

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ  
ІНСТИТУТ ПРОБЛЕМ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА ім. І.М. Францевича

**ВДОВИЧЕНКО ОЛЕКСАНДР ВАСИЛЬОВИЧ**

УДК 620.22:620.179:539.21

**ІДЕНТИФІКАЦІЯ МЕЗОСТРУКТУРИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ВЛАСТВОСТЕЙ  
ПОРОШКОВИХ І КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ  
МЕТОДАМИ АКУСТИЧНОЇ СПЕКТРОСКОПІЇ**

Спеціальність 05.02.01 – матеріалознавство  
Технічні науки (13 Механічна інженерія)

**АВТОРЕФЕРАТ**

дисертації на здобуття наукового ступеня  
доктора технічних наук

Київ – 2020

Дисертацією є рукопис

Робота виконана в Інституті проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича  
Національної Академії Наук України

**Науковий консультант**

академік НАН України, доктор технічних наук, професор

**Скороход Валерій Володимирович**

Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України

**Офіційні опоненти:** член-кореспондент НАН України

доктор технічних наук, професор

**Скальський Валентин Романович**

заступник директора, провідний науковий співробітник

відділу акустичних методів технічної діагностики

Фізико-механічного інституту ім. Г.В. Карпенка

НАН України, м. Львів

доктор технічних наук, старший науковий співробітник

**Лещук Олександр Олександрович**

завідувач відділу фізико-механічних досліджень та

нанотестування матеріалів

Інституту надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля

НАН України, м. Київ

доктор технічних наук, професор

**Сизоненко Ольга Миколаївна**

головний науковий співробітник,

в.о. завідувача відділу імпульсної обробки дисперсних систем

Інституту імпульсних процесів і технологій

НАН України, м. Миколаїв

Захист відбудеться “\_\_\_\_\_” \_\_\_\_\_ 2020 р. о \_\_\_\_\_ на засіданні спеціалізованої  
вченої ради Д 26.207.03 в Інституті проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича  
НАН України за адресою 03680, м. Київ-142, вул. Кржижановського, 3

З дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці Інституту проблем  
матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України.

Автореферат розісланий “\_\_\_\_\_” \_\_\_\_\_ 2020 р.

Вчений секретар

спеціалізованої вченої ради Д 26.207.03

кандидат технічних наук

О.В. Хоменко

## ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

**Актуальність теми.** Створення нових матеріалів з прогнозованими характеристиками, що дозволяють підвищити надійність та подовжити ресурс машин і механізмів в енергетичній, нафтохімічній та авіакосмічній галузях, а також виробів біомедичного призначення є актуальною проблемою сучасного матеріалознавства. В рамках цієї проблеми постають завдання ідентифікації особливостей структури та їх впливу на формування властивостей матеріалів під час виготовлення, а також контролю накопичення пошкоджень в процесі експлуатації готових виробів в умовах агресивних середовищ і термосилових навантажень.

Для порошкових (ПМ) і композиційних матеріалів (КМ) властиві специфічні особливості структури, зумовлені самим способом виготовлення: об'ємні пори, неповністю сформовані контакти між частинками порошку та поверхні розділу між фазами, які утворюють мезоструктуру матеріалів і істотно впливають на експлуатаційні характеристики. Передумовою створення нових ПМ і КМ із заданими властивостями є поглиблене розуміння процесів формування структури на різних ієрархічних рівнях, зокрема еволюції згаданих елементів мезоструктури різних типів. Визначний внесок у розвиток уявлень про формування структури матеріалів з порошків в процесі виготовлення зробили М. Ю. Бальшин, І. М. Федорченко, В. В. Скороход, А. Г. Косторнов, Р. А. Андрієвський, М. С. Ковальченко, М. Б. Штерн, Ю. М. Подрезов, М. F. Ashby, M. Šlesár, R. German. Ще більшої актуальності проблема ідентифікації елементів мезоструктури набуває в процесі створення нових матеріалів за новими технологіями (3D-принтинг, гвинтова екструзія, гаряче ізостатичне пресування, електро-, мікрохвильове та лазерне селективне спікання тощо), коли хімічні і фізичні процеси структуроутворення відрізняються від традиційних і відомі моделі не надають вичерпної інформації про часову і просторову еволюцію структури.

В роботах В. В. Скорохода, З. Т. Назарчука, В. Р. Скальського, Г. Р. Фрідмана, Ю. Г. Безимянного, E. Papadakis, R. Haynes були розвинуті ефективні методи контролю ПМ за швидкістю та згасанням ультразвукових хвиль. Проте існуючі методи не надають можливості розрізнити тип елементу мезоструктури: об'ємна пора чи неповністю сформований контакт або тріщина. Це особливо важливо, коли пористість забезпечує функціональні властивості виробів (імплантатів, фільтрів, каталізаторів, теплових труб та ін.), а наявність недосконалих внутрішніх меж неприпустима через підвищену ймовірність руйнування. Крім того, оптимізація термосилових параметрів і часу консолідації дозволяє заощади енергію і водночас покращити характеристики міцності і тріщиностійкості внаслідок запобігання рекристалізації. Отже, завдання створення методології ідентифікації структури ПМ і КМ новими акустичними методами з метою забезпечення створення виробів з заданими фізико-механічними властивостями є актуальним.

**Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.** Дисертація є узагальненням наукових результатів, отриманих автором під час виконання науково-дослідних тем відповідно до плану науково-дослідних робіт Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України, де автор був відповідальним виконавцем: 1.6.2.8-99 "Розробка нового покоління пористих композитів з характеристиками макроструктури, що регулюються та підвищеною

жорсткістю і дослідження їх структури, фізико-механічних та акустичних властивостей” (№ держреєстрації 0199U003803); 1.6.2.17-04 “Дослідження закономірностей акустичного відображення елементів структури, дефектності і фізико-механічних властивостей композиційних та пористих матеріалів із складною структурою на різних ієрархічних рівнях” (№ держреєстрації 0104U006141); III-4-05 “Оптимізація технології інжекційного пресування, спікання в присутності електромагнітних полів та деформаційної обробки порошкових матеріалів шляхом застосування континуальних моделей консолідації та формоутворення” (№ держреєстрації 0105U003542); M/194-06 “Здатність до демпфування напруги високопористими керамічними матеріалами та керам-органічними композитами на їх основі” (№ держреєстрації 0106U008078); III-15-07 “Дослідження нелінійних ефектів при формуванні полів пружних хвиль та можливостей їх практичного використання для моделювання властивостей та акустодіагностики спечених металевих і композиційних матеріалів” (№ держреєстрації 0107U000039); НЧ/430-07 “Розроблення рекомендацій по визначенню граничного ресурсу експлуатації вузлів теплоенергетичного обладнання за допомогою комплексної методики неруйнівного контролю” (№ держреєстрації 0107U006995); III-11-08 “Мультимасштабне моделювання процесів консолідації дисперсних систем та керування структурою керамічних, металевих та композиційних матеріалів з метою контролю зародження дефектів та запобігання їх розвитку” (№ держреєстрації 0108U001224); III-09-10 “Дослідження закономірностей формування полів пружних хвиль на елементах структури гетерогенних середовищ та можливостей їхнього використання для визначення та підвищення експлуатаційних характеристик порошкових і композиційних матеріалів” (№ держреєстрації 0110U002405); III-12-11 “Дослідження закономірностей деформації та руйнування титанових сплавів, схильних до мартенситних перетворень” (№ держреєстрації 0111U002405); III-11-13 «Розробка фізично обґрунтованих методів визначення характеристик пружності багатофазних порошкових матеріалів з урахуванням властивостей вихідних компонентів, технології виготовлення та особливостей експлуатації» (№ держреєстрації 1113U002182).

**Мета дослідження:** Розробка наукових підвалин методології ідентифікації особливостей структури та визначення властивостей порошкових, композиційних та пошкоджених матеріалів, що ґрунтується на використанні динамічного відгуку на збурення пружних коливань.

**Завдання дослідження:**

1. На підставі експериментальних досліджень визначити наявність елементів структури різного типу, які виникають під час отримання порошкових та композиційних матеріалів, а також встановити їхній зв'язок із особливостями технологій одержання виробів.

2. Вивчити реакцію порошкових, композиційних та пошкоджених матеріалів на малі механічні збурення, зокрема, виникнення в них акустичних коливань і сформулювати узагальнену механічну модель даного процесу, чутливу до наявності елементів структури різного типу.

3. Сформулювати методологію, що дає можливість розрізнити внесок пор та площинних недосконалостей у формування механічного відгуку на макроскопічному рівні, використавши задля цієї мети уявлення про нелінійно пружні та різноопірні матеріали.

4. Розробити нові принципи дослідження будови матеріалів різних класів, які ґрунтуються на уявленнях про структурну чутливість акустичних властивостей матеріалів в умовах резонансу і дозволяють ідентифікувати особливості структури та контролювати їхню еволюцію в процесі виготовлення і експлуатації.

5. Шляхом застосування розвинутих методів визначити характер та вміст дефектів що утворюються після тривалої експлуатації сталей 20 та 12Х1МФ в енергетичному обладнанні з метою запобігання їх розвитку та подовження ресурсу експлуатації.

**Об'єкт дослідження** – явища взаємодії акустичних хвиль з елементами структури матеріалів в умовах резонансу.

**Предмет дослідження** – особливості відгуку порошкових, композиційних та пошкоджених матеріалів на акустичне збурення в резонансному режимі в амплітудно-часовій, амплітудно-частотній та частотно-часовій областях.

**Методи дослідження.** Характеристики пружності і здатності до демпфування визначали методами резонансної ультразвукової спектроскопії, використовуючи керовані комп'ютером цифровий генератор PCG10-8016 та цифровий прилад PCS500 (Velleman) з функціями осцилоскопа та аналізатора спектру, а також вібродинамічний стенд ВЭДС-200 з комплектом стандартної апаратури. Залежності модуля Юнга та декременту коливань від температури проводили методом динамічного механічного аналізу за допомогою аналізатора DMA 242 (NETZSCH). Зразки для досліджень виготовляли за традиційними порошковими або ливарними технологіями. Структуру матеріалів і поверхні зламу досліджували методами оптичної та електронної мікроскопії. Рентгеноструктурний аналіз виконували з використанням рентгенівського дифрактометра ДРОН 3М. Комп'ютерне моделювання пружності матеріалів проводили в програмних середовищах Mathematica та MATLAB.

### **Наукова новизна одержаних результатів**

1. Вперше запропонована методологія розрізнення об'ємних (пори) і площинних (неповністю сформовані контакти між частинками або тріщини) особливостей мезоструктури на підставі аналізу акустичних коливань в умовах резонансу. Наведена методологія ґрунтується на уявленнях про нелінійно-пружну поведінку порошкових, композиційних та пошкоджених матеріалів.

2. Експериментально встановлено, що особливості акустичного відгуку – відхилення характеру пружних коливань від гармонійних в часовій області, амплітудна залежність резонансних частот та втрата симетрії резонансних кривих в частотній області – є універсальними для керамічних, металевих і композиційних матеріалів і обумовлені станом контактів між частинками. Об'ємні пори впливають лише на значення лінійних характеристик пружності.

3. Вперше доведено, що ефективний відгук порошкових та пошкоджених матеріалів обумовлюється різним їх опором стиску та розтягу, кількісно пов'язаним з вмістом площинних особливостей мезоструктури матеріалів, сформованих в процесі виготовлення чи набутих під час експлуатації.

4. Вперше отримано комплекс експериментальних даних про динамічну пружність і здатність до демпфування спечених порошкових Fe, Ti,  $Al_2O_3$ , та одержаних екструзією КМ «алюмінієві сплави/SiC» в залежності від характеристик внутрішньої будови та технології. Встановлено, що в ПМ з неповністю сформованими контактами між частинками ефективні характеристики пружності не є константами матеріалу, а змінюються в залежності від амплітуди і тривалості циклічного деформування, та виявлено закономірності цих змін.

5. Встановлено домінуючу роль стану сформованих в процесі спікання контактів в розсіюванні енергії коливань пористими ПМ: здатність до демпфування спеченого Ti зростає зі збільшенням пористості лише за наявності неповністю сформованих контактів, натомість у повністю консолідованих ПМ вона не залежить від пористості і відповідає такій литого Ti.

6. Вперше виявлено сильні нелінійні акустичні ефекти (асиметричність резонансної кривої, залежність частоти резонансу від напрямку зміни частоти збурення) під час коливань однофазного  $Ti_3Sn$  та встановлено експоненціальну повністю оборотну залежність резонансної частоти від амплітуди коливань та залежність внутрішнього тертя від частоти коливань.

**Достовірність і обґрунтованість результатів, положень та висновків** забезпечується точністю використаних засобів вимірювання, великим обсягом одержаних результатів та коректністю математичних методів їх опрацювання, застосуванням сучасних методів комп'ютерного моделювання.

**Практичне значення одержаних результатів.** Створено нові науково-практичні принципи ідентифікації структури ПМ і КМ, які можуть бути використані для розробки нових та оптимізації існуючих технологій виготовлення та для неруйнівного контролю виробів в процесі експлуатації.

Відповідно до сформульованої концепції розроблено способи визначення пружності і дефектності, захищені 5 патентами України на винахід, які можуть бути використані для одержання якісно нової інформації про еволюцію структури і властивостей матеріалів під час виготовлення та експлуатації виробів.

Результати досліджень були використані на Казенному заводі порошкової металургії, м. Бровари (Україна) і дозволили підвищити достовірність контролю під час виготовлення виробів із спечених матеріалів, і таким чином покращити їхні кінцеві експлуатаційні характеристики.

Розроблена «Методика визначення дефектності матеріалу деталей магістральних газопроводів з використанням методу механічної резонансної спектроскопії» була прийнята в експлуатацію в Управлінні магістральних газопроводів «Львівтрансгаз» компанії «Укртрансгаз» НАК «Нафтогаз України», що підтверджується відповідним актом.

**Особистий внесок здобувача.** Формулювання мети, обґрунтування та постановка завдань досліджень, розробка методології і основних підходів до поставленої проблеми, аналіз отриманих результатів та встановлення закономірних

залежностей між структурою та властивостями матеріалів, всі узагальнюючі положення й висновки дисертаційної роботи виконані автором особисто. Автор з глибокою вдячністю згадує наукового консультанта роботи академіка НАН України В. В. Скорохода, який висловлював загальні рекомендації з постановки досліджень, брав участь в обговоренні результатів і виявляв постійну увагу до цієї роботи. Експериментальні результати акустичних вимірювань, наведені в роботі, були одержані безпосередньо автором або за участю автора, матеріал дисертації не містить ідей і розробок, які належать співавторам. Зразки для досліджень були вготовлені автором особисто та за участю співавторів Н.Д. Пінчук, В.А. Назаренка, В.С. Воропаєва, М.В. Буланової. Характеристики міцності отримані за участю Я.І. Євича та О.М. Іванової, дослідження мікроструктури та рентгеноструктурні дослідження виконані за участю Г.С. Олейник та О.І. Бикова. Модель пружної поведінки порошкового матеріалу розроблена разом з М.Б. Штерном, комп'ютерне моделювання проведено за участі А.В. Кузьмова та О.Г. Кіркової. Результати спільних робіт були використані в кандидатських дисертаціях В.А. Назаренка, Ю.В. Фартушної, Я.І. Євича, О.М. Іванової.

**Апробація результатів дисертації.** Основні результати і положення дисертаційної роботи доповідалися й обговорювалися на науково-технічних конференціях, у тому числі: International Conference “Advanced Ceramics for Third Millennium”, Kyiv, 2001; NATO Advanced Research Workshop “Nanostructured Materials and Coatings for Biomedical and Sensor Application” Kyiv, Ukraine, 2002; Міжнародній конференції “Новейшие технологии в порошковой металлургии и керамике”, Київ, 2003; XX науковому семінарі “Атомная структура и свойства тугоплавких соединений, сплавов и наносистем и их роль в физическом материаловедении”, Київ, 2004; III, IV, V International Conference “Materials and Coatings for Extreme Performance”, Katsiveli, 2004, Zhukovka, 2006, 2008; International Conference “New Ceramic and Composite Materials – Technologies, Testing Methods and Applications”, Konstancin, Poland, 2005; International Conference “Modern Materials Science: Achievements and Problems”, Kyiv, 2005; I Всеукраїнській науково-практичній конференції “Методи та засоби неруйнівного контролю промислового обладнання”, Івано-Франківськ, 2006; I, III, IV Міжнародних конференціях “Теоретичні і експериментальні дослідження в технологіях сучасного матеріалознавства і машинобудування”, Луцьк, 2007, 2011, 2013; VII Міжнародній науковій школі-семінарі “Импульсные процессы в механике сплошных сред”, Миколаїв, 2007; 10<sup>th</sup> International Conference E-MRS “Modern Technologies of Ceramic Materials and Their Investigation”, Konstancin, Poland, 2007; Міжнародній конференції “HighMatTech – 2007”, Київ, 2007, E-MRS Fall Meeting, Warsaw, Poland, 2008; 11<sup>th</sup> International Conference E-MRS “Composite and Ceramic Materials – Technology, Applications and Testing”, Konstancin, Poland, 2009; XI International Conference on Crystal Chemistry of Intermetallic Compounds, Lviv, Ukraine, 2010; Міжнародній конференції “Порошковая металлургия: ее сегодня и завтра”, Київ, 2012; XI, XII Міжнародних науково-технічних конференціях “Приладобудування: стан і перспективи”, Київ, 2012, 2013; II Всеукраїнській науково-технічній конференції “Актуальні проблеми автоматики та приладобудування”, Харків, 2015, International Research Conference “Nanotechnology and Nanomaterials” (NANO-2018), Kyiv, 2018.

**Публікації.** Результати дисертаційної роботи опубліковані в **54 наукових працях**, із них **35** статей в наукових фахових виданнях України та інших держав, з яких **14** індексуються міжнародними наукометричними базами даних (SCOPUS, Web of Science, Thomas Reuters, Google Scholar та ін.), **5 патентів** України на винахід, та **14 публікацій за матеріалами доповідей** на міжнародних наукових конференціях. Особистий індекс цитованості Хірша (*h-index*) автора становить 7.

**Структура і обсяг роботи.** Дисертаційна робота складається з анотації, вступу, шести розділів, висновків, списку використаних джерел на 507 найменувань і 7 додатків. Обсяг роботи становить 360 сторінок, що включають 116 рисунків й 17 таблиць.

## ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У **вступі** розкрито суть і стан наукової проблеми, обґрунтовано актуальність розробки наукових підвалин нової методології ідентифікації мезодефектів та визначення властивостей порошкових, композиційних та пошкоджених матеріалів, сформульовано мету і завдання досліджень, окреслено наукову новизну і практичну цінність отриманих результатів, наведено відомості про особистий внесок автора й апробацію основних результатів роботи.

У **першому розділі** проаналізовано сучасний стан проблеми створення матеріалів з прогнозованими властивостями з використанням моніторингу як складової керування процесами структурних та фазових перетворень, стан теоретичних та експериментальних досліджень впливу елементів мезоструктури матеріалів, що виробляються за порошковими технологіями, на пружність та інші механічні характеристики, та аналіз можливостей існуючих методів контролю для ідентифікації виду цих дефектів. Одними з найбільш поширених в практиці контролю процесів структуроутворення ПМ та КМ та еволюції таких властивих їм елементів мезоструктури, як пори і недосконалі в механічному сенсі контакти між частинками порошку і фазами, є акустичні методи. Була сформульована велика кількість емпіричних, напівемпіричних і теоретичних залежностей ефективних характеристик пружності, які є коефіцієнтами в визначальних рівняннях, від **пористості**, яку вважали першорядним чинником впливу на властивості матеріалу (М.Ю. Бальшин, В.В. Скороход, С. Bert, J. Mackenzie), а також моделей, в яких враховують певну **форму пор** (R. Hill, T. Wu, М. Качанов), густину **тріщин** (J. Bristov, М. Качанов, I. Sevostianov) і спільний внесок цих факторів. Для врахування впливу **пор складної морфології** і порового простору складної топології застосовували числове моделювання методами скінченних або дискретних елементів (A. Roberts, D. Jauffrès). Проте, оскільки кількість факторів впливу перевищує кількість незалежних модулів пружності ізотропного тіла, акустичні методи, які ґрунтуються на припущенні лінійності всіх визначальних рівнянь і, відповідно, справедливості закону Гука в його класичному тлумаченні, не дають змоги розрізнити об'ємні (пори) і площинні (недосконалі контакти або тріщини) елементи мезоструктури.

Істотно нелінійну гістерезисну пружну поведінку в квазістатичному та акустичному експериментах демонструють гірські породи та будівельні матеріали (P. Johnson, Л.А. Островський), наноламінати з великим відношенням параметрів кристалічної ґратки  $c/a$  (M. Barsoum). У пористих порошкових металів (В. Феденко,



G. He) та деяких технічних керамік (R. Musalek, G. Bruno) нещодавно виявлена асиметрія кривої напруження-деформація в умовах розтягу і стиску, і, методом заломлення рентгенівських променів, встановлена можливість змикання тріщин під дією локального стиску (B. Müller).

Дефекти структури є причиною таких нелінійних акустичних явищ, як генерування компоненти статичного переміщення та вищих гармонік, генерування субгармонік або бічних смуг внаслідок модуляції хвилі, зсув резонансної частоти, нелінійне згасання і ефекти повільної динаміки. Ефект генерування вищих гармонік біжучої хвилі є чутливим до пошкоджень конструкційних матеріалів внаслідок удару, механічної втоми, повзучості, холодної обробки тиском і пояснюють його головним чином на основі дислокаційних механізмів. Можливими джерелами нелінійних явищ на мезоскопічному рівні вважають нелінійне деформування контактів типу Герца між частинками порошку, змикання - розмикання дефектів, тертя та адгезію на вільних поверхнях, а також асиметрію процесів руйнування та відновлення когезійних зв'язків. Однак, практично не дослідженими залишався вплив параметрів структури ПМ і КМ, залежних від технологічних факторів, на згадані нелінійні акустичні явища і можливість їх використання для моніторингу процесів створення матеріалів. Дослідження процесів консолідації ПМ на початкових її стадіях методом біжучої хвилі ускладнене сильним згасанням вищих гармонік, тому визнано доцільним розробити резонансні методи досліджень, коли амплітуди коливань є на порядки більшими, що полегшує аналіз результатів і підвищує його достовірність. На основі проведеного аналізу стану проблеми було визначено мету і завдання дисертаційної роботи та обрано об'єкти дослідження.

У **другому розділі** викладена загальна методика ідентифікації елементів мезоструктури, які еволюціонують в процесі виготовлення, що полягає в:

- створенні, за рахунок зміни фракційного складу вихідних порошків і параметрів порошкових технологій, матеріалів з різною структурою, пористістю та різним станом контактів між частинками;
- експериментальному виявленні особливостей акустичного відгуку цих матеріалів, які, зокрема, свідчать про відхилення механічної поведінки від закону Гука під час пружного деформування, і кількісному їх описі;
- встановленні закономірних зв'язків між результатами структурних та акустичних досліджень;
- розробленні теоретичних та розрахункових моделей впливу дефектів певного типу на акустичний відгук матеріалів.

Для досліджень були виготовлені матеріали з різною внутрішньою будовою та фізико-механічними властивостями:

1) спечені за різних температур з порошку кераміки  $Al_2O_3$ , а також КМ біогенний гідроксиапатит (ГАп) – склофаза, яким за кімнатної температури властиві крихкий механізм руйнування, низький рівень розсіювання енергії та елементи мезоструктури переважно у вигляді пор та тріщин;

2) спечені за різних температур з порошків Fe та Ti, яким у не спеченому стані властиві високий рівень розсіювання енергії та елементи мезоструктури у вигляді пор і недосконалих контактів між частинками, а також одержані екструзією порошку сплаву Al-6Cu-0,4Mn;

3) КМ, одержані екструзією сумішей порошоків алюмінієвих сплавів та кераміки (SiC), яким властивий середній рівень розсіювання енергії та елементи структури у вигляді недосконалих контактів між частинками порошоків метал – метал, кераміка – кераміка та метал – кераміка;

4) литі матеріали з високою здатністю до демпфування мартенситного класу  $Ti_3Sn$  та сталі 20 та 12Х1МФ, структура яких піддалася змінам внаслідок дії експлуатаційних факторів.

За базові були обрані резонансні методи, коли довжина акустичної хвилі має порядок довжини зразка і є істотно більшою за розміри елементів структури. Визначення характеристик пружності з використанням зразків стрижневої форми проводили в діапазоні частот від сотень герц до ста кілогерц. Для проведення резонансної ультразвукової спектроскопії коротких зразків була розроблена обчислювальна програма розв'язку наближеним методом Релея – Рітца **прямої задачі** визначення спектру резонансних частот за відомими геометричними розмірами, густиною і сталими пружності, та **оберненої задачі** визначення характеристик пружності за вимірним резонансним спектром зразка шляхом відшукування мінімуму функції відхилень виміряного і обчислених резонансних спектрів за методом Левнеберга – Марквардта. Тестування програми на зразках монокристалів KBr і аморфного поліметилметакрилату з відомими сталими пружності показало задовільну точність обчислень.

Кількісну оцінку відхилення пружної поведінки матеріалів від закону Гука в частотній області проводили методом швидкого перетворення Фур'є. Зважаючи на велике згасання хвилі в неповністю спечених пористих ПМ, був розроблений спосіб, за яким механічні коливання збурювали в околі однієї з резонансних частот зразка, а збільшення амплітуди коливань зразка за незмінної амплітуди сигналу збурення досягали наближенням його частоти до частоти резонансу. Усі акустичні вмірювання, за винятком ДМА, були проведені за кімнатної температури. Для аналізу форми коливань в часовій та частотно-часовій областях були розроблені програми в середовищі MATLAB.

У **третьому розділі** наведені результати експериментальних досліджень впливу мезоструктури на характеристик акустичних коливань керамічних матеріалів ГАп-склофаза та  $Al_2O_3$ . Встановлено, що зміни швидкості звуку і модуля пружності КМ на основі ГАп обумовлені не лише пористістю, але й іншими факторами, ідентифікувати які класичними акустичними методами не видається можливим.

Зразки  $Al_2O_3$  одержували з порошку A1000 SG (Alcoa) за такою схемою: 1) розчиняли в етанолі порошок поліетиленгліколю (ПЕГ) (Carbowax Sentery 8000, Union Carbide), який слугував зв'язкою і пороутворювачем; 2) додавали до розчину порошок кераміки і випарювали розчинник; 3) пресували суміш в закритій пресформі; 4) випалювали полімерну зв'язку; 5) спікали на повітрі впродовж 2 год. Для одержання матеріалів з різною пористістю і морфологією пор: 1) спікали пресовки з 4%(об.) ПЕГ за різних температур від 1623 до 1848 К; 2) спікали пресовки з різним вмістом ПЕГ від 2 до 24%(об.) за  $T_S=1823$  К; 3) до висушеної суміші  $Al_2O_3$  і 4% ПЕГ додавали порошок ПЕГ  $d = 200$  мкм до 16% ПЕГ і спікали за 1873 К (позначені «4+12%»).

За даними рентгеноструктурного аналізу (Рис.1), одержані матеріали були

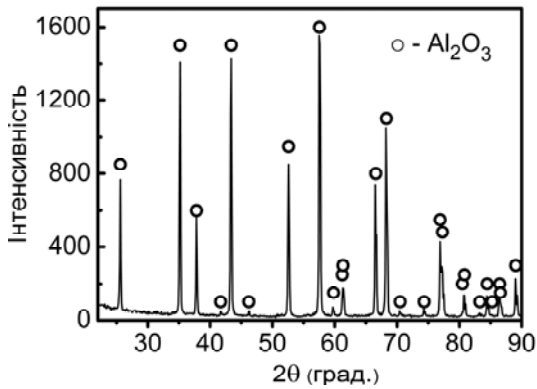


Рис.1 – Дифрактограма зразка  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $\theta = 0,3$ ,  $T_S = 1623$  К)

однофазним  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  і не містили домішок. В матеріалах, одержаних розчиненням ПЕГ пори мали неправильну форму (Рис.2, а, в), натомість матеріал « $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-4\%+12\% ПЕГ}$ » являв собою біпористу структуру, яку можна розглядати як «матрицю» « $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-4\% ПЕГ}$ » з порами розміром  $\sim 1$  мкм, в котрій розташовані майже сферичні пори діаметром близько 100 мкм (Рис.2, б).

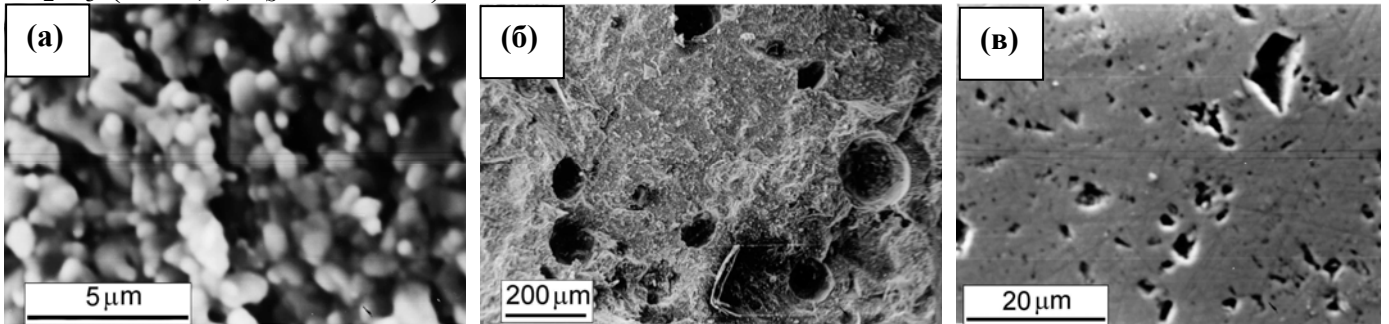


Рис.2 – Фрактограми (а, б) та мікрофотографія шліфу (в) зразків  $\text{Al}_2\text{O}_3$  спечених за  $T_S=1823$  К. Вміст ПЕГ в твердій фазі до спікання: а – 4%, б – 4+12%, в – 16% (об.)

Статистичний аналіз показав (Табл.1), що збільшення кількості розчиненого пороутворювача мало наслідком збільшення залишкової пористості, але помітно не впливало на форму пор.

Таблиця 1. Статистичні оцінки розподілу пор за коефіцієнтом видовження в матеріалах, спечених за  $T_S=1823$  К

| № | Вміст ПЕГ, % (об.) | Пористість $\theta$ |         | Середній коефіцієнт видовження $\gamma$ | Середнє квадратичне відхилення | Параметр густини тріщин $\beta$ |
|---|--------------------|---------------------|---------|---|--------------------------------|---------------------------------|
|   |                    | за ASTM             | за фото |   |                                |                                 |
| 1 | 4                  | 0,056               | 0,066   | 0,735                                   | 0,207                          | 0,086                           |
| 2 | 16                 | 0,123               | 0,082   | 0,759                                   | 0,206                          | 0,460                           |
| 3 | 4+12, матриця      | -                   | 0,036*  | 0,747                                   | 0,187                          | -                               |
|   | 4+12, загалом      | 0,106               | 0,107   | 0,85**                                  | -                              | 0,072                           |

\* Пористість «матриці», визначена за мікрофотографіями, \*\* Оцінка

Коефіцієнт видовження пор розраховували як

$$\gamma = D_p / D_{max}, \quad (1)$$

де  $D_{max}$  – максимальний лінійний розмір пори,  $D_p$  – розмір пори у напрямку, перпендикулярному до максимального.

Було встановлено, що для всіх досліджених зразків експериментально виміряні значення модуля Юнга  $E$  є меншими за такі розраховані у припущенні сферичності пор узагальненим методом самоузгодження (Mackenzie) і методом скінченних елементів на тривимірній комірці (Roberts - Garboczi), та загалом задовільно описуються моделлю матеріалу з еліпсоїдальними порами з коефіцієнтом видовження  $\gamma = 0,25$  (Рис.3). Це не відповідає вимірним характеристиками (Табл.1) і свідчить про вплив на значення  $E$  спеченого оксиду алюмінію інших чинників, найбільш ймовірно - дефектів типу тріщин, скалярний параметр густини яких

$$\beta = (1/V)\sum(l_i^3), \quad (2)$$

де  $l_i$  – радіус  $i$ -ї кругової тріщини в комірці об'ємом  $V$ , був розрахований за залежністю модуля Юнга від вмісту безладно орієнтованих дефектів (Sevostianov).

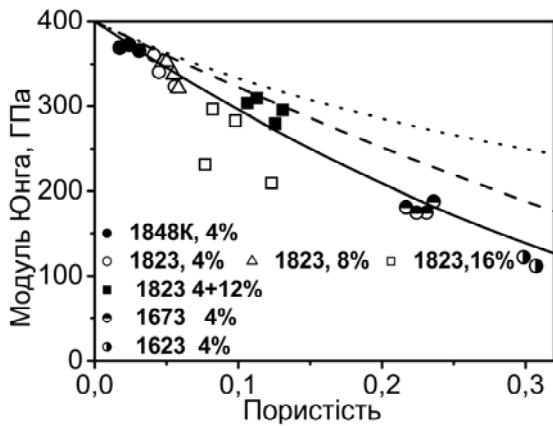


Рис.3 – Залежність модуля Юнга оксиду алюмінію від пористості: точками позначені експериментальні дані, лініями – залежності Mackenzie (· · ·), та Roberts - Garboczi для пор сферичної (- - -) і еліпсоїдальної (—) форми. Температура спікання та вміст ПЕГ в пресовках (у %, об.) позначені на полі графіка

Були експериментально виявлені такі ефекти, що свідчать про нелінійність резонансних коливань зразків пористого  $Al_2O_3$ .

1. Спотворення форми резонансної кривої і одночасне зменшення резонансної частоти  $f_r(U_{вих})$  зі збільшенням амплітуди поздовжніх коливань, пропорційної до амплітуди електричного сигналу вихідного перетворювача  $U_{вих}$  за законом

$$\frac{d}{dU_{вих}} \frac{f_r(U_{вих})}{f_0} = -C_{fU}, \quad (3)$$

де  $f_0 = f_r(0)$  - резонансна частота зразка за нульової амплітуди коливань (Рис.4),  $C_{fU} = const$ .

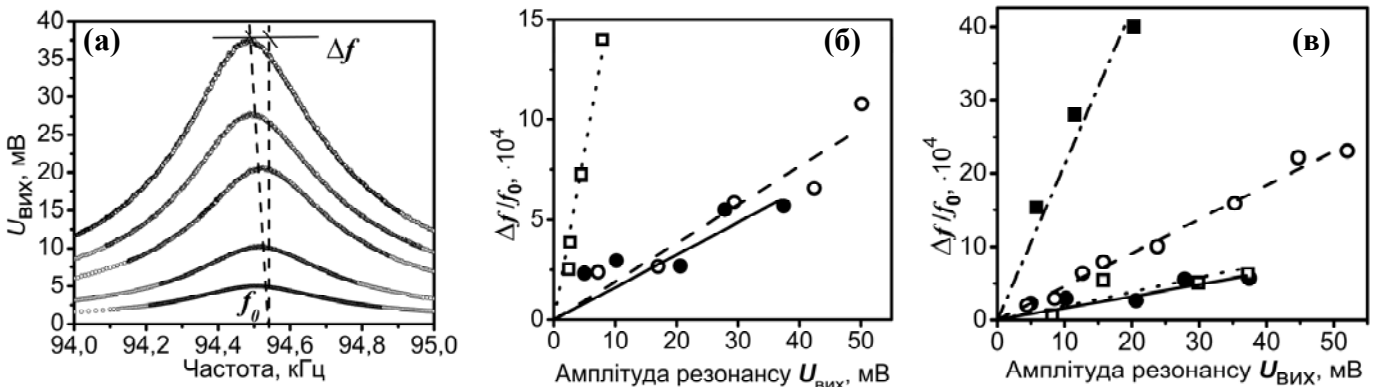


Рис.4 – Амплітудні залежності резонансної частоти коливань  $Al_2O_3$ : (а) типові резонансні криві; (б) вміст ПЕГ в пресовці 4% (об.),  $T_S$ : 1848 К (●), 1673 К (○) і 1623 К (□); (в)  $T_S=1823$  К, вміст ПЕГ: 4% (●), 8% (○), 16% (■) та 4+12% (□)

Зі зменшенням температури спікання і збільшенням вмісту розчиненого пороутворювача значення  $C_{fU}$  зростають, проте вони не залежить від пористості, але корелюють з параметром густини тріщин  $\beta$  (Рис.5) і тому  $C_{fU}$  може бути використаний як показник вмісту площинних дефектів.

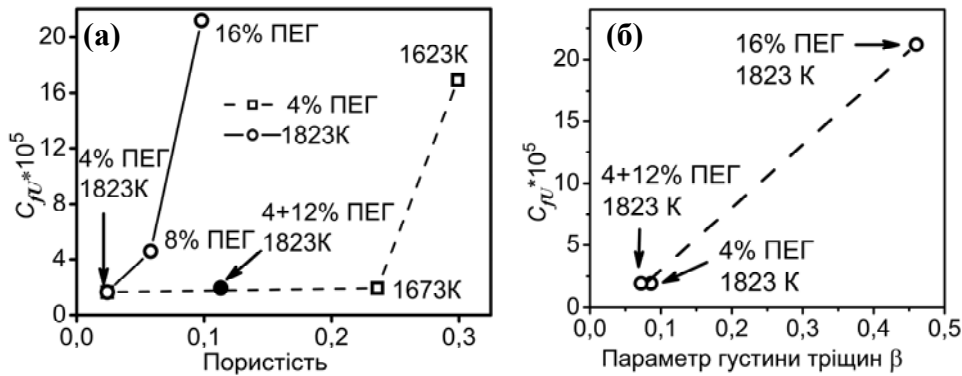


Рис.5 – Залежність коефіцієнту  $C_{fU}$   $Al_2O_3$ : від пористості  $\theta$  (а), та від вмісту тріщин  $\beta$  (б)

2. В спектрі коливань генерувались вищі гармоніки, амплітуди яких зростали зі збільшенням амплітуди коливань з частотою основного тону  $f_0$ , причому домінували гармоніки подвоєної частоти  $f_2 = 2f_0$  (Рис.6) (другі гармоніки). Встановлено, що для усіх зразків  $Al_2O_3$  зміну амплітуди другої гармоніки  $U_2$  зі зміною амплітуди основного тону  $U_1$  в частотній області можна описати диференціальним рівнянням  $d^2U_2/dU_1^2 = \Gamma$ , інтеграл якого за даних початкових умов

$$\Gamma = 2U_2/U_1^2 \quad (4)$$

де  $\Gamma$  – константа, яка не залежить від пористості, але корелює з  $C_U$  (Рис.6).

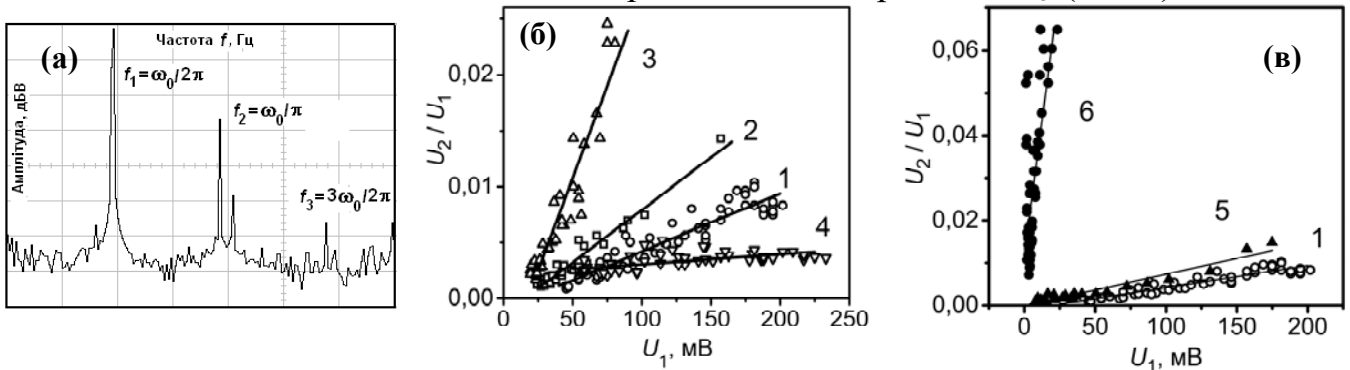


Рис.6 – (а) Частотний спектр коливань зразка  $Al_2O_3$ , спеченого за  $T_S = 1623$  К, і залежності  $U_2/U_1$  від амплітуди основного тону коливань зразків  $U_1$ , (б) – спечених за 1823 К з вмістом ПЕГ (% об.): 1 – 0,04; 2 – 0,08; 3 – 0,16; 4 – 0,04+0,12, та (в) – з 4%(об.) ПЕГ в пресовці, спечених за: 1 – 1823 К; 5 – 1673 К; і 6 – 1623 К.

В частотно-часовій області за допомогою вейвлет-аналізу було виявлено відмінність форми поздовжніх резонансних коливань за першою модою слабо спечених зразків  $Al_2O_3$  в фазах розтягу і стиску, а в часовій області було прямо встановлено, що ці коливання відрізняються від гармонічних і можуть бути описані частинами двох синусоїд різних частот за розтягу і за стиску, причому фаза розтягу триває довше фази стиску (Рис.7). Це дозволило зробити висновок, що джерелом генерування другої гармоніки в частотному спектрі є різна пружність матеріалів в фазах розтягу і стиску.

3. **Ефект повільної динаміки**, що полягав у тому, що резонансна частота, яка зменшувалась внаслідок збільшення на порядок амплітуди коливань частково

спечених зразків  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , одразу після наступного зменшення амплітуди коливань відновлювалась лише частково, повне відновлення відбувалось впродовж  $\sim 10^4$  с і добре апроксимувалось залежністю вигляду

$$f_r(t) = f_{r\infty} - k_e \cdot \exp(-t/\tau_f), \quad (5)$$

де  $f_{r\infty}$  – резонансна частота до навантаження,  $k_e$  – коефіцієнт,  $\tau_f$  – стала часу релаксації резонансної частоти (Рис.8,а). Водночас, теж за експоненціальним законом, відбувалось поступове зменшення декременту коливань  $\delta$  (Рис.8,б).

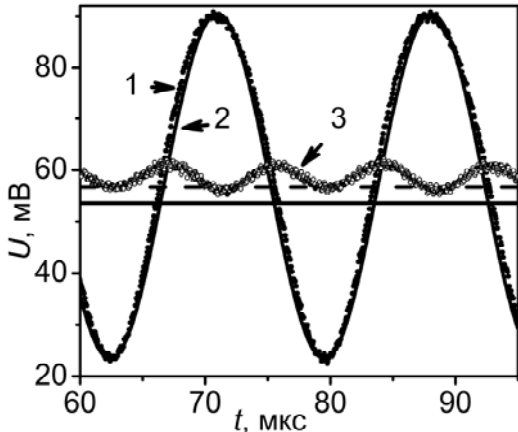


Рис.7 – Коливання стрижневого зразка слабо спеченого пористого  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 1 – напруга  $U(t)$  на вихідному перетворювачі; 2 – гармонічна функція  $B_{1U}\cos(\omega_{0U}t + \varphi_{0U})$ ; 3 – різниця  $[U(t) - B_{1U}\cos(\omega_{0U}t + \varphi_{0U})]$ . Суцільна пряма позначає рівень напруги, що відповідає недеформованому стану зразка, штрихова пряма – рівень половини розмаху («нулів») гармонічної функції основного тону

Досліджені нелінійні явища не можна пояснити рухом дислокацій в кристалічній ґратці  $\text{Al}_2\text{O}_3$  або, з огляду на повне відновлення резонансної частоти, накопиченням дефектів під дією циклічних навантажень.

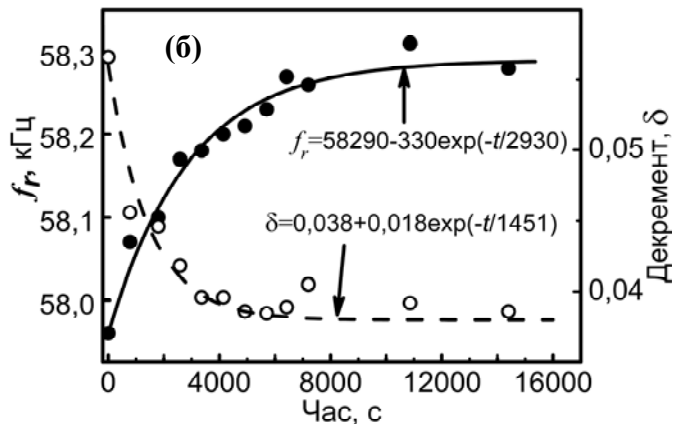
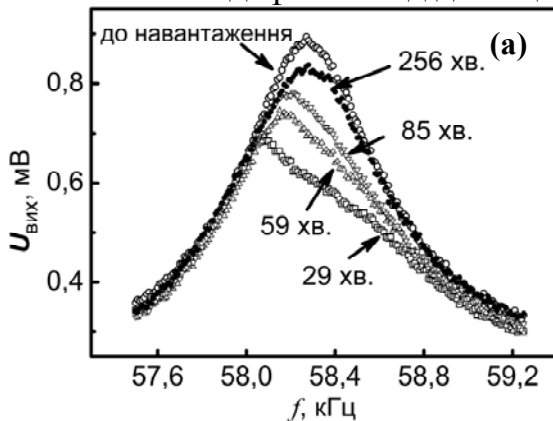


Рис.8 – Повільна динаміка: (а) – резонансні криві поздовжніх коливань зразка пористістю  $\theta = 0,299$ , спеченого за  $T_S = 1623$  К, через вказаний на полі час після зменшення навантаження, (б) – відновлення резонансної частоти  $f_r$  та декременту

В четвертому розділі наведено результати моделювання методом скінченних елементів та у вигляді аналітичних функцій впливу площинних дефектів та способу пружного деформування на макроскопічні модулі пружності і швидкості поширення пружних хвиль в ПМ.

Одержані результати узгоджуються з моделлю, яка припускає наявність крім стабільного стану матеріалу з площинними дефектами додаткових метастабільних станів внаслідок одночасної дії між частинками контактних сил адгезії і сил пружності. Під дією навантажень матеріал переходить в метастабільний стан, в якому дефекти залишаються активованими, а після припинення дії цих навантажень відбувається повільна релаксація структури до її рівноважного стану. Ймовірно, навантаження викликають в околі дефектів локальні зсувні деформації, які через

механізм дилатансії активують (відкривають) дефекти, чим зменшують модуль Юнга в фазі розтягу під час коливань. В фазі стиску під дією зовнішніх навантажень такі дефекти можуть повністю закритись, проте залишкові напруження відкривають їх одразу після припинення дії навантажень стиску. Коливання більшої амплітуди активують більшу кількість дефектів і резонансна частота зменшується, а той факт, що функція переміщень описується частинами двох синусоїд з різними періодами і в спектрі коливань переважають другі гармоніки свідчить про переважно одночасне розмикання берегів усіх активованих дефектів.

На підставі одержаних в роботі експериментальних даних вперше доведено обґрунтованість застосування макроскопічної моделі пружної поведінки неповністю консолидованих ПМ і КМ, які містять площинні дефекти, що ґрунтується на формулюваннях пружного потенціалу у вигляді, запропонованому М.Б. Штерном, які у випадку простих напружених і деформованих станів приводять до кусково-лінійних співвідношень між відповідними компонентами тензорів напруження і деформації:

$$\Phi = G \left( \frac{1}{1+m} \sqrt{\frac{K}{2G} \varepsilon^2 + \Gamma^2} - \frac{m}{1+m} \sqrt{\frac{K}{2G}} \varepsilon \right)^2 \quad (6)$$

де  $\varepsilon = \varepsilon_{ii}$  – перший інваріант тензору деформації,  $\Gamma = [(\varepsilon_{ij} - \varepsilon \delta_{ij}/3)(\varepsilon_{ij} - \varepsilon \delta_{ij}/3)]^{1/2}$  – другий інваріант девіатора тензору деформації. Параметр  $m$  характеризує присутність площинних дефектів. За відсутності таких дефектів  $m = 0$ , а коли вміст дефектів призводить до відсутності опору однорідному розтягу  $m = 1$ .

Було показано що, на відміну від класичної теорії пружності, в матеріалі, пружна поведінка якого описується потенціалом вигляду (6), швидкості поширення поздовжньої  $V_l$  і поперечної  $V_t$  акустичних хвиль не є константами, а залежать від характеру динамічних навантажень, що визначається відношенням  $\varepsilon/\Gamma$  (Рис.9).

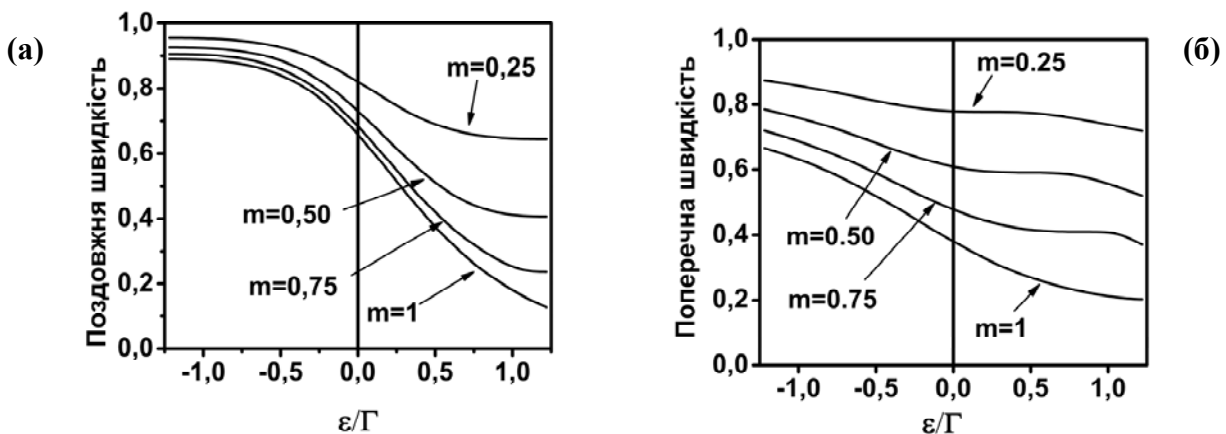


Рис.9 – Залежність нормованих швидкостей поздовжньої (а) та поперечної (б) акустичних хвиль в матеріалах з різним ступенем недосконалості  $m$  від  $\varepsilon/\Gamma$

Моделювання поздовжніх вільних коливань, що виникають в пружному стрижні, матеріал якого містить двовимірні дефекти, проводили на підставі розв'язку системи рівнянь

$$\begin{cases} \frac{\partial \varepsilon_x}{\partial t} - \frac{\partial V_x}{\partial x} = 0, & \frac{\partial V_x}{\partial t} - \frac{1}{\rho} \frac{\partial \sigma_x}{\partial x} = 0, \end{cases} \quad (7)$$

де, зв'язок напруження  $\sigma_x$  і деформації  $\epsilon_x$  задавали у вигляді

$$\sigma_x = \left( \frac{E_1 + E_2}{2} + \frac{E_1 - E_2}{2} \cdot \frac{\epsilon_x}{\sqrt{k^2 + \epsilon_x^2}} \right) \cdot \epsilon_x, \quad (8)$$

де модуль пружності в умовах стиску  $E_2$  більше за його значення за розтягу  $E_1$ .

Результати чисельного розв'язку системи (7) засвідчили ця модель загалом описує основні відмінності поведінки ПМ та КМ від класичного лінійно-пружного матеріалу, а саме зміну форми та періоду коливань (Рис.10), і підтверджує, що джерелом генерування другої гармоніки коливань (Рис.7) може слугувати різна пружність ПМ і КМ в фазах розтягу і стиску (Рис.10, б).

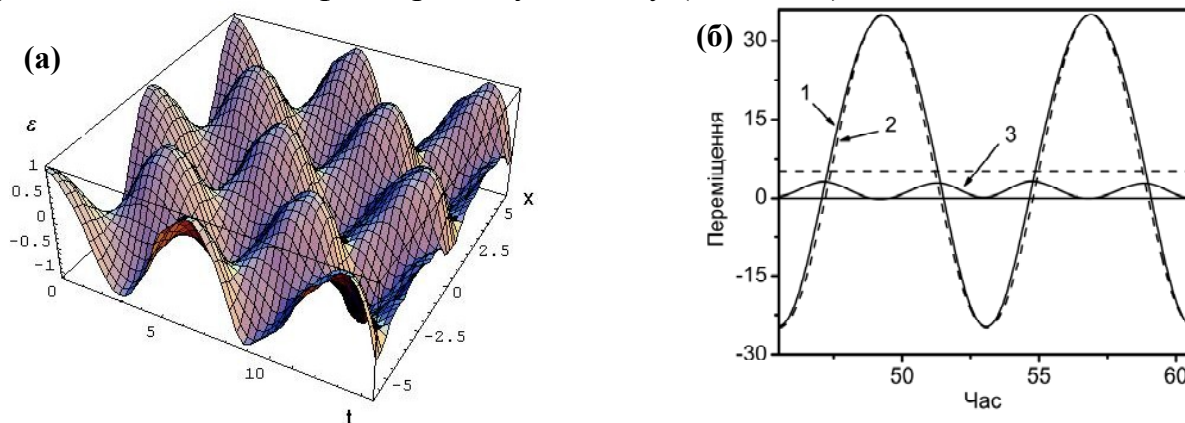


Рис.10 – Результати моделювання вільних ( $E_1/E_2 = 0,8$ ) (а) та вимушених (б) коливань стрижня. Функції на (б): 1 – за (7); 2 – гармонічна; 3 – їхня різниця

На підставі прямого комп'ютерного моделювання кусково-лінійної пружної поведінки методом скінченних елементів на елементарній комірці був встановлений зв'язок між характеристиками пружності і мірою площинних дефектів  $k=l/L$ , де  $l$  довжина несучільності вздовж уявного контакту між частинками, а  $L$  половина довжини перешийка між «порами» (Рис.11) за різних схем деформування і розташування елементів мезоструктури.

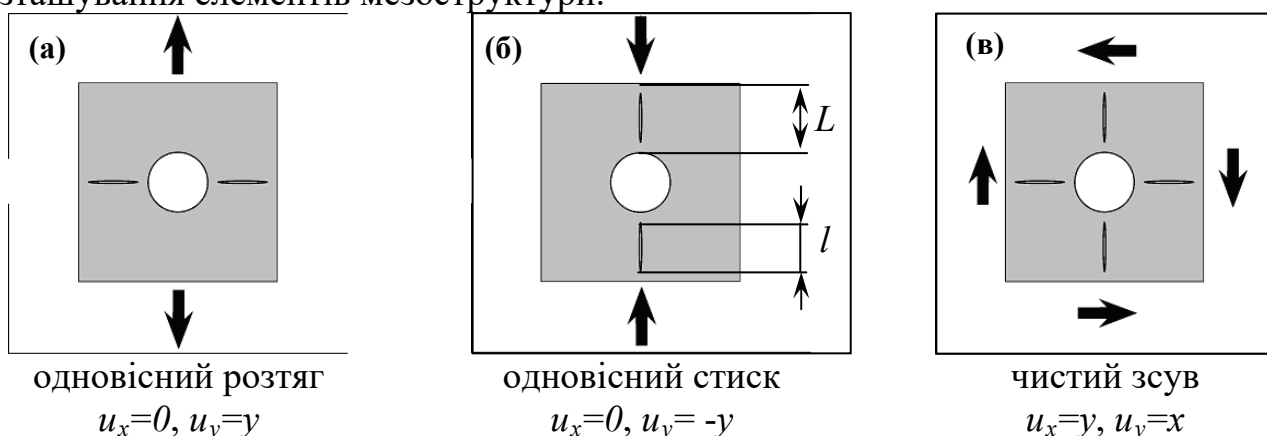


Рис. 11 – Конфігурація площинних дефектів за різних умов деформування

За розв'язками для модулів Юнга, нормованих на модуль Юнга матеріалу без дефектів  $E_0$  в умовах одноосного розтягу і стиску (Рис.12), враховуючи, що в одновимірному випадку поздовжніх резонансних коливань стрижня за першою модою ефективний модуль Юнга



$$E_{ef} = 4E_1E_2 / (\sqrt{E_1} + \sqrt{E_2})^2, \quad (9)$$

були розраховані залежності резонансних частот цих коливань в від  $k$  (Рис.13).

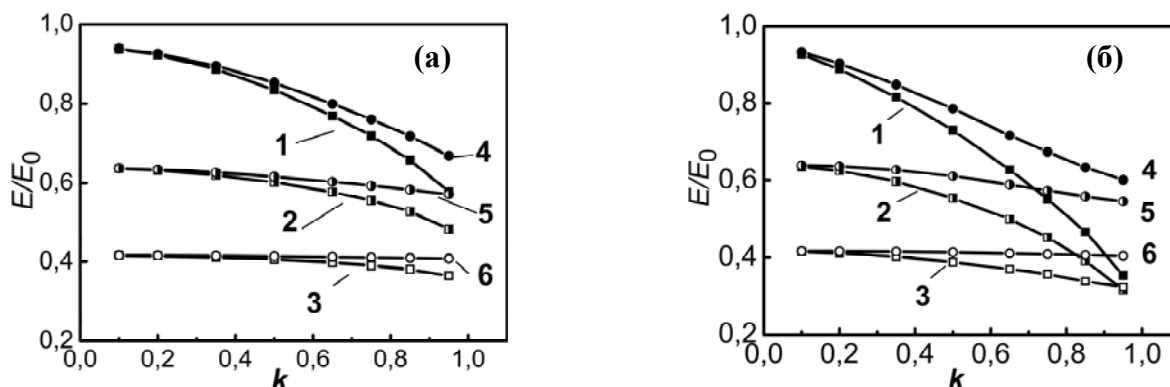


Рис. 12 – Залежності модулів Юнга матеріалів пористістю 0,02 (1, 4), 0,2 (2, 5) та 0,4 (3, 6) в умовах одноосного стиску (○) та розтягу (□) матеріалів з ізолюваними (б) та сполученими (в) з порами площинними дефектами

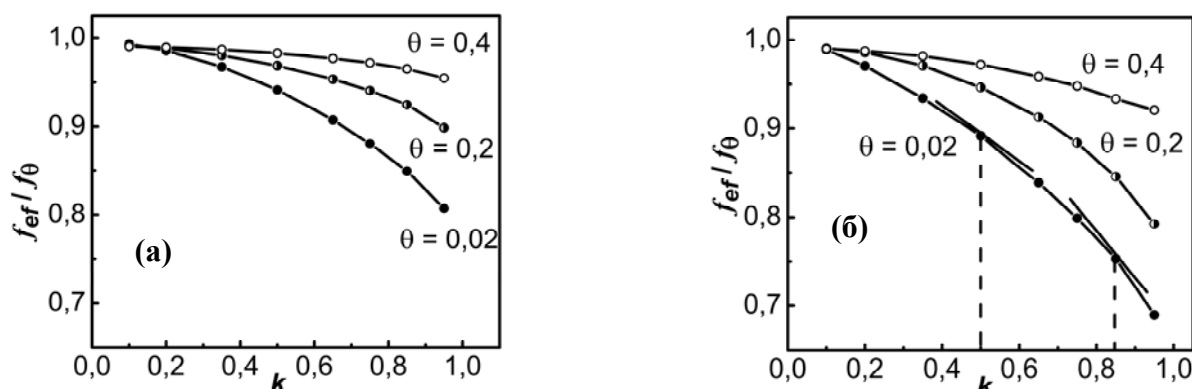


Рис.13 - Резонансна частота  $f_{ef}$  нормована на резонансну частоту пористого матеріалу без площинних дефектів  $f_{\theta}$  за умов одноосного розтягу-стиску матеріалів з ізолюваними (а) та сполученими (б) з порами площинними дефектами

Моделювання дозволило пояснити експериментально встановлений факт зменшення кута нахилу прямої  $\Delta f/f_0(\epsilon_{\max})$  зі збільшенням ступеню консолідації ПМ (температури спікання, коефіцієнта витяжки), припускаючи пропорційність збільшення  $k$  з  $\epsilon$ , і тому модель може бути основою для ідентифікації виду мезодефектів структури і їх кількісної оцінки за результатами резонансних акустичних вимірювань.

У **п'ятому розділі** наведені результати експериментальних досліджень закономірностей впливу еволюції мезодефектів структури, що відбувається під час консолідації матеріалів з порошків металів на характеристики механічних коливань та характеристики пружності.

На зразках **порошкового заліза ПЖЗМ2**, одержаного відновленням окалини, спресованих тиском 1020 або 670 МПа до пористості 0,06 або 0,11, відповідно, був досліджений вплив на характеристики коливань **стану контактів** між частинками, що формувалися в процесі спікання за різних температур в середовищі водню за відсутності об'ємної усадки (зміни пористості).

Було встановлено (Рис.14,а), що, для всіх досліджених станів структури зі збільшенням амплітуди максимальних відносних циклічних деформацій  $\epsilon_{\max}$  власні

частоти першої моди поперечних коливань консольного зразка  $f_b(\varepsilon)$  зменшуються за лінійним законом, подібно до залежності (3)

$$\frac{d}{d\varepsilon_{\max}} \frac{f_b(\varepsilon_{\max})}{f_0} = -C_{f\varepsilon}. \quad (10)$$

Значення  $\varepsilon_{\max}$  оцінювали за формулами лінійної теорії пружності, зважаючи, що похибка від впливу нелінійних ефектів має порядок одиниць відсотків.

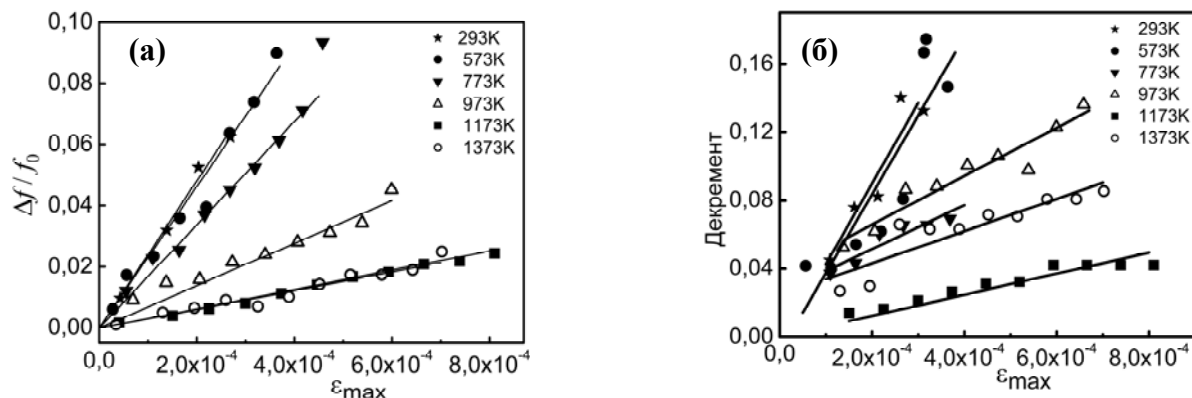


Рис.14 – Залежності від  $\varepsilon_{\max}$  резонансної частоти (а) та декременту коливань (б) зразків порошкового заліза, спечених за температур, вказаних на полях

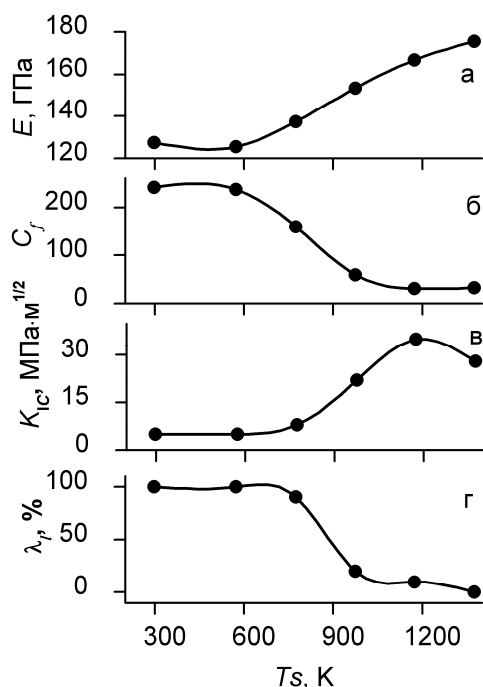


Рис.15 – Модуль  $E$  (а), коефіцієнти  $C_f$  (б),  $K_{Ic}$  (в), та  $\lambda_i$  (г) порошкового заліза ( $\theta=0,06$ ) в залежності від  $T_s$

триточкового вигину надрізаного зразка за температури 77 K в вакуумі  $p = 2 \cdot 10^{-7}$  Па, а також частки руйнування по межах частинок в загальній площі зламу зразка  $\lambda_i$  від температури спікання (Рис.15) показав, що після спікання за 773 K, незважаючи на відсутність помітних на шліфах площинних мезодефектів, сформовані між частинками зв'язки є недосконалими, ймовірно, внаслідок сегрегації домішок в зоні контактів, що є причиною малої тріщиностійкості і руйнування переважно по межах

Встановлено, що залежності декременту коливань від амплітуди максимальних циклічних деформацій також можна наближено описати емпіричними лінійними рівняннями

$$\delta(\varepsilon) = C_\delta \cdot \varepsilon_{\max} + \delta_0, \quad (11)$$

де  $C_\delta$  і  $\delta_0$  – коефіцієнти (Рис.14,б). Тенденції змін кута нахилу  $C_\delta$  залежностей  $\delta(\varepsilon)$  з температурою в цілому збігаються зі змінами  $C_{f\varepsilon}$ , що може свідчити про ті самі чинники збільшення декременту.

Спільний аналіз залежностей коефіцієнта нелінійності  $C_{f\varepsilon}$ , модуля Юнга  $E$ , визначеного за частотами поздовжніх резонансних коливань, нехтуючи їх нелінійністю, коефіцієнта тріщиностійкості  $K_{Ic}$ , визначеного в умовах пласкої деформації за схемою

частинок. Формування структури головним чином завершується за  $T_s = 973$  К, а після спікання за 1173 К і вище між частинками остаточно формуються досконалі в механічному сенсі контакти, відбувається рекристалізація і межі зерен виходять з зони контактів між частинками, а руйнування набуває переважно крихкого транскристалітного характеру (Рис.16).

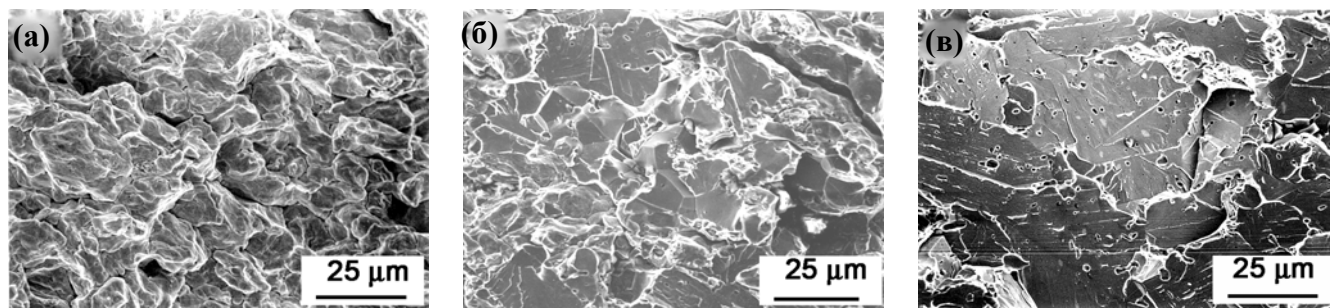


Рис. 16 – Поверхні руйнування заліза пористістю 0,06 після випробовувань на тріщиностійкість: після пресування (а), і спікання за 1173 К (б) та 1373 К (в)

Зростання розміру зерен внаслідок рекристалізації викликає падіння  $K_{Ic}$ , але не впливає на  $C_{fe}$ , що доводить справедливність припущення про залежність цього параметру саме від стану контактів між частинками. Встановлено, що, на відміну від модуля Юнга і декременту коливань  $\delta$ , величини яких залежать від багатьох факторів, процеси формування структури на рівні контактів між частинками найповніше відбиває саме параметр  $C_{fe}$ .

Вплив пористості і розміру вихідних порошків на формування контактів титану марки ПТЭС з частинками  $< 630$  мкм, а також окремих його фракцій був досліджений після двобічного холодного пресування в закритій пресформі до пористості 0,05...0,4 і спікання в вакуумі за температур від 573 до 1473 К.

Була виявлена **анізотропія швидкості** поширення пружних хвиль, виміряних імпульсними методами: швидкість в напрямку пресування  $V_l^h$  загалом менша за таку поперек напрямку прикладання тиску  $V_l^b$  як для пресовок, так і для частково спечених зразків (Рис. 17).

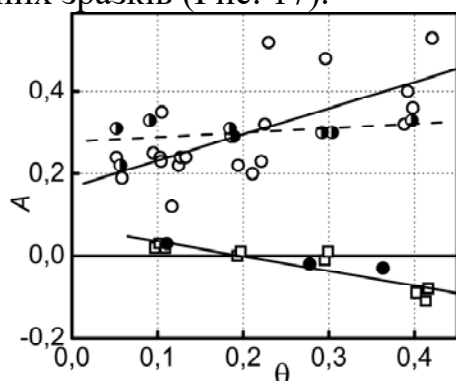


Рис.17 – Залежність від пористості параметру анізотропії  $A = 1 - (V_l^h / V_l^b)$  після спікання порошкового Ті за  $T_s$  773 (○), 973 (●), 1273 (□) і 1473 К (●)

Зі збільшенням температури спікання швидкість звуку зростає в усіх напрямках та в усьому діапазоні пористості. Відмінність швидкості поширення акустичної хвилі в матеріалах однієї пористості, спечених за різних температур, свідчить про присутність площинних дефектів, які не впливають на густину матеріалу, проте призводять до істотного зменшення пружності. Встановлено, що залежність параметру анізотропії  $A = 1 - (V_l^h / V_l^b)$  від пористості змінюється з температурою

спікання: за  $T_s = 773$  К значення  $A$  збільшується з пористістю, за  $T_s = 973$  К параметр  $A$  від пористості практично не залежить (хоча анізотропія зберігається), а після спікання за вищих температур у матеріалів пористістю  $\theta > 0,20$  спостерігали інверсію анізотропії швидкості ультразвуку, тобто  $V_l^h > V_l^b$ . Істотне зменшення анізотропії після високотемпературного спікання свідчить на користь впливу на швидкість поширення акустичної хвилі саме недосконалих в механічному сенсі контактів, орієнтованих поперек напрямку пресування.

За результатами визначення пружності встановлено, що активне формування контактів в порошковому титані відбувається в діапазоні температур 973 – 1273 К, причому збільшення розміру частинок має наслідком зменшення модуля Юнга і це спостерігається навіть після спікання за  $T_s = 1473$  К (Рис.18).

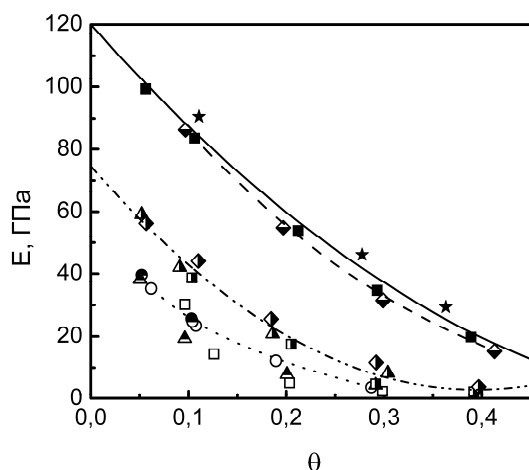


Рис.18 – Залежність модуля Юнга Тi від пористості: пресовки (світлі), спечені за 773 (затемнені згори), 973 (затемнені збоку), 1273 (затемнені знизу) та 1473 К (темні) з поліфракційного порошку -630 (○) та фракцій -630+500 (□); -500+315 (Δ); -315+200 (◇); -200+100 мкм (☆)

Встановлено, що неповністю спечений титан ( $T_s=773\dots973$ К) демонструє високу здатність до демпфування за поздовжніх і поперечних коливань і зростає зі збільшенням пористості (Рис.19). Підвищення  $T_s$  матеріалів усіх пористостей веде до істотного зменшення декременту коливань  $\delta$  і до зменшення його залежності від пористості. В матеріалах, спечених за 1473 К,  $\delta$  не залежить від пористості і становить 0,001...0,002, що близько до  $\delta$  литого титану. Це спростовує припущення про збільшення декременту коливань пористих ПМ внаслідок більшої концентрації напружень біля поверхні пор.

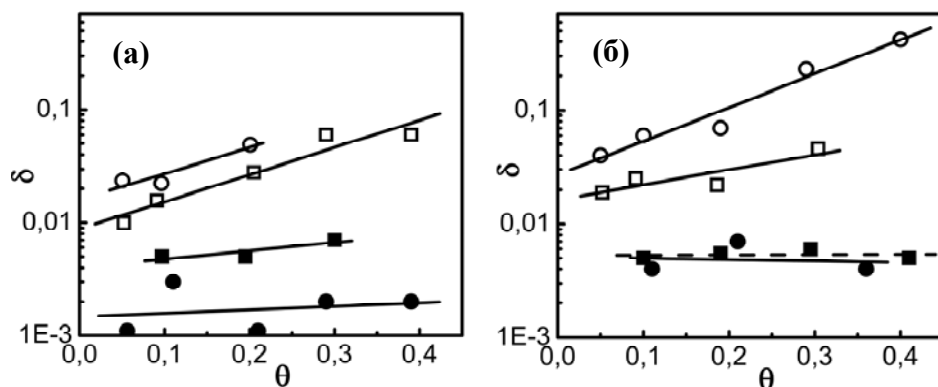


Рис.19 – Залежність декременту коливань від пористості в умовах поздовжніх (а) та поперечних (б) коливань Тi, спеченого за  $T_s = 773$  (○), 973 (□), 1273 (■) і 1473 К (●)

Зменшення  $\delta$  матеріалів однакової пористості з підвищенням температури спікання вказує на недосконалі контакти як головне джерело розсіювання енергії пружних коливань. Це дозволяє зробити такі висновки щодо еволюції структури Тi в процесі виготовлення: 1) збільшення пористості після пресування і спікання за

$T_S < 773$  К супроводжується погіршенням якості контактів між частинками; 2) за  $T_S = 973$  К спікання активно відбувається в усьому діапазоні пористості.

Контроль якості спікання за зміною здатності до демпфування коливань ПМ має низку переваг перед іншими критеріями. По-перше, декремент коливань матеріалу з якісними контактами слабо залежить від пористості і тому не вимагає додаткових припущень щодо впливу цього параметру. По-друге,  $\delta$  зазнає найбільших змін на ранніх стадіях спікання, тому він є більш придатним для вивчення цього діапазону спікання, де визначення характеристик пружності ускладнене. Крім того, на відміну від електричного опору, демпфування коливань характеризує процеси, пов'язані саме з механічною поведінкою матеріалів.

Встановлено, що, для всіх досліджених станів структури порошкового титану, подібно до порошкового заліза, зі збільшенням амплітуди максимальних відносних циклічних деформацій  $\varepsilon_{\max}$  (поперечні коливання) або амплітуди електричної напруги  $U_{\text{вих}}$  вихідного сигналу п'єзоелектричного перетворювача (поздовжні коливання) **власні частоти коливань** зменшуються за лінійним законом типу (3) та (6) (Рис.20). Коефіцієнти  $C_{fU}$  та  $C_{f\varepsilon}$  в цих рівняннях загалом зменшуються зі збільшенням температури спікання зразків порошкового титану в усьому дослідженому діапазоні пористості, що свідчить про їх зв'язок зі станом контактів між частинками (Рис.21). Результати визначення  $C_{f\varepsilon}$  підтверджують, що зі збільшенням розміру частинок якісні в механічному сенсі контакти формуються за вищих температур. Залежність  $C_{f\varepsilon}$  від пористості, яка спостерігалась у неповністю спечених зразків (Рис.21,б), зникла після спікання за  $T_S = 1273$  К і для матеріалів усіх пористостей значення  $C_{f\varepsilon}$  наближались до нуля. Отже, якісні за критерієм нелінійності коливань контакти між частинками формуються за  $T_S = 1273$  К і подальше підвищення  $T_S$  до 1473 К помітно не змінює стану контактів.

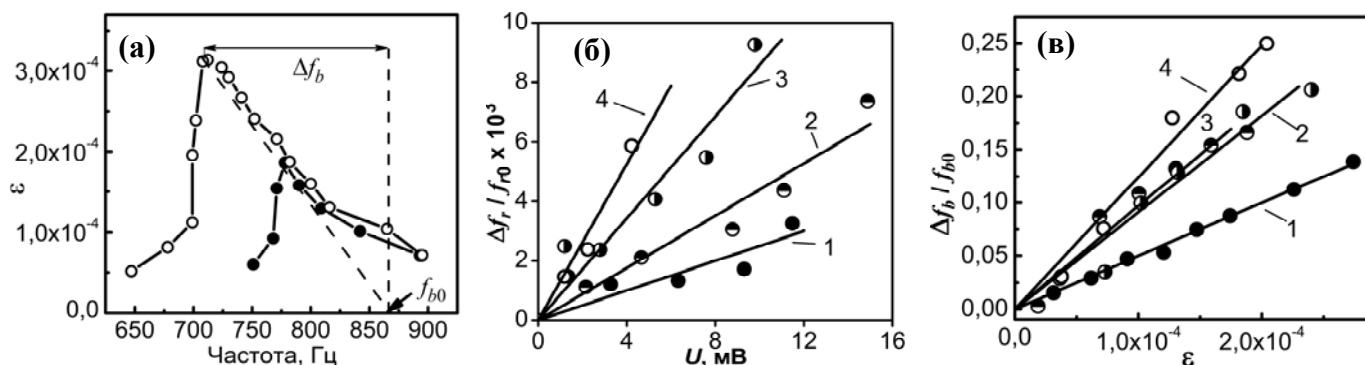


Рис.20 – Типові резонансні криві зразка з порошку  $Ti < 630$  мкм,  $\theta = 0,11$  після пресування (а) і амплітудні залежності зміни резонансної частоти в умовах поздовжніх (б) і поперечних (в) коливань зразків пористістю: 1 – 0,05; 2 – 0,096; 3 – 0,20; 4 – 0,29, спечених за температури 773 К з порошку фракції -500+315 мкм

Порівняння акустичних характеристик з питомим електричним опором і характеристиками міцності засвідчило, що межа плинності найкраще корелює з коефіцієнтом амплітудної залежності резонансної частоти  $C_{f\varepsilon}$  (Рис.22).

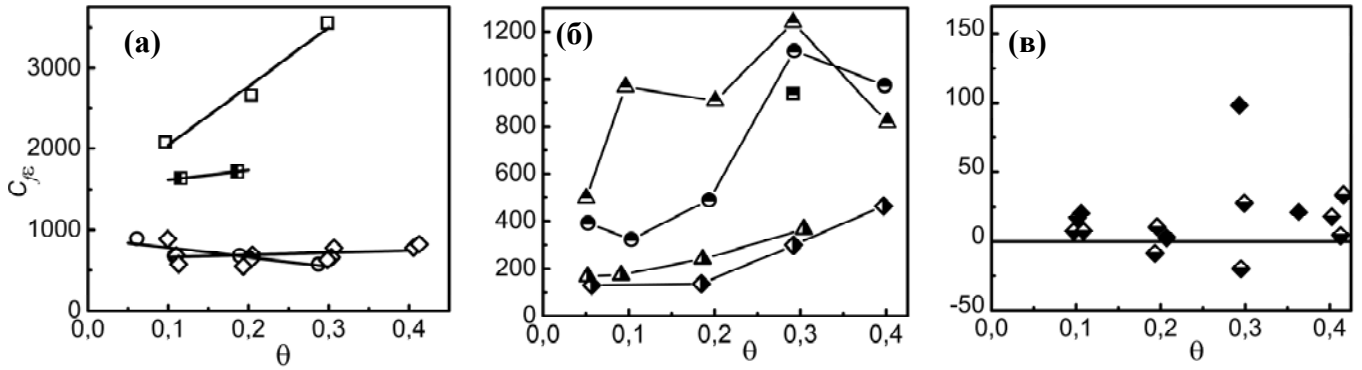


Рис.21 – Залежності  $C_{f_e}$  від пористості Ті з порошку: -630 (○) та фракцій -630+500 (□); -500+315 (Δ); -315+200 (◇) після пресування (світлі) і спікання за  $T_S = 573$  (затемнені зліва), 773 (затемнені згори), 973 (затемнені справа), 1273 (затемнені знизу) та 1473 К (темні)

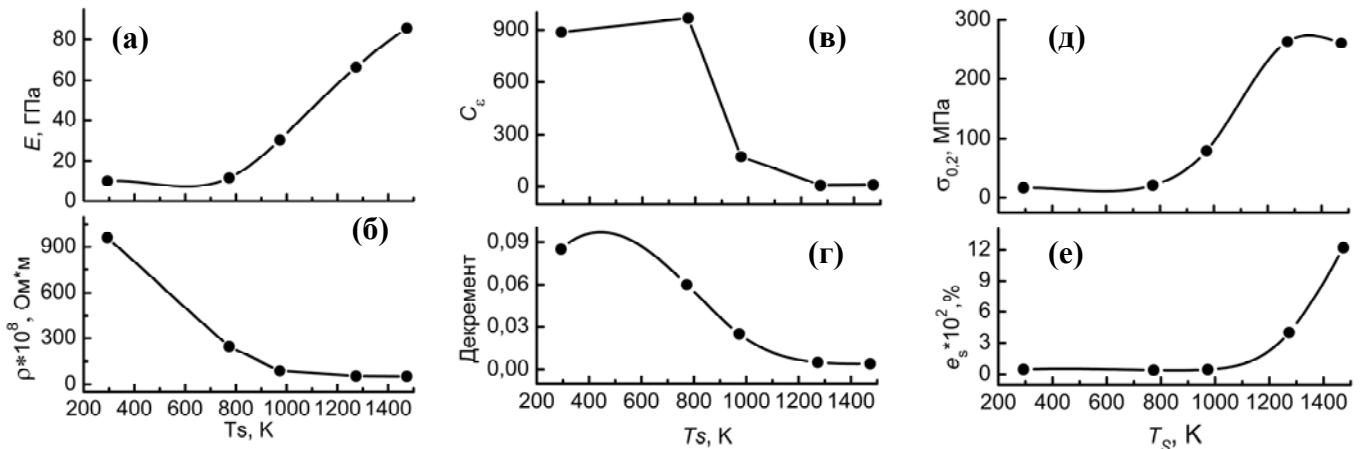


Рис.22 – Залежності від температури спікання порошку Ті фракції -530+315,  $\theta=0,1$ : (а) – модуля Юнга  $E$ , (б) – питомого електричного опору  $\rho^*$ , (в) – коефіцієнту нелінійності  $C_{f_e}$ , (г) – декременту коливань  $\delta$ , (д) – межі плинності, (е) – деформації до руйнування

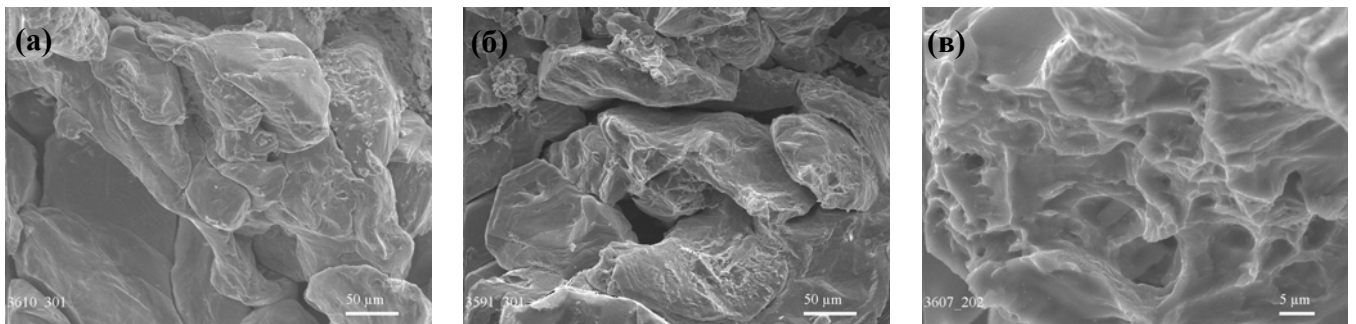


Рис.23 – Поверхні руйнування зразків Ті з порошку фракції -315+200 пористістю 0,1, одержаних пресуванням (а) та наступним спіканням за 973 (б) і 1473 К (в)

Натомість зростання модуля Юнга в результаті підвищення температури спікання з 1273 до 1473 К, яке супроводжувалось стрімким зростанням істинної деформації руйнування і зміною механізму з руйнування по межах частинок на ямкове руйнування (Рис.23) ймовірно викликане перекристалізацією вже сформованих меж між частинками і міграцією домішок і не пов'язане з присутністю  $2d$ -дефектів.

Встановлено, що в порошковому титані після пресування та спікання за  $T_S \leq 973$  К, на відміну від високотемпературного спікання, подібно до частково спеченого  $Al_2O_3$ , проявлявся ефект повільної динаміки, який полягав в повільному (порядку  $10^3$  с) відновленні за експоненціальним законом резонансної частоти поперечних коливань після її зменшення внаслідок коливань зразка з відносно великою амплітудою ( $\epsilon_{\max} \sim 2 \cdot 10^{-4}$ ).

Встановлено, що величини параметрів, які характеризують нелінійну поведінку зразків не спеченого і частково спеченого порошкового титану, а саме:

1) параметр повільної динаміки

$$D_{sd} = ((f_{r\infty} - f_{r0})/f_{r\infty})/\epsilon_{act}, \quad (12)$$

де  $f_{r\infty}$  - резонансна частота в стабільному стані матеріалу, а  $f_{r0}$  – резонансна частота відразу після активації з максимальною амплітудою деформації  $\epsilon_{act}$ ;

2) коефіцієнти залежності відносного зменшення резонансних частот від амплітуди вихідного сигналу  $U_{вих}$  (за поздовжніх коливань)  $C_{fU}$ , або від амплітуди максимальної циклічної деформації  $\epsilon_{\max}$  (за поперечних коливань)  $C_{f\epsilon}$ ;

3) коефіцієнти, що характеризують зміну другої гармоніки  $U_2$  в залежності від амплітуди основного тону коливань  $U_1$ , корелюють між собою, що вказує на однакову їх природу (Табл.2).

Таблиця 2 – Порівняння характеристик нелінійності коливань зразків Ті, визначених за різними методиками

| $T_s, K$ | $\theta$ | $C_{f\epsilon}$ | $C_{fU}, мВ^{-1}$        | $\partial U_2/\partial U_1 \times 10^3$ | $\partial^2 U_2/\partial U_1^2$ | $D_{sd}$ |
|----------|----------|-----------------|--------------------------|---|---------------------------------|----------|
| 293      | 0,085    | 550             | $1,6 \cdot 10^{-4}$      |   |                                 | 322      |
| 973      | 0,185    | ~130            | $\sim 2,1 \cdot 10^{-5}$ | 3,4...4,5                               | 0,36                            | 27       |
| 973      | 0,29     | ~300            | $\sim 3,6 \cdot 10^{-5}$ | 12,7...13,6                             | 1,7                             | 98       |

В третьому підрозділі четвертого розділу наведені результати досліджень формування властивостей КМ, одержаних екструзією порошків алюмінієвих сплавів і SiC, в залежності від коефіцієнту витяжки, вмісту і розміру частинок компонентів. За результатами резонансних досліджень встановлено, що коефіцієнт витяжки, оптимальний для одержання порошкового сплаву **Al-6Cu-0,4Mn** з ізотропною структурою і максимально розвинутими металічними контактами між частинками порошку, становить 17 ... 25 (Рис.24).

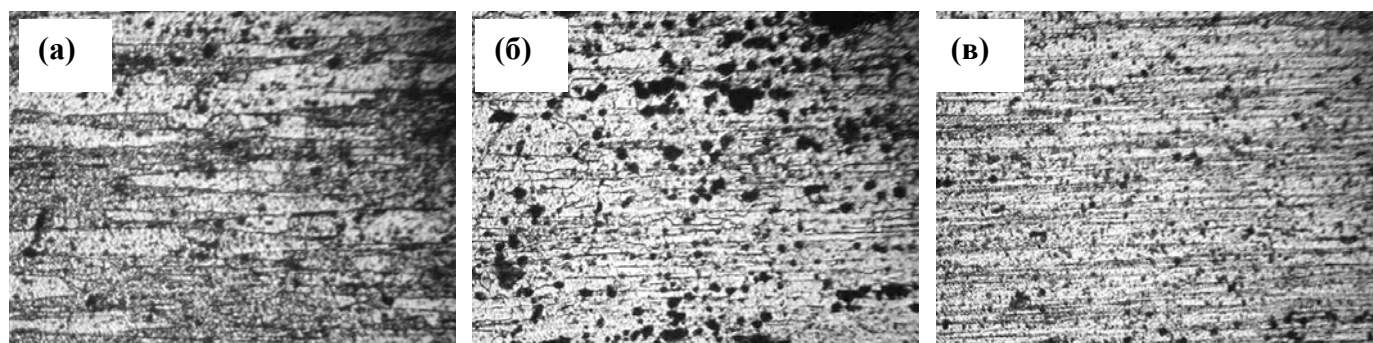


Рис. 24 – Al-6Cu-0,4Mn після екструзії з коефіцієнтом витяжки: а – 9,7; б – 17; в – 39

Після екструзії з коефіцієнтом витяжки більшим ніж 25, ймовірно утворюються дефекти типу тріщин, про що свідчать зростання  $C_U$  і декременту  $\delta$  (Рис.25). Для отримання порошкового КМ **AlCuMn/SiC** з рівномірним

розташуванням керамічних частинок екструзію необхідно проводити з дещо більшими коефіцієнтами витяжки, ніж при формуванні матричного сплаву. Встановлено, що в КМ AlCuMn/SiC зі зростанням вмісту частинок SiC від 5% до 20% (об.) модуль Юнга загалом зростає, проте істотно відхиляється від теоретичних моделей (Рис.26,а). Збільшення розміру частинок матриці мало наслідком зменшення модулів Юнга, зсуву та коефіцієнта Пуассона (Рис.26, б, в).

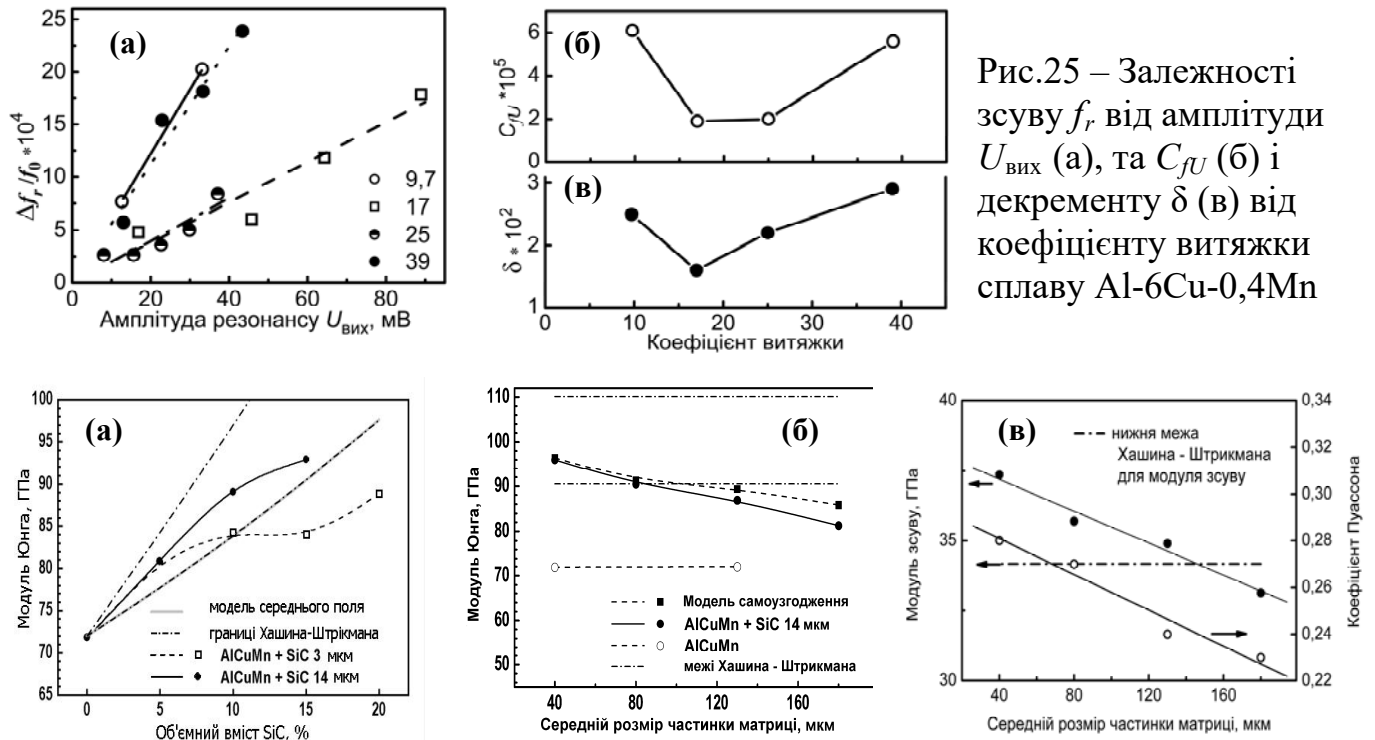


Рис.25 – Залежності зсуву  $f_r$  від амплітуди  $U_{\text{вих1}}$  (а), та  $C_{fU}$  (б) і декременту  $\delta$  (в) від коефіцієнту витяжки сплаву Al-6Cu-0,4Mn

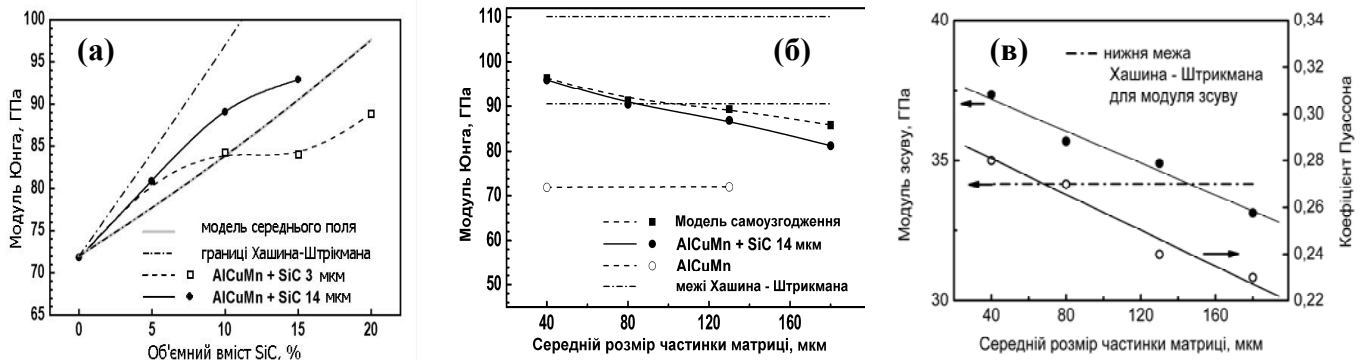


Рис.26 – Залежність модуля Юнга (а, б) та модуля зсуву і коефіцієнта Пуассона (в) Al-6Cu-0,4Mn/SiC від: (а) вмісту SiC в КМ з частинками матриці 40 мкм; (б, в) середнього розміру частинок матриці в КМ, зміцненому частинками SiC 14 мкм

Відхилення модулів пружності КМ від теоретичних передбачень пов'язані з утворенням в структурі пористих агломератів частинок SiC (Рис.27, 28).

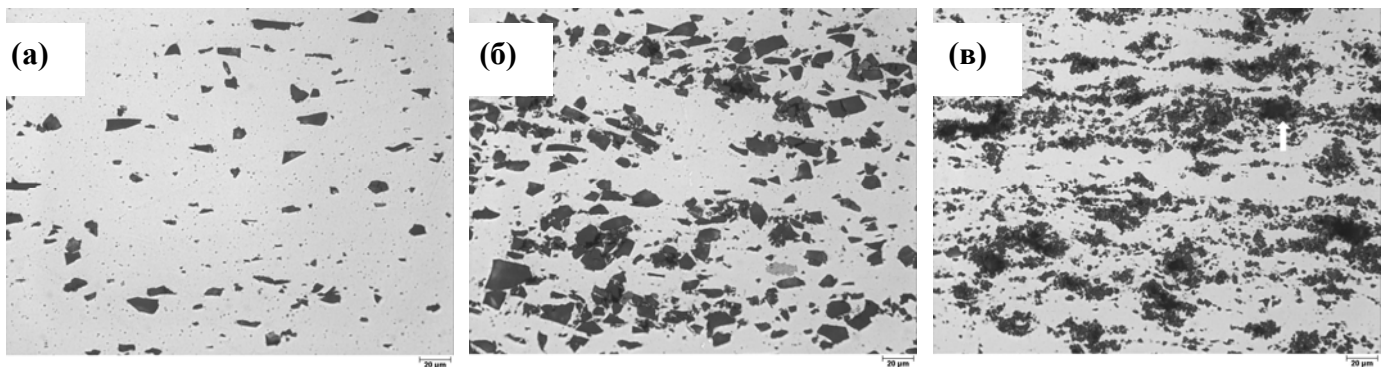


Рис.27 – Структура КМ після екструзії порошків Al-6Cu-0,4Mn ( $D_{\text{Al}} = 40$  мкм) і SiC  $d_{\text{SiC}} = 14$  мкм вмістом (а) – 5, (б) – 20 % (об.) та  $d_{\text{SiC}} = 3$  мкм вмістом (в) – 20 % (об.). Агломерати SiC вказані стрілками. Мітка = 20 мкм.

Розрахунки з застосуванням узагальненої схеми самоузгодження і дослідження характеристик нелінійності коливань (Рис.29) показали, що додаткове зменшення пружності викликане впливом механічно недосконалих контактів між



частинками кераміки, кількість котрих зростає в більш агломерованих мікроструктурах. Зменшення характеристик пружності і відповідне збільшення коефіцієнтів  $C_\varepsilon$  спостерігали також у КМ з матрицями на основі порошків алюмінію ПА-2 ( $D = 160$  мкм) та сплаву АМг5 ( $D = 80$  мкм) зі збільшенням вмісту частинок SiC ( $d = 100-300$  нм). Було встановлено, що ці зміни відбуваються після досягнення граничного вмісту SiC, вище якого частинки не можуть розподілятися рівномірно і утворюють агломерати.

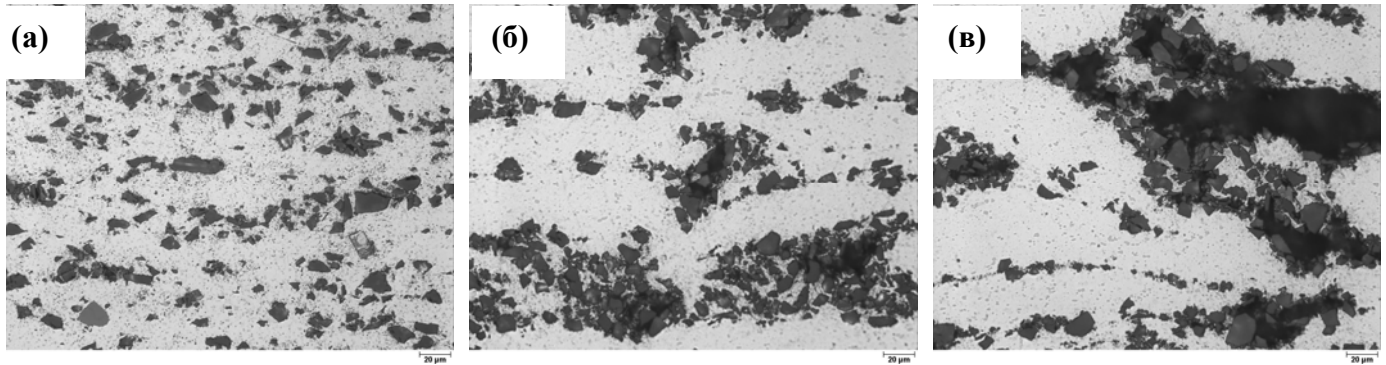


Рис.28 – Структура КМ після екструзії Al-6Cu-0,4Mn з початковим середнім розміром частинок  $D_{Al}$  (а) 40, (б) 130, (в) 180 мкм, і 15% (об.) SiC з  $d_{SiC} = 14$  мкм

У випадку  $D \gg d$  граничний вміст відповідав оцінці

$$W_{cr} \approx \left[ 1 + \left( \left( \frac{1}{\lambda} + 2\sqrt{\lambda} \right) \frac{d}{D} \right)^{-1} \right]^{-1}, \quad (9)$$

де  $d/D$  – відношення середніх розмірів частинок кераміки і матричного сплаву, відповідно, а  $\lambda$  – коефіцієнт витяжки після екструзії і для КМ АМг5/SiC становив  $W_{cr} \approx 0,04$ .

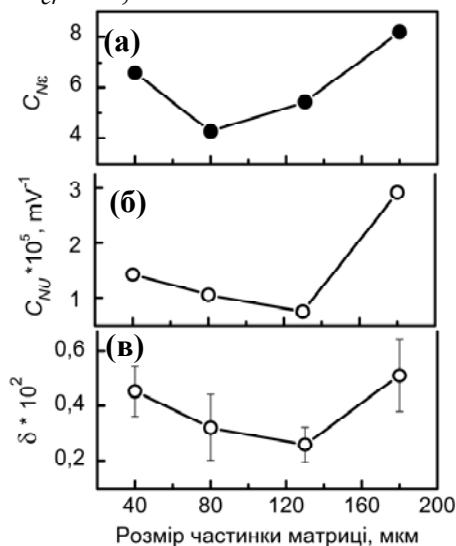


Рис.29 – Коефіцієнти  $C_\varepsilon$  (а),  $C_U$  (б) і декремент коливань  $\delta$  (в) КМ Al-6Cu-0,4Mn/15%SiC (14 мкм) від розміру частинки матриці

В шостому розділі наведено результати досліджень мезодефектів, викликаних різними чинниками, а саме утворення дефектів в сталі **20** та **12Х1МФ** в результаті тривалої експлуатації в котельному обладнанні під дією перегрітої пари в умовах підвищених температур і тиску (Табл.3) та еволюції структури  $Ti_3Sn$  в процесі механічних коливань.

Було встановлено, що в процесі пружних коливань на згин в околі резонансної частоти зразків **сталей** після експлуатації, на відміну від вихідного стану, виникають нелінійні ефекти, які посилюються зі збільшенням амплітуди коливань (Рис.30,а): 1) форма резонансної кривої спотворюється і крива стає істотно несиметричною відносно резонансної частоти; 2) амплітуда коливань на певній частоті залежить від напрямку зміни (збільшення або зменшення) частоти збурення;

3) за відносно великої амплітуди збурення амплітуда коливань зразка стрімко зростає (або знижується) за незначної зміни частоти збурення; 4) зі збільшенням амплітуди коливань, а відтак максимальних циклічних деформацій, резонансна частота зменшується за лінійним законом типу (б) подібно до неповністю консолидованих ПМ і КМ (Рис.30,б), а декремент коливань - збільшується і це зростання задовільно описується лінійними рівняннями типу (7).

Таблиця 3 – Режим експлуатації вузлів котлів

| № | Сталь | $P_a$ , МПа | $T$ , К | $\tau \cdot 10^{-3}$ , год | № | Сталь  | $P_a$ , МПа | $T$ , К | $\tau \cdot 10^{-3}$ , год |
|---|-------|-------------|---------|----------------------------|---|--------|-------------|---------|----------------------------|
| 1 | 20    | 15,6        | 522     | 245,8                      | 4 | 12X1МФ | 14,2        | 778     | 70,4                       |
| 2 | 20    | 15,6        | 522     | 245,8                      | 5 | 12X1МФ | 14,2        | 778     | 70,4                       |
| 3 | 20    | 15,6        | 618     | 70,4                       |   |        |             |         |                            |

На відміну від швидкості звуку, що практично нечутлива до змін структури сталей під дією перегрітої пари, інші дві характеристики продемонстрували якісно однакові тенденції (Рис.30,в), проте більш чутливим до структурних змін є параметр нелінійності коливань зразка  $C_{f\epsilon}$ , збільшення якого свідчить про виникнення і зростання нестабільних дефектів, здатних еволюціонувати під дією акустичних коливань, якими ймовірно є межі зерен, на яких виділяються складні карбіди.

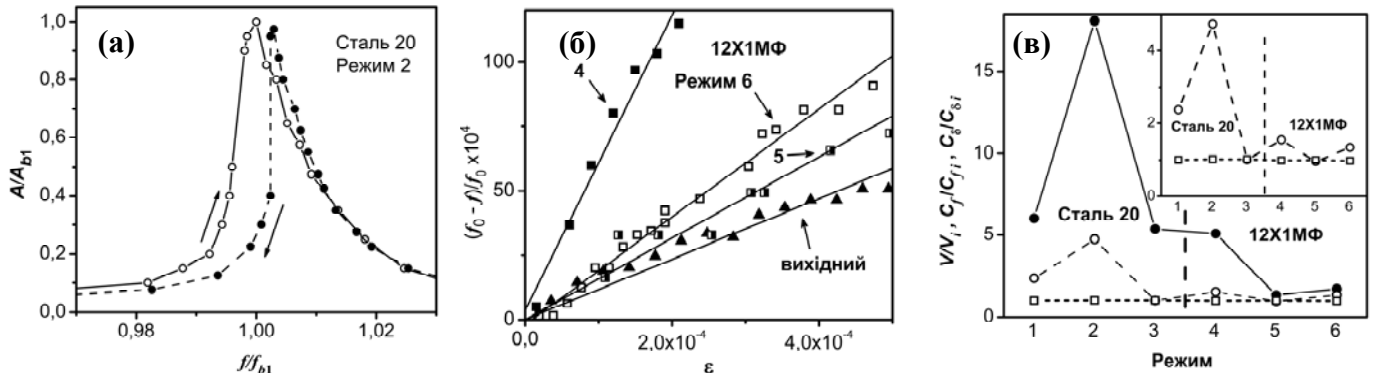


Рис.30 – Форма резонансної кривої (а), зміна резонансної частоти з  $\epsilon_{\max}$  (б), та нормовані на характеристики у вихідному стані швидкість звуку  $V_r$  ( $\square$ ), коефіцієнти  $C_{f\epsilon}$  ( $\bullet$ ) та декременту  $C_\delta$  ( $\circ$ ) (в) сталей після експлуатації за режимами Табл.3

Другий підрозділ розділу 6 присвячено дослідженню впливу частоти та амплітуди деформування на механічну поведінку однофазної інтерметалічної сполуки  $Ti_3Sn$  складу  $Ti_{75,5}Sn_{24,5}$ . На час проведення досліджень вважалось, що  $Ti_3Sn$  не зазнає фазових перетворень в інтервалі від кімнатної до температури плавлення. Проведені дослідження температурних залежностей дійсної частини комплексного модуля пружності  $E'$  і внутрішнього тертя  $Q^{-1}$  та видовження зразка  $dL$  (Рис.31) дозволили вперше встановити факт фазового перетворення  $Ti_3Sn$  в інтервалі температур 325...350 К, яке згодом було ідентифіковане О.М. Івановою та ін. як мартенситне перетворення високотемпературної гексагональної структури  $R\bar{6}_3/mmc$  в низькотемпературну орторомбічну  $Cmcm$ , що супроводжується зменшенням об'єму кристалічної ґратки на 1%. Індуковані внутрішні напруження

зменшуються шляхом формування ієрархічної двійникової структури в мартенситній фазі з двійниками вищого порядку шириною 10-20 нм.

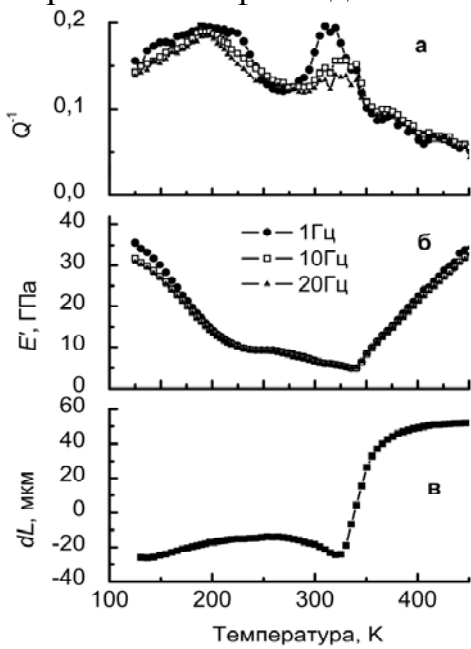


Рис.31 Зміна характеристик  $Ti_3Sn$  під час нагрівання

Під час резонансних коливань однофазного  $Ti_3Sn$  вперше для литих однофазних матеріалів спостерігали сильні нелінійні ефекти (асиметричність резонансної кривої, залежність частоти резонансу від напрямку зміни частоти збурення) характерні, як було показано в попередніх розділах, для матеріалів з площинними мезодефектами. Було встановлено, що зменшення резонансної частоти коливань консольно закріпленого зразка від 450 до 300 Гц зі збільшенням амплітуди максимальних циклічних деформацій  $\epsilon_{max}$  від  $2 \cdot 10^{-5}$  до  $7 \cdot 10^{-4}$  відповідає зменшенню вдвічі (від 6 до 3 ГПа) уявного модуля Юнга  $E^*$ , розрахованого за резонансною частотою з використанням формул теорії пружності (Рис.32,а), однак внутрішнє тертя практично не залежить від  $\epsilon_{max}$  і становить  $Q^{-1} \approx 0,06$ . Зменшення  $E^*$  в даному діапазоні деформацій є повністю

відновлюваним і добре апроксимуються рівняннями логарифмічного та експоненціального вигляду. Експоненціальне рівняння, одержане мінімізацією відхилень для уявного модуля Юнга мало вигляд:

$$E^*(\epsilon_{max}) = 2,818 + 3,682 \cdot \exp(-\epsilon_{max}/(1,9 \cdot 10^{-4})) \text{ з } R^2=0,98 \text{ за умов збільшення } \epsilon_{max};$$

$$E^*(\epsilon_{max}) = 2,777 + 3,605 \cdot \exp(-\epsilon_{max}/(1,9 \cdot 10^{-4})) \text{ з } R^2=0,99 \text{ за умов її зменшення.}$$

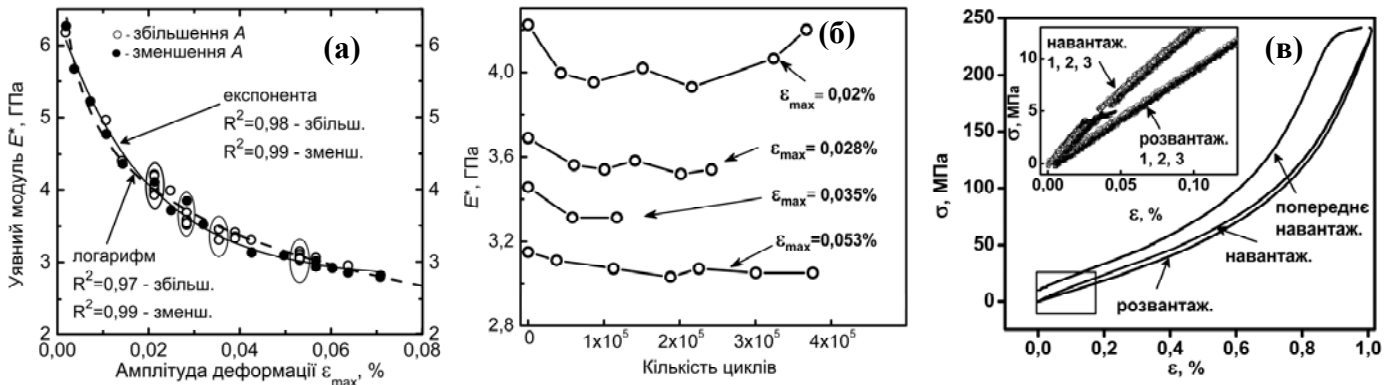


Рис.32 – Залежності уявного модуля Юнга  $E^*$  від амплітуди максимальної циклічної деформації (а) та кількості циклів коливань (б) в процесі збільшення (○) і зменшення (●)  $\epsilon_{max}$  та криві напруження-деформація в пружному квазістатичному режимі деформування (в) однофазного  $Ti_3Sn$

Повна оборотність змін  $E^*$ , що виникають внаслідок зміни амплітуди (Рис.32,а) і часу (кількості циклів) коливань з певною амплітудою (Рис.32,б), а також відтворюваність форми кривої  $\sigma$ - $\epsilon$  під час повторного квазістатичного стискання ( $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ ) в пружній області (Рис.32,в) свідчить про відсутність зв'язку цих змін з розвитком мікротріщин або мікропластичною деформацією внаслідок руху

дислокацій, а також з нелінійними явищами на мезоструктурному рівні, дослідженими в попередніх розділах.

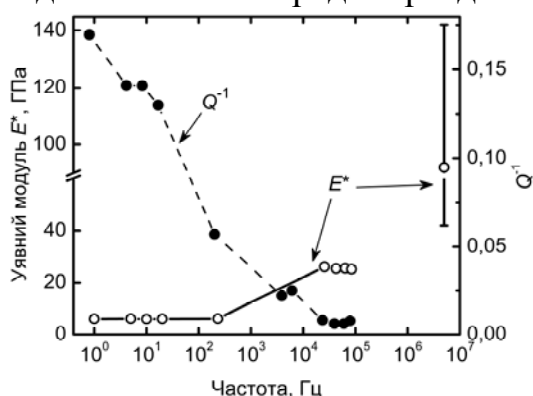


Рис.33 – Залежність уявного модуля Юнга  $E^*$  (○) і механічного демпфування  $Q^{-1}$  (●)  $Ti_3Sn$  від частоти

Загальні залежності внутрішнього тертя  $Q^{-1}$  і уявного модуля Юнга  $E^*$  від частоти, виміряні за кімнатної температури різними методами, свідчать, що механічне демпфування зменшується з частотою, натомість «уявний» модуль Юнга загалом збільшується, хоча ця залежність не є монотонною (Рис.33). Стрімке зростання  $E^*$  з частотою, з одного боку, можна пояснити встановленою амплітудною залежністю пружності  $Ti_3Sn$  оскільки рівень деформацій під час вимірювань різними методами є різним.

Ми вважаємо, що псевдопружна поведінка мартенситного  $Ti_3Sn$ , а також висока здатність до демпфування і низький уявний модуль Юнга є наслідком оборотного руху меж двійників і/або переорієнтації двійників під дією прикладених напружень і їхньою взаємодією з перешкодами (межами зерен, мікротріщинами, іншими межами двійників). З іншого боку, збільшення частоти коливань може спричинити зменшення об'єму матеріалу, який зазнає перетворення за один цикл, що має наслідком зменшення внутрішнього тертя і збільшення модуля пружності.

## ВИСНОВКИ

Вирішена науково-технічна проблема розробки наукових підвалин нової методології ідентифікації структури та властивостей порошкових, композиційних та пошкоджених матеріалів, що ґрунтується на використанні їхнього динамічного відгуку на збурення пружних коливань.

1. Проведено системні дослідження акустичних коливань матеріалів різних класів (керамічних, металевих, композиційних) в умовах резонансу в часовій, частотній і частотно-часовій областях і на їх підставі розроблені нові принципи та запропонована методологія дослідження будови мікронеоднорідних матеріалів, які ґрунтуються на уявленнях про структурну чутливість акустичних властивостей матеріалів в різних часових масштабах і дозволяють ідентифікувати різні типи елементів мезоструктури та контролювати їхню еволюцію в процесі виготовлення і експлуатації виробів.

2. Досліджено комплекс характеристик лінійної та нелінійної пружності, а також здатності до демпфування спечених пористих порошкових  $\alpha-Al_2O_3$ , заліза, титану, композиційних матеріалів Гап-склофаза і одержаних екструзією композиційних матеріалів на основі алюмінієвих сплавів (ПА-2, АМГ-5, АІ-6Cu-0,4Mn), зміцнених мікро- та наночастинками SiC в залежності від характеристик внутрішньої будови та технології виготовлення.

Встановлено універсальний характер низки акустичних нелінійних явищ, зокрема повільної динаміки, спотворення форми резонансної кривої, лінійної амплітудної залежності резонансної частоти і декременту коливань, спотворення

форми коливань в часовій та частотно-часовій областях та пов'язаний з ним ефект генерування другої гармоніки в частотному спектрі коливань. Для всіх досліджених неповністю консолідованих ПМ ті модулі пружності, які вважаються сталими у класичному законі Гука, не є константами, а залежать від напрямку та тривалості навантаження.

3. Виявлено домінуючий вплив стану контактів між частинками порошку, сформованих в процесі консолідації, на анізотропію пружності, нелінійні акустичні явища та розсіювання енергії коливань пористими ПМ. Цей висновок зроблено, зокрема, на підставі встановлення:

- суттєвої залежності модуля Юнга та здатності до демпфування порошкових заліза та титану однакової пористості від температури спікання;

- залежності здатності до демпфування частково спеченого порошкового титану від пористості, яка зменшується зі збільшенням температури спікання; здатність до демпфування повністю спеченого Ті близька до литого і не залежить від пористості;

- зменшення коефіцієнтів  $C_f$ , що характеризують амплітудні залежності резонансних частот поздовжніх і поперечних коливань, після збільшення температури спікання і їх кореляції з межею плинності  $\sigma_{0,2}$ , деформацією до руйнування  $\epsilon_p$ , коефіцієнтом тріщиностійкості  $K_{Ic}$  і характером руйнування порошкових Fe та Ti;

- залежності  $C_f$  порошкового сплаву Al-6Cu-0,4Mn від коефіцієнта витяжки після екструзії.

4. Встановлено, що характеристики пружності КМ на основі алюмінієвих сплавів зростають зі збільшенням вмісту SiC відповідно до теоретичних передбачень до певної критичної концентрації, залежної від розмірів частинок, а з подальшим збільшенням вмісту кераміки зростання пружності сповільнюється. Встановлено, що це явище пов'язано з утворенням залишкової пористості і недосконалих контактів між частинками в агломератах кераміки. За результатами дослідження акустичних характеристик оптимізовано технологічні параметри отримання КМ.

5. Доведено обґрунтованість застосування для опису акустичних коливань неповністю консолідованих ПМ макроскопічної моделі пружної поведінки на основі формулювань пружного потенціалу, які у випадку простих напружених і деформованих станів призводять до кусково-лінійних співвідношень між відповідними компонентами тензорів напруження і деформації. Модель було покладено в основу вперше запропонованої автором методології розрізнення різних типів елементів мезоструктури мікронеоднорідних матеріалів і встановлення на цих підставах істинних значень характеристик пружності.

6. Встановлено, що зразки сталей 20 та 12Х1МФ після тривалої експлуатації в елементах парогонів Київської ТЕЦ-5, на відміну від матеріалів в вихідному стані, демонструють нелінійну пружну поведінку, яка проявляється у спотворенні форми резонансної кривої і залежності резонансної частоти від амплітуд коливань, що свідчить про наявність нестабільних дефектів, ймовірно, меж зерен з виділеними в процесі експлуатації карбідами.

7. Вперше для однофазних литих матеріалів виявлено сильні нелінійні акустичні ефекти (асиметричність резонансної кривої, залежність частоти резонансу

від напрямку зміни частоти збурення) підчас коливань однофазного  $Ti_3Sn$  і встановлено повністю оборотну експоненціальну залежність від амплітуд коливань уявного модуля Юнга, пропорційного до квадрату резонансної частоти, а також залежність внутрішнього тертя від частоти в діапазоні частот  $10^0 \dots 10^4$  Гц. На думку автора, нелінійні ефекти є наслідком оборотного руху меж між двійниками і/або переорієнтації двійників під дією прикладених акустичних навантажень і їхньою взаємодією з перешкодами.

8. Розроблені спосіб визначення модуля пружності та способи визначення дефектності матеріалів, захищені 5 патентами України на винахід, пройшли дослідно-виробничі випробування на промислових підприємствах. Результати досліджень характеристик лінійної та нелінійної пружності та непружності ПМ методами механічної резонансної спектроскопії були використані на Казенному заводі порошкової металургії і дозволили підвищити достовірність контролю під час виготовлення виробів із спечених порошкових матеріалів і таким чином покращити їх кінцеві експлуатаційні характеристики. Розроблена «Методика визначення дефектності матеріалу магістральних газопроводів з використанням методу механічної резонансної спектроскопії» була впроваджена в експлуатацію в Управлінні магістральних газопроводів «Львівтрансгаз» Дочірньої компанії «Укртрансгаз» НАК «Нафтогаз України», що підтверджується відповідними актами.

## СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

### *Праці в яких опубліковані основні наукові результати дисертації:*

1. **Vdovychenko O. V.** Effect of microstructure on Young's modulus of extruded Al-SiC composites studied by resonant ultrasound spectroscopy / O. V. Vdovychenko, V. S. Voropaev, A. N. Slipenyuk // Journal of Materials Science. – 2006. – Vol.41. – N24. – P. 8329 – 8338. (*Springer, USA, doi: 10.1007/s10853-006-1019-2*). (Дисертант дослідив вплив концентрації і розміру частинок SiC і сплаву Al-6Cu-0,4Mn на швидкість звуку і модуль Юнга композита).

2. **Vdovychenko O. V.** Dynamic mechanical behavior of intermetallic  $Ti_3Sn$  / O. V. Vdovychenko, M. V. Bulanova, Yu. Fartushna, A. Shcherecky // Scripta Materialia. – 2010. – Vol.62. – P.758 – 761. (*Elsevier, UK, doi:10.1016/j.scriptamat.2010.01.036*). (Автором виявлено і досліджено амплітудні та частотні залежності модуля Юнга і внутрішнього тертя інтерметаліду  $Ti_3Sn$ ).

3. **Vdovychenko O.** Mechanical behavior of homogeneous and nearly homogeneous  $Ti_3Sn$ : Role of composition and microstructure / O. Vdovychenko, O. Ivanova, Yu. Podrezov, M. Bulanova, I. Fartushna // Materials and Design. – 2017. – Vol.125. – P.26-34. (*Elsevier, Netherland, doi:10.1016/j.matdes.2017.03.074*). (Дисертант дослідив резонансними методам динамічну поведінку сплавів  $Ti_3Sn$  і виявив вплив мікроструктурного фактору на їхні механічні характеристики).

4. **Vdovychenko O. V.** Application of the methods of mechanical resonance for the detection of defects in steels of steam pipelines after operation / O. V. Vdovychenko // Materials Science. – 2014. – Vol.49. – P.461 – 468. (*Springer, USA, doi: 10.1007/s11003-014-9637-3*). (Автор дослідив дефектність сталей 20 і 12Х1МФ після експлуатації використовуючи розроблені ним методи).

5. **Vdovichenko A. V.** Mechanical resonance spectroscopy of interparticle boundaries in high-density iron powder compacts / A. V. Vdovichenko, Yu. N. Podrezov, V. V. Skorokhod // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2008. – Vol.47. – P.366 – 372. (*Springer, USA, doi: 10.1007/s11106-008-9028-0*). (Дисертант дослідив вплив стану контактів між частинками порошкового Fe на лінійні і нелінійні акустичні характеристики).

6. Borisovskaya E. M. Mechanical properties of powder titanium at different production stages. II. Mechanical behavior of porous titanium compacts / E. M. Borisovskaya, V. A. Nazarenko, Yu. N. Podrezov, O. S. Koryak, Ya. I. Evich, **A. V. Vdovichenko** // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2008. – Vol.47. – P.538 – 545. (*Springer, USA, doi: 10.1007/s11106-008-9056-9*). (Дисертантом досліджено вплив пористості спресованого титанового порошку на модуль пружності).

7. Podrezov Yu. N. Mechanical properties of powder titanium at different production stages. III. Contact formation in powder titanium based on examination of mechanical properties in sintering / Yu. N. Podrezov, V. A. Nazarenko, **A. V. Vdovichenko**, V. I. Danilenko, O. S. Koryak, Ya. I. Evich // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2009. – Vol.48. – №3/4. – P.201 – 210. (*Springer, USA, doi: 10.1007/s11106-009-911-1*). (Автор дослідив вплив фракційного складу, пористості та температури спікання на динамічний модуль Юнга порошкового титану).

8. Gogaev K. A. The influence of deformation modes on the structure and properties of Al–Mg–X powder composites. I. The influence of rolling conditions on the mechanical properties of aluminum powder ribbons strengthened with SiC nanoparticles / K. A. Gogaev, V. S. Voropaev, **O. V. Vdovychenko**, Yu. N. Podrezov, N. F. Gadzyra, Ya. I. Yevich // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2018. – Vol.57. – Iss.5-6. – P.257 – 264. (*Springer, USA, doi: 10.1007/s11106-009-911-1*). (Дисертант дослідив вплив вмісту наноструктурного порошку SiC на швидкість звуку, модуль Юнга, декремент коливань та амплітудну залежність резонансної частоти композитів ПА-2/SiC).

9. Gogaev K. A. The influence of deformation modes on the structure and properties of Al–Mg–X powder composites. III. The influence of nanosized SiC powder content and deformation processing on the properties of AMg5 alloy powder composites / K. A. Gogaev, V. S. Voropaev, **O. V. Vdovychenko**, Yu. N. Podrezov, N. F. Gadzyra, Ya. I. Yevich // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2019. – Vol.57. – Iss.9-10. – P.499 – 505. (*Springer, USA, doi: 10.1007/s11106-009-911-1*). (Дисертант дослідив вплив вмісту наноструктурного порошку SiC та режимів деформування на швидкість звуку, модуль Юнга, декремент коливань та амплітудну залежність резонансної частоти композитів сплав AMg5/SiC).

10. **Vdovychenko O. V.** Effect of polyethylene glycol content in compacts on structure of porous sintered Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / O. V. Vdovychenko, M. J. Baumann // Ceramics, Polish Ceramic Bulletin. – 2008. – Vol.101. – P.99 – 106. (*Польща, ISSN 0860-3340*). (Автор дослідив вплив вмісту і морфології поліетиленгліколю і температури спікання на пористість Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

11. **Вдовиченко А. В.** Определение характеристик упругости композитов на основе кальция методом резонансной ультразвуковой спектроскопии / А. В. Вдовиченко, Л. А. Иванченко, Н. Д. Пинчук // Металлофизика и новейшие

технологии. – 2004. – т.26. – №9. – С.1215 – 1226. (Україна, ISSN 1024-1809). (Дисертант дослідив вплив пористості та розміру частинок композиту  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)(\text{OH})_2$ -склофаза на швидкість звуку і модуль Юнга).

12. **Вдовиченко А. В.** Эволюция динамического модуля Юнга и демпфирующей способности пористого железа / А. В. Вдовиченко, Ю. Н. Подрезов // Металлофизика и новейшие технологии. – 2005. – т.27. – №11. – С. 1429 – 1440. (Україна, ISSN 1024-1809). (Дисертант дослідив вплив пористості і температури спікання на модуль Юнга і декремент коливань порошкового Fe і запропонував формулу оцінки площі вільної поверхні).

13. **Вдовиченко А. В.** Исследование упругости и контроль дефектности композитов AlCuMn-SiC резонансными методами / А. В. Вдовиченко // Ceramics, Polish Ceramic Bulletin. – 2005. – Vol.89. – P.209 – 216. (Польща, ISSN 0860-3340). (Самостійно проведене дослідження).

14. Воропаев В. С. Влияние степени деформации на формирование микроструктуры композита из порошков быстроакристаллизованного сплава Al-Cu-Mn и карбида кремния / В. С. Ворпопаев, **А. В. Вдовиченко**, А. Н. Слипенюк // Металлофизика и новейшие технологии. – 2004. – т.26. – №6. – С. 831 – 839. (Україна, ISSN 1024-1809). (Автор дослідив вплив режимів деформування на швидкість звуку в сплаві Al-6Cu-0,4Mn і композиті Al-6Cu-0,4Mn/10%SiC).

15. **Вдовиченко А. В.** Высокодempфирующее интерметаллическое соединение  $\text{Ti}_3\text{Sn}$  / А. В. Вдовиченко, М. В. Буланова, Ю. В. Фартушная, А. А. Щерецкий // Доповіді НАНУ. – 2010. – №8. – С.99 – 104. (Україна, ISSN 1025-6415). (Дисертант дослідив пружність, здатність до демпфування і нелінійність коливань в резонансному режимі зразків  $\text{Ti}_3\text{Sn}$ ).

16. **Вдовиченко О. В.** Особенности поширення поздовжньої пружної хвилі в матеріалах, що містять дефекти: одновимірна модель / О. В. Вдовиченко, В. В. Скороход, М. Б. Штерн // Наукові нотатки. Інженерна механіка: міжвуз. зб. наук. праць. – Луцьк: ЛДТУ, 2007. – Вип.20. – С.73 – 76. (Дисертантом запропонована загальна одновимірна модель поширення хвилі в матеріалі з площинними недосконалостями).

17. **Вдовиченко О. В.** Явище повільної динаміки в нелінійно-пружних спечених пористих титані та оксиді алюмінію / О. В. Вдовиченко // Электронная микроскопия и прочность материалов: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2017. – Вып.23. – С.43 – 52. (Самостійно проведене дослідження).

18. **Вдовиченко О. В.** Моделирование пружной поведінки пористых порошковых материалов за різних схем деформування / О. В. Вдовиченко, А. В. Кузьмов, О. Г. Кіркова, М. Б. Штерн // Современные проблемы физического материаловедения. – К.: ИПМ НАН Украины, 2016. – Вып.25. – С.85 – 90. (Дисертант запропонував модель матеріалу з різною пружністю розтягу і стиску).

19. **Вдовиченко О. В.** Оцінка пружності та здатності до демпфування матеріалів резонансними акустичними методами / О. В. Вдовиченко, Н. Д. Ткачук // Современные проблемы физического материаловедения: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2015. – Вып.24. – С.129 – 136. (Автором визначені пружні сталі монокристалу KBr і модулі пружності ПММА і їхні декременти коливань з використанням розробленої програми опрацювання резонансних спектрів).



20. **Вдовиченко О. В.** Експериментальні дослідження нелінійної поведінки пористого оксиду алюмінію в процесі пружних коливань / О. В. Вдовиченко // Наукові нотатки: міжвуз. зб. наук. праць. – Луцьк: ЛНТУ, 2013. – Вип.43. – С.41–45. *(Самостійно проведене дослідження)*.

21. **Вдовиченко О. В.** Дослідження процесів консолідації пористого порошкового титану за результатами вимірювань параметрів резонансних коливань / О. В. Вдовиченко // Современные проблемы физического материаловедения: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2013. – Вип.22. – С.87–93. *(Самостійно проведене дослідження)*.

22. **Вдовиченко О. В.** Дослідження нелінійної пружності пористого оксиду алюмінію резонансними методами / О. В. Вдовиченко, Н. Д. Ткачук // Электронная микроскопия и прочность материалов: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2013. – Вип.19. – С.134–144. *(Автор дослідив нелінійну пружну поведінку пористого оксиду алюмінію методами гармонічного аналізу та вейвлет-аналізу)*.

23. **Вдовиченко О. В.** Вплив макродефектів структури оксиду алюмінію на нелінійність резонансних механічних коливань / О. В. Вдовиченко // Современные проблемы физического материаловедения: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2012. – Вип.21. – С.89–100. *(Самостійно проведене дослідження)*.

24. Штерн М. Б. Залежності швидкостей поширення акустичних хвиль в нелінійно-пружних матеріалах від характеру динамічного навантаження / М. Б. Штерн, **О. В. Вдовиченко**, О. Г. Кіркова // Наукові нотатки. Інженерна механіка: міжвуз. зб. наук. праць. – Луцьк: ЛДТУ, 2011. – Вип.31. – С.432–438. *(Дисертант запропонував узагальнену модель нелінійно-пружного матеріалу)*.

25. **Вдовиченко О. В.** Моделювання впливу дефектів на резонансний спектр механічних коливань порошкових матеріалів / О. В. Вдовиченко // Современные проблемы физического материаловедения: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2010. – Вип.19. – С.100–104. *(Самостійно проведене дослідження)*.

26. **Вдовиченко О. В.** Динамічна пружність і здатність до демпфування спечених титанових пресовок / О. В. Вдовиченко // Современные проблемы физического материаловедения: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2009. – Вип.18. – С.131–136. *(Самостійно проведене дослідження)*.

27. **Вдовиченко О. В.** Оцінка дефектності пористого титану неруйнівними ультразвуковими методами / О. В. Вдовиченко, О. О. Мосолаб, В. А. Назаренко // Электронная микроскопия и прочность материалов: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2009. – Вип.16. – С.80–87. *(Дисертант дослідив залежності швидкостей різних типів акустичних хвиль від пористості та параметрів технології одержання порошкового Ti)*.

28. **Вдовиченко А. В.** Исследование упругости пористого титана акустическим неразрушающим методом / А. В. Вдовиченко, Г. А. Мешкова, В. А. Назаренко // Современные проблемы физического материаловедения: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2008. – Вип.17. – С.145–151. *(Дисертантом досліджені швидкості поширення поздовжньої акустичної хвилі та модулі хвилі стиску від пористості слабо спеченого титану)*.

29. **Вдовиченко А. В.** Влияние плоских дефектов на эффективный модуль Юнга порошковых материалов при изгибе / А. В. Вдовиченко // Современные

проблеми фізического матеріалознавства: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН України, 2006. – Вып.15. – С.183 – 189. (*Самостійно проведене дослідження*).

30. Супруненко М. О. Ідентифікація дефектів структури композитів Al-SiC методами акустичної резонансної спектроскопії / М. О. Супруненко, **О. В. Вдовиченко**, А. Г. Протасов // Методи та прилади контролю якості. – 2006. – №17. – С.12 – 14. (*Автор дослідив вплив структурних факторів характеристики пружності композитів*).

31 Штерн М. Б. Исследование упругого поведения порошковых материалов с плоскими порами методом прямого компьютерного моделирования на элементарной ячейке / М. Б. Штерн, А. В. Кузьмов, Е. Г. Фролова, **А. В. Вдовиченко** // Наукові нотатки. Інженерна механіка: міжвуз. зб. наук. праць. – Луцьк: ЛДТУ, 2005. – Вип.17. – С.390 – 397. (*Дисертантом запропонований підхід до моделювання пружної поведінки на елементарній комірці*).

32. **Вдовиченко А. В.** Распространение ультразвуковой волны в стержне из нелинейно-упругого материала / А. В. Вдовиченко // Современные проблемы физического материаловедения: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2005, С.183 – 189. (*Самостійно проведене дослідження*).

33. **Вдовиченко О. В.** Оцінка впливу дефектів на ефективні характеристики пружності порошкових матеріалів на основі моделі кусково-лінійної пружної поведінки / О. В. Вдовиченко, А. В. Кузьмов, О. Г. Кіркова, М. Б. Штерн // Математические модели и вычислительный эксперимент в материаловедении: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2017. – Вып.19. – С.3 – 9. (*Автором запропонована модель пружного деформування комірки порошкового матеріалу*).

34. Штерн М. Б. Поздовжні і поперечні пружні хвилі в матеріалах, що містять пори і площинні дефекти / М. Б. Штерн, **О. В. Вдовиченко**, О. Г. Кіркова // Математические модели и вычислительный эксперимент в материаловедении: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2010. – Вып.12. – С.30 - 35. (*Дисертант брав участь у формулюванні постановки проблеми*).

35. **Вдовиченко О. В.** Моделювання пружних коливань стрижнів з порошкових матеріалів за наявності 2D-дефектів / О. В. Вдовиченко, В. В. Скороход, М. Б. Штерн // Математические модели и вычислительный эксперимент в материаловедении: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2007. – Вып.9. – С.3 – 7. (*Автор провів моделювання впливу нелінійних ефектів на форму пружних коливань*).

#### **Праці, які засвідчують апробацію матеріалів дисертації:**

36. **Vdovychenko O.** Effect of nanoparticles consolidation on ultrasonic velocity-porosity relationship in sintered alumina / O. Vdovychenko, M. Crimp, L. Kempel, V. Vereshchaka // NATO Advanced Research Workshop "Nanostructured materials and coatings for biomedical and sensor applications", Kyiv, Ukraine, August 4 – 8, 2002. – P.27 (очна участь). (*Дисертант провів експерименти з одержання зразків і вимірювань швидкості звуку*).

37. **Vdovychenko O.** Resonant ultrasound spectroscopy for powder materials study / O. Vdovychenko // Int. Conf. "Novel technology in powder metallurgy and ceramics", Kyiv, Ukraine, Sept. 8 – 12, 2003. – P.389 – 390 (очна участь). (*Самостійно проведене дослідження*).

38. **Vdovychenko O.** Dynamic non-linear elasticity of powder materials / O. Vdovychenko, V. V. Skorokhod // *10<sup>th</sup> Conf. under auspices of E-MRS "Modern technologies of ceramic materials and their investigations"*, Konstancin-Jeziorna, Poland, June 5 – 6, 2007. (очна участь). (Дисертант проаналізував результати експериментальних досліджень нелінійної пружності порошкових матеріалів).

39. Nazarenko V. Study of physical properties of green and partly sintered porous titanium / V. Nazarenko, G. Meshkova, **O. Vdovychenko** // *Int. Conf. "HighMatTech-2007"*, Kyiv, Ukraine, October 12 – 16, 2007. – P.219 (очна участь). (Дисертант брав участь у постановці проблеми).

40. Meshkova G. Acoustic properties of titanium powder compacts / G. Meshkova, **O. Vdovychenko**, V. Nazarenko // *Int. Conf. "HighMatTech-2007"*, Kyiv, Ukraine, October 12 – 16, 2007. – P.220 (очна участь). (Дисертант розробив методіку опрацювання експериментальних результатів).

41. **Vdovychenko O.** Dynamic properties of aluminium alloy powder composites reinforced by silicon carbide particles / O. Vdovychenko, M. Suprunenko // *Int. Conf. "HighMatTech-2007"*, Kyiv, Ukraine, October 12 – 16, 2007. – P.393 (очна участь). (Дисертант провів аналіз впливу формування структури композиту Al/SiC на його акустичні властивості).

42. **Vdovychenko O. V.** On the estimation of defects containing materials using extended non-linear theory of elasticity / O. V. Vdovychenko, V. V Skorokhod, M. B. Shtern // *Proc. Sympos. I "Functional and Structural Ceramic and Ceramic Matrix Composites"*, E-, MRS 2008 Fall Meeting Warsaw, Poland, Sept. 15 – 19, 2008. – P.70 – 75 (очна участь). (Дисертант запропонував методіку оцінювання вмісту дефектів за результатами визначених характеристик нелінійної поведінки ПМ).

43. **Vdovychenko O.** Damping capacity of porous titanium under high-frequency vibrations / O. Vdovychenko // *5<sup>th</sup> Int. Conf. "Materials and Coatings for Extreme Performances"*, Zhukovka, Ukraine, Sept. 22 – 26, 2008. – P.287 (заочна участь). (Самостійно проведене дослідження).

44. **Vdovychenko O.** Changes of characteristics of internal friction in steel 20 and 12Kh1MF during operation in steam pipelines / O. Vdovychenko // *5<sup>th</sup> Int. Conf. "Materials and Coatings for Extreme Performances"*, Zhukovka, Ukraine, Sept. 22 – 26, 2008. – P.378 (заочна участь). (Автор дослідив залежність внутрішнього тертя сталей від режимів експлуатації парогонів).

45. **Vdovychenko O.** Physical basis for resonance characterization of sintered ceramics and composites / O. Vdovychenko, V. Skorokhod // *11<sup>th</sup> Conf. under auspices E-MRS "Composites and ceramic materials - technologies, application and testing"*, Konstancin-Jeziorna, Poland, May 18 – 19, 2009. – P.31 (очна участь). (Дисертант проаналізував фізичні джерела нелінійної акустичної поведінки спечених матеріалів).

46. Bulanova M. Phase transformation(s) in Ti<sub>3</sub>Sn intermetallic / M. Bulanova, Yu. Podrezov, **O. Vdovychenko**, M. Karpets // *XI Int. Conf. on Crystal Chemistry of Intermetallic Compounds*, Lviv, Ukraine, May 30 – June 2, 2010. – P.35 (заочна участь). (Дисертант брав участь в експериментах і обговоренні результатів).

47. **Вдовиченко О. В.** Ідентифікація макродефектів структури оксиду алюмінію резонансними методами / О. В. Вдовиченко, О. А. Окремов // *XI Міжнародна*

науково-технічна конференція «Приладобудування: стан і перспективи», Київ, Україна, 24 – 25 квітня 2012. – С.219 – 220 (очна участь). (Автор запропонував методуку опрацювання експериментальних результатів в часовій області).

48. **Вдовиченко О. В.** Застосування вейвлет - перетворення для контролю якості спікання методом резонансних ультразвукових коливань / О. В. Вдовиченко, О. К. Трощановський // XII Міжнародна науково-технічна конференція «Приладобудування: стан і перспективи», Київ, Україна, 23 – 24 квітня 2013, С.233 – 234 (очна участь). (Автор запропонував методуку опрацювання вимірної форми коливань в частотно-часовій області).

49. Pinchuk N.D. Determination of elastic characteristics of calcium phosphate composites determined by resonance ultrasonic techniques / N. D. Pinchuk, **O. V. Vdovychenko** // *Int. Research and Practice Conf. "Nanotechnology and Nanomaterials"* (NANO-2018), Kyiv, Ukraine, 27-30 August, 2018. – P.421 (очна участь). (Дисертант дослідив вплив параметрів структури на резонансні спектри композитів ГАп-склофаза).

#### **Патенти на винахід:**

50. Пат. 82678 UA, МКП (2006) G01N 29/04, G01H 13/00. Спосіб контролю дефектності матеріалів / **Вдовиченко О. В.**; заявник та патентовласник Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України. – №а200503968; заявл. 26.04.2005; опубл. 12.05.2008, Бюл. №9.

51. Пат. 90002 UA, МКП (2009) G01N 29/04, G01H 13/00. Спосіб контролю дефектності матеріалів / **Вдовиченко О. В.**; заявник та патентовласник Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України. – №а200801598; заявл. 07.02.2008; опубл. 25.03.2010, Бюл. №6.

52. Пат. 90728 UA, МКП (2009) G01N 29/00 Спосіб визначення модуля пружності матеріалів / **Вдовиченко О. В.**; заявник та патентовласник Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України. – №а200801599; заявл. 07.02.2008; опубл. 25.05.2010, Бюл. №10.

53. Пат. 103716 UA, МКП (2013.01) G01N 29/04 (2006.01), G01H 13/00. Спосіб визначення дефектності матеріалу / **Вдовиченко О. В.**; заявник та патентовласник Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України. – №а201209288; заявл. 13.07.2012; опубл. 11.11.2013, Бюл. №21.

54. Пат. 108145 UA, МКП (2015.01) G01H 13/00, G01N 29/00. Спосіб визначення дефектності матеріалу / **Вдовиченко О. В.**; заявник та патентовласник Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України. – №а201310398; заявл. 23.08.2013; опубл. 25.03.2015, Бюл. №6.

#### **АНОТАЦІЯ**

**Вдовиченко О.В. Ідентифікація мезоструктури та визначення властивостей порошкових і композиційних матеріалів методами акустичної спектроскопії. – Рукопис.**

Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.02.01 – Матеріалознавство. – Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України, Київ, 2020.

Дисертацію присвячено вирішенню важливої науково-технічної проблеми розроблення нової методології акустичної ідентифікації особливостей структури і властивостей порошкових, композиційних та пошкоджених матеріалів на основі аналізу резонансного відгуку на механічне збурення з метою створення виробів з прогнозованими фізико-механічними та функціональними характеристиками. Об'єктом дослідження є вплив особливостей мезоструктури таких матеріалів на їх поведінку на макроскопічному рівні. Як основні, в роботі розглянуто два типи елементів мезоструктури: пори і частково сформовані межі частинок або фазами.

Методологія, яка сформульована та обґрунтована в роботі, дозволяє розрізнити внесок особливостей наведених типів та оцінювати їх вміст, що є критерієм для удосконалення технологій отримання розглянутих класів матеріалів. Методологія базується на експериментально встановленому зв'язку між станом меж частинок з одного боку та несиметричною реакцією матеріалів на навантаження різних знаків - з іншого. Відгук матеріалів ідентифіковано на підставі модифікованого в роботі акустичного резонансного методу. Використано та узагальнено уявлення про нелінійно-пружну поведінку порошкових та пошкоджених матеріалів.

На підставі застосування розробленої методології було проаналізовано вплив різних типів елементів мезоструктури на характеристики пружності і дисипації енергії порошкових металів (Fe, Ti, Al-6Cu-0,4Mn), керамічних ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) та композиційних матеріалів (ГАп/склофаза, алюмінієві сплави/SiC) і встановлено оптимальні структурно-технологічні параметри їх виготовлення. Сформульовані підходи були покладені в основу створення методів виявлення змін структури сталей (Сталь 20 та 12Х1МФ) в процесі експлуатації виробів в екстремальних умовах для обґрунтованого подовження терміну їх експлуатації, а також методики дослідження механізмів деформування сплавів високого демпфування мартенситного типу Ti<sub>3</sub>Sn.

**Ключові слова:** порошкові та композиційні матеріали, кераміка, структура, пори, міжфазні межі, накопичення пошкоджень, нелінійна пружність, здатність до демпфування, акустичні резонансні методи, неруйнівний контроль.

## ABSTRACT

**Vdovychenko O.V. Characterization of mesostructure and properties of powder and composite materials by acoustic spectroscopy. – A manuscript.**

A thesis submitted for the degree of Doctor of Science on specialization 05.02.01 Materials Science at Frantsevich Institute for Problems of Materials Science, National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, 2020.

This thesis focuses on the solution of an important scientific and technical problem of the development of new methodology for acoustic identification of structural features and properties of powder, composite and damaged materials based on analysis of resonance response to mechanical excitation for the development of the parts with specified physical, mechanic and functional characteristics. The influence of features of mesostructures of such materials on their macroscopic behavior is the subject of inquiry. As a basic, two different types of the structural features – pores and partly consolidated boundaries between particles or phases are considered.

The methodology formulated and substantiated in the work allows to discern the contribution of the stated types of the features and to estimate their fractions that serve as a criterion for the refinement of technological processes of fabrication of studied classes of materials. The methodology is based on experimentally revealed dependence on state of the boundaries between particles in one hand, and non-symmetric response of the materials to the load of different directions in other hand. The response of materials is identified by the acoustical resonant technique elaborated in this work. A conception of non-linear elastic behavior of powder and damaged materials was used and extended.

Based on the utilization of the developed methodology, the influence of the different types of mesostructural elements on elastic characteristics and damping capacities of powder metals (Fe, Ti, Al-6Cu-0,4Mn), ceramics ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) and composite materials (HAp/glass phase, aluminum alloys/SiC) was analyzed and the optimal structural and technological parameters of their fabrication were determined. The stated approaches were assumed as a basis for the development of techniques for reveal of structural changes in steels (Steel 20 and 12Kh1MF) during operations of parts under extreme conditions with the purpose of the substantiated overhaul-period renewals, and also for the technique of investigation of mechanisms of deformation of martensitic alloy Ti<sub>3</sub>Sn with high damping capacity.

**Keywords:** powder and composite materials, ceramics, structure, pore, phase boundary, damage accumulation, non-linear elasticity, damping capacity, acoustic resonant techniques, non-destructive evaluation.