

РЕЦЕНЗИЯ

От професор д-р Иван НЕДКОВ Иванов относно дисертационен труд за присъждане на образователна и научна степен „ДОКТОР“. Професионално направление: 4.1. „Физически науки“, докторска програма „Физика на кондензираната материя“, специалност «Електрични, оптични и магнитни свойства на кондензираната материя».

Автор на дисертационния труд: Стефан Димитров КОЛЧЕВ.

Тема на дисертационния труд: Разработване и изследване на износоустойчиви нанокмползитини покрития с модулиран състав за многофункционални приложения.

Основание за изготвяне на рецензията: Заповед №17/04.06.1025 на Директора на Централната лаборатория по приложна физика (ЦЛПФ) БАН за назначаване на научно жури по защита на дисертационен труд за придобиване на образователна и научна степен „доктор“ и решение на Научното жури утвърдено от Научния съвет (НС) на Институт по електроника (ИЕ) БАН - Протокол № 9/24.06.2025 г.

1. Общо описание на представените материали и данни за докторанта

Документите на магистър Стефан Димитров Колчев по процедурата покриват изискванията на „Закона за развитие на академичния състав“ (ЗРАС) на Р.България и Правилника за приложение на ЗРАС на БАН и изискванията на Научните съвети на ЦЛПФ и на ИЕ БАН за направление 4.1., вкл. таблица за кредити и табл. 3, която показва, че кандидатът отговаря на минималните национални изисквания. Предмет на тази рецензия са дисертационният труд на кандидата и документите, които е приложил за научни и научно-приложни приноси и съпътстващи документи, включително дипломи (бакалавър и магистър) за висше образование, научни трудове, изобретения, цитати и др. Приложените материали **отговарят документално на изискванията** за придобиване на образователна и научна степен „доктор“ и са адекватни на професионалното направление и специалността (тематиката) на обявения конкурс.

Магистър С. Колчев се е дипломирал през 2014 г. с много добър успех в Химическия факултет на Пловдивския университет „Паисий Хилендарски“, с образователно квалификационна степен „Магистър“, специалност „Химия и екология“. Научната му кариера започва в ЦЛПФ, където от 01.01.2020г. е зачислен като редовен докторант, а от 01.07.2021 г. е избран на длъжност „асистент“ в ЦЛПФ по научно направление 4.1. „Физически науки“, специалност «Електрични, оптични и магнитни свойства на кондензираната материя». След изтичане на законовия срок за обучение като докторант е получил удължение от 6 месеца - до 01.07.2023 г. (Заповед на Директора на ЦЛПФ №41/15.12.2022 г.) и е отчислен с право на защита - Протокол № 46/01.07.2023 г. на НС на Института по физика на твърдото тяло – (ИФТТ БАН), който по това време отговаря за научната работа на ЦЛПФ. През 2025 г. с решение на Управителния съвет на БАН, протокол

№ 9 от 10.04.2025г., т. 2, съгласно чл.48а, ал.2 от Устава на БАН, тази дейност е делегирана на НС на Института по електроника - БАН и документите по процедурата са предадени на НС на ИЕ БАН - Протокол № 9/24.06.2025 г.

2. Актуалност на разработвания в дисертационния труд проблем в научно и научно приложно отношение

Обект на дисертационния труд е създаването на нови твърди и свръхтвърди тънки слоеве (покрития), нанесени върху метални повърхности чрез PVD (Physical Vapor Deposition) технологии. Научните изследвания свързани с подобряване на свойствата на този вид покрития се определят в литературата най-общо от два подхода: i) Чрез формиране на наноструктура в еднослойни покрития се постига свръхтвърдост и температурна устойчивост, като нерешен проблем при този подход е голямата крехкост, респективно малка еластична устойчивост на слоя и ii) Чрез изграждане на многослойна структура се подобрява еластичната устойчивост на външни въздействия при сравнително висока твърдост, като основен проблем в случая е намалената устойчивост при високи температури, което ограничава тяхното приложение. Тези слоеве имат голямо приложение в металообработващите инструменти и търсенето на удовлетворително решение на посочените проблеми е предмет на изследователска работа в редица съвременни лаборатории.

Динамичното развитие на тези приложения води до непрекъснато нарастване на необходимостта от нови многофункционални покрития с подобрени свойства, като дисертационният труд се вписва отлично в този процес. Това **определя тематиката на дисертационния труд като актуална в два аспекта:** 1) научен - свързан с разработването и изследването на нови функционални материали за покрития и 2) иновативен – свързан с трансфер на знания в индустриални приложения.

3. Обща характеристика на дисертацията – цели и задачи

Структурата на дисертационния труд следва конвенционалният модел характерен за този тип изследване - Въведение, 4 Глави и Заключение, които съответно мотивират поставените цели, отразяват процеса на изследванията и използваните методи за анализ и съдържат описание и обсъждане на получените резултати, както и информация за публикационната активност по темата, цитирания и др. документи. Текстуалната част е развита на общо 127 страници. Цитирани са 250 източника, дисертацията съдържа 64 фигури и 16 таблици. Авторът е представил обширен илюстративен материал, включително цветни снимки, които добре документират постигнатите резултати. Основната част от работата е посветена на изследване на нанокompозитните покрития от TiAlSiN и AlSiN с модулиран състав. Формулираните в **работата цели** обхващат: Избор и оптимизиране на методи за отлагане на нанокompозитни покрития; Изследване на структурния и фазовия им състав с широка гама от физикохимически методи (EDS, XRD и XRS) за анализ на високо съвременно ниво; Изследване на трибологични, оптични и магнитни свойства на новите слоеве; Установяване на корелации между състава, структурата и функционалните им характеристики. Задачите са добре дефинирани, постижими и научно обосновани.

Резултатите от работата по дисертационния труд показват, че **поставените цели са постигнати**. Разработено е свръхтвърдо нанокompозитно изнosoустойчиво покритие TiAlSiN/AlSiN, което е устойчиво при температури до 900 °C. То е многофункционално и

приложимо в различни области на индустрията, включително и при „сухо“ машинно металообработване.

4. Степен на познаване състоянието на проблема и творческа интерпретация на литературния материал

Литературният обзор включва 250 заглавия, които в по-голямата си част са работи излезли след 2000^{та} година, повече от 15% са такива излезли в периода 2020 - 2023 г. Използването на тези данни при подготовката на дисертацията, показва, че докторанта може да работи творчески с научната литература. Дисертацията отразява изследвания пряко свързани с физика на кондензираната материя. При дискусията по време на защитата пред НС на ЦЛПФ и Научното жури Колчев показва задълбочено представяне на резултатите и отлично познаване на апаратурната база на ЦЛПФ. Неговата ръководителка подчерта, че той е с **изградени умения за самостоятелни научни изследвания.**

5. Приноси на дисертационния труд

Приносите могат да бъдат резюмирани, като **обогатяване на съществуващите знания**, в областта на материалознанието и новите материали и от гл. точка на приложните резултати, като **създаване на материали с подобрени свойства** с перспектива за полезни приложения.

По-важни приноси:

Оптимизирана е PVD технология за нанасяне на многослойно нанокompозитно покритие $\text{TiAlSiN}/\text{AlSiN}$. Разработени са две модификации на катодно дъгова технология с оригинални технически решения подходящи за практическа употреба и в съавторство е патентован **полезен модел**.

Получено е многослойно нанокompозитно покритие $\text{TiAlSiN}/\text{AlSiN}$, което се състои от два основни наноструктурирани подслоя от твърди разтвори: единият от TiAlN (с обща формула $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$), а другият от AlSiN (обща формула $\text{Al}_{1-x}\text{Si}_x\text{N}$). Слоевите са инкорпорирани в аморфна матрица от Si_3N_4 , структурата им е плътна и не е установен колонен растеж. Постигнати са максимални твърдости 49.5 GPa и 43.4 GPa, съответно за 3(ml3-) и 30(ml30) -периодични покрития, което ги определя като **свръхтвърди**. Работата съдържа системни изследвания със съвременни методи на морфологията, съставът и структурата в зависимост от периода на модулация на покритието. Изследванията са показали, че постигнатата свръхтвърдост се дължи на три фактора: нанокompозитната структура, формирането на твърд разтвор в кристалитите и техният размер. Показано е, че подслоят с по-малък модул на еластичност осигурява подобрена еластичност на цялото покритие. Установено е, че механичните свойства зависят от периода на модулация, като намаляването на периода на модулация води до намаляване на твърдостта. Като анализира резултатите от изследването на фазовия и химическия състав на покритията дисертантът прави извод, че по-голямото количество Al в състава, води до доминиращо влияние на по-слабите Al-N връзки (297 kJ/mol) в сравнение с по-силната Ti-N връзка (464 kJ/mol) и това води до намаляване на общия модул на еластичност на модулираното нанокompозитно покритие $\text{TiAlSiN}/\text{AlSiN}$. Този принос определям като **научно-приложен**. Резултатите от изследването на ролята на периода на модулация върху структурата, състава и механичните свойства на нанокompозитни $\text{TiAlSiN}/\text{AlSiN}$ слоеве са **публикувани в сп.**

Coatings 2023, 13, 1546 и вече са открити 4 независими цитирания на работата, което добре илюстрира приноса на изследването.

Температурното изследване на свойствата на многослойните нанокomпозитни покрития в температурния интервал 700⁰C – 900⁰C е проведено с паралелен контрол на морфологията, структурата и архитектурата на покритията. XPS спектрите са показали, че за многослойните TiAlSiN/AlSiN покрития (съставени от нитриди TiN, AlN, TiAlN и Si₃N₄) след отгряването на повърхността им се наблюдава намаляване на концентрацията на нитриди и частично окисление, съответно наличие на връзки Ti-O-N и Si-O и появата на оксиди от TiO₂ и Al₂O₃ в твърдия разтвор, което добре съвпада с известни литературни данни (напр. Zou C.W. et all. От 2011г). Разработено е свръхтвърдо нанокomпозитно износоустойчиво ml3-покритие TiAlSiN/AlSiN, което е **устойчиво при температури до 900⁰C**. Термично стабилната структура предотвратява интердифузията и осигурява стабилност на интерфейсите между подслоевите и периодите. Този факт е съществено предимство на получените покрития, тъй като структурната стабилност по време на високотемпературна обработка е предпоставка за стабилни механични и трибологични свойства. Постигнатите резултати за разработеното покритие показват, че то притежава висока здравина, съчетавайки свръхтвърдост с подобрена еластичност, които се запазват достатъчно стабилни до 900⁰C. Тези резултати имат добре изразен **научно-приложен принос, докладвани са на конференция** с международно участие и нареждат екипа на ЦЛПФ в групата на сериозните конкуренти за създаване на нов тип свръхтвърди металообработващи инструменти работещи при високи температури без нуждата от използване на лубриканти.

Получени са нови резултати за **трибологичните свойства** на разработеното многослойно нанокomпозитно покритие TiAlSiN/AlSiN. Изследвани са адхезионно-кохезионната здравина на покритието, коефициентът на триене и устойчивостта на износване. Изследванията са установили зависимост на тези параметри от състава на подслоевите и периода на модулация. Установено е, че механизмът на износване зависи от периода на модулация. Резултатите са **публикувани в сп. Coatings** 2025, 15, 542 и интересът към тях е регистриран тази година с един цитат от независими чужди автори.

6. Публикационна активност (съгласно представената справка) и данни за кредитния рейтинг на докторанта

Дисертационният труд на магистър С. Колчев е на добро научно ниво. Резултатите са публикувани в **2 научни списания с импакт фактор (IF)** - Coatings (IF: 2.864, Q2, справка 2024г.) и има съавторство в **полезен модел** - Свидетелство Рег. № 4658 U1, Заявка № 5985 от 27/12/2023, с приоритет от 27/12/2023. Забелязани са, както бе споменато по-горе **4 независими цитирания** на статията от 2023 г. и **1** на работата публикувана през 2025г. Списание Coatings фокусира интереса не само на учени, но и на специалисти с приложни интереси и бързата поява на цитати е много добър атестат за значението на изследването. Дисертантът има и **3 участия в научни конференции** (ИНФРАМАТ 2021, 2022 и 2023г). За изпълнението на образователната си програма докторанта събира общо **267 кредита при изискване ≥200**.

7. Забележки и препоръки

Направените по-долу забележки имат препоръчителен характер и не намаляват цялостното качество на дисертацията. В някои раздели обсъждането на експерименталните резултати би могло да има по-задълбочена теоретична интерпретация. На места е използван буквален превод от английски език (напр. „мултислоеве“ и др.), въпреки, че има напълно подходящи терминологични аналози на български език. При обсъждането на резултатите от дисертацията по време на защитата пролича една съществена слабост на експерименталната работа, а именно липсата на данни за повтаряемостта на някои експериментални резултати. Бих препоръчал при бъдещата си научна дейност докторанта да обръща повече внимание на този проблем, още повече, че резултатите от неговата работа се очертават с видими приложения в индустрията.

Заклучение

Направеният анализ на дисертационния труд и представен по-горе, показва че по показатели той формално изпълнява нормативните изисквания на „Закона за развитие на академичния състав“ (ЗРАС) на Р. България и Правилника за приложение на ЗРАС и изискванията на НС на ИЕ БАН и ЦЛПФ БАН. Дисертацията съдържа научно-приложни приноси в областта на физиката на кондензираната материя и материалознанието и демонстрира способността на автора да води самостоятелни научни изследвания и да ги представя по убедителен начин.

Изразявам моето **положително становище** по представения дисертационен труд и препоръчвам на уважаемото научно жури **да присъди** на магистър Стефан Димитров Колчев образователната и научна степен „**доктор**“ в научната област на висшето образование - направление 4.1. “Физически науки”, специалност «Електрични, оптични и магнитни свойства на кондензираната материя».

05.09.2025 г.

София

Подпис: (п)

/проф. дтн Иван Недков/