

Голові разової спеціалізованої вченої ради
Інституту монокристалів
Національної академії наук України
докторці технічних наук, старшій дослідниці,
старшій науковій співробітниці
відділу нелінійно-оптичних кристалів
Інституту монокристалів
Національної академії наук України
Безкровній Ользі Миколаївні

РЕЦЕНЗІЯ

офіційного рецензента **Долженкової Олени Федорівни**,
докторки технічних наук, старшої дослідниці, старшої наукової співробітниці
відділу нелінійно-оптичних кристалів
Інституту монокристалів НАН України

на дисертаційну роботу **Черноморець Дарії Григорівни**
на тему

« Процеси формування мікроструктури, фазового складу та оптичних властивостей ІЧ-прозорої кераміки Y_2O_3 » ,
подану на здобуття ступеня доктора філософії
в галузі знань 13 «Механічна інженерія»
за спеціальністю 132 «Матеріалознавство»

Дисертація присвячена дослідженню процесу отримання ІЧ-прозорої кераміки Y_2O_3 та закономірностей формування її мікроструктури, фазового складу, оптичних та механічних властивостей. Кераміка оксиду ітрію знаходить застосування в якості вікон технологічних апаратів, що працюють в агресивних умовах експлуатації. Створення прозорої кераміки на основі Y_2O_3 є складною технологічною задачею, рішення якої вимагає оптимізації фізико-технічних параметрів процесу на кожному етапі. Використання порошку оптимізованого гранулометричного складу з оптимальної концентрацією домішки ZrO_2 дозволяє отримати ІЧ-прозору кераміку Y_2O_3 методом реакційного вакуумного спікання за відносно низької температури. Використання методів сухого пресування не дозволяє отримувати однорідні компакти з нанопорошків, тому для досягнення однорідності використовують колоїдні (мокрі) методи формування. Колоїдні методи дозволяють формувати однорідні високощільні компакти складної геометрії, що розширює можливі сфери використання кераміки. Таким чином,

комплексний підхід до синтезу ІЧ прозорої кераміки Y_2O_3 , є **актуальною науково-технічною задачею.**

Дисертаційна робота виконувалась в рамках відомчої тематики Відділення матеріалознавства НАН України «Розробка нового покоління лазерної кераміки YAG:Nd для потужних лазерних джерел спеціального призначення» (шифр «Масштаб») (2020-2021 рр., номер держреєстрації 0120U101755); «Розвиток технології поверхнево активованого дифузійного зварювання для створення оптичних елементів складної архітектури з кераміки і кристалів тугоплавких сполук» (шифр «Масштаб-2») (2022-2024 рр., номер держреєстрації 0122U001500); гранту JECS Trust Mobility “Process optimization of the production of transparent Y_2O_3 from commercially available powders” (Contract No. 2021293, 2022 p.).

Дисертантка використовувала різноманітні методи дослідження. Синтез порошків Y_2O_3 здійснювали методом вискоенергетичного помелу. Компактування зразків проводилося методами одновісного пресування, холодного ізостатичного пресування, шлікерного лиття і 3D друку (робокастинг). Прозору кераміку оксиду ітрію отримували методом реакційного вакуумного спікання. Структурно-морфологічні властивості нанопорошків та структурно-фазовий стан кераміки визначали методами електронної мікроскопії з високою роздільною здатністю, динамічного розсіювання світла (DLS) та рентгенофазового аналізу. Стабільність шлікерів та їх реологічні властивості досліджували методом віскозиметрії. Оптичні властивості кераміки Y_2O_3 визначали методами спектрофотометрії, механічні - методом індентування.

Використання комплексу сучасних взаємодоповнюючих методів досліджень та високоточного обладнання дозволило здобувачці отримати **достовірні результати, які відтворюються та добре узгоджуються з літературними даними, і сформулювати наукову новизну та їх практичне значення.**

Наукова новизна отриманих результатів не викликає сумнівів і базується на ґрунтовних та детальних дослідженнях. Найбільш вагомими науковими

здобутками є такі:

1. Визначено структурно-морфологічні характеристики нанопорошків Y_2O_3 , придатних для отримання високощільної прозорої кераміки методом вакуумного спікання за відносно низької температури ($1735^\circ C$). Значення оптичного пропускання отриманої кераміки товщиною 2 мм складає $\sim 80\%$ на довжині хвилі 5 мкм.

2. Досліджено вплив концентрації модифікатора спікання ZrO_2 (0-15 мол.%) на структурно-фазовий стан, фізико-механічні й оптичні властивості кераміки Y_2O_3 , отриманої методом реакційного вакуумного спікання при $T=1735^\circ C$. Показано, що в досліджуваному діапазоні концентрацій ZrO_2 відбувається формування твердих розчинів заміщення $Y_2O_3:Zr$. Встановлено, що параметр ґратки монофазного твердого розчину заміщення $Y_2O_3:Zr$ (0-15 мол.%) знижується з концентрацією легуючої домішки внаслідок формування точкових дефектів, що компенсуються вакансіями ітрію.

3. Досліджено вплив концентрації ZrO_2 на структурні та механічні властивості прозорої кераміки $Y_2O_3:Zr$. Встановлено, що підвищення концентрації ZrO_2 суттєво не впливає на структурно-фазовий стан кераміки, проте сприяє збільшенню значень мікротвердості від 8,3 до 10,3 ГПа для кераміки Y_2O_3 , допованої 3 мол.% ZrO_2 та 15 мол.%, відповідно.

4. Оптимізовано склад водних шлікерів на основі нанорозмірного порошку Y_2O_3 для формування ІЧ-прозорої кераміки складної геометрії методом шлікерного лиття з використанням нанорозмірних порошків (1,5 мас.% Dolapix SE64, 30 мас.% твердої речовини), які проявляють властивості ньютонівської рідини.

5. Вперше методом 3D друку водних суспензій нанопорошку з наступним вакуумним спіканням отримано ІЧ-прозору кераміку Y_2O_3 ($T=43\%$ при 3-5 мкм). Встановлено оптимальний склад пасти для друку, який становить 78/1,5/8/5 мас.% твердої речовини, Dolapix SE64, Pluronic F127 та етиленгліколю, відповідно.

Отримані результати є **практично корисними** для застосування у

інфрачервоній оптиці та у наукових дослідженнях пов'язаних з отриманням ІЧ прозорих керамік.

Основні наукові положення та висновки, сформульовані у дисертаційній роботі, мають належний ступінь апробації. Вони опубліковані у 9 наукових публікаціях, з них: 4 статті у фахових наукових виданнях включених до міжнародних наукометричних баз (3 статті (Q1,Q2) та 5 тез доповідей на міжнародних наукових конференціях.

Дисертація складається з вступу, п'яти розділів, висновків, списку літературних джерел та 3 додатків. Загальний об'єм роботи складає 149 сторінок, містить 58 рисунків, 5 таблиць, 123 посилання на літературні джерела.

Стиль викладення матеріалу дисертаційної роботи відповідає прийнятим у науковій літературі нормам.

Дискусійні положення та зауваження до дисертації

1. Формулювання пунктів наукової новизни повинне бути більш стислим.

2. На с. 51 авторка зазначає, що в кристалічній структурі Y_2O_3 є дві катіонні позиції $24d$ і $8b$. Треба було навести рисунок кристалічної ґратки Y_2O_3 , де були би показані ці дві позиції іттрію.

3. На с. 91 та с. 99 здобувачка стверджує, що “мікротвердість досліджуваної кераміки залежить лише від її хімічного складу, а не від структурних характеристик, тобто ефект Холла-Петча не спостерігається.” Але це дуже категоричне ствердження. Треба було зазначити “мікротвердість досліджуваної кераміки залежить переважно від її хімічного складу, а не від структурних характеристик.”

4. На с. 60 при опису методики вимірювання мікротвердості не вказано, як визначали помилку вимірювання (середнє квадратичне відхилення або standard deviation).

5. Зауваження щодо оформлення рисунків. На деяких рисунках підписи та позначки дуже малі, що ускладнює сприйняття інформації. Це такі рисунки:

1.3, 1.13, 1.14, 3.1, 3.4, 3.5, 4.5, 4.12, 5.9, 5.10, 5.11, 5.13, 5.14, 5.15, 5.17. На риунках 4.3, 4.13 та 5.1 позначки, навпаки, непропорційно великі.

Однак, наведені зауваження та рекомендації не впливають на загальне позитивне враження від роботи, яка виконана на високому науковому рівні.

Загальний висновок та оцінка дисертації

Дисертаційна робота **Черноморець Дарії Григорівни** на тему «Процеси формування мікроструктури, фазового складу та оптичних властивостей ІЧ-прозорої кераміки Y_2O_3 » є закінченим науковим дослідженням, що повністю відповідає паспорту спеціальності 132 «Матеріалознавство». Вважаю, що за актуальністю, науковою новизною та практичною цінністю дисертаційна робота повністю відповідає вимогам чинного законодавства України, що передбачені в п. 6 - 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 Кабінету Міністрів України від 12 січня 2022 р. № 44. Здобувачка **Черноморець Дарія Григорівна** заслуговує на присудження ступеня доктора філософії в галузі знань 13 «Механічна інженерія» за спеціальністю 132 «Матеріалознавство».

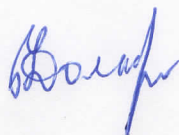
Офіційний рецензент:

докторка технічних наук, старша дослідниця,
старша наукова співробітниця

відділу нелінійно-оптичних кристалів

Інституту монокристалів

Національної академії наук України



Олена ДОЛЖЕНКОВА

Підпис Долженкової О.Ф. засвідчую

В.о. ученого секретаря

Інституту монокристалів

Національної академії наук України



Олексій КАПУСТНИК