

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

ВІДГУК

офіційного опонента

доктора технічних наук, завідувача Відділу корозії та протикорозійного захисту
Фізико-механічного інституту ім. Г.В. Карпенка НАН України,
старшого наукового співробітника

Корнія Сергія Андрійовича

на дисертацію ВАВРУХ Валентини Іванівни на тему
«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»
в галузі знань 13 «Механічна інженерія»

Актуальність теми дисертації. Сучасний розвиток різних галузей техніки можливий завдяки впровадженню новітніх матеріалів, які забезпечують надійну експлуатацію виробів відповідального призначення в екстремальних умовах. До таких матеріалів належить кераміка на основі оксиду цирконію, стабілізованого різними оксидами. Широке використання такої кераміки в біомедицині, машинобудуванні, авіаційній та нафтогазовій галузях промисловості зумовлене унікальним поєднанням механічних властивостей, зокрема високими міцністю, зносостійкістю та тріщиностійкістю. Такі властивості визначаються мікроструктурою, хімічним та фазовим складом кераміки, які в свою чергу залежать від легування та режиму спікання кераміки, зокрема її температури. Проте потребує вирішення актуальне завдання щодо структурної цілісності та довговічності виготовлених керамічних виробів, які працюють у вищезазначених умовах.

У численних наукових працях детально досліджено вплив легувальних елементів і технології виготовлення на фазовий склад та мікроструктуру кераміки на основі оксиду цирконію для забезпечення її багатофункціональності. Однак, практично відсутні дослідження, у яких би відображався повний комплекс її механічних характеристик залежно від хімічного та фазового складу, температури спікання та мікроструктури. На

підставі аналізу наукових праць можна зробити висновок, що вплив хімічного і фазового складу, температури спікання та особливостей мікроструктури на властивості кераміки на основі оксиду цирконію є неоднозначним, оскільки не виявлено чітких кореляційних залежностей між ними. Тому вирішення цих питань є актуальною задачею.

З іншого боку експериментальне визначення впливу технологічних параметрів одержання кераміки на її механічні властивості, зокрема міцність, твердість і в'язкість руйнування є досить тривалим і ресурсовитратним процесом. Виходячи з цього, важливим є прогнозування механічних властивостей кераміки на основі оксиду цирконію різними підходами, оскільки може значно зекономити часові, матеріальні та людські ресурси під час створення виробів із такої кераміки.

Таким чином, актуальність дисертаційної роботи визначається встановленням взаємозв'язку між фазовим складом і мікроструктурою кераміки на основі оксиду цирконію з одного боку та її фізико-механічними властивостями з іншого, а також вирішенням проблеми оптимального легування й вибору температури спікання кераміки для досягнення необхідних експлуатаційних властивостей.

Актуальність роботи також безпосередньо зв'язана з науково-дослідними роботами Міністерства освіти і науки 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), у яких здобувач була виконавицею.

Найважливіші наукові результати дисертації та їх новизна. Найважливіші наукові результати та новизна дисертації полягають у комплексному вирішенні науково-прикладної задачі оцінювання впливу хімічного складу і температури спікання, а також фазового складу і сформованої мікроструктури на міцність, мікротвердість і в'язкість руйнування кераміки на основі оксиду цирконію для забезпечення необхідних функціональних та експлуатаційних властивостей. Вивчені закономірності можна буде використати для виробництва керамічних виробів у різних галузях промисловості. Було досягнуто таких результатів:

- Встановлено, що шляхом спрямованої зміни відсотка стабілізуювальної добавки Y_2O_3 та температури спікання можна досягти

необхідного балансу кубічної, моноклінної та тетрагональної фаз у структурі кераміки, що забезпечить її високу міцність та в'язкість руйнування;

- Запропоновано диференційований підхід на основі оптимальної формалізації для оцінювання в'язкості руйнування кераміки ZrO_2 –(3...8) мол.% Y_2O_3 методом індентування пірамідою Вікерса. Така формалізація уможливила оцінку сукупного впливу хімічного складу і температури спікання, а також фазового складу, що забезпечує в'язкість руйнування у типовому для цього класу матеріалів діапазоні значень $5,5...9,0$ МПа·м^{1/2};

- На підставі експериментальних досліджень тріщиностійкості та аналізу морфології поверхонь руйнування розширено уявлення про умови домінування високоенергетичного мікромеханізму руйнування, що полягає у поширенні тріщин уздовж меж дрібних зерен та їх агломератів із утворенням рельєфної поверхні руйнування;

- 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. Таке агрегування забезпечило суттєве підвищення точності (до 89%) розв'язання задачі з прогнозування мікротвердості порівняно з кожним окремим методом ансамблю.

Практичне значення та практична цінність одержаних результатів.

Практичне значення мають одержані результати мікроструктурних та механічних досліджень кераміки на основі оксиду цирконію, яку для стабілізації тетрагональної фази та підвищення механічних характеристик легували Al_2O_3 , CoO , SeO_2 та Fe_2O_3 за збереження залишкової кількості Y_2O_3 до 1 мол.%. Це забезпечило в'язкість руйнування $5,61$ МПа·м^{1/2}, що відповідає кераміці, легованій високим вмістом Y_2O_3 (3...8 мол.%).

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

- категорійний бустинг (CatBoost) забезпечив 70% точності прогнозування в'язкості руйнування;
- адаптивний бустинг (AdaBoost) – 77% при прогнозуванні міцності на згин;
- екстремальний градієнтний бустинг (XGBoost) – 79% при прогнозуванні мікротвердості.

Практична цінність прогнозування механічних властивостей полягає в тому, що це забезпечує зменшення матеріальних, часових та фінансових витрат.

Отримані в дисертаційній роботі результати досліджень використані в навчальному процесі кафедри матеріалознавства та інженерії матеріалів НУ “Львівська політехніка” для підготовки бакалаврів та аспірантів за напрямом 132 “Матеріалознавство”; будуть використані з навчальною метою та у науково-дослідній роботі кафедр Львівського національного медичного університету імені Данила Галицького; будуть використані у ВВП “СПЕЦАРМ” під час розроблення комплексного підходу до створення багатофункціональних керамічних матеріалів.

Оцінка змісту дисертації, її завершеності. Дисертація є завершеною науковою працею, яка складається зі вступу, чотирьох розділів, висновків, списку використаної літератури та додатків. Загальний обсяг основного тексту становить 168 сторінок, 90 рисунків, 17 таблиць, список використаної літератури з 282 найменувань на 36 сторінках, додатки на 8 сторінках.

У вступі обґрунтовано актуальність теми дисертації, сформульовано мету досліджень та пов'язані з нею предмет та об'єкт дослідження. Відповідно до поставленої мети визначені основні завдання дослідження та напрямки їх вирішення, вказано на зв'язок роботи з науковими програмами, наведено дані щодо особистого внеску здобувача та апробації результатів роботи, а також відомості про структуру дисертації.

У першому розділі проаналізовано наукові літературні джерела на предмет використання кераміки на основі оксиду цирконію в медичній галузі й машинобудуванні, а також перспективи застосування таких керамік у нафтогазовій та аерокосмічній галузях, як заміників традиційних металевих сплавів. На підставі огляду сучасних досягнень у матеріалознавстві керамічних матеріалів показано можливості формування фазового складу й мікроструктури та забезпечення необхідних властивостей кераміки, легуючи її різними оксидами та підбираючи сприятливий технологічний режим, зокрема температуру спікання. Проаналізовані літературні джерела, що охоплюють широкий спектр досліджень фізико-механічних властивостей кераміки на основі оксиду цирконію, не демонструють єдиної тенденції впливу хімічного складу та температури спікання на такі властивості. Цим обґрунтовано потребу подальших досліджень взаємозв'язку між технологічними режимами виготовлення кераміки та її фізико-механічними властивостями. Зазначено, що методи машинного навчання успішно застосовуються для прогнозування

властивостей різних металевих чи композитних матеріалів, але практика їх використання для керамік майже відсутня.

У другому розділі представлено технологічні аспекти одержання кераміки на основі оксиду цирконію, зокрема наведено хімічний склад та температуру спікання, описано методи досліджень мікроструктури та поверхонь руйнування, визначення фазового складу, густини, пористості та модуля Юнга. У цьому розділі також наведено використані в роботі експериментальні методики визначення міцності на згин, мікротвердості та в'язкості руйнування досліджуваних керамічних матеріалів. Детально описано метод триточкового згину балки з боковим вирізом та метод індентування пірамідою Вікерса для оцінювання в'язкості руйнування кераміки та подальшого порівняльного аналізу. Акцентовано на особливостях формування вхідних баз даних, призначених для прогнозування механічних властивостей кераміки, використовуючи методи машинного навчання.

У третьому розділі встановлені особливості зміни фазового складу та мікроструктури, мікротвердості, міцності та в'язкості руйнування кераміки на основі оксиду цирконію залежно від концентрації оксиду ітрію та температури спікання. Досліджено вплив температури спікання для різних складів кераміки на співвідношення фаз та її мікроструктуру, що зумовило зміни механічних властивостей у широкому діапазоні. Для варіантів кераміки, спеченої за однакової температури (1550 °C), показано, що з поступовим збільшенням концентрації оксиду ітрію зменшився середній розмір зерен, збільшилася частка дрібніших зерен і зменшилася частка грубших зерен, структура зерен стала одноріднішою, а середній розмір пор зменшився у понад 2 рази. Для всіх варіантів досліджуваних керамік властиве поступове зниження пористості з підвищенням температури спікання. Для матеріалів, спечених за температури 1550 °C, не виявлено однозначних закономірностей зміни розмірів пор та зерен, а також розподілу порожнин на поверхні руйнування за розмірами і фасеток відколу, однак показано залежність їх міцності від вмісту ітрію і часток кубічної та моноклінної фаз. Запропоновано застосування відповідних емпіричних залежностей для визначення в'язкості руйнування кераміки на основі ZrO_2 з додаванням 3...8 мол.% Y_2O_3 методом індентування пірамідою Вікерса.

У четвертому розділі показано вплив легування оксидом магнію, а також комплексного легування різними оксидами (Al_2O_3 , CoO , CeO_2 , Fe_2O_3 та Y_2O_3), на фазовий склад, мікроструктурні особливості та механічні властивості цирконієвої кераміки. Встановлено тенденції зміни міцності, мікротвердості та

в'язкості руйнування, а також проаналізовано морфологію зламів кераміки. Показано, що кераміці на основі оксиду цирконію, легованій оксидом магнію, властиві суттєво нижчі значеннями міцності та в'язкості руйнування, ніж цирконієвій кераміці, легованій 3...8 мол.% Y_2O_3 . Встановлено, що легування цирконієвої кераміки дешевшими добавками, зокрема оксидами алюмінію, кобальту, церію і заліза, за збереження залишкової кількості Y_2O_3 1 мол.% уможлиблює стабілізацію тетрагональної фази та формування дрібнозеренної мікроструктури. За оптимального режиму спікання (1580 °C упродовж 2 год.) досягнута в'язкість руйнування $5,61 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$, що є типовою для цього класу матеріалів. Запропоновано використання ансамблевих методів машинного навчання для прогнозування механічних властивостей кераміки на основі оксиду цирконію. Для суттєвого підвищення точності розв'язання задачі прогнозування мікротвердості цієї кераміки удосконалено ансамблевий метод машинного навчання.

У висновках подано підсумок основних наукових результатів роботи.

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.

Анотація повно та чітко відображає основні положення, результати та висновки дисертації, ступінь новизни та практичне значення результатів досліджень, їх сутність та особистий внесок здобувача.

Відсутність порушень академічної доброчесності підтверджує наявна довідка про результати перевірки на академічний плагіат дисертації Ваврух В.І.

Серед недоліків дисертації можна відзначити такі:

1. У дисертації наведено дані мікроструктурних досліджень зразків цирконієвої кераміки. Варто було б уточнити, на якій ділянці зразка оцінювали мікроструктуру. Аналізували мікроструктуру поверхні зразка чи в його об'ємі?

2. У дисертації на сторінках 133-137 наведено фрактографічні параметри досліджуваних керамік, спечених при 1550 °С. Потребує пояснення, яким чином визначали розміри порожнин руйнування (рис. 3.44), якщо розмірна лінійка зображень поверхонь зламів (рис. 3.43) становить 5 мкм.

3. Потрібно пояснити термін «*t-t* перетворення», наведений на ст. 110, 113 та 114.

4. В методиці для кращого сприйняття варто було б навести хімічний склад та режими спікання у вигляді таблиці.

5. У роботі трапляються окремі неточності та інші граматичні недоліки, наприклад, неправильне вживання прийменника «при»: «при температурі» (ст. 27, 68, 73) замість правильного «за температури», «при збільшенні (мікроскопа)» (ст. 73, 87) замість правильного «за збільшення (мікроскопа)»; в окремих реченнях пропущені коми, що повинні відділяти підрядну частину речення.

6. В багатьох випадках присутні англомовні позначення, які потрібно було подати українською мовою, зокрема на ст. 54 позначення «SOC», на ст. 72 позначення «SENB» та ін.

Відзначені зауваження не є визначальними і не впливають на якість дисертаційної роботи. У цілому науковий рівень дисертації, новизна одержаних результатів, їх достовірність, наукове та практичне значення не викликають сумнівів.

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 вирішує актуальну науково-прикладну задачу оцінювання впливу хімічного складу і температури спікання, а також фазового складу і сформованої мікроструктури на міцність, мікротвердість і в'язкість руйнування кераміки на основі оксиду цирконію для забезпечення необхідних функціональних та експлуатаційних властивостей.

Дисертація за своєю актуальністю, науковою новизною одержаних експериментальних результатів досліджень, їх науковою обґрунтованістю та відповідністю темі дисертації, практичною цінністю, рівнем виконання поставленого наукового завдання, обґрунтованістю основних положень та висновків 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».

Офіційний опонент,
завідувач Відділу корозії та протикорозійного захисту
Фізико-механічного інституту
ім. Г.В. Карпенка НАН України,
доктор технічних наук,
старший науковий співробітник

Сергій КОРНІЙ

05.03.2025р.

