

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу  
«Неравновесные состояния в мелкокристаллических медицинских сплавах  
кобальта и титана, полученных методом селективного лазерного сплавления»,  
представленной Ежовым Игорем Вячеславовичем на соискание  
учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 –  
«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Диссертационная работа Ежова Игоря Владиславовича посвящена образованию неравновесных состояний в образцах сплавов Ti-6Al-4V и Co-Cr-Mo, полученных методом селективного лазерного сплавления. Один из показателей присутствия неравновесных состояний - остаточные внутренние механические напряжения, возникающие в металлических материалах при различных внешних физических и механических воздействиях. Автор вместе с научным руководителем поставили перед собой цель - экспериментально установить причины образования неравновесных состояний в мелкокристаллических медицинских сплавах на основе кобальта и титана, образцы из которых изготовлены методом селективного лазерного сплавления. Центральное место занимают неравновесная структура и остаточные механические напряжения в опытных образцах сплавов Ti-6Al-4V (Grade 5) Co-Cr-Mo для медицинских приложений, полученных методом селективного лазерного сплавления из сферических порошков указанных сплавов. Второй решаемой в работе научной и технологической проблемой является поиск возможностей и путей снижения уровня остаточных макронапряжений в целом по образцу и локальных микронапряжений и перевод формирующейся неравновесной структуры в процессе селективного лазерного сплавления в равновесную. Поэтому диссертационная работа Ежова И. В. является актуальной.

Анализ содержания диссертации. Диссертация состоит из введения, четырех разделов, общих выводов, списка цитируемой литературы из 168 наименований и изложена на 141 странице.

Во введении обосновывается актуальность темы диссертации, формулируются цель и задачи, представлены научная новизна и практическая ценность, формулируются основные положения, выносимые на защиту, указана достоверность результатов и отражается личный вклад автора.

Первая глава работы является обзорной. Автором сформулированы предпосылки выполнения научных исследований в рамках представленной работы. Рассмотрены и классифицированы аддитивные методы для изготовления объемных изделий и реализация 3D методов для получения имплантатов в медицине. Перечислены основные требования к медицинским имплантатам, а также представлены металлические биоматериалы из титановых и кобальтовых сплавов, используемые в качестве имплантатов. Основное внимание уделено структурам и

фазовым превращениям в титановых и кобальтовых сплавах, полученных традиционными методами и методом селективного лазерного сплавления.

Подробно описаны объекты исследований. Рассмотрены особенности структуры и фазовых превращений в титановых сплавах, в том числе и в сплаве Ti-6Al-4V, механические свойства образцов данного сплава, изготовленные методом селективного лазерного сплавления (СЛС образцы). Далее рассмотрены фазовые превращения и их особенности для сплава Co-Cr-Mo медицинского назначения, механические свойства СЛС образцов из данного сплава.

В завершающей части главы сформулированы цель работы и задачи поставленных исследований.

**Вторая глава** содержит описание процедуры получения образцов методом селективного лазерного сплавления, методов исследования их структурно-фазового состояния и механических свойств. Представлено экспериментальное оборудование для реализации селективного лазерного сплавления.

**Третья и четвертая** главы являются оригинальными, где представлены результаты исследования и анализа структуры и механических свойств образцов сплавов Ti-6Al-4V и Co-Cr-Mo, полученных методом 3D печати, селективным лазерным сплавлением.

**В третьей главе** приведены результаты изучения и анализа структуры, фазового состава и механических свойств образцов сплава Ti-6Al-4V, полученных селективным лазерным сплавлением. Особое внимание уделено неравновесному состоянию сплава и остаточным напряжениям. Результаты автора подтверждают высокий уровень остаточных напряжений в СЛС образцах. В главе в качестве сравнения рассматриваются и остаточные напряжения в образцах исследуемого сплава с микрокристаллической структурой, сформированной методом интенсивной пластической деформации, а именно, методом КОП, включающем ковку, осадку и прессование. Показано, что природа остаточных напряжений для образцов сплава, полученных селективным лазерным сплавлением, и образцов после интенсивной пластической деформации различна. Анализируются механизмы формирования остаточных напряжений в процессе селективного лазерного сплавления и пути их уменьшения. Предлагается двухступенчатый отжиг СЛС образцов.

**Четвертая глава** диссертационной работы посвящена результатам исследования структуры и механических свойств образцов, полученных из порошкового сплава Co-Cr-Mo марки ПР-КХ28М6, содержащего. В СЛС образцах сплава также формируются остаточные механические напряжения растягивающего типа. Далее анализируется возможность стандартного высокотемпературного отжига СЛС образцов для уменьшения остаточных напряжений.

Следует отметить широкий спектр методов исследования, применённых в работе, что позволило автору работы получить надежные сведения о структурных

и фазовых состояниях и превращениях, детально проанализировать макронапряжения и микронапряжения в СЛС образцах, определить причины высокого уровня остаточных напряжений и предложить пути решения данной проблемы. Не могу не обратить внимание на успешное применение просвечивающей электронной микроскопии для анализа тонкой структуры исследуемых образцов, что позволило изучить детально неравновесные состояния в СЛС образцах.

В разделе «Общие выводы» представлены основные результаты в форме шести выводов.

**Научная новизна** диссертационной работы заключается в следующем.

1. Надежно установлено, что причиной образования неравновесных фаз в сплавах в ходе селективного лазерного сплавления является высокоскоростной циклический нагрев образца в последовательных локальных областях в процессе изготовления образца и последующая высокая скорость охлаждения. 2. Показано, что физической причиной образования двойников растяжения  $\{10\bar{1}2\} <\bar{1}011>$  в сплаве Ti-6Al-4V и ГЦК двойников с плоскостью двойникования  $\{111\}$  в сплаве Co-Cr-Mo являются высокие термические напряжения, генерируемые в процессе селективного лазерного сплавления образцов.

**Достоверность** экспериментальных результатов, научных положений, выносимых на защиту, выводов и рекомендаций обеспечивается использованием современных взаимодополняющих методов исследования. Полученные автором результаты не противоречат имеющимся представлениям о формировании структурно-фазовых состояниях при внешних различных воздействиях, механическое воздействие при интенсивной пластической деформации, высокоскоростные нагрев и охлаждение при селективном лазерном сплавлении, высокотемпературные отжиги СЛС образцов. По теме диссертации представлено восемь статей, из них три статьи опубликованы в журналах на русском языке, рекомендованных ВАК, и пять статей – в международных журналах индексируемых в базах данных в Web of Science и Scopus.

Особую практическую значимость имеют прежде всего разработанные способы изготовления изделий (опытных образцов) из порошковых сплавов Ti-6Al-4V и Co-Cr-Mo методом селективного лазерного сплавления и постобработки в виде высокотемпературного отжига. Указаны конкретные режимы и параметры процессов селективного лазерного сплавления и последующего отжига.

Имеются замечания по работе.

1. Первое замечание связано с использованием терминологии. Автор в своей работе в ряде мест текстов автореферата и диссертации пишет, что сплавы Ti-6Al-4V и Co-Cr-Mo в работе получали методами аддитивных технологий, в частности методом селективного лазерного сплавления. Это является неверным.

Автор получал изделия (опытные образцы) методом селективного лазерного сплавления из порошковых сплавов указанных систем. Но сплавы (слитки сплавов) были получены методами традиционной металлургии, а затем, используя методы атомизации, были получены порошки сплавов. Действительно на стр. 8, 9 автореферата и на стр. 49, 53 и 54 диссертации автор указывает, что были использованы сферические порошки указанных сплавов. Известно, что образцы из сплавов необходимого состава можно получить аддитивными методами из порошков чистых металлов. Такие работы имеются, в частности для сплава систем Ti-Nb и Co-Cr-Mo.

2. Второе замечание относится к представлению результатов на рисунках 3.2 и 3.16, где имеются зависимости концентрации кислорода и азота, и элементного состава (титан, алюминий и ванадий) от глубины от поверхности (рис. 3.2) и от глубины (рис. 3.16). По-видимому, речь идет о расстоянии от поверхности образца до области, где проводится измерение. Первое, линии просто связывают экспериментальные точки, погрешность измерения не указана на графике (рис. 3.2). Второе, величины расстояний от поверхности СЛС образца составляют единицы микрометров. Какова при этом шероховатость поверхности СЛС образца? Третье, на рис. 3.16 не пояснено, что это за величина «глубина». И наконец, комментарии к рис. 3.16 в тексте составляют два коротких предложения. Причем в первом предложении имеется ссылка на первоисточник. А во втором предложении сказано только о повышенном содержании ванадия в областях двойникования.

3. Третье замечание связано с результатами определения остаточных напряжений с СЛС образцах. Следовало бы дополнить результаты измерения величины микронапряжений, определяемых по уширению рентгеновских максимумов, с измерениями другими методами. Например, это можно было сделать, используя просвечивающую электронную микроскопию. Методика оценки микронапряжений подробно опубликованы работах Козлова Э. В. и Коневой Н. А. Как видно из представленных данных, автор профессионально владеет методами просвечивающей электронной микроскопии.

4. В автореферате на стр. 6 указано, что получен акт о внедрении результатов диссертационной работы в ОАО «Региональный инжиниринговый центр», г. Екатеринбург. Копия акта не приводится, нет сведений об акте и в диссертации. Требуются пояснения.

Замечания оппонента не умаляют высокий уровень представленной работы, а замечания рекомендовано учесть при дальнейшей работе.

По своему содержанию представленная к защите диссертационная работа соответствует формуле специальности и пунктам 2 и 5 паспорта научной специальности 05.16.01 - «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Текст автореферата полностью соответствует содержанию диссертационной работы и опубликованным работам.

Диссертационная работа Ежова Игоря Вячеславовича «Неравновесные состояния в мелкокристаллических медицинских сплавах кобальта и титана, полученных методом селективного лазерного сплавления» является законченной научно-квалификационной работой, выполненной на актуальную тему, связанную с выявлением особенностей формирования структуры свойств изделий (опытных образцов), сформированных методом селективного лазерного сплавления из порошковых сплавов Ti-6Al-4V (Grade 5) и Co-Cr-Mo (ПР-КХ286М6). По объёму выполненного исследования, новизне полученных результатов и выводов, их научному и практическому значению диссертация является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение научной задачи, имеющей значение для развития соответствующей отрасли знаний, и полностью соответствует всем требованиям пункта II. 9 Положения о присуждении ученых степеней от 24 сентября 2013 года № 842 (в ред. Постановлений Правительства Российской Федерации от 21.04.2016 № 335, от 02.08.2016 № 748, от 29.05.2017 № 650, от 28.08.2017 № 1024, от 01.10.2018 № 1168), предъявляемым к кандидатским диссертациям. Её автор, Ежов Игорь Вячеславович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Главный научный сотрудник и заведующий  
лабораторией физики наноструктурных  
биокомпозитов ИФПМ СО РАН, профессор,  
доктор физ.-мат. наук, 01.04.07 – физика  
конденсированного состояния



Шаркеев Юрий Петрович

Собственноручную  
удостоверяю:  
Ученый секретарь  
кандидат физ.-мат.



Матолыгина Наталья Юрьевна

6 мая 2021 г.



Шаркеев Юрий Петрович, доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник и заведующий лабораторией физики наноструктурных биокомпозитов, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН), 634055, Томск, проспект Академический, 2/4, [www.ispms.ru](http://www.ispms.ru), тел. раб.: +7 (3822) 492850, [sharkeev@ispms.ru](mailto:sharkeev@ispms.ru).

*Сотрудник аудиенции*  
12.05.2021 *Ежов И.В./5*

## СВЕДЕНИЯ ОБ ОФИЦИАЛЬНОМ ОППОНЕНТЕ

по диссертационной работе Ежова Игоря Вячеславовича «Неравновесные состояния в мелкокристаллических медицинских сплавах кобальта и титана, полученных методом селективного лазерного сплавления», представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Фамилия, имя, отчество	Шаркеев Юрий Петрович
Гражданство	Российская Федерация
Ученая степень (с указанием шифра специальности по которой защищена)	Доктор физико-математических наук, 01.04.07
Основное место работы	
Должность	Главный научный сотрудник, заведующий лабораторией
Наименование подразделения	Лаборатория физики наноструктурных композитов
Полное наименование организации в соответствии с уставом	Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН)
Почтовый индекс, адрес	634055, г. Томск, просп. Академический, 2/4
Веб сайт	<a href="http://www.ispms.ru/">http://www.ispms.ru/</a>
Телефон,	+7 (3822) 49-18-81
Адрес электронной почты организации	<a href="mailto:root@ispms.tomsk.ru">root@ispms.tomsk.ru</a>
Список основных публикаций официального оппонента в рецензируемых научных изданиях за последние 5 лет по теме диссертации:	
1. Margarita A. Khimich, Konstantin A. Prosolov, Tatiana Mishurova, Sergei Evsevleev, Xavier Monforte, Andreas H. Teuschl, Paul Slezak, Egor A. Ibragimov, Alexander A. Saprykin, Zhanna G. Kovalevskaya, Andrey I. Dmitriev, Giovanni Bruno and Yurii P. Sharkeev. Advances in Laser Additive Manufacturing of Ti-Nb Alloys: From Nanostructured Powders to Bulk Objects. <i>Nanomaterials</i> 2021, 11(5), 1159 (1-26).	
2. Eroshenko A.Yu., Sharkeev Yu.P., Khimich M.A., Glukhov I.A., Uvarkin P.V., Tolmachev	

- A. I., Mairambekova A. M. Microstructure of ultrafine-grained Ti-40 wt.% Nb alloy after annealing // Letters on Materials. – 2020. – Vol.10 (1). – P.54–59.
3. Kovalevskaya Z. G., Fedorov V. V., Krinitsyn M. G., Klochkov N. S., Khimich M. A., Sharkeev Y. P. Selection of Technological Parameters of Selective Laser Melting of Mechanocomposite Ti–Nb Powder // Inorganic Materials: Applied Research. – 2019. – Vol.10, Issue 1. – P. 19–23.
  4. Ковалевская Ж.Г., Шаркеев Ю.П., Химич М.А., Ерошенко А.Ю., Уваркин П.В. Структура сплава Ti-40Nb, сформированного высокозенергетическими методами // Обработка металлов. – 2019. – Т. 21, № 2. – С. 124–135.
  5. Kovalevskaya Z.G., Sharkeev Y.P., Khimich M.A., Glukhov I.A. Thermal stability of Ti-45Nb mechanically alloyed powder // Letters on Materials. – 2018. – Vol. 8 (4). – P. 442–447.
  6. Zh. G. Kovalevskaya, Yu. P. Sharkeev, M. A. Khimich, M. A. Korchagin, V. A. Bataev. Ti–Nb powder alloys in the additive technologies // Nanoscience and Technology: An International Journal. – 2017. – V. 8. – № 3. – P. 203–210.
  7. Ковалевская Ж.Г., Шаркеев Ю.П., Корчагин М.А., Химич М.А., Ибрагимов Е.А., Сапрыкин А.А., Батаев В.А. Исследование строения порошкового сплава Ti-40Nb, полученного механической активацией // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2016. – № 4 (73). – С. 34–42.
  8. Шаркеев Ю.П., Ерошенко А.Ю., Ковалевская Ж.Г., Сапрыкин А.А., Ибрагимов Е.А., Глухов И.А., Химич М.А., Уваркин П.В., Бабакова Е.В. Структурное и фазовое состояние сплава Ti-Nb при селективном лазерном сплавлении композитного порошка // Известия вузов. Физика. – 2016. – Т. 59. – № 3. – С. 99–103.
  9. Сапрыкин А. А., Сапрыкина Н.А., Ибрагимов Е.А., Бабакова Е.В., Шаркеев Ю.П. Влияние условий послойного лазерного спекания (плавления) на качество поверхности изделия // Фотоника. – 2016. – Т.55. – №1. – С. 40–48.

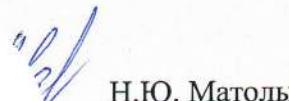
Даю согласие на обработку моих персональных данных и на размещение их в свободном доступе в сети информационно-телекоммуникационной сети «Интернет» и в единой информационной системе.

Официальный оппонент,  
доктор физ.-мат. наук, профессор



Ю.П. Шаркеев

Ученый секретарь ИФПМ  
кандидат физ.- мат. наук



Н.Ю. Матолыгина