

ВІДГУК

офіційного опонента на дисертаційну роботу **Роженко Н.М.**
«Використання методу регуляризації для визначення
характеристик субструктури кристалічних матеріалів за
формою дифракційних кривих», поданої на здобуття наукового
ступеня кандидата фізико-математичних наук зі спеціальності
01.04.07 – «фізика твердого тіла»

Відомо, що рентгенівська дифрактометрія відіграє ключову роль в дослідженні не лише кристалічної будови твердих тіл, але й характеристик їх мікроструктури. Це обумовлено тим, що дефекти кристалічної будови твердих тіл тим чи іншим способом впливають на профіль дифракційних піків. Крім того, на профілі дифракційних піків подібним чином впливають і розміри кристалітів (областей когерентного розсіяння). Задача визначення характеристик мікроструктури реальних кристалів ускладнюється ще й тим, що профілі дифракційних піків «спотворюються» експериментальними умовами їх вимірювання. Традиційні підходи розділенні впливу різних факторів на профілі дифракційних піків, як правило, базуються на припущенні, що їх вплив можна описати згорточкою простих аналітичних функцій. Такі підходи значно обмежують можливості дифракційного методу дослідження мікроструктури реальних кристалів. Більш перспективним виглядає ідея визначення фізичного профілю дифракційних піків без апіорних припущень щодо реальної структури матеріалу. Проте, реалізація такого підходу ускладнена тим, що такі задачі відносяться до некоректних, а їх розв'язки вимагає додаткового обґрунтування достовірності отриманого результату. З цієї точки зору, постановка задачі дисертаційної роботи є безумовно актуальною.

Роботу було виконано в Інституті проблем матеріалознавства НАН України у відповідності із науковими програмами, планами та тематикою досліджень у рамках тем: 011U002122 «Проектування мікроструктури порошкових композиційних матеріалів на основі міді на стадіях виготовлення, обробки, оптимізації їх властивостей при використанні для комутаційної і зварювальної техніки», 2011 – 2013 рр.; 0112U002092

«Розробка ультрависоко-температурних керамічних композитів на основі боридів та нітридів для потреб енергетики», 2012 – 2016 рр.; 0116U004765 «Структурно-фазові перетворення у високотемпературних процесах спікання, орієнтованої кристалізації, термомеханічного впливу та окислення композиційних матеріалів та покриттів на основі боридів та боровміщуючих тугоплавких сполук», 2016 – 2018 рр.

Дисертаційна робота складається зі вступу, трьох розділів, загальних висновків і переліку використаних джерел із 116 найменувань. Дисертацію викладено на 175 сторінках друкованого тексту.

У **вступі** розкрито суть і стан наукової задачі, обґрунтовано актуальність роботи, сформульовано головну мету, задачі та методи досліджень, вказано на зв'язок з науковими програмами, визначено новизну отриманих результатів та обґрунтовано їхню практичну цінність. У **вступі** також висвітлено особистий внесок здобувача, наведено відомості про апробацію результатів роботи та кількість публікацій за матеріалами дослідження.

У **першому розділі** проведено огляд математичних моделей, на яких базуються традиційні підходи дослідження дефектного стану методом рентгенографії, а також сучасних стійких математичних методів, які можуть бути використані для досягнення мети дослідження. Представлено основні поняття, означення та підходи, досліджено умови та особливості застосування найбільш уживаних методів. Аналіз літературних даних дозволив автору визначити напрямки та основні завдання дисертаційної роботи.

У **другому розділі** представлено розроблену автором методику аналізу дефектного стану матеріалів як послідовність етапів цифрової обробки їхніх XRD-дифрактограм. Ключовим етапом методики, який полягає в усуненні інструментального уширення із застосуванням стійкого методу регуляризації, є відновлення фізичних дифракційних ліній досліджуваного об'єкта. Наявність фізичних дифракційних ліній, одержаних на цьому етапі, відкриває широкі можливості для аналізу субструктури об'єктів дослідження.

Ці можливості автором було використано для побудови узагальненої методики розділення ефектів дифракції рентгенівських променів на ґратці з мікродеформаціями та ОКР, а також для встановлення закону розподілу мікродеформацій у досліджуваному зразку. Слід зазначити вдалий вибір об'єктів для тестування розробленої методики, якими є XRD-дифрактограми від порошку W. Пружна ізотропія вольфраму дозволяє проводити аналіз тонкої структури одразу за всією сукупністю рефлексів його рентгенограми, що полегшує перевірку вірогідності одержаних числових оцінок та їх аналіз на основі сучасних знань в області фізики твердого тіла.

У **третьому розділі** із застосуванням розробленої методики проведено дослідження дефектного стану порошків W, WC і Fe після розмелу різної тривалості, визначено такі характеристики тонкої структури, як середні значення мікродеформацій і розмірів ОКР, їхню залежність від тривалості розмелу, а також закони розподілу мікродеформацій у порошках W та WC. Проведено порівняння результатів застосування розробленої методики із розрахунками за традиційними методами.

Оцінюючи результати роботи в цілому, слід відзначити, що отримані в дисертаційному дослідженні результати містять елементи наукової новизни, серед яких слід відзначити наступне:

1. Авторка шляхом розв'язку зворотної задачі згортки методом Тихонова визначила для ряду матеріалів фізичні профілі дифракційних піків і показала, що вони відрізняються від їх аналітичного опису, які використовують в традиційних методах обробки дифракційних піків з метою визначення характеристик мікроструктури реальних кристалів.
2. На основі визначеного фізичного профілю дифракційних піків вперше розглянута можливість розділення ефектів впливу областей когерентного розсіяння та мікродеформацій кристалічної ґратки, що дозволило автору встановити нетривіальні розподіли мікродеформацій і наявність їх анізотропії для деяких матеріалів.
3. Запропонована методика автоматизованого вибору варіанта

наближення фізичного профілю дифракційного профілю на основі наперед заданого значення нев'язки розв'язку рівняння згортки.

В роботі показано, що застосування цього методу при дослідженні, наприклад, порошкових матеріалів в процесі їх розмелу дозволяє проводити дослідження пружних деформацій та їх залежності від умов розмелу матеріалів. Це може сприяти більш ефективному пошуку технологічних прийомів виготовлення таких матеріалів з необхідними характеристиками.

Достовірність результатів дослідження, одержаних із застосуванням розвинутого у дисертації підходу, підтверджена узгодженням із результатами традиційних підходів рентгенодифракційного аналізу (у межах їх застосовності), збігом модельних дифракційних ліній із експериментальними.

Основні результати з достатньою повнотою викладені у 11 статтях, 5 з яких опубліковано у провідних фахових виданнях. Дисертація пройшла апробацію на трьох міжнародних конференціях. Автореферат повністю відображає сутність і результати дисертаційного дослідження.

Разом з тим, по роботі можна зробити наступні зауваження:

1. Автор припускає, що мікродеформації кристалічної ґратки обумовлені головним чином «хаотичними» дислокаціями. Це припущення потребує обґрунтування і аналізу впливу відхилення від хаотичності на результати дифракційного аналізу мікроструктури матеріалів.
2. Для верифікації результатів визначення фізичного профілю дифракційних піків методом регуляризації авторка співставляє експериментальні профілі з теоретично розрахованими. Проте, більш переконливими виглядали б результати співставлення розподілу розміру ОКР та розміру субзерен, визначених методом електронної мікроскопії.
3. Фізичні профілі дифракційних піків в деяких випадках характеризуються наявністю «напливів» на хвостах. Було б доцільно з'ясувати можливість виникнення таких дифракційних ефектів не

тільки в рамках нормального закону розподілу зерен за розміром, але й проаналізувати особливості профілю дифракційного піку за умови, наприклад, лог-нормального розподілу зерен за розміром, більш поширеного для реальної структури матеріалів.

Висловлені зауваження не знижують загальної високої позитивної оцінки роботи і спрямовані в першу чергу на заохочення автора роботи до подальших досліджень в цьому напрямку.

Вважаю, що дисертаційна робота Н.М. Роженко «Використання методу регуляризації для визначення характеристик субструктури кристалічних матеріалів за формою дифракційних кривих», представлена на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук, є закінченим науковим дослідженням. За своєю актуальністю, науковою новизною, обсягом отриманих здобувачкою результатів, а також за якістю оформлення дисертаційне дослідження повністю відповідає вимогам МОН України до кандидатських дисертацій, а дисертантка заслуговує присудження наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук зі спеціальності 01.04.07 - фізика твердого тіла.

Зав. від. парофазних технологій
неорганічних матеріалів ІЕЗ ім. Є.О.Патона НАНУ
д. фіз.-мат. наук, професор

А.І. Устінов

Підпис д.фіз.-мат.н., проф. А.І. Устінова засвідчую
Вчений секретар ІЕЗ ім.Є.О. Патона
к.т.н., ст.н.сп.



І.М. Клочков