

УТВЕРЖДАЮ:
И.о. директора ИМАШ УрО РАН,
доктор технических наук

2

ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу 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.

Актуальность темы диссертации

Диссертационная работа посвящена изучению структуры и свойств сплавов медицинского назначения на основе титана и кобальта, полученных методом селективного лазерного сплавления (СЛС). Технология СЛС относится к новым и перспективным методам синтеза металлов и сплавов, применяемых в ответственных отраслях промышленности, например, таких как авиа и автомобилестроение. Однако, изделия, полученные с использованием 3D-технологий, в исходном состоянии характеризуются высокими внутренними напряжениями и наличием метастабильных фаз, что может оказаться на ухудшении эксплуатационных свойств. В связи с этим, тематика данной диссертации актуальна, а результаты, полученные автором, безусловно, имеют важное научное и практическое значение.

Структура и основное содержание работы

Диссертационная работа состоит из введения, 4-х глав, заключения и списка использованных источников. Объем работы – 141 страница, включая 73 рисунка, 19 таблиц. Список литературы составляет 168 наименований. Информация, приведенная в автореферате, соответствует основному содержанию диссертации и дает полное представление о её научных положениях, результатах и основных выводах.

Всего по материалам диссертации опубликовано 8 работ из списка ВАК. Материал диссертации неоднократно докладывался на международных и российских конференциях.

В первой главе приведены известные литературные данные об аддитивных технологиях в целом и методе селективного лазерного сплавления в частности. Рассмотрены основные факторы, влияющие на микроструктуру и механические свойства СЛС-материалов. Сделан обзор об особенностях структуры, фазовых превращений, и рассмотрено их влияние на механические свойства титановых и кобальтовых сплавов медицинского назначения, изготовленных СЛС-методом. В завершающем разделе главы

приведено обоснование поставленных задач.

Во второй главе описаны способы изготовления и термообработки сплавов Ti-6Al-4V и Co-Cr-Mo, а также методы подготовки образцов для исследований.

Третья глава посвящена изучению структуры, фазового состава и механических свойств образцов сплава Ti-6Al-4V, полученных методом СЛС. В частности, рассмотрено влияние содержания кислорода и азота на структуру и свойства СЛС-сплава Ti-6Al-4V. Подробно, с привлечением методов СЭМ и ПЭМ описано формирование двух типов мартенситных структур. Показана зависимость ростовой структуры, твёрдости и модуля Юнга от геометрии построения образца. Проведен сравнительный анализ структуры и внутренних напряжений образцов титанового сплава, полученных методом СЛС и литых, деформированных винтовой экструзией. В качестве метода, применяемого для изменения уровня остаточных напряжений, рассмотрен метод низкочастотной вибрационной обработки.

Четвертая глава диссертационной работы посвящена исследованию структуры и механических свойств сплава Co-Cr-Mo, полученного методом СЛС. Представлены результаты, опубликованные в одной статье. В частности, было изучено влияние релаксационного отжига, применяемого для стандартных кобальтовых литых сплавов, на формирование двухфазной структуры в кобальтовом сплаве, полученном СЛС методом. Получены механические свойства по модулям упругости, определенным приnanoиндицировани сплава Co-Cr-Mo.

В заключении сформулированы общие выводы по работе.

Научная новизна результатов диссертационной работы

Среди новых и наиболее значимых результатов можно выделить следующие.

1. Установлено, что причиной образования неравновесных фаз в изученных сплавах, в ходе селективного лазерного сплавления, является циклический нагрев образца в процессе его изготовления и высокая скорость охлаждения. В сплаве Ti-6Al-4V обнаружен мартенсит двух типов с разной степенью обогащения легирующим элементом (V) и разной кристаллической решеткой: α' (ГПУ) и α'' (орторомбическая). В сплаве Co-Cr-Mo, полученном методом селективного лазерного сплавления, после гомогенизирующего отжига обнаружено формирование неравновесных γ -фазы (ГЦК) и мартенситной ε -фазы (ГПУ).

2. Установлено протекание мартенситного текстурно-фазового перехода в процессе лазерного сплавления в образце Ti-6Al-4V за счет прямого мартенситного $\beta_{001} \rightarrow \alpha'$ превращения. Ростовая текстура в СЛС-сплавах связана с послойным способом их получения в 3D лазерном принтере и высокой скоростью охлаждения зоны расплава.

3. Показано, что под действием высоких термических напряжений, возникающих в процессе лазерного сплавления, в сплаве Ti-6Al-4V образуются двойники растяжения $\{10\bar{1}2\} <\bar{1}011>$, в сплаве Co-Cr-Mo обнаружено образование ГЦК двойников с плоскостью двойникования $\{111\}$.

4. Разработаны основы методики изготовления Ti-6Al-4V и Co-Cr-Mo сплавов методом селективного лазерного сплавления, в которую входит определение технологических параметров работы 3D-принтера EOSINT M280 и режимов постобработки образцов.

Практическая значимость полученных результатов

Полученные в диссертационной работе новые знания о структуре и дефектном состоянии титановых и кобальтовых сплавов медицинского назначения, позволяют утверждать, что сплавы, синтезированные с помощью лазерного 3D-принтера, обладают специфическими свойствами, отличными от свойств сплавов того же химического состава, изготовленных традиционными способами.

Представленные в диссертационной работе результаты способствуют пониманию процессов деформации и разрушения новых сплавов, изготовленных методом селективного лазерного сплавления, и таким образом, являются одним из ключевых моментов, необходимым для применения в их биомедицине.

Практическая ценность диссертационной работы состоит в том, что на основании результатов комплексного изучения структуры и механических свойств СЛС-сплавов Ti-6Al-4V и Co-Cr-Mo, предложены набор технологических параметров 3D-принтера EOSINT M280 и режимы релаксационного отжига, обеспечивающие получение материалов с высокими механическими свойствами.

Результаты исследований, представленные в диссертации, могут быть использованы в качестве лекционно-учебного материала при обучении студентов средних и высших учебных заведений по специальности «Аддитивные технологии».

Получен акт внедрения результатов диссертационной работы в ОАО «Региональный инжиниринговый центр», г. Екатеринбург.

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов обеспечена использованием проверенных и апробированных методов испытаний материалов, применением аттестованных способов обработки экспериментальных данных, а также использованием современных методов структурного анализа (рентгеновского, металлографического, электронно-микроскопического), измерений механических и физических свойств, и определения погрешностей измерений. Результаты исследований, приведенные в настоящей работе, хорошо согласуются между собой и не противоречат известным в научной литературе представлениям и результатам.

Вопросы и замечания по диссертации

1. В автореферате отсутствует важный для понимания новизны работы и постановки задачи раздел «Степень разработанности темы».

2. В литературном обзоре следовало бы привести близкие по тематике диссертационной работы публикации ученых из ИФПМ СО РАН (г. Томск), УрФУ (г.

Екатеринбург), НИТУ МИСиС (г. Москва), ПНИПУ (г. Пермь) и ЦНИИ КМ «Прометей» имени И.В. Горынина НИЦ «Курчатовский институт» (г.Санкт-Петербург).

3. Не понятно, почему взятые из нескольких работ экспериментальные значения при растяжении отличающихся по микроструктуре образцов сплава Ti-6Al-4V, полученных при различных параметрах селективного лазерного сплавления, так точно укладываются на единую кривую (стр. 87).

4. Энергия вдавливания индентора, определяемая как интегральная площадь под кривой «нагрузка-смещение» при кинетическом индентировании, необоснованно приравнивалась к энергии разрушения материала (стр.92-93).

Общая оценка диссертационной работы

Указанные замечания не снижают общей положительной оценки диссертации. Тематика работы соответствует паспорту специальности 05.16.01: пункту 2 – «Теоретические и экспериментальные исследования фазовых и структурных превращений в металлах и сплавах, происходящих при различных внешних воздействиях» и пункту 3 – «Теоретические и экспериментальные исследования влияния структуры (типа, количества и характера распределения дефектов кристаллического строения) на физические, химические, механические, технологические и эксплуатационные свойства металлов и сплавов»

Заключение по диссертационной работе

Анализ материалов, представленных Ежовым Игорем Вячеславовичем в диссертационной работе, позволяет сделать следующие выводы:

1. Диссертация является законченной научно-квалифицированной работой, в которой, на основании выполненных автором исследований, установлено, что причиной образования неравновесных фаз в изученных сплавах, в ходе селективного лазерного сплавления, является циклический нагрев образца в процессе его изготовления и высокая скорость охлаждения. В сплаве Ti-6Al-4V обнаружен мартенсит двух типов с разной степенью обогащения ванадием и разной кристаллической решеткой: α' (ГПУ) и α'' (орторомбическая). В сплаве Co-Cr-Mo, полученном методом селективного лазерного сплавления, после гомогенизирующего отжига обнаружено формирование неравновесных γ -фазы (ГЦК) и мартенситной ϵ -фазы (ГПУ). Показано, что под действием высоких термических напряжений, возникающих в процессе лазерного сплавления, в сплаве Ti-6Al-4V образуются двойники растяжения $\{10\bar{1}2\} <\bar{1}011>$, в сплаве Co-Cr-Mo обнаружено образование ГЦК двойников с плоскостью двойникования $\{111\}$. Материалы и выводы диссертации достоверны. Автореферат соответствует основному содержанию диссертации. Научные и практические результаты выполненной диссертационной работы вносят существенный вклад в понимании процессов деформации и разрушения новых сплавов, изготовленных методом селективного лазерного сплавления, и таким образом, являются одним из ключевых моментов, необходимым для применения в их биомедицине.

Практическая ценность диссертационной работы состоит в том, что на основании результатов комплексного изучения структуры и механических свойств СЛС-сплавов Ti-6Al-4V и Co-Cr-Mo, предложены набор технологических параметров 3D-принтера EOSINT M280 и режимы релаксационного отжига, обеспечивающие получение материалов с высокими механическими свойствами.

2. Диссертационная работа соответствует критериям ВАК РФ, определённым п.п. 9 – 14 «Положения о присуждении учёных степеней» к работам на соискание учёной степени кандидата технических наук, а её автор Ежов Игорь Вячеславович заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Диссертационная работа, автореферат и отзыв обсуждены и одобрены на научно-техническом семинаре Отдела физических проблем машиностроения ИМАШ УрО РАН (лаборатории: конструкционного материаловедения, деформирования и разрушения, микромеханики материалов, технической диагностики), протокол № 244 от 13 мая 2021 г.

Председатель научно-технического семинара
Отдела физических проблем машиностроения ИМАШ УрО РАН,
доктор технических наук, старший научный сотрудник

С.В. Смирнов

Заведующий лабораторией деформирования и разрушения
ИМАШ УрО РАН, доктор технических наук, доцент

С.В. Гладковский

Подписи Смирнова С.В. и Гладковского
Ученый секретарь ИМАШ УрО РАН, к.

А.М. Повоцкая



620049, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, д. 34, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук (ИМАШ УрО РАН);
тел.: +7 (343) 374-47-25; e-mail: ges@imach.uran.ru

Составлен супervision
18.05.2021 Ежов И.В.

Сведения о ведущей организации

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.

Полное наименование организации в соответствии с Уставом	Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук
Сокращенное наименование организации в соответствии с Уставом	ИМАШ УрО РАН
Почтовый индекс, адрес организации	620049, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34
Веб-сайт	https://www.imach.uran.ru/
Телефон	(343) 374-47-25
Адрес электронной почты	ges@imach.uran.ru
Основные научные направления организации	<ol style="list-style-type: none">Механика деформируемых тел, перспективных материалов и технологий, конструкций и сооружений.Автоматизированные системы измерения, неразрушающего контроля материалов и диагностики ресурса машин.Создание основ алгоритмического, программного и аппаратного обеспечения систем автоматического управления сложными объектами.Механика и процессы управления транспортных и тяговых машин.
Список основных публикаций по теме рецензируемой диссертации в рецензируемых научных изданиях за последние 5 лет (не более 15 публикаций)	<ol style="list-style-type: none">Rheological behavior of a VT23 alloy during deformation in a wide temperature range / Gladkovskii S.V., Volkov V.P., Salikyanov D.R., Veselova V.E., Patselov A.M. // Russian metallurgy (Metally). 2020. T. 2020. № 10. С. 1147-1150.Rheological Properties and Microstructure of PH1 Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting / Sergey

- V. Gladkovsky, Denis R. Salikhyanov, Vladimir P. Volkov, Yurij A. Avraamov and Valeriya E. Veselova // Materials Science Forum. – 2020. - Vol. 989. - pp 811-815.
3. Rheological properties and microstructure of AlSi10Mg aluminum alloy produced by selective laser melting / Salikhyanov D.R., Gladkovskii S.V., Volkov V.P., Veselova V.E., Avraamov Yu.A. // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. International Conference on Modern Trends in Manufacturing Technologies and Equipment 2019, ICMTME 2019. 2020. C. 033113.
4. Гладковский С.В. Веселова В.Е. Пацелов А.М. Хотинов В.А. Влияние деформационной стабильности β -фазы в титановом сплаве BT23 на фазовый состав, структуру и механические свойства при растяжении и ударном изгибе // Вестник ПНИПУ. Машиностроение, материаловедение. – 2019. – Т. 21. – № 4. – С. 26-33.
5. Zamaraev L.M. Short-term high-temperature creep of Grade 5 titanium alloy heated in air and argon // Letters on Materials. 2019. Vol. 9. No. 3. P. 294-298.
6. Pugacheva N.B. Senaeva E.I. Goruleva L.S. Makarov A.V. Volkova E.G. Microstructure of a Laser-Welded Joint between a Chromium – Nickel Steel and a Titanium Alloy with a Copper Insert // Physics of Metals and Metallography. 2019. Vol. 120. No. 8. P. 775-781.
7. Zalazinskiy A.G. Nesterenko A.V. Berezin I.M. Study of Compaction of the Titanium Powder by the Experimental-Analytical Method // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. 2019. Vol. 60. No. 5. P. 499-503.
8. Veretennikova I.A. Pugacheva N.B. Smirnova E.O. Michurov N.S. The laser-welded joint of an austenitic corrosion-resistant steel and a titanium alloy with an intermediate copper insert // Letters on Materials-Pis'ma o Materialakh. 2018. Vol. 8. No. 1. P. 42-47.
9. Rekov A.M. Vichuzhanin D.I. The density of deformation

distribution in a plane of VT1-00 sample under uniaxial strain // PNRPU Mechanics Bulletin. 2018. Is. 3. P. 53-60.

10. Lenivtseva O. Tokarev A. Chakin I. Burov S.V. Khudorozhkova Yu.V. Surface Hardening of Commercially Pure Titanium by Non-vacuum Electron Beam Cladding of Powder Mixtures // Obrabotka metallov - Metal Working and Material Science. – 2018. – Vol. 20. Iss. 2. – P. 116-129.

11. Pugacheva N.B., Smirnova E.O., Veretennikova I.A., Michurov N.S., Senaeva E.I. Investigation of local mechanical properties of materials in welded joints of the VT1-0 titanium alloy and the 12CR18NI10TI austenitic corrosion resistant steel with an intermediate copper insert with the use of a nanomechanical testing system // AIP Conference Proceedings. – 2016. – Vol. 1785. – C. 040050.

Ученый секретарь ИМАШ УрО РАН,
кандидат технических наук



А.М. Повоцкая