

Голові разової спеціалізованої вченої ради  
Національного університету «Львівська політехніка»  
доктору технічних наук, професорці  
Клим Галині Іванівні

## **ВІДГУК**

офіційного опонента

к.т.н., доцента **Величковича Андрія Семеновича**

на дисертаційну роботу

***Ваврух Валентини Іванівни***

***“Вплив легування на стабілізацію фазового стану та властивостей  
оксидної кераміки на основі  $ZrO_2$ ”***,

подану на здобуття наукового ступеня доктора філософії

з галузі знань 13 – Механічна інженерія

за спеціальністю 132 – Матеріалознавство

### **Актуальність теми дисертації.**

Універсальне поєднання властивостей керамічних матеріалів, їх висока міцність, твердість і довговічність, а також розширений асортимент передбачають їх широке використання в найрізноманітніших галузях науки та техніки, зокрема в медицині, енергетиці, електроніці, машинобудуванні, автомобілебудуванні, військовій та авіакосмічній галузях. Як правило, фізико-механічні властивості таких матеріалів визначають галузь найбільш доцільного їх використання на практиці із урахуванням експлуатаційних потреб та функціональних можливостей. Вибір режимів спікання керамічних матеріалів, особливості стабілізації їх фазового стану, дослідження властивостей та аналіз експлуатаційної поведінки дозволяють ефективно визначати та оптимізувати технологічні процеси з урахуванням складу і структури керамік, а також обирати сфери їх застосування. Важливими чинниками при дослідженні структури й властивостей керамічних матеріалів є вміння використовувати методи фізико-хімічного аналізу, мікроструктурних та мікрофрактографічних досліджень, визначення механічних властивостей та аналіз достовірності отриманих результатів. Проведення комплексу таких досліджень дозволяє не лише ефективно оцінювати функціональні можливості та сфери застосування таких матеріалів, але й визначити пріоритетність розробок у напрямку створення нових матеріалів з наперед заданими унікальними властивостями із урахуванням їх екологічності та вартості.

На даний час в різних галузях промисловості себе добре зарекомендували різні модифікації цирконієвих керамік, основою яких є

діоксид цирконію. Унікальні властивості цирконієвих керамік забезпечуються наявністю тетрагональної фази в її структурі. Для цього такі кераміки легують оксидами металів, щоб стабілізувати їх фазовий стан. Однак, як відомо з літературних джерел, вплив легування та вибір режимів спікання на структуру, фазовий склад і властивості таких керамік є неоднозначним та потребує додаткового вивчення.

Актуальність дисертаційної роботи також безпосередньо пов'язана із виконанням науково-дослідних проєктів Міністерства науки і освіти України: “Розробка наукових основ створення багатофункціональних оксидних керамічних матеріалів та покриттів” (ДБ/ОКС) (№ державної реєстрації 0122U000952) та “Підвищення надійності та прогнозування безпечного ресурсу елементів турбінних двигунів авіаційної техніки” ДБ/ДАТ (№ державної реєстрації 0119U002248), що виконувались в Національному університеті Львівська політехніка за кошти державного бюджету, в яких дисертантка була активною виконавицею. Слід зазначити, що робота реалізована відповідно до наукового напряму кафедри матеріалознавства та інженерії матеріалів, на якій Ваврух В.І. навчалась і продовжує працювати: “Створення нових матеріалів, покращення їх функціональних властивостей та використання методів інженерії поверхні для регулювання процесів структуроутворення матеріалів”.

Тому, дисертаційне дослідження Ваврух В. І. “Вплив легування на стабілізацію фазового стану та властивостей оксидної кераміки на основі  $ZrO_2$ ”, у якому на основі використання комплексу експериментальних методик та необхідного програмного забезпечення досліджено зміну фазового складу та мікроструктури залежно від вибору способу легування та температури спікання для досягнення потрібних властивостей цирконієвої кераміки, є актуальним і має важливе науково-практичне значення.

### **Наукова обґрунтованість представлених теоретичних та експериментальних результатів досліджень.**

Представлені в дисертації наукові ідеї, використані методики, висновки та рекомендації є достовірними та належним чином обґрунтованими. Для цього авторка виконала цілий комплекс досліджень.

Дисертанткою опрацьовано достатньо широкий спектр літературних джерел з досліджуваної тематики, в результаті чого визначено основні проблеми щодо вибору легувальних добавок і температури спікання цирконієвої кераміки з метою стабілізації її фазового стану та забезпечення необхідних значень механічних характеристик у відповідності до експлуатаційних потреб.

Дисертаційна робота містить достатню кількість графічного пояснювального матеріалу, таблиць, опису методик досліджень і експериментального обладнання, що використано як для виготовлення керамік, так і для здійснення комплексних досліджень (мікроструктурні та мікрофрактографічні дослідження, рентгенівський фазовий аналіз, механічні випробування тощо). В роботі застосовано сучасні засоби штучного інтелекту, зокрема для достатньо точного моделювання механічних властивостей (мікротвердості, міцності та в'язкості руйнування) цирконієвої кераміки використано ансамблевий методи машинного навчання.

Узагальнені висновки дисертації гармонізовані зі сформульованою метою та поставленими задачами досліджень і в повній мірі відображають усі отримані результати в конкретних числових одиницях.

### **Основні наукові результати та їх новизна.**

Новизна отриманих наукових положень і результатів дисертаційної роботи полягає, перш за все, у адаптації відомих та використанні нових методів експериментальних досліджень з метою суттєвого розвитку можливостей оцінювання впливу легування на стабілізацію фазового стану та механічних властивостей оксидної кераміки на основі  $ZrO_2$ .

Серед результатів, які отримані вперше і безумовно мають наукову вагу і практичну цінність, можна виділити наступні:

- встановлено, що відсотковий вміст стабілізуючої добавки  $Y_2O_3$  та вибраний режим температури спікання оксиду цирконію дозволяють отримати збалансовану мікроструктуру, що спроможна забезпечити високі показники міцності, тріщиностійкості та в'язкості руйнування цирконієвої кераміки;

- запропоновано методику для визначення в'язкості руйнування цирконієвої кераміки методом індентування пірамідою Вікерса, що дає можливість оцінити сукупний вплив хімічного, фазового складу та температури спікання, забезпечуючи в'язкість руйнування у діапазоні значень, типовому для цього класу матеріалів;

- показано шляхи забезпечення потрібних механічних характеристик цирконієвих керамік через урахування комплексного впливу окремих чинників (пористість, фазові зміни, тощо) на їх механічну поведінку, що підтверджено значним обсягом експериментальних результатів;

- вперше використано елементи штучного інтелекту, а саме удосконалений ансамблевий метод машинного навчання для цирконієвої кераміки, з метою прогнозування найважливіших її властивостей

(мікротвердості, міцності та в'язкості руйнування) та мінімізації фінансових витрат під час створення виробів з цирконієвої кераміки.

### **Практичне значення та практична цінність отриманих результатів.**

Унікальне поєднання властивостей, досліджуваних в дисертаційній роботі керамічних матеріалів, таких як міцність, твердість та висока тріщиностійкість, передбачає їх широке використання в різних галузях сучасного народного господарства, зокрема біомедицині, приладобудуванні, авіації тощо. Отримані результати містять відомості про використання сучасних ансамблевих методів машинного навчання, який дозволяє з досить високою точністю прогнозувати механічну поведінку матеріалів, що можна використати у інженерній практиці під час створення виробів з цирконієвої кераміки, значно економлячи людські, фінансові та часові ресурси. Результати досліджень були використані в навчальному процесі кафедри матеріалознавства та інженерії матеріалів при підготовці студентів і аспірантів у НУ “Львівська політехніка”, а також будуть використані з навчальною та науково-дослідною метою у роботі кафедр Львівського національного медичного університету імені Данила Галицького. В перспективі, можливе використання отриманих результатів у ВНП “СПЕЦАРМ” при розробленні комплексного підходу щодо створення багатофункціональних керамічних матеріалів.

### **Оцінка змісту дисертації та її завершеності.**

Дисертація є завершеною науковою працею, в межах якої досліджено вплив процесу легування на стабілізацію фазового стану та властивостей цирконієвої кераміки. Обсяг основної частини роботи становить 182 сторінки та складається із анотації, вступу, чотирьох розділів, загальних висновків, списку використаних джерел з 282 найменувань і трьох додатків.

У вступі обґрунтовано та описано актуальність проблеми, визначено мету і пов'язані з нею завдання досліджень, відображено наукову новизну та практичну цінність дисертації, представлено відомості, що стосуються особистого внеску здобувачки, особливості використання результатів роботи, а також інформацію про структуру самої дисертації.

У першому розділі здійснено детальний аналіз літературних джерел щодо технологій виготовлення та особливостей практичного використання цирконієвих керамік, як таких, що поєднують у собі унікальні фізико-механічні властивості та знаходять широкі межі свого використання. Детально досліджено сфери використання таких матеріалів у найрізноманітніших галузях промисловості, зокрема в стоматології,

ортопедії, машинобудуванні, авіації, в нафтогазовій та вугільній сферах, у газотурбінному обладнанні тощо. Показано, що вибір температури та режиму спікання неоднозначно впливають на фазовий склад, структуру та властивості керамік. Відзначено можливості використання елементів штучного інтелекту, зокрема проаналізовано способи використання методів машинного навчання для розв'язання конкретних матеріалознавчих завдань, що є потенційно важливим, оскільки дає змогу мінімізувати людські, часові і матеріальні ресурси під час виготовлення продукції. В результаті визначено не лише досягнуті успіхи, а й окреслено існуючі проблеми, обґрунтовано задачі та визначено напрямки подальших досліджень.

У другому розділі детально описані методики експериментальних досліджень, які використані в роботі для дослідження властивостей цирконієвих керамік. Слід відзначити, що для вирішення проблеми, поставленої перед дисертанткою в роботі, використано різнопланове сучасне експериментальне обладнання, зокрема: для аналізу особливостей мікроструктури – оптичний мікроскоп MICROTCH MMT-14C; для дослідження морфології поверхні руйнування — сканівні електронні мікроскопи Carl Zeiss EVO-40XVP, Hitachi SU3500 та Hitachi SU3900; для визначення хімічного складу у локальних областях зразків – системи INCA Energy 350, Oxford EDS та Bruker EDS; для дослідження рентгенівської дифракції (XRD) спечених зразків – дифрактометр ДРОН-4,07М; для оцінювання міцності на балкових зразках – випробувальна машина UIT STM 050; для визначення мікротвердості – мікротвердомір NOVOTEST TC-MKB1; для оцінки в'язкості руйнування — випробувальна сервопривідна машина UIT STM 050 тощо. В цьому ж розділі авторкою сформовано набір даних для прогнозування властивостей цирконієвої кераміки через використання методики машинного навчання.

У третьому розділі наведені результати досліджень щодо впливу температури спікання та легування оксидом ітрію на характер зміни мікроструктури, пористості, мікротвердості, міцності та в'язкості руйнування цирконієвої кераміки. Показано, що використання методу індентування пірамідою Вікерса для оцінки в'язкості руйнування досліджуваних матеріалів є проблематичним. Він може бути корисний для ранжування матеріалів, а для більш адекватної оцінки тріщиностійкості пропонується використання традиційного методу механіки руйнування – методу триточкового згину зразка-балки з боковим вирізом. Заслужують на увагу результати фрактографічних досліджень поверхонь зламів, де отримані величини в'язкості руйнування досліджуваних матеріалів добре узгоджуються з відповідними закономірностям руйнування зразків. Також,

базуючись на результатах відповідних механічних випробувань, можна стверджувати, що найкращим варіантом серед досліджуваних матеріалів (із низьким вмістом оксиду ітрію 3-5%) є кераміка 5YSZ, спечена за температури 1450 °С.

У четвертому розділі дисертації представлені результати аналогічних досліджень для цирконієвих керамік, легованих оксидами ітрію, алюмінію, кобальту, церію, заліза та магнію. Тут застосовано ті ж самі методики та описано характер зміни мікротвердості, міцності, в'язкості руйнування, а також досліджено мікрофрактографічні особливості поверхонь зламів досліджуваних керамік. Показано, що використання дешевших добавок для легування цирконієвої кераміки, таких як оксиди алюмінію, кобальту, церію і заліза, за певних умов забезпечує стабілізацію тетрагональної фази та сприяє формуванню дрібнозеренної мікроструктури із задовільною в'язкістю руйнування на рівні 5,61 МПа·м<sup>1/2</sup>, що є типовою для цього класу матеріалів. Певні особливості спостерігаються при легуванні оксидом магнію. Для прикладу, кераміка, легована 2,5 мол.% MgO та спечена при 1850 °С протягом 2 год без відпалу, і кераміка, легована 3 мол.% MgO та спечена при 1510 °С протягом 2 год, характеризуються найвищими мікротвердістю, міцністю і в'язкістю руйнування порівняно з іншими кераміками системи ZrO<sub>2</sub>–MgO. Окрім цього, в розділі, для прогнозування механічних властивостей цирконієвої кераміки різних систем легування, використано відомі лінійні, нелінійні та ансамблеві методи машинного навчання. Точність такого прогнозування є достатньо високою, зокрема 70% – точність у прогнозуванні в'язкості руйнування, 77% – у прогнозуванні міцності на згин, 79% – у прогнозуванні мікротвердості.

Висновки до розділів відповідають змісту дисертаційної роботи і загалом чітко сформульовані.

Список посилань із 282 найменувань досить великий і містить в собі як вітчизняні, так і зарубіжні публікації, більшість із яких індексується міжнародними наукометричними базами Scopus чи Web of Science.

### **Рівень виконання та повнота викладення результатів дисертації в наукових публікаціях.**

Дисертаційна робота виконана на високому науково-методичному рівні. Основні результати виконаних досліджень, представлені дисертанткою в роботі, у достатній мірі апробовані на науково-практичних конференціях і опубліковані згідно з вимогами в 8 наукових фахових журналах, 6 з яких входять до міжнародних наукометричних баз Scopus і WoS. Повнота викладення матеріалу дисертації відповідає вимогам до

оформлення дисертаційних робіт, зміст розширеної анотації ідентичний структурі та основному змісту дисертації і повністю відображає основні результати роботи. Вимоги академічної доброчесності авторкою витримані – використання чужих наукових досягнень без відповідних посилань на авторів у дисертаційній роботі не виявлено, що підтверджується відповідною довідкою про результати перевірки на академічний плагіат. Наповнення і структура дисертаційної роботи відповідають вимогам МОН України, що висуваються до дисертаційних робіт на здобуття ступеня доктора філософії.

Виклад матеріалу логічний та послідовний, висновки по розділах і в цілому по дисертації базуються на результатах досліджень і усесторонньому аналізі отриманих експериментальних даних.

### **Рівень володіння здобувачем методологією наукової діяльності.**

Здобувачка освоїла нові підходи та методи сучасних експериментальних досліджень, на високому рівні оволоділа методологією наукової діяльності і на даний час стала науковцем, який здатний самостійно вирішувати науково-технічні задачі. Мета і завдання дослідження сформульовані логічно, у певній послідовності: спочатку проведено детальний аналіз відомих результатів, описаних в літературних джерелах, оцінено вплив хімічного та фазового складу, мікроструктури та температури спікання на механічні властивості цирконієвої кераміки, потім виконано комплекс відповідних експериментальних випробувань.

Отримані результати та сформульовані висновки відповідають поставленим завданням дослідження, а саме: провести комплекс експериментальних досліджень для дослідження впливу легування на фазовий склад, мікроструктуру та морфологію поверхні руйнування цирконієвої кераміки, спеченої за різних температур, щоб отримати потрібні механічні властивості, які б задовільняли реальні умови експлуатації таких матеріалів.

Відповідно до мети, дисертантом обрано об'єкт та предмет дослідження, а саме: цирконієва кераміка різних систем легування і вплив легування на фазовий склад, мікроструктуру та механічні властивості досліджуваної кераміки, спеченої за різних температур.

Для вирішення поставлених завдань здобувачка використала відомі та апробовані методи дослідження: методи мікроструктурних та мікрофрактографічних досліджень, методи визначення фазового складу, густини, модуля Юнга, пористості та механічних властивостей, методи визначення мікротвердості, міцності на згин балкових зразків та в'язкості

руйнування, методи штучного інтелекту, зокрема ансамблевий метод машинного навчання.

### **Зауваження до дисертаційної роботи.**

- В дисертації наведено, що автори [200] спостерігали тріщини типу Palmquist після індентування пірамідою Вікерса. Потрібно було деталізувати, яка геометрія тріщини.
- В дисертації зазначено, що оцінювання в'язкості руйнування методом індентування пірамідою Вікерса можна використовувати тільки для ранжування матеріалів. Варто було зазначити, що вкладено в термін «ранжування».
- Чому при прогнозуванні механічних властивостей в роботі не враховано кілька параметрів, таких як тиск, час та спосіб спікання, що відображено в статтях різних авторів? Це б підвищило точність прогнозування, проте ці параметри не було включено до розгляду.
- У підрозділі 2.7.1., описуючи приспособлення для прикладення навантаження за схемою триточкового згину, зокрема ролики, що мають твердість понад 40 HRC і поверхню із шорсткістю нижчою 0,5 мкм, доцільно було б, ґрунтуючись на літературних та власних джерелах, додати інформацію про максимальний прогнозований рівень навантаження руйнування досліджуваних керамік, чим обґрунтувати відсутність змінання (деформування) роликів уздовж ліній контакту зі зразком.
- Розмірні одиниці величин, подані у поясненні до формул, потрібно було подати одним стилем.
- На рисунках 3.44 та 3.45 в підписах до осей ординат мабуть мали на увазі «частку площі», а не «площу»?

Проте варто зауважити, що висловлені зауваження не мають принципового характеру та не впливають на високу оцінку роботи в цілому.

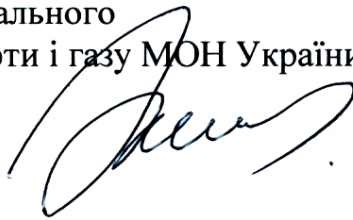
### **Загальний висновок.**

Детальне ознайомлення та аналіз представлених до захисту результатів дають можливість стверджувати, що дисертаційна робота Ваврух Валентини Іванівни є завершеним науковим дослідженням, яке присвячене розв'язанню актуальної науково-практичної задачі, пов'язаної із комплексом матеріалознавчих експериментальних досліджень щодо впливу легування на фазовий склад, мікроструктуру, морфологію поверхні руйнування та особливості механічної поведінки цирконієвої кераміки, спеченої за різних температур, для забезпечення нею потрібних функціональних та експлуатаційних властивостей.



Підсумовуючи вище сказане, вважаю, що дисертаційна робота В.І. Ваврух “Вплив легування на стабілізацію фазового стану та властивостей оксидної кераміки на основі  $ZrO_2$ ” за актуальністю розглянутих задач, обсягом досліджень, науковим рівнем і практичною цінністю отриманих результатів, за їх новизною та ступенем обґрунтованості відповідає вимогам наказу МОН України № 40 від 12.01.2017р. «Про затвердження вимог до оформлення дисертації», вимогам освітньо-наукової програми, яку успішно завершила здобувач, вимогам «Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії», затвердженому постановою Кабінету Міністрів України від 12 січня 2022 р. № 44, а її автор заслуговує на присудження їй ступеня доктора філософії з галузі знань 13 – Механічна інженерія за спеціальністю 132 – Матеріалознавство.

Офіційний опонент,  
доцент кафедри будівництва та  
енергоефективних споруд  
Івано-Франківського національного  
технічного університету нафти і газу МОН України,  
кандидат технічних наук,  
доцент



Андрій ВЕЛИЧКОВИЧ

05.03.2025 р.

