

ВІДГУК

офіційного опонента доктора технічних наук, професора Юркової О.І. на дисертаційну роботу *Голубенка Олексія Анатолійовича* на тему: «Особливості визначення фізико-механічних властивостей твердих тіл при локальному навантаженні в мікро- та нанооб'ємах», яка представлена на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.13 – фізика металів

Робота **Голубенка Олексія Анатолійовича** присвячена розвитку фізичних уявлень і теоретичних положень стосовно закономірностей деформації різних за своєю природою матеріалів в умовах індентування на нано- і мікрорівнях для створення нових методик визначення комплексу їх механічних властивостей.

Актуальність теми дисертації та її зв'язок з науковими програмами, планами, темами

Розвинення та поглиблення теоретичних положень щодо закономірностей деформації різних за своєю природою матеріалів в умовах локального навантаження жорсткими інденторами на нано- та мікрорівнях і створення на цієї основі нових експериментально-розрахункових методик визначення комплексу механічних властивостей та встановлення механізмів деформації широкого кола сучасних матеріалів мають важливе значення для розробки новітніх технологій їх отримання, оптимізації складу та структури і прогнозування їх поведінки в умовах експлуатації під навантаженням. Ці методи не мають обмежень застосування з точки зору форми та розміру об'єктів випробувань, зокрема дозволяють кількісно визначити характеристики міцності та пластичності матеріалів і речовин, які в стандартних умовах випробувань руйнуються крихко при напруженнях нижче ніж границя плинності. Вивчення механічних характеристик матеріалів методами мікро- і наноіндентування вимагає подальшого розвитку і уточнення фізичних теорій, методик дослідження та інтерпретації отриманих результатів, що особливо важливо в області фізики металів та для практичного застосування отриманих результатів. На підставі вищенаведеного можна стверджувати, що тема дисертаційної роботи Голубенка О.А. є актуальною та своєчасною.

Дисертаційна робота виконувалась в рамках пріоритетних напрямків розвитку науки і техніки України, та вона є узагальненням наукових результатів, отриманих за участю автора при виконанні науково-дослідних бюджетних тем відомчого замовлення Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України – установи, де виконувалася робота: «Розвиток теорії індентування та нових методів дослідження механізмів деформації та визначення механічних властивостей матеріалів при локальному навантаженні індентором» (0107U000031, 2007–2009 рр.); «Квазікристали на основі алюмінію та їх апроксиманти, фундаментальні проблеми деформації, руйнування та

отримання високоміцних станів композиційних матеріалів» (0107U002711, 2007–2011 рр.); «Розвиток фізичних основ міцності, пластичності та зварюваності інтерметалідів на основі Al, Ni та Zr в різних структурних станах» (0110U000140 2010–2012 рр.); «Розвиток теорії і практики визначення механічних та трибологічних властивостей широкого класу матеріалів та покриттів методами локального навантаження індентором на макро-, мікро- та нанорівнях» (0117U001061, 2017–2019 рр.) та міжнародного проекту УНТЦ №1997 «Пластичність та деформаційні криві, отримані методом індентування для кераміки та покриттів» (2002–2004 рр.).

Ступінь обґрунтованості наукових положень, висновків та рекомендацій, сформульованих в дисертації, їх достовірність

Наукові положення, висновки та рекомендації, що викладено в роботі, повною мірою ґрунтуються на критичному аналізі фундаментальних і сучасних іноземних та вітчизняних літературних джерел, результатах власних досліджень здобувача, які включають в себе: постановку мети, визначення завдань дослідження (вступ), аналітичний огляд (перший розділ); дані про матеріали та основні методи дослідження (другий розділ); розвиток фізичних уявлень про масштабну залежність мікро- і нанотвердості (третій розділ); розвинення розрахунків щодо визначення характеристики пластичності методами мікро- та наноіндентування (четвертий розділ); виконання експериментів та розвинення методики побудови кривих деформації для крихких (при стандартних механічних випробуваннях) матеріалів методом індентування в широкому температурному інтервалі (п'ятий розділ); вивчення і аналіз особливостей механічної поведінки наноматеріалів (шостий розділ).

Результати досліджень чітко сформульовано та якісно узагальнено, є обґрунтованими завдяки повноті отриманих експериментальних та теоретичних даних, які не вступають у протиріччя з існуючими теоретичними уявленнями та світовим досвідом, узгоджуються з відомими концепціями, базуються на фундаментальних засадах теорії фізики металів. Наукові положення дисертації пройшли апробацію на міжнародних конференціях з актуальних питань міцності матеріалів.

У цілому робота Голубенка О.А. виконана на високому науковому рівні з застосуванням сучасної дослідницької апаратури, теоретичних уявлень та розрахунків, що свідчить про високий фаховий рівень здобувача. Основні результати роботи є новими і вперше отриманими. Всі наукові положення та висновки є обґрунтованими завдяки науковому рівню отриманих експериментальних та теоретичних досліджень.

Достовірність результатів не викликає сумніву, оскільки вони отримані з використанням надійних сучасних експериментальних методик, ретельно оброблені та проаналізовані.

Особистий внесок здобувача в отриманні наукових результатів

У дисертаційній роботі Голубенка О.А. на підставі літературних даних та власних експериментальних досліджень запропоновано науковий підхід до створення експериментально-розрахункових методик визначення комплексу механічних властивостей (твердості, межі плинності, міцності, пластичності, модулю Юнга, інтервалу температур в'язко-крихкого переходу, в'язкості руйнування та ін.) та механізмів деформації широкого кола сучасних матеріалів в умовах локального пружно-пластичного контакту з жорсткими пірамідальними інденторами з можливістю керування ступенем загальної деформації матеріалу в умовах індентування.

Наукова новизна результатів дисертаційного дослідження.

Дисертаційна робота Голубенка О.А. містить наступні положення наукової новизни:

– Вперше для визначення масштабної залежності мікро- та нанотвердості врахована специфіка вимірювання твердості пірамідальними інденторами, для яких виконується умова сталості загальної деформації під індентором, що дозволило розробити фізичні уявлення про масштабну залежність твердості.

– Встановлено, що розмірний ефект при мікроіндентуванні і особливо наноіндентуванні (зростання величини твердості при зменшенні навантаження на індентор) обумовлений утрудненням пластичної деформації під індентором при зменшенні розміру відбитка. Зниження величини пластичної деформації обумовлено утрудненням в роботі дислокаційних джерел, а також зменшенням середньої довжини пробігу дислокації. Враховуючи, що для пірамідальних інденторів загальна деформація є сталою, зниження величини пластичної деформації супроводжується зростанням пластичної складової, що в свою чергу, згідно із законом Гука, призводить до зростання твердості.

– Для усунення розмірного ефекту вперше запропоновано проводити порівняння твердості різних матеріалів або одного матеріалу в різних структурних станах не при однаковому навантаженні на індентор, а при однаковому розмірі відбитка твердості, який характеризується певною фіксованою глибиною проникнення індентора (аналогічно стандартизації розмірів зразків при механічних випробуваннях).

– Якщо твердість була визначена при постійному навантаженні, то для стандартизації результатів твердості різних матеріалів розроблені формули і запропоновано метод перерахунку твердості з одного навантаження на інше або з однієї глибини відбитка на певну фіксовану глибину.

– Для широкого кола матеріалів при інструментальному індентуванні може бути легко визначена характеристика пластичності δ_A зі співвідношення роботи пластичної деформації під індентором до роботи загальної деформації. Показано, що розрахована при інструментальному індентуванні величина δ_A

майже співпадає з характеристикою пластичності δ_H , розрахованої за величиною мікротвердості, якщо $\delta_H \geq 0,5$, тобто для всіх металів та більшості тугоплавких сполук і кераміки.

– Вперше методом мікроіндентування побудовані криві деформації $\sigma(\varepsilon_t)$ для крихких (при стандартних механічних випробуваннях) матеріалів – монокристалічного Si і кераміки на основі TiB_2 і SiC в широкому температурному інтервалі (20 – 900 °C) та проаналізовано закономірності деформаційного зміцнення.

– Дослідження кривих деформації монокристалічного кремнію в області температур $T_{кр} \leq 300-400$ °C, де при індентуванні (під тиском індентора) спостерігається фазовий перехід «напівпровідник → метал», виявило, що нижче $T_{кр}$ деформаційне зміцнення практично відсутнє і значення твердості не залежать від ступеня загальної деформації ε_t під індентором. Показано, що при $T_{кр} > 400$ °C криві деформації для Si мають звичайну для кристалічних матеріалів форму з параболічним деформаційним зміцненням.

– Визначено параметри деформаційного зміцнення для кремнію та дібориду титану в інтервалі температур 400–900 °C. Встановлено, що показник деформаційного зміцнення $n^* \approx 0,5$, що свідчить про дислокаційний механізм деформації цих матеріалів.

– За допомогою розвинених методик індентування були вивчені і визначені механічні характеристики наноструктурованих матеріалів (деформованого Ni та сплаву Zn-22%Al) в діапазоні температур 20 – 800 °C. Показано, що за зміною температурної залежності характеристики пластичності δ_H можна визначати інтервал температур, в якому найсильніше проявляється надпластичність.

Наведені результати досліджень, їх аналіз та висновки у комплексі є суттєвими для розвитку фізичних уявлень та теоретичних положень щодо деформації в умовах локального навантаження жорсткими пірамідальними інденторами на нано- і мікрорівнях у поєднанні з новітніми методиками, які дозволяють визначати весь комплекс властивостей міцності та пластичності для повної і надійної атестації механічних властивостей матеріалів, особливо крихких, в умовах стандартних механічних випробувань. Вважаю, що дисертантом отримано результати, аналіз яких дає змогу говорити про відповідність їх критерію наукової новизни. Новизну одержаних результатів підтверджено достатньою кількістю публікацій, в т.ч. у виданнях, що включені до наукометричних баз Scopus та Web of Science Core Collection.

Повнота опублікування основних положень дисертації

Основні положення та результати дисертації відображено у 18 публікаціях у вітчизняних та міжнародних виданнях, серед яких 9 статей у фахових виданнях, 4 з яких входять до міжнародних наукометричних баз Scopus та Web

of Science Core Collection та тези 9 доповідей на міжнародних наукових конференціях.

Особистий внесок здобувача щодо публікацій, написаних у співавторстві, відзначено в дисертації та авторефераті. Вказані публікації, в цілому, відображають основний зміст дисертації, об'єм і характер проведених теоретичних і експериментальних досліджень. Аналіз друкованих праць дає підставу вважати, що наукові положення, висновки та рекомендації, які викладено в дисертаційній роботі, повністю відображено в опублікованих наукових працях.

Автореферат ідентичний за змістом з основними положеннями дисертації та достатньо повно віддзеркалює основні наукові результати, отримані здобувачем.

Наукове і практичне значення і рекомендації щодо їх використання

Значення отриманих здобувачем результатів полягає у розвиненні нових фізичних уявлень і методик дослідження механічних властивостей матеріалів при локальному навантаженні в мікро- і нанооб'ємах. Застосування розвинутої методики перерахунку значень твердості при постійному розмірі відбитка дозволяє усунути вплив масштабного фактора та більш коректно порівнювати результати вимірювань нанотвердості, які отримані в різних роботах. Розвинення методики побудови кривих деформації при температурах, відмінних від кімнатної, надає можливість більш широко і досконало вивчати та визначати особливості механічної поведінки малопластичних та навіть крихких, в умовах стандартних випробувань, матеріалів в широкому температурному інтервалі. Автором доведено, що аналіз характеру зміни температурної залежності характеристики пластичності δ_H дозволяє визначити інтервал температур надпластичності для тих матеріалів, в яких вона проявляється.

Оцінка змісту дисертації, її завершеності та відповідності встановленим вимогам

Дисертаційна робота Голубенка О.А. викладена логічно, зрозуміло, з використанням сучасної загальноновизнаної наукової термінології, з достатнім об'ємом якісного ілюстративного матеріалу, що дає змогу чіткого розуміння викладених автором результатів та наукових положень. Стиль викладання матеріалів досліджень, висновків і рекомендацій забезпечує доступність і чіткість сприйняття. Структура роботи складається з анотації (3-ма мовами), вступної частини, 6 розділів, які закінчуються загальними висновками та переліком використаних літературних джерел. Повний обсяг дисертаційної роботи складається зі 170 сторінок та містить 42 рисунка, 10 таблиць, 156 найменувань використаних джерел та 1 додаток.

Дисертаційна робота Голубенка О.А. за своїм змістом та напрямом досліджень являє собою завершену наукову працю, що відповідає паспорту

спеціальності 01.04.13 – фізика металів. Робота містить обґрунтовані, раніше не захищені наукові положення, якісний експериментальний матеріал і достовірні висновки, що у цілому дозволило успішно вирішити поставлену наукову задачу.

У **вступі** розкрито актуальність теми дисертаційної роботи, сформульовано мету і задачі дослідження, зазначено наукова новизна та практична цінність отриманих результатів.

Перший розділ присвячено огляду та аналізу літературних джерел за темою дисертації. Розглянуто сучасні та найбільш використовувані методи визначення твердості матеріалів. Показана специфіка проведення експериментів по отриманню комплексу фізико-механічних характеристик різних за своєю природою матеріалів методами індентування, зазначено актуальність розвинення і використання методів мікро- та наноіндентування для визначення фізико-механічних характеристик широкого кола матеріалів. На підставі аналізу літературних даних обґрунтовано задачі дослідження.

У **другому** розділі обґрунтовано вибір матеріалів та методів дослідження, а також наведено умови випробувань як при кімнатній так і при підвищених температурах.

Третій розділ присвячений розвитку фізичних уявлень щодо масштабної залежності мікро- та нанотвердості. Проаналізована масштабна залежність нанотвердості монокристалічної міді в зв'язку зі зміною пружної та пластичної складових деформації під індентором, а також деякі супутні явища. Встановлено причини виникнення розмірного ефекту та запропоновано більш загальний феноменологічний підхід до нього, що дозволяє не враховувати конкретні дислокаційні механізми деформації при індентуванні. Розглянуто можливість перерахунку нанотвердості з одного навантаження на інше. Показано, що масштабний ефект при наноіндентуванні призводить не тільки до збільшення величини твердості при зменшенні навантаження на індентор, але і до одночасного зниження характеристики пластичності, що визначається цим методом. Обговорюється можливість уникнути впливу масштабного фактору на величину нанотвердості шляхом її вимірювання при фіксованому за глибиною розмірі відбитка або шляхом перерахунку твердості на цю стандартну глибину. Запропоновано ряд співвідношень для опису масштабної залежності нанотвердості.

У **четвертому** розділі розвинуто уявлення про пластичність матеріалів, яку визначають методом інструментального індентування, а саме наноіндентуванням, також розрахунки характеристики пластичності, отриманої методами індентування, показані особливості визначення характеристики пластичності δ_A при інструментальному індентуванні, яке широко використовується при визначенні нанотвердості. Розглянуто зв'язок між характеристиками пластичності δ_A , розрахованої за співвідношенням площ під

кривими навантаження і розвантаження, та δ_H , розрахованої за величиною мікротвердості, обговорюється їх співвідношення. Характеристики пластичності δ_A та δ_H визначені для широкого кола матеріалів з різним характером міжатомного зв'язку і різною кристалічною структурою. Експериментально доведено, що обидва методи визначення характеристики пластичності δ_H / δ_A можуть вважатися рівноцінними при їх значеннях $\geq 0,5$, тобто для всіх металів і більшості тугоплавких сполук. Розвинені уявлення і методики свідчать про доцільність використання характеристик пластичності δ_A або δ_H , отриманих методами мікро- і наноіндентування, оскільки вони в значній мірі визначають механічну поведінку і властивості матеріалів.

У п'ятому розділі наведено результати експериментальних досліджень щодо механічної поведінки крихких і малопластичних матеріалів за кривими деформації, побудованими методом індентування в широкому температурному інтервалі (20 – 900 °C). Застосована методика індентування вперше дозволила визначити механічні властивості та особливості механізму деформації крихких, при стандартних механічних випробуваннях, матеріалів, зокрема, монокристалічного кремнію та керамічних дібориду титану, карбіду кремнію, при температурах, менших за температуру в'язко-крихкого переходу, що неможливо зробити методами стандартних механічних випробувань. Вперше визначені параметри деформаційного зміцнення для кремнію та дібориду титану в інтервалі температур 400 – 900 °C та встановлено дислокаційний механізм деформації цих матеріалів в зазначеному інтервалі температур. Доведено, що коефіцієнт деформаційного зміцнення зменшується із підвищенням температури. Розвинення методики побудови кривих деформації при температурах, відмінних від кімнатної, надає змогу більш широко та досконало вивчати особливості механічної поведінки малопластичних та крихких матеріалів.

Шостий розділ присвячений вивченню і аналізу особливостей механічної поведінки наноматеріалів (скоріше субмікрокристалічних) із застосуванням техніки індентування. На прикладі Ni та сплаву Zn-22%Al за температурними залежностями твердості HV і характеристики пластичності δ_H встановлено розвиток надпластичності при температурі, що відповідає максимальному значенню параметра δ_H – 350 °C для Ni та 150...250 °C для сплаву Zn-22%Al. Результати експериментальних досліджень показали, що максимальне значення параметра δ_H (розраховане при індентуванні) відповідає температурі розвитку надпластичності, що свідчить про можливість використання характеристики пластичності δ_H / δ_A для оцінки цієї температури для матеріалів, яким притаманне явище надпластичності.

У **висновках** стисло та ґрунтовно сформульовано основні наукові та практичні результати роботи. Основні положення та висновки дисертації є достовірними, мають належний рівень наукової обґрунтованості. В загалі

дисертаційна робота є завершеним, логічно побудованим, самостійним та цілісним дослідженням.

Загальні зауваження до дисертаційної роботи

1. Формулювання п. 1-3 завдань дослідження у вступі на стор. 18 дисертації й у висновках до розділу 1 на стор. 85 дещо розрізняються, хоча в цілому по суті, відповідають одне одному.

2. На стор. 34 вказано: «Твердість металу також залежить від розміру зерна: чим менше розмір зерна, тим більше твердість», але цьому не відповідає наведена на рис. 1.1 залежність твердості за Брінеллем від розміру зерна для міді в координатах «розмір зерна мм^2 – твердість за Брінеллем», виходячи з якої зі збільшення розміру зерна твердість зростає.

3. Не можна погодитись, що структура зразків нікелю та сплаву Zn-22%Al із середнім розміром зерна $d_g = 500$ нм і $d_g = 400$ нм є нанокристалічною (стор. 87 та стор. 142-144), тому що розмір зерна >100 нм. Таки розміри відносяться до субмікронних. Експериментальних даних, що підтверджують нанокристалічну структуру у вказаних об'єктах, в роботі не наведено.

4. На думку рецензента в розділі 2 дисертації доречно було б навести методику проведення тривимірних топографічних вимірювань форми відбитка індентора за допомогою АСМ, результати та аналіз яких наведено в розділі 3.

5. Будь які вимірювання завжди пов'язані з похибками, але в дисертації на рис. 3.2, 3.3, 3.9, 5.9, 6.2 та ін. не наведено середнє квадратичне відхилення випадкової похибки результатів вимірювання.

6. У розділі 5 при побудові кривих деформації для розрахунку напруження плинину σ не має обґрунтування вибору співвідношення Тейбора $HM \approx 3\sigma$, а не інших наближень, які пов'язують твердість за Меєром HM з напруженням плинину σ .

7. У тексті дисертації зустрічаються деякі неточності, граматичні та стилістичні помилки, помилки редакційного характеру:

на стор. 36: «Методи визначення твердості в макро- і мікродіапазонах нічим принципово не відрізняються і розраховуються як ...»;

на стор. 14 у Переліку умовних позначень вживаний невдалий термін – глибина переміщення індентора;

текст на стор. 40 «Типова крива “переміщення – навантаження”, (рис. 1.3)...», не співпадає з текстом на стор. 41 у підпису під рис. 1.3 – «Глибина проникнення індентора h »;

у Додатку до дисертації нумерація у списку опублікованих праць за темою дисертації чомусь починається з № 19;

та деякі інші неточності.

Разом з тим, зазначені недоліки ніяким чином не впливають на загальну позитивну оцінку дисертаційної роботи, яка має важливе наукове та практичне

значення і відповідає всім вимогам, що пред'являються до кандидатських дисертацій.

Загальні висновки

На підставі вищенаведеного вважаю, що дисертаційна робота Голубенка Олексія Анатолійовича «Особливості визначення фізико-механічних властивостей твердих тіл при локальному навантаженні в мікро- та нанооб'ємах» являє собою цілісну та завершену наукову працю, в якій отримані нові науково обґрунтовані результати, на основі яких розвинуто фізичні уявлення та теоретичні положення щодо деформації в умовах локального навантаження на нано- і мікрорівнях та удосконалено методики дослідження та визначення механічних властивостей широкого кола матеріалів.

За своєю актуальністю, новизною, об'ємом виконаних досліджень, науковим рівнем та значенням отриманих результатів робота Голубенка О.А. загалом повністю відповідає всім вимогам п. 9, 10 «Порядку присудження наукових ступенів і присвоєння вченого звання старшого наукового співробітника», затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 24.07.2013 р. № 567, а її автор, безумовно, **заслуговує на присудження йому наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.13 – фізика металів.**

Офіційний опонент,
професор кафедри високотемпературних
матеріалів та порошкової металургії
Національного технічного університету
України «Київський політехнічний
інститут імені Ігоря Сікорського»,
доктор технічних наук, професор



О.І. Юркова

Підпис д.т.н. проф. Юркової О.І. засвідчую
Вчений секретар КПІ ім Ігоря Сікорського
к.т.н., доц.



В.В. Холявко