

ВІДГУК

офіційного опонента на дисертацію

МАКСАКОВОЇ Ольги Василівни

«Структура та фізико-механічні властивості

композитних покриттів на основі ZrN/CrN»

подану на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук

за спеціальністю 01.04.07 - фізика твердого тіла)

Актуальність теми

Нітриди цирконію і хрому характеризуються унікальним поєднанням цінних для практичного застосування фізико-механічних, хімічних, тепло- та електрофізичних властивостей, що відносить їх до класу багатофункціональними матеріалами. Розробка композитних покриттів на основі нітридів цирконію і хрому та дослідження їх властивостей є одним з актуальних напрямків сучасної фізики твердого тіла і потрібне для розвитку ефективних технологій їх одержання та забезпечення перспектив використання виробів з такими покриттями в різних галузях народного господарства. В зв'язку з цим цілком природним є намагання фахівців з провідних наукових центрів досліджувати створення на основі нітридних сполук багат шарових структур в різних структурних станах і різної архітектури та здійснювати їх вивчення, що відкриває нові можливості для поліпшення функціональних властивостей, зокрема механічних, теплофізичних, антикорозійних та трибологічних. Тому тема дисертаційної роботи Максакової О.В. – комплексне дослідження елементного складу, структурно-фазового і напружено-деформованого стану, фізико-механічних та теплофізичних властивостей композитних покриттів на основі ZrN/CrN, отриманих вакуумно-дуговим методом, та встановлення впливу на досліджувані характеристики технологічних умов осадження – безумовно є актуальною.

В дисертації надано результати досліджень виконаних на кафедрі наноелектроніки та модифікації поверхні Сумського державного університету в рамках держбюджетних НДР («Багат шарові і багатокомпонентні покриття з адаптивною поведінкою в умовах зносу та тертя» та «Імплантація іонів низьких та високих енергій у багатокомпонентні та багат шарові покриття: мікроструктура та властивості»), номери держреєстрації 0118U00357 та 0119U100787, відповідно) та на кафедрі металургії та матеріалознавства інженерного факультету Університету Порто (м. Порто, Португалія), де здобувачка



проходила науково-практичне стажування за грантом за програмою Європейського Союзу Erasmus Mundus, що також свідчить про актуальність теми дисертації.

Структура дисертації, основні наукові і практичні результати і їх новизна. Дисертація О.В. Максакової структурована у традиційний спосіб, та складається з анотації державною та англійською мовами, вступу, п'яти розділів, загальних висновків, переліку використаних джерел (157 найменувань), а також додатку зі списком праць, що опубліковано за темою дисертації. Оригінальні розділи (3-5) містять особисті короткі висновки. Робота викладена на 147 друкованих аркушів, включає 8 таблиць та 46 рисунків. Список літературних джерел досить повно відображає сучасний стан проблеми, якій присвячена дисертація.

У вступі обґрунтовано актуальність обраної дисертаційної теми, сформульовані її мета, наукова новизна і практична цінність, наведені дані про публікації та апробацію результатів дисертаційної роботи і ін.

Перший розділ «Покриття на основі сполук проникнення: особливості структури і властивості» містить літературні дані що до особливостей формування таких сполук, існуючих методів отримання нітридних покриттів, їх структурного стану і ін. Проаналізовані проблемні питання покладені в основу завдання дисертаційного дослідження.

У другому розділі «Методика отримання покриттів та проведення досліджень» описано експериментальні методики, матеріали і методи дослідження. Надано характеристики обладнання та параметрів одержання покриттів, викладено методи та обладнання для дослідження структури та властивостей покриттів: растрова електронна мікроскопія, рентгенівський мікроаналіз з використанням спектрометра з дисперсією за енергією, спектроскопія резерфордівського зворотного розсіювання, рентгеноструктурний аналіз, просвічуюча електронна мікроскопія із застосуванням мікродифракції електронів, сканувальна просвічуюча електронна мікроскопія, диференційна сканувальна калориметрія, мікро- та наноіндентування.

Застосовані при виконанні дисертації методики та обладнання знаходяться на світовому рівні.

У третьому розділі «Структурно-фазовий стан композитних покриттів на основі ZrN/CrN», що є найбільшим за об'ємом і змістом, викладено результати досліджень багат шарових покриттів ZrN/CrN та (CrN/ZrN)/(Cr/Zr): фазового складу і структури (п.3.1), елементного складу і морфології (п.3.2), структурно-напруженого стану (п.3.3).

У розділі четвертому «Мікроструктурна характеристика композитних покриттів на основі ZrN/CrN» надано результати досліджень кристалічної структури і дефектного стану багат шарових покриттів ZrN/CrN (п.4.1) та (CrN/ZrN)/(Cr/Zr) (п.4.2).

П'ятий розділ «Термодинамічні та механічні властивості композитних покриттів на основі ZrN/CrN» містить результати експериментальних досліджень термодинамічних та механічних властивостей багат шарових покриттів на основі ZrN/CrN. У першому підрозділі викладено результати дослідження термодинамічних властивостей багат шарових покриттів ZrN/CrN. У другому наведено результати дослідження механічних властивостей цих покриттів.

Наукова новизна. Основні результати дисертації отримані здобувачкою вперше та в повній мірі відображені в опублікованих роботах. На мій погляд, найбільш важливими результатами дисертації, що складають її наукову новизну, є такі:

- показано, що основними дефектами кристалічної будови багат шарових покриттів на основі CrN/ZrN є часткові та повні дислокації на межах розділу, межах зерен та всередині зерен;

- встановлено істотний вплив величини енергії розпилення іонів (потенціалу зміщення на підкладці), концентрації атомів азоту, товщині шарів у періоді та архітектури багат шарових покриттів CrN/ZrN на характеристики напружено-деформованого стану і визначені процеси, що контролюють їх зміни;

показано, що у багат шарових покриттях ZrN/CrN стехіометричного за азотом складу осаджених при тиску робочого газу (0,16...0,2) Па і високому значенні потенціалу зміщення на підкладці (-150 В) при нагрівах до 1480 К відбувається послідовне впорядкування структури, що свідчить за придатність таких покриттів для використання в умовах багаторазового термічного навантаження;

одержані високі значення мікро- та нанотвердості багат шарових покриттів CrN/ZrN (24,6 та 26,8 ГПа, відповідно) і покриттів (CrN/ZrN)/CrN/ZrN (29 та 34 ГПа, відповідно) і з'ясовані механізми деформації, що діють під час навантаження при випробуваннях; отримані дані підтверджують перспективність використання багат шарових композитів на основі CrN/ZrN у якості захисних покриттів.

Практичне значення отриманих результатів. Результати досліджень поглиблюють уявлення щодо закономірностей формування структурно-фазового складу та напружено-деформованого стану багат шарових покриттів різної архітектури на основі нітридів перехідних металів. Значний науковий і прикладний інтерес мають дані про взаємозв'язок в ланцюгу: режим синтезу покриття – структура – характеристики напружено-деформованого стану – термомеханічна стійкість, що є важливим для

створення захисних покриттів з високим рівнем експлуатаційних характеристик на виробках різного призначення.

Достовірність отриманих результатів. Ступень обґрунтованості наукових положень, висновків, сформульованих в дисертації.

За достовірність результатів і аргументованість сформульованих висновків дисертації свідчить вельми велика кількістю експериментальних даних, отриманих при комплексних дослідженнях елементного складу, структурно-фазового, напруженого і дефектного стану, теплофізичних та механічних властивостей одержаних вакуумно-дуговим осадженням композитних покриттів на основі ZrN/CrN різної архітектури із застосуванням апробованих методів, використанням сучасних вискоефективних приладів.

Основні наукові положення та висновки сформульовані в дисертації є обґрунтованими. Дані отримані в роботі узгоджуються з результатами досліджень, представленими в науковій літературі.

Повнота викладення основних наукових і практичних результатів в опублікованих роботах. Завершеність і стиль викладення.

Результати дисертаційної роботи опубліковано в 14 наукових працях, включаючи 6 статей, що індексуються наукометричними базами Scopus та/або Web of Science Core Collection (з яких 4 у зарубіжних виданнях з високим імпаکت-фактором і 2 у фахових виданнях України) і 8 статей і тез в збірниках наукових конференцій. У дисертації отримано ряд нових результатів, надано їх інтерпретацію і узагальнення. Дисертація є завершеною науковою працею, написана хорошою науковою мовою і оформлена відповідно існуючим вимогам. Зміст автореферату дисертації досить повно та об'єктивно відображає зміст основних положень і структуру дисертаційної роботи.

Тема роботи та суть її наукових результатів повністю відповідають паспорту спеціальності 01.04.07 - фізика твердого тіла, фізико-математичні науки.

Зауваження що до змісту дисертації та автореферату.

1. Відомо, що залежності характеристик міцності матеріалів від розміру зерна відповідають співвідношенням типу Петча-Холла, тобто такі величини, як межа плинності або твердість зменшуються зі збільшенням розміру зерна. Для покриттів також діє цей закон. Наприклад, в роботі [S.A.Barnett, A.Madan / Scripta Materialia 50 (2004) 739–744] експериментальна залежність нанотвердості від товщини Λ нанослою Mo/NbN має вид $H=H_0+H\Lambda^{-p}$, де $p \approx 0,38$. Враховуючи це, потрібно дати пояснення, чому, згідно з рис.5.5а, мікротвердість покриттів ZrN/CrN підвищується зі збільшенням розміру зерна.

2. У висновках до розділу 1 відзначено, що з огляду до наявних робіт вплив температури підкладки на структурно-фазовий стан покриттів чи їх властивості не виявлений. В той же час, на с.121 з посиланням на літературні джерела, написано, що температура підкладки під час осадження є одним з факторів, що визначають механічні властивості зразків.

3. В тексті дисертації і автореферату часто-густо використовується термін «межа розподілу шарів». У випадку характеристики гетерогенних та герерофазних матеріалів правильно вживати термін «розділ», зокрема, «межа розділу фаз», «межа розділу шарів». Термін «розподіл» відповідає терміну «распределение» на російській.

4. Слід зазначити деяку невідповідність при описах окремих результатів:

- с.6 автореферату: У першому абзаці заявлено, зокрема, опис методів досліджень, але далі про це не йшлося;

- с.85: Підпис до рис.3.12 вказує, що на рис. 3.126 зображено енергодисперсійний спектр, тоді як з тексту на с.84 випливає, що показано зображення поперечний перерізу багат шарового покриття.

5. В тексті дисертації є певні неточності та помилки оформлення, а саме:

- с.6: «... взаємодією різних механізмів ...» → «... дією різних механізмів »;

- с.23: «... стійкість формування ...» → «... стійкість сформованих ...»;

- с.28: «температура топлення» → «температура плавлення»;

- с.33: «... енергоємність поверхневих шарів матеріалу внаслідок їх розсіювання на межі розподілу...» → «... енергоємність поверхневих шарів матеріалу внаслідок поглинання енергії на межі розділу ...»;

- с.37: З посиланням на роботу [82] наведена незрозуміла величина стійкості до корозії 2,209 миль/рік. В оригіналі Corrosion Rate є 2,209 mpy, що означає milli-inch per year, тобто 10^{-3} дюймів за рік;

- с.39: $5,5 \cdot 10^{-7} \text{ мм}^{-3}/\text{м} \rightarrow 5,5 \cdot 10^{-7} \text{ мм}^3/\text{м}$;

- с.40: «... при високій і низькій діях циклічної втоми ...» → «... для областей високоамплітудної і низькоамплітудної циклічної втоми ...»;

- с. 61, рис. 2.11: $T_K: 1120 \text{ K} \rightarrow T_K: 120 \text{ K}$;

Зазначені зауваження не стосуються сутності роботи, основних висновків та наукових положень, що виносяться на захист, і не впливають на високу оцінку дисертації О.В. Максакової.

В якості загальної оцінки дисертації вважаю, що за актуальною, новизною, рівнем та достовірністю отриманих наукових результатів та їх практичною значущістю дисертаційна робота «Структура та фізико-механічні властивості композитних покриттів на основі ZrN/CrN» відповідає вимогам МОН України до кандидатських дисертацій,

зокрема пунктів 9, 11, 12 «Порядку присудження наукових ступенів», а її авторка, Максакова Ольга Василівна, заслуговує на присудження наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.07 – фізика твердого тіла.

Офіційний опонент

завідувач відділу фізики твердого тіла

і конденсованого стану речовини

ННЦ «Харківський фізико-технічний інститут»

НАН України,

доктор фізико-математичних наук



Соколенко В.І.

01

04

