

## ВІДГУК

офіційного опонента на дисертаційну роботу Вдовиченка Олександра Васильовича «Ідентифікація мезоструктури та визначення властивостей порошкових і композиційних матеріалів методами акустичної спектроскопії», подану на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.02.01 – матеріалознавство (13 Механічна інженерія)

### Актуальність теми дисертації.

Проблема розроблення методології ідентифікування структури порошкових і композиційних матеріалів новими акустичними методами під час створення виробів з заданими фізико-механічними властивостями є, безумовно, актуальною. Дисертант зосередив увагу на дослідженні матеріалів, які відносяться до різних класів за хімічним складом і функціональними властивостями, але об'єднані наявністю таких специфічних елементів структури як площинні внутрішні межі, а тому мають схожу механічну поведінку та використовуються для виготовлення деталей машин і механізмів, а також виробів біомедичного призначення.

Дисертація виконана згідно з планом науково-дослідних робіт Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича: номер держреєстрації (№ д/р) 0199U003803 “Розробка нового покоління пористих композитів з характеристиками макроструктури, що регулюються та підвищеною жорсткістю і дослідження їх структури, фізико-механічних та акустичних властивостей”; № д/р 0104U006141 “Дослідження закономірностей акустичного відображення елементів структури, дефектності і фізико-механічних властивостей композиційних та пористих матеріалів із складною структурою на різних ієрархічних рівнях”; № д/р 0105U003542 “Оптимізація технології інжекційного пресування, спікання в присутності електромагнітних полів та деформаційної обробки порошкових матеріалів шляхом застосування континуальних моделей консолідації та формоутворення”; № д/р 0106U008078 “Здатність до демпфування напруги високопористими керамічними матеріалами та керам-органічними композитами на їх основі”; № д/р 0107U000039 “Дослідження нелінійних ефектів при формуванні полів пружних хвиль та можливостей їх практичного використання для моделювання властивостей та акустодіагностики спечених металевих і композиційних матеріалів”; № д/р 0107U006995 “Розроблення рекомендацій по визначенню граничного ресурсу експлуатації вузлів теплоенергетичного обладнання за допомогою комплексної методики неруйнівного контролю”; № д/р 0108U001224 “Мультимасштабне моделювання процесів консолідації дисперсних систем та керування структурою керамічних, металевих та композиційних матеріалів з метою контролю зародження дефектів та запобігання їх розвитку”; № д/р 0110U002405 “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”; № д/р 0111U002405 “Дослідження закономірностей деформації та руйнування титанових сплавів, схильних до мартенситних перетворень”; № д/р 1113U002182 “Розробка фізично обґрунтованих методів визначення характеристик пружності багатозфазних порошкових матеріалів з урахуванням властивостей вихідних компонентів, технології виготовлення та особливостей експлуатації”.

### Оцінка змісту дисертації

Дисертаційна робота має обсяг 358 сторінок і містить 116 рисунків та 18 таблиць, складається з анотації, вступу, шести розділів, загальних висновків, списку використаних джерел із 507 найменувань, а також 7 додатків.

У першому розділі автор проаналізував стан проблем, які стосуються досліджень особливостей структури порошкових та композиційних матеріалів, їхньої еволюції виготовлення та впливу на фізико-механічні властивості, а також перспективи використання існуючих акустичних методів контролю для розрізнення виду дефектів структури. На основі аналізу експериментальних та теоретичних робіт з вивчення акустичних явищ в порошкових та композиційних матеріалах автор зробив висновок, що практично не дослідженим є вплив

дефектів структури цих матеріалів, які спричинені параметрами технології, на істотно нелінійну пружну поведінку матеріалів та можливість використання нелінійних акустичних явищ для контролю процесів виготовлення. Проведений аналіз підтвердив актуальність теми і дав змогу автору сформулювати мету роботи і поставити завдання досліджень, які охоплюють три аспекти: 1) методологічний, що ґрунтується на уявленнях про структурну чутливість акустичних властивостей матеріалів; 2) експериментальний зі встановлення закономірних зв'язків між параметрами мезоструктури і особливостями відгуку на акустичні збурення; 3) моделювання нелінійної пружної поведінки матеріалів з дефектами різної морфології.

У **другому розділі** сформульовано загальну методику та наведено результати власних методичних розробок автора щодо дослідження матеріалів з мезодефектною структурою на підставі аналізу відгуку на акустичне збурення в умовах резонансу в частотній, часовій і частотно-часовій областях. Були розроблені і протестовані на зразках монокристалів KBr аморфного поліметилметакрилату обчислювальні програми розв'язку прямої та оберненої задач лінійної резонансної ультразвукової спектроскопії, а також програми для аналізу нелінійних коливань в часовій і частотно-часовій областях. Розроблено захищені патентами України на винахід способи визначення модуля пружності з урахуванням залежності резонансних частот коливань від амплітуди максимальних циклічних деформацій і чотири способи визначення дефектності матеріалів на підставі виявлення і аналізу нелінійних складових акустичного відгуку зразків в умовах резонансу. Також в цьому розділі обрано матеріали для досліджень та описані особливості технології їх виготовлення, що дозволило одержати керамічні, металеві та композиційні матеріали з різною мезодефектною структурою.

**Третій розділ** присвячено експериментальним дослідженням впливу параметрів технології на еволюцію пор та площинних дефектів структури керамічних матеріалів  $Al_2O_3$  та композитів гідроксипатит - склофаза та їх зв'язку з акустичними характеристиками. Встановлено, що на швидкість поширення акустичної хвилі і модуль Юнга, обчислений на основі припущень лінійної теорії пружності, одночасно істотним чином впливають пористість, морфологія пор, вміст площинних дефектів, з чого випливає принципова неможливість ідентифікації типу мезодефекту пористих матеріалів за результатами класичних акустичних експериментів. Водночас експериментально виявлено низку нелінійних акустичних ефектів, що виникають в режимі резонансних коливань зразків спеченого пористого оксиду алюмінію з амплітудами деформацій, набагато меншими за руйнівні, серед яких: 1) залежні від амплітуди коливань спотворення форми резонансних кривих і одночасна зміна резонансної частоти; 2) спотворення форми коливань в часовій та частотно-часовій областях та пов'язаний з ним ефект генерування гармонік в частотному спектрі коливань; 3) ефект повільної динаміки, який полягав у повільному (за час  $\sim 10^4$  с) відновленні резонансної частоти коливань малої амплітуди та декремента за законом, близьким до експоненціального, після зменшення резонансної частоти внаслідок коливань з відносно великою амплітудою.

На підставі аналізу результатів вперше 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. Наявна кореляція між характеристиками різних нелінійних акустичних явищ в зразках оксиду алюмінію свідчить про спільне їх джерело, яким, на думку автора, є двовимірні мезодефекти структури (недосконалі контакти між частинками порошку і/або тріщини). На цій підставі автор робить висновок про перспективність використання методів нелінійної резонансної спектроскопії для ідентифікації виду дефектів.

**Четвертий розділ** містить результати аналітичного та числового моделювання механічної поведінки матеріалів, які мають об'ємні пори і площинні дефекти. Показано, що макроскопічна модель пружної поведінки матеріалів, що містять площинні дефекти, 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, в цілому вірно описує одержані експериментальні дані. Автор показав, що в матеріалах пружна поведінка яких визначається потенціалом такого вигляду,

характеристики пружності і швидкості поширення поздовжньої і поперечної акустичних хвиль не є константами, а залежать від характеру динамічного збурення.

На підставі прямого комп'ютерного моделювання на елементарній комірці автором була запропонована методологія визначення справжніх значень характеристик пружності і встановлення на їх основі характеристик структури мікронеоднорідного матеріалу.

**У п'ятому розділі** наведено результати експериментальних досліджень формування структури і фізико-механічних властивостей під час спікання металевих порошків заліза і титану та екструзії алюмінієвого сплаву і композиційних матеріалів на основі алюмінієвих сплавів, зміцнених мікро- та наноструктурними частинками карбиду кремнію на основі визначення лінійних і нелінійних характеристик резонансних коливань.

Показано, що під час коливань зразків пластичних порошкових металів і металокомпозитів виникають нелінійні акустичні явища, подібні до виявлених у зразках крихкої кераміки. На підставі досліджень залежностей величин, що кількісно характеризують нелінійні явища, від технологічних параметрів та порівняння їх з результатами досліджень поверхонь руйнування автор зробив висновок, що нелінійні явища обумовлені, першою чергою, станом контактів між частинками. Ним встановлено, що стан контактів між частинками, сформованих в процесі спікання пористого титану, відіграють домінуючу роль в розсіюванні енергії коливань, натомість пористість як така впливає набагато менше.

Проведене порівняння характеристик, визначених в резонансному акустичному експерименті, з характеристиками міцності і електропровідністю показало, що межа плинності і коефіцієнт тріщиностійкості порошкових заліза та титану найкраще корелюють з коефіцієнтами амплітудної залежності резонансної частоти та декременту коливань.

Дисертант також встановив, що характеристики пружності композитів на основі алюмінієвих сплавів зростають зі збільшенням вмісту SiC до певної критичної концентрації, що залежить від розмірів частинок порошків складових. Подальше збільшення концентрації SiC призводить до гальмування зростання пружності, що пояснюється формуванням агломератів частинок кераміки, між якими утворюються пори. Встановлено, що критичною для композитів з порошків алюмінієвого сплаву і SiC розмірами частинок 80 мкм і 100...300 нм, відповідно, є об'ємна концентрація близько 4%. Розрахунки, підтверджені дослідженнями нелінійних акустичних характеристик, показали, що крім залишкової пористості на зменшення пружності композитів впливають недосконалі контакти між частинками кераміки в агломератах.

**Шостий розділ** присвячено дослідженню литих матеріалів, а саме утворення дефектів, що виникають в деталях котельного обладнання, виготовлених зі сталі 20 та 12X1МФ, під дією перегрітої пари за підвищених температур і тисків, а також еволюції структури  $Ti_3Sn$  в процесі механічних коливань.

Встановлено, що зразки сталей після тривалої експлуатації, на відміну від матеріалів у вихідному стані, проявляють нелінійну пружну поведінку, яка, зокрема, проявляється у спотворенні форми резонансної кривої і лінійній залежності резонансної частоти від амплітуд коливань зразків.

Серед однофазних інтерметалічних сполук під час коливань однофазного  $Ti_3Sn$  виявлено сильні нелінійні акустичні ефекти (асиметричність резонансної кривої, залежність частоти резонансу від збільшення чи зменшення частоти збурення) і встановлено, що уявний модуль Юнга, визначений методом резонансної спектроскопії, змінюється залежно від амплітуд коливань зразка за експоненціальним законом. Також виявлено залежність внутрішнього тертя від частоти коливань в діапазоні частот  $10^0...10^4$  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.

### **Оцінка достовірності та обґрунтованості основних положень дисертації**

Достовірність отриманих результатів досліджень забезпечується застосуванням сучасних експериментальних методів акустичних вимірювань та методів визначення характеристик статичної міцності і електрофізичних характеристик, динамічного механічного аналізу,

дослідженням мікроструктури з використанням оптичної та растрової електронної мікроскопії та подальшим статистичним аналізом. Експериментальні результати узгоджуються з результатами комп'ютерного моделювання.

Основні наукові положення та висновки, сформульовані в дисертації, добре обґрунтовані, базуються на глибокому аналізі досліджуваних явищ, інтерпретація результатів узгоджується з фундаментальними положеннями сучасного фізичного матеріалознавства.

### **Наукова новизна**

1. 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, ампліудна 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. Доведено, що ефективний відгук порошкових та пошкоджених матеріалів обумовлюється різним їх опором стиску та розтягу, кількісно пов'язаних з вмістом площинних елементів (дефектів) мезоструктури матеріалів, сформованих під час виготовлення чи набутих під час експлуатації.

4. Отримано експериментальні дані про динамічну пружність і здатність до демпфування спечених порошкових Fe, Ti, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> та одержаних екструзією КМ «алюмінієві сплави/SiC» залежно від характеристик внутрішньої будови і технології. Встановлено, що в ПМ з неповністю сформованими контактами між частинками ефективні характеристики пружності не є константами матеріалу, а змінюються від амплітуди і тривалості циклічного деформування, 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 для литого Ti.

6. Виявлено сильні нелінійні акустичні ефекти (асиметричність резонансної кривої, залежність частоти резонансу від напрямку зміни частоти збурення) під час коливань однофазного Ti<sub>3</sub>Sn та встановлено експоненціальну повністю оборотну залежність резонансної частоти від амплітуди коливань та залежність внутрішнього тертя від частоти коливань.

### **Практичне значення результатів дисертації**

Основним практичним результатом дисертації є нові науково-практичні принципи розрізнення структури порошкових і композиційних матеріалів, які можуть бути використані для розроблення нових та оптимізації існуючих технологій виготовлення, а також для неруйнівного контролю виробів під час експлуатації. На їх основі розроблено спосіб визначення пружності матеріалів, захищений патентом, та способи визначення дефектності матеріалів, захищених чотирма патентами України на винахід.

Результати досліджень, використані на Казенному заводі порошкової металургії (м. Бровари), дозволили підвищити достовірність контролю спечених порошкових виробів. Розроблена методика визначення дефектності матеріалів прийнята до експлуатації в УМГ «Львівтрансгаз» компанії «Укртрансгаз» НАК «Нафтогаз України».

### **Повнота викладу результатів в опублікованих працях**

Основні результати досліджень за темою дисертації викладено автором в 54 наукових роботах, серед яких 35 в наукових фахових виданнях України та інших держав, 14 з них індексуються міжнародними наукометричними базами даних (SCOPUS, Web of Science, Thomas Reuters, Google Scholar та ін.), 5 патентів, та 14 публікацій за матеріалами доповідей на конференціях. Отже, кількість і якість публікацій є достатніми для повного висвітлення результатів докторської дисертації.

### Зауваження до дисертації

1. В оглядовому розділі дисертації, зокрема у пп. 1.2.1, де йдеться про визначення модулів пружності матеріалів, не ураховані відомі праці науковців ФМІ (див., наприклад, Фізико-хімічну механіку матер. 2012 р. №4, с. 68–75), а також нічого не згадується про стан застосування вейвлет-перетворень, хоч сам розділ не є переобтяженим, а у дисертації ці перетворення суттєво застосовуються.
2. У розділі 2 дисертації опис методики проведення експериментів (один із основоположних, на думку опонента) відсилає читача до праці [70], яка не є широко розповсюдженою, а тому виклад матеріалу дисертації сприймається неоднозначно. Те ж саме стосується і посилання на працю [412].
3. На с. 107 сказано, що вивчення коливань деяких зразків у частотно-часовій області проводили за вейвлет-аналізом їхніх функцій переміщення, використовуючи для цього материнський вейвлет – так званий “мексиканський капелюх”. Однак, зовсім не сказано про обґрунтованість його вибору, оцінювання достовірності результатів і, найголовніше, як здійснювали перехід в частотну область, тобто як вибрано основні параметри: масштаб і зсув по часовій осі.

4. В таблиці 2.3 на с.110 представлено результати тестових досліджень запропонованої методики, яка базується на вимірюванні резонансних частот зразка монокристалу KBr із подальшим визначенням пружних констант шляхом опрацювання отриманих результатів. У таблиці є певні неточності щодо посилань і для тестування методики більш ефективним було б, мабуть, провести вимірювання пружних констант зразків KBr за методикою, розробленою автором, а також іншою загальноприйнятою методикою і порівняти їх. Не зовсім зрозуміло, що мається на увазі під величиною похибки, приведеною в таблиці Це похибка розрахунку, чи ця похибка включає також і похибку вимірювань резонансних частот, а також густини та розмірів зразка, які необхідні для визначення пружних модулів?

5. Як зрозуміти термін “прямокутний зразок розмірами 5x3x3 мм”? (с. 115)
6. У дисертації вжито поняття пористості: сирої, загальної, середньої, відкритої тощо (с. 131–132), але ніде немає дефініції цієї термінології.
7. У роботі трапляються окремі описки та неточності. Так, наприклад, на с. 103 не вказано, звідки взяті приведені формули.(2.18), а на с.104 – залежність (2.19); як розуміти вираз “прямокутний зразок розмірами 5x3x3 мм” (с. 115); рис. 3.20 не інформативний; а рис. 5.1 не має масштабу тощо.

### Заключна оцінка дисертаційної роботи

Наведені зауваження не зменшують загального високого рівня результатів роботи та її практичного значення і не впливають на її загальну позитивну оцінку. Дисертаційна робота за актуальністю вирішеної науково-технічної проблеми, науковою новизною і оригінальністю отриманих результатів є завершеною науковою працею і відповідає паспорту спеціальності 05.02.01 - матеріалознавство. Результати достатньою мірою апробовані, автореферат повно висвітлює її основні положення.

В цілому дисертація «Ідентифікація мезоструктури та визначення властивостей порошкових і композиційних матеріалів методами акустичної спектроскопії» повністю

відповідає вимогам пунктів 9, 10, 12 «Порядку присудження наукових ступенів», затвердженого постановою Кабінету Міністрів України № 567 від 24 липня 2013 р. в редакції від 26.11.2019, що висуваються до докторської дисертації та вимогам до оформлення дисертації, затверджених наказом МОН України №40 від 12.01.2017, а її автор Олександр Васильович Вдовиченко заслуговує на присудження наукового ступеня доктора технічних наук зі спеціальності 05.02.01 – матеріалознавство. Технічні науки (13 Механічна інженерія).

Заступник директора ФМІ НАН України  
чл.-кор. НАН України д.т.н., проф.



*Векшевський*

В.Р. Скальський

