

## РЕЦЕНЗІЯ

рецензента, кандидата технічних наук, Захарова Артема Вячеславовича  
на дисертаційну роботу Морозової Оксани Миколаївни  
«Композиційний матеріал на основі нанопорошку  $ZrO_2$   
з підвищеними експлуатаційними властивостями»,  
представлену на здобуття наукового ступеня доктора філософії  
за спеціальністю 161 – Хімічні технології та інженерія

### **Актуальність теми.**

Розробка композиційних матеріалів на основі нанопорошку  $ZrO_2$  з підвищеними експлуатаційними властивостями є актуальною у контексті сучасних вимог до високотехнологічних матеріалів. Цирконієва кераміка відрізняється високою твердістю, зносостійкістю, вогнетривкістю і термостійкістю, що обумовлює потенціальні можливості її використання у багатьох сферах науки і техніки. Однак сучасні галузі потребують матеріалів із покращеними механічними характеристиками та стійкістю до низькотемпературної деградації. Актуальність теми дисертаційної роботи зумовлена необхідністю розробки ефективних інноваційних технологій, які можуть конкурувати з традиційними методами виробництва кераміки.

У контексті глобальних тенденцій до енергоефективності та екологічності технологій, запропонований адисертантом підхід відповідає сучасним вимогам сталого розвитку. Використання наноструктурованих порошків  $ZrO_2$  відкриває нові можливості для створення кераміки з підвищеною міцністю та тріщиностійкістю. В свою чергу застосування електроконсолідації як метода спікання керамічних та композиційних матеріалів дозволяє досягти високої щільності та однорідності мікроструктури, що важливо для покращення їхніх властивостей. Дослідження легування  $ZrO_2$  оксидами ( $Y_2O_3$ ,  $CeO_2$ ) сприяє стабілізації фазового складу матеріалів, що є ключовим для забезпечення довговічності виготовлених з них виробів. Розробка таких матеріалів має потенціал для використання в аерокосмічній промисловості, високоточному машинобудуванні та біомедицині. Отже, дослідження Морозової О.М. відповідає викликам сучасної науки та промисловості і є важливим внеском для розвитку даного напрямку матеріалознавства.

Тема роботи пов'язана з виконанням науково-дослідної роботи – прикладної

держбюджетної НДР на замовлення МОН України «Використання нетрадиційних методів отримання нанопорошків і спікання при розробці модифікованої муліто-ZrO<sub>2</sub> кераміки стійкої до термоудару» (ДР № 0121U109441), виконаної згідно з планом наукових досліджень кафедри «Інженерія вагонів та якість продукції» Українського державного університету залізничного транспорту, в якій здобувачкою виконані окремі етапи.

### **Ступінь обґрунтованості наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих в дисертаційній роботі.**

Наукові положення, висновки та рекомендації роботи Морозової О.М. обґрунтовані в достатній мірі. Так, положення про вплив легування ZrO<sub>2</sub> оксидами (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CeO<sub>2</sub>) базуються на SEM, XRD та механічних тестах. Використання методу електроконсолідації обумовлює високу щільність зразків. Рекомендації щодо легування логічні, але вибір добавок слабо порівняний з аналогами. Висновки про підвищення твердості та тріщиностійкості композиційного матеріалу підкріплені кількісними результатами. Наукові положення та висновки є обґрунтованими завдяки експериментальній базі, втім використання статистичного аналізу могли б значно посилити їхню переконливість. В цілому робота демонструє достатній рівень наукової обґрунтованості.

### **Достовірність результатів досліджень.**

Достовірність результатів досліджень оцінюється через сукупність критеріїв, що підтверджують їхню надійність і відтворюваність. В даному випадку достовірність результатів підтверджується комплексним підходом до вирішення поставлених наукових завдань, коректною постановкою експериментів та використанням сучасних теоретичних та експериментальних методів аналізу. В свою чергу, результати взаємодоповнюючих методів фізико-хімічного аналізу із застосуванням сертифікованого обладнання спеціалізованих лабораторій сприяє перехресній валідації даних, а відповідність результатів закономірностям фізико-хімічної природи процесів забезпечують об'єктивність і обґрунтованість висновків. Порівняння отриманих результатів із літературними даними підтверджує їхню відповідність сучасному стану науки. Зовнішня апробація результатів досліджень через публікації та доповіді

конференції додатково підтверджує їхню достовірність.

### **Новизна наукових результатів.**

В дисертаційній роботі теоретично обґрунтована та експериментально підтверджена можливість отримання керамічних та композиційних матеріалів із покращеними експлуатаційними властивостями з використанням нанопорошків на основі частково стабілізованого  $ZrO_2$ . Зокрема вперше:

– встановлено параметри синтезу нанопорошків  $ZrO_2$  з фторидних розчинів та часткової стабілізації  $t-ZrO_2$  легуючими добавками 3–15 мол. %  $Y_2O_3$  ( $CeO_2$ ), з наступною термообробкою за температури 800 °С, що забезпечує механізм трансформаційного зміцнення;

– досліджено кінетику росту зерен і ущільнення кераміки складу  $ZrO_2$ – 5 мас.%  $CeO_2$  при використанні метода електроконсолідації та встановлено параметри моделі ущільнення матеріалів, одержаних на основі синтезованих порошків частково стабілізованого  $ZrO_2$ ;

– визначено раціональні умови електроконсолідації композитів (витримка за температури 1400–1500 °С впродовж 5–10 хв), які забезпечують максимальну ступінь спікання ( $\rho_{відн} = 0,99$ ) виробів;

– встановлено закономірності формування мікроструктури і фазового складу матеріалів оптимального складу, які з використанням вказаних параметрів електроконсолідації, забезпечують підвищення механічних властивостей ( $H_V = 19,76$  ГПа і  $K_{IC} = 13,19$  МПа·м<sup>1/2</sup>) для кераміки складу  $Al_2O_3$ –20% $SiO_2$ –10% $ZrO_2$  та  $H_V = (16,84$  ГПа і  $K_{IC} = 15,19$  МПа·м<sup>1/2</sup>) для композиту складу  $ZrO_2$ –5% $CeO_2$ –20% $SiC$ .

– експериментально підтверджена ефективність композиту складу  $Al_2O_3$ –20% $SiO_2$ –10% $ZrO_2$  в якості матеріалу інструментального призначення; використання якого збільшує тривалість експлуатації сопла установки для піскоструминної обробки сталевих труб та підвищує продуктивність на 16%;

– встановлено, що композит складу  $ZrO_2$ –5%  $CeO_2$ –10%  $SiC$  є біосумісним та підтримує остеогенну активність клітин MG-63 (лінія остеосаркоми людини); підтверджено позитивний вплив плазмової обробки поверхні композиту на гідрофільність поверхні остеоімплантів, що позитивно впливає на адгезію клітин.

### **Значимість отриманих результатів для науки і практичного використання.**

Результати дисертаційної роботи Морозової О.М. мають значну цінність для науки та практичного використання. Так, розробка композиційного матеріалу на основі нанопорошку  $ZrO_2$  з підвищеними механічними властивостями розширює знання про вплив легування  $Y_2O_3$  і  $CeO_2$  на фазовий склад і мікроструктуру кераміки. Використання електроконсолідаційного методу спікання є новаторським підходом, який сприяє отриманню високощільних матеріалів, що є важливим внеском у сучасну технологію кераміки. Наукова значимість полягає у встановленні залежностей між концентрацією легуючих добавок і властивостями матеріалу, що може бути основою для подальших досліджень. Підвищені показники міцності, твердості та тріщиностійкості матеріалу робить його перспективним для використання в умовах високих навантажень.

Практична цінність результатів дисертаційної роботи полягає в розробці повного циклу отримання виробів інструментального та біоінженерного призначення з цирконієвої кераміки, включно із синтезом модифікованих нанопорошків стабілізованого  $ZrO_2$  та параметрами електроконсолідації. Результати досліджень є корисними для застосування у виробництвах, де потрібна висока надійність матеріалів та виробів, зокрема в аерокосмічній та біомедичній галузях.

Сопла, виготовлені з композиту складу  $Al_2O_3-10\%SiO_2-10\%ZrO_2$  продемонстрували значне збільшення ресурсу роботи при термоабразивній обробці сталевих труб на НВП ТОВ «Керамтех ЛТД» (м. Київ). Композиційні матеріали складу  $ZrO_2-5\%CeO_2-10\%SiC$  за результатами випробувань на кафедрі медичної та біологічної фізики і медичної інформатики Харківського національного медичного університету встановлено, продемонстрували свою біосумісність та здатність підтримувати остеогенну активність клітин MG-63 (лінія остеосаркоми людини).

В цілому робота має вагомe значення для розвитку матеріалознавства, втім її практичне впровадження потребує продовження досліджень для повної реалізації наукового потенціалу. Результати дисертаційної роботи впроваджено у навчальний процес кафедри технології кераміки, вогнетривів, скла та емалей у Національному технічному університеті «Харківський політехнічний інститут».

### **Повнота викладення результатів досліджень в опублікованих працях.**

Результати досліджень опубліковані у 25 наукових працях, серед яких: 10 статей у вітчизняних та закордонних наукових виданнях категорії «А», 1 стаття у фаховому науковому виданні України (категорія «Б»), 3 патенти на винахід та 1 патент на корисну модель, а також 10 тез доповідей у матеріалах конференцій.

Опубліковані матеріали повністю відображають зміст дисертації та відповідають вимогам пункту 8 Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії, затвердженого Постановою КМУ від 12.01.2022 р. №44. Участь здобувача у роботах, що опубліковані у співавторстві зазначена у дисертаційній роботі.

### **Оцінка змісту дисертаційної роботи.**

Дисертаційна робота Морозової О.М. складається зі вступу, п'яти розділів, висновків, списку використаних джерел та 4 додатків.

Анотація відображає основний зміст дисертації та достатньо повно розкриває наукові результати та практичну цінність роботи.

У вступі обґрунтовано актуальність теми дисертації, сформульована мета досліджень, охарактеризована наукова і практична цінність роботи, визначено зв'язок дисертації з науковими планами та темами та представлено дані щодо публікації і апробації результатів.

В першому розділі розглянуто властивості цирконієвої кераміки у взаємозв'язку із структурними особливостями, окреслено перспективні області її використання, сформульовані вимоги до цирконієвої кераміки інструментального та біоінженерного призначення, а також проведено порівняльний аналіз різних методів компактування нанопорошкових сумішей. Визначено коло питань, які вимагають досліджень та сформульовано напрями і задачі досліджень.

У другому розділі надано інформацію про матеріали, використані при виконанні досліджень, методики синтезу нанопорошкових сумішей, методи визначення їх морфологічних особливостей. Детально описаний застосований у роботі метод компактування порошків та надано характеристику методів визначення експлуатаційних властивостей матеріалів і виробів.

В третьому розділі досліджено особливості синтезу наночасток частково стабілізованого діоксиду цирконію шляхом співосадження з фторидних розчинів. Визначено вплив добавок і параметрів синтезу на склад та морфологічні особливості нанопорошків частково стабілізованого  $ZrO_2$ .

В четвертому розділі досліджено вплив параметрів електроконсолідації синтезованих порошків на структурно-фазові особливості та властивості керамічних і композиційних матеріалів. Розроблено раціональні параметри процесу та визначені параметри моделі ущільнення порошку складу  $ZrO_2-10\%CeO_2$ , що підтверджені експериментально.

В п'ятому розділі наведені результати випробувань керамічних матеріалів інструментального та біоінженерного призначення, одержаних з використанням розроблених технологічних параметрів синтезу та електроконсолідації нанопорошків частково стабілізованого  $ZrO_2$ .

Висновки до розділів та загальні висновки по роботі сформульовані точно та відповідають змісту дисертаційної роботи.

Список використаних джерел із 178 найменувань досить повний і включає вітчизняні та зарубіжні публікації, переважно датовані не пізніше 2010 р.

#### **Академічна доброчесність.**

Порушень академічної доброчесності в дисертації та наукових публікаціях, у яких висвітлені основні результати дисертаційної роботи, не виявлено. З результатами перевірки тексту дисертації на плагіат коефіцієнт подібності склав 2,72 %. При цьому більшість співпадінь стосується публікацій здобувачки.

Усі результати, які винесено автором на захист, отримані самостійно і містяться в опублікованих роботах. У роботах, опублікованих у співавторстві, використані тільки ті ідеї, положення та розрахунки, які є результатом особистих наукових пошуків.

#### **По дисертаційній роботі можна зробити наступні зауваження:**

1. В розділі 3 описано дослідження в напрямку синтезу нанопорошків частково стабілізованого  $ZrO_2$  з фторидних розчинів, але конкретні умови синтезу

(рН, концентрація реагентів, температура) не вказані, що ускладнює відтворюваність без участі автора.

2. Вибір виду і концентрації легуючих добавок ( $Y_2O_3$ ,  $CeO_2$ ) не супроводжується порівняльним аналізом інших стабілізаторів (наприклад,  $MgO$ ,  $CaO$ ). Фазовий склад порошків (наявність тетрагональної та моноклінної фаз  $ZrO_2$ ) досліджено достатньо повно, але бракує аналізу впливу легування на їхню стабільність.

3. В роботі для дослідження морфології порошків і мікроструктури композитів широко використано скануючи електронна мікроскопія, втім бракує детального аналізу результатів SEM.

4. В роботі не вказано кількість протестованих механічними випробуваннями зразків, що унеможлиблює статистичну обробку результатів. Також не розглянуто плив дефектів (тріщин, пор) для виробів, одержаних шляхом електроконсолідації порошків, що може суттєво знизити їх надійність та термін ефективної експлуатації.

5. Не вистачає оцінки економічної доцільності запропонованих технології синтезу та консолідації порівняно з традиційними. Порівняння з комерційними матеріалами (наприклад, Y-TZP), на мій погляд, недостатнє та знижує можливість оцінки конкурентоспроможності розробок.

6. За текстом зустрічаються окремі неточності («біосумісність цирконію» с. 16 замість «біосумісність діоксиду цирконію»; «техніка фрезерування» с. 24) і друкарські помилки (повтор абзаців на с. 35-36 і с. 37-38; розмірність «мкМ») на с. 10) тощо.

Втім, вказані недоліки не впливають на загальну позитивну оцінку виконаної роботи. Дисертація є актуальною і має високу наукову цінність та практичну значущість.

## ВИСНОВОК

Дисертаційна робота Морозової О.М. «Композиційний матеріал на основі нанопорошку  $ZrO_2$  з підвищеними експлуатаційними властивостями» є завершеною науково-дослідною роботою, яка розв'язує важливу науково-практичну задачу, що полягає у розробці рецептурно-технологічних параметрів одержання на основі

нанопорошку  $ZrO_2$  композиційних матеріалів із покращеними властивостями для використання в якості матеріалів інструментального та біоінженерного призначення. Тема і зміст дисертації повною мірою відповідають спеціальності 161 – «Хімічні технології та інженерія».

З огляду на актуальність теми дисертації, обґрунтованість сформульованих наукових положень, новизну та практичну цінність результатів досліджень, висновків та рекомендацій щодо використання розробок, повноту викладення матеріалу дисертації в наукових публікаціях, а також відсутність порушень академічної доброчесності, вважаю, що дисертаційна робота Морозової Оксани Миколаївни «Композиційний матеріал на основі нанопорошку  $ZrO_2$  з підвищеними експлуатаційними властивостями», подана на здобуття доктора філософії за спеціальністю 161 – Хімічні технології та інженерія, повністю відповідає вимогам пп. 6,7,8,9 «Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії», затвердженого Постановою КМУ від 12.01.2022 р. № 44, а здобувач Морозова О.М. заслуговує на присудження наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю 161 – Хімічні технології та інженерія.

Рецензент – кандидат технічних наук,  
заступник завідувача науково-дослідної частини

Національного технічного університету

«Харківський політехнічний інститут»

