

ВИСНОВОК

про наукову новизну, теоретичне та практичне значення результатів дисертації

Гороха Дениса Валерійовича

«Закономірності формування, особливості структури та властивості іонно-плазмових нітридних покриттів TiSiN/NbN та TiSiN/CrN»

на здобуття наукового ступеня доктора філософії

з галузі знань 10 – Природничі науки

за спеціальністю 105 – Прикладна фізика та наноматеріали

1. Оцінка роботи здобувача в процесі підготовки дисертації і виконання індивідуального плану навчальної та наукової роботи.

Здобувач, Горох Денис Валерійович, виконав в повному обсязі індивідуальний план виконання освітньо-наукової програми підготовки доктора філософії. Освітня програма в обсязі 40 кредитів ECTS виконана в повному обсязі. Він успішно склав наступні дисципліни:

- складено залік з навчальної дисципліни «Філософські засади та методологія наукових досліджень» (93 бали);
- складено іспит з навчальної дисципліни «Іноземна мова для аспірантів (англійська мова)» (90 балів);
- складено залік з навчальної дисципліни «Підготовка наукових публікацій та презентація результатів досліджень» (95 балів);
- складено залік з навчальної дисципліни «Інформаційні технології у прикладній фізиці» (98 балів);
- складено іспит з навчальної дисципліни «Актуальні проблеми сучасної прикладної фізики та наноматеріалів» (95 балів);
- складено іспит з навчальної дисципліни «Актуальні проблеми сучасної радіофізики та електроніки» (95 балів).
- складено залік з навчальної дисципліни «Актуальні проблеми сучасної радіофізики та електроніки» (95 балів).

Усі заплановані види робіт були виконані вчасно. Здобувач плідно співпрацював з науковим керівником протягом усього терміну навчання в аспірантурі.

2. Обґрунтування вибору теми дослідження

Створення та дослідження захисних покриттів із покращеними властивостями є актуальним завданням сучасного матеріалознавства. Важливе прикладне значення вивчення будови та властивостей таких матеріалів обумовлене широким спектром їх потенційного застосування. Різні за морфологією, елементним складом та внутрішньою структурою покриття з нанорозмірними елементами мають широкий спектр використання. Одним із найважливіших пріоритетних напрямків є поверхневе зміцнення та нанесення зміцнюючих захисних покриттів на деталі машин, різальний і формувальний інструмент, технологічне обладнання. Збільшення обсягів поверхнево-зміцнюючої обробки є одним із трендів світової практики. Аналізуючи сучасні матеріали для PVD покриттів, можна виділити дві тенденції розвитку матеріалів для покриттів. Перша полягає у створенні багат шарових покриттів. Кожен шар виконує свою функцію і забезпечує плавний перехід фізико-механічних властивостей покриття від поверхні до основи. Друга тенденція – створення багатокомпонентних шарів. Захисні покриття дають змогу багаторазово підвищити довговічність деталей машин, забезпечуючи можливість інтенсифікації багатьох виробничих процесів. Вакуумно-дугові технології дозволяють наносити тверді щільні покриття на поверхні різних матеріалів, у тому числі неметалічних, з високою адгезією. Технологія дозволяє наносити багат шарові покриття (загальною товщиною до 50 мкм) з унікальними властивостями. При цьому підвищується корозійно-ерозійна стійкість, зносо- і термостійкість, втомна міцність виробів. Багат шарові покриття можуть підвищити стабільність інструментів на 25–200 % порівняно з одно шаровими покриттями TiC і TiCN. При періодичному різанні важкооброблюваних матеріалів найкращу стійкість показали інструменти з багат шаровим покриттям, в якому чергуються «м'які» і «тверді» шари.

Багатошарові покриття, як правило, багатофункціональні. Вони поєднують високу твердість, зносостійкість, стійкість до окислення і адгезійної взаємодії з контактуючим матеріалом, низький коефіцієнт тертя, підвищену стійкість до абразивного зношування і окислення при підвищених температурах. Нове покоління багатошарових покриттів, що складаються з великої кількості дуже тонких (~ 10 мкм) шарів зі складом, який безперервно змінюється за товщиною і властивостями, дозволяє вирішити проблему різниці в коефіцієнтах теплового розширення і впливу залишкових напруг, отже, уникаючи відшарування їх від підкладки.

Багатошарові нітридні покриття поряд з високою твердістю мають більшу пластичність порівняно з одношаровими, що робить їх ефективними при роботі в умовах динамічного контактного навантаження.

На жаль, в більшості наявних публікацій з формування багатошарових покриттів інформація про вплив технологічних параметрів на формування покриттів не приводиться. З наукової та прикладної точок зору також становлять інтерес визначення технологічних умов формування таких покриттів.

Дослідження при виконанні дозволили виявити оптимальні умови з точки зору формування покриттів в широкому діапазоні тиску газу (азоту) та потенціалу зсуву, що також дозволило визначити фактори структурних змін та експлуатаційних характеристик які є оптимальні для їх промислового використання. Метою таких досліджень було визначення умов формування нітридних багатошарових захисних покриттів та розробка рекомендацій стосовно конкретних фізико-технологічних процесів їх осадження та дослідження складу і властивостей захисних покриттів, що впливають на умови взаємодії в зоні контакту і тим самим підвищують експлуатаційні характеристики виробів.

Таким чином, можна стверджувати, що напрямки досліджень є актуальними з фундаментальної та прикладної точок зору і розширюють уявлення про формування й відповідні процеси структуроутворення нітридних багатошарових покриттів.

Мета дослідження – визначення умов формування нітридних багат шарових захисних покриттів та розробці рекомендацій стосовно конкретних фізико-технологічних процесів їх осадження. Робота становить як значний фундаментальний, так і практичний інтерес для фізичного матеріалознавства та фізики поверхні.

Завдання дослідження:

- Отримати плазмові покриття (TiSi)N/NbN, (TiSi)N/CrN за різних режимів осадження;
- Дослідити вплив умов синтезу на елементний склад отриманих покриттів;
- Дослідити структуру, топологію поверхні, характер хімічного міжатомного зв'язку, мікротвердість та модуль пружності отриманих покриттів;
- Дослідити вплив термічного відпалювання на структурний стан та фізико-механічні властивості, зокрема мікротвердість;
- Визначити адгезійну міцність та механізм руйнування багат шарових покриттів;

Об'єкт дослідження – технологічні процеси і фізичні фактори які впливають на формування багат шарових нітридних покриттів з нанометровою товщиною шарів, що осаджуються вакуумно-дуговим способом та зв'язок структурних характеристик з фізико-механічними властивостями покриттів.

Предмет дослідження – елементний та фазовий склад, структурний стан, механічні властивості та триботехнічні характеристики багат шарових нітридних покриттів нанометрового масштабу (TiSi)N/NbN, (TiSi)N/CrN.

Методи дослідження:

Покриття формувалися методом вакуумно-дугового осадження на установці – Булат-6. Аналіз мікроструктури і морфології покриттів зразків з покриттям проводився з допомогою растрової електронної мікроскопії (РЕМ) з використанням растрових електронних мікроскопів Quanta 600 FEG і НаноСкан 450. Дослідження елементного складу зразків проводилося методом аналізу спектрів характеристичного рентгенівського випромінювання, що генеруються

електронним пучком в растровому електронному мікроскопі. Спектри були зняті за допомогою енергодисперсійного спектрометра рентгенівського випромінювання системи PEGASUS фірми EDAX, встановленого в мікроскопі. Розрахунок вмісту елементів в досліджуваному матеріалі проводився за допомогою програми, що додається разом з растровим електронним мікроскопом. Фазовий склад і структурний стан досліджувався методом рентгенівської дифракції на дифрактометрі ДРОН-3М і ДРОН-4 в випромінюванні $\text{Cu-K}\alpha$ з використанням у вторинному пучку графітового монохроматора. Зйомка дифракційного спектра для фазового аналізу проводилася в схемі θ - 2θ сканування з фокусуванням по Брегу-Брентано в інтервалі кутів від 25 – 9° . Для розшифровки дифрактограм використовувалася база дифракційних даних JCPDS. Розмір кристалітів визначався по розширенню перших дифракційних ліній (для найменшого впливу мікрореформацій) зі співвідношення Селякова-Шеррера. Для визначення адгезійної/когезійної міцності покриттів, стійкості до подряпин і визначення механізму руйнування використовували скретч-тестер Revetest (CSM Instruments). Мікроіндентування деяких зразків проводилося на автоматичному мікротвердомірі Shimadzu (HMV-G), триботехнічні випробування в повітряному середовищі – Tribometr (CSM Instruments), відпалювання покриттів здійснювалося в вакуумі при температурі 973 К у печі – VHT 8/22-GR (Nabertherm GmbH).

3. Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами, грантами

Дисертаційна робота виконувалась на кафедрі матеріалів реакторобудування та фізичних технологій Навчально-наукового інституту «Фізико-технічний факультет» Харківського національного університету імені В. Н. Каразіна у відповідності до плану науково-дослідних робіт, виконавцем яких був автор дисертації, ДР № 0119U002523, МОН України, 2019-2021 рр., «Фізичні засади адгезійної взаємодії багатокомпонентних покриттів з інструментальною підкладкою»; ДР № 0121U109810, МОН України, 2021-2022 р, «Технологічні засади формування багат шарових іонно-плазмових покриттів для різального інструменту»; № 2020.02/0234, 2020-2021 рр.,

Національний фонд досліджень України, «Модифікація поверхні твердого тіла під дією плазми та пучків заряджених частинок».

4. Особистий внесок дисертанта в отриманні наукових результатів та їх новизна

Дисертант брав участь у пошуку та аналізі літературної періодики, присвяченій темі дисертаційного дослідження, а саме нітридним багат шаровим покриттям. Разом із науковим керівником доктором технічних наук Бересневим В.М. були визначені цілі та завдання дослідження, обрані експериментальні методи дослідження нанокристалічних нітридних покриттів, схема створення покриттів, фізико-технологічні параметри осадження. В ННЦ «Харківський фізико-технічний інститут» виготовлено за заданими режимами частину зразків з покриттями, проведено частину електронно-мікроскопічних та рентгенівських досліджень (з залученням науковців ННЦ «ХФТІ» Столбового В. О., Василенка Р. Л., Колодія І. В.). У наукових дослідженнях, які були опубліковані у співавторстві, здобувачу належать: приготування зразків, аналіз мікроструктури, вимірювання механічних характеристик, участь в обговоренні результатів, підготовка текстів статей та тез доповідей; обґрунтування параметрів технології осадження наноструктурних багат шарових покриттів, які забезпечують підвищення якості робочої поверхні; розробка ефективної архітектури для зміцнення інструмента на основі кубічного нітриду бору, який працює в умовах тертя, зношування; дослідження структури та елементного складу багат шарових нанопокриттів.

5. Обґрунтованість і достовірність наукових положень, висновків і рекомендацій, які захищаються

Обґрунтованість та достовірність наукових результатів, одержаних Горохом Д.В., під час проведення досліджень за темою дисертаційної роботи забезпечується використанням фундаментальних підходів обчислювальної і математичної фізики.

Основні результати дисертаційного дослідження опубліковано в індексованих наукових журналах та доповідалися на міжнародних наукових конференціях. Висновки дисертаційної роботи є обґрунтованими.

6. Наукове, теоретичне та практичне значення результатів дисертації.

Практична цінність досліджень полягає у поглибленні та розширенні уявлень про закономірності утворення та функціонування зв'язків в ланцюгу «склад - структура - властивості», зокрема в визначенні особливостей фазо- та структуроутворення, адгезійної взаємодії та міцності в композитних матеріалах типу «інструментальна підкладка - функціональне захисне покриття», де підкладка виготовлена з твердого полікристалічного матеріалу (кераміки або металокераміки), а покриття є багатошаровим об'єктом, осадженим на підкладку іонно-плазмовими технологіями з можливим модифікуванням. Зразки виготовлених покриттів на інструментальних підкладках випробуванні в умовах, що відповідають реальним виробничим процесам (Інститут Надтвердих матеріалів ім. В.Н. Бакуля НАН України). Враховуючи великі обсяги різальної обробки твердих та загартованих сталей і сплавів, велику потребу виробників в забезпеченні спеціальним інструментом, результати цієї роботи стануть корисними для низки галузей виробництва як військового, так і цивільного призначення.

Результати досліджень будуть використані у навчальному процесі на кафедрі матеріалів реакторобудування та фізичних технологій Харківського національного університету імені В.Н. Каразіна при підготовці здобувачів вищої освіти зі спеціальності 105 «Прикладна фізика та наноматеріали» на трьох освітніх рівнях – бакалаврат, магістратура, аспірантура. Будуть доповнені матеріали лекцій для студентів «Фізичне металознавство», «Формування та дослідження наноматеріалів», «Функціональні нанокompозитні покриття», «Сучасні неметалеві та функціональні матеріали», а також курсу «Прикладні аспекти фізики твердого тіла, наноматеріалів та нанотехнологій» для аспірантів.

7. Повнота викладення матеріалів дисертації в роботах, опублікованих автором.

Матеріали дисертаційної роботи опубліковано в 13 наукових працях, серед яких 8 статей у виданнях, які входять до наукометричних баз Scopus та Web of Science, 5 тез доповідей на міжнародних і вітчизняних наукових конференціях.

Наукові праці, в яких опубліковані основні наукові результати дисертації:

Наукові праці в періодичних наукових виданнях, що входять до міжнародних наукометричних баз Scopus або Web of Science:

1. **Horokh D. V.**, Maksakova O. V. , Beresnev V. M., Lytovchenko S. V., Klimenko S. A., Grudnitsky V. V., Doshchechkina I. V., Glukhov O. V. Influence of annealing on the physical and mechanical properties of (TiSi)N/CrN multilayer coatings produced by cathodic arc physical vapour deposition. High Temperature Material Processes. 2023, Vol. 27, Iss. 4, P.1-14

<https://doi.org/10.1615/HighTempMatProc.2022046618>

(Особистий внесок здобувача: участь у формулюванні задач дослідження, аналізі літературних даних, проведенні експериментів по вимірюванню твердості зразків з покриттям, інтерпретації результатів, написанні статті)

2. **Horokh D.V.**, Maksakova O.V., Klimenko S.A., Lytovchenko S.V., Beresnev V.M., Glukhov O. V. Influence of the Bias Potential and Working Gas Pressure on the Properties of the TiSiN/NbN Ion Plasma Multilayer Coating. Journal of Superhard Materials, 2022, Vol. 44, No. 6, pp. 413–420.

DOI: <https://doi.org/10.3103/S1063457622060041>

(Особистий внесок здобувача: участь у формулюванні задач дослідження, аналізі літературних даних, проведенні експериментів, інтерпретації результатів, написанні статті)

Наукові праці в наукових фахових виданнях України, що входять до міжнародних наукометричних баз Scopus та Web of Science:

1. Turbin, P.V., **Horokh, D.V.** Thermal effects on the surface morphology of an ion-plasma coating. *Journal of Nano- and Electronic Physics*. 2020. Vol. 12, Iss. 4. Art. 04031.

DOI: [https://doi.org/10.21272/jnep.12\(4\).04031](https://doi.org/10.21272/jnep.12(4).04031)

(Особистий внесок здобувача: участь у формулюванні задач дослідження, аналізі літературних даних, проведенні експериментів по вимірюванню твердості зразків з покриттям, інтерпретації результатів.)

2. Turbin, P.V., Beresnev, V.M., **Horokh, D.V.** Properties Evolution of Ion-plasma Coatings on the Base of Transition Metal Nitrides. *Journal of Nano- and Electronic Physics*. 2020. Vol. 12, Iss. 5. Art. 05031

DOI: [https://doi.org/10.21272/jnep.12\(5\).05031](https://doi.org/10.21272/jnep.12(5).05031)

(Особистий внесок здобувача: участь у формулюванні задач дослідження, аналізі літературних даних, проведенні експериментів по вимірюванню твердості зразків з покриттям, інтерпретації результатів)

3. Beresnev V. M., Lytovchenko S. V., **Horokh D. V.**, Mazilin B. O., Stolbovoy V. A., Kolodiy I. N., Kolesnikov D. A., Grudnitsky V. V., Srebniuk P. A., Glukhov O. V. Tribotechnical properties of (TiZr)N/(TiSi)N multilayer coatings with nanometer thickness. *Journal of Nano- and Electronic Physics*. 2019. Vol. 11, Iss. 5. Art. 05037.

DOI: [https://doi.org/10.21272/jnep.11\(5\).05037](https://doi.org/10.21272/jnep.11(5).05037)

(Особистий внесок здобувача: участь у проведенні триботехнічних випробувань зразків з покриттями, а також аналізі результатів, написанні статті)

4. Beresnev V. M., Lytovchenko S. V., Mazilin B. O., **Horokh D. V.**, Stolbovoy V. A., Kolesnikov D. A., Kolodiy I. V., Zhanyssov S. Adhesion strength of TiZrN/TiSiN nanocomposite coatings on a steel substrate with transition layer. *Journal of Nano- and Electronic Physics*. 2020. Vol. 12, Iss. 4. Art. 04030.

DOI: [https://doi.org/10.21272/jnep.12\(4\).04030](https://doi.org/10.21272/jnep.12(4).04030)

(Особистий внесок здобувача: участь у проведенні випробувань зразків з покриттями на адгезійну міцність, аналізі результатів, написанні статті)

5. Lytovchenko S. V., Beresnev V. M., Klymenko S. A., Mazilin B. O., Kovaleva M. G., Manohin A. S., **Horokh D. V.**, Kolodiy I. V., Novikov V. U., Stolbovoy V. A., Doshchechkina I. V., Gluhov O. V. Effect of surface pre-treatment on adhesive strength of multi-component vacuum-arc coatings. East European Journal of Physics. 2020. Iss. 4. P. 119–126.

DOI: <https://doi.org/10.26565/2312-4334-2020-4-15>

(Особистий внесок здобувача: участь у проведенні випробувань зразків з покриттями, аналізі результатів, написанні статті)

6. Beresnev V.M., Maksakova O.V., Lytovchenko S.V., Klymenko S.A., **Horokh D.V.**, Manohin A.S., Mazilin B.O., Chyshkala V.O., Stolbovoy V.A. Correlating Deposition Parameters with Structure and Properties of Nanoscale Multilayer (TiSi)N/CrN Coatings. East European Journal of Physics. 2022, No.2. P. 112-117.

DOI: <https://doi.org/10.26565/2312-4334-2022-2-14>

(Особистий внесок здобувача: участь у формулюванні задач дослідження, аналізі літературних даних, проведенні експериментів, інтерпретації результатів, написанні статті)

8. Дотримання академічної доброчесності.

На підставі вивчення тексту дисертації здобувача, наукових праць здобувача та Протоколу контролю оригінальності (перевірку наявності текстових запозичень виконано в антиплагіатній інтернет-системі Strikeplagiarism.com) встановлено, що дисертаційна робота виконана самостійно, текст дисертації не містить плагіату, а дисертація відповідає вимогам академічної доброчесності.

9. Апробація матеріалів дисертації.

Результати проведених досліджень представлялись на міжнародних та вітчизняних наукових конференціях у формі доповідей, за результатами яких опубліковано матеріали наукових конференцій:

1. **Горох Д.В.**, Мазілін Б. О. Литовченко С. В., Береснев В. М., Оценка возможности применения плазменных покрытий для защиты элементов

энергетических устройств. XV Міжнар. наук.-техн. конф. молодих вчених та фахівців «Проблеми сучасної ядерної енергетики», 13–15 листоп. 2019 р. : тези доп. Харків, 2019. С. 42.

(Особистий внесок здобувача: участь у проведенні аналізу літературних даних, інтерпретації результатів, постерна доповідь)

2. **Horokh D. V.**, Beresnev V. M., Lytovchenko S.V., Maksakova O.V., Pogrebnyak A.D., Shvets U.S. Microstructure and High-hardness Effect in TiSiN/NbN Nanomultilayers: Experimental Research. Int. research and practice conf. "Nanomaterials: Applications and Properties", NAP-2021, 5-11 sept 2021. : abstr. Odessa, Ukraine 2021.

<https://doi.org/10.1109/NAP51885.2021.9568502>

(Особистий внесок здобувача: участь у формулюванні задач дослідження, аналізі літературних даних, проведенні експериментів, інтерпретації результатів, написанні статті, доповідь)

3. **Horokh D. V.**, Beresnev V. M., Lytovchenko S. V., Chyshkala V. O., Maksakova O.V., Stolbovoy V.A., Mazilin B.O. Influence of vacuum-arc deposition conditions on the structural phase state and mechanical characteristics of (TiSi)N/NbN coatings. Int. research and practice conf. "Materials Science of Refractory Compounds", MSRC-2021, 25-28 may 2021. : abstr. Kyiv, Ukraine 2021. P. 68

(Особистий внесок здобувача: участь у формулюванні задач дослідження, аналізі літературних даних, проведенні експериментів, інтерпретації результатів, доповідь)

4. **Горох Д.В.**, Береснев В.М., Литовченко С.В., Чишкала В.О, Максакова О.В., Столбовой В.О, Мазілін Б.О., Шептуха О.Р. Багатошарові покриття (TiZr)N/WN, сформовані вакуумно-дуговим методом. Int. research and practice conf. "High Purity Materials: Production, Application, Properties", 13-15 sept 2021, Kharkiv, Ukraine 2021. P. 19-20

(Особистий внесок здобувача: участь у формулюванні задач дослідження, аналізі літературних даних, проведенні експериментів, інтерпретації результатів, доповідь)

5. **Horokh D.V.**, Maksakova O.V., Beresnev V. M., Lytovchenko S. V. Improvement on the Microstructural and Nanomechanical Properties of (TiAlZrNbY)Nb-based Multiphase Coatings by Compositional and Structural Design. Int. research and practice conf. "Nanomaterials: Applications and Properties", NAP-2022, 11-16 sept 2022, Kraków, Poland 2022. P. 03mtfc-28

(Особистий внесок здобувача: участь у підготовці зразків, проведення експериментів, аналіз та інтерпретація результатів, написання тез.).

10. Оцінка структури, мови та стилю дисертації.

Матеріал дисертації викладено в логічній послідовності в доступній для сприйняття формі. Дисертація написана науковою мовою, стиль роботи відповідає стилю науково-дослідницьких публікацій експериментального спрямування, під час викладання матеріалу застосовано сучасну наукову термінологію. Зміст, структура, оформлення дисертації та кількість публікацій відповідають вимогам «Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії» (постанова Кабінету Міністрів України від 12.01.2022 р. № 44), наказу Міністерства освіти і науки України від 12.01.2017 р. № 40 «Про затвердження вимог до оформлення дисертацій».

11. Відповідність змісту дисертації спеціальності, з якої вона подається до захисту.

За своїм фаховим спрямуванням, науковою новизною і практичною значимістю дисертаційна робота Гороха Д.В. «Закономірності формування, особливості структури та властивості іонно-плазмових нітридних покриттів TiSiN/NbN та TiSiN/CrN» відповідає спеціальності 105 – «Прикладна фізика та наноматеріали». Здобувачем повністю виконано освітню та наукову складову третього (освітньо-наукового) рівня вищої освіти.

12. Результат обговорення та проведення дисертації. Рекомендація дисертації до захисту.

Здобувач представив основні результати своєї дисертаційної роботи на розширеному засіданні кафедри матеріалів реакторобудування та фізичних технологій навчально-наукового інституту «Фізико-технічний факультет» Харківського національного університету імені В.Н. Каразіна щодо попередньої експертизи дисертації (Витяг з протоколу № 4 розширеного засідання кафедри матеріалів реакторобудування та фізичних технологій від 26 жовтня 2023 року) у формі презентації та наукової дискусії після її завершення. На даному засіданні були присутні 13 співробітників із різних наукових та навчальних установ України (всього з правом голосу 11 осіб з 13), з яких 4 доктора наук, 7 кандидатів наук, 1 PhD і 1 інженер I категорії. Гороху Д.В. було задано 6 питань, на які він надав вичерпні відповіді. Також виступили 2 науковця, які позитивно відізначили дисертаційне дослідження Гороха Д.В.

У рамках цього розширеного засідання було ухвалено одноголосно (11 голосів) рекомендувати дисертаційну роботу Гороха Дениса Валерійовича на здобуття наукового ступеня доктора філософії з галузі знань 10 – «Природничі науки» за спеціальністю 105 – «Прикладна фізика та наноматеріали».

В.о. завідувача кафедри
матеріалів реакторобудування та фізичних технологій
ННІ «Фізико-технічний факультет»
Харківського національного
університету імені В.Н. Каразіна,
доктор технічних наук, професор



Сергій ЛИТОВЧЕНКО