

ОТЗЫВ

официального оппонента

на диссертацию **ЕНИКЕЕВА Наримана Айратовича** на тему
«Границы зёрен и сверхпрочность наноструктурных материалов»
по специальностям 01.02.04 – Механика деформируемого твёрдого тела
и 01.04.07 – Физика конденсированного состояния,
представленную на соискание ученой степени
доктора физико-математических наук.

Диссертация Еникеева Н.А. посвящена разработке комплексного подхода к описанию закономерностей формирования структуры и свойств ультрамелкозернистых материалов (УМЗ), полученных методами интенсивной пластической деформации (ИПД), включающего в себя моделирование процессов, происходящих на различных структурных уровнях и анализ механизмов влияния структурных особенностей неравновесных границ зёрен на прочностные и служебные свойства УМЗ материалов.

Актуальность избранной темы

Методы ИПД зарекомендовали себя эффективным способом измельчения микроструктуры и получения УМЗ материалов с высокими прочностными и служебными характеристиками. Именно с этим связан устойчивый интерес к этой тематике мирового научного сообщества, в первую очередь, специалистов в области физики прочности и пластичности и механики деформируемого твёрдого тела. Следует отметить, что процессы формирования структуры существенно зависят от режимов ИПД, в связи с чем необходим комплексный учёт всех факторов, обеспечивающих формирование УМЗ материалов с требуемыми свойствами. Кроме того, многочисленные исследования свидетельствуют о том, что на свойства УМЗ материалов влияет не только размер зёрен, но и структура неравновесных границ зёрен деформационного происхождения. В связи с этим, актуальность работы Еникеева Н.А., посвящённой теоретическому анализу и экспериментальному изучению процессов получения субмикро- и нанокристаллических материалов, исследованию специфических особенностей строения границ зёрен, формирующихся в условиях ИПД, и установлению их влияния на свойства таких материалов, не вызывает сомнений.

Степень обоснованности научных положений и выводов

Результаты, выводы и положения, выносимые на защиту, имеют высокую степень обоснованности, подтверждённую сравнением получаемых результатов с литературными данными, проведением исследований с использованием надёжных экспериментальных методов, валидацией и сопоставлением получаемых численных результатов с опытными данными, а также использованием известных теоретических представлений, положенных в основу разрабатываемых моделей.

Новизна исследования, полученных результатов, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Диссертационная работа состоит из двух основных разделов, первый из которых связан с разработкой модельных основ для численного анализа поведения материалов на разных структурных уровнях (макро-, мезо-, микро-) и формирования структур деформационного происхождения в условиях ИПД (главы 1-3 диссертации) а второй посвящен получению и анализу опытных данных по образованию зернограницных сегрегаций и их влияния на прочностные свойства и радиационную стойкость УМЗ материалов (главы 4-6).

В первой главе диссертации предложен комплексный подход к моделированию процессов ИПД с применением вариационно-разностного или конечно-элементного метода для описания пластического течения, материала при ИПД и модели поликристаллической пластичности (вязко-пластическая самосогласованная модель), дополненной дисклинационным критерием деления зёрен. Во второй главе этот подход применён для моделирования процесса получения длинномерных заготовок наноструктурного технически чистого титана и УМЗ палладия. В третьей главе на основе модифицированной модели Эстрина-Тота проведён анализ эволюции дислокационной структуры в ходе ИПД, предложен подход к определению степени неравновесности границ зёрен на основе данных рентгеноструктурного анализа и моделирования рентгенограм наноматериалов с границами зёрен содержащих внесённые в ходе ИПД в границы зёрен дислокации.

В четвёртой и пятой главах выявлены ранее не изученные особенности процесса зернограницной сегрегации легирующих элементов в условиях интенсивной пластической деформации и исследовано их влияние на прочностные и пластические свойства УМЗ материалов, предложена физическая модель, объясняющая наблюдаемые закономерности. В заключительной шестой главе диссертации предложен общий подход к наноструктурированию и управлению наноструктурным дизайном границ зёрен с целью получения материалов с высокими механическими и функциональными свойствами, показана эффективность этого подхода для повышения радиационной стойкости сталей.

Научная новизна состоит в том, что в работе впервые:

1. Представлена концепция многоуровневого моделирования процессов наноструктурирования материалов методами ИПД, включающая в себя моделирование на макро- мезо- и микро- уровнях с учётом особенностей деформационного поведения поликристаллов и технологических параметров ИПД;
2. Предложена модель измельчения зёрненной структуры поликристалла в ходе ИПД, основанная на известных физических представлениях о фрагментации как процессе, инициируемом первичными мезодефектами (в данной работе -стыковыми дисклинациями), появляющимися в границах и стыках зёрен вследствие несовместности пластической деформации между различно ориентированными зёрнами. Эта модель была использована для расчётов совместно с вязко-пластической самосогласованной моделью;

3. При помощи разработанной схемы моделирования получены прямые свидетельства и количественные характеристики кооперативного некристаллографического вращения групп зёрен в УМЗ металлах, установленного на основе анализа экспериментальных данных по вызванному деформацией изменению ориентаций зёрен;
4. Для определения меры неравновесности границ зёрен в УМЗ материалах предложен физический подход и разработан алгоритм моделирования рентгеновского рассеяния на наноматериалах с учётом вида дислокационной структуры границ зёрен. Разработанная на основе анализа экспериментальных данных и результатов компьютерного моделирования методика позволила оценить плотность внесённых зернограницных дислокаций в УМЗ металлах. Рассмотрена эволюция плотности дислокаций в ходе ИПД и рассчитано изменение средней разориентации зёрен на основе модификации дислокационной кинетической модели Эстрина--Тота;
5. Обнаружено, что ИПД сплавов может сопровождаться появлением зернограницных сегрегаций легирующих элементов, характеристики которых (неравномерное распределение в зоне обогащения, морфология кластеров, концентрация) резко отличаются от зернограницных сегрегаций в крупнозернистых аналогах. Предложено физическое объяснение природы этого явления;
6. Установлено, что образование зернограницных сегрегаций в наноструктурных сплавах является дополнительным механизмом упрочнения и приводит к существенному приросту предела текучести данных материалов. В силу того, что предел текучести в таких материалах намного превышает значение, вытекающее из соотношения Холла--Петча, этот эффект был назван в диссертации эффектом «сверхпрочности». Показано, что его проявление связано с затруднением испускания дислокаций границами зёрен за счёт закрепления их примесными атомами;
7. Обнаружено изменение радиационного поведения нержавеющей стали в результате формирования УМЗ структуры и зернограницных сегрегаций. Показана повышенная стойкость исследованных УМЗ материалов к радиационному воздействию ионами и нейтронами.

Достоверность полученных результатов, выводов

Достоверность полученных результатов обеспечивается применением ряда независимых современных методов и средств структурных исследований - электронной микроскопии (в том числе с анализом рассеяния электронов на большие углы), рентгеноструктурного анализа, атомно-зондовой томографии. Численные результаты и разработанные модели основаны на использовании известных теоретических представлений, расчётные данные сопоставлены как с литературными данными, так и с экспериментальными данными, полученными с участием автора. Результаты работы широко обсуждались на многочисленных научных конференциях и семинарах, как в России, так и за рубежом, основное содержание работы опубликовано в высокорейтинговых рецензируемых научных изданиях, имеется патент и свидетельство о регистрации программы для ЭВМ.

Значимость для науки и практики полученных автором результатов. Рекомендации по их использованию

Результаты, полученные в диссертации вносят заметный вклад в решение крупной научной проблемы- создания надёжных научных основ управления структурой материалов для целенаправленного создания УМЗ материалов с повышенным комплексом свойств. Полученные выводы имеют важное значение для физики прочности и пластичности, а также для механики деформируемого твёрдого тела. Практическая значимость работы заключается в том, что разработанная концепция многоуровневого моделирования ИПД материалов была успешно применена для моделирования процессов промышленного получения методом РКУП-К длинномерных заготовок биосовместимого технически чистого титана с повышенными свойствами для использования в медицине. Выявленные в ходе работы над диссертацией новые пути увеличения прочности УМЗ сплавов могут найти применение в технологиях получения сверхпрочных конструкционных сплавов. Результаты исследования структуры и свойств УМЗ материалов после облучения ионами и нейтронами могут быть интересны с точки зрения повышения радиационной стабильности материалов для энергетических применений.

Достоинства в оформлении и содержании диссертации

В качестве достоинств работы можно отметить следующие:

- 1) Многомасштабное рассмотрение процесса ИПД, включающее в себя моделирование на макро- мезо- и микроуровнях и учитывающее особенности пластического течения материала, измельчение микроструктуры в ходе деформирования и влияние технологических параметров ИПД.
- 2) Использование современных методов исследования тонкой структуры материалов, таких как пространственная атомная томография. Это позволило выявить ряд наноструктурных особенностей полученных методами ИПД материалов.
- 3) Разнообразие рассматриваемых объектов исследования. В работе рассмотрены как модельные металлы, так и сплавы, широко применяемые в промышленности, что позволило как подтвердить результаты моделирования, так и распространить полученные результаты на широкий круг материалов.
- 4) Диссертация написана хорошим научным языком, аккуратно оформлена. Автореферат работы корректно передаёт содержание диссертации.

Недостатки в оформлении и содержании диссертации

1. Фрагментация структуры материалов при ИПД представляет собой сложный кинетический процесс, включающий в себя зарождение оборванных дислокационных границ на стыках и изломах большеугловых границ зёрен, их ветвление по мере распространения вглубь зерна и трансформацию в ходе деформирования в средне- и большеугловые границы зёрен. К измельчению структуры приводят и многие другие одновременно с этим протекающие процессы, такие, например, как фрагментация полос переориентации; в материалах склонных к двойникованию- распространение и последующая

фрагментация деформационных двойников; в материалах, испытывающих фазовые превращения сдвигового типа-фрагментация кристаллографически обусловленных границ и т.п. Как следует из текста диссертации, её автор хорошо знаком с экспериментальными и теоретическими работами в этой области. Тем не менее, в работе предложена модель деформационного измельчения зёрен, которую трудно признать адекватно отражающей происходящие в реальности процессы, приводящие к измельчению структуры материалов.

2. В разделе 2.2 автор приводит результаты изучения изменения ориентаций зёрен в УМЗ палладии в результате действия дислокационного скольжения и объясняет расхождение предсказанных и экспериментально измеренных ориентаций эффектом вращения или проскальзывания зёрен. В то же время сам процесс вращения зёрен (тем более, кооперативного) при моделировании не воспроизводится, и не совсем ясно, можно ли это расхождение интерпретировать таким образом.
3. В разделе 3.1 в общем виде приведено определяющее уравнение для эволюции плотности дислокаций в границах зёрен (3.9), которое, в частности, содержит выражение $\rho^+_{\text{misorientation}}$, отвечающее за увеличение разориентации границы за счёт накопления сидячих зернограницных дислокаций. С помощью этого выражения в дальнейшем рассчитывается средний угол разориентации (3.18). Однако, в выведенном из (3.9) уравнении (3.11) выражение для $\rho^+_{\text{misorientation}}$ явным образом не учтено.
4. В главе 4 было бы желательно проанализировать помимо рассмотренных и альтернативные механизмы, ведущие к распаду твёрдого раствора и сегрегации примесных атомов из твёрдого раствора в границы зёрен, такие как трубочная диффузия по ядрам дислокаций или миграция границ зёрен в процессе деформации.
5. При расчёте сегрегационного вклада в проявление так называемой «сверхпрочности», автор использует довольно сильное допущение по разбросу значений ключевого параметра l , от которого сильно зависит итоговая величина прироста предела текучести. В то же время, выбор диапазона значений величины этого параметра, его статистическое обоснование и характер изменения с температурой и/или величиной деформации обсуждаются недостаточно детально.
6. При описании стойкости микроструктуры УМЗ стали 316 к ионному облучению автор указывает на отличия в химическом составе деформационно- и радиационно-внесённых зернограницных сегрегаций. В то же время, в частности из Рис. 6.9, видно, что отличается и их морфология- до облучения сегрегации образуют вытянутые в вертикальном направлении структуры (Рис. 6.9А), в то время как после облучения пространственное распределение сегрегаций меняет свой характер (Рис. 6.9В). К сожалению, возможные причины указанного отличия в диссертации не обсуждаются.

Отмеченные недостатки не влияют на положительную оценку диссертационной работы в целом. Диссертация «Границы зёрен и сверхпрочность наноструктурных материалов» выполнена на высоком научно-техническом уровне и является законченной научно-квалификационной работой, разработанную в ходе её выполнения совокупность теоретических положений можно квалифицировать как научное достижение. Таким образом, диссертационная работа Еникеева Наримана Айратовича полностью соответствует требованиям Положения о порядке присуждения учёных степеней, а её автор заслуживает присвоения учёной степени доктора физико-математических наук по специальностям 01.04.07 – Физика конденсированного состояния и 01.02.04 – Механика деформируемого твёрдого тела.

Официальный оппонент

Доктор физико-математических наук, профессор,
Руководитель научного направления Института проблем машиностроения
РАН – филиала Федерального государственного бюджетного научного
учреждения «Федеральный исследовательский центр Институт прикладной
физики Российской академии наук»,
Заслуженный деятель науки РФ

Перевезенцев Владимир Николаевич



« 12 » 12 2016 г.

Тел.: +7 (831) 432-23-40

Факс: +7 (831) 465-61-71

Email: pevni@uic.nnov.ru

603024, г. Нижний Новгород, ул. Белинского, 85

Подпись Перевезенцева В.Н. заверяю:
Учёный секретарь ИПМ РАН



Е.А. Мотова