополнительное обсуждение результатов со специалистами, что подтверждает их достоверность и значимость.

Рекомендации по использованию результатов исследования

Результаты диссертационной работы Деркача М.А. имеют потенциал для применения в производстве передовых металлических имплантируемых устройств на российских предприятиях, таких как ФГУП ЦИТО, ООО «Конмет», ООО «Остеосинтез», и других компаниях. Разработанные методы и полученные результаты могут быть ценны при разработке и изучении сплавов с памятью формы в научно-исследовательских институтах Российской академии наук. Они также могут быть интегрированы в учебный процесс высших учебных заведений для подготовки выпускников бакалавриата и магистратуры.

Замечания по диссертационной работе

1. В названии работы исследованный сплав Ti-18Zr-15Nb обозначен как сплав с памятью формы, однако в работе характеристики памяти не рассмотрены и не определены, а основное внимание уделяется сверхупругости.

2. Выбор многих параметров термомеханической обработки сплава не обоснован. Например, почему влияние скорости деформации проводили именно при температурах 250 и 300 °С? Почему используется именно 4 и 7 проходов РКУП на оснастке малого диаметра? Чем обусловлен выбор температуры старения 300 °С?

3. Неясно, какова цель фрактографических исследований.

4. В работе отсутствует информация о некоторых важных параметрах: температура мартенситного превращения в сплаве, желательный уровень сверхупругости, к которому надо стремиться для успешного функционирования имплантата.

5. Экспериментальные данные, приведенные на рис. 49,б в диссертации и, соответственно, на рис. 13,б в автореферате должны быть

представлены не в виде функциональной зависимости, а, например, в виде столбчатой диаграммы.

6. В таблице 8 не указана погрешность измерения модуля Юнга.

Вышеизложенные замечания не влияют на положительную оценку диссертационной работы.

Общая оценка диссертационной работы

Диссертация логично построена, структура и содержание соответствуют цели и задачам исследования. Результаты работы опубликованы в 11 печатных работах, в том числе в международных журналах, входящих в 1 квартиль, и прошли апробацию на международных и российских конференциях. Автореферат диссертации и публикации в полной мере отражают содержание работы.

В целом диссертация Деркача М.А. является завершенной научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований и их интерпретации получены новые результаты, совокупность которых можно квалифицировать как решение важной научной и практической задачи. Поставленные в работе цель и задачи полностью достигнуты, а основные результаты отражены в достоверно обоснованных выводах. Работа изложена понятным научным языком, имеет четко прослеживаемую логику. Все результаты работы получены либо автором лично, либо при его непосредственном участии.


Заключение

По актуальности и объему выполненных исследований, научной новизне и практической значимости полученных результатов диссертационная работа Деркача М.А. «Структура и свойства сплава Ti-Zr-Nb с памятью формы, подвергнутого комбинированной термомеханической обработке, включающей равноканальное угловое прессование и последеформационный отжиг» соответствует критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным в «Положении о порядке присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском технологическом университете «МИСИС» П 710.05-22 (Выпуск 3 от

17.03.22), а ее автор – Деркач Михаил Анатольевич заслуживает присуждения степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Настоящий отзыв обсужден и утвержден на заседании кафедры машиностроения и материаловедения ФГБОУ ВО ТулГУ «27» июня 2024 года. Протокол заседания № 11.

Заведующий кафедрой
машиностроения и материаловедения
Тулльского государственного университета
доктор технических наук
(специальность 05.02.07)



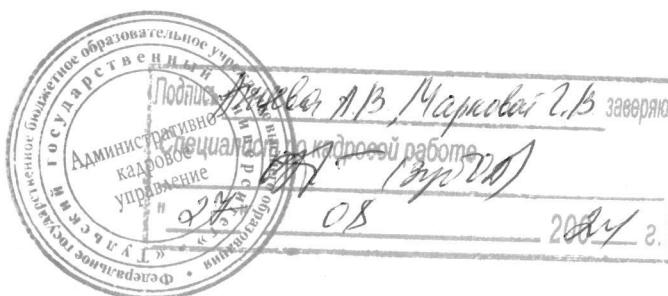
Анцев Александр Витальевич

Профессор кафедры
машиностроения и материаловедения
Тулльского государственного университета
доктор технических наук
(специальность 05.16.01)



Маркова Галина Викторовна

Подписи Анцева А.В., Марковой Г.В. удостоверяю



Сведения об организации:

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тулльский государственный университет». Адрес: 300012, Тульская область, г. Тула, проспект Ленина, д. 92. Тел.: +7 (4872) 35-34-44. E-mail: info@tsu.tula.ru