

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

РЕЦЕНЗІЯ

доктора технічних наук, професора
Луцюк Ірини Володимирівни
на дисертацію **Ваврух Валентини Іванівни**
«Вплив легування на стабілізацію фазового стану
та властивостей оксидної кераміки на основі ZrO_2 »,
представлену на здобуття наукового ступеня доктора філософії
за спеціальністю 132 Матеріалознавство,
галузь знань 13 Механічна інженерія

1. Актуальність теми дисертації

Кераміка на основі оксиду цирконію належить до сучасних конструкційних матеріалів, використання яких значно підвищує експлуатаційні характеристики виробів за умов, коли традиційні металеві сплави не забезпечують необхідного ресурсу таких виробів. Використання кераміки на основі оксиду цирконію, стабілізованого різними оксидами, є актуальним у машинобудуванні, біомедицині, авіаційній та нафтогазовій промисловості, оскільки цей матеріал унікально поєднує такі механічні властивості, як високі міцність і зносостійкість та задовільну в'язкість руйнування в екстремальних умовах. Мікроструктура кераміки та її фазовий склад, що формуються внаслідок підбору відповідного легування, температури спікання та інших технологічних параметрів, є визначальними чинниками для досягнення її високих фізико-механічних характеристик. Для пришвидшення та виведення на якісно новий рівень розвитку різних галузей техніки через впровадження керамічних матеріалів для виготовлення відповідальних виробів, необхідно вирішити актуальну задачу взаємозв'язку між технологічними параметрами, фазовим складом, мікроструктурою та фізико-механічними властивостями, що забезпечить необхідну довговічність виробів.

Численні літературні джерела, що містять дослідження фазового складу та мікроструктури кераміки на основі оксиду цирконію у взаємозв'язку з технологічними параметрами, свідчать про значний доробок у цій царині. Однак контрастує з цим практична відсутність досліджень, де було б проаналізовано залежність усього комплексу основних механічних характеристик (мікротвердості, міцності та в'язкості руйнування) від режимів спікання, хімічного та фазового складу, а також мікроструктури. Такі дослідження слугували б основою для забезпечення багатофункціональності кераміки на основі оксиду цирконію. Серед наявних результатів, представлених у сучасних наукових працях, не виявлено однозначних тенденцій впливу температури спікання, хімічного і фазового складів та сформованої

мікроструктури на фізико-механічні властивості цієї кераміки. Тому вирішення зазначених питань безумовно є актуальною задачею.

Оскільки експериментальне визначення впливу технологічних параметрів виготовлення кераміки на її механічні властивості, зокрема твердість, міцність і в'язкість руйнування, є тривалим і ресурсоємним процесом, актуальною задачею для матеріалознавців та дослідників у суміжних галузях є прогнозування механічних властивостей кераміки. Це дасть змогу значно зекономити часові, матеріальні та людські ресурси у процесі виробництва керамічних виробів, оптимізуючи технологічні процеси та підвищуючи ефективність виробництва.

Отже, представлена дисертаційна робота, що спрямована на вирішення актуальної науково-прикладної задачі оцінювання впливу температури спікання, хімічного і фазового складів та мікроструктури кераміки на основі оксиду цирконію на її мікротвердість, міцність і в'язкість руйнування для забезпечення необхідних експлуатаційних властивостей, є надзвичайно актуальною. Проблема оптимального легування та вибору температури спікання потребує детального вивчення та вирішення для досягнення високих фізико-механічних характеристик кераміки та її ефективного використання в промислових застосуваннях.

Свідченням актуальності теми дисертації є її безпосередній зв'язок із науково-дослідними роботами Міністерства освіти і науки України, зокрема «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), у виконанні яких здобувач брала активну участь. Це підтверджує значущість досліджуваної проблеми та її практичне значення для розвитку відповідних галузей науки та техніки.

2. Найважливіші наукові результати дисертації та їх новизна

У дисертації, що спрямована на комплексне вирішення науково-прикладної задачі оцінювання впливу температури спікання, хімічного і фазового складів, мікроструктури на мікротвердість, міцність і в'язкість руйнування кераміки на основі оксиду цирконію з метою забезпечення необхідних експлуатаційних властивостей виготовлених із неї виробів, було досягнуто таких важливіших наукових результатів:

– вперше встановлено, що шляхом регулювання відсоткового вмісту стабілізуючої добавки Y_2O_3 та температури спікання можна отримати мікроструктуру кераміки з необхідним балансом кубічної, тетрагональної та моноклінної фаз, що забезпечить високу міцність та в'язкість руйнування матеріалу;

– на основі оптимальної формалізації вперше запропоновано диференційований підхід для оцінювання в'язкості руйнування кераміки ZrO_2 –(3–8) мол.% Y_2O_3 методом індентування пірамідою Вікерса. Підхід дав

можливість оцінити сукупний вплив температури спікання, хімічного і фазового складу, що забезпечує в'язкість руйнування у діапазоні значень 5,5–9,0 МПа·м^{1/2}, типовому для цього класу матеріалів;

– на підставі експериментальних випробувань на в'язкість руйнування та фрактографічного аналізу розширено уявлення про умови прояву високоенерговмісного мікромеханізму руйнування. В основі цього механізму – поширення тріщин уздовж меж дрібних зерен та їх агломератів;

– вперше запропоновано ансамблевий метод машинного навчання для прогнозування мікротвердості цирконієвої кераміки за рахунок агрегування результатів роботи чотирьох методів машинного навчання (екстремального градієнтного бустингу, категорійного бустингу, випадкового лісу, багат шарового перцептрона) алгоритмом адаптивного бустингу. В результаті отримали суттєве підвищення точності (до 89 %) розв'язання задачі з прогнозування мікротвердості порівняно з кожним окремим методом ансамблю.

3. Практичне значення та практична цінність одержаних результатів

Запропоновано легування кераміки на основі оксиду цирконію оксидами Al₂O₃, CoO, CeO₂, Fe₂O₃ при збереженні залишкової кількості Y₂O₃ до 1 мол.%, що дало можливість досягти стабілізації тетрагональної фази та підвищення механічних характеристик цієї кераміки. Таке легування забезпечує в'язкість руйнування 5,61 МПа·м^{1/2}, яка є на рівні значень для кераміки, легованої високим вмістом Y₂O₃ (3–8 мол.%);

Запропоновано використання ансамблевих методів машинного навчання для прогнозування механічних властивостей цирконієвої кераміки з достатньо високою точністю:

– категорійний бустинг (CatBoost) забезпечив точність прогнозування в'язкості руйнування на рівні 70 %;

– адаптивний бустинг (AdaBoost) досягнув 77 % точності при прогнозуванні міцності на згин;

– екстремальний градієнтний бустинг (XGBoost) забезпечив 79 % точності при прогнозуванні мікротвердості.

Розв'язання задачі прогнозування з точки зору практичної цінності полягає у значному зменшенні часових, матеріальних та фінансових витрат.

Результати досліджень, отримані в дисертаційній роботі, впроваджені у навчальний процес кафедри матеріалознавства та інженерії матеріалів НУ “Львівська політехніка” для підготовки бакалаврів та аспірантів за спеціальністю 132 Матеріалознавство. Ці результати також будуть використані на кафедрах Львівського національного медичного університету імені Данила Галицького в навчальному процесі та для розвитку науково-прикладних досліджень, а також у ВНП “СПЕЦАРМ” під час розроблення комплексного підходу до створення багатофункціональних керамічних матеріалів.

4. Оцінка змісту дисертації, її завершеності

Дисертаційна робота Ваврух В. І. представляє завершену наукову працю, яка складається з анотацій українською та англійською мовами, вступу, чотирьох розділів, загальних висновків, списку використаних джерел та додатків. Загальний обсяг основного тексту становить 168 сторінок, 90 рисунків, 17 таблиць, списку використаних літературних джерел із 282 найменувань на 36 сторінках, 3 додатки на 8 сторінках.

В анотації наведено основний зміст дисертаційної роботи автора (українська та англійська мова).

У вступі дисертаційної роботи обґрунтовано актуальність вибраної теми, визначено її значущість для розвитку науки та можливості практичного застосування результатів досліджень. Сформульовано основну мету роботи, а також окреслено предмет і об'єкт дослідження. Відповідно до поставленої мети визначені основні завдання дослідження та напрямки його вирішення. Обґрунтовано зв'язок роботи з відповідними науковими програмами, надано інформацію про особистий внесок здобувача в роботу та апробацію результатів дослідження. Крім того, наведено відомості щодо структури дисертації, що дозволяють чітко уявити її логічну послідовність.

У першому розділі здійснено аналіз наукових літературних джерел щодо застосування кераміки на основі оксиду цирконію в різних галузях промисловості. Проаналізовано сучасні уявлення про взаємозв'язок між мікроструктурою та фізико-механічними властивостями кераміки, а також тенденції у формуванні фазового складу та мікроструктури з метою досягнення необхідного комплексу властивостей. Особливу увагу приділено дослідженню ролі легування кераміки різними оксидами та визначенню технологічних параметрів, зокрема температури спікання, як ключових чинників, що значною мірою впливають на кінцеві властивості матеріалу. Водночас акцентовано на тому, що в науковій літературі відсутня єдина концептуальна модель, що пояснює вплив хімічного складу та режимів спікання на фізико-механічні властивості цирконієвої кераміки, що вказує на необхідність подальших досліджень у цій галузі. Окрім того, зазначено, що, на відміну від металевих матеріалів, для яких широко використовуються методи машинного навчання для прогнозування їхніх характеристик, у випадку кераміки такі підходи практично не застосовуються. Це вказує на перспективність інтеграції сучасних методів машинного навчання для оптимізації складу та технології виготовлення цирконієвої кераміки.

У другому розділі дисертації наведено хімічний склад та температуру спікання цирконієвої кераміки, представлено методи досліджень мікроструктури та фрактографічного аналізу зламів зразків, методи визначення фазового складу, густини, пористості та модуля Юнга. Наведено експериментальні методи визначення мікротвердості, міцності на згин та в'язкості руйнування досліджуваних матеріалів. Описано метод індентування пірамідою Вікерса та метод триточкового згину балки з боковим вирізом для оцінювання в'язкості руйнування кераміки. Особливу увагу приділено процесу

підготовки вхідних баз даних, що використовуються для прогнозування механічних властивостей кераміки, використовуючи методи машинного навчання.

У третьому розділі дисертаційної роботи розглянуто основні закономірності зміни фазового складу, мікроструктури, міцності, мікротвердості та в'язкості руйнування цирконієвої кераміки залежно від вмісту оксиду ітрію та температури спікання. Для різних складів кераміки проаналізовано вплив температури спікання на співвідношення фаз та її мікроструктуру, що обґрунтовує широкі діапазони зміни механічних характеристик матеріалу. Встановлено, що для варіантів кераміки, спеченої за однакової температури (1550 °С), зі збільшенням концентрації оксиду ітрію спостерігається зменшення середнього розміру зерен, збільшення частки дрібніших зерен і зменшення частки зерен більшого розміру, що приводить до утворення більш однорідної структури зерен. Виявлено, що з підвищенням температури спікання пористість кераміки поступово зменшується в усіх варіантах досліджуваних зразків. Для визначення в'язкості руйнування кераміки на основі ZrO_2 з додаванням 3–8 мол.% Y_2O_3 методом індентування пірамідою Вікерса було обґрунтовано застосування відповідних емпіричних залежностей.

У четвертому розділі дисертації детально проаналізовано особливості впливу легування оксидом магнію, а також комплексного легування оксидами Al_2O_3 , CoO , SeO_2 , Fe_2O_3 із малим вмістом Y_2O_3 на фазовий склад, мікроструктуру та механічні властивості цирконієвої кераміки. Розглянуті тенденції змін механічних характеристик та ґрунтовно досліджено мікрофрактографічні особливості зламів зразків кераміки. Порівняно з цирконієвою керамікою, легованою 3–8 мол.% Y_2O_3 , кераміка на основі оксиду цирконію, легована оксидом магнію, продемонструвала значно нижчі показники міцності та в'язкості руйнування. Натомість, легування цирконієвої кераміки оксидами алюмінію, кобальту, церію та феруму за умови збереження залишкової кількості Y_2O_3 на рівні 1 мол.% сприяло стабілізації тетрагональної фази та формуванню дрібнозернової мікроструктури. За оптимальних технологічних режимів це дозволило досягти в'язкості руйнування $5,61 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$. Наведено результати прогнозування механічних властивостей цирконієвої кераміки з використанням ансамблевих методів машинного навчання а також вдосконалення цих методів. Таке удосконалення дало можливість істотно підвищити точність розв'язання задачі прогнозування мікротвердості досліджуваних зразків кераміки.

Висновки до розділів та за результатами дисертаційної роботи сформульовані чітко, є ґрунтовними і повністю відображають результати виконаних досліджень, показують наукову новизну і практичне значення роботи.

5. Повнота викладення результатів дисертації в наукових виданнях

Основні результати досліджень опубліковано в 15 наукових працях, серед яких 6 статей у наукових періодичних виданнях, що індексовані в міжнародних наукометричних базах даних Scopus та/або Web of Science (квартилі Q2–Q3), 2 статті у наукових фахових виданнях України, 4 матеріали конференцій, що індексовані в міжнародній наукометричній базі Scopus та 3 тези доповідей міжнародних конференцій.

6. Відсутність (наявність) порушення академічної доброчесності

За результатами аналізу дисертації та публікацій аспірантки Ваврух Валентини Іванівни порушень академічної доброчесності не виявлено. Елементи фальсифікації тексту у роботі відсутні.

7. Серед недоліків дисертації можна відзначити такі:

1. У дисертаційній роботі варто було б вказати, який метод підготовки зразка використовувався для XRD-аналізу, оскільки тетрагональна фаза оксиду цирконію може зазнавати трансформацій під час подрібнення, що може вплинути на точність результатів фазового аналізу.

2. З тексту дисертаційної роботи незрозуміло, на підставі яких міркувань був вибраний діапазон температури спікання кераміки, зокрема, які чинники (наприклад, стабільність фази, механічні властивості, енергетичні витрати) вплинули на визначення цього температурного інтервалу.

3. У дисертації зазначено, що для здешевлення кераміки її легували іншими оксидами. Варто було б зазначити, за яким принципом здійснювався вибір цих оксидів.

4. У працях, на які подано посилання та вибрано дані для прогнозування, вміст легувальних елементів відображено в різних одиницях вимірювання. Оскільки існує значна різниця між мольними, об'ємними та масовими %, необхідно було зазначити, що для коректного зіставлення результатів було проведено відповідний перерахунок між цими одиницями вимірювання.

5. Для покращення сприйняття інформації, наведеної в дисертації, необхідно було включити в перелік умовних позначень позначення Mg-PSZ, а також пояснити значення числа перед таким позначенням, наприклад, 8Mg-PSZ (ст. 38), щоб чітко вказати, що воно позначає (наприклад, вміст оксиду магнію в масових чи мольних відсотках).

Вказані недоліки мають рекомендаційний характер і не впливають на загальну позитивну оцінку виконаної дисертаційної роботи. Загалом науковий рівень дисертації, її новизна, достовірність і значущість результатів не викликають сумнівів.

8. Загальний висновок

Дисертація Ваврух Валентини Іванівни «Вплив легування на стабілізацію фазового стану та властивостей оксидної кераміки на основі ZrO_2 » є завершеною науковою працею, яка успішно вирішує актуальну науково-

прикладну задачу оцінювання впливу температури спікання, хімічного і фазового складу та мікроструктури кераміки на основі оксиду цирконію на її мікротвердість, міцність і в'язкість руйнування, щоб забезпечити необхідні функціональні та експлуатаційні властивості.

За актуальністю, науковою новизною отриманих результатів досліджень, їх науковою обґрунтованістю та відповідністю темі дисертації, практичною цінністю, рівнем виконання поставленого наукового завдання, обґрунтованістю основних положень та висновків дисертація повністю 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» (затвердженого Постановою Кабінету Міністрів України 12 січня 2022 р. № 44), а її автор Ваврух Валентина Іванівна заслуговує присудження їй наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю 132 Матеріалознавство.

Рецензент:

доктор технічних наук, професор,
завідувач кафедри хімічної
технології силікатів
Національного університету
«Львівська політехніка»



Ірина ЛУЦЮК

Підпис д.т.н., професора Ірини ЛУЦЮК
«ЗАСВІДЧУЮ»

Вчений секретар Національного університету
«Львівська політехніка»

«03» березня 2025




Роман БРИЛИНСЬКИЙ