

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 004.003.01 НА БАЗЕ  
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ  
НАУКИ ИНСТИТУТА ФИЗИКИ МЕТАЛЛОВ ИМЕНИ М.Н. МИХЕЕВА  
УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК  
(ИФМ УрО РАН) МИНИСТЕРСТВА НАУКИ И ВЫСШЕГО  
ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО ДИССЕРТАЦИИ НА  
СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № \_\_\_\_\_

решение диссертационного совета от 04.06.2021, № 8

О присуждении Ежову Игорю Вячеславовичу, гражданину России,  
ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «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 принята к защите 29.03.2021,  
протокол № 6, диссертационным советом Д 004.003.01 на базе Федерального  
государственного бюджетного учреждения науки Института физики  
металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской Академии  
наук (ИФМ УрО РАН), Министерство науки и высшего образования  
Российской Федерации, 620108, Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18,  
приказы Минобрнауки РФ № 714/нк от 02.11.2012 и № 188/нк от 26.02.2015.

Соискатель Ежов Игорь Вячеславович, 1993 года рождения, в 2015 году  
окончил специалитет Федерального государственного автономного  
образовательного учреждения высшего профессионального образования  
«Уральский федеральный университет имени первого Президента России  
Б.Н. Ельцина», решением Государственной аттестационной комиссии ему  
присвоена квалификация инженер по специальности «Материаловедение в  
машиностроении». Работает в должности младшего научного сотрудника

лаборатории магнитного структурного анализа в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Диссертация выполнена в лаборатории магнитного структурного анализа Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – доктор физико-математических наук, Казанцева Наталия Васильевна работает главным научным сотрудником лаборатории магнитного структурного анализа Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

**Официальные оппоненты:**

1) Шаркеев Юрий Петрович, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией физики наноструктурных биокомпозитов ФГБУН Института физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск;

2) Степанов Степан Игоревич, кандидат технических наук, ведущий инженер, доцент кафедры термообработки и физики металлов ФГАОУ ВО «Уральского федерального университета имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», г. Екатеринбург

– дали положительные отзывы о диссертации И.В. Ежова.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук (ФГБУН ИМАШ УрО РАН), г. Екатеринбург, в своем положительном заключении, подписанном Смирновым Сергеем

Витальевичем, доктором технических наук, заведующим лабораторией микромеханики материалов ФГБУН ИМАШ УрО РАН и Гладковским Сергеем Викторовичем, доктором технических наук, заведующим лабораторией деформирования и разрушения ФГБУН ИМАШ УрО РАН, указала, что «диссертационная работа Ежова И.В. «Неравновесные состояния в мелкокристаллических медицинских сплавах кобальта и титана, полученных методом селективного лазерного сплавления», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов, является законченной научно-квалификационной 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:  $\alpha'$ (ГПУ) и  $\alpha''$ (орторомбическая). В сплаве Co-Cr-Mo, полученном методом селективного лазерного сплавления, после гомогенизирующего отжига обнаружено формирование неравновесных  $\gamma$ -фазы (ГЦК) и мартенситной  $\epsilon$ -фазы (ГПУ). Материалы и выводы диссертации достоверны. Автореферат соответствует основному содержанию диссертации. 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.

Диссертационная работа носит завершенный характер и удовлетворяет требованиям пункта 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 № 842 с изменениями от 21.04.2016 г. № 335, а ее автор Ежов

Игорь Вячеславович заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 - Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Соискатель имеет 19 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации 8 работ, из них статей, опубликованных в рецензируемых научных изданиях и входящих в перечень ВАК – 8, тезисов докладов в материалах российских и международных конференций – 11. Общий объем научных изданий 7,97 печатных листов.

В результате проведенных исследований автором установлено, 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 расширению знаний о процессах деформации и разрушения новых СЛС сплавов, что является одним из ключевых моментов, необходимых для их эффективного применения в биомедицине.

#### **Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:**

1. Oxygen and nitrogen concentrations in the Ti-6Al-4V alloy manufactured by direct metal laser sintering (DMLS) process / N. Kazantseva, P. Krakhmalev, I. Yadroitsev, A. Fefelov, A. Merkushev, M. Ilyinikh, N. Vinogradova, I. Ezhov, T. Kurennyykh // Materials Letters. – 2017. – Vol. 209. – P. 311–314.
2. Двойники в сплаве Ti-6Al-4V после селективного лазерного сплавления / Н.В. Казанцева, П.В. Крахмалев, Г. Фредрикссон, Н.И. Виноградова, И.А. Ядройцев, И.В. Ежов // Титан. – 2017. – №2. – С. 8–15.
3. Texture and Twinning in Selective Laser Melting Ti-6Al-4V Alloys / N. Kazantseva, P. Krakhmalev, I. Yadroitsev, A. Fefelov, N. Vinogradova, I. Ezhov, & T. Kurennyykh // Materials and Metallurgical Engineering. – 2017. – Vol. 11, no. 11. – 4 p.

4. Martensitic transformations in Ti-6Al-4V (ELI) alloy manufactured by 3D Printing / N. Kazantseva, P. Krakhmalev, M. Thuvander, I. Yadroitsev, N. Vinogradova, I. Ezhov // Materials Characterization. – 2018. – Vol. 146. –P. 101–112.

5. Влияние геометрии построения образца в методе селективного лазерного сплавления на микроструктуру и прочностные характеристики сплава Ti–6Al–4V / Н.В. Казанцева, И.В. Ежов, Н.И. Виноградова, М.В. Ильиных, А.С. Фефелов, Д.И.Давыдов, О.А. Оленева, М.С. Карабаналов // Физика металлов и металловедение. – 2018. – Т. 119. – С. 1138–1147.

6. Comparative analysis of the structure and internal stress in Ti-6Al-4V alloys manufactured by 3D printing and processing with screw extrusion / N. Kazantseva, I. Ezhov, N. Vinogradova, D. Davidov, A. Fefelov, A. Merkushev, M. Ilyinikh, A. Volkov. // Journal of Physics: Conference Series. – 2018. – Vol. 1115. –P. 1–7.

7. Structure of 3D Printed Ti-6Al-4V Alloy after Low-frequency Processing / N. Kazantseva, S. Rumyantsev, A. Merkushev, I. Ezhov, D. Davydov, N. Vinogradova // Journal of Physics: Conference Series. – 2019. – Vol. 1172. –P. 12084–12088.

8. Анализ структуры и механических свойств сплава CoCrMo, полученного методом 3D печати / Н.В. Казанцева, И.В. Ежов, Д.И. Давыдов, А.Г. Меркушев // Физика металлов и металловедение. – 2019. – Т. 120. – С. 1271–1278.

На автореферат диссертации поступило 4 отзыва. Все отзывы положительные. В них отмечается актуальность темы диссертационной работы, научная новизна полученных результатов, их научная и практическая значимость. Отзывы без замечаний поступили от Диковой Цанки Димитрови, д.т.н., профессора и инженера кафедры Стоматологического материаловедения и пропедевтики протетической

стоматологии, факультета Стоматологической медицины, Медицинского университета «Проф. д-р Параксев Стоянов», г. Варна, Болгария.

**Замечания содержатся в следующих отзывах:**

1. От Башкова Олега Викторовича, д.т.н., доцента, заведующего кафедрой «Материаловедения и технологии новых материалов» ФГБОУ ВО «Комсомольский-на-Амуре государственный технический университет», г. Комсомольск-на-Амуре.

**Замечания:** 1) Был ли чем-то обоснован выбор расстояния между полосами сканирования – 100 мкм, или это рекомендация производителя 3D-принтера? 2) Заключение на с.11, данное автором о том, что «концентрация азота в образцах с увеличением глубины повышается» может оказаться субъективным, так как об этом свидетельствует лишь одна точка на графике, соответствующая глубине 2, 25мм от поверхности.

2. От Кинжагулова Игоря Юрьевича, к.т.н., заместителя директора – главного конструктора Учреждения науки «Инженерно-конструкторский центр сопровождения эксплуатации космической техники», г. Санкт-Петербург.

**Замечания:** 1) Из текста автореферата не ясно общее количество образцов, подвергнутых различным исследованиям, и их объем, что в свою очередь не дает возможность статистической оценки полученных значений.

3. От Попова Владимира Владимировича, к.т.н., руководителя центра Аддитивного Производства Металлов Института металлов, Организации научных исследований и разработок – Технион, г. Хайфа, Израиль.

**Замечания:** 1) Поясните, проверялся ли рост уровня кислорода в самом порошке между циклами построения образцов? 2) Автор утверждает, что есть влияние формы образца на ширину температурного диапазона при термоциклировании. Нашли ли Вы подтверждение подобных предположений в опубликованных научных данных? 3) В рамках работы с СЛС для различных групп сплавов, что автор считает более важным и определяющим с точки зрения микроструктуры и конечных механических свойств, - оптимизацию параметров аддитивного производства, или подбор наиболее подходящего режима постобработки? 4) Международные журналы, такие как Material Characterization не входят в перечень ВАК, но публикации в них, признаются равной публикации в журнале из перечня ВАК; 5) Вывод 3 сформулирован некорректно – установлено влияние построения при СЛС – тогда как в автореферате речь идет скорее о влиянии ориентации образцов одной и той же геометрии на структуру и свойства сплава.

Выбор официальных оппонентов доктора физико-математических наук, профессора Ю.П. Шаркеева и кандидата технических наук С.И. Степанова, а

также ведущей организации обосновывается публикациями оппонентов, тематикой структурного подразделения ведущей организации, относящимися к сфере исследований, которым посвящена диссертация.

**Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:**

1. Установлены причины образования неравновесных состояний в мелкокристаллических медицинских сплавах на основе кобальта и титана, изготовленных методом селективного лазерного сплавления (СЛС). Показано, что циклический нагрев образца в процессе его синтеза методом СЛС и высокая скорость охлаждения обусловливают формирование неравновесных структур в сплавах Ti-6Al-4V и Co-Cr-Mo. В СЛС сплаве Ti-6Al-4V обнаружены ростовая текстура, связанная с аддитивным (послойным) способом его получения, которому свойственны многократный нагрев и высокая скорость охлаждения зоны расплава в 3D лазерном принтере, и протеканием прямого мартенситного  $\beta_{001} \rightarrow \alpha'$  превращения.

2. Показано, что в исследованных материалах в результате лазерного сплавления возникают высокие внутренние напряжения, приводящие к формированию планарных дефектов и мартенситных структур. В сплаве Ti-6Al-4V обнаружен мартенсит двух типов с разной степенью обогащения легирующим элементом (V) и разной кристаллической решеткой:  $\alpha'$ (ГПУ) и  $\alpha''$ (орторомбическая). В СЛС-сплаве Ti-6Al-4V наблюдаются ГПУ-двойники растяжения  $\{10\bar{1}2\} <\!\!1011\!\!>$ , а в СЛС-сплаве Co-Cr-Mo обнаружено образование ГЦК двойников с плоскостью двойникования  $\{111\}$ .

3. Установлено влияние геометрии построения при послойном (аддитивном) нанесении порошка методом селективного лазерного сплавления на формирование структуры и механические свойства сплава Ti-6Al-4V. Присутствующие в СЛС-сплаве Ti-6Al-4V макро- и микронапряжения зависят от формы и ориентации образца в 3D-принтере. Минимальные остаточные макронапряжения возникают в вертикальном

образце, максимальные остаточные макронапряжения – в горизонтальном образце.

4. Обнаружено, что содержание кислорода и азота в СЛС-образцах Ti-6Al-4V, полученных в двух различных научных центрах, соответствует содержанию в исходном порошке и находится в пределах допустимого диапазона для титановых сплавов медицинского класса. Полученные результаты показывают, что использованный режим работы принтера EOSINT M280 обеспечивает точное воспроизведения химического состава медицинского сплава Ti-6Al-4V.

5. Показано, что различие процессов, протекающих в СЛС сплаве Ti-6Al-4V и литом сплаве того же состава, подвергнутом деформации винтовой экструзией и винтовым прессованием, проявляется в знаке остаточных упругих напряжений. В деформированных образцах присутствуют остаточные сжимающие напряжения, связанные с неравномерной объемной пластической деформацией. В СЛС-образце обнаружены остаточные растягивающие напряжения, возникшие как за счет фазового (мартенситного) превращения, так и за счет термической деформации при лазерном изготовлении.

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

- Параметры процесса изготовления для сплава Ti-6Al-4V: мощность лазера 170 Вт, скорость сканирования 1,2 м/с, толщина порошкового слоя 30 мкм, расстояние между полосами сканирования 100 мкм.
- Для СЛС-сплава Co-Cr-Mo может быть использован стандартный отжиг при 1150°C, 30 мин, охлаждение с печью.

**Научная значимость исследования обоснована тем, что 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.

**Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, 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 как лекционно-учебный материал 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.**

**Оценка достоверности результатов исследования выявила:**

- достоверность результатов обеспечена использованием проверенных и апробированных методов испытаний материалов, применением апробированных и 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.

**Личный вклад** соискателя состоит в том, что автором лично выполнен полный цикл приготовления образцов для просвечивающей электронной микроскопии, растровой электронной микроскопии, рентгеновского фазового и структурного анализа, и измерений микротвердости. Лично автором проведена обработка, анализ и систематизация полученных экспериментальных данных. Автором лично проведены систематические исследования полученных сплавов методами рентгеноструктурного фазового анализа. Автор принимал участие в проведении большей части металлографических и электронно-микроскопических исследований и измерений механических свойств. Автор совместно с научным руководителем участвовал в обсуждении результатов, изложенных в диссертации, формулировал ее основные положения и выводы. Результаты исследований неоднократно докладывались автором на всероссийских и международных конференциях.

Диссертация Ежова Игоря Вячеславовича представляет собой научно-квалификационную работу, и соответствует критериям «Положения о присуждении ученых степеней» в редакции, утвержденной Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842 с изменениями от 21.04.2016 г. № 335.

На заседании 04.06.2021 года диссертационный совет принял решение присудить Ежову Игорю Вячеславовичу ученую степень кандидата технических наук.

При проведении открытого голосования диссертационный совет в количестве 20 человек, из них 7 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов, 6 докторов наук по специальности 01.04.11 – Физика

магнитных явлений, 7 докторов наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния, участвовавших в заседании, из 21 человека, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту – нет, проголосовали: «за» – 20, «против» – нет, «воздержался» – нет.

Председатель заседания,  
заместитель председателя ди  
доктор физ.-мат. наук



  
А.П.Носов

Ученый секретарь диссертационного совета,  
доктор физ.-мат. наук



Т.Б.Чарикова

7 июня 2021 г.