

Національна академія наук України
Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича

Кваліфікаційна наукова
праця на правах рукопису

Вдовиченко Олександр Васильович

УДК 620.22:620.179:539.21

ДИСЕРТАЦІЯ

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

Спеціальність 05.02.01 Матеріалознавство

Технічні науки (13 Механічна інженерія)

Подається на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук

Дисертація містить результати власних досліджень. Використання ідей, результатів і текстів інших авторів мають посилання на відповідне джерело

_____ О. В. Вдовиченко

Науковий консультант

академік НАН України, д. т. н., професор
Скороход Валерій Володимирович

Київ 2020

АНОТАЦІЯ

Вдовиченко О.В. Ідентифікація мезоструктури та визначення властивостей порошкових і композиційних матеріалів методами акустичної спектроскопії. – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.02.01 «Матеріалознавство» (13 – Механічна інженерія). – Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича Національної академії наук України, Київ, 2020. Подається до спеціалізованої вченої ради Д 26.207.03 Інституту проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України.

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 їхню поведінку на макроскопічному рівні. Як основні, в роботі розглянуто два типи елементів мезоструктури: пори і неповністю сформовані межі між частинками 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 (α -Al₂O₃) 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 Ti₃Sn.

Наукова новизна отриманих результатів:

1. Вперше запропонована методологія розрізнення об'ємних (пори) і площинних (неповністю сформовані контакти між частинками, розшарування) елементів 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 форми 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 що вони обумовлені станом контактів між частинками, натомість 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 елементів (дефектів) 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, Al₂O₃, 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 головну 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.

Практичне значення одержаних результатів. Створено нові науково-практичні принципи оцінювання формування структури порошкових і композиційних матеріалів, 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.

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.

Universality of such features of the acoustic response as deviation of oscillation from the harmonic function and slow dynamics in the time domain, amplitude dependence of the resonant frequencies and loss of symmetry of resonance curves in the frequency domain for ceramics, metals, and composites has been experimentally found. These

features result from the state of contacts between particles, but porosity impacts only on the linear elastic characteristics. The effective response of powder and damaged materials depends upon the difference between elasticity under tension and under compression that associated with content of planar defects of mesostructure obtained during fabrication or operation.

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 (α -Al₂O₃) and composite materials (HAp/glass phase, aluminum alloys/SiC) was analyzed and the optimal structural and technological parameters of their fabrication were determined. It has been found for powder materials with imperfect contacts between particles that effective elastic characteristics are no longer constants of materials and vary depending on magnitude and duration of cyclic deformation and the regularities of these alterations have been revealed.

It has been also established that the state of interparticle contacts, developed during consolidation, plays a key role in energy dissipation by porous powder materials. The damping ability of fully sintered powder materials does not vary with porosity.

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 Ti₃Sn. The single-phase Ti₃Sn compound demonstrates unusual non-linear behavior, the elasticity decreases fully reversible with strain, increases with both frequency and temperature (343 K to 673 K); damping is unusually high and decreases with frequency, remains unchanged with strain. The results denoted the appearance of the phase transition at about 350 K. A defect structure evolution during the process of deformation is indicative of the activation of a twinning deformation mechanism in a matrix phase of Ti₃Sn and may be responsible for the elastic non-linearity and high energy dissipation.

The scientific novelty of the results obtained:

1. The methodology of identification of different types of elements of meso-structure, namely pores and planar imperfections, was proposed on basis of analysis of the acoustic

oscillations under resonance conditions. Presented methodology is based on the conception of nonlinear elastic behavior of powder, composite and damaged materials.

2. The universality of such features of the acoustic response as deviation of character of elastic oscillation from harmonic motion in time domain, the dependence of resonant frequencies on amplitude and the loss of symmetry of resonant curves in frequency domain for ceramics, metals and composites was experimentally established. These features depend on conditions of interparticle contacts. The volumetric pores affect only on values of the elastic constants.

3. It was directly demonstrated, for the first time, that the effective response of powder and damaged materials caused by the difference between tensile and compressive resistance that quantitatively connected with the content of planar imperfections in materials, inherited due to the peculiarities of technologic routes or incipient during operation.

4. The series of experimental data on dynamic elasticity and damping capacity of sintered powder Fe, Ti, Al_2O_3 and extruded composite materials “aluminum alloys/SiC” depending on parameters of their internal structures and technology were firstly obtained. It was established that for powder materials with incompletely developed contacts between particles, the effective elastic characteristics are not the constants of the material, but change depending on the magnitude and duration of cyclic deformation, and laws of their variations were ascertained.

5. The leading role of conditions of interparticle contacts formed during the sintering in the dissipation of energy of oscillations was revealed: the damping capacity of sintered Ti increases with porosity solely in the presence of partly formed interparticle contacts, but for fully consolidated powder materials it is independent on porosity and corresponds to the damping capacity of cast Ti.

6. The strong nonlinear acoustic effects (distortion of resonant curve, dependence of resonant frequency on the direction of driving frequency change) during oscillation of single-phase intermetallic Ti_3Sn were elicited, and the exponential fully reversible dependence of resonant frequency on magnitude of oscillations and dependence of internal friction on frequency of oscillation were determined for the first time.

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

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 Ti₃Sn / 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 Ti₃Sn).

3. **Vdovychenko O.** Mechanical behavior of homogeneous and nearly homogeneous Ti₃Sn: 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 Ti₃Sn 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 AM₂5/SiC).

10. **Vdovychenko O. V.** Effect of polyethylene glycol content in compacts on structure of porous sintered Al₂O₃ / 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 Al₂O₃).

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 Са₁₀(РО₄)(ОН)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 быстрозакристаллизованного сплава Al-Cu-Mn и карбида кремния / В. С. Воропаев, **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 Ti_3Sn / 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 Ti_3Sn).

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. –Вип.23. – С.43 – 52. (Самостійно проведене дослідження).

18. **Вдовиченко О. В.** Моделювання пружної поведінки пористих порошкових матеріалів 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, що по різному опирається 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. –Вип.24. – С.129 – 136. (Автором визначені пружні сталі монокристалу KBr і модулі пружності поліметилметакрилату 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

фізического матеріалознавства: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН України, 2009. – Вып.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. – Вып.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. – Вып.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 проблемы физического материаловедения: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 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 комірі*).

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 // *10th 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 методику 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 методику оцінювання вмісту дефектів за результатами визначених характеристик нелінійної поведінки ПМ*).

43. **Vdovychenko O.** Damping capacity of porous titanium under high-frequency vibrations / O. Vdovychenko // *5th 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 // *5th 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 // *11th 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_3Sn 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 методику 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 методику 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.

ЗМІСТ

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ.....	22
ВСТУП.....	24
РОЗДІЛ 1 СТАН ПРОБЛЕМИ. ПЕРСПЕКТИВИ ІДЕНТИФІКАЦІЇ МЕЗОСТРУКТУРИ МАТЕРІАЛІВ ЗА ПАРАМЕТРАМИ АКУСТИЧНОГО ВІДГУКУ.....	32
1.1 Мезоструктура матеріалів та її еволюція в процесі виготовлення.....	34
1.2 Виявлення особливостей структури матеріалів акустичними методами, які ґрунтуються на використанні закону Гука та їх обмеження.....	40
1.2.1 Вплив мезоструктури на характеристики пружності матеріалів.....	43
1.2.2 Анізотропія механічних та акустичних характеристик порошкових матеріалів.....	52
1.3 Нелінійні пружні явища в матеріалах з дефектами.....	55
1.3.1 «Некласична» нелінійна пружність: експериментальні результати.....	55
1.3.1.1 Нелінійна пружність ПМ в квазістатичному експерименті.....	57
1.3.1.2 Нелінійні акустичні явища в матеріалах з дефектами.....	61
1.3.2 Моделі нелінійної пружності.....	71
1.3.2.1 Класична нелінійна пружність.....	71
1.3.2.2 Фізичні моделі «некласичної» нелінійної пружності.....	74
1.3.2.3 Феноменологічні моделі «некласичної» нелінійної пружності.....	81
Висновки до розділу 1 та формулювання завдань.....	85
РОЗДІЛ 2 ЗАГАЛЬНА МЕТОДИКА І ОСНОВНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ.....	91
2.1 Загальна методика.....	91
2.2 Методи експериментальних досліджень.....	91
2.2.1 Зразки матеріалів для експериментальних досліджень.....	91
2.2.2 Визначення швидкості поширення акустичних хвиль.....	94
2.2.3 Визначення характеристик пружності та непружності резонансними методами.....	94
2.2.4 Визначення характеристик нелінійних пружних коливань.....	102
2.2.5 Тестування програм визначення сталих пружності методом РУС.....	108

2.2.6 Вплив мезоструктури на порядок мод власних коливань в частотній області.....	112
2.2.7 Оцінка мезоструктури методами, що ґрунтуються на інших фізичних принципах.....	115
2.3. Методи теоретичних та розрахункових досліджень.....	116
2.4 Особливості отримання матеріалів для досліджень.....	116
Висновки до розділу 2.....	121
РОЗДІЛ 3 ДОСЛІДЖЕННЯ ВЛАСТИВОСТЕЙ ТА ІДЕНТИФІКАЦІЯ ОСОБЛИВОСТЕЙ МЕЗОСТРУКТУРИ КЕРАМІЧНИХ МАТЕРІАЛІВ.....	
3.1 Акустичні характеристики КМ на основі гідроксиапатиту.....	123
3.2 Особливості відгуку пористого оксиду алюмінію на акустичне збурення в залежності від структурних і технологічних чинників.....	129
3.2.1 Формування пористості.....	130
3.2.2 Структурні дослідження.....	132
3.2.3. Характеристики пружності: лінійне наближення.....	136
3.2.4. Нелінійні акустичні явища в частотній області: амплітудна залежність резонансної частоти.....	140
3.2.5 Нелінійні акустичні явища в частотній області: генерування гармонік.....	143
3.2.6 Нелінійні акустичні явища в часовій та частотно-часовій областях.....	149
3.2.7 Нелінійні акустичні явища в частотно-часовій області: повільна динаміка...	155
Висновки до розділу 3.....	157
РОЗДІЛ 4 МОДЕЛЮВАННЯ МЕХАНІЧНОЇ ПОВЕДНКИ МАТЕРІАЛІВ, ЩО МІСТЯТЬ ПОРИ ТА НЕДОСКОНАЛІ ПОВЕРХНІ РОЗДІЛУ.....	
4.1 Обґрунтування моделі за результатами експериментів.....	160
4.2 Узагальнена модель матеріалу.....	163
4.3 Вплив характеру збурення матеріалу, що містить пори і площинні дефекти, на швидкості поширення акустичних хвиль.....	165
4.4 Пружні поздовжні вільні коливання стрижня, матеріал якого по-різному опирається розтягу і стиску, за відсутності демпфування.....	170
4.5 Резонансна частота поздовжніх коливань стрижня.....	175

4.6 Ефективні механічні характеристики в умовах вигину.....	178
4.7 Пряме комп'ютерне моделювання модулів пружності на двовимірній комірці.....	184
Висновки до розділу 4.....	193
РОЗДІЛ 5 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ СТРУКТУРОУТВОРЕННЯ МАТЕРІАЛІВ З МЕТАЛЕВИХ ПОРОШКІВ.....	194
5.1. Дослідження еволюції контактів у спеченому порошковому залізі за результатами акустичних вимірювань.....	194
5.1.1 Структурні дослідження.....	194
5.1.2 Оцінка вмісту недосконалих контактів: лінійне наближення.....	196
5.1.3 Амплітудні залежності резонансної частоти та розсіювання енергії.....	200
5.1.4 Порівняння з характеристиками руйнування.....	204
5.2 Дослідження еволюції структури спеченого порошкового титану різної пористості за результатами акустичних вимірювань.....	208
5.2.1 Вплив пористості на швидкість акустичних хвиль.....	209
5.2.2 Оцінка вмісту недосконалих контактів: лінійне наближення.....	214
5.2.3 Динамічна пружність та здатність до демпфування: лінійне наближення.....	218
5.2.4 Нелінійна поведінка в частотній області: амплітудна залежність резонансної частоти.....	222
5.2.5 Нелінійна поведінка в частотно-часовій області: повільна динаміка.....	228
5.3 Акустичні дослідження мезоструктури КМ, одержаних екструзією порошків алюмінієвих сплавів та SiC.....	232
5.3.1 Формування структури порошкового алюмінієвого сплаву Al-Cu-Mn і композита Al-Cu-Mn/SiC під час екструзії.....	232
5.3.2 Вплив вмісту і розміру частинок порошків на структуру і властивості композита Al-6Cu-0,4Mn/SiC.....	236
5.3.2.1 Структура матеріалів.....	237
5.3.2.2 Резонансні дослідження: швидкість звуку та модулі пружності.....	240
5.3.3 Мезоструктура і властивості КМ алюмінієвий сплав / нанорозмірні частинки SiC: резонансні дослідження в лінійному та нелінійному наближеннях.....	249

Висновки до розділу 5.....	254
РОЗДІЛ 6 ДОСЛІДЖЕННЯ МЕЗОДЕФЕКТНОЇ СТРУКТУРИ ЛИТИХ МАТЕРІАЛІВ МЕТОДАМИ АКУСТИЧНОГО РЕЗОНАНСУ.....	259
6.1. Виявлення дефектів в матеріалах трубопроводів енергетичних установок після експлуатації.....	259
6.1.1. Досліджені матеріали та умови їхньої експлуатації.....	259
6.1.2. Лінійні акустичні резонансні характеристики.....	261
6.1.3. Нелінійні акустичні резонансні характеристики.....	264
6.2 Динамічна поведінка інтерметаліду Ti_3Sn	267
Висновки до розділу 6.....	279
ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ.....	281
СПИСОК ВКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ.....	284
ДОДАТКИ.....	331

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ І СКОРОЧЕНЬ

ДМА – динамічний механічний аналіз

КМ – композиційні матеріали

МКМ - композиційні матеріали з металевою матрицею

НК – неруйнівний контроль

ПЕГ - поліетиленгліколь

ПМ – порошкові матеріали

ПММА - поліметилметакрилат

РУС – резонансна ультразвукова спектроскопія

A – амплітуда коливань

A_V – параметр анізотропії швидкості поширення пружної хвилі

C_{ij} – сталі пружності

C_{fU} , $C_{f\epsilon}$ – коефіцієнти нелінійності, визначені за залежностями резонансної частоти від амплітуд коливань та максимальної циклічної деформації, відповідно

C_δ – коефіцієнт нелінійності, визначений за амплітудною залежністю декременту коливань

E , G , K – модулі Юнга, зсуву і всебічного стиску, відповідно

E_{ef} - ефективний модуль Юнга

f – частота

f_0 – частота резонансу,

f_{b1} – частота першої моди резонансних поперечних коливань зразка

f_r – частота першої моди резонансних поздовжніх коливань стрижневого зразка

Q^{-1} – обернена механічна добротність

s – середнє квадратичне відхилення

T_s – температура спікання

u_i – компонента вектору переміщення

$U_{вх}$, $U_{вих}$ – амплітуди сигналу збурення та сигналу з приймального перетворювача

U_1 , U_2 , U_3 – амплітуди основного тону та другої і третьої гармонік в гармонічному аналізі форми коливань

V_l, V_t, V_r – швидкості поширення поздовжньої, поперечної пружних хвиль і поздовжньої хвилі в стрижні, відповідно

V_i – швидкість переміщення під час деформування

β – скалярний параметр густини площинних недосконалостей

$\beta^{(2)}, \beta^{(3)}$ – коефіцієнти квадратичної та кубічної пружної нелінійності, відповідно

δ – декремент коливань

Δf – ширина резонансної кривої на рівні половини її максимальної амплітуди

ε – відносна деформація

ε_{\max} – амплітуда максимальної циклічної деформації

θ – пористість

θ_S – відносна частка вільної поверхні дисперсної системи

λ – коефіцієнт витяжки після екструзії

λ_i – частка руйнування по межах між частинками в загальній площі зламу зразка

ν – коефіцієнт Пуассона

ρ – густина

ρ^* – питомий електричний опір

σ – напруження

$\sigma_{0,2}$ – межа плинності

τ – період коливань

τ_f – стала часу відновлення резонансної частоти

ВСТУП

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. Naunyes 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 підвищення ймовірності руйнування. Крім того, оптимізація термосилових параметрів і часу консолідації дозволяє заощади енергію і водночас покращити характеристики міцності і тріщиностійкості внаслідок запобігання рекристалізації. Отже, завдання розробки 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);

ПІ-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);

М/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 розрізняти 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, Al₂O₃, 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 Ті.

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 участі Я.І. Євича та О.М. Іванової, ДМА – О.А. Щерецького, 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; 10th 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; 11th 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 and Practice 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 8 додатків. Обсяг роботи становить 15 авторських аркушів, які включають 116 рисунків й 17 таблиць.

Розділ 1 СТАН ПРОБЛЕМИ. ПЕРСПЕКТИВИ ІДЕНТИФІКАЦІЇ МЕЗОСТРУКТУРИ МАТЕРІАЛІВ ЗА ПАРАМЕТРАМИ АКУСТИЧНОГО ВІДГУКУ

Актуальною проблемою сучасного матеріалознавства є створення нових матеріалів з прогнозованими характеристиками з метою підвищення надійності, енергоефективності та подовження ресурсу машин і механізмів в енергетичній, нафтохімічній та авіакосмічній галузях, а також виробів біомедичного призначення. Це досягається використанням нових сполук (безкисневої кераміки, інтерметалічних сполук, КМ) та застосуванням принципово нових технологій, серед яких перспективними видаються порошкові технології (екструзія порошків, мікрохвильове спікання, плазмо-іскрове спікання, лазерне селективне спікання та інші). Вони дозволяють досягти відносної густини до 99%, або ж сформувати просторову пористу структуру, об'єм і форма якої забезпечує функціональні властивості таких виробів як імпланти, фільтри, каталізатори, теплові труби та ін. [1-5], які потребують високої залишкової пористості.

Експлуатаційні та технологічні характеристики конструкційних і функціональних матеріалів безпосередньо залежать від структури матеріалу, зокрема від дефектів, які формуються під час виготовлення на різних структурних рівнях [6, 7]. Фактори впливу (термічні, силові тощо) є багатопараметричними і часто слабо контрольованими, а отже створення матеріалів з наперед заданими структурою і властивостями за новими технологіями становить складну проблему і вимагає розуміння процесів еволюції вказаних дефектів. Незважаючи на значний прогрес, досягнутий за останні десятиріччя [8 - 11], встановлені на сьогодні для традиційних ПМ залежності між параметрами технології і експлуатаційними характеристиками не надають інформацію про часову і просторову еволюцію макродефектів структури нових матеріалів з різною формою і розмірами частинок (від 10^{-8} до 10^{-3} метрів), внаслідок того що хімічні і фізичні процеси на різних етапах консолідації порошків за традиційними і прогресивними технологіями є відмінними. Добре відомим прикладом є висока крихкість безкисневої кераміки, одержаної за

процесами, розробленими для оксиду алюмінію, що пов'язують з підвищеною здатністю останнього до релаксації напружень під час випалювання сполучної речовини [12].

В рамках цієї проблеми постають завдання моніторингу як складової керування процесами структурних та фазових перетворень під час виготовлення матеріалів, а також неруйнівного контролю процесів накопичення дефектів під час експлуатації готових виробів в умовах агресивних середовищ і термосилових навантажень. Передумовою є встановлення фундаментальних закономірностей взаємодії енергії, що використовується в процесі моніторингу, зокрема енергії акустичних коливань, з реальною структурою контрольованого матеріалу, що містить дефекти різних типів для визначення їхнього типу, розміру та форми і формулювання висновку про можливість безпечної експлуатації виробів. На основі встановлених закономірних зв'язків за результатами вимірювання однієї або декількох фізичних характеристик матеріалу, зокрема в процесі виготовлення або експлуатації, можна одержати інформацію про еволюцію його структури, а відтак і комплексу властивостей. (Рис.1.1).

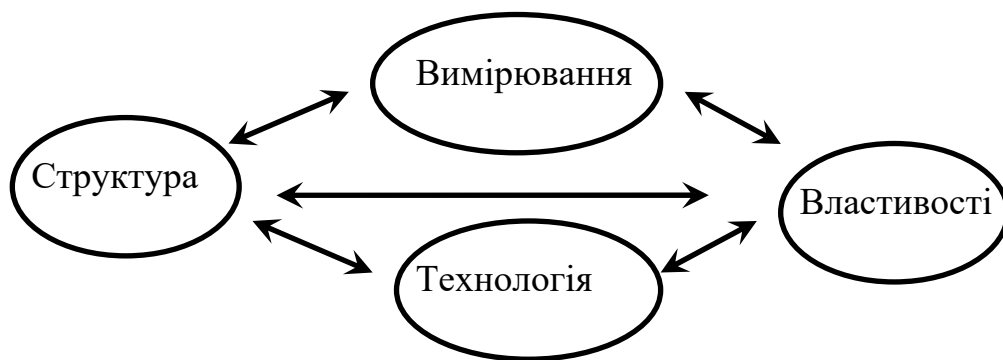


Рис.1.1 – Схема моніторингу процесу створення матеріалів

Розділ містить аналіз сучасного стану проблеми створення матеріалів з прогнозованими властивостями з використанням моніторингу як складової керування процесами структурних та фазових перетворень, стану теоретичних та експериментальних досліджень впливу мезодефектів структури матеріалів, зокрема таких, що виробляються за порошковими технологіями, на пружність та інші

механічні характеристики, та перспектив існуючих методів контролю для ідентифікації виду таких дефектів.

1.1 Мезоструктура матеріалів та її еволюція в процесі виготовлення

Результати досліджень впливу дефектів кристалічної ґратки на мікроскопічному рівні на макроскопічні властивості матеріалів підсумовані в численних монографіях [13 -16]. Проте крім згаданих мікроскопічних дефектів в реальних матеріалах завжди наявні такі дефекти структури, як тріщини, пори та поверхні розділу між фазами [17 - 9]. Присутність цих дефектів на початку процесу виготовлення та їх подальша еволюція відіграють вирішальну роль у формуванні механічних властивостей матеріалів, зокрема пружності та міцності, а також їхніх функціональних характеристик таких як тепло- [20, 21] та електропровідність [1, 22 - 25], корозійні [26, 27] та діелектричні [21, 28, 29] властивості.

Тріщина в сенсі Гріффітса являє собою двовимірний дефект типу плаского розрізу скінченних розмірів і не може існувати в матеріалі без присутності прикладених ззовні зусиль: міжатомні сили, що діють через площину тріщини утримуватимуть щілини в закритому стані доти, доки не подіють зовнішні відносно поверхні розриву напруження, які можуть спричинитись силами, прикладеними до поверхні тіла, а також виникати між елементами структури внаслідок невідповідності їх властивостей [30]. Тріщини утворюються під дією локальних напружень, достатніх для розриву міжатомних зв'язків, наприклад, в матеріалах з високою густиною дислокацій внаслідок взаємодії плаского скупчення дислокацій з межею зерна або з іншою перешкодою в площині ковзання, поблизу крихких частинок за рахунок несумісності деформації на поверхнях розділу частинки і деформованої матриці. В гетерофазних матеріалах тріщини можуть виникати під час поліморфного перетворення фази, яке супроводжується істотною зміною її об'єму.

Пори є тривимірними дефектами і можуть виникати в литих матеріалах в результаті зміни об'єму під час кристалізації, в дифузійних покриттях внаслідок злиття вакансій, в процесі термічної обробки та повзучості [17].

У багатофазних матеріалах, друга фаза яких має макроскопічні розміри (шаруваті та зміцнені довгими волокнами КМ), дефектом вважається область поблизу **межі поділу** у випадку, коли зв'язок між фазами є некогерентним, а енергія межі поділу – великою. В такому випадку під дією напружень може відбуватися порушення суцільності матеріалу по межі поділу. З іншого боку, сама по собі наявність меж між фазами не становить небезпеки руйнування, а за певних умов матиме результатом збільшення міцності матеріалу [31, 32].

Дефекти ПМ, до яких крім пор і тріщин належать **недосконалі контакти між частинками**, є наслідком самого способу одержання суцільного матеріалу з дискретних частинок і обумовлюються кінетикою змін неоднорідної структури матеріалу, сформованої на початкових стадіях виготовлення, впродовж технологічного процесу.

Порошкові технології зазвичай складаються з низки послідовних процесів, які можна розбити на декілька етапів: 1) **одержання вихідних порошків**, виготовлення з них шихти певного хімічного складу з певними технологічними характеристиками; 2) **компактування** шихти в заготовки, яке може відбуватись в декілька етапів, наприклад, попереднє пресування і наступна екструзія або прокатка; етап формування заготовок з порошків керамічних матеріалів часто включає так звані «мокрі» процеси, які відбуваються у присутності рідини (шлікерне лиття, інжекційне формування, гель-кастинг тощо); 3) консолідації заготовки шляхом **спікання** або гарячого деформування, тобто термомеханічної обробки заготовок під дією температур, нижчих за температуру топлення вихідного матеріалу або окремих його фракцій, яка теж може відбуватись в декілька етапів, наприклад після компактування у присутності сполучної речовини та/або під час неізотермічного спікання; 4) додаткової механічної, термічної або хімічної обробки [33, 34].

На структуру заготовки після компактування порошку, зокрема на наявність і розташування дефектів, впливають: 1) фазовий (хімічний) склад матеріалу частинок, розподіл частинок за розміром і формою, питома площа поверхні, мікроструктура частинок, стан їх поверхні, включаючи кількісний і якісний склад домішок; 2) технологічні особливості виготовлення шихти, такі як неоднорідність змішування,

реологічні характеристики, дзета-потенціал як функція рН, склад та концентрація зв'язувальної речовини; 3) технологічні характеристики компактування, такі як геометрія пресформи, величина та швидкість прикладання тиску, схема механічного навантаження [35, 36].

Для теоретичного та модельного опису механічної поведінки ПМ застосовують два підходи: мікромеханічний та континуальний [37, 38]. У відповідності до мікромеханічного підходу модель матеріалу формулюють у вигляді рівнянь взаємодії окремих структурних одиниць (частинок порошку) а потім, приймаючи той чи інший закон осереднення, проводять перехід до макроскопічних властивостей матеріалу. Другий, континуальний, підхід передбачає формулювання моделі матеріалу у вигляді визначальних рівнянь, що пов'язують тензори напружень, швидкостей деформацій з параметрами стану матеріалу.

На етапі компактування порошків у випадку мікромеханічного підходу параметрами стану вважають густину матеріалу частинки, а також щільність пакування частинок, яка характеризується **середнім координаційним числом**, тобто кількістю частинок, з якою контактує кожна частинка:

$$Z = 2m_V / n_V, \quad (1.1)$$

де m_V – загальна кількість контактів, а n_V – кількість частинок, відповідно, в репрезентативному об'ємі.

У випадку континуального підходу параметр стану матеріалу характеризують поточною густиною, яка на етапі перепакування частинок залежить від форми частинок та їх розміру, тертя між частинками, а також адгезії, яка стає істотним фактором впливу на процес перепакування, коли розмір частинок є меншим за ~ 10 мкм [39 - 42].

Як показали результати моделювання, з погляду формування дефектів більш важливим є факт істотного впливу адгезії і тертя між частинками на однорідність структури ПМ [43]. Еволюція ущільнених та розпушених зон є причиною утворення тріщин розшарування та руйнування пресовок в процесі компактування, на подальших стадіях технологічного процесу або в процесі експлуатації.

Водночас, дослідження дифракції рентгенівських ліній, проведені під керівництвом В. В. Скорохода, показали, що навіть на початкових стадіях утрушування порошків металів одночасно з перепакуванням (переміщенням і ротацією) відбувається пластична деформація частинок [44].

В умовах тисків і температур пресування матеріал більшості металевих порошків деформується пластично, а ущільнення пресовок відбувається за рахунок деформування контактів між частинками. Під час пластичного деформування частинок протікає ціла низка процесів еволюції дефектів на різних структурних рівнях. Перш за все, на макрорівні зменшується об'єм пористого тіла, головним чином за рахунок зменшення об'єму пор. Водночас відбувається збільшення загальної площі інших макродефектів – недосконалих контактів між частинками.

На мікрорівні компактування спричиняє деформаційне зміцнення матеріалу порошків. В роботах В. І. Трефілова, С. О. Фірстова, Ю. М. Подрезова процес зміцнення був проаналізований з урахуванням взаємопов'язаних процесів еволюції дислокаційної структури на мікроскопічному рівні і змін пористості [45 - 47]. Вважається, що головним джерелом деформаційного зміцнення є еволюція дислокаційної структури матеріалу, а його механізми в пористому тілі зумовлені тими самими фізичними явищами, що і в компактному матеріалі [45]. Відмінність пластичного деформування пористого матеріалу від відповідного компактного полягає в тому, що різні мікрооб'єми пористого тіла перебувають в різних структурних станах внаслідок сильної неоднорідності напружень і деформацій, і закономірності пластичної плинності в об'ємах між порами у великій мірі визначається геометрією перешийків між частинками [46]. Пори в такому випадку слугують концентраторами напружень. Іншим джерелом зміцнення є міграція домішок з поверхонь частинок порошку в їхній об'єм в процесі ущільнення, коли межа плинності матеріалів збільшується за рахунок субструктурного зміцнення некогерентними частинками домішок.

У випадку високих тисків пресування металевих порошків відбувається не тільки локальна пластична деформація в зоні контакту між частинками, але й взаємне переміщення і проковзування частинок, в результаті якого руйнуються

оксидні плівки і утворюються металічні зв'язки в зоні контактів частинок. Ці зв'язки відрізняються від таких в об'ємі матеріалу частинки тим, що фізичні поля в області контакту є спотвореними. Крім того на цьому етапі утворюються так звані **двовимірні (площинні) дефекти**, тобто межі між деформованими частинками, в зоні яких не встановилися металічні зв'язки, але наявний механічний контакт [22, 48]. Такі контакти, подібно до зімкнутих берегів тріщин, можуть опиратися навантаженням стиснення, але не чинять опору зусиллям розтягу. Проте, на відміну від тріщини, площинні дефекти не мають сингулярності напружень при розкриванні берегів. Для позначення таких дефектів використовують термін «**недосконалий контакт**» [49, 50], або «**безкогезійний контакт**» [51].

Якщо компактування відбувається в діапазоні низьких гомологічних температур, коли матеріал не деформується пластично, збільшення тиску пресування після досягнення максимально можливого ущільнення системи перепакування частинок може призводити до крихкого розтріскування частинок, тобто до утворення **додаткових площинних дефектів**.

Отже, одержані слабо консолідовані заготовки являють собою гетерогенні структури, які внаслідок впливу (часто неконтрольованому) множинних факторів відрізняються між собою середньою відносною густиною (пористістю), просторовими варіаціями пористості, сегрегацією частинок різного розміру та фазового складу, текстурою, і які можуть містити розшарування або тріщини [52]. На цій стадії утворюються не ізольовані пори, а деяка складна структура, котра може бути охарактеризована питомою загальною довжиною каналів, середньою площею їх перерізу і сумарною вільною поверхнею пор, що залежить від їх розгалуженості [35]. Внаслідок пластичної деформації можуть утворюватись металічні зв'язки між сусідніми частинками, в області яких фізичні поля (електричні, магнітні, механічні) спотворені і в цьому сенсі вони є дефектами структури. І нарешті, в заготовках під час компактування утворюються двовимірні дефекти між частинками твердої фази, в зоні яких відсутні зв'язки на рівні кристалічної ґратки, проте наявний механічний контакт в ненапруженому стані.

Для кількісного макроскопічного опису процесів утворення контактів в порошкових системах В. В. Скороходом [53] було запропоноване поняття відносної частки вільної поверхні дисперсної системи θ_S , яке визначається як відношення площі вільної поверхні пористого тіла S до сумарної площі ізольованих елементів дисперсної системи, тобто частинок порошку, S_Σ :

$$\theta_S = S / S_\Sigma . \quad (1.2)$$

Під час деформування і наступної термічної обробки частина поверхні частинки порошку бере участь у формуванні контактних перешийків і площа вільної поверхні пористого тіла складатиметься з суми поверхонь пор і недосконалих контактів. Для такого тіла слушною є формула

$$\theta_S = \theta + \theta_S^0 , \quad (1.3)$$

де θ – пористість, а θ_S^0 - частка відносної вільної поверхні, що зумовлена наявністю недосконалих контактів.

Сформовані на стадії пресування порошку площинні дефекти (межі розділу між частинками, тріщини) можуть зберігатися і в **спеченому тілі**, хоча в процесі спікання, яке супроводжується значною об'ємною усадкою матеріалу, на їхньому місці виникають і формуються реальні контакти. Численні дослідження, огляд яких наведено, наприклад, в роботах [33, 34, 54], свідчать, що існує принаймні шість різних мікромеханізмів спікання, тільки три з яких спричиняють ущільнення (зменшення пористості). Решта механізмів не впливають на пористість, проте мають наслідком зростання розміру перешийку і досконалості контакту між частинками порошкових агрегатів.

Після спікання в порошковому тілі практично завжди в тій чи іншій кількості залишаються пори різних розмірів та форми: 1) з середнім розміром, близьким до середнього розміру частинок вихідного порошку (еквічастинкові); 2) з середнім розміром $\sim 0,1$ від середнього розміру частинок (міжчастинкові); 3) міжзеренні мікропори, розташовані по межах контактів з середнім розміром ≤ 1 мкм, що

практично не залежить від розміру частинок. Крім того, після спікання можуть утворюватися залишкові пори, розміри яких перевищують розміри частинки. Вони виникають внаслідок зонального відокремлення, яке полягає в утворенні в пресовці ущільнених зони, відділених одна від одної межами з істотно меншою густиною, причому ущільнені зони в процесі спікання можуть далі ущільнюватись, спричиняючи подальше зростання міжзональної пористості [55, 56].

Отже, ПМ і КМ містять різні типи нелінійних в'язко-пружних дефектів структури (або мікронеоднорідностей): дислокації, межі зерен, тріщини, недосконалі контакти між частинками і між фазами, пори тощо. Такі матеріали є складними системами, поведінка яких відрізняється від класичних твердих тіл, тому виявлення *небезпечних дефектів* є нетривіальною задачею, що вимагає створення нових методів на основі розуміння процесів взаємодії фізичних полів з елементами структури. Існуючі моделі формування структури ПМ переважно зосереджені на встановленні розподілу навантажень і густини в остаточному виробі. Ця інформація є важливою в процесі розробки і оптимізації технології, проте не дозволяє з потрібною точністю передбачити фізико-механічні властивості (зокрема міцність і пружність) виробів, які залежать не тільки від відносної густини, мірою якої є пористість, але й від концентрацій напружень, залежних від форми пор, а також вмісту недосконалих контактів та інших дефектів.

1.2 Виявлення особливостей структури матеріалів акустичними методами, які ґрунтуються на використанні закону Гука та їх обмеження

Інформацію про структуру і властивості матеріалу, його напружено-деформований стан, наявність дефектів, їх характеристики, динаміку накопичення і розвитку на різних етапах життєвого циклу виробу (виготовлення, випробування, експлуатації) доцільно одержувати, застосовуючи НК [57].

Державний стандарт України ДСТУ 2865-94 [58], де в основу класифікації методів НК покладено процеси взаємодії певного фізичного поля або речовини з об'єктом контролю, виділяє 13 видів неруйнівного контролю. Характер взаємодії

фізичних полів з об'єктом контролю визначається, з одного боку, природою і параметрами фізичного поля, а з іншого – структурою і фізичними властивостями матеріалу і геометричними параметрами зразка, а також геометричними і фізичними характеристиками окремих фаз, і тих областей, які вважаються дефектами. Певний метод НК вважають інформативним, коли в процесі взаємодії поля з об'єктом контролю контрольована ознака об'єкту викликає певні зміни фізичного поля, достатні для подальшого їх виявлення та ідентифікації [59].

Зазвичай НК застосовують для виявлення дискретних дефектів в готових виробках, причому більш як 90% ринку промислового НК займають: 1) рентгенівська радіографія; 2) акустичний (ультразвуковий) в частотному діапазоні 1 – 5 МГц (у спеціальних випадках – від 20 кГц до 100 МГц); 3) вихорострумовий; 4) магнітного порошку; 5) рідких проникних речовин та 6) візуальний [60]. Порівняння методів НК, що застосовуються для ПМ та КМ, наведено в Таблиці 1.1.

Проте для новітніх технологій керамічних і металевих ПМ та КМ виявлення локалізованого дефекту в готовому виробі не є достатнім [12, 61]. Оскільки формування дефектів в виробках з ПМ обумовлюється неоднорідністю структури матеріалу на етапі компактування та кінетикою змін структури на подальших етапах виготовлення, засадничим завданням є дослідження еволюції дефектної структури матеріалів на всіх етапах процесу виготовлення, а також моніторинг виробів під час деградації в процесі експлуатації.

Найбільш придатними для оцінки дефектів мікроструктури, а також механічних властивостей матеріалів на даний час вважаються акустичні методи НК, що ґрунтуються на застосуванні пружних коливань, які збурюються або виникають в досліджуваному об'єкті [68, 69]. Це стосується і оцінки структурних недосконалостей, зумовлених способом виготовлення керамічних та металевих ПМ і КМ [22, 70 - 72].

В матеріалознавстві загалом і в дослідженнях ПМ та КМ зокрема переважно застосовують методи проникного та відбитого акустичного випромінювання, які ґрунтуються на вимірюванні швидкості поширення різних типів хвиль в об'єкті контролю. Перевагою акустичних методів є прямий зв'язок швидкостей пружних

Таблиця 1.1

Придатність методів до НК виробів з порошкових (ПМ) і композитних (КМ) матеріалів [22, 61 -67]

Метод	Визначувана характеристика	Переваги	Недоліки	Ступінь застосовності		
				Неспечені ПМ	Спечені ПМ	КМ
1	2	3	4	5	6	7
Гамма-випромінювання	Визначення густини	Висока роздільна здатність і точність; відносно швидкий	Висока вартість обладнання, радіаційна небезпека	1	1	1
Рентгенівська радіографія	Варіації густини, розриви суцільності, тріщини, включення	Можлива автоматизація	Висока вартість, радіаційна небезпека, орієнтація тріщин критична	1	1	1
Комп'ютерна томографія	Варіації густини (пористості), тріщини, включення	Можлива автоматизація; локація точкових дефектів	Висока початкова вартість, радіаційна небезпека, висока кваліфікація оператора	1	1	1
Електрорезистометрія	Варіації пористості, підповерхневі тріщини, ступінь спікання	Низька вартість, портативність, придатність для дослідження пресовок	Чутливий до крайових ефектів	1	1	4

Таблиця 1.1 (продовження)

1	2	3	4	5	6	7
Вихрострумний	Тріщини, загальна густина, твердість, хімічний склад	Низька вартість, швидкий, можлива автоматизація	Впроваджується, обмеження на карбон/епоксидні КМ	1	1	1
Термографічний	Варіації густини (пористості), підповерхневі тріщини	Не потребує контактної речовини	Лише для плоских і опуклих поверхонь, чутливий до крайових ефектів, мала чутливість	4	3	3
Метод магнітного порошку	Поверхневі і близькі до поверхні тріщини	Низька вартість, простий в використанні	Повільний, чутливий до кваліфікації оператора	3	1	4
Оптичний лазерний метод	Розшарування	Низька вартість, мала чутливість до шуму, до кваліфікації оператора	Не чутливий до дефектів, інших ніж розшарування	3	4	3
Поровий тиск / Газопроникність	Розшарування, тріщини, зміни густини	Низька вартість, простота, швидкість	Вимагає вакуумного обладнання, дефекти мають бути з'єднаними з поверхнею	1	1	4

Таблиця 1.1 (продовження)

1	2	3	4	5	6	7
Ультразвукова акустоскопія: А- та С-скани	Варіації густини, тріщини, незадовільна адгезія	Чутливість до тріщин, швидкість	Вимагає контактної речовини, орієнтація тріщин є критичною	3	1	1
Акустична мікроскопія (АМ), в т.ч. сканувальна лазерна АМ	Варіації густини, тріщини	Швидкість, висока роздільна здатність	Висока початкова вартість, вимагає контактної речовини	3	3	2
Резонансні акустичні методи	Загальні густина та дефектність, тріщини	Низька вартість, швидкість	Не надають інформацію про розташування дефектів	3	2	2
Акустична емісія	Розтріскування під час пресування, пошкодження внаслідок втоми	Низька вартість, можливість виявлення різних типів втомних дефектів	Вимагає високої кваліфікації для ідентифікації типу дефекту	3	3	1

Позначення в стовпцях 5 -7: 1 – використовується у виробництві; 2 – розробляється для промислового використання; 3- може використовуватись, проте публікації нечисленні; 4 – низька ймовірність успішного застосування до ПМ (КМ).

хвиль різних типів, які поширюються в матеріалі, з його характеристиками пружності. Для ізотропних матеріалів, пружна поведінка яких описується законом Гука в його класичному формулюванні, цей зв'язок встановлюється формулами:

$$\begin{aligned}
 E &= \rho V_t^2 \frac{3V_l^2 - 4V_t^2}{V_l^2 - V_t^2} = \rho V_r^2, & G &= \rho V_t^2 \\
 K &= \rho \left(V_l^2 - \frac{4}{3} V_t^2 \right) & \nu &= \frac{1}{2} \frac{V_l^2 - 2V_t^2}{V_l^2 - V_t^2},
 \end{aligned} \tag{1.4}$$

де E , G , K і ν – модулі Юнга, зсуву, всебічного стиску і коефіцієнт Пуассона, а V_l , V_t і V_r – швидкості поширення поздовжньої та поперечної пружної хвилі і поздовжньої хвилі в стрижні, відповідно.

Останнім часом поширення набули резонансні методи, зокрема резонансна ультразвукова спектроскопія (РУС), задачею якої є реконструкція параметрів матеріалу досліджуваного зразка [73, 74] на відміну від модальних методів, задачею яких є ідентифікація дефектів за зміною параметрів коливань конструкції (власних частот, модального демпфування, форм мод) у припущенні незмінних характеристик пружності і густини матеріалу [75 - 77]. РУС полягає у вимірюванні частотного спектру резонансних коливань зразка певної форми і, завдяки застосуванню сучасних числових методів розрахунку [78, 79], дає змогу з високою точністю визначати повний набір пружних сталих матеріалів, зокрема з анізотропією пружності (монокристалів, КМ, біологічних тканин тощо) [80 - 82].

Акустичні методи застосовували для дослідження процесу рекристалізації [83], оцінки відносної частки вільної поверхні в процесі спікання [84, 85], вивчення просторового розподілу густини та анізотропії пресовок [86, 87], морфології частинок та переважної орієнтації контактів [88 - 90], моніторингу пружності в процесі пресування [91], а також для оцінки пружності, пористості та відшарувань покриттів [92,93], композитів [94, 95] та *in-situ* моніторингу деградації керамічних елементів [96].

1.2.1 Вплив мезоструктури на характеристики пружності матеріалів

З погляду акустичних властивостей середовище, що містить неоднорідності (дефекти), розміри яких та відстані між якими великі у порівнянні з відстанями між атомами, але малі у порівнянні з довжиною акустичної хвилі, і які розподілені у просторі достатньо рівномірно, так, що в макромасштабі їх можна вважати однорідним, вважається мікронеоднорідним (або **мезоскопічним**) [97]. Загалом визначальні рівняння механічної поведінки мікронеоднорідних матеріалів, що містять дефекти різних типів, є нелінійними. Проте у першому наближенні, зважаючи на те, що фундаментальні особливості механіки і фізики їхнього деформування не розв'язані, для дуже малих деформацій припускають лінійність ефективного відгук таких матеріалів в стані статичної рівноваги. Це наближення є важливим для визначення інженерних характеристик матеріалів класичними методами і надає можливість порівняти їх з властивостями матеріалів, що не містять дефектів, а також використати в розрахунках деталей і конструкцій. Відповідно до згаданого наближення припускають лінійність усіх визначальних рівнянь, які описують деформування досліджуваного тіла та пов'язують виміряні і обчислені характеристики в акустичних і механічних експериментах, а відповідно – справедливість закону Гука в його класичному формулюванні. Ефективні характеристики пружності в такому наближенні є коефіцієнтами в цих рівняннях.

В багатьох експериментальних і теоретичних дослідженнях вивчали залежності характеристик пружності ПМ від пористості, вважаючи її першорядним чинником, а інші особливості структури – розмір, форму, орієнтацію і зв'язність пор, а також інші типи дефектів – другорядними. В роботах [98 - 101] були проаналізовані емпіричні та напівемпіричні рівняння, що описують спостережене як в акустичних так і в квазістатичних експериментах зменшення модулів пружності (головним чином E і G) зі зростанням пористості, найбільш поширені з яких мають вигляд:

$$M = M_0 \cdot (1 - b\theta)^n \quad (1.5a)$$

$$M = M_0 \cdot (1 - b_1\theta + b_2\theta^2) \quad (1.5b)$$

$$M = M_0 \cdot \exp(-b\theta) \quad (1.6)$$

де M і M_0 – ефективні модулі ПМ (модуль Юнга E або модуль зсуву G) та твердої фази (E_0 або G_0), відповідно, b_k і n – припасовувальні коефіцієнти, різні для різних рівнянь, які визначаються з експериментальних даних.

Рівняння типу (1.5а) та (1.5б) можна розглядати як наближення (1.6), одержані розкладанням останнього в ряд Тейлора $M = M_0 \cdot (1 - b\theta + (b\theta^2)/2 - (b\theta^3)/6 + \dots)$ і утриманням відповідної кількості членів.

Загалом (1.6) добре описує модуль Юнга матеріалів з малою пористістю, але не задовольняє умові $E = 0$ коли $\theta = 1$. Vert модифікував вираз (1.5б) для модуля Юнга, вважаючи, що $b = 1/\theta_C$ [102]:

$$E = E_0(1 - \theta/\theta_C)^n \quad (1.7)$$

де θ_C – критична пористість, за якої $E = 0$, тобто матеріал втрачає суцільність, і яка зазвичай набуває значень від 0,37 до 0,97 [103, 104].

Rabst and Gregorová запропонували дещо іншу форму рівняння (1.7) [105]

$$E = E_0(1 - b\theta)(1 - \theta/\theta_C), \quad (1.8)$$

яке за умови $b = 1$ (для сферичних пор) має лише один припасовувальний коефіцієнт, і в такому випадку за $\theta_C = 1$ переходить у відоме рівняння М. Ю. Бальшина [55].

За М. С. Ковальченком для ізотропних пористих матеріалів [106]

$$E = E_0 \left[\frac{1}{1 + \nu_0} (1 - \theta)^{\frac{2}{(1-\theta)}} (1 + \nu_0(1 - \theta)^2) \right]. \quad (1.9)$$

Емпіричні рівняння типу (1.5) були запропоновані для поздовжньої і поперечної швидкостей звуку в матеріалах з порами [22, 107]:

$$V = V_0(1 - b\theta)^n, \quad (1.10)$$

де V – відповідна швидкість акустичної хвилі. Як і у випадку модулів пружності, можна вважати, що константа b враховує критичну пористість θ_C , вище якої акустична хвиля не поширюється: $b = 1/\theta_C$.

Формули типу (1.5) – (1.10) застосовували для аналізу експериментальних залежностей характеристик пружності від пористості багатьох металевих [107 – 111] та керамічних [112 - 116] матеріалів. Проте, незважаючи на велику кількість запропонованих рівнянь та їх модифікацій (в роботі [100] їх проаналізовано більш як 20), головним обмеженням є той факт, що вони враховують лише середню густину матеріалу (якою фактично є об'ємна пористість), ігноруючи вплив на характеристики пружності реальних матеріалів структурних факторів, таких як форма пор або часинок, їх розташування та орієнтація. Натомість результати експериментів, приклади яких наведені на Рис.1.2, вказують на істотний вплив на пружність чинників інших, ніж пористість.

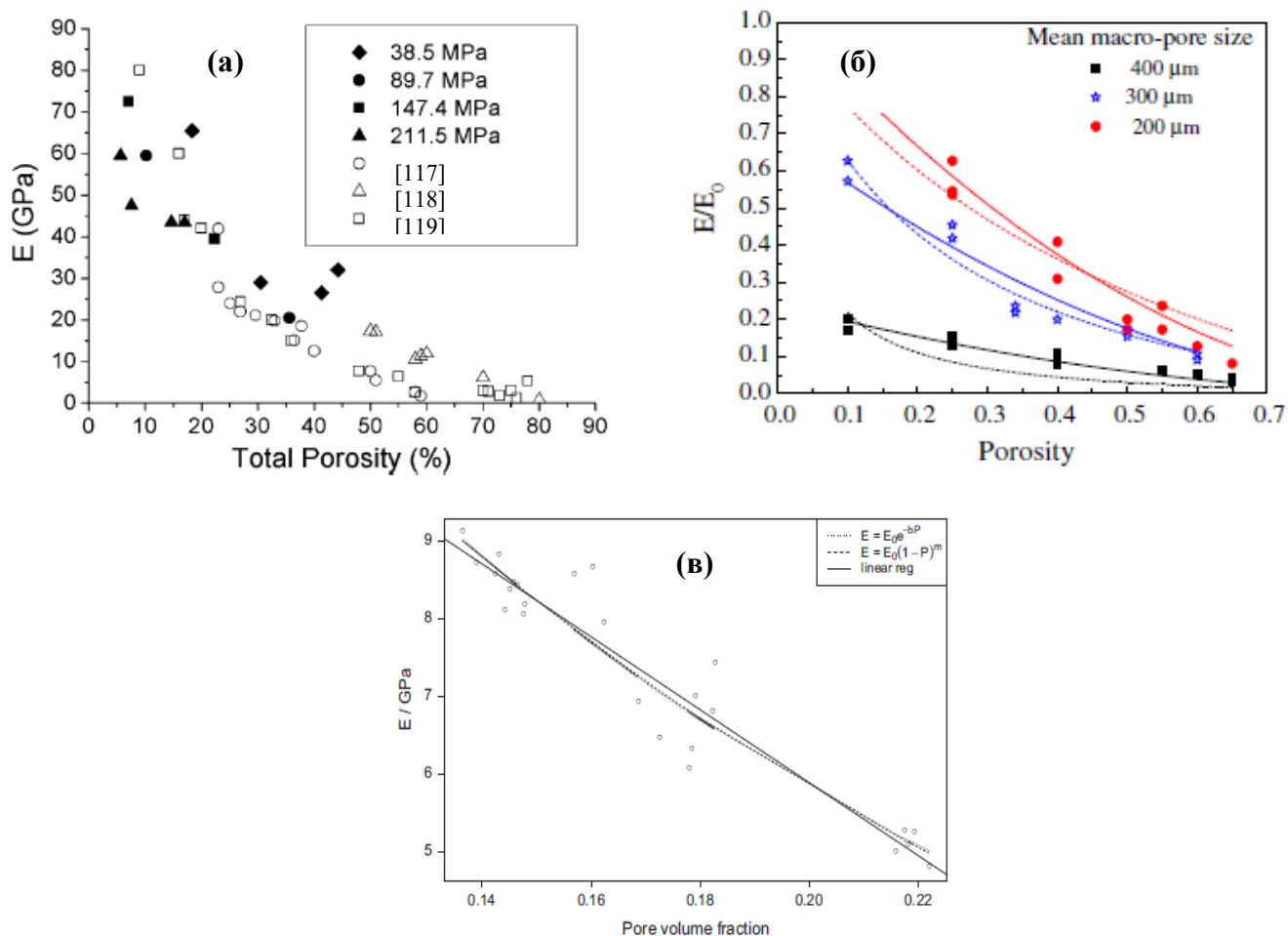


Рис.1.2 – Експериментальні залежності модуля Юнга від пористості: титану, одержаного за різними технологіями [109] (а), [111] (б); оксиду алюмінію, зв'язаного карбоном [120] (в)

На відміну від модуля Юнга E та модуля зсуву G , які загалом зменшуються зі збільшенням пористості, експериментальні залежності коефіцієнта Пуассона ν від пористості не є однозначними. В низці робіт відзначали монотонне зменшення ν , визначеного за вимірними швидкостями поздовжньої і поперечної акустичних хвиль, зі зростанням пористості, наприклад, спечених Al_2O_3 в діапазоні $0,02 \leq \theta \leq 0,25$ [121]; ZnO в діапазоні $0 \leq \theta \leq 0,35$ [122]; заліза в діапазоні $0 \leq \theta \leq 0,20$ [123]. Проте результати, одержані в інших роботах засвідчили, що зі збільшенням пористості ν може немонотонно зменшуватись, залишатись сталим або збільшуватись в певному діапазоні пористості (Рис.1.3).

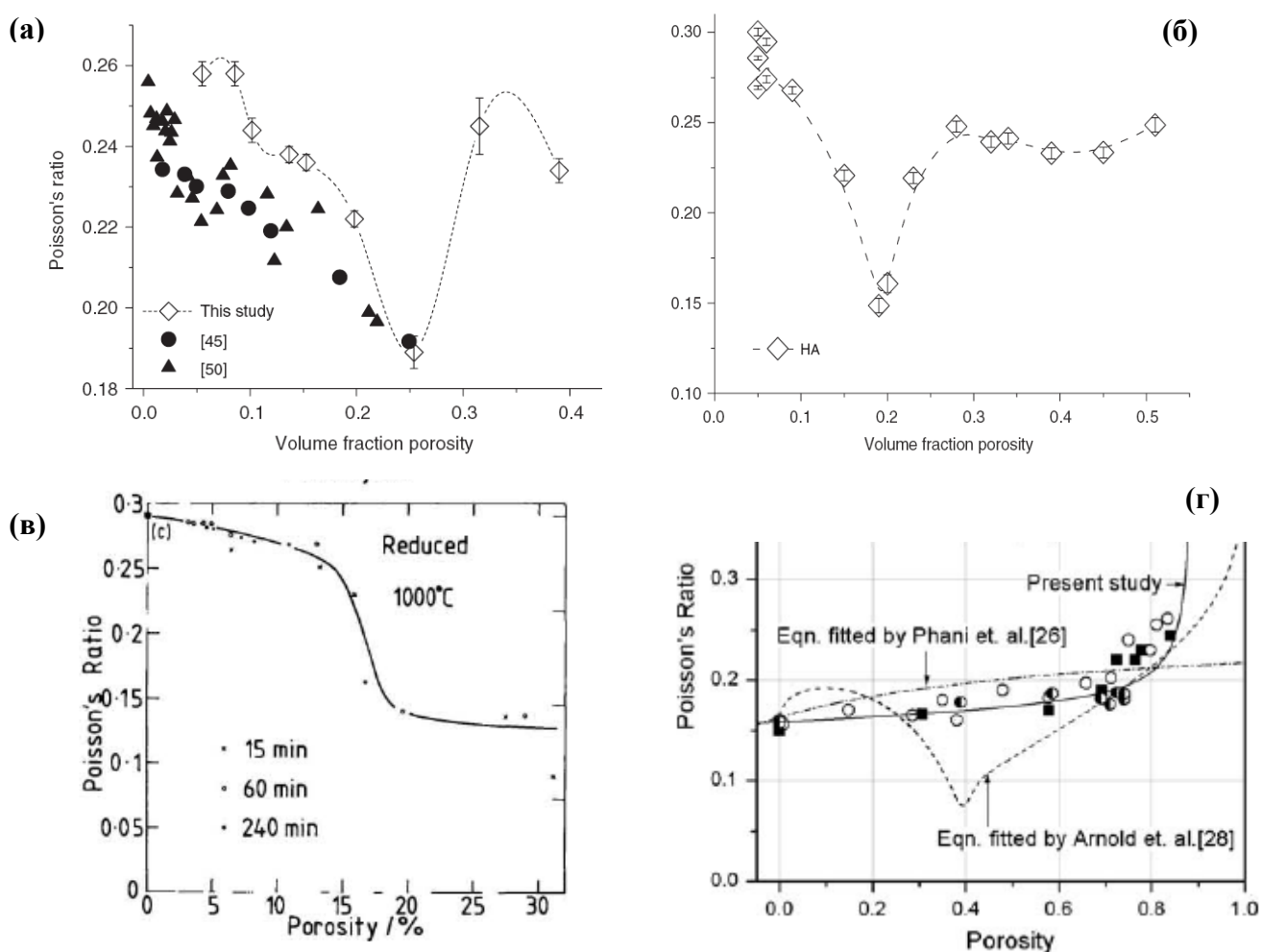


Рис.1.3 – Експериментальні залежності коефіцієнта Пуассона від пористості: а) Al_2O_3 [124]; б) гідроксиапатиту [124]; в) порошкового заліза [125]; г) SiO_2 [126]

Очевидно, що будь-які емпіричні залежності зміни коефіцієнта Пуассона від загальної пористості мають лише обмежену сферу застосування. Оскільки

аномальна поведінка залежності $\nu(\theta)$ виникає в діапазоні переходу до переважно відкритої пористості (Рис.1.3, а – в), можна припустити вплив форми пор, або більш строго – топології порового простору. Деякі автори припускають, що зі збільшенням пористості значення ν асимптотично наближається до 0,2 або до інших значень, проте нам невідомі достовірні експериментальні докази цих припущень.

З теоретичного погляду, для ізотропного ПМ, який розглядається як двофазний КМ, пружність однієї з фаз якого дорівнює нулю, наближення Фойгта (Voight) встановлює верхню межу модулів пружності $K_V = K_0 \cdot (1 - \theta)$, $G_V = G_0 \cdot (1 - \theta)$, а наближення Ройса (Reuss) – нижню їхню межу $K_R = G_R = 0$, де K і G – модулі об'ємного стиску і зсуву, відповідно. Наближення Фойгта точно прогнозує модуль Юнга ПМ з циліндричними порами вздовж їх напрямку, але дає явно завищені значення у випадку ізотропного ПМ. Більш вузькі межі були одержані Hashin and Shtrikman [127], використовуючи варіаційне наближення і припускаючи ізотропний розподіл фаз і макроскопічну гомогенність матеріалу. Для двофазних КМ нижні і верхні межі HS (позначені індексом L і U , відповідно) становлять

$$\begin{aligned} K_{HS}^L &= K_1 + \frac{V_2}{1/(K_2 - K_1) + 3V_1/(3K_1 + 4G_1)} \\ K_{HS}^U &= K_2 + \frac{V_1}{1/(K_1 - K_2) + 3V_2/(3K_2 + 4G_2)} \\ G_{HS}^L &= G_1 + \frac{V_2}{1/(G_2 - G_1) + 6(K_1 + 2G_1)V_1/[5G_1(3K_1 + 4G_1)]} \\ G_{HS}^U &= G_2 + \frac{V_1}{1/(G_1 - G_2) + 6(K_2 + 2G_2)V_2/[5G_2(3K_2 + 4G_2)]} \end{aligned} \quad (1.11)$$

де $K_2 > K_1$, $G_2 > G_1$.

Для ПМ нижня межа HS модулів пружності збігається з наближенням Ройса, тобто $K_{HS} = G_{HS} = 0$, а верхня лежить нижче межі Фойгта, проте ці межі охоплюють матеріали з усіма зв'язностями фаз, включно з пінами. Очевидно, що така оцінка не дає змоги ідентифікувати тип макродефекту структури ПМ.

Формули, що ґрунтуються на мікромеханічному підході і встановлюють «точні» залежності між пористістю і характеристиками пружності, були одержані за

конкретних припущень про форму пор і структуру порового простору. Наприклад, залежності модулів пружності від пористості

$$1/K = 1/[K_0(1 - \theta)] + 3\theta/[4G_0(1 - \theta)] \quad (1.12,а)$$

$$G = G_0 \{1 - [5 \cdot \theta \cdot (3K_0 + 4G_0)/(9 K_0 + 8 G_0)]\}, \quad (1.12,б)$$

де нижній індекс 0 стосується характеристик твердої фази, були одержані Mackenzie [128] за методом, відомим як «узагальнена схема самоузгодження», у припущенні статистично ізотропного розподілу сферичних пор, що не взаємодіють між собою, тобто для випадку, що моделює ПМ малої пористості.

Очевидно, що для врахування впливу структури (форми, орієнтації тощо) дефектів не достатньо розглядати зміну лише одного параметра – відносного об'єму дефектів (пористості). Використовуючи результати Ешелбі [129], Хілл (Hill) розглянув внесок еліпсоїдальних включень в загальну пружність, [130], а Ву (Wu) детально описав вплив форми еліпсоїдів [131]. Взагалі, обмеженням відомих розрахункових схем (диференціальної, самоузгодження, Mori-Tanaka) є той факт, що розрахунок проводиться для дефектів певної геометрії, а одержання за цими схемами характеристик пружності суміші тривимірних дефектів різної форми є складною задачею навіть за відсутності взаємодії між дефектами. Пружна взаємодія між дефектами може як збільшувати, так і зменшувати внесок окремого дефекту в загальну податливість [132].

Для визначення ефективних характеристик пружності пористих матеріалів Timothy and Meschke [133] запропонували каскадну мікромеханічну модель, яка ґрунтується на ідеї самоподібності ієрархічної структури порового простору. Крім пористості ця модель характеризується каскадним рівнем n^{tm} , який, на думку авторів, може прямо корелювати з дійсною морфологією мікроструктури, проте ця модель не позбавлена згаданих вище обмежень.

Альтернативою до мікромеханічного підходу є числове моделювання репрезентативної елементарної комірки і визначення ефективних характеристик пружності шляхом осереднення, використовуючи метод скінченних елементів або

метод дискретних елементів [134 - 137]. Цей підхід дозволяє пряме введення до моделі пор складної морфології і порового простору складної топології визначених, наприклад, з використанням електронної мікроскопії або комп'ютерної томографії, проте для досягнення адекватної роздільної здатності він вимагає значних обчислювальних зусиль.

Важливий випадок внеску тріщин в загальну пружність розглянув Bristov [138], який запропонував вміст довільно орієнтованих тріщин монетоподібної форми задавати скалярним параметром густини тріщин у вигляді:

$$\text{3-D модель: } \beta = (1/V) \sum_i a_i^3, \quad a - \text{ радіус кругової тріщини,} \quad (1.13)$$

$$\text{2-D модель: } \beta = (1/A) \sum_i a_i^2, \quad 2a - \text{ довжина прямолінійної тріщини,} \quad (1.14)$$

де V і A – об'єм і площа, відповідно, і вивів залежності ефективних модулів пружності від β у вигляді [138]

$$\begin{aligned} E &= E_0 \left(1 - \frac{16}{45} \frac{(1-\nu_0^2)(10-3\nu_0)}{2-\nu_0} \cdot \beta \right) \\ G &= G_0 \left(\frac{32}{45} \frac{(1-\nu_0)(5-\nu_0)}{2-\nu_0} \cdot \beta \right) \\ K &= K_0 \left(1 - \frac{16}{9} \frac{1-\nu_0^2}{1-2\nu_0} \cdot \beta \right) \end{aligned} \quad (1.15)$$

Для випадку тріщин певної орієнтації М. Качанов узагальнив параметр густини тріщини у вигляді тензору другого рангу (див. [132, 139])

$$\text{3-D модель: } \boldsymbol{\alpha} = (1/V) \sum_i (a^3 \mathbf{nn})^{(i)}, \quad (1.16)$$

$$\text{2-D модель: } \boldsymbol{\alpha} = (1/A) \sum_i (a^2 \mathbf{nn})^{(i)}$$

де \mathbf{n} – одинична нормаль до тріщини і \mathbf{nn} діадний добуток – тензор з компонентами $n_i n_j$. Тензор четвертого рангу $(1/V) \sum_i (a^3 \mathbf{nnnn})^{(i)}$ був визначений як другий параметр

густини тріщин, яким можна знехтувати у випадку відкритих тріщин, але який необхідно враховувати у випадку ковзних тріщин [140].

Для врахування впливу площинних дефектів В. В. Скороходом була запропонована формула [141]

$$G = G_0(1 - \theta_s)^n, \quad (1.17)$$

де θ_s – відносна частка вільної поверхні дисперсної системи, яка визначається формулою (1.3). Формула (1.17) більш адекватно враховує істотні характеристики структури високопористих матеріалів, а також ПМ на початкових стадіях технологічного процесу, ніж мікромеханічні моделі середовища з ізольованими дефектами.

М Качанов та І. Севостьянов [140, 142] розглянули в мікромеханічному наближенні вплив елементів мікроструктури на характеристики пружності і, з аналізу структури пружного потенціалу, зробили висновок, що на ефективні характеристики пружності сильно впливають: «острівки» (навіть маленькі) контактів між берегами тріщини, розсіювання орієнтації сфероїдальних пор навколо переважної орієнтації, та опуклості або увігнутості пори, натомість зубчасті поверхні пор, відхилення від круглої форми множинних планарних тріщин або загостреність кутів пор справляють незначний ефект на розраховані загальні характеристики пружності.

В роботі [143] проаналізовано вплив на характеристики пружності множинних розгалужених тріщин, що виходять з пор і показано, що нехтування будь-яким з таких параметрів, як відносний об'єм пор (пористість), форма пор і довжина відгалужених тріщин спричиняє суттєву помилку в оцінці ефективних модулів пружності.

Для одержання інформації про мікроструктуру пористих матеріалів з тріщинами з вимірних характеристик пружності був запропонований підхід, що використовує наближене подання тензору пружних сталих четвертого рангу (для загального випадку анізотропного матеріалу) у вигляді певного симетричного тензору другого рангу [144]. Очевидно, що обернена задача одержання інформації

про мікроструктуру з вимірних ефективних характеристик пружності реальних матеріалів з дефектами містить непевність внаслідок її неоднозначності. Виходячи з того, що пружність ізотропного тіла повністю визначається двома модулями пружності, і тільки два модулі з набору E , G , K , ν можуть надати незалежну інформацію, за результатами вимірювання пружності ізотропного матеріалу можна визначити лише дві невідомі величини. У випадку довільно орієнтованих сфероїдальних пор з однаковим співвідношенням довжин напівосей (коефіцієнтом видовження, aspect ratio) $\gamma = \gamma_0$ такими величинами можуть бути власне γ_0 і пористість θ . Для матеріалу з довільно орієнтованими сфероїдальними порами двох видів з істотно відмінними γ_1 і γ_2 , об'ємний вміст яких становить θ_1 і θ_2 , відповідно, автори [144] запропонували лінійні рівняння

$$\frac{E_0}{E} = 1 + \theta_1 F_1(\gamma_1) + \theta_2 F_1(\gamma_2) \quad \text{та} \quad \frac{G_0}{G} = 1 + \theta_1 F_2(\gamma_1) + \theta_2 F_2(\gamma_2), \quad (1.18)$$

для випадку суміші пор з γ_0 і тріщин :

$$\frac{E_0}{E} = 1 + \beta \frac{8(1-\nu_0^2)(10-3\nu_0)}{45(1-\nu_0/2)} + \theta F_1(\gamma_0), \quad (1.19,a)$$

$$\frac{G_0}{G} = 1 + \beta \frac{8(1-\nu_0^2)\nu_0}{45(1-\nu_0/2)(1+\nu_0)} - \frac{\nu_0}{1+\nu_0} + \theta F_2(\gamma_0),$$

а для випадку суміші пор різної морфології і тріщин

$$\frac{E_0}{E} = 1 + \beta \frac{8(1-\nu_0^2)(10-3\nu_0)}{45(1-\nu_0/2)} + \theta_1 \cdot F(\gamma_1) + \theta_2 \cdot F(\gamma_2) \quad (1.19,b)$$

де β – скалярний параметр густини тріщин вигляду (1.13). Графіки функцій $F_1(\gamma)$ та $F_2(\gamma)$, одержані з використанням результатів Ешелбі – Хілла – Ву, мають вигляд, зображений на Рис.1.4. Втім, в роботі [145], було показано, що відносно нечутливою до коефіцієнта Пуассона твердої фази є лише функція $F_1(\gamma)$ для модуля Юнга E , на відміну від модулів зсуву G та всебічного стиску K .

Отже, застосування рівнянь типу (1.18, 1.19) для визначення характеристик мікроструктури, зокрема, для ідентифікації типу дефекту, вимагає інформації,

додаткової до виміряних у припущеннях класичного закону Гука характеристик пружності. Її отримують, наприклад, вимірюючи електричний опір матеріалів з дефектами [22, 25, 146, 147]. В роботах [148 - 150] проводились одночасні дослідження характеристик пружності і електричного опору з метою вивчення процесів формування структури під час спікання порошків заліза та титану і було встановлено, що формування електричних контактів передує формуванню контактів, досконалих в механічному сенсі, тобто електричний опір є не чутливим до зімкнених тріщин. Цей факт був використаний для створення моделей, які, на думку авторів, дозволяють розрізнити тип наявних дефектів [151]. Проте електричний опір не чутливий і до форми пор [140, 142]. Більше того, більшість відомих експериментальних досліджень не надають точного кількісного опису структури фаз для ретельної перевірки теоретичних наближень.

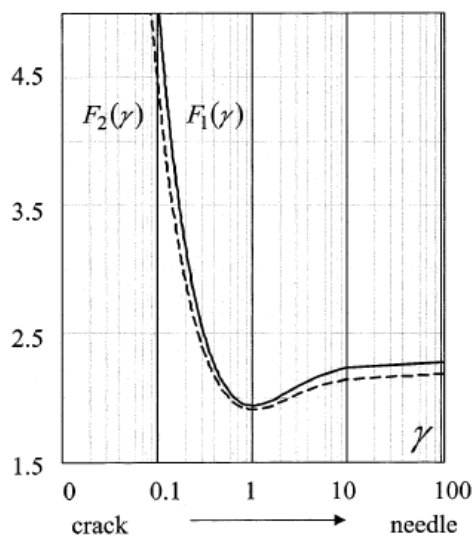


Рис.1.4 – Функції $F_1(\gamma)$ та $F_2(\gamma)$ в (1.18)
($\gamma < 1$ – сплющені та $\gamma > 1$ – витягнуті
пори) [144]

1.2.2 Анізотропія механічних та акустичних характеристик порошкових матеріалів

Анізотропія акустичних властивостей, пружності і міцності властива як порошковим заготовкам, так і спеченим виробам, проте закладається вона саме на стадії компактування. Слід відзначити відносно невелику кількість публікацій з цього питання, а також суперечливість їх результатів [50, 152, 153, 154]. Витязь з співавторами пов'язували анізотропію міцності пресовок порошку бронзи з

еволюцією мікроскопічних дефектів, що викликає переважне зміцнення і зменшення пластичності [152]. Втім, на думку більшості авторів, на міцність пресовок після холодного пресування головним чином впливають не процеси деформації в об'ємі частинок, а явища, які мають стосунок до меж між частинками, а саме ступінь когезії частинок порошку, наявність тріщин і пор, а також морфологія частинок порошку, що залежить від початкової форми частинок і особливостей технологічного процесу, а отже анізотропія властивостей спричиняється еволюцією специфічних мезоскопічних дефектів, характерних для ПМ. Наприклад, Galen and Zavaliangos [153] більшу міцність на розтяг (у випробуванні на діаметральний стиск) пресовок пластичних порошоків (низьколегована сталь, мікрокристалічна целюлоза) в радіальному напрямку за таку в напрямку пресування пояснювали тим, що відхилення тріщини є більшим при розтягу в радіальному напрямку внаслідок більшого перекриття деформованих частинок. Причиною протилежного ефекту для крихких порошоків (гідроортофосфат кальцію) автори [153] вважали фрагментацію (розтріскування) частинок порошку в напрямку прикладання тиску під час компактування, тобто виникнення додаткових орієнтованих площинних дефектів.

Dutton and Semiatin спостерігали більші напруження плинності на стиск зразків частково консолидованого порошкового сплаву Ti-24Al-11Nb після гарячого (1273 K) пресування в пресформі в напрямку пресування аніж в поперечному напрямку (причому ця різниця зростала зі збільшенням пористості до $\theta = 0,29$) і вважали цю анізотропію наслідком переважної орієнтації пор (порового простору), яка формувалась як наслідок анізотропії пакування частинок [154]. Автори [155] також пояснювали анізотропію пружності і міцності на стиск зразків кераміки на основі стабілізованого ітрієм оксиду цирконію (YSZ), одержаних за технологією «freeze-casting», тим, що витягнуті пори в зразках були переважно орієнтовані в напрямку заморожування. Натомість Bordia з співавторами показали [156], що в процесі консолідації порошку оксиду алюмінію за технологією «sinter-forging» внаслідок зростання перемичок між частинками в напрямку перпендикулярному до прикладеного тиску, формуються еліпсоїдальні пори орієнтовані більшою віссю в напрямку тиску.

Причиною анізотропії пружності і межі витривалості пористих прокатаних матеріалів з мідних волокон О. Вдовиченко та інші [157] вважали переважну орієнтацію контактної поверхні між частинками в напрямку прокатки.

Однак, вимірювання нормальних і тангенціальних сил між частинками в двовимірній системі фотопружних дисків, яка піддавалась чистому зсуву і ізотропному стиску, показали [158], що в умовах чистого зсуву система демонструє анізотропію як мережі контактів, так і контактних сил. Це означає, що анізотропія механічних властивостей ПМ може викликатись зовнішніми напруженнями. Моделювання поведінки ансамблю щільно упакованих полідисперсних частинок за відсутності тертя методом дискретних елементів підтвердило, що модулі пружності такого матеріалу залежать від його ефективного напруженого стану, а також від конфігурації (густини) контактів [159].

Отже, моделі матеріалів з дефектами, що ґрунтуються на розв'язках лінійної теорії пружності, використовують припущення, які роблять їх легкими для застосування, але обмежують це застосування лише простими структурами, а спроби узагальнити моделі для більш складних структур призводять до ускладнення моделей. Введення емпіричних параметрів, які не мають фізичного сенсу і значення яких треба визначати кожного разу, ускладнює використання моделей і звужує область їх застосування. Більшість існуючих моделей описують акустичні властивості матеріалів з дефектами строго встановленої геометрії, але втрачають силу для матеріалів з дефектами різних типів, а отже жодна з існуючих моделей не здатна прямо описати вплив морфологічних змін дефектів структури на властивості матеріалу. Тому наведені рівняння мають обмежену придатність, з одного боку, для ідентифікації типу дефектів, а з іншого – для прогнозування характеристик матеріалів з інженерною точністю і визначення можливості безпечної експлуатації за вимірними характеристиками пружності.

Для розв'язання задач НК нових ПМ та КМ необхідне більш глибоке, фундаментальне розуміння еволюції неоднорідностей шляхом експериментального вивчення поведінки матеріалу на всіх стадіях технологічного процесу.

1.3 Нелінійні пружні явища в матеріалах з дефектами

Відомо, що реальним матеріалам властива нелінійна пружність, фундаментальним проявом якої є відхилення від лінійної залежності між тензором напружень σ_{ik} і тензором пружних деформацій u_{ik} [160] (класична нелінійна пружність). В процесі поширення акустичних хвиль, коли деформації можна вважати цілком пружними, нелінійність проявляється генерацією акустичних гармонік, розсіянням звуку на звуці, нелінійними акустичними резонансами та деякими іншими ефектами [161].

Як показують експериментальні дослідження, навіть в тілах з найбільш простою структурою величина згаданих нелінійних ефектів залежить від залишкових внутрішніх напружень, а в матеріалах кристалічної будови – від дислокацій [162 - 165].

1.3.1 «Некласична» нелінійна пружність: експериментальні результати

Деякі матеріали демонструють прояви так званої «некласичної» нелінійності, яку ще називають мезоскопічною, аномальною або гігантською, уже на рівні деформацій $\varepsilon \sim 10^{-8}$ - 10^{-6} [166, 167]. Нелінійні явища такого типу досліджуються на даний час декількома групами вітчизняних і закордонних вчених головним чином у зв'язку з поширенням сейсмічних хвиль у гірських породах (Інститут геофізики НАН України, Los Alamos National Laboratory, США, Інститут прикладної фізики РАН), виявленню локальних тріщин (Інститут проблем міцності НАН України, NASA Langley Research Center, США, Université du Maine, Франція, Universität Stuttgart, Німеччина), неруйнівним контролем будівельних матеріалів (Politecnico di Torino, Італія, Katholieke Universiteit Leuven, Бельгія, Aix-Marseille Université, Франція) та деякими іншими.

На початок досліджень в рамках даної дисертаційної роботи були відомі експериментальні результати головним чином з дослідження гірських порід і будівельних матеріалів [168 - 170]. Такі матеріали практично завжди є багатофазними і відхилення пружної поведінки від лінійної пояснювали впливом взаємодії більш і менш жорстких фаз [171, 172].

Іншим класом матеріалів, що демонструють істотно нелінійну гістерезисну пружну поведінку в квазістатичному та в акустичному експериментах є так звані шаруваті тверді тіла (наноламінати), які в англійській літературі називають “*kinking nonlinear elastic*” (КНЕ) матеріалами, куди належать деякі потрійні нітриди і карбіди з загальною формулою $M_{n+1}AX_n$ (MAX), де $n = 1, 2, 3$, M – перехідний метал, A – елемент групи A , X – С або N [173], а також інші матеріали як от графіт [174], слюда [175], метали з гексагональною щільно упакованою ґраткою (магній, кобальт) [176, 177] та композити на їхній основі [178]. Особливістю таких матеріалів є велике відношення параметрів кристалічної ґратки c/a внаслідок чого вони є схильними до анізотропії пластичності, а отже до утворення перегинів дислокацій. На думку М. Barsoum [179] зародження та рух початкових смуг скидання (incipient kink bands, ІКВ) є відповідальним за цілком оборотну незалежну від швидкості (принаймні до 10^{-3} c^{-1}) деформаційну поведінку КНЕ-матеріалів під час циклічного стиску або розтягу (петлю гістерезису напруження – деформація). Вважається, що виміряні методом резонансної ультразвукової спектроскопії зсув резонансної частоти коливань зразків таких матеріалів зі збільшенням амплітуди деформації (в діапазоні $\varepsilon=10^{-8} - 10^{-6}$) і збільшення на порядок значень внутрішнього тертя після помірної деформації стиском також є наслідком руху дислокацій: висока здатність до демпфування є результатом не великої густини дислокацій, а швидше відносно великої площі, що їх охоплюють сегменти дислокацій, які утримуються в базальних площинах внаслідок шаруватої структури [180, 181]. Втім, в КНЕ-матеріалах разом з дислокаційним механізмом оборотної деформації можливі і інші механізми, наприклад, пов’язані з формуванням двійників [177] або інших дефектів кристалічної будови [182].

Титановим сплавам β -типу на основі Ti-Nb-Zr-Sn також притаманна нелінійна механічна поведінка, яка проявляється в нелінійній залежності напруження – деформація в пружній області з тенденцією до зменшення пружності зі збільшенням напружень одновісного розтягу, але майже лінійній залежності σ - ε в умовах стиску з модулем пружності більшим, ніж за розтягу [183, 184]. Причиною цієї поведінки

автори вважали легку дисторсію кристалів, яка відбувається як наслідок практично однакових значень модуля зсуву і модуля всебічного стиску.

Далеко не для всіх матеріалів мезоскопічну нелінійну поведінку можна пояснити впливом дефектів кристалічної ґратки і для використання нелінійних ефектів в НК важливо з'ясувати ролі дефектів іншого рівня (тріщин та недосконалих контактів).

Експериментальні дані про нелінійну поведінку конструкційних, зокрема порошкових і композитних, матеріалів в області малих деформацій і її зв'язок з технологією виготовлення і дефектами мікроструктури вкрай недостатні, але паралельно з нашими дослідженнями наявність нелінійних ефектів в квазістатичних і акустичних експериментах була підтверджена в інших наукових лабораторіях.

1.3.1.1 Нелінійна пружність ПМ в квазістатичному експерименті

Нелінійність кривої напруження – деформація ПМ в пружній області фіксували за різних умов навантаження. Roquillon та ін. [185] показали, що криві навантаження – переміщення траверси пресовок з порошку заліза губчастої форми пористістю від 0,30 до 0,45 у випробуваннях на триточковий вигин є нелійними за самих малих навантажень, хоча у пресовок з порошків сферичної форми нелінійність була помітно меншою.

Після дискусії, ініційованою нами на «PM Dinet Workshop 8» Європейської асоціації порошкової металургії EPMA (Київ, 2004), в Universidad Politécnic de Cataluña (Іспанія) та Luleå University of Technology (Швеція) були проведені дослідження пресовок на основі порошку заліза Distaloy AE (Höganäs AB, Швеція), які показали, що як під дією циклічних навантажень стиску [186], так і за навантажень розтягу, одержаних шляхом діаметрального стиску [187], залежність між напруженням і осьовою та об'ємною істинними деформаціями є нелінійною в пружній області, тобто модуль пружності змінюється з прикладеним напруженням, що було пов'язано авторами з перерозподілом контактних сил між частинками.

Асиметрію залежності напруження – деформація, зокрема відмінність модуля Юнга в умовах розтягу і стиску демонстрували ПМ, спечені з порошку нікелю [188],

а також з титанових волокон, причому ця різниця зменшувалась зі збільшенням температури спікання від 1273 до 1573 К та зі збільшенням пористості від 0,45 до 0,75 [189 - 191]. Крім того, спостерігали нелінійну псевдо-пружну гістерезисну поведінку під час циклічного навантаження – розвантаження стиском матеріалів з волокон Ti , яка була приписана «структурному» деформуванню з проковзуванням волокон [189].

Darling et al., використовуючи метод дифракції нейтронів, показали, що пружна поведінка кристалічної ґратки зерен кварцу та кальциту в процесі циклічного стиску зразків практично однофазних піщаників і вапняків відповідає закону Гука в його класичному формулюванні (Рис.1.5), а нелінійність і гістерезис макроскопічної поведінки можуть бути викликані деформацією малих об'ємів матеріалу в області сполучень і контактів, неоднорідною деформацією в зернах і наявністю порового простору, що робить можливим переміщення зерен [192].

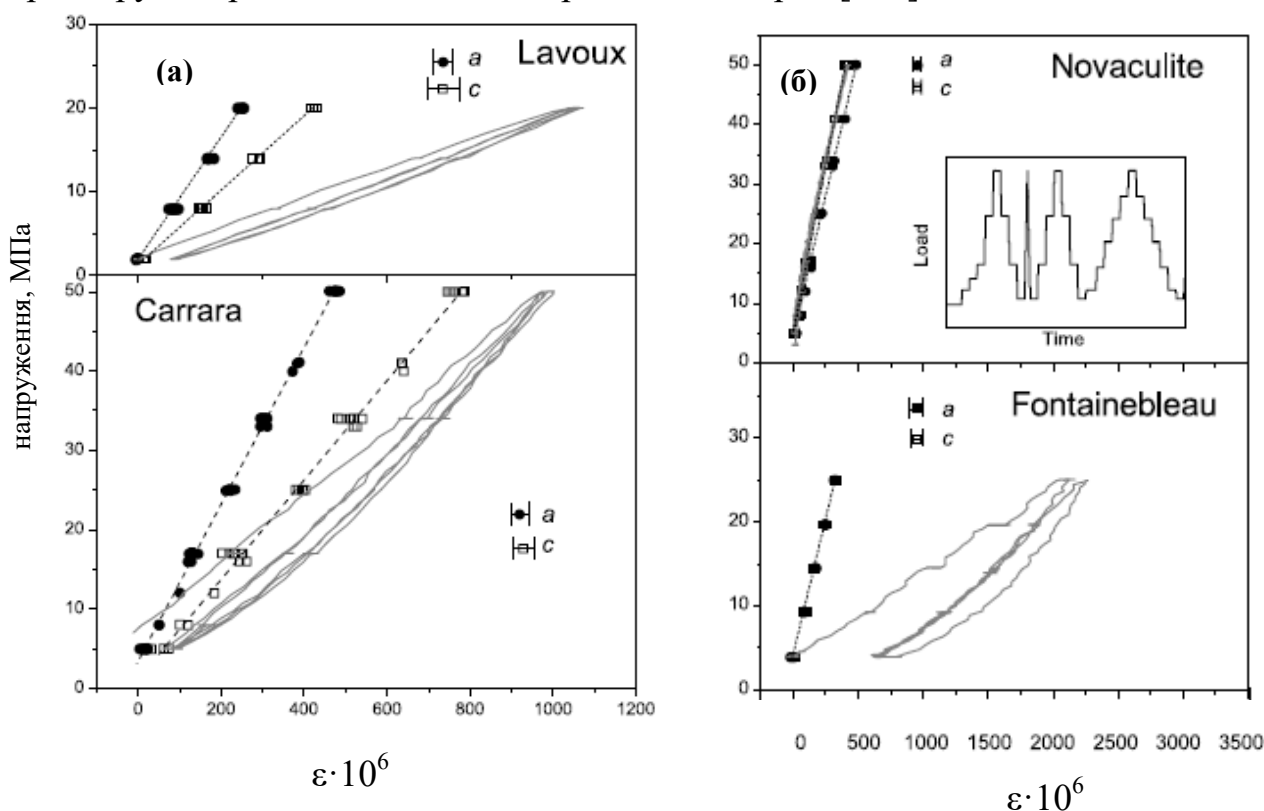


Рис. 1.5 – Криві напруження стиску – деформація і відносна деформація параметрів ґратки a і c мінералів: (а) мармуру Carrara ($\theta=0,004$, $>99\%$ $CaCO_3$) і вапняку Lavoux ($\theta=0,22$, $>99\%$ $CaCO_3$); (б) піщаників Novaculite ($\theta=0,002$, $>99,5\%$ SiO_2) і Fontainebleau ($\theta=0,24$, $>99\%$ SiO_2) [192]

Технічні кераміки зазвичай вважають лінійно пружними матеріалами, проте вже під час виконання цієї дисертаційної роботи була опублікована низка статей, в яких виявлена макроскопічно **нелінійна гістерезисна поведінка** (з розімкненою після розвантаження кривою напруження - деформація) комірчасто-пористого β -ейкриптити LiAlSiO_4 ($\theta=0,50$) в процесі стиску і наступного розвантаження [193], розтягу і розвантаження [194], причому під час розтягу модуль Юнга E^* , якій розуміли як тангенс кута нахилу дотичної до кривої $\sigma(\epsilon)$, зменшувався, а в процесі випробувань на стиск під час навантаження E^* мав локальний максимум, а під час розвантаження - зменшувався. Автори вважали це результатом еволюції мікротріщин в β -ейкриптиті в процесі навантаження. Водночас квазістатична механічна поведінка SiC ($\theta=0,38$) за стисного навантаження-розвантаження була практично лінійною [193]. Гістерезис і нелінійний вигляд кривих напруження – деформація відзначали в умовах стиску зразків титанату алюмінію Al_2TiO_5 з пористістю 0,38 і 0,52 [195] та кордієриту $\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$ стільникової структури пористістю 0,42 – 0,57 [196], під час індентування циліндричним пуансоном покриву ZrO_2 - 8%(мас.) Y_2O_3 , одержаного плазмовим напилюванням [197], а також в умовах розтягу титанату алюмінію ($\theta = 0,519$), кордієриту ($\theta = 0,504$) та кераміки на основі SiC ($\theta = 0,583$) [198]. Січний модуль Юнга за умов розтягу зменшувався до деформації руйнування у SiC , кордієриту та титанату алюмінію на 40%, 60% і 80%, відповідно [198]. Втім, Müller та ін. методом заломлення рентгенівських променів встановили, що в деяких зразках β -ейкриптиту після розтягу відносна внутрішня поверхня, пов'язана з мікротріщинами, зменшувалась, що свідчить про можливість змикання тріщин під дією локального стиску [199]. Подібно до мінералів (Рис.1.5), значення макроскопічного модуля Юнга кордієриту в умовах стиску, виміряного за допомогою екстензометра на початку кривої напруження – деформація, було в 3 – 7 раз меншим за модуль пружності кристалічної ґратки, виміряний методом дифракції нейтронів [196].

Асиметрію кривої напруження – деформація в умовах розтягу і стиску, відзначали у покривів з Al_2O_3 , нанесених плазмовим напилюванням на основу зі

сплаву Ti-6Al-4V [200], та у зразків спеченої кераміки Al_2TiO_5 [201] в процесі деформування на 4-точковий вигин (Рис.1.6).

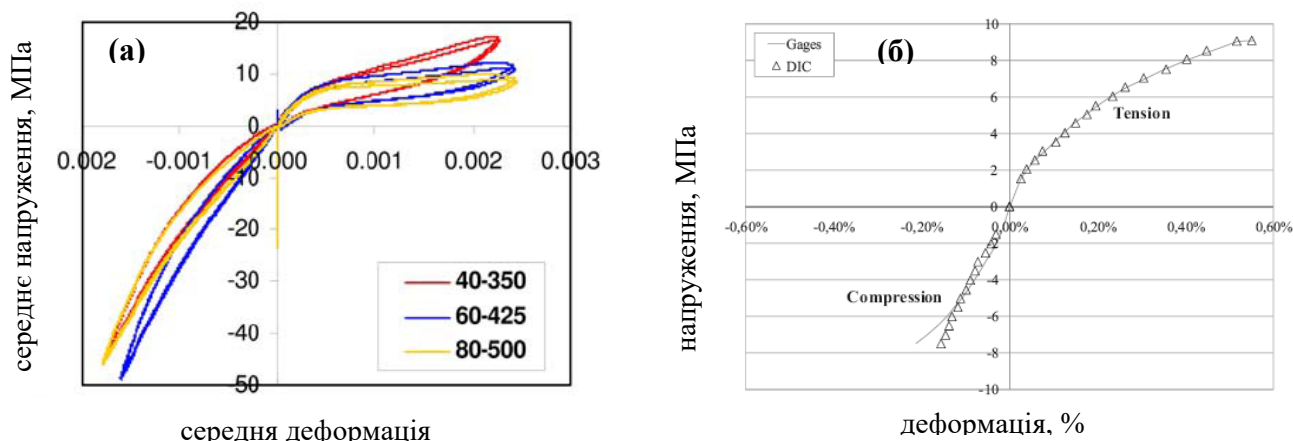


Рис.1.6 – Криві деформування: (а) покриттів з Al_2O_3 [200] та (б) зразка з Al_2TiO_5 [201], експериментально визначені за допомогою тензometру (лінії) та опрацюванням оптичного зображення (трикутники)

Крім того, оптичним методом була встановлена зміна положення нейтральної площини зразків Al_2TiO_5 , що засвідчило залежність модуля пружності від знаку навантаження ($E_{розг}=4,43\dots4,54$, $E_{ст}=5,67\dots5,83$ GPa) [201] і прямо підтвердило справедливість припущень, покладених нами раніше в основу моделі [202, 203], викладеної в Розділі 4. В обох випадках автори пов'язували нелінійну поведінку зі зміною густини мікротріщин під дією навантажень – збільшенням за розтягу і незначним зменшенням за стиску.

Іншим проявом нелінійності квазістатичного деформування технічної кераміки в пружній області є **збільшення модуля Юнга зі збільшенням зовнішнього тиску** (напружень стиску), яке фіксували в зразках згаданих вище кордієриту [196] та титанату алюмінію [195]. В роботі [204] відзначали **зростання швидкості поширення акустичної хвилі зі збільшенням тиску** в одержаних плазмовим напилюванням керамічних покриттях $Al_2O_3+3\%TiO_2$ ($\theta = 0,128$), $ZrSiO_2$ ($\theta = 0,172$) та олівину ($\theta = 0,063$) з тенденцією до стабілізації після $\sim 100 - 200$ МПа, вважаючи це результатом змикання тріщин. В спеченому Al_2O_3 ($\theta < 0,01$) за таких самих умов змін швидкості виявлено не було.

Отже, сукупність наведених експериментальних даних доводить обґрунтованість сформульованих нами висновків щодо залежності характеристик пружності ПМ та КМ від шляху деформування, яка може бути викликана змиканням і розмиканням двовимірних дефектів структури матеріалів.

1.3.1.2 Нелінійні акустичні явища в матеріалах з дефектами

Нелінійний акустичний відгук матеріалів з дефектами виявляє себе різноманітними явищами, серед яких генерування вищих гармонік, генерування субгармонік або бічних смуг внаслідок модуляції хвилі, зсув резонансної частоти, нелінійне згасання і ефекти повільної динаміки [172, 205 - 208], які відсутні в матеріалах, пружна поведінка котрих відповідає класичному закону Гука. Останнім часом методи НК, що ґрунтуються на нелінійних акустичних явищах, застосовували для вивчення малих змін структури гірських порід [209 - 211], моніторингу процесів консолідації бетонів [212 - 214] і їхнього руйнування [215 - 218], виявлення пошкоджень кісткової тканини, у т.ч. враженої остеопорозом [219 - 222].

Нелінійні акустичні ефекти, які виникають під час **поширення хвиль** різних типів (поздовжніх, Релея, Лемба) виявляють велику чутливість до розвитку різних видів пошкоджень в різних конструкційних матеріалах [208, 223].

За збільшенням амплітуди вищих (другої та третьої) гармонік біжучої хвилі оцінювали дефектності бетонних колон [215] та самовідновного бетону [214], а зростання рівня другої гармоніки хвилі Релея впродовж висушування бетону автори [213] пов'язували з утворенням мікротріщин під час усадки.

Ефект **генерування вищих гармонік** (з частотами, кратними основній частоті хвилі) був використаний в низці робіт для моніторингу **пошкодження від втоми** алюмінієвих сплавів [223 - 228], жароміцних сплавів на основі нікелю [229 - 231], сталей [232 - 235], інших конструкційних матеріалів [236 - 238]. В цих та деяких інших роботах показано більшу чутливість параметрів нелінійності до пошкодження внаслідок втоми, особливо на його початкових стадіях, у порівнянні з такими лінійними акустичними параметрами як швидкість УЗ хвилі та її згасання. Зокрема, параметр нелінійності, визначений за амплітудою третьої гармоніки зсувної хвилі в процесі малоциклової втоми алюмінієвого сплаву 2024-T3 зростав вдвічі на рівні

50% і в 4 рази на рівні 80% загальної довговічності [226], а вимірювання в процесі втоми Ti-6Al-V показали [236], що коефіцієнт нелінійності $\beta^{(2)}$ (див. пп.1.3.2) зростав на 180 % на рівні 40% довговічності. Kumar та ін. [227] за зміною другої гармоніки біжучої синусоїдальної хвилі ідентифікували етапи зародження тріщин, зростання малих втомних тріщини і зростання великої тріщини в процесі багатоциклової (на базі 10^9 циклів) втоми сплаву Al-Si-Cu-Mg, причому на етапі зростання малих тріщин, якій складає понад 95% довговічності, швидкість зміни параметру нелінійності з кількістю циклів навантаження зростає пропорційно до амплітуди циклічних напружень в 4 - 7 степені. Водночас Herrmann та ін. [229] з вимірювань параметрів поздовжніх хвиль і хвиль Релея встановили, що під час випробувань на малоциклову втому сплаву на основі нікелю IN100 на початковій стадії втомного пошкодження (до 40 % довговічності) параметр нелінійності зростає швидше.

Генерування вищих гармонік супроводжувало **холодну обробку тиском** аустенітної нержавіючої сталі 304 [239], причому коефіцієнт $\beta^{(2)}$ корелював зі ступенем деформації і з характеристиками статичної міцності, що пов'язувалось авторами з формуванням дислокаційної субструктури під час холодної прокатки. Впливом змішаних дислокацій пояснювали збільшення параметру нелінійності $\beta^{(2)}$ (поздовжні УЗ хвилі) зі збільшенням ступеню пластичної деформації мартенситної нержавіючої сталі 30Cr2Ni4MoV [240]. Обдування дробом пластини з алюмінієвого сплаву 7075, яке викликало залишкові напруження на поверхні, також спричиняло зростання $\beta^{(2)}$ хвиль Релея [241].

Hurley з колегами встановили, що збільшення вмісту карбону в загартованих мартенситних сталях від 0,1 до 0,4 % (мас.) не впливало на швидкість поздовжніх акустичних хвиль, проте супроводжувалось збільшенням параметру нелінійності $\beta^{(2)}$ на 11% (від 5,49 до 6,12) і густини дислокацій від $6,1 \cdot 10^{-11}$ до $15 \cdot 10^{-11}$ см⁻², і зробили припущення про вплив на $\beta^{(2)}$ кількості закріплених дислокацій, що піддаються дії внутрішніх напружень [242].

В низці робіт відзначали зміну параметру нелінійності в процесі **термічної обробки**. Cantrell і Yost [243] показали, що в алюмінієвому сплаві AA2024 параметр

нелінійності впродовж штучного старіння за 463 К від 72 до 300 хвилин зменшується, а далі (300 – 432 хв.) збільшується що, на думку авторів відбувається внаслідок взаємодії дислокацій з частинками виділених фаз, які зазнають перетворень. Немонотонна поведінка параметру нелінійності, який з часом старіння спершу зростає, а надалі зменшувався, була відзначена для алюмінієвих сплавів Al-Si-Cu-Ni-Mn, Al-Si-Cu-Ni-Mg [244] та 6061 [245]. Ці зміни корелювали зі змінами межі плинності і твердості. В процесі старіння феритно-мартенситної сталі 9%Cr (хвилі Релея) також відзначали немонотонну поведінку параметру нелінійності, який спочатку стрімко зменшувався, що пов'язують зі зменшенням густини дислокацій, а потім збільшувався внаслідок переважного впливу зростання розміру частинок фази, що містить хром, хоча лінійні акустичні характеристики (швидкість і згасання хвилі) практично не змінювалися [246]. Параметри нелінійності, визначені незалежно за ефектом акустопружності та за генерацією гармонік у хвилі Релея також, на відміну від лінійної швидкості хвилі, виявились чутливими до окрихчування супер-дуплексної нержавіючої сталі 2507 за 748 К, яке пов'язане з випаданням нанорозмірних частинок фази α' [247]. Якщо в умовах пластичної деформації або втоми параметр нелінійності є пропорційним до густини дислокацій, то у випадку старіння була встановлена кореляція з об'ємним вмістом утвореної фази і дислокацій невідповідності, що викликаються зростанням об'єму цієї фази.

Babu та ін. [248] спостерігали зростання $\beta^{(2)}$ (поздовжня хвиля) на 200% на рівні 60% довговічності з наступним зменшенням до 150% на рівні 80% довговічності після пошкодження внаслідок **повзучості** високотемпературного близького до α -титанового сплаву ІМІ 834, і пояснювали зростання $\beta^{(2)}$ впливом мікропор, які утворювалися на межах початкова α -фаза /трансформована β -фаза, а наступне його зменшення – їхньою коалесценцією. Високу чутливість до процесів повзучості таких параметрів нелінійності поздовжньої хвилі, як амплітуда другої та третьої гармоніки, а також статичне зміщення сигналу в полікристалічній міді після випробування на повзучість відзначали в роботі [249], де також спостерігали зв'язок параметрів нелінійності з формуванням мікропор. Найбільш чутливим до пошкодження виявилася амплітуда третьої гармоніки (1000 - 2500% від базового

рівня), тоді як швидкість хвилі зменшилась на 10 - 30%. Схожі висновки були зроблені щодо чутливості нелінійних параметрів до пошкодження внаслідок повзучості сталі Cr-Mo-V, феритно-мартенситної сталі 9-12 Cr та сплаву IN 768 на основі нікелю [208, 250]. Високі значення параметрів нелінійності можуть свідчити про інші, ніж дислокаційні механізми нелінійності.

Генерування другої та третьої гармонік з амплітудами, залежними від розміру дефекту та амплітуди основної гармоніки, спостерігали в **епоксидних композитах**, зміцнених вуглецевими волокнами після **пошкодження ударом** (до удару гармоніки були відсутні) [251, 252]. Збільшення амплітуди вищих гармонік відзначали, також, в металевому композиті Ti-6Al-4V після коливань зразка з максимальними амплітудами деформації $5,5 \cdot 10^{-5}$ [253].

Крім генерування гармонік, нелінійність акустичної поведінки матеріалів додатково проявляється в тому, що, під час поширення в твердому тілі поздовжньої акустичної хвилі, під дією акустичного випромінювання генерується **компонента статичного переміщення**. Експериментально, використовуючи різні методики [254 - 257], було встановлено, що, подібно до амплітуди другої гармоніки (1.27), величина статичного переміщення лінійно залежить від квадрату амплітуди вхідної хвилі, відстані поширення, і від параметру нелінійності матеріалу. Однак, нам відомі лише одиничні приклади визначення вказаного параметру в процесі досліджень пошкодження матеріалів [249].

В результаті одночасного збурення зразка двома хвилями різних частот f_1 і f_2 в частотному спектрі хвилі, яка проходить через матеріал з дефектами, разом з вищими гармоніками внаслідок модуляції хвиль виникають **бічні смуги** з частотами, що дорівнюють сумам та різницям основних частот збурення $f_2 \pm nf_1$ [258]. Зростання амплітуди бічних смуг зі ступенем дефектності і з підвищенням амплітуди однієї з хвиль збурення за умови фіксованої амплітуди іншої відзначали в пошкоджених ударом епоксидно-вуглецевих **композитах** [251, 259, 260] та пошкоджених в процесі випробувань на розтяг композитів з вінілестера, зміцненого плетеними скляними волокнами (73 % мас.) [261]. Збільшення амплітуди бічних смуг спостерігали, також, з розвитком пошкодження зразка **кісткової тканини**

людини від втоми за схемою стиск-стиск з частотою 4 Гц і $\varepsilon_{\max} = 0,5\%$, в той час як пружність зразка майже не змінювалась [219]. Sheppard з колегами застосували метод вібро-модуляції для дослідження алюмінієвих деталей автомобіля, планера літака та труб з нержавіючої сталі і встановили, що бічні смуги виникають, також, внаслідок стрес-корозії та зробили висновок, що за результатами аналізу бічних смуг можливо відділити дефекти контактного типу (**корозійні тріщини, розшарування, втомні тріщини**) від інших порушень однорідності [262].

Використання методів біжучої хвилі для дослідження процесів консолідації ПМ та КМ ускладнене сильним згасанням вищих гармонік в таких матеріалах, особливо на початкових стадіях консолідації, тому доцільно вивчати характеристики коливань зразка або виробу на одній або декількох його **резонансних частотах**. В резонансному режимі амплітуди коливань зразка зростають більш як на порядок, що полегшує аналіз характеристик нелінійності коливань і підвищує його достовірність. Крім того, частота може бути виміряна дуже точно і тому більшість результатів щодо нелінійної акустичної поведінки гірських порід отримано в резонансних експериментах [166, 209, 263 - 266]. Нелінійні резонансні методи полягають у вимірюванні резонансних кривих зразків за різних амплітуд сигналу збурення і в аналізі амплітудних залежностей резонансних частот, які характеризують пружність матеріалу та параметрів розсіювання енергії (наприклад, декременту коливань). Більшість відомих результатів досліджень геологічних матеріалів, приклад яких наведено на Рис.1.7а, а також деяких металів [267] засвідчила, що збільшення амплітуди збурення має наслідком оборотне зменшення резонансної частоти (пружності) і збільшення декременту коливань (розсіяної енергії), які можна описати рівняннями

$$(f_0 - f(\varepsilon))/f_0 = C_f \cdot |\varepsilon| \quad (1.20)$$

$$\delta(\varepsilon) - \delta_0 = C_\delta \cdot |\varepsilon|, \quad (1.21)$$

де індексом «0» позначені величини, виміряні на мінімальному рівні збурення, а C_f та C_δ – коефіцієнти.

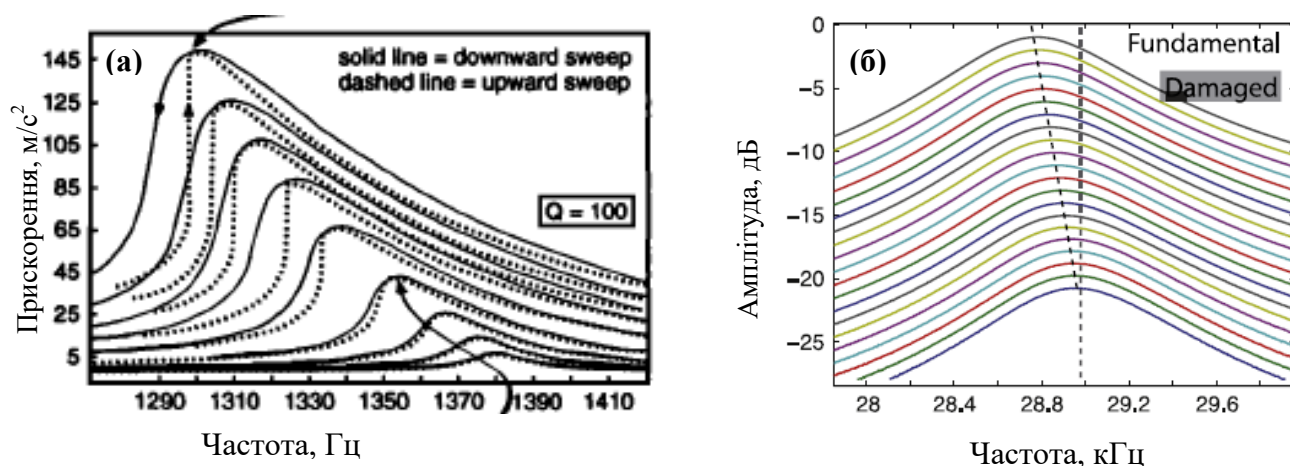


Рис.1.7 – Резонансні криві: (а) піщанику Fontainebleau [268], та (б) пошкодженого композиту сталь – TiC [269], одержані за різних амплітуд збурення. На (а) суцільна лінія – зменшення, а переривчаста - збільшення частоти збурення

Проте відомі і інші залежності. Назаров з колегами встановили, що зі збільшенням амплітуди максимальних деформацій під час поздовжніх резонансних коливань гранітного стрижня за умови $|\epsilon| < 2 \cdot 10^{-6}$ зсув резонансної частоти $\Delta f/f_0 \sim |\epsilon|^2$, і коефіцієнт демпфування $\mu/\mu_r \sim |\epsilon|^2$, а коли $|\epsilon| > 2 \cdot 10^{-6}$ $\Delta f/f_r \sim |\epsilon|$ і $\mu/\mu_r \sim |\epsilon|$ [264].

В переважній більшості відомих робіт з вивчення нелінійних акустичних характеристик не наведено структурних досліджень, які б дозволили встановити відповідність параметрів нелінійності і характеристик дефектів структури, що обмежує можливість застосування згаданих методів в неруйнівному контролі.

Чутливість нелінійних резонансних методів до накопичених втомних пошкоджень кісткової тканини була встановлена в [270], а в роботі [221] показано, що стегові губчасті кістки, вражені остеопорозом, демонструють більший зсув резонансної частоти і декременту, ніж здорові. Наupert та ін. за результатами оцінювання довжини тріщини методом синхротронної комп'ютерної томографії виявили, що коефіцієнт нелінійної пружності C_f , на відміну від інших акустичних характеристик, суттєво збільшується зі зростанням тріщини в кістці в субміліметровому діапазоні і корелює з її довжиною [222].

Проте кількість робіт з дослідження нелінійних акустичних явищ в ПМ і КМ вкрай обмежена. Слід відзначити роботу [271] в якій порівнюються між собою

коефіцієнти акустичної нелінійності в резонансному експерименті C_f і C_δ одиничних зразків чавуну, оксиду алюмінію, LaCoO_3 і «спеченого металу, що використовується в підшипниках». В роботі [268] не зафіксували помітної зміни резонансної частоти зразка спеченого алюмінію зі збільшенням амплітуди деформації до $1,2 \cdot 10^{-5}$, проте в обох роботах не наведено жодних даних про структуру матеріалів або параметри технології виготовлення.

Амплітудну залежність резонансної частоти коливань відзначали після ударного пошкодження **композиту** з епоксидною матрицею, зміцненого вуглецевими волокнами [251], а Novak та інші [269] спостерігали зсув резонансної частоти основного тону та вищих гармонік, а також амплітудну залежність декременту коливань пошкоджених зразків композиту сталь-TiC (Рис.1.7, б), скла та зміцненого скляними волокнами полімерного композиту у відповідності до формул (1.20), (1.21). Схожий характер нелінійної поведінки, а саме зсув резонансної частоти та зміну параметру згасання, демонстрував металевий композит Ti-6Al-4V [253], втім, як і інших роботах, зв'язок характеристик нелінійної поведінки з характеристиками структури, пошкодження або технології досліджені не були.

На відміну від більшості геологічних порід, **розсіювання енергії** в конструкційних та функціональних матеріалах не так однозначно залежить від амплітуди деформації в процесі коливань. З резонансних спектрів зразків MAX-кераміки Ti_3SiC_2 було встановлено [272], що на противагу резонансній частоті, яка лінійно зменшувалась зі збільшенням амплітуди збурення, здатність до демпфування Q^{-1} практично не змінювалася. Схожі результати показані в роботі [273], де здатність до демпфування пористого матеріалу з волокон нержавіючої сталі 0Cr18Ni9Ti за результатами вимірювання ширини петлі гістерезису практично не залежить від амплітуди. Водночас здатність до демпфування матеріалів з дискретних мідних волокон пористістю від 0,20 до 0,76 зростала зі збільшенням максимальних деформацій практично за лінійним законом [148, 274], а ця ж характеристика пористого магнію, одержаного просочуванням і наступним витравленням пороутворювача, зростала зі збільшенням ϵ_{\max} прискорено [275].

Звичайно вважають, що пористі матеріали демонструють вищу здатність до демпфування у порівнянні з аналогічними монолітними матеріалами, проте відомі експериментальні залежності характеристик розсіювання енергії від пористості не однозначні. Збільшення Q^{-1} внаслідок збільшення пористості і зменшення діаметру каналних пор в магнії [275], а також в комірково-пористих металах (пінах) з алюмінію, сталі та титану [276, 277] автори пояснювали посиленням концентрації напружень і деформацій навколо пор, що пов'язане з підвищенням густини дефектів, їхнім рухом і взаємодією. Однак, у комірково-пористої міді ($\theta = 0,40 \dots 0,94$) [278] і вуглецевої піни [279] спостерігали протилежний ефект – зменшення здатності до демпфування зі збільшенням пористості, яке автори [279] вважали результатом відмінностей структури твердої фази, а не різницею топології порового простору.

Збільшення здатності до демпфування спостерігали із збільшенням пористості спечених порошкових: 1) оксиді алюмінію СТ 3000 SG (Alcoa), виготовленого спіканням за 1600 С з пороутворювачем [280]; 2) сталях в діапазонах пористості $\theta = 0,25 - 0,60$ [281] та $\theta = 0,12 - 0,33$ [282]; 3) сплаві з ефектом пам'яті форми Cu-Al-Mn ($\theta = 0 - 0,75$) [283], причому збільшення Q^{-1} приписували трьом механізмам: концентрації напружень навколо пор, руху дислокацій і змінам мартенситної структури. Л. Й. Тучинський зі співавторами спостерігали збільшення здатності до демпфування внаслідок збільшення пористості і розміру частинок порошкового титану, що також пояснювали більшою концентрацією напружень біля поверхні пор і «полегшенням умов протікання локальної деформації в більших мікроб'ємах» [284]. Натомість, враховуючи значне розсіювання експериментальних точок, в алюмінієвому сплаві 6061, одержаному напилюванням в атмосфері азоту, в діапазоні пористості від 0,045 до 0,095 практично не спостерігали змін декременту коливальних, вимірюваних методами згасання вільних коливальних і ширини резонансної кривої [285]. Зменшення внутрішнього тертя зі збільшенням пористості спостерігали у спечених заліза і бронзи ($\theta = 0,11$ до 0,39) [286], і у пресовок з порошоків на основі заліза Distaloy AE та Astaloy CrM (Höganäs) [287], що було

пов'язане авторами з особливістю виникнення структурних дефектів в процесі виготовлення.

Впливом мікроструктури пояснювали автори [288] вп'ятеро меншу здатність до демпфування і істотно слабшу її залежність від амплітуди деформації покривів ZrO_2 , стабілізованого Y_2O_3 (YSZ), одержаних конденсацією з парової фази у порівнянні з покривами YSZ, одержаними плазмовим напилюванням, проте в згаданих роботах не вказано, які саме характеристики структури, на думку авторів, збільшують здатність до демпфування. В роботі [148] нами були встановлені залежності здатності до демпфування від часу та температури спікання матеріалів однакової пористості, виготовлених з мідних волокон та з залізного порошку, що дозволило зробити висновок про вплив стану контактів між частинками ПМ.

Водночас, експерименти на зразках поліметилметакрілату [289], Сталі 3, сплаву Cu-Al, алюмінієвого сплаву Д16 та титанового сплаву ВТ6 [290] показали істотне зростання здатності до демпфування зі збільшенням довжини введеної одиничної тріщини. Проте, хоча зі збільшенням амплітуди напружень σ_a усі згадані непошкоджені матеріали демонстрували зростання здатності до демпфування, серед зразків з тріщиною Q^{-1} зростала з σ_a лише у Сталі 3 і Cu-Al, у Д16 – практично не змінювалась, а у ВТ6 – зменшувалась.

У композитів з матрицею з алюмінієвих сплавів, зміцнених керамічними частинками, за відомими з літератури даними лінійна залежність здатності до демпфування і максимальних деформацій не спостерігалась, натомість відзначалась порогова поведінка: Q^{-1} не залежала від амплітуди деформації до певного її рівня ϵ_c , а вище цього рівня помітно зростала. Так, у композитів алюмінієвий сплав 6061/5 % (об.) SiC до рівня $\epsilon_c \sim 10^{-5}$ Q^{-1} становила $3,5 \cdot 10^{-4}$, а за більших амплітуд стрімко зростала і на рівні $\epsilon \sim 10^{-4}$ досягала значення $Q^{-1} = 1,1 \cdot 10^{-3}$ [291]. Схожу поведінку відзначали у композита Al 1040 / 50 %(об.) SiC, одержаного вакуумною інфільтрацією – здатність до демпфування Q^{-1} починала помітно зростати за $\epsilon_c \sim 5 \cdot 10^{-5}$ від $2,5 \cdot 10^{-3}$ до $2,5 \cdot 10^{-2}$ на рівні $\epsilon \sim 6 \cdot 10^{-4}$ [292], у композитів Al / 20%(об.) $Al_{18}B_4O_{33}$, де порогове значення становило $\epsilon_c \sim 10^{-4}$ [293], а також КМ на основі мікро- та нанокристалічного Mg, зміцненого 3%(об.) нанорозмірних частинок Al_2O_3

або ZrO_2 [294]. Автори пояснювали це явище домінуванням за більших амплітуд деформації амплітудно-залежного внутрішнього тертя, що викликалося відривом закріплених дислокацій.

Зростання здатності до демпфування зі збільшенням вмісту керамічної фази відзначали у композитів Al-Li / 8-18%(об.) SiC [295], Al / 0-10%(мас.) $TiAl_3$ [296], Al / $Li_5La_3Ta_2O_{12}$ [297], одержаних за різними технологіями, і також пов'язували це зростання Q^{-1} з дислокаційним демпфуванням. За результатами ДМА, здатність до демпфування Q^{-1} композитів, одержаних гарячим пресуванням порошків AlSi ($d_{max} = 45$ мкм) і 8,6 %(об.) SiC, зростала від 0,0031 до 0,0037, а модуль Юнга зменшувався від 62 до 58,5 ГПа зі збільшенням середнього діаметру частинок кераміки від 13 до 118 мкм, що пояснювалось авторами з погляду дислокаційних механізмів [298]. Однак, таке пояснення суперечить відомому факту, що здатність до демпфування є більш чутливою до змін мікроструктури характеристикою, ніж модуль Юнга. Тому необхідні додаткові дослідження можливих причин впливу вмісту і розміру частинок порошків компонентів на властивості КМ.

Отже, внаслідок того, що непружність матеріалів керується багатьма механізмами (як амплітудно- так і частотнозалежними), які можуть активізуватись одночасно, вплив пористості та площинних дефектів на здатність до демпфування ПМ і КМ і використання параметрів розсіювання енергії для ідентифікації дефектів потребує детального вивчення.

Ефект **повільної динаміки**, який вперше був виявлений в резонансному акустичному експерименті під час дослідження гірських порід Johnson та ін. в 1996 році [268], полягає в поступовому зменшенні резонансної частоти f_r після зростання амплітуди коливань зразка і навпаки, поступовому збільшенні f_r після зменшення їх амплітуди. На відміну від відомого явища повзучості, яке відбувається в напрямку прикладеного статичного навантаження, ефект повільної динаміки проявляється на дуже малих рівнях циклічної деформації і є асиметричним відносно напрямку навантаження: під дією прикладених з відносно високою частотою симетричних циклічних напружень резонансна частота, а отже і модуль пружності, повільно зменшується. Виявом повільної динаміки вважають, також, залежність форми

резонансної кривої від напрямку зміни частоти (збільшення чи зменшення) в процесі вимірювань (Рис.1.7, а). Незважаючи на те, що дане явище ретельно досліджувалось з середини 1990-х років [205, 253, 299, 300], на даний час не існує загально визнаної думки щодо фізичних механізмів, відповідальних за цей ефект. Припускають, що повільна динаміка може бути наслідком присутності таких дефектів структури, як контакти між частинками ПМ і, на думку авторів [253], саме повільна динаміка може бути причиною інших нелінійних явищ. Крім гірських порід явище повільної динаміки спостерігали в пошкоджених бетонах [216, 217], проте нам відомі лише декілька робіт, в яких наведені результати досліджень повільної динаміки в конструкційних матеріалах. Р. Johnson та А. Sutin [271] описали результати спостереження цього ефекту в сірому чавуні, оксиді алюмінію чистоти 99,9%, LaCoO_3 і «спеченому металі, що використовується в підшипниках» та відзначено дуже схожу поведінку цих матеріалів з погляду повільної динаміки, незважаючи на велику різницю між залежностями від амплітуди деформації резонансної частоти і здатності до демпфування цих матеріалів. Однак, в роботі [271] не наведено даних про параметри структури та дефектів матеріалів, тому питання зв'язку повільної динаміки зі станом контактів в ПМ потребує з'ясування.

1.3.2 Моделі нелінійної пружності

1.3.2.1 Класична нелінійна пружність

В теорії пружності розрізняють геометричну та фізичну нелінійності. Геометрична нелінійність не залежить від фізичних властивостей тіла і пов'язана з нелінійним зв'язком компонент тензора деформації з похідними компонент вектору зміщення по координатам. Фізичну нелінійність (відхилення від лінійно-пружної поведінки однорідних твердих тіл) пов'язують з проявом слабого ангармонізму міжатомної взаємодії. Опис нелінійних властивостей ізотропних матеріалів традиційно проводять в рамках п'яти- або дев'яти-константної теорії пружності, що враховує, відповідно, квадратичні і кубічні поправки до закону Гука, причому ці поправки є результатом одночасно геометричної і фізичної нелінійності [161, 301].

Для п'ятиконстантної теорії пружності ізотропного твердого тіла рівняння руху і взаємовідношення між тензорами напруження σ_{ik} і деформації ε_{ik} записуються в координатах Лагранжа як [161, 302]

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma_{ik}}{\partial x_k}, \quad (1.22)$$

$$\sigma_{ik} = K \varepsilon_{ll} \delta_{ik} + 2G \left(\varepsilon_{ik} - \frac{1}{3} \delta_{ik} \varepsilon_{ll} \right) + O(\varepsilon_{ik}^2), \quad (1.23)$$

де u_i – компонента вектору переміщення, ρ – густина, K і G – модулі стиску і зсуву, відповідно, а тензор деформації визначається як

$$\varepsilon_{ik} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_k} + \frac{\partial u_k}{\partial x_i} + \frac{\partial u_l}{\partial x_k} \frac{\partial u_l}{\partial x_i} \right). \quad (1.24)$$

Нелінійний член $O(\varepsilon_{ik}^2)$, який описує відхилення від класичного закону Гука, має вигляд

$$\begin{aligned} O(\varepsilon_{ik}^2) = & \left(G + \frac{A}{4} \right) \left(\frac{\partial u_l}{\partial x_i} \frac{\partial u_l}{\partial x_k} + \frac{\partial u_i}{\partial x_l} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} + \frac{\partial u_l}{\partial x_k} \frac{\partial u_l}{\partial x_i} \right) + \frac{1}{2} \left(K - \frac{2}{3} G + B \right) \left(\frac{\partial u_l}{\partial x_m} \frac{\partial u_l}{\partial x_m} \delta_{ik} + 2 \frac{\partial u_i}{\partial x_k} \frac{\partial u_l}{\partial x_l} \right) + \\ & + \frac{A}{4} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \frac{\partial u_l}{\partial x_i} + B \left(\frac{\partial u_l}{\partial x_m} \frac{\partial u_m}{\partial x_l} \delta_{ik} + 2 \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \frac{\partial u_l}{\partial x_i} \right) + C \frac{\partial u_l}{\partial x_l} \frac{\partial u_l}{\partial x_i} \delta_{ik}, \end{aligned} \quad (1.25)$$

де нелінійні модулі пружності третього порядку A , B і C є коефіцієнтами Ландау в розкладанні внутрішньої енергії E_{int} за степенями тензору деформації:

$$E_{\text{int}} = G \varepsilon_{ik}^2 + \left(\frac{K}{2} - \frac{G}{3} \right) \varepsilon_{ll}^2 + \frac{A}{3} \varepsilon_{ik} \varepsilon_{il} \varepsilon_{kl} + B \varepsilon_{ik}^2 \varepsilon_{ll} + \frac{C}{3} \varepsilon_{ll}^3. \quad (1.26)$$

Тут геометрична нелінійність враховується в формулі залежності тензору деформації від компонент вектору зміщення (1.24), а фізична нелінійність – усіма членами виразу (1.25), що містять коефіцієнти A , B і C .

Для одновимірного випадку нелінійне хвильове рівняння має вигляд [303]

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} - V_r^2 \left\{ 1 - \beta^{(2)} \frac{\partial u}{\partial x} + \beta^{(3)} \left(\frac{\partial u}{\partial x} \right)^2 \right\} \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = 0, \quad (1.27)$$

де V_r – швидкість поширення лінійної акустичної хвилі вздовж осі x , а $\beta^{(2)}$ і $\beta^{(3)}$ – безрозмірні коефіцієнти квадратичної та кубічної пружної нелінійності, відповідно, які можуть бути виражені як комбінації модулів пружності, наприклад

$$\beta^{(2)} = \frac{3}{4} + \frac{A + B + C}{2\rho V_r^2} = \frac{3}{2} + \frac{l + 2m}{\lambda + 2\mu},$$

де A, B і C – модулі Ландау, l і m – модулі Мернагана, λ і μ – коефіцієнти Ламе.

Гармонічний розв'язок (1.27) за умови утримання в дужках двох перших членів має вигляд

$$u = A_1 \sin(kx - \omega t) + \frac{\beta^{(2)} A_1^2 x k^2}{8} \cos(2kx - 2\omega t) + \dots, \quad (1.28)$$

де A_1 – амплітуда першої гармоніки хвилі, $\omega = 2\pi f$ – кутова частота, $k = \omega/V_r$ – хвильове число, з чого випливає

$$\beta^{(2)} = \frac{8A_2}{A_1^2 x k^2}, \quad (1.29)$$

де A_2 – амплітуда другої гармоніки плоскої хвилі (коефіцієнт перед другим членом правої частини рівняння (1.28)) за умови відсутності згасання, дифракції і розсіювання. Цей результат був поширений на трьохвимірний випадок, а також на хвилі Релея і Лемба.

«Класична» нелінійна пружність, яка описується вищезгаданою теорією, є малою (у більшості випадків квадратичною), якщо зовнішні сили, що породжуються тиском в акустичній хвилі, є істотно меншими, ніж міжатомні сили. Типові значення коефіцієнтів $\beta^{(2)}$ і $\beta^{(3)}$ для однорідних аморфних матеріалів і монокристалів лежать в діапазоні (1 ... 10), а значення деформацій навіть у випадку інтенсивних акустичних навантажень $\epsilon < 10^{-5}$, тому нелінійні поправки до рівняння стану середовища дуже малі. В багатьох матеріалах, таких як скло, полімери, деякі метали нелінійність проявляється лише за деформацій, близьких до руйнівних $\epsilon \sim 10^{-3}$ - 10^{-2} [304], що узгоджується з уявленнями про слабку непараболічність міжмолекулярного потенціалу. Нелінійність такого роду не пов'язана з дефектами структури.

Огляд експериментальних результатів, наведений в пункті 1.3.1, з одного боку свідчить про різноманітність проявів нелінійної акустичної поведінки матеріалів, а з

іншого – про різноманітність можливих джерел нелінійності. Схожі макроскопічні нелінійні явища можуть бути наслідком активації різних джерел на різних структурних рівнях за різними механізмами, які важко розділити в експерименті. Наприклад, на ширину резонансної кривої, за якою визначають розсіювання енергії, можуть впливати тертя поверхонь дефектів, концентрація напружень біля поверхні дефектів та гістерезис. З іншого боку, гістерезис моделюється пружними і дисипативними (лінійними та нелінійними) механізмами [169, 305].

1.3.2.2 Фізичні моделі «некласичної» нелінійної пружності

У більшості експериментальних робіт з втоми литих металевих матеріалів зростання параметру нелінійності пов'язували з рухом дислокацій, формуванням дислокаційної субструктури і внеском дислокаційних диполів, особливо на початкових стадіях накопичення пошкоджень [224]. J. Cantrell розвинув модель пружно-пластичної нелінійності [225, 231, 306, 307], в якій крім ангармонічності ґратки були враховані внески в параметр нелінійності одиничних дислокацій β_{mp} та дислокаційних диполів β_{dp} :

$$\beta_{mp} = \frac{24 \Omega R^3 (A_2^e)^2}{5 G^3 b} \Lambda_{mp} L^4 |\sigma_0| \quad (1.30)$$

$$\beta_{dp} = \frac{16\pi^2 \Omega R^2 (1-\nu)^2 (A_2^e)^2}{Gb} \Lambda_{dp} h_{dp}^3, \quad (1.31)$$

де Ω – перевідний коефіцієнт із зсувних у поздовжні деформації, R – фактор Шміда, A_2^e – коефіцієнт пружності Хуанга, ν – коефіцієнт Пуассона, G – модуль зсуву, b – вектор Бюргерса, Λ_{mp} та Λ_{dp} – густина ізольованих одиничних дислокацій та дислокаційних диполів, відповідно, $2L$ – відстань між точками закріплення дислокацій, σ_0 – початкове напруження, h_{dp} – висота диполя.

Розрахунок за (1.30) показав, що в стійких смугах ковзання, які виникають в умовах малоциклової втоми в полікристалічному нікелі $\beta_{mp} = 745$, а в алюмінієвому сплаві $\beta_{mp} = 518$, проте, сумарні акустичні параметри нелінійності в процесі малоциклової втоми обох сплавів, що враховують параметр класичної пружної

нелінійності (~ 5 для обох металів), параметри, розраховані за формулами (1.30) і (1.31), та вміст стійких смуг ковзання, становлять ~ 20 на рівні 80-90% загальної довговічності [225], що істотно менше значень, які спостерігають в експерименті в ПМ і КМ з макродефектами.

В низці робіт [22, 308, 309] ПМ моделювали як сукупність частинок, що є природнім для пресовок і на початкових стадіях спікання, а нелінійну пружну поведінку визначали з розв'язку контактної задачі теорії пружності для кожного контакту між частинками, використовуючи модель Герца [160]. Для швидкості поздовжньої акустичної хвилі в простій кубічній упаковці частинок В. В. Скороход з співавторами одержали формулу [22]

$$\frac{V_l}{V_{l0}} = \left(\frac{\pi}{6}\right)^{\frac{m-1}{2}} \left[\frac{(1+\nu_0)(1-2\nu_0)}{(1-\nu_0)} \right]^{\frac{1}{2}} \left(\frac{x}{R}\right)^{\frac{1}{2}}, \quad (1.32)$$

де V_l та V_{l0} – швидкість поздовжньої акустичної хвилі в порошковому тілі і матеріалі частинок, відповідно, ν_0 – коефіцієнт Пуассона твердої фази, R і x – радіуси частинки і контакту між частинками, відповідно, а m – емпіричний коефіцієнт з виразу модуля Юнга пористого середовища $E = E_0(1 - \theta)^m$. Вважали, що коефіцієнт Пуассона вільно насипаного порошку є близьким до нуля внаслідок набагато більшої податливості точкових контактів за таку матеріалу частинок, і що для простої кубічної упаковки $\theta = 1 - \pi/6$.

Беляєва з колегами [309] з рівняння енергетичного балансу порошкового середовища під дією зовнішніх сил отримали формулу пружної макроскопічної поведінки випадково упакованих сферичних частинок у вигляді

$$\sigma_{ef}(\varepsilon) = \frac{k\langle Z \rangle(1-\theta)E_0}{\pi(1-\nu_0^2)} \varepsilon^{\frac{3}{2}}, \quad (1.33)$$

де σ_{ef} – ефективне напруження, ε – макроскопічна результуюча деформація, θ – пористість, $\langle Z \rangle$ – середнє координаційне число частинки, а коефіцієнт $k = 1$ у випадку всебічного стиску і $k = 1/3$ за одноосного стиску. Як і в попередній моделі,

припускали рівність нулю коефіцієнта Пуассона порошкового тіла. Модуль пружності чисто поздовжньої деформації, одержаний лінеаризацією рівняння (1.33) відносно варіації деформації в околі початкової статичної деформації ε_0 , становив

$$M_{\parallel} = \frac{\langle Z \rangle (1 - \theta) E_0}{2\pi(1 - \nu_0^2)} \varepsilon_0^{1/2}, \quad (1.34)$$

а коефіцієнти квадратичної і кубічної нелінійності

$$\beta^{(2)} = 1/(2\varepsilon_0) \quad \text{і} \quad \beta^{(3)} = 1/(6\varepsilon_0^2). \quad (1.35)$$

Експериментально визначені за результатами вимірювань другої та третьої гармонік в середовищах свинцевого дробу та зерен туфу значення $\beta^{(2)} = 1,3 \cdot 10^2 - 1,5 \cdot 10^3$ і $\beta^{(3)} = 4 \cdot 10^4 - 5,5 \cdot 10^6$ за $\varepsilon_0 = 3 \cdot 10^{-4} - 3,4 \cdot 10^{-3}$ [309] узгоджуються з обома формулами (1.35). Отже, ця модель прогнозує дуже сильну у порівнянні з твердою матрицею нелінійність внаслідок наявності контактів. Оскільки коефіцієнти нелінійності (1.35) прямо не залежать від параметрів структури та властивостей твердої фази, а лише від попередньої деформації ε_0 , вона не може бути безпосередньо використана для оцінки дефектності ПМ і КМ, але вказує на можливе джерело нелінійності.

Зважаючи на те, що при поздовжніх акустичних коливаннях $V_l^2 = \frac{1}{\rho} \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon}$, з рівняння стану (1.33) [310]

$$\frac{V_l}{V_{l0}} = \langle Z \rangle^{1/2} f(\nu, \theta) \left(\frac{x}{R} \right)^{1/2}, \quad (1.36)$$

де $f(\nu, \theta) = (1 - \theta)^{1/2} (3k)^{1/4} \left[\frac{(1 + \nu_0)(1 - 2\nu_0)}{\pi(1 - \nu_0)(1 - \nu_0^2)} \right]^{1/2}$, тобто швидкість пропорційна до

квадратного кореня з середнього координаційного числа частинки і, як і у випадку (1.32), до квадратного кореня з відношення x/R .

Згадані моделі ґрунтуються на розв'язку задачі Герца для точкового контакту двох сфер у випадку стиску сферичних частинок і не описують поведінки матеріалу меншої пористості, наприклад, у разі пластично деформованих або частково

припечених частинок. У випадку середовища випадково упакованих жорстких сферичних частинок, зв'язаних жорсткими круговими контактами радіуса x_0 [308], швидкості поширення поздовжньої V_l і поперечної V_t акустичних хвиль

$$\frac{V_l}{V_{l0}} = \langle Z \rangle^{1/2} \left[\frac{1}{10\pi} \left(\frac{3}{1-\nu_0} + \frac{4}{2-\nu_0} \right) \frac{1-2\nu_0}{1-\nu_0} \right]^{1/2} \left(\frac{x_0}{R} \right)^{1/2} \quad (1.37,a)$$

$$\frac{V_t}{V_{t0}} = \langle Z \rangle^{1/2} \left[\frac{1}{10\pi} \left(\frac{2}{1-\nu_0} + \frac{6}{2-\nu_0} \right) \right]^{1/2} \left(\frac{x_0}{R} \right)^{1/2} \quad (1.37,b)$$

є пропорційними до квадратного кореня відношення x_0/R і нелінійність, що передбачається даною моделлю зменшується зі збільшенням початкового радіусу контакту між частинками. Очевидно, що дані моделі не є реалістичними для опису матеріалів малої пористості і не містять параметрів, які б враховували наявність площинних дефектів.

Для детального дослідження впливу недосконалих внутрішніх поверхонь розділу та зімкнених тріщин на акустичні характеристики, була запропонована модель контактної акустичної нелінійності (КАН), яка описує взаємодію акустичної хвилі великої амплітуди з незв'язаними поверхнями через суттєво асиметричні характеристики жорсткості таких поверхонь в умовах нормальних напружень [311 – 314]. Асиметрія відновної сили спричиняє параметричну модуляцію жорсткості і нестабільність коливань та має наслідком генерування вищих і дробових гармонік.

Окремим випадком КАН є моделі, в яких матеріал уявляють таким, що відповідає основним положенням механіки суцільних пружних середовищ, але по різному опирається розтягу і стиску (лінійний (другого порядку) модуль пружності має різні значення на розтяг і стиск) [315]. Головним чином вони застосовуються для моделювання поведінки матеріалу, що містить одиничну тріщину, яка залишається закритою під час стиску, не змінюючи жорсткість тіла, і відкривається під час розтягу, зменшуючи загальну жорсткість [316 - 319]. Зокрема такі моделі, що називають «білінійними», з «однобічним ефектом» (unilateral effect) або з «дихаючими тріщинами» (breathing cracks), були застосовані для визначення впливу одиничних тріщин на резонансні частоти балок. В нуль-вимірному випадку

механічну поведінку матеріалу з тріщиною моделюють масою, сполученою з пружинами, що мають різну жорсткість, і тому статична діаграма залежності навантаження від переміщення є несиметричною відносно початку координат [320].

Для коливань, нормальних до поверхні незв'язаних поверхонь (контактів), КАН проявляється як «плескання» контактів, а для тангенціальних коливань – як нелінійне тертя між поверхнями [321, 322]. Така «плескальна» поведінка була описана кусково-лінійним рівнянням стану [313] (Рис.1.8):

$$\sigma = C^{\text{II}}[1 - H(\varepsilon - \varepsilon^0)(\Delta C/C^{\text{II}})]\varepsilon \quad (1.38)$$

де $C^{\text{II}} = \partial\sigma/\partial\varepsilon$ лінійний (другого порядку) коефіцієнт пружності, $H(\varepsilon)$ – східчаста функція Хевісайда, ε^0 – початкова статична контактна деформація, $\Delta C/C^{\text{II}}$ – глибина модуляції жорсткості, яка може становити ~ 1 , тобто внесок нелінійності приблизно на три порядки більший, ніж у класичному випадку (п.1.3.2.1). Спектр сигналу (Рис.1.8) містить багато вищих гармонік, модульованих синусоїдальною обвідною функцією.

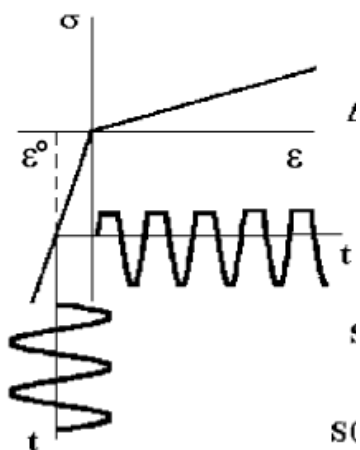


Рис.1.8 – Кусково-лінійна залежність напруження-деформація за моделлю контактної акустичної нелінійності (1.38) [313]

М. Б. Штерном була запропонована модель нелінійної пружної поведінки матеріалів, в якій, на основі механіки ізотропного континуума, вираз для пружного потенціалу задається у формі [323]:

$$\Phi = G \left(\frac{1}{1+m} \Lambda - \frac{m}{1+m} \sqrt{\frac{K}{2G}} \varepsilon \right)^2, \quad (1.39)$$

де використані позначення $\Lambda = \sqrt{\frac{K}{2G}\varepsilon^2 + \Gamma^2}$, $\varepsilon = \varepsilon_{ii}$ – перший інваріант тензору деформації (зміна об'єму), $\Gamma = [(\varepsilon_{ij} - \varepsilon\delta_{ij}/3)(\varepsilon_{ij} - \varepsilon\delta_{ij}/3)]^{1/2}$ – другий інваріант девіатора тензору деформації (інтенсивність зсувних деформацій). Параметр m , який характеризує присутність площинних дефектів і називається «ступінь недосконалості», дорівнює нулю за відсутності таких дефектів і дорівнює одиниці коли вміст дефектів призводить до відсутності опору однорідному розтягу. Сталі K і G розглядаються як узагальнені параметри. Коли $m = 0$, вираз (1.39) зводиться до виразу пружного потенціалу матеріалу, для якого виконується закон Гука в класичному формулюванні $\Phi = G\left(\frac{K}{2G}\varepsilon^2 + \Gamma^2\right)$ і тому параметри K і G можуть інтерпретуватись як модуль всебічного стиску і модуль зсуву матеріалу без площинних дефектів, відповідно.

Хоча запропонований пружний потенціал є нелінійним, він веде до кусково-лінійного взаємовідношення між напруженнями і деформаціями, якщо напружено-деформований стан є простим (рівномірне або одновісне навантаження).

Сутін і Назаров [324] припустили, що загальна нелінійність викликається нелінійним зв'язком між напруженнями і деформаціями контактів нерівностей на поверхні тріщини і вивели формулу параметру нелінійності пружного тіла з рівномірно розподіленими довільно орієнтованими тріщинами. Їхню поведінку описували моделлю пружного контакту шорсткої поверхні з плоскою жорсткою поверхнею, притиснених одна до одної зовнішніми напруженнями (що є еквівалентною задачі контакту двох шорстких поверхонь), припускаючи експоненціальний розподіл висот нерівностей h (Рис.1.9).

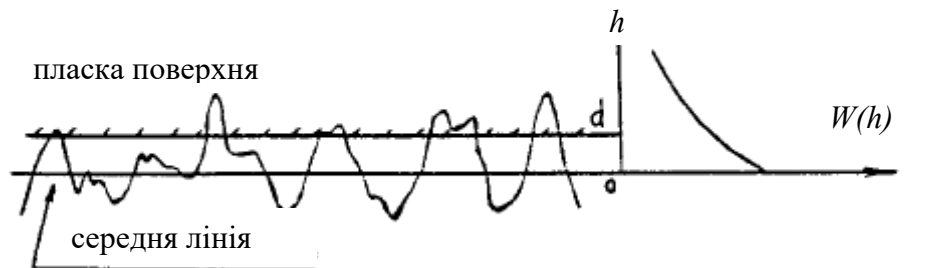


Рис.1.9 – Схема пружного контакту між шорсткою і плоскою поверхнями за

моделлю [324]

К. Johnson запропонував визначати залежність загального напруження викликаного переміщенням поверхні d , додаючи сили f для всіх нерівностей висотою $h \geq d$ [325]:

$$\sigma_n = -\int_d^{\infty} f(h-d)W(h)dh \quad (1.40)$$

де $W(h) = n(\pi R^2 \sqrt{2}h_0)^{-1} \exp[-h/(\sqrt{2}h_0)]$, n – кількість вершин на повній площі поверхні тріщини, R – радіус сферичної нерівності, h_0 – характеристична висота нерівностей.

Згідно з оцінками [324], присутність тріщин веде до зростання квадратичного та кубічного параметрів нелінійності на декілька порядків більше, ніж їхні типові значення для гомогенного середовища, тоді як модуль Юнга і коефіцієнт Пуассона змінюються несуттєво. Параметр нелінійності, викликаной тріщинами, згідно цієї моделі [225, 324]:

$$\beta_{crk} \approx \frac{5,3 \cdot 10^6 C_{crk} a_{crk}^4}{(1 + 0,25 C_{crk} a_{crk}^3)^2} \quad (1.41)$$

де C_{crk} – концентрація тріщин, а a_{crk} – радіус тріщини.

Згідно з іншою оцінкою [225] величина параметру нелінійності для полікристалічного нікелю і алюмінієвого сплаву 2024, на початкових етапах процесу механічної втоми визначається дислокаційними механізмами, а внесок мікротріщин, лінійний розмір яких в під час зародження становить ~ 45 нм [326], за умови $C_{crk} \sim 10^7 \text{ м}^{-3}$ є нехтовно малим і стає помітним після зростання довжини втомної тріщини до 250 мкм. В типовому випадку для останніх 10-20 % втомної довговічності, коли a_{crk} перевищує 500 мкм, вплив тріщин на параметр нелінійності стає вирішальним.

Моделювання впливу локальної пружно-пластичної деформації в контактах двох шорстких поверхонь показали, що, як і у випадку пружної деформації сфер

(див. формули (1.34), (1.35)), зі збільшенням нормального тиску нелінійність коливань зменшується, а лінійна жорсткість – зростає [327].

1.3.2.3 Феноменологічні моделі «некласичної» нелінійної пружності

Одним із найбільш чутливих індикаторів нелінійності матеріалів в квазістатичному експерименті є гістерезис напруження – деформація, що супроводжується «дискретною пам'яттю» (пам'яттю кінцевої точки). Фізичні механізми нелінійної гістерезисної поведінки матеріалів з дефектами зрозумілі не до кінця, тому для її урахування були запропоновані феноменологічні моделі. Найпростішими є два типи моделей некласичної (гістерезис напруження – деформації) поведінки [328]: моделі відриву (або «храповика») і моделі тертя (або «повзунка»). Крива σ - ϵ моделі відриву стартує з початку координат, має форму «метелика» (пружний гістерезис) (Рис.1.10, а) і відповідає елементарному процесу відриву дислокації в моделі Гранато-Люке [329]. Крива напруження-деформація моделі тертя стартує також з нуля, але під час періодичного навантаження - розвантаження не проходить через початок координат (пластичний гістерезис) (Рис. 1.10, б). Якщо одиничні елементи, що описуються цими моделями, розподілені за розміром, криві σ - ϵ стають гладкими, але зберігають ту саму топологію. Втім, ці моделі описують квазістатичний гістерезис, не залежний від частоти.

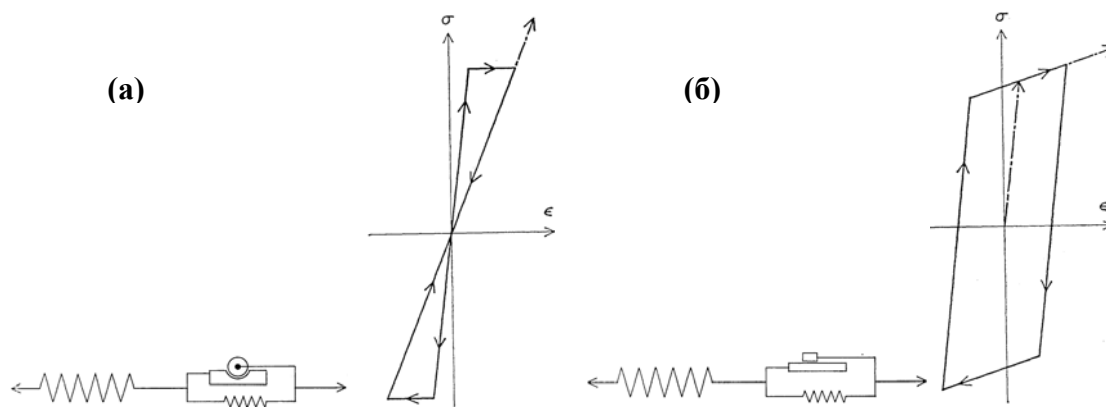


Рис.1.10 – Схеми і криві напруження – деформація, що відповідають моделям (а) відриву («храповика») і (б) тертя («повзунка») [328]

Фізично обґрунтований аналітичний опис квазістатичного гістерезису запропонував Давиденков для пояснення амплітудно-залежного внутрішнього тертя

в металах [330]. Відповідно до гіпотези Давиденкова, зв'язок між напруженнями і деформаціями, який описує обидві гілки петлі гістерезису, має вигляд

$$\sigma(\varepsilon) = E \left[\varepsilon - \frac{\beta}{n} \begin{cases} (\varepsilon_a + \varepsilon)^n - 2^{n-1} \varepsilon_a^n, & \dot{\varepsilon} > 0 \\ -(\varepsilon_a - \varepsilon)^n + 2^{n-1} \varepsilon_a^n, & \dot{\varepsilon} < 0 \end{cases} \right], \quad (1.42)$$

де E – модуль пружності, $\beta > 0$ та $n > 1$ – параметри петлі гістерезису, що визначаються експериментально, ε_a – амплітуда деформації. Графік цієї функції складається з двох симетричних парабол степені n , які сходяться в $\varepsilon = \pm \varepsilon_a$. Степенева залежність. Гістерезисна поведінка, що описується рівнянням (1.42), пов'язана з мікропластичними деформаціями, які виникають в об'ємі матеріалу під дією змінних напружень.

Останнім часом для опису гістерезисної поведінки геологічних порід широко застосовують більш складну модель Прайсаха - Красносельського – Мейергойца (PM-модель) [331 - 333], що описує матеріал з дефектами як сукупність гістерезисних мезоскопічних пружних елементів (гістеронів). Окремий гістерон моделює особливість механічної поведінки елемента структури і має властивості одиничного ідеального реле, рівноважна довжина якого «перемикається» гістерезисним чином між двома конфігураціями «відкрито» (l_o) та «закрито» (l_c) за тисків P_o і P_c , відповідно (Рис.1.11).

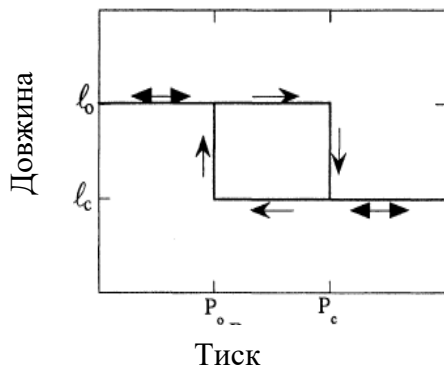


Рис.1.11 – Схема гістерезисної поведінки одиничного гістерону [332]

Вважається, що модельний матеріал складається з великої кількості гістеронів, котрі демонструють різні ступені гістерезису, тобто мають різні параметри P і l , які можуть змінюватись відповідно до різних розподілів. Ця модель охоплює всі залежності гармонік і зсувів резонансних піків, для деформацій $10^{-3} - 10^{-9}$ і частот

від статичних до принаймні декількох мегагерц і була успішно застосована до опису статичної і динамічної нелінійної поведінки [169]. РМ-модель слугувала основою для простих моделей нелінійного гістерезисного модуля пружності, наприклад [258]

$$M(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) = M_0 \{1 - \beta^{(2)}\varepsilon - \beta^{(3)}\varepsilon^2 - \alpha[\Delta\varepsilon + \varepsilon(t)\text{sign}(\dot{\varepsilon})] + \dots\}, \quad (1.43)$$

де M_0 – лінійний модуль пружності, α – міра гістерезису матеріалу, $\Delta\varepsilon$ – локальна амплітуда деформації протягом попереднього періоду (для постійного синусоїдального збурення $\Delta\varepsilon = (\varepsilon_{\max} - \varepsilon_{\min})/2$), $\dot{\varepsilon} = d\varepsilon/dt$ – швидкість деформації, $\text{sign}(\dot{\varepsilon}) = 1$, якщо $\dot{\varepsilon} > 0$ і $\text{sign}(\dot{\varepsilon}) = -1$, якщо $\dot{\varepsilon} < 0$.

Проте, модель РМ є лише феноменологічним описом, що не містить фізичних механізмів нелінійного відгуку і тому для її застосування з метою ідентифікації дефектів попередньо повинні бути ідентифіковані фізичні механізми нелінійності. Гістерони пов'язували з початковими смугами скидання (перегинам дислокацій) (incipient kinking bands ІКВ) [179, 181], або з термічно активованим фазовим переходом відповідно до моделі Прайсаха-Арреніуса [334].

Для того, щоб подолати обмеження моделі РМ, викликане незрозумілістю фізичної інтерпретації гістерону в акустичному експерименті, зокрема для пояснення явища повільної динаміки, були запропоновані моделі, що ґрунтуються на зрозумілих механічних концепціях [335 - 337]. Так, в моделі TenCate et al. [299] релаксація приписується відновленню мікроскопічних контактів, якому перешкоджає гладкий спектр енергетичних бар'єрів. Нещодавно ця модель була доопрацьована [336, 338, 339] і на основі аналізу контактів між частинками і результуючого потенціалу поверхневих сил з бар'єром сформульована узагальнена модель класичної акустичної нелінійності, гістерезису напруження – деформація і релаксації швидкості звуку, а отже - резонансної частоти зразків. В інших моделях було показано, що причиною ефекту кінцевої точки і гістерезису поза рамками моделі РМ можуть бути сили адгезії між двома шорсткими поверхнями [340], а також що відтворити гістерезис дозволяє модель «плескання» контактів [341].

Альтернативний опис явища повільної динаміки запропонували О. О. Вахненко з колегами [337, 342], які припустили асиметрію процесів руйнування (відкривання)

і відновлення (заліковування) мікротріщин і когезійних зв'язків між гранулами. За будь-якого даного напруження σ величина концентрації дефектів g еволюціонує до свого (залежного від σ) рівноважного значення g_σ у відповідності до кінетичного рівняння

$$\partial g / \partial t = - [\mu H(g - g_\sigma) + \nu H(g_\sigma - g)](g - g_\sigma), \quad (1.44)$$

де $\mu = \mu_0 \exp(-U/kT)$ і $\nu = \nu_0 \exp(-W/kT)$ – інтенсивності відновлення і руйнування зв'язків, відповідно, U і W – активаційні бар'єри для процесів відновлення і руйнування зв'язків, відповідно, k – стала Больцмана, T – температура, і $H(z)$ – східчаста функція Хевісайда. Отже, коли $g > g_\sigma$ розірвані зв'язки відновлюються ($\partial g / \partial t < 0$), натомість коли $g < g_\sigma$, нерозірвані зв'язки руйнуються ($\partial g / \partial t > 0$). Автори [337, 342] вважали, що $\nu \gg \mu$, оскільки існує набагато більше шляхів руйнування зв'язків, ніж їхнього відновлення. Однак модель Вахненка не містить мікромеханічного опису дефектів структури.

Таблиця 1.2

Основні механізми нелінійної поведінки матеріалів з дефектами

Структурний рівень	Механізм	Матеріал	Джерело
Атомний	Ангармонізм міжатомного потенціалу	Однорідне середовище	[301]
Мікро-скопичний	Рух і відрив дислокацій, в тому числі у вершині втомних тріщин	Метали З тріщинами	[164, 329, 306]
	Перегини дислокацій, рух смуг скидання	KNE матеріали	[343]
Мікро-, мезо-скопичний	Термодинамічна дисипація внаслідок градієнту температур і концентрації напружень біля дефектів	Гомогенні Пористі З тріщинами	[160, 344]
Мезо-скопичний	Нелінійність типу Герца в контактах між частинками і на поверхнях тріщин	Породи З тріщинами	[308, 309]
	Нелінійність внаслідок змикання-розмикання поверхонь дефектів	Породи З тріщинами	[312, 324, 345]
	Тертя, адгезія на вільних поверхнях	З тріщинами	[340, 346]
	Асиметрія процесів руйнування та відновлення когезійних зв'язків	Породи	[337, 342]

Висновки до розділу 1 та формулювання задачі

Узагальнюючи літературні дані, можна відзначити, що одними з найбільш поширених в практиці контролю за процесами структуроутворення ПМ та КМ та еволюції таких властивих їм мезоскопічних дефектів, як пори і недосконалі в механічному сенсі контакти між елементами структури (частинками порошку і фазами), є методи, що ґрунтуються на вимірюванні швидкостей поширення акустичних хвиль різних типів, залежних від густини і пружності матеріалу. Була сформульована велика кількість емпіричних, напівемпіричних і теоретичних залежностей ефективних характеристик пружності, які є коефіцієнтами в визначальних рівняннях, від **пористості**, яку вважали першорядним чинником, що визначає 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 формулюванні, не дають змоги розрізнити об'ємні (пори) і щілиноподібні (недосконалі контакти або тріщини) дефекти реальних ПМ, що часто і є метою контролю.

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, доведена 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 технологічних факторів і параметрів структури ПМ і КМ на згадані нелінійні акустичні характеристики і можливість їх використання для керування процесами 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.

Метою цієї роботи є встановлення закономірностей взаємодії акустичних полів з мезодефектами та аналіз закономірних зв'язків між показниками дефектності структури матеріалів та нелінійними акустичними явищами в умовах резонансу.

Для досягнення поставленої мети були поставлені такі завдання:

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

2. Дослідити акустичну поведінку керамічних, металевих та КМ та встановити закономірні зв'язки між параметрами мезоструктури, обумовленими морфологією дефектів, і особливостями їхнього відгуку на акустичні збурення в умовах резонансу.

3. Створити мікромеханічні та феноменологічні моделі нелінійної пружної поведінки матеріалів з дефектами різної морфології (порами та щілиноподібними дефектами) для прогнозування кількісних характеристик мезоструктури за показниками акустичного відгуку.

РОЗДІЛ 2. ЗАГАЛЬНА МЕТОДИКА І ОСНОВНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ

2.1 Загальна методика охоплює такі послідовні етапи:

1. Створення зразків мікронеоднорідних матеріалів різних класів (керамічних, металевих, композитних) з мезоструктурою різних типів, переважно за рахунок зміни фракційного складу вихідних порошків і параметрів порошкових технологій.

2. Експериментальні дослідження особливостей відгуку на акустичне збурення в умовах резонансу одержаних зразків ПМ і КМ, які, зокрема, свідчать про відхилення механічної поведінки від закону Гука під час пружного деформування, і кількісному їх описі.

3. Дослідження структури та складу матеріалів методами рентгеноструктурного аналізу, оптичної та растрової електронної мікроскопії, електрорезистометрії тощо та визначення характеристик міцності і встановленні закономірних зв'язків між результатами структурних та акустичних досліджень.

4. Розроблення теоретичних та розрахункових моделей впливу мезоструктури певного типу на акустичний відгук матеріалів.

2.2 Методи експериментальних досліджень

2.2.1 Зразки для експериментальних досліджень

Експериментально досліджували вплив наявності і вмісту площинних дефектів в матеріалах, здебільшого одержаних за порошковими технологіями, на характеристики пружності, непружності та нелінійності механічної поведінки та еволюцію таких дефектів в процесі виготовлення. Порошкові матеріали, особливо на початкових стадіях виготовлення, мають більш складну структуру, ніж матеріали, одержані за традиційними технологіями та істотно відрізняються від ідеального однорідного пружного середовища, у припущенні якого виведені основні рівняння акустики. Наявність в таких матеріалах структурних елементів з розмірами порядку 10^{-4} м (частинок і об'ємних пор) накладає додаткові обмеження на лінійні розміри зразків для визначення характеристик матеріалів, а саме: 1) для уникнення помітного впливу граничних умов і забезпечення статистичної достовірності

результатів, геометричний розмір зразка повинен бути істотно більшим за розмір частинки порошку [347]; 2) для запобігання геометричному розсіюванню пружної хвилі, довжина хвилі повинна бути істотно більше за характеристичні розміри елементів структури. Зважаючи на ці вимоги, за базові було обрано резонансні методи дослідження зразків, поперечні лінійні розміри яких принаймні на порядок, а довжина – на два порядки більші за максимальний розмір частинки порошку досліджуваного матеріалу, а відтак і середнього розміру пор між частинками.

Для експериментальних досліджень було обрано такі групи матеріалів з різною внутрішньою будовою та фізико-механічними властивостями:

1) матеріали, спечені за різної температури з порошку кераміки Al_2O_3 , а також КМ гідроксиапатит – склофаза, яким за кімнатної температури притаманний крихкий механізм руйнування, низький рівень розсіювання енергії та дефекти структури у вигляді пор, недосконалі в механічному сенсі контактів між частинками порошку, а також тріщин, що утворюються в процесі пресування порошків або під час охолодження зразків після спікання тощо.

2) матеріали, спечені за різної температури з порошків металів, яким у неспеченому стані властиві високий рівень розсіювання енергії та дефекти структури у вигляді пор і недосконалих контактів між частинками (Fe, Ti), а також матеріали, одержані екструзією порошків алюмінієвих сплавів (Al-Pb, AlCuMn);

3) КМ, одержані екструзією з порошків пластичного металу та кераміки (Al-SiC), яким властивий середній рівень розсіювання енергії та дефекти структури у вигляді недосконалих контактів між частинками порошків метал-метал, кераміка - кераміка та метал - кераміка;

4) литі матеріали, структура яких піддалася змінам внаслідок експлуатаційних факторів (сталі 20 та 12Х1МФ), або піддається змінам в процесі механічних коливань протягом випробувань (Ti_3Sn).

Властивості вихідних компонентів та особливості технології отримання кожної групи матеріалів наведені у підрозділі 2.4.

Структуру матеріалів і поверхні зламу досліджували за допомогою оптичного мікроскопу МИМ-10 та сканувальних електронних мікроскопів Superprob-723, T-20 (Jeol) та Comeco SX-50.

Рентгеноструктурний аналіз виконували з використанням рентгенівського дифрактометра ДРОН 3М у монохроматичному $\text{Cu } K_{\alpha}$ випромінюванні (довжина хвилі 1,54060 Å).

Лінійні розміри, 25 мм і більше вимірювали за допомогою штангенциркуля з ціною поділки (ц.п.) $5 \cdot 10^{-5}$ м, а менші розміри – механічного мікрометра з ц. п. 10^{-5} м, або цифрового мікрометра з одиницею молодшого розряду (о. м. р.) 10^{-6} м.

Масу m зразків визначали за допомогою електронних ваг з о. м. р. 10^{-6} кг.

Густину ρ , а також загальну пористість θ і відкриту пористість θ_{op} матеріалу спечених зразків визначали переважно методом гідростатичного зважування згідно з стандартом ASTM [348], використовуючи як імерсійне середовище дистильовану деіонізовану воду або етиловий спирт. Вагу сухого зразка оксиду алюмінію визначали безпосередньо після спікання за температури зразка більшої за 373 К для запобігання конденсації вологи з повітря на поверхнях відкритих пор. Оскільки дані про наявність склофази в Al_2O_3 відсутні, теоретичну густину кераміки вважали рівною 3980 кг/м^3 . Густину неспеченої пресовки після випалювання зв'язки обчислювали як

$$\rho_G = (l/l_G)^3 \cdot \rho, \quad (2.1)$$

де ρ і l - густина та довжина зразка після спікання, а l_G - довжина неспеченої пресовки.

Густину відносно великих зразків порошкового титану і порошкового заліза, що мали правильну форму обчислювали з результатів вимірів маси і лінійних розмірів, а їхню пористість визначали за формулою

$$\theta = 1 - \rho/\rho_0$$

де ρ_0 – густина матеріалу, що не містить пор. Густину ρ_0 титану вважали рівною 4490, а заліза - 7860 кг/м^3 [349].

2.2.2 Визначення швидкості поширення акустичних хвиль

Швидкість поширення поздовжньої хвилі визначали методом наскрізного прозвучування на обладнанні, детально описаному в роботі [70]. Зразок встановлювали між двома п'єзоелектричними перетворювачами, один з яких випромінював УЗ імпульси з частотою 0,6 МГц, а інший - приймав УЗ імпульси після їх проходження через зразок досліджуваного матеріалу, перетворював їх на електричний сигнал і передавав на електронну апаратуру для реєстрації. Для запобігання потраплянню рідини, що забезпечує акустичний контакт між зразком та перетворювачами, в пори досліджуваного матеріалу, на зразок наклеювали тонку полімерну плівку, вплив якої враховували. Швидкість поширення поздовжньої УЗ хвилі V_l розраховували за вимірними шляхом s та часом t проходження імпульсу

$$V_l = s/t. \quad (2.2)$$

Швидкість поширення поздовжньої хвилі в стрижні визначали за формулою [160]

$$V_r = \lambda \cdot f_1 = 2l \cdot f_1, \quad (2.3)$$

де λ – довжина хвилі, що збурюється в зразку під час поздовжніх резонансних коливань стрижня за першою модою з частотою f_1 .

2.2.3 Визначення характеристик пружності та непружності резонансними методами

Модулі пружності визначали методами резонансних механічних коливань, зокрема методом резонансної ультразвукової спектроскопії (РУС), який полягає в скануванні резонансних частот зразків матеріалів майже ідеальної геометрії, таких як куб, паралелепіпед або циліндр, з відомими розмірами і масою [350, 351]. За розташуванням резонансних піків в частотному діапазоні, а також за шириною цих піків визначають тензор пружності і дисипацію енергії механічних коливань в матеріалі. РУС якісно відрізняється чутливістю, з одного боку, до всіх компонентів тензору пружності, а з іншого боку – переважно до термодинамічної дисипації енергії на відміну від класичних ультразвукових методів в часовому діапазоні, де на зменшення амплітуди ультразвукового імпульсу впливають також геометричні

фактори і поглинання на межах «перетворювач – зразок» [73]. Перевагою РУС перед статичними механічними випробуваннями є можливість використання зразків відносно малих розмірів і простої форми, що особливо важливо на етапі відпрацювання технології одержання унікальних матеріалів, а також теоретична можливість визначення всіх компонентів тензору пружності досліджуваного матеріалу за резонансним спектром одного зразка без зміни його позиції відносно одних і тих самих перетворювачів [352, 353]. Проте, реалізація РУС вимагає проведення великого обсягу обчислень.

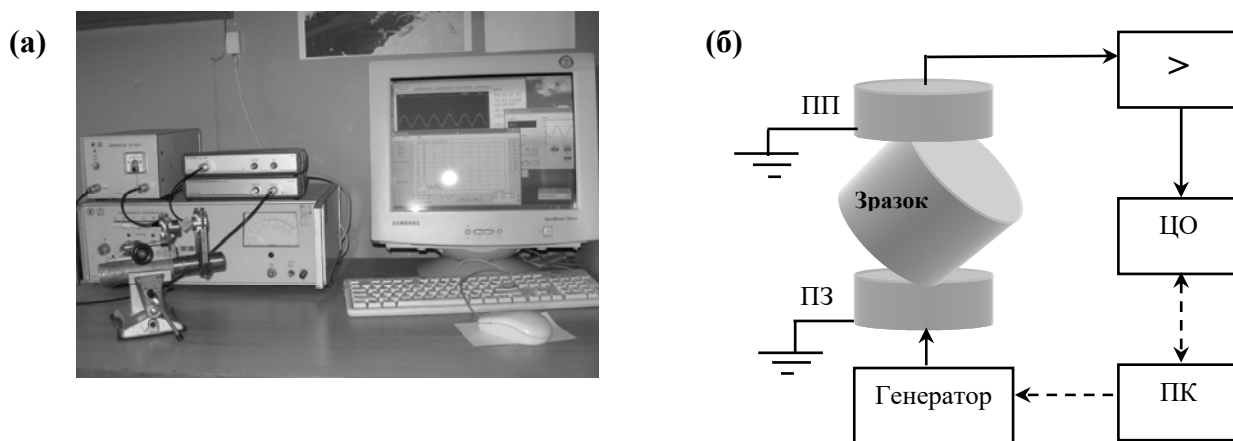


Рис.2.1. Загальний вигляд експериментального обладнання (а) і схема вимірювань (б) за методом резонансної ультразвукової спектроскопії. Позначення наведені в тексті.

Загальний вигляд експериментального обладнання та схема вимірювання за методом РУС зображені на Рис. 2.1. Електричний синусоїдальний сигнал надходив з цифрового генератора PCG10-8016 (Velleman) на п'єзоелектричний акустичний перетворювач (випромінювач), позначений на Рис.2.1,б як ПЗ, який збурював в зразку механічні коливання. Частоту сигналу збурення збільшували в попередньо визначеному діапазоні частот зі змінним кроком, який становив від 100 Гц (у віддалених від резонансних піків частинах діапазону вимірювання) до 1 Гц (в близькому околі резонансу). Типовий частотний діапазон вимірювань становив 20...200 кГц, довжина хвилі мала порядок 10^{-2} м, тому розсіюванням ультразвукової хвилі внаслідок взаємодії з елементами структури нехтували. Внаслідок механічних коливань зразка в приймальному перетворювачі ПП генерувався електричний

сигнал тієї ж форми, що й коливання зразка, який через підсилювач, позначений Рис.2.1,б як (>), надходив для подальшого аналізу на пов'язаний з комп'ютером (ПК) цифровий прилад PCS500 (Velleman) з функціями осцилоскопа та аналізатора спектру (ЦО). Величини амплітуди коливань для кожної з частот збурення записували в файл і будували амплітудно-частотні характеристики (резонансні спектри) коливань зразків.

Зразок встановлювали між двома п'єзoeлектричними перетворювачами так, що контакт зразка з перетворювачами відбувався в двох точках – кутах зразка, що лежали на його найдовшій діагоналі (Рис.2.2). У разі такого розташуванні вся поверхня зразка, за винятком двох точок контакту, залишалася вільною і закріплення справляло мінімальний вплив на форми і частоти власних коливань.

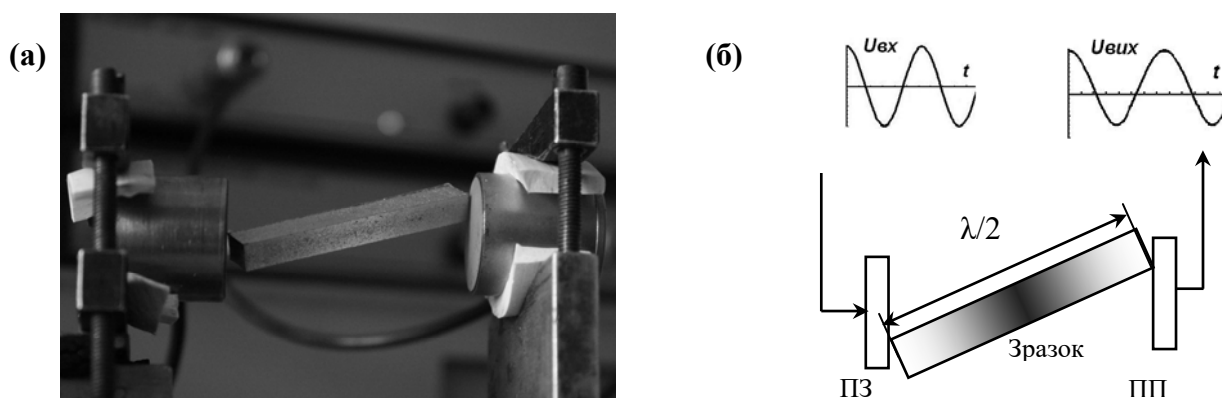


Рис. 2.2. Спосіб встановлення зразка між акустичними перетворювачами (а) і схема розподілу деформацій по довжині зразка у випадку власних поздовжніх коливань стрижня за першою модою (б). В зразку виникає стояча хвиля, на вільних кінцях зразка деформації відсутні, в середньому перерізі деформації максимальні

На Рис. 2.3 наведені типові резонансні спектри зразків матеріалів з низьким (Рис 2.3,а) та з високим (Рис. 2.3,б) рівнем дисипації енергії. Амплітуди відносних максимальних циклічних деформації, що виникали в зразках під час вимірювань, мали порядок $10^{-8} \dots 10^{-6}$.

Модуль Юнга E матеріалу на зразках у формі стрижнів визначали зі співвідношення, що пов'язує E з швидкістю поширення поздовжньої пружної хвилі V_r у стрижні [160]

$$E = \rho \cdot V_r^2 = \rho \cdot (2 \cdot l \cdot n^{-1} \cdot f_n)^2, \quad (2.4)$$

де ρ - експериментально визначена густина матеріалу зразка, l – довжина зразка та f_n – частота n -ї моди поздовжніх резонансних коливань.

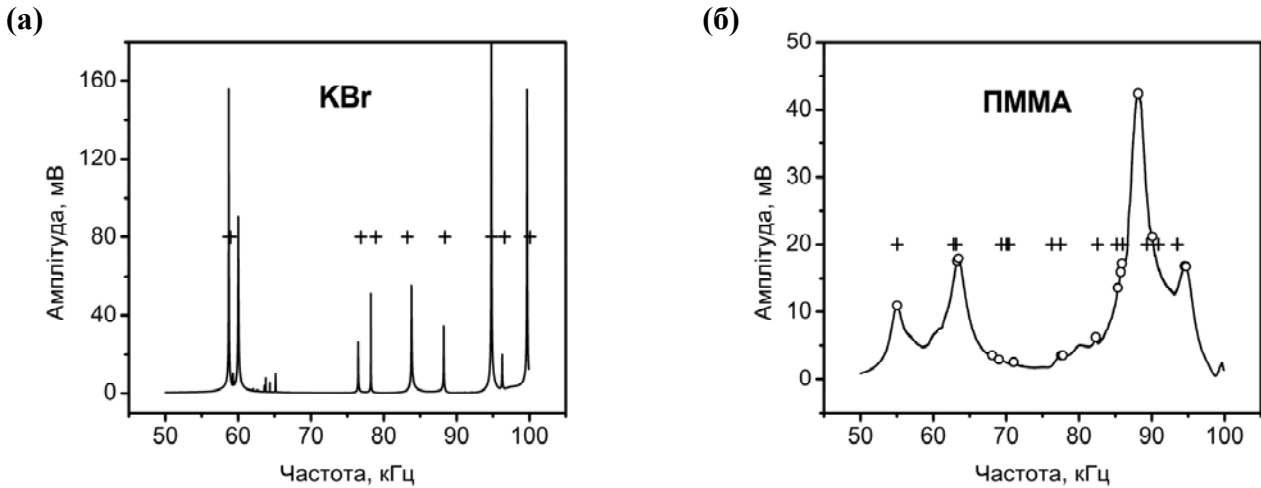


Рис.2.3. Резонансні спектри коливань зразків монокристалу KBr (а) та поліметилметакрілату (б) в діапазоні 50 – 100 кГц: (+) – розраховані резонансні частоти, (o) – експериментально виміряні піки.

Формула (2.4) не враховує вплив поперечного руху елементів стрижня на частоту його поздовжніх коливань. Вплив інерції поперечного руху стрижня круглого поперечного перерізу радіусом r згідно з рівнянням, одержаним Релеєм [354] полягає у збільшенні періоду (і, відповідно, зменшенні частоти) коливань в $\left(1 + \left(\frac{n \cdot v \cdot \pi}{2}\right)^2 \left(\frac{r}{l}\right)^2\right)$ разів. Розрахунки показали, що наприклад, для ізотропного алюмінієвого стержня з відношенням довжини до радіуса 10 и коефіцієнтом Пуассона 0,34 [349] поправка до частоти не перевищує 0,3%, а отже розрахунки за спрощеною формулою (2.4) не вносили суттєвих додаткових похибок.

Модуль зсуву G на зразках стрижневої форми обчислювали за формулою [355]

$$G = 4 \cdot \rho \cdot l^2 \cdot f_t^2 \cdot W, \quad (2.5)$$

де ρ і l , як і раніше – експериментально визначена густина і довжина зразка відповідно, f_t - резонансна частота першої форми крутильних коливань зразка. Коефіцієнт W для стрижнів круглого перерізу дорівнював 1, а для прямокутного перерізу його визначали за формулою

$$W = (a/b + b/a) / (4a/b - 2,52a^2/b^2 + 0,21a^6/b^6) \quad (2.6)$$

де a і b – менша і більша сторона перерізу, відповідно.

Коефіцієнт Пуассона розраховували за формулою [160]

$$\nu = \frac{E}{2G} - 1, \quad (2.7)$$

де E і G – експериментально визначені модулі Юнга і зсуву, відповідно.

Типовий частотний діапазон визначення модулів пружності на зразках, що мали форму стрижня, становив 100 Гц – 1,5 кГц.

Модулі пружності на зразках, що не відповідають моделі довгого стрижня, визначали за набором вимірних резонансних частот за допомогою двох обчислювальних програм розроблених для розв'язку: 1) прямої задачі визначення частот власних коливань в термінах сталих пружності зразків заданої форми і маси, вільних від напружень на поверхні, і 2) оберненої задачі визначення сталих пружності, що відповідають певним симетриям форми і пружності, шляхом зіставлення вимірних частот з розрахованими [356].

Пряма задача не має аналітичних розв'язків для більшості мод вільних коливань тривимірного пружного тіла, тому резонансні частоти розраховували наближеним методом Релея - Рітца шляхом відшукування мінімумів функції Лагранжа [357]

$$L = \int_V (T - U) = \frac{1}{2} \int_V \left[\sum_i \rho \omega^2 u_i^2 - \sum_{i,j,k,l} C_{ijkl} \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \right] dV, \quad (2.8)$$

де першим і другим членами в квадратних дужках, відповідно, виражаються кінетична T і потенціальна U енергії, ρ – густина, u_i – i -й компонент вектора переміщення \mathbf{u} , ω – кутова частота, C_{ijkl} – тензор пружності четвертого рангу. Інтегрування проводять по об'єму V .

Для відшукування мінімум інтегралу (2.8), обчислювали диференціал L як функцію u :

$$\delta L = \int_V \left[\sum_i \left(\rho \omega^2 u_i - \sum_{j,k,l} C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_j \partial x_l} \right) \delta u_i \right] dV \quad (2.9)$$

Оскільки u_i є довільним в об'ємі V , значення u_i , що відповідають стаціонарним точкам функції Лагранжа L , тобто умові $\delta L = 0$, повинні задовольняти умові рівності нулю обох членів рівняння (2.9), що містяться в квадратних дужках. Тоді набір u_i , що задовольняє згаданим умовам, відповідає дискретному набору власних частот вільних коливань системи.

Для обрахування власних частот чисельним методом, u_i розкладали за базисом

$$u_i = \sum_{\alpha} a_{i,\alpha} \Phi_{\alpha}, \quad (2.10)$$

де Φ_{α} – базисні функції і $a_{i,\alpha}$ – коефіцієнти розкладання. Нижній індекс i означає i -й стовпчик матриці \mathbf{a} .

Після підстановки u_i у вигляді (2.10) у вираз (2.8), одержували функцію Лагранжа у матричній формі запису [358]

$$L = \frac{1}{2} \left((\rho \omega^2) \mathbf{a}^T \mathbf{E} \mathbf{a} - \mathbf{a}^T \mathbf{\Gamma} \mathbf{a} \right), \quad (2.11)$$

де індекс $(\cdot)^T$ означає транспонування, а елементами матриць \mathbf{E} і $\mathbf{\Gamma}$ є інтеграли кінетичної та потенціальної енергії, відповідно, які залежать від елементів базисних функцій:

$$E_{\alpha i \alpha' i'} = \delta_{ii'} \int_V \Phi_{\alpha} \rho \Phi_{\alpha'} dV \quad (2.12)$$

та

$$\Gamma_{\alpha i \alpha' i'} = \sum_{j, j'} C_{ij i' j'} \int_V \frac{\partial \Phi_{\alpha}}{\partial x_j} \frac{\partial \Phi_{\alpha'}}{\partial x_{j'}} dV. \quad (2.13)$$

Враховуючи (2.11), у матричній формі запису вимога $\delta L = 0$ веде до узагальненого рівняння власних значень

$$\mathbf{\Gamma a} = \omega^2 \mathbf{E a} \quad (2.14)$$

де власними значеннями є ω^2 , а власними векторами є коефіцієнти розкладання \mathbf{a} . Отже, для визначення набору резонансних частот тіла розраховували $\mathbf{\Gamma}$ і \mathbf{E} та знаходили власні значення (2.14).

За базисні функції нами були обрані поліноми в декартових координатах у формі [359]

$$\Phi_{\alpha} = x^l y^m z^n, \quad (2.15)$$

де l, m і n – цілі додатні числа. Ця форма зручна для обчислення частот зразків, що мають форму кругового циліндру та прямокутного паралелепіпеда, які використовували в даній роботі.

Обернена задача визначення сталих пружності за вимірними резонансними частотами не має аналітичного розв'язку, тому для відшукування «кращої» у сенсі найменших квадратів відповідності між спостереженими і розрахованими спектрами резонансних частот з характеристиками пружності у якості змінних, мінімізували цільову функцію

$$F = \sum_{i=1}^N w_i (f_i^{(c)} - f_i^{(m)})^2, \quad (2.16)$$

де $f^{(c)}$ і $f^{(m)}$ – вектори розрахованих і вимірних резонансних частот, w – ваговий коефіцієнт, якому присвоювали значення 0 або $1/(f^{(m)})^2$ в залежності від нашої впевненості в результаті вимірювання. Зауважимо, що $f^{(c)} = \omega/2\pi$, де ω одержані з рівняння (2.14). Мінімізацію проводили нелінійним методом Левнеберга – Марквардта (Levenberg – Marquardt) [360].

Алгоритми розв'язку прямої задачі визначення спектру резонансних частот зразка з відомими геометричними розмірами і характеристиками пружності та оберненої задачі визначення сталих пружності за вимірними резонансними частотами за описаними схемами були реалізовані з використанням бібліотеки Lараск та стандартних бібліотек мови програмування JAVA. Графічні інтерфейси цих програм зображені на Рис. 2.4.

Розсіювання енергії в матеріалі характеризували за шириною резонансної кривої відповідно до методу, описаному в [361], який ґрунтується на тому, що «гострота» резонансної кривої в умовах вимушених коливаннях зразка обернено пропорційна величині внутрішнього тертя в матеріалі. Декремент коливань δ або пов'язану з ним обернену механічну добротність Q^{-1} , визначали за формулою

$$\delta = \pi Q^{-1} = \frac{\pi}{\sqrt{3}} \frac{\Delta f}{f_0} \quad (2.17)$$

де f_0 – частота резонансу, а Δf - являє собою ширину резонансної кривої на рівні половини її максимальної амплітуди. Величину Q^{-1} в літературі також називають «коефіцієнт згасання», «коефіцієнт внутрішнього тертя» [361], «внутрішнє тертя» [362, 363], а в англійській літературі – «internal friction» [364, 365], «inverse mechanical quality factor» [298, 366], «internal dissipation» [367].

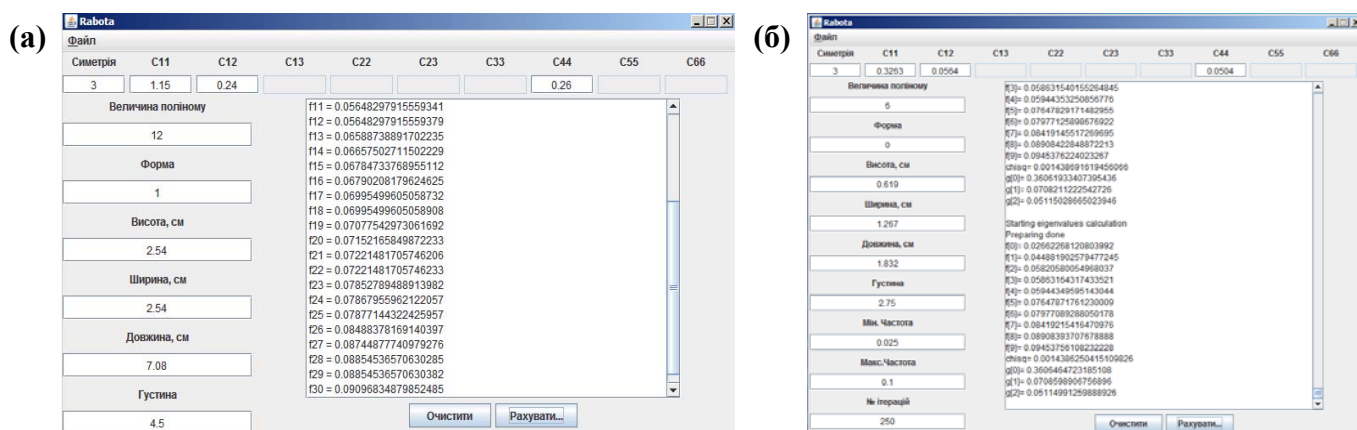


Рис 2.4. Графічні інтерфейси програм розв'язку прямої (а) та оберненої (б) задач резонансної ультразвукової спектроскопії

Декремент коливань визначали головним чином в умовах поздовжніх коливань стрижневого зразка за описаним вище методом РУС та/або в умовах вимушених поперечних коливань за першою модою консольно закріпленого стрижневого зразка [368, 369]. В останньому випадку зразок для досліджень закріплювали одним кінцем в пристрої, встановленому на рухомому столі електродинамічного вібростенду типу ВЭДС-200. Вібрації рухомого столу вібростенду збурювали коливання у зразку через місце його закріплення. Частоту коливань задавали за допомогою генератора синусоїдальних коливань в області, близькій до резонансної частоти. Резонансну криву будували за визначеними за допомогою вимірювального перетворювача переміщень або вимірювального мікроскопу амплітудами коливань вільного кінця зразка на різних частотах збурення. Декремент коливань експериментальної установки не перевищував 0,1 %.

Залежності модуля Юнга та декременту коливань від температури випробувань проводили методом динамічного механічного аналізу (ДМА) за допомогою аналізатора DMA 242 (NETZSCH GmbH). Використовували схему триточкового вигину за умов вимушених (нерезонансних) коливань зразка в частотному діапазоні 1...20 Гц. Температуру змінювали зі швидкістю 2 К/хв. в діапазоні 125...473 К. Одночасно вимірювали термічне розширення.

У випадку помітної амплітудної залежності характеристик пружності від амплітуди деформації визначену за вищезгаданими методами характеристику називали «уявний» модуль Юнга і позначали E^* .

Обернену механічну добротність Q^{-1} , визначали за зсувом фаз між прикладеними циклічними навантаженнями і виміряними переміщеннями.

2.2.4 Визначення характеристик нелінійних пружних коливань

Для виявлення нелінійності коливань були досліджені: 1) залежності від амплітуди коливань резонансної частоти, декременту коливань та форми резонансної кривої в частотній області; 2) спектральні характеристики сигналу (в частотній області); 3) форма коливань (форма функції переміщення кінця зразка) в

часовій області; 4) зміна резонансних характеристик з часом після попереднього циклічного навантаження підвищеної амплітуди (нагнітання).

Залежність резонансних характеристик від амплітуди коливань визначали у два способи. Перший спосіб полягав у тому, що під час РУС за схемою, зображеною на Рис.2.1, вимірювали амплітуду коливань зразка під дією електричного сигналу збурення синусоїдальної форми на частотах, близьких до резонансної частоти вибраної моди коливань, переважно першої моди поздовжніх коливань зразка у формі стрижня, і таким чином визначали форму резонансної кривої і резонансну частоту коливань. Потім амплітуду сигналу збурення змінювали і повторювали вимірювання. Таким чином одержували серію амплітудно-частотних характеристик (резонансних кривих) на різних рівнях сингалу збурення і досліджували залежність резонансної частоти від амплітуди електричного сигналу, що надходив на осцилоскоп з приймального перетворювача, вважаючи, що амплітуда і форма цього сигналу є пропорційною до амплітуди переміщень кінця зразка. За цими ж резонансними кривими досліджували амплітудні залежності декременту коливань.

Другий спосіб полягав у тому, що описаним вище методом будували серію резонансних кривих в умовах першої моди поперечних (згинальних) коливань зразка у формі стрижня, консольно закріпленого на рухомому столі вібростенду ВЭДС-200, змінюючи амплітуду сигналу збурення, що надходив з генератора. За побудованими резонансними кривими визначали залежності резонансних частот коливань зразка та декременту його коливань від амплітуди максимальних циклічних деформацій ε або амплітуди максимальних циклічних напружень σ , які розраховували за формулами

$$\varepsilon = \pi \cdot A \cdot f_{b1} \sqrt{\frac{3\rho}{E}} \quad (2.18)$$

$$\sigma = \pi \cdot A \cdot f_{b1} \cdot \sqrt{3 \cdot E \cdot \rho}$$

де A – амплітуда коливань вільного кінця зразка, f_{b1} – частота першої моди резонансних поперечних коливань зразка, ρ – густина матеріалу, E – модуль Юнга, визначений за частотою поздовжніх коливань зразка методом РУС.

Дослідження, результати яких наведені в наступних розділах, дозволили встановити, що резонансна частота зразків порошкових матеріалів та матеріалів з дефектами, істотно залежить від амплітуди коливань i , крім того, таким матеріалам властивий високий рівень розсіювання енергії. Для підвищення точності визначення модуля Юнга, автором був розроблений спосіб, на який був отриманий патент України на винахід [370] і який полягав в такому:

- в зразку з досліджуваного матеріалу збудовували коливання за такого мінімального рівню сигналу збудження, що можна було впевнено зареєструвати резонанс на певній моді коливань. Мінімально можливою для реєстрації вважали таку амплітуду резонансних коливань, для якої відношення сигнал-шум перевищувало 3;
- вимірювали частоту резонансу цієї моди коливань і одночасно амплітуду резонансних коливань зразка на цьому рівні сигналу;
- збільшували амплітуду сигналу збудження не менше ніж вдвічі декілька раз і вимірювали резонансні частоти і амплітуди цієї ж моди коливань зразка на цих амплітудах збудження;
- за результатами вимірювань визначали вигляд функціональної залежності резонансної частоти від амплітуди коливань зразка;
- екстраполюючи одержану функцію, визначали значення резонансної частоти за нульової амплітуди коливань зразка,
- за визначеним значенням резонансної частоти за відповідними формулами теорії пружності обчислювали величину модуля пружності матеріалу.

Спектральні характеристики функції переміщень визначали методом гармонічного аналізу (методом перетворення Фур'є), який ґрунтується на тому, що періодичний (а практично – довільний) сигнал будь-якої форми може бути поданий у вигляді нескінченної суми гармонічних функцій. Функцію переміщень $s(t)$ кінця зразка під час коливань в результаті збудження зразка матеріалу періодичним сигналом з амплітудою A і круговою частотою ω_0 формально можна подати у вигляді

$$s(t) = B_0 + \sum_{k=1}^{\infty} B_k(A) \cos(k\omega_0 t + \varphi_k(A)) \quad (2.19)$$

де B_k – коефіцієнти, A та ω_0 – амплітуда та кругова частота чистого тону сигналу збурення, відповідно, t – час, φ_k – фаза. Частоти $k\omega_0$, які кратні основній частоті ω_0 і називаються гармоніками, нумеруються у відповідності до індексу k . Наявність в формулі (2.19) членів, частота яких є кратною до частоти сигналу збурення, означає, що пружна енергія сигналу перерозподіляється між різними частотами. Амплітуду та частоту гармонік вимушених коливань зразка у вигляді стрижня за першою модою резонансних поздовжніх коливань визначали за допомогою цифрового приладу PCS500 (Velleman) в режимі аналізатора спектру. Сигнал надходив для аналізу після аналого-цифрового перетворення і опрацьовувався за алгоритмом швидкого перетворення Фур'є. Для дослідження залежностей амплітуди гармонік від амплітуди коливань зразка з частотою основного тону використовували два способи. За першим, для збільшення амплітуди коливань основного тону збільшували амплітуду коливань збурення на частоті однієї з резонансних мод внаслідок підвищення амплітуди синусоїдальної напруги на вході випромінювача. Цей спосіб дозволив вивчити поведінку матеріалу саме на частоті резонансу зразка. Проте за малих амплітуд сигналу збурення в пористих порошкових металах з високим рівнем розсіювання енергії амплітуда гармонік не перевищувала рівня завад, а підвищення амплітуди електричного сигналу на вході випромінювача підвищувало ймовірність спотворення форми механічних коливань перетворювача, яке в спектрі виміряного сигналу збільшує амплітуди другої та вищих гармонік. Для уникнення цього застосовували другий спосіб, за яким механічні коливання збурювали в околі однієї з резонансних частот зразка, а збільшення амплітуди коливань зразка за умови незмінного рівню сигналу збурення досягали наближенням частоти збурення коливань до частоти резонансу.

Форму функції переміщення в часовій області та в частотно-часовій області визначали опрацюванням результатів, записаних за допомогою приладу PCS500 (Velleman) в цифровій формі у відповідності до розроблених алгоритмів, що були реалізовані з використанням стандартних бібліотек програм. Для зменшення впливу завад на визначення шуканих характеристик сигнал фільтрувався програмно реалізованим цифровим фільтром низьких частот з використанням вікна Хемінга

[371]. Аналіз в часовій області мав на меті визначення наявності відхилення функції переміщень в часі від синусоїди, для чого автором був розроблений спосіб, захищений патентом України на винахід [372]. Для цього за допомогою розробленої програми [373], графічний інтерфейс якої зображено на Рис.2.5, визначали моменти часу, в які виріб під дією коливань перебуває в недеформованому стані, далі встановлювали, частину періоду коливань τ_p , впродовж якої зразок був розтягнений або значення амплітуди коливань під час розтягу A_p як значення максимального переміщення точки зразка в процесі розтягу від її положення в недеформованому стані (позначення див. Рис.2.6).

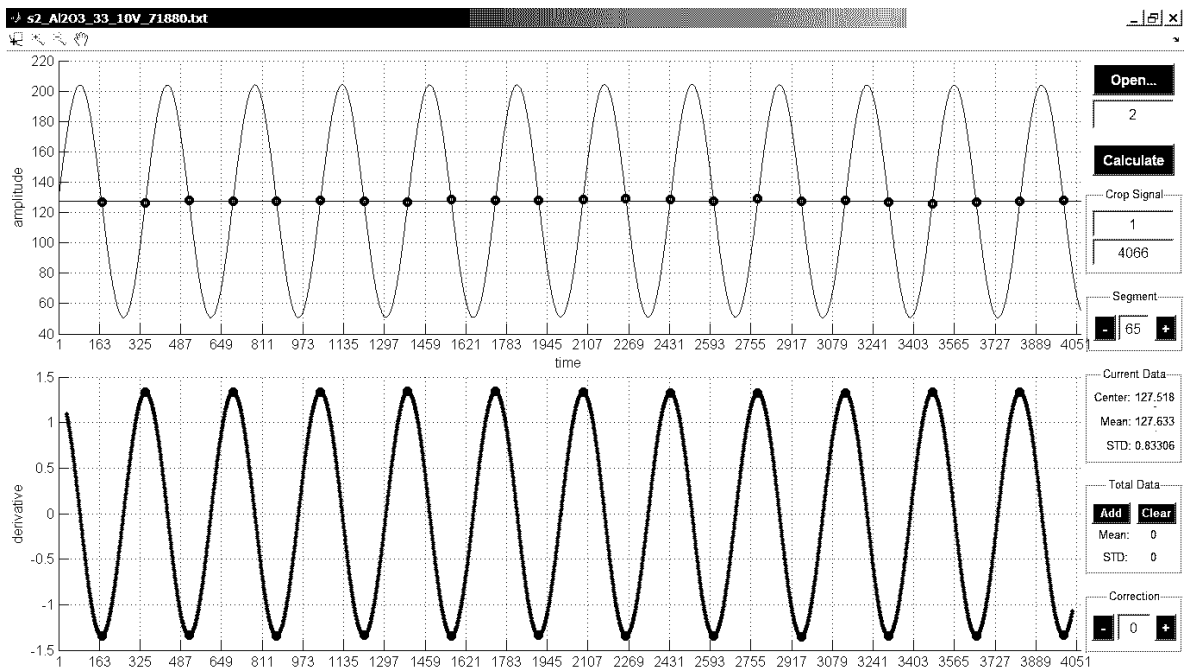


Рис.2.5. Інтерфейс програми з аналізу функції переміщення в часовій області: зразок без площинних дефектів. По осях абсцис – час (в кроках дискретизації), по осях ординат: на верхньому екрані – переміщення (в кроках квантування напруги сигналу), на нижньому екрані – швидкість. Екстремальним значенням швидкості відповідають нульові значення функції переміщень (точки на верхньому екрані).

Окремо визначали частину періоду, протягом якої зразок є стисненим τ_c , та/або амплітуду коливань під час стиснення A_c , а потім порівнювали визначені параметри між собою. В процесі пружних коливань, у відповідності до закону збереження енергії, сума потенціальної енергії деформування і кінетичної енергії руху є

константою. Якщо в амплітудних положеннях швидкість, а відтак і кінетична енергія, дорівнює нулю, то в недеформованому стані зразка, коли потенційна енергія дорівнює нулю, кінетична енергія, а відтак і швидкість є максимальною. Тому моменти часу, в які зразок перебував в недеформованому стані, визначали за екстремумами (максимумами та мінімумами) похідної функції переміщення, а положення, в яких зразок перебував в недеформованому стані визначали за значеннями функції переміщення в ці моменти часу.

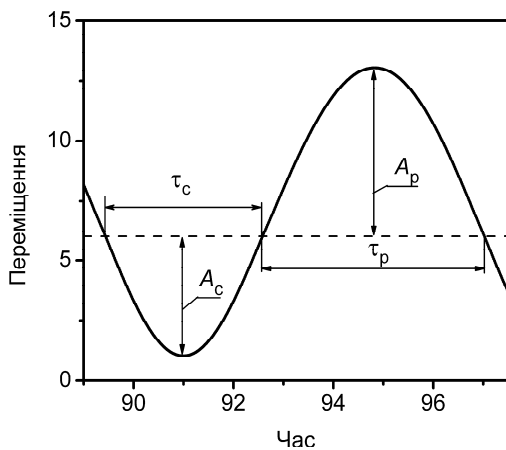


Рис. 2.6 До визначення параметрів функції переміщення в часовій області

Для вивчення коливань деяких зразків в **частотно-часовій області** проводили вейвлет – аналіз їхніх функцій переміщення [374], який полягав в розкладанні одержаного з приймального перетворювача сигналу по базису функції спеціального вигляду (вейвлету) «мексиканський капелюх» (Рис.2.7), яка є другою похідною від експоненціальної функції Гауса і описується формулою [375]

$$\psi(t) = \left(\frac{2}{\sqrt{3}} \pi^{-1/4} \right) (1 - t^2) \exp\left(\frac{-t^2}{2} \right), \quad (2.20)$$

де t – незалежна змінна (в нашому випадку – час), і який дозволяє виявити локальні максимуми сигналу на різних частотах.

Наявність мезодефектів типу недосконалих контактів або тріщин в зразках матеріалів, зокрема пористих порошкових та композитних, визначали за: 1) порівнянням експериментальних значень характеристик пружності (швидкостей поширення пружної хвилі, модулів пружності), визначених з лінійних диференціальних рівнянь коливань зразків, зі значеннями, розрахованими за

теоретичними залежностями характеристик пружності від пористості [22], а у разі виявлення певних відхилень експериментально визначених характеристик від теоретичних вважали, що матеріал містить дефекти такого роду; 2) параметрами, що характеризують відхилення механічної поведінки матеріалів від поведінки, що описується лінійними диференціальними рівняннями (параметрами нелінійності).

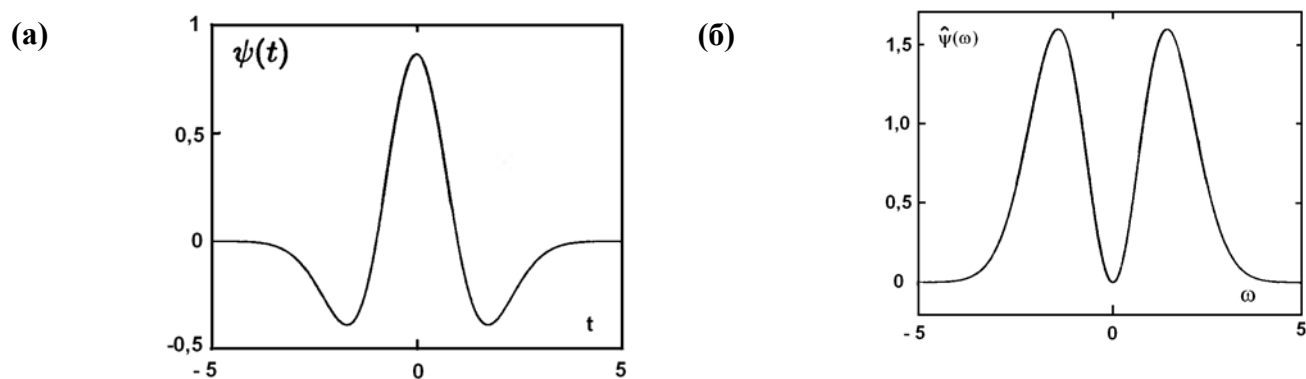


Рис.2.7. Вейвлет «мексиканський капелюх» (2.21) (а) та його перетворення Фур'є (б)

За результатами експериментальних досліджень таких параметрів, викладених в Розділі 3, були винайдені способи контролю дефектності матеріалів, у тому числі пористих і композитних, захищені 4 патентами України на винахід [372, 376 - 378], суть яких викладена в Додатках 1-5.

2.2.5 Тестування програм визначення сталих пружності методом РУС

Для виявлення можливого впливу експериментальної установки на нелінійність вихідного сигналу та тестування розроблених програм розв'язку прямої та оберненої задач РУС, були визначені модулі пружності зразків матеріалів, що не містили зерен та дефектів структури [356]. Досліджували зразок монокристалу KBr, відколотий по площинам спайності, та зразки, одержані механічною обробкою листа аморфного ізотропного поліметилметакрилату (ПММА), хімічна формула $[-\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)(\text{COOCH}_3)-]_n$. Зразки мали форму правильних прямокутних паралелепіпедів (KBr та №1 ПММА) або кругових циліндрів (№2, 3 ПММА), розміри яких та густина матеріалів наведені в Табл. 2.1. Розрахунки характеристик пружності проводили на комп'ютері з тактовою частотою процесора 2,5 ГГц. Коли

поліноми Φ_α мали степінь 12 (2.13), час розрахунку на ітерацію становив 1,13 та 1,59 с для ПММА та KBr, відповідно. Декремент коливань δ_k для k -ї моди коливань визначали за форм. (2.17).

Таблиця 2.1.

Вихідні дані для РУС досліджуваних зразків

Матеріал	Лінійні розміри, м·10 ⁻³			Густина, кг/м ³
	довжина l	ширина b	висота h	
KBr	18,32	12,67	6,19	2750
ПММА				
1	60	5,90	5,90	1190
		діаметр d	висота h	
2		12,00	20,20	1170
3		11,40	11,96	1160

Резонансні спектри ПММА та KBr в діапазоні частот в діапазоні частот від 50 до 100 кГц, виміряні за наведеною методикою РУС за амплітуди вихідного сигналу з генератора 10 В для обох матеріалів, а також розрахункові значення резонансних частот, одержані з розв'язку оберненої задачі (позначені (+)) наведені на Рис. 2.3.

Порівняння вимірних резонансних частот з розрахованими у припущенні кубічної симетрії KBr (Табл. 2.2) вказує на добрий збіг виміряного і обчисленого резонансних спектрів, мінімум функції F , розрахованої за формулою (2.16), становить 0,07%. Також в Табл. 2.2 наведені значення декременту коливань δ_k , визначені для кожного з вимірних резонансних піків. Вимірювання, проведені додатково за амплітуди вихідного сигналу 5 В та 1 В показали, що в даному діапазоні амплітуд значення резонансних частот і декременту коливань KBr з амплітудою деформацій не змінюються, що відповідає розв'язкам лінійної теорії пружності.

Для тестування методики за вимірним резонансним спектром були розраховані сталі пружності KBr у припущенні кубічної симетрії ($C_{ij}^{(c)}$) та у припущенні ізотропії властивостей пружності ($C_{ij}^{(i)}$) (Табл. 2.3).

Таблиця 2.2.

Порівняння вимірених $f^{(m)}$ і розрахованих $f^{(c)}$ резонансних частот КВр

$f^{(m)}$, Гц	Декремент $\delta_k \cdot 10^2$	$f^{(c)}$, Гц	$((f^{(m)} - f^{(c)})/f^{(m)}) \cdot 100\%$
26920	0,13	26859	0,23
45740	0,30	45134	1,32
58692	0,11	58619	0,12
59242	0,33	58779	0,78
59952	0,26	58967	1,6
76491	0,10	76993	-0,58
78233	0,05	78797	-0,72
83807	0,19	83311	0,59
88235	0,12	88275	-0,05
94782	0,11	94843	-0,07
96268	0,12	96521	-0,26
99673	0,11	100060	-0,39

Таблиця 2.3.

Сталі пружності (в ГПа) КВр розраховані з резонансного спектру

	C_{11}	C_{12}	C_{44}	Похибка, %	Джерело
$C_{ij}^{(i)}$	48,99		7,81	2,861	Наші дані
$C_{ij}^{(c)}$	36,36	7,27	5,25	0,025	- « -
	34,21	4,36	5,13		[378]
	38,00	6,00	5,40		[349]

Осереднені сталі пружності C_{11} і C_{44} , визначені з резонансних спектрів зразків 2 і 3 ПММА, а також модуль Юнга E і коефіцієнт Пуассона ν , розраховані за відомими співвідношеннями між характеристиками пружності ізотропних матеріалів наведені в Табл. 2.4.

Таблиця 2.4.

Характеристики пружності ПММА розраховані з резонансних спектрів

Зразок	C_{11} , ГПа	$C_{44} = G$, ГПа	Похибка, %	E , ГПа	ν	Метод	Джерело
№2	6,33	1,45	0,125	3,91	0,352	РУС	Наші дані
№3	6,03	1,46	0,099	3,92	0,340	- « -	- « -
	8,65	2,21	-	5,89	0,325	РУС	[380]
		1,43	-	3,96	0,4	5 МГц	[381]

Літературні дані про пружність ПММА, деякі з яких наведені в Табл. 2.4, відрізняються ймовірно через вплив хімічного складу і технології виготовлення. Тому розрахунок оберненої задачі проводили підгонкою розрахункових частотних спектрів до 25 експериментально вимірних частот з початкових значень сталих пружності $C_{11} = 8,65$ ГПа, $C_{44} = 1,39$ ГПа та $C_{11} = 5,78$ ГПа, $C_{44} = 1,47$ ГПа. Результати розв'язку для поліномів степеня 12 (Рис.2.8), свідчать, що після 150 ітерацій вибір початкових значень практично не впливає на розраховані характеристики.

Результати визначення модуля Юнга ПММА за частотою поперечних резонансних коливань консольного зразка №1, зображені на Рис.2.9, засвідчили збіг в цілому з результатами РУС (Табл.2.4) - модуль Юнга становив 3,88 ГПа, причому в даному діапазоні напруження він практично не змінюється і під час коливань з амплітудою максимальних циклічних напружень 1,32 МПа протягом 1800 с, тобто $1,35 \cdot 10^6$ циклів, залишається стабільним.

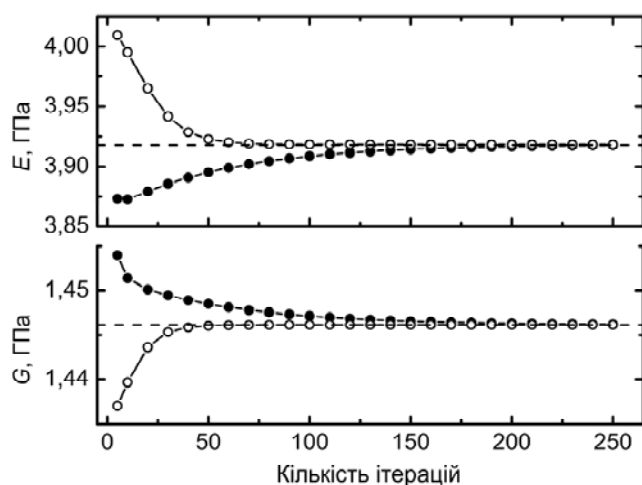


Рис.2.8. Значення модулів Юнга E та зсуву G ПММА, визначені за результатами розв'язку оберненої задачі, в залежності від кількості ітерацій за початкових значень сталих пружності $C_{11}=8,65$ ГПа, $C_{44}=1,39$ ГПа (○), та $C_{11}=5,78$ ГПа, $C_{44}=1,47$ ГПа (●)

Декремент δ збільшується з напруженням, але з часом його можна вважати стабільним. Загалом одержані дані узгоджуються з відомими даними про декремент ПММА, виміряний в умовах консольних коливань зразка з частотою 50 Гц, який становив $\delta = 0,16$ за $\sigma_{\max}=1$ МПа і $\delta = 0,20$ за $\sigma_{\max}=2$ МПа [361]. Визначення декременту δ для всіх мод резонансних коливань зразка методом РУС було ускладнене внаслідок перекриття резонансних піків (Рис.2.3,б), проте ті значення δ , які вдалось визначити, становили від 0,065 до 0,088 для різних мод коливань. Зважаючи на амплітудну залежність декременту, ці значення узгоджуються з

результатами, одержаними за умов поперечних коливань стрижневого зразка (Рис.2.8), а також зі значеннями $\delta = 0,060 - 0,077$, одержаними в роботі [380].

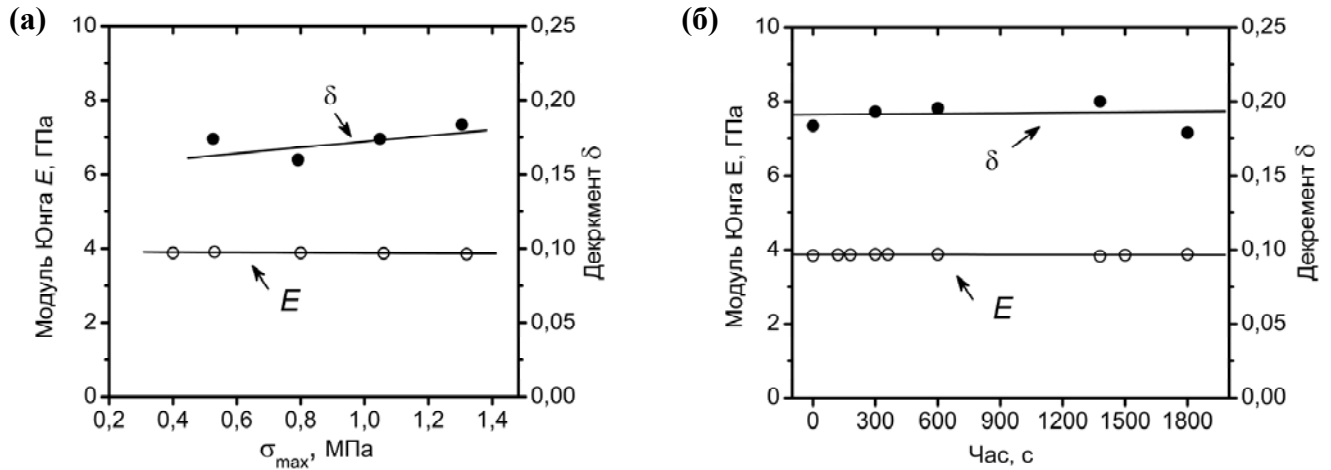


Рис.2.9. Залежності модуля Юнга E (\circ) та декременту коливань δ (\bullet) ПММА, від максимального циклічного напруження σ_{\max} (а), та від часу навантаження за $\sigma_{\max} = 1,32$ МПа (б) в умовах коливань консольного зразка

Це підтвердило обґрунтованість використання розробленої програми для розрахунку з задовільною точністю елементів тензору пружності матеріалів як з малою (монокристал), так і з великою (аморфний полімер) здатністю до демпфування. Встановлено, що в діапазоні частот 20 – 100 кГц і амплітуді циклічних деформацій порядку $10^{-8} \dots 10^{-6}$ декремент коливань монокристалу КВт становить 0,05 – 0,33% для різних мод коливань, а для ПММА $\delta = 6,5 - 8,8\%$. На відміну від модуля Юнга, що не залежить від амплітуди деформації, δ ПММА зростає з амплітудою.

2.2.6 Вплив мезоструктури на порядок мод власних коливань в частотній області

Внаслідок присутності в структурно-неоднорідних матеріалах об'ємних пор, що зменшують загальну густину матеріалу, і площинних дефектів, які практично не впливають на густину, проте істотно зменшують пружність і міцність матеріалу, резонансні піки різних мод коливань зразків можуть перекриватися (див. Рис.2.3, б)

або змінювати своє розташування один відносно одного в частотному діапазоні. Тоді моди резонансних коливань можуть бути невірно ідентифіковані, що матиме наслідком втрату точності розрахунку компонентів тензора пружності.

Для дослідження впливу пористості та площинних дефектів на резонансний спектр механічних коливань ізотропних ПМ був проведений обчислювальний експеримент з використанням програми розв'язку прямої задачі резонансної спектроскопії (п.2.2.3) [382].

Матеріал вважали лінійно-пружним і ізотропним. Для обчислення залежності частоти від пористості θ в інтеграл (2.8) підставляли значення густини $\rho = \rho_0(1 - \theta)$, де ρ_0 – густина матеріалу, що не містить пор. Вважали, що площинні дефекти на густину не впливають. Для того, щоб врахувати вплив дефектів, притаманних ПМ, на елементи тензору пружності матеріалу були використані результати прямого комп'ютерного моделювання на елементарній комірці, одержані в п.5.3, де пори моделювались круговими отворами, а площинні дефекти – сильно видовженими еліпсами. Пористість визначали як відношення площі кругового отвору S до загальної площі квадратної комірки A , а густина площинних дефектів – за формулою $\beta = \frac{1}{A} \sum l_p^2$, де l_p – довжина більшої осі еліпса, що моделює площинні дефекти. Вважали, що площинні дефекти не зникаються при стисненні. Для визначеності обчислювали частоти власних коливань зразка кубічної форми порошкового матеріалу властивості твердої фази якого відповідають властивостям заліза; $\rho_0 = 7860 \text{ кг/м}^3$, модуль Юнга $E_0 = 210 \text{ ГПа}$ та коефіцієнт Пуассона $\nu_0 = 0,3$.

Результати обчислень наведені на Рис.2.10, де по осі ординат вказано нормалізовані частоти коливань кубічного елемента f/f_0 .

Більшість власних частот коливань куба не мають аналітичних розв'язків, проте оцінки показують, що найнижчою власною частотою короткого зразка повинна бути частота першої моди крутильних коливань, яка і була обрана за частоту нормування:

$$f_0 = \frac{1}{\pi L} \sqrt{\frac{G}{\rho}}, \quad (2.21)$$

де L – довжина ребра куба, $G = C_{44}$ – модуль зсуву модельованого матеріалу, а ρ – його густина.

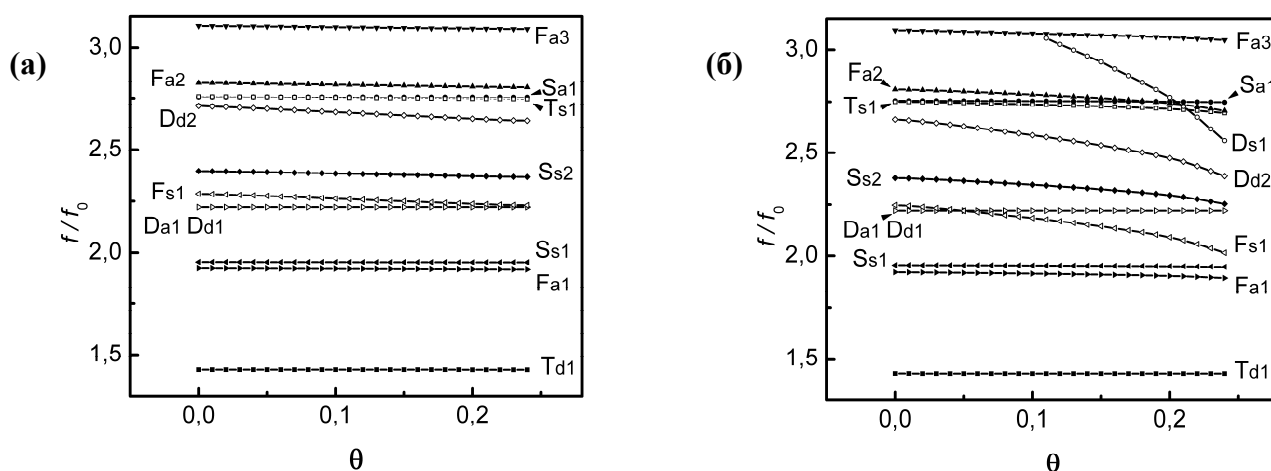


Рис. 2.10 – Залежність резонансних частот коливань кубічного зразка порошкового заліза від об'ємної пористості: (а) без площинних пор; (б) з площинними дефектами густиною $\beta = 0,19$

Моди коливань позначені на Рис.2.10 таким чином: великі літери D , T , S та F означають групи, до яких належать коливання – розтягу, кручення, зсуву та вигину відповідно, нижнім індексом позначені підгрупи: s - симетричні, a - антисиметричні, d – дублети. Цифрою позначені номери частотних мод відповідного коливання [383].

Аналіз результатів чисельного експерименту, наведених на Рис.2.10, показує, що збільшення пористості викликає зміну взаємного розташування резонансних частот різних мод. Проте у матеріалі, що містить лише сферичні пори в діапазоні пористості $0 \dots 0,24$ ці зміщення не призводять до зміни порядку мод коливань по частоті, за винятком мод S_{a1} та T_{s1} , коли зміна їх порядку відбувається за $\theta = 0,07$ (Рис.2.10,а). Ймовірно, слід очікувати зміни порядку частот F_{s1} та D_{a1} , D_{d1} після зростання пористості більш ніж $0,24$. Загальновідомо, що характеристики пружності змінюються з пористістю за різними законами. Проте така загалом невелика зміна в розташуванні різних мод коливань в частотному діапазоні пояснюється тим, що кожна з розрахованих частот залежить від усіх (у нашому випадку ізотропного

матеріалу – двох) характеристик пружності матеріалу. Наявні в пористому матеріалі площинні дефекти змінюють ситуацію (Рис.2.10,б). Якщо за відсутності об'ємних пор і наявності лише площинних дефектів порядок частот є таким самим, як в бездефектному матеріалі, то збільшення пористості викликає істотну і стрімку зміну порядку розташування різних мод коливань в частотному діапазоні.

Отже, проведений обчислювальний експеримент свідчить, що розташування резонансних частот в резонансному спектрі, одержаному за допомогою методу РУС, є тим параметром, який може бути обрано за критерій наявності площинних дефектів, а відтак якості спікання порошкових матеріалів. Це відкриває шлях для подальшого розвитку акустичних методів дослідження ПМ, особливо зважаючи на принципову можливість визначення за резонансним спектром також анізотропії характеристик пружності/дефектності досліджуваних матеріалів.

2.2.7 Оцінка мезоструктури методами, що ґрунтуються на інших фізичних принципах

Квазістатичні механічні випробування проводили за схемою чотириточкового вигину за допомогою випробувального комплексу “Ceramtest”. Зразки у вигляді балок довжиною 45...50 мм випробовували на чотириточковий вигин через траверси з двома парами опор (роликів). Відстань між зовнішніми роликами складала 40 мм, а між внутрішніми – 20 мм. Між центральними опорами закріплювався ємнісний вимірювальний перетворювач з чутливістю по переміщенню 0,2 мкм. Швидкість переміщення траверси становила 0,2 мм/хв. Автоматизована система керування й обробки інформації, що входить до складу випробувального комплексу “Ceramtest”, дозволила визначати механічні характеристики матеріалу з сумарною похибкою не більш як 2% [150].

Для дослідження пружного деформування Ti_3Sn застосовували схему одновісного стиску прямокутного зразка розмірами 5 x 3 x 3 мм з $\dot{\epsilon}=10^{-3}c^{-1}$. Деформацію вимірювали використовуючи датчик деформації Kyowa KFG-1N-120-C1-11L1M2R, розташований на бічній поверхні зразка і підсилювач Kyowa DPM-752. Похибка вимірювання деформації цим методом становила $5 \cdot 10^{-5}$.

Тріщиностійкість порошкового заліза в умовах пласкої деформації K_{Ic} визначали за схемою триточкового вигину надрізаного зразка за методикою, викладеною в роботі [385], за температури 77 К в вакуумі тиском $2 \cdot 10^{-7}$ Па.

Електричний опір матеріалів визначали за схемою подвійного мосту з підключенням зразка до приладу Р 4833 чотирма затискачами – з двома струмовими і двома потенціальними контактами [22].

2.3. Методи теоретичних та розрахункових досліджень

Основним розрахунковим методом є пряме комп'ютерне моделювання механічної поведінки матеріалів з дефектами різних типів, яке проводили в середовищах Mathematica і MATLAB з використанням пакету PDE Toolbox. Теоретична модель пружної поведінки ґрунтувалась на основі механіки ізотропного континуума, де пружний потенціал задавався у формі (1.39).

2.4. Особливості отримання матеріалів для досліджень

КМ на основі біогенного гідроксиапатиту (БГАп) $(Ca_{10}(PO_4)(OH)_2)$, зміцнені склофазою та пористий оксид алюмінію привабливі для застосування в ортопедії для виготовлення замінників пошкоджених ділянок твердих тканин людини [27, 386-391]. БГАп подібний до мінеральної складової кісткової тканини за хімічним складом та за кристалічною структурою (з частинками розміром $(1,5 \dots 7,5) \times (5,0 \dots 12,5) \times (25,5 \dots 50,0)$ нм), а присутність склофазу підвищує механічну міцність матеріалу і сприяє регенерації кісткової тканини [389 - 391]. Зразки для досліджень були виготовлені з БГАп марки «Остеоапатит», одержаного у відповідності до ТУ У 22965992.001-2000 (висновок МОЗ України №5.04.03/769 від 16.03.2000) та вимог ASTM F1185-88. Хімічний склад, % (мас.): ГАп ≥ 92 , $H_2O \leq 2$, домішки ≤ 6 . До шихти додавали склоутворюючі елементи (оксиди кремнію, натрію та бору) у кількостях, необхідних для одержання склофазу, що становила $50,0 \pm 0,5$ % маси композита. Оскільки БГАп зберігає свою кристалічну структуру до температури $1200^\circ C$, температура формування композитів була підвищена.

Оксид алюмінію є комерційно доступним і добре вивченим матеріалом, тому він був обраний як модельний для вивчення впливу на динамічні характеристики дефектів структури крихких матеріалів з низькою здатністю до дисипації енергії. Зразки для досліджень були виготовлені з порошку марки А-1000 SG(Alcoa), що містив 99,8 % оксиду алюмінію (95 % α - Al_2O_3), частинки якого мали форму близьку до рівновісної з питомою площею поверхні $8,4 \text{ м}^2/\text{г}$ і розподілом за розміром: 10 % < 160 нм, 50 % < 400 нм, 90 % < 1500 нм [401]. Як зв'язку і водночас пороутворювач використовували поліетиленгліколь (ПЕГ), структурна формула $\text{HO}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{H}$, (Carbowax Senterly 8000, Union Carbide) [402]

Суміш порошків Al_2O_3 і ПЕГ пресували в сталевій пресформі за схемою одноосного пресування тиском 55 МПа з витримкою 5 хвилин, одержуючи призматичну пресовку $6,4 \cdot 10^{-2}$ м завдовжки і $5 \cdot 10^{-3}$ м завширшки. Пресформу змащували силіконовим аерозолем MP-152 (Mager Scientific Inc.) з вмістом силікону 3%. Для випалювання зв'язки пресовку нагрівали з швидкістю 20 К/хв. до 1073 К і витримували 1 год. Охолоджували зразки разом з піччю до кімнатної температури зі швидкістю 10 К/хв. Після спікання зразки у вигляді стрижнів прямокутної форми мали довжину 52...58 мм і поперечні розміри 4,2...5,2 мм в залежності від температури спікання, яку визначали за допомогою термопари платинородій (13% Rh) - платина з граничною похибкою 0,25%.

Зразки **порошкового заліза** виготовляли з порошку ПЖЗМ2 виробництва Дніпровського алюмінієвого заводу, одержаного відновленням окалини. В порошок були присутні домішки в таких концентраціях (в масових відсотках): О - 0,32%, Si – 0,09%, Mn – 0,09%, С – 0,07%, Р – 0,012%, S – 0,011%, нерозчинний залишок – 0,40% [46]. Частинки порошку мали майже сферичну форму розміром 50...100 мкм. Порошкові заготовки одержували однобічним пресуванням в жорсткій прес-формі суміші вихідного порошку і 0,5 % (мас.) стеарату цинку за кімнатної температури. Тиск пресування складав 1020 МПа та 670 МПа для різних партій зразків. Частина зразків досліджували після пресування, а інші зразки після пресування спікали в середовищі водню протягом 1 год. за температур T_s від 573 К до 1373 К через 200 К. Для запобігання внесенню пошкоджень, після спікання зразки не піддавали

додатковій механічній обробці. Зразки мали форму стрижня прямокутного поперечного перерізу розмірами 55 x 10 x 5 мм.

Зразки з **порошку титану** марки ПТЭС з розміром частинок до 630 мкм, а також окремих його фракцій -630+500, -500+313, -315+200 та -200+100 мкм одержували двобічним холодним пресуванням в закритій пресформі тиском від 100 до 1000 МПа, завдяки чому пористість зразків змінювалась в діапазоні від 0,05 до 0,4. Окремі партії пресовок спікали в вакуумі за температур 573, 773, 973, 1273 та 1473 К.

Порошкові матеріали на основі **алюмінієвих сплавів**, а також **композиційні матеріали** на основі цих сплавів, зміцнених частинками SiC Для виготовлення композитів порошки металу і кераміки змішували в барабанному міксері в два етапи. Спочатку, з метою зменшення кількості агломератів частинок, порошки змішували впродовж 1 год. в етиловому спирті. Далі суміш сушили і перемішували в сухому стані 30 год. Одержану суміш порошків формували холодним пресуванням в циліндричні заготовки діаметром 25 мм і висотою 50 мм. Пористість заготовок після пресування становила 0,25...0,3. Частину заготовок піддавали дегазації і вакуумному куванню (енергія удару молоту 7 кДж, максимальний тиск 1200 МПа). Екструзію проводили з коефіцієнтом витяжки (відношенням початкового діаметра заготовки до діаметра зразка після екструзії) 9,7; 17; 25; 39 і 69 за температури 673 К, що забезпечило видалення води, зв'язаної з гідроксидами алюмінію [450]. Зразки мали довжину 60 мм та діаметр 3...8 мм в залежності від коефіцієнта витяжки, поверхня зразків матеріалу матриці після екструзії не оброблялась.

Досліджували МКМ на основі порошку сплаву Al-6%(мас.)Cu-0,4%(мас.)Mn різних фракцій і двох різних порошків α -SiC з середнім розміром частинок 3 мкм і 14 мкм.

Зразки виготовляли з чотирьох фракцій порошку матричного сплаву: - 63 мкм (середній розмір частинок $D_{Al} = 40$ мкм), -100+63 мкм ($D_{Al} = 80$ мкм), -160+100 мкм ($D_{Al} = 130$ мкм) і -200+160 мкм ($D_{Al} = 180$ мкм) і двох порошків α -SiC з середнім розміром частинок $d_{SiC} = 3$ мкм і $d_{SiC} = 14$ мкм. Для дослідження впливу розміру частинок кераміки на характеристики матеріалів з різним вмістом складових, були

виготовлені композити з порошку алюмінієвого сплаву з $D_{Al} = 40$ мкм, зміцнені 5, 10, 15 і 20% (об.) порошку SiC з $d_{SiC} = 3$ та $d_{SiC} = 14$ мкм. Крім того, для вивчення впливу розміру частинок матриці на характеристики матеріалів, було виготовлено композити з порошків AlCuMn з $D_{Al} = 40, 80, 130$ і 180 мкм, зміцнених 15% (об.) порошку SiC з $d_{SiC} = 14$ мкм (Рис.2.11).

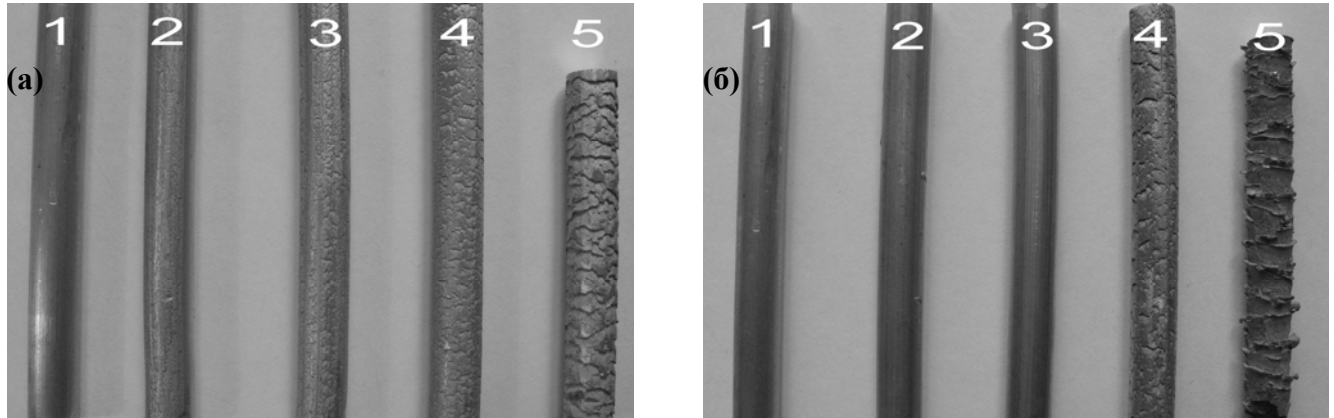


Рис. 2.11 – Поверхні зразків композитів Al-6Cu-0,4Mn/SiC після екструзії заготовок з порошків алюмінієвого сплаву ($D_{Al} = 40$ мкм) і карбиду кремнію з середнім розміром частинок (а) 14 мкм і (б) 3 мкм та об'ємним вмістом кераміки: 1 – матричний сплав; 2 – 5 %; 3 – 10 %; 4 – 15 %; 5 – 20 %

Зразки композитів з вмістом кераміки 5% після екструзії мали гладку поверхню, подібно до матричного сплаву. Після збільшення концентрації кераміки до 10 – 15% на поверхні композитів більш помітними стають дефекти у вигляді поверхневих тріщин, а за вмісту SiC 20 % – у вигляді відшарувань, особливо інтенсивних в МКМ з $d_{SiC} = 3$ мкм (Рис. 2.11, б). Такий стан поверхонь свідчить про те, що агломерати кераміки можуть бути джерелами тріщиноподібних дефектів.

Для усунення впливу дефектів, що виникали в процесі екструзії на поверхні зразків з концентрацією карбиду кремнію 20%, зразки композитів для резонансних досліджень піддавали механічній обробці. Зразки мали форму стрижня довжиною 50...60 мм і діаметром 6 мм, або прямокутним поперечним перерізом 3 x 5 мм. Вимірювання проводили за кімнатної температури. Для виключення впливу деформаційного зміцнення і виокремлення складової, обумовленої станом контактів між частинками матричного сплаву, зразки попередньо відпалювали за 623 К.

Крім того, досліджували композити двох груп, виготовлені змішуванням порошку SiC розміром частинок 100-300 нм з питомою поверхнею $27 \text{ м}^2/\text{г}$, одержаного М.П. Гадзирою (ІПМ НАН України), з газорозпилим порошком алюмінію ПА-2 з середнім розміром частинок 160 мкм (перша група), або з порошком сплаву АМг5 з номінальним хімічним складом (% мас.): Mg 5,6; Mn 0,3; Zr 0,2; Cu < 0,1; Fe < 0,1 решта Al, і середнім розміром частинок 80 мкм (63-100 мкм) (друга група), брикетування сумішей, подальшої екструзії за температури 673 К з коефіцієнтом витяжки 30. Головною відмінністю використаного SiC є понижений параметр ґратки, що зумовлено присутністю в структурі розчинених атомів карбону [479, 480]. Агломерати частинок легко руйнувалися під час змішування порошків.

Висновки до розділу 2

У розділі охарактеризовані загальна методика і основні методи дослідження матеріалів з мезодефектною структурою та наведені результати власних методичних розробок автора.

1. В рамках поставленої мети, для розв'язання задачі розробки нових принципів дослідження будови мікронеоднорідних матеріалів різних класів, що дозволяють ідентифікувати дефекти різної природи та контролювати їхню еволюцію в процесі виготовлення і експлуатації, **запропонована методологія** розрізнення мезодефектів різного типу на підставі аналізу відгуку матеріалів на акустичне збурення в умовах резонансу в частотній, часовій і частотно-часовій областях.

2. Для реалізації можливості визначення лінійних характеристик пружності і непружності досліджуваних матеріалів методом резонансної ультразвукової спектроскопії (РУС) **розроблені і протестовані** на монокристалах KBr і зразках аморфного поліметилметакрилату **обчислювальні програми** для розв'язку прямої і оберненої задач РУС. Точність розв'язку прямої задачі методом Релея - Рітца шляхом відшукування мінімумів функції Лагранжа забезпечувалась використанням базисних функцій у вигляді поліномів у формі Вішера, а оберненої задачі – мінімізацією цільової функції нелінійним методом Левнеберга – Марквардта.

3. **Розроблено** захищений патентом України на винахід [370] **спосіб** визначення лінійних сталих пружності ПМ і КМ, в якому підвищення точності досягається врахуванням залежність резонансних частот зразків матеріалів з мезодефектною структурою від амплітуди максимальних циклічних деформацій (Додаток 1).

4. **Розроблено** захищені патентами України на винахід [372, 376 - 378] **способи**, які, на підставі виявлення і аналізу нелінійних складових акустичного відгуку зразків умовах резонансу, дозволили ідентифікувати і кількісно оцінити вміст мезодефектів певного типу (Додатки 2-5). Одержання достовірних даних забезпечувалось застосуванням сучасних методів опрацювання цифрових сигналів.

Основні результати, викладені в розділі опубліковані в працях [356, 370, 372 – 374, 376 – 378, 382].

Розділ 3 ДОСЛІДЖЕННЯ ВЛАСТИВОСТЕЙ ТА ІДЕНТИФІКАЦІЯ ОСОБЛИВОСТЕЙ МЕЗОСТРУКТУРИ КЕРАМІЧНИХ МАТЕРІАЛІВ

В даному розділі розглянуто вплив параметрів технології на формування елементів мезоструктури різних типів (пор та площинних дефектів) та їх вплив на акустичний відгук керамічних матеріалів в частотній, часовій та частотно-часовій областях.

3.1 Акустичні характеристики КМ на основі гідроксиапатиту

В пункті наведені результати дослідження впливу технологічних параметрів на характеристики пружності композитів на основі БГАп і їх зв'язок з особливостями структури [387, 388]. Зразки були виготовлені за участю Н. Д. Пінчук, коефіцієнт згасання був виміряний Ю. Г. Безимянним.

Були виготовлені три партії зразків (Табл.3.1): зразки першої партії одержували змішуванням вихідних компонентів, одновісним пресуванням тиском 6 МПа і наступним спіканням за $T_S < 800$ С, зразки другої та третьої партій одержували за технологією двостадійного спікання [389, 390].

Таблиця 3.1.

Технологічні параметри виготовлення композитів БГАп - склофаза

№ партії	Температура першого спікання, °С	Розмір частинок матеріалу перед остаточним спіканням, мкм	Пікнометрична густина, ρ_0 , кг/м ³	Пористість, θ
1*	< 800	≤ 160	2680	0,30...0,32
2	< 800	≤ 50	2750	0,36...0,45
		50 ... 160		
		160 ... 250		
		250 ... 500		
3	> 1000	≤ 160	2510...2630	0,56...0,57

* спікання в одну стадію

На першій стадії вільно насипану суміш вихідних компонентів спікали на повітрі, $T_S < 800$ С та $T_S \geq 1000$ С, охолоджений матеріал подрібнювали, формували, і повторно спікали за $T_S < 800$ С. Для повторного спікання зразків другої партії

використовували різні фракції частинок, що утворилися після розмелу продукту першого спікання (Табл. 3.1). У разках третьої партії як джерело кристалічної фази використовували нативну кістку. Хімічний аналіз показав, що після остаточного спікання вміст карбону у зразках перших двох партій не перевищував 0,1 % (мас.), а третьої партії 0,21 %.

Типові фотографії поверхонь руйнування зразків 1 і 2 партій (Рис.3.1) свідчать, що як БГАп (світла фаза на фрактограмах) так і склофаза (темна фаза) містять пори розмірами від 1 до 300 мкм і конгломерати твердої фази 100...500 мкм (Табл.3.2).

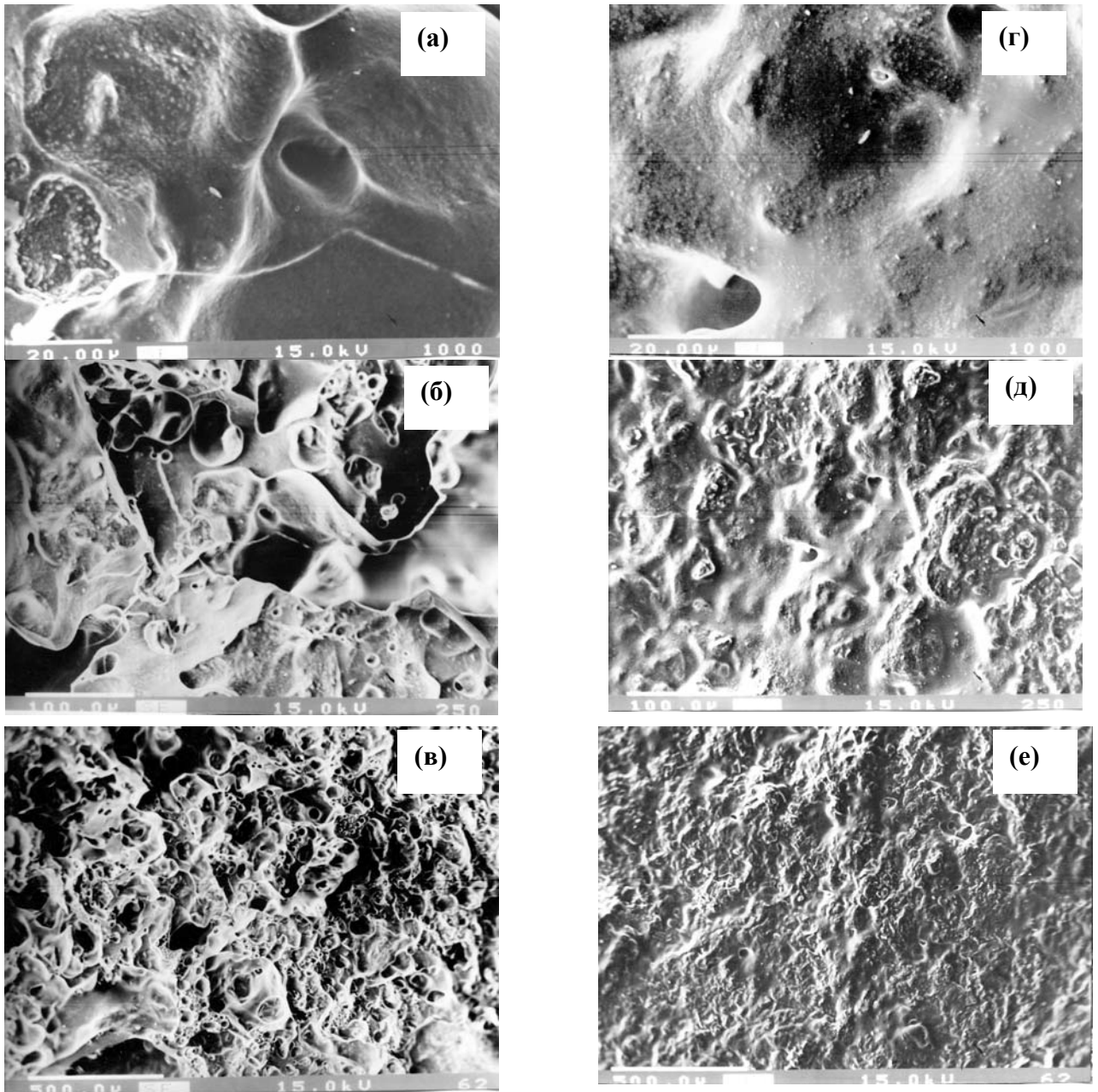


Рис.3.1 Фрактограми зразків, спечених в 1 (а – в) та 2 (г – е) спікання, $T_S < 800$ С

Аналіз показав, що розміри конгломератів частинок кристалічної фази дещо більші в зразках партії 1. Поверхні зламів цих зразків більш розвинені і спостерігаються чіткі межі між конгломератами, які практично відсутні в матеріалах зразків партії 2. В матеріалах партії 2 пори за розмірами розподіляються на три діапазони: 3..7, 15...90 і 120...250 мкм [392], а в матеріалах партії 1 такий розподіл не спостерігався. На відміну від зразків, що попередньо спікалися за високої температури (партія 3), у зразках партії 2 спостерігали відносно велике розсіювання величини пористості.

Таблиця 3.2.

Параметри мікроструктури композитів БГАп - склофаза

№ партії	Розмір, мкм			Критичний діаметр елементу* d , мкм
	до спікання	після остаточного спікання		
	частинок шихти	конгломератів частинок	пор	
1**	≤ 160	60...500	15...160	800...900
2	≤ 50	-	-	~1300
	50 ... 160	10...160	7...50	
	160 ... 250	150...300	65...150***	
	250 ... 500	200...560	120...270***	
3	≤ 160	10...50	4...50	400...600

* оцінка за формулою (3.1), ** одне спікання, *** не враховані пори < 20 мкм

Залежність швидкості поширення поздовжньої пружної хвилі в стрижні V_r від пористості зразків (Рис.3.2а) не узгоджується з відомими модельними та емпіричними залежностями, відповідно до яких ці величини пов'язані рівняннями типу $V = V_0 \cdot (1 - a \cdot \theta)^m$, V_0 – швидкість ультразвукової хвилі в матеріалі, що не містить пор, θ – пористість, а m – коефіцієнт, що у багатьох випадках приймається за 1 [393]. Згідно з формулою (2.4), швидкість поширення поздовжньої пружної хвилі в стрижні V_r залежить лише від густини матеріалу (а відтак і пористості) та його модуля Юнга. Отже, кількість стадій консолідування в технологічному процесі одержання матеріалу незмінного складу і температури спікання впливає не лише на пікнометричну густину і пористість, але й спричиняє зміни модуля Юнга E , не обумовлені пористістю. Наведені на Рис.3.3 виміряні значення E в залежності від

макроскопічної густини, яка була розрахована як $\rho = \rho_0(1 - \theta)$, де ρ_0 – пікнометрична густина, демонструють, що, незважаючи на загальне зростання модуля Юнга зі збільшенням густини для усіх партій зразків, але матеріали партії 2 за менших значень ρ мали порівняні значення E .

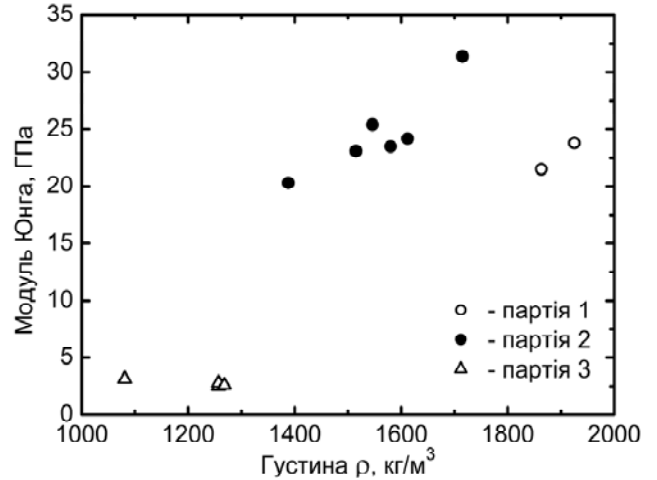
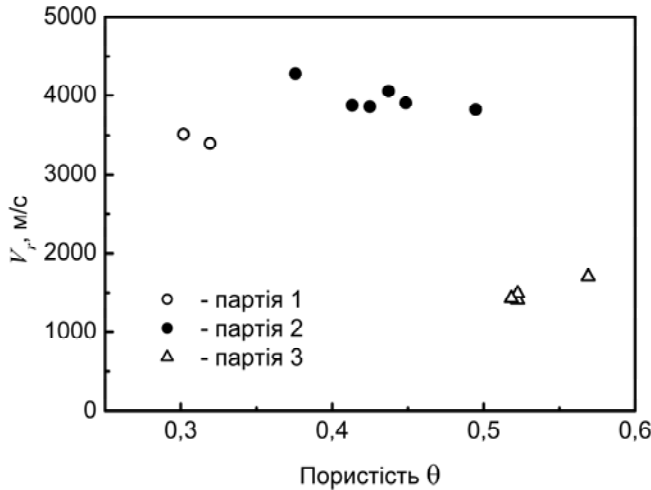


Рис. 3.2 Залежність швидкості УЗ хвилі в стрижні від пористості композитів БГАп - склофаза
Рис. 3.3 Залежність модуля Юнга від густини композитів БГАп – склофаза. Нумерація партій за Табл. 3.1

Різниця в характеристиках пружності композитів є свідченням різниці якості меж розділу між конгломератами наноструктурних частинок БГАп, включених до скляної матриці. Під час спікання композитів формується аморфна матриця і додатково до існуючих контактів між частинками і конгломератами частинок аморфної фази виникають контакти їх поверхонь з склофазою. За температур спікання $T_S < 800$ С контакти між частинками ГАп та аморфною матрицею можуть бути в механічному сенсі менш досконаліми, ніж ті, котрі формуються за умов високотемпературного спікання. Отже, на характеристики пружності впливає не тільки пористість і об'ємний вміст компонентів (кристалічної і аморфної фаз), але й якість існуючих контактів (поверхонь розділу), які можна уявити як площинні пори, котрі практично не роблять внесок в загальну пористість, але мають відносно велику поверхню. Після розмелу і повторного спікання структура матеріалу гомогенізується (Рис.3.1, б, в), склофаза розподіляється по об'єму більш рівномірно

і кількість недосконалих контактів зменшується, що, ймовірно, і є причиною більших значень модуля Юнга композитів партії 2 у порівнянні з партією 1.

Під час першого (високотемпературного) спікання композиту з використанням нативної кістки (парті 3) внаслідок вигорання органічних компонентів утворюються залишкові сполуки карбону, які під час повторного спікання діють як пороутворювач, тому формується більш пориста структура з меншою пружністю.

Коефіцієнт згасання ультразвукової хвилі α зразків різної пористості, виміряний на частоті 1 МГц, в змінюється складним чином, що свідчить про наявність інших факторів, що впливають на згасання (Рис.3.4). Композити, консолідовані за одне спікання мають більший коефіцієнт згасання і меншу пористість, ніж після двостадійного спікання, натомість значення α зразків третьої партії в середньому більші, ніж у решти матеріалів. Ймовірною причиною варіації підвищення коефіцієнта згасання може бути різний стан контактів між частинками, а також геометричне розсіювання хвилі на елементах структури проте точна ідентифікація механізмів згасання є складним завданням. Залежності модуля Юнга та коефіцієнта згасання зразків партії 2 від розміру частинок композиту перед другим спіканням, наведені на Рис.3.5, дозволяють припустити, що стрімке зростання α в композитах, виготовлених з шихти з максимальним розміром частинок 500 мкм, обумовлене розсіюванням хвилі на елементах, розміри яких близькі до довжини хвилі.

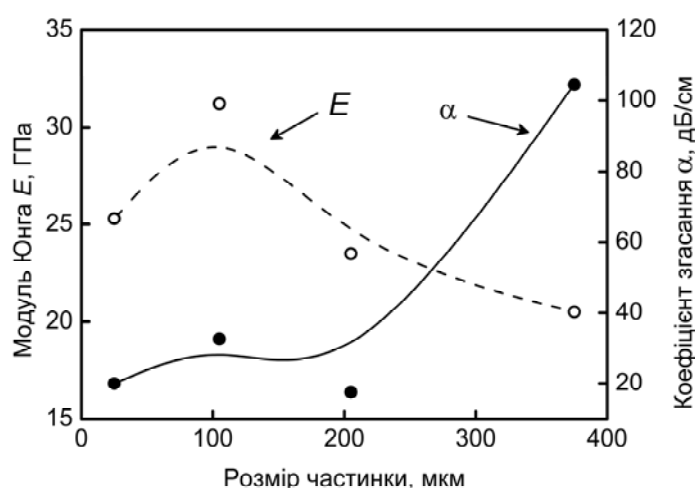
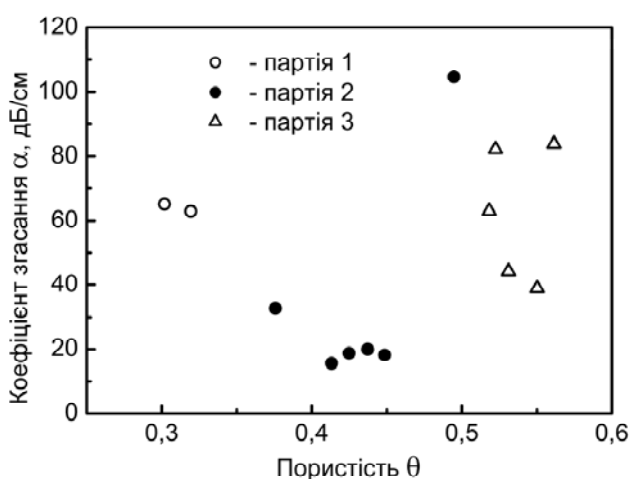


Рис.3.4 Залежність α від пористості композита БГАп - склофаза

Рис.3.5 Залежність E та α композита (партія 2) від середнього розміру частинок перед повторним спіканням

Механізм такого розсіювання можна пояснити, уявивши матеріал у першому наближенні як нескінченне пружне ізотропне середовище з густиною і пружністю пористого композита. в якому міститься одиничне включення сферичної форми. Тоді під час поширення плоскої монохроматичної поздовжньої хвилі виникатиме розсіяне хвильове поле сферичних хвиль, обумовлене наявністю сфери з густиною і пружністю, що відрізняється від цих характеристик середовища. Розв'язок рівнянь сферичної акустики показує [394], що в такому випадку розсіювання має резонансний характер і буде максимальним за умови

$$(\pi \cdot f \cdot d) / V_l \approx 1 \quad (3.1)$$

де f – частота, d - діаметр сферичного включення, V_l - швидкість поширення поздовжньої ультразвукової хвилі в досліджуваному пористому композиті.

Вважаючи, що швидкість поширення УЗ хвилі в середовищі V_l не істотно відрізняється від швидкості поширення поздовжньої пружної хвилі в стрижні і дорівнює $V_l \approx 4000$ м/с для усіх зразків партії 2, одержимо, що для $f = 1$ МГц діаметр елемента структури, для якого справджується умова (3.1) набуває значення $d \approx 1300$ мкм. Максимальні розміри структурних елементів зразків партії 2, виготовлених з шихти з розмірами частинок 250 – 500 мкм є близькими за порядком величин до розрахованого значення (Табл. 3.2). У більш пористих зразках партії 3 швидкість $V_l \approx 1500 \dots 2000$ м/с, тому критичне значення d зменшується в 2 – 3 рази і це також може бути причиною збільшених значень α . Насправді розглянута модель є умовною, тому що в матеріалах пористістю більш як 0,2 формується система сполучених каналів, тобто пору не можна розглядати ні як одиничну, ні як сферичну навіть у першому наближенні. Однак проведена оцінка дає підстави припустити вирішальний внесок у збільшення коефіцієнту згасання близькості розмірів структурних елементів і довжини ультразвукової хвилі, а одночасне зменшення модуля Юнга може свідчити про вплив двовимірних дефектів.

Порівняння одержаних тут результатів з характеристиками кісткової тканини [82, 395, 396] показує, що модуль Юнга біокомпозиту, виготовленого з додаванням

кристалічної фази, одержаної з нативної кістки (партія 3) близький до такого губчастої кістки, що складає 0,01 – 3,0 ГПа, проте густина губчастої кістки вдвічі менше (до 500 кг/м³). Натомість пружність композитів, виготовлених без додавання в шихту органічної складової ближче до пружності компактної кісткової тканини ($E = 4,4 - 28,8$ ГПа) при порівняному коефіцієнті згасання, що становить 18...52 дБ/см за частоти 2МГц.

Отже, встановлено, що варіації модуля пружності КМ на основі ГАп, виготовлених за різними технологічними процесам, обумовлені не лише пористістю, але й іншими факторами, ідентифікувати які акустичними методами, що ґрунтуються на припущеннях класичної теорії пружності не видається можливим. Зміна коефіцієнта згасання УЗ хвилі ймовірно має резонансну природу і залежить від співвідношення розміру структурних елементів і довжини УЗ хвилі і також не може бути показником наявності недосконалих контактів в матеріалі.

3.2 Особливості відгуку пористого оксиду алюмінію на акустичне збурення в залежності від структурних і технологічних чинників

Ціла низка практичних завдань вимагає створення керамічних матеріалів з пористою структурою [2, 27], що їх традиційно одержують спіканням суміші порошку з полімерною зв'язкою. Зазвичай пористість матеріалів регулюється зміною параметрів спікання або/та введенням пороутворювача [397]. Проте зміна температурного режиму спікання і кількості введеного пороутворювача має наслідком не тільки зміну пористості, але й зміну фазового складу твердої фази, морфології пор та стану контактів між частинками [398, 399]. Водночас відомо, що керамічні матеріали мають низький опір поширенню тріщин. Це висуває жорсткі вимоги до відсутності в них дефектів типу тріщин, тому що концентрація напружень в вершині тріщини навіть невеликої довжини може викликати вкрай небажане руйнування керамічного виробу, зокрема при його застосуванні *in-vivo* [400]. Тому саме для керамічних матеріалів завдання визначення типу макродефектів (пора чи тріщина) є вкрай важливим.

Даний підрозділ присвячений вивченню лінійної та нелінійної пружної поведінки зразків пористого оксиду алюмінію, виготовлених за різними технологіями, в процесі акустичного збурення в умовах резонансу для оцінки наявності та ідентифікації типу макродефектів структури. Зразки були виготовлені автором в Лабораторії біокераміки Державного університету Мічигану (США), де автор перебував на стажуванні.

Нелінійний відгук матеріалів на акустичне збурення визначали за: 1) залежністю частоти резонансних коливань від їх амплітуди; 2) спотворенням форми резонансної кривої в частотній області, 3) спотворенням форми акустичних коливань в часовій і частотно-часовій областях.

3.2.1 Формування пористості

Результати дослідження [403] загальної пористості і усадки зразків з 4% ПЕГ в твердій фазі пресовки після спікання за різних температур показані на Рис. 3.6, а результати визначення тих самих параметрів зразків, спечених за 1823 К в залежності від об'ємного вмісту ПЕГ в твердій фазі зображені на Рис 3.7.

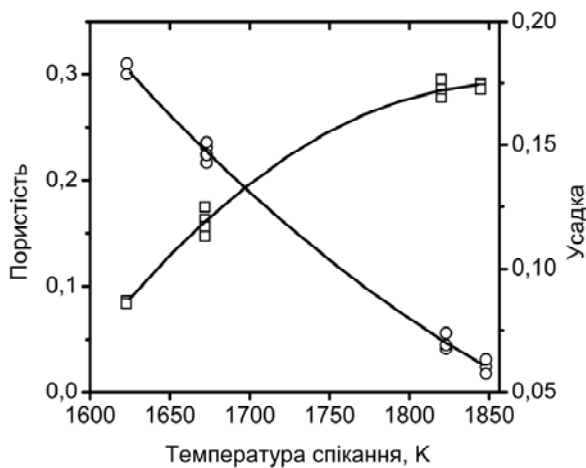


Рис. 3.6 Вплив температури спікання на пористість (○) та усадку (□) зразків «4% ПЕГ- Al_2O_3 »

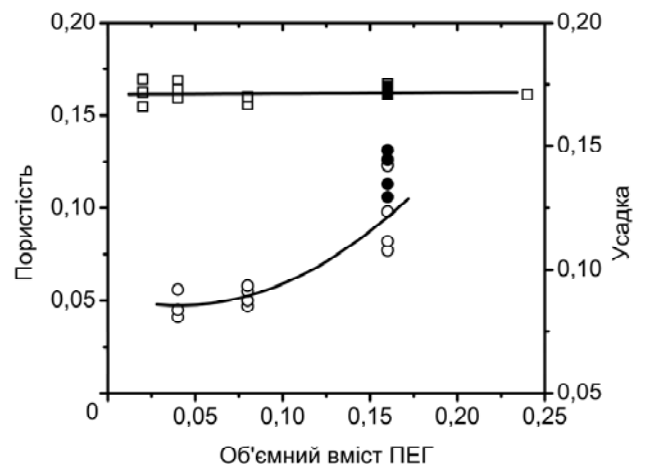


Рис.3.7 Вплив вмісту ПЕГ на пористість (○, ●) та усадку (□, ■) зразків з розчиненим ПЕГ (○, □) і «4%+12% ПЕГ- Al_2O_3 » (●, ■) після спікання за 1823 К

Як видно, зростання температури спікання призвело до збільшення густини до 96 % за 1823 К і до 98% за 1848 К (Рис. 3.6). Проте, усадка зразків, спечених за різних температур істотно відрізнялась. Водночас, усадка зразків, спечених за 1823 К лишалась практично незмінною для зразків, що містили до 24 %(об.) ПЕГ незалежно від методу його введення (Рис. 3.7). Пористість після спікання зразків з більшим вмістом пороутворювача була, як і очікувалось, більшою. З іншого боку, Рис. 3.7 свідчить, що середня пористість зразків, виготовлених з додаванням ПЕГ у вигляді порошку, була більшою за таку зразків, виготовлених з розчиненням тієї самої кількості пороутворювача. Розсіювання експериментальних результатів вимірювання пористості зростало зі збільшенням вмісті ПЕГ.

Залежності пористості спечених зразків від значень їх «сирої» пористості, розрахованих за формулою (2.1), зображені на Рис.3.8.

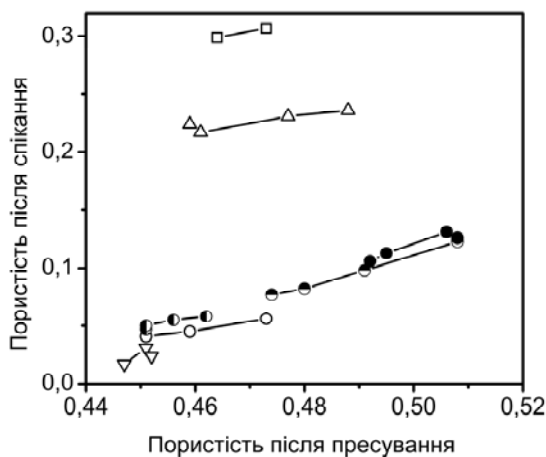


Рис.3.8 Залежність пористості зразків з 4 % ПЕГ після спікання за (□) 1623, (△) 1673, (○) 1823 і (▽) 1848 К, та зразків з (●) 8, (⊙) 16 і (●) 4+12 % ПЕГ після спікання за 1823 К від пористості «сирої» пресовки

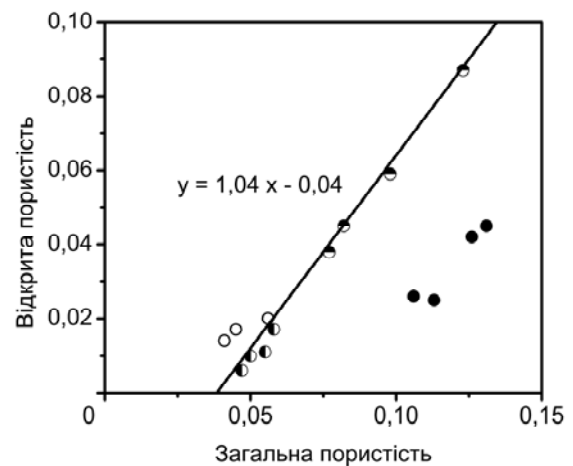


Рис.3.9 Залежність відкритої пористості від загальної пористості зразків з (○) 4, (●) 8, (⊙) 16 та (●) 4+12% ПЕГ в пресовці після спікання за 1823 К

Ці результати вказують, що для всіх партій кераміки кінцева пористість зростає зі збільшенням «сирої» пористості, а отже згадані вище варіації пористості спечених зразків спричиняються варіаціями пористості «сирих» пресовок. Для матеріалів,

спечених за 1823 К зі збільшенням вмісту ПЕГ від 4 до 8 % «сира» пористість залишається у тому самому діапазоні (0,45...0,47), а пористість після спікання дещо зростає. Подальше збільшення вмісту ПЕГ викликає збільшення як пористості "сирих" пресовок, так і пористості зразків після спікання. Для матеріалів з 16 % ПЕГ у пресовці середня пористість зразків, виготовлених з додаванням 12 % ПЕГ у вигляді порошку до суміші $\text{Al}_2\text{O}_3 + 4\% \text{ PEG}$, була більшою, ніж зразків, виготовлених додаванням усієї кількості ПЕГ у розчин. Зауважимо, що розсіювання значень пористості останнього матеріалу є більшою. Результати, зображені на Рис.3.9, свідчать, що зростання загальної пористості зразків з різним вмістом ПЕГ супроводжується зростанням відкритої пористості з коефіцієнтом лінійної регресії близько 1. Графік дозволяє зробити висновок, що усі пори матеріалу з 4 % ПЕГ є закритими, що узгоджується з відомими даними [404]. Хоча різниця загальної пористості матеріалів «4 % + 12 % ПЕГ- Al_2O_3 » також корелює зі зміною значень відкритої пористості, останні значення є меншими у порівнянні з матеріалами з 16 % ПЕГ близької загальної пористості, виготовленими у колоїдний спосіб. Отже, зростання загальної пористості цієї групи матеріалів відбувається внаслідок формування ізольованих пор.

3.2.2 Структурні дослідження. Рентгеноструктурний аналіз засвідчив, що матеріал одержаних зразків був однофазним $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ і не містив домішок (Рис.3.10).

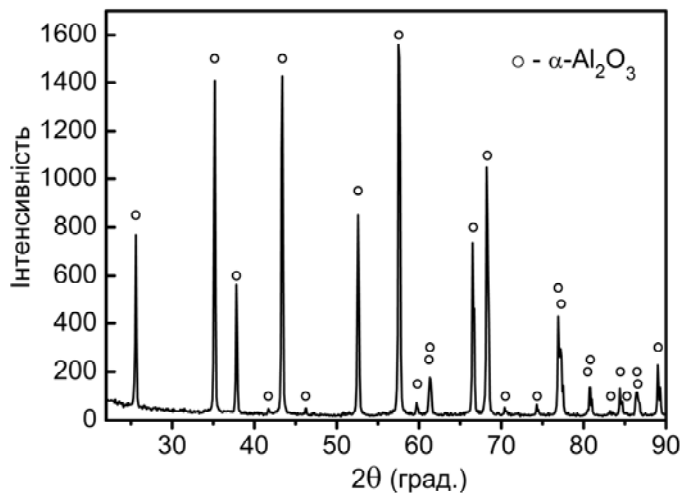


Рис. 3.10 – Типова рентгенівська дифрактограма зразка Al_2O_3 ($\theta=0,299$, $T_S=1623$ К)

Як засвідчили фотографії структури зразків оксиду алюмінію спечених за температури 1823 К, наведені на Рис.3.11, в матеріалі «4 % ПЕГ» були відсутні ознаки рекристалізації, а пори сформувались між агломератами частинок (Рис.3.11,а). Натомість матеріал «4%+12% ПЕГ» являв собою біпористу структуру, яку можна розглядати як «матрицю», що має таку саму структуру, як і «4 % ПЕГ», та містить сферичні пори діаметром близько 100 мкм (Рис.3.11,б).

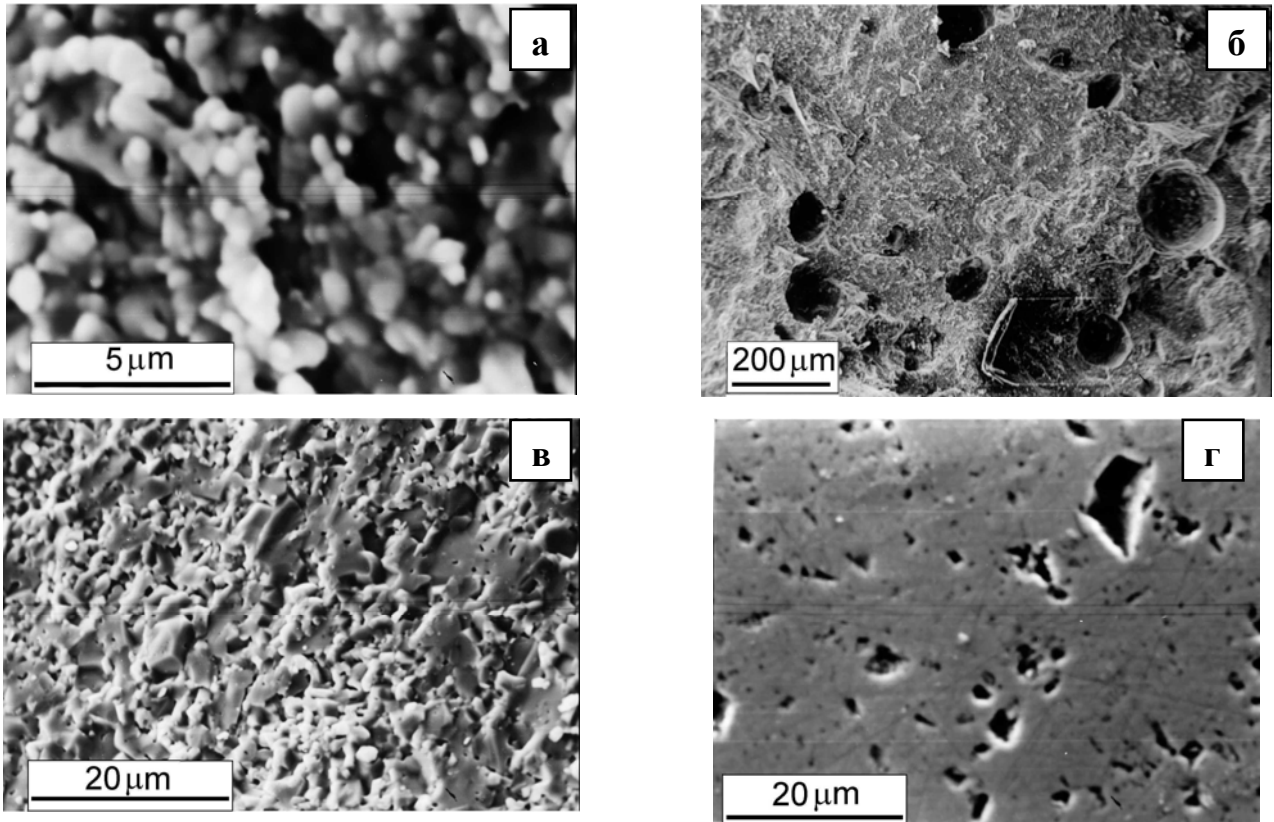


Рис.3.11 Фрактограми (а – в) та мікрофотографія шліфу (г) зразків Al_2O_3 спечених за $T_S=1823$ К. Вміст ПЕГ в твердій фазі до спікання: а – 4%, б – 4+12%, в, г – 16% (об.)

На відміну від згаданих, матеріал «16 % ПЕГ» містив пори всередині великих зерен розміром близько декількох мікрометрів, що з'явилися внаслідок рекристалізації і, крім того, пори більшого розміру неправильної форми (Рис.3.11,в,г). Зростання зерен в матеріалах, виготовлених з пресовок Al_2O_3 з переважно відкритою початковою пористістю $\sim 0,50$ спостерігалось раніше, наприклад, після спікання за $T_S=1743$ К [405]. Ймовірно, відзначена рекристалізація пов'язана з процесом зонального відокремлення [406, 407] Інтенсифікація процесів

зонального відокремлення в високодисперсних порошкових системах, до яких належать досліджувані матеріали, спричиняє ранню рекристалізацію, і має наслідком збільшення розмірів зерен, а також ізоляції пор від меж зерен і відокремлення пор від меж стоків вакансій. Внаслідок цього виникають ізольовані закриті пори, котрі в принципі не можуть бути видалені під час спікання. Отже, зростання кількості ПЕГ, введеного у колоїдний спосіб, від 4 % до 16 % веде до зростання пористості «сирої» пресовки від 0,45 до 0,49...0,52 і відповідного зростання неоднорідності структури пресовки. Внаслідок цього спікання і локальна усадка в ущільнених областях протікає швидше, ніж в областях з більшою локальною пористістю, в яких спікання реалізується шляхом поверхневої дифузії, що не спричиняє ущільнення, а веде до сфероїдизації пор між частинками.

З іншого боку, введення ПЕГ у формі частинок, що мають діаметр на три порядки більший ніж частинки порошку оксиду алюмінію призводить до появи біпористої структури. Великі пори не впливають на структуру матеріалу «матриці» і отже спікання такого матеріалу протікає подібно до спікання пресовок з малим вмістом ПЕГ оскільки локальне пакування частинок кераміки є подібним до «4 % ПЕГ». Збільшення відкритої пористості зразків «4 %+12 % ПЕГ» у порівнянні з «4 % ПЕГ» імовірно є наслідком з'єднання великих пор з поверхнею зразків.

На Рис. 3.12 наведені гістограми розподілу пор за коефіцієнтом видовження γ в матеріалах, спечених за $T_S=1823$ К [408], розрахованим за формулою

$$\gamma = D_p/D_{max}, \quad (3.1)$$

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

Статистичні оцінки середнього коефіцієнту видовження, середнього квадратичного відхилення, а також дані про пористість, визначену методом гідростатичного зважування за стандартом ASTM [348] і в результаті аналізу мікроструктури (Рис.3.12) наведені в Таблиці 3.3.

Оцінку загального середнього коефіцієнту видовження матеріалу провели враховуючи, що вміст «великих» пор з коефіцієнтом видовження приблизно 0,9 становить дві третини від загальної пористості.

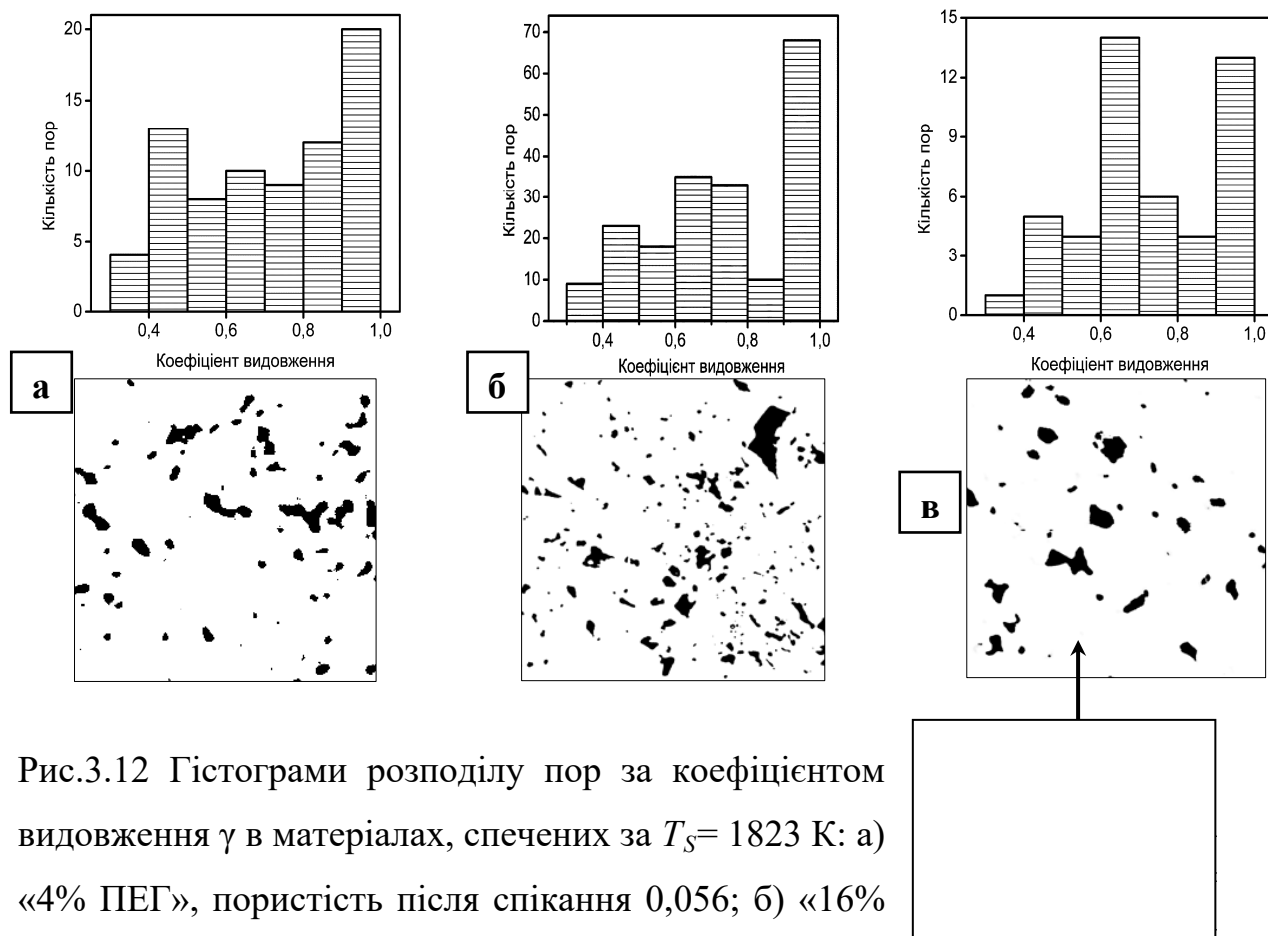


Рис.3.12 Гістограми розподілу пор за коефіцієнтом видовження γ в матеріалах, спечених за $T_S=1823$ К: а) «4% ПЕГ», пористість після спікання 0,056; б) «16% ПЕГ», пористість після спікання 0,123; в) «4%+ 12% ПЕГ», загальна пористість після спікання 0,106.

Гістограма наведена для «матриці» пористістю 0,036 (на вставці)

Таблиця 3.3.

Статистичні оцінки розподілу пор за коефіцієнтом видовження

№	Вміст ПЕГ, % (об.)	Пористість θ		Середній коефіцієнт видовження γ	Середнє квадратичне відхилення
		за ASTM	за Рис.3.12		
1	4	0,056	0,066	0,735	0,207
2	16	0,123	0,082	0,759	0,206
3	4+12, «матриця»	-	0,036*	0,747	0,187
	4+12 загалом	0,106	0,107		

* Пористість «матриці», визначена за мікрофотографією

** Оцінка

Отже, збільшення кількості розчиненого пороутворювача в дослідженому діапазоні має наслідком збільшення пористості, але помітно не впливає на форму пор. Натомість матеріал з 4+12% ПЕГ має біпористу структуру і містить дрібні пори (розміром ~ 1 мкм) та майже сферичні пори розміром ~ 100 мкм.

3.2.3 Характеристики пружності: лінійне наближення

Для вивчення впливу амплітуди коливань (а відтак і амплітуди циклічних деформацій) на резонансну частоту та інші характеристики коливань, для кожного зразка одержували серію амплітудно-частотних характеристик (АЧХ), вимірюваних під дією синусоїдальної електричної напруги з генератора $U_{\text{вх}}$ декількох амплітуд в діапазоні 0,25 до 5 В. Вважали, що амплітуда електричної напруги $U_{\text{вих}}$, яка виникає на приймальному перетворювачі, пропорційна амплітуді переміщень вільного кінця зразка і тому результати вимірювання амплітуди коливань наведено в одиницях електричної напруги. Типові АЧХ зразків, виготовлених за різними технологіями, в околі частоти першої форми поздовжніх резонансних коливань стрижня наведені на Рис.3.13. За віссю абсцис на графіках Рис.3.13 відкладено частоту коливань, а за віссю ординат – середнє квадратичне значення напруги $U_{\text{вих}}$, пропорційне амплітуді коливань стрижня.

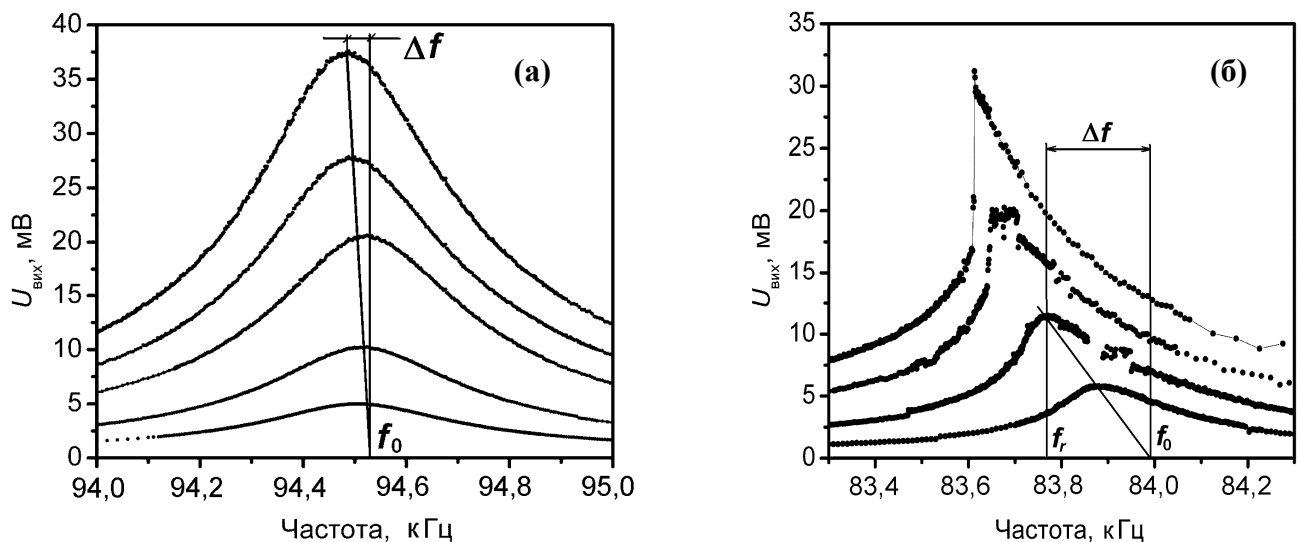


Рис.3.13 Експериментальні результати вимірювань АЧХ зразків оксиду алюмінію, спеченого за температур $T_S=1848$ К (4% ПЕГ) (а) та $T_S=1823$ К (16% ПЕГ) (б), проведених при збільшенні амплітуди сигналу збурення.

Модуль Юнга визначали за формулою (2.4), вважаючи за резонансну частоту значення f_0 , одержане в точці перетину прямої, що проходить через пік вимірної АЧХ, з віссю абсцис на графіку $f(A)$ за алгоритмом, описаним в п.2.2.4 (див. Рис.3.13).

Результати визначення модуля Юнга в залежності від загальної пористості досліджуваних матеріалів наведені на Рис.3.14. Зазвичай для оцінки наявності дефектів типу тріщин характеристики пружності, визначені експериментально, порівнюють з розрахованими за теоретичними моделями, а різницю між розрахованим та експериментально визначеними характеристиками відносять на рахунок впливу дефектів типу тріщин (для крихких матеріалів) або недосконалих контактів, характерних для частково спечених порошкових пластичних металів [22, 409]. Проте, численні теоретичні і експериментальні дослідження показали, що на пружність також істотно впливає форма об'ємних пор, їх орієнтація тощо.

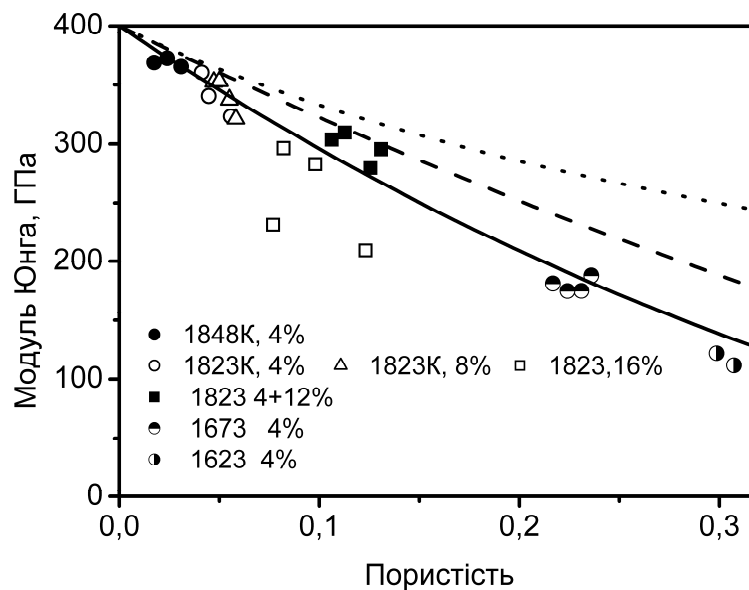


Рис. 3.14 Залежність модуля Юнга оксиду алюмінію від пористості: точками позначені експериментальні дані, лініями – залежності, розраховані за формулами (3.4) (· · ·), та (1.7) для пор сферичної (- - -) і еліпсоїдальної (—) форми. Температура спікання та вміст (у %) ПЕГ в пресовках позначені на полі графіка

На Рис. 3.14 наведені графіки, побудовані за трьома моделями, одна з яких – модель, відома як узагальнений метод самоузгодження (1.12,в), в якій пори вважають сферами однакового розміру, що не взаємодіють між собою. Модулі пружності твердої фази вважали рівними де $E_0 = 400$ ГПа і $\nu_0 = 0,23$. Також на Рис.3.14 наведені результати чисельного розрахунку модуля Юнга методом скінченних елементів на трьохвимірній комірці для матеріалів з сферичними порами однакового радіусу $r = 1$, та з однаковими еліпсоїдальними порами, обмеженими поверхнею $(x/a)^2 + (y/b)^2 + (z/c)^2 = 1$ з параметрами $a = b = 1$, $c = 0,25$, орієнтованими так, що зберігається ізотропія характеристик пружності [103]. Для побудови графіків на Рис.3.14 залежності модуля Юнга від пористості були використані емпіричні рівняння в формі (1.7)

$$E = E_0 \cdot (1 - \theta/\theta_C)^n,$$

де n і θ_C – припасовувальні коефіцієнти. Значення цих коефіцієнтів в межах пористості $0 \leq \theta \leq 0,5$ становили для матеріалів зі сферичними порами $n = 1,65$; $\theta_C = 0,818$, а для матеріалів з еліпсоїдальними порами – $n = 2,25$; $\theta_C = 0,798$. Автори роботи [411] розглядали коефіцієнт θ_C в формулі (1.7) як критичну пористість, вище якої $E = 0$, проте ми не надаємо йому смисл границі протікання з причин, детально аргументованих в роботі [412].

Одержані результати засвідчили, що для всіх досліджених матеріалів експериментальні значення модуля Юнга менші за такі розраховані в припущенні сферичності пор і різниця між експериментальними і розрахунковими значеннями збільшується зі зростанням пористості. Загальна тенденція зменшення пружності може бути пояснена впливом форми пор, але використання такого підходу не враховує присутності площинних дефектів.

Порівняння результатів визначення модуля Юнга (Рис. 3.14) з результатами, наведеними в Табл.3.3 підтверджує, що: 1) видовженість пор є однією з причин зменшення пружності у порівнянні з пружністю розрахованою за моделлю матеріалу, який містить сферичні пори; 2) розбіжність у значеннях модуля Юнга матеріалів, виготовлених додаванням ПЕГ різними способами (розчиненням і у

вигляді порошку) зумовлюється різною формою пор; 3) експериментально визначена форма пор ближче до сферичної, ніж розрахована за моделлю матеріалу з еліпсоїдальними порами (суцільна лінія на Рис.3.14 описує залежність $E(\theta)$ для випадку відношення меншої осі еліпсоїда до більших 0,25). Це свідчить про вплив на величину модуля Юнга спеченого оксиду алюмінію також інших чинників, найбільш ймовірним з яких є дефекти типу тріщин.

В роботі [413] для оцінки наявності площинних дефектів в титані різної пористості спеченого за різних температур, визначали емпіричну залежність модуля Юнга і коефіцієнта Пуассона від пористості матеріалів, спечених за температури, що забезпечує рекристалізацію твердої фази, а про наявність недосконалих контактів робили висновок з порівняння експериментально визначених акустичних характеристик та характеристик, розрахованих за прийнятою моделлю. Проте відомо, що форма пор змінюється внаслідок зміни температури спікання [414]. Тому для оцінки наявності дефектів типу тріщин скористались формулою (1.19,б), що встановлює залежність модуля Юнга від вмісту безладно орієнтованих дефектів різних типів: з частковими пористостями θ_1 і θ_2 , що формуються порами двох видів з з істотно відмінними коефіцієнтами видовження γ_1 і γ_2 , відповідно, та тріщинами з скалярним параметром густини β , який задається формулою (1.13).

В таблиці 3.4 наведені значення $F(\gamma)$, розраховані за методикою, викладеною в [144], а також результати розрахунку параметру густини тріщин β зразків, структура яких зображена на Рис.3.12. Ці результати розраховані у припущенні, що пори мають форму сплюснених еліпсоїдів (монетоподібних), проте результати для голкоподібних еліпсоїдів (не наведені) є дуже близькими.

Таблиця 3.4

Вміст дефектів різних типів в зразках Al_2O_3 , спечених за 1823 К

№*	E , ГПа	θ_1	γ_1	θ_2	γ_2	$F(\gamma_1)$	$F(\gamma_2)$	β
1	323	0,056	0,735	-	-	2,031	-	0,086
2	209	0,123	0,759	-	-	2,025	-	0,460
3	304	0,036	0,747	0,070	0,85	2,028	2,011	0,072

* Номери зразків – як в Табл.3.3

3.2.4. Нелінійні акустичні явища в частотній області: амплітудна залежність резонансної частоти

За параметр визначення, що характеризує нелінійну механічну поведінку досліджуваних матеріалів, обрали залежність частоти резонансу стрижневого зразка від його амплітуди в умовах поздовжніх коливань по першій моді. Модуль Юнга і густина кожного з досліджуваних зразків, а також їх довжина були різними, внаслідок чого резонансні частоти зразків істотно відрізнялись (див. формулу 2.4). Тому для порівняння матеріалів щодо наявності структурних макродефектів типу тріщин, застосовували метод [376], описаний в Розділі 2, а саме: 1) вимірювали резонансні частоти за декількох амплітуд коливань зразка, одна з яких була мінімальною, яку можливо зареєструвати; 2) визначали вигляд функції залежності відносної резонансної частоти f_r/f_0 від амплітуди коливань (в нашому випадку – від значення сигналу, що надходив від приймального перетворювача $U_{\text{вих}}$), а також похідну цієї функції по амплітуді коливань.

Вимірювання резонансних характеристик матеріалів, які містять дефекти типу тріщин, показали, що збільшення амплітуди коливань зразка спричиняє не лише зменшення резонансної частоти, але й спотворення форми резонансної кривої, і за деякої критичної амплітуди сигналу збурення при поступовому збільшенні частоти цього сигналу спостерігається стрибкоподібне зростання амплітуди коливань (Рис. 3.13, б), яке також є проявом нелінійної пружної поведінки таких матеріалів. З методичного погляду, величина згаданої критичної амплітуди обмежує діапазон вимірювання амплітудної залежності резонансної частоти, тому що в умовах більших амплітуд коливань точне визначення резонансної частоти стає неможливим.

Результати вимірювань резонансних частот, одержані нами показали, що в діапазоні амплітуд, обмеженому мінімальною і максимальною амплітудами коливань, величини яких були визначені з наведених раніше міркувань, функція залежності резонансної частоти від амплітуди коливань є лінійною для всіх досліджених зразків. Лінійне зменшення резонансної частоти не можна пояснити

пружною нелінійністю, пов'язаною з ангармонізмом коливань кристалічної ґратки тому що, як відомо, квадратична пружна нелінійність не впливає на швидкість пружних хвиль зі збільшенням їх амплітуди, а кубічна пружна нелінійність спричиняє квадратичну залежність швидкості хвиль від амплітуди сигналу збурення. Лінійна залежність резонансної частоти від амплітуди коливань вказує на структурну нелінійність, подібної до [171, 172]. Похідна функції відносної резонансної частоти f_r / f_0 по відносній деформації, яка пропорційна до значення сигналу $U_{\text{вих}}$ в умовах резонансу, є константою:

$$\frac{d}{dU_{\text{вих}}} \frac{f_r(U_{\text{вих}})}{f_0} = -C_{fU} \quad (3.2)$$

де f_0 - резонансна частота за нульової амплітуди коливань, визначена за викладеним вище способом, f_r - резонансна частота, виміряна на заданому рівні сигналу збурення, а C_{fU} – константа.

Коефіцієнти C_{fU} пористого оксиду алюмінію, виготовленого за різними технологіями, визначали за графіками залежності відносного зсуву резонансної частоти $\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{f_0 - f_r}{f_0}$ від амплітуди резонансу $U_{\text{вих}}$, які наведені на Рис. 3.15.

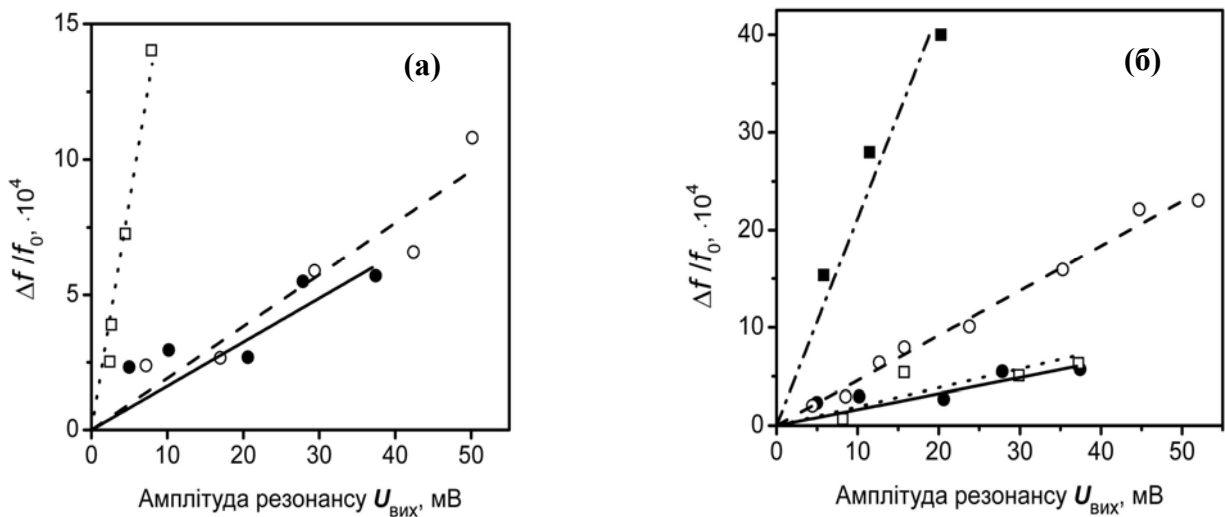


Рис.3.15 Амплітудні залежності зсуву резонансної частоти Al_2O_3 : (а) – вміст ПЕГ в пресовці 4%, температури спікання: 1848 К (●, □□), 1673 К (○, - -) і 1623 К (□, ···); (б) - $T_S=1823$ К, вміст ПЕГ: 4% (●, □□), 8% (○, - -), 16% (■, □·□) та 4+12% (□, ···)

Результати досліджень зразків, одержаних з пресовок з однаковим вмістом зв'язки, але спечених за різних температур зображені на Рис. 3.15, а, натомість на

Рис.3.15, б продемонстровані результати для зразків, одержаних спіканням пресовок з різним вмістом зв'язки (пороутворювача) за однакової температури.

Результати визначення коефіцієнту C_{fU} , який характеризує ступінь зміни резонансної частоти зі зміною амплітуди коливань зразка, наведені на Рис.3.16 і свідчать, що його значення збільшуються зі збільшенням пористості у зразків, пористість яких змінювали введенням до пресовок різної кількості пороутворювача у колоїдний спосіб, при спіканні за однакової температури (1823 К). Незважаючи на рекристалізацію, що відбулась у матеріалі в процесі спікання пресовки з вмістом ПЕГ 16% (Рис.3.11,в), значення його коефіцієнту C_{fU} на порядок перевищувало такий для матеріалу з 4% ПЕГ у пресовці.

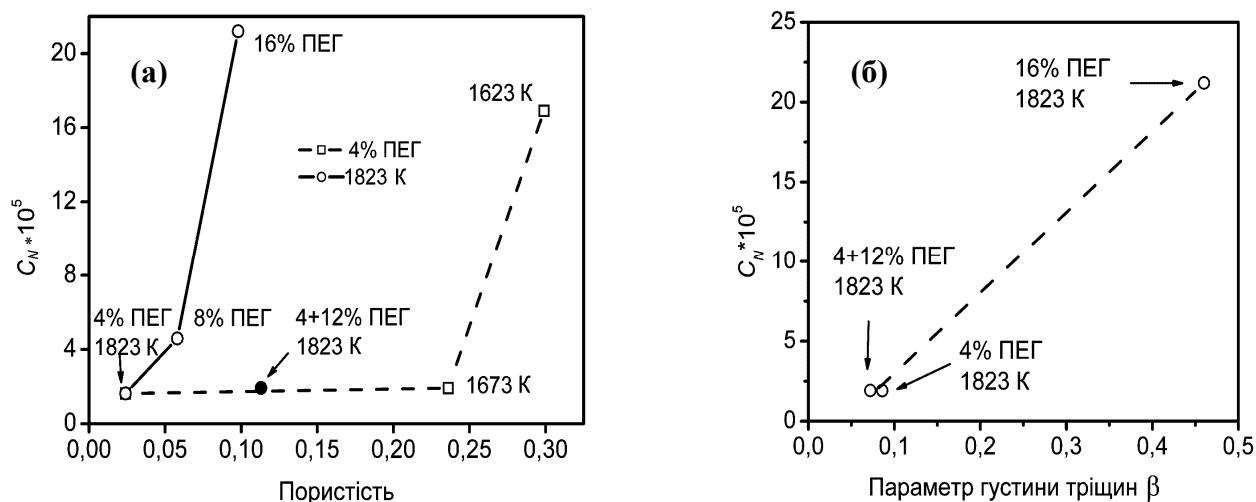


Рис.3.16 Залежність коефіцієнту C_{fU} : (а) від пористості θ зразків, виготовлених за різними технологіями та (б) від вмісту тріщин β

Втім, хоча введення пороутворювача у вигляді частинок (4+12%) викликало навіть дещо більше зростання пористості ($\theta = 0,113$), ніж внаслідок введення 16% ПЕГ у колоїдний спосіб ($\theta = 0,098$), воно не мало наслідком збільшення коефіцієнту C_{fU} у порівнянні з матеріалом пористістю 0,024, одержаним спіканням пресовки з вмістом ПЕГ 4%. Водночас збільшення пористості від 0,02 до 0,23 внаслідок зменшення температури спікання з 1823 К до 1673 К не спричинило помітної зміни коефіцієнту C_{fU} , тоді як значення цього коефіцієнту зразка, спеченого $T_S=1623$ К, збільшилось на порядок. Результати свідчать, що на зміну резонансної частоти зі збільшенням амплітуди коливань зразків впливають чинники інші, ніж пористість.

Порівняння результатів досліджень нелінійної пружності і аналізу структури (Рис.3.16, б) свідчить, що величина коефіцієнту C_{fl} корелює з розрахованим вмістом тріщиноподібних дефектів. Це дозволяє припустити, що джерелом амплітудної залежності резонансної частоти коливань є саме дефекти типу тріщин або щілин.

3.2.5 Нелінійні акустичні явища в частотній області: генерування гармонік

Параметри технології одержання та результати визначення пористості зразків, нелінійні характеристики коливань яких були досліджені в частотній області, часовій області і частотно-часовій області наведені в Таблиці 3.5, а типовий вигляд частотного спектру коливань зразка, спеченого за $T_S=1623$ К, одержаного за методикою, описаною в п.2.2.4 – на Рис.3.17,а.

Таблиця 3.5.

Вміст ПЕГ в пресовках та пористість зразків Al_2O_3

№ зразка	Об'ємний вміст ПЕГ	Температура спікання T_S , К	Пористість після випалювання ПЕГ	Пористість після спікання	
				загальна	відкрита
1	0,04	1823	0,447	0,017	-
2	0,08	1823	0,462	0,058	0,017
3	0,16	1823	0,491	0,098	0,059
4	0,04+0,12	1823	0,495	0,113	0,025
5	0,04	1673	0,488	0,236	0,200
6	0,04	1623	0,464	0,299	0,253

Амплітудна залежність резонансної частоти зразків досліджених матеріалів, докладно описана в попередньому пункті, свідчить, що закон Гука в його класичному формулюванні не описує пружну поведінку матеріалу, тобто співвідношення між напруженнями σ і деформаціями ε є нелінійними, а множник M в рівнянні

$$d\sigma = M(\varepsilon)d\varepsilon \quad (3.3)$$

не є константою, на відміну модулів пружності (у тому числі модуля Юнга) лінійно-пружного матеріалу.

Дослідження показали, що зі зменшенням амплітуди коливань нелінійні явища ставали менш помітними, амплітуди гармонік зменшувалися і за достатньо малих амплітуд збурення гармоніки не перевищували рівня завад і шумів (Рис.3.17, б), що може свідчити про пороговий характер досліджуваних явищ [416]. Тому нелінійні ефекти досліджували за таких рівнів сигналу збурення коливань, коли амплітуда найменшої з вимірюваних гармонік U_S перевищувала рівень шуму U_N більш ніж втричі. Натомість за менших амплітуд коливань нелійними ефектами можна знехтувати і, вважаючи пружну поведінку матеріалу лінійною, розраховувати уявний модуль Юнга E використовуючи рівнянь класичної теорії пружності.

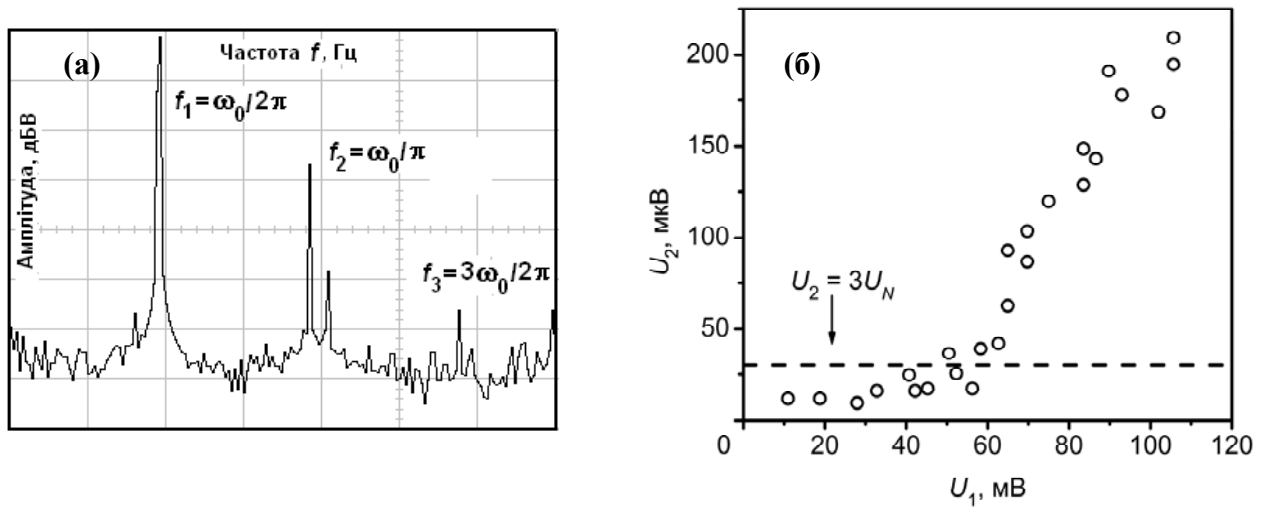


Рис.3.17 Типова спектрограма (частотний спектр) коливань зразка б, що містив дефекти (а) та залежність амплітуди другої гармоніки коливань зразка 2 від амплітуди його коливань з основною частотою, виміряна на частоті резонансу при збільшенні амплітуди сигналу збурення (б)

На Рис.3.18 зображені графіки амплітуди коливань з основною частотою $f_1 = f_0 = \omega_0/2\pi$ та амплітуди другої ($2f_1$) та третьої ($3f_1$) гармонік в залежності від частоти сигналу збурення f_0 за незмінної амплітуди сигналу збурення, побудовані за результатами опрацювання спектрограм коливань.

Аналіз наведених на Рис.3.18 результатів свідчить, що другі гармоніки фіксували при коливаннях зразків, виготовлених за всіма технологічними режимами, натомість амплітуда третьої гармоніки перевищувала рівень шуму не у

всіх зразках. Амплітуди другої гармоніки за абсолютною величиною були меншими за амплітуди основного тону на 2 – 3 порядки.

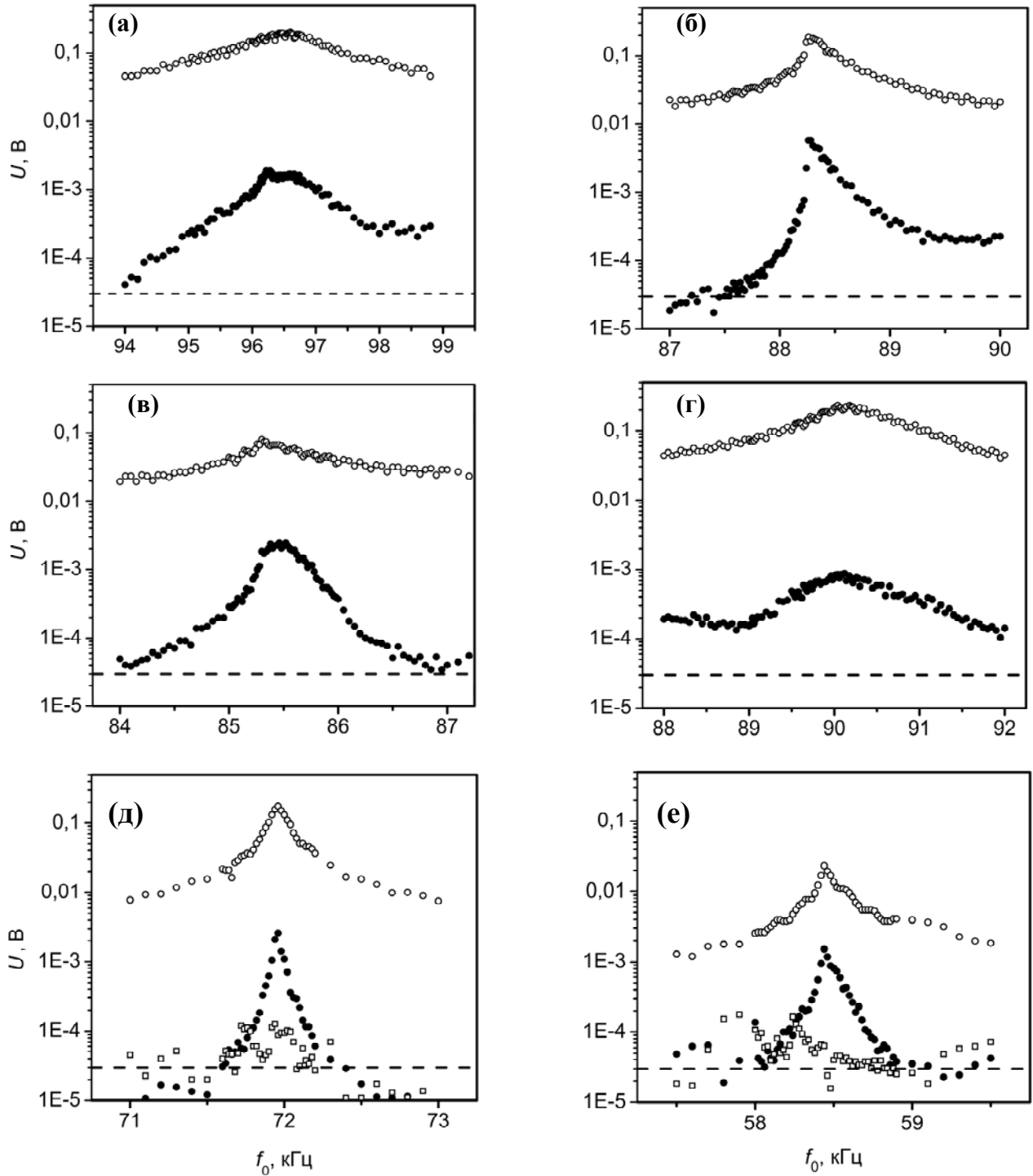


Рис.3.18 Амплітуди основного тону (\circ), а також другої (\bullet) та третьої (\square) гармонік коливань зразків 1 – (а), 2 – (б), 3 – (в), 4 – (г), 5 – (д) та 6 – (е) в околі їх резонансних частот в залежності від частоти сигналу збурення. Штриховою лінією позначений потроєний рівень шуму. Нумерація зразків за Табл.3.5

За незмінної амплітуди сигналу збурення $U_{вх}$, амплітуди других гармонік U_2 збільшувались з наближенням частоти збурення до резонансної частоти, причому в досліджуваних діапазонах частот амплітуди основного тону коливань U_1 зростали, як правило, менш ніж в десять разів, а амплітуди других гармонік U_2 – в 15...20 разів. Водночас амплітуди третіх гармонік U_3 (якщо вони були присутні) не демонстрували однозначної залежності від амплітуди основного тону (Рис.3.18, д, е). Це дозволяє зробити деякі висновки щодо механізмів нелінійної поведінки. Моделювання показує, що генерування парних гармонік пов'язане з несиметричністю формою хвилі (коливань) відносно нуля, натомість генерування непарних гармонік пов'язане з дисторсією (спотворенням) хвилі, що не порушує симетрію відносно нуля, що підтверджується результатами [417, 418].

Відсутність непарних гармонік свідчить про те, що в загальному рівнянні (1.43) РМ-моделі мезоскопічної нелінійної поведінки матеріалів

$$M(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) = M_0 \{1 - \beta^{(2)}\varepsilon - \beta^{(3)}\varepsilon^2 - \alpha[\Delta\varepsilon + \varepsilon(t)\text{sign}(\dot{\varepsilon})] + \dots\}$$

відсутні два останніх члени в дужках [258], тобто в аналізі можливих механізмів нелінійної поведінки дослідженого матеріалу можна **знехтувати** фізичними явищами, які є джерелами кубічної нелінійності ($\beta^{(3)} = 0$) і явищами, які викликають нелінійний **гістерезис** ($\alpha = 0$).

Для детального аналізу поведінки досліджуваних зразків в процесі нелінійних коливань були обрані дві характеристики – амплітуда другої гармоніки U_2 та відношення U_2/U_1 в залежності від амплітуди основного тону коливань U_1 за умови збільшення частоти збурення до резонансної частоти (Рис.3.19).

Одержані дані показують, що зі збільшенням амплітуди основного тону коливань U_1 всіх досліджених зразків амплітуда другої гармоніки U_2 також збільшувалась, причому для всіх зразків, за винятком зразка 4, де залежність $U_2(U_1)$ була лінійною, це зростання мало прискорений характер (Рис.3.19). Характерно, що швидкість збільшення амплітуди другої гармоніки зі збільшенням U_1 зростала за лінійним законом (Рис.3.19, в, г). Від цієї закономірності відхилявся лише зразок 2, у якого з досягненням резонансної частоти амплітуда другої гармоніки стрімко зростала, проте це явище вимагає додаткового дослідження.

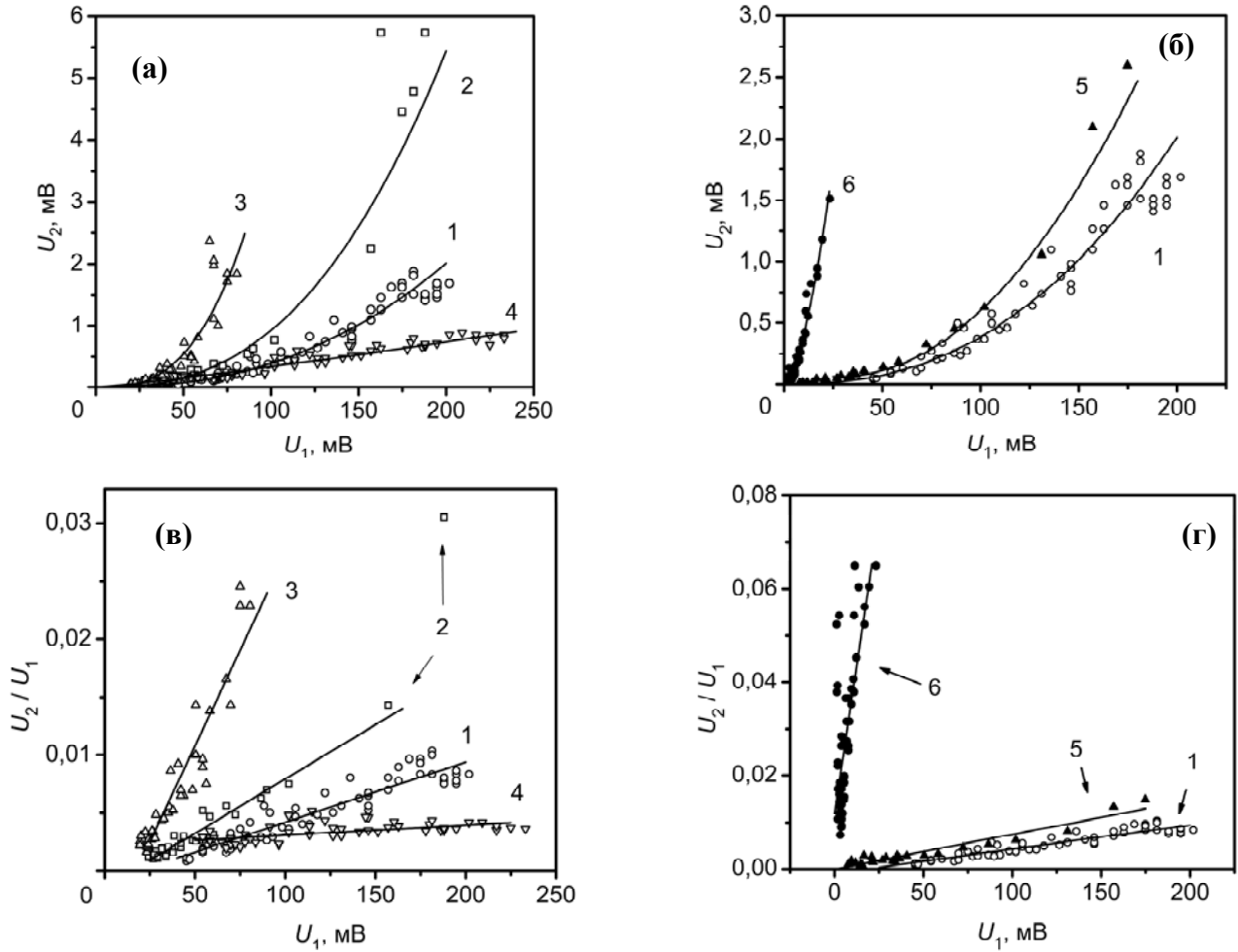


Рис.3.19 Залежність амплітуди другої гармоніки U_2 (а, б) та відношення U_2/U_1 від амплітуди основного тону коливань зразків, спечених за 1823 К з вмістом ПЕГ: 0,04 – 1; 0,08 – 2; 0,16 – 3; 0,04+0,12 – 4, та з 4% ПЕГ в пресовці, спечених за: 1823 К – 1; 1673 К – 5; і 1623 К – 6. Вимірювання проводили в дорезонансній області за збільшення частоти збурення. Нумерація зразків за Табл.3.5

Отже, загалом зміну амплітуди другої гармоніки U_2 зі зміною амплітуди основного тону U_1 можна описати диференціальним рівнянням

$$\frac{d^2 U_2}{dU_1^2} = \Gamma,$$

де Γ – константа.

Розв'язком цього рівняння є

$$U_2 = \frac{\Gamma U_1^2}{2} + C_1 U_1 + C_2, \quad (3.4)$$

де $C_1 = \left. \frac{dU_2}{dU_1} \right|_{U_1=0}$ – початкова швидкість зміни амплітуди другої гармоніки з

першою, а $C_2 = U_2|_{U_1=0}$ – початкова амплітуда другої гармоніки. Умова $U_1 = 0$ означає відсутність коливань, тому в рівнянні (3.4) $C_2 = 0$, що підтверджується результатами, наведеними на Рис. 3.19, а, б. Зважаючи на те, що за умови $U_1 \rightarrow 0$ початкова швидкість C_1 також наближається до нуля, рівняння (3.4) можна переписати у вигляді

$$\Gamma = \frac{2U_2}{U_1^2} \quad (3.5).$$

Таким чином, вказане відношення є константою для даного матеріалу і може бути використане як критерій пошкодженості. Показник нелінійності Γ (3.5) є пропорційним до класичного коефіцієнту квадратичної пружної нелінійності для *біжучої хвилі*, що визначається виразом (1.29) і сталість якого підтверджена даними J. Cantrell та інших авторів [306, 307].

Вважається, що основний внесок до генерування другої гармоніки в металах дає рух дислокацій та взаємодія дислокацій з дисперсними частинками [208]. В роботі [419] відзначається, що параметр нелінійності β має пороговий характер і в умовах малих амплітуд акустичної хвилі, зокрема в полікристалічному алюмінієвому сплаві 2024 та жароміцному сплаві на основі нікелю, не є константою, а істотно коливається з амплітудою збурення, що на думку авторів [419] також є наслідком руху дислокацій. Проте у випадку акустичного збурення оксиду алюмінію за кімнатної температури ймовірність реалізації дислокаційних механізмів нехтовно мала і ми вважаємо, що пороговий характер і розсіювання експериментальних точок (Рис.3.19) є наслідком порушення рівноважного стану мезодефектів структури типу тріщин або недосконалих контактів.

3.2.6 Нелінійні акустичні явища в часовій та частотно-часовій областях

На Рис.3.20 наведені результати вимірювання переміщення вільного кінця зразка під час коливань за першою формою власних поздовжніх коливань стрижня. в координатах час – електрична напруга з виходу приймального перетворювача після аналого-цифрового перетворення [373]. Під час коливань за цією формою весь об'єм зразка (за винятком моменту часу, коли стрижень є недеформованим) перебував або в стані розтягу, або в стані стиску. Також на Рис.3.20 наведені гармонічні функції тієї ж амплітуди і частоти, що і зареєстровані коливання.

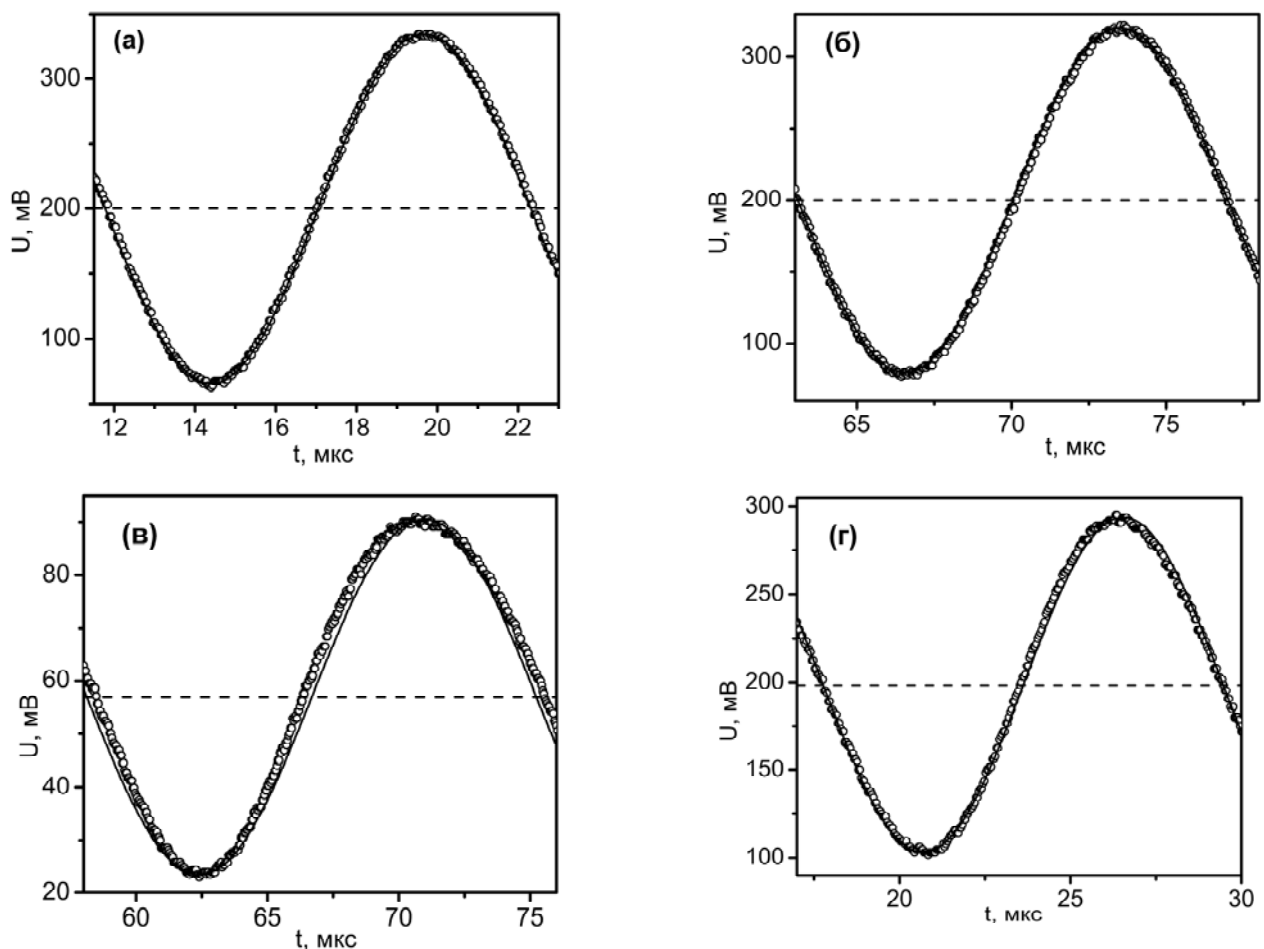


Рис.3.20 Експериментальні результати (позначені точками) вимірювань залежності переміщень від часу кінців зразків: 1 - (а), 5 – (б), 6 – (в) та 3 – (г). Суцільною лінією позначена гармонічна функція тієї ж частоти, переривана лінія вказує рівень половини розмаху сигналу. Параметри зразків вказані в Табл.3.5.

Вимірювання показали, що переміщення вільних кінців зразків 1 ($T_S = 1823$ К) і 5 ($T_S = 1673$ К) (Рис.3.20, а, б) в часі достатньо добре описувались гармонічною

функцією, що властиво конденсованим матеріалам без мезодефектів, причому істотна об'ємна пористість зразка 5 ($\theta = 0,236$) не вплинула на форму функції переміщень. Натомість переміщення зразка 6 ($T_S = 1623$ K) (Рис.3.20, в) і, в меншій мірі, зразка 3 (Рис.3.20, г) помітно відхиляються від синусоїдального, тобто рух цих зразків не може бути описаний класичними лінійними диференціальними рівняннями. Порівняння одержаних даних з результатами досліджень характеристик резонансних коливань в частотній області та з результатами досліджень мікроструктури, описаними вище підтвердило, що нелінійна поведінка, яку демонструють досліджені зразки, пов'язана з наявними дефектами типу тріщин.

Характер поведінки зразка під час коливань відповідає моделі, відповідно до якої в процесі розтягу стрижня площинні дефекти відкриваються, модуль Юнга набуває меншого значення, ніж під час стиску і, як наслідок, при поздовжніх коливаннях стрижня фаза його розтягу більша ніж фаза стиску навіть якщо їх порівнювати на рівні половини розмаху (різниці між найбільшими переміщеннями розтягу і стиску).

За цією моделлю максимальні відхилення точки зразка від її положення в недеформованому стані в частині періоду розтягу є більшими, ніж максимальні відхилення тієї самої точки в частині періоду, впродовж якої зразок є стисненим, тобто амплітуда коливань в частині циклу розтягу є більшою за амплітуду коливань в частині циклу стиску і координата половини розмаху (суми амплітуд розтягу і стиску) є зміщеною відносно недеформованого стану.

Моменти часу, в які зразки перебували в недеформованому стані, були експериментально визначені з принципу збереження енергії (див. п.2.2.4) враховуючи, що при коливаннях в ці моменти часу швидкості точок зразка є максимальними за величиною. На Рис. 3.21 зображений інтерфейс програми після визначення похідної функції переміщень зразків 5 (Рис.3.21, а) і 6 (Рис.3.21, б).

Опрацювання сигналу відбувалась за таким алгоритмом: 1) записаний в цифровому вигляді сигнал з приймального перетворювача фільтрували фільтром низьких частот, 2) розраховували масив похідних для кожного моменту часу, 3) знаходили локальні максимуми та мінімуми масиву похідних, 4) визначали

відповідні їм моменти часу, 5) визначали значення функції переміщень в ці моменти часу, 6) обчислювали математичне сподівання та середнє квадратичне відхилення результатів вимірювання.

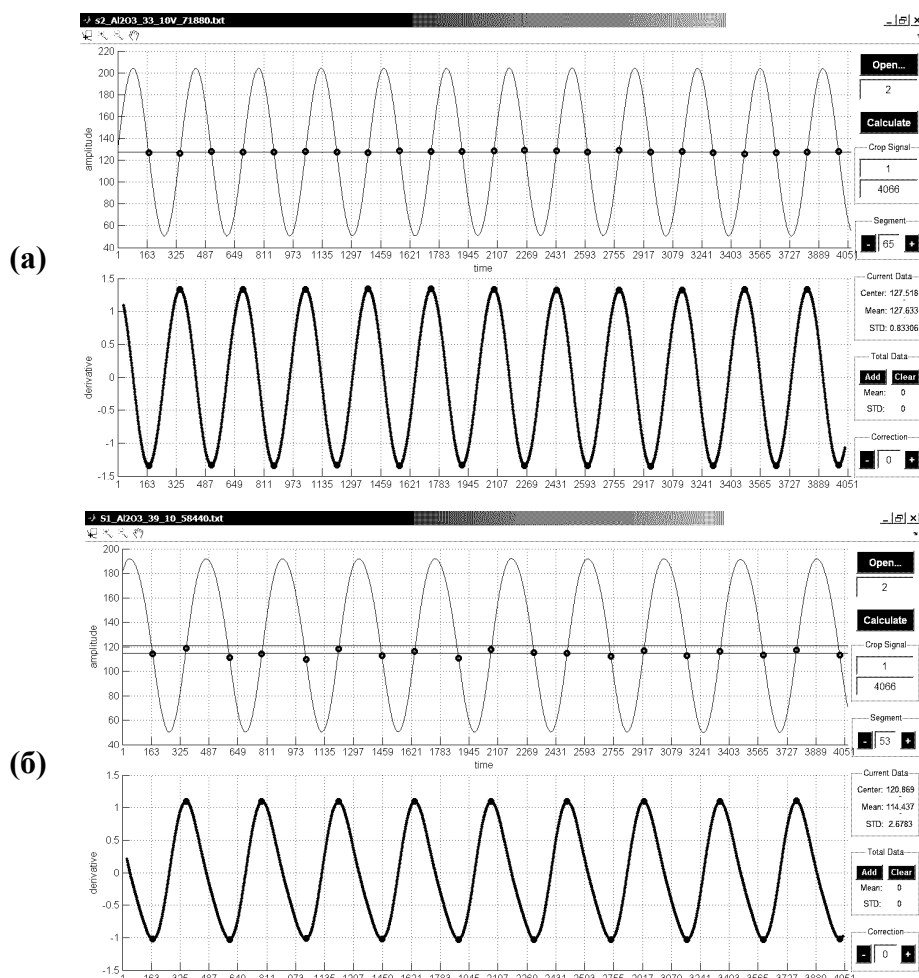


Рис.3.21 Результати визначення похідної функції переміщень (нижні екрани) та значень функції переміщень, в яких її похідна набуває екстремальних значень (точки на верхніх екранах) для зразків: 5 – (а) та 6 – (б). По осях x – час (в кроках квантування), по осях y : на верхніх екранах – переміщення (в кроках дискретзації напруги сигналу), на нижніх екранах – похідна функції переміщення за часом

Як видно з Рис.3.21, а, для зразка 5 значення функції переміщень, за яких похідна має екстремум, з довірчою ймовірністю 0,95 дорівнює $127,63 \pm 0,36$ кроків квантування напруги, що відповідає $U_0 = 199,43 \pm 0,56$ мВ. Це збігається з половиною розмаху функції переміщень, яка становить 199,25 мВ, тобто коливання зразка є симетричними відносно його недеформованого стану. Натомість для зразка 6 значення вищезгаданої функції з тією самою довірчою ймовірністю дорівнює $U_0 =$

53,64 ± 0,62 мВ, що істотно нижче за рівень половини розмаху функції переміщень 56,66 мВ (Рис.3.21, б). Це означає, що коливання є несиметричними відносно положення, в якому зразок перебуває в недеформованому стані – в процесі поздовжніх коливань стрижня за першою формою частина циклу стиску є коротшою за частину циклу розтягування, а амплітуда в фазі стиску є меншою, ніж в фазі розтягу зразка. Те, що коливання під час стиску і під час розтягу відбуваються за різними законами підтверджується також відхиленням похідної функції переміщення від гармонічного закону (Рис.3.21, б, ніжній екран).

Для встановлення джерел виникнення гармонік під час коливань зразків досліджених матеріалів був проведений вейвлет – аналіз їхніх форм коливань в частотно-часовій області [374], який полягав в розкладанні одержаного з приймального перетворювача сигналу по базису функцій спеціального вигляду [375, 420]. На Рис.3.22 в частотно-часових координатах наведена картина вейвлет-коєфіцієнтів характерних сигналів, одержані за допомогою вейвлету «мексиканський капелюх» (формула (2.20)), який дозволяє виявляти локальні максимуми сигналу на різних частотах.

Результати вейвлет-аналізу засвідчили відсутність локальних максимумів на частотах, далеких від частоти основного тону (Рис.3.22), проте наведені зображення наочно показують, що форма функції переміщень під час коливання зразка б, спеченого за найнижчої температури (1623 К) і який демонстрував найшвидше зростання амплітуди другої гармоніки в частотній області (див. Рис.3.19, г), не є симетричною відносно нульової амплітуди, на відміну від зразка 5. Наведені на Рис.3.22 результати, підтверджують висновок, зроблений з аналізу сигналу в часовій області про те, що принаймні однією характерною особливістю нелінійних коливань зразків є несиметричність переміщень відносно недеформованого стану.

На Рис.3.23 наведено графік експериментально виміряних значень функції переміщень від часу в процесі коливань зразка б, а також синусоїду частоти основного тону ω_0 і різницю між цими функціями.

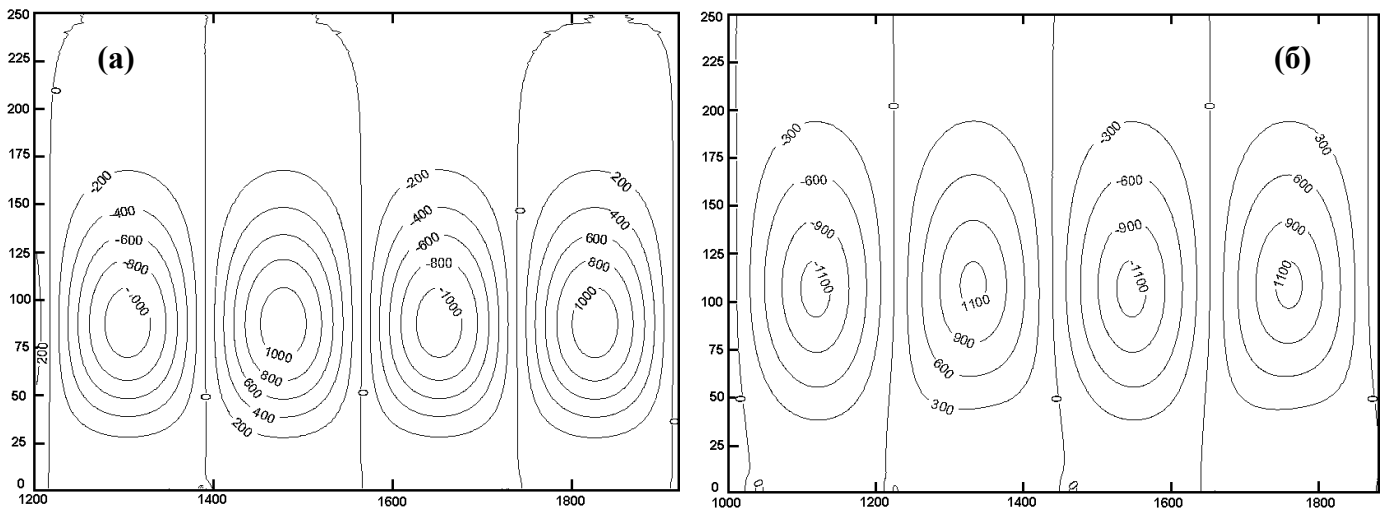


Рис.3.22 Залежності локальних максимумів (додатні значення на полі графіку) та локальних мінімумів (від'ємні значення) коефіцієнтів вейвлет – перетворення функцій переміщень зразків 5 (а) та 6 (б) від часу і частоти. За віссю абсцис наведено час у відліках (для обох графіків 1 відлік = 0,04 мкс), за віссю ординат – аналог частоти

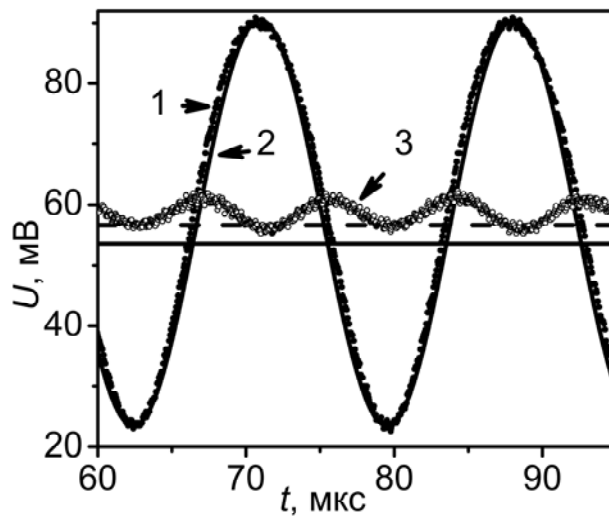


Рис.3.23 - Результати вимірювань функції напруги приймального перетворювача за поздовжніх коливань зразка 6 за першою модою: 1 – результати вимірювань напруги $U(t)$ (чорні точки); 2 - функція основного тону коливань $B_{1U} \cos(\omega_{0U} t + \varphi_{0U})$; 3 – результати обчислення $[U(t) - B_{1U} \cos(\omega_{0U} t + \varphi_{0U})]$ (світлі точки). Суцільна пряма позначає рівень напруги, що відповідає недеформованому стану зразка, штрихова пряма – рівень половини розмаху («нулів») гармонічної функції основного тону

Визначення форми функції переміщень кінця зразка 6 ($T_S = 1623 \text{ K}$, $\theta = 0,299$) в часовій області в умовах збурення з різними амплітудами на відповідних резонансних частотах першої моди поздовжніх коливань стрижня (Рис. 3.24) за наведеною вище методикою, дозволило встановити, що загальне збільшення періоду резонансних коливань $\tau_0 = \tau_p + \tau_c = 1/f_0$ зі збільшенням розмаху коливань зразка $U_S = U_p + U_c$ ($U_p \sim A_p$, $U_c \sim A_c$) є результатом збільшення τ_p і одночасного зменшення τ_c (Рис.3.24,а, позначення на Рис.3.24,б).

Ці результати можуть свідчити, що у випадку матеріалу з великою концентрацією мезодефектів структури, яким є слабо спечений зразок оксиду алюмінію, під дією знакозмінних напружень характеристики пружності еволюціонують не тільки в фазі розтягу, що можна вважати наслідком відкриття недосконалих контактів (тріщин), але й у фазі стиснення, що свідчить про змикання таких дефектів.

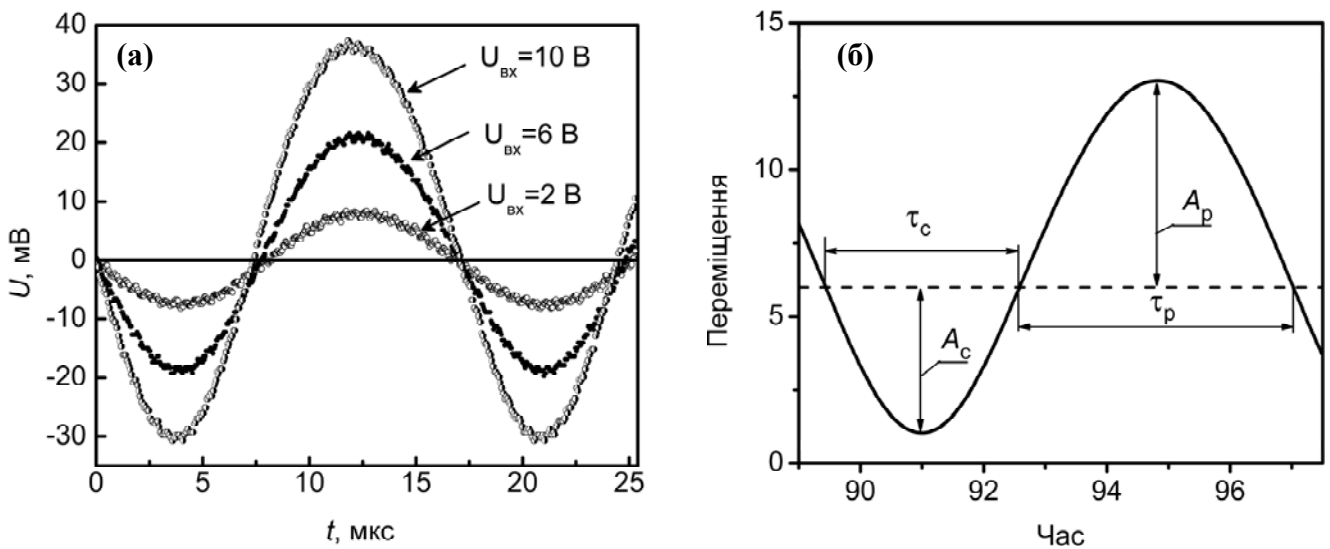


Рис. 3.24 Форма функції переміщень кінця зразка 6 ($T_S = 1623 \text{ K}$, $\theta = 0,299$) з урахуванням положення її «нуля», виміряна за різних входніх напруг збурення $U_{вх}$ (а) та схема позначень елементів функції переміщень (б)

Загальне збільшення періоду резонансних коливань τ_0 (а отже зменшення резонансної частоти f_0), яке є сумарним результатом обох процесів, відбувається внаслідок більшої інтенсивності процесів утворення нових та/або збільшення площі наявних площинних дефектів під дією навантаження розтягу у порівнянні з

інтенсивністю скорочення або анігіляції дефектів такого типу. Це можна пояснити тим, що під дією навантажень стиску вже наявний площинний дефект має лише один просторовий шлях для скорочення, натомість під дією навантажень розтягу існують різноманітні шляхи для вже наявного дефекту, що перебуває в рівновазі, для збільшення своєї площі і, крім того, існує велика кількість просторових шляхів для утворення нових дефектів [342]. Зазначимо, що, крок дискретизації під час вимірювання форми сигналу становив 0,04 мкс, а резонансна частота в результаті збільшення амплітуди сигналу збурення $U_{вх}$, від 2 В до 10 В зменшувалась 58,68 кГц до 58,44 кГц, що відповідає збільшенню періоду з 17,04 мкс до 17,11 мкс. Зважаючи на те, що, під час коливань зразка у матеріалі з множинними дефектами генерується шум (який є свідченням порушення рівноважного стану дефектів структури матеріалу (див. Рис.3.24)), з прямих вимірювань нам не вдалося визначити зміну пружності матеріалу окремо під час розтягу і під час стиснення і встановити їх внесок в інтегральну зміну пружності. Якщо ж враховувати «зсув» нуля функції переміщень, з наведених на Рис.3.24 результатів випливає, що у дослідженому випадку слабо спеченого матеріалу швидкості утворення дефектів і їх анігіляції мають один порядок, а тому можна припустити, що у деяких випадках резонансна частота може збільшуватися з амплітудою коливань, хоча такі випадки не спостерігалися нами в експерименті.

3.2.7 Нелінійні акустичні явища в частотно-часовій області: повільна динаміка

Експеримент [422] показав, що після зменшення амплітуди сигналу збурення $U_{вх}$ резонансна частота відновлювалась лише частково. Так, резонансні криві зразка 5 ($T_S = 1673$ К, $\theta = 0,236$), одержані за амплітуди $U_{вх}$, що змінювалась в послідовності 10 В → 5 В → 7,5 В → 1 В (Рис.3.25,а) свідчать, що зміна резонансної частоти зі збільшенням і зменшенням амплітуди коливань відбувається за різними шляхами. Явище повільної динаміки в слабо спеченому оксиді алюмінію досліджували за такою схемою: 1) вимірювали резонансну частоту першої моди поздовжніх коливань стрижневого зразка 6, Табл.3.5 ($T_S = 1623$ К, $\theta = 0,299$) з малою амплітудою, подаючи на вхідний перетворювач синусоїдальний сигнал амплітудою

$U_{\text{вх}} = 1 \text{ В}$; 2) сигналом амплітудою $U_{\text{вх}} = 10 \text{ В}$ збурювали коливання більшої амплітуди, тобто проводили нагнітання, що спричиняло зменшення резонансної частоти; 3) зменшували амплітуду сигналу до $U_{\text{вх}} = 1 \text{ В}$ і через певні проміжки часу записували резонансні криві; 4) за резонансними кривими, типовий вигляд яких зображено на Рис.3.25,б, визначали резонансну частоту і декремент коливань.

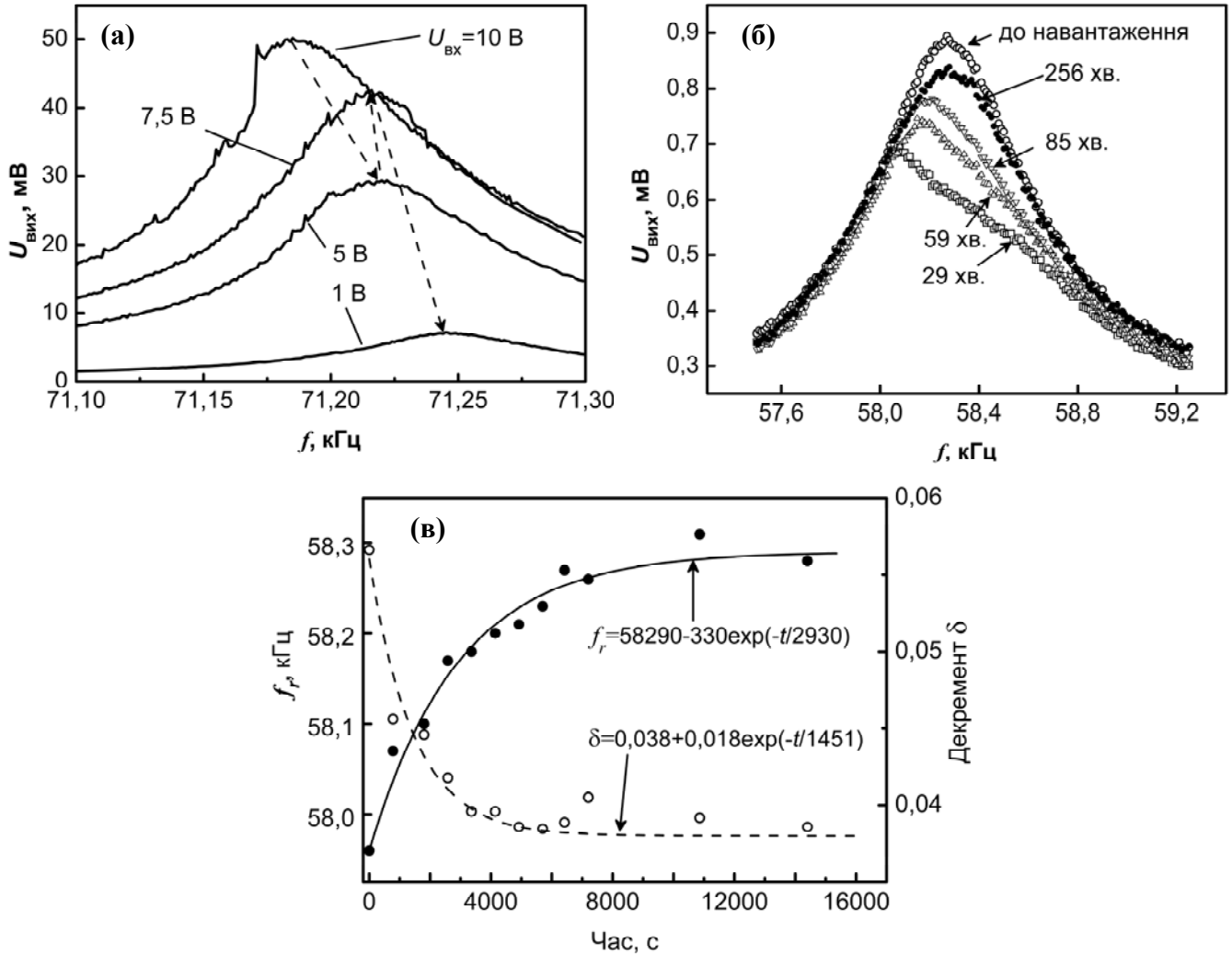


Рис.3.25 - Вплив явища повільної динаміки на зміну резонансної частоти зразка 5 з амплітудою коливань (а), та на зміну резонансних характеристик зразка б з часом після припинення нагнітання: (б) – вигляд резонансних кривих через вказаний на полі час після нагнітання, (в) – релаксація резонансної частоти f_r та декременту δ

Експериментально одержана залежність зміни резонансної частоти в процесі повільної динаміки відносно добре апроксимуються експоненціальною залежністю вигляду

$$f_r(t) = f_{r\infty} - k_e \cdot \exp(-t/\tau_f), \quad (3.7)$$

де $f_{r\infty}$ – резонансна частота в стабільному (неактивованому) стані, k_e – коефіцієнт, τ_f – стала часу релаксації резонансної частоти.

Рівняння, одержане мінімізацією відхилення розрахованих частот від вимірених за формулою (2.16), з коефіцієнтом змішаної кореляції $R^2=0,98$ мало вигляд

$$f_r(t) = 58290 - 330 \cdot \exp(-t/2930),$$

тобто стала часу відновлення резонансної частоти становила $\tau_f = 2930 \text{ с} \approx 49 \text{ хв}$.

Повільна динаміка декременту коливань задовільно описувалась експоненціальною залежністю

$$\delta(t) = 0,038 + 0,018 \cdot \exp(-t/1451) \text{ з } R^2=0,96,$$

тобто стала часу релаксації декременту коливань була вдвічі меншою і становила $\tau_\delta = 1451 \text{ с} \approx 24 \text{ хв}$. Апроксимація даних з релаксації декременту логарифмічною залежністю показала набагато слабшу кореляцію ($R^2=0,74$), на відміну від результатів для скляних і сталевих зразків з одиничними тріщинами [423]. Зауважимо, що вимірювання форми резонансної кривої потребує певного часу ($\sim 1 \text{ с}$ на кожну експериментальну точку на Рис.3.25,б), тому перше вимірювання резонансної частоти відбулося через 960 с після припинення коливань великої амплітуди і саме цей момент часу був обраний за $t = 0$ (Рис.3.25,в).

Можливі процеси на мікроскопічному рівні, відповідальні за явище повільної динаміки обговорюються в п.4.2.

Висновки до розділу 3

1. На основі аналізу експериментально визначеного комплексу характеристик пружності і дисипації енергії акустичної хвилі в пористих і композитних матеріалах, виготовлених на основі порошків кераміки (Al_2O_3 та ГАп) встановлено, що на швидкість поширення акустичної хвилі і модуль Юнга, обчислений на основі припущень лінійної теорії пружності, істотним чином одночасно впливає низка характеристик мезодефектної структури, а саме пористість, морфологія пор, вміст площинних дефектів, а на коефіцієнт згасання акустичної хвилі – також співвідношення довжини хвилі і розміру елемента структури, яким можуть виступати як мезодефекти структури, так і агломерат порошку. Встановлена

мультифакторність засвідчила принципову неможливість ідентифікації типу мезодефекту пористих керамічних матеріалів за результатами класичних акустичних експериментів.

2. Встановлено, що в результаті акустичного збурення зразків частково спеченого пористого оксиду алюмінію в режимі резонансних коливань з амплітудами деформацій, набагато менших за руйнівні, виникає низка нелінійних акустичних ефектів, а саме:

- релаксація, яка проявляється повільним (за час $\sim 10^4$ с) відновленням резонансної частоти коливань малої амплітуди та декремента за законом, близьким до експоненціального, після припинення коливань відносно великої амплітуди (ефект повільної динаміки);

- спотворення форми функції переміщень в часовій та частотно-часовій областях та пов'язаний з ним ефект генерування гармонік в частотному спектрі коливань;

- спотворення форми резонансної кривої та залежності резонансної частоти в частотній області та амплітуди другої гармоніки в частотному спектрі коливань від амплітуди основного тону коливань.

3. Вперше, на підставі прямих вимірювань в часовій області, встановлено, що резонансні коливання зразків неповністю спеченого оксиду алюмінію є асиметричними відносно положення рівноваги, а функція переміщень може бути задовільно описана частинами двох синусоїд різної частоти в фазах розтягу і стиску, що було підтверджено наявністю переважно парних гармонік в частотному спектрі коливань. Це доводить вирішальний вплив різноопорності розтягу і стиску на особливості акустичної поведінки матеріалів з мезодефектам структури на частотах $\sim 10^4$ Гц.

4. Встановлено, що частота резонансних поздовжніх коливань стрижневих зразків оксиду алюмінію, виготовлених за різними технологіями, зменшується внаслідок зростання амплітуди коливань за лінійним законом, тобто похідна функції відносної резонансної частоти по амплітуді відносній деформації, яка пропорційна до амплітуди сигналу з приймального перетворювача $U_{\text{вих}}$, є константою

$\frac{d}{dU_{вих}} \frac{f_r(U_{вих})}{f_0} = -C_{fU}$. Водночас встановлено, що зростання амплітуди другої гармоніки U_2 зі збільшенням амплітуди основного тону U_1 можна описати диференціальним рівнянням $\frac{d^2 U_2}{dU_1^2} = \Gamma = \text{const}$, інтегралом якого є $\Gamma = \frac{2U_2}{U_1^2}$.

5. На підставі спільного аналізу результатів вперше встановлено наявність кореляції між комплексом характеристик нелінійних акустичних явищ в зразках оксиду алюмінію, виготовлених за різними технологіями, що свідчить про спільне їх джерело, яким є двовимірні мезодефекти структури (недосконалі контакти між частинками порошку і/або тріщини). Встановлено, що об'ємні пори в діапазоні пористості 0,02...0,26 та їхня топологія в повністю консолідованій кераміці впливають лише на значення модуля пружності і не викликають нелінійних ефектів. Тому використання методів нелінійної резонансної спектроскопії є перспективним для ідентифікації типу дефектів під час неруйнівного контролю керамічних виробів.

Основні результати, викладені в розділі, опубліковані в роботах [373, 374, 387, 403, 408, 416, 422].

Розділ 4 МОДЕЛЮВАННЯ МЕХАНІЧНОЇ ПОВЕДІНКИ МАТЕРІАЛІВ, ЩО МІСТЯТЬ ПОРИ ТА НЕДОСКОНАЛІ ПОВЕРХНІ РОЗДІЛУ

Розділ присвячений моделюванню механічної поведінки матеріалів, що містять об'ємні (пори) і двовимірні елементи мезоструктури (недосконалі поверхні розділу між частинками порошку, тріщини тощо).

Наявність двовимірних елементів мезоструктури практично не впливає на середню густину матеріалу, проте істотно впливає на його експлуатаційні, зокрема механічні, характеристики. В даному розділі запропоновано модель, яка дозволила описати пружну поведінку матеріалу за наявності мезоструктури такого типу і оцінити її вплив на властивості матеріалу. Прямою задачею такого моделювання є прогнозування експлуатаційних властивостей матеріалів за характеристиками наявних двовимірних елементів, що важливо, наприклад для визначення ресурсу виробів. Оберненою задачею є використання результатів моделювання для визначення наявності двовимірних дефектів за вимірними акустичними характеристиками матеріалів як для неруйнівного контролю виробів, так і під час моніторингу технологічних процесів консолідації ПМ та КМ.

4.1 Обґрунтування моделі за результатами експериментів

В Розділі 3 було експериментально показано, що неповністю консолідовані матеріали, які виробляються за порошковими технологіями (зокрема, керамічні), демонструють такі особливості відгуку на акустичну дію:

- 1) власна частота, а отже і модуль пружності, зразків частково спечених матеріалів менша, ніж повністю спечених такої ж пористості;
- 2) власні частоти коливань зразка зменшується зі збільшенням їхньої амплітуди, причому відносний зсув частоти менший у більш повно консолідованих матеріалів;
- 3) в частотній області дефектні матеріали під час коливань генерують другі гармоніки, рівень яких залежить від якості спікання; треті гармоніки мають значно менший рівень, а в деяких зразках не перевищують рівня завад;

4) в часовій області форма функції переміщень під час поздовжніх коливань за першою модою частково спеченого стрижневого зразка оксиду алюмінію, збуреного синусоїдальним сигналом, є несиметричною відносно рівноважного (недеформованого) стану зразка, причому фази розтягу і стиску повного циклу коливань можуть бути описані частинами двох синусоїд з різними періодами;

5) в частотно-часовій області в зразках оксиду алюмінію спостерігали ефект повільної динаміки, який полягав в поступовому (декілька годин або десятки годин) відновленні резонансної частоти, яка зменшилась внаслідок дії коливань великої амплітуди.

Ці експериментально виявлені ефекти свідчать, що процеси, під час коливань можна розглядати в двох часових масштабах: швидкий процес з характеристичним часом порядку періоду коливань, у випадку наших досліджень $\tau = 1/f \sim 10^{-3} \dots 10^{-5}$ с і повільний процес з характеристичним часом порядку часу відновлення резонансної частоти $\tau \sim 10^5$ с.

Питання, які процеси на мікроскопічному рівні відповідальні за акумулювання в матеріалі впродовж нагнітання (активації) енергії деформування, необхідної для реалізації явищ повільної динаміки залишається відкритим. З одного боку, за таких малих деформацій, незважаючи на зовнішню подібність до повзучості, повільна динаміка не може бути викликана інтеркристалітною пластичністю або рухом дислокацій в кристалічній ґратці оксиду алюмінію. З іншого боку, повне відновлення резонансної частоти і декременту коливань (яке відбувається за десятки годин) свідчить про відсутність накопичення дефектів впродовж активації.

Верифікація існуючих моделей, запропонованих для пояснення джерел виникнення нелінійних акустичних ефектів свідчить про таке. Згідно з нашими спостереженнями, в фазах розтягу і стиску функція переміщень описується частинами різних синусоїд і, відповідно, треті гармоніки в спектрі коливань практично відсутні, що суперечить моделям, в яких використане феноменологічне наближення мезоскопічної поведінки матеріалу як результату колективної поведінки одиничних гістерезисних елементів («гістеронів») в просторі напруження – деформація (п.1.3), тому що в такому випадку пружність повинна змінюватись з

деформацією поступово і викликати дисторсію функції переміщень в часовій області і, відповідно, появу третьої гармоніки в частотному спектрі коливань.

На нашу думку, одержані нами результати більше узгоджуються з моделлю, яка ґрунтується на припущенні наявності у матеріалу з мезоструктурою крім стабільного стану додаткових метастабільних станів внаслідок дії між частинками контактних сил адгезії разом з силами пружності. На відміну від авторів [337, 342] ми не вважаємо, що такі сили адгезії пов'язані з конденсованою на поверхнях дефектів вологою. Очевидно, що на поверхнях металів, у тому числі пористих, присутність води призводить до утворення оксидів, тому для пояснення універсального ефекту повільної динаміки потрібно залучати інші механізми. Це підтверджують дані про явища повільної динаміки в умовах глибокого вакууму ($2 \cdot 10^{-8}$ мм. рт. ст.) [205] та про такі явища в литому сплаві Д16Т з залишковими деформаціями [424].

Отже, одержані нами результати дозволяють припустити, що після збурення коливань певної амплітуд матеріал за деякий час (час перехідного процесу) переходить в метастабільний стан, в якому недосконалі внутрішні поверхні розділу залишаються активованими увесь час коливань з цією амплітудою. Після припинення коливань за деякий час відбувається повернення (релаксація) структури до її рівноважного стану. Ймовірним джерелом активації внутрішніх поверхонь розділу можуть бути локальні зсувні деформації, що виникають в околі мезодефектів внаслідок дилатансії [425]. Під дією зовнішніх навантажень такі поверхні розділу є зімкненими, проте сили пружності одночасно розмикають їх одразу після припинення дії навантажень стиску.

Зі збільшенням амплітуди коливань (і, відповідно, деформацій) активуються поверхні більшої площі, що пояснює зменшення резонансної частоти з амплітудою. Одночасне розмикання і змикання всіх активованих поверхонь пояснює той факт, що функція переміщень може бути описана частинами двох синусоїд з різними періодами і амплітудами, а в частотному спектрі коливань з'являються постійна складова і другі гармоніки.

Пружну поведінку зразка з такого матеріалу під час коливань з певною амплітудою природно описувати в термінах асиметрії розтягу-стиску. Ефект повільної динаміки за час одиничного вимірювання, який має порядок $10^0 - 10^1$ с, помітно не впливає на його результати і в пропонованій моделі його не враховували.

4.2 Узагальнена модель матеріалу

Задачі НК загалом вимагають континуального опису ПМ тобто для акустично нелінійних пружних матеріалів необхідно сформулювати макроскопічні визначальні рівняння, враховуючи їхні мезоскопічні особливості. Класичний мікромеханічний підхід полягає в моделюванні нелінійної поведінки (зазвичай типу Герца) в одиничному контакті між частинками і наступному використанні переходу до макроскопічного рівня для одержання ефективних модулів пружності і швидкостей звуку. Обмеженням використання такого підходу для ПМ є той факт, що вже після пресування порошкове тіло не може бути адекватно описане набором частинок і очевидно, що нелінійна поведінка цих матеріалів має іншу природу. Нами був застосований інший, макроскопічний, підхід, що ґрунтується на загальних вимогах механіки твердого тіла і оборотної термодинаміки, для моделювання матеріалів з залежними від напруженого стану властивостями пружності.

Пропонована модель може бути застосована до пресовок та частково спечених ПМ, КМ і пошкоджених матеріалів, які характеризуються повною або частковою декогезією на поверхнях розділу між частинками, фазами тощо [426, 427]. Припускаємо, що дефекти не взаємодіють між собою і що всі характеристики пружних матеріалів не чутливі до такої взаємодії. Результати досліджень квазістатичної поведінки гранульованих матеріалів, наведені в Розділі 1, вказують на наявність гістерезису [200, 428], але одержані нами дані свідчать, що результати акустичного експерименту в першому наближенні можуть бути описані моделлю, яка встановлює кусково-лінійне співвідношення між напруженнями і деформаціями.

Дана модель ґрунтується на механіці ізотропного континуума і відомих вимогах до пружного потенціалу. Для класичного ізотропного матеріалу пружна енергія є квадратичною формою відносно двох змінних: відносної зміни об'єму, яка є першим

інваріантом тензору деформації і відносної зміни форми, яка є другим інваріантом девіатора тензору деформації. Вираз для пружної енергії є парними для всіх компонент тензору деформації і тому енергія, що витрачається на деформацію, не залежить від її напрямку, а закон Гука, що випливає з цього виразу, вказує, що, наприклад, модуль Юнга є однаковим за умов одновісного розтягу і стиску. Припустимо, що модельований матеріал є пружним і ізотропним, а також що деформації є нескінченно малими, тобто можуть бути виражені в термінах компоненту вектору переміщень, використовуючи співвідношення Коші. Вираз для пружного потенціалу відрізнятиметься від класичного і матиме форму (1.39):

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

де використані позначення

$$\Lambda = \sqrt{\frac{K}{2G} \varepsilon^2 + \Gamma^2}, \quad (4.1)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_{ij} \quad (4.2)$$

– перший інваріант тензору деформації (зміна об'єму),

$$\Gamma = [(\varepsilon_{ij} - \varepsilon \delta_{ij}/3)(\varepsilon_{ij} - \varepsilon \delta_{ij}/3)]^{1/2} \quad (4.3)$$

– другий інваріант девіатора тензору деформації (інтенсивність зсувних деформацій).

Параметр m , який характеризує присутність площинних дефектів і називається «ступінь недосконалості», дорівнює нулю за відсутності таких дефектів і дорівнює одиниці коли вміст дефектів призводить до відсутності опору однорідному розтягу. K і G розглядаються як узагальнені параметри. Коли $m = 0$, вираз (1.39) зводиться виразу пружного потенціалу матеріалу, для якого виконується закон Гука в класичному формулюванні $\Phi = G \left(\frac{K}{2G} \varepsilon^2 + \Gamma^2 \right)$ і тому параметри K і G можуть інтерпретуватись як модуль всебічного стиску і модуль зсуву матеріалу без площинних дефектів, відповідно.

Хоча запропонований пружний потенціал є нелінійними, він припускає кусково-лінійне взаємовідношення між напруженнями і деформаціями для простих

напружено - деформованих станів (рівномірне або одновісне навантаження). В кожному з цих випадків ефективні властивості за розтягу і стиску є різними.

4.3 Вплив характеру збурення матеріалу, що містить пори і площинні дефекти, на швидкості поширення акустичних хвиль

Розглянемо деформування пружного середовища, що заповнює напівнескінченний простір. У деякій точці на поверхні простору визначена правостороння система координат з ортогональними осями Ox_1 , Ox_2 , Ox_3 , де вісь Ox_1 напрямлена нормально до поверхні в середовище, що розглядається, як це показано на Рис.4.1, що зображує поперечний переріз, нормальний до поверхні даного простору. Координати і вектори переміщень мають компоненти x_i і u_i , відповідно, і компоненти тензорів напружень і деформацій позначені як σ_{ij} і ε_{ij} ($i, j = 1, 2, 3$), відповідно. Нехай поверхня середовища піддається динамічному навантаженню. Відзначимо, однак, що на відміну від відомих моделей, розглянутих, наприклад, в роботах [308, 429], в нашому випадку до середовища попередньо не прикладаються будь-які сталі нормальні чи дотичні напруження.

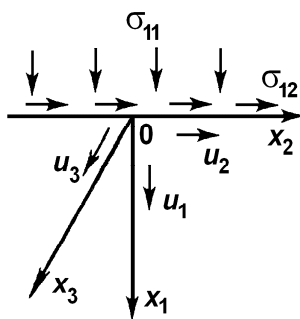


Рис.4.1 – Схема напружено-деформованого стану, що використовується для аналізу поширення хвиль

Якщо деформації є істотно малими, а масові сили відсутні, рівняння динамічної рівноваги можна записати як

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j}, \quad i, j = \overline{1,3} \quad (4.4)$$

де ρ – густина, u – переміщення і t – час.

У даній двовимірній задачі відсутні дотичні напруження σ_{13} і σ_{23} у напрямку осі Ox_3 , а також компонента вектора переміщень u_3 . Інші компоненти тензора напружень і вектора переміщень не залежать від координати x_2 . Навантаження на

границі півпростору також не залежить від координати x_2 , тому згадані компоненти є функціями лише x_1 і t . Наведене вище може бути описане системою рівнянь [430]:

$$\begin{aligned}\varepsilon_{11} &= \frac{\partial u_1}{\partial x}, \quad \varepsilon_{12} = \frac{1}{2} \frac{\partial u_2}{\partial x}, \quad \varepsilon_{22} = \varepsilon_{33} = \varepsilon_{13} = \varepsilon_{23} = 0, \\ \sigma_{13} &= \sigma_{23} = 0, \quad \sigma_{22} = \sigma_{33}, \\ \frac{\partial u_1}{\partial t} &= V_1, \quad \frac{\partial u_2}{\partial t} = V_2, \quad \frac{\partial u_3}{\partial t} = V_3 = 0,\end{aligned}\tag{4.5}$$

де ε_{ij} – компоненти тензора деформацій, σ_{ij} – компоненти тензора напружень і V_i – швидкість переміщень при деформуванні. В (4.5) і надалі вважаємо, що $x_1 = x$.

Враховуючи систему рівнянь (4.5), рівняння динамічної рівноваги (4.4) можна записати у вигляді

$$\begin{aligned}\rho \frac{\partial V_1}{\partial t} &= \frac{\partial \sigma_{11}}{\partial x}, \\ \rho \frac{\partial V_2}{\partial t} &= \frac{\partial \sigma_{12}}{\partial x}.\end{aligned}\tag{4.6}$$

Водночас, в наближенні малих деформацій зв'язок між деформаціями та швидкостями переміщень задається рівняннями

$$\begin{aligned}\frac{\partial \varepsilon_{11}}{\partial t} &= \frac{\partial V_1}{\partial x}, \\ \frac{\partial \varepsilon_{12}}{\partial t} &= \frac{\partial V_2}{\partial x}.\end{aligned}\tag{4.7}$$

Загальний зв'язок між напруженнями і деформаціями для ізотропного пружного тіла, властивості якого не залежать від третіх інваріантів тензорів σ_{ij} та ε_{ij} , має вигляд

$$\sigma_{ij} = p\delta_{ij} + \frac{\tau}{\Gamma} \left(\varepsilon_{ij} - \frac{1}{3} \varepsilon \delta_{ij} \right),\tag{4.8}$$

де $p = \frac{1}{3} \sigma_{ii}$ – перший інваріант тензора напружень або середній тиск; δ_{ij} – символ Кронекера; $\tau = \sqrt{(\sigma_{ij} - p\delta_{ij})(\sigma_{ij} - p\delta_{ij})}$ – другий інваріант девіатора тензора напружень, або інтенсивність дотичних напружень; ε і Γ визначаються формулами (4.2) і (4.3), відповідно.

Співвідношення, що пов'язують перший і другий інваріанти тензорів напружень і деформацій матеріалів, що містять площинні дефекти впливають безпосередньо з виразу пружного потенціалу (1.39) і записуються як

$$p = \frac{\partial \Phi}{\partial \varepsilon} = 2G \left(-\frac{\sqrt{\frac{K}{2G}} m}{1+m} + \frac{K}{(1+m)\Lambda} \varepsilon \right) \left(-\frac{\sqrt{\frac{K}{2G}} m \varepsilon}{1+m} + \frac{\Lambda}{1+m} \right), \quad (4.9)$$

$$\tau = \frac{\partial \Phi}{\partial \Gamma} = 2G\Gamma \left(-\frac{\sqrt{\frac{K}{2G}} m}{(1+m)^2} \frac{\varepsilon}{\Lambda} + \frac{1}{(1+m)^2} \right). \quad (4.10)$$

З іншого боку, з означення перших інваріантів тензорів напруження і деформації, враховуючи рівняння (4.5), можна записати

$$p = \frac{1}{3}(\sigma_{11} + 2\sigma_{22}), \quad (4.11)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_{11}. \quad (4.12)$$

Подібним чином, із системи рівнянь (4.5) і означення других інваріантів тензорів напруження та деформації

$$\tau^2 = 2\sigma_{12}^2 + \frac{2}{3}(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2, \quad (4.13)$$

$$\Gamma^2 = \frac{2}{3}\varepsilon_{11}^2 + 2\varepsilon_{12}^2. \quad (4.14)$$

З урахуванням наведеного, вираз для Λ набуває вигляду

$$\Lambda = \sqrt{\left(\frac{K}{2G} + \frac{2}{3}\right)\varepsilon_{11}^2 + 2\varepsilon_{12}^2}. \quad (4.15)$$

Систему рівнянь (4.6) і (4.7) після обчислення похідних $\frac{\partial \sigma_{11}}{\partial x}$ і $\frac{\partial \sigma_{12}}{\partial x}$ та використовуючи результати (4.8 – 4.10) можна подати у векторно-матричній формі

$$\frac{\partial}{\partial t} \begin{pmatrix} V_1 \\ V_2 \\ \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & a_{13} & a_{14} \\ 0 & 0 & a_{23} & a_{24} \\ 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{2} & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \frac{\partial V_1}{\partial x} \\ \frac{\partial V_2}{\partial x} \\ \frac{\partial \varepsilon_{11}}{\partial x} \\ \frac{\partial \varepsilon_{12}}{\partial x} \end{pmatrix}, \quad (4.16)$$

де

$$a_{13} = \frac{\frac{\partial p}{\partial \varepsilon_{11}} + \frac{2}{3} \frac{\tau}{\Gamma} + \frac{2}{3} \frac{\partial \left(\frac{\tau}{\Gamma} \right)}{\partial \varepsilon_{11}} \varepsilon_{11}}{\rho}, \quad a_{14} = \frac{\frac{2}{3} \frac{\partial \left(\frac{\tau}{\Gamma} \right)}{\partial \varepsilon_{12}} \varepsilon_{11} + \frac{\partial p}{\partial \varepsilon_{12}}}{\rho} \quad (4.17)$$

$$a_{23} = \frac{\frac{\partial \left(\frac{\tau}{\Gamma} \right)}{\partial \varepsilon_{11}} \varepsilon_{12}}{\rho}, \quad a_{24} = \frac{\frac{\tau}{\Gamma} + \frac{\partial \left(\frac{\tau}{\Gamma} \right)}{\partial \varepsilon_{12}} \varepsilon_{12}}{\rho}.$$

Після диференціювання виразів (4.17) одержимо коефіцієнти як функції відношення інваріантів тензорів деформації ε/Γ :

$$\begin{aligned} a_{13} &= \frac{2G}{\rho(1+m)^2} \left[\frac{(\chi^2 + \frac{2}{3})\chi}{\Lambda_1} \left(\frac{\varepsilon}{\Gamma} \right) \left(-m + \frac{(1+m^2)\chi}{\Lambda_1} \left(\frac{\varepsilon}{\Gamma} \right) - \frac{m\chi^2}{\Lambda_1^2} \left(\frac{\varepsilon}{\Gamma} \right)^2 \right) + \right. \\ &\quad \left. + \frac{2\chi\varepsilon_\Gamma^2}{\Lambda_1^2} \left((1+m^2)\chi - \frac{2}{3} \frac{m(3\chi^2+1)}{\Lambda_1} \left(\frac{\varepsilon}{\Gamma} \right) \right) + \frac{2}{3} \left(-\frac{m\chi}{\Lambda_1} \left(\frac{\varepsilon}{\Gamma} \right) + 1 \right) \right], \\ a_{14} &= \frac{4G}{\rho} \frac{m\chi}{(1+m)^2} \frac{\varepsilon_\Gamma}{\Lambda_1} \left(\frac{(\chi^2 + \frac{2}{3})}{\Lambda_1^2} \left(\frac{\varepsilon}{\Gamma} \right)^2 - 1 \right), \\ a_{23} &= -\frac{4G}{\rho} \frac{m\chi}{(1+m)^2} \frac{\varepsilon_\Gamma^2}{\Lambda_1^3}, \\ a_{24} &= \frac{2G}{\rho(1+m)^2} \left(1 + \frac{m\chi}{\Lambda_1} \left(\frac{\varepsilon}{\Gamma} \right) \cdot \left(2 \frac{\varepsilon_\Gamma^2}{\Lambda_1^2} - 1 \right) \right), \end{aligned} \quad (4.18)$$

де використані позначення

$$\chi^2 = \frac{K}{2G} = \frac{1+\nu}{3(1-2\nu)}, \quad \Lambda_1 = \frac{\Lambda}{\Gamma} = \sqrt{\chi^2 \left(\frac{\varepsilon}{\Gamma}\right)^2 + 1} \quad \text{і} \quad \varepsilon_\Gamma = \frac{\varepsilon_{12}}{\Gamma} = \sqrt{\frac{1}{2} - \frac{1}{3} \left(\frac{\varepsilon}{\Gamma}\right)^2}.$$

Після обчислення власних значень матриці жорсткості в (4.16), отримаємо вирази для швидкостей поширення поздовжньої V_l та поперечної V_t акустичних хвиль:

$$V_t = \frac{\sqrt{2a_{13} + a_{24} - \sqrt{(2a_{13} - a_{24})^2 + 8a_{14}a_{23}}}}{2}, \quad (4.19)$$

$$V_l = \frac{\sqrt{2a_{13} + a_{24} + \sqrt{(2a_{13} - a_{24})^2 + 8a_{14}a_{23}}}}{2}. \quad (4.20)$$

У випадку відсутності дефектів типу щілин (при $m=0$), швидкості поширення пружних хвиль збігаються з обчисленими на основі закону Гука, а саме

$$V_{t0} = \sqrt{\frac{G}{\rho}}, \quad V_{l0} = \sqrt{\frac{K + \frac{4}{3}G}{\rho}}.$$

На Рис. 4.2 наведені графіки залежностей швидкостей поздовжньої (Рис.4.2, а) та поперечної (Рис.4.2, б) акустичних хвиль в матеріалах з різним ступенем недосконалості, що характеризується параметром m , розрахованих за формулами (4.19) і (4.20), від відношення інваріантів тензорів деформації ε/Γ . Обчислені значення швидкостей нормували на значення швидкостей відповідних типів акустичних хвиль в досконалому матеріалі ($m = 0$).

Результати показують, що запропонована модель описує факт зменшення швидкості поширення акустичних хвиль в матеріалі при збільшенні вмісту дефектів типу щілин, який моделюється величиною параметру m . Також, наведені результати свідчать, що, на відміну від класичної теорії пружності, в матеріалах з модельованими недосконалостями швидкості поширення як поздовжньої, так і поперечної акустичних хвиль не є константами – вони залежать від характеру динамічних навантажень, що описується відношенням ε/Γ .

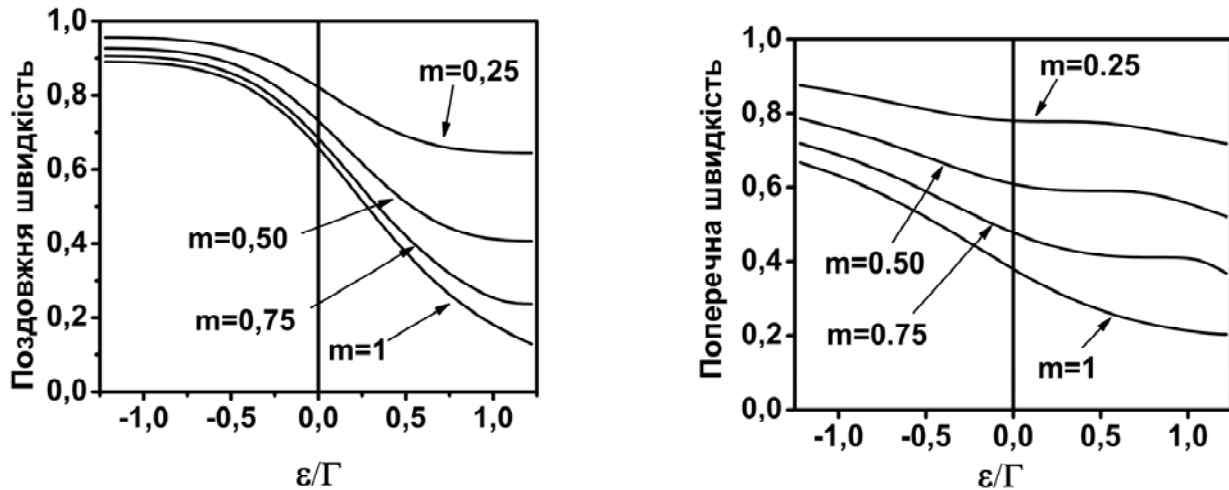


Рис.4.2 – Залежність нормованих швидкостей поширення поздовжньої (а) та поперечної (б) акустичних хвиль в матеріалах з різним ступенем недосконалості від відношення ε/Γ

Одержані результати цілком відповідають концепції про відмінність механічної поведінки матеріалів з дефектами типу щілин при розтягуванні і стисненні. За умови динамічних навантажень розтягуванням і стисненням швидкості поширення акустичних хвиль набувають різних значень. Більш детальний аналіз показує, що більш чутливими до наявності вказаних дефектів в модельному матеріалі при динамічному розтягуванні є поздовжні хвилі, натомість при навантаженні стисненням, а також при чисто зсувних навантаженнях ($\varepsilon_{11} = 0$) наявність дефектів більше впливає на швидкість поперечної хвилі. Результати моделювання вказують напрямок розробки нових методів неруйнівного контролю матеріалів з дефектами типу щілин (зокрема порошкових і композиційних матеріалів) на основі врахування нелінійних акустичних ефектів.

4.4 Пружні поздовжні вільні коливання стрижня, матеріал якого по-різному опирається розтягу і стиску, за відсутності демпфування

Розглянемо задачу про вільні поздовжні коливання стрижня з модельованого матеріалу в першому наближенні. Вважаємо довжину поздовжніх хвиль коливань великою у порівнянні з розмірами поперечних перерізів і розмірами структурних

елементів ПМ та КМ, тому впливом поперечних переміщень і згасанням хвилі внаслідок геометричного розсіювання на характер поздовжнього руху нехтуємо.

Позначимо через u_x поздовжнє переміщення точки поперечного перерізу з координатою x вільного від навантажень призматичного стрижня. Для одновимірного пружного середовища зв'язок між напруженнями σ_x і деформаціями

$\varepsilon_x = \frac{\partial u_x}{\partial x}$ в напрямку x визначається законом Гука:

$$\sigma_x = E\varepsilon_x. \quad (4.21)$$

Модуль пружності E модельованого матеріалу є кусково-лінійною функцією ε , тобто змінює своє значення в залежності від знаку деформації, проте ці значення залишаються константами весь час, поки пружна деформація має той самий знак. Модуль пружності такого матеріалу в умовах стиску E_2 перевищує його значення за розтягу E_1 , а графік залежності напруження від деформації має вигляд, зображений на Рис.4.3 і описується формулою:

$$E = \frac{E_1 + E_2}{2} + \frac{E_1 - E_2}{2} \text{sign}(\varepsilon) \quad (4.22)$$

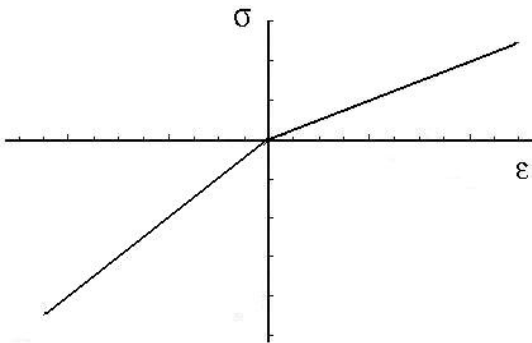


Рис. 4.3 – Вигляд залежності напруження від деформації модельного матеріалу, що містить площинні дефекти

Функцію $\text{sign}(\varepsilon) = \frac{\varepsilon}{|\varepsilon|}$ можна замінити на наближену функцію

$$\text{sign}(\varepsilon) \approx \frac{\varepsilon}{\sqrt{k^2 + \varepsilon^2}}, \quad (4.23)$$

графік якої за умови значення сталої $k^2=0,001$ наведено на Рис.4.4.

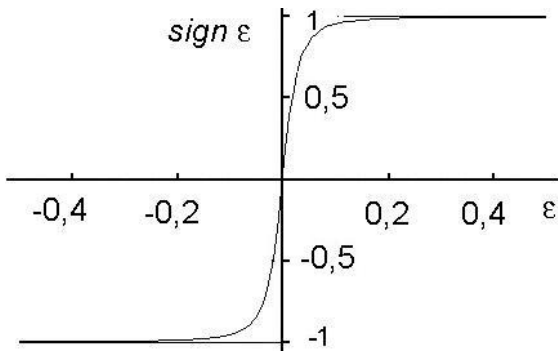


Рис. 4.4 – Графік функції $sign(\varepsilon)$ згідно з формулою (4.23)

Підставивши вирази (4.22) та (4.23) до (4.21), одержимо рівняння, що пов'язує напруження і деформації в одновимірному кусково-лінійному пружному середовищі

$$\sigma_x = \left(\frac{E_1 + E_2}{2} + \frac{E_1 - E_2}{2} \cdot \frac{\varepsilon_x}{\sqrt{k^2 + \varepsilon_x^2}} \right) \cdot \varepsilon_x. \quad (4.24)$$

Розглянемо поздовжні вільні коливання, що виникають в пружному стрижні, матеріал якого містить двовимірні дефекти та деформується в пружній області за законом (4.24). Коли в стрижні виникають поздовжні коливання, сума поздовжніх сил, що діють на нескінченно малий елемент стрижня у відповідності з принципом Даламбера дорівнює нулю. Рівняння руху такого пружного стрижня одержимо, прирівнюючи силу внутрішніх напружень $\frac{\partial \sigma_x}{\partial x}$ до добутку прискорення

$\frac{\partial^2 u_x}{\partial t^2} = \frac{\partial}{\partial t} \frac{\partial u_x}{\partial t} = \frac{\partial V_x}{\partial t}$ на масу одиниці об'єму тіла, тобто на його густину ρ [160]:

$$\rho \frac{\partial V_x}{\partial t} = \frac{\partial \sigma_x}{\partial x}. \quad (4.25)$$

Після підстановки рівняння (4.21) в (4.25) одержимо

$$\frac{\partial V_x}{\partial t} = \frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial x} [E \varepsilon_x], \quad (4.26)$$

де модуль пружності E , на відміну від класичного рівняння, є функцією деформації у відповідності до рівняння (4.22), а швидкість $V_x = \frac{\partial u_x}{\partial t}$ та деформація $\varepsilon_x = \frac{\partial u_x}{\partial x}$ є функціями часу t та координати x . Інше рівняння системи впливає з визначення деформації за умови малих деформацій:

$$\frac{\partial}{\partial t} \varepsilon_x = \frac{\partial}{\partial t} \frac{\partial u_x}{\partial x} \Rightarrow \frac{\partial \varepsilon_x}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \frac{\partial u_x}{\partial t} = \frac{\partial V_x}{\partial x}. \quad (4.27)$$

Припустимо, що функції ε і V мають вигляд

$$\begin{aligned} \varepsilon(t, x) &= f(x) \cos \omega t; \\ V(t, x) &= g(x) \sin \omega t. \end{aligned} \quad (4.28)$$

Тоді одержимо систему рівнянь

$$\begin{cases} \frac{\partial \varepsilon_x}{\partial t} - \frac{\partial V_x}{\partial x} = 0, \\ \frac{\partial V_x}{\partial t} - \frac{1}{\rho} \frac{\partial \sigma_x}{\partial x} = 0, \end{cases} \quad (4.29)$$

де σ_x визначається формулою (4.24), яка після диференціювання набуває вигляду

$$\begin{cases} -\omega \cdot f(x) - g'(x) = 0 \\ \omega g(x) - \frac{f'(x)}{\rho} \left(\frac{E_1 + E_2}{2} + \frac{(E_1 - E_2)(2k^2 f(x) \cos \omega t + f(x)^3 \cos^3 \omega t)}{2(k^2 + f(x)^2 \cos^2 \omega t)^{3/2}} \right) = 0 \end{cases}$$

На Рис. 4.5 подані результати розв'язку наведеної системи рівнянь відносно $f(x)$, що описує розподіл деформації за довжиною стрижня, для різних моментів часу за граничних умов, що відповідають модельному експерименту з поширення поздовжньої хвилі

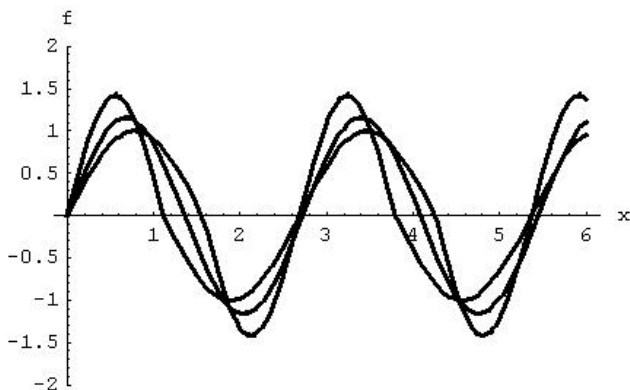


Рис. 4.5 – Функції деформації $f(x)$ в моменти часу $t = 0, \pi/4$ та $\pi/3$ за умов $f(0) = 0, g(0) = 1$

Дані, що отримані у припущенні певної структури $\varepsilon(t, x)$ та $V(t, x)$ у відповідності до формул (4.27) були перевірені на підставі загальної моделі поширення поздовжньої хвилі. Цей процес описується диференціальним рівнянням в часткових похідних гіперболічного типу. Задача поширення хвилі відповідає задачі Коші для цього рівняння, яке, на відміну від рівняння за моделлю Гука, є нелінійним. На рисунку 4.6 наведено результати чисельного розв'язку системи рівнянь (4.29) за початкових умов в момент $t = 0$: $\varepsilon(0, x) = \cos \frac{2\pi x}{6}$, $V(0, x) = 0$, тобто

коли в початковий момент часу деформація розподілена по довжині нерухомого стрижня за гармонічним законом. Вважали, що густина $\rho = 1$. Одержані результати свідчать, що на відміну від матеріалу, поведінка якого відповідає закону Гука в класичному формулюванні, в модельованому матеріалі з часом змінюється період коливань, а форма розподілу деформацій за довжиною зразка відхиляється від синусоїдальної.

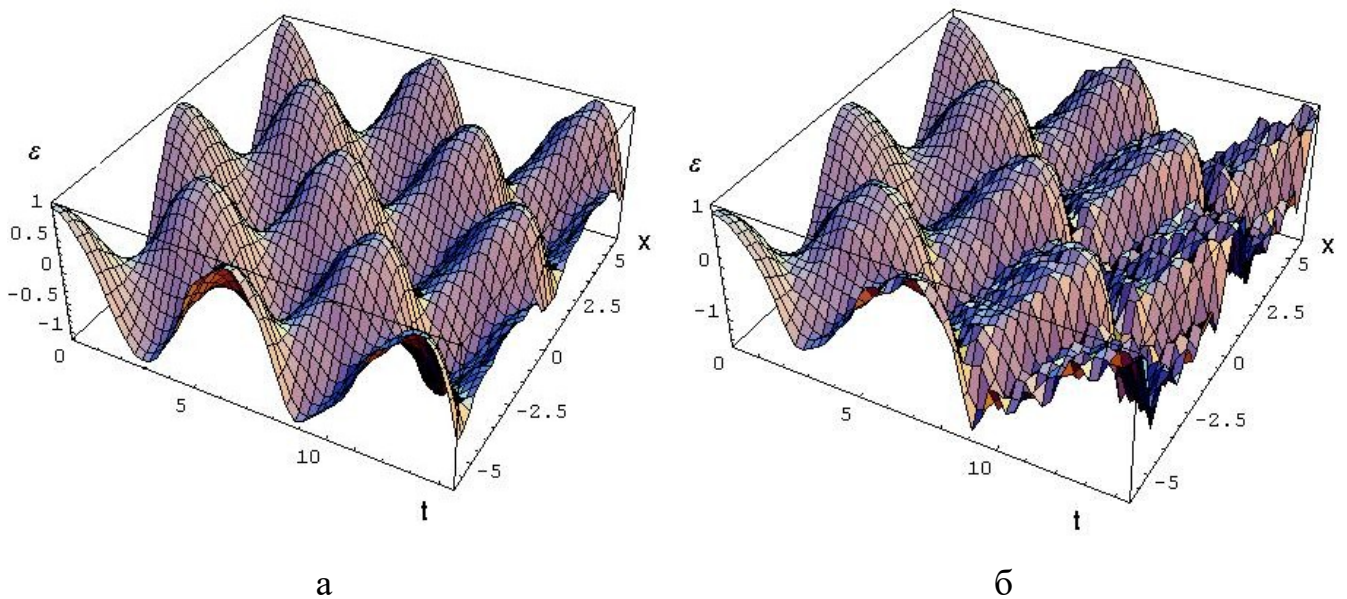


Рис.4.6 – Результати чисельного моделювання коливань одновимірному тіла у випадках $E_1 / E_2 = 0,8$ (а) та $0,6$ (б).

Отже, якщо матеріал має однаковий опір за умов розтягу і стиску, ділянки розташовуються таким чином, що утворюють синусоїду. Коли ж матеріал характеризується різним опором за умов розтягу і стиску, а саме опір за умов стиску

перевищує опір за умов розтягу, амплітуда поздовжньої деформації в загальному випадку на розтягнутих і стиснених ділянках є різною. Натомість, протяжність розтягнутих і стиснених ділянок обернено пропорційна амплітудам деформації. Збільшення різниці між опором за умов розтягу і стиску призводить до подальшого відхилення форми функції деформації від синусоїди.

Отриманий результат вказує шлях формулювання експериментально-розрахункової методики ідентифікації елементів мезоструктури різних типів, а саме на можливість одночасного визначення вмісту об'ємних пор і 2D мезодефектів та розділення їхнього внеску в ефективну реакцію таких матеріалів.

4.5 Резонансна частота поздовжніх коливань стрижня

Зв'язок між резонансною частотою першої моди поздовжніх коливань стрижня з матеріалу, що містить об'ємні пори і площинні дефекти і демонструє різну пружність за розтягу і стиску, можна виразити аналітично [431].

Поширення пружної хвилі в стрижні з такого матеріалу, можна описати одновимірним хвильовим рівнянням (4.29). Якщо стрижень довжиною l матиме незакріплені кінці, то кругові частоти його власних коливань дорівнюватимуть [160]:

$$\omega = \frac{V_r \pi}{l} n, \quad (4.30)$$

де n – номер моди власних поздовжніх коливань стрижня.

Відповідно, період коливань за основною (першою власною) модою коливань

$$\tau = \frac{1}{f} = 2l \sqrt{\frac{\rho}{E}}, \quad (4.31)$$

де f – лінійна частота основної моди поздовжніх коливань.

Стрижень з модельованого матеріалу деформується у відповідності до закону Гука як у фазі розтягу, так і в фазі стиску, проте модулі пружності матеріалу в обох

фазах будуть різними. Тому повний період основної форми його поздовжніх коливань становитиме

$$\tau = l \cdot \left(\sqrt{\frac{\rho}{E_1}} + \sqrt{\frac{\rho}{E_2}} \right). \quad (4.32)$$

де E_1 і E_2 – модуль Юнга матеріалу в фазі розтягу і в фазі стиску, відповідно. Як і раніше, вважали, що розкриття дефектів в процесі коливань не впливає на густину матеріалу. Тоді частота основної форми поздовжніх коливань пов'язана з характеристиками пружності матеріалу, що містить площинні дефекти як

$$f = \frac{1}{l\sqrt{\rho}} \left(\frac{\sqrt{E_1 \cdot E_2}}{\sqrt{E_1} + \sqrt{E_2}} \right), \quad (4.33)$$

а ефективне значення модуля Юнга, визначене з результатів вимірювань резонансної частоти стрижневого зразка з використанням формули (4.31), пов'язане з модулями пружності модельованого матеріалу як

$$E_{eff} = \frac{4E_1 \cdot E_2}{\left(\sqrt{E_1} + \sqrt{E_2}\right)^2}. \quad (4.34)$$

Результат моделювання коливань стрижня з матеріалу, пружність якого в розтягнутому стані є меншою за таку у випадку стиснення, в умовах поздовжніх резонансних (вимушених) коливань за першою модою, з урахуванням дії зовнішньої періодичної сили і демпфування, зображено на Рис.4.7. Результати моделювання наведені в безрозмірних одиницях.

На цьому ж Рис.4.7 наведено графік гармонічної функції, період якої збігається з періодом коливань стрижня з модельованого матеріалу (тобто має частоту основного тону його коливань), а також графік різниці цих двох функцій. Як видно, амплітуда цієї різниці змінюється з подвоєною частотою основного тону коливань.

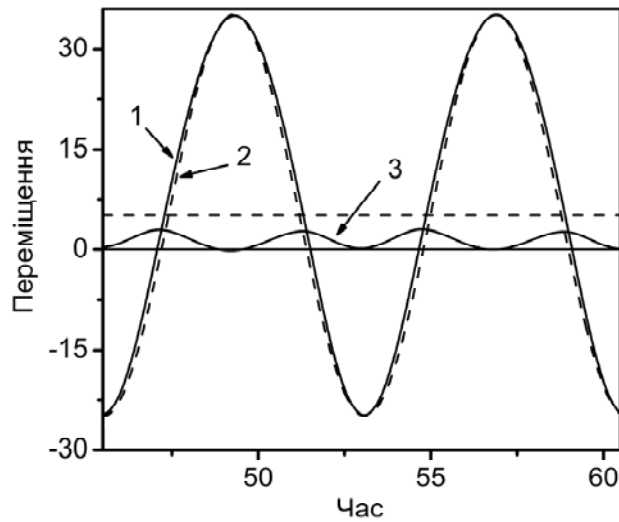


Рис.4.7 - Результати моделювання поздовжніх резонансних коливань за першою модою: 1 – функція $u(t)$; 2 – гармонічна функція основного тону коливань $B_{1x}\cos\omega_{0x}t$; 3 – різниця $[u(t) - B_{1x}\cos\omega_{0x}t + \varphi_{0x}]$; Суцільна пряма позначає рівень напруги, що відповідає недеформованому стану зразка, штрихова пряма – рівень половини розмаху («нулів») гармонічної функції основного тону

Порівняння Рис.4.7 та Рис.3.23, на якому зображені результати експериментальних вимірювань форми коливань зразка Al_2O_3 , дозволяють зробити висновок, що модель, незважаючи на її наближеність, добре описує особливості коливань матеріалу з дефектами, а також показує, що можливим джерелом генерування гармонік, зокрема, другої гармоніки є відмінність пружної поведінки таких матеріалів в фазах розтягу і стиску.

За допомогою цієї моделі можна, також, пояснити причини виникнення сталої складової в спектрі сигналу відгуку на ультразвукове збурення матеріалів, що експериментально спостерігалась нами, а також іншими дослідниками [255, 256, 421]. Внаслідок різноопорності, амплітуда коливань (максимальне переміщення від положення рівноваги) в фазі розтягу є більшою за амплітуду в фазі стиску. Тому гармонічний аналіз показує зміщення «нуля» гармонічної функції основного тону, що визначається як координата середини розмаху цієї функції, тобто з'являється стала складова сигналу (Рис.3.23).

4.6 Ефективні механічні характеристики в умовах вигину

В даному пункті розглянуто вплив наявності площинних дефектів, які характеризуються різним опором за розтягу і стиску, на поведінку матеріалу в умовах чистого вигину і на величину ефективного модуля Юнга, що визначається за стандартною методикою за умови чотириточкового вигину [203]. Припускали, що модельований матеріал має різні модулі Юнга і коефіцієнти Пуассона за різних знаків деформації: за розтягу ($\epsilon_0 > 0$) E_1 і ν_1 , а за стиску ($\epsilon_0 < 0$) E_2 і ν_2 . Графік залежності між напруженнями і деформаціями такого матеріалу, зображений на Рис.4.3, свідчить, що ця залежність лінійна на всьому шляху розтягу і стиску, проте кут нахилу прямої в точці 0 змінюється.

Результати дозволяють оцінити значення ефективного модуля Юнга в процесі акустичних коливань на вигин, а також під час випробувань на квазістатичний вигин, що застосовують для визначення характеристик пружності і міцності матеріалів, які крихко руйнуються в умовах розтягу, зокрема не повністю спечених порошкових пресовок [46, 432].

Модуль Юнга матеріалу розраховували за формулою, одержаною з розв'язку задачі вигину балки в формулюванні Бернуллі – Ейлера, де припускається, що характеристики пружності матеріалу є константами, і виконується гіпотеза плоских перерізів, тобто плоскі до початку деформування поперечні перерізи балки вважаються після деформування плоскими і ортогональними до вигнутої осі.

Наближене диференціальне рівняння вигнутої осі балки має вигляд [433]:

$$EI_x \frac{d^2 w}{dz^2} = M_x(z), \quad (4.35)$$

де E – модуль Юнга, I_x – момент інерції перерізу відносно осі x , що проходить через його площину, w – прогин, $M_x(z)$ – згинальний момент.

Якщо балка навантажена тільки зосередженими силами, при сталому моменті інерції перерізу інтегрування рівняння (4.35) дає розв'язок

$$w(z) = w(0) + w'(0)z + \frac{1}{EI_x} \sum \frac{P(z - z_n)^3}{3!} \quad (4.36)$$

де z – координата точки прикладення зосередженої сили P , константи інтегрування $w(0)$ та $w'(0)$ визначають з граничних умов. У випадку вільно опертої балки переміщення в опорах дорівнюють нулю, тобто граничні умови мають вигляд $w(0)=0$ та $w(l)=0$.

Квазістатичні механічні випробовування матеріалів проводять за двома схемами навантаження зразка у вигляді балки прямокутного поперечного перерізу, що лежить на двох нерухомих опорах: 1) навантаження зосередженою силою P відбувається посередині відстані між опорами (треточковий вигин), і 2) навантаження прикладається в двох точках, що розташовані на однаковій відстані від опор (чотириточковий вигин). В останньому випадку вважають, що балка навантажена двома однаковими силами $P/2$, а середня частина балки (між точками прикладання зусилля) перебуває в умовах чистого вигину, тобто на цю частину балки діє лише згинальний момент. Якщо l – відстань між нерухомими опорами, а зосереджені сили прикладені симетрично на відстані $l/4$ від середини прогону, а відтак на такій самій відстані від нерухомих опор, реакція опори дорівнює $P/2$. Вона напрямлена проти дії сили, тому є від'ємною, натомість прикладені сили є додатними.

У даному випадку, коли сили прикладені симетрично відносно середини прогону, максимальний прогин балки w_{\max} розташований посередині прогону і дорівнює

$$w_{\max} = \frac{11}{768} \frac{P l^3}{E I_x}. \quad (4.37)$$

З рівняння (4.37) у стандартному випадку зразка прямокутного поперечного перерізу, враховуючи $I_x = \frac{bh^3}{12}$, модуль Юнга матеріалу:

$$E = \frac{11}{64} \frac{P}{w_{\max}} \frac{l^3}{bh^3} \quad (4.38)$$

де l – відстань між нерухомими опорами, а b і h – ширина і висота балки, відповідно.

Очевидно, що для матеріалу, модуль пружності якого залежить від напрямку деформування, величина коефіцієнту в диференціальному рівнянні (4.35), а відтак і

величина максимального прогину (4.37), стають невизначеними внаслідок того, що частина волокон вигнутого зразка перебувають в розтягнутому, а частина – в стисненому стані. Практично це означає, що залишається невідомим, як можна поставити у відповідність до модулів пружності матеріалу за умов розтягу і стиску величину, обчислену за формулою (4.38) з використанням експериментально виміряного значення максимального прогину балки.

Для того, щоб встановити величину максимального прогину балки з матеріалу, що містить площинні дефекти, розглянемо двошаровий зразок, схематичне зображення перерізу якого наведено на Рис.4.8.

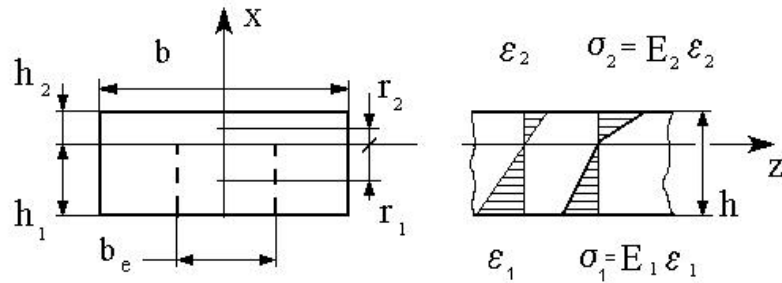


Рис.4.8 – До розрахунку напружень в різноопорному матеріалі за чистого вигину

Густина шарів такого матеріалу однакова, а модулі пружності різні: розтягнені волокна мають модуль пружності E_1 , а стиснені – E_2 . Межею поділу між шарами є нейтральна поверхня, положення якої визначимо з таких міркувань. При вигині тонкого стрижня в площині xOz всі компоненти тензора внутрішніх напружень дорівнюють нулю за винятком компоненти розтягу (стиску), напрямленої вздовж осі стрижня z , яка дорівнює [160]

$$\sigma_{zz} = \frac{x}{R} E \quad (4.39)$$

де R – радіус кривизни нейтральної поверхні, x – значення координати обраного елемента стрижня відносно нейтральної поверхні. Напруження в розтягнутих волокнах σ_1 і в стиснених волокнах σ_2 дорівнюють відповідно

$$\sigma_1 = \frac{x}{R} E_1 \quad \text{і} \quad \sigma_2 = \frac{x}{R} E_2. \quad (4.40)$$

В умовах чистого вигину повна сила внутрішніх напружень, що діють в поперечному перерізі стрижня, дорівнює нулю

$$\int_S \sigma_{zz} dS = 0, \quad (4.41)$$

де S - площа поперечного перерізу стрижня. У випадку прямокутного поперечного перерізу $dS = b \cdot dx$ і після підстановки (4.40) в (4.41), одержимо

$$\frac{E_1 b}{R} \int_0^{h_1} x dx = \frac{E_2 b}{R} \int_0^{h_2} x dx, \quad (4.42)$$

звідки після інтегрування

$$E_1 h_1^2 = E_2 h_2^2. \quad (4.43)$$

З умови $h = h_1 + h_2$ товщини розтягнутого h_1 і стисненого h_2 шарів:

$$h_1 = \frac{h \sqrt{E_2}}{\sqrt{E_1} + \sqrt{E_2}} \quad \text{і} \quad h_2 = \frac{h \sqrt{E_1}}{\sqrt{E_1} + \sqrt{E_2}}, \quad (4.44)$$

де, як і раніше, E_1 і E_2 – модулі Юнга матеріалу за розтягу і за стиску, відповідно.

Максимальний прогин балки з матеріалу, що моделюється, дорівнює прогину балки еквівалентної жорсткості з матеріалу зі сталим модулем Юнга, який не залежить від вигляду навантаження. Параметри такої балки отримаємо заміною розтягнутого шару матеріалу еквівалентним шаром матеріалу з модулем Юнга E_2 , як в розрахунках напружень в біметалах [434]. Вважаємо, що товщини шарів залишаються попередніми, а ширину еквівалентного шару b_e визначаємо з умови рівності моментів внутрішніх зусиль для перерізу зразка за формулою

$$b_e = b \frac{E_1}{E_2} \quad (4.45)$$

Зведений момент інерції перерізу еквівалентного зразка дорівнює

$$I_{3e} = \frac{b h_2^3}{12} + b h_2 r_2^2 + \frac{b_e h_1^3}{12} + b_e h_1 r_1^2, \quad (4.46)$$

де r з відповідними індексами – відстань від центру перерізу відповідного «шару» до нейтральної лінії. Позначення наведені на Рис.4.8. Враховуючи, що в даному випадку $r_1 = \frac{h_1}{2}$, $r_2 = \frac{h_2}{2}$, після підстановки (4.44) і (4.45) в (4.46), одержимо

$$I_{36} = \frac{bh^3}{3} \frac{E_1}{(\sqrt{E_1} + \sqrt{E_2})^2}. \quad (4.47)$$

Отже, найбільший прогин еквівалентної балки, модуль Юнга матеріалу якої E_2 :

$$w_{\max} = \frac{11}{768} \frac{Pl^3}{E_2 I_{36}} = \frac{11}{768} \frac{Pl^3}{E_2 \frac{bh^3}{3} \frac{E_1}{(\sqrt{E_1} + \sqrt{E_2})^2}}. \quad (4.48)$$

Чисельний коефіцієнт наведений для випадку чотириточкового вигину за стандартною схемою, параметри якої наведено раніше.

Прирівняємо вирази (4.48) і (4.37) і одержимо

$$E_{efb} I = E_2 I_{36}, \quad (4.49)$$

звідки, враховуючи вирази для моментів інерції, остаточно знаходимо рівняння зв'язку ефективного модуля Юнга в умовах чотириточкового вигину E_{efb} визначеного за відомою методикою, з модулями Юнга за розтягу та за стиску різноопорного матеріалу:

$$E_{efb} = \frac{4E_1 E_2}{(\sqrt{E_1} + \sqrt{E_2})^2} = \frac{4E_1}{(1 + \sqrt{E_1/E_2})^2}. \quad (4.50)$$

Вираз (4.50) пов'язує ефективний модуль Юнга E_{efb} , що визначається експериментально як результат випробувань зразка у вигляді балки прямокутного поперечного перерізу на вигин, з модулями пружності частково-лінійного матеріалу за розтягу і за стиску, що моделює пружну поведінку ПМ і КМ з недосконалими контактами. Очевидно, значення ефективного модуля Юнга будуть пов'язані з вмістом площинних дефектів такими самими залежностями.

Вираз (4.50) збігається з формулою (4.34), що пов'язує E_1 і E_2 зі ефективним модулем E_{efr} , визначеним за результатами вимірювань резонансної частоти коливань стрижня за першою модою.

В загальному випадку вигину стрижня з матеріалу, що демонструє кусково-лінійну пружну поведінку, максимальні нормальні напруження σ_2 , що виникають в стиснених волокнах, відрізняються від напружень σ_1 в розтягнутих волокнах.

Деформації, що виникають в балці за чистого вигину [160]

$$\varepsilon_{zz} = \frac{x}{R} = \frac{xM_y}{(EI)_y} \quad (4.51)$$

Підставимо параметри еквівалентної балки (Рис.4.8) і одержимо формули для розрахунку максимальних напружень розтягу σ_1 і стиску σ_2 що виникають в зразках прямокутного поперечного перерізу

$$\sigma_1 = \varepsilon_1 E_1 = \frac{E_1 h_1 M}{E_2 I_{np}}, \quad \sigma_2 = \varepsilon_2 E_2 = \frac{h_2 M}{I_{np}}. \quad (4.52)$$

Після підстановки виразів (4.44) і (4.47) в рівняння (4.52) остаточно одержимо для напружень розтягу

$$\sigma_1 = \frac{3M}{bh^2} \left(1 + \frac{\sqrt{E_1}}{\sqrt{E_2}} \right), \quad (4.53)$$

а для напружень стиску

$$\sigma_2 = \frac{3M}{bh^2} \left(1 + \frac{\sqrt{E_2}}{\sqrt{E_1}} \right). \quad (4.54)$$

Відношення напружень σ_1 і стиску σ_2 до максимальних «уявних» напружень $\sigma_a = \frac{6M}{bh^2}$, обчислених без урахування різноопорності, мають вигляд:

$$\text{напруження розтягу} \quad \frac{\sigma_1}{\sigma_a} = \frac{1}{2} \left(1 + \frac{\sqrt{E_1}}{\sqrt{E_2}} \right), \quad (4.55)$$

$$\text{напруження стиску} \quad \frac{\sigma_2}{\sigma_a} = \frac{1}{2} \left(1 + \frac{\sqrt{E_2}}{\sqrt{E_1}} \right). \quad (4.56)$$

З залежності (4.55) випливає, що істинні напруження в розтягнутій частині зразка за наявності площинних дефектів в матеріалі менші ніж визначені за відомими формулами, причому зі збільшенням дефектності різниця між цими напруженнями зростає. Водночас істинні напруження стиску (4.56) є більшими за напруження,

розраховані за стандартною формулою. Проте, оскільки граничні механічні характеристики стиску перевищують такі в умовах розтягу мінімум у декілька разів, критичними є саме напруження розтягу, бо саме вони є причиною руйнування у випробуваннях на вигин. Отже, істинні руйнівні напруження, які виникають у випробуваннях на вигин в матеріалах, які по-різному опираються розтягу і стиску, є меншими за «уявні» напруження, розраховані без урахування різноопорності, і зі збільшенням вмісту площинних дефектів, ця різниця зростає.

4.7 Пряме комп'ютерне моделювання модулів пружності на двовимірній комірці

Для визначення характеристик пружності в умовах розтягу і стиску ПМ і КМ, які містять недосконалі контакти між частинками та фазами, був застосований метод прямого комп'ютерного моделювання пружної поведінки матеріалу на репрезентативній комірці. Моделювали матеріал, що містить опуклі пори між частинками і відшарування в місцях контактів, а його ефективні модулі пружності крім відповідних характеристик твердої фази вважали залежними від двох параметрів стану, що описують негомогенний матеріал: пористості і міри площинних дефектів [202, 435, 436].

Площинні дефекти уявляли такими порушеннями суцільності, які зникають свої поверхні під дією напружень стиску і вважали, що зімкнені поверхні передають зусилля стиску так само, як суцільний матеріал, натомість в умовах розтягу береги дефектів розмикаються і їхні поверхні не передають зусиль. За ненульової концентрації площинних дефектів, модельні матеріали характеризуються різними модулями пружності при одновісному розтягу та стиску. На відміну від робіт [195, 437], де модулі пружності побудовано аналітичними методами в замкненому вигляді у припущенні малого вмісту пор і площинних дефектів, у даній роботі ефективні модулі пружності розраховували шляхом чисельного комп'ютерного моделювання методом скінченних елементів, що знімає обмеження на взаємне розташування пор та тріщин в комірці і дає можливість задати більш наближену до реальності структуру матеріалу.

Вважали, що модельовані матеріали задовольняють принципу еквівалентної гомогенності [438], згідно з яким якщо масштаб довжини осереднення є більшим за масштаб неоднорідності (розміри частинок або пор), але малим у порівнянні з характерним розміром тіла, то задача про деформування тіла може бути розв'язана з використанням осереднених властивостей, асоційованих з масштабом довжини осереднення. Для періодичної мікроструктури матеріалу і лінійно пружних властивостей принцип еквівалентної гомогенності строго обґрунтований математично [439].

Для знаходження ефективних модулів пружності розглядали плоску задачу лінійної теорії пружності. Матеріал матриці припускали лінійно пружним та ізотропним, пористість моделювали як

$$\theta = \sum S_{\theta}/S_k, \quad (4.57)$$

де S_{θ} і S_k – площа колового елемента, що має нульову густину і модулі пружності, і площа репрезентативної комірки, відповідно, а міру площинних дефектів k задавали як відношення сумарної довжини несущальності вздовж уявного контакту між частинками l до половини довжини перешийка між «порами» L :

$$k = l/L \quad (4.58).$$

Площинні дефекти моделювали витягнутими еліпсами такими, що їхня площа практично не впливала на загальну площу модельованих дефектів і припускали, що середня густина (пористість) під час навантаження не змінюється. Репрезентативна комірка, лінійний розмір якої дорівнює масштабу довжини осереднення, брали у вигляді квадрата, що містить $N \times N$ елементарних структурних одиниць (Рис.4.9, а).

Припускали, що в процесі будь-якого однопроменевого (віднульового) навантаження конфігурація дефектів не змінюється і для кожного такого навантаження ефективні властивості можна обчислити усередненням лінійно пружних властивостей.

Макродеформації, пов'язані з переміщеннями і мезодеформаціями на елементарній комірці, згідно з граничними умовами [440]

$$\begin{aligned} u_x &= \varepsilon_{xx}^0 \cdot x + \varepsilon_{xy}^0 \cdot y \\ u_y &= \varepsilon_{yx}^0 \cdot x + \varepsilon_{yy}^0 \cdot y \end{aligned} \quad (4.59)$$

де u_x, u_y – проекції переміщення на межі елементарної комірки, ε_{ij}^0 – компоненти макроскопічного тензора деформацій.

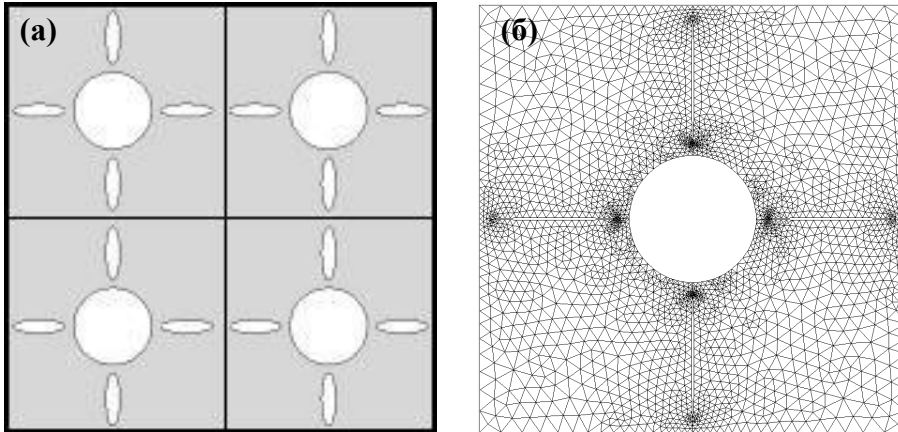


Рис.4.9 – Репрезентативна комірка з 4 елементарних структурних одиниць (а) і мережа скінченних елементів (б)

За таких граничних умов середні по комірці значення компонент тензору деформацій дорівнюють $\langle \varepsilon_{ij} \rangle = \varepsilon_{ij}^0$. Шукана питома потенціальна енергія деформування мікронеоднорідного середовища, що дорівнюватиме середній по комірці потенційній енергії деформування як функції ε_{ij}^0

$$W = W(\varepsilon_{ij}^0). \quad (4.60)$$

Питома потенціальна енергія деформування матеріалу повністю описує його пружну поведінку. Для різних напружено-деформованих станів конфігурація відкритих та закритих тріщин є різною і це дає змогу врахувати різноопірність матеріалу.

Пружний потенціал вважали залежним лише від двох інваріантів: першого інваріанта тензору деформацій (зміни об'єму) $\langle \varepsilon_{ii} \rangle = \varepsilon_0$ і другого інваріанта девіатора тензора деформацій (інтенсивності зсувних деформацій)

$$\gamma_0 = \sqrt{\left(\varepsilon_{ij} - \frac{1}{3} \varepsilon \delta_{ij} \right) \cdot \left(\varepsilon_{ij} - \frac{1}{3} \varepsilon \delta_{ij} \right)}, \text{ де } \delta_{ij} \text{ – символ Кронекера.}$$

Для відшукування прийняттого масштабу осереднення розраховували ефективні модулі пружності модельних матеріалів на серії репрезентативних комірок,

збільшуючи кількість елементарних структурних одиниць [202]. Графіки залежності обчислених відносних ефективних модулів пружності в залежності від кількості структурних одиниць для матеріалів з різною пористістю наведено на Рис.4.10.

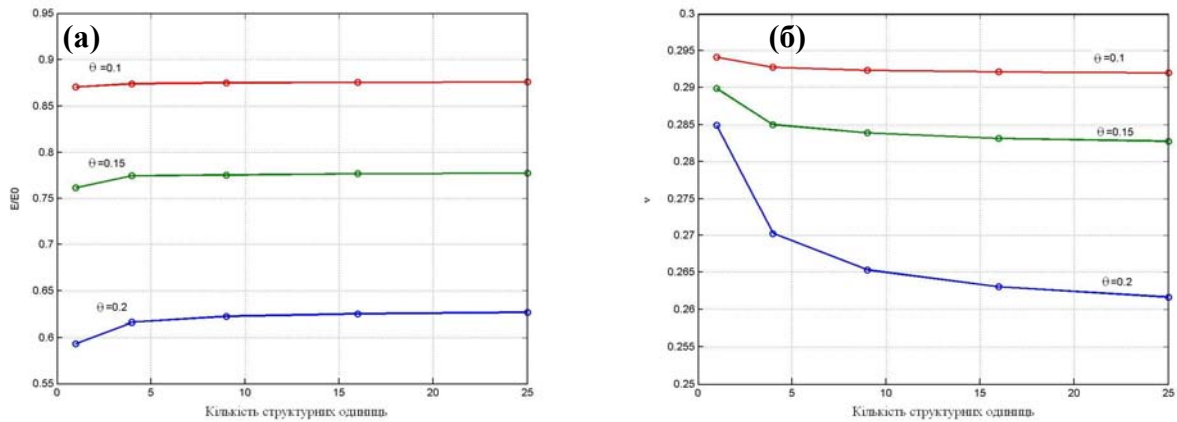


Рис.4.10 - Залежність ефективного модуля Юнга (а) і коефіцієнта Пуассона (б) матеріалів різної пористості від розміру репрезентативної комірки

Для визначеності вважали, що коефіцієнт Пуассона матеріалу без об'ємних та площинних пор дорівнює $\nu_0 = 0,3$. Як свідчать результати, для малих пористостей кількість елементарних структурних одиниць мало впливає на значення ефективних характеристик. Для більших пористостей цей вплив більш істотний, однак для матеріалів пористістю не більше 0,2 для подальших розрахунків використовували репрезентативну комірку розміром 4 x 4 елементарні структурні одиниці.

Для опису пружної поведінки порошкових матеріалів, як і раніше, було використане кусково-лінійне наближення. Питому пружну енергію задавали у вигляді несиметричного еліпсоїда в координатах (ϵ, γ)

$$W = \begin{cases} \frac{K_+}{2} \cdot \epsilon^2 + G\gamma^2; & \epsilon > 0 \\ \frac{K_-}{2} \cdot \epsilon^2 + G\gamma^2; & \epsilon < 0 \end{cases}, \quad (4.61)$$

вважаючи, що в кожній з півплощин $\epsilon > 0$ і $\epsilon < 0$ поведінка матеріалу описується класичною лінійною теорією пружності, але модулі пружності K є різними, а модуль зсуву G , внаслідок неперервності двох зімкнених поверхонь, є однаковим (Рис.4.11).

За таких припущень визначальні співвідношення різноопірної пружної поведінки є трипараметричними: як впливає з (4.61) для знаходження пружного

потенціалу достатньо взяти три різні макроскопічні однопроменеві деформації. Розглядали два набори однопроменевих деформацій: а) чистий зсув, всебічний розтяг, всебічний стиск (Рис.4.11,а); б) чистий зсув, одновісний стиск, одновісний розтяг (Рис.4.11,б).

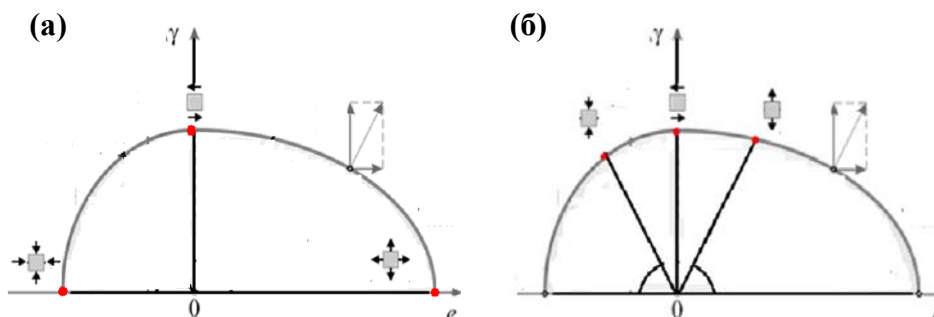


Рис.4.11 – Контури рівних значень макроскопічної питомої пружної енергії та промені напружено-деформованих станів, за якими здійснюється усереднення

Конфігурація дефектів типу щілин за різних умов деформування та відповідні граничні умови показані на Рис.4.12.

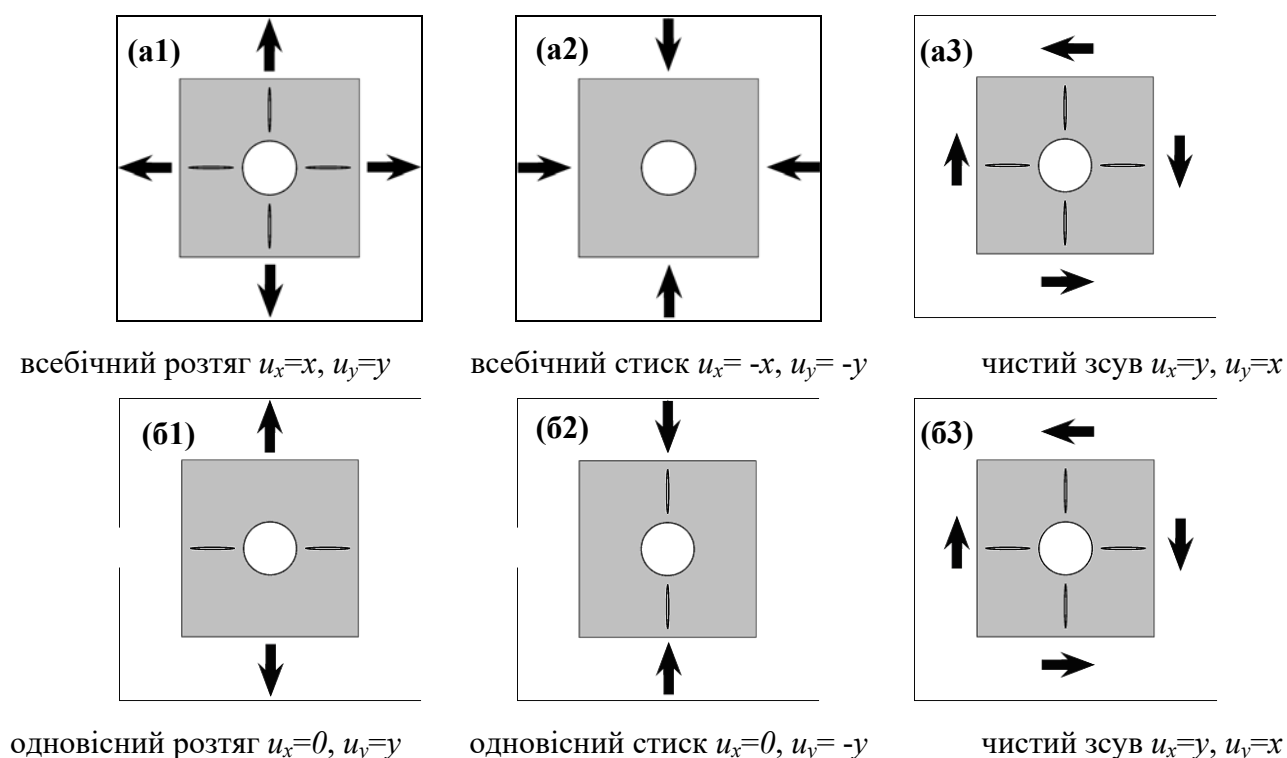


Рис.4.12 Конфігурація дефектів типу щілин відповідно до різних схем деформування

За умов всебічного розтягу усі площинні дефекти вважали розімкненими, а за всебічного стиску – зімкненими, тобто на модельній комірці вони були відсутніми

(Рис.4.12, а1, а2). Вважали, що під дією деформації одновісного розтягу розкривались площинні дефекти, розташовані перпендикулярно до осі деформування, а дефекти, орієнтовані за напрямком цієї осі були зімкненими (Рис.4.12, б1). Під дією одновісного стиску навпаки, дефекти, орієнтовані в напрямку осі деформування, вважали відкритими під дією поперечних деформацій, а дефекти, орієнтовані перпендикулярно - зімкненими (Рис.4.12, б2). В умовах чистого зсуву усі площинні дефекти вважали розімкненими. Для кожної схеми деформування розглядали два випадки розташування площинних дефектів: 1) усі дефекти розташовані по центру перемички між порами (Рис.4.12); 2) кожен з чотирьох дефектів сполучається з порою (на Рис.4.12 не показано).

Обчислювали відносний модуль Юнга E/E_0 , де під E_0 розуміли модуль Юнга матеріалу за відсутності будь-яких дефектів, та коефіцієнт Пуассона ν модельних матеріалів, вважаючи, що за умови відсутності пор та щілин $\nu_0=0,36$, тобто дорівнює коефіцієнту Пуассона титану (Рис. 4.13).

Результати обчислення ефективних модулів пружності, свідчать, про те що, як і очікувалось, зі збільшенням міри площинних дефектів модуль Юнга зменшується для всіх конфігурацій дефектів і видів навантаження, за винятком випадку всебічного стиску, причому E зменшується більш стрімко в матеріалах з меншою пористістю, особливо в умовах розтягу. У випадку всебічного стиску сталим за незмінної пористості залишається також коефіцієнт Пуассона. На відміну від модуля Юнга, зі збільшенням вмісту дефектів в матеріалі з будь-якою фіксованою пористістю коефіцієнт Пуассона в умовах стиску дещо зростає, а в умовах розтягу – стрімко зменшується до величин 0,05 – 0,1 у відповідності до першої моделі і до від’ємних значень - за другою моделлю. Адекватність результатів моделювання підтверджується тим, що від’ємні значення коефіцієнта Пуассона експериментально спостерігали методом резонансної ультразвукової спектроскопії після об’ємного обтиснення мідної піни з початковою пористістю 0,95 – 0,97 [441] та в двовимірних пористих матеріалах [442].

Отже, запропоноване припущення щодо форми функції питомої пружної енергії дозволило описати пружну поведінку порошкових матеріалів, що містять пори і

недосконалі контакти, і встановити зв'язок між ступенем недосконалості цих контактів та нелінійною пружною поведінкою матеріалів, яка проявляє себе різницею значень характеристик пружності в умовах розтягу і стиску.

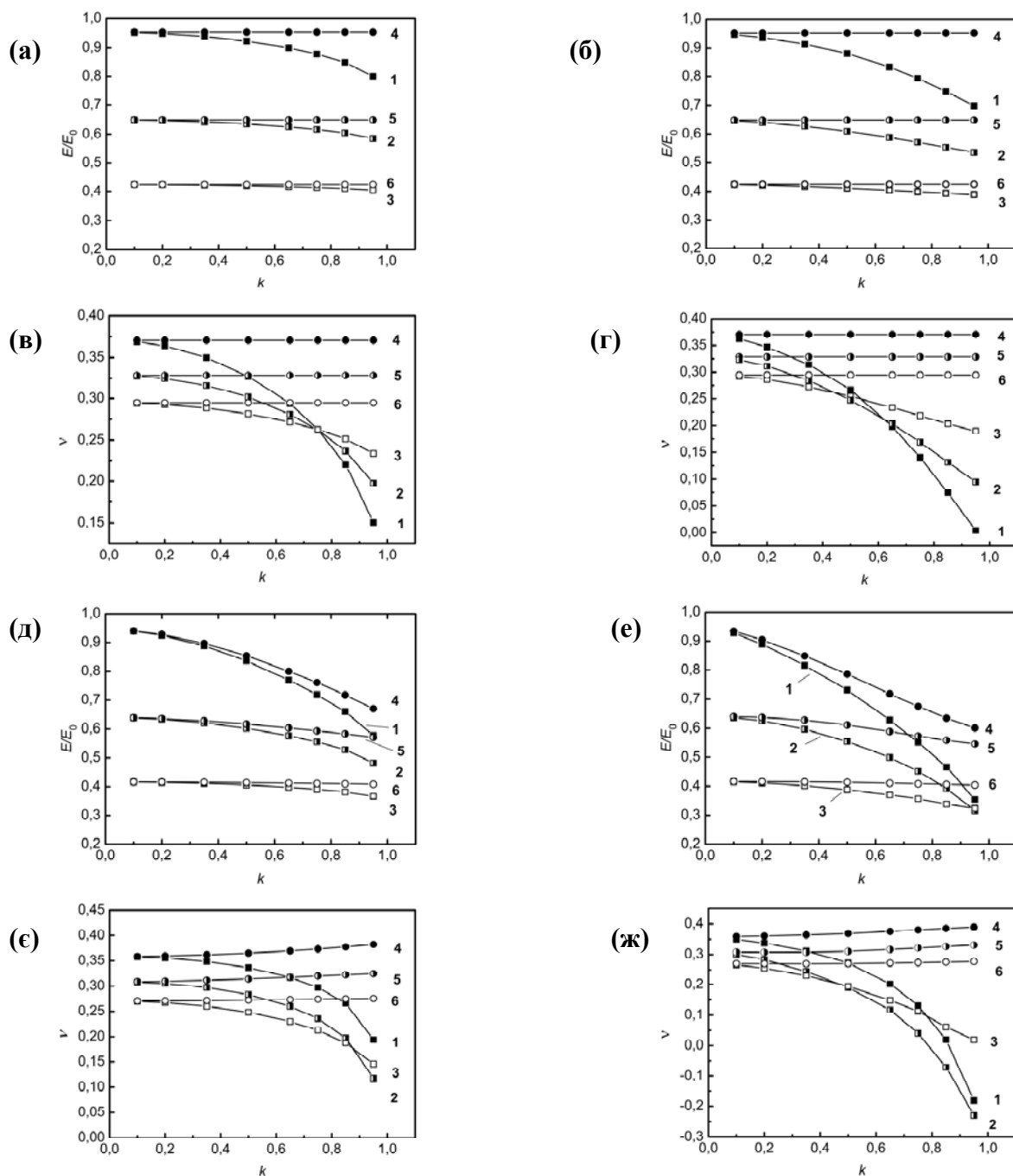


Рис.4.13 – Залежності модуля Юнга (а, б, д, е) та коефіцієнта Пуассона (в, г, є, ж) від міри площинних дефектів k для матеріалів пористістю 0,02 (криві 1, 4), 0,2 (криві 2, 5) та 0,4 (криві 3, б) в умовах стиску (\circ) та розтягу (\square) матеріалів з площинними дефектами, ізольованими (а, в, д, є) та сполученими (б, г, е, ж) з порами за умови всебічного розтягу та стиску (а – г) і одновісного розтягу і стиску (д – ж)

Результати моделювання були використані для інтерпретації експериментальних даних, зокрема одержаних методами резонансної ультразвукової спектроскопії, та розробки нових методів неруйнівного контролю ПМ.

На Рис.4.14 наведено залежності відносного ефективного модуля E_{ef}/E_0 від міри площинних дефектів k , що визначається формулою (4.58), використовуючи результати прямого комп'ютерного моделювання.

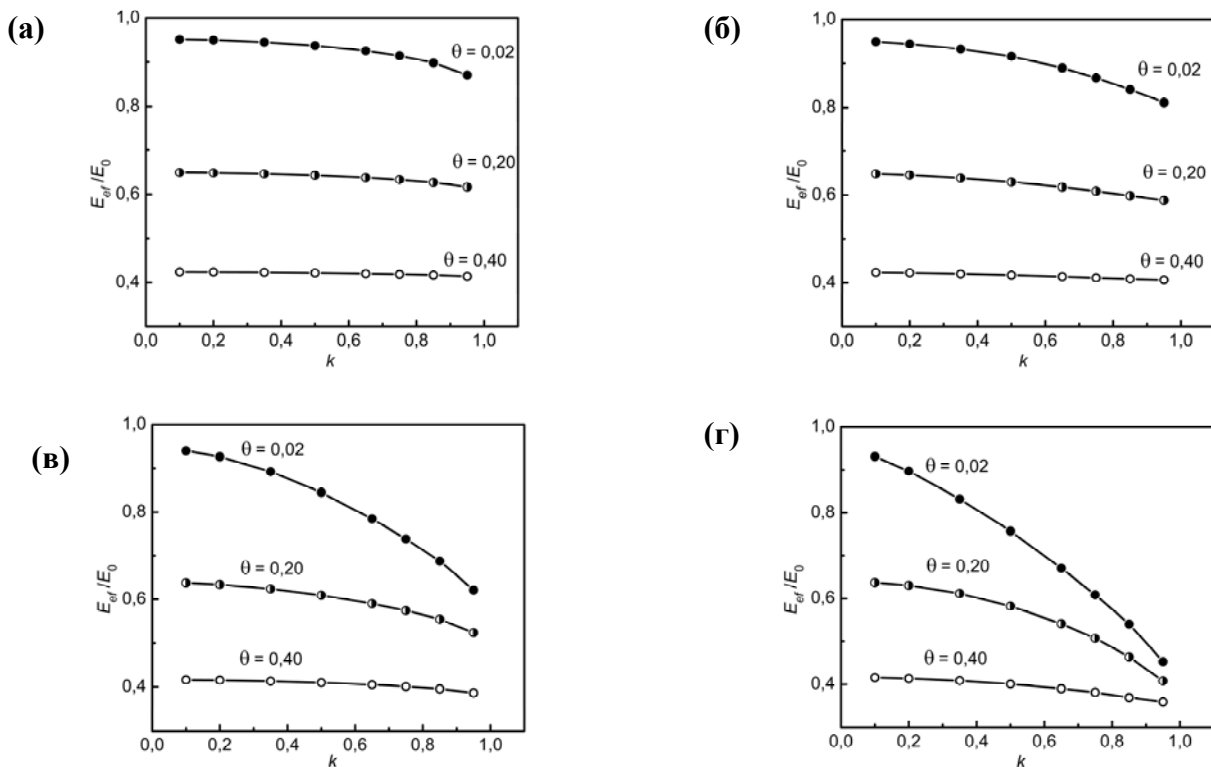


Рис.4.14 – Залежності ефективного модуля Юнга від міри площинних дефектів k в матеріалах з ізолюваними (а, в) та сполученими з порами (б, г) площинними дефектами за умов всебічного (а, б) і одноосного (в, г) розтягу-стиску

З графіків, наведених на Рис.4.14 випливає, що модель описує факт зменшення ефективного модуля Юнга, а отже і резонансної частоти поздовжніх коливань стрижня, зі збільшенням вмісту площинних дефектів. Результати моделювання свідчать, що зі збільшенням пористості параметр густини площинних дефектів менше впливає на загальний дефект модуля Юнга, а ефективний модуль Юнга матеріалів з більшим вмістом площинних дефектів зменшується повільніше.

На Рис.4.15 наведені графіки залежності резонансної частоти пористого матеріалу, який містить площинні дефекти f_{ef} , нормованої на резонансну частоту матеріалу такої ж пористості без площинних дефектів f_0 , розрахованої з використанням значень модуля Юнга, одержаних прямим комп'ютерним моделюванням за умов одноосного розтягу – стиску, від міри площинних дефектів k для матеріалів різної пористості.

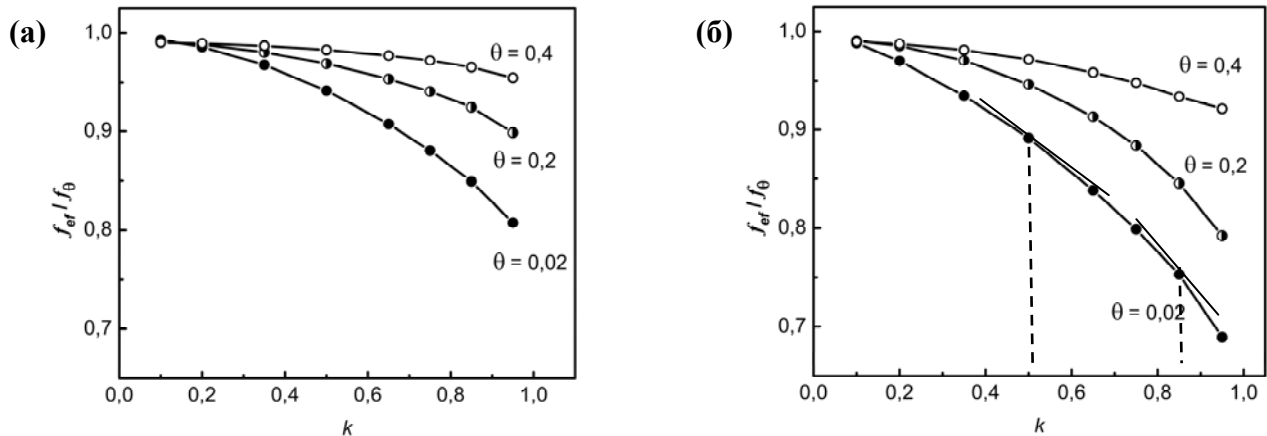


Рис. 4.15 – Залежність резонансної частоти від міри площинних дефектів k за умов одноосного розтягу-стиску матеріалів з ізольованими (а) та сполученими (б) з порами площинними дефектами

З графіків на Рис.4.15 випливає, що зі збільшенням міри $k = l/L$, яка моделює концентрацію площинних дефектів, похідна df/dk зростає за абсолютною величиною. Зважаючи на те, що згідно з фізичними уявленнями вміст площинних дефектів збільшується в першому наближенні пропорційно до ϵ , це відповідає експериментально встановленому факту зменшенню кута нахилу прямої $\Delta f/f_0(\epsilon_{\max})$ зі збільшенням температури спікання, а відтак ступеню консолідації ПМ.

Отже, запропонована модель в цілому вірно відбиває нелінійну пружну поведінку ПМ і дозволяє кількісно описати вплив площинних дефектів на ефективний модуль Юнга матеріалу і на резонансні частоти зразків, і тому вона може бути застосована як модель першого наближення для розв'язку загальної задачі опису неklasичної пружної поведінки гранульованих матеріалів та матеріалів з недосконалими внутрішніми поверхнями розділу.

Висновки до розділу 4

1. На підставі одержаних експериментальних даних, вперше доведено обґрунтованість застосування макроскопічної моделі пружної поведінки неповністю консолідованих ПМ, які містять пори і площинні дефекти, на основі формулювань пружного потенціалу, які у випадку простих напружених і деформованих станів приводять до кусково-лінійних співвідношень між відповідними компонентами тензорів напруження і деформації; запропоновані моделі були використані для оцінки 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. Модель було покладено в основу вперше запропонованої автором методології визначення характеристик морфології структури мікронеоднорідного матеріалу і встановлення на цих підставах істинних значень характеристик пружності.

2. Досліджено вільні поздовжні коливання стрижня з модельного матеріалу, пружна поведінка якого описується кусково-лінійною функцією, і встановлено, що навіть за відсутності демпфування зі збільшенням різноопорності форма функції деформацій з часом спотворюється.

3. Встановлено, що, на відміну від класичної теорії пружності, в матеріалі, пружна поведінка якого визначається потенціалом вигляду (1.39), швидкості поширення поздовжньої V_l і поперечної V_t акустичних хвиль не є константами, а залежать від характеру динамічних навантажень збурення, що описується відношенням ε/Γ .

Основні результати, викладені в розділі опубліковані в роботах [202, 203, 443, 426, 427, 435, 436, 431, 444 - 447].

Розділ 5 ІДЕНТИФІКАЦІЯ МЕЗОСТРУКТУРИ ТА ВЛАСТИВОСТІ МАТЕРІАЛІВ З МЕТАЛЕВИХ ПОРОШКІВ

5.1. Дослідження еволюції контактів у спеченому порошковому залізі за результатами акустичних вимірювань

Метою досліджень, викладених в даному підрозділі було встановлення впливу еволюції площинних дефектів на характеристики резонансних коливань та пов'язані з ними механічні характеристики [409, 415]. За модельний матеріал було обране порошкове залізо, спресоване високим тиском для формування пресовки з малою пористістю. Це дало змогу уникнути в процесі подальшого спікання об'ємної усадки та запобігти зменшенню пористості і таким чином виділити вплив на вимірювані характеристики саме стану контактів між частинками порошку.

5.1.1 Структурні дослідження

На Рис. 5.1 наведено мікрофотографії частинки порошку в початковому стані (Рис. 5.1, а) та шліфів зразків після пресування (Рис. 5.1, б) і після спікання за $T_s = 773$ К (Рис. 5.1, в). Після холодного пресування зразки містили як об'ємні пори, так і розгалужену мережу площинних дефектів (на Рис. 5.1, б позначені білою стрілкою). Ці площинні дефекти зберігалися після низькотемпературного спікання, але зникали після спікання за температур 773 К (Рис. 5.1, в), водночас об'ємні пори залишалися. Подальше збільшення температури спікання до 1373 К не спричиняло помітних на мікрофотографіях змін в стані матеріалу на рівні макроструктури.

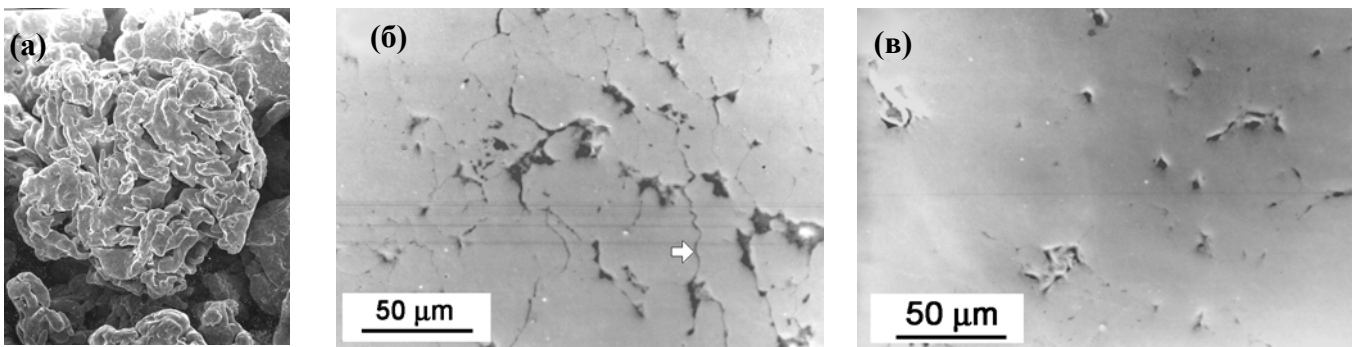


Рис.5.1 Мікрофотографії частинки порошку (а) та шліфів порошкового заліза після пресування $P = 1020$ МПа (б) і після наступного спікання за температури 773 К (в)

Середня пористість матеріалу залежала від тиску пресування і слабо залежала від температури спікання. Після пресування тиском 1020 Па об'ємна пористість неспеченої пресовки складала 0,08, а після спікання в усьому діапазоні досліджених температурах становила 0,06 і залишалась такою навіть після рекристалізації і зміщення границь між зернами з області контактів між частинками після спікання за температур, вищих ніж 973 К. Практично незмінна пористість зразків свідчить про те, що спікання в зазначеному діапазоні температур відбувалося за рахунок поверхневої дифузії. Усадка, що супроводить процеси об'ємного переносу маси була практично відсутня і консолідація відбувалась за рахунок вдосконалення контактів між частинками. Це дозволило мінімізувати вплив пористості на значення вимірюваних характеристик і зосередитись на вивченні інтегрального впливу площинних дефектів.

Мікрофотографії поверхонь руйнування зразків, що були випробувані на тріщиностійкість після спікання з різною температурою, наведені на Рис. 5.2.

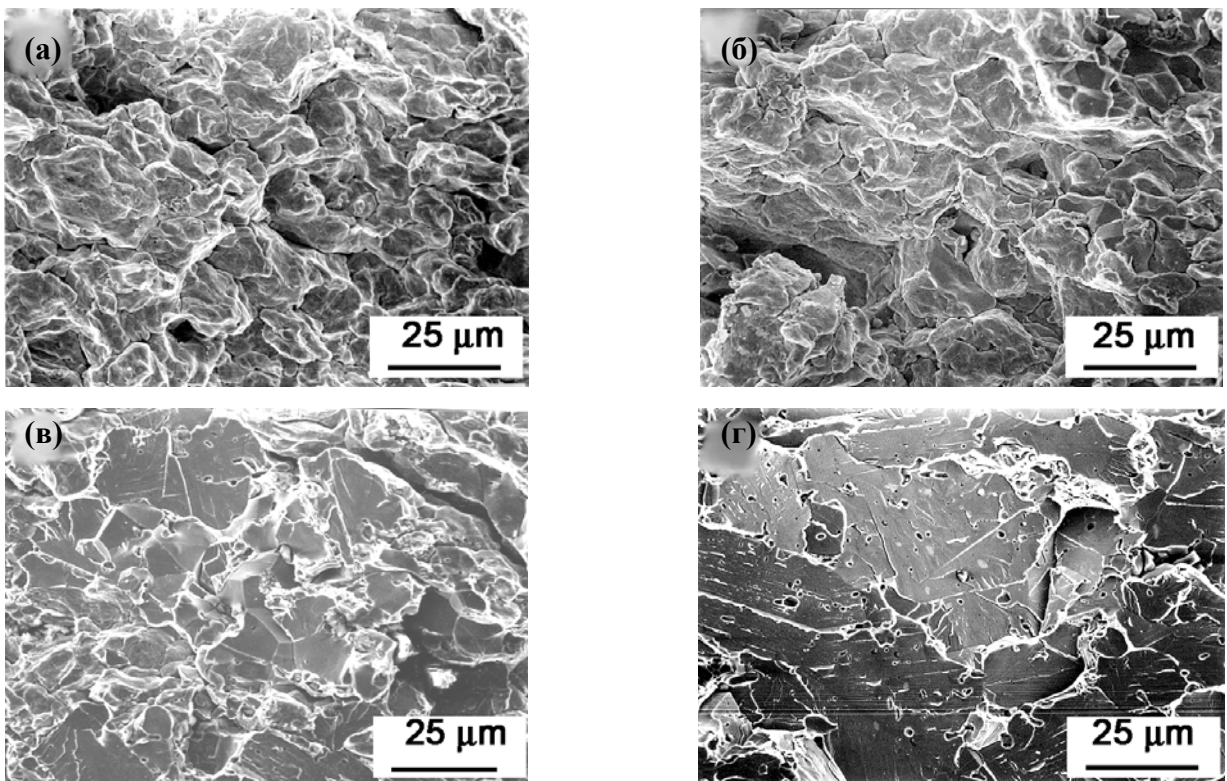


Рис.5.2 Поверхні руйнування порошкового заліза, спресованого тиском 1020 МПа, після випробовувань на тріщиностійкість: зразки після пресування (а), і спечені за температури 973 К (б), 1173 К(в) та 1373 К (г)

Внаслідок підвищення температури спікання характер руйнування змінювався: після спікання за температур до 773 К, включно, зразки руйнувалися переважно по контактам між частинками порошку (Рис.5.2, а, б), а після спікання за більш високих температур переважало крихке транскристалітне руйнування (Рис. 5.2, в, г).

5.1.2 Оцінка вмісту недосконалих контактів: лінійне наближення

На Рис. 5.3 наведені залежності визначеного за формулою (2.4) модуля Юнга порошкового заліза, спечені за різних температур, від об'ємної пористості, а також наведена теоретична крива залежності модуля Юнга від пористості, розрахована за формулою Mackenzie (1.12), де вважали $E_0 = 210$ ГПа і $\nu_0 = 0,28$ [349]. Порівняння експериментальних результатів з кривою (1.12) показує, що порядок впливу на модуль Юнга об'ємних пор і площинних дефектів однаковий. Зауважимо, що на модуль Юнга можуть впливати також зміни форми пор та пружності твердої фази в процесі спікання.

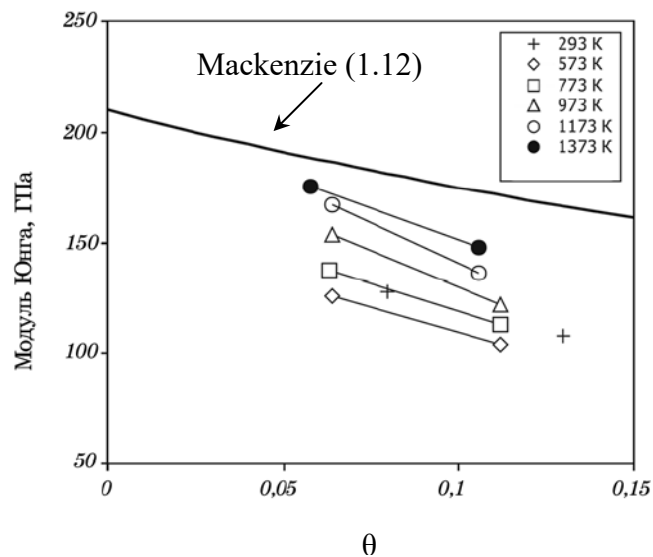


Рис.5.3 – Залежності модуля Юнга порошкового заліза, спеченого за різних температур (вказані на полі) від пористості

Як видно з залежностей модуля Юнга, визначених за результатами вимірювань частот трьох перших мод поздовжніх резонансних коливань стрижня (Рис. 5.4,б), з підвищенням температури спікання T_s значення E дещо зменшувались (573 К), а потім стабільно зростали і після спікання за 1373 К ці значення були приблизно на

40 % більше порівняно з такими пресовок. Більш детально особливості зміни характеристик пружності обговорюються далі.

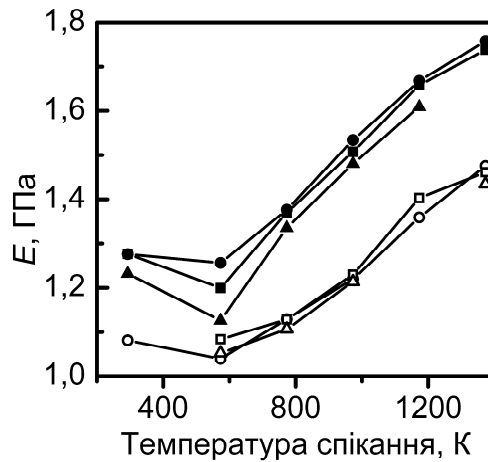


Рис.5.4 – Залежності модуля Юнга E визначеного за частотами першої (●, ○), другої (■, □) і третьої (▲, △) мод поздовжніх резонансних коливань від температури спікання зразків, одержаних пресуванням тиском 1020 МПа (чорні позначки), 670 МПа (світлі позначки)

Водночас відбувалося зменшення питомого електричного опору ρ^* . У матеріалів, одержаних пресуванням тиском 670 МПа питомий електричний опір після спікання за температури 573 К зменшувався більш як удвічі. Підвищення T_s до 773 К спричиняло подальше зменшення ρ^* до значення 19 мкОм·см, після чого електричний опір стабілізувався і складав близько 15 мкОм·см за вищих температур. У матеріалів, одержаних пресуванням тиском 1020 МПа, спостерігалась схожа залежність електричного опору від температури спікання з тією відмінністю, що на ранній стадії спікання спостерігалось ще більш стрімке падіння цієї характеристики і вже після спікання за $T_s = 573$ К електричний опір порошкового заліза набув значення 30 мкОм·см. Цей результат узгоджується з відомими тенденціями зміни електричного опору порошкового заліза від температури спікання [46, 148] і пояснюється утворенням електричних контактів внаслідок відновлення оксидних плівок на поверхні частинок заліза під час нагрівання в атмосфері водню вже за порівняно низьких температур. Натомість характеристики пружності, виміряні в

умовах резонансних коливань, на початкових стадіях спікання ще набагато нижчі порівняно з такими консолидованих матеріалів. Різниця в характері змін пружності і електричного опору на ранніх стадіях спікання свідчить про фізичну обґрунтованість моделі існування контактів між частинками, які є зімкненими в вільному стані і розмикаються внаслідок дії напружень розтягу.

Для порівняння якості спікання за результатами вимірювань швидкості поширення поздовжньої пружної хвилі в стрижні, скористаємось запропонованим В. В. Скороходом [35] уявленням про відносну частку вільної поверхні в дисперсній системі θ_s . Ця характеристика являє собою відношення площі вільної поверхні пористого тіла до повної сумарної площі поверхні ізолюваних елементів дисперсної системи, тобто частинок порошку. Для пористого тіла з недосконалими контактами ця величина дорівнює (1.3)

$$\theta_s = \theta + \theta_s^0,$$

де θ – пористість, а θ_s^0 – частка відносної вільної поверхні, зумовлена наявністю недосконалих контактів.

Для розрахунку цієї величини виходимо з того, що вплив відсутніх контактів на пружність порошкового тіла є еквівалентним уявному збільшенню пористості. Якщо модуль Юнга пористого матеріалу подати у вигляді узагальненої залежності

$$E = E_0(1 - \theta)^n, \quad (5.1)$$

де E_0 – модуль Юнга матеріалу без дефектів, θ – пористість, а n – константа, то для ізотропного порошкового тіла [448]

$$E = E_0(1 - \theta_s)^{n-1/3}(1 - \theta)^{1/3}. \quad (5.2)$$

Як відомо, швидкість поширення поздовжньої акустичної хвилі в стрижні V_r пов'язана з модулем Юнга E і густиною ρ рівнянням [160]

$$V_r = (E/\rho)^{1/2} \quad (5.3)$$

і вона є меншою за швидкість поширення поздовжньої хвилі в необмеженому середовищі V_l [160]

$$V_l = \left(\frac{E(1-\nu)}{\rho(1+\nu)(1-2\nu)} \right)^{1/2}, \quad (5.4)$$

де ν - коефіцієнт Пуассона.

Враховуючи, що густина тіла з порами $\rho = \rho_0(1 - \theta)$, де ρ_0 – густина компактного матеріалу, та підставляючи вираз для модуля Юнга з (5.3) в формулу (5.2) одержимо

$$V_r^2(1 - \theta) = V_{r0}^2(1 - \theta_S)^{n-1/3}(1 - \theta)^{1/3}, \quad (5.5)$$

де V_{r0} – швидкість поширення акустичної хвилі в стрижні з матеріалу з нульовою пористістю, а θ_S визначається формулою (1.3).

Численні експериментальні дані свідчать, що залежність модуля Юнга багатьох порошкових металів (заліза, міді) від пористості добре описується рівнянням (5.1) за умови $2 \leq n \leq 2,5$, тому, для одержання оціночної формули припустимо, що $n = 2\frac{1}{3}$.

Тоді, враховуючи (1.3), одержимо рівняння

$$V_r^2(1 - \theta) = V_{r0}^2(1 - \theta - \theta_S^0)^2(1 - \theta)^{1/3}, \quad (5.6)$$

з якого параметр, що характеризує частку недосконалих контактів

$$\theta_S^0 = 1 - \theta - \frac{V_r}{V_{r0}}(1 - \theta)^{1/3}. \quad (5.7)$$

Результати оцінки θ_S^0 за (5.7) свідчать, що уявна частка вільної поверхні, обумовлена недосконалістю контактів між частинками за низьких температур (573 К) дещо збільшується у порівнянні з пресовкою, але з підвищенням температури спікання θ_S^0 монотонно зменшується (Рис.5.5). Це можна пояснити тим, що за 573 К спікання не відбувається, проте в результаті нагріву і наступного

охолодження усувається деформаційне зміцнення, набуте залізом в процесі пресування. Незважаючи на значне зменшення θ_s^0 після підвищення T_s , пористість після пресування відіграє помітну роль в формуванні структури матеріалів, навіть спечених за 1373 К.

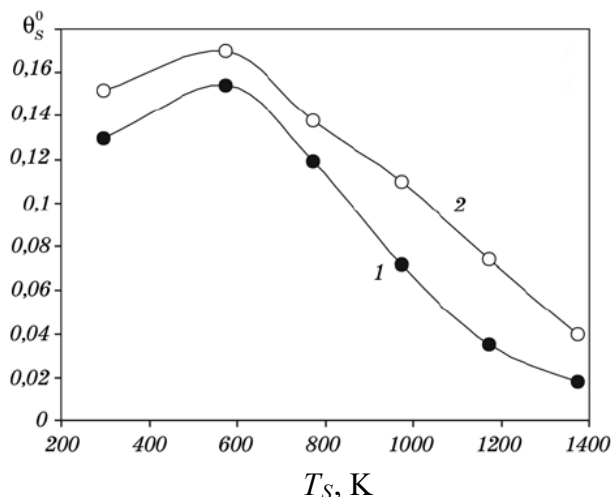


Рис.5.5 – Залежність частки відносної вільної поверхні, зумовленої наявністю недосконалих контактів, розрахованої за швидкістю пружної хвилі в стрижні, від температури спікання порошкового заліза. Тиск пресування: 1 – 1020; 2 – 670 МПа

Найбільш істотне обмеження оціночної формули (5.7) полягає в тому, що вибір показника n є до деякої міри довільним і вимагає апріорі знання залежності модуля Юнга від пористості конкретного матеріалу, що не містить недосконалих контактів. Проте відомо, що навіть за відсутності недосконалих контактів швидкість поширення звукової хвилі залежить не лише від пористості, а й від форми пор та ін. Тому за результатами вимірювань швидкості акустичної хвилі навіть за наявності інформації про пористість важко зробити висновок про якість контактів між частинками, адже визначена у такий спосіб відносна частка вільної поверхні може бути зумовлена саме формою пор. Проте головним видом браку у виробництві ПМ є схильність виробів до руйнування по межах частинок.

5.1.3 Амплітудні залежності резонансної частоти та розсіювання енергії

Дослідження резонансної частоти поперечних коливань консольно закріплених зразків порошкового заліза, спечених за різних температур, свідчать про її

зменшення зі збільшенням амплітуди коливань, тобто про відхилення закону деформування від лінійного. На Рис. 5.6 наведені експериментальні залежності відносної зміни резонансної частоти $\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{f_{0b} - f_b}{f_{0b}}$ від амплітуди максимальних циклічних деформацій ε_{\max} , визначених за формулою (2.18). Символом f_{0b} позначена резонансна частота першої моди поперечних коливань консольного зразка за нульової деформації, а f_b – поточна резонансна частота, виміряна на заданому рівні сигналу збурення. Величини f_{0b} визначали екстраполяцією прямих, що апроксимують експериментальні залежності резонансних частот від амплітуди коливань зразків, на нульову амплітуду коливань (Рис.5.6) [376].

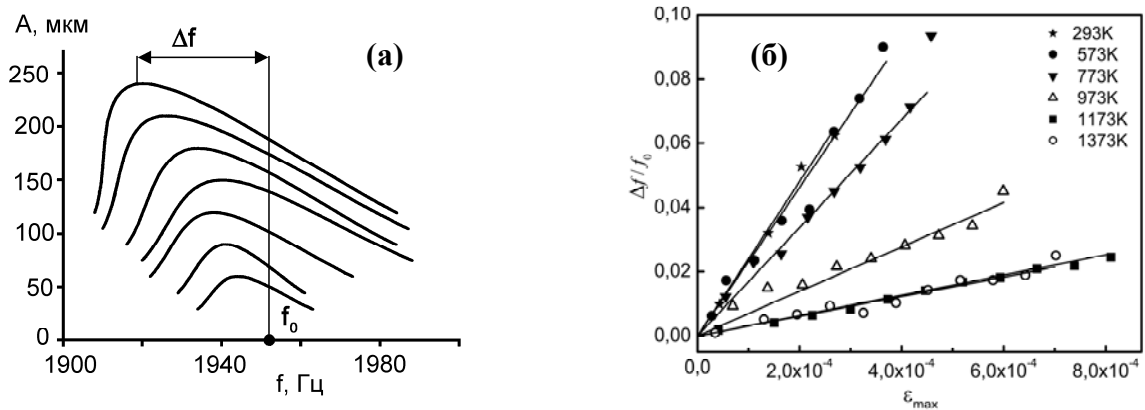


Рис.5.6 – (а) Резонансні криві зразка $\theta = 0,06$, $T_s = 1373$ К: A – амплітуда коливань вільного кінця консольного зразка; f_0 – резонансна частота за нульової деформації, Δf – зсув резонансної частоти; (б) відносний зсув резонансної частоти як функція ε зразків, спечених за температур, позначених на полі рисунку

Одержані результати свідчать, що для всіх досліджених структурних станів власні частоти коливань зменшуються зі збільшенням амплітуди максимальних відносних циклічних деформацій ε за лінійним законом, тобто ці залежності можна апроксимувати прямою лінією для всіх досліджених зразків і описати формулою:

$$\frac{d}{d\varepsilon_{\max}} \frac{f_b(\varepsilon_{\max})}{f_0} = -C_{f\varepsilon} \quad (5.8)$$

де $C_{f\varepsilon}$ – коефіцієнт, що характеризує кут нахилу прямої.

Зі збільшенням температури спікання кут нахилу цих прямих зменшувався. Слід відзначити відмінності амплітудної залежності резонансної частоти коливань зразків порошкового заліза від аналогічних залежностей матеріалів, виготовлених за традиційними технологіями. Найбільш істотною відмінністю є більша величина зміни резонансної частоти порошкових матеріалів у порівнянні з литими. Дослідження, проведені нами за такою самою методикою показали, що резонансна частота f_{b1} зразка сталі 20 зменшилась на 0,5 % при збільшенні максимальних циклічних напружень від 4 до 100 МПа, тобто до $\varepsilon = 4,7 \cdot 10^{-4}$. Літературні дані [368] свідчать, що зменшення резонансної частоти коливань зразка армко-заліза досягало 0,2 % лише за максимальних циклічних напружень амплітудою $\sigma = 200$ МПа, причому ця зміна мала тенденцію до збільшення зі зростанням σ і пов'язувалась авторами з накопиченням пошкоджень від втоми. Зміна ж резонансної частоти зразків порошкового заліза, спеченого за 1373 К, при $\sigma = 100$ МПа ($\varepsilon = 5,8 \cdot 10^{-4}$) складала 2 %, а відпаленого за 573 К вже при $\sigma = 46$ МПа ($\varepsilon = 3,6 \cdot 10^{-4}$) перевищувала 8 %. Як видно, навіть після спікання в умовах високих температур, коли можливий вплив пластичної деформації на структуру матеріалу нівелюється, $C_{f\varepsilon}$ порошкового заліза істотно більше, ніж ця характеристика компактних матеріалів. Відхилення залежності $f_b(\varepsilon)$ від прямої лінії, що спостерігалось за умов великих значень ε (Рис. 5.6,б) може бути викликано зародженням додаткових тріщин в результаті пошкодження від втоми, яке спричиняє зменшення резонансної частоти [368, 449].

Порівняння даних про зміну резонансної частоти коливань порошкового заліза з результатами досліджень компактних матеріалів дозволяє зробити висновок, що різке зменшення резонансної частоти зразків із спечених матеріалів пов'язане з особливостями їх будови.

Слід відзначити, що поведінка порошкового заліза, викладена в даному пункті, схожа на поведінку слабо спеченого оксиду алюмінію (п.3.2), що свідчить про універсальність залежності резонансної частоти коливань матеріалів з дефектами від амплітуди відносної деформації для крихких (кераміки) та пластичних (метали) матеріалів. Ймовірною причиною встановленої істотної залежності частоти

коливань від амплітуди максимальних циклічних деформацій є наявність площинних дефектів (недосконалих контактів).

Встановлений факт істотної нелінійності коливань зразків змушує з обережністю ставитися до кількісних значень ϵ , розрахованих за формулою (2.18), яка виведена з використанням припущень лінійної теорії пружності, проте загалом відхилення від лінійної поведінки все ще залишаються малими і використання формул лінійної теорії пружності для оцінки ϵ та σ залишається правомірним.

Іншим параметром резонансної кривої, що досліджувався в даній роботі, була її ширина на рівні 0,5 амплітуди, що характеризує здатність матеріалу розсіювати енергію, за якою згідно формули (2.17) визначали величину декременту коливань δ . Дослідження матеріалів з порошкового заліза, спресованого тиском 1020 МПа проводили під час резонансних поперечних коливаннях консольного зразка в діапазоні амплітуд ϵ від $5 \cdot 10^{-5}$ до 10^{-3} . Результати досліджень (Рис. 5.7,а) засвідчили близьке до лінійного зростання декременту коливань досліджених матеріалів з амплітудою максимальних циклічних деформацій, що виникали у зразках, причому у матеріалів, спечених за вищих температур, ця залежність більш слабка.

На Рис. 5.7,б показані залежності коефіцієнту C_δ , що характеризує нахил апроксимаційних прямих залежності декременту коливань від максимальних циклічних деформацій

$$\delta = \delta_0 + C_\delta \epsilon_{\max} \quad (5.9)$$

матеріалів, спресованих тиском 1020 МПа в залежності від температури спікання. Зі збільшенням температури спікання до 1373 К C_δ зменшується в цілому на порядок, причому в діапазоні температур спікання 573...773 К C_δ зменшується втричі, а в діапазоні T_S 773 К...1173 К – ще вдвічі. Оскільки вказане зменшення C_δ зі збільшенням T_S супроводжує формування контактів між частинками, можна зробити висновок, що амплітудна залежність розсіювання енергії обумовлена механізмами, пов'язаними з наявністю площинних дефектів. Отже, на відміну від значень δ , коефіцієнт C_δ можна вважати сталою матеріалу, яка не залежить від змін властивостей твердої фази внаслідок дії термосилових чинників під час

виготовлення та від амплітуди деформації, за якої проводять вимірювання, і яка характеризує повноту протікання процесу формування структури. Втім, на цей коефіцієнт все ж впливає існуюча залежність декременту коливань твердої фази від амплітуди деформацій, яка обумовлена розсіюванням енергії на мікрорівні.

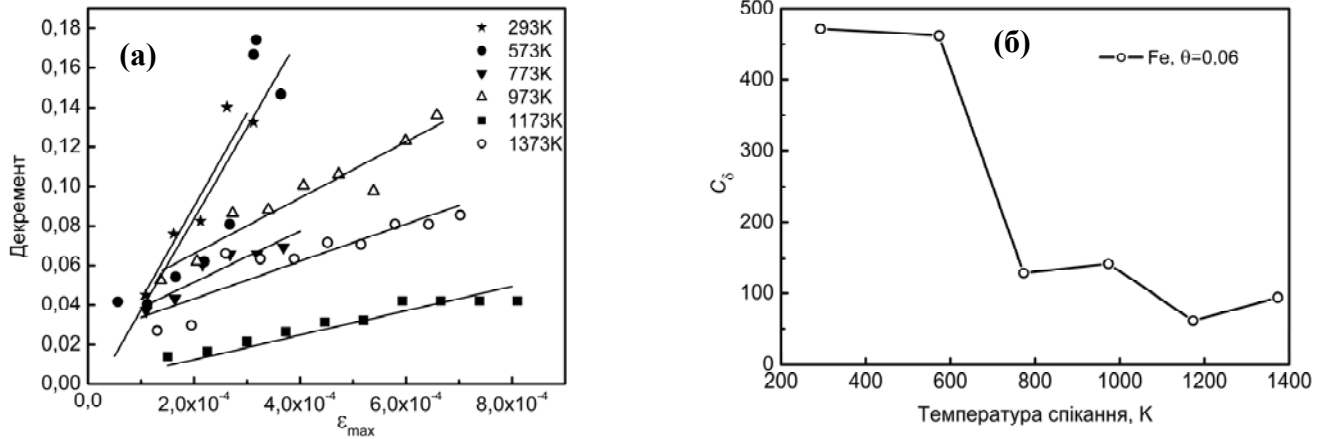


Рис.5.7 – Залежність декременту коливань спечених за позначених температур зразків пористістю 0,06 від амплітуди максимальних циклічних деформацій (а) та коефіцієнта C_δ від температури спікання (б)

Після підвищення температури спікання до 973 К площинні дефекти зникають, проте домішки, що наявні на поверхнях частинок, викривлюють кристалічні ґратки заліза і декремент коливань хоч дещо зменшується, проте лишається порівняно високим. Подальше підвищення температури спікання призводить до повної перекристалізації і δ зменшується до 0,015...0,02 на рівні деформацій $2 \cdot 10^{-4}$. Це значення близьке до δ технічно чистого деформованого заліза [450]. Таким чином, δ відбиває процеси структуроутворення як на рівні консолідації частинок порошку, так і на рівні кристалічної ґратки, а зміна величини C_δ в більшій мірі характеризує процеси формування структури на мезоскопічному рівні.

5.1.4 Порівняння з характеристиками руйнування

Найбільш важливим для практичного застосування є чутливість параметру C_f , що є показником нелінійності коливань, до структурних змін під час спікання ПМ.

Залежності модуля Юнга і коефіцієнта $C_{f\epsilon}$, розрахованого за (5.8) від температури спікання для матеріалів, що одержані пресуванням тиском 1020 МПа,

наведені на Рис. 5.8, де також показані графіки залежностей від температури спікання тріщиностійкості K_{Ic} і відносної частки руйнування по межах частинок в загальній площі зламу зразка λ_i , яка була визначена за фрактограмами.

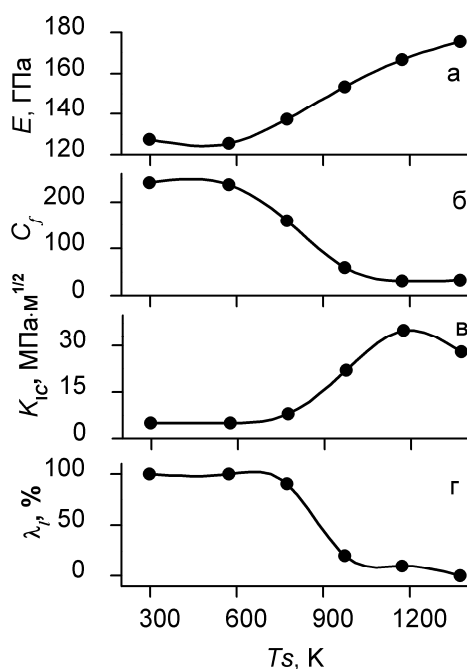


Рис.5.8 – Залежність властивостей порошкового заліза після пресування тиском 1020 МПа від температури спікання: (а) – модуль Юнга, (б) – коефіцієнт C_{fe} , (в) – тріщиностійкість K_{Ic} , (г) – частка руйнування по межах частинок в загальній площі зламу зразка λ_i

Отже, з погляду структуроутворення температуру спікання досліджуваного порошкового заліза можна поділити на три діапазони: 1 – до 573 К включно, 2 – понад 573 К і до 1173, 3 – 1173 К і вище. В процесі спікання в першому температурному діапазоні не відбувалось ніяких структурних змін – площинні пори між частинками (недосконалі контакти) зберігались, що свідчить про відсутність металічних зв'язків між частинками порошку. Про те ж свідчить характер руйнування зразків. Після випробувань на тріщиностійкість руйнування відбувалося по межах частинок, а величина K_{Ic} збігалась з тріщиностійкістю зразків після пресування і складала $5 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{-1/2}$. Характеристики, визначені резонансними методами після спікання в цьому діапазоні, також практично не змінювались в порівнянні з відповідними характеристиками пресовок (Рис.5.8, а, б). Модуль Юнга

пресовок (128 ГПа) сягав майже 70% від теоретично обчисленої за узагальненою схемі самоузгодження величини E для заліза пористістю 0,06 зі сферичними порами без площинних дефектів, що складає 187 ГПа. Параметр $C_{f\epsilon}$ після витримки зразків при 573 К дорівнював близько 240.

В другому температурному діапазоні починали відбуватися власне процеси спікання, що спричиняли зникнення меж між частинками. З одного боку, площинні дефекти між частинками, присутні в пресовках і в зразках після нагрівання за 573 К, вже після спікання за 773 К на шліфах не спостерігались (Рис.5.1,в). З іншого боку, руйнування зразків, спечених за цієї температури, відбувалося переважно по межах частинок, а тріщиностійкість зростала лиш неістотно, що вказує на вплив на характер руйнування сегрегації домішок на межах частинок [46]. Модуль Юнга після спікання за 773 К зростав і продовжував стабільно збільшуватись з подальшим підвищенням температури спікання (Рис. 5.8, а). Водночас параметр $C_{f\epsilon}$ помітно зменшувався вже після спікання за T_S 773 К, проте це падіння тривало і при підвищенні температури спікання до 973 К. Саме в цьому температурному інтервалі (між 773 та 973 К) відбувається різкий перехід від руйнування по контактах між частинками до переважно транскристалітного руйнування (Рис. 5.2) і істотне збільшення тріщиностійкості. Суттєва нелінійність коливань зразків, спечених за 773 К, свідчить, що, незважаючи на відсутність помітних площинних дефектів на шліфах, спікання спричиняє лише зменшення їхньої площі, а не повне зникнення. Це може бути пов'язано з тим, що незважаючи на часткове встановлення зв'язків на рівні кристалічних ґраток заліза, між ділянками поверхонь частинок, які містять велику кількість домішок, такі зв'язки все ще відсутні. Такі ділянки з погляду механіки є площинними порами, що послаблюють переріз зразків і спричиняють руйнування по межах частинок. Аналіз результатів досліджень нелінійних явищ приводить до висновку, що формування досконалих контактів головним чином завершується лише за $T_S = 973$ К, про що свідчать також результати фактографічних досліджень – зразки, спечені за цієї температури руйнувались переважно за транскристалітним механізмом.

Після спікання в третьому температурному діапазоні 1173 К і вище між частинками остаточно формуються досконалі контакти, відбувається рекристалізація і межі зерен виходять з зони контактів між частинками, а підвищення температури спричиняє зростання зерен. Модуль Юнга в цьому температурному діапазоні продовжує зростати і досягає значення 176 ГПа, а параметр нелінійності $C_{f\epsilon}$ за температури 1173 К ще дещо зменшується (до 30) і надалі залишається незмінним. Отже, рекристалізація, що спричиняє падіння K_{Ic} не впливає на $C_{f\epsilon}$, що доводить справедливність припущення про залежність цього параметру від стану контактів між частинками.

Тенденції змін кута нахилу C_{δ} залежностей $\delta(\epsilon)$ з температурою (Рис.5.7,б) також в цілому збігаються зі змінами $C_{f\epsilon}$ (Рис.5.8,б). Оскільки пористість усіх матеріалів була практично однаковою, це свідчить про вплив на збільшення декременту саме наявності недосконалих (площинних) контактів.

Спільний аналіз наведених результатів засвідчив, що такі явища як зміна резонансної частоти коливань внаслідок спікання, а також зміщення резонансної частоти з амплітудою збурення, що характеризує нелінійність коливань, викликані змінами стану контактів між частинками. Формування металічних зв'язків в досліджуваному матеріалі веде до збільшення модуля Юнга і, водночас, зменшення коефіцієнтів $C_{f\epsilon}$ і C_{δ} . Слід, втім, зауважити, що параметр $C_{f\epsilon}$ є більш чутливим саме до процесів формування структури на рівні контактів між частинками, оскільки модуль Юнга зі збільшенням температури спікання до 1373 К зріс на $\approx 40\%$, а параметр $C_{f\epsilon}$ зменшився на порядок. Також добре відомо, що характеристики пружності ПМ залежать від об'ємної пористості, мікроструктури твердої фази, а також геометричних характеристик твердої фази і порового простору. Отже, зміни модуля Юнга матеріалу є результатом не лише вдосконалення контактів між частинками, але й таких процесів, що супроводжують спікання, як ущільнення, сфероїдизація пор, дифузія домішок від поверхонь частинок, зміна розмірів зерен і дислокаційної структури тощо. Те саме стосується і декременту коливань, який є чутливим до багатьох чинників. Водночас можна зробити припущення, що причиною зміщення резонансної частоти, яке характеризує нелінійний відгук тіла на

механічну дію, є саме наявністю площинних недосконалих контактів. Ці ж дефекти відповідальні за схильність ПМ до руйнування по межах частинок.

5.2 Дослідження еволюції структури спеченого порошкового титану різної пористості за результатами акустичних вимірювань

Метою досліджень, викладених в даному підрозділі було встановлення впливу площинних дефектів на характеристики резонансних механічних коливань спеченого порошкового титану та пов'язані з ними механічні характеристики [422, 451 – 453, 455, 456]. Одним з напрямків застосування титану та його сплавів є створення елементів штучних суглобів. Під час функціонування штучні суглоби піддаються циклічним навантаженням, тому однією з вимог до створюваних матеріалів є висока здатність до демпфування без руйнування матеріалу. Одним з основних обмежень використання керамічних матеріалів для виготовлення штучних твердих тканин є їх схильність до крихкого руйнування. Натомість відомо, що пористі метали мають високу здатність до демпфування [284, 409]. Згадані властивості роблять пористий титан привабливим для застосування і в інших галузях, наприклад, в аерокосмічній техніці, де конструкції піддаються дії високочастотних вібрацій.

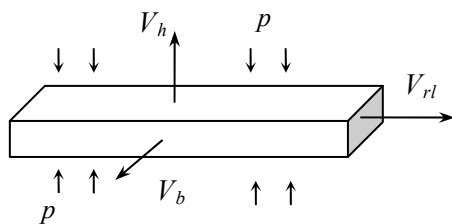


Рис 5.9 – Напрямки вимірних швидкостей поширення акустичних хвиль відносно тиску пресування p

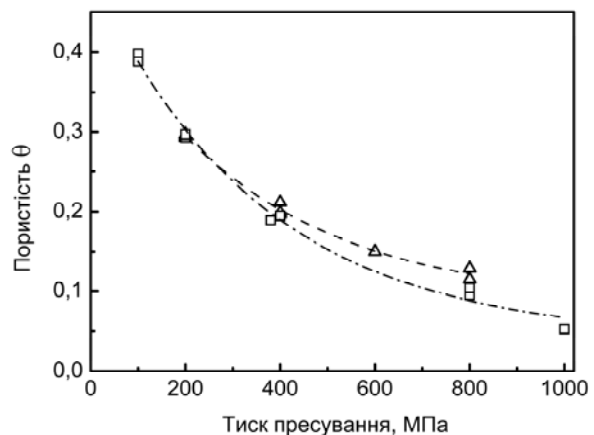


Рис 5.10 – Залежність пористості від тиску пресування сирих зразків (\circ) та після спікання за 573 (Δ) та 773 К (\square)

Напрямки вимірювання швидкостей поширення акустичної хвилі відносно напрямку тиску пресування показані на Рис. 5.9, а залежність пористості пресовок від тиску пресування – на Рис.5.10. [451, 452]. Швидкості поширення поздовжньої ультразвукової хвилі в напрямку пресування V_h та в напрямку нормальному до пресування V_b (Рис.5.9), а також в напрямку пресування в сирих пресовках циліндричної форми діаметром 11,4 мм і висотою (9,6...10,9) мм визначали за методом наскрізного прозвучування, а швидкість поширення поздовжньої ультразвукової хвилі в стрижні V_{rl} визначали резонансним методом.

5.2.1 Вплив пористості на швидкість акустичних хвиль

Збільшення пористості від 0,10 до 0,20 в результаті зменшення тиску пресування від 800 до 400 МПа загалом мало наслідком падіння швидкості поширення поздовжньої акустичної хвилі в напрямку пресування неспечених зразків циліндричної форми (Рис. 5.11,а), проте збільшувалось розсіювання експериментальних даних. Середнє значення швидкості поширення хвилі в матеріалах пористістю близько 0,10 складало $\bar{V}_l^h = 1241$ м/с, а стандартне відхилення (СВ), – оцінка найбільшої правдоподібності середнього квадратичного відхилення, розраховане в припущенні нормального розподілу результатів вимірювання швидкості акустичної хвилі [453], – становило $s_{0,1}=40$ м/с. Зі зменшенням тиску пресування до 600 МПа пористість зразків становила близько 0,15, а середнє значення швидкості зменшилось до $\bar{V}_l^h = 1075$ м/с, тоді як СВ подвоїлось і становило $s_{0,15}=87$ м/с. Подальше зменшення тиску пресування до 400 МПа (пористість близько 0,20) знову спричиняло подвоєння СВ до $s_{0,20}=167$ м/с, проте середнє значення виміряних значень швидкості хвилі дещо підвищувалось і становило $\bar{V}_l^h = 1133$ м/с.

Незважаючи на невелику кількість зразків в кожній групі, можна зробити припущення про залежність між розміром порошку і швидкістю поздовжньої акустичної хвилі в пресовці, принаймні в діапазоні пористості 0,1-0,15, що підтверджує висновок авторів монографії [22] про екстремальний характер

залежності швидкості акустичної хвилі від гранулометричного складу порошкового заліза в діапазоні пористості 0,10...0,25.

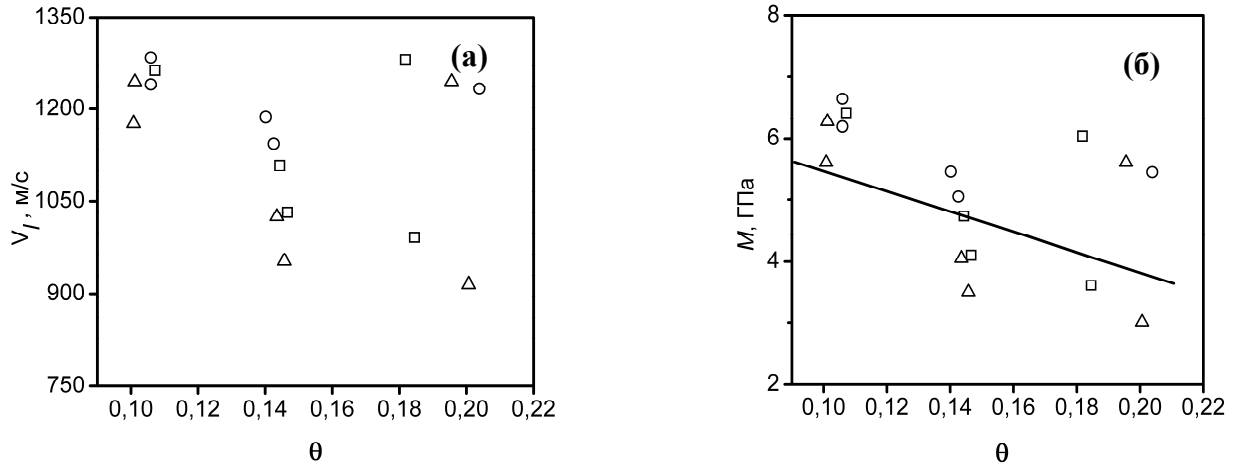


Рис 5.11 – Швидкість поширення поздовжньої акустичної хвилі (а) і модуль стиснення (б) циліндричних пресовок з порошку Ті фракцій: (○) -630+500; (Δ) - 500+315; (□) -315+200 в залежності від пористості

Розрахунок швидкості поздовжньої акустичної хвилі з урахуванням відомих з довідників даних про густину ρ_0 , модуль Юнга E_0 та коефіцієнт Пуассона ν_0 компактного титану за формулою (4.4) дає $V_{l0} = 6410$ м/с, тобто експериментально визначена швидкість пружної хвилі в «сирих» пресовках пористістю 0,10 складає 19 % такої в компактному титані.

Внаслідок великого згасання зсувної хвилі в слабко консолідованих матеріалах не вдалося експериментально визначити її швидкість в сирих пресовках, а відтак модуль Юнга, який розраховують за швидкостями акустичних хвиль двох типів. Порівняння значень так званого модуля хвилі стиснення або поздовжньо-хвильового модуля, розрахованих за формулою:

$$M = \frac{E \cdot (1 - \nu)}{(1 + \nu) \cdot (1 - 2\nu)} = V_l^2 \cdot \rho, \quad (5.10)$$

де V_l і ρ – експериментально визначені швидкість поширення поздовжньої пружної хвилі і густина матеріалу (Рис. 5.11,б) з модулем хвилі стиснення компактного титану $M_0 = 173$ ГПа показує, що для досліджених циліндричних пресовок $M \approx (0,017 \dots 0,038)M_0$.

Результати свідчать про анізотропію швидкості поздовжньої акустичної хвилі в зразках прямокутної форми – швидкість в напрямку пресування V_l^h (Рис. 5.12,а) загалом менше за таку поперек напрямку прикладання тиску V_l^b (Рис. 5.12,б) як для пресовок, так і для частково спечених зразків. Порівняння результатів Рис.5.12 з даними на Рис.5.11,а показує, що швидкості V_l^h в сирих призматичних зразках близькі до швидкостей акустичної хвилі у відповідному напрямку в циліндричних зразках відповідної пористості, проте дещо перевищують їх.

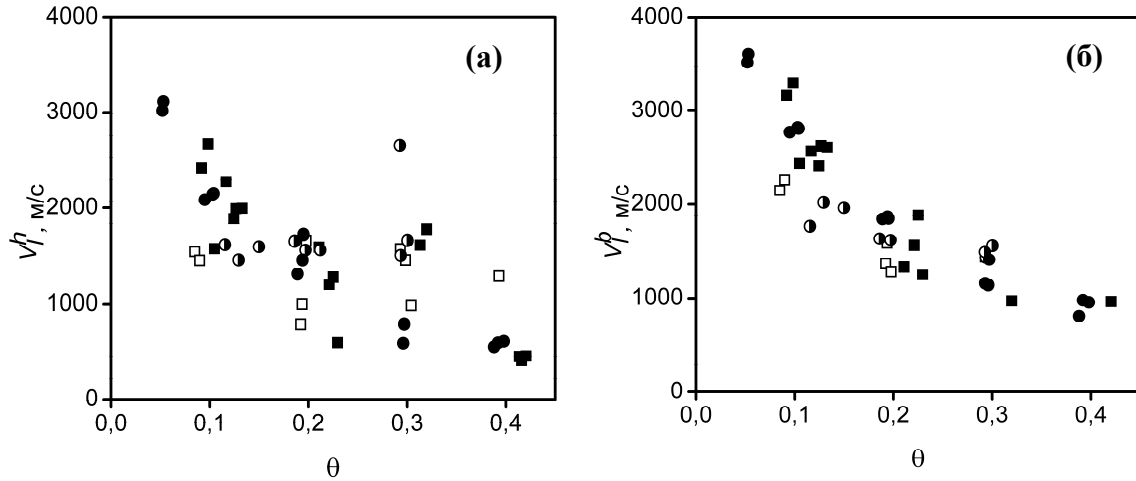


Рис. 5.12 – Залежності швидкості поширення поздовжньої акустичної хвилі вздовж (а) та поперек (б) напрямку пресування стрижневих пресовок (світлі позначки) та спечених за 573 К (напівзатінені) і 773 К (затінені) зразків з титанового порошку фракцій (○) -630+500; (●) -630 і (□, ■) -315+200

Збільшення T_s спричиняє зростання швидкості звуку в усіх напрямках та в усьому діапазоні пористості, хоча при збільшенні T_s від 773 до 973 К зростання швидкості поширення поздовжньої хвилі в напрямку пресування V_l^h є менш помітним, аніж в інших напрямках (Рис.5.13). Очевидно, що відмінність швидкості поширення акустичної хвилі в матеріалах однієї пористості, спечених за різних температур, свідчить про наявність в досліджуваних матеріалах крім об'ємних пор ще й площинних дефектів, які не впливають на густину матеріалу, проте призводять до істотного зменшення характеристик пружності.

На Рис. 5.13, г наведено залежності від пористості параметру анізотропії, визначеного за формулою

$$A_V = 1 - \frac{V_l^h}{V_l^b}, \quad (5.11)$$

де, як і раніше, V_l^h та V_l^b – швидкості поширення акустичної хвилі в напрямку та перпендикулярно напрямку пресування, відповідно.

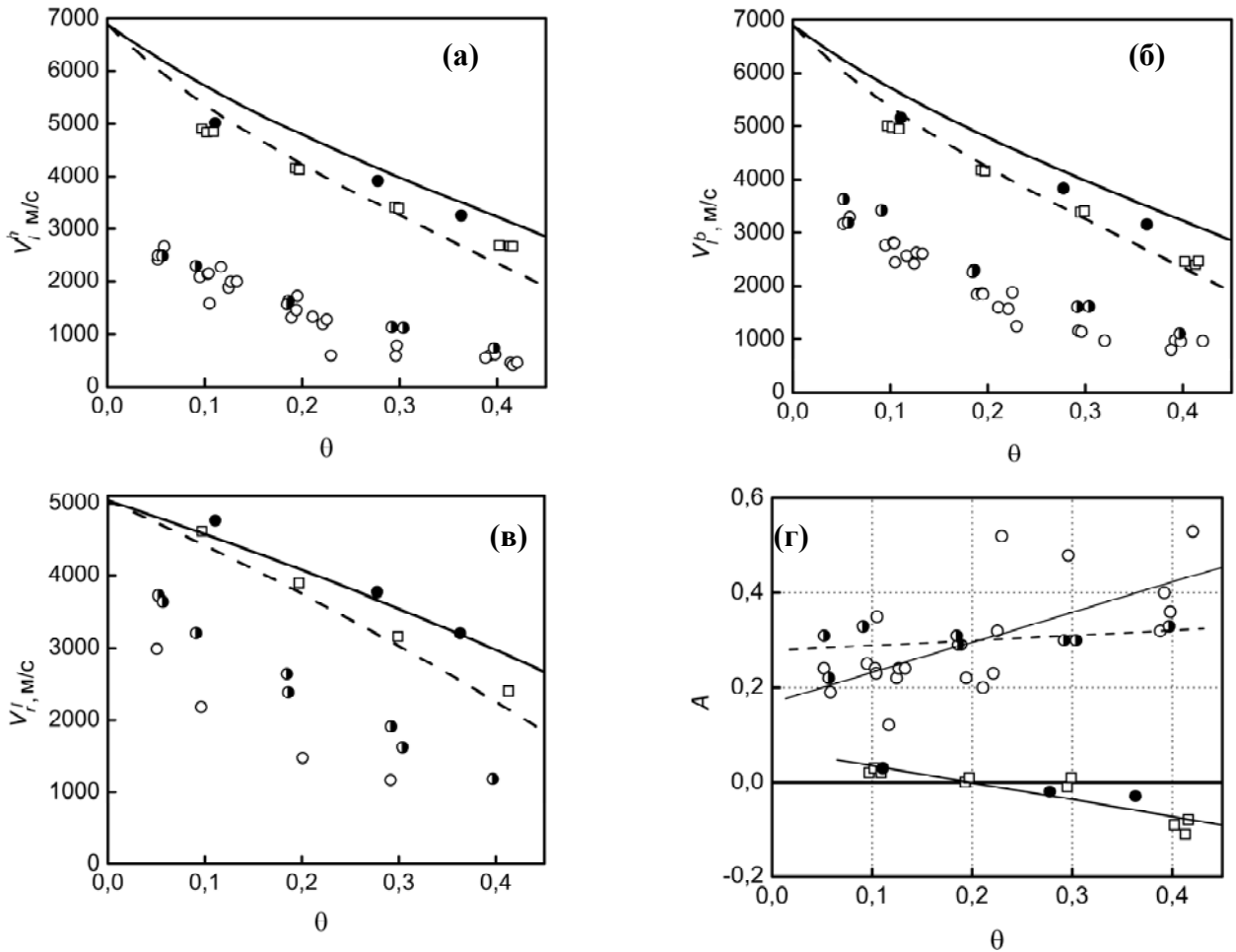


Рис.5.13 – Швидкості поздовжньої акустичної хвилі вздовж (а) і поперек (б) напрямку пресування, і поздовжньої хвилі в стрижні (в) після спікання порошкового Ті за T_s 773 (○), 973 (●), 1273 (□) і 1473 К (●) та параметр анізотропії (г) в залежності від пористості. Лініями на (а – в) позначені розрахунки за моделями матеріалів з видовженими порами (—) і твердих сфер, що перекриваються (- -) [134]

Анізотропію швидкості поширення ультразвукової хвилі ми спостерігали в матеріалах з досліджуваного титанового порошку, спечених за менших температур (Рис.5.12). Цей ефект можна пояснити особливостями розташування контактів між деформованими в процесі пресування частинками, а також руйнуванням контактних

площадок, що утворилися під час пресування внаслідок пружної післядії після зняття тиску пресування. Наявність таких зруйнованих контактних площадок, які фактично є площинними порами, може спричиняти нелінійність деформування матеріалу під час проходження акустичної хвилі, а також додаткове розсіювання енергії, наприклад, внаслідок тертя берегів цих зруйнованих контактів. Наслідком є сильне згасання хвилі в порошкових, особливо в слабо спечених матеріалах. Ми припускаємо, що ще однією причиною анізотропії характеристик пружності може бути градієнт густини по товщині зразка, що виникає внаслідок тертя між частинками порошку та стінками прес-форми.

Результати, наведені на Рис. 5.13 г свідчать, що відносна різниця між вимірними швидкостями у матеріалів, спечених за 773 К і 973 К має той самий порядок, але стрімко зменшується після збільшення температури спікання T_s до 1273 К. Абсолютні значення різниці $|V_l^b - V_l^h|$ (на Рис.5.13 не показані) в такому випадку теж істотно зменшуються. Встановлено, що характер зміни параметру A_V з пористістю залежить від температури спікання: після спікання за $T_s = 773$ К параметр анізотропії A_V збільшується з пористістю, за $T_s = 973$ К параметр A_V від пористості практично не залежить (хоча анізотропія зберігається), а після спікання за вищих температур у матеріалів пористістю $\theta > 0,20$ спостерігається інверсія анізотропії швидкості ультразвуку, тобто V_l^h стає більшою за V_l^b . Істотне зменшення анізотропії після високотемпературного спікання свідчить на користь впливу на швидкість поширення акустичної хвилі в тому чи іншому напрямку саме недосконалих в механічному сенсі контактів. Іншою причиною може бути сфероїдизація пор, сплюснених у напрямку осі пресування.

Швидкість поширення поздовжньої акустичної хвилі в стрижні V_r^l після спікання за температур, нижчих за 1273 К близька до швидкості V_l^b , а після спікання за температур 1273 і 1473 К $V_r^l < V_l^b$. Відомо, що швидкість поширення поздовжньої ультразвукової хвилі V_r в стрижні, матеріал якого задовольняє припущенням теорії пружності, зокрема суцільності і однорідності (5.4), відрізняється від швидкості поширення поздовжньої хвилі в напівскінченному середовищі V_l (5.5). З цих формул випливає, що, за умови $0 < \nu < 0,5$, яка є справедливою практично для всіх

традиційних матеріалів, $V_l > V_r$. Результати свідчать, що зниження температури спікання порошкового титану мають наслідком зближення вимірних значень швидкостей V_l і V_r , а отже зменшення коефіцієнта Пуассона.

5.2.2 Оцінка вмісту недосконалих контактів: лінійне наближення

Для оцінки якості пористих матеріалів дефектність визначали порівнянням вимірної швидкості акустичної хвилі в досліджуваному матеріалі V з такою ж характеристикою бездефектного матеріалу V_{no} [413]:

$$D = 1 - \frac{V}{V_{no}}, \quad (5.12)$$

Під бездефектним пористим матеріалом розуміли матеріал, що містить об'ємні пори, але в якому відсутні площинні дефекти (недосконалі контакти та тріщини) на відміну від бездефектного матеріалу твердої фази, що не містить пор і позначається нижнім індексом «0».

Значення швидкості поширення акустичної хвилі в бездефектному пористому матеріалі можна відшукати підстановкою до відповідних рівнянь теоретичних залежностей характеристик пружності від пористості. Проте відомі теоретичні та емпіричні залежності характеристик пружності від пористості були виведені за різних припущень, і тому розраховані за цими моделями значення не збігаються, особливо в діапазоні середніх пористостей (0,20...0,40) [35, 127, 128, 134]. Тому параметр дефектності матеріалу D встановлювали за таким алгоритмом: 1) характеристиками пружності бездефектного пористого матеріалу вважали експериментально визначені модуль Юнга та коефіцієнт Пуассона порошкового титану, спеченого за температури 1473 К; 2) обирали модель, що найбільш відповідно описує структуру і поведінку пористого титану; 3) за формулою (5.12) визначили параметр дефектності зразків, спечених за температур нижчих ніж 1473 К.

Модуль Юнга E_{no} і модуль зсуву G_{no} титану, спеченого за температури 1473 К, були визначені резонансним методом [453]. Зважаючи на встановлений факт

незначної анізотропії пружності титану, спеченого за згаданої температури, коефіцієнт Пуассона ν_{no} розраховували за відомими залежностями між характеристиками пружності ізотропного матеріалу [160]. Результати експериментального визначення E_{no} та ν_{no} зображені на Рис.5.14.

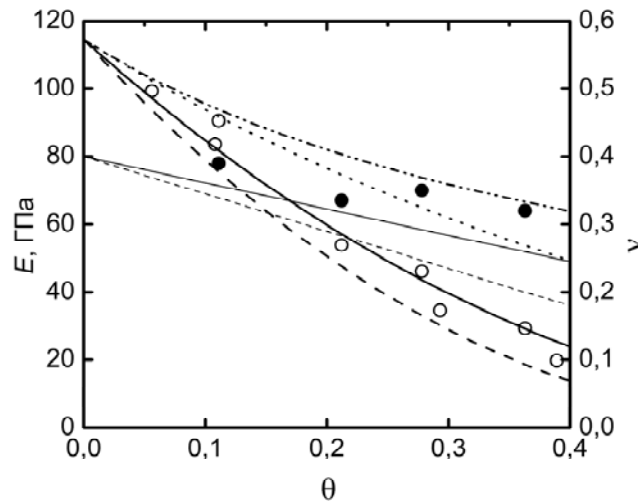


Рис.5.14 – Модуль Юнга E (\circ) та коефіцієнт Пуассона ν (\bullet) порошкового титану, спеченого за 1473 К в залежності від пористості і їхні значення, розраховані за моделями Маккензі (- ··), Хашина – Штрікмана (···), твердих сфер (- -) та сплющених пор (—). Товсті лінії стосуються модуля Юнга, тонкі – коефіцієнта Пуассона

Виходячи з структури матеріалу, було розглянуто чотири моделі, що пов'язують модуль Юнга і пористість: 1) узагальнений метод самоузгодження у припущенні наявності в матеріалі сферичних пор, які не взаємодіють між собою (1.12); 2) модель Хашина – Штрікмана за умови рівності нулю характеристик пружності включень в матриці з титану (1.11); 3) тривимірна числова модель твердих сфер, які частково перекриваються [134]; 4) тривимірна числова модель твердого тіла з сплющеними порами [134] (Рис.5.14). Останні дві моделі також були використані для розрахунку коефіцієнта Пуассона пористих матеріалів. Вважали, що характеристики пружності твердої фази $E_0 = 114,5$ ГПа, $G_0 = 41,2$ ГПа [349].

Встановлено, що найкраще пружну поведінку порошкового титану описує модель твердого тіла з сплющеними порами (Рис.5.14). Розрахунок за формулами (5.3, 5.4) підтвердив, що ця модель найбільш придатна для визначення дефектності.

Тому площинну дефектність за визначали формулою (5.14), підставляючи значення V_{no} , розраховане за характеристиками пружності, що відповідають вказаній моделі.

Результати визначення дефектності за швидкостями поширення поздовжніх акустичних хвиль різних типів свідчать (Рис.5.15), що дефектність матеріалів, зокрема спечених за температур 773 і 973 К, істотно залежить від їхньої пористості – площинні дефекти більше впливають на характеристики пружності більш пористих матеріалів.

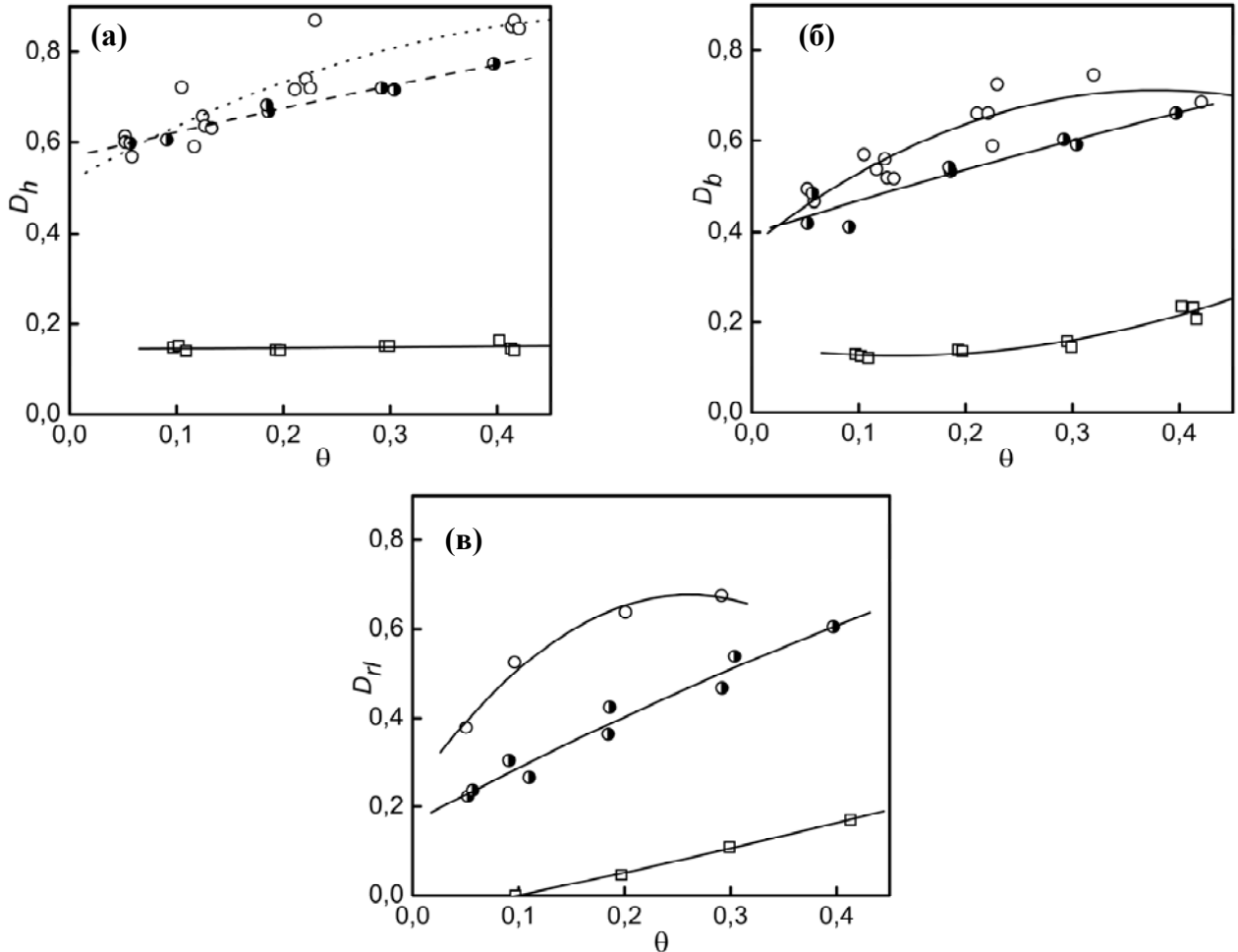


Рис.5.15 - Дефектність пористих зразків Ті, спечених за T_s 773 (○, ···), 973 (●, - - -), 1273 К (□, —) за результатами вимірювань швидкостей: (а) - V_l^h ; (б) - V_l^b ; (в) - V_r^l

Помітною є також анізотропія дефектності. Після спікання за 773 К матеріали є більш дефектними в напрямку пресування, в той час як в обох напрямках перпендикулярно пресуванню величина параметру D є практично однаковою: $D_h > D_b \approx D_r^l$. Підвищення температури спікання до 973 К практично не впливає на дефектність D_h та D_b матеріалу пористістю до 0,10, натомість параметр D_r^l

зменшується вдвічі. В більш пористих матеріалах підвищення температури спікання спричиняє помітне зменшення дефектності в усіх напрямках. Після спікання за температури 1273 К дефектність пористих матеріалів стрімко зменшується, причому ця зміна є більшою в більш дефектних матеріалах, тобто в матеріалах з більшою пористістю і в напрямку пресування. Таким чином, залежність дефектності таких матеріалів від пористості зменшується, а в напрямку V_h практично зникає. Проте, незважаючи на зменшення, в напрямках перпендикулярних до напрямку пресування залежність дефектності від пористості зберігається – більш пористі матеріали містять більше площинних дефектів. Слід зазначити, що за високої температури спікання дефектність зразків в усьому дослідженому діапазоні пористості залишається на рівні $D \sim 0,20$, за винятком напрямку V_r , в якому у матеріалів з $\theta < 0,2$ площинні дефекти майже відсутні.

Отже, після пресування порошку титану і спікання за температури 773 К існує анізотропія дефектності, яка може викликатись різною орієнтацією площинних дефектів. Підвищення температури спікання до 973 К призводить до істотного зменшення дефектності лише в напрямку V_r . Відсутність усадки свідчить що, консолідація відбувається лише за рахунок процесів, які не потребують великого масопереносу, а саме за рахунок формування металічних зв'язків в області деформованих контактів між частинками порошку. Подальше підвищення температури спричиняє зменшення як величини, так і анізотропії дефектності, що свідчить про перехід структури матеріалу до більш рівноважного стану.

Порівняємо одержані результати з властивостями кісткової тканини. Відомо, що характеристики пружності стегнової кістки пористістю 0,04...0,15 становлять $E_l = 15...21$ ГПа, $E_t = 8...13$ ГПа (модуль Юнга в поздовжньому і трансверсальному напрямках, відповідно), $\nu = 0,32...0,44$ [457], а швидкість поширення поздовжньої ультразвукової хвилі в напрямку волокон становить 4000...4400 м/с, а в радіальному напрямку – 3000...3600 м/с [458]. Як видно, характеристики пружності і, відповідно, швидкість звуку спеченого титану в діапазоні досліджених пористостей відповідають характеристиками кісткової тканини. Спікання за 1273 К дозволяє зменшити площинну дефектність матеріалу, тому для виготовлення імплантатів

може бути рекомендовано порошковий титан пористістю 0,20...0,30, спечений за цієї або вищих температур.

5.2.3 Динамічна пружність та здатність до демпфування: лінійне наближення

Метою дослідження, викладеного в даному пункті, було визначення динамічного модуля Юнга і здатності до демпфування порошкового титану різної пористості після пресування і спікання за температур від 773 до 1473 К в діапазоні частот 100 Гц...100 кГц для одержання інформації про формування структури в процесі спікання та встановлення експлуатаційних характеристик.

Як і у випадку частково спеченого порошкового заліза (п.5.1), у порошкового титану спостерігалась асиметрія резонансної кривої, причому вона збільшувалась із збільшенням амплітуди коливань зразка. Для мінімізації впливу цього фактору, порівнювали величини δ , визначені на малих рівнях деформації, нехтуючи асиметрією кривої. Наслідком нелінійного механічного відгуку матеріалу на акустичне збурення також була помітна амплітудна залежність резонансних частот коливань, тому модуль Юнга E_r визначали за резонансними частотами, вимірними на рівні мінімальних амплітуд коливань, коли максимальні відносні циклічні деформації $\varepsilon_{\max} < 10^{-6}$.

Результати оцінки модуля Юнга E_b слабо консолидованих матеріалів за формулою (5.4), в яку підставляли виміряні значення швидкості поширення поздовжньої акустичної хвилі поперек напрямку пресування V_l^b і розраховані за формулою $v = v_0 \cdot (1 - \theta)$ значення коефіцієнт Пуассона титану, зображені на Рис.5.16,а, дозволяють зробити такі висновки про протікання процесу спікання титанового порошку: 1) за температури 573 К спікання не відбувається і модуль Юнга зразків залишається на рівні такого сирих пресовок; 2) з підвищенням T_s до 773 К модуль Юнга матеріалів пористістю $\theta < 0,20$ підвищується, а пружність більш пористих матеріалів помітно не зростає.

На Рис. 5.16,а наведені також криві апроксимації для поліфракційного титану, спеченого за 773 К (суцільна лінія) і для пресовок з порошку фракції -315+200 (переривчаста лінія). Різниця між значеннями модуля Юнга сирих і спечених за

773 К матеріалів зростає зі зменшенням пористості. Екстраполяція на нульову пористість дає значення $E_b \approx 20$ ГПа для пресовок і $E_b \approx 50$ ГПа для частково спечених матеріалів. Оскільки усадка після спікання не спостерігалась, консолідація відбувалась лише за рахунок процесів, що не вимагають великого переносу маси, а саме за рахунок формування досконалих металічних зв'язків в області деформованих контактів (площинних дефектів). Причиною відзначеної активації спікання в більш щільних заготовках може бути зростання площі площинних дефектів в одиниці об'єму матеріалу.

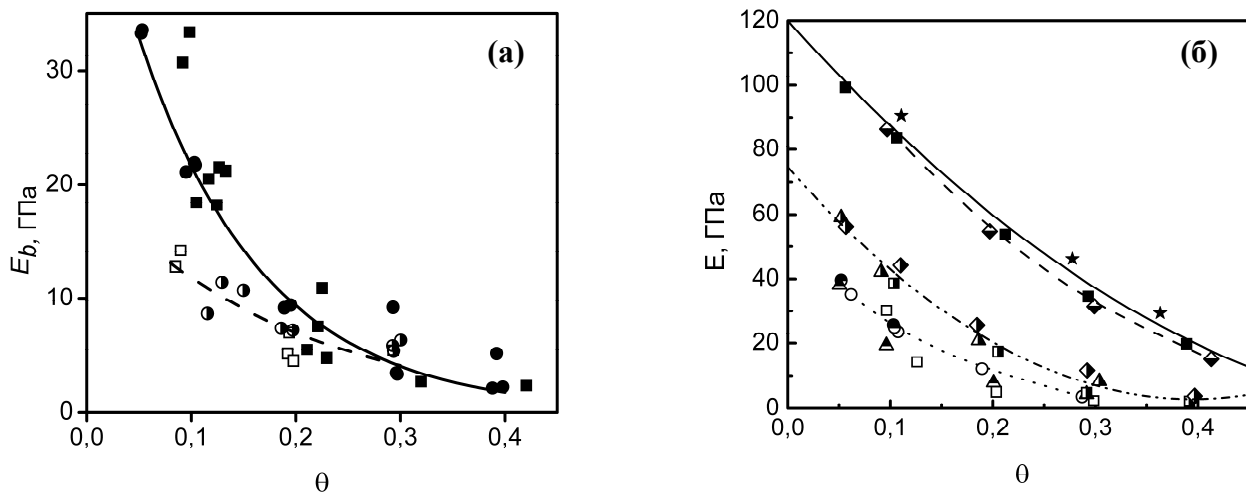


Рис 5.16 – Залежність модуля Юнга стрижневих зразків від пористості Ті визначені імпульсним (а) та резонансним (б) методами. Позначення на (а): неспечені (світлі позначки) та спечені за 573 К (напівзатемнені) і 773 К (темні), з поліфракційного порошку (●) -630 та фракцій (◐) -630+500; (◑, ◒) -315+200 Позначення на (б): після пресування (світлі символи), спечені за 773 К (затемнені згори), 973 К (затемнені збоку), 1273 К (затемнені знизу) та 1473 К (темні) з поліфракційного порошку -630 (○) та фракцій -630+500 (◑); -500+315 (Δ); -315+200 (◊); -200+100 мкм (☆)

Результати визначення в псевдо-ізотропному наближенні резонансним методом модуля Юнга титану, спеченого за більших температур, свідчать (Рис.5.16,б), що уявне розсіювання експериментальних точок на залежності модуля Юнга частково спеченого титану від пористості викликане існуючою залежністю динамічної пружності частково спеченого матеріалу від розміру частинок порошку:

збільшення розміру частинок має наслідком зменшення модуля Юнга. Можливі причини цього впливу полягають в особливостях формування контактів під час спікання. Проте загальні тенденції зміни пружності від пористості та температури спікання зберігаються. Значення модуля Юнга не залежать від температури спікання для матеріалів усіх пористостей до $T_S \leq 773$ К. Підвищення T_S до 973 К спричиняє збільшення модуля Юнга в матеріалах пористістю до $\theta = 0,30$ (дані щодо матеріалу пористістю 0,40 не є цілком певними). Спікання за 1273 К веде до істотного збільшення модуля Юнга всіх досліджених матеріалів, а підвищення температури до 1473 К має наслідком лише незначне подальше збільшення пружності.

Дані про **здатність до демпфування**, одержані за вимірюванням ширини резонансної кривої в умовах першої моди поздовжніх коливань (Рис.5.17,а) і першої моди поперечних коливань (Рис.5.17,б) засвідчили, що за поздовжніх коливань з малими амплітудами максимальних циклічних деформацій ($\sim 10^{-8} \dots 10^{-6}$) збільшення амплітуди сигналу збурення (і, відповідно, амплітуди коливань) на порядок практично не впливало (або впливало в незначній мірі) на декремент коливань δ усіх матеріалів, незалежно від пористості і температури спікання [455]. Натомість в умовах поперечних коливання стрижня з більшими амплітудами ($\sim 10^{-5} \dots 10^{-4}$) внаслідок збільшення амплітуди коливань на порядок декремент δ збільшувався в рази в залежності від пористості та температури спікання. Тому на Рис.5.17, б наведено результати, одержані в умовах коливань з найменшою амплітудою, за якої можливо було визначити ширину резонансної кривої. Встановлено, що декремент коливань частково спечених матеріалів складає від одного до десятків відсотків і зростає зі збільшенням пористості, що дозволяє віднести неповністю спечені титанові пресовки до матеріалів з високою здатністю до демпфування.

Незалежно від схеми вимірювання, із збільшенням температури спікання здатність до демпфування істотно зменшується в усьому дослідженому діапазоні пористості. Більше того, збільшення T_S зменшує залежність параметру демпфування від пористості: в матеріалах, спечених за 1473 К, $\delta \approx 0,001 \dots 0,002$ і не залежить від пористості. Це близько до значень δ литого титану, який в умовах чистого вигину призматичних зразків в діапазоні максимальних циклічних напружень від 40 до

110 МПа змінюється від 0,0008 до 0,0012 [361]. Одержані результати спростовують висновок про збільшення декременту коливань при збільшенні пористості внаслідок більшої концентрації напружень біля поверхні пор [284].

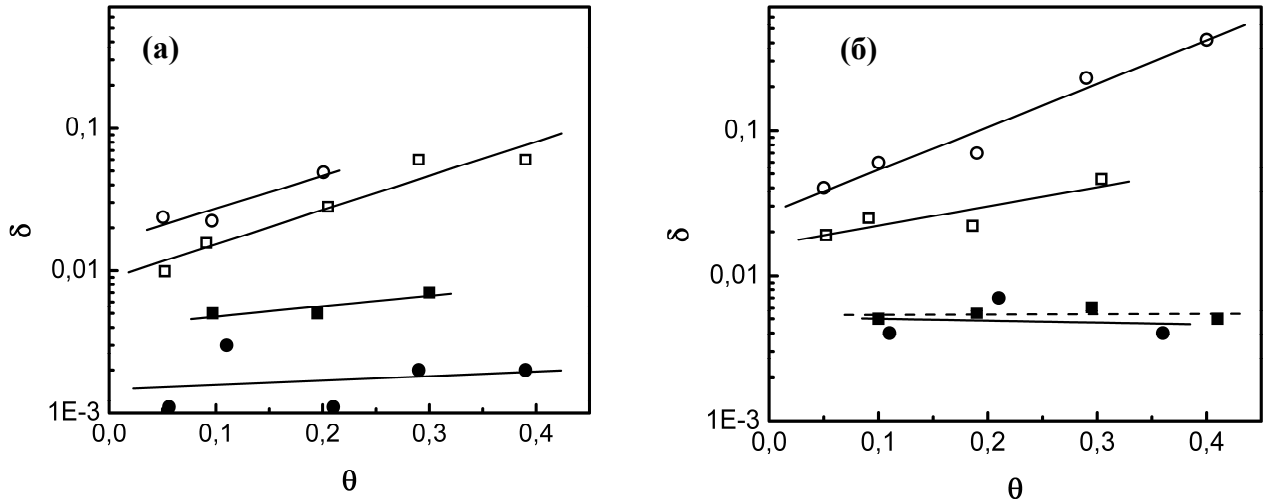


Рис 5.17 – Залежність декременту коливань в умовах поздовжніх (а) та поперечних (б) коливань зразків Ті, спечених за $T_s = 773$ (○), 973 (□), 1273 (■) і 1473 К (●) від пористості

Деяко більші значення δ матеріалу, спеченого за 1473 К, одержані в умовах поперечних коливань можуть бути результатом розсіювання енергії в експериментальному стенді (попередні дослідження показали, що декремент коливань стенду в даному діапазоні частот має порядок $0,001$). Втім, тенденція зміни значень декременту коливань, виміряних обома методами, є однаковою, а значення δ добре спечених матеріалів є близькими. Різниця між декрементами коливань різних типів для слабо спечених матеріалів збільшується з пористістю, натомість екстраполяція на нульову пористість дає близькі значення δ .

Оскільки δ матеріалів однакової пористості зменшується з підвищенням T_s , ймовірним джерелом збільшення розсіювання пружної енергії є недосконалі контакти. Це дозволяє зробити деякі висновки щодо еволюції структури в процесі спікання. По-перше, із збільшенням пористості стан контактів між частинками порошку в пресовках і слабо спечених матеріалах погіршується. По-друге, після підвищення температури з 773 до 973 К спікання відбувається в усьому діапазоні

пористості, причому за більшої пористості (0,3 та 0,4) ці процеси ідуть, вочевидь, не менш активно, про що свідчить стрімке зменшення δ . По-третє, незважаючи на близькі значення модуля Юнга (Рис.5.16, б), спікання за 1273 К, ще не забезпечує досконалого структурного стану, властивому матеріалам, спеченим за 1473 К.

Визначення якості спікання за декрементом коливань ПМ, зокрема таких, чия тверда фаза має малу здатність до демпфування, має низку переваг перед іншими критеріями, наведеним в [453]. По-перше, декремент коливань матеріалу з якісними контактами слабо залежить від пористості і тому не потребує додаткових припущень щодо впливу цього параметру. По-друге, найбільших змін параметр демпфування зазнає саме на ранніх стадіях спікання, тому він є більш придатним для вивчення цього діапазону спікання, де застосування методів визначення пружності ускладнене. Крім того, на відміну від електричного опору, за зміною якого традиційно вивчають еволюцію структури порошкових металів [22, 25, 146], демпфування коливань є характеристикою саме механічної поведінки матеріалів.

5.2.4 Нелінійна поведінка в частотній області: амплітудна залежність резонансної частоти

Резонансні частоти поздовжніх коливань і поперечних коливань консольного зразка у формі стрижня f_n вимірювали за декількох амплітуд сигналу збурення і визначали зсув резонансної частоти Δf_n як різницю між резонансною частотою за нульової амплітуди коливань f_0 і поточною частотою f_n (п.2.2.4) [456]. Типовий вигляд резонансних кривих (амплітудно – частотних характеристик) поздовжніх та поперечних коливань зразків наведених на Рис.5.18. Як і раніше, амплітуду поздовжніх коливань вважали пропорційною до амплітуди електричної напруги $U_{\text{вих}}$ в приймальному перетворювачі, і тому результати вимірювань амплітуди наведені в одиницях електричної напруги. У випадку поперечних коливань амплітуду максимальних циклічних деформацій ϵ обчислювали за формулою (2.18). Поздовжні коливання з амплітудою відносних максимальних циклічних деформацій $10^{-8} \dots 10^{-6}$ збурювали в діапазоні частот 10...55 кГц, а поперечні коливання з амплітудою

відносних максимальних циклічних деформацій $10^{-5} \dots 8 \cdot 10^{-4}$ – в діапазоні частот $0,3 \dots 1,4$ кГц.

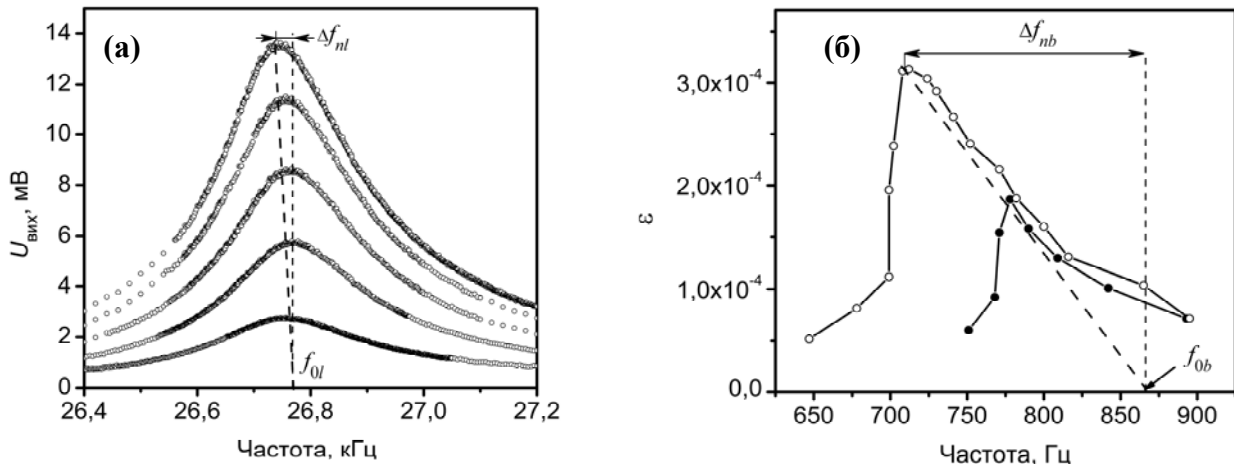


Рис.5.18 – Типові резонансні криві зразка $\theta = 0,11$, спресованого з порошку Ті з розміром частинок ≤ 630 мкм та схема визначення резонансної частоти коливань f_0 та зсуву резонансної частоти Δf_n поздовжніх (а) і поперечних (б) коливань

Резонансна частота як поздовжніх, так і поперечних коливань більшості досліджених зразків зменшувалась у випадку збільшення амплітуди коливань, причому це зменшення частоти Δf_n лінійно залежало від амплітуди коливань або від амплітуди відносної деформації, що узгоджується з викладеними у попередніх пунктах результатами для оксиду алюмінію і порошкового заліза. Тому похідну функції відносної резонансної частоти f / f_0 по відносній деформації, яка є пропорційною до амплітуди сигналу $U_{\text{вих}}$ в умовах резонансу, вважали константою і визначали, як це показано на Рис.5.19, як кут нахилу залежності зсуву відносної резонансної частоти $\Delta f_n / f_0 = (f_0 - f_n) / f_0$ від амплітуди вихідного сигналу $U_{\text{вих}}$ (за поздовжніх коливань)

$$\frac{\Delta f_r(U_{\text{вих}})}{f_{0r}} = C_{fU} U_{\text{вих}} \quad (5.13)$$

або від амплітуди максимальної циклічної деформації ϵ_{max} (за поперечних коливань)

$$\frac{\Delta f_b(\epsilon)}{f_{0b}} = C_{f\epsilon} \epsilon \quad (5.14)$$

де f_0 – резонансна частота за нульової амплітуди коливань, f – резонансна частота, виміряна на заданому рівні сигналу збурення, а C – числові коефіцієнти. Нижні

індекси r та b вказують, що частота виміряна відповідно в умовах поздовжніх та поперечних коливаннях. Коефіцієнт $C_{f\varepsilon}$ є безрозмірним, а C_{fU} має розмірність $[B^{-1}]$.

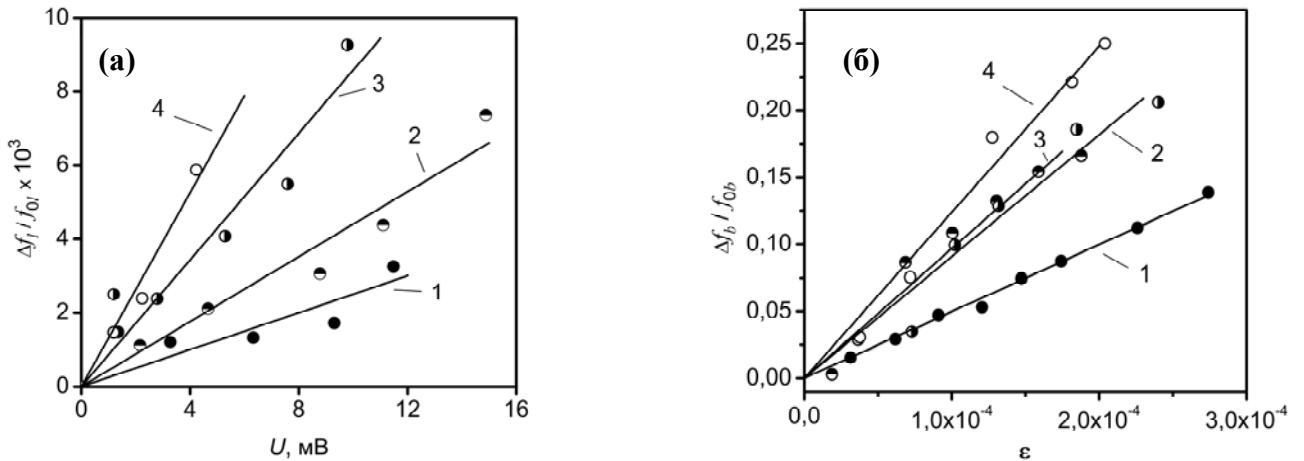


Рис.5.19 – Амплітудні залежності зсуву резонансної частоти в умовах поздовжніх (а) і поперечних (б) коливань зразків пористістю: 1 – 0,05; 2 – 0,096; 3 – 0,20; 4 – 0,29, одержаних спіканням порошку Ті фракції -500+315 мкм за температури 773 К

Результати визначення коефіцієнтів C_{fU} та $C_{f\varepsilon}$ титанових зразків різної пористості свідчать (Рис.5.20), що обидва коефіцієнти, які характеризують нелінійність коливань і відбивають стан контактів між частинками, загалом демонструють схожу поведінку і зменшуються зі збільшенням температури спікання в усьому дослідженому діапазоні пористості. Одержані результати дозволили встановити вплив розміру вихідного порошку на процес формування контактів між частинками. Значення коефіцієнту $C_{f\varepsilon}$ неспечених зразків з поліфракційного порошку і з фракції -315+200 мкм були в декілька разів меншими, ніж з порошку фракції -630+500 мкм, причому лише для останніх зі збільшенням пористості $C_{f\varepsilon}$ істотно зросло (Рис.5.20, г).

Загалом під час спікання порошку з більшими частинками якісні в механічному сенсі контакти формувалися за вищих температур. Підвищення температури спікання в діапазоні 773...973 К сприяє зменшенню C , причому більш стрімке їх падіння відбувалося у зразків пористістю 0,05...0,2. Найбільше залежали від пористості коефіцієнти C матеріалів, спечених за $T_s = 773 \text{ K}$ (Рис.5.20, б, д). Як і у випадку неспечених пресовок, збільшення розміру порошку мало наслідком збільшення параметру нелінійності коливань, що дозволяє зробити висновок про

гірший стан контактів між частинками більшого розміру у разі спікання за однакової температури. Підвищення T_s до 1273 К дозволило одержати зразки пористістю до 0,4 з якісними контактами між частинками; впливу пористості на коефіцієнти $C_{f\varepsilon}$ і C_{fU} зафіксовано не було. Згідно обраного критерію нелінійності коливань, подальше підвищення T_s до 1473 К не спричинило помітної зміни стану контактів, хоча навіть після спікання за цієї температури якість матеріалів, виготовлених з порошку фракції -315+200 мкм залишалась вищою, ніж з фракції -630+500 мкм (Рис.5.20, в).

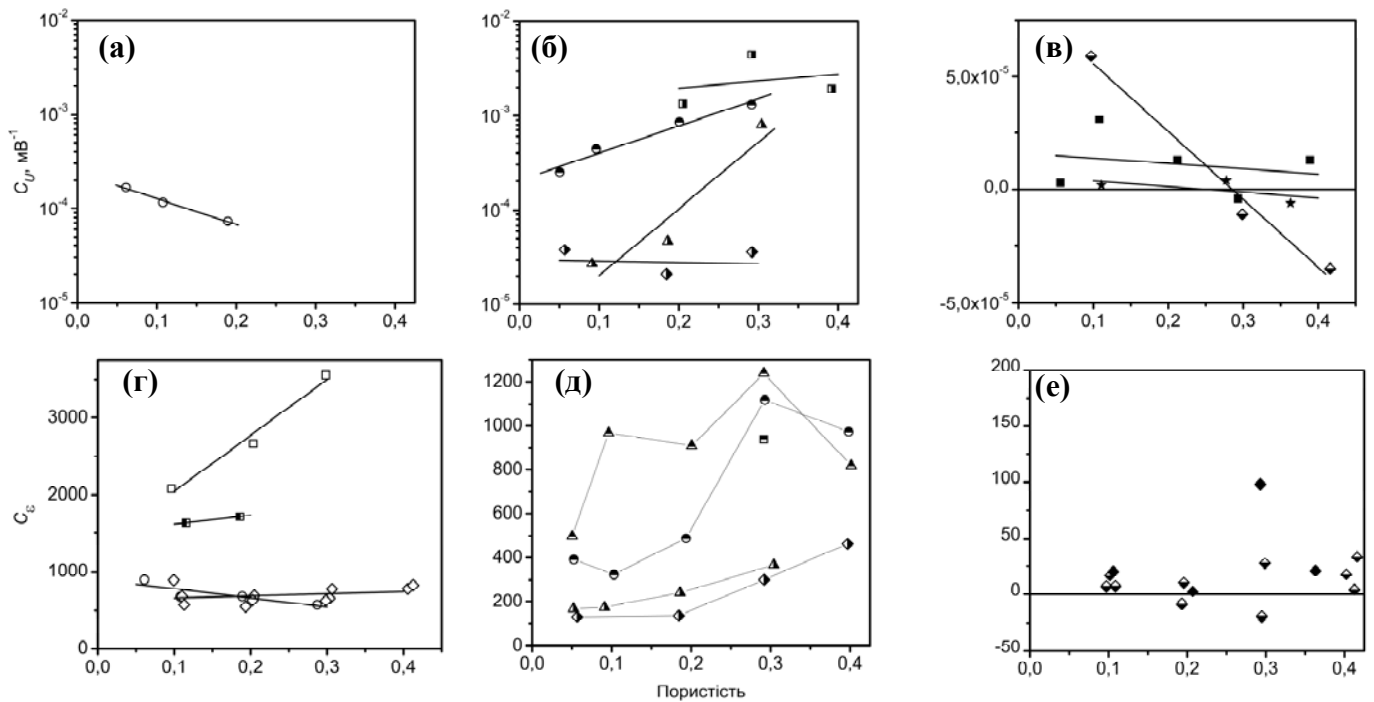


Рис.5.20 – Залежності C_{fU} (а – в) та $C_{f\varepsilon}$ (г – е) від пористості Ті з порошку -630 (○) та фракцій -630+500 (□); -500+315 (Δ); -315+200 (◇); та -200+100 мкм (☆) після пресування (світлі) і спікання за T_s 573 (затемнені зліва), 773 (затемнені згори), 973 (затемнені справа), 1273 (затемнені знизу) та 1473 К (темні)

Деякі зразки, спечені за 1273 та 1473 К демонстрували від’ємні значення $C_{f\varepsilon}$ і C_{fU} , причиною чого було незначне збільшення резонансної частоти при підвищенні амплітуди коливань (Рис.5.20, в, е), що потребує додаткового дослідження.

Отже, параметри нелінійності коливань залежать від пористості неповністю спечених матеріалів, але практично не залежить від пористості пресовок і повністю

спечених матеріалів. Виняток становив матеріал, спресований з фракції - 630+500 мкм, що також вимагає подальших досліджень.

Порівняння залежностей коефіцієнта $C_{f\epsilon}$ та деформації до руйнування e_p матеріалу пористістю 0,1 з порошку фракції -315+200 мкм від температури спікання [453] засвідчило, що загалом зростання e_p супроводжується зменшенням $C_{f\epsilon}$, проте існують деякі особливості еволюції цих характеристик (Рис.5.21). Так, в діапазоні температур спікання 773...973 К відбувалось стрімке падіння $C_{f\epsilon}$, швидкість якого зменшувалась в діапазоні 973...1273 К, а подальше збільшення T_s на значення цього коефіцієнта не впливало, що вказує на формування якісних контактів вже після спікання за температури 1273 К протягом 1 години. Однак деформація до руйнування починала збільшуватись лише після спікання за $T_s > 973$ К і цей процес не завершувався після спікання за температури 1273 К.

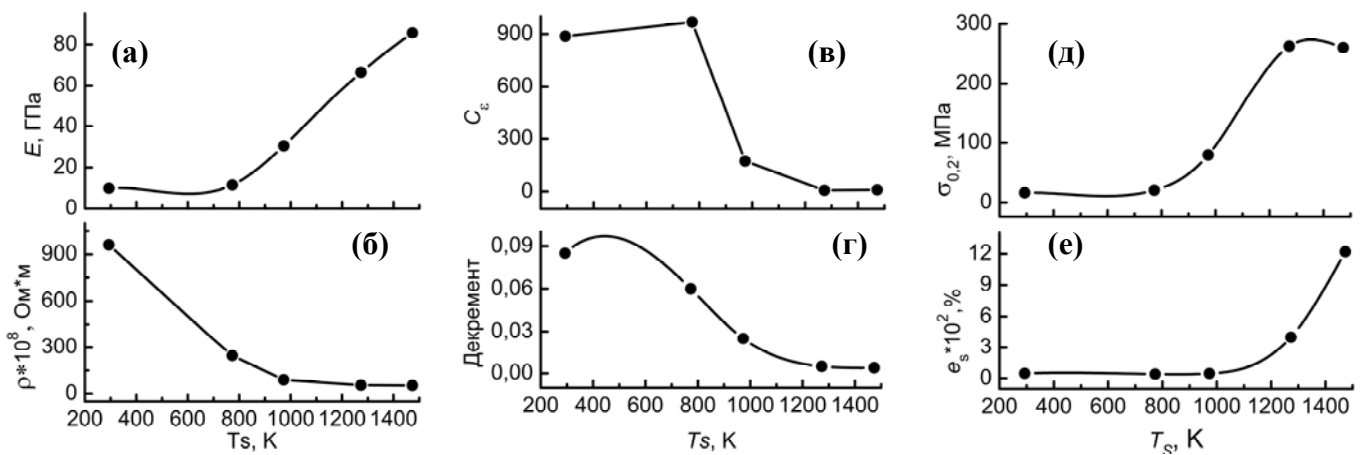


Рис. 5.21 – Залежність модуля Юнга E (а), питомого електричного опору ρ^* (б), коефіцієнта $C_{f\epsilon}$ (в), декременту δ (г), межі плинності $\sigma_{0,2}$ (д) та деформації до руйнування e_p (е) зразків з порошку титану фракції -315+200 мкм пористістю 0,1 від T спікання впродовж 1 год

Отже, ймовірною причиною невисокої міцності пористого титану, спеченого за температур, нижчих за температуру рекристалізації (1473 К) є не наявність площинних дефектів, а висока концентрація домішок в області контактів між частинками. Це узгоджується з результатами порівняння відносного електричного опору, статичного та динамічного модуля Юнга досліджуваних матеріалів з

характеристиками матеріалів відповідної пористості, спечених за 1473 К [453]. Порівняння засвідчило, що межа плинності найкраще корелює з коефіцієнтом амплітудної залежності резонансної частоти C , а також з декрементом коливань δ (Рис.5.21).

Слід зазначити, що параметри нелінійності коливань як критерії якості спікання мають ту перевагу, що не потребують порівняння з базовою характеристикою пористого матеріалу без площинних дефектів, оскільки в процесі коливань зразків такого матеріалу нелінійні явища відсутні. Як і у випадку порошкового заліза (п.5.1), модуль Юнга титану продовжував зростати в результаті підвищення температури спікання до 1473 К, що супроводжувалось стрімким зростанням істинної деформації руйнування і зміною механізму з руйнування по межах частинок на ямкове руйнування (Рис.5.22). Ймовірною причиною обох явищ є перекристалізація вже сформованих меж між частинками і міграція домішок.

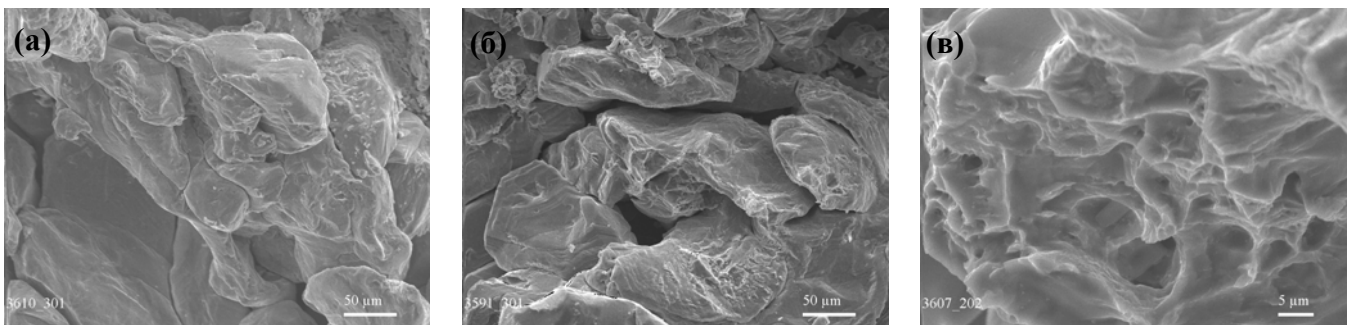


Рис.5.22 – Поверхні руйнування зразків титану з порошку фракції -315+200 пористістю 0,1, одержаних пресуванням (а) та наступним спіканням за 973 (б) і 1473 К (в)

Отже, дослідження параметрів залежності резонансних частот поздовжніх і поперечних коливань від амплітуди коливань (амплітуди максимальних циклічних деформацій) дозволило встановити, що в неповністю спеченому порошковому титані якість контактів між частинками зменшується зі збільшенням пористості і розміру частинок порошку, але після спікання за температур 1273 К і вище ці залежності є нехтовно малими. Контакти між частинками в титані пористістю від 0,05 до 0,4 закінчують формуватися за 1273 К і наявність площинних дефектів не може бути причиною відносно невисокої міцності титану, спеченого за температури

1273 К. Вирішальний вплив на міцність порошкового титану, спеченого за температур, нижчих за температуру рекристалізації (1473К), ймовірно справляє висока концентрація домішок в області контактів між частинками.

5.2.5 Нелінійна поведінка в частотно-часовій області: повільна динаміка

Досліджували зразки, виготовлені з порошку фракції -315+200 мкм: 1) пресовку загальною залишковою пористістю $\theta = 0,085$; 2) $T_s = 973$ К, $\theta = 0,185$; 3) $T_s = 973$ К, $\theta = 0,290$. Поведінку консольних зразків вивчали в умовах їх поперечних резонансних коливань в частотному діапазоні 0,4-1,2 кГц. Явище повільної динаміки в сирій пресовці досліджували за таким алгоритмом (Рис.5.23).

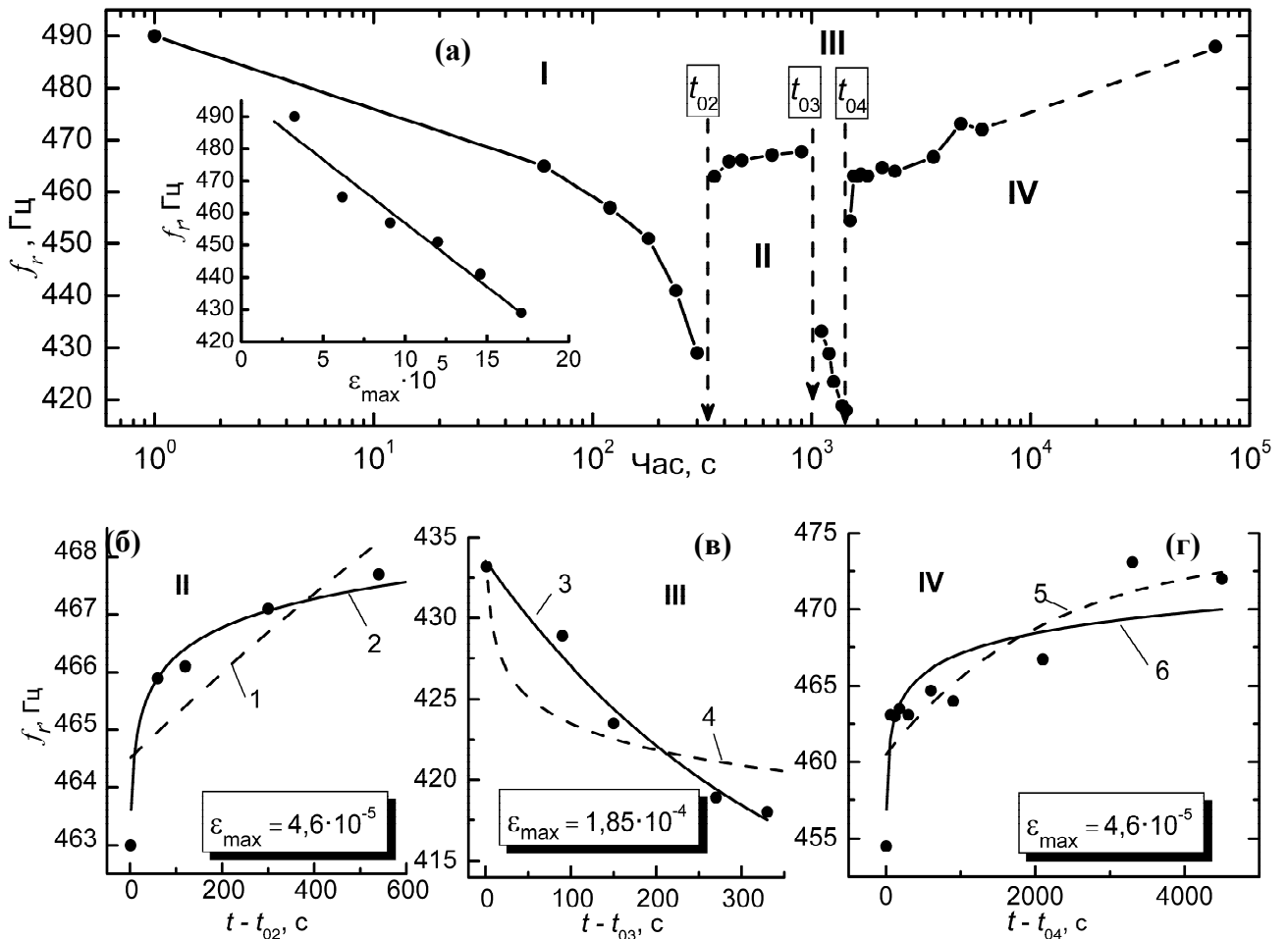


Рис. 5.23 – Загальний протокол (а) і окремі стадії (б) - (г) дослідження пресовки Ті: результати експерименту (точки), одержані за ϵ_{max} , вказаних на полі, і функції апроксимації за експоненційним (1, 3, 5) та логарифмічним (2, 4, 6) законами. Коефіцієнти функцій 1-6 наведені в Табл. 5.1

На стадії I сигнал збурення покровоково збільшували через кожну хвилину, і на кожному кроці вимірювали власну частоту зразка, яка зменшилась від 490 Гц на рівні $\varepsilon_{\max} = 3,25 \cdot 10^{-5}$ до 429 Гц на рівні $\varepsilon_{\max} = 1,71 \cdot 10^{-4}$ (Рис.5.23,а). Вставка на Рис. 5.23,а свідчить, що f_r зменшувалась з ε_{\max} за лінійним законом, як показано в п. 5.2.4.

На стадії II, в момент часу $t_{02} = 300$ с від початку експерименту, рівень ε_{\max} зменшили одразу від $1,71 \cdot 10^{-4}$ до $4,6 \cdot 10^{-5}$, внаслідок чого резонансна частота підвищилась до 463 Гц, і витримували на цьому рівні 540 с. Під час витримки f_r поступово зростала до 467,7 Гц за логарифмічним законом (крива 2, Рис.5.23,б)

$$f_r(t) = f_{r0} + k_l \cdot \ln(t/\tau_f), \quad (5.15)$$

де f_{r0} – резонансна частота в момент часу t_{02} , а k_l – коефіцієнт. Вважали, що $\tau_f = 1$ с. В момент часу $t_{03} = 1100$ с (стадія III) ε_{\max} збільшили одразу до $1,87 \cdot 10^{-4}$, внаслідок чого f_r стрімко зменшилась до 433,2 Гц, і далі витримували на цьому рівні сигналу збурення впродовж 330 с.

В процесі витримки f_r зменшувалась до 418 Гц (крива 3, Рис.5.23,в) за експоненціальним законом вигляду

$$f_r(t) = f_{r\infty} - k_e \cdot \exp(-t/\tau_f), \quad (5.16)$$

де $f_{r\infty}$ – резонансна частота в стабільному (неактивованому) стані, k_e – коефіцієнт, τ_f – стала часу релаксації резонансної частоти. Внаслідок зменшення резонансної частоти в процесі коливань рівень ε_{\max} , у відповідності до формули (2.18), зменшився до $1,81 \cdot 10^{-4}$.

На стадії IV в моменту часу $t_{03} = 1100$ с рівень деформацій знову стрімко зменшили до $\varepsilon_{\max} \sim 4,6 \cdot 10^{-4}$ і вимірювали f_r на цьому рівні. Резонансна частота впродовж вимірювань зросла від 454,5 Гц на початковій стадії за майже логарифмічним законом (крива 6, Рис.5.23, г), але в області великого часу витримки зміна f_r краще описувалась експоненційним законом (крива 5, Рис.5.23, г). Через 4500 с від початку стадії IV, коли частота становила 472 Гц, експериментальне обладнання вимкнули, а зразок залишили закріпленим на вібростенді. Частота

виміряна через 68280 с від початку стадії IV на рівні $\varepsilon_{\max} = 3,25 \cdot 10^{-5}$ становила 488 Гц, тобто практично повністю відновилась (Рис.5.23,а).

Таблиця 5.1.

Апроксимаційні коефіцієнти рівнянь (5.15) та (5.16) зміни f_r пресовки T_i на різних стадіях випробувань

Стадія	Тип рівняння та його № (Рис.5.22)	f_{r0} або f_{r0} , Гц	k_e або k_l , Гц	τ_f , с	R^2
II	exp 1	484	19,4	2514	0,68
	log 2	463	0,7257	1	0,99
III	exp 3	407	-26,45	353	0,98
	log 4	434	-2,3695	1	0,76
IV (загальна)	exp 5	474	13,64	2163	0,75
	log 6	454	1,9341	1	0,85
IV, $t - t_{04} < 2100$ с	log	455	1,469	1	0,93
IV, $t - t_{04} > 300$ с	exp	482	20,48	5779	0,895

Аналіз коефіцієнтів рівнянь, які описують зміну резонансної частоти пресовки з часом (Рис.5.23, б-г), наведених в Табл.5.1, показує, що процес активації дефектів (стадія III) краще описується експоненціальною залежністю, натомість процес релаксації відбувається на початковому етапі за логарифмічним законом (стадія II і стадія IV за $t - t_{04} < 2100$ с), який згодом, ймовірно, переходить в експоненціальний. Порівняння τ_f (Табл.5.1) вказує на істотну асиметрію більш швидких процесів активації дефектів (стадія III) і повільних процесів їх релаксації (стадії II та IV), яка може свідчити про залежність цих процесів від рівня деформації.

Дані, наведені на Рис.5.24 та в Табл.5.2 також свідчать на користь припущення про швидше експоненціальний аніж логарифмічний характер процесів релаксації в зразках слабо спечених пористих порошкових матеріалів.

Зважаючи на те, що резонансна частота зразків, спечених за $T_S = 1473$ К практично не змінювалась з амплітудою коливань (і, відповідно, з амплітудою деформації) та з часом, з наведених даних розрахували параметр, що характеризує дефектність зразка за формулою

$$D_{sd} = ((f_{r\infty} - f_{r0})/f_{r\infty})/\varepsilon_{act}, \quad (5.17)$$

де $f_{r\infty}$ – резонансна частота в стабільному (неактивованому) стані матеріалу, а f_{r0} – резонансна частота відразу після активації з максимальною амплітудою деформації ε_{act} .

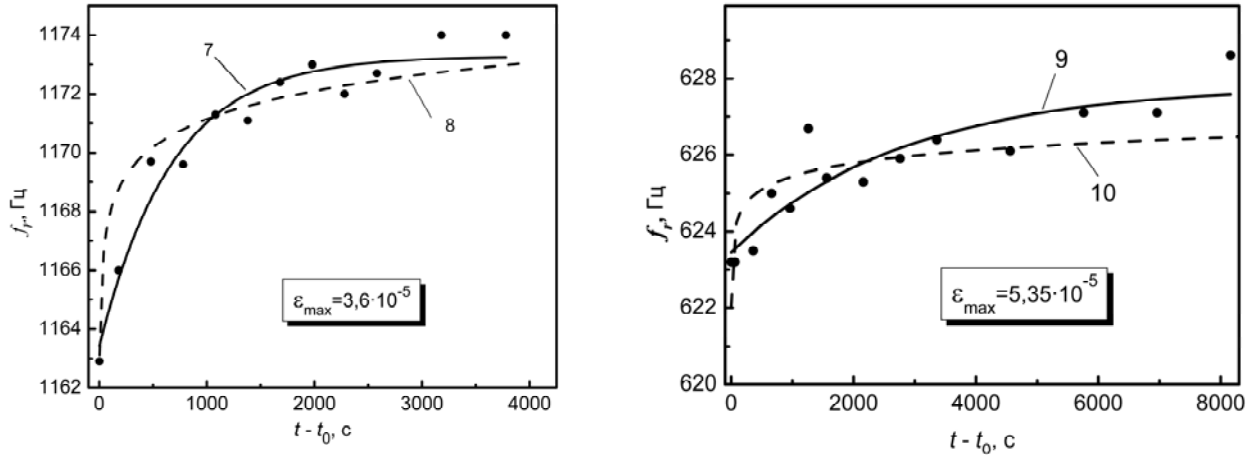


Рис. 5.24 - Релаксація пружності зразків Ті, спечених за 973 К, пористістю (а) 0,185 і (б) 0,29. Вимірювання проводили за ε_{max} , вказаних на полях графіків.

Таблиця 5.2

Апроксимаційні коефіцієнти рівнянь (5.15) та (5.16) зміни f_r під час релаксації зразків Ті, спечених за 973 К (Рис.5.24)

Зразок	Закон	$f_{r\infty}$ або f_{r0} , Гц	k_e або k_l , Гц	τ_f , с	R^2
$T_s = 973$ К, $\theta = 0,185$	exp 7	1173	9,8727	679	0,96
	log 8	1162	1,3816	1	0,88
$T_s = 973$ К, $\theta = 0,290$	exp 9	628	4,367	1776	0,82
	log 10	622	0,4893	1	0,57

В Табл.5.3 наведені результати розрахунку коефіцієнта D_{sd} та інших коефіцієнтів, що характеризують нелінійність коливань, а саме: 1) коефіцієнтами зменшення резонансних частот C , що являють собою тангенс кута нахилу залежності зсуву відносної резонансної частоти від амплітуди вихідного сигналу $U_{вих}$ (за поздовжніх коливань) $C_{fU} = (f_{0l} - f_n)/(f_{0l} \cdot U_{вих})$, або від амплітуди максимальної циклічної деформації ε (за поперечних коливань) $C_{f\varepsilon} = (f_{0b} - f_n)/(f_{0b} \cdot \varepsilon)$, де f_0 – резонансна частота за нульової амплітуди коливань, f – резонансна частота, виміряна на заданому рівні сигналу збурення, а нижні індекси l та b стосуються

поздовжніх і поперечних коливань, відповідно; 2) коефіцієнтами, що характеризують зміну другої гармоніки U_2 в залежності від амплітуди основного тону коливань U_1 , які свідчать, що між різними характеристиками нелінійної поведінки зразків існує кореляція, яка вказує на однакову їхню природу.

Таблиця 5.3

Порівняння характеристик нелінійності зразків Ті, визначених за різними методиками

T_s, K	θ	$C_{f\epsilon}$	C_{fU}, mB^{-1}	$\partial U_2/\partial U_1 \times 10^3$	$\partial^2 U_2/\partial U_1^2$	D_{sd}
н/сп	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

5.3 Акустичні дослідження мезоструктури КМ, одержаних екструзією порошків алюмінієвих сплавів та SiC

В даному підрозділі викладені результати експериментальних досліджень динамічної механічної поведінки композитів з металевою матрицею, зміцнених керамічними частинками (МКМ) [460-465]. Такі матеріали можуть містити об'ємні пори і недосконалі в механічному сенсі контакти між частинками порошку, з яких формується матриця, частинками порошку кераміки, а також тріщини, що утворюються під час механічної обробки (пресування заготовок, екструзії). Зразки для досліджень були виготовлені В.С. Воропаєвим.

5.3.1 Формування структури в порошковому алюмінієвому сплаві Al-Cu-Mn і в композиті Al-Cu-Mn/SiC під час екструзії

Досліджували порошок сплаву Al-6%(мас.)Cu-0,4%(мас.)Mn фракції –63 мкм з початковим середнім розміром частинок 40 мкм, а також МКМ, що містив 10% (об.) порошку α -SiC з середнім розміром частинок 14 мкм.

Дослідження густини показали, що вже після витяжки з коефіцієнтом 9,7 об'ємні пори в алюмінієвому сплаві були відсутні. За результатами металографічних досліджень за такої витяжки алюмінієвий сплав містив текстуру, утворену витягнутими в напрямку екструзії деформованими частинками порошку, а між

елементами структури спостерігались чіткі межі, які зникали зі збільшенням витяжки понад 17 (Рис.5.25).

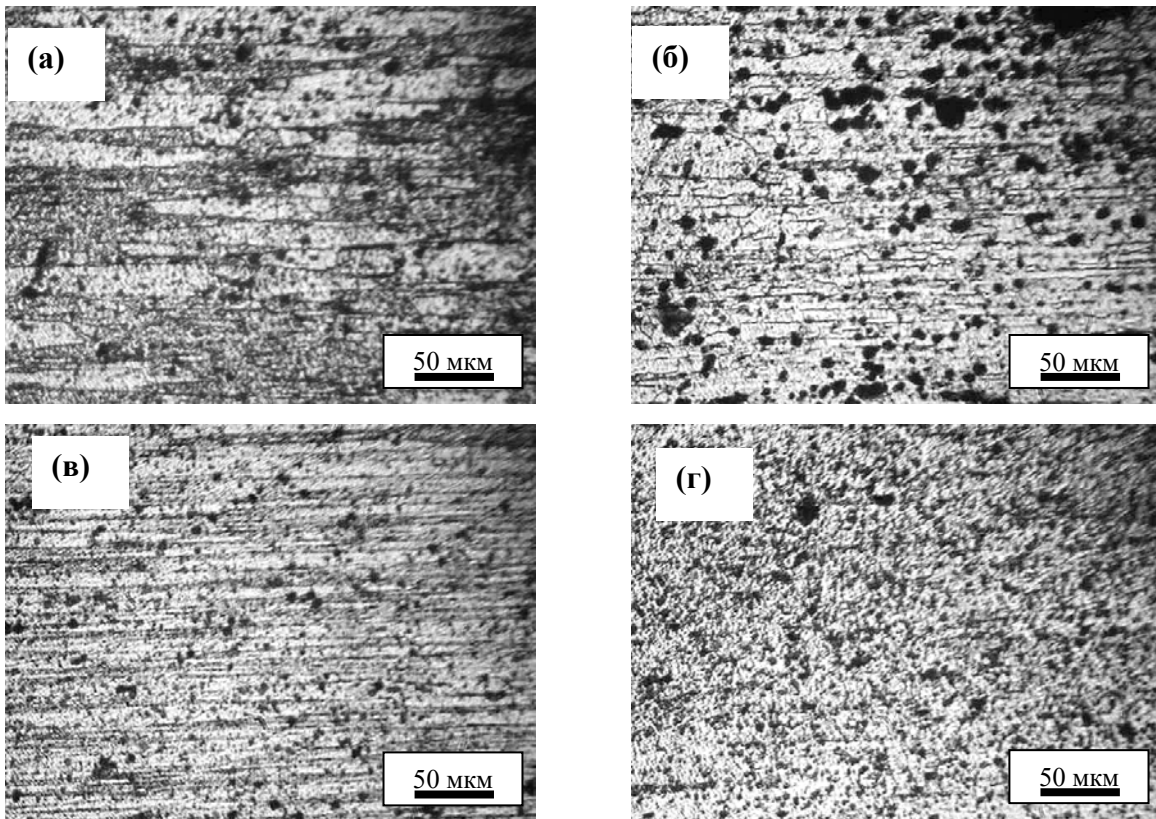


Рис 5.25. Мікроструктура Al-6Cu-0,4Mn після екструзії з коефіцієнтом витяжки: а – 9,7; б – 17; в – 39; г – 69

Відсутність текстури і помітних меж розділу між елементами структури матриці композитів, сформованих з коефіцієнтами витяжки ≥ 17 (Рис.5.26), ймовірно викликане абразивною дією частинок SiC на частинки матеріалу матриці під час деформування, в процесі якого руйнуються поверхневі плівки і встановлюються металічні зв'язки між частинками алюмінієвого сплаву. Збільшення коефіцієнта витяжки композита сприяє, також, більш рівномірному розподілу частинок SiC в об'ємі матеріалу. При коефіцієнті витяжки більшому за 17 агломерати частинок карбиду кремнію не спостерігалися.

Швидкість поширення ультразвукової хвилі зі збільшенням коефіцієнта витяжки матеріалів з порошку алюмінієвого сплаву від 9,7 до 17 зменшувалась (Рис.5.27,а). Після екструзії з витяжкою 25 спостерігали деяке зростання швидкості УЗ, котра зменшувалась після витяжки 39 і надалі не змінювалась. Згадані варіації

швидкості поширення УЗ хвилі не перевищували 100 м/с, що складало не більш як 2%, проте ці відхилення перевищують як похибку вимірювання, так і розсіювання результатів вимірів, тому їх слід вважати значущими.

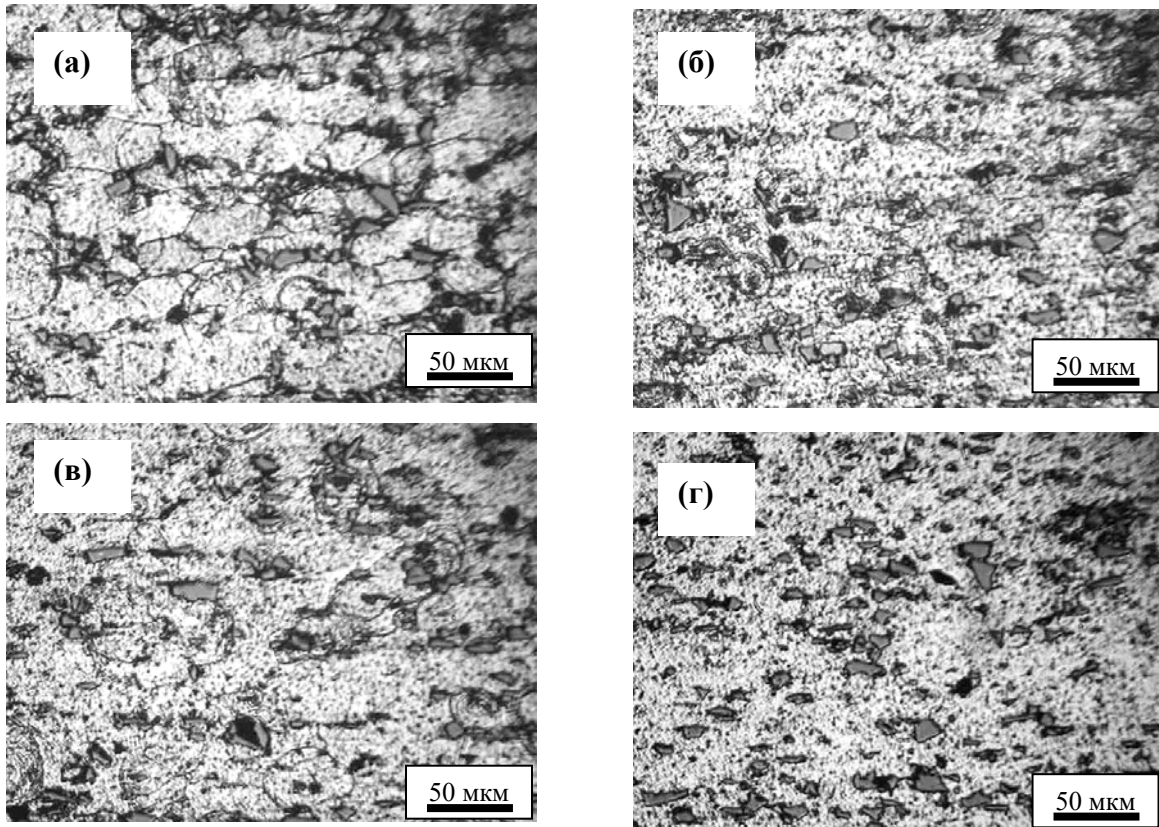


Рис. 5.26. Мікроструктура МКМ Al-6Cu-0,4Mn/10%SiC після екструзії з коефіцієнтом витяжки: а – 9,7; б – 17; в – 39; г - 69

Швидкість ультразвуку в композиті AlCuMn-10%SiC була очікувано вищою, ніж в матеріалі матриці, оскільки швидкість поширення ультразвуку в карбіді кремнію перевищує таку в алюмінієвому сплаві (Рис.5.27,а). Порівняння результатів акустичних вимірювань (Рис.5.27,а) з результатами вимірювання електричного опору постійному струму (Рис.5.27,б) і аналізу структури дозволяє зробити висновок, що вже після витяжки з коефіцієнтом 9,7 формується матеріал з відносно досконалими механічними контактами, який не містить пор. Зменшення електричного опору, декременту поздовжніх коливань та відносної зміни резонансної частоти (Рис.5.28, 5.29) зі збільшенням коефіцієнту витяжки до 17 свідчить про збільшення кількості металічних зв'язків внаслідок руйнування оксидних плівок на поверхнях частинок порошку алюмінієвого сплаву і про

подальше вдосконалення якості контактів між частинками. Зважаючи на це, зменшення швидкості поширення ультразвукової хвилі в сплаві і в композиті після збільшенні витяжки не можна вважати наслідком утворення мікротріщин. Ймовірно воно було викликане зникненням текстури, вздовж якої поширювалась пружна хвиля під час вимірювань. Натомість збільшення коефіцієнту витяжки до 39, що супроводжується збільшенням декременту δ та коефіцієнту C_{μ} , і водночас, зменшенням швидкості акустичної хвилі, ймовірно спричиняє виникнення тріщин в матеріалі матриці.

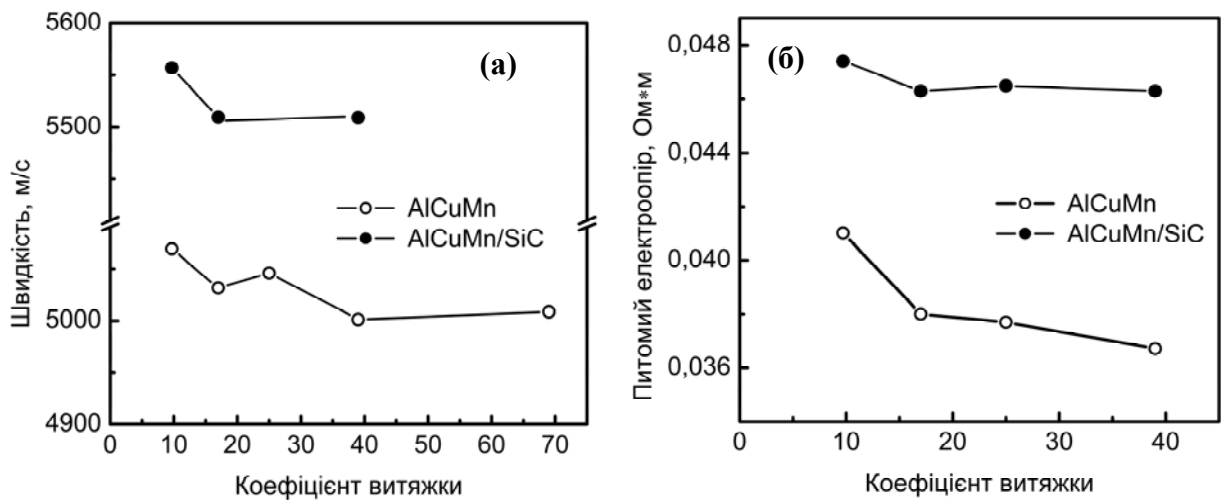


Рис 5.27 Залежність швидкості поширення поздовжньої пружної хвилі в стрижні (а) та питомого електричного опору (б) відпаленого сплаву Al-6Cu-0,4Mn та композиту Al-6Cu-0,4Mn/10% SiC від коефіцієнту витяжки після екструзії

Отже, за результатами досліджень лінійних та нелінійних резонансних характеристик порошкового сплаву Al-6Cu-0,4Mn встановлено, що для одержання матеріалу з ізотропною структурою і максимально розвинутими металічними контактами між частинками порошку екструзію необхідно проводити з коефіцієнтом витяжки що лежить у межах 17 ... 25. Після екструзії з коефіцієнтом витяжки більшим за 25 в матеріалі ймовірно утворюються дефекти. Для запобігання утворення агломератів керамічних частинок і отримання матеріалу з їх рівномірним просторовим розташуванням, екструзію при формуванні порошкового композиту AlCuMn-SiC необхідно проводити з дещо більшими коефіцієнтами витяжки, ніж при формуванні матричного сплаву.

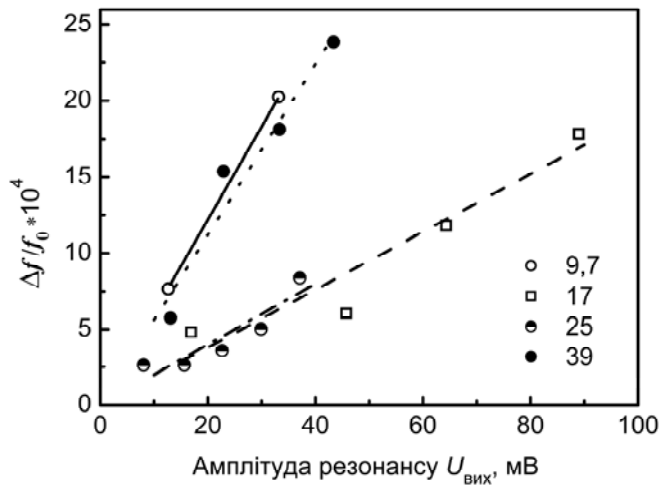


Рис. 5.28 Амплітудні залежності зсуву резонансної частоти зразків сплаву Al-6Cu-0,4Mn, одержаних екструзією. Коефіцієнти витяжки позначені на полі графіку

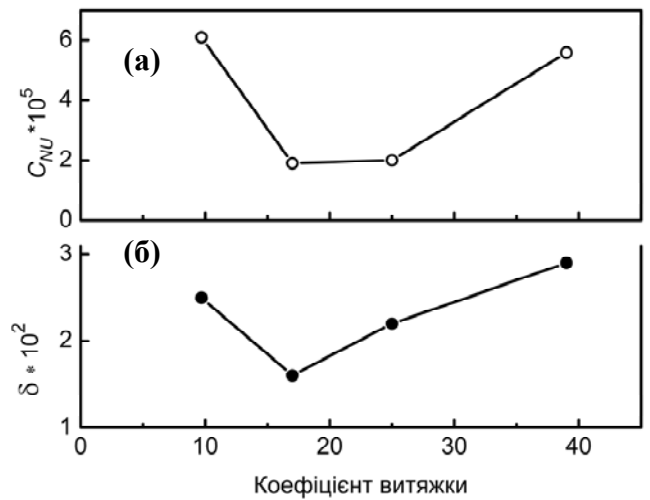


Рис. 5.29 Залежності коефіцієнту нахилу прямих C_{fU} з Рис.5.28 (а) та декременту поздовжніх коливань δ сплаву Al-6Cu-0,4Mn від коефіцієнту витяжки

5.3.2 Вплив вмісту і розміру частинок порошків на структуру і властивості композита Al-6Cu-0,4Mn/SiC

В даному підрозділі наведено результати дослідження акустичними методами впливу вмісту і розміру частинок карбиду кремнію як зміцнювальної фази в об'ємі МКМ з матрицею зі сплаву Al-6Cu-0,4Mn, на формування його структури та характеристики пружності [460 - 463]. Практичний інтерес до таких матеріалів викликаний їх підвищеними механічними властивостями порівняно з існуючими металевими системами, зокрема високими питомими жорсткістю і міцністю [466 – 468]. Поліпшення службових характеристик МКМ можливе на основі ретельного дослідження впливу на них технологічних та структурних чинників [469, 470]. Такими чинниками крім хімічних та механічних властивості матеріалу матриці та зміцнювальної фази, є геометричні характеристики частинок (форма частинок, їх середній розмір та розподіл за розмірами), об'ємний вміст та рівномірність розташування частинок кераміки в матриці, наявність пор у консолідованому матеріалі тощо.

Композити були створені на основі матриці з алюмінієвого сплаву з високим ступенем легування, що був одержаний у вигляді порошків шляхом швидкої кристалізації (швидкого загартовування). Використання цього методу дозволяє отримати сплави з дрібнозернистою структурою і гранично високим вмістом легуючих компонентів, що є недосяжним при використанні методів традиційної металургії внаслідок обмеженої розчинності цих компонентів в твердій фазі [471]. Консолідація композиційних матеріалів з використанням гарячого пресування і спікання можлива тільки за умов високих температур та за наявності легуючих компонентів, здатних вступати у хімічну взаємодію з алюмінієм. Наприклад, метод гарячого пресування суміші порошків алюмінію, міді та карбиду кремнію дозволив одержати МКМ з металевою матрицею, що сформувалась внаслідок утворення рідкої фази при взаємодії алюмінію і міді в процесі пресування [461]. Проте використання високолегованих алюмінієвих порошків як основи МКМ вимагає застосування низькотемпературних методів консолідації, які дозволяють уникнути розпаду пересичених твердих розчинів і зберегти структуру, притаманну матеріалу порошку. З іншого боку, ці методи повинні забезпечити руйнування поверхневих плівок на частинках порошку і утворення міцних металічних зв'язків у матриці матеріалу, щоб досягти потрібної структури порошкових сплавів і, відповідно, максимальних механічних властивостей.

5.3.2.1 Структура матеріалів

Зразки для досліджень були виготовлені порошків сплаву системи AlCuMn, що містив 6 % (мас.) Cu і 0,4 % (мас.) Mn, і двох різних порошків α -SiC. Зразки одержували екструзією заготовок з коефіцієнтом витяжки 17, який, як показали результати досліджень, викладені в п.5.3.1, дозволяє одержати матеріал матриці з ізотропною структурою і максимально розвинутими металічними контактами.

Відомо, що існує теоретична межа гомогенності розподілу частинок наповнювача в композиті, яка не може бути перевищена шляхом оптимізації процесу змішування порошків компонентів і яка залежить від співвідношення розмірів частинок компонентів [472]. Водночас, розміри частинок матричного сплаву і наповнювача впливають на властивості композиту не лише внаслідок зміни

відношення розмірів частинок компонентів, але й внаслідок зміни розподілу напружень в композиті, через залежності механічних властивостей матеріалів від розміру зерен тощо [30]. Для того, щоб розділити вплив цих факторів, просторовий розподіл частинок кераміки в композиті змінювали у два різні способи: 1) зміною середнього розміру частинок порошку матричного сплаву за умови незмінного розміру частинок SiC та їх вмісту в МКМ; 2) зміною середнього розміру частинок SiC і їх вмісту за незмінного розміру частинок порошку матричного сплаву (див. п.2.4)

На Рис.5.30 та 5.31 зображено мікрофотографії (оптичний мікроскоп МИМ-10) полірованих перерізів досліджених композитів, виготовлених вздовж напрямку екструзії, де темні частинки відповідають SiC. На Рис.5.30 подані фотографії композитів, сформованих з порошку матричного матеріалу середнім розміром 40 мкм, що містили частинки SiC середнім розміром 3 мкм. В матеріалах, що містять 5 та 10% SiC (Рис.5.30,а і 5.30,б відповідно) розподіл частинок кераміки достатньо рівномірний. Значної агломерації частинок не спостерігалось, були наявні поодинокі кластери частинок, не розділених шаром матриці.

Збільшення вмісту кераміки до 15% (об.) супроводжувалось утворенням великих агломератів частинок SiC (Рис.5.30,в). Під час виготовлення металографічних шліфів частинки з цих агломератів мали схильність до висипання, утворюючи пори (позначені на Рис. 5.30 білими стрілками), внаслідок неможливості формування в умовах виготовлення досконалих зв'язків безпосередньо між частинками SiC. Збільшення об'ємного вмісту SiC до 20% мало наслідком подальше збільшення агломератів частинок кераміки (Рис.5.30,г). Натомість в МКМ, зміцнених частинками $d_{SiC} = 14$ мкм кластери не утворювались навіть за $V_{SiC} = 20\%$ (об.) (Рис.5.30, д - ж).

Для вивчення впливу агломерації частинок SiC на акустичні властивості та характеристики пружності МКМ незалежно від впливу концентрації фаз і розміру частинок кераміки, зразки виготовляли з різних фракцій порошку матричного сплаву з початковим середнім розміром частинок від 40 до 180 мкм з однаковим вмістом SiC – 15% (об.) - з середнім розміром частинок 14 мкм.

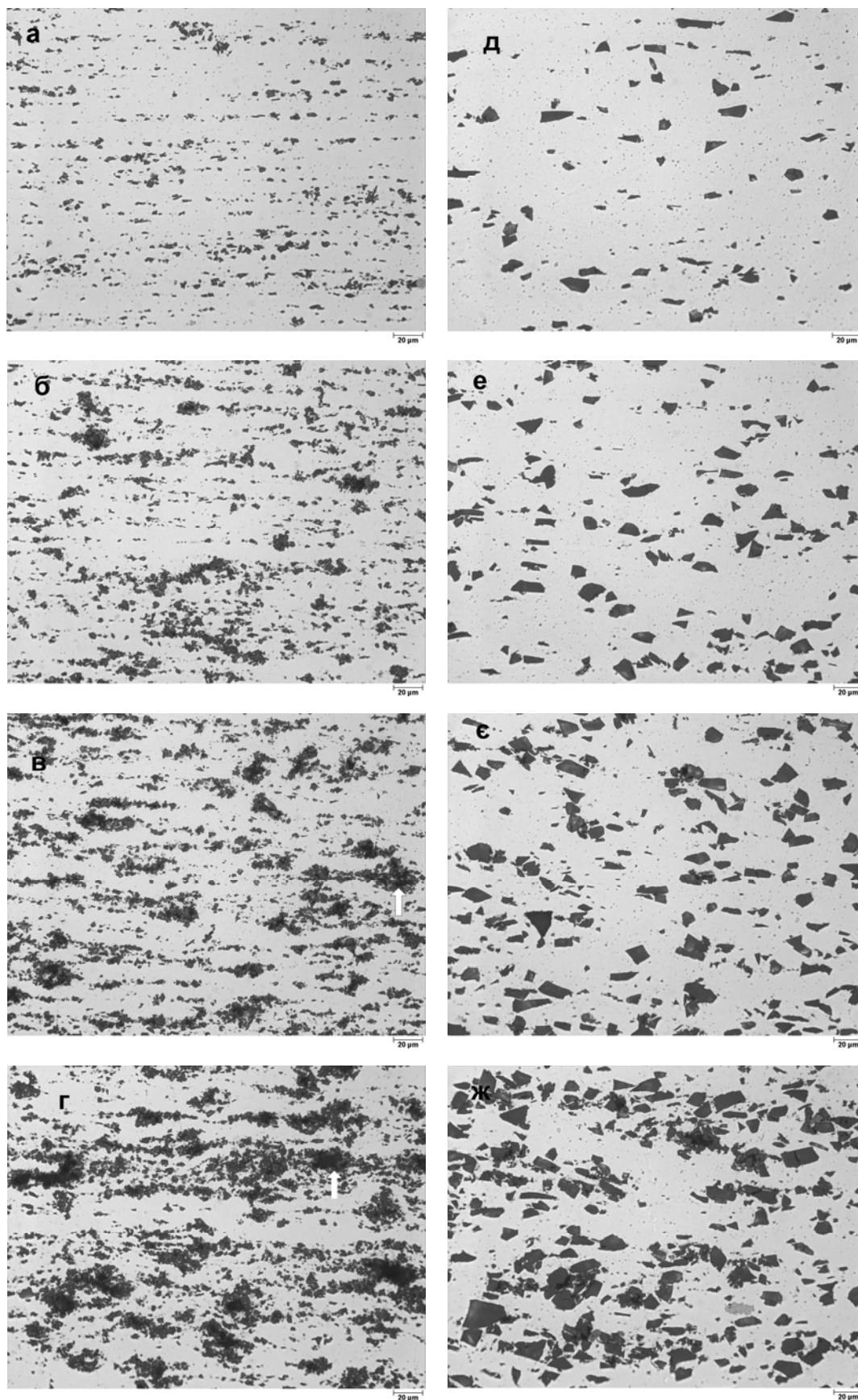


Рис. 5.30 Структура композитів після екструзії заготовок з порошків Al-6Cu-0,4Mn ($D_{Al} = 40$ мкм) і SiC $d_{SiC} = 3$ мкм вмістом (а) – 5, (б) – 10, (в) – 15, (г) – 20 % (об.) та $d_{SiC} = 14$ мкм вмістом (д) – 5, (е) – 10, (є) – 15, (ж) – 20 % (об.)

Матеріал, сформований з порошку матричного сплаву з початковим середнім розміром частинок 40 мкм, практично не містив агломератів частинок SiC (Рис.5.31,а), але збільшення цього розміру вже до 80 мкм мало наслідком їх формування SiC (Рис.5.31,б). З подальшим збільшенням розміру частинок матриці вміст агломератів частинок кераміки зростає (Рис.5.31, в, г).

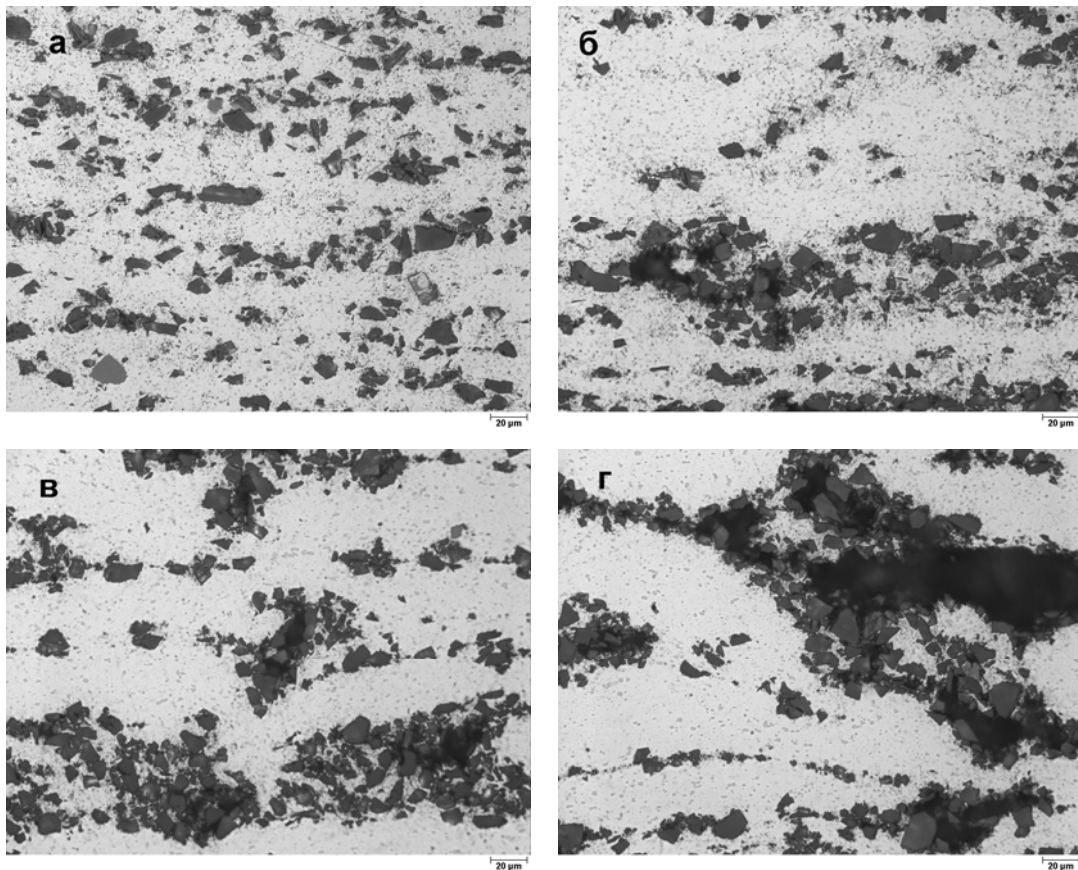


Рис. 5.31 Структура композитів після екструзії заготовок з початковим середнім розміром частинок Al-6Cu-0,4Mn D_{Al} (а) 40, (б) 80, (в) 130, (г) 180 мкм, зміцнених 15% (об.) SiC з $d_{SiC} = 14$ мкм

5.3.2.2 Резонансні дослідження: швидкість звуку та модулі пружності

Результати визначення швидкості поширення поздовжньої пружної хвилі в стрижневих зразках МКМ V_r , наведені на Рис.5.32 свідчать, що загалом акустична хвиля поширюється швидше в МКМ з більшим вмістом кераміки. Значення V_r в матеріалах, що містили 5% частинок SiC розміром 3 мкм і 14 мкм, практично

збігались, проте, зі збільшенням вмісту SiC швидкість зростає на більшу величину в матеріалі з більшими частинками кераміки. Крім того, на V_r впливає початковий розмір порошку алюмінієвого сплаву. Слід зауважити, що цей ефект не виникав в матеріалах без наповнювача. Рис.5.32, б свідчить, що зменшення середнього розміру порошку матричного сплаву з 180 до 40 мкм має наслідком збільшення V_r в композитах, що містять 15% SiC (14 мкм) приблизно на 7% і є порівнянним зі збільшенням швидкості, що зумовлене присутністю 15% SiC.

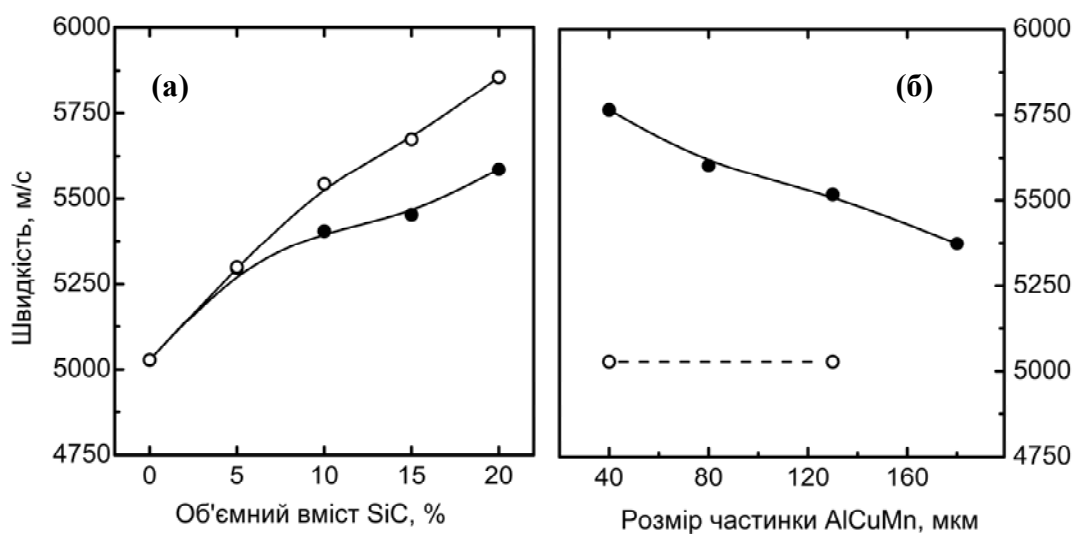


Рис 5.32 Залежність швидкості поширення поздовжньої пружної хвилі в стрижні з МКМ Al-6Cu-0,4Mn/SiC: (а) від вмісту SiC з середнім розміром частинок 3 мкм (●) і 14 мкм (○); (б) від середнього розміру частинок матричного сплаву без зміцнювача (○) та в композиті, зміцненому 15% SiC (14 мкм) (●)

Порівняємо одержані результати з результатами робіт [473, 474], де оцінювали якість композитів Al-SiC, одержаних гарячим пресуванням, за швидкістю поширення поздовжньої пружної хвилі в наближенні необмеженого середовища V_l (5.4), яка пов'язана з швидкістю поздовжньої пружної хвилі в стрижні V_r для ізотропного матеріалу як:

$$V_r = V_l \left(\frac{(1 + \nu)(1 - 2\nu)}{1 - \nu} \right)^{1/2}. \quad (5.18)$$

Для матеріалу з коефіцієнтом Пуассона $\nu = 0,35$, що дорівнює ν алюмінію, відношення $V_l/V_r \approx 1,27$. Порівняння значень V_r в матеріалі матриці, одержаних в цій роботі (Рис.5.32), з результатами визначення швидкості в наближенні необмеженого середовища V_l в матеріалі, одержаному гарячим пресуванням (873 К) з порошку чистого алюмінію (180 мкм) і 5% (мас.) Cu [461, 473] показало, що $V_l/V_r \approx 1,28$. Це вказує на близькість значень характеристик пружності матеріалу матриці, одержаного екструзією за температури 673 К і таким сплавом, виготовленого за вищої температури з утворенням рідкої фази.

Густина композита змінювалась зі збільшенням об'ємного вмісту SiC немонотонно (Рис.5.33).

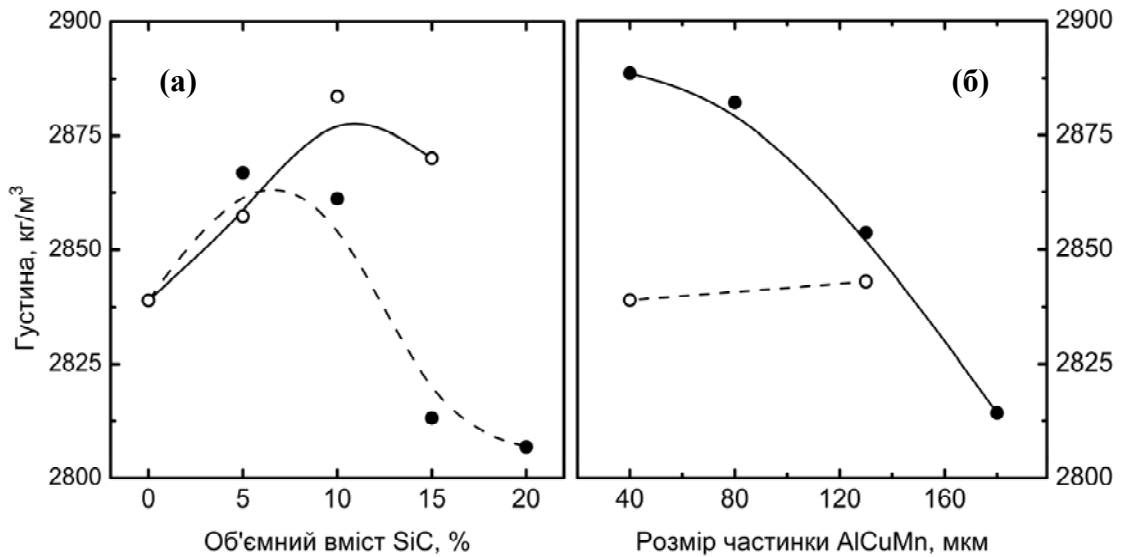


Рис 5.33 Залежність густини МКМ Al-6Cu-0,4Mn/SiC: (а) від об'ємного вмісту SiC з середнім розміром частинок 3 мкм (●) і 14 мкм (○); (б) від середнього розміру частинок AlCuMn в матричному сплаві (○) та в МКМ AlCuMn/ 15%SiC (14 мкм) (●)

Густина композитів, що містили до 5% SiC, зростала приблизно у відповідності до рівняння адитивності

$$\rho_c = \rho_m(1 - V_i) + \rho_i V_i, \quad (5.19)$$

де ρ_c , ρ_m і ρ_i – густина матеріалу композиту, матриці і включень відповідно, а V_i – об'ємний вміст керамічних включень.

Однак, за подальшого збільшення вмісту SiC графіки концентраційної залежності густини мають максимум. Більш детальний аналіз вказує на сильну залежність густини МКМ від розміру частинок SiC. За об'ємної концентрації SiC 5% значення густини МКМ, що містять частинки кераміки різних розмірів, є близькими. У МКМ з 10% SiC густина композитів з частинками розміром 14 мкм ближче до оцінки згідно з рівнянням адитивності ніж густина МКМ, що містять частинки SiC розміром 3 мкм, і яка є суттєво меншою. Натомість густина МКМ, що містять 15% і 20% SiC (3 мкм) менша за густину матричного сплаву, незважаючи на те, що густина SiC (3215 кг/м³) перевищує густину сплаву AlCuMn.

Збільшення розміру частинок матричного сплаву вело до зменшення густини МКМ з 15% (об.) SiC (14 мкм) так, що МКМ з порошку алюмінієвого сплаву розміром 180 мкм і 15% SiC (14 мкм) мав меншу густину, ніж матеріал матриці незважаючи на те, що густина матриці не залежала від розміру частинок порошку AlCuMn (Рис.5.33,б). Ці дані явно вказують на залишкову пористість деяких з МКМ, яку визначали з таких міркувань. Густина композитів пористістю θ залежить від вмісту компонентів у відповідності до формули

$$\rho_c = \rho_m(1 - V_i^\theta - \theta) + \rho_i V_i^\theta, \quad (5.20)$$

де ρ_c , ρ_m і ρ_i – як і раніше густина МКМ як цілого, матриці і включень відповідно, а V_i^θ – об'ємний вміст включень в пористому композиті. Враховуючи, що сумарний об'єм включень і матричного матеріалу залишається незмінним (тобто об'ємний вміст включень в твердій фазі V_i той самій) можна записати, що

$$V_i^\theta = V_i(1 - \theta). \quad (5.21)$$

З рівнянь (5.20) і (5.21) одержимо вираз для розрахунку пористості композиту:

$$\theta = 1 - \frac{\rho_c}{\rho_m(1 - V_i) + \rho_i V_i}, \quad (5.22)$$

де ρ_c – експериментально визначена густина композиту.

Ефективний модуль Юнга МКМ зростає зі збільшенням об'ємного вмісту керамічних включень, але суттєво відхиляється від оцінки за рівнянням адитивності, оскільки наближення рівних деформацій, за якого виведене рівняння адитивності для модуля Юнга не справджується для досліджуваних матеріалів (Рис.5.34).

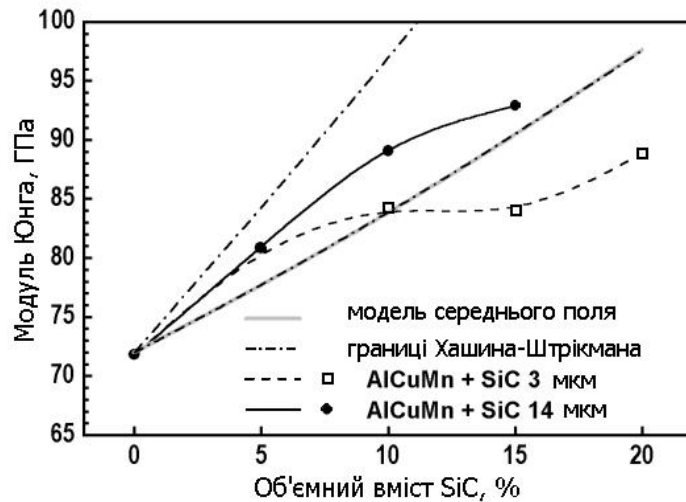


Рис 5.34 – Залежність модуля Юнга від вмісту кераміки в МКМ Al-6Cu-0,4Mn/SiC з середнім розміром частинок матриці 40 мкм

На Рис.5.34 також зображена теоретична залежність модуля Юнга композитів Al/SiC в наближенні середнього поля Wakashima [475, 476]. Ця модель припускає можливість пружної взаємодії між включеннями і згідно цього наближення модуль Юнга можна розрахувати за рівнянням [160]

$$E_{mfm} = \frac{9K_{mfm}G_{mfm}}{3K_{mfm} + G_{mfm}}, \quad (5.23)$$

де K_{mfm} і G_{mfm} - модулі всебічного стиснення і зсуву в наближенні середнього поля, які у випадку сферичних частинок другої фази обчислюються як

$$K_{mfm} = K_m + (K_i - K_m) \frac{V_i K_m a}{(1 - V_i) K_i + V_i K_m a} \quad (5.24)$$

$$G_{mfm} = G_m + (G_i - G_m) \frac{V_i G_m b}{(1 - V_i) G_i + V_i G_m b}, \quad (5.25)$$

де K і G – як і раніше, модулі всебічного стиснення і зсуву, відповідно, V_i – об'ємний вміст включень, індекси m та i стосуються властивостей матриці та включень відповідно. Коефіцієнти в (5.24, 5.25) дорівнюють

$$a = \frac{K_i(3K_m + 4G_m)}{K_m(3K_i + 4G_m)} \quad (5.26)$$

$$b = \frac{G_i[6G_m(K_m + 2G_m) + G_m(9K_m + 8G_m)]}{G_m[6G_i(K_m + 2G_m) + G_m(9K_m + 8G_m)]}. \quad (5.27)$$

Для розрахунку значень E_{mfm} , наведених на Рис.5.34, були використані значення модулів пружності α -SiC: $K_i = 220$ ГПа і $G_i = 200$ ГПа [349]. Значення модулів K_m і G_m були розраховані використовуючи експериментально визначене значення модуля Юнга $E_m = 72$ ГПа і припускаючи, що $\nu_m = 0,34$, що близько до значень коефіцієнта Пуассона як алюмінію, так і міді.

Як видно з Рис.5.34, значення, розраховані згідно моделі середнього поля для випадку включень сферичної форми збігається з нижньою межею наближення Hashin - Shtrikman для макроскопічно ізотропного двофазного композита з включеннями довільної форми [127], а експериментальні значення модуля Юнга лежать достатньо близько до передбачення за згаданою теоретичною моделлю. Проте модуль Юнга композитів, зміцнених частинкам розміром 14 мкм концентрацією включень $>5\%$ є більшим, ніж у композитів того ж складу, зміцнених частинками меншого розміру, подібно до швидкості поширення пружної хвилі.

Результати, наведені на Рис.5.35,а, демонструють зменшення модуля Юнга композитів, що містять 15% частинок SiC розміром 14 мкм зі збільшенням розміру порошку матеріалу матриці.

Беручи до уваги дані з густини матеріалів, можна зробити висновок, що на модуль Юнга і швидкість поширення пружної хвилі в композитах впливає залишкова пористість, що утворюється в агломератах частинок SiC. Автори роботи [473] відзначали зменшення швидкості поширення поздовжньої пружної хвилі в композитах Al-20%SiC (розмір частинок SiC 10 мкм), одержаних гарячим

пресуванням, зі збільшенням розміру частинок матриці від 25 мкм до 180 мкм і також пояснювали цей результат наявністю пор в агломератах частинок. Втім відомо [107, 477, 478], що швидкість поширення ультразвуку в ПМ, як і модуль Юнга, можуть залежати не лише від пористості θ , але й від морфології пор, стану контактів між частинками і наявності тріщин.

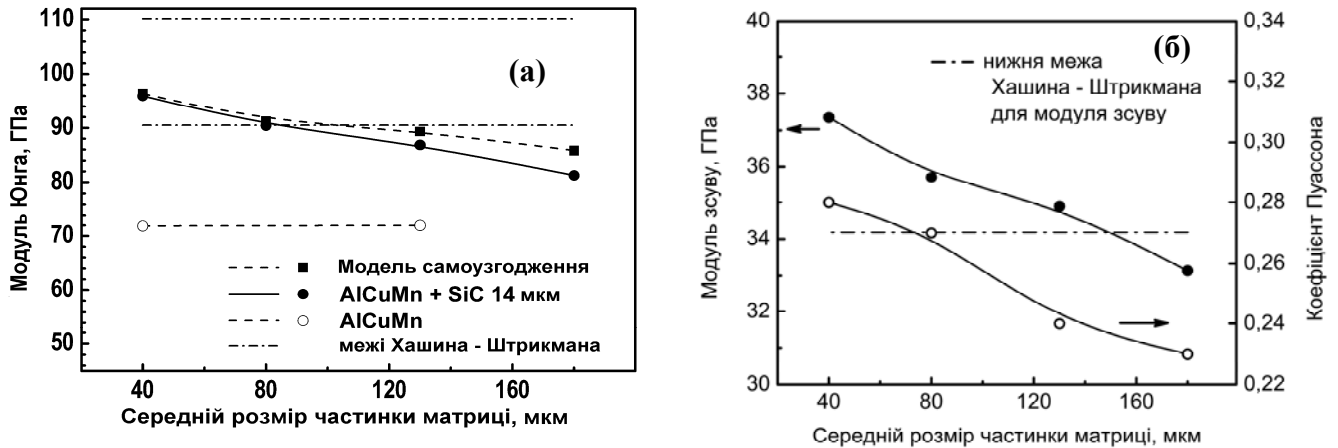


Рис. 5.35 Залежності (а) модуля Юнга та (б) модуля зсуву і коефіцієнта Пуассона Al-6Cu-0,4Mn/15%SiC від середнього розміру частинок матричного сплаву

Для перевірки, чи є пористість головним чинником зміни характеристик пружності композитів, були розраховані модулі Юнга композитів, зміцнених 15% SiC (14 мкм) за узагальненою моделлю самоузгодження [128] для сферичних пор, що не взаємодіють між собою:

$$E_{gscs} = E^{\theta} \left[1 + \theta \frac{3(1 - \nu_{mfm})(9 + 5\nu_{mfm})}{2(7 - 5\nu_{mfm})} \right], \quad (5.28)$$

де E_{gscs} – модуль Юнга композита з нульовою пористістю, E^{θ} – експериментально визначене значення модуля Юнга композита, θ – пористість, обчислена за рівнянням (5.22), а ν_{mfm} – коефіцієнт Пуассона композита з нульовою пористістю, визначений за формулою

$$\nu_{mfm} = \frac{3K_{mfm} - 2G_{mfm}}{2(3K_{mfm} + G_{mfm})}, \quad (5.29)$$

де модулі пружності K_{mfm} і G_{mfm} , розраховані за рівняннями (5.24) та (5.25) відповідно.

Зауважимо, що значення E_{gscs} , розраховані за формулою (5.28) (Рис.5.35,а) збігаються з нижньою межею модуля Юнга МКМ з нульовою пористістю, розрахованою за формулою Хашина-Штрикмана для пористих матеріалів [127]:

$$E_{HS} = E^0 \left(\frac{1}{1-\theta} \right) \left(1 + \frac{(1+\nu_{mfm}) \cdot (13-15\nu_{mfm}) \cdot \theta}{2 \cdot (7-5\nu_{mfm})} \right). \quad (5.30)$$

На Рис. 5.35,б наведено результати експериментального визначення модуля зсуву та розрахунку коефіцієнта Пуассона за формулою (2.7) для композитів AlCuMn-15%SiC з різним розміром частинок порошку матриці, а також розрахована для цих композитів нижня межа Хашина - Штрикмана (на Рис.5.35 позначена штрих-пунктирною лінією). Перевірка розрахунків модуля Юнга за формулою (5.28) за $\nu=0,29$, що відповідає коефіцієнту Пуассона МКМ з частинками матриці розміром 40 мкм, апроксимованому на нульову пористість, показала, що ці значення збігаються до третього знаку з величинами E_{gscs} , розрахованими за $\nu=0,312$, що були обчислені в наближенні середнього поля.

Як видно з Рис.5.35, а, експериментально визначені значення E МКМ з розміром частинок порошку матриці 130 мкм і 180 мкм, менші, ніж нижня межа Хашина - Штрикмана. Модуль зсуву МКМ з розміром частинок матриці 180 мкм також є меншим за відповідну нижню межу Хашина -Штрикмана.

Отже, зменшення модуля Юнга і швидкості поширення пружної хвилі викликане не тільки залишковими порами, але й іншими чинниками.

Результати дослідження стану контактів між частинками матриці (п.5.3.1) показали, що технологія одержання забезпечує формування практично досконалих контактів між частинками матриці і близьких до досконалих в механічному сенсі контактів між матеріалом матриці та керамічними частинками. Одним з можливих пояснень зменшення модулів пружності зі збільшенням відношення розмірів

частинок порошку матриці до частинок SiC є наявність недосконалих контактів між частинками кераміки в агломератах. Якщо розміри порошоків обох компонентів мають близькі розміри, після змішування утворюється близька до стохастичної суміш частинок матриці і включень. Якщо ж розміри частинок фаз істотно різняться, то більш дрібні частинки SiC) на початкових стадіях технологічного процесу розподіляються по поверхні більших частинок матриці. Що більший розмір частинок матриці, то менша сумарна площа їхньої поверхні в одиниці об'єму композиту, більша просторова гетерогенність розподілу частинок SiC і, відповідно, ймовірність утворення агломератів SiC [472]. Збільшення об'ємного вмісту кераміки також спричиняє утворення агломератів, які містять пори.

Зі збільшенням відношення розмірів частинок матриці до частинок наповнювача збільшується кількість контактів між частинками кераміки, що припадають на одну частинку. За малої агломерації дисперсних включень на подальших етапах формування (пресування, екструзія) агломерати розбиваються, гострокутні частинки кераміки втискаються в частинки матриці, що пластично деформуються, і внаслідок пластичної деформації, незважаючи на відсутність хімічної взаємодії, між металом і керамічними частинками встановлюються відносно досконалі в механічному сенсі контакти. За більшої концентрації включень агломерати, в яких частинки кераміки знаходяться в безпосередньому контакті між собою, залишаються. Поведінка таких агломератів частинок під механічним навантаженням подібна до поведінки гранульованого середовища. Як показують експериментальні і теоретичні роботи [429, 443], за наявності таких недосконалих в механічному сенсі контактів рівняння деформування композита є нелінійними внаслідок чого швидкості поширення і, відповідно, модулі пружності гранульованих матеріалів (в т.ч. частково консолидованих ПМ) є істотно меншими за такі характеристики відповідних литих матеріалів однакової пористості. Цю різницю приписують особливостям деформування контактів між частинками. Отже, збільшення розміру частинок алюмінієвого сплаву і/або концентрації частинок SiC, а також зменшення розміру частинок SiC спричиняє зростання агломератів частинок SiC і, як наслідок, зменшення модулів пружності композитів. Цим пояснюється

більш помітне падіння модуля E МКМ, що містять дрібніші частинки SiC, а також практично однаковий модуль МКМ, що містять 10% і 15% SiC (3 мкм): зростання E через збільшення вмісту SiC компенсується його зменшенням через згадані ефекти.

5.3.3 Мезоструктура і властивості КМ алюмінієвий сплав / нанорозмірні частинки SiC: резонансні дослідження в лінійному та нелінійному наближеннях

Досліджували МКМ з матрицею з алюмінію ПА-2 або сплаву АМг5 зміцнених з наночастинками SiC.

Пористість. Порівняння густини матеріалів після екструзії з густиною плавленого порошку ПА-2 засвідчило, що пористість після екструзії не перевищує 1% (Рис.5.36,а). Додавання порошку кераміки спричиняє до зменшення густини матеріалу, незважаючи на те, що густина SiC ($\rho_{\text{SiC}} = 3215 \text{ кг/м}^3$) більша, ніж Al чи алюмінієвого сплаву ($\rho_{\text{АМг5}} = 2650 \text{ кг/м}^3$) [349, 471] і це може бути результатом збільшення пористості. Натомість густина композиту на основі АМг5 в результаті додавання 1 – 3% SiC зростала (Рис.5.36,б).

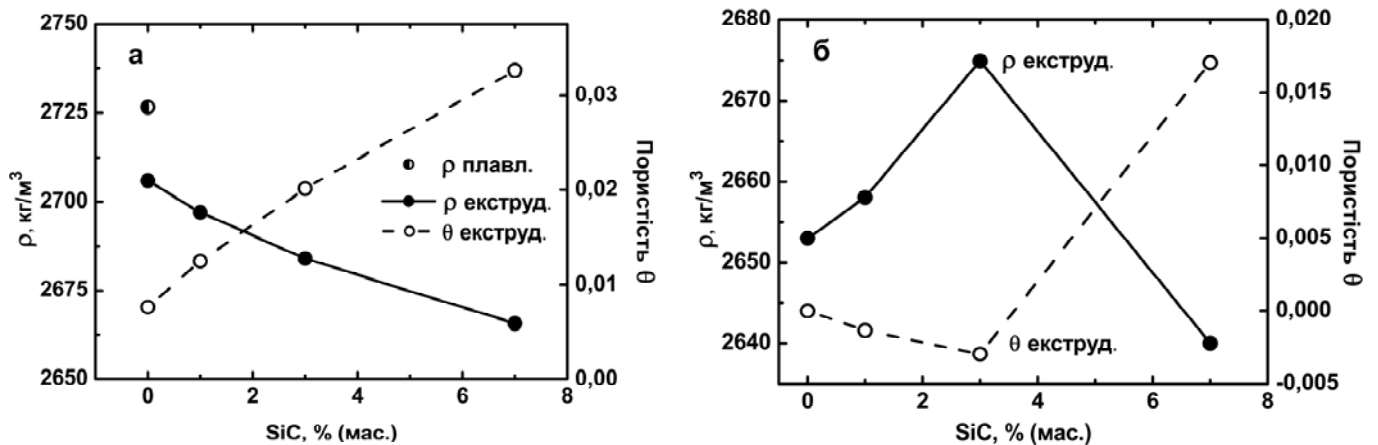


Рис.5.36 Залежність густини ρ та пористості θ композитів на основі порошків ПА-2 (а) та АМг5 від масового вмісту SiC

Розрахунок за формулою (5.24) показав, що після екструзії цей композит не містить пор, що свідчить про макроскопічно гомогенний розподіл частинок кераміки в об'ємі композиту. Незначне зменшення розрахункової пористості композиту АМг5/3%SiC нижче за 0 лежить в межах похибки експериментального

визначення ρ_c і V_{SiC} . Втім це зменшення може бути викликане тим, що реальна густина SiC дещо перевищує значення, використане в розрахунках. Зменшення густини композиту AMg5/7% SiC, незважаючи на збільшення вмісту SiC, найбільш ймовірно є наслідком формування агломератів частинок кераміки, розмір яких є набагато меншим, ніж частинок AMg5, які не можуть бути ущільнені під час екструзії.

Для оцінки граничного об'ємного вмісту кераміки, вище якого її частинки не можуть розподілятися рівномірно і утворюють агломерати в композиті Al/SiC в роботі [481] була запропонована формула

$$W_{cr} = 1 - \left[1 + \left(\frac{d}{D} \right)^3 + \left(\frac{2}{\sqrt{\lambda}} + \lambda \right) \left(\frac{d}{D} \right)^2 + \left(\frac{1}{\lambda} + 2\sqrt{\lambda} \right) \frac{d}{D} \right]^{-1} \quad (5.31)$$

де d/D – відношення середніх розмірів частинок кераміки і матричного сплаву, відповідно, а λ – коефіцієнт витяжки після екструзії.

Формула (5.31) одержана з таких припущень: 1) частинки матриці і кераміки до екструзії мають форму кубів з довжиною ребер D і d , відповідно; 2) після екструзії з коефіцієнтом витяжки λ частинки кераміки не змінюють своєї форми. Частинки металічної фази зберігають свій об'єм, але набувають форму прямокутного паралелепіпеду квадратного поперечного перерізу з розмірами довгого і коротких ребер $\lambda \cdot D$ і $D/(\lambda)^{0,5}$, відповідно; 3) після екструзії частинки кераміки повністю покривають поверхню частинки матриці, не утворюючи пор.

У випадку досліджуваних нами композитів розмір частинок SiC на три порядки менші за розміри частинок алюмінієвого сплаву, тому, знехтувавши в формулі (5.31) доданками, що містять відношення d/D в степенях, більших за першу, для оцінки W_{cr} одержали

$$W_{cr} \approx \left[1 + \left(\left(\frac{1}{\lambda} + 2\sqrt{\lambda} \right) \frac{d}{D} \right)^{-1} \right]^{-1} \quad (5.32)$$

З графіків залежності W_{cr} , від d/D (Рис.5.37) випливає, що у випадку досліджуваних матеріалів, а саме коли $\lambda = 30$, $D_{Al} = 80$ мкм и $d_{SiC} = (100 \dots 300)$ нм, критичний об'ємний вміст кераміки знаходиться в діапазоні 1,4 ... 4,0 %, тобто матеріал з масовим вмістом SiC, що відповідає об'ємному вмісту 5,84%, напевне міститиме агломерати частинок SiC.

Аналіз структури композитів АМг5/(1...3%)SiC показав, що частинки SiC розподілені в матриці рівномірно і очевидні межі розділу між частинками порошку алюмінієвого сплаву відсутні, а в структурі АМг5/7% SiC в незначних кількостях наявні агломерати частинок SiC (Рис. 5.38).

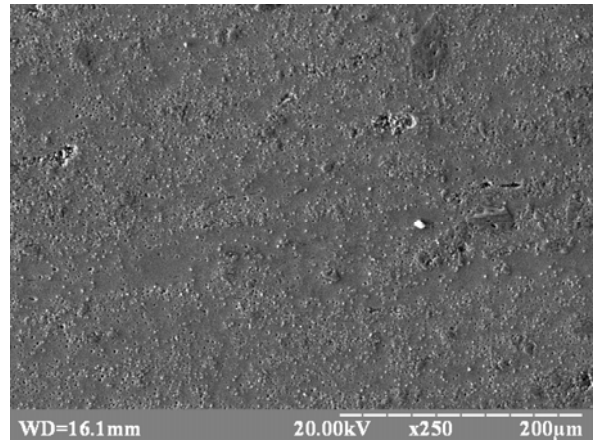
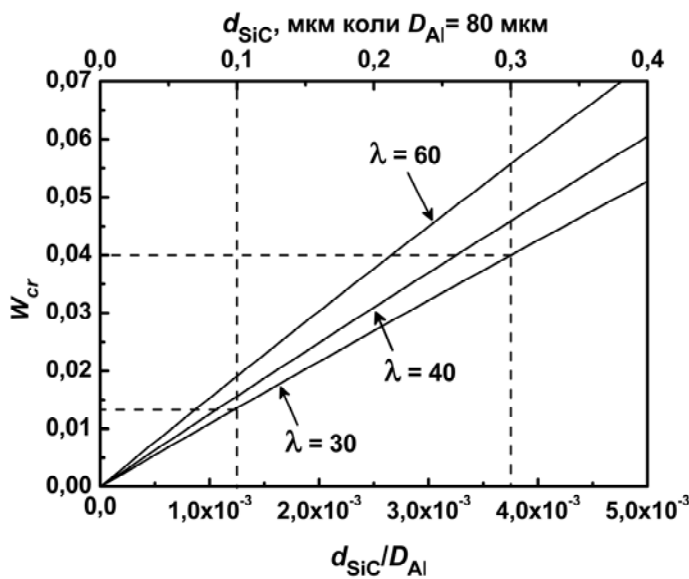


Рис 5.37 Залежність критичного об'ємного вмісту SiC від відношення d_{SiC}/D_{Al} для різних коефіцієнтів витяжки λ

Рис. 5.38 Структура порошкового композиту АМг-5/7% SiC

Швидкість акустичної хвилі в стрижні та динамічний модуль Юнга (Рис.5.39) зростають після введення в матрицю ПА-2 1% SiC, після збільшення вмісту кераміки до 3% вони дещо зменшуються, натомість в композиті на основі АМг5 введення порошку SiC в такій кількості практично не впливає на характеристики пружності композиту, незважаючи на те, що модуль Юнга SiC ($E_{SiC} = 450$ ГПа) перевищує такий алюмінію ($E_{Al} = 71$ ГПа) [349]. Подальше зростання вмісту SiC до 7% має наслідком стрімке зменшення V_r та E композитів обох груп, яке викликане

формуванням агломератів частинок кераміки, що з одного боку містять пори, а з іншого – несформовані контакти між цими частинками.

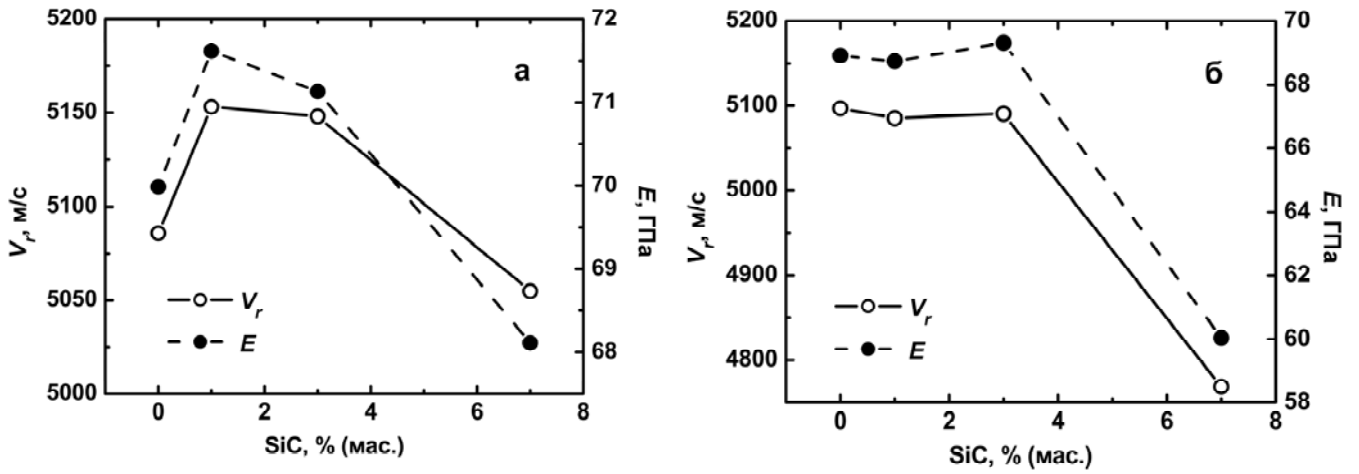


Рис. 5.39 Швидкість акустичної хвилі в стрижні V_r та модуль Юнга E композитів на основі ПА-2 (а) та АМГ5 (б) в залежності від вмісту SiC

Непружність та нелінійна акустична поведінка композитів. Графіки на Рис. 5.40 та 5.41 свідчать про збільшення декременту коливань і зменшення резонансної частоти коливань усіх досліджених композитів зі зростанням амплітуди максимальних циклічних деформацій.

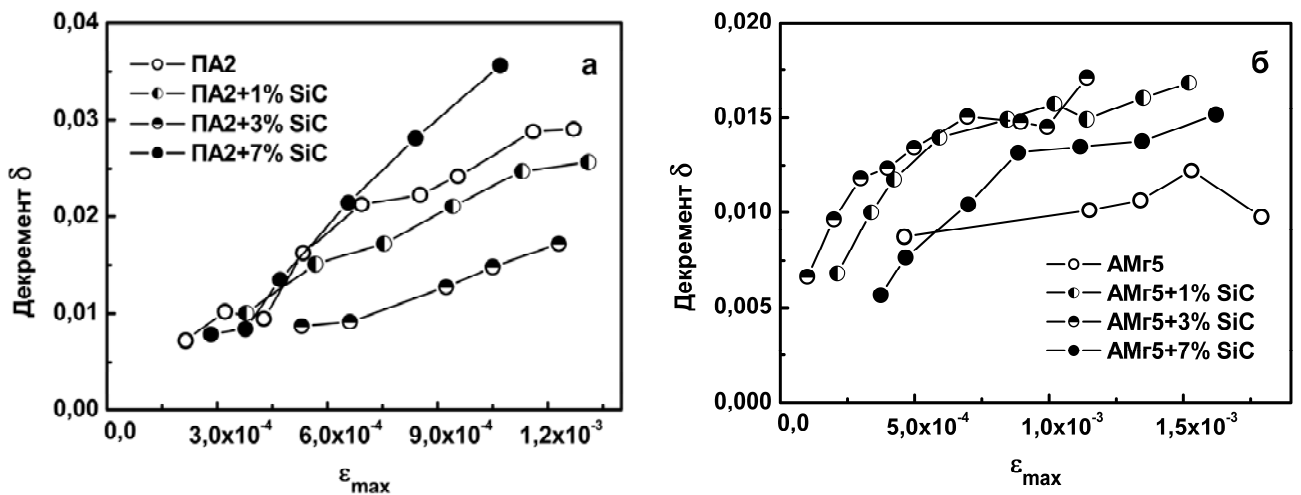


Рис.5.40 Залежності декременту коливань від амплітуди максимальних циклічних деформацій композитів на основі ПА-2 (а) та АМГ5 (б)

Декремент коливань зі збільшенням вмісту частинок SiC змінювався немонотонно (Рис.5.40), натомість було встановлено однакову закономірність зміни резонансної частоти для обох груп композитів: додавання невеликої кількості SiC викликає незначне зменшення параметру нелінійності коливань $C_{f\varepsilon}$, а наближення вмісту частинок кераміки до критичного спричиняє помітне збільшення кута нахилу графіків $\Delta f/f_0(\varepsilon_{\max})$ (Рис.5.41).

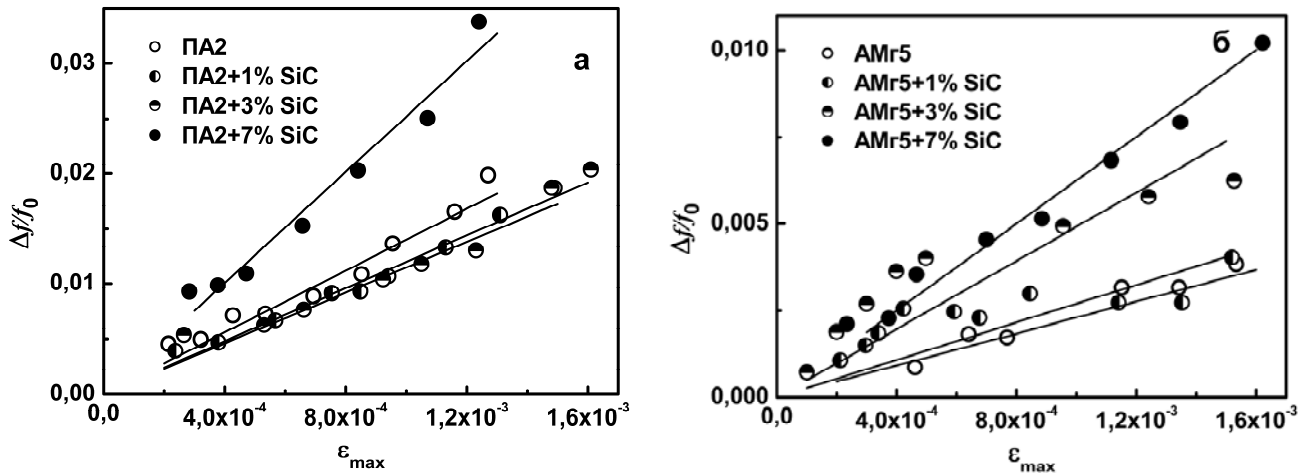


Рис.5.41 Залежності резонансної частоти коливань від амплітуди максимальних циклічних деформацій композитів на основі ПА-2 (а) та АМГ5 (б)

Зі спільного аналізу зміни швидкості поздовжньої акустичної хвилі в стрижні V_r і параметру нелінійності поперечних коливань $C_{f\varepsilon}$ робимо висновок проте, що формування агломератів частинок має наслідком не лише збільшення пористості, але й слугує причиною виникнення площинних дефектів. Тенденції зміни $C_{f\varepsilon}$ зі збільшенням вмісту SiC загалом збігається зі зміною характеристик міцності (Табл.5.4) – межа плинності збільшується внаслідок ефекту зміцнення частинками кераміки до досягнення критичної концентрації частинок SiC, після чого зменшується. Отже, показник $C_{f\varepsilon}$ корелює з міцністю МКМ і є більш чутливим до утворення площинних дефектів, ніж швидкість акустичної хвилі.

Характеристики МКМ з різним вмістом наноструктурного SiC

	Вміст SiC, % (мас.)			
	0	1	3	7
ПА2				
$C_{f\varepsilon}$	14	11,5	12	25
V_r , м/с	5086	5153	5148	5055
$\sigma_{0,2}$, МПа	91	106	103	88
АМ25				
$C_{f\varepsilon}$	2,3	2,6	4,9	6,3
V_r , м/с	5097	5085	5090	4769
$\sigma_{0,2}$, МПа	236	246	240	236

Висновки до розділу 5

1. Вперше резонансними акустичними методами отримано комплекс експериментальних даних про пружність, непружність і нелінійні акустичні ефекти, а саме ефекти повільної динаміки, амплітудної залежності резонансної частоти і спотворення форми резонансної кривої, які пов'язані з процесами еволюції мезоструктури під час консолідації пористих порошкових заліза розміром частинок -100+50 мкм та титану розміром частинок до 630 мкм, а також окремих його фракцій -630+500, -500+313, -315+200 та -200+100 мкм і композиційних матеріалів з порошків алюмінієвого сплаву Al-6Cu-0,4Mn фракцій - 63 мкм, -100+63 мкм, -160+100 мкм, -200+160 мкм і двох порошків α -SiC середнім розміром частинок 3 мкм і 14 мкм та алюмінієвих сплавів ПА-2 середнім розміром частинок 160 мкм та АМГ5 фракції -100+63 мкм і порошку SiC розміром частинок 100-300 нм з питомою поверхнею 27 м²/г.

Встановлено, що для всіх досліджених неповністю консолідованих порошкових металів (до моменту рекристалізації ПМ за 1373-1473 К) – модулі пружності перестають бути константою, а залежать від шляху навантаження. Зменшення (зсув) резонансної частоти внаслідок раптового збільшення амплітуди максимальної циклічної деформації можна описати лінійним законом, проте в процесі коливань зі сталою амплітудою резонансна частота зменшується за експоненціальним законом. Після раптового зменшення амплітуди деформації відновлення резонансної частоти

відбувається за логарифмічним законом, тобто спостерігається асиметрія деградації і відновлення резонансної частоти коливань.

2. Досліджені нелінійні акустичні явища узгоджуються з моделлю, яка припускає наявність у матеріалі з мезодефектною структурою крім стабільного стану додаткових метастабільних станів, які виникають внаслідок дії між частинками контактних сил адгезії разом з силами пружності, і в які матеріал переходить під дією навантажень. Після припинення дії цих навантажень відбувається повільна ($\sim 10^4$ с) релаксація структури до її рівноважного стану. Метастабільний стан матеріалу обумовлюється наявністю і стабільністю площинних (тріщиноподібних) дефектів під час пружного деформування і характеризується різним опором розтягу і стиску, що і є причиною спостережених нелінійних явищ.

3. Вперше встановлено, що нелінійні акустичні явища в порошкових металах і композитах обумовлені в першу чергу станом контактів між частинками, а об'ємні пори в повністю консолідованих ПМ впливають лише на значення резонансних частот. Цей висновок зроблено на підставі встановлення:

- суттєвої залежності резонансної частоти коливань, а відтак вимірною модуля Юнга, зразків порошкових заліза та титану однакової пористості від температури спікання;

- зменшення залежності резонансної частоти поздовжніх і поперечних коливань від амплітуди максимальних циклічних деформацій (параметрів C_f) як наслідок збільшення температури спікання і кореляції C_f з характеристиками міцності $\sigma_{0,2}$ та ϵ_p , коефіцієнтом тріщиностійкості K_{Ic} і характером руйнування порошкових заліза та титану в діапазоні пористості 0,05...0,3;

- залежності C_f від коефіцієнта витяжки (в діапазоні 9,7...69) під час екструзії порошку сплаву Al-6Cu-0,4Mn.

4. Вперше встановлено домінуючу роль стану сформованих в процесі спікання контактів в розсіюванні енергії коливань пористими ПМ: здатність до демпфування спеченого титану зростає зі збільшенням пористості від 0,05 до 0,40 лише в неповністю спечених зразках, натомість у повністю консолідованих ПМ вона не залежить від пористості і відповідає такій литого Ti. Встановлено, що декремент

коливань δ пористого порошкового титану збільшується зі збільшенням амплітуди максимальних циклічних деформацій за лінійним законом і ця залежність корелює зі станом контактів між частинками.

Встановлено домінуючий вплив стану контактів між частинками порошку на анізотропію пружності, яка властива порошковому титану після пресування та спікання за відносно низьких температур, але практично зникає після спікання за 1273 К в усьому діапазоні пористості (від 0,05 до 0,40).

Встановлено, що модуль Юнга, а відтак швидкість поширення поздовжньої ультразвукової хвилі, титану пористістю 0,05, спеченого за 773...973 К, а також пористістю 0,20...0,30, спеченого за 1273 К відповідає характеристикам тканини стегнової кістки. Одержані дані щодо мезодефектної структури дозволяють рекомендувати для виготовлення імплантатів матеріали, спечені за 1273 К, зменшуючи їх характеристики пружності за рахунок підвищення пористості до 0,30.

5. За результатами досліджень нелінійних акустичних характеристик встановлено, що оптимальна мезодефектна структура формується під час екструзії порошків алюмінієвого сплаву в діапазоні коефіцієнтів витяжки 17...39. Встановлено, що характеристики пружності композитів на основі алюмінієвих сплавів зростають зі збільшенням вмісту SiC до певної критичної концентрації, що залежить від розмірів частинок порошків складових після якої пружність зменшується. Встановлено, що розмір частинок порошку не впливає на властивості сплаву Al-6Cu-0,4Mn, проте зі збільшенням середнього розміру частинок порошку матричного сплаву від 40 до 180 мкм та із зменшенням середнього розміру частинок SiC від 14 до 3 мкм модуль Юнга, модуль зсуву та коефіцієнт Пуассона композита Al-6Cu-0,4Mn/15%SiC зменшуються нижче теоретичних передбачень. Встановлено, що критичною для КМ, зміцнених частинками SiC розміром 100...300 нм є об'ємна концентрація близько 4%. Це явище пов'язано з утворенням агломератів частинок кераміки. Розрахунки, підтверджені дослідженнями нелінійних акустичних характеристик, показали, що крім залишкової пористості на зменшення пружності КМ впливають недосконалі контакти між частинками кераміки в агломератах.

6. Запропонована методологія досліджень є перспективною для ідентифікації типу мезодефектів структури та їх еволюції в процесі виготовлення матеріалів з металевих порошків, а характеристики акустичної нелінійності можуть бути обрані за критерій придатності деталей в неруйнівному контролі і в моніторингу технологічних процесів консолідації. Використання результатів досліджень порошкових матеріалів методами механічної резонансної спектроскопії на Казенному заводі порошкової металургії, м. Бровари, дозволило підвищити достовірність контролю під час виготовлення виробів із спечених матеріалів і таким чином покращити їх кінцеві експлуатаційні характеристики (Додаток 6).

Основні результати, викладені в розділі опубліковані в роботах автора [409, 413, 415, 422, 451 – 453, 455, 456, 460 - 465].

Розділ 6 ДОСЛІДЖЕННЯ МЕЗОДЕФЕКТНОЇ СТРУКТУРИ ЛИТИХ МАТЕРІАЛІВ МЕТОДАМИ АКУСТИЧНОГО РЕЗОНАНСУ

Розділ містить результати акустичних досліджень мезодефектів, викликаних різними чинниками, а саме утворення дефектів в сталі **20** та **12X1МФ** в результаті тривалої експлуатації в котельному обладнанні під дією перегрітої пари в умовах підвищених температур і тиску (п. 6.1) та еволюції структури **Ti₃Sn** в процесі механічних коливань (п. 6.2).

6.1. Виявлення дефектів в матеріалах трубопроводів енергетичних установок після експлуатації

Викладені в підрозділі результати опубліковані в роботі [483].

6.1.1. Досліджені матеріали та умови їхньої експлуатації

Розрахунковий ресурс більшої частини промислового теплотехнічного обладнання в Україні вичерпаний, тому важливим економічним та інженерним завданням є оцінка стану обладнання для обґрунтованого подовження терміну його експлуатації. Зокрема, останніми роками вивчали стан матеріалів котельного обладнання та парогонів [484 – 486]. Відомо, що у сталях парогонів під час тривалої експлуатації внаслідок дії підвищених температур та тиску, а також їх циклічних змін під час зупинок і пусків обладнання відбуваються структурно-фазові перетворення та утворення дефектів [487]. За сучасними уявленнями [250, 486] пошкодження мікроструктури еволюціонують у декілька стадій, упродовж яких мікропорожнини, спричинені рухом дислокацій, і клиновидні тріщини, що виникають через зерномежове проковзування, орієнтуються ортогонально до напрямку дії напружень, об'єднуються в мікротріщини, які згодом перетворюються на макротріщини і спричиняють руйнування.

Для неруйнівного контролю енергетичного обладнання перспективними є методи, що ґрунтуються на визначенні характеристик непружності матеріалів та нелінійних параметрів ультразвукових коливань, які дуже чутливі до внутрішнього руху вже на рівні дефектів кристалічної ґратки. Зокрема було встановлено, що параметр нелінійності УЗ коливань зразків з титанового сплаву, міді та сталі

HP40Nb, визначений під час випробувань на повзучість за значеннями амплітуд других гармонік коливань, добре узгоджується з результатами металографічних досліджень і більш чутливий за швидкість поширення поздовжньої хвилі [248, 249, 488].

В даному підрозділі наведені результати досліджень методами механічного резонансу характеристик пружності, непружності та нелінійності коливань зразків сталей 20 та 12X1МФ після тривалої експлуатації за високих температур та тиску щоб кількісно оцінити їх пошкодженості. Зразки з сталі 20 (0,2% C) та 12X1МФ (0,12% C; 1,1 Cr; 0,55 Mn; 0,3 Mo; 0,27 Si; 0,22 V; < 0,3% Ni) вирізали різних елементів парогонів під час капітального ремонту котла на Київській ТЕЦ-5, умови експлуатації яких наведені в Таблиці 6.1, а також з відповідних трубних елементів у стані постачання (базові матеріали). Зразки, режими експлуатації яких згідно з Табл.6.1 однакові, були вирізані з різних вузлів.

Таблиця 6.1.

Режими експлуатації вузлів парогонів

№	Сталь	Тиск p_a , МПа	Температура t , °С	Тривалість $\tau \cdot 10^{-3}$, год
1	20	15,6	249	245,8
2	20	15,6	249	245,8
3	20	15,6	345	70,4
4	12X1МФ	14,2	505	70,4
5	12X1МФ	14,2	505	70,4
6	12X1МФ	13,7	560	72,2
7	12X1МФ	13,7	560	72,2

Відомо, що внаслідок тривалої експлуатації паропроводів з низько- та середньолегованих сталей типу 12X1МФ, 10X2ГНМА карбіди цементитного типу Me_3C розчиняються і утворюються складні карбіди типу Me_7C_3 (на основі хрому та молібдену) та хромистий карбід $Me_{23}C_6$. Незалежно від структури Cr-Mo-V сталі у вихідному стані після експлуатації її структура стає ферит-карбідною. Дисперсні карбіди Me_7C_3 розташовуються в феритній матриці, а скоагульовані карбіди Me_7C_3 та $Me_{23}C_6$ – в основному на межах зерен [489, 490].

Визначали швидкість поширення пружної хвилі в стрижні V_r , модуль Юнга E , декремент коливань δ та залежність резонансної частоти від амплітуди коливань. Всі заміри були виконані за кімнатної температури. Параметри V_r та E розраховували за значеннями власних частот поздовжніх коливань зразків прямокутного поперечного перерізу розмірами 50 x 1,5 x 4 мм, вирізаних вздовж осі труби, за формулами (2.4). Максимальні відносні циклічні деформації не перевищували 10^{-6} .

Непружність сталей, яка, як відомо [491], достатньо чутлива до зміни їх технічного стану під час експлуатації, характеризували декрементом коливань, визначеним методом резонансної кривої в умовах поздовжніх та поперечних резонансних коливань зразків за першою модою за формулою (2.17). Поперечні коливання збурювали на електродинамічному вібростенді, вважаючи що стрижень навантажується розподіленими по довжині силами інерції, а максимальні напруження в зоні закріплення зразка розраховували за формулою (2.18).

Частоту коливань зразків в діапазоні 550...850 Гц, вимірювали з точністю до 0,1 Гц. За малих збурень максимальні систематичні похибки визначення амплітуди коливань вільного кінця зразка (а отже максимальних циклічних напружень) та ширини резонансної кривої Δf (i , відповідно, δ) не перевищували 10%.

Усі заміри здійснювали в області пружних деформацій за напружень σ , менших за межу витривалості сталей (для вуглецевих сталей близько 150 МПа [492]), тому отримані ефекти не пов'язані з руйнуванням зразків від втоми.

6.1.2. Лінійні акустичні резонансні характеристики

Характеристики досліджуваних матеріалів, визначені за резонансними кривими під час поздовжніх коливань i за припущення лінійності деформування, наведено в Табл. 6.2. Швидкість звуку та модуль Юнга сталей після експлуатації практично не змінилися. Натомість, декремент коливань експлуатованої сталі 20 істотно вищий, ніж у вихідному стані, причому значення δ суттєво вищі після експлуатації за режимом 2, ніж за режимом 1 (незважаючи на однакові термосилові параметри).

Лінійні властивості матеріалів, визначені за поздовжніх коливань стрижня

Матеріал і номер режиму експлуатації	Швидкість звуку V_r , м/с	Модуль Юнга E , ГПа	Декремент коливань δ , %
Сталь 20			
01 (вихідний стан)	5183	209,5	0,43
1	5192	210,2	0,78
2	5232	213,5	1,21
3	5232	213,5	0,45
12X1МФ			
02 (вихідний стан)	5248	214,8	–
4	5218	212,4	0,59
5	5243	214,4	–
6	5194	210,4	1,31
7	5251	215,1	0,84

Результати визначення декременту коливань δ (внутрішнього тертя) за поперечних коливань зразків засвідчили, що δ всіх досліджених матеріалів істотно залежать від амплітуди максимальних циклічних напружень σ_{\max} (Рис.6.1). Незважаючи на складний характер одержаних залежностей, для всіх зразків спостерігали властиву вуглецевим сталям тенденцію до збільшення δ з ростом σ_{\max} . Отримані для сталі 20 у вихідному стані $\delta \approx 0,8\%$ за $\sigma_{\max} = 100$ МПа (Рис.8.2,а) і $\delta \approx 1,4\%$ за $\sigma_{\max} = 150$ МПа (на рисунку не показано) близькі до відомих значень δ сталі 15 під час навантаження чистим згином призматичних зразків частотою 10...20 Гц ($\delta = 1,65\%$ за $\sigma = 100$ МПа і $\delta = 2,0\%$ за $\sigma = 150$ МПа) та нормалізованої сталі 45 за поперечних коливань консольно закріплених зразків з частотою 10...100 Гц ($\delta = 0,56\%$ за $\sigma = 100$ МПа і $\delta = 0,8\%$ за $\sigma = 150$ МПа) [361]. Значення декременту коливань сталі 12X1МФ теж узгоджуються з відомими [493].

В усьому діапазоні досліджених амплітуд циклічного напруження значення δ усіх зразків експлуатованих сталей були вищі, ніж зі сталей у вихідному стані (Рис. 6.1). Втім, хоча контрольовані параметри режимів експлуатації № 1 і 2 сталь 20 подібні, їхні декременти коливань вже за напружень 10 МПа відрізнялися майже вдвічі (Рис. 6.1). Зі збільшенням σ до 50 МПа значення δ для сталі, експлуатованої за

режимом № 2, досягало 2,5% і в декілька разів перевищило властиве їй у вихідному стані. Це, ймовірно, пов'язано з дефектами, що виникли під час експлуатації.

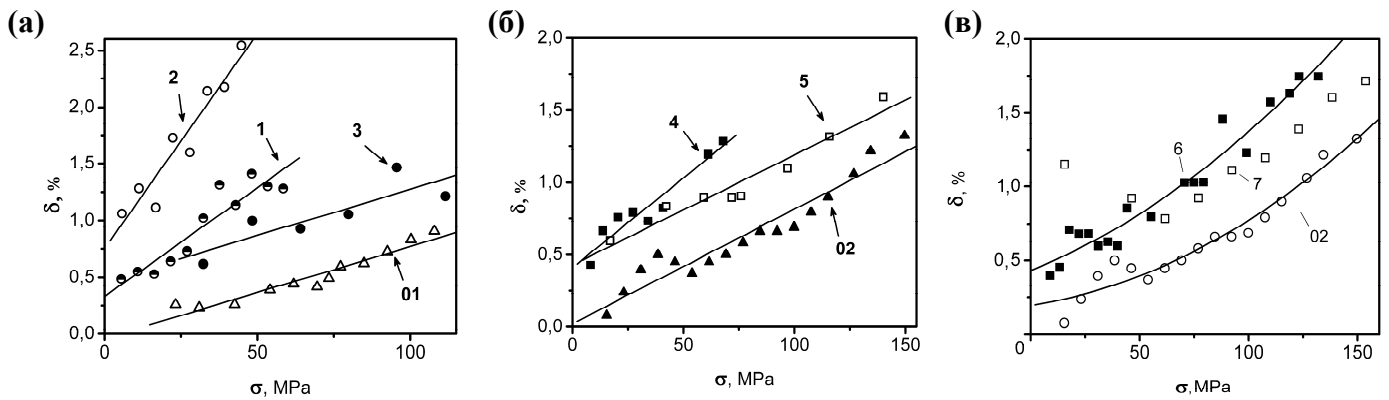


Рис.6.1. Залежність декременту коливань δ сталі 20 (а) та 12Х1МФ (б, с) від амплітуди максимальних циклічних напружень σ за поперечних резонансних коливань консольно закріпленого зразка з частотою 600...800 Гц у стані постачання (01; 02) та після експлуатації за режимами № 1–7 (див. Табл. 6.1).

Аналіз залежностей $\delta(\sigma)$ сталі 12Х1МФ свідчить про те, що після експлуатації її декремент коливань теж зростає більш ніж удвічі (Рис. 6.1,б,в). Про таке зростання значень δ (від 0,7 до 1,2%) цієї сталі, експлуатованої впродовж $2,8 \cdot 10^4$ год за подібних умов, повідомлялось раніше [493]. Як і в нашому випадку, залежності $\delta(\sigma)$ деяких матеріалів, що працювали за таких режимів, подібні. Це стосується, наприклад, сталі 12Х1МФ, експлуатованої за режимами № 6 та 7, що відпрацювала $7,22 \cdot 10^4$ годин за температури 560°C під тиском 13,7 МПа (Рис. 6.1,в). Водночас для сталі, експлуатованої за режимом № 4, параметр δ зростає більш стрімко зі збільшенням амплітуди σ , порівняно з іншими її варіантами (Рис. 6.1,б).

Загалом слід зауважити, що методи внутрішнього тертя чутливі до трансформації структури сталей [493]. Зміна фазового складу чи утворення дефектів упродовж тривалої експлуатації впливають на декремент коливань. Під час високотемпературної експлуатації в металі формуються нові дислокації, внаслідок руху яких зростає внутрішнє тертя. З іншого боку, через наклеп та гальмування дислокацій на частинках карбідів матеріал зміцнюється [493]. Тому за отриманими

результатами визначення внутрішнього тертя складно робити висновки про небезпечні пошкодження.

6.1.3. Нелінійні акустичні резонансні характеристики

Дослідження методом резонансної кривої дозволили встановити, що під час пружних коливань зразків експлуатованих сталей виникають нелінійні ефекти, невластиві їм у стані постачання, і які посилюються зі збільшенням амплітуди коливань: форма резонансної кривої спотворюється і вона стає істотно несиметричною відносно резонансної частоти; відрізняється характер зміни амплітуди коливань під час збільшення та зменшення частоти збурення; за відносно великої амплітуди збурення стрімко зростає або знижується амплітуда коливання зразка за незначної зміни частоти збурення (так званий зрив коливань). Крім того, зі збільшенням амплітуди коливань зменшується резонансна частота.

Резонансні криві поперечних коливань за першою модою зразків сталі 20, одержані за збільшення та зменшення частоти збурення, ілюструють їхній нелінійний характер (Рис. 6.2). Залежності побудовано в координатах $A/A_{b1}-f/f_{b1}$, де A_{b1} і f_{b1} – амплітуда та частота коливань за умов резонансу.

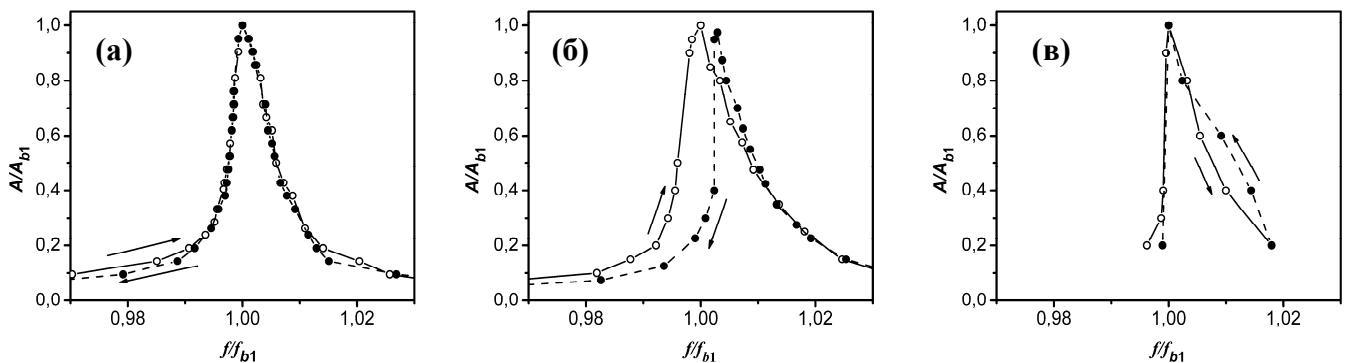


Рис. 6.2. Резонансні криві зразків сталі 20 у стані постачання ($A = 1050$ мкм) (а); після експлуатації за режимами № 3, $A = 1000$ мкм (б); № 2, $A = 150$ мкм (в) (див. Табл. 6.1), визначені за збільшення (○) і зменшення (●) частоти збурення поперечних резонансних коливань консольних зразків

Нелінійні ефекти накладають певні обмеження на застосування методу резонансної кривої для визначення декременту коливань та амплітудної залежності резонансної частоти. Через сильне спотворення форми кривої, а також її неоднозначність важко точно встановити резонансну частоту і ширину резонансної кривої. Тому з досягненням критичної амплітуди коливань заміри припиняли. З іншого боку, згадані ефекти свідчать про пошкодженість сталей і придатні для її кількісного оцінювання.

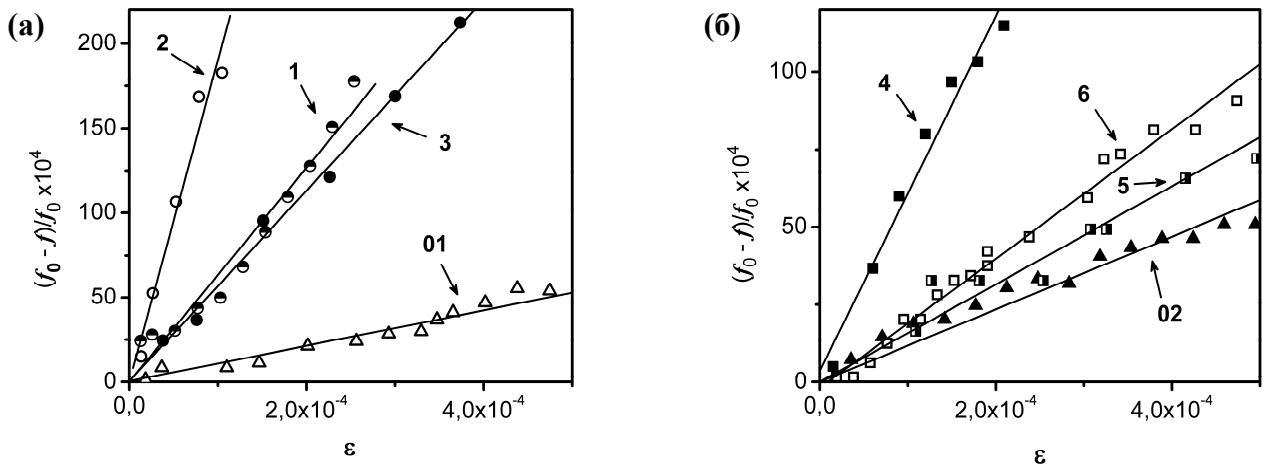


Рис.6.3. Відносна зміна резонансної частоти поперечних коливань зразків сталі 20 (а) та 12Х1МФ (б) як функція амплітуди максимальних циклічних деформацій ε_{\max} у стані постачання (01; 02) та після експлуатації за режимами № 1–6 (див. Табл. 6.1).

Встановили, що для всіх досліджених зразків сталей резонансна частота лінійно залежить від амплітуди максимальних циклічних деформацій (Рис. 6.3). Це дало змогу описати стан металу коефіцієнтом нелінійності коливань $C_{f\varepsilon}$, який характеризує зміну відносної резонансної частоти під дією максимальних циклічних деформацій амплітудою ε_{\max} , розрахованим за формулою [376]

$$\frac{d}{d\varepsilon_{\max}} \frac{f_b(\varepsilon_{\max})}{f_{0b}} = -C_{f\varepsilon} \quad (6.1)$$

Резонансну частоту за нульової амплітуди коливань f_{0b} визначали у точці перетину прямої, що з'єднувала піки отриманих резонансних кривих, з віссю абсцис на графіку $f(A)$ [370].

Схожі нелінійні ефекти спостерігали у частково спечених порошковому залізі та оксиді алюмінію і виявили, що ця нелінійна пружність пов'язана з дефектами, які під дією навантажень переходять в метастабільний стан (Розділи 3 та 5). Це могли бути тріщини, несучільність міжфазних меж або недосконалий контакт частинок порошкових матеріалів. Нестабільність цих дефектів свідчила про їхню схильність до росту, тому їх вважали небезпечними. Мезодефекти такого типу викликають істотне зростання декременту коливань порошкових матеріалів [409, 455]. Відомо, також, що лінійний характер мають залежності внутрішнього тертя від амплітуди деформації геоматеріалів та пошкодженого шиферу [169, 258]. Для порівняння властивостей експлуатованих сталей з властивими їм у вихідному стані, залежності декрементів коливань від амплітуди максимальних циклічних напружень апроксимували в першому наближенні прямими і визначили коефіцієнт $C_{\delta\sigma}$, що характеризує кути їх нахилу. Зрозуміло, що таке оцінювання доволі умовне, бо амплітудні залежності декременту коливань сталей різного фазового складу неадитивні: крім мезодефектів, характер дії яких можна вважати однаковим, на амплітудну залежність декременту впливають фазові перетворення, які прямо не пов'язані з формуванням дефектів.

Значення нормованих коефіцієнтів $C_{f\varepsilon}$ та $C_{\delta\sigma}$, а також швидкості звуку V_r для сталей, експлуатованих за режимами, поданими в Табл. 6.1 (номер під віссю абсцис відповідає режиму експлуатації з таблиці), наведено на Рис. 6.4.

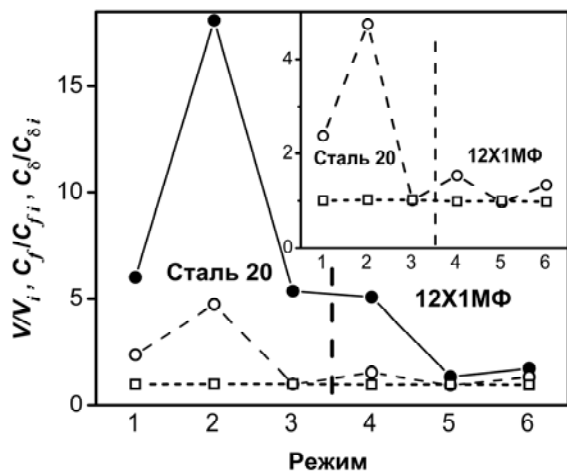


Рис. 6.4. Швидкість звуку V_r (□), коефіцієнти нахилу залежностей резонансної частоти $C_{f\varepsilon}$ (●) та декременту коливань $C_{\delta\sigma}$ (○) від деформації, нормовані за відповідними характеристиками у стані постачання (V_{ri} , C_{fi} та $C_{\delta i}$) сталей 20 та 12Х1МФ (4–6) після експлуатації за режимами Табл. 6.1

На відміну від швидкості звуку, на яку експлуатаційні чинники практично не впливали, інші дві характеристики продемонстрували якісно однакові тенденції (Рис. 6.4). Проте більш чутливими до структурних змін виявилися зміни резонансної частоти під дією циклічних деформацій зразка. Крім того, метод визначення параметру нелінійності за зсувом резонансної частоти простий для реалізації та інтерпретації результатів. Адже бездефектний метал за використаних напружень повинен деформуватись лінійно пружно і тому будь-яке збільшення параметра нелінійності викликається лише дефектами, які проявляють нестабільність. Водночас зміну декременту коливань можуть зумовити багато чинників, у тому числі і такі, що не впливають на міцність матеріалів.

6.2 Динамічна поведінка інтерметаліду Ti_3Sn

Цей підрозділ присвячений дослідженню впливу частоти та амплітуди деформування на механічну поведінку інтерметаліду Ti_3Sn в області його гомогенності за температури солідус.

У відповідності до діаграми стану [494], інтерметалід Ti_3Sn плавиться конгруентно за температури $T_S = 1943$ К і має за температури солідус область гомогенності від 22,8 до 25,2% (ат.), яка за кімнатної температури звужується до менше ніж 1%. Зразки були одержані з компонентів високої чистоти (Ti – 99,85 % і Sn – 99,9995 %) шляхом електродугового плавлення в печі з невитратним вольфрамовим електродом в середовищі аргону, очищеного розплавленим титаном. Для досягнення хімічної однорідності зливок тричі перевертали і переплавляли. Маса зливка становила біля 0,030 кг, втрата ваги під час плавлення – 0,05%. Вміст кисню у зразку не перевищував 0,03 %, що відповідало його вмісту в вихідному титані [495]. Результати EDX - спектроскопії показали [496], що загалом виміряний хімічний склад відповідає номінальному (Табл.6.3). Аналіз мікроструктури (Рис.6.5) засвідчив, що тільки зразки матеріалів з вмістом олова від 24,4 до 24,8 %(ат.) були цілком однофазні (Ti_3Sn). Зразки з більшою або меншою концентрацією олова містили дві фази. За концентрації Sn 24,4 %(ат.) були присутні малі фрагменти двофазної евтектичної структури. Тонкі прошарки темного відтінку на зображеннях

у відбитих електронах містили лише одну фазу – $Ti + 10\%Sn$, позначену як Ti^* . В сплаві $Ti_{75}Sn_{25}$ між зернами Ti_3Sn спостерігали прошарки Ti_2Sn (білого кольору).

Таблиця 6.3
Результати рентгеноспектрального аналізу EDX

Номінальний атомний склад	Вимірний склад (ат. %)			
	Середній	Фази	Ti	Sn
$Ti_{76,5}Sn_{23,5}$	$Ti_{76,2}Sn_{23,8}$	Ti_3Sn (матриця)	74,9	25,1
		(Ti^*) (темна)	89,7	10,3
$Ti_{75,5}Sn_{24,5}$	$Ti_{75,3}Sn_{24,7}$	Ti_3Sn	75,3	24,7
$Ti_{74,5}Sn_{25,5}$	$Ti_{73,9}Sn_{26,1}$	Ti_3Sn (матриця)	74,0	26,0
		Ti_2Sn (світла)	67,3	32,7

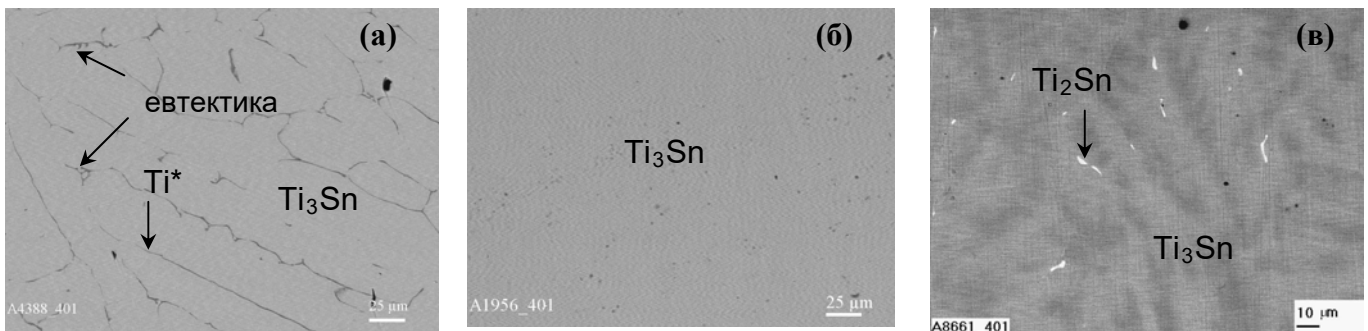


Рис. 6.5 – Мікроструктура матеріалів: (а) $Ti_{76}Sn_{24}$; (б) $Ti_{75,5}Sn_{24,5}$; (в) $Ti_{75}Sn_{25}$

Близькі до Ti_3Sn сполуки, демонструють незвичайно низьку пружність і високу пластичність за кімнатної температури, а також високу здатність до демпфування [497, 498]. В процесі збільшення температури від 125 до 343 К модуль Юнга однофазного Ti_3Sn (складу $Ti_{75,5}Sn_{24,5}$) загалом зменшується від 35 до 5 ГПа, а подальше збільшення температури до 673 К супроводжується зростанням значень E (Рис.6.6,а) [495]. Водночас дилатометричні дослідження виявили злам на кривій температура – видовження за температури близько 325 К (Рис.6.6,б). Це дозволило нам вперше встановити факт фазового перетворення [499], хоча на час проведення досліджень вважалось, що цей сплав не зазнає перетворень в інтервалі від кімнатної до температури плавлення [495]. Крім того, згідно з дилатометричними дослідженнями в інтервалі температур 350-450 К, тобто вище температури перетворення коефіцієнт лінійного розширення матеріалу близький до нуля

(Рис.6.6,б). Іванова та ін. [500] встановили, що перетворення є мартенситним: в умовах охолодження високотемпературна гексагональна структура DO_{19} (просторова група N 194 $R\bar{6}_3/mmc$, символ Пірсона $hP6$, параметри ґратки $a = 0,5916(4)$ нм, $c = 0,4764(4)$ нм) трансформується в низькотемпературну орторомбічну (просторова група N 63 $Cmcc$, параметри ґратки $a = 0,585$ нм, $b = 1,034$ нм і $c = 0,475$ нм). Це супроводжується зменшенням об'єму кристалічної ґратки приблизно на 1% і збільшенням густини від 5994 до 6051 кг/м^3 .

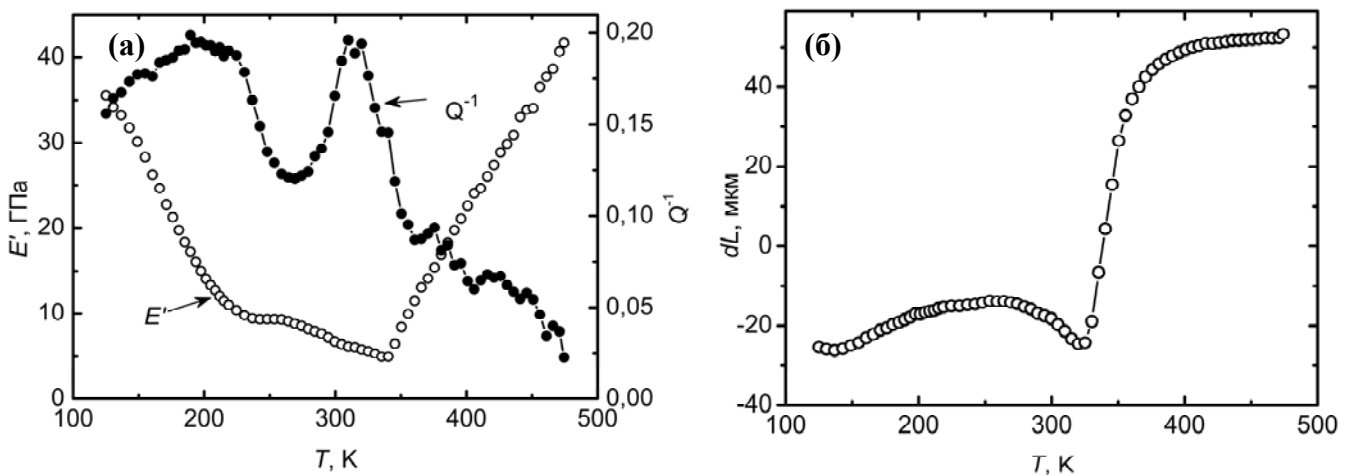


Рис.6.6 – Температурні залежності під час нагріву: (а) дійсної частини комплексного модуля Юнга E' (○) та внутрішнього тертя Q^{-1} (●); (б) видовження зразка Ti_3Sn

Індуковані внутрішні напруження зменшуються шляхом формування ієрархічної двійникової структури в мартенситній фазі з двійниками вищого порядку шириною 10-20 нм [501] (Рис.6.7). Результати оптичної мікроскопії (Рс.6.7,а) підтверджуються з результатами електронної трансмісійної мікроскопії, які показують наявність двійникової самоузгодженої мікроструктури недеформованого Ti_3Sn за кімнатної температури [500].

Визначення пружності та непружності матеріалів в широкому діапазоні частот однією методикою є складною задачею, тому для вивчення поведінки однофазного інтерметаліду Ti_3Sn (складу $Ti_{75,5}Sn_{24,5}$) були застосовані п'ять різних методів: 1) вимірювання швидкості поздовжньої ультразвукової хвилі в зразку наскрізним прозвучуванням, використовуючи перетворювачі з робочою частотою 5 МГц; 2)

резонансна ультразвукова спектроскопія (РУС) в діапазоні частот 4 - 100 кГц; 3) вимірювання параметрів резонансних коливань консольної балки на частоті 200-400 Гц; 4) динамічний механічний аналіз (ДМА) в діапазоні частот 0,1 – 20 Гц; 5) квазістатичний одновісний стиск прямокутного зразка (5 x 3 x 3 мм) з швидкістю $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{с}^{-1}$ [496, 499].

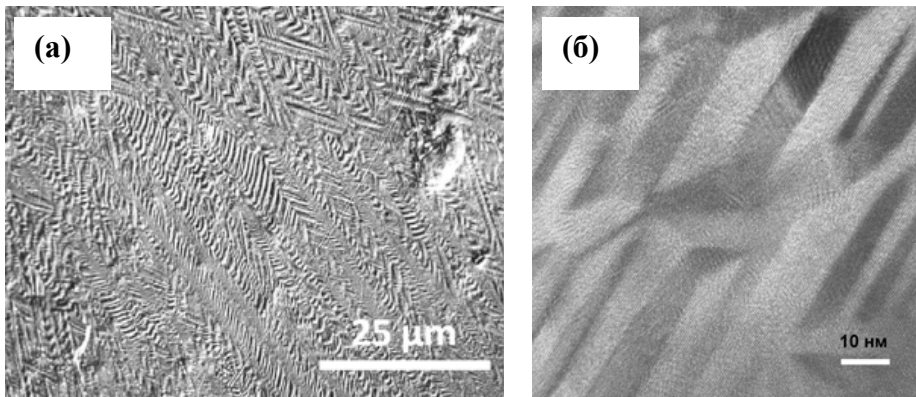


Рис.6.7 – Зображення двійників в структурі $\text{Ti}_{75,5}\text{Sn}_{24,5}$ одержані за допомогою оптичного мікроскопу (а) та ТЕМ високого розрізнення (б)

Модуль пружності розраховували за швидкістю акустичної хвилі (метод 1) або за резонансною частотою (метод 2), використовуючи залежності теорії пружності однак, зважаючи на помітну амплітудну залежність характеристик пружності, одержану величину називали «уявний модуль Юнга» і позначали E^* . Цю величину порівнювали з дійсною частиною комплексного модуля Юнга E' , виміряною методом ДМА, а також з тангенсом кута нахилу кривої σ - ε в області пружного деформування.

Вимірювання резонансної частоти першої моди коливань консольно закріпленого зразка Ti_3Sn середнім розміром зерен 800 мкм дозволило встановити, що зі збільшенням амплітуди відносної циклічної деформації від $2 \cdot 10^{-5}$ до $7 \cdot 10^{-4}$ уявний модуль Юнга зменшується вдвічі – від 6 до 3 ГПа – з тенденцією до стабілізації в подальшому, тоді як значення оберненої механічної добротності (внутрішнього тертя) Q^{-1} , незважаючи на деяке розсіювання результатів, практично не змінюється (Рис.6.8, а).

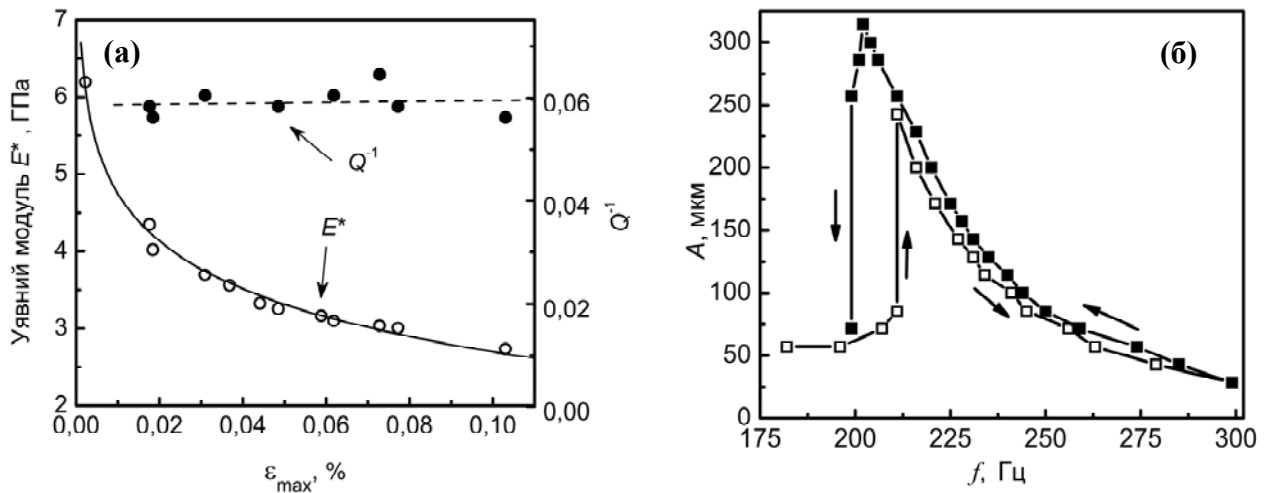


Рис. 6.8 – Залежності уявного модуля Юнга E^* (○) та оберненої механічної добротності Q^{-1} (●) від амплітуди максимальної циклічної деформації (а) та вигляд резонансної кривої за збільшення (□) та зменшення (■) частоти збурення (б) під час коливань консольного зразка Ti_3Sn з середнім розміром зерна 800 мкм

Резонансні криві (залежності амплітуди коливань вільного кінця зразка A від частоти збурення в околі резонансу), виміряні в умовах поступового збільшення і зменшення частоти сигналу збурення фіксованої амплітуди, мали сильно асиметричну форму (Рис.6.8, б), що засвідчило істотну нелінійність механічного відгуку. Резонансні криві схожої форми спостерігали в системах, які зазнають зменшення жорсткості (пружності) зі збільшенням амплітуди коливань, або демонструють гістерезисну поведінку, наприклад, частково спечені порошкові матеріали, що містять макродефекти (див. Розділи 3, 4) або деякі матеріали з МАХ фазами [181, 272]. Однак, така сильна динамічна пружна нелінійність литого однофазного матеріалу, наскільки нам відомо, раніше не спостерігалась. Сильна залежність пружності, а отже і резонансної частоти, від амплітуди циклічної деформації може бути наслідком зміни структури під дією прикладених навантажень.

Результати вимірювань, проведених послідовно за збільшення, а потім за зменшення амплітуди сигналу збурення (а відтак і амплітуди коливань A), показані на Рис.6.9, свідчать про практично повну оборотність характеристик пружності

після зменшення рівня деформації і про відсутність впливу можливих накопичених в процесі деформування дефектів (мікротріщин та ін.).

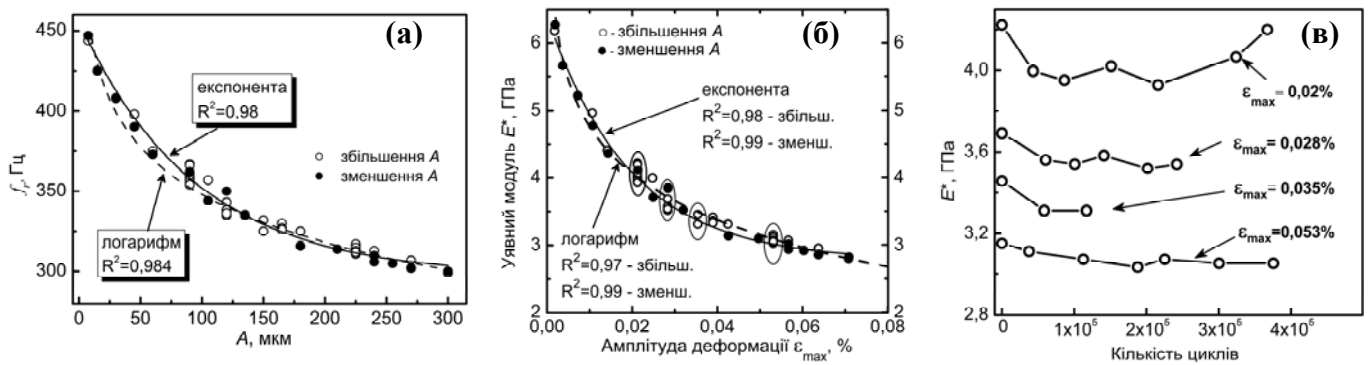


Рис.6.9 – Залежності резонансної частоти (а) та уявного модуля Юнга (б, в) Ti_3Sn з зернами середнього розміру 800 мкм від: (а) – амплітуди коливань та (б) – амплітуди максимальної циклічної деформації в процесі їх збільшення (\circ) і зменшення (\bullet); (в) – кількості циклів коливань консольного зразка на вказаних на полі рівнях ϵ_{max} (обведені на (б))

Функціональні залежності резонансної частоти в діапазоні 300-450 Гц від амплітуди коливань (Рис.6.9,а) та уявного модуля Юнга (розрахованого за частотою) від амплітуди максимальних циклічних деформацій (розрахованої за амплітудою коливань) (Рис.6.9,б) також мають тенденцію до стабілізації в області деформацій $\epsilon_{max} = 5 \cdot 10^{-4}$ і добре апроксимуються рівняннями логарифмічного та експоненціального вигляду. Експоненціальне рівняння, одержане мінімізацією відхилення розрахованих резонансних частот від вимірних, з коефіцієнтом змішаної кореляції $R^2=0,98$ мало вигляд $f_r(A) = 297,11 + 158,78 \cdot \exp(-A/94)$, (частота - в Гц, амплітуда - в мкм). Рівняння такого ж виду для уявного модуля Юнга за умов збільшення амплітуди з $R^2=0,98$ мало вигляд $E^*(\epsilon_{max}) = 2,818 + 3,682 \cdot \exp(-\epsilon_{max}/(1,9 \cdot 10^{-4}))$ (E^* - в ГПа, деформація - відносна), а за умов її зменшення з $R^2=0,99$, набувало вигляду $E^*(\epsilon_{max}) = 2,777 + 3,605 \cdot \exp(-\epsilon_{max}/(1,9 \cdot 10^{-4}))$.

З графіка залежності уявного модуля Юнга E^* від кількості циклів коливань на деяких фіксованих рівнях ϵ_{max} (Рис.6.9, в) видно, що після збільшення амплітуди деформації значення E^* зменшуються впродовж $\sim 10^5$ циклів коливань (~ 200 секунд),

але згодом стабілізуються. Це зменшення, однак, є малим у порівнянні з загальним падінням значень E^* за умови збільшення амплітуди деформації. Повна оборотність характеристик пружності як з амплітудою деформацій, так і з кількістю циклів коливань, а також стабільність форми і ширини резонансної кривої впродовж циклічного деформування свідчить про те, що відзначене зменшення пружності в дослідженому діапазоні амплітуди деформації до 10^{-3} не може бути пов'язане з зародженням мікротріщин або мікропластичною деформацією внаслідок руху дислокацій. Його характер схожий на явище повільної динаміки, досліджене в Розд. 3 і 4. Проте ці результати не збігаються з поведінкою мезоскопічно нелінійних спечених матеріалів, у яких: по-перше, резонансна частота зменшується зі підвищенням амплітуди максимальних циклічних деформацій за лінійним законом (див. Рис. 3.15, 4.6, 4.19, 4.27, 4.41); по-друге, резонансна частота не відновлюється повністю за час експерименту; і по-третє, здатність до демпфування помітно збільшується з амплітудою, а отже можливі джерела зменшення пружності з амплітудою і високої здатності до демпфування інтерметаліду інші. Ймовірною причиною відзначених ефектів може бути рух меж двійників під дією акустичних хвиль.

Результати квазістатичного експерименту на стиск [496] засвідчили, що у матеріалів з різним розміром зерен крива напруження – деформація має схожу форму і може бути розбита на такі ділянки (Рис.6.10): 1) висхідна частина за малих деформацій, що пов'язана з пружним режимом; 2) висхідне плато за більших деформацій, пов'язане з пластичним режимом. Квазістатичне деформування в пружному режимі, подібно до пружних коливань (Рис.6.9), є повністю оборотним до $\varepsilon = 0,08 \dots 0,1$, але нелінійним навіть на початковій стадії стиску і після циклу «розвантаження – повторне навантаження» крива утворює петлю, що є свідченням псевдопружної поведінки. Після триразового циклічного деформування до межі плину різниця між першою і останньою петлями σ - ε була незначною, за винятком малої постійної деформації (Рис.6.10). Ця повторюваність дозволяє нам ідентифікувати цей режим як пружний. Нахил кривої розвантаження, вимірний за

малих відносних деформацій дорівнює 4 ГПа, що добре узгоджується зі значеннями уявного динамічного модуля Юнга (Рис.6.9,б).

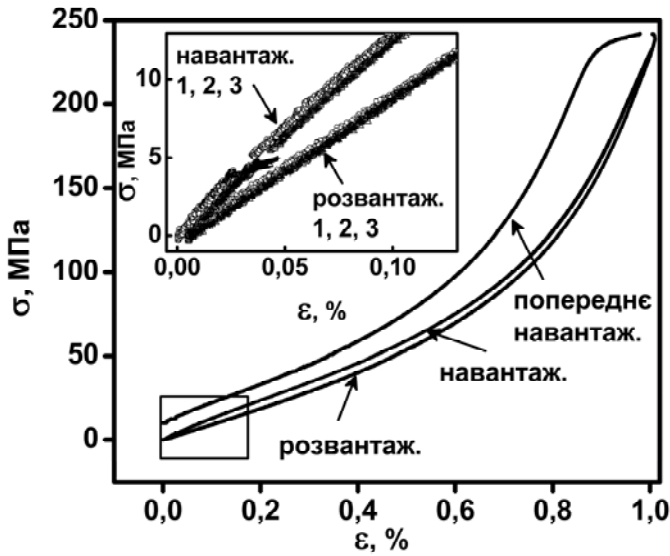


Рис. 6.10 – Типові криві напруження – деформація в пружному режимі квазістатичного деформування на стиск однофазного Ti_3Sn з середнім розміром зерна 200 мкм

Ми вважаємо, що, як і у випадку акустичних коливань, псевдопружна поведінка мартенситної фази Ti_3Sn пов'язана з оборотним рухом меж між двійниками або/і переорієнтацією двійників. Під дією механічних навантажень двійники переорієнтовуються і висока рухливість їхніх меж призводить до зменшення **міцності та пружності**. На даний час точний механізм «двійникової псевдопружності» або «гумоподібної поведінки» не з'ясовано, і рушійні сили змін мікроструктури, що супроводжують реверс деформації впродовж розвантаження таких матеріалів залишаються невідомими. Ймовірним поясненням цього явища є запропонований Ren та Otsuka принцип «узгодження симетрії ближнього порядку» (SRO), який виходить з вимоги, що параметри симетрії ближнього порядку точкових дефектів повинні узгоджуватись з симетрією кристалу [502, 503].

З наведених експериментальних результатів можна зробити висновок, що деформаційна поведінка мартенситної фази Ti_3Sn (складу $Ti_{75,5}Sn_{24,5}$) в умовах стиску відбувається в декілька макроскопічних етапів, подібно до тих, що спостерігались в сплавах $TiNi$ [504]. На початковому етапі навантаження мартенсит деформується шляхом пружної акомодатії або руху меж двійників, які формуються в мартенситі впродовж охолодження з рідкого стану. На цьому етапі переорієнтація двійників зменшує зовнішні напруження і після зняття напружень мартенситні

двійники повертаються до початкової орієнтації. Це перегрупування двійників робить внесок до пружної деформуваці, що є причиною низьких значень уявного модуля Юнга і псевдопружної петлі за циклічних навантажень стиску. Впродовж циклу деформування енергія розсіюється внаслідок взаємодії між рухливими двійниками і такими перешкодами, як межі зерен, мікротріщини і власне межі двійників. Другий етап, який відповідає пластичному деформуванню і проявляється як плато на кривій напруження – деформація в даній роботі не розглядався.

Увігнута форма кривої напруження – деформація на етапі пружного деформування (Рис.6.10) свідчить, що внаслідок зростання деформації до значень, більших за 0,4 % модуль пружності матеріалу збільшується, що може пояснюватись утрудненням деформування за двійниковим механізмом. Проте за деформацій до 0,1 % помітних змін пружності не спостерігалось. З цього можна зробити висновок, що зменшення уявного модуля Юнга, виміряного в процесі акустичних коливань, викликане зменшенням пружності Ti_3Sn з амплітудою деформацій в фазі розтягу.

Залежності пружності і здатності до демпфування Ti_3Sn від температури, визначені методом ДМА на різних частотах коливань (Рис.6.11), свідчать, що значення модуля E' виміряного в умовах збільшення і зменшення температури практично не відрізняються і дещо зменшуються з частотою лише на початку і в кінці дослідженого діапазону температур. Температура мінімуму E' залишалась сталою незалежно від напрямку зміни температури і від частоти. Натомість значення внутрішнього тертя Q^{-1} в процесі охолодження загалом були меншими за значення Q^{-1} , виміряні під час нагрівання, а в процесі повторного нагрівання Q^{-1} загалом були дещо меншими за одержані в процесі першого нагрівання і в усіх випадках фіксували два помітних піки, позначені на Рис.6.11 як A і B .

Під час послідовних нагрівання – охолодження – повторного нагрівання в умовах коливань з частотою 1 Гц температурне положення максимуму A внутрішнього тертя, розташованого в інтервалі температур фазового перетворення ($\sim 300-360$ К відповідно до Рис.6.6,б), майже не змінювалась. На відміну від піку B , висота якого практично не залежала від частоти, максимум A внутрішнього тертя істотно зменшувався з частотою (Рис.6.12,а).

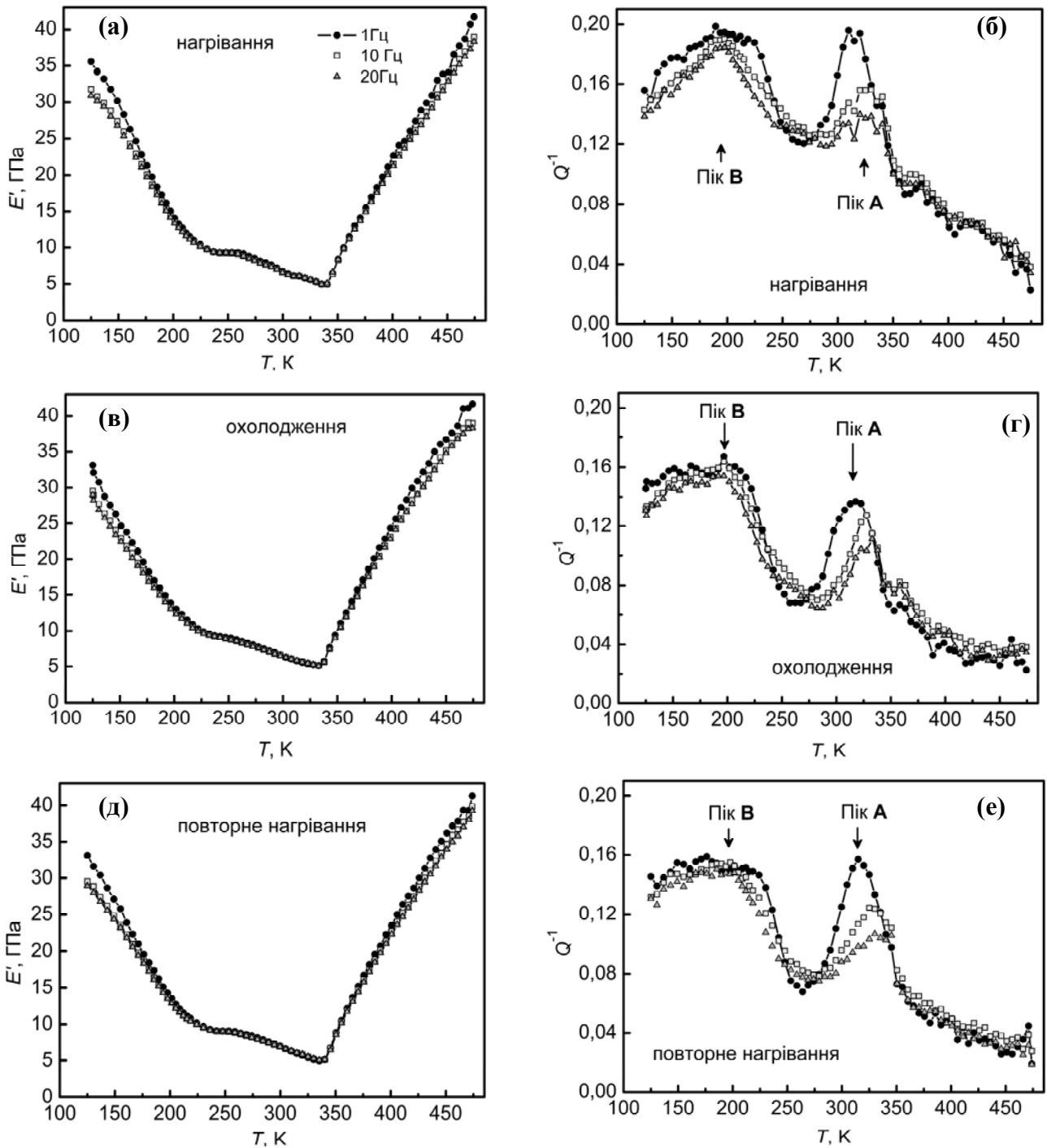


Рис.6.11 – Модуль Юнга E' (а, в, д) і внутрішнє тертя Q^{-1} (б, г, е) в залежності від температури, виміряні в процесі нагрівання (а, б, д, е) та охолодження (в, г) зі швидкістю 2 К/хв. зразка Ti_3Sn на частотах 1, 10 та 20 Гц

Появу двох піків внутрішнього тертя під час мартенситного перетворення відзначали раніше, наприклад, у сплавах Mn-Cu [505]: 1) піку гістерезисного типу за температури перетворення, який супроводжувався аномалією пружності, схожої на

зафіксовану в даних дослідженнях (див. Рис.6.11) і 2) піку релаксаційного типу нижче температури перетворення, обумовленого рухом меж двійників. Проте у випадку Ti_3Sn пік A зсувається з частотою в напрямку більш високих температур (Рис.6.12,б), що є ознакою релаксаційного максимуму. Натомість пік B на більшості зображених на Рис.6.11 кривих має форму плато. Це не дозволяє зробити однозначний висновок щодо типу піку B , однак відповідно до результатів, наведених на Рис.6.11, і результатів додаткових досліджень ознак зміщення піку не виявлено. З наведеного вище, враховуючи, що мінімум на залежності E' розташований за дещо вищої температури (~ 340 К), впливає що пік A може бути обумовлений рухом меж двійників. Діапазон частот вимірювання складав лише одну декаду, тому розрахувати значення енергії активації не вдається можливим через велику похибку.

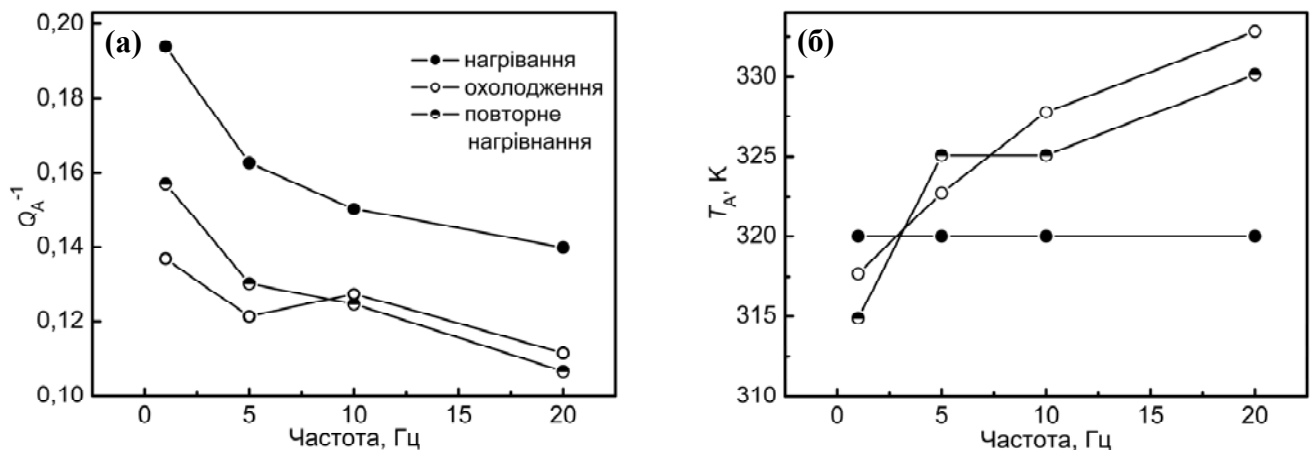


Рис.6.12 – Залежності висоти Q_A^{-1} (а) та температури T_A (б) піку A внутрішнього тертя від частоти

Загальні залежності внутрішнього тертя Q^{-1} і уявного модуля Юнга E^* від частоти, виміряні за кімнатної температури різними методами, (Рис.6.13) свідчать, що з частотою механічне демпфування зменшується, натомість «уявний» модуль Юнга загалом збільшується, хоча ця залежність не є монотонною.

Значення модуля E^* за частоти 5 МГц, позначене на Рис.6.13 як коло (○) є оціночним, розрахованим з виміряної швидкості поздовжньої хвилі у припущенні, що коефіцієнт Пуассона дорівнює $\nu = 0,35$ (відомо, що для більшості металів і інтерметалічних сполук $0,2 < \nu < 0,35$), а вертикальним відрізком позначений

діапазон можливих значень E^* , розрахованих для значень коефіцієнту Пуассона в діапазоні $0,2 < \nu < 0,45$. Наведена в роботі [497] величина уявного модуля Юнга Ti_3Sn , визначеного акустичним методом на частотах 5 – 20 МГц, складає 207 ГПа, однак значення уявного модуля Юнга E^* , розраховані за результатами наших вимірювань не можуть перевищувати 160 ГПа навіть за умови $\nu = 0$.

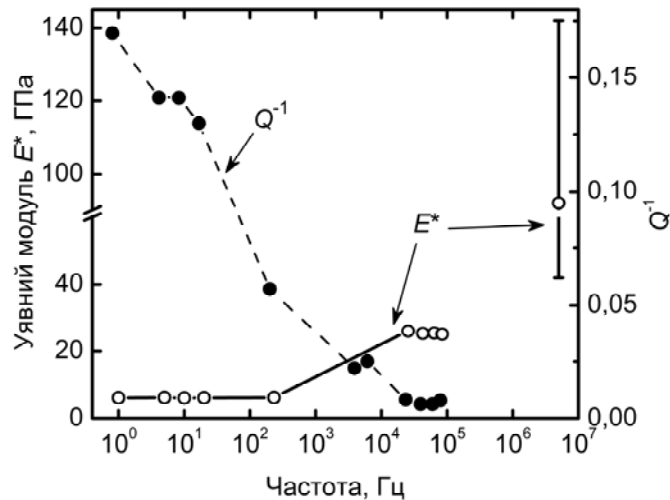


Рис.6.13 – Частотна залежність уявного модуля Юнга E^* (○) і механічного демпфування Q^{-1} (●) Ti_3Sn за кімнатної температури

Причини стрімкого зростання уявного модуля Юнга E^* з частотою до кінця не з'ясовані, проте оскільки амплітуди деформацій і напружень, що виникають під час РУС (які оцінюються як $10^{-6} - 10^{-8}$) є на порядки меншими, ніж під час коливань консольного зразка або ДМА, це можна пояснити встановленою амплітудною залежністю пружності Ti_3Sn під час поперечних коливань. Водночас, як методом ДМА та і методом коливань консольного зразка результати були одержані за близького рівня амплітуд деформації ($\sim 2 \cdot 10^{-4}$) і в цьому випадку для пояснення зменшення здатності до демпфування зі збільшенням частоти потрібно додатково залучати інші механізми.

Вважається, що загальне внутрішнє тертя, пов'язане з фазовим перетворенням складається з трьох частин [506]:

$$Q_{tot}^{-1} = Q_{Tr}^{-1} + Q_{PT}^{-1} + Q_{int}^{-1}, \quad (6.2)$$

де Q_{Tr}^{-1} неусталена компонента, яка з'являється тільки за умови зміни температури, Q_{PT}^{-1} – рівноважна компонента, що безпосередньо стосується фазового перетворення і відповідальна за пік впродовж ізотермічних вимірювань, а

$$Q_{int}^{-1}(T) = V_{mart}(T) \cdot Q_{mart}^{-1} + (1 - V_{mart}(T)) \cdot Q_{aust}^{-1}, \quad (6.3)$$

де Q_{mart}^{-1} і Q_{aust}^{-1} – внутрішнє тертя в мартенситній і високотемпературній фазах, відповідно, залежне від мікроструктури кожної з фаз, а $V_{mart}(T)$ – залежний від температури вміст мартенситної фази. Домінуючою є складова Q_{Tr}^{-1} , яка залежить від швидкості нагрівання/охолодження, частоти коливань і амплітуди напружень. Виходячи з гіпотези про пропорційність внутрішнього тертя швидкості зміни вмісту (відносного об'єму) матеріалу, що зазнає фазового перетворення $Q_{Tr}^{-1} \sim \partial V / \partial T$, автори [507] зробили висновок, що в процесі мартенситного перетворення значення Q_{Tr}^{-1} характеризує збільшення об'єму матеріалу, що зазнає перетворення за один період коливань:

$$Q_{Tr}^{-1} \sim \frac{\partial V}{\partial T} \frac{1}{\omega} = K \frac{\partial V}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial t} \frac{1}{\omega} \quad (6.4)$$

де K – константа.

Отже, збільшення частоти коливань спричиняє зменшення об'єму матеріалу, який зазнає перетворення за один цикл, що має наслідком зменшення внутрішнього тертя і збільшення модуля пружності.

Висновки до розділу 6

1. Досліджено закономірності змін характеристик пружності та розсіювання енергії зразків сталей 20 та 12Х1МФ, вирізаних з елементів парогонів після експлуатації в котлі на Київській ТЕЦ-5 тривалістю до 245,8 тис. годин за

температур до 560°C і тиску до 15,6 МПа. Встановлено, що зразки сталей після тривалої експлуатації, на відміну від матеріалів в вихідному стані, демонструють нелінійну пружну поведінку, яка, зокрема, проявляється у спотворенні форми резонансної кривої і лінійній залежності резонансної частоти від амплітуд коливань. Характер зміни резонансної частоти за амплітудою максимальних циклічних деформацій, що загалом корелює зі середньою швидкістю зростання декременту коливань з амплітудою максимальних циклічних напружень, вказує на наявність нестабільних дефектів, здатних еволюціонувати під дією акустичних коливань. Такими дефектами на думку автора в сталях є недосконалі межі зерен, на яких під дією експлуатаційних факторів виділились карбіди, у випадку 12Х1МФ це - складні карбіди на основі хрому та молібдену типу Me_7C_3 і хромистий карбід $Me_{23}C_6$.

2. На основі проведених досліджень накопичення дефектів в сталях розроблена «Методика визначення дефектності матеріалу магістральних газопроводів з використанням методу механічної резонансної спектроскопії», яка була впроваджена в експлуатацію в Управлінні магістральних газопроводів «Львівтрансгаз» Дочірньої компанії «Укртрансгаз» НАК «Нафтогаз України», що підтверджується відповідним актом (Додаток 7).

3. Досліджено закономірності впливу частоти та амплітуди акустичного збурення на поведінку інтерметаліду Ti_3Sn складу $Ti_{75,5}Sn_{24,5}$. Вперше серед однофазних литих матеріалів, зокрема інтерметалічних сполук, 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.

Основні результати, викладені в розділі, опубліковані в роботах автора [483, 495, 496, 497, 501].

ЗАГАЛЬНІ 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 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, 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 траєкторії 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 ϵ_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 (Додаток 6). 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 (Додаток 7).

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Косторнов А. Г. *Материаловедение дисперсных и пористых металлов и сплавов. Т.1.* / А. Г. Косторнов – К.: Наукова думка, 2003. – 571 с.
2. Ohji T. *Macro-porous ceramics: processing and properties* / T. Ohji, M. Fukushima // *International Materials Reviews.* – 2012. – Vol.57. – P.115 – 131.
3. Hammel E. C. *Processing and properties of advanced porous ceramics: An application based review* / E. C. Hammel, O. L.-R. Ighodaro, O. I. Okoli // *Ceramics International.* – 2014. – Vol.40. – P.15351 – 15370.
4. Qin J. *Research process on property and application of metal porous materials* / J. Qin, Q. Chen, C. Yang, Y. Huang // *Journal of Alloys and Compounds.* – 2016. – Vol.654. – P.39 – 44.
5. Torres-Sanchez C. *The effect of pore size and porosity on mechanical properties and biological response of porous titanium scaffolds* / C. Torres-Sanchez, F. Al Mushref, M. Norrito [et al.] // *Materials Science and Engineering C* – 2017. – Vol.77. – P.219 – 228.
6. Скороход В. В. *Концепция иерархии структурных уровней и принципы структурной инженерии неорганических материалов* / В. В. Скороход // *Порошковая металлургия.* – 2009. - №7/8. – С.33 – 48.
7. Zeberst U. *Damage development and damage tolerance of structures manufactured by selective laser melting – a review* / U. Zeberst, K. Hilgenberg // *Procedia Structural Integrity.* – 2017. – Vol.7. – P.141 – 148.
8. Скороход В. В. *Наука о спекании: история, достижения, текущие проблемы и новые тенденции* / В. В. Скороход // *Порошковая металлургия: ее сегодня и завтра. Тез. докл. междунаро. конф.* – К., 2012. – С.31 – 32.
9. German R M. *Sintering: from empirical observations to scientific principles* / R. M. German – Amsterdam: Elsevier, 2014. – 536 p.
10. Olevsky E. A. *Theory of sintering: from discrete to continuum* / E. A. Olevsky // *Materials Science and Engineering R.* – 1998. – Vol.23. – P.41 – 100.
11. Olevsky E. A. *Flash (ultra-rapid) spark-plasma sintering of silicon carbide* / E. Olevsky, S. Rolfing, A. L. Maximenko // *Scientific Reports.* – 2016. – Vol.6. – 33408.

12. Schilling C. H. Needs and opportunities for NDE in ceramic processing / C. H. Schilling, J. N. Gray // *Ceramics Transactions*. – 1998. – V. 89. – P.1 – 19.
13. Скороход В. В. Дефекты упаковки в переходных металлах / В. В. Скороход, Ю. М. Солонин. – К.: Наукова думка, 1976. – 215 с.
14. Трефилов В. И. Физические основы прочности тугоплавких металлов / В. И. Трефилов, Ю. В. Мильман, С. А. Фирстов – К.: Наукова думка, 1975. – 315 с.
15. Неорганическое материаловедение: В 2-х т. // Т.1: Основы науки о материалах / НАН Украины, Ин-т проблем материаловедения им. И.Н. Францевича / Под ред. Г. Г. Гнесина, В. В. Скорохода. – К.: Наукова думка, 2008. – 1146 с.
16. Callister W. D. *Materials science and engineering: An introduction* / W. D. Callister, Jr., D. J. Rethwisch – New York: Wiley, 2014. – 960 p.
17. Гегузин Я. Е. Макроскопические дефекты в металлах / Я. Е. Гегузин. – М.: Металлургиздат, 1962. – 252 с.
18. Adams R. D. A review of defect types and nondestructive testing techniques for composites and bonded joints / R. D. Adams, P. Cawley // *NDT International*. – 1988. – Vol.21 – N.4. - P.208 – 222.
19. German R. M. *Particulate composites: fundamentals and application* / R. M. German – Springer, 2016. – 436 p.
20. Montes J. M. Thermal conductivity of powder aggregates and porous compacts / J. M. Montes, F. G. Cuevas, J. Cintas, S. Munoz // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2012. – Vol.43. – P. 4532 – 4538.
21. Han M. Effect of core-shell microspheres as pore-forming agent on the properties of porous alumina ceramics / M. Han, X. Yin, L. Cheng [et al.] // *Materials and Design*. – 2017. – Vol.113. – P.384 – 390.
22. Роман О. В. Ультразвуковой и резистометрический контроль в порошковой металлургии / О. В. Роман, В. В. Скороход, Г. Р. Фридман – Минск: Вышэйшая школа, 1989. – 182 с.
23. Скороход В. В. Теория физических свойств пористых и композиционных материалов и принципы управления их микроструктурой в технологических процессах / В. В. Скороход // *Порошковая металлургия*. – 1995. – №1/2. – С.53 – 58.

24. Солонин С. М. Перколяционный подход к зависимости проводимости от пористости / С. М. Солонин, Л. И. Чернышов // Порошковая металлургия. – 2006. – №5/6. – С.16 – 21.
25. Montes J. M. Porosity effect on the electrical conductivity of sintered powder compacts / J. M. Montes, F. G. Cuevas, J. Cintas // Applied Physics A: Materials Science and Processing. – 2008. – Vol.92. – P. 375 – 380.
26. Карпенко Г. В. Про фізико-хімічну механіку матеріалів / Г. В Карпенко. – К.: Наукова думка, 1973. – 175 с.
27. Bioceramics and their clinical applications / Ed. T. Kokubo. – Cambridge: Woodhead Publishing, 2008. – 760 p.
28. Maex K. Low dielectric constant materials for microelectronics / K. Maex, M. R. Baklanov, D. Shamiryan [et al.] // Journal of Applied Physics. – 2003. – Vol.93. – P.8793 – 8841.
29. Yang A. K. Microstructure and electrical properties of porous PZT ceramics fabricated by different methods / A. K. Yang, C.-A. Wang, R. Guo, Y. Huang // Journal of the American Ceramic Society. – 2010. – Vol.93. – P.1984 – 1990.
30. Физическое металловедение. В 3-х т. / Под ред. Р.У. Кана, П.Хаазена, Т.З.: Физико-механические свойства металлов и сплавов. М: Металлургия, 1987. – 663 с.
31. Ankem S. Mechanical properties of alloys consisting of two ductile phases / S. Ankem, H. Margolin, C. A. Greene [et al.] // Progress in Materials Science. – 2006. – Vol.51. – P.632 – 709.
32. Moya J. S. The challenge of ceramic/metal microcomposites and nanocomposites / J. S. Moya, S. Lopez-Esteban, C. Pecharrromán // Progress in Materials Science. – 2007. – Vol.52. – P.1017 – 1090.
33. Скороход В. В. Физико-металлургические процессы спекания порошков / В. В. Скороход, С. М. Солонин – М.: Металлургия, 1984. – 158 с.
34. Скороход В. В. Фізико-хімічна кінетика в наноструктурних системах / В. В. Скороход, І. В. Уварова, А. В. Рагуля – К.: Академперіодика, 2001. – 180 с.
35. Скороход В. В. Реологические основы теории спекания / В. В. Скороход – К.: Наукова думка, 1972. – 152 с.

36. Максименко А. Л. Наукові засади прогнозування консолідації порошкових матеріалів на основі аналізу багаторівневої взаємодії елементів їх структури: Дис. ... д-ра техн. наук: 05.16.06. – Київ, 2016. – 314 с.
37. Campbell C. S. Granular material flows – an overview / C. S. Campbell // Powder Technology. – 2006. – Vol.162. – P.208 – 229.
38. Штерн М. Б. Механічні та комп'ютерні моделі консолідації гранульованих середовищ на основі порошків металів і кераміки при деформуванні та спіканні / М. Штерн, В. Рудь / За ред. В. В. Скорохода. - Київ - Луцьк: ЛНТУ, 2010. – 232 с.
39. Valverde J. M. The effect of particle size on interparticle adhesive forces for small loads / J. M. Valverde, A. Castellanos, P. K. Watson // Powder Technology. – 2001. – Vol.118. – P.236 – 241.
40. Shull K. R. Contact mechanics and the adhesion of soft solids / K. R. Shull // Materials Science and Engineering R. – 2002. – Vol.36. – P.1 – 45.
41. Donev A. Improving the density of jammed disordered packings using ellipsoids / A. Donev, I. Cisse , D. Sachs [et al.] // Science. – 2004. – Vol.303. – P.990 – 993.
42. Torquato S. Random heterogeneous materials: microstructure and macroscopic properties / S. Torquato. – New York: Springer, 2002. – 695 p.
43. Martin C. L. Influence of adhesion and friction on the geometry of packings of spherical particles / C. Martin, R. Bordia // Physical Review E. – 2008. – V.77. – 031307.
44. Мартынова И. Ф. Пластическая деформация при прессовании порошков пластичных металлов / И. Ф. Мартынова, В. В. Скороход, С. М. Солонин // Порошковая металлургия. – 1974. – №3. – С.40 – 46.
45. Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических материалов / Под ред. В. И. Трефилова – К.: Наукова думка, 1987. – 248 с.
46. Структура и прочность порошковых материалов / Под ред. С. А. Фирстова, М. Шлесара. – К.: Наукова думка, 1993. – 174 с.
47. Подрезов Ю. М. Структурні аспекти деформації та руйнування порошкових ОЦК-металів: Автореф. дис... д-ра фіз.-мат. наук: 01.04.07. – К., 1994. – 34 с.
48. Шлесар М, Бестерци М., Дудрова Э. Рост межчастичных связей при спекании порошковой меди // Порошковая металлургия. – 1982. – №7. – С.100 – 105.

- 49 Мартынова И. Ф. Физико-механические свойства объемнодеформированного спеченного пористого никеля. II. Скорость распространения ультразвуковых колебаний / И. Ф. Мартынова, В. В. Скороход, С. М. Солонин, Г. Р. Фридман // Порошковая металлургия. – 1975. – №9. – С.172 – 76.
50. Скороход В. В. Корреляция прочностных и акустических свойств объемнодеформированного пористого железа / В. В. Скороход, М. Я. Куцер, Г. Р. Фридман // Порошковая металлургия. – 1976. – №1. – С.83 – 87.
51. Штерн М. Б. Феноменологические теории прессования порошков / М. Штерн, Г. Сердюк, Л. А. Максименко [та ін.] – К.: Наукова думка, 1982. – 140 с.
52. Штерн М. Б. Дефектообразование и разрушение при технологическом деформировании и индентировании пористых тел / М. Б. Штерн // Порошковая металлургия: ее сегодня и завтра. Тез. докл. международ. конф. – К., 2012. – С.41.
53. Скороход В. В. Некоторые физические свойства высокопористых сред / В. В. Скороход // Порошковая металлургия. – 1967. – №6. – С.33 – 38.
54. Гегузин Я. Е. Физика спекания / Я. Е. Гегузин. – М.: Наука, 1984. – 310 с.
55. Бальшин М. Ю. Научные основы порошковой металлургии и металлургии волокна / М. Ю. Бальшин. – М.: Металлургия, 1972. – 336 с.
56. Скороход В. В. О соотношении интегрального и локального уплотнения при спекании пористых тел / В. В. Скороход, Ю. М. Солонин // Порошковая металлургия. – 1983. – №12. – С.25 – 30.
57. Патон Б. Е. Неразрушающий контроль и надежность технических объектов / Б. Е. Патон // Вісник АН УРСР. – 1987. – №1. – С.71 – 76.
58. ДСТУ 2865-94. Контроль неруйнівний. Терміни та визначення. – К.: Держстандарт України, 1995. – 51с.
59. Механіка руйнування і міцність матеріалів: Довідн. посібник / Під загальн. ред. В. В. Панасюка. – Т.5: Неруйнівний контроль і технічна діагностика / Під ред. З. Т. Назарчука. – Львів: ФМІ ім. Г. В. Карпенка НАН України, 2001. – 1134 с.
60. Cawley P. Non-destructive testing – current capabilities and future directions / Cawley P. // Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part L: Journal of Materials. – 2001. – Vol.215. – P.213 – 223.

61. Bond L. J. Needs and opportunities: nondestructive evaluation for energy systems // *Smart materials and nondestructive evaluation for energy systems* / Ed. N. Meyendorf, Proceedings of SPIE. – 2015. – Vol. 9439 – 943902.
62. O'Brien R. C. A review of nondestructive testing methods and their applicability to powder metallurgy processing / R.C. O'Brien, W.B. James // *Nondestructive evaluation and quality control*. – Vol.17. – ASM Handbook, ASM International. – 1989. – P.536-548.
63. Ibrahim M. E. Nondestructive evaluation of thick-section composites and sandwich structures: A review / M. E. Ibrahim // *Composites: Part A*. – 2014. – Vol.64. – P.36 – 48.
64. Gholizadeh S. A review of non-destructive testing methods of composite materials / S. Gholizadeh // *Procedia Structural Integrity*. – 2016. – Vol.1. – P.050 – 057.
65. *Nondestructive evaluation: theory, techniques, and applications* / Ed. P. J. Shull. – N.Y.: Marcel Dekker, 2002. – 841 p.
66. Grammatikos S. A. Current injection phase thermography for low-velocity impact damage identification in composite laminates / S. A. Grammatikos, E. Z. Kordatos, T. E. Matikas [et al.] // *Materials and Design*. – 2014. – Vol.55. – P. 429 – 441.
67. Khomenko A. Quantitative comparison of optical transmission scanning with conventional techniques for NDE of impact damage in GFRP composites / A. Khomenko, O. Karpenko, E. G. Koricho [et al.] // *Composites: Part B* – 2017. – Vol.123. – P.92 – 104.
68. Toozandehjani M. On the correlation between microstructural evolution and ultrasonic properties: a review / M. Toozandehjani, K. A. Matori, F. Ostovan [et al.] // *Journal of Materials Science*. – 2015. – Vol.50. – P.2643 – 2665.
69. Скальський В. Р. Оцінка пошкодженості ферито-перлітної сталі за величиною зміни швидкості повздожньої акустичної хвилі / В. Р. Скальський, О. М. Мокрий // *Технічна діагностика та неруйнівний контроль*. – 2018. – №1. – С.3 – 7.
70. Безымянный Ю. Г. Некоторые результаты акустических исследований материалов, изготовляемых методами порошковой металлургии / Ю. Безымянный, А. В. Вдовиченко, В. А. Кузьменко. – К.: ИПМ НАН Украины, 1994. – 63с.
71. Безимянный Ю. Г. Акустичне відображення параметрів мезоструктури порошкових та композиційних матеріалів з дефектами і розробка методів

прогнозування їх властивостей пружності: Автореф. дис... д-ра техн. наук: 05.02.01. – К., 2007. – 47 с.

72. Turó A. Ultrasonic inspection system for powder metallurgy parts / A. Turó, J. Chávez, M. Garcia-Hernández [et al.] // *Measurement* – 2013. – V.46. – P.1101 – 1108.

73. *Experimental methods in the physical sciences. Vol.39: Modern acoustical techniques for the measurement of mechanical properties* / Eds. M. Levy, H. Bass, R. Stern – San Diego: Academic Press, 2001. – 434 p.

74. Drymiotis F. R. Resonant ultrasound spectroscopy: overview and applications / F. Drymiotis // *International Journal of Modern Physics B* – 2010 – V.24 – P.1047 – 1065.

75. Farrar C. R. Vibration-based structural damage identification / C. R. Farrar, S. W. Doebling, D. A. Nix // *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A*. – 2001. – V.359. – P.131 – 149.

76. Montalvão D. A review of vibration-based structural health monitoring with special emphasis on composite materials / D. Montalvão, N. Maia, A. Ribeiro // *The Shock and Vibration Digest*. – 2006. – V.38. – P.295 – 324.

77. Fan W. Vibration-based damage identification methods: a review and comparative study / W. Fan, P. Quiao // *Structural Health Monitoring*. – 2011. – Vol.10. – P.83 – 111.

78. Bernard S. Bayesian normal modes identification and estimation of elastic coefficients in resonant ultrasound spectroscopy / S. Bernard, G. Marrelec, P. Laugier, Q. Grimal // *Inverse Problems*. – 2015. – Vol.31. – 065010.

79. Goodlet B. R. Forward models for extending the mechanical damage evaluation capability of resonant ultrasound spectroscopy / B. R. Goodlet, C. J. Torbet, E. J. Biedermann [et al.] // *Ultrasonics*. – 2017. – Vol.77. – P.183 – 196.

80. Sedlák P. Determination of all 21 independent elastic coefficients of generally anisotropic solids by resonant ultrasound spectroscopy: Benchmark examples / P. Sedlák, H. Seiner, J. Zídek [et al.] // *Experimental Mechanics*. – 2014. – Vol.54. – P.1073 – 1085.

81. Li D. The resonant ultrasound spectroscopy method for determining the Poisson's ratio of spheres over the full range / D. Li, L. Dong, R. S. Lakes // *Materials Letters*. – 2015. – Vol.143. – P.31 – 34.

82. Bernard S. Elasticity–density and viscoelasticity–density relationships at the tibia mid-diaphysis assessed from resonant ultrasound spectroscopy measurements / S. Bernard, J. Schneider, P. Varga [et al.] // *Biomech. Model. Mechanobiol.* - 2016 - V.15 - P.97 - 109.

83. Rettberg L. H. Detecting recrystallization in a single crystal Ni-base alloy using resonant ultrasound spectroscopy / L. H. Rettberg, B. R. Goodlet, T. M. Pollock [et al.] // *NDT & E International.* – 2016. – Vol.83. – P.68 – 77.

84. Martin L. P. Correlation between surface area reduction and ultrasonic velocity in zinc oxide powders / L. P. Martin, M. Rosen // *Journal of the American Ceramic Society.* – 1997. – Vol.80. – N4. – P.839 – 846.

85. Martin L. P. Effect of particle size distribution upon specific surface area and ultrasonic velocity in sintered ceramic powders / L. P. Martin, D. Nagle, M. Rosen // *Materials Science and Engineering A.* – 1998. – Vol.246. – P.151 – 160.

86. Roberts R. A. A dry-contact coupling technique for ultrasonic nondestructive evaluation of green-state ceramics // *Materials Evaluation.* – 1988. – V.46. – P.758 – 766.

87. Безымянный Ю. Г. Исследование анизотропии свойств порошкового железа / Ю. Г. Безымянный, В. В. Скороход, О. В. Талько, Г. Р. Фридман // *Порошковая металлургия.* – 2006. – №3/4. – С.88 – 97.

88. Косторнов А. Г. Исследование межчастичных контактов в пористых волоконных материалах из меди на ранних этапах спекания / А. Г. Косторнов, В. Н. Клименко, Ю. Г. Безымянный, В. Г. Боровик // *Порошковая металлургия.* – 1999. – №9/10. – С.13 – 17.

89. Barguet L. Ultrasonic evaluation of the morphological characteristics of metallic powders in the context of mechanical alloying / L. Barguet, C. Pezerat, M. Bentahar [et al.] // *Ultrasonics.* – 2015. – Vol.60. – P.11 – 15.

90. Botello F. R. Effect of the microstructure on the propagation velocity of ultrasound in magnetic powders / F. R. Botello, M. A. S. Quintanilla, A. Castellanos [et al.] // *Ultrasonics.* – 2018. – Vol.82. – P.153 – 160.

91. Stephens J. D. Ultrasonic real-time in-die monitoring of the tablet compaction process - A proof of concept study / J. D. Stephens, B. R. Kowalczyk, B. C. Hancock [et al.] // *International Journal of Pharmaceutics.* – 2013. – Vol.442. – P.20 – 26.

92. Smith R. J. Spatially resolved acoustic spectroscopy for selective laser melting / R. J. Smith, M. Hirsch, R. Patel [et al.] // Journal of Materials Processing Technology. – 2016. – Vol.236. – P.93 – 102.
93. Ang A.S.M. A review of testing methods for thermal spray coatings / A.S.M Ang, C. C. Berndt // International Materials Reviews. – 2014. – Vol.59. – P.179 – 223.
94. Podymova N. B. Combined effects of reinforcement fraction and porosity on ultrasonic velocity in SiC particulate aluminum alloy matrix composites / N. B. Podymova, A.A. Karabutov // Composites: Part B – 2017. – Vol.113. – P.138 – 143.
95. Paolino D. S. Damaged composite laminates: Assessment of residual Young's modulus through the Impulse Excitation Technique / D. S. Paolino, H. Geng, A. Scattina [et al.] // Composites: Part B. – 2017. – Vol.128. – P.76 – 82.
96. Schmidt R. D. Sakamoto J. *In-situ*, non-destructive acoustic characterization of solid state electrolyte cells // Journal of Power Sources. – 2016. - Vol.324. – P.126 – 133.
97. Исакович М. А. Л. И. Мандельштам и распространение звука в микро-неоднородных средах // Успехи физич. наук - 1979 - т.129. – вып.3. - С.531 - 540.
98. Rice R.W. Porosity of ceramics / RW Rice – N.Y.: Marcel Dekker, 1998. – 539 p.
99. Pal R. Porosity-dependence of effective mechanical properties of pore-solid composite materials / R. Pal // J. Composite Materials. – 2005. – Vol.39. – P.1147 – 1158.
100. Choren J. A. Young's modulus and volume porosity relationships for additive manufacturing applications / J. A. Choren, S. M. Heinrich, M. B. Silver-Thorn // Journal of Materials Science. – 2013. – Vol.48. – P.5303 – 5112.
101. Pabst W. Critical assessment 18: elastic and thermal properties of porous materials – rigorous bounds and cross-property relations / W. Pabst, E. Gregorová // Materials Science and Technology. – 2016. – Vol.31. – P.1801 – 1808.
102. Bert C. W. Prediction of elastic moduli of solids with oriented porosity / C. W. Bert // Journal of Materials Science. – 1985. – Vol. 20. – P.2220 – 2224.
103. Roberts A. P. Elastic properties of model porous ceramics / A. Roberts, E. Garboczi // Journal of the American Ceramic Society – 2000. – V.83. – P. 3041 – 3048.
104. Hardin R. A. Effect of porosity on the stiffness of cast steel / R. A. Hardin, C. Beckermann // Metallurgical Materials Transactions A. - 2007. - V.38. - P. 2992 - 3006.

105. Pabst W. New relation for the porosity dependence of the effective tensile modulus of brittle materials / W. Pabst, E. Gregorová // *Journal of Materials Science*. – 2004. – Vol.39. – P.3501 – 3503.

106. Ковальченко М. С. Механические свойства изотропных пористых материалов. 1. Упругие и реологические свойства / М. С. Ковальченко // *Порошковая металлургия*. – 1993. – №3. – С.89 – 96.

107. Mukhopadhyay A. K. An analysis of microstructural parameters in the minimum contact area model for ultrasonic velocity - porosity relations / A. K. Mukhopadhyay, K. K. Phani // *Journal of the European Ceramic Society*. – 2000. – Vol.20. – P. 29 – 38.

108. Phani K. K. Prediction of elastic behavior of sintered metal powder from the ultrasonic velocities of green compacts / K. K. Phani, D. Sanyal // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2008. – Vol.39. – P.790 – 798.

109. Torres Y. Conventional powder metallurgy process and characterization of porous titanium for biomedical applications / Y Torres, J.J Pavón, I. Nieto, J A. Rodríguez // *Metallurgical and Materials Transactions B*. – 2011. – Vol.42. – P. 891 – 900.

110. Torres Y. Development of porous titanium for biomedical applications: A comparison between loose sintering and space-holder techniques / Y. Torres, S. Lascano, J. Bris [et al.] // *Materials Science and Engineering C*. – 2014. – Vol.37. – P. 148 – 155.

111. Li B. Q. Effect of pore structure on the compressive property of porous Ti produced by powder metallurgy technique / B. Q. Li, C. Y. Wang, X. Lu // *Materials and Design*. – 2013. – Vol.50. – P. 613–619.

112. Pabst W. Preparation and characterization of porous alumina–zirconia composite ceramics / W. Pabst, E. Gregorová, I. Sedlářová, M. Černý // *Journal of the European Ceramic Society*. – 2011. – Vol.31. – P. 2721 – 2731.

113. Fan X. Part II: Fracture strength and elastic modulus as a function of porosity for hydroxyapatite and other brittle materials / X. Fan, E. D. Case, F. Ren [et al.] // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. – 2012. – Vol.8. – P. 99 – 110.

114. Fan X. Room temperature elastic properties of gadolinia-doped ceria as a function of porosity / X. Fan, E. D. Case, Q. Yang, J. D. Nicholas // *Ceramics International*. – 2013. – Vol.39. – P.6877 – 6886.

- 115 Peiponen K-E. Estimation of Young's modulus of pharmaceutical tablet obtained by terahertz time-delay measurement / K.-E. Peiponen, P. Bawuah, M. Chakraborty [et al.] // *International Journal of Pharmaceutics*. – 2015. – V.489. – P.100–105.
116. Cooper R. C. Young's modulus and Poisson's ratio changes due to machining in porous microcracked cordierite / R. C. Cooper, G. Bruno, Y. Onel [et al.] // *Journal of Materials Science*. – 2016. – Vol.51. – P.9749 – 9760.
117. Imwinkelried T. Mechanical properties of open-pore titanium foam // *Journal of Biomedical Materials Research Part A*. – 2007. – Vol.81. – P.964 – 970.
118. Krishna B. V. Low stiffness porous Ti structures for load-bearing implants / B. Krishna, S. Bose, A. Bandyopadhyay // *Acta Biomaterialia*. - 2007 - V3. - P.997 - 1006.
119. Schuh A. Porous titanium implant materials and their potential in orthopedic surgery / A. Schuh, J. Luyten, R. Vidael [et al.] // *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*. – 2007. – Vol. 38. – P.1015 – 1018.
- 120 Werner J. Influence of porosity on Young's modulus of carbon-bonded alumina from room temperature up to 1450°C / J. Werner, C. G. Aneziris, S. Schafföner // *Ceramics International*. – 2014. – Vol.40. – P.14439 – 14445.
- 121 Asmani M. Influence of porosity on Young's modulus and Poisson's ratio in alumina ceramics / M. Asmani, C. Kermal, L. Leriche, M. Ourak // *Journal of the European Ceramic Society*. – 2001 – Vol.21 – P. 1081 – 1086.
- 122 Martin L. P. Evaluation of ultrasonically determined elasticity – porosity relations in zinc oxide / L. P. Martin, D. Dadon, M. Rosen // *Journal of the American Ceramic Society*. – 1996 – Vol.79 – P. 1281 – 1289.
- 123 Kováčik J. Correlation between Poisson's ratio and porosity in porous materials / J. Kováčik // *Journal of Materials Science*. – 2006. – Vol.41. – P.1247 – 1249.
- 124 Ren F. Resonant ultrasound spectroscopy measurement of Young's modulus, shear modulus and Poisson's ratio as a function of porosity for alumina and hydroxyapatite / F. Ren, E. D. Case, A. Morrison [et al.] // *Philosophical Magazine*. – 2009. – Vol.89. – P.1163 – 1182.
- 125 Haynes R. Effect of porosity and sintering conditions on elastic constants of sintered irons / R. Haynes, J.T Egediege // *Powder Metallurgy* – 1989 – Vol.32 – P.47 – 52.

126 Phani K. K. Correlation between ultrasonic shear wave velocity and Poisson's ratio for isotropic porous materials // *Journal of Materials Science*. – 2008. – Vol.43. – P.316 – 323.

127 Hashin Z. A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials / Z. Hashin, S. Shtrikman // *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. – 1963. – Vol.11. – P.127 – 140.

128 Mackenzie J. K. Elastic constants of a solid containing spherical holes / J. Mackenzie // *Proc. of the Royal Society of London Ser. B*. – 1950. – Vol.63. – P.2 – 11.

129 Eshelby J. D. The determination of the elastic field on an ellipsoidal inclusion and related problems / J. D. Eshelby // *Proceedings of the Royal Society of London Ser. A*. – 1957. – Vol.241. – P.376 – 392.

130 Hill R. A self-consistent mechanics of composite materials / R. Hill // *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. – 1965. – Vol.11. – P.357 – 372.

131 Wu T. T. The effect of inclusion shape on the elastic moduli of a two-phase material / T. Wu // *International Journal of Solids and Structures* – 1966. – Vol.2 – P.1 – 8.

132 Kachanov M. Solids with cracks and non-spherical pores: proper parameters of defect density and effective elastic properties / M. Kachanov // *International Journal of Fracture*. – 1999. – Vol.97. – P.1 – 32.

133 Timothy J. J. A cascade continuum micromechanics model for the effective elastic properties of porous materials / J. J. Timothy, G. Meschke // *International Journal of Solids and Structures*. – 2016. – Vol.83. – P.1 – 12.

134 Roberts A. P. Computation of the linear elastic properties of random porous materials with a wide variety of microstructure / A. P. Roberts, E. J. Garboczi // *Proceedings of the Royal Society of London Ser. A*. – 2002. – Vol.458. – P.1033 – 1054.

135 Roberts A. P. Elastic moduli of sintered powders with application to components fabricated using selective laser melting / A. P. Roberts, G. Grayson, V. J. Challis [et al.] // *Acta Materialia*. – 2011. – Vol.59. – P.5257 – 5265.

136 Chen Z. Microstructural characteristics and elastic modulus of porous solids / Z. Chen, X. Wang, F. Giuliani, A. Atkinson // *Acta Mater.* - 2015 - V89 – P.268 – 277.

137 Jauffrès D. Simulation of the toughness of partially sintered ceramics with realistic microstructures / D. Jauffrès, C. L. Martin, A. Lichtner, R. K. Bordia // *Acta Materialia*. – 2012. – Vol.60. – P.4685 – 4694.

138 Bristov J. R. Microcracks, and the static and dynamic elastic constants of annealed and heavily cold-worked metals / J. R. Bristov // *British Journal of Applied Physics*. – 1960. – Vol.11. – P.81 – 85.

139 Bruno G. Microstructure – property connections for porous ceramics: the possibilities offered by micromechanics / G. Bruno, M. Kachanov // *Journal of the American Ceramic Society*. – 2016 – Vol.99 – P. 3829 – 3852.

140 Kachanov M. On quantitative characterization of microstructures and effective properties / M. Kachanov, I. Sevostianov // *International Journal of Solids and Structures*. – 2005. – Vol.42. – P.309 – 336.

141 Скороход В. В. Приближенные методы численной оценки модулей упругости композиционных и микронеоднородных материалов / В. В. Скороход // *Порошковая металлургия*. – 2011. – №1/2. – С.69 – 80.

142 Sevostianov I. Connections between elastic and conductive properties of heterogeneous materials / I. Sevostianov, M. Kachanov // *Advances in Applied Mechanics*. – 2008. – Vol.42. – P.69 – 253.

143 Sevostianov I. Effect of branched cracks on the elastic compliance of a material / I. Sevostianov, M. Picazo, J. R. Garcia // *International Journal of Engineering Science*. – 2011. – Vol.49. – P.1062 – 1077.

144 Sevostianov I. Recovery of information on the microstructure of porous/microcracked materials from the effective elastic/conductive properties / I. Sevostianov, L. Gorbatikh, M. Kachanov // *Materials Science and Engineering A*. – 2001. – Vol.318. –P. 1 – 14.

145 Pabst W. Young's modulus of isotropic porous materials with spheroidal pores / W. Pabst, E. Gregorová // *J. European Ceramic Society*. – 2014. – V.34 – P.3195 – 3207.

146 Montes J. M. Electrical resistivity of a titanium powder mass / J. M. Montes, F. G. Cuevas, J. Cintas // *Granular Matter*. – 2011. – Vol.13. – P.439 – 446.

147 Ludwig R. Electric voltage predictions and correlation with density measurements in green-state powder metallurgy compacts / R. Ludwig, G. Leuenberger, S. Makarov, D. Apelian // *Journal of Nondestructive Evaluation*. – 2002 – Vol.2. – P.1 – 8.

148 Вдовиченко А. В. Исследования упругости, неупругости и усталости композиционных материалов с металлической матрицей для работы в условиях переменных нагрузок: Дис. ...канд. техн. наук: 05.02.01 «материаловедение в машиностроении» / А. В. Вдовиченко. – К., 1994. – 210 с.

149 Назаренко В. А. Закономерности изменения межчастичных контактов в процессе технологической переработки порошка титана: Дис. ...канд. техн. наук: 05.16.06 «порошковая металлургия и композиционные материалы» / В. А. Назаренко. – К., 2010. – 142 с.

150 Євич Я. І. Закономірності формування та еволюції контакту в дисперсних системах на різних етапах консолідації: Дис. ...канд. фіз.-мат. наук: 01.04.07 «фізика твердого тіла» / Я. І. Євич. – К., 2015. – 169 с.

151 Butcher E. A. On the separation of internal and boundary damage from combined measurements of electrical conductivity and vibration frequencies / E. A. Butcher, I. Sevostianov, T. Burton // *International Journal of Engineering Science*. – 2008. – Vol.46 – P.968 – 975.

152 Витязь П. А. Анизотропия свойств пористых порошковых материалов при одноосном сжатии / П. А. Витязь, В. К. Шелег, В. М. Капцевич [и др.] // *Порошковая металлургия*. – 1986. – №8. – С.81 – 85.

153 Galen S. Strength anisotropy in cold compacted ductile and brittle powders / S. Galen, A. Zavaliangos // *Acta Materialia*. – 2005. – Vol.53. – P.4801 – 4815.

154 Dutton R. E. The effect of density anisotropy on the yielding and flow behavior of partially consolidated powder compacts / R. E. Dutton, S. L. Semiatin // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 1998. – Vol.29. – P.1471 – 1475.

155 Lichtner A. Effect of macropore anisotropy on the mechanical response of hierarchically porous ceramics / A. Lichtner, D. Roussel, D. Jauffres [et al.] // *Journal of the American Ceramic Society*. – 2016. – Vol.99. – P.979 – 987.

156 Bordia R. C. Anisotropic constitutive laws for sintering bodies / R. K. Bordia, R. Zuo, O. Guillon [et al.] // *Acta Materialia*. – 2006. – Vol.54. – P.111 – 118.

157 Вдовиченко О. В. Сопротивление усталости прокатанных пористых материалов на основе медного волокна при высокочастотном циклическом нагружении / А. В. Вдовиченко, В. А. Кузьменко, Ю. Ф. Луговской, В. А. Назаренко // *Порошковая металлургия*. – 1991. – №10. – С.69 – 72.

158 Majmudar T. S. Contact force measurements and stress-induced anisotropy in granular materials / T. Majmudar, R. Behringer // *Nature* – 2005 – V.435 – P.1079 – 1082.

159 Kumar N. Evolution of the effective moduli for anisotropic granular materials during pure shear / N. Kumar, O. I. Imole, V. Magnanimo, S. Luding // *AIP Conference Proceedings*. – 2013. – Vol.1542. – P.1238 – 1241.

160 Ландау Л. Д. Теоретическая физика. Т. VII. Теория упругости / Л. Д. Ландау, Е. М. Лифшиц. – М.: Наука, 1987. – 248 с.

161 Зарембо Л. К. Нелинейные явления при распространении упругих волн в твердых телах / Л. К. Зарембо, В. А. Красильников // *Успехи физических наук*. – 1970. – Т.102. – Вып.4. – С.549 – 586.

162 Гузь А. Н. Введение в акустоупругость. / А. Н. Гузь, Ф. Г. Махорт, О. И. Гуца – К.: Наук. думка, 1977. – 152с.

163 Suzuki T. Anharmonicity due to glide motion of dislocations / T. Suzuki, A. Hikata, C. Elbaum // *Journal of Applied Physics*. – 1964. – Vol.35. – P.2761 – 2766.

164 Hikata A. Dislocation contribution to the second harmonic generation of ultrasonic waves / A. Hikata, B. B. Chick, C. Elbaum // *Journal of Applied Physics*. – 1965. – Vol.36. – P.229 – 236.

165 Cantrell J. H. Nonlinear dislocation dynamics at ultrasonic frequencies / J. H. Cantrell // *Journal of Applied Physics*. – 2009. – Vol.105. – 043520.

166 Guyer R. A., TenCate J., Johnson P. Hysteresis and the dynamic elasticity of consolidated granular materials // *Physical Review Letters* – 1999 – V.82 – P.3280 – 3283.

167 TenCate J. A. Nonlinear and nonequilibrium dynamics in geomaterials / J. A. TenCate, D. Pasqualini, S. Habib [et al.] // *Physical Review Letters*. – 2004. – Vol.93. – 065501.

168 Zheng Y. Nonlinear acoustic applications for material characterization: A review / Y. Zheng, R. G. Maev, I. Yu. Solodov // *Canadian Journal of Physics*. – 1999. – Vol.77. – P.927 – 967.

169 Ostrovsky L. A. Dynamic nonlinear elasticity in geomaterials / L. A. Ostrovsky, P. A. Johnson // *Rivista del Nuovo Cimento*. – 2001. – Vol.24. – P.1 – 46.

170 Руденко О. В. Гигантские нелинейности структурно-неоднородных сред и основы методов нелинейной акустической диагностики / О. В. Руденко // *Успехи физических наук*. – 2006. – т.176. – №1. – С.77 – 95.

171 Universality of nonclassical nonlinearity: Applications to non-destructive evaluation and ultrasonics / Ed. P. P. Delsanto. – New York: Springer, 2006. – 539 p.

172 Guyer R. A. Nonlinear mesoscopic elasticity: The complex behaviour of rocks, soil, concrete / R. A. Guyer, P. A. Johnson. – Weinheim: Wiley-VCH, 2009. – 396 p.

173 Barsoum M. W. Elastic and mechanical properties of the MAX phases / M. W. Barsoum, M. Radovic // *Annual Review of Materials Research*. – 2011. – Vol.41. – P.195 – 227.

174 Barsoum M. W. Kink bands, nonlinear elasticity and nanoindentations in graphite / M. W. Barsoum, A. Murugaiah, S. R. Kalidindi [et al.] // *Carbon*. – 2004. – Vol.42. – P.1435 – 1445.

175 Barsoum M W. Kinking nonlinear elastic solids, nanoindentations and geology / M. W. Barsoum, A.Murugaiah, S. R. Kalidindi, T. Zhen // *Physical Review Letters*. - 2004a. – Vol.92. – 255501.

176 Zhou A. G. Kinking nonlinear elasticity and the deformation of magnesium / A. G. Zhou, M. W. Barsoum // *Metallurgical and Materials Transaction A*. – 2009. – Vol.40. – P.1741 – 1756.

177 Zhou A. G. On the kinking nonlinear elastic deformation of cobalt / A. G. Zhou, D. Brown, S. Vogel [et al.] // *Materials Science and Engineering A*. – 2010. – Vol.527. – P.4664 – 4673.

178 Kontsos A. Nanocrystalline Mg–MAX composites: Mechanical behavior characterization via acoustic emission monitoring / A. Kontsos, T. Loutas, V. Kostopoulos [et al.] // *Acta Materialia*. – 2011. – Vol.59. – P.5716 – 5727.

- 179 Barsoum M. W. Kinking nonlinear elastic solids / M. W. Barsoum, S. Basu // *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. – Oxford: Elsevier, 2010. – P.1 – 23.
- 180 Barsoum M. W. Dynamic elastic hysteretic solids and dislocations / M. W. Barsoum, M. Radovic, T. Zhen [et al.] // *Physical Review Letters*. – 2005. – Vol.94. – 085501.
- 181 Finkel P. Direct observation of nonlinear acoustoelastic hysteresis in kinking nonlinear elastic solids / P. Finkel, A. G. Zhou, S. Basu [et al.] // *Applied Physics Letters*. – 2009. – Vol.94. – 241904.
- 182 Barsoum M. W. Deformation of layered solids: Ripplations not basal dislocations / M. Barsoum, G. Tucker // *Scripta Mater*. – 2017 – Vol.139 – P.166 – 172.
183. Hao Y. L. Ductile titanium alloy with low Poisson's ratio / Y. L. Hao, S. J. Li, B. B. Sun [et al.] // *Physical Review Letters*. – 2007. – Vol.98. – 216405.
184. Zhang S. Q. Low-cycle fatigue properties of a titanium alloy exhibiting nonlinear elastic deformation behavior / S.Q. Zhang, S.J. Li, M.T. Jia [et al.] // *Acta Materialia*. – 2011. – Vol.59. – P.4690 – 4699.
- 185 Poquillon D. Cold compaction of iron powders – relations between powder morphology and mechanical properties Part II. Bending tests: results and analysis / D. Poquillon, V. Baco-Carles [et al.] // *Powder Technology*. – 2002. – V. 126 – P.75 – 84.
- 186 Riera M. D. The elastic behaviour of non-sintered metal powder compacts / M D Riera, J. M. Prado // *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part E: J. Process. Mechanical Engineering*. – 2010. – Vol.224. – P.195 – 201.
- 187 Jonsén P. Modelling the non-linear elastic behaviour and fracture of metal powder compacts / P. Jonsén, H.-Å. Häggblad, G. Gustafsson // *Powder Technology*. – 2015. – Vol.284. – P.496 – 503.
- 188 Феденко В. И. Деформация трубчатых образцов из спеченного порошка никеля при простом нагружении / В. И. Феденко // *Вісник Дніпропетровського університету: Механіка* – 1998. – С.145 – 154.
- 189 Liu P. Compressive and pseudo-elastic hysteresis behavior of entangled titanium wire materials /P. Liu, Q. Tan, L. Wu, G. He // *Materials Science and Engineering A*. – 2010. – Vol. 527. – P.3301 – 3309.

190 He G. Porous titanium materials with entangled wire structure for load-bearing biomedical applications / G. He, P. Liu, Q. Tan // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. – 2012. – Vol.5. – P.16 – 31.

191 He G. Flexural and compressive mechanical behaviors of the porous titanium materials with entangled wire structure at different sintering conditions for load-bearing biomedical applications / G. He, P. Liu, Q. Tan, G. Jiang // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. – 2013. – Vol.28. – P.309 – 319.

192 Darling T. W. Neutron diffraction study of the contribution of grain contacts to nonlinear stress-strain behavior / T. W. Darling, J. A. TenCate, D. W. Brown [et al.] // *Geophysical Research Letters*. – 2004. – Vol.31. – L16604.

193 Pozdnyakova I. Stress-dependent elastic properties of porous microcracked ceramics / I. Pozdnyakova, G. Bruno, A. M. Efremov [et al.] // *Advanced Engineering Materials*. – 2009. – Vol.11. – P.1023 – 1029.

194 Cooper R. C. Effect of microcracking on the uniaxial tensile response of β -eucryptite ceramics: experiments and constitutive model / R. C. Cooper, G. Bruno, M. Wheeler [et al.] // *Acta Materialia*. – 2017. – Vol.135. – P.361 – 371.

195 Bruno G. Porous microcracked ceramics under compression: Micromechanical model of non-linear behavior / G. Bruno, M. Kachanov // *Journal of the European Ceramic Society*. – 2013. – Vol.33. – P. 2073 – 2085

196 Bruno G. Connecting the macro and microstrain responses in technical porous ceramics. Part II: microcracking / G. Bruno, A. M. Efremov, C. P. An [et al.] // *Journal of Materials Science*. – 2012. – Vol.47. – P.3674 – 3689.

197 Eldridge J. I. Mesoscopic nonlinear elastic modulus of thermal barrier coatings determined by cylindrical punch indentation / J. I. Eldridge, D. Zhu, R. A. Miller // *Journal of the American Ceramics Society*. – 2001. – Vol.84. – P.2737 – 2739.

198 Pandey A., Shyam A., Watkins T. The uniaxial tensile response of porous and microcracked ceramic materials // *J. Am. Ceram. Soc.* – 2014. – V.97. – P.899 – 906.

199 Müller B. R. Stress-induced microcrack density evolution in β -eucryptite ceramics: Experimental observations and possible route to strain hardening / B. R. Müller, R. C. Cooper, A. Lange [et al.] // *Acta Materialia*. – 2018. – Vol.144. – P.627 – 641.

200 Musalek R. Non-linear mechanical behavior of plasma sprayed alumina under mechanical and thermal loading / R. Musalek, J. Matejcek, M. Vilemova, O. Kovarik // Journal of Thermal Spray Technology. – 2010. – Vol.19. – P.422 – 428.

201 Belrhiti Y. Application of optical methods to investigate the non-linear asymmetric behavior of ceramics exhibiting large strain to rupture by four-points bending test / Y. Belrhiti, A. Gallet-Doncieux, A. Germaneau [et al.] // Journal of the European Ceramic Society. – 2012. – Vol.32. – P. 4073 – 4081.

202 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. – Луцьк: ЛДТУ, 2005. – Вип.17. – С.390 –397.

203 Вдовиченко А. В. Влияние плоских дефектов на эффективный модуль Юнга порошковых материалов при изгибе // Современные проблемы физического материаловедения. – К.: ИПМ НАН Украины, 2006. – В.15. – С.183 – 189.

204 Landa M. Effect of uniaxial pressure on ultrasound velocities and elastic moduli in plasma-sprayed ceramics / M. Landa, F. Kroupa, K. Neufuss, P. Urbánek // Journal of Thermal Spray Technology. – 2003. – Vol.12. – P.226 – 233.

205 TenCate J. A. Slow dynamics of earth materials: An experimental overview /J. A. TenCate // Pure and Applied Geophysics. – 2011. – Vol.168. – P.2211 – 2219.

206 Jhang K.-Y. Nonlinear ultrasonic techniques for nondestructive assessment of micro damage in material: a review / K.-Y. Jhang // International Journal of Precision Engineering and Manufacturing. – 2009. – Vol.10. – P.123 – 135.

207 Klepka A. Nonlinear acoustics for fatigue crack detection – experimental investigations of vibro-acoustic wave modulations / A Klepka, W. J. Staszewski, R. B. Jenal [et al.] // Structural Health Monitoring. – 2012. – Vol.11. – P.197 – 211.

208 Matlack K. H. Review of second harmonic generation measurement techniques for material state determination in metals / K. H. Matlack, J.-Y. Kim, L. J. Jacobs, J. Qu // Journal of Nondestructive Evaluation. – 2015. – Vol.34. – P.273 – 296.

209 Nazarov V., Kolpakov A., Radostin A. Amplitude dependent internal friction and generation of harmonics in granite resonator // Acoust. Phys. – 2009 – V.55 – P.100 – 107.

210 Saltiel S. Experimental evidence for dynamic friction on rock fractures from frequency-dependent nonlinear hysteresis and harmonic generation / S. Saltiel, B. P. Bonner, T. Mittal // *Journal of Geophysics Research* - 2017 - V.122 – P.4982 – 4999.

211 Lott M. Nonlinear elasticity in rocks: A comprehensive three-dimensional description / M. Lott, M. C. Remillieux, V. Garnier [et al.] // *Physical Review Materials*. – 2017. – Vol.1. – 023603.

212 Chen J. Rapid evaluation of alkali–silica reactivity of aggregates using a nonlinear resonance spectroscopy technique / J. Chen, A. R. Jayapalan, J.-Y. Kim [et al.] // *Cement and Concrete Research*. – 2010. – Vol.40. – P.914 – 923.

213 Kim G. Drying shrinkage in concrete assessed by nonlinear ultrasound / G. Kim, J. Kim, K. Kurtis, L. Jacobs // *Cement Concrete Research*. – 2017. – V.92. – P.16 – 20.

214 Ouarabi M. A. Ultrasonic monitoring of the interaction between cement matrix and alkaline silicate solution in self-healing systems / M. A. Ouarabi, P. Antonaci, F. Boubenider [et al.] // *Materials*. – 2017. – Vol.10. – 46.

215 Shah A. A. Nondestructive evaluation of damaged concrete using nonlinear ultrasonics / A. Shah, Y. Ribakov, S. Hirose // *Mater. Design* - 2009 – V.30 – P.775 – 782.

216 Gliozzi A. S. Conditioning-induced elastic nonlinearity in hysteretic media / A. S. Gliozzi, M. Scalerandi, P. Antonaci, C. L. E. Bruno // *Applied Physics A: Materials Science & Processing*. – 2010. – Vol.100. – P.421 – 424.

217 Scalerandi M. Power laws and elastic nonlinearity in materials with complex microstructure / M. Scalerandi // *Physics Letters A*. – 2016. – Vol.380. – P.413 – 421.

218 Jin J. Impact-based nonlinear acoustic testing for characterizing distributed damage in concrete / J. Jin, M. G. Moreno, J. Riviere, P. Shokouhi // *Journal of Nondestructive Evaluation*. – 2017. – Vol.36. – P.51.

219 Ulrich T. J. Application of nonlinear dynamics to monitoring progressive fatigue damage in human cortical bone / T. J. Ulrich, P. A. Johnson, M. Müller [et al.] // *Applied Physics Letters*. – 2007. – Vol.91. – 213901.

220 Renaud G. Non-linear acoustic measurements to assess crack density in trabecular bone / G. Renaud, S. Callé, J.-P. Remenieras, M. Defontaine // *International Journal of Non-Linear Mechanics*. – 2008. – Vol.43. – P.194 – 200.

221 Zacharias K. Microdamage evaluation in human trabecular bone based on nonlinear ultrasound vibro-modulation (NUVM) / K. Zacharias, E. Balabanidou, I. Hatzokos [et al.] // *Journal of Biomechanics*. – 2009. – Vol.42. – P.581 – 586.

222 Hauptert S. Quantification of nonlinear elasticity for the evaluation of submillimeter crack length in cortical bone / S. Hauptert, S. Guérard, D. Mitton [et al.] // *Journal of Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. – 2015. – Vol.48. – P.210 – 219.

223 Yee A. Nonlinear ultrasonic measurements based on cross-correlation filtering techniques / A. Yee, D. Stewart [et al.] // *AIP Conf. Proc.* - 2017 - V.1806. - 060004.

224 Cantrell J. H. Nonlinear ultrasonic characterization of fatigue microstructures / J. H. Cantrell, W. T. Yost // *Int. Journal of Fatigue*. – 2001. – V.23. – P. S487 – S490.

225 Cantrell J. H. Quantitative assessment of fatigue damage accumulation in wavy slip metals from acoustic harmonic generation / J. H. Cantrell // *Philosophical Magazine*. – 2006. – Vol.86. – P.1539 – 1554.

226 Lissenden C. J. Use of non-linear ultrasonic guided waves for early damage detection / C. J. Lissenden, Y. Liu, J. L. Rose // *Insight*. – 2015. – Vol.57. – P.206 – 211.

227 Kumar A. In situ characterization of fatigue damage evolution in a cast Al alloy via nonlinear ultrasonic measurements / A. Kumar, C. J. Torbet, T. M. Pollock, J. W. Jones // *Acta Materialia*. – 2010. – Vol.58. – P.2143 – 2154.

228 Broda D. Generation of higher harmonics in longitudinal vibration of beams with breathing cracks / D. Broda, L. Pieczonka, V. Hiwarkar [et al.] // *Journal of Sound and Vibration*. – 2016. – Vol.381. – P.206 – 219.

229 Herrmann J. Assessment of material damage in a nickel-base superalloy using nonlinear Rayleigh surface waves / J. Herrmann, J.-Y. Kim, L. J. Jacobs [et al.] // *Journal of Applied Physics*. – 2006. – Vol.99. – 124913.

230 Oruganti R. K. Quantification of fatigue damage accumulation using non-linear ultrasound measurements / R. K. Oruganti, R. Sivaramanivas, T. N. Karthik [et al.] // *International Journal of Fatigue*. – 2007. – Vol.29. – P.2032 – 2039.

231 Cantrell J. H. Ultrasonic harmonic generation from fatigue-induced dislocation substructures in planar slip metals and assessment of remaining fatigue life / J. H. Cantrell // *Journal of Applied Physics*. – 2009. – Vol.106. – 093516.

232 Ogi H. Noncontact monitoring of surface-wave nonlinearity for predicting the remaining life of fatigued steels / H. Ogi, M. Hirao, S. Aoki // *Journal of Applied Physics*. – 2001. – Vol.90. – P.438 – 442.

233 Cantrell J. H. Dependence of microelastic-plastic nonlinearity of martensitic stainless steel on fatigue damage accumulation / J. H. Cantrell // *Journal of Applied Physics*. – 2006. – Vol.100. – 063508.

234 Dutta D. A nonlinear acoustic technique for crack detection in metallic structures / D. Dutta, H. Sohn [et al.] // *Struct. Health Monitor.* – 2009. – V.8. – P.251 – 262.

235 Zhang J. Effects of cyclic and monotonic deformations on nonlinear ultrasonic response of austenitic stainless steel: a comparative study / J. Zhang, F.-Z. Xuan, Y. Xiang, P. Zhao // *J Mater. Eng. Perform.* – 2016. – V.25. – P.2008 – 2016.

236 Frouin J. Ultrasonic linear and nonlinear behavior of fatigued Ti-6Al-4V / J. Frouin, S. Sathish, T. Matikas, J. Na // *J. Mater. Res.* – 1999. – V.14. – P.1295 – 1298.

237 Metya A. Assessment of localized plastic deformation during fatigue in polycrystalline copper by nonlinear ultrasonic / A. Metya, N. Parida, D. K. Bhattacharya [et al.] // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2007. – Vol.38. – P.3087 – 3092.

238 Shui G. Nonlinear ultrasonic evaluation of the fatigue damage of adhesive joints / G. Shui, Y. Wang, P. Huang, J. Qu // *NDT&E International*. – 2015. – Vol.70. – P.9 – 15.

239 Viswanath A. Nondestructive assessment of tensile properties of cold worked AISI type 304 stainless steel using nonlinear ultrasonic technique / A. Viswanath, B. Rao, S. Mahadevan [et al.] // *J. Mater. Proc. Technol.* – 2011. – V.211. – P.538 – 544.

240 Xiang Y. Contribution of mixed dislocations to the acoustic nonlinearity in plastically deformed materials / Y. Xiang, M. Deng, C.-J. Liu, F.-Z. Xuan // *Journal of Applied Physics*. – 2015. – Vol.117. – 214903.

241 Liu M. Experimental study of nonlinear Rayleigh wave propagation in shot-peened aluminum plates – feasibility of measuring residual stress / M. Liu, J.-Y. Kim, L. J. Jacobs, J. Qu // *NDT&E International*. – 2011. – Vol.44. – P.67 – 74.

242 Hurley D. C. Nonlinear ultrasonic parameter in quenched martensitic steels / D. C. Hurley, D. Balzar, P. T. Purtscher, K. W. Hollman // *Journal of Applied Physics*. – 1998. – Vol.83. – P.4584 – 4588.

243 Cantrell J. H. Determination of precipitate nucleation and growth rates from ultrasonic harmonic generation / J. H. Cantrell, W. T. Yost // *Applied Physics Letters* – 2000. – Vol.77. – P.1952 – 1954.

244 Kim J. Assessment of thermal degradation by cumulative variation of ultrasonic nonlinear parameter / J. Kim, K.-Y. Jhang // *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*. – 2017. – Vol.18. – P.23 – 29.

245 Kim J. Dependence of nonlinear ultrasonic characteristics on second-phase precipitation in heat-treated Al 6061-T6 alloy / J. Kim, K.-Y. Jhang, C. Kim // *Ultrasonics*. – 2018. – Vol.82. – P.84 – 90.

246 Marino D. Using nonlinear ultrasound to track microstructural changes due to thermal aging in modified 9% Cr ferritic martensitic steel / D. Marino, J.-Y. Kim, A. Ruiz [et al.] // *NDT&E International*. – 2016. – Vol.79. – P.46 – 52.

247 Gutiérrez-Vargas G. Characterization of thermal embrittlement in 2507 super duplex stainless steel using nonlinear acoustic effects / G. Gutiérrez-Vargas, A. Ruiz, J.-Y. Kim, L. J. Jacobs // *NDT&E International*. – 2018. – Vol.94. – P.101 – 108.

248 Baby S. Creep damage assessment in titanium alloy using a nonlinear ultrasonic technique / S. Baby, B. N. Kowmudi, C. M. Omprakash [et al.] // *Scripta Materialia*. – 2008. – Vol.59. – P.818 – 821.

249 Valluri J. S. Creep damage characterization using non-linear ultrasonic techniques / J. S. Valluri, K. Balasubramaniam, R. V. Prakash // *Acta Materialia*. – 2010. – Vol.58. – P.2079 – 2090.

250 Sposito G. A review of non-destructive techniques for the detection of creep damage in power plant steels / G. Sposito, C. Ward, P. Cawley [et al.] // *NDT&E International*. – 2010. – Vol.43. – P.555 – 567.

251 Meo M. Detecting damage in composite material using nonlinear elastic wave spectroscopy methods / M. Meo, U. Polimeno, G. Zumpano // *Applied Composite Materials*. – 2008. – Vol.15. – P.115 – 126.

252 Polimeno U. Detecting low velocity impact damage in composite plate using nonlinear acoustic/ultrasound methods / U. Polimeno, M. Meo, D. P. Almond, S. L. Angioni // *Applied Composite Materials*. – 2010. – Vol.17. – P.481 – 488.

253 Mechri C. Enhancement of harmonics generation in hysteretic elastic media induced by conditioning / C. Mechri, M. Scalerandi, M. Bentahar // *Communications in Nonlinear Science and Numerical Simulation*. – 2017. – Vol.45. – P.117 – 128.

254 Yost W. T. Acoustic-radiation stress in solids. II. Experiment / W. T. Yost, J. H. Cantrell, Jr. // *Physical Review B*. – 1984. – Vol.30. – P.3221 – 3227.

255 Jacob X. Experimental study of the acoustic radiation strain in solids / X. Jacob, R. Takatsu, C. Barrière, D. Royer // *Applied Physics Letters*. – 2006. – Vol.88. – 134111.

256 Narasimha K. T. Simplified experimental technique to extract the acoustic radiation induced static strain in solids / K. T. Narasimha, E. Kannan, K. Balasubramaniam // *Applied Physics Letters*. – 2007. – Vol.91. – 134103.

257 Narasimha K. T. Issues on the pulse-width dependence and the shape of acoustic radiation induced static displacement pulses in solids / K. T. Narasimha, E. Kannan, K. Balasubramaniam // *Applied Physics Letters*. – 2009. – Vol.105. – 073506.

258 Van Den Abeele K. E.-A. Nonlinear elastic wave spectroscopy (NEWS) techniques to discern material damage. Part I: Nonlinear wave modulation spectroscopy (NWMS) / K. E.-A. Van Den Abeele, P. A. Johnson, A. Sutin // *Research in Nondestructive Evaluation*. – 2000. – Vol.12. – P.17 – 30.

259 Aymerich F., Staszewski W. Impact damage detection in composite laminates using nonlinear acoustics // *Composites: Part A*. – 2010. – V.41. – P.1084 – 1092.

260 Klepka A. Impact damage detection in laminated composites by non-linear vibro-acoustic wave modulations / A. Klepka, L. Pieczonka, W. J. Staszewski, F. Aymerich // *Composites: Part B*. – 2014. – Vol.65. – P.99 – 108.

261 Eckel S. Investigation of damage in composites using nondestructive nonlinear acoustic spectroscopy / S. Eckel, F. Meraghni, P. Pomarède, N. F. Declercq // *Experimental Mechanics*. – 2017. – Vol.57. – P.207 – 217.

262 Sheppard K. A non-linear acoustic, vibro-modulation technique for the detection and monitoring of contact-type defects, including those associated with corrosion / K. Sheppard, A. Zagrai, D. Donskoi // *Corrosion Reviews*. – 2007. – V.25. – P.81 – 96.

263 Guyer R. A. Nonlinear mesoscopic elasticity: evidence of new class of materials / R. A. Guyer, P. A. Johnson // *Physics Today*. – 1999. – April. – P.30 – 36.

264 Назаров В. Е. Экспериментальное исследование влияния мощной звуковой волны на акустические характеристики резонатора из песчаника / В. Е. Назаров, А. Радостин, И. Соустова // Акустический журнал. – 2002. – т.48. – №1. – С.85 – 90.

265 Pasqualini D. Nonequilibrium and nonlinear dynamics in Berea and Fontainebleau sandstones: Low-strain regime / D. Pasqualini, K. Heitmann, J. A. TenCate [et al.] // Journal of Geophysical Research. – 2007. – Vol.112. – B01204.

266 Chong S.-H. Nonlinear vibration analysis of the resonant column test of granular materials / S.-H. Chong, J.-Y. Kim // J Sound Vibration. – 2017. – V.393. – P.216 – 228.

267 Hauptert S. High-accuracy acoustic detection of nonclassical component of material nonlinearity / S. Hauptert, G. Renaud, J. Rivière [et al.] // The Journal of the Acoustical Society of America. – 2011. – Vol.130. – P.2654 – 2661.

268 Johnson P. A. Resonance and elastic nonlinear phenomena in rock / P. A. Johnson, B. Zinszner, P. N. J. Rasolofosaon // Journal of Geophysical Research. – 1996. – Vol.101. – No.B5. – P.11553 – 11564.

269 Novak A. Nonlinear acoustic characterization of micro-damaged materials through higher harmonic resonance analysis / A. Novak, M. Bentahar, V. Tournat [et al.] // NDT&E International. – 2012. – Vol.45. – P.1 – 8.

270 Muller M. Nonlinear ultrasound can detect accumulated damage in human bone / M. Muller, D. Mitton, M. Talmant [et al.] // J. Biomech. – 2008. – V.41. – P.1062 – 1068.

271 Johnson P. Slow dynamics and anomalous nonlinear fast dynamics in diverse solids / P. Johnson, A. Sutin // J. Acoust. Soc. Am. – 2005. – Vol.117. – P.124 – 130.

272 Radovic M. On the elastic properties and mechanical damping of Ti_3SiC_2 , Ti_3GeC_2 , $Ti_3Si_{0.5}Al_{0.5}C_2$ and Ti_2AlC in the 300–1573 K temperature range / M. Radovic, M. W. Barsoum, A. Ganguly [et al.] // Acta Materialia. – 2006. – Vol.54. – P.2757 – 2767.

273 Hou J. F. Damping capacity measurement of elastic porous wire-mesh material in wide temperature range / J. F. Hou, H. B. Bai, D.W. Li // Journal of Materials Processing Technology. – 2008. – Vol.206. – P. 412 – 418.

274 Луговской Ю. Ф. Демпфирующие свойства спеченных высокопористых материалов на основе порошков и на основе дискретных волокон меди / Ю. Луговской, Л. Чернышев // Порошк. металлургия. – 2006 – №11/12. – С.106 – 113.

- 275 Li Q. Damping behavior and energy absorption capability of porous magnesium / Q. Li, G. Jiang, J. Dong [et al.] // *J Alloys Compounds*. – 2016. – V.680. – P.522 – 530.
- 276 Han F. Damping behavior of foamed aluminum / F. Han, Z. Zhu, C. Liu, J. Gao // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 1999. – V.30A. – P.771 – 776.
- 277 Golovin I. S. Damping in some cellular metallic materials due to microplasticity / I. S. Golovin, H. R. Sinning [et al.] // *Mater. Sci. Eng. A* – 2004. – Vol.370. – P.531 – 536.
- 278 Луговской Ю. Ф. Вибродеформационные свойства конструкционных, композиционных и высокопористых спеченных материалов / Ю. Ф. Луговской, С. А. Фирстов // *Порошковая металлургия*. – 2006. – N7–8. – С.87 – 98.
- 279 Maslov K. Amplitude–frequency dependence of damping properties of carbon foams / K. Maslov, V. K. Kinra // *J. Sound and Vibration*. – 2005. – V.282. – P.769 – 780.
- 280 Panteliou S. D. Damping associated with porosity in alumina / S. D. Panteliou, K. Zonios, I. Chondrou [et al.] // *Int. J. Mech. Mater. Des.* – 2009. – Vol.5. – P.167 – 174.
- 281 Panteliou S. D. Thermodynamic damping in porous materials with ellipsoidal cavities / S. Panteliou, A. Dimarogonas // *J. Sound Vibr.* – 1997. – Vol.201. – P.555 – 565.
- 282 Arockiasamy A. Viscoelastic behaviour of porous sintered steels compact / A. Arockiasamy, S. Park, R. German // *Powder Metallurgy*. – 2010. – V.53. – P.107 – 111.
- 283 Wang Q. Damping behavior of porous CuAlMn shape memory alloy / Q. Wang, F. Han, J. Wu, G. Hao // *Materials Letters*. – 2007. – Vol.61. – P.2598 – 2600.
- 284 Тучинский Л. И. Демпфирующие свойства пористого титана и псевдосплавов на его основе / Л. И. Тучинский, В. Г. Шарапов, В. В. Хильчевский [и др.] // *Порошковая металлургия*. – 1985. – №5. – С.81 – 85.
- 285 Zhang J. The effect of porosity on the microstructural damping response of 6061 aluminium alloy / J. Zhang, M. N. Gungor, E. J. Lavernia // *Journal of Materials Science*. – 1993. – Vol.28. – P.1515 – 1524.
- 286 Wang B., Shu D. Experimental investigation on the viscoelastic properties of porous metals // *J Mater. Proc. Technol.* – 2002. – V.125-126. – P.144 – 149.
- 287 Giménez S. Influence of the green density on the dewaxing behaviour of uniaxially pressed powder compacts / S. Giménez, A. Vagnon, D. Bouvard, O. Van der Biest // *Materials Science and Engineering A*. – 2006. – Vol.430. – P.277 – 284.

288 Tassini N. Study of the amplitude-dependent mechanical behaviour of yttria-stabilised zirconia thermal barrier coatings / N. Tassini, K. Lambrinou, I. Mircea [et al.] // Journal of the European Ceramic Society. – 2007. – Vol.27. – P.1487 – 1491.

289 Panteliou S. D. Damping factor as an indicator of crack severity / S. Panteliou, T. Chondros, V. Argyrakis // Journal of Sound and Vibration – 2001. – V.241. – P.235 – 245.

290 Bovsunovsky A. P. Considerations regarding superharmonic vibrations of a cracked beam and the variation in damping caused by the presence of the crack / A. Bovsunovsky, C. Surace // Journal of Sound and Vibration – 2005 – V.288. – P.865 – 886.

291 Zhang J. Dislocation-induced damping in metal matrix composites / J. Zhang, R. J. Perez, E. J. Lavernia // Journal of Materials Science. – 1993. – Vol.28. – P.835 – 846.

292 Zhang H. Study on the damping behavior of Al/SiC_p composite in thermal cycling / H. Zhang, M. Gu // Journal of Materials Science – 2007 – V.42. – P.6260 – 6266.

293 Liu G. Damping peak and damping mechanism in Al₁₈B₄O_{33w}/Al composite containing Sn and Bi interfacial phases at room temperature / G Liu, S. Tang, W. Ren [et al.] // Materials and Design. – 2013. – Vol.46. – P.916 – 921.

294 Trojanová Z. Internal friction in microcrystalline and nanocrystalline Mg / Z. Trojanová, P. Lukáč, H. Ferkel, W. Riehemann // Materials Science and Engineering A. – 2004. – Vol.370. – P.154 – 157.

295 Bauri R. Damping behavior of Al-Li-SiC_p composites processed by stir casting technique / R. Bauri, M. K. Surappa // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2005. – V.36A. – P.667 – 673.

296 Zhang Y. Study on damping capacity of aluminum composite reinforced with in situ TiAl₃ rod / Y Zhang, N. Ma, X. Li, H. Wang // Materials and Design. – 2008. – Vol.29. – P.1057 – 1059.

297 Wang W. G. Damping properties of Li₅La₃Ta₂O₁₂ particulates reinforced aluminum matrix composites / W. G. Wang, C. Li, Y. L. Li [et al.] // Materials Science and Engineering A. – 2009. – Vol.518. – P.190 – 193.

298 Madeira S. Damping capacity and dynamic modulus of hot pressed AlSi composites reinforced with different SiC particle sized / S. Madeira, O. Carvalho, V. H. Carneiro [et al.] // Composites: Part B. – 2016. – Vol.90. – P.399 – 405.

299 TenCate J. A. Universal slow dynamics in granular solids / J. A. TenCate, E. Smith, R. A. Guyer // *Physical Review Letters*. – 2000. – V.85. – P.1020 – 1023.

300 Bentahar M. Hysteretic elasticity in damaged concrete: Quantitative analysis of slow and fast dynamics / M. Bentahar, H. El Agra, R. El Guerjouma [et al.] // *Physical Review B*. – 2006. – Vol.73. – 014116.

301 Зарембо Л. К. Введение в нелинейную акустику / Л. К. Зарембо, В. А. Красильников. – Москва: Наука, 1966. – 520 с.

302 Gurbatov S. N. Waves and structures in nonlinear nondispersive media / S. N. Gurbatov, O. V. Rudenko, A. I. Saichev – Beijing – Berlin: Springer, 2011. – 472 p.

303 Gusev V. Nonlinear acoustic phenomena in micro-inhomogeneous media / V. Gusev, V. Tournat, B. Castagnede // *Materials and acoustic handbook*. Eds. M. Bruneau, C. Potel. – London: ISTE – Wiley, 2009. – 919 p.

304 Зайцев В. Ю. "Неклассические" проявления микроструктурно - обусловленной нелинейности: новые возможности для акустической диагностики / В. Ю. Зайцев, В. Е. Назаров, В. И. Таланов // *Успехи физических наук*. – 2006. – т.176. – №1. – С.97 – 102.

305 Broda D. Modelling of nonlinear crack-wave interactions for damage detection based on ultrasound – A review / D. Broda, W. J. Staszewski, A. Martowicz [et al.] // *Journal of Sound and Vibration*. – 2014. – Vol.333. – P.1097 – 1118.

306 Cantrell J. H. Substructural organization, dislocation plasticity and harmonic generation in cyclically stressed wavy slip metals / J. H. Cantrell // *Proceedings of the Royal Society of London A*. – 2004. – Vol.460. – P.757 – 780.

307 Cantrell J. H. Nondestructive evaluation of metal fatigue using nonlinear acoustics / J. H. Cantrell // *Review of Quantitative Nondestructive Evaluation*. – 2009. – Vol.28. – P.19 – 32.

308 Digby P. J. The effective elastic modulus of porous granular rocks / P. J. Digby // *Journal of Applied Mechanics*. – 1981. – Vol.48. – P. 803-808.

309 Беляева И. Ю. Нелинейные акустоупругие свойства зернистых сред / И. Ю. Беляева, В. Ю. Зайцев, Л. А. Островский // *Акустический журнал*. – 1993. – Т.39. – В.1. – С.25-32.

310 Garcia V. J. Models relating ultrasonic velocity to the microstructures of green and sintered ceramics: a review / V. J. Garcia, C. H. Schilling // *Ceramics Transactions*. – 1998. – Vol.89. – P.67 – 82.

311 Buck O. Acoustic harmonic generation at unbonded interfaces and fatigue cracks / O. Buck, W. Morris, J. Richardson // *Applied Physics Letters*. - 1978. - V.33 - P.371-373.

312 Solodov I. Y. Ultrasonics of non-linear contacts: propagation, reflection and NDE-applications / I. Y. Solodov // *Ultrasonics*. – 1998. – Vol.36. – P.383 – 390.

313 Solodov I. Yu. CAN: an example of nonclassical acoustic nonlinearity in solids / I. Yu. Solodov, N. Krohn, G. Busse // *Ultrasonics*. – 2002. – Vol.40. – P.621 – 625.

314 Biwa S. Experimental and theoretical study of harmonic generation at contacting interface / S. Biwa, S. Hiraiwa, E. Matsum // *Ultrasonics* - 2006 - V.44 - P.e1319 - e1322.

315 Амбарцумян С. А. Разномодульная теория упругости / С. А. Амбарцумян. – М.: Наука, 1982. – 320 с.

316 Chondros T. G. Vibration of a beam with a breathing crack / T. G. Chondros, A. Dimarogonas, J. Yao // *Journal of Sound and Vibration*. – 2001. – V.239. – P.57 – 67.

317 Challamel N. Strain-based anisotropic damage modelling and unilateral effects // N. Challamel, C. Lanos, C. Casandjian / *Int. J. Mech. Sci.* – 2005. – Vol.47. – P.459 – 473.

318 Challamel N. On the influence of the unilateral damage behaviour in the stability of cracked beam/columns /N. Challamel, Y. Xiang // *Engineering Fracture Mechanics*. – 2010. – Vol.77. – P.1467 – 1478.

319 Bovsunovsky A. Non-linearities in the vibrations of elastic structures with a closing crack: A state of the art review / A. Bovsunovsky, C. Surace // *Mechanical Systems and Signal Processing*. – 2015. – Vol.62. – P.129 – 148.

320 Тимошенко С. П. Колебания в инженерном деле / С. П. Тимошенко, Д. Х. Янг, У. Уивер. – М.: Машиностроение, 1985. – 472 с.

321 Pecorari C. Nonclassical nonlinear dynamics of solid surfaces in partial contact for NDE applications / C. Pecorari, I. Solodov // *Universality of nonclassical nonlinearity: Application to NDE and ultrasonics* / Ed. P. Delsanto, N.Y.: Springer, 2006 – P.309 – 326.

322 Solodov I. Resonant acoustic nonlinearity of defects for highly-efficient nonlinear NDE / I. Solodov // *J. Nondestructive Evaluation*. – 2014. – V.33. – P.252 – 262.

323 Штерн М. Б. Модель упругого деформирования изотропных порошковых материалов, характеризующихся различными свойствами при растяжении и сжатии / М. Б. Штерн // Порошковая металлургия. – 2009. – №5/6. – С.14 – 27.

324 Сутин А. М. Нелинейные акустические методы диагностики трещин / А. М. Сутин, В. Е. Назаров // Известия высших учебных заведений. Радиофизика. – 1995. – Т.38. – №3-4. – С.169 – 187.

325 Johnson K. L. Contact mechanics – Cambridge University Press, 1985. – 452 p.

326 Anton D. L. Fatigue crack evolution in overaged Ni–14.4 at.% Al alloy with coherent precipitates / D. Anton, M. Fine // Mater. Sci. Eng. – 1983. - V.58. – P.135 – 142.

327 Kim J.-Y. A micromechanical model for nonlinear acoustic properties of interfaces between solids / J. Kim, J. Lee // J. Appl. Phys. – 2007. – V.101. – 043501.

328 Asano S. Theory of nonlinear damping due to dislocation hysteresis / S. Asano // Journal of the Physical Society of Japan. – 1970. – Vol.29. – P.952 – 963.

329 Granato A. Theory of mechanical damping due to dislocations / A. Granato, K. Lücke // Journal of Applied Physics. - 1956. – Vol.27. – P.583 – 593.

330 Давиденков Н. Н. О рассеянии энергии при вибрациях / Н. Н. Давиденков // Журнал технической физики. – 1938. – т.8. – С.483 – 499.

331 Красносельский М. А. Системы с гистерезисом / М. А. Красносельский, А. В. Покровский – М: Наука, 1983. – 272 с.

332 Guyer R. A. Hysteresis, discrete memory, and nonlinear wave propagation in rock: a new paradigm / R.A. Guyer, K.R. McCall, G.N. Boitnott // Physical Review Letters. – 1995. – Vol.74. – P.3491 – 3494.

333 Mayergoyz I. D. Mathematical models of hysteresis and their applications / I. D. Mayergoyz – New York: Elsevier, 2003. – 472 p.

334 Gusev V. Amplitude- and frequency – dependent nonlinearities in the presence of thermally-induced transitions in the Preisach model of acoustic hysteresis / V. Gusev, V. Tournat // Physical Review B. – 2005. – Vol.72. – 054104.

335 Favrie N. Fast and slow dynamics in a nonlinear elastic bar excited by longitudinal vibrations / N. Favrie, B. Lombard, C. Payan // Wave Motion. – 2015. – Vol.56. – P.221 – 238.

336 Aleshin V. Friction in unconforming grain contacts as a mechanism for tensorial stress–strain hysteresis / V. Aleshin, K. Van Den Abeele // *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. – 2007. – Vol.55. – P.765 – 787.

337 Vakhnenko O. O. Strain-induced kinetics of intergrain defects as the mechanism of slow dynamics in the nonlinear resonant response of humid sandstone bars / O. O. Vakhnenko, V. O. Vakhnenko, T. J. Shankland, J. A. Ten Cate // *Physical Review E*. – 2004. – Vol.70. – 015602(R).

338 Aleshin V. Microcontact-based theory for acoustics in microdamaged materials / V. Aleshin, K. Van Den Abeele // *J. Mech. Phys. Solids*. – 2007. – Vol.55. – P.366–390.

339 Lebedev A., Ostrovsky L. A unified model of hysteresis and long-time relaxation in heterogeneous materials // *Acoustical Physics*. – 2014. – Vol.60. – P.555 – 561.

340 Pecorari C. Adhesion and nonlinear scattering by rough surfaces in contact: beyond the phenomenology of the Preisach-Mayergoyz framework / C. Pecorari // *Journal of the Acoustical Society of America*. – 2004. – Vol.116. – P.1938 – 1947.

341 Moussatov A. Self-induced hysteresis for nonlinear acoustic waves in cracked material / A. Moussatov, V. Gusev, B. Castagnede // *Physical Review Letters*. – 2003. – Vol.90. – 124301.

342 Vakhnenko O. O. Soft-ratchet modeling of end-point memory in the nonlinear resonant response of sedimentary rocks / O. O. Vakhnenko, V. O. Vakhnenko, T. J. Shankland // *Physical Review B*. – 2005. – Vol.71. – 174103.

343 Barsoum M. W. Microscale modeling of kinking nonlinear elastic solids / M. Barsoum, T. Zhen, A. Zhou [et al.] // *Physical Review B*. – 2005. – Vol.71. – 134101.

344 Zaitsev V. Thermoelastic mechanism for logarithmic slow dynamics and memory in elastic wave interaction with individual cracks / V. Zaitsev, V. Gusev, B. Castagnede // *Physical Review Letters*. – 2003. – Vol.90. – 075501.

345 Lee S. E. Periodic nonlinear waves resulting from the contact interaction of a crack / S. Lee, S. Jin, J. Hong // *Journal of Applied Physics*. – 2017. – V.122. – 124303.

346 Ohara Y. Effect of adhesion force between crack planes on subharmonic and DC responses in nonlinear ultrasound / Y. Ohara, T. Mihara, K. Yamanaka // *Ultrasonics*. – 2006. – Vol.44. – P.194 – 199.

- 347 Безымянный Ю. Г. Опыт совершенствования стандартов на методы определения свойств металлических порошков и спеченных изделий / Ю. Безымянный, А. Куцевский // Порошк. металлургия. – 2003. – №1/2. – С.106 – 113.
- 348 ASTM C830-93 Refractories, activatic carbon, advanced ceramics, 2000.
- 349 Францевич И. Н. Упругие постоянные и модули упругости металлов и неметаллов / И. Францевич, Ф. Воронов, С. Бакута. – К.: Наук. думка, 1982. – 288 с.
- 350 Maynard J. Resonant ultrasound spectroscopy / J. Maynard // Physics Today. – 1996. – Vol.49. – P.26 – 31.
- 351 Leisure R. G. Resonant ultrasound spectroscopy / R. G. Leisure, F. A. Willis // Journal of Physics: Condensed Matter. – 1997. – Vol.9. – P.6001 – 6029.
- 352 Wang Y. C. Resonant ultrasound spectroscopy in shear mode / Y. C. Wang, R. S. Lakes // Review of Scientific Instruments. – 2003. – Vol.74. – P. 1371 – 1373.
- 353 Jaglinski T., Lakes R. Resonant ultrasound spectroscopy of cylinders over the full range of Poisson's ratio // Review of Scientific Instruments. – 2011. – Vol.82. – 035105.
- 354 Стретт Дж. В. (Лорд Рэлей) Теория звука. Т1. / Дж. В. Стретт. – М.: Изд-во технико-теоретич. литературы, 1955. – 503 с.
- 355 Глаговский Б. А., Московенко И. Б. Низкочастотные акустические методы контроля в машиностроении. – Л.: Машиностроение, 1977. – 152 с.
- 356 Вдовиченко О. В. Оцінка пружності та здатності до демпфування матеріалів резонансними акустичними методами / О. В. Вдовиченко, Н. Д. Ткачук // Современные проблемы физического материаловедения. – К.: Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины, 2015. – Вып. 24. – С.87 – 93.
- 357 Ландау Л. Д. Теоретическая физика. Т.1: Механика. / Л. Д. Ландау, Е. М. Лифшиц – М.: Наука, 1988. – 216 с.
- 358 Migliori A. Resonant ultrasound spectroscopic techniques for measurement of the elastic moduli of solids / A. Migliori, J. L. Sarrao, W. M. Visscher [et al.] // Physica B. – 1993. – Vol.183. – P.1 – 24.
- 359 Visscher W. M. On the normal modes of free vibration of inhomogeneous and anisotropic elastic objects / W. M. Visscher, A. Migliori, T. Bell, R. Reinert // The Journal of the Acoustical Society of America. – 1991. – Vol.90. – P.2154 – 2162.

360 Marquardt D. W. An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters // J. Soc. Indust. Appl. Math. – 1963. – Vol.11. – P.431 – 441.

361 Писаренко Г. С. Вибропоглощающие свойства конструкционных материалов / Г. Писаренко, А. Яковлев, В. Матвеев. - К: Наук. думка. – 1971. – 375 с.

362 Метод внутреннего трения в металловедческих исследованиях / Под ред. М. С. Блантера, Ю. В. Пигузова. – М: Metallurgia, 1991. – 248 с.

363 Головин С. А. Упругие и демпфирующие свойства конструкционных металлических материалов / С. А. Головин, А. Пушкар, Д. М. Левин. – М: Metallurgia, 1987. – 190 с.

364 Zener C. Internal friction in solids / C. Zener // Proceedings of Physical Society. – 1940. – Vol.52. – P.152 – 166.

365 Phani M. K. Elastic stiffness and damping measurements in titanium alloys using atomic force acoustic microscopy / M. K. Phani, A. Kumar, W. Arnold, K. Samwer // Journal of Alloys and Compounds – 2016. – Vol.676. – P.397 – 406.

366 Carpenter M. A. Anelasticity maps for acoustic dissipation associated with phase transitions in minerals / M. A. Carpenter, Z. Zhang // Geophysical Journal International. – 2011. – Vol.186. – P.279 – 295.

367 Brunet Th. Mechanisms for acoustic absorption in dry and weakly wet granular media / Th. Brunet, X. Jia, P. Mills // Physical Review Letters. – 2008. – V.101. – 138991.

368 Усталостные испытания на высоких частотах нагружения / Под ред. В. А. Кузьменко. – Киев: Наук. думка, 1979. – 336с.

369 Луговской Ю. Ф. Методика усталостных испытаний при изгибе композиционных материалов, полученных электроннолучевым испарением / Ю. Ф. Луговской // Проблемы спец. электрометаллургии. – 1987. – №4. – С.61 – 65.

370 Пат. 90728 UA, МКП (2009) G01N 29/00 Спосіб визначення модуля пружності матеріалів / Вдовиченко О. В.; заявник та патентовласник ІПМ НАН України. – №200801599, заявл. 07.02.2008; опубл. 25.05.2010, Бюл. №10.

371 Айфичер Э. С. Цифровая обработка сигналов: практический подход / Э. С. Айфичер, Б. У. Джервис, 2-е изд.: Пер. с англ. – М.: Вильямс. – 2004. – 992 с.

372 Пат. 108145 UA, МКП (2015.01) G01H 13/00, G01N 29/00. Спосіб контролю 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.

373 Вдовиченко О. В. Експериментальні дослідження нелінійної поведінки пористого оксиду алюмінію в процесі пружних коливань // Наукові нотатки. Інженерна механіка: зб. наук. праць. – Луцьк: ЛДТУ, 2013. – Вип.43. – С.41 – 45.

374. Вдовиченко О. В. Застосування вейвлет - перетворення для контролю якості спікання методом резонансних ультразвукових коливань / О. В. Вдовиченко, О. К. Трощановський // Тез. доп. XII Міжнарод. наук.-техн. конф. «Приладобудування: стан і перспективи», Київ, 23-24 квітня 2013, С.233 – 234.

375 Малла С. Вэйвлеты в обработке сигналов / С. Малла; пер. с англ. Я. М. Жилейкина. – М.: Мир, 2005. – 671 с.

376 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.

377 Пат. 90002 UA, МКП (2009) G01N 29/04, G01H 13/00. Спосіб контролю дефектності матеріалу / 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.

378 Пат. 103716 UA, МКП (2013.01) G01N 29/04, G01H 13/00. Спосіб контролю дефектності матеріалу / Вдовиченко О. В.; заявник та патентовласник Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України. – №а201209288; заявл. 30.07.2012; опубл. 11.11.2013, Бюл. №21.

379 Физическая акустика / Под ред. У. Мэзона. – Т.3Б: Динамика решетки. – М.: Мир, 1968. – 391 с.

380 Bernard S. Resonant ultrasound spectroscopy for viscoelastic characterization of anisotropic attenuative solid materials / S. Bernard, Q. Grimal, P. Laugier // The Journal of the Acoustical Society of America. – 2014. – Vol.135. – P.2601 – 2613.

381 Безымянный Ю. Г. Сравнение динамических методов при определении упругих характеристик различных материалов / Ю. Безымянный, Е. А. Козирацкий, А. Н. Колесников, Л. О. Тесленко // Вісник НТУ «ХП» – 2014. – т.19. – С.15 – 22.

382 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. – Вып.19. – С.100 – 104.

383 Demarest H. H. Cube-resonance method to determine the elastic constants of solids / H. H. Demarest // The Journal of the Acoustical Society of America. – 1971. – Vol.49. – N3. – P.768 – 775.

384 US Patent Application Publication No. US2007/0125174 A1, G01 N13/00. Ultrasonic inspection system and method, Pub. Date 07.06.2007

385 Драчинский А.С. Влияние масштабного фактора на результаты определения механических свойств порошковых материалов / А. Драчинский, А. Е. Кущевский, Ю. Н. Подрезов [и др.] // Порошковая металлургия. – 1983. – №3. – С.88 – 95.

386 Park J. Bioceramics / J. Park, R. S. Lakes. – Springer, 2007. – 561 p.

387 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.25. – №9. – С.1215 – 1226.

388 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.

389 Pinchuk N. D. Making calcium phosphate biomaterials / N. D. Pinchuk, L. Ivanchenko // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2003. – V.42. – P.357 – 371.

390 Иванченко Л. А. Получение и свойства упрочненного стеклофазой гидроксиапатита / Л. А. Иванченко, Т. И. Фальковская, Н. Д. Пинчук [и др.] // Порошковая металлургия. – 2003. – № 1-2. – С.62 – 68.

391 Sych O. Morphology and properties of new porous biocomposites based on biogenic hydroxyapatite and synthetic calcium phosphate / O. Sych, N. Pinchuk, A. Parkhomey, A. Kuda, L. Ivanchenko, V. Skorokhod, O. Vasylykiv, O. Getman, Y. Sakka // *Functional Materials*. – 2007. – Vol.14. – P.430 – 435.

392 Ivanchenko L. A., Pinchuck N. D., Solonyn S. M., Panichkina V. V., Getman O. I., Radchenko P. Ya., Sulyma V. S. // *Abstr. Int. Conf. "Novel technology in powder metallurgy and ceramics"* (Kiev: Ukraine: 2003).

393 Phani K. K. Prediction of ultrasonic wave velocities in sintered materials based on the ultrasonic properties of green or partially sintered compacts / K. K. Phani // *Journal of Materials Science*. – 2008. – Vol.43. – P.1811 – 1817.

394 Truell R. *Ultrasonic methods in solid state physics* / R. Truell, C. Elbaum, B. Chick – New York: Academic Press, 1969. – 464 p.

395 Lakes R. Ultrasonic wave propagation and attenuation in wet bone / R. Lakes, H. S. Yoon, J. L. Katz // *Journal of Biomedical Engineering*. – 1986. – V.8. – P.143 – 148.

396 Mirzaali M. J. Mechanical properties of cortical bone and their relationships with age, gender, composition and microindentation properties in the elderly / M. J. Mirzaali, J. J. Schwiedrzik, S. Thaiwichai [et al.] // *Bone*. – 2016. – Vol.93. – P.196 – 211.

397 Rice R. W. *Ceramic fabrication technology*. – Marcel Dekker, 2003. – 362 p.

398 Panchula M. L. Enhanced: transformation and sintering of transitional alumina through mechanical seeding / M. L. Panchula, J. Y. Ying. // *Nanostructured Materials*, Chow G.M., Noskova N.I. (eds.). – Kluwer, 1998. – P.319 – 333.

399 Kwon S. T. Effect of sintering temperature on the densification of Al_2O_3 / S. Kwon, D. Kim, T. Kang, D. Yoon // *J. Am. Ceram. Soc.* – 1987. – V.70. – P.C69 – C70.

400 De Aza A. H. Crack grows resistance of alumina, zirconia and toughened alumina ceramics for joint prostheses / A. H. De Aza, J. Chevalier, G. Fantozzi [et al.] // *Biomaterials*. – 2002. – Vol.23. – P.937 – 945.

401 *Reactive and calcined aluminas for refractories and ceramics*. Alcoa world chemicals product data. USA/0047-R02/0700, 2000. – P.2.

402 *Union Carbide product datasheet*, 2000.

403 Vdovychenko O. V. Effect of polyethylene glycol content in compacts on structure of porous sintered alumina / O. V. Vdovychenko, M. J. Baumann // *Ceramics, Polish Ceramic Bulletin*. – 2008. – Vol.101. – P.99 – 106.

404 Cameron C. P. Grain-growth transition during sintering of colloiddally prepared alumina powder compacts / C. P. Cameron, R. Raj // *Journal of the American Ceramic Society*. – 1988. – Vol.71. – P.1031 – 1035.

405 Greskovich C. Grain growth in very porous Al_2O_3 compacts / C. Greskovich, K. W. Lay // *Journal of the American Ceramic Society*. – 1972. – Vol.55. – P.142 – 146.

406 Бальшин М. Порошковое металловедение – М: Metallurgy, 1948. – 383 с.

407 Паничкина В. В. Возможности использования дисперсных порошков для получения спеченных высокоплотных материалов / В. В. Паничкина // *Журн. Всесоюз. об-ва им. Д.И. Менделеева*. – 1991. – т.36. – С.170 – 173.

408 Вдовиченко О. В. Вплив макродефектів структури оксиду алюмінію на нелінійність резонансних механічних коливань // *Современные проблемы физического материаловедения*. – К.: Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. – 2012. – Вып.21. – С.89 – 100.

409 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.

410 Kachanov M. Effective moduli of solids with cavities of various shapes / M. Kachanov, I. Tsukrov, B. Shafiro // *Applied Mechanics Review*. – 1994. – Vol.47 (1). – Part2. – P.151 – 174.

411 Phani K. K. Young's modulus of porous brittle solids / K. K. Phani, S. K. Niyogi // *Journal of Materials Science*. – 1987. – Vol.22. – P.257 – 263.

412 Xia W. Percolation properties of random ellipses / W. Xia, M. F. Thorp // *Physical Review A*. – 1988. – Vol.38. – P.2650 – 2656.

413 Вдовиченко О. В. Оцінка дефектності пористого титану неруйнівними ультразвуковими методами / О. В. Вдовиченко, О. О. Мосолаб, В. А. Назаренко // *Электронная микроскопия и прочность материалов*. – К.: Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. – 2009. – Вып.16. – С. 80 – 87.

414 Prokopiev O. Dependence of the mechanical properties of sintered hydroxyapatite on the sintering temperature / O. Prokopiev, I. Sevostianov // *Materials Science and Engineering A*. – 2006. – Vol.431. – P.218 – 227.

415 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 Metal Ceramics*. – 2008. – V.47. – P.366 – 372.

416 Вдовиченко О. В. Дослідження нелінійної пружності пористого оксиду алюмінію резонансними методами / О.В. Вдовиченко, Н.Д. Ткачук // *Электронная микроскопия и прочность материалов*. – К.: Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. – 2013. – Вып.19. – С. 134 – 144.

417 Hirsecorn S. On the universality of nonclassical nonlinear phenomena and their classification / S. Hirsecorn, P. Delsanto // *Appl. Phys. Lett.* - 2004 - V.84 - P.1413 - 1415.

418 Chillara V. K. On some aspects of material behavior relating microstructure and ultrasonic higher harmonic generation / V. K. Chillara, C. J. Lissenden // *International Journal of Engineering Science*. – 2015. – Vol.94. – P.59 – 70.

419 Yost W. T. Anomalous nonlinearity parameters of solids at low acoustic drive amplitudes / W. T. Yost, J. H. Cantrell // *Applied Physics Letters* – 2009 – V.94 – 021905.

420 Смоленцев Н. К. Основы теории вейвлетов. Вейвлеты в MATLAB / Н. К. Смоленцев – Москва: ДМК Пресс, 2005. – 304 с.

421 Korshak B., Solodov I., Ballard E. DC effects, sub-harmonics, stochasticity and “memory” for contact acoustic non-linearity // *Ultrasonics* – 2002. – V.40. – P.707 – 713.

422 Вдовиченко О. В. Явище повільної динаміки в нелінійно-пружних спечених пористих титані та оксиді алюмінію / О. В. Вдовиченко // *Электронная микроскопия и прочность материалов*. – К.: ИПМ НАН Украины, 2017. – Вып.23. – С.43 – 52.

423 Зайцев В. Ю. Взаимодействие акустических волн с трещинами: упругие и неупругие механизмы нелинейности с различными временными масштабами / В. Ю. Зайцев, В. Э. Гусев [и др.] // *Акустический журнал*. – 2005. – т.51. – С.80 – 91.

424 Коробов А. И. Влияние медленной динамики на упругие свойства материалов с остаточными и сдвиговыми деформациями / А. Коробов, Н. И. Одина, Д. М. Мехедов // *Акустический журнал*. – 2013. – т.59. – №4. – С.438 – 444.

425 Reynolds O. On the dilatancy of media composed of rigid particles in contact / O. Reynolds // *Philosophical Magazine*. – 1885. – S.5. – Vol.20. – No.127. – P.469 – 481.

426 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.

427 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.

428 Rodney D. Reversible dilatancy in entangled single-wire materials / D. Rodney, B. Gadot, O. R. Martinez, S. R. du Roscoat, L. Orgéas // *Nature Materials*. – 2016. – Vol.15. – P.72 – 77.

429 Goddard J. D. Nonlinear elasticity and pressure-dependent wave speeds in granular media / J. D. Goddard // *Proceedings of the Royal Society of London Ser. A* – 1990. – Vol.430. – P.105 – 131.

430 Новацкий В. К. Волновые задачи теории пластичности. / В. К. Новацкий. – М.: Мир, 1978. – 310с.

431 Вдовиченко А. В. Распространение ультразвуковой волны в стержне из нелинейно-упругого материала / А. В. Вдовиченко // *Современные проблемы физического материаловедения.* – К.: ИПМ НАН Украины, 2005. – С.183 – 189.

432 Золоторевский В. С. Механические свойства металлов. / В. Золоторевский. – М.: Металлургия, 1983. – 352 с.

433 Работнов Ю. Н. Механика деформируемого твердого тела. / Ю. Н. Работнов. – М.: Наука, 1979. – 744 с.

434 Ананьев И. В. Динамика конструкций летательных аппаратов. / И. В. Ананьев, Н. М. Колбин, Н.Серебрянский – М.: Машиностроение, 1972. – 416 с.

435 Вдовиченко О. В. Моделювання пружної поведінки пористих порошкових матеріалів за різних схем деформування / О.В. Вдовиченко, А.В. Кузьмов,

ОГ. Кіркова, М.Б. Штерн // Современные проблемы физического материаловедения: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2016. – Вып.25. – С.85 – 90.

436 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.

437 Kachanov M. Explicit cross-property correlation for porous materials with anisotropic microstructures / M. Kachanov, I. Sevostianov, B. Shafiro // Journal of the Mechanics and Physics of Solids. – 2001. - Vol 49. – P. 1 – 25.

438 Кристенсен Р. Введение в механику композитов. – М: Мир. – 1982. – 396 с.

439 Бахвалов Н. С. Осреднение процессов в периодических средах. / Н. С. Бахвалов, Г. П. Панасенко. – М.: Наука, 1984. – 352 с.

440 Hashin Z. The elastic moduli of fiber-reinforced materials / Z. Hashin, B. W. Rosen // Journal of Applied Mechanics. – 1964. – Vol. 31. – P. 223.

441 Li D. The properties of copper foams with negative Poisson's ratio via resonant ultrasound spectroscopy / D. Li, L. Dong, R. S. Lakes // Physica Status Solidi B. – 2013. – Vol.250. – P. 1983–1987.

442 Saxena K. K. Three decades of auxetics research - materials with negative Poisson's ratio: a review / K. K. Saxena, R. Das, E. P. Calius // Advanced Engineering Materials. – 2016. – Vol.18. – P.1847-1870.

443 Вдовиченко А. В. Распространение ультразвуковой волны в стержне из нелинейно-упругого материала / А. В. Вдовиченко // Современные проблемы физического материаловедения. – К.: ИПМ НАН Украины, 2005, С.183 – 189.

444 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.

445 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”, *EMRS 2008 Fall Meeting* Warsaw, Poland, Sept. 15 – 19, 2008. – P.70 – 75.

446 Вдовиченко О. В. Особливості поширення поздовжньої пружної хвилі в матеріалах, що містять дефекти: одновимірна модель / О. В. Вдовиченко, В. В. Скороход, М. Б. Штерн // Наукові нотатки. – Луцьк, 2007. – Вип.20. – С.73 –76.

447 Штерн М. Б. Моделирование упругого поведения порошковых материалов при наличии объемных и плоских пор / М. Б. Штерн, А. В. Кузьмов, Е. Г. Фролова, А. В. Вдовиченко // Математические модели и вычислительный эксперимент в материаловедении: сб. науч труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2005 – Вып.7 – С.11–16.

448 Скороход В. В. Исследование свойств спеченных материалов методом ультразвуковых колебаний / В. В. Скороход, М. Я. Куцер, Г. Р. Фридман // Порошковая металлургия. – Минск: Выш. школа, 1977. – Вып.1. – С.107 – 122.

449 Вдовиченко А. В. Усталостное разрушение прокатанных высокопористых материалов из медного волокна при резонансных изгибных колебаниях / А. В. Вдовиченко, Ю. Ф. Луговской, В. А. Назаренко // Порошковая металлургия. – 1991. – №1 – С. 96 – 99.

450 Аналитические возможности метода внутреннего трения // Под. ред. Ф. Н. Тавадзе, В. С. Постникова и Л. К. Гордиенко. - М.: Наука, 1973. – 196 с.

451 Nazarenko V. A. Study of physical properties of green and partly sintered porous titanium / V. A. Nazarenko, G. O. Meshkova, O. V. Vdovychenko // Abstract of International Conference “HighMatTech-2007”, Kyiv, Ukraine, 2007. – P.219.

452 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 – V.47 – P.538–545.

453 Podrezov Y.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 [et al.] // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2009. – Vol.48. – №3/4. – P.201 – 210.

454 Румшицкий Л. З. Математическая обработка результатов эксперимента / Л. З. Румшицкий – М.: Наука, 1971. – 192с.

455 Вдовиченко О. В. Динамічна пружність і здатність до демпфування спечених титанових пресовок / О. В. Вдовиченко // Современные проблемы физического материаловедения. – 2009. – Вып.18. – С.131 – 136.

456 Вдовиченко О. В. Дослідження процесів консолідації пористого порошкового титану за результатами вимірювань параметрів резонансних коливань // Современные проблемы физического материаловедения – 2013 – В.22. – С.87 – 93.

457 Dong X. N. The dependence of transversely isotropic elasticity of human femoral cortical bone on porosity / X. N. Dong, X. E. Guo // Journal of Biomechanics. – 2004 – Vol.37. – P.1281–1287.

458 Pithioux M. An alternative ultrasonic method for measuring the elastic properties / M. Pithioux, P. Lasaygues, P. Chabrand // J. Biomech.. – 2002. – Vol.35. – P.961 – 968.

459 Delsanto P. P. Modeling nonclassical nonlinearity, conditioning, and slow dynamics effects in mesoscopic elastic materials / P. P. Delsanto, M. Scalerandi // Physical Review B. – 2003. – Vol.68. – 064107.

460 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.

461 Воропаев В. С. Влияние степени деформации на формирование микроструктуры композита из порошков быстрозакристаллизованного 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.

462 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.

463 Супруненко М. О. Ідентифікація дефектів структури композитів Al-SiC методами акустичної резонансної спектроскопії / М. Супруненко, О.В. Вдовиченко, А.Г. Протасов // Методи та прилади контролю якості. – 2006. – №17. – С.12 – 14.

464 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 [et al.] // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2018. – Vol.57. – Iss.5-6. – P.257 – 264.

465 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 [et al.] // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2019. – Vol.57. – Iss.9-10. – P.499 – 505.

466 Li P. Effect of SiC_p volume fraction on the microstructure and tensile properties of SiC_p/2024 Al-based composites prepared by powder thixoforming / P. Li, T. Chen // Journal of Materials Research. – 2016. – Vol.31. – P.2850 – 2862.

467 Ogel B. Microstructural characterization and tensile properties of hot pressed Al–SiC composites prepared from pure Al and Cu powders / B. Ogel, R. Gurbuz // Material Science and Engineering A. – 2001. – Vol.301. – P.213 – 220.

468 Slipenyuk A. The effect of matrix to reinforcement particle size ratio (PSR) on the microstructure and mechanical properties of a P/M processed AlCuMn/SiC_p MMC / A. Slipenyuk, V. Kuprin, Yu. Milman [et al.] // Material Science and Engineering A. – 2004. – Vol.381. – P.165 – 170.

469 Mortensen A. Metal matrix composites / A. Mortensen, J. Llorca // Annual Review of Materials Research. – 2010. – Vol.40. – P.243 – 270.

470 Huang L. J. Microstructurally inhomogeneous composites: Is a homogeneous reinforcement distribution optimal? / L. J. Huang, L. Geng, H.-X. Peng // Progress in Material Science. – 2015. – Vol.71. – P.93 – 168.

471 Алюминий: свойства и физическое металловедение / Под ред. Дж. Е. Хэтча. – М.: Металлургия, 1989. – 422 с.

472 Kusy R. P. Influence of particle size ratio on continuity of aggregates / R. P. Kusy // Journal of Applied Physics. – 1977. – Vol.48. – P.5301 – 5305.

473 Gür C.H. Non-destructive microstructural characterization of aluminum matrix composites by ultrasonic techniques / C. H. Gür, B. Ogel // *Materials Characterization*. – 2001. – Vol.47. – P.227 – 233.

474 Kumar S. S. Elastic modulus of Al–Si/SiC metal matrix composites as a function of volume fraction / S. S. Kumar, V. S. Bai, K. V. Rajkumar [et al.] // *Journal of Physics D: Applied Physics*. – 2009. – V.42. – 175504.

475 Wakashima K. Mean-field micromechanics model and its application to the analysis of thermomechanical behaviour of composite materials / K. Wakashima, H. Tsukamoto // *Materials Science and Engineering A*. – 1991. – Vol.146. – P.291 – 316.

476 Kang C.-S. Dynamic Young's modulus and internal friction in particulate SiC/Al composites / C.-S. Kang, K. Maeda, K.-J. Wang, K. Wakashima // *Acta Materialia* – 1998. – Vol.46. – P.1209 – 1220.

477 Rice R.W. Comparison of stress concentration versus minimum solid area based mechanical property – porosity relations // *Journal of Material Science*. – 1993. – Vol.28. – P.2187 – 2190.

478 Boccaccini D. N. Dependence of ultrasonic velocity on porosity and pore shape in sintered materials / D. N. Boccaccini, A. R. Boccaccini // *Journal of Nondestructive Evaluation*. – 1997. – Vol.16. – P.187 – 192.

479 Gadzira M. Solid solution of carbon in β -SiC / M.Gadzira, G. Gnesin, O. Mykhaylyk [et al.] // *Materials Letters*. – 1998. – Vol.35. – P.277 – 282.

480 Mykhaylyk O. O. Arrangement of C atoms in the SiC-C solid solution / O. O. Mykhaylyk, M. P. Gadzira // *Acta Cryst. B* – 1999. – Vol.55. – P.297 – 305.

481 Slipenyuk A. Properties of P/M processed particle reinforced metal matrix composites specified by reinforcement concentration and matrix-to-reinforcement particle size ratio / A. Slipenyuk, V. Kuprin, Yu. Milman [et al.] // *Acta Materialia*. – 2006. – Vol.54. – P.157 – 166.

483 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.

484 Романів О. М. Вплив експлуатаційної пошкодженості паропровідної сталі 12Х1МФ на характеристики її тріщиностійкості / О. М. Романів, Г. М. Никифорчин, О. Студент [та ін.] // Фізико-хімічна механіка матеріалів – 1998. – № 1. – С. 101–104.

485 Dzioba I. Failure assessment analysis of pipelines for heat and power generating plants according to the SINTAP procedures // International Journal of Pressure Vessels and Piping. – 2005. – Vol.82. – P. 787–796.

486 Dobrzanski J. The classification method and the technical condition evaluation of the critical elements' material of power boilers in creep service made from the 12Cr–1Mo–V // Journal of Materials Processing Technology. – 2005. – V.164. – P. 785–794.

487 Никифорчин Г. М. Оцінювання впливу зупинок технологічного процесу на зміну технічного стану металу головних парогонів ТЕС / Г. Никифорчин О. Студент, Г. Кречковська, А. Марков // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2010. – №2. – С. 42-54.

488 Xiang Y. Thermal degradation evaluation of HP40Nb alloy steel after long term service using a nonlinear ultrasonic technique / Y. Xiang, M. Deng, F.-Z. Xuan // Journal of Nondestructive Evaluation. – 2014. – Vol.33. – P.279 – 287.

489 Сырейщикова В.И. Исследование карбидных превращений при жаропрочных испытаниях сталей 12Х1МФ и 15Х1М1Ф / В.И. Сырейщикова, Г.Д. Сулопаров // Физика металлов и металловедение. – 1967. – №2. – С.369 – 371.

490 Геминев В.Н. Изменение механических свойств и структуры стали 12Х1МФ при термомеханической усталости / В.Н. Геминев, А.И. Иванов, Ю.М. Береснев, Я. Гинстлер // Проблемы. прочности – 1981. – №11. – С.15-19.

491 Nykyforchyn H. Effect of the long-term service of the gas pipeline on the properties of the ferrite–pearlite steel / H. Nykyforchyn, E. Lunarska, O. Tsyurulnyk [et al.] // Mater. Corr. – 2009. – Vol.60. – P. 716-725.

492 Трощенко В. Т. Сопротивление усталости металлов и сплавов. Справочник / В. Т. Трощенко, Л. А. Сосновский – К.: Наук. думка, 1987. – 506 с.

493 Писаренко Г.С. Влияние ползучести, старения и восстановительной термообработки на амплитуднозависимое внутреннее трение в сталях 12Х1МФ и 15Х1М1Ф / Г.С. Писаренко, П.А. Антикайн, Л.И. Рябова, Б.С. Шульгинов // Проблемы прочности – 1973. – №1. – С.36-39.

494 Yin F. Thermodynamic modelling of the Ti–Sn system and calculation of the Co–Ti–Sn system / F. Yin, J. Tedenac, F. Gascoin // *Calphad* – 2007. – V.31 - P.370-379.

495 Вдовиченко А. В. Высокодемпфирующее интерметаллическое соединение Ti_3Sn / А. В. Вдовиченко, М. В. Буланова, Ю. В. Фартушная, А. А. Щерецкий // *Доповіді НАНУ*. – 2010. – №8. – С.99 – 104.

496 Vdovychenko O. Mechanical behavior of homogeneous and nearly homogeneous Ti_3Sn : Role of composition and microstructure / O. Vdovychenko, O. Ivanova, Y. Podrezov, M. Bulanova, I. Fartushna // *Materials and Design* – 2017 - V.125. - P.26-34.

497 Wong C.R. Low-frequency damping and ultrasonic attenuation in Ti_3Sn -based alloys / C. Wong, R. Fleischer // *Journal of Material Research* - 1994 - V.9 – P.1441-1448.

498 Окунь И. Ю. Аномальная пластичность в интерметаллиде Ti_3Sn / И. Окунь, А.В. Котко, С. А. Фирстов [и др.] // *Электронная микроскопия и прочность материалов: сб. науч. труд.* – К.: ИПМ НАН Украины, 2007. – Вып.17. – С. 12-19.

499 Vdovychenko O.V. Dynamic mechanical behavior of intermetallic Ti_3Sn / O.V. Vdovychenko, M.V. Bulanova, Yu.V. Fartushna, A.A. Shcheretsky // *Scripta Materialia*. – 2010. – Vol.62 – P.758-761.

500 Ivanova O.M. In situ X-ray diffraction study of the phase transformation in the non-stoichiometric intermetallic compound Ti_3Sn / O. Ivanova, M. Karpets, A.R. Yavari [et al.] // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2014. – Vol.582. – P.360-363.

501 Вдовиченко О.В. Дослідження механічної поведінки інтерметаліду Ti_3Sn в області гомогенності // О.В. Вдовиченко, Ю.М. Подрезов, М.В. Буланова, Ю.В. Фартушна // *Современные проблемы физического материаловедения: сб. науч. труд.* – К.: ИПМ НАН Украины, 2013. – Вып.22. – С.81 – 86.

502 Ren X. Origin of rubber-like behaviour in metal alloys / X. Ren, K. Otsuka // *Nature*. – 1997. – Vol.389. – P.579-582.

503 Ren X. Universal symmetry property of point defects in crystals / X. Ren, K. Otsuka // *Physical Review Letters*. – 2000. – Vol.85. – P.1016 – 1019.

504 Liu Y. On the damping behaviour of NiTi shape memory alloy / Y. Liu, J. van Humbeeck // *Journal de Physique IV*. – 1997. - Vol.7. – С.5. – P.519–524.

505 Sugimoto K. Effect of composition on the internal friction and Young's modulus in γ -phase Mn-Cu alloys / K. Sugimoto, T. Mori, S. Shiode // Metal Science Journal. – 1973. – Vol.7. – P.103 – 108.

506 Blanter M.S. Internal friction in metallic materials / M.S. Blanter, I.S. Golovin, H. Neuhäuser, H.-R. Sinning – Berlin: Springer, 2007. – 539 p.

507 Делорме Дж. Ф. Неупругость и мартенситное превращение / Делорме Дж., Гобин П.Ф. // Аналитические возможности метода внутреннего трения. – М.: Наука, 1973. – С.145 – 158.



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **82678** (13) **C2**
 (51) МПК (2006)
G01N 29/04
G01N 13/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
 І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
 ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
 ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ КОНТРОЛЮ ДЕФЕКТНОСТІ МАТЕРІАЛІВ

1

(21) a200503968
 (22) 26.04.2005
 (24) 12.05.2008
 (46) 12.05.2008, Бюл. № 9, 2008 р.
 (72) ВДОВИЧЕНКО ОЛЕКСАНДР ВАСИЛЬОВИЧ,
 UA
 (73) ІНСТИТУТ ПРОБЛЕМ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА
 ІМ. І.М. ФРАНЦЕВИЧА НАН УКРАЇНИ, UA
 (56) Роман О.В., Скориходов В.В., Фридман Г.Р.
 Ультразвуковой и резистометрический контроль в
 порошковой металлургии. Минск:Высшая школа,
 1989 - 182с.
 SU 1770889 від 23.10.1992
 SU 648902 від 28.02.1979
 SU 819709 від 17.04.1981
 SU 1019312 від 23.05.1983

2

SU 1392494 від 30.04.1986
 RU 2245543 від 27.01.2005
 US 5257544 від 02.11.1993
 US 2003/0167845 від 11.09.2003
 (57) Спосіб контролю дефектності матеріалів, який
 полягає в тому, що в контрольованому виробі або
 в зразку із досліджуваного матеріалу збуджують
 резонансні механічні коливання і вимірюють різни-
 цю частот резонансів, який відрізняється тим, що
 резонансні частоти визначають при декількох ам-
 плітудах збудження зразка, одна з котрих є міні-
 мальною, яку можливо зареєструвати, і визнача-
 ють похідну від функції залежності резонансної
 частоти по амплітуді максимальних відносних де-
 формацій зразка, а за значеннями похідної прова-
 дять оцінку дефектності матеріалу.

Вінахід стосується контролю дефектності ма-
 теріалів, в тому числі пористих та композитних, що
 вироблені за порошковими технологіями, і може
 бути використаний для діагностики дефектності
 будь-якого твердого тіла за параметрами його
 коливань. В порошковій металургії та машинобу-
 дуванні при неруйнівному контролі якості спікання
 (консолідації) і дефектності виробів застосовують
 способи, що дозволяють контролювати вироби за
 параметрами їх механічних коливань.

Відомий спосіб контролю дефектності, що по-
 лягає у визначенні швидкості поширення ультра-
 звукової хвилі, у тому числі за резонансною часто-
 тою відповідної моди коливань [Бергман Л.
 Ультразвук и его применение в науке и технике. -
 Москва: Иностран. лит., 1957.-726с.]. Спосіб включає
 вимір геометричних розмірів зразків простої фор-
 ми, довжина котрих більше за лінійні розміри по-
 перечного перерізу і вимір резонансної частоти. За
 цими даними визначають швидкості поширення
 пружних хвиль формулами теорії пружності. Для
 поздовжніх коливань стержневого зразка розраху-
 нкове співвідношення має вигляд

$$C_1 = 2 \cdot l \cdot f_n \cdot n^{-1}$$

де C_1 - швидкість поширення пружної хвилі в
 стержні, l - довжина зразка, f_n - частота n -ї моди
 резонансних поздовжніх коливань. Висновок про
 наявність в матеріалах дефектів роблять за ре-
 зультатами порівняння визначених величин з ві-
 домими із довідників характеристиками відповід-
 них матеріалів, що не містять дефектів.

Однак, для матеріалів, що містять пори, відо-
 мий спосіб не дає можливості встановити характер
 дефекту, тобто чи є цей дефект порою, чи тріщи-
 ноподібним дефектом, що в деяких випадках і є
 метою контролю якості. При виготовленні таких
 виробів, як фільтри, електроди, капілярно-пористі
 матеріали тощо потрібно забезпечити певну пори-
 стість матеріалу і одночасно створити якісні конта-
 кти між частинками порошку, тобто досягти стану,
 коли між елементами мікроструктури в області
 контактів встановляться такі самі зв'язки, як і в
 об'ємі матеріалу порошку, і таким чином надати
 виробам потрібних механічних властивостей (пру-
 жності, міцності, тріщиностійкості).

Відомий, також, спосіб [Роман О.В., Скориход
 В.В., Фридман Г.Р. Ультразвуковой и резистомет-
 рический контроль в порошковой металлургии.
 Минск: Высшэйшая школа, 1989.-182с.] згідно з

(19) UA (11) 82678 (13) C2

яким додатково визначають пористість матеріалу за формулою

$$\theta = 1 - \rho / \rho_0$$

де ρ - виміряна густина пористого матеріалу, а під ρ_0 розуміють густину матеріалу, що не містить пор. Наявність недосконалих контактів визначають порівнянням експериментальних значень характеристик пружності (швидкостей поширення пружної хвилі, модулів пружності) зі значеннями, розрахованими за теоретичними залежностями характеристик пружності від пористості. В разі виявлення певних відхилень експериментальне визначення характеристик від теоретичних вважають матеріал дефектним.

Проте характеристики пружності, а відтак і резонансні частоти зразка, чутливі як до густини матеріалу, так і до структурних характеристик (просторова форма фаз, їх орієнтація відносно напрямку поширення пружної хвилі тощо). Тому існуючі теоретичні співвідношення, що їх виведено при різних припущеннях щодо структури пористих матеріалів, дають лише досить широкий діапазон можливих значень характеристик пружності в залежності від пористості. Існуючі ж емпіричні залежності справедливі лише для окремих матеріалів і чутливі до технології виготовлення. Тобто, недоліком цього методу є невисока точність визначення характеристик консолідації (якості контактів між частками або фазами), що пов'язані з властивостями міцності і тріщиностійкості виробів, одержаних за порошковими технологіями. Також відомому способу властива низька продуктивність праці, оскільки індивідуальне визначення пористості (густини) матеріалу після кожної операції при поопераційному контролі є трудомісткою задачею.

Таким чином, вимірювання лише лінійних характеристик не дає змоги розділити матеріали з різними нелінійними характеристиками деформування.

Відомий, також, спосіб визначення механічних характеристик виробів [а.с. №1770889 ССРСР, кл. G01N29/00, опубл. 23.10.1992, Бюл.№39], що за технічною суттю найбільш близький до рішення, що заявляється. Відомий спосіб полягає в тому, що вимірюють частоту резонансних коливань при малій амплітуді коливань, змінюють не менш ніж вдвічі амплітуду резонансних коливань, вимірюють при цьому частоту другого резонансу, визначають різницю частот першого і другого резонансів і використовують її при побудові градуировочної залежності і визначенні механічних характеристик виробів.

Однак, відомому способу притаманна низька точність контролю дефектності зразків матеріалів, які мають різні геометричні розміри і різні мікро- та мезоструктурні параметри, а відтак характеристики пружності. Зокрема, лінійна усадка при спіканні виробів з порошків може сягати 15% і більше, а модуль Юнга може зростати в декілька раз. Це спричиняє похибку при визначенні дефектності зразка, оскільки однаковим змінам амплітуди коливань зразка на різних стадіях виготовлення будуть відповідати різні зміни максимальних віднос-

них деформацій, які виникають в зразку при коливаннях.

В основу винаходу "Спосіб контролю дефектності матеріалів" покладена задача створити такий спосіб визначення дефектності матеріалів, зокрема пористих порошкових та композитних матеріалів, який би дозволив підвищити точність і продуктивність контролю дефектності виробів або зразків матеріалів, що мають різну структуру і геометричні розміри, та їх механічних властивостей за результатами виміру нелінійних резонансних характеристик.

Поставлена задача вирішується шляхом збудження у виробі або зразку матеріалу резонансних коливань певної моди і визначенні резонансних частот цих коливань при декількох амплітудах збудження зразка, одна з котрих є мінімальною, яку можливо зареєструвати, і визначення похідної від функції залежності резонансної частоти по амплітуді максимальних відносних деформацій зразка.

За резонансними частотами коливань, що визначені при декількох амплітудах, встановлюють вигляд функції зміни частоти резонансних коливань зразка. За критерій дефектності беруть значення похідної від визначеної функції по амплітуді максимальних відносних циклічних деформацій.

Вказана відмінність призводить до підвищення точності визначення дефектності матеріалу (виробу), що контролюється та оцінки його механічних характеристик, оскільки визначається зміна частоти резонансних коливань в залежності від відносної деформації зразка, на відміну від зміни частоти резонансних коливань при зміні амплітуди коливань на певну величину. Це дозволяє зменшити похибку при діагностуванні дефектності і фізико-механічних характеристик зразків або виробів, лінійні розміри та фізичні властивості яких істотно відрізняються, оскільки дозволяє порівнювати нелінійні резонансні характеристики, виміряні при зміні амплітуди коливань зразка на різні величини. Внаслідок високого рівня розсіювання енергії, амплітуда резонансної кривої зразків матеріалів зі слабкими міжфазними контактами є суттєво меншою за таку резонансного відгуку бездефектного зразка при його збудженні тим самим сигналом. Спосіб, що пропонується, дає можливість контролю на тому самому обладнанні зразків та виробів з суттєво різними характеристиками без небезпеки їх руйнування сигналом збудження, що важливо при контролі виробів або зразків, які змінюють свою структуру та властивості, під час їх виготовлення.

Запропонований спосіб контролю дефектності матеріалу реалізується наступним чином:

- в зразку з досліджуваного матеріалу збуджують коливання,
- вимірюють частоту резонансу однієї з мод коливань при мінімальному сигналі збудження, при якому можна впевнено зареєструвати резонанс,
- збільшують амплітуду сигналу збудження зразка декілька раз і вимірюють резонансні частоти тієї ж моди коливань зразка при цих амплітудах збудження,

- одночасно вимірюють амплітуду коливань зразка і визначають амплітуду максимальних деформацій зразка при коливаннях на резонансній частоті,

- за результатами вимірів визначають похідну від функції резонансної частоти по деформації зразка.

Приклад реалізації запропонованого способу. Виміри проводили на зразках, виготовлених з порошку конструкційного заліза ПЖЗМ2, спечених при різних температурах. Зразки мали вигляд стержнів довжиною 38... 43мм, шириною ~10мм і товщиною ~5мм. Зразок затискували одним кінцем в пристрій, який було закріплено на вібростенді ВЭДС-200, і збуджували в зразку резонансні попе-

речні коливання по першій моді. Амплітуду коливань зразка регулювали зміною сигналу збудження, що подавався на вібратор. Частоту резонансних коливань при різних сигналах збудження вимірювали за допомогою вимірювача частоти, а амплітуду - за допомогою мікроскопу. Також вимірювали за відомим способом різницю резонансних частот Δf при збільшенні амплітуди коливань зразка в два рази. Результати вимірів, а також випробовувань на тріщиностійкість при температурі -196°C наведено в таблиці. Крім того, в таблиці за даними фрактографічних досліджень наведена частка, яку складають поверхні міжчасткового руйнування від загальної площі зламу зразка.

Таблиця

Зразок	Спосіб, що пропонується	Відомий спосіб	Коефіцієнт тріщиностійкості K_{Ic} , МПа м ^{1/2}	Частка міжчасткового руйнування в зламі λ , %
	$\Delta f / \Delta \epsilon \cdot 10^{-4}$	Δf , Гц		
1	25,0	25	5	100
2	20,7	16	8	100
3	9,5	11	22	20
4	7,3	5	35	10
5	7,7	8	28	0

З наведених даних видно, що характеристика, яка визначається за способом, що пропонується, більш точно відповідає характеристикам руйнування зразка, ніж відомий спосіб. За способом, що пропонується, з достатнім ступенем точності можна оцінювати дефектність виробу і його характеристики руйнування, а саме коефіцієнт тріщиностійкості K_{Ic} і частку міжчасткового руйнування в зламі зразка λ , що характеризує якість міжчасткових контактів, що формуються в процесі спікання. Враховуючи, що застосування способу, що пропонується, планується при контролі дефектності та якості спікання деталей, що їх виготовляють методами порошкової металургії, при порівнянні з ві-

домим способом він забезпечує такі переваги: підвищення достовірності контролю якості спікання виробів, що характеризується тріщиностійкістю виробів і часткою міжчасткового руйнування неруйнівними методами, і, як наслідок, зменшення кількості пропущених дефектних деталей при контролі і зменшення кількості відмов виробів в процесі експлуатації.

Спосіб може бути застосовано в порошковій металургії, машинобудуванні для діагностики дефектності будь-якого твердого тіла, при неруйнівному контролі якості спікання і дефектності виробів або, - в лабораторних умовах, - зразків.



УКРАЇНА

(19) UA (11) 90002 (13) C2
 (51) МПК (2009)
 G01N 29/04
 G01N 13/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
 І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
 ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
 ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ КОНТРОЛЮ ДЕФЕКТНОСТІ МАТЕРІАЛУ

1

(21) а200801598
 (22) 07.02.2008
 (24) 25.03.2010
 (46) 25.03.2010, Бюл.№ 6, 2010 р.
 (72) ВДОВИЧЕНКО ОЛЕКСАНДР ВАСИЛЬОВИЧ
 (73) ІНСТИТУТ ПРОБЛЕМ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА
 ІМ. І.М.ФРАНЦЕВИЧА НАН УКРАЇНИ
 (56) SU 1772726 A1; 30.12.1992
 UA 82678 C2; 12.05.2008
 SU 1552091 A1; 23.03.1990
 SU 1770889 A1; 23.10.1992
 RU 2245543 C2; 27.01.2005
 SU 819709; 07.04.1981
 SU 648902; 25.02.1979
 US 6330827 B1; 18.12.2001

2

JP 4323553; 12.12.1992
 US 5257544; 02.11.1993
 (57) Спосіб контролю дефектності матеріалу, який полягає в тому, що в контрольованому зразку або виробі із досліджуваного матеріалу збуджують вимушені механічні коливання в області резонансу, знімають амплітудно-частотну характеристику, вимірюють частоту резонансу f_0 , вимірюють частоти f_1 і f_2 , а дефектність матеріалу визначають за симетрією f_1 і f_2 відносно f_0 , який відрізняється тим, що додатково вимірюють амплітуду коливань зразка в умовах резонансу, а частоти f_1 і f_2 вимірюють при амплітуді коливань, що становить половину резонансної амплітуди коливань.

Винахід стосується контролю дефектності матеріалів, в тому числі пористих та композитних, що вироблені за порошковими технологіями, і може бути використаний для діагностики дефектності будь-якого твердого тіла за параметрами його коливань.

В порошковій металургії та машинобудуванні при неруйнівному контролі якості спікання (консолідації) і дефектності виробів застосовують способи, що дозволяють контролювати вироби за параметрами їх механічних коливань.

Відомий спосіб контролю дефектності, що полягає у визначенні швидкості поширення ультразвукової хвилі, у тому числі за резонансною частотою відповідної моди коливань [Бергман Л. Ультразвук и его применение в науке и технике. - Москва: Иностран. лит., 1957. - 726с.]. Спосіб включає вимір геометричних розмірів зразків простої форми, довжина котрих більше за лінійні розміри поперечного перерізу і вимір резонансної частоти. За цими даними визначають швидкості поширення пружних хвиль за формулами теорії пружності. Для поздовжніх коливань стрижневого зразка розрахункове співвідношення має вигляд

$$C_1 = 2 \cdot l \cdot f_n \cdot n^2$$

де C_1 - швидкість поширення пружної хвилі в стрижні, l - довжина зразка, f_n - частота n -ї моди резонансних поздовжніх коливань. Висновок про наявність в матеріалах дефектів роблять за результатами порівняння визначених величин з відомими із довідників характеристиками відповідних матеріалів, що не містять дефектів.

Однак, для матеріалів, що містять пори, відомий спосіб не дає можливості встановити характер дефекту, тобто чи є цей дефект порою, чи тріщиноподібним дефектом, що в деяких випадках і є метою контролю якості. При виготовленні таких виробів, як фільтри, електроди, імплантати тощо потрібно забезпечити певну пористість матеріалу і одночасно створити якісні контакти між частинками порошку, тобто досягти стану, коли між елементами мікроструктури в області контактів встановляться такі самі зв'язки, як і в об'ємі матеріалу порошку, і таким чином надати виробам потрібних механічних властивостей (пружності, міцності, тріщиностійкості).

Відомий, також, спосіб [Роман О.В., Скороход В.В., Фридман Г.Р. Ультразвуковой и резистометрический контроль в порошковой металлургии. Минск: Вышэйшая школа, 1989. - 182с.] згідно з яким додатково визначають пористість матеріалу за формулою

(19) UA (11) 90002 (13) C2

$$\theta = 1 - \rho / \rho_0,$$

де ρ - виміряна густина пористого матеріалу, а під ρ_0 розуміють густину матеріалу, що не містить пор. Наявність недосконалих контактів визначають порівнянням експериментальних значень характеристик пружності (швидкостей поширення пружної хвилі, модулів пружності) зі значеннями, розрахованими за теоретичними залежностями характеристик пружності від пористості. В разі виявлення певних відхилень експериментально визначених характеристик від теоретичних вважають матеріал дефектним.

Проте характеристики пружності, а відтак і резонансні частоти зразка, залежать як від густини матеріалу, так і від структурних характеристик (просторова форма фаз, їх орієнтація відносно напрямку поширення пружної хвилі тощо). Тому існуючі теоретичні співвідношення, що їх виведено при різних припущеннях щодо структури пористих матеріалів, дають лише досить широкий діапазон можливих значень характеристик пружності в залежності від пористості. Існуючі ж емпіричні залежності справедливі лише для окремих матеріалів, виготовлених за певними технологіями. Тобто, недоліком цього методу є невисока точність визначення характеристик консолідації (якості контактів між частками або фазами), що пов'язані з властивостями міцності і тріщиностійкості виробів, одержаних за порошковими технологіями. Також відомому способу властива низька продуктивність праці, оскільки індивідуальне визначення пористості (густини) матеріалу після кожної операції при поопераційному контролі є трудомісткою задачею.

Таким чином, вимірювання лише лінійних характеристик не дає змоги розділити матеріали з різними нелінійними характеристиками деформування.

Відомий, також, спосіб контролю дефектності виробу [а.с. №1772726 СРСР; кл. G01N29/00; опубл. 30.10.1992, Бюл. №40], що за технічною суттю найбільш близький до рішення, що заявляється. Відомий спосіб полягає в тому, що в виробі збуджують вимушені коливання в області резонансу, знімають амплітудно-частотну характеристику (АЧХ), вимірюють величини до резонансної f_1 та післярезонансної f_2 частот, за яких амплітуда коливань досягає заданого рівня, вимірюють при цьому частоту резонансу, а про дефектність роблять висновок за симетрією f_1 та f_2 відносно резонансної частоти f_0 .

Однак, відомому способу притаманна низька точність контролю дефектності зразків матеріалів, геометричні розміри і мікро- та мезоструктурні параметри, а відтак характеристики пружності яких змінюються в процесі виготовлення. Зокрема, модулів Юнга при спіканні виробів з порошків може зростати в декілька раз. При цьому амплітуда коливань зразка може зростати в десятки раз при тих самих параметрах сигналу збудження. Це спричиняє похибку при визначенні дефектності зразка відомим способом, а в деяких випадках робить неможливим визначення зміни дефектності, наприклад, в процесі спікання. Похибка викликана тим, що, внаслідок несиметричності АЧХ,

несиметричність f_1 та f_2 відносно резонансної частоти зразка (деталі) f_0 залежить для тієї ж кривої від амплітуди, на якому цю несиметричність визначають, а також від параметрів сигналу збудження.

В основу винаходу "Спосіб контролю дефектності матеріалу" покладена задача створити такий спосіб визначення дефектності матеріалів, зокрема пористих порошкових та композитних матеріалів, який би дозволив підвищити точність контролю дефектності виробів або зразків матеріалів, що мають різну структуру і геометричні розміри, та їх механічних властивостей за результатами виміру нелінійних резонансних характеристик.

Поставлена задача вирішується тим, що в контрольованому зразку із досліджуваного матеріалу збуджують вимушені механічні коливання в області резонансу, знімають амплітудно-частотну характеристику, вимірюють частоту резонансу f_0 , вимірюють величини дорезонансної частоти f_1 і післярезонансної частоти f_2 , а дефектність матеріалу визначають за симетрією f_1 і f_2 відносно f_0 , причому додатково вимірюють амплітуду коливань зразка в умовах резонансу, а частоти f_1 і f_2 вимірюють на рівні половини резонансної амплітуди коливань зразка.

Вказана відмінність призводить до підвищення точності визначення дефектності матеріалу (виробу), що контролюється, та точності оцінки його механічних характеристик, оскільки визначається несиметричність частот f_1 і f_2 відносно резонансної частоти коливань на рівні половини резонансної амплітуди коливань, на відміну від визначення несиметричності на певному заданому амплітудному рівні. Це означає, що коли амплітуда коливань зразка або виробу буде змінюватись внаслідок зміни внутрішньої структури (наявності та морфології пор та тріщиноподібних дефектів на кшталт недосконалих контактів між частинками порошку) в процесі виготовлення або внаслідок руйнування, буде змінюватись і рівень амплітуди, на якому проводиться вимірювання частот f_1 і f_2 . Внаслідок високого рівня розсіювання енергії, амплітуда резонансу зразків матеріалів зі слабкими міжфазними контактами є суттєво меншою за таку резонансного відгуку бездефектного зразка при його збудженні тим самим сигналом. Вказана відмінність дозволяє зменшити похибку при діагностуванні дефектності і фізико-механічних характеристик зразків або виробів, лінійні розміри та фізичні властивості яких істотно відрізняються, оскільки дозволяє порівнювати нелінійні резонансні характеристики, виміряні при різних амплітудах коливань зразка.

Несиметричність f_1 та f_2 відносно резонансної частоти зразка (деталі) f_0 , визначається за формулою

$$\Delta f = (f_2 \cdot f_0) - (f_0 \cdot f_1) = f_1 + f_2 - 2f_0 \quad (1)$$

Спосіб, що пропонується, дає можливість контролю на тому самому обладнанні зразків та виробів з суттєво різними характеристиками без небезпеки їх руйнування сигналом збудження, що важливо при контролі виробів або зразків, які змі-

нують свою структуру та властивості під час їх виготовлення.

Запропонований спосіб контролю дефектності матеріалу реалізується наступним чином:

- в зразку з досліджуваного матеріалу збуджують вимушені механічні коливання в околі резонансної частоти однієї з форм коливань,
- знімають амплітудно-частотну характеристику (АЧХ) в цьому діапазоні,
- вимірюють за АЧХ резонансну частоту f_0 та амплітуду коливань зразка на резонансній частоті,
- вимірюють дорезонансну f_1 та за резонансну f_2 частоти при амплітуді коливань зразка, що дорівнює половині амплітуди коливань на резонансній частоті,
- за результатами вимірів обчислюють за формулою (1) значення несиметричності Δf на цьому рівні амплітуди,
- за значенням несиметричності роблять висновок про дефектність матеріалу.

Приклад реалізації запропонованого способу. Виміри проводили на зразках, виготовлених з порошку оксиду цинку, спечених при різних температурах. Зразки мали вигляд стрижнів довжиною 25мм, шириною 8,5мм і товщиною 4,3мм. Зразок

встановлювали між двома п'єзоелектричними перетворювачами, один з яких використовувався для збудження коливань в зразку, а інший, що знаходився біля протилежної грані зразка - для реєстрації коливань, що виникали в зразку. На перший перетворювач з цифрового генератора подавали електричний сигнал синусоїдальної форми амплітудою 10В. З другого перетворювача електричний сигнал надходив на цифровий осцилоскоп і далі на комп'ютер. Вимірювання АЧХ в околі резонансу проводили через 1Гц. Випробування проводили на частотах, близьких до резонансної частоти першої моди поздовжніх коливань стрижневого зразка. Таким чином були виміряні частота резонансних коливань Δf , амплітуда резонансних коливань A_0 . Крім того, вимірювали дорезонансну та післярезонансну частоти на рівні $0,5A_0$ і визначали за формулою (1) несиметричність Δf . Для порівняння з відомим способом, вимірювали, також дорезонансну та післярезонансну частоти на заданому амплітудному рівні АЧХ, а саме при амплітуді сигналу, що надходив з перетворювача $A=16\text{мВ}$ і також визначали несиметричність за формулою (1). Результати обчислень наведено в таблиці.

Таблиця

Зразок	Температура спікання, °С	Резонансна амплітуда A_0 , мВ	Резонансна частота f_0 , Гц	Δf , Гц	
				Спосіб, що пропонується	Відомий спосіб
1	1000	17,8	77319	360	39
2	1100	237,4	86345	22	34

З наведених даних видно, що характеристика, яка визначається за способом, що пропонується, більш точно відбиває структурні зміни, що відбуваються при спіканні зразка, ніж відомий спосіб. Наведений приклад демонструє той факт, що внаслідок істотної зміни амплітуди коливань зразка неможливо вибрати один амплітудний рівень, виміри частот на якому дозволили б коректно визначити зміну дефектності в матеріалі відомим способом. Натомість за способом, що пропонується, з достатнім ступенем точності можна оцінювати дефектність, що характеризує якість міжчасткових контактів, що формуються в процесі спікання. Враховуючи, що застосування способу, що пропону-

ється, планується при контролі дефектності та якості спікання деталей, що їх виготовляють методами порошкової металургії, при порівнянні з відомим способом він забезпечує такі переваги: підвищення достовірності контролю якості спікання виробів, і, як наслідок, зменшення кількості пропущених дефектних деталей при контролі і зменшення кількості відмов виробів в процесі експлуатації.

Спосіб може бути застосовано в порошковій металургії, машинобудуванні для діагностики дефектності будь-якого твердого тіла, при неруйнівному контролі якості спікання і дефектності виробів або, - в лабораторних умовах, - зразків.



УКРАЇНА

 (19) UA (11) 90728 (13) C2
 (51) МПК (2009)
 G01N 29/00

 МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
 І НАУКИ УКРАЇНИ

 ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
 ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
 ВЛАСНОСТІ

 ОПИС
 ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ МОДУЛЯ ПРУЖНОСТІ МАТЕРІАЛІВ

1

(21) a200801599
 (22) 07.02.2008
 (24) 25.05.2010
 (46) 25.05.2010, Бюл. № 10, 2010 р.
 (72) ВДОВИЧЕНКО ОЛЕКСАНДР ВАСИЛЬОВИЧ
 (73) ІНСТИТУТ ПРОБЛЕМ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА
 ІМ. І.М.ФРАНЦЕВИЧА НАН УКРАЇНИ
 (56) SU 1770889 A1; 23.10.1992
 UA 82678 C2; 15.12.2006
 SU 1552091 A1; 23.03.1990
 SU 1234753 A1; 30.05.1986
 SU 1415168 A1; 07.08.1988
 SU 819709; 07.04.1981
 JP 2001165834 A; 22.06.2001
 US 6330827 B1; 18.12.2001
 Францевич И.Н., Воронов Ф.Ф., Бакута С.А. Упругие постоянные и модули упругости металлов и неметаллов. - К.: Наукова думка, 1982. - С. 37

2

(57) 1. Спосіб визначення модуля пружності матеріалів, який полягає в тому, що в стрижневому зразку із досліджуваного матеріалу збуджують резонансні механічні коливання, вимірюють частоту однієї з форм власних коливань і визначають модуль пружності, який відрізняється тим, що вимірюють резонансну частоту при не менше ніж двох амплітудах коливань зразка, після чого отриману лінійну залежність резонансної частоти від амплітуди екстраполюють на нульову амплітуду коливань, а величину модуля пружності матеріалу обчислюють за визначеними значеннями резонансної частоти при нульовій амплітуді коливань.
 2. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що відношення сигнал-шум для найменшої амплітуди коливань, при якій проводиться вимірювання резонансної частоти, перевищує 3, а величина амплітуди коливань при наступних вимірюваннях перевищує найменшу амплітуду не менше ніж вдвічі.

Винахід стосується визначення фізичних властивостей матеріалів, в тому числі пористих та композитних, що вироблені за порошковими технологіями, а саме до способів визначення властивостей пружності матеріалу за параметрами механічних коливань. Він може бути використаний в галузі матеріалознавства для визначення модуля пружності структурно-неоднорідних матеріалів для подальших розрахунків елементів конструкцій на міцність, жорсткість, коливання та ін.

В матеріалознавстві та фізиці твердого тіла застосовують способи, що дозволяють визначати характеристики пружності за частотою різних мод їх резонансних коливань.

Найбільш близьким за технічною суттю до рішення, цю заявляється є відомий спосіб визначення модуля Юнга за резонансною частотою відповідної моди коливань [Францевич И.Н., Воронов Ф.Ф., Бакута С.Л. Упругие постоянные и модули упругости металлов и неметаллов. Киев: Наук. думка, 1982.- с.37.]. Спосіб полягає у вимірі геометричних розмірів стрижневих зразків, довжина котрих на порядок перевищує поперечні розміри, визначення густини матеріалу і вимірі резонансної

частоти коливань. Для цього в зразку збуджують коливання відповідного гину (поздовжні або поперечні) малої амплітуди, змінюючи частоту збудження зразка у наперед визначеному діапазоні. Коли частота збудження збігається з однією з власних частот коливань зразка, амплітуда коливань зразка стрімко зростає, а відповідна частота реєструється за допомогою вимірювача частоти і й. За цими даними обчислюють модуль пружності, використовуючи формули теорії пружності. Наприклад, для поздовжніх резонансних коливань стержневого зразка модуль Юнга визначають за формулою:

$$E = 4 \cdot \rho \cdot l^2 \cdot f^2, \quad (1)$$

де f - частота першої форми резонансних поздовжніх коливань, l - довжина зразка, а ρ - густина матеріалу зразка.

Для поперечних коливань консольне закріпленого стрижневого зразка модуль Юнга визначають за формулою

$$E = \frac{4 \cdot \pi^2 \cdot f_0^2 \cdot \rho \cdot l_c^2 \cdot F}{k^4 \cdot l}, \quad (2)$$

де f_0 - частота власних поперечних коливань, k - хвильове число, що береться з таблиць, ρ - гус-

(19) UA (11) 90728 (13) C2

тина матеріалу, l_c - довжина консольної частини зразка, F та I - відповідно площа та момент інерції поперечного перерізу зразка.

Проте, при визначенні відомим способом модуля Юнга структурно-неоднорідних матеріалів та матеріалів, що містять дефекти (включно з композитними і порошковими матеріалами, бетонами, гірськими породами та ін.) можливі грубі помилки, які виникають внаслідок високої дисипації енергії в матеріалах. В цих випадках при малих амплітудах збудження зразка резонансну частоту зареєструвати неможливо, тому що зростання амплітуди коливань або не настає внаслідок згасання коливань, або це зростання неможливо виокремити з акустичного шуму, що виникає через взаємодію акустичної хвилі з дефектами структури матеріалу (порами, вільними поверхнями тощо). Для того, щоб напевно визначити частоту власних коливань, необхідно збільшувати амплітуду збудження зразка. Однак, в цьому випадку зменшується точність визначення відповідної резонансної частоти. Причина зменшення точності полягає в тому, що структурно-неоднорідні матеріали, включаючи порошоків матеріали, мають суттєво нелінійний відгук на механічну дію, котрий, зокрема, проявляється в амплітудній залежності резонансної частоти коливань зразків або виробів. При збільшенні амплітуди коливань зразка і, відповідно, амплітуди максимальних циклічних деформацій, що виникають в матеріалі при коливаннях, резонансна частота коливань зразка зменшується, що призводить до одержання занижених значень модулів пружності. Відомо, що при коливанні зразків структурно-однорідних матеріалів резонансна частота коливань також дещо зменшується, проте резонансна частота зразків структурно-неоднорідних матеріалів, що містять дефекти, зокрема порошкових та композитних, а також гірських порід, при однакових амплітудах деформації змінюється на істотно більшу величину. Додатковим джерелом похибок при вимірюванні частоти резонансу зразків структурно-неоднорідних матеріалів є той факт, що резонансна крива внаслідок великого розсіювання енергії не є «гострою», тобто не можна точно визначити частоту, що відповідає максимальній амплітуді коливань зразка, особливо при малих амплітудах коливань.

В основу винаходу "Спосіб визначення модуля пружності матеріалів" покладена задача створити такий спосіб визначення характеристик пружності матеріалів, зокрема пористих порошкових та композитних матеріалів, який би дозволив підвищити точність визначення пружності структурно-неоднорідних матеріалів, що містять дефекти.

Для вирішення задачі підвищення точності вимірів використовується той факт, що зменшення резонансної частоти структурно-неоднорідних матеріалів є лінійною функцією амплітуди коливань, а відповідно і амплітуду максимальних циклічних деформацій зразка незалежно від властивостей бездефектного матеріалу [Ostrovsky L.A., Johnson

P.A. // Rivista del Nuovo Cimento. - 2001. - V.24. - N7. - P.9].

Поставлене завдання вирішується тим, що з метою підвищення точності, вимірюють резонансну частоту однієї з форм власних коливань стрижневого зразка при не менше ніж двох амплітудах коливань зразка, при яких можливо впевнено визначити резонанс, після чого отриману лінійну залежність резонансної частоти від амплітуди екстраполюють на нульову амплітуду коливань, а величину модуля пружності матеріалу обчислюють за визначеними значеннями резонансної частоти при нульовій амплітуді коливань. Крім того, відношення сигнал-шум для найменшої амплітуди коливань, при якій проводиться вимірювання резонансної частоти, перевищує 3, а величина амплітуди коливань при наступних вимірюваннях перевищує найменшу амплітуду не менше ніж вдвічі.

Запропонований спосіб контролю дефектності матеріалу реалізується наступним чином:

- в зразку з досліджуваного матеріалу збуджують коливання при такому рівні збудження, при якому можна впевнено зареєструвати резонанс на певній моді коливань, вимірюють частоту резонансу певної моди коливань при цьому рівні сигналу збудження,

- одночасно вимірюють амплітуду коливань зразка на цій резонансній частоті при даному рівні сигналу збудження,

- збільшують амплітуду сигналу збудження зразка декілька раз і вимірюють резонансні частоти і амплітуди тієї ж моди коливань зразка при цих амплітудах збудження,

- за результатами вимірів визначають вигляд функціональної залежності резонансної частоти від амплітуди коливань зразка,

- екстраполюючи одержану функцію, обчислюють значення резонансної частоти при нульовій амплітуді коливань зразка,

- за обчисленим значенням резонансної частоти за відповідними формулами теорії пружності визначають величину модуля пружності матеріалу.

Перший приклад реалізації запропонованого способу. Виміри проводили на стрижневих зразках конструкційного порошкового заліза 11ЖЗМ2 різної пористості, спечених при різних температурах, розмірами 40×10×5мм. Поперечні резонансні коливання по першій моді збуджували в консольне закріпленому зразку за допомогою вібраційною електродинамічного стенду ВЗДС-200. Амплітуду коливань зразка регулювали зміною сигналу збудження, що подавався на вібратор. Частоту резонансних коливань при різних сигналах збудження вимірювали за допомогою вимірювача частоти, а амплітуду - за допомогою мікроскопу.

Модуль Юнга досліджуваного матеріалу обчислювали за формулою (2). Значення модуля Юнга відомим способом розраховували за резонансною частотою, виміряною при найменшій амплітуді збудження коливань зразка. Результати наведені в таблиці 1.

Таблиця 1

Зразок ПЖЗМ2	Модуль Юнга Е, ГПа		Похибка, %
	Спосіб, що пропонується	Відомий спосіб	
1	85,2	82,7	2,9
2	73,8	72,8	1,4
3	66,0	64,5	2,3

Другий приклад реалізації запропонованого способу. Виміри проводили при поздовжніх коливаннях стрижневих зразків пористого оксиду цинку. Зразок закріплювали між п'єзоелектричними перетворювачами, один з яких збуджував коливання в зразках, а за допомогою іншого фіксували момент настання резонансу і вимірювали амплітуду коливань зразка. Результати визначення модуля Юнга за формулою (1) наведені в таблиці 2.

Таблиця 2

Зразок оксиду цинку	Модуль Юнга Е, ГПа		Похибка, %
	Спосіб, що пропонується	Відомий спосіб	
1	79,15	78,49	0,8

З наведених даних видно, що значення модуля Юнга пористого порошкового заліза та пористого оксиду цинку, визначені способом, що пропонується, більші за значення, визначені вимірюванням лише однієї частоти коливань як при поздовжніх так і при поперечних коливаннях стрижневого зразка, причому при поздовжніх коливаннях ця різниця менше, оскільки вимірювання проводять при менших амплітудах деформації.

Спосіб може бути застосовано в порошковій металургії, машинобудуванні для визначення характеристик пружності матеріалу, що використовуються при розрахунках деталей машин та елементів конструкцій на міцність, жорсткість, стійкість, коливання, або, - в лабораторних умовах, - зразків.



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **103716** (13) **C2**
 (51) МПК (2013.01)
G01N 29/04 (2006.01)
G01N 13/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
 ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
 ВЛАСНОСТІ
 УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

<p>(21) Номер заявки: а 2012 09288</p> <p>(22) Дата подання заявки: 30.07.2012</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: 11.11.2013</p> <p>(41) Публікація відомостей про заявку: 10.12.2012, Бюл.№ 23</p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 11.11.2013, Бюл.№ 21</p>	<p>(72) Винахідник(и): Вдовиченко Олександр Васильович (UA)</p> <p>(73) Власник(и): ІНСТИТУТ ПРОБЛЕМ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА ІМ. І.М. ФРАНЦЕВИЧА НАН УКРАЇНИ, вул. Кржижанівського, 3, м. Київ-142, 03680 (UA)</p> <p>(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: UA 82678 C2; 12.05.2008 UA 90002 C2; 25.03.2010 SU 1714492 A1; 23.02.1992 RU 2245543 C2; 27.03.2004 US 2007/0125174 A1; 07.06.2007 US 5351543; 04.10.1994 WO 00/34750 A1; 15.06.2000</p>
---	--

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ДЕФЕКТНОСТІ МАТЕРІАЛУ**(57) Реферат:**

Винахід належить до вимірювальної техніки і стосується неруйнівного контролю матеріалів, в тому числі пористих та композитних, що вироблені за порошковими технологіями. Спосіб визначення дефектності матеріалів полягає в тому, що в контрольованому виробі або в зразку із досліджуваного матеріалу збуджують механічні коливання і вимірюють амплітуду коливань A_0 виробу з частотою збудження f_0 та одночасно вимірюють амплітуду принаймні однієї гармоніки коливань A_n виробу з частотою nf_0 . Згідно з винаходом, змінюють декілька разів параметри сигналу збудження випромінювача так, щоб амплітуда коливань A_0 виробу на основній частоті f_0 збільшилась. Амплітуди гармонік коливань A_n виробу вимірюють на декількох рівнях амплітуди коливань A_0 , при цьому найменша з амплітуд вимірюваних гармонік перевищує рівень шуму більш ніж втричі. Потім за отриманими даними вимірювань визначають функцію відношення амплітуд A_n/A_0 та похідну згаданої функції по амплітуді коливань A_0 виробу, а за значенням відношення амплітуд A_n/A_0 на заданому рівні A_0 або за значенням згаданої похідної визначають дефектність контрольованого виробу або зразка із досліджуваного матеріалу. Спосіб забезпечує підвищення достовірності контролю дефектності матеріалів.

UA 103716 C2

різну структуру, за результатами вимірювань нелінійних акустичних характеристик з однієї установки.

Поставлена задача вирішується тим, що в контрольованому виробі або в зразку із досліджуваного матеріалу збуджують механічні коливання і вимірюють амплітуду коливань A_0 виробу з частотою збурення f_0 та одночасно вимірюють амплітуду принаймні однієї гармоніки коливань A_n виробу з частотою nf_0 , згідно з винаходом, змінюють декілька разів параметри сигналу збурення випромінювача так, щоб амплітуда коливань A_0 виробу на основній частоті f_0 збільшилась, амплітуди гармонік коливань A_n виробу вимірюють на декількох рівнях амплітуди коливань A_0 , при цьому найменша з амплітуд вимірюваних гармонік перевищує рівень шуму більш ніж втричі, потім за отриманими даними вимірювань визначають функцію відношення амплітуд A_n/A_0 та похідну згаданої функції по амплітуді коливань A_0 виробу, а за значенням відношення амплітуд A_n/A_0 на заданому рівні A_0 або за значенням згаданої похідної визначають дефектність контрольованого виробу або зразка із досліджуваного матеріалу.

Крім того механічні коливання збуджують в околі принаймні однієї з резонансних частот зразка, і, як варіант, змін амплітуди коливань виробу або зразка в околі резонансної частоти, досягають зміною частоти збурення коливань.

Позитивний ефект у запропонованому винаході досягається за рахунок того, що одночасно з вимірюванням амплітуд коливань з основною частотою i з частотою гармонік додатково визначають рівень шуму, який накладається на вимірюваний сигнал i , при малих амплітудах вимірюваного сигналу, може істотно вплинути на результат вимірювання амплітуд гармонік і спричинити грубу помилку у визначенні дефектності. Вимірювання амплітуд гармонік A_n при декількох рівнях амплітуди коливань зразка на основній частоті A_0 , коли найменша з амплітуд вимірюваних гармонік перевищує рівень шуму принаймні втричі, дозволяє запобігти грубим помилкам.

Дослідження дефектності виробів з матеріалів, яким притаманний високий рівень розсіювання енергії, наприклад з композитних та пористих матеріалів, що виготовляються за порошковими технологіями, відомими способами вимагає застосування випромінювачів великої потужності, в яких виникають паразитні гармоніки відносно великих амплітуд. Використання резонансного режиму коливань виробу дозволяє застосовувати випромінювачі меншої потужності, аніж при вимірюваннях на частотах, далеких від резонансу деталі, оскільки в резонансному режимі коливання деталі відбуваються з більшими амплітудами. Амплітуди коливань випромінювача при цьому на порядок менші, тому внесок амплітуди паразитної гармоніки коливань випромінювача до вимірюваної амплітуди гармоніки є істотно меншим.

Якщо амплітуди A_0 та A_n коливань зразка в околі резонансної частоти змінюються за рахунок зміни частоти коливань випромінювача при незмінній амплітуді його коливань, то параметри паразитної гармоніки коливань випромінювача залишатимуться сталими при всіх значеннях амплітуди коливань зразка, а тому не впливатимуть на вид залежності між амплітудами A_0 та A_n коливань зразка.

При визначенні дефектності матеріалів, структура яких змінюється, наприклад, в процесі виготовлення, коли акустичні характеристики матеріалу змінюються на порядки, іноді неможливо досягти однакового рівня амплітуди коливань при вимірюваннях, а також проводити вимірювання у відносно широкому діапазоні амплітуд. При застосуванні методу, що пропонується, амплітуда основної гармоніки коливань може бути змінена в десятки разів, що, по-перше, дає можливість проводити вимірювання в широкому діапазоні амплітуд коливань, а по-друге, дає змогу порівняти вимірювані характеристики на одному рівні амплітуд коливань, завдяки перекриттю діапазонів.

Всі вказані відмінності дають змогу зменшити похибку при визначенні дефектності та ідентифікації видів дефектів виробів або зразків, фізичні властивості яких істотно відрізняються.

Запропонований спосіб визначення дефектності матеріалу переважно реалізується таким чином:

1) в деталі або в зразку із досліджуваного матеріалу збуджують вимушені механічні коливання з частотою f_{01} , що лежить в межах резонансної кривої принаймні однієї з форм коливань;

2) вимірюють величину амплітуди коливань деталі A_{01} з частотою f_{01} ;

3) одночасно вимірюють величину амплітуди принаймні однієї гармоніки коливань деталі A_{n1} з частотою nf_{01} ;

4) порівнюють величину A_n з рівнем завад i , якщо величина A_n не перевищує рівня завад втричі, такі дані в подальшому не враховуються;

5) змінюють частоту сигналу збудження випромінювача так, щоб амплітуда коливань зразка на основній частоті збільшилась, і повторюють кроки 1-4;

6) повторюють крок 5 необхідну кількість раз для побудови функції відношення амплітуд A_2/A_0 , будують таку функцію, а також похідну згаданої функції по амплітуді коливань зразка A_0 ;
7) за побудованими залежностями роблять висновок про дефектність матеріалу.

Приклад реалізації запропонованого способу

- 5 Вимірювання проводили на зразках титану пористістю $\theta=0,05$, спечених за температури $T_s=773$ К та за температури $T_s=973$ К. Зразок встановлювали між двома п'єзоелектричними перетворювачами, один з яких використовувався для збудження коливань в зразку, а інший - для реєстрації параметрів коливань зразка. На перший перетворювач з цифрового генератора подавали електричний сигнал синусоїдальної форми. З другого перетворювача електричний сигнал надходив на цифровий аналізатор спектру. Вимірювання амплітуд проводили на частотах, близьких до резонансної частоти першої моди поздовжніх коливань стрижневого зразка. Таким методом були виміряні амплітуда коливань A_0 на основній частоті f_0 та амплітуда другої гармоніки A_2 на частоті та $2f_0$ при декількох частотах збудження в околі резонансу зразка і обчислені значення A_2/A_0 , а також значення похідної функції A_2/A_0 по A_0 за результатами двох або трьох вимірювань при рівні шуму 10 мкВ. Для порівняння на тому ж зразку також провели вимірювання відомим способом, коли рівень амплітуди A_2 був менший за потресений рівень шуму, та обчислили значення A_2/A_0^2 . Результати вимірювань наведені в таблиці 1.

Таблиця 1

T_s, K	Відомий спосіб			Спосіб, що пропонується			
	Амплітуда $A_0, мВ$	Амплітуда $A_2, мкВ$	A_2/A_0^2	Амплітуда $A_0, мВ$	Амплітуда $A_2, мкВ$	$(A_2/A_0) \cdot 10^3$	$\partial(A_2/A_0)/\partial A_0, В^{-1}$
773	3,7844	6,04	0,422	7,4989	29,41	3,92	0,34
				8,3560	35,24	4,22	
973	5,6234	11,14	0,352	12,6474	31,08	2,46	0,11
				14,0929	38,59	2,74	
				18,7932	59,43	3,16	

- 20 Наведений приклад показує більшу чутливість способу, що пропонується, до наявності дефектів між частинками порошку внаслідок впливу завод та паразитних гармонік при вимірюванні відомим способом.

Другий приклад реалізації запропонованого способу.

- 25 Вимірювання проводили на зразку пористістю $\theta=0,236$ з оксиду алюмінію, спеченого при $T_s=1673$ К описаним вище методом при такому самому рівні шуму 10 мкВ. Значення похідної функції $\partial(A_2/A_0)/\partial A_0$ визначали за результатами перших трьох, чотирьох, п'яти та шести вимірювань. Результати наведені в таблиці 2.

Таблиця 2

Відомий спосіб			Спосіб, що пропонується			
Амплітуда $A_0, мВ$	Амплітуда $A_2, мкВ$	A_2/A_0^2	Амплітуда $A_0, мВ$	Амплітуда $A_2, мкВ$	$(A_2/A_0) \cdot 10^3$	$\partial(A_2/A_0)/\partial A_0, В^{-1}$
4,9	5,43	0,229	24,2	28,94	1,20	
5,6	5,05	0,160	29,4	45,29	1,54	
7,5	3,78	0,067	43,7	103,63	2,37	0,0598
8,0	7,77	0,120	48,7	119,67	2,46	0,0532
8,4	11,97	0,170	58,3	205,35	3,52	0,0637
15,1	18,13	0,079	60,4	190,99	3,16	0,0594

- 30 З наведених даних видно, що значення параметру $\partial(A_2/A_0)/\partial A_0$, який визначається за способом, що пропонується, мають менше розсіювання, ніж значення параметра A_2/A_0^2 , одержані відомим способом, і тому точність визначення дефектності за способом, що пропонується, є більшою.

- 35 Враховуючи, що застосування способу, що пропонується, планується при контролі дефектності та якості спікання деталей, які виготовляють методами порошкової металургії, при порівнянні з відомим способом він забезпечує підвищення достовірності контролю якості спікання виробів, зменшення кількості пропущених дефектних деталей при контролі і, як наслідок, зменшення кількості відмов виробів в процесі експлуатації.

Спосіб може бути застосовано в машинобудуванні та порошковій металургії для діагностики дефектності виробів, при неруйнівному контролі якості спікання і дефектності виробів або, - в лабораторних умовах, - зразків.

5

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Спосіб визначення дефектності матеріалів, який полягає в тому, що в контрольованому виробі або в зразку із досліджуваного матеріалу збуджують механічні коливання і вимірюють амплітуду коливань A_0 виробу з частотою збудження f_0 та одночасно вимірюють амплітуду
- 10 принаймні однієї гармоніки коливань A_n виробу з частотою $n f_0$, який відрізняється тим, що змінюють декілька разів параметри сигналу збудження випромінювача так, щоб амплітуда коливань A_0 виробу на основній частоті f_0 збільшилась, амплітуди гармонік коливань A_n виробу вимірюють на декількох рівнях амплітуди коливань A_0 , при цьому найменша з амплітуд
- 15 вимірюваних гармонік перевищує рівень шуму більш ніж втричі, потім за отриманими даними вимірювань визначають функцію відношення амплітуд A_n/A_0 та похідну згаданої функції по амплітуді коливань A_0 виробу, а за значенням відношення амплітуд A_n/A_0 на заданому рівні A_0 або за значенням згаданої похідної визначають дефектність контрольованого виробу або зразка із досліджуваного матеріалу.
2. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що механічні коливання збуджують в околі принаймні
- 20 однієї з резонансних частот виробу або зразка.
3. Спосіб за п. 2, який відрізняється тим, що зміни амплітуди коливань виробу в околі резонансної частоти досягають зміною частоти збудження коливань.

Комп'ютерна верстка М. Ломалова

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **108145** (13) **C2**
 (51) МПК (2015.01)
G01H 13/00
G01N 29/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
 ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
 ВЛАСНОСТІ
 УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

<p>(21) Номер заявки: а 2013 10398</p> <p>(22) Дата подання заявки: 23.08.2013</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: 25.03.2015</p> <p>(41) Публікація відомостей про заяву: 25.07.2014, Бюл.№ 14</p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.03.2015, Бюл.№ 6</p>	<p>(72) Винахідник(и): Вдовиченко Олександр Васильович (UA)</p> <p>(73) Власник(и): ІНСТИТУТ ПРОБЛЕМ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА ІМ. І.М. ФРАНЦЕВИЧА НАН УКРАЇНИ, вул. Кржижановського, 3, м. Київ-142, 03680 (UA)</p> <p>(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: US 7546769 B2, 16.06.2009 WO 2004109222 A2, 16.12.2004 SU 1716421 A1, 29.02.1992 SU 1552091 A1, 23.03.1990 SU 1388782 A1, 15.04.1988 UA 82678 C2, 12.05.2008 UA 90002 C2, 25.03.2010 RU 2245543 C2, 27.01.2005 SU 1770889 A1, 23.10.1992 SU 1714492 A1, 23.02.1992</p>
---	--

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ДЕФЕКТНОСТІ МАТЕРІАЛУ**(57) Реферат:**

Спосіб визначення характеристик матеріалу, який полягає в тому, що в збуджують вимушені механічні коливання і вимірюють параметри цих коливань в досліджуваному виробі або в зразку із досліджуваного матеріалу. Визначають моменти часу, в які виріб під дією коливань перебуває в недеформованому стані, визначають значення частини періоду коливань, коли виріб перебуває у стані розтягу, або значення амплітуди коливань в цій частині періоду коливань, і окремо ці ж параметри в частині періоду коливань, коли виріб перебуває у стані стиснення, потім порівнюють значення цих частин періоду або амплітуд між собою для визначення дефектності матеріалу.

Альтернативний варіант у раніше зазначеному способі додатково визначають значення частини періоду коливань або амплітуди коливань за декількох значень розмаху коливань виробу, а висновок про дефектність матеріалу роблять за результатами їх порівняння.

UA 108145 C2

Винахід стосується визначення фізичних властивостей матеріалів, в тому числі пористих та композитних, що вироблені за порошковими технологіями, і може бути використаний для виявлення аномалій та ідентифікації дефектів у твердому тілі за параметрами його коливань. В фізиці твердого тіла, машинобудуванні та порошковій металургії, зокрема при неруйнівному контролі якості спікання і дефектності виробів, застосовують способи, що дозволяють визначати властивості матеріалу за параметрами механічних коливань виробів.

Для пористих матеріалів часто важливим є визначити вид дефектів, тобто встановити, чи є дефект об'ємною порою чи тріщиноподібним дефектом, проте відомі способи не дають можливості такої ідентифікації. Більше того, відомі способи не надають інформації про динаміку та стабільність дефектів і елементів структури матеріалів при зміні характеру навантажень.

Відомий спосіб визначення і оцінки характеристик матеріалу (міжнародний патент WO 2004/109222, G01 B, 16.12.2004), який полягає в тому, що в матеріалі в ненавантаженому стані збуджують акустичну хвилю, виявляють відбиття або проходження акустичної хвилі, визначають параметр акустичної хвилі, що пройшла, або відбитої хвилі, повторюють згадані кроки в матеріалі в навантаженому стані, визначають різницю між величиною параметра, визначеного в навантаженому і в ненавантаженому стані, а характеристику матеріалу визначають зі згаданої різниці між величинами параметра.

Недоліком відомого способу є необхідність прикладання навантаження до деталі і введення додаткової операції вимірювання в навантаженому стані. Це збільшує трудомісткість контролю і складність технічної реалізації, що призводить до неможливості застосування відомого способу для визначення зміни характеристик матеріалу в ході технологічних процесів виготовлення, наприклад спікання або полімеризації.

Відомий, також, спосіб ультразвукового контролю (патент № 2007/0125174 A1 США, G01 N13/00, 07.06.2007), що за технічною суттю найбільш близький до рішення, що заявляється. Відомий спосіб полягає в збудженні в об'єкті ультразвукової хвилі на основній частоті, прийманні одержаної хвилі від об'єкта на основній частоті і принаймні одній частоті її гармоніки і визначенні параметра нелінійності, який надалі використовується для визначення пошкодження від втрати, розміру зерен в субоб'ємі об'єкта або залишкових напружень. Як варіант збудження хвилі відбувається при різних напругах випромінювача, а параметр нелінійності є функцією амплітуди другої гармоніки і квадрату амплітуди основної частоти.

Недоліком відомого способу є низька інформативність параметра, що визначається, пов'язана з тим, що амплітуди гармонік характеризують осереднене за період відхилення форми хвилі від синусоїди основної частоти. Відомо, що характеристики матеріалу з закритими і з відкритими тріщинами та іншими дефектами є різними, і тому форма хвилі на розтягнутій ділянці і на стисненій ділянці деталі буде різною. Проте ця різниця, що містить інформацію про динаміку дефекту і його стабільність при різних видах навантаження, не може бути визначена способом, що пропонується.

В основу винаходу поставлена задача визначення параметрів механічної хвилі, які характеризують динаміку матеріалів, що містять аномалії, і стабільність дефектів.

Поставлена задача вирішується тим, що збуджують вимушені механічні коливання і вимірюють параметри цих коливань в досліджуваному виробі або в зразку із досліджуваного матеріалу, який відрізняється тим, що визначають моменти часу, в які виріб під дією коливань перебуває в недеформованому стані, визначають значення частини періоду коливань, коли виріб перебуває у стані розтягу або значення амплітуди коливань в цій частині періоду коливань, і окремо амплітуду і частину періоду коливань, коли виріб перебуває у стані стиснення, потім порівнюють значення цих частин періоду коливань або амплітуд коливань між собою для визначення дефектності матеріалу.

Крім того, як варіант визначають значення частини періоду коливань або амплітуди коливань за декількох значень розмаху коливань виробу, а висновок про дефектність матеріалу роблять за результатами порівняння.

Позитивний ефект у запропонованому винаході досягається за рахунок визначення параметрів коливань окремо в стані розтягу і в стані стиснення. Такими параметрами можуть бути частина періоду, протягом якої деталь або зразок перебуває у стані розтягу та частина періоду, протягом якої зразок перебуває у стані стиснення при поздовжніх коливаннях за першою модою, або найбільші відхилення точки зразка від її положення при недеформованому стані зразка (амплітуда коливань) в частині періоду, протягом якої зразок є розтягненим та в частині періоду, протягом якої він є стисненим. Також, такими параметрами можуть бути відхилення експериментально визначеної форми коливань (функції переміщень точки зразка від часу) від синусоїди в стані розтягу та в стані стиснення, а також інші характеристики, що відбивають нелінійність коливань.

Вказані відмінності дають змогу характеризувати динаміку матеріалів, що містять аномалії, і стабільність дефектів.

Запропонований спосіб визначення характеристик матеріалу переважно реалізується таким чином:

- 5 1) в деталі або в зразку з досліджуваного матеріалу збуджують вимушені механічні коливання з частотою, що лежить в межах резонансної кривої першої моди власних поздовжніх коливань;
- 2) одночасно вимірюють і реєструють переміщення вибраної точки зразка протягом часу, за який зразок здійснює принаймні одне повне коливання;
- 10 3) визначають моменти часу та/або положення, в яких зразок перебуває в недеформованому стані. Залежно від способу вимірювання, ці моменти часу можуть визначитися за екстремумами (максимумами та мінімумами) похідної функції переміщення за часом, за нулями функції прискорення тощо, а положення, в яких зразок перебуває в недеформованому стані визначають за значенням функції переміщення в ці моменти часу;
- 15 4) визначають частину періоду, протягом якої зразок є розтягнутим τ_p як інтервал між відповідними моментами часу, коли зразок перебуває в недеформованому стані, та/або, за вимірною залежністю переміщення від часу, визначають амплітуду коливань під час розтягу A_p як значення максимального переміщення точки зразка в процесі розтягу від її положення в недеформованому стані;
- 20 5) відповідним чином визначають частину періоду, протягом якої зразок є стисненим τ_c , та/або амплітуду коливань під час стиснення A_c ;
- 6) обчислюють різницю або відношення значення τ_c до τ_p та/або різницю або відношення значення A_c до A_p ;
- 7) за результатами обчислень роблять висновок про характеристики матеріалу.
- 25 Приклад реалізації запропонованого способу. Вимірювання проводили на зразках оксиду алюмінію: зразок 1 пористістю 0,236, спечений за температури $T_s=1673$ К, що практично не містив тріщиноподібних дефектів та зразок 2 пористістю 0,299, температура спікання $T_s=1623$ К, який містив такі дефекти. Зразок встановлювали між двома п'єзоелектричними перетворювачами, один з яких використовувався для збудження коливань в зразку, а інший - для реєстрації параметрів коливань зразка, таким чином, щоб забезпечити вільні коливання зразка. На перший перетворювач з цифрового генератора подавали електричний сигнал синусоїдальної форми амплітудою 10 В. З другого перетворювача електричний сигнал надходив на цифровий осцилоскоп. Вимірювання переміщень проводили на частотах, близьких до резонансної частоти першої моди поздовжніх коливань стрижневого зразка. Положення, в яких зразок перебував в недеформованому стані, визначали в момент часу, коли похідні функції переміщень за часом мали екстремум. Результати визначення амплітуд наведені в таблиці 1.

Таблиця 1

Зразок	Відомий спосіб			Спосіб, що пропонується			
	Амплітуда основної частоти A_0 , мВ	Амплітуда другої гармоніки A_2 , мВ	Джерело нелінійності	Амплітуда A_p , мВ	Амплітуда A_c , мВ	A_c/A_p	Джерело нелінійності
1	86,60	0,45	-	121,01	122,73	1,01	-
2	23,31	1,5	невідоме	36,68	30,82	0,84	різноопірність

40 Наведений приклад показує, що, на відміну від відомого способу, спосіб, що пропонується, дає змогу встановити, що джерелом нелінійності коливань, про яку свідчить наявність другої гармоніки, є різноопірність матеріалу, тобто той факт, що пружність в умовах розтягу є меншою за таку в умовах стиснення, що, ймовірно, спричиняється присутністю тріщиноподібних дефектів.

45 Другий приклад реалізації запропонованого способу. Вимірювання проводили на зразку 2 з оксиду алюмінію пористістю 0,299 спеченого за $T_s=1623$ К описаним вище методом на частоті 58440 Гц, близькій до частоти резонансу. Для одержання коливань з різним розмахом, вимірювання проводили при декількох амплітудах сигналу збудження. Результати наведені в таблиці 2.

Таблиця 2

Розмах коливань, мВ	Амплітуда A_p , мВ	Амплітуда A_c , мВ	A_c/A_p	Частина періоду τ_p , мкс	Частина періоду τ_c , мкс	τ_c/τ_p
6,26	3,19	3,07	0,96	8,78	8,32	0,95
26,24	13,71	12,53	0,91	9,1	8,00	0,88
67,5	36,68	30,82	0,84	9,46	7,64	0,81

5 Наведений приклад показує, що при вимірюванні параметрів коливань при декількох амплітудах сигналу збурення одержується додаткова інформація про еволюцію характеристик матеріалу, його динамічну поведінку і стабільність наявних дефектів.

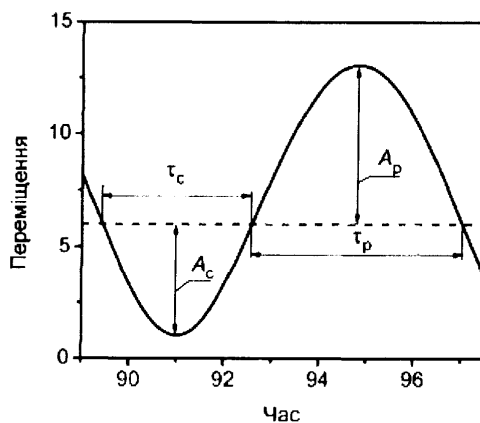
10 Враховуючи, що застосування способу, що пропонується, планується при контролі дефектності та якості спікання деталей, які виготовляють методами порошкової металургії, при порівнянні з відомим способом він забезпечує підвищення достовірності контролю якості спікання виробів, зменшення кількості пропущених дефектних деталей при контролі і, як наслідок, зменшення кількості відмов виробів в процесі експлуатації.

15 Спосіб може бути застосовано тіла для дослідження характеристик матеріалів, в машинобудуванні та порошковій металургії для діагностики дефектності виробів, при неруйнівному контролі якості спікання і дефектності виробів або, - в лабораторних умовах, - зразків.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

20 1. Спосіб визначення дефектності матеріалу, який полягає в тому, що збурюють вимушені механічні коливання і вимірюють параметри цих коливань в досліджуваному виробі або в зразку із досліджуваного матеріалу, який **відрізняється** тим, що визначають моменти часу, в які виріб під дією коливань перебуває в недеформованому стані, визначають значення частини періоду коливань, коли виріб перебуває у стані розтягу, або значення амплітуди коливань в цій частині періоду коливань, і окремо ці ж параметри в частині періоду коливань, коли виріб перебуває у стані стиснення, потім порівнюють значення цих частин періоду або амплітуд між собою для визначення дефектності матеріалу.

25 2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що додатково визначають значення частини періоду коливань або амплітуди коливань за декількох значень розмаху коливань виробу, а висновок про дефектність матеріалу роблять за результатами їх порівняння.



«Затверджую»

Головний інженер
Казенного заводу
порошкової металургії,
м. Бровари

Вольфман В.І.

06.2010

Акт

використання результатів досліджень
порошкових матеріалів методами механічної резонансної спектроскопії

Казенним заводом порошкової металургії в 2008-2010 рр. були використані результати досліджень характеристик лінійної і нелінійної пружності та непружності порошкового заліза, а також способи неруйнівного контролю дефектності матеріалів з використанням методів механічної резонансної спектроскопії (патенти України № 82678 та № 90002) розроблені на основі цих досліджень в Інституті проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України О.В. Вдовиченком під час роботи над дисертацією та виконання тем відомчого замовлення “Дослідження нелінійних ефектів при формуванні полів пружних хвиль та можливостей їх практичного використання для моделювання властивостей та акустодіагностики спечених металевих і композиційних матеріалів” та “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”.

Використання запропонованих способів дозволило підвищити достовірність контролю під час виготовлення виробів із спечених матеріалів і таким чином покращити їх кінцеві експлуатаційні характеристики.

Заступник

Головного інженера

Начальник технічного відділу

Вдовенко В.О.

Дерев'янку Ю.М.

«Затверджую»
 Перший заступник
 директора УМІ «Львівтрансгаз»
 Савула С.Ф.



Методика визначення дефектності матеріалу деталей
 магістральних газопроводів з використанням методу механічної
 резонансної спектроскопії

Розробники: Скороход В.В., академік НАН України
 Вдовиченко О.В., канд. техн. наук

«Погоджено»

Начальник ВЕМГ і ГРС



Банахевич Ю.В.

м. Львів

2008 р.

АКТ

впровадження в експлуатацію "Методики визначення дефектності матеріалу деталей магістральних газопроводів з використанням методу механічної резонансної спектроскопії"

Приймальна комісія в складі :

Голова комісії: Савула С.Ф., головний інженер УМГ"Львівтрансгаз";
Члени комісії: Марченко О.І., начальник відділу з експлуатації МГІГРС
УМГ"Львівтрансгаз"
Воліховський Ю.В., начальник технічного відділу
УМГ"Львівтрансгаз"

розглянули "Методику визначення дефектності матеріалу деталей магістральних газопроводів з використанням методу механічної резонансної спектроскопії" та на підставі результатів обговорення

КОМІСІЯ УВАЖАЄ:

розроблена "Методика визначення дефектності матеріалу деталей магістральних газопроводів з використанням методу механічної резонансної спектроскопії" повністю відповідає вимогам чинної нормативно-технічної документації.

КОМІСІЯ РЕКОМЕНДУЄ:

прийняти "Методику визначення дефектності матеріалу деталей магістральних газопроводів з використанням методу механічної резонансної спектроскопії" в експлуатацію.

Голова комісії

Члени комісії:



С. Ф. Савула

О. І. Марченко

Ю. В. Воліховський

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 Ti₃Sn / 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 Ti₃Sn).

3. **Vdovychenko O.** Mechanical behavior of homogeneous and nearly homogeneous Ti₃Sn: 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 Ti₃Sn 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 AM₂5/SiC).

10. **Vdovychenko O. V.** Effect of polyethylene glycol content in compacts on structure of porous sintered Al₂O₃ / 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 Al₂O₃).

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 Са₁₀(РО₄)(ОН)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 быстрозакристаллизованного 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 Ti_3Sn / 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 Ti_3Sn).

16. **Вдовиченко О. В.** Особливості 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. –Вип.23. – С.43 – 52. (Самостійно проведене дослідження).

18. **Вдовиченко О. В.** Моделювання пружної поведінки пористих порошкових матеріалів 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. – Вип.25. – С.85 – 90. (Дисертант запропонував модель матеріалу, що по різному опирається 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. –Вип.24. – С.129 – 136. (Автором визначені пружні сталі монокристалу KBr і модулі пружності поліметилметакрилату 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. – Вып.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. – Вып.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 проблемы физического материаловедения: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 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 комірі).*

32. **Вдовиченко А. В.** Распространение ультразвуковой волны в стержне из нелинейно-упругого материала / А. В. Вдовиченко // *Современные проблемы*

фізического матеріалознавства: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН України, 2005, С.183 – 189. (*Самостійно проведено 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 проведено дослідження*).

38. **Vdovychenko O.** Dynamic non-linear elasticity of powder materials / O. Vdovychenko, V. V. Skorokhod // *10th 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 методику 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 методику оцінювання вмісту дефектів за результатами визначених характеристик нелінійної поведінки ПМ).

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

44. **Vdovychenko O.** Changes of characteristics of internal friction in steel 20 and 12Kh1MF during operation in steam pipelines / O. Vdovychenko // *5th 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 // *11th 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_3Sn 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 методику 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 методику 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.