

«Утверждаю»

Зам. директора Федерального
государственного бюджетного
учреждения науки

Институт металлургии и материаловедения
им. А.А. Байкова Российской академии наук,

к.т.н.

И.О. Банных

«22» октября 2020 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации

на диссертационную работу Кудряшовой Анастасии Александровны
**«Структура и функциональные свойства прутков из сверхупругого сплава Ti-Zr-Nb
медицинского назначения, подвергнутого комбинированной термомеханической
обработке»**, представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности **05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и
сплавов»**

Актуальность темы диссертационной работы

Активное развитие имплантологии с использованием металлических материалов обуславливается необходимостью улучшить физико-механические свойства сплавов и приблизить характеристики имплантируемых конструкций к свойствам тканей организма. В настоящее время при изготовлении костных имплантатов востребованы длинномерные прутковые заготовки круглого сечения, сочетающие биосовместимость с окружающими тканями и повышенный комплекс функциональных свойств.

Сплавы с памятью формы (СПФ) позволяют реализовывать служебные характеристики конструкций и устройств, недостижимые при использовании других материалов. СПФ на основе Ti-Nb перспективны для применения в ортопедии, поскольку они демонстрируют низкий модуль Юнга, близкий к модулю упругости человеческой кости (4–30 ГПа), превосходную биосовместимость и деформируемость. Кроме того, в зависимости от состава и обработки, эти сплавы могут проявлять сверхупругость при температуре человеческого тела.

Термомеханическая обработка (ТМО) заключается в комбинировании термообработки и пластической деформации металла, что позволяет повышать комплекс механических свойств сплавов. Радиально-сдвиговая прокатка (РСП) - один из современных методов термомеханической обработки, позволяющий получать прутковые

заготовки круглого сечения. После РСП происходит комплексное повышение и стабилизация физико-механических и служебных свойств металла на уровне, существенно превосходящем традиционный. Ротационная ковка производится путем приложения по периферии заготовки большого количества усилий, обжатие заготовки на сравнительно малых участках обеспечивает высокое качество поверхности изделия.

Поэтому диссертацию А.А Кудряшовой, посвященную изучению закономерностей формирования микроструктуры, фазового состояния и кристаллографической текстуры в процессе различных вариантов термомеханической обработки, и определению их влияния на механические и функциональные свойства прутков из сплава с памятью формы системы Ti-Zr-Nb для изготовления костных имплантатов, следует считать весьма актуальной.

Основные результаты работы были представлены и обсуждены на российских и международных научных конференциях, и симпозиумах. Основное содержание работы отражено в 27 печатных работах, из них 7 статей в изданиях, рекомендованных ВАК и входящих в международные базы данных «Scopus» или «Web of Science», 2 патента РФ.

Структура и основное содержание диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав и основных выводов. Работа изложена на 123 страницах машинописного текста, содержит 80 рисунков, 18 таблиц, список использованных источников из 123 наименований отечественных и зарубежных авторов, 1 приложение.

Во **введении** описана актуальность работы, сформулированы цель и задачи, которые необходимо выполнить для реализации поставленной в исследовании цели. Представлены научная новизна и практическая ценность работы, методология и методы исследования, положения, выносимые на защиту и апробация работы.

Первая глава посвящена аналитическому обзору литературы по металлическим биоматериалам на основе титана для костных имплантатов. Особое внимание уделяется титановым сплавам с эффектом памяти формы (СПФ) и сверхупругости, в частности СПФ на основе Ti-Nb и Ti-Zr. Показано, что при помощи термомеханической обработки (ТМО) возможно эффективно управлять структурой, механическими свойствами и функциональными свойствами СПФ.

Обоснована реализация идеи применить к сплаву Ti-18Zr-14Nb комбинированную ТМО, включающую радиально-сдвиговую прокатку (РСП) в сочетании с последующей продольной прокаткой или ротационной ковкой (РК). Показано, что РСП позволяет эффективно преобразовать слиток в прутки диаметром до 10-12 мм наряду с измельчением структуры и уплотнением металла по всему сечению проката, с получением уникального структурного строения и повышением свойств, а последующая РК дает

возможность получать прутки диаметром 3-8 мм с дополнительным выравниванием структуры металла по поперечному сечению.

Во **второй главе** описаны три варианта и схемы последовательности комбинированной термомеханической обработки, которым подвергся исследуемый сплав. Подробно показаны технологические режимы РСП и РК.

Описаны методики исследования структуры и фазового состава, механических и функциональных свойств, характеристики поверхности и медико-биологических испытаний. Приведена методика расчета кристаллографического направления, соответствующего максимальной деформации решетки при мартенситном превращении.

В **третьей главе** представлено влияние различных режимов ТМО на зеренную структуру и фазовое состояние сплава, исследована кристаллографическая текстура. Было выявлено, что при последеформационном отжиге (ПДО) при 450-500 °С проходит процесс возврата, процесс полигонизации при 500-600 °С и рекристаллизации при температурах ПДО 600-750 °С.

Показано, что в результате сочетания радиально-сдвиговой прокатки и ротационной ковки возникает слабая текстура в направлении $\langle 212 \rangle_{\beta}$, обеспечивающая ресурс обратимой деформации около 5%, а после сочетания горячей ротационной ковки и теплой ротационной ковки с холодной ротационной ковкой и ПДО при 550 °С появляются размытые максимумы в направлениях, соответствующих значениям ресурса от 4% до максимального.

Четвертая глава посвящена исследованию механических и функциональных свойств исследуемого сплава. По результатам исследования твердости сплава можно сделать вывод о том, что при повышении температур ПДО снижается дефектность кристаллической решетки.

Показано, что после сочетания высокотемпературной радиально-сдвиговой прокатки и ротационной ковки сплав демонстрирует наибольшее число циклов до разрушения ($N_{max} = 12960 \pm 3070$), данная величина в условиях таких испытаний является максимальной для безникелевых сплавов с памятью формы на данный момент.

В **пятой главе** показано, что образцы сверхупругого сплава Ti-18Zr-14Nb поддерживают адгезию, пролиферацию и жизнеспособность остеобластоподобных клеток MG-63, т.е. являются биосовместимыми.

Диссертационная работа заканчивается выводами и списком использованных источников.

Наиболее важными результатами диссертационной работы, обуславливающую ее **научную новизну** являются:

1. Установлены закономерности формирования структуры, фазового состояния и текстуры; закономерности изменения механических и функциональных свойств СПФ Ti-

18Zr-14Nb в результате комбинированной термомеханической обработки, сочетающей радиально-сдвиговую прокатку, ротационную ковку и последеформационный отжиг в различных комбинациях.

2. Выявлено, что СПФ Ti-18Zr-14Nb с динамически полигонизованной субструктурой β -фазы, сформированной в результате горячей деформации, сочетает наиболее низкий модуль упругости и наиболее высокую функциональную усталостную долговечность с совершенным и стабильным сверхупругим поведением в ходе механоциклирования, в то время как, СПФ Ti-18Zr-14Nb со статически полигонизованной структурой и благоприятной текстурой β -фазы, проявляет наибольшую величину обратимой деформации из достигаемых при комбинированной ТМО.

3. Определена ориентационная зависимость теоретического ресурса обратимой деформации для сплава Ti-18Zr-14Nb, а также выявлены особенности ее реализации в условиях комбинированной ТМО.

Практическая значимость работы заключается в определении режимов комбинированной ТМО, сочетающей радиально-сдвиговую прокатку, ротационную ковку и последеформационный отжиг при разных температурах, обеспечивающие получение прутковых заготовок из сплава Ti-18Zr-14Nb с полигонизованной субструктурой β -фазы, сочетающих высокий уровень функциональной усталостной долговечности и стабильности функциональных свойств с биомеханической совместимостью.

Предложенные в диссертационной работе режимы ТМО использованы при производстве прутковых заготовок для изготовления костных имплантатов в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ».

Достоверность результатов, полученных в диссертации А.А. Кудряшовой, обеспечивается большим объемом данных, полученных при помощи современного испытательного оборудования, применением известных методов обработки, не противоречием экспериментальных результатов современным теоретическим представлениям. Все научные положения, выводы и заключения, представленные в диссертационной работе, являются обоснованными и достоверными.

Диссертант А.А. Кудряшова успешно представила результаты диссертационной работы в нашей организации и дала исчерпывающие ответы на все заданные вопросы.

Рекомендации по использованию результатов диссертации

Научные результаты, полученные в диссертации, и основные положения, выносимые на защиту, могут быть использованы при производстве прутковых заготовок для изготовления костных имплантатов, практического применения, а также в качестве учебного материала в курсах лекций по металловедению и термической обработке металлов и сплавов.

Замечания по диссертационной работе:

По диссертационной работе можно сделать следующие замечания:

1. Выбор температурно-деформационных параметров термомеханической обработки методами радиально-сдвиговой прокатки и ротационной ковки не обоснован.
2. После ТМО по первому и второму вариантам не проведены функциональные испытания на сверхупругость. Не определены величины обратимых деформаций, что ограничивает возможности сравнения характеристик материала после ТМО по всем режимам.
3. В работе имеются грамматические, орфографические и пунктуационные ошибки.

Сделанные замечания не влияют на общее положительное заключение по диссертации.

Заключение

Диссертация А.А. Кудряшовой является законченной научно-квалификационной работой, в которой получены новые результаты, имеющие как научную, так и практическую значимость. Она соответствует специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов. Диссертационная работа написана в хорошем стиле и оформлена в полном соответствии с установленными требованиями. Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, опубликованы в семи статьях в рецензируемых журналах из перечня ВАК и баз данных Scopus и Web of Science, а также доложены на российских и международных научных конференциях и симпозиумах. По результатам работы получено два патента. Автореферат и публикации соответствует содержанию диссертации.

Диссертационная работа А.А. Кудряшовой соответствует всем требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Анастасия Александровна Кудряшова заслуживает присуждения степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Настоящий отзыв обсужден и утвержден на совместном заседании лаборатории металловедения цветных и легких металлов ИМЕТ РАН и лаборатории пластической деформации металлических материалов ИМЕТ РАН «22» октября 2020 года. Протокол заседания № 43.

Зам. зав. лабораторией металловедения

цветных и легких металлов,

д.т.н., профессор



Л.Л. Рохлин

Докторская диссертация защищена по специальности 05.16.01 «Металловедение и термическая обработка металлов».

Зав. лабораторией пластической
деформацией металлических материалов,
д.т.н.



В.С. Юсупов

Докторская диссертация защищена по специальности 05.16.05 «Обработка металлов давлением».

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт
металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук
119991, г. Москва, Ленинский проспект, 49 / тел.: +7 (499) 135-20-60

rokhlin@imet.ac.ru - Рохлин Лазарь Леонович (+7 (499) 1358660)

vsyusupov@mail.ru – Юсупов Владимир Сабитович (+7 (499) 1358651)

ibannykh@imet.ac.ru – Банных Игорь Олегович (+7 (499) 1357792)