



ЗАТВЕРДЖУЮ

Проректор з наукової роботи
Національного університету
«Львівська політехніка»

Іван ДЕМИДОВ

" " 2024 р.

Висновок

**про наукову новизну, теоретичне та практичне значення результатів дисертації «Вплив легування на стабілізацію фазового стану та властивостей оксидної кераміки на основі ZrO_2 » здобувача наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю *132 Матеріалознавство* (галузь знань *13 Механічна інженерія*)
Валентини ВАВРУХ
міжкафедрального наукового семінару Навчально-наукового Інституту механічної інженерії та транспорту**

1. Актуальність теми дисертації

Цирконієва кераміка є одним із видів оксидної кераміки з унікальним поєднанням фізико-хімічних та механічних властивостей. Ці властивості особливо важливі для застосувань у тих галузях, де необхідно забезпечити довговічність виробів за екстремальних експлуатаційних умов. Цирконієва кераміка служить для виготовлення стоматологічних коронок, імплантів, протезів, штучних ендопротезів кісткової тканини в галузі медицини. Вона широко застосовується для покриття камери згоряння та лопатей турбін високого тиску в аерокосмічній техніці. Така кераміка використовується в електрохімічних пристроях, таких як паливні комірки чи давачі кисню в сучасній енергетиці. З неї виготовляють випускні клапани і заслінки, втулки для випускних заслінок у сталеливарній промисловості. У нафтохімічній промисловості її застосовують для підшипників, фрикційних пластин, клапанних тарілок, кульових кранів, обшивки трубопроводів, посадок, пресформ, захисних трубок термопар тощо. В машинобудуванні з цирконієвої кераміки виготовляють компоненти підшипників, інструментів для витягування, згинання та розширення труб і формування дроту, різаків для текстильної промисловості тощо.

Додавання різних оксидів до цирконієвої кераміки з метою стабілізації тетрагональної фази є однією зі стратегій покращення її властивостей. Для забезпечення необхідного фазового складу такої кераміки додаються стабілізатори, такі як оксид ітрію (Y_2O_3), оксид алюмінію (Al_2O_3), оксид церію (CeO_2), оксид магнію (MgO) тощо. Цирконієва кераміка з повністю тетрагональною дрібнозеренною структурою характеризується найвищою міцністю з усіх матеріалів на основі діоксиду цирконію. Такій кераміці властива також висока тривкість до поширення тріщин. Цирконієву кераміку зазвичай спікають за температур 1400–1600°C. Температура спікання, як і легування, є ще одним чинником, що впливає на фазовий склад і мікроструктуру кераміки та визначає її властивості. Концентрація стабілізуючих добавок, а також режим спікання, зокрема температура спікання, суттєво впливають на баланс між мікротвердістю, міцністю та тріщиностійкістю, дозволяючи адаптувати матеріал під конкретні умови експлуатації. На даний час для розв'язання конкретних матеріалознавчих завдань розроблення виробів із різних матеріалів, у тому числі і з цирконієвої кераміки, все ширше використовують методи машинного навчання, що дозволяє зекономити часові, матеріальні і людські ресурси.

Цирконієва кераміка залишається важливим об'єктом досліджень, спрямованих на вдосконалення її хімічного складу та режиму спікання для задоволення щораз більших потреб у високотехнологічних матеріалах. Тому дослідити вплив технологічних параметрів, зокрема легування та температури спікання, на властивості цирконієвої кераміки є актуальною науковою проблемою, що потребує вирішення.

2. Зв'язок теми дисертації з державними програмами, науковими напрямами університету та кафедри

Тема дисертації відповідає науковому напряму кафедри матеріалознавства та інженерії матеріалів “Створення нових матеріалів, покращення їх функціональних властивостей та використання методів інженерії поверхні для регулювання процесів структуроутворення матеріалів”. Дисертація виконана в межах науково-дослідних робіт за кошти державного бюджету “Розробка наукових основ створення багатфункціональних оксидних керамічних матеріалів та покриттів” (№ державної реєстрації 0122U000952, 2022-2024 рр.) та “Підвищення надійності та прогнозування безпечного ресурсу елементів турбінних двигунів авіаційної техніки” (№ державної реєстрації 0119U002248, 2019-2021 рр.). Автор дисертаційної роботи є одним із виконавців цих держбюджетних тем.

3. Особистий внесок здобувача в отриманні наукових результатів

Основні результати роботи та положення, які відображають наукову

новизну, одержано за безпосередньої участі автора, або автором самостійно. Автором здійснено аналіз літературних джерел, проведено експериментальні дослідження фазового складу, мікроструктури, особливостей поверхні руйнування та встановлено механічні характеристики. Запропоновано підхід для оцінювання в'язкості руйнування кераміки методом інденування пірамідою Вікерса. Зібрано бази вхідних даних та виконано прогнозування мікротвердості, міцності та в'язкості руйнування цирконієвої кераміки різних систем легування, використовуючи методи машинного навчання. Автор самостійно проводила опрацювання результатів експериментальних досліджень, здійснювала прогнозування та описувала одержані результати. Усі висновки та положення, які відображають суть дисертації, сформульовані автором самостійно на основі проведених досліджень та результатів прогнозування.

4. Достовірність та обґрунтованість отриманих результатів та запропонованих автором рішень, висновків, рекомендацій

Наукові положення, висновки та рекомендації, які сформульовані в дисертаційній роботі, є теоретично обґрунтовані, а їх достовірність підтверджена результатами експериментальних досліджень та численних апробацій. Експериментальні дослідження демонструють узгодженість із публікаціями інших авторів за даною тематикою. Ступінь обґрунтованості та достовірність наукових положень, висновків і рекомендацій, розроблених автором, не викликають сумнівів, так як базуються на значному обсязі експериментальних досліджень, є логічними та науково обґрунтованими. Достовірність результатів підтверджується застосуванням сучасних методів, приладів та комп'ютерної техніки, а також відтвореністю експериментальних результатів.

5. Ступінь новизни основних результатів дисертації порівняно з відомими дослідженнями аналогічного характеру

Вперше продемонстровано, що процентний вміст стабілізуючої добавки Y_2O_3 та температура спікання дозволяють отримати мікроструктуру з необхідним балансом тетрагональної, кубічної та моноклінної фаз, яка забезпечить високу міцність та в'язкість руйнування кераміки;

вперше запропоновано диференційований підхід, що полягає в оптимальній формалізації, для оцінювання в'язкості руйнування кераміки $ZrO_2-(3...8)$ мол.% Y_2O_3 методом інденування пірамідою Вікерса. Це дало можливість оцінити сукупний вплив хімічного та фазового складу, температури спікання, що забезпечує в'язкість руйнування у діапазоні значень $5,5...9,0$ МПа·м^{1/2}, типовому для цього класу матеріалів;

на підставі експериментальних досліджень тріщиностійкості та фрактографічного аналізу розширено уявлення щодо встановлення високоенергетичного мікромеханізму руйнування, що полягає у поширенні тріщин вздовж 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, багатопарового перцептрона) алгоритмом адаптивного бустингу. Це забезпечило суттєве підвищення точності (до 89%) розв'язання задачі з прогнозування мікротвердості порівняно з кожним окремим методом ансамблю.

6. Перелік наукових праць, які відображають основні результати дисертації

Основний зміст та висновки дисертації висвітлено у 15 наукових публікаціях, серед них 8 статей у наукових фахових виданнях України та інших держав, з них 6 статей у періодичних реферованих журналах, що входять до міжнародних наукометричних баз Web of Science і Scopus (квартили Q2 та Q3) та 7 публікацій у матеріалах та збірниках доповідей наукових конференцій, з яких 4 індексуються у наукометричній базі Scopus.

Статті у наукових фахових виданнях України:

1. Vavruk, V. (2022). Effects of the yttria content and sintering temperature on the phase evolution in yttria-stabilized zirconia. *Ukrainian Journal of Mechanical Engineering and Materials Science*, 8(1), 12–19. <https://doi.org/10.23939/ujmems2022.01.012>

2. Vavruk, V., Klimczyk, P., Priakhin, V., Petryk, V., & Momot, K. (2023). Applicability assessment of the Vickers indentation for determining the fracture toughness of yttria-stabilized zirconia. *Ukrainian Journal of Mechanical Engineering and Materials Science*, 9(3), 48–59. <https://doi.org/10.23939/ujmems2023.03.048>
Особистий внесок здобувача: визначення мікротвердості, модуля Юнга та в'язкості руйнування, обговорення одержаних результатів, опрацювання та підготовки до друку результатів роботи.

Статті у наукових виданнях інших країн, що включені до наукометричної бази Scopus:

3. Kulyk, V., Duriagina, Z., Kostryzhev, A., Vasylyv, B., Vavruk, V., & Marenych, O. (2022). The effect of yttria content on microstructure, strength, and fracture behavior of yttria-stabilized zirconia. *Materials*, 15(15), 5212.

<https://doi.org/10.3390/ma15155212> *Особистий внесок здобувача: проведення фазового аналізу, проведення мікроструктурних та мікрофрактографічних досліджень, оцінювання пористості, встановлення міцності, обговорення одержаних результатів, опрацювання та підготовки до друку результатів роботи.*

4. Kulyk, V., Duriagina, Z., Vasyliv, B., Vavruk, V., Kovbasiuk, T., Lyutyu, P., & Vira, V. (2022). The effect of sintering temperature on the phase composition, microstructure, and mechanical properties of yttria-stabilized zirconia. *Materials*, 15(8), 2707. <https://doi.org/10.3390/ma15082707> *Особистий внесок здобувача: проведення фазового аналізу, проведення мікроструктурних та мікрофрактографічних досліджень, встановлення мікротвердості та в'язкості руйнування, обговорення одержаних результатів, опрацювання та підготовки до друку результатів роботи.*

5. Kulyk, V. V., Duriagina, Z. A., Vasyliv, B. D., Vavruk, V. I., Lyutyu, P. Y., Kovbasyuk, T. M., & Holovchuk, M. Y. (2021). Effects of yttria content and sintering temperature on the microstructure and tendency to brittle fracture of yttria-stabilized zirconia. *Archives of Materials Science and Engineering*, 109(2), 65–79. <https://doi.org/10.5604/01.3001.0015.2625> *Особистий внесок здобувача: проведення фазового аналізу, проведення мікроструктурних та мікрофрактографічних досліджень, встановлення мікротвердості та в'язкості руйнування, обговорення одержаних результатів, опрацювання та підготовки до друку результатів роботи.*

6. Kulyk, V., Izonin, I., Vavruk, V., Tkachenko, R., Duriagina, Z., Vasyliv, B., & Kováčová, M. (2023). Prediction of hardness, flexural strength, and fracture toughness of ZrO₂ based ceramics using ensemble learning algorithms. *Acta Metallurgica Slovaca*, 29(2), 93-103. <https://doi.org/10.36547/ams.29.2.1819> *Особистий внесок здобувача: збір вибірок даних для прогнозування механічних властивостей, використання ансамблевих методів машинного навчання для прогнозування механічних властивостей, удосконалення ансамблевого методу машинного навчання, обговорення одержаних результатів, опрацювання та підготовки до друку результатів роботи.*

7. Kulyk, V., Vasyliv, B., Duriagina, Z., Lyutyu, P., Vavruk, V., & Kostyryzhev, A. (2024). The effect of sintering temperature on phase-related peculiarities of the microstructure, flexural strength, and fracture toughness of fine-grained ZrO₂–Y₂O₃–Al₂O₃–CoO–CeO₂–Fe₂O₃ ceramics. *Crystals*, 14(2), 175. <https://doi.org/10.3390/cryst14020175> *Особистий внесок здобувача: проведення фазового аналізу, проведення мікроструктурних та мікрофрактографічних досліджень, встановлення міцності та в'язкості руйнування, обговорення одержаних результатів, опрацювання та підготовки до друку результатів роботи.*

8. Kulyk, V. V., Duriagina, Z. A., Vasyliv, B. D., Lyutyu, P. Ya., Klimczyk, P., Vavrukh, V. I., Efremenko, V. G., Kostryzhev, A., Trostianchyn, A. M., & Kovbasiuk, T. M. (2024). The effect of sintering modes on the crystal lattice parameters and the morphology of the $ZrO_2-nY_2O_3$ ($n = 3-8$ mol%) ceramic microstructure components. Archives of Materials Science and Engineering, 128(1), 5–22. <https://doi.org/10.5604/01.3001.0054.8015> *Особистий внесок здобувача: проведення фазового аналізу, проведення мікроструктурних та мікрофрактографічних досліджень, оцінювання пористості, встановлення механічних властивостей, обговорення одержаних результатів, опрацювання та підготовлення до друку результатів роботи.*

Наукові праці, які засвідчують апробацію матеріалів дисертації:

9. Kulyk, V., Duriagina, Z., Vasyliv, B., Kovbasiuk, T., Lyutyu, P., Vira, V., & Vavrukh, V. (2022). Effect of sintering temperature on crack growth resistance characteristics of yttria-stabilized zirconia. In Proceedings of the International Conference on Oxide materials for electronic engineering (OMEE 2021), Acta Physica Polonica A, 141(4), 323–327. <https://doi.org/10.12693/APhysPolA.141.323> *Особистий внесок здобувача: проведення фазового аналізу, визначення мікротвердості та в'язкості руйнування, обговорення одержаних результатів, опрацювання та підготовлення до друку результатів роботи, апробація матеріалів на конференції.*

10. Kulyk, V. V., Vasyliv, B., Duriagina, Z. A., Vavrukh, V. I., Lyutyu, P. Ya., Kovbasiuk, T. M., Tepla, T. L., & Holovchuk, M. Ya. (2023). Estimation of the role of nanosized stabilizing powders in gaining high-level crack growth resistance of partially stabilized zirconia. In O. Fesenko & L. Yatsenko (Eds.), Nanomaterials and Nanocomposites, Nanostructure Surfaces, and Their Applications (NANO2021), Springer Proceedings in Physics, Springer, Cham, vol. 279, pp. 311–330. https://doi.org/10.1007/978-3-031-18096-5_18 *Особистий внесок здобувача: проведення фазового аналізу, проведення мікроструктурних та мікрофрактографічних досліджень, встановлення мікротвердості та в'язкості руйнування, обговорення одержаних результатів, опрацювання та підготовлення до друку результатів роботи, апробація матеріалів на конференції.*

11. Kulyk, V. V., Duriagina, Z. A., Vasyliv, B. D., Vavrukh, V. I., Kovbasiuk, T. M., Lyutyu, P. Ya., & Vira, V. V. (2023). The effect of rare-earth metal oxide additives on crack growth resistance of fine-grained partially stabilized zirconia. In O. Fesenko & L. Yatsenko (Eds.), Nanoelectronics, Nanooptics, Nanochemistry and Nanobiotechnology, and Their Applications (NANO 2022), Springer Proceedings in Physics, Springer, Cham, vol. 297, pp. 263–279. https://doi.org/10.1007/978-3-031-42708-4_17 *Особистий внесок здобувача:*

проведення фазового аналізу, проведення мікроструктурних та мікрофрактографічних досліджень, встановлення механічних властивостей, обговорення одержаних результатів, опрацювання та підготовлення до друку результатів роботи, апробація матеріалів на конференції.

12. Kulyk, V. V., Duriagina, Z. A., Vasyliv, B. D., Vavrukh, V. I., Lyutyu, P. Y., Kovbasiuk, T. M., Vira, V. V., & Vynar, V. A. (2023). Study of the effects of MgO additive and sintering temperature on mechanical behavior of fine-grained ZrO₂-MgO ceramics. In O. Fesenko & L. Yatsenko (Eds.), Nanostructured Surfaces, Nanocomposites and Nanomaterials, and Their Applications (NANO2022), Springer Proceedings in Physics, Springer, Cham, vol. 296, pp. 227–244. https://doi.org/10.1007/978-3-031-42704-6_17 *Особистий внесок здобувача: проведення фазового аналізу, проведення мікроструктурних та мікрофрактографічних досліджень, встановлення механічних властивостей, обговорення одержаних результатів, опрацювання та підготовлення до друку результатів роботи, апробація матеріалів на конференції.*

13. Vavrukh, V., Hebda, M., & Lyutyu, P. (2022). Phase balance in yttria-stabilized zirconia depending on the content of the stabilizing additive and sintering temperature. In Proceedings of the 2nd International Conference on Environment, Technology and Management (ICETEM), 13-15 October 2022, Niğde, Turkey, 131. *Особистий внесок здобувача: проведення експериментальних досліджень, обговорення одержаних результатів, опрацювання та підготовлення до друку результатів роботи, апробація матеріалів на конференції.*

14. Vavrukh, V.I., Kulyk, V.V., Duriagina, Z.A., Vasyliv, B.D. (2022) Fracture toughness of zirconia ceramic doped with 3-8 mol% Y₂O₃. I International Scientific and Practical Conference “Development and design of modern materials and products”, 27-28 October, Dnipro, Ukraine, 11. *Особистий внесок здобувача: проведення експериментальних досліджень, обговорення одержаних результатів, опрацювання та підготовлення до друку результатів роботи, апробація матеріалів на конференції.*

15. Vavrukh, V. I. (2023). Effect of sintering temperature on the phase composition and properties of zirconia ceramics doped with Y, Co, Ce, Fe oxides. International Conference “Materials Innovations in Surface Engineering” (MISE2023), 29-31 October, University of Queensland, Brisbane, Australia, 25.

7. Апробація основних результатів дослідження на конференціях, симпозіумах, семінарах тощо

Результати дисертації представлялися та обговорювалися на міжнародних конференціях як в Україні, так і за кордоном: 6th International Scientific Conference on Oxide materials for electronic engineering – fabrication,

properties and application OMEE-2021 (Lviv, Ukraine, 2021); 9th International research and practice conference “Nanotechnology and nanomaterials” NANO-2021, (Lviv, Ukraine, 2021); 10th International research and practice conference “Nanotechnology and nanomaterials” NANO-2022, (Lviv, Ukraine, 2022); 2nd International Conference on Environment, Technology and Management ICETEM, (Niğde, Turkey, 2022); I International Scientific and Practical Conference “Development and design of modern materials and products”, (Dnipro, Ukraine, 2022); International Conference “Materials Innovations in Surface Engineering” MISE2023, (Brisbane, Australia, 2023).

8. Наукове значення виконаного дослідження із зазначенням можливих наукових галузей та розділів програм навчальних курсів, де можуть бути застосовані отримані результати

Наукові та практичні результати роботи використано у навчальному процесі для викладання дисциплін “Неметалеві матеріали” та “Механічні властивості матеріалів та методи їх визначення” для студентів освітньо-кваліфікаційного рівня “бакалавр”, що навчаються за спеціальністю 132 *Матеріалознавство*, дисциплін “Методи дослідження в матеріалознавстві” та “Моделювання виробів та оптимізація їх властивостей” для аспірантів, що навчаються за спеціальністю 132 *Матеріалознавство*, а також з навчальною метою та у науково-дослідній роботі кафедр Львівського національного медичного університету імені Данила Галицького.

9. Практична цінність результатів дослідження із зазначенням конкретного підприємства або галузі народного господарства, де вони можуть бути застосовані

Встановлені в дисертаційній роботі закономірності зміни хімічного та фазового складу, режимів спікання, мікроструктури та механічних властивостей цирконієвої кераміки, а також розроблені алгоритми машинного навчання можуть бути використані в ТзОВ Виробничо-науковому підприємстві “СПЕЦАРМ” при розробленні комплексного підходу до створення багатофункціональних керамічних матеріалів з необхідними експлуатаційними властивостями. Передбачається, що підхід дозволить значно здешевити та скоротити процес модернізації технології виготовлення компонентів кульових кранів чи іншого високотехнологічного устаткування нафтохімічної промисловості, до яких ставлять підвищені вимоги щодо твердості, міцності та тріщиностійкості у складних експлуатаційних умовах.

Показано, що кераміка на основі оксиду цирконію, легована Al_2O_3 , CoO , CeO_2 , Fe_2O_3 при збереженні залишкової кількості Y_2O_3 до 1 мол.%, може бути використана як дешевший варіант кераміки ZrO_2 –(3...8) мол.% Y_2O_3 .

10. Оцінка структури дисертації, її мови та стилю викладення

Дисертація складається з анотації, вступу, чотирьох розділів, висновків, списку використаної літератури та додатків. Дисертацію написано українською мовою, на хорошому стилістичному рівні у доступній для сприйняття та розуміння формі. Тема, зміст та одержані наукові результати відповідають спеціальності '132 *Матеріалознавство*, галузі знань 13 *Механічна інженерія*. Дисертація за структурою, мовою та стилем викладення відповідає вимогам МОН України.

У ході обговорення дисертації до неї не було висунуто жодних зауважень щодо самої суті роботи.

11. З урахуванням зазначеного, на міжкафедральному науковому семінарі Навчально-наукового Інституту механічної інженерії та транспорту ухвалили:

11.1. Дисертація Ваврух Валентини Іванівни “Вплив легування на стабілізацію фазового стану та властивостей оксидної кераміки на основі ZrO_2 ” є завершеною науковою працею, у якій розв’язано конкретне наукове завдання – експериментально досліджено вплив легування на фазовий склад, мікроструктуру та морфологію поверхні руйнування цирконієвої кераміки, спеченої за різних температур, для досягнення необхідних механічних властивостей, а також спрогнозовано механічні властивості такої кераміки шляхом використання алгоритмів машинного навчання, що має важливе значення для галузі знань 13 *Механічна інженерія*.

11.2. Основні наукові положення, методичні розробки, висновки та практичні рекомендації, викладені у дисертації, логічні, послідовні, аргументовані, достовірні, достатньо обґрунтовані. Дисертація характеризується єдністю змісту.

11.3. У 15 наукових публікаціях повністю відображені основні результати дисертації, з них 2 статті у наукових фахових виданнях України, 6 статей у наукових періодичних виданнях інших держав, які входять до міжнародних наукометричних баз, 7 матеріалів та тез доповідей наукових конференцій.

11.4. Дисертація відповідає вимогам наказу МОН України № 40 від 12.01.2017р. «Про затвердження вимог до оформлення дисертації», Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії (Постанова Кабінету Міністрів України від 12 січня 2022 р. № 44, зі змінами).

11.5. Дисертація є результатом самостійних досліджень, не містить елементів фальсифікації, компіляції, плагіату та запозичень, що констатує відсутність порушення академічної доброчесності. Використання текстів інших авторів мають належні посилання на відповідні джерела.

11.6. З урахуванням наукової зрілості та професійних якостей Ваврух В.І. дисертація “Вплив легування на стабілізацію фазового стану та властивостей оксидної кераміки на основі ZrO_2 ” рекомендується для подання до розгляду та захисту у спеціалізованій вченій раді.

За затвердження висновку проголосували:

за	-	16 (шістнадцять)
проти	-	(немає)
утримались	-	(немає)

Головуючий на
міжкафедральному науковому
семінарі ІМІТ,
зав. кафедри МІМ,
д.т.н., професор

Зоя ДУРЯГІНА

Рецензенти:

д.т.н., професор,
зав. кафедри ХТС

Ірина ЛУЦЬОК

к.т.н., доцент,
зав. кафедри ТМІГ

Віталій КОРЕНДІЙ

Відповідальний у ІМІТ
за атестацію PhD
к.т.н.

Роман ГОРОДНЯК

"11" грудня 2024 р.