Отзыв официального оппонента

на диссертацию Гатиной Светланы Азатовны «Фазовые превращения и механические свойства псевдо-β-сплава Ti-15Mo, подвергнутого интенсивной пластической деформации», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Актуальность темы диссертации

Диссертационная работа Гатиной С.А. посвящена исследованиям фазовых превращений и механических свойств псевдо-β-титанового сплава Ti-15Mo при формировании в нем ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры методами интенсивной пластической деформации (ИПД) в зависимости от вида и режимов деформации. Цель работы заключалась в установлении оптимальных режимов ИПД и последующего старения для повышения его прочности и долговечности при сохранении низкого модуля упругости.

В настоящее время в мире большое внимание уделяется разработке псевдо-β-титановых сплавов, модуль упругости которых чувствителен к фазовому составу. Такие сплавы востребованы в медицине для изготовления имплантатов длительного использования, например, эндопротезов, ввиду их высокой биосовместимости и низкого модуля упругости по сравнению со сталями и кобальт-хромовыми сплавами. Однако повышение прочности псевдо-β-титановых сплавов стандартными методами термомеханической обработки из-за выделения вторых фаз в процессе старения, которые повышают общий модуль упругости, ограничивает их использование. В связи с этим научная и прикладная актуальность темы диссертации, в которой объектом исследования является сертифицированный в медицине сплав Ti-15Mo (ASTM F2066), предназначенный для применения в ортопедии, травматологии, сердечно-сосудистой хирургии, не вызывает сомнений.

Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Во введении показана актуальность темы диссертационной работы, сформулирована цель и основные задачи исследования, новизна и практическая значимость работы, также представлены положения, выносимые на защиту.

В первой главе диссертационной работы представлен литературный обзор, где обосновывается выбор материала исследования. Обобщены требования, предъявляемые к материалам, применяемым для изготовления имплантатов временного и постоянного использования. Рассмотрены фазовые превращения, протекающие в псевдо-β-титановых сплавах, влияние фазового состава на механические свойства и модуль упругости сплавов. Представлены традиционные методы повышения механических свойств псевдо-β-титановых сплавов, выявлены их недостатки. Обоснован выбор методов ИПД для получения УМЗ и наноструктуры в сплаве Ti-15Mo, показаны их преимущества, представлены результаты влияния формирования УМЗ структуры на механические свойства и модуль упругости псевдо-β-титановых сплавов.

Входящий ИНСМ
№ 844
от 21.10.2016

Вторая глава посвящена описанию исследуемого материала методов его обработки и методик исследований структуры, механических характеристик и функциональных свойств.

В третьей главе представлены результаты изучения механизмов фазовых превращений в псевдо-β сплаве Ti-15Mo при обработке на β-твердый раствор и последующем старении в интервале температур β→ω и β→α переходов. Исследовано влияние ИПДК при комнатной температуре с различной степенью деформации на β↔ω превращение, а также на особенности формирования наноструктуры в сплаве. Рассмотрено влияние фазового состава и структуры сплава Ti-15Mo на его механические характеристики.

Проведено сравнение экспериментальных значений модуля упругости, определенных с помощью наноиндентирования, с расчетными значениями, полученными по правилу смеси, образцов после стандартных термических обработок и после ИПДК при комнатной температуре с различной степенью деформации.

В четвертой главе представлены результаты изучения кинетики старения наноструктурного сплава Ti-15Mo, полученного ИПДК, в сравнении с крупнозернистым. Исследовано влияние наноструктуры на морфологию выделяющихся частиц α-фазы, ее объемную долю, и микротвердость сплава в зависимости от температуры (500 и 550 °С) и продолжительности нагрева (0.5, 2 и 4 ч.). На основе микроструктурных исследований предложена феноменологическая модель развития структуры в процессе старения сплава Ti-15Mo в КЗ и наноструктурном состояниях.

В пятой главе представлены результаты исследования влияния условий деформации (температура, степень деформации) сплава Ti-15Mo методом РКУП на микроструктуру и механические свойства. Выбраны режимы РКУП для формирования УМЗ структуры в сплаве с возможно малым содержанием ω-фазы, с целью повышения его прочностных свойств при сохранении низкого модуля упругости. Представлены результаты исследования усталостного поведения УМЗ сплава.

В результате проведенных исследований в объемных УМЗ заготовках из сплава Ti-15Mo достигнуты высокие механические свойства: предел прочности $\sigma_в$ = 1450 МПа и δ = 10%, предел выносливости 640 МПа на базе 10^7 циклов при симметричном цикле нагружения в условиях растяжения-сжатия при сохранении модуля упругости менее 100 ГПа.

Результаты и положения логичны и в полной мере обоснованы. Использование современных методов исследования структуры и механических свойств по стандартным методикам (световой металлографии, растровой и просвечивающей электронной микроскопии, дифференциальной сканирующей калориметрии, рентгеноструктурного анализа, испытаний растяжением, усталостных испытаний, наноиндентирования и др.) подтверждает достоверность результатов, представленных в диссертационной работе. Результаты исследований достаточно широко представлены на российских и международных конференциях, а также в форме публикаций в рецензируемых журналах. Другим подтверждением обоснованности и достоверности научных выводов является успешное применение предложенных в работе режимов обработки в производстве прутков УМЗ сплава Ti-15Mo.

Оценка новизны полученных результатов и выводов

В данной работе получены интересные и новые с научной точки зрения закономерности. Новизна результатов определяется тем, что:

1. Для сплава Ti-15Mo, подвергнутого ИПДК, впервые показано, что измельчение зерен сопровождается фазовым превращением $\beta \leftrightarrow \omega$ и немонотонным изменением объемной доли ω-фазы.

2. Установлено, что формирование наноструктуры с повышенной плотностью дислокаций и границ зерен в сплаве привело к изменению кинетики выделения α-фазы при последующем старении в интервале 500 и 550°C, которое характеризовалось:

а) увеличением центров зарождения α-фазы по сравнению с обычным крупнозернистым состоянием и, как следствие, повышением ее объемной доли;

б) образованием α-частиц преимущественно равноосной формы в отличие от пластинчатой в КЗ сплаве.

3. Показано, что полученная методом РКУП УМЗ структура в сплаве Ti-15Mo со средним размером β зерен/субзерен менее 200 нм и малым содержанием частиц ω-фазы (f_ω<5%) обеспечивает сочетание высокого предела выносливости (640 МПа) и низкого модуля упругости (<100 ГПа).

Следует отметить высокую практическую значимость полученных результатов, которые создают реальные условия для разработки перспективного материала имплантатов и фиксирующих конструкций, обладающего не только высоким сопротивлением циклическим нагрузкам, но и прекрасными биомеханическими свойствами, которые зависят от величины модуля упругости.

Результаты диссертационной работы были использованы для получения опытных прутков-полуфабрикатов на производственной базе ООО Наномет (г. Уфа). Предложены режимы деформационно-термической обработки, включающие термообработку, РКУП по схеме «Конформ» и волочение. По результатам усталостных испытаний предел выносливости материала полуфабрикатов из сплава Ti-15Mo с УМЗ структурой в 1.5 раза выше по сравнению с пределом выносливости прутков, выпускаемых промышленностью (σ_{-1}=710 МПа и 500 МПа, соответственно).

К работе имеются следующие замечания:

1. В описании методики определения модуля упругости при наноиндентировании отсутствуют важные детали - глубина внедрения индентора, участок наклона кривой разгрузки. Поскольку этот метод пока не является общепринятым, необходимо было бы сравнить полученные значения модуля упругости с данными, полученными традиционными методами, такими как, растяжение/сжатие.
2. Из текста не ясно, какой структурный критерий в большей степени определяет снижение модуля упругости – структурное измельчение или объемная доля ω - фазы. И есть ли возможность повышения степени деформации при РКУП, позволяющее существенно снизить модуль упругости.
3. Автор исследует два способа измельчения микроструктуры, по-видимому, предполагая, что ИПДК метод может служить модельной основой для применения РКУП технологии. Однако применяемые параметры в обоих методах (схема, температура и степень деформации) настолько различны, что кроме самого структурного измельчения в них нет ничего общего.

4. На рис.4.7 представлена модель структурных изменений в КЗ и наноструктурном сплаве, а для более важного, в прикладном плане, УМЗ состояния такая модель отсутствует. Почему?
5. На рис.5.18 сравниваются литературные данные по механическим свойствам титановых сплавов, однако в ссылаемых статьях данные по модулю упругости отсутствуют.

Приведенные замечания не оказывают определяющего влияния на положительную оценку диссертации. Считаю, что представленная работа отвечает требованиям «Положения о порядке присуждения степеней», а ее автор Гатина Светлана Азатовна заслуживает присвоения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01– Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Официальный оппонент,
главный научный сотрудник ФГБУН,
Институт машиноведения им. А.А. Благонравова
Российской академии наук,
доктор технических наук, профессор
Столяров Владимир Владимирович

101990, Москва, Малый Харитоньевский переулок, д.4
vlstol@mail.ru, тел.: 8-495-625-60-28

Подпись Столярова В.В. заверяю:

заместитель начальника
отдела кадров М.Фомодова
14.10.2016