

ВІДГУК

офіційного опонента Логвінкова Сергія Михайловича 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.

Одним із пріоритетних напрямів сучасного матеріалознавства є розробка наноструктурованих композиційних матеріалів із підвищеними експлуатаційними характеристиками для використання в умовах дії екстремальних температурних, механічних та хімічних навантажень. На особливу увагу заслуговують керамічні і композиційні матеріали на основі нанорозмірних порошоків діоксиду цирконію, які демонструють високу твердість, термостійкість, стійкість до зношування та здатність до трансформаційного зміцнення. Зокрема наявність фазових переходів у системі ZrO_2 сприяє гальмуванню поширення тріщин, що істотно підвищує довговічність таких матеріалів. Завдяки своїм властивостям наноструктуровані композити на основі ZrO_2 розглядаються як перспективні матеріали для авіаційної та космічної техніки, біомедичних імплантатів, конструкційних елементів, що експлуатуються в агресивних середовищах тощо. Актуальність дослідження зумовлена потребою в оптимізації параметрів низькотемпературного синтезу нанопорошків, використанні ефективних методів формоутворення, а також дослідження процесів формування фазового складу і структури матеріалів, які забезпечують стабільність і відтворюваність властивостей виробів при їх експлуатації. Вирішення цих завдань сприятиме створенню керамічних і композиційних матеріалів з поліпшеними експлуатаційними характеристиками відповідно до вимог сучасної науки та техніки. У цьому контексті дослідження особливостей структури, фазових перетворень і механізмів зміцнення композитів на основі нанопорошків ZrO_2 є науково обґрунтованим і своєчасним. Саме тому тема дисертаційної роботи є актуальною та має важливе значення для розвитку фундаментальних і прикладних аспектів матеріалознавства.

Тема роботи пов'язана з виконанням науково-дослідних робіт у рамках завдань прикладної держбюджетної НДР «Використання нетрадиційних методів отримання нанопорошків і спікання при розробці модифікованої муліто-ZrO₂ кераміки стійкої до термоудару» (ДР № 0121U109441), виконаної на замовлення МОН України згідно з планом наукових досліджень кафедри «Інженерія вагонів та якість продукції» Українського державного університету залізничного транспорту, де здобувачка була виконавцем окремих етапів, навчаючись в аспірантурі в період з 15.09.2020 по 01.10.2024 р.

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

Наукові положення, висновки і рекомендації, сформульовані в дисертаційній роботі, є науково обґрунтованими та підтверджуються результатами теоретичних узагальнень, аналітичного моделювання, а також експериментальних досліджень, проведених з використанням сучасних методів матеріалознавчого аналізу. Комплексність підходу, коректність постановки задач, достовірність отриманих результатів, повторюваність експериментів та узгодженість висновків із загальновизнаними науковими принципами забезпечують належний рівень обґрунтованості сформульованих наукових тез. Практичні рекомендації базуються на результатах, що пройшли апробацію в лабораторних умовах і можуть бути адаптовані для впровадження у виробничі або прикладні технології.

Достовірність результатів досліджень.

Достовірність отриманих результатів дослідження підтверджується комплексним підходом до вирішення поставлених наукових завдань, використанням сучасних теоретичних та експериментальних методів аналізу, а також узгодженістю отриманих даних з відомими науковими положеннями та результатами інших дослідників. Застосування сертифікованого обладнання та відповідність результатів закономірностям фізико-хімічної природи процесів забезпечили об'єктивність і наукову обґрунтованість висновків. Крім того, достовірність підтверджується публікаціями результатів у фахових рецензованих виданнях та апробацією на наукових конференціях, де відбулася фахова дискусія щодо отриманих даних.

До основних нових наукових результатів дисертації слід віднести наступне:

Теоретично обґрунтована та експериментально підтверджена можливість отримання керамічних та композиційних матеріалів із покращеними експлуатаційними властивостями з використанням нанорозмірних порошків на основі частково стабілізованого ZrO_2 . При цьому 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 електроконсолідації та встановлено параметри моделі ущільнення матеріалів на основі порошків частково стабілізованого ZrO_2 , що дозволило визначити раціональні умови компактування композитів в інтервалі температур 1400–1500 °С за витримки 5–10 хв, які забезпечують максимальну ступінь спікання матеріалів ($\rho_{відн} = 0,99$) і високі механічні властивості;

- встановлено закономірності формування мікроструктури і фазового складу композитів оптимального складу, одержаних шляхом електроконсолідації, які відрізняються підвищеними механічними властивостями:

для складу $Al_2O_3-20\%SiO_2-10\%ZrO_2$ $H_V = 19,76$ ГПа і $K_{IC} = 13,19$ МПа·м^{1/2};

для складу $ZrO_2-5\%CeO_2-20\%SiC$ $H_V = 16,84$ ГПа і $K_{IC} = 15,19$ МПа·м^{1/2}.

- експериментально підтверджена можливість використання композиту складу $Al_2O_3-20\%SiO_2-10\%ZrO_2$ в якості матеріалу інструментального призначення; визначено технологічні параметри піскоструминної обробки, що забезпечує підвищення ефективності механічної обробки на 16% при підготовці поверхонь сталевих труб для нанесення захисної фарби та збільшує тривалість експлуатації сопла;

- встановлено, що композит складу $ZrO_2-5\% CeO_2-10\% SiC$, одержаний електроконсолідацією за температури 1300 °С впродовж 10 хв, має показник біосумісності 66 % та підтримує остеогенну активність клітин MG-63 (лінія остеосаркоми людини); показана ефективність дії плазмової обробки композиту, що підвищує гідрофільність поверхні osteoімплантів та позитивно впливає на адгезію до клітин.

Значимість отриманих результатів для науки і практичного використання.

Практична цінність результатів дисертаційної роботи полягає в розробці повного циклу отримання виробів з цирконієвої кераміки, включно із синтезом модифікованих нанопорошків стабілізованого ZrO_2 та параметрами їхньої електроконсолідації для отримання керамічних та композиційних матеріалів інструментального та біоінженерного призначення.

Сопла, виготовлені з композиційного матеріалу складу $Al_2O_3-10\%SiO_2-10\%ZrO_2$ пройшли успішні випробування на НВП ТОВ «Керамтех ЛТД» (м. Київ), де продемонстрували значне збільшення ресурсу роботи при термоабразивній обробці сталевих труб. За результатами випробувань в спеціалізованій лабораторії кафедри медичної та біологічної фізики і медичної інформатики Харківського національного медичного університету встановлено, що одержані керамічні і композиційні матеріали складу $ZrO_2-5\%CeO_2-10\%SiC$ є біосумісними та здатні підтримувати остеогенну активність клітин MG-63 (лінія остеосаркоми людини).

Результати дисертаційної роботи впроваджені у навчальний процес кафедри «Технології кераміки, вогнетривів, скла та емалей» в Національному технічному університеті «Харківський політехнічний інститут» (м. Харків).

Повнота викладення результатів досліджень в опублікованих працях.

Результати досліджень опубліковані у 25 наукових працях, серед яких: 10 статей у періодичних наукових вітчизняних та закордонних виданнях, які включено до науко метричних баз Scopus і Web of Science (категорія А), 1 стаття у фаховому науковому виданні України (категорія «Б»), 3 патенти на винахід та 1 патент на корисну модель, а також 10 тез і текстів доповідей у матеріалах міжнародних науково-технічних конференцій.

Участь здобувача у роботах, що опубліковані у співавторстві зазначена у дисертаційній роботі.

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.

Оцінка змісту дисертаційної роботи.

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

У вступі обґрунтовано актуальність теми дисертації, показана її наукова і практична цінність, сформульовані мета дослідження, охарактеризовано зв'язок дисертації з науковими планами та темами, представлено дані щодо публікації результатів та апробації дисертаційної роботи.

В першому розділі розглянуто області використання та властивості цирконієвої кераміки у взаємозв'язку із структурними особливостями, здійснено порівняльний аналіз переваг та обмежень різних методів компактування нанопорошкових сумішей, сформульовані вимоги до цирконієвої кераміки інструментального та біоінженерного призначення та обґрунтовано вибір дво- і трикомпонентних систем для їх одержання. Зазначено невирішені питання, які вимагають подальших досліджень, сформульовано напрями та визначено задачі досліджень.

У другому розділі надано інформацію про вихідні матеріали, методики синтезу нанопорошкових сумішей, методи дослідження їх морфологічних особливостей, а також описаний застосований метод компактування порошків та представлено характеристику методів дослідження експлуатаційних властивостей одержаних матеріалів і виробів.

В третьому розділі досліджено особливості синтезу наночасток частково стабілізованого діоксиду цирконію методом співосадження з фторидних розчинів. Охарактеризовано вплив добавок і параметрів синтезу на склад та морфологію нанопорошків.

В четвертому розділі розглянуті питання впливу параметрів гарячого пресування при прямому пропусканні постійного струму на фізико-механічні властивості та характеристики структури одержаних керамічних і композиційних матеріалів. Визначено раціональні параметри електроконсолідації синтезованих порошків та визначені параметри моделі ущільнення на прикладі порошку складу ZrO_2 -10% CeO_2 , які підтверджені експериментально.

В п'ятому розділі наведено результати випробувань керамічних матеріалів інструментального та біоінженерного призначення, одержаних з використанням

синтезованих нанопорошків стабілізованого ZrO_2 та розроблених параметрів їх електроконсолідації.

Висновки до розділів та за результатами роботи сформульовані чітко 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.

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

Академічна доброчесність.

Порушень академічної доброчесності в дисертації та наукових публікаціях, у яких висвітлені основні результати дисертаційної роботи, не виявлено.

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. З тексту роботи не зрозуміло, чи враховували аніонний характер електричної провідності за рахунок суттєвого збільшення рухливості іонів кисню вище $800\text{ }^\circ\text{C}$ при використанні методів електроконсолідації порошків, зокрема при аналізі параметрів спікання (рис. 4.13, стор. 101)? Також не ясно, навіщо потрібно було робити припущення про підвищення кисневої активності, якщо ці питання не розглядаються?

2. В роботі використовується метод рентгенівської дифракції з отриманням результатів у вигляді дифрактограм, на яких присутні дифракційні максимуми. Але у дисертації використовуються неточні назви: рентгенофрактограма, рефлекси (ст. 57), піки (ст. 72), рентгеноструктурний аналіз (рис.3.15). Крім того, перший абзац на с. 72 потребує посилання на джерело, в якому досліджено «ефект кіркового спікання».

3. В розділі 5.2 доцільно було б надати порівняння, яким окремим вимогам міжнародних стандартів відповідають отримані зразки матеріалів, а не надавати розгорнуту інформацію цих стандартів та повторювати вже відомі дані в табл. 5.6.

4. На наш погляд, початок розділу 3.3 носить декларативний характер, оскільки синтез нанопорошків ZrO_2 у виконаних дослідженнях лише створює можливості, умови для подальшої стабілізації ZrO_2 .

5. ІЧ-спектри (наприклад, рис. 3.2) не мають базисної частоти і виникає сумнів у використанні Фур'є-спектроскопії. На с. 70 в табл. 3.3 не вказано температуру отримання зразка матеріалу, який аналізується.

6. Слід було б вказати, яка кількість нанопорошку синтезована, в яких умовах. Чому не складено відповідний акт виготовлення експериментальної партії?

7. В роботі відсутня інформація про форму та габаритні розміри виготовлених зразків (за виключенням експериментальних сопел)?

8. Також в тексті роботи помічено ряд друкарських помилок (с. 20 табл. 1.2; повтори двох абзаців на с. 37-38 та 35-36), неточностей (с. 19 1 абзац; аббревіатури YSZ та EDX відсутні у списку скорочень, рис. 4.6 с. 89) та невдало побудовані фрази (с. 16 останній абзац; с. 33 передостанній абзац; с. 55 перший абзац).

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 складів і технології одержання на основі нанопорошку ZrO_2 керамічних і композиційних матеріалів із покращеними фізико-механічними характеристиками для виготовлення виробів 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, висновків та рекомендацій щодо використання розробок, новизну та практичну цінність результатів досліджень, 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 присудження наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю 161 – Хімічна технологія та інженерія.

Офіційний опонент

Професор кафедри охорони праці та безпеки
життєдіяльності ХНУМГ імені О.М. Бекетова,
доктор технічних наук, професор

Сергій ЛОГВІНКОВ

