

## **ВІДГУК**

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

Дисертація присвячена вирішенню науково-технічної проблеми розроблення нової методології ідентифікації структури і властивостей порошкових (ПМ), композиційних (КМ) та пошкоджених матеріалів методами акустичної спектроскопії з метою створення виробів з прогнозованими фізико-механічними та функціональними характеристиками.

### **Актуальність теми дисертації**

Для ПМ і КМ є характерними такі елементи недосконалості структури, як пори, поверхні розділу між частинками порошку чи між фазами, що утворюють мезоструктуру матеріалів і істотно впливають на експлуатаційні характеристики виробів з них. Передумовою створення нових ПМ і КМ із заданими властивостями є поглиблене розуміння процесів формування і еволюції елементів мезоструктури різних типів. Проблема ідентифікації елементів мезоструктури набуває неабиякої актуальності в процесі створення виробів за новими технологіями (тривимірний друк на 3D-принтері, гвинтова екструзія, гаряче ізостатичне пресування, електро-, мікрохвильове та лазерне селективне спікання), коли хімічні і фізичні процеси структуроутворення відрізняються від традиційних і відомі моделі не надають вичерпної інформації про часову і просторову еволюцію структури.

Відмічені в роботі існуючі методи ультразвукової ідентифікації структури не надають можливості розрізнити тип елементу мезоструктури: пора, неповністю сформований контакт, 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, поставлене в роботі завдання розробити методологію ідентифікації структури ПМ і КМ новими акустичними методами з метою забезпечення створення виробів із заданими фізико-механічними властивостями є безумовно актуальним.

## **Структура та характеристика роботи**

Дисертаційна робота складається зі вступу, 6-ти розділів, висновків, списку використаних джерел, додатків. Матеріал представлений на 358-ми сторінках. Дисертація містить 116 рисунків, 18 таблиць, список використаних джерел з 507-ми найменувань та 8 додатків.

**Перший розділ** присвячено огляду проблем, що виникають при дослідженні структури і фізико-механічних властивостей ПМ і КМ акустичними методами. Із аналізу літературних джерел встановлено, що практично не дослідженим є вплив технологічних параметрів виготовлення ПМ і КМ на їх мезоструктуру, і зроблено висновок про можливість використання нелінійних акустичних явищ для моніторингу процесів створення таких матеріалів. В результаті **мету роботи** було сформульовано, як 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 **завдання дослідження**, які складають 3 основні частини роботи – методичну, експериментальну, модельно-теоретичну:

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.

**Другий розділ** присвячено аналізу прийнятих в роботі методів визначення характеристик пружності та непружності і оцінки мезоструктури ПМ і КМ резонансними методами. В ньому запропоновано методологію розрізнення мезодефектів різного типу на підставі аналізу відгуку матеріалів на акустичне збурення в умовах резонансу в частотній, часовій і частотно-часовій областях.

Розроблено і протестовано на монокристалах KBr і зразках аморфного поліметилметакрилату обчислювальні програми для розв'язку прямої і оберненої задач резонансної ультразвукової спектроскопії, що дає можливість визначення лінійних характеристик пружності і непружності досліджуваних матеріалів.

Для підвищення точності визначення модуля Юнга автором було розроблено і запатентовано спосіб врахування залежності резонансних частот зразків матеріалів з мезодефектною структурою від амплітуди максимальних циклічних деформацій. Також було винайдено і захищено 4-ма патентами України на винахід способи виявлення і аналізу нелінійних складових акустичного відгуку зразків в умовах резонансу, що дозволяє ідентифікувати і кількісно оцінювати вміст мезодефектів певного типу.

У **третьому розділі** розглянуто вплив технологічних параметрів формування керамічних матеріалів (ГАп-склофаза, оксид алюмінію) на утворення елементів мезоструктури (пор, площинних дефектів) в них, та встановлено закономірний зв'язок між кількісними показниками таких елементів та акустичними характеристиками.

Встановлено, що на швидкість поширення акустичної хвилі і модуль Юнга, обчислений на основі припущень лінійної теорії пружності, одночасно впливає ряд характеристик мезодефектної структури: пористість, морфологія пор, вміст площинних дефектів, а на коефіцієнт згасання акустичної хвилі – також співвідношення довжини хвилі і розміру елемента структури. Таким чином, визначення типу мезодефекту в керамічних матеріалах за результатами класичних акустичних експериментів є неможливим. Виявлено, що в результаті акустичного збурення зразків спеченого пористого оксиду алюмінію в режимі резонансних коливань з амплітудами деформацій, набагато меншими за руйнівні, виникає ряд нелінійних акустичних ефектів.

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, тріщини). Встановлено, що об'ємні пори в діапазоні пористості 0,02–0,26 в повністю консолідованій кераміці впливають лише на значення модуля пружності і не викликають нелінійних ефектів. Зроблено висновок про перспективність використання методів нелінійної резонансної спектроскопії для ідентифікації площинних дефектів в керамічних виробх методом неруйнівного контролю.

У **четвертому розділі** наведено результати аналітичного та чисельного моделювання впливу площинних дефектів на швидкості поширення пружних хвиль, макроскопічний модуль пружності і резонансну частоту в ПМ за різних умов пружного деформування. На особливу увагу заслуговує теоретична частина роботи, присвячена комп'ютерному моделюванню ефективних модулів пружності методом скінченних елементів, що знімає обмеження на взаємне розташування пор та тріщин в комірці і дає можливість задати більш реалістичну структуру матеріалу. Запропонована форма функції питомої пружної енергії дозволила

описати пружну поведінку ПМ, 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. Отримано залежності модуля Юнга та коефіцієнта Пуассона від міри площинних дефектів для матеріалів з різним рівнем пористості.

Запропонована модель в цілому вірно відбиває нелінійну пружну поведінку ПМ і 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.

**П'ятий розділ** присвячено експериментальним дослідженням впливу еволюції мезодефектів структури ПМ і КМ, що відбувається під час їх консолідації, на характеристики механічних коливань та пружності.

Встановлено вплив еволюції площинних дефектів на характеристики резонансних коливань та пов'язані з ними механічні характеристики *порошкового заліза* з практично незмінюваною при спіканні пористістю, що дозволило мінімізувати її вплив на значення вимірюваних характеристик. Відзначено, що поведінка порошкового заліза схожа на поведінку слабо спеченого оксиду алюмінію, 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). Проведеним аналізом визначених акустичних і механічних характеристик встановлено механізми руйнування мезоструктури порошкового заліза. Показано, що до температури спікання зразків у 573 К будь-які структурні зміни були відсутні; після спікання за температури 773 К спостерігали руйнування переважно по контактах між частинками і лише за температури 973 К спостерігали крихке транскристалітне руйнування структури, що свідчило про формування досконалих контактів.

Вплив пористості і розміру вихідних порошоків на формування контактів в структурі *титану* був досліджений після холодного пресування і спікання в вакуумі за температур 573–1473 К. Результати визначення дефектності за швидкостями поширення поздовжніх акустичних хвиль різних типів засвідчили, що дефектність матеріалі істотно залежить від їхньої пористості – площинні дефекти більше впливають на характеристики пружності більш пористих матеріалів. За результатами визначення модуля Юнга встановлено, що активне формування контактів в порошковому титані відбувається в діапазоні температур 973–1273 К. Встановлено, що неповністю спечений титан (773–973 К) демонструє високу здатність до демпфування, яка зростає зі збільшенням пористості.

Зменшення декременту коливань матеріалів однакової пористості з підвищенням температури спікання вказує на недосконалі контакти як головне джерело розсіювання енергії пружних коливань. 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. Зроблено висновок щодо еволюції структури титану в процесі спікання: збільшення пористості після пресування і спікання за температури  $< 773$  К супроводжується погіршенням якості контактів між частинками, і вже за температури  $973$  К спікання активно відбувається в усьому діапазоні пористості. Якісні за критерієм нелінійності коливань контакти між частинками формуються за температури  $1273$  К і подальше її підвищення до  $1473$  К помітно не впливає на стан контактів. Порівняння акустичних характеристик з питомим електричним опором і характеристиками міцності засвідчило, що межа плинності найкраще корелює з коефіцієнтом амплітудної залежності резонансної частоти і декрементом коливань.

В розділі також наведені результати досліджень формування властивостей КМ, одержаних екструзією *порошків алюмінієвих сплавів і карбїду кремнію*. За результатами досліджень нелінійних акустичних характеристик встановлено, що оптимальна мезодефектна структура формується під час екструзії порошків алюмінієвого сплаву в діапазоні коефіцієнтів витяжки  $17$ – $25$ . Встановлено, що характеристики пружності композитів на основі алюмінієвих сплавів зростають зі збільшенням вмісту карбїду кремнію 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 у композиті  $Al-6Cu-0,4Mn/15\%SiC$  збільшення середнього розміру частинок порошку матричного сплаву від  $40$  до  $180$  мкм та зменшення середнього розміру частинок  $SiC$  від  $14$  до  $3$  мкм призводить до зменшення модулів Юнга, зсуву та коефіцієнта Пуассона. Встановлено, що критичною для КМ, зміцнених наночастинками  $SiC$  розміром  $100$ – $300$  нм, є їх 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.

**Шостий розділ** містить результати акустичних досліджень мезодефектів в елементах котельного обладнання, виготовлених зі сталі  $20$  та  $12X1M\Phi$ , після їх експлуатації в умовах підвищених температури і тиску та еволюції структури  $Ti_3Sn$  в процесі механічних коливань.

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, що свідчить про пошкодженість сталей. Більш чутливими до структурних змін виявилися зміни резонансної частоти під дією циклічних деформацій зразка.

Досліджено вплив частоти та амплітуди деформування на механічну поведінку інтерметаліду  $Ti_3Sn$ . Встановлено повністю оборотну експоненціальну залежність від амплітуд коливань уявного модуля Юнга, пропорційного до квадрату резонансної частоти, а також залежність внутрішнього тертя від частоти. На думку автора, нелінійність акустичних ефектів є наслідком оборотного руху контактів між двійниками і/або переорієнтації двійників під дією прикладених акустичних навантажень і їхньою взаємодією з перешкодами.

### **Ступінь обґрунтованості наукових положень, висновків, рекомендацій та їх достовірність**

Усі наукові положення, висновки і рекомендації автора обґрунтовані й не суперечать сучасним науковим положенням матеріалознавства порошкових та композиційних матеріалів. Достовірність експериментальних даних забезпечується точністю використаних засобів вимірювання та великим обсягом одержаних результатів, що має відображення в участі автора в якості відповідального виконавця у 10-ти науково-дослідних роботах. Прийняті математичні моделі базуються на фундаментальних законах механіки суцільного середовища із застосуванням методу скінченних елементів для аналізу механічної поведінки досліджуваних матеріалів. Достовірність комп'ютерного моделювання підтверджено співставленням його результатів з достовірними експериментальними даними.

### **Наукова новизна результатів досліджень**

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 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, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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<sub>3</sub>Sn та встановлено експоненціальну повністю оборотну залежність резонансної частоти від амплітуди коливань та залежність внутрішнього тертя від частоти коливань.

### **Значення одержаних результатів для науки й практики**

На основі отриманих в роботі результатів створено нові науково-практичні принципи оцінювання формування структури ПМ і КМ, що можуть бути використані для розробки нових та оптимізації існуючих технологій виготовлення виробів та їх неруйнівного контролю в процесі експлуатації. Розроблено способи визначення пружності і дефектності матеріалів, що захищені 5-ма патентами України на винахід.

Результати досліджень використано на Казенному заводі порошкової металургії (м. Бровари), що дозволило підвищити достовірність контролю під час виготовлення виробів із спечених матеріалів і покращити їхні експлуатаційні характеристики. Розроблену «Методику визначення дефектності матеріалу деталей магістральних газопроводів з використанням методу механічної резонансної спектроскопії» прийнято в експлуатацію в Управлінні магістральних газопроводів «Львівтрансгаз» компанії «Укртрансгаз» НАК «Нафтогаз України».

### **Повнота викладення матеріалів дисертації в публікаціях. Ідентичність автореферату змісту дисертації**

Основні результати дисертації в повній мірі відображені у 54-ох публікаціях, з яких 35 мають фаховий характер (у т. ч. 14 індексовані в

міжнародних наукометричних базах даних), 14 відносяться до апробаційних, 5 – до патентів. Автореферат дисертації повністю відповідає її змісту.

### **Зауваження до змісту дисертації**

1. В анотації (с. 2) та вступі (с. 27) по різному сформульовано визначення об'єкта дослідження. Те ж стосується і тексту автореферату (с. 3 і с. 35).

2. В оглядовому розділі занадто багато уваги приділено феноменолого-аналітичним підходам до аналізу властивостей і напруженого стану матеріалів з різною структурною недосконалістю. Разом з тим, автор не приділив уваги наявним в даний час універсальним комплексам обчислювальних програм для аналізу полів різної фізичної природи, в тому числі в дискретних структурах матеріалів, які є предметом дослідження в даній роботі.

3. На с. 131 автор, аналізуючи рис. 3.6, стверджує: «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», тобто підкреслюється різна міра зміни густини і усадки зразків з підвищенням температури спікання від 1623 до 1848 К. Насправді густина (пористість) теж істотно змінюється в зазначеному інтервалі температур.

4. У підписі до рис. 3.14 йде невірне посилання на формулу (3.4) для розрахунку модуля Юнга. Також на цьому рисунку відсутні дані розрахунку методом скінченних елементів, хоча на с. 138 вказано на зворотне.

5. Запропоновані в 4-му розділі аналітичні та чисельні моделі пружного деформування ПМ з дефектами різних типів не враховують температурну складову в напруженому стані спеченого матеріалу, врахування якої є особливо важливим з огляду на перспективу неруйнівного моніторингу процесу виготовлення порошкових і керамічних виробів.

6. У висновках до 5-го розділу вказано (с. 256), що оптимальна мезодефектна структура порошків алюмінієвого сплаву формується під час екструзії в діапазоні коефіцієнтів витяжки 17–39, хоча на с. 235 відмічено, що збільшення коефіцієнту витяжки понад 25 супроводжується виникненням тріщин.

### **Зауваження до оформлення**

1. Термінологічні неточності:

– вказано – «комп'ютерне моделювання пружності матеріалів» (с. 28). (Замість «пружності» потрібно писати «пружного стану», «пружної поведінки» або «пружних властивостей»);

– за фізико-механічні властивості прийнято «міцність і пружність» (с. 40), коли останні є виключно якісними показниками механічного стану матеріалу, а властивостями є безліч кількісних констант, що характеризують, зокрема, ті ж міцність і пружність матеріалу;

– деформації позначено через  $u$  (с. 58), в інших місцях – через  $\epsilon$ ;



- вказано – «границя» (с. 195), в інших місцях – «межа» між зернами.
- 2. В певній частині не співпадають український і англійський варіанти анотації (с. 2–8).
- 3. Переплутано нумерацію сторінок (дисертація складається з 358-ми сторінок, натомість пронумеровано 360).
- 4. Таблиць є 18, вказано – 17 (с. 31); відсутнє посилання на табл. 1.2.
- 5. Щодо автореферату:
  - вказано на наявність 7-ми додатків, натомість в дисертації наведено 8;
  - на с. 19 присутнє невірне посилання на формулу (6), потрібно посилатися на формулу (10);
  - на с. 21 має місце невірне формулювання: «В третьому підрозділі четвертого розділу...», хоча мова йде про п'ятий розділ;
  - переплутано порядок нумерації формул: після формули (12) слідує формула (9).

#### Загальний висновок щодо дисертації

В цілому, дисертаційна робота Вдовиченка О. В. «Ідентифікація мезоструктури та визначення властивостей порошкових і композиційних матеріалів методами акустичної спектроскопії» вирішує актуальну науково-практичну проблему, має суттєві наукові та прикладні результати, є завершеною науковою працею. Наведені зауваження не впливають на загальну позитивну оцінку роботи. За своїм обсягом, актуальністю, науковим рівнем, новизною, а також достовірністю і практичною цінністю отриманих результатів дисертація повністю відповідає вимогам пунктів 9, 10, 12 «Порядку присудження наукових ступенів і присвоєння вченого звання старшого наукового співробітника», затвердженого постановою Кабінету Міністрів України № 567 від 24 липня 2013 р. Зміст дисертації відповідає формулі та напрямку досліджень згідно паспорта спеціальності 05.02.01 – матеріалознавство, а її автор, **Вдовиченко Олександр Васильович**, заслуговує на присудження наукового ступеня доктора технічних наук за вказаною спеціальністю.

Офіційний опонент,  
доктор технічних наук, завідувач відділу  
фізико-механічних досліджень та  
нанотестування матеріалів Інституту  
надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАНУ

О. О. Лещук

Підпис Лещука Олександра Олександровича засвідчую.  
Вчений секретар Інституту надтвердих матеріалів  
ім. В. М. Бакуля НАНУ, к.т.н.

В. В. Смоквина

