

## ОТЗЫВ

официального оппонента Степанова Степана Игоревича на диссертационную работу Ежова Игоря Вячеславовича «Неравновесные состояния в мелкокристаллических медицинских сплавах кобальта и титана, полученных методом селективного лазерного сплавления», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

**Актуальность темы диссертации.** Диссертационная работа рассматривает вопросы формирования структуры, текстуры и механических свойств сплавов медицинского назначения в процессе одной из самых перспективных аддитивных технологий - селективного лазерного сплавления, что является актуальной металловедческой задачей как с научной, так и практической точек зрения.

**Структура и основное содержание работы.** Диссертационная работа Ежова И. В., изложенная на 141 страницах машинописного текста, состоит из введения, четырёх глав, заключения и библиографического списка литературы, включающего 168 источников.

Во **введении** обоснована актуальность тематики диссертационной работы, сформулированы ее цели и задачи, представлены научная новизна и практическая значимость, положения, выносимые на защиту, а также сведения об опубликованных материалах в научных журналах и докладах на конференциях различного уровня.

**Первая глава** представляет обзор литературы по тематике диссертационной работы, на основании которого сформулированы цель и задачи исследования. Данна классификация современных методов аддитивного производства и возможность их применения для изделий медицинского назначения. Рассмотрены особенности формирования структуры и свойств медицинских сплавов Ti-6Al-4V и Co-Cr-Mo в процессе традиционных - субтрактивных технологий. На основании изученных материалов проводиться постановки цели и задачи исследования. В целом, глава достаточно полно отражает направления планируемой работы и современное состояние решаемой проблемы.

Во **второй главе** приведено описание материалов исследования, включая химический состав, фракцию и морфологию порошка, являвшегося сырьем для 3D-печати. Описана технология получения образцов для исследования методом селективного лазерного сплавления с варьированием толщины слоя порошка и ориентации образцов в камере построения. Предложены эталоны для сравнения из сплава Ti-6Al-4V, полученные с использованием традиционных технологий. Анализ структуры осуществляли комплексно преимущественно методами просвечивающей электронной микроскопии. Структурные методы исследования подтверждены рентгеноструктурным анализом. Для изучения локальных неоднородностей в наномасштабах применена методика атомно-зондовой томографии. Проведен анализ упругих свойств и энергии разрушения с применением наноиндентирования.

Предложены методы снижения остаточных напряжений с применением термической и вибрационной обработок.

В **третьей главе** изложены особенности формирования структуры, текстуры и механических свойств титанового сплава Ti-6Al-4V, полученного методом СЛС на двух аналогичных установках, расположенных в разных странах и полушариях. Установлена

возможность формирования  $\alpha''$ -мартенсита в сплаве за счет многократного термоциклирования уже сплавленных слоев при прохождении лазером нового порошкового слоя. Представлен большой набор экспериментальных данных, подтверждающих формирование данного неравновесного состояния, включающих просвечивающую электронную микроскопию, рентгеноструктурных анализ и атомно-зондовую томографию. Изучены особенности текстуры высокотемпературной  $\beta$ -фазы в процессе СЛС, и текстуры  $\alpha$ -фазы, формирующейся в результате  $\beta$ - $\alpha$ -превращения с наследованием через ориентационное соотношение (ОС) Бюргерса.

Проведена оценка внутренних напряжений в сплаве в результате СЛС и предложены способы борьбы с ними методом вибрационной обработки. Для сравнения в качестве эталона применялись образцы, полученные методом КОП.

В четвертой главе проведен анализ структуры и механических свойств сплава Co-Cr-Mo, полученного методом СЛС.

Установлено, что доминирующей фазой является  $\gamma$ -фаза. Методом просвечивающей электронной микроскопии установлена возможность образования ГПУ  $\varepsilon$ -фазы по мартенситному механизму.

С использованием данных наноиндентирования проведен анализ внутренних напряжений в сплаве после СЛС и в литом состоянии. Рекомендована ТО – отжиг при 1150 °C в течении 30 минут, который приводит к снятию внутренних напряжений.

В заключении приведены основные выводы по диссертационной работе.

#### **Научная новизна результатов диссертационной работы**

Диссертационная работа Ежова И. В. является одной из первых работ в РФ по особенностям формирования структуры, фазового состава и текстуры медицинских сплавов в процессе синтеза на подложке.

- установлено влияние сложного циклического температурного профиля в результате высокоэнергетического воздействия в процессе СЛС на формирование структуры, в том числе образованию метастабильных мартенситных фаз.
- определены факторы, определяющие формирования текстуры  $\alpha$ -фазы в процессе СЛС, включающие текстуру роста  $\beta$ -фазы и наследование  $\alpha$ -фазой с выполнением ОС Бюргерса, а также влияние внутренних напряжений на процесс выбора ориентации  $\alpha$ -пластин.
- изучены особенности образования двойников в сплавах Ti-6Al-4V и Co-Cr-Mo в результате действия высоких внутренних напряжений в процессе СЛС.

#### **Практическая значимость полученных результатов**

В работе установлены технологические параметры, требуемых для получения беспористых сплавов и отсутствии внутренних напряжений, в результате применения вибрационной и термической обработок после СЛС. Данные рекомендации могут быть использованы при разработке промышленной технологии получения изделий медицинского назначения из сплавов Ti-6Al-4V и Co-Cr-Mo.

Полученные результаты работы полностью соответствуют поставленным целям и задачам, их достоверность подтверждается высоким уровнем воспроизводимости. Для экспериментов и исследований в работе использовалось аттестованное оборудование. Результаты, полученные в работе, хорошо согласуются с предшествующими литературными данными.

#### **По диссертационной работе имеются следующие вопросы и замечания:**

1. В п. 2 научной новизны указано, что было установлено протекание текстурно-фазового перехода. Если имеется в виду, что при кристаллизации формируется ростовая текстура  $\beta$ -фазы, а при  $\beta$ - $\alpha'$ -превращении выполняется ОС Бюргерса, то это хорошо

известно. Возможно в выводах сделать акцент на особенностях выбора ориентаций пластин при  $\beta$ - $\alpha$  превращении в процессе СЛС, то есть особенностей структуро- и текстурообразования.

2. В процессе СЛС по мере послойного синтеза готового изделия каждый слой, включая центральные, успевает стать поверхностным. Как объясняется повышенное содержание кислорода и азота в «поверхностных» на рис. 3.2 слоях образцов?

3. В сплавах Grade 23 и Grade 5 разные требования по содержанию кислорода – 0,13 и 0,2 мас. %, соответственно, что очень существенно для титановых сплавов с точки зрения механических свойств. Во-первых, не приводится исходное содержание O и N в порошке и не представляется возможным оценить газонасыщение в процессе СЛС. Во-вторых, на Рис. 3.2 анализируется концентрация  $N_2$  и  $O_2$ , значит ли это, что кислород и азот присутствуют в газообразном состоянии в сплаве? В-третьих, не указана погрешность измерения на графике и может создаться впечатление, что содержание кислорода в результате СЭЛС в сплавах Grade 23 и Grade стало одинаковым.

4. Страница 74 используется термин «родительская  $\beta$ -фаза», обычно применяется «исходная» или «высокотемпературная».

5. Данные Рис. 3.19 и Таблицы 3.1 не согласуются, по диаграмме растяжения относительное удлинение не превышает 2%, а в таблице приводится 9,4%.

6. Одним из выводов по работе является возможность повышения пластичности сплава за счет формированию  $\alpha''$ -мартенсита? С чем связан данный эффект, за счет чего пластичность низкосимметричной фазы с ограниченным количеством систем скольжения будет больше? За счет чего возможно в данном сплаве получить большее содержание  $\alpha''$ -фазы?

7. На стр. 94 указано, что «приnanoиндицировании измерения твердости проводятся в поверхностной области толщиной 500-600 мкм», однако ранее на стр. 92 указано, что «углубление алмазного наконечника Берковича не превышало 2 мкм».

8. Пояснить, как для 5 разных образцов при 10 измерениях 3 разных характеристик получилась одинаковая случайная погрешность измерения – 2 %?

Вышеуказанные вопросы и замечания не снижают общий высокий уровень диссертационной работы. Диссертация представляет собой завершенную работу, в рамках которой проведено большое количество всесторонних экспериментальных исследований и дана научно-обоснованная их интерпретация.

Тема диссертации соответствует заявленной специальности. Содержание автореферата И.В. Ежова соответствует содержанию диссертации. Качество оформления, язык и стиль диссертации и автореферата соответствуют требованиям.

Результаты работы были представлены на 11-ти российских и международных научных конференциях, основные данные проведенных исследований опубликованы в 8-ми статьях в журналах, входящих в перечень изданий, рекомендованных ВАК РФ, в том числе 7 статьях, индексируемых базами данных Scopus, Web of Science.

Считаю, что диссертационная работа «Неравновесные состояния в мелкокристаллических медицинских сплавах кобальта и титана, полученных методом селективного лазерного сплавления» ВАК Министерства образования и науки РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Ежов Игорь Вячеславович,

заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

**Официальный оппонент:**

доцент кафедры термообработки и физики металлов

ФГАОУ ВО Уральского федерального университета имени

первого Президента России Б.Н. Ельцина,

кандидат технических наук

Дата подписания отзыва: «14» мая 2021 г.



Степанов Степан Игоревич

Подпись Степанова С.И. удостоверяю,

Ученый секретарь Ученого совета

университета



Морозова Вера Анатольевна

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19

ФГАОУ ВО Уральский федеральный ун

Президента России Б.Н. Ельцина

Тел: +7(343) 375-44-44, E-mail: s.i.stepanov

*Согласие сражен  
17.05.2021 Евгений И.В.*

## **СВЕДЕНИЯ ОБ ОФИЦИАЛЬНОМ ОППОНЕНТЕ**

по диссертации Ежова Игоря Вячеславовича на тему: «Неравновесные состояния в мелкокристаллических медицинских сплавах кобальта и титана, полученных методом селективного лазерного сплавления» по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Фамилия, имя, отчество	Степанов Степан Игоревич
Гражданство	Российская Федерация
Ученая степень (с указанием шифра специальности по которой защищена)	кандидат технических наук, 05.16.01
Основное место работы	
Должность	Инженер ведущий, доцент
Наименование подразделения	Кафедра термообработки и физики металлов
Полное наименование организации в соответствии с уставом	ФГАОУ ВО Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина
Почтовый индекс, адрес, веб сайт, телефон, адрес электронной почты организации	620002, ул. Мира, д. 19, г. Екатеринбург, <a href="http://www.urfu.ru">http://www.urfu.ru</a> +7(343) 375-44-44 rector@urfu.ru

**УЧЕНЫЙ СИКРЕТА**  
**УРФУ**  
**МОРОЗОВА В. А.**

Список основных публикаций официального оппонента, составляющего

отзыв, за последние пять лет по теме диссертации:

1. Illarionov, A. G., Nezhdanov, A. G., Stepanov, S. I., Muller-Kamskii, G., & Popov, A. A. (2020). Structure, phase composition, and mechanical properties of biocompatible titanium alloys of different types. Physics of Metals and Metallography, 121(4), 367-373.
2. Loginov, Y. N., Stepanov, S. I., Ryshkov, N. M., Yudin, A. V., & Tretyakov, E. V. (2018). Effect of SLM parameters on the structure and properties of CP-ti. AIP Conference Proceedings, 2053.
3. Stepanov, S. I., Loginov, Y. N., Kuznetsov, V. P., & Popov, A. A. (2018). Effect of annealing on the structure and properties of titanium alloy with cellular architecture for medical applications. Metal Science and Heat Treatment, 60 (5-6), 315-321.
4. Loginov, Y. N., Stepanov, S. I., Yudin, A. V., Tretyakov, E. V. (2018). Relationship between mechanical properties and density of Ti obtained by additive technology. Tsvetnye Metally, (5), 51-55.
5. Muller-Kamskii, G., Stepanov, S., Strokin, E., Kolomiets, A., Kovalevskyi, I., & Popov, A. (2020). Effect of build orientation in electron beam melting of Ti-6Al-4V specimens. Paper presented at the Proceedings of the 2020 IEEE 10th International Conference on "Nanomaterials: Applications and Properties", NAP 2020, №9309718.

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

С.И. Степанов

Ученый секретарь УрФУ

В. А. Морозова