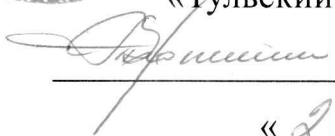




«Утверждаю»

Проректор по научной работе Федерального
государственного бюджетного образовательного
учреждения высшего образования

«Тульский государственный университет»,

 д.т.н., проф. Воротилин М.С.

« 27 » 08 2024 г.

ОТЗЫВ

**ведущей организации Федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего образования**

«Тульский государственный университет»

на диссертационную работу Лукашевича Константина Евгеньевича

**«Управление структурой и свойствами сверхупругого сплава Ti-Zr-Nb
для ортопедических имплантатов методами комбинированной низко- и
высокотемпературной термомеханической обработки прутковых
полуфабрикатов», представленную на соискание учёной степени кандидата
технических наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая
обработка металлов и сплавов**

Актуальность темы диссертационной работы

Активное развитие ортопедии и травматологии, а также запрос общества на улучшение качества жизни требует создание новых материалов для ортопедических имплантатов. В настоящее время существует острая необходимость в разработке технологий, позволяющих получать длинномерные прутковые полуфабрикаты диаметром 3-8 мм из металлических биоматериалов для изготовления балок для транспедикулярной фиксации позвоночника.

Титановые сплавы, такие как Ti-6Al-4V и Ti-6Al-7Nb, а также сплавы с памятью формы на основе Ti-Ni используются в качестве материалов для

ортопедических имплантатов, в частности спинальных, благодаря их высокой удельной прочности и отличной коррозионной стойкости. В последнее время уделяется большое внимание разработке безникелевых метастабильных β -сплавов на основе Ti-Zr-Nb, состоящих из биосовместимых легирующих элементов. Сплавы характеризуются низкими значениями модуля упругости и сверхупругим поведением при температуре человеческого тела.

Важной задачей является оптимизация вида и режимов термомеханической обработки (ТМО) сплава с памятью формы на основе Ti-Zr-Nb для формирования необходимого структурно-фазового состояния в прутковых полуфабрикатах медицинского назначения. ТМО, сочетающая радиально-сдвиговую прокатку (РСП) и ротационную ковку (РК) является одной из перспективных комбинаций методов обработки металлов давлением для получения длинномерных прутков круглого сечения. Предыдущие исследования, посвященные изучению влияния перечисленных методов термомеханической обработки на структуру и свойства сплава Ti-Zr-Nb, реализованы в лабораторных условиях. Важной практической задачей является получение длинномерных прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb с высоким комплексом функциональных свойств в промышленных условиях. В основе решения этой задачи должны лежать результаты сравнительного исследования влияния комбинированной низко- и высокотемпературной термомеханической обработки, включающей РСП, РК, отжиг и старение на структурообразование, механические и функциональные свойства прутков из сверхупругого сплава Ti-Zr-Nb.

Исходя из вышесказанного диссертацию К.Е. Лукашевича, посвященную изучению закономерностей формирования структуры, фазового состояния и кристаллографической текстуры при комбинированной низко- и высокотемпературной термомеханической обработке, включающей радиально-сдвиговую прокатку, ротационную ковку, последеформационный отжиг и старение в различных сочетаниях, и определению их влияния на механические и функциональные свойства длинномерных прутковых

полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb с памятью формы для изготовления ортопедических имплантатов, следует признать актуальной.

Структура и основное содержание диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, семи глав, основных выводов, изложенных на 139 страницах машинописного текста, включающего 62 рисунка, 10 таблиц, список использованных источников из 223 наименований отечественных и зарубежных авторов.

Во введении описана актуальность работы, сформулированы цель и задачи. Представлены научная новизна и практическая значимость работы, методология и методы исследования, положения, выносимые на защиту, и апробация работы.

В Главе 1 приведен аналитический обзор источников литературы в указанной области исследований. Рассмотрены требования к материалам для ортопедических имплантатов, преимущества и недостатки современных сплавов для их изготовления. Подробно рассмотрены перспективные сплавы с памятью формы на основе Ti-Zr-Nb, являющиеся объектом исследований настоящей работы, а также методы их термомеханической обработки.

Глава 2 посвящена описанию общего подхода к получению объектов исследования, их обработке, методикам исследований и испытаний, обеспечивающим достижение цели работы.

Глава 3 посвящена исследованию термомеханического поведения и структурообразования сплава Ti-Zr-Nb в ходе сжатия со скоростями деформации $0,1-10 \text{ с}^{-1}$ в диапазоне температур от 600 до 1000 °С.

Установлено, что сплав легко деформируется, не проявляет скоростную чувствительность, а также склонен к локализации деформации. Показано, что сплав Ti-19Zr-14Nb устойчив против динамической рекристаллизации, а деформация сплава при температурах 600-800 °С способствует формированию динамически полигонизованной субструктуры β -фазы.

Глава 4 посвящена сравнительному исследованию влияния схем низко- и высокотемпературной термомеханической обработки на структуру, фазовый

состав, кристаллографическую текстуру, а также на механические и функциональные, в т. ч. усталостные свойства в условиях изгиба прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb.

Показано, что в результате низкотемпературной термомеханической обработки, сочетающей холодную ротационную ковку и последеформационный отжиг при 550 °С формируется смешанная статически рекристаллизованная и полигонизованная субструктура. В данном состоянии сплав Ti-Zr-Nb демонстрирует наилучшее сочетание механических и функциональных свойств: относительно высокую прочность ($\sigma_e \approx 680$ МПа), низкий модуль Юнга ($E < 40$ ГПа) и большую максимальную обратимую сверхупругую деформацию ($\epsilon_{r^{se} max} = 3,4\%$), а также высокую прочность при испытаниях на трехточечный изгиб ($\sigma_{max} = 1600$ МПа).

Высокотемпературная термомеханической обработка прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb, включающая горячую ротационную ковку при 600-700 °С, приводит к формированию более однородной динамически полигонизованной субструктуры β -фазы. Горячая ротационная ковка при температуре 700 °С способствует формированию в сплаве наиболее однородной по поперечному сечению прутка благоприятной кристаллографической текстуры с максимальной интенсивностью, близкой к направлению $[011]_\beta$, параллельному направлению вытяжки. Сплав, подвергнутый высокотемпературной термомеханической обработке, проявляет стабильность функциональных свойств при циклических испытаниях на растяжение и наибольшую функциональную усталостную долговечность в условиях трехточечного изгиба.

Глава 5 посвящена исследованию влияния условий охлаждения и последеформационного отжига после высокотемпературной термомеханической обработки на структуру и свойства прутков из сплава на основе Ti-Zr-Nb.

Показано, что охлаждение на воздухе прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb после горячей ротационной ковки из-за более низкой скорости охлаждения, которая способствует миграции границ зерен, приводит к

формированию структуры с большим размером зерна по сравнению с водным охлаждением. Анализ фазового состава показал, что охлаждение на воздухе не приводит к выделению вторичных α -, α'' - или ω -фаз, что могло бы существенно повлиять на механические и функциональные свойства сплава.

Глава 6 посвящена исследованию влияния старения на структуру и свойства прутков из сплава на основе Ti-Zr-Nb с различным исходным структурным состоянием.

Установлено, что выделение изотермической ω_{iso} -фазы в результате старения способствует значительному повышению прочностных свойств прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb и снижению относительного удлинения до разрушения δ . Выделение ω_{iso} -фазы приводит к значительному снижению комплекса функциональных свойств: уменьшению сверхупругой обратимой деформации (до 0,6-1,1 %) и увеличению модуля Юнга (до 70-80 ГПа).

Глава 7 посвящена описанию результатов сравнительных статических и усталостных испытаний систем транспедикулярной фиксации позвоночника с балками из сплавов Ti-Zr-Nb и Ti-Al-Nb по стандарту ГОСТ Р 57390-2017.

В ходе усталостных испытаний данных систем в соответствии с ГОСТ Р 57390-2017 установлено, что балки из сплава Ti-Zr-Nb, отличающиеся меньшей жесткостью, проявляют более высокие усталостные характеристики в деформационном выражении в сравнении с балками из серийного медицинского сплава Ti-Al-Nb.

Научная новизна диссертационной работы заключается в следующем:

1. Показано, что ВТМО сплавов Ti-Zr-Nb при температурах 600-800 °С формирует динамически полигонизованную субструктуру β -фазы, оптимальную для получения комплекса высоких механических и функциональных свойств.

2. Впервые установлены закономерности влияния схем НТМО и ВТМО, включающих ротационную ковку и последеформационный отжиг, на структуру, фазовый состав, кристаллографическую текстуру и их связь с

механическими и функциональными, в т. ч. усталостными свойствами длинномерных прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb.

3. Впервые показано, что длинномерные прутковые полуфабрикаты из сплава Ti-Zr-Nb с памятью формы, полученные методом ВТМО, включающей ротационную ковку при температуре 700 °С, с однородной по сечению прутка динамически полигонизованной структурой β -фазы и преобладающей кристаллографической текстурой с направлением $[011]_{\beta}$ вдоль оси прутка проявляют высокую стабильность функциональных циклических свойств при растяжении и наибольшую функциональную усталостную долговечность в условиях трехточечного изгиба.

4. Экспериментально показано, что старение длинномерных прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb, направленное на контролируемое выделение частиц ω -фазы, независимо от исходного структурного состояния эффективно для повышения прочностных свойств ($\sigma_{\infty} \geq 900$ МПа) и сохранения удовлетворительной пластичности ($\delta \geq 10$ %), но приводит к значительному ухудшению функциональных свойств, включающему значительное снижение обратимой сверхупругой деформации и увеличение модуля Юнга.

Практическая значимость диссертационной работы заключается в следующем:

1. Полученные закономерности изменения параметров диаграмм деформации могут быть использованы при разработке технологии ТМО сплава Ti-Zr-Nb, в частности, при моделировании процессов и выбора технологии обработки металлов давлением.

2. Установлено, что дисперсионное упрочнение сплава Ti-Zr-Nb старением способствует большему повышению прочностных свойств в сравнении с деформационным упрочнением сплава.

3. Разработанные режимы ТМО сплава Ti-Zr-Nb, включающие ротационную ковку, были использованы при производстве длинномерных прутковых полуфабрикатов в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ».

4. Опытная партия длинномерных прутковых полуфабрикатов из сплава Ti-Zr-Nb, полученная по оптимальному режиму ТМО, использована для изготовления балок для систем транспедикулярной фиксации позвоночника в ООО «КОНМЕТ».

5. Получен патент РФ на способ изготовления прутков из сверхупругих сплавов на основе системы Ti-Zr-Nb.

Достоверность результатов, полученных в диссертации К.Е. Лукашевича, 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 К.Е. Лукашевич успешно представил результаты диссертационной работы в нашей организации и дал 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 полуфабрикатов для изготовления ортопедических имплантатов. Результаты исследований и испытаний могут быть интегрированы в учебный процесс высших учебных заведений для подготовки специалистов на уровне бакалавриата и магистратуры.

Замечания по диссертационной работе:

1. В главе 2 указано, что было получено два сплава Ti-Zr-Nb с несколько отличающимся содержанием ниобия и циркония. Однако в дальнейшем при изучении структуры и функциональных свойств различие в составе никак не учитывается.

2. В пункте 1 выводов отмечено, что исследованный сплав при испытаниях на сжатие не проявляет скоростную чувствительность. Вместе с тем на рис. 17 и 18 диссертации такая зависимость прослеживается.

3. В работе не выполнена количественная оценка повышенной концентрации выделений частиц омега-фазы на границах субзерен для образцов после старения ХРК+ПДО525.

4. В работе не объяснены причины повышения модуля Юнга при старении.

5. В главе 3 исследовано влияние скорости деформации на термомеханическое поведение сплавов Ti-Zr-Nb. При этом в главах 4, 5 не указаны реальные скорости деформации в условиях радиально-сдвиговой прокатки и ротационнойковки.

Вышеизложенные замечания не влияют на положительную оценку диссертационной работы.

Заключение

Диссертация К.Е. Лукашевича является законченной научно-квалификационной работой, в которой получены новые результаты, имеющие как научную, так и практическую значимость. Тема работы соответствует паспорту специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Работа изложена логично, понятным научным языком. Все экспериментальные данные получены либо автором лично, либо при его непосредственном участии. Результаты диссертационной работы опубликованы в пяти 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. Получен один патент РФ. Автореферат и публикации соответствуют содержанию диссертации.

Представленная работа отвечает всем критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным в «Положении о порядке присуждения ученых степеней в НИТУ «МИСиС» П 710.05-22 (Выпуск 3 от

17.03.22), а ее автор, Лукашевич Константин Евгеньевич, заслуживает присуждения степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Настоящий отзыв обсужден и утвержден на заседании кафедры машиностроения и материаловедения ФГБОУ ВО ТулГУ «27» июня 2024 года. Протокол заседания № 11.

Заведующий кафедрой
машиностроения и материаловедения
Тулльского государственного университета
доктор технических наук
(специальность 05.02.07)



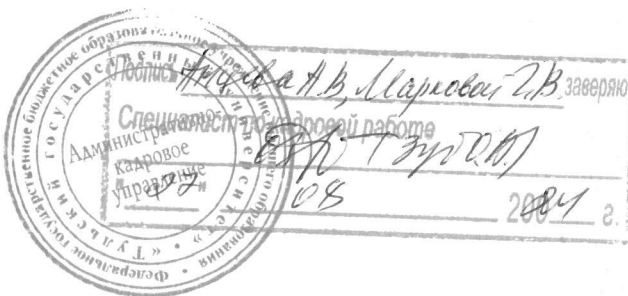
Анцев Александр Витальевич

Профессор кафедры
машиностроения и материаловедения
Тулльского государственного университета
доктор технических наук
(специальность 05.16.01)



Маркова Галина Викторовна

Подписи Анцева А.В., Марковой Г.В. удостоверяю



Сведения об организации:

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тулльский государственный университет». Адрес: 300012, Тульская область, г. Тула, проспект Ленина, д. 92. Тел.: +7 (4872) 35-34-44. E-mail: info@tsu.tula.ru