

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Орлова Алексея Алексеевича «Влияние термической и вакуумной ионно-плазменной обработок на структуру и свойства полуфабрикатов и изделий из сплавов медицинского назначения», представленную на соискание степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

**Актуальность темы.** Диссертационная работа Орлова А.А. посвящена решению одной из важных проблем современного металловедения – повышения комплекса эксплуатационных характеристик сплавов на основе титана, применяемых в эндопротезировании. Одним из требований, предъявляемых к материалам для изготовления эндопротезов, является их механическая совместимость, высокая биосовместимость и низкие значения скорости коррозии в условиях сред человеческого организма. В то же время поверхность отдельных компонентов изделий должна обладать высокой износостойкостью и чистотой поверхности, чтобы обеспечить долговечность узла трения. Наиболее близкими к предъявляемым требованиям являются сплавы титана типа ВТ6, а повышение износостойкости достигается нанесением на поверхности покрытия из нитрида титана.

К основным недостаткам существующих технологий упрочнения поверхности изделий на основе сплава ВТ6 можно отнести: 1) высокую хрупкость наносимого нитридного слоя, что приводит к его растрескиванию и увеличению износа за счет попадания абразивных частиц в зону трения; 2) отслоение формирующегося в ходе коррозионного процесса на поверхности сплава оксидного слоя, что также вызывает разрушение узла трения.

Решить указанные выше проблемы можно использованием термической и вакуумной ионно-плазменной обработок. Поэтому работа Орлова А.А., направленная на изучение влияния указанных способов обработки на структуру и свойства изделий из сплавов медицинского назначения, является актуальной и перспективной.

### **Общая характеристика работы.**

Диссертация Орлова А.А. представляет собой компактную работу объемом 163 страницы со 132 цитируемыми источниками и посвящена проблеме повышения комплекса физико-химических параметров изделий для эндопротезирования. Решить эту проблему автор предлагает с использованием термической обработки и вакуумного ионно-плазменного насыщения поверхностного слоя азотом. Предложенный вариант решения

позволяет решить ряд технологических задач. Насыщение поверхности титана азотом приводит к формированию в поверхности слоев нитридов, а также диффузионного слоя, обогащенного азотом, в которых наблюдается монотонное увеличение микротвердости от значений материала основы в глубине образца к поверхности. Это позволяет уменьшить градиент твердости при нанесении в дальнейшем на поверхности слоя нитрида титана и не только уменьшить вероятность разрушения тонкого поверхностного слоя, но и снизить износ в узле трения за счет уменьшения количества продуктов износа. Кроме того, автор указывает, что вакуумное ионно-плазменное азотирование не приводит к росту шероховатости поверхности или изменению микроструктуры материала основы по всему объему изделия.

Одним из важных итогов, полученных как результат применения предложенной технологии обработки поверхности титанового сплава ВТ6, является снижение момента сил при выкручивании винтов после выдержки в течение 30 суток в растворе 0,9 % хлорида натрия.

Также Орлов А.А. не оставил без внимания такой важный аспект как коррозионное поведение рассматриваемых сплавов. Полученные результаты свидетельствуют о положительном влиянии вакуумного ионно-плазменного азотирования как на значение стационарного потенциала коррозии, так и на увеличение потенциала транспассивного растворения, связанного с разрушением оксидной пленки на поверхности изделия.

В заключительной части работы предложена схема технологического процесса изготовления шаровых головкой эндопротеза из сплава ВТ6 на основе исследования влияния режимов термической обработки для достижения требуемой твердости заготовки. Установлено влияние температуры объемной закалки на долю  $\alpha$ -фазы и твердости. На основе полученных данных разработаны технологические рекомендации по проведению упрочняющей термической обработки, что позволило упростить технологию изготовления и снизить себестоимость производства шаровых головок.

**Научная новизна** сформулирована автором работы достаточно полно. В частности, было показано, что применение вакуумного ионно-плазменного азотирования титанового сплава ВТ6 приводит к образованию на поверхности образца модифицированного слоя глубиной до 150 мкм, который включает последовательно  $\epsilon$  (TiN) и  $\delta$  (Ti<sub>2</sub>N) нитриды титана, а диффузионный слой, обогащенный растворенным в решетке титана азотом. Формирование такой структуры поверхностного слоя позволяет исключить износ поверхности детали при трении в паре с высокомолекулярным полиэтиленом.

В работе было установлено, что при длительной эксплуатации шаровой головки эндопротеза тазобедренного сустава под воздействием биологически активной среды организма человека происходит изменение состава поверхностного слоя. В частности, наблюдается уменьшение доли азота и увеличение доли кислорода, что приводит к образованию фазы оксинитрида титана  $TiO_xN_y$ , что является следствием протекания окислительных процессов и более высокого сродства титана к кислороду по сравнению со сродством к азоту.

Было установлено, что применение вакуумного ионно-плазменного азотирования с последующим нанесением нитрида титана на кортикальных винтах из сплава ВТ6 позволяет не только увеличить микротвердость поверхностного слоя в 3 раза, но и снизить на 30 % момент их выкручивания из отверстий титановой пластины.

#### **Практическая значимость.**

Была показана возможность создания структуры, обеспечивающей получение заданных значений твердости без существенного влияния колебаний химического состава в рамках паспортных значений, в полуфабрикатах сплава ВТ6 путем термической обработки. Для этого были разработаны режимы термической обработки, включающие закалку от температуры верхнего интервала  $(\alpha+\beta)$ -области с последующей изотермической выдержкой при температуре, определяемой полученными после закалки значениями твердости.

Была разработана технология упрочнения поверхности сплава ВТ6, включающая вакуумное ионно-плазменное азотирование при температуре 580 °С в газовой среде азота и аргона в соотношении 4:1 в течение 40 минут и нанесение нитридного покрытия при температуре 400 °С в течение 30 минут, для обеспечения высокой износостойкости поверхности головок винтов.

**Достоверность полученных результатов** диссертационной работы основана на использовании современного прецизионного оборудования, аттестованных методик исследования, взаимодополняющих методов анализа и статистической обработки результатов, согласия полученных результатов с современными представлениями научного материаловедения.

#### **Замечания:**

1. В тексте диссертации на странице 32 в таблице 1.4 для стали 316L приведен интервал значений стационарного потенциала при коррозионных исследованиях в среде 0,17 М хлорида натрия, а для других указанных в таблице материалов – точные значения этой величины. Так же в тексте работы нет обоснования, почему для

материалов, из которых изготавливаются имплантаты, в качестве коррозионной используется указанная среда.

2. На рисунке 3.4. страница 93 по оси ординат зависимости микротвердости в качестве величины указан шаг, хотя по смыслу должно быть расстояние от поверхности.
3. На странице 110 диссертации при анализе фрикционных параметров для образца, изготовленного из необработанного сплава ВТ6 приводятся значения температуры в зоне трибологического контакта, возникающие в ходе испытаний на износ, а для образца с обработанной поверхностью таких данных нет. С чем это связано? Такие измерения не проводили или же не было замечено существенного повышения температуры в зоне контакта для второго случая?
4. В качестве цели диссертационной работы Орлова А.А. указывается «... установление закономерностей формирования фазового состава и структуры .. при вакуумной ионно-плазменной ... обработки», но при этом в тексте работы приводится анализ фазового состава и распределения элементов азота и кислорода эндопротеза после эксплуатации в течение 12 лет. При этом указывается, что поверхность шаровой головки была подвергнута азотированию. В этом случае автору следует уточнить различие используемых ранее и сейчас технологий вакуумного ионно-плазменного азотирования или уточнить научную или практическую новизну рассматриваемой работы.
5. В тексте диссертации присутствуют грамматические опечатки (например, «... отражений от ... нитрида обнаружено не обнаружено, ... о его присутствии наномертческой толщины» (стр. 88.)), а также пунктуационные ошибки (стр. 98).

Следует отметить, что сделанные замечания не снижают общей высокой оценки диссертации.

Заключение.

Представленная диссертация выполнена на высоком научно-техническом уровне и представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой изложены научно обоснованные технические и технологические решения по влиянию термической и вакуумной ионно-плазменной обработки на структуру и свойства полуфабрикатов и изделий из сплавов медицинского назначения.

Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, прошли апробацию в 15 научно-практических конференциях, опубликованы в 26

научных работах, из них 1 в изданиях, входящих в перечень ВАК и 6 в журналах, включенных в международные системы цитирования. Результаты диссертационной работы могут быть использованы в медицине и других наукоемких отраслях промышленности.

Автореферат полностью отражает содержание диссертации.

По научному уровню, полученным результатам, содержанию и оформлению представленная диссертационная работа удовлетворяет всем требованиям п.п. 9-14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденном Постановлением РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор Орлов Алексей Александрович заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Официальный оппонент:

профессор кафедры общей и теоретической физики,  
Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего образования  
«Костромской государственной университет»,  
доктор технических наук (специальность 2.6.1. –  
Металловедение и термическая обработка металлов  
и сплавов),  
доцент  
Дьяков Илья Геннадьевич

Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего образования  
«Костромской государственной университет»  
Адрес организации: 156005, ЦФО, Костромская  
область, г. Кострома, ул. Дзержинского, д. 17.  
E-mail: igdyakov@mail.ru  
Тел.: +7 961 007 73 72

Подпись руки \_\_\_\_\_  
заверяю  
Начальник канцелярии  
Н.В. Кузнецова \_\_\_\_\_



25.11.2022