

ВІДГУК

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

1. Актуальність теми, відповідність спеціальності

Потреби самих різних галузей промисловості вимагають створення нових порошкових та композиційних матеріалів, включно з такими, які для забезпечення функціональних характеристик виробів з них повинні мати пористу структуру, але водночас зберігати прогнозовані механічні характеристики (жорсткість, міцність, тріщиностійкість). Розв'язання науково-технічної проблеми створення матеріалів з оптимальним комплексом властивостей за новими технологіями вимагає глибокого розуміння закономірностей формування структури певного виду в процесі виготовлення та її деградації під час експлуатації. Тому дисертаційна робота О.В. Вдовиченка, яка спрямована на створення методології ідентифікації елементів мезоструктури порошкових і композиційних матеріалів новими акустичними методами, є безумовно **актуальною** як в фундаментальному, так і в прикладному аспектах.

Робота повністю відповідає паспорту спеціальності 05.02.01.

2. Наукова новизна, достовірність і обґрунтованість основних положень, висновків і результатів дисертації

Наукова новизна отриманих результатів полягає в тому, що в роботі вперше:

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, 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. 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. 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 Ті 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. 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 отриманих результатів досліджень забезпечується точністю використаних засобів вимірювань, застосуванням сучасних експериментальних методів визначення акустичних, механічних, електрофізичних характеристик, використанням комплексу прямих структурних методів досліджень, великим обсягом одержаних результатів та коректністю математичних методів їх опрацювання.

Основні наукові положення та висновки добре обґрунтовані, базуються на глибокому аналізі досліджуваних явищ, підтверджуються хорошим збігом з результатами відомих в науковій літературі експериментальних робіт. Наукові статті, які висвітлюють основні результати дисертаційної роботи, пройшли експертизу в таких авторитетних журналах в галузі матеріалознавства, як Порошковая металлургия, Scripta Materialia, Journal of Materials Science, Materials and Design, Фізико-хімічна механіка матеріалів, Металлофізика и новейшие технологии, Доповіді НАН України та інших виданнях.

Загалом основні результати досліджень за темою дисертації автор виклав 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 України на винахід.

Матеріали дисертації доповідались і оговорювались на 23 міжнародних та всеукраїнських науково-технічних конференціях, серед яких 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 Conference “Nanotechnology and Nanomaterials” (NANO-2018), Kyiv, 2018.

Отже, кількість і якість публікацій є достатніми для повного висвітлення результатів докторської дисертації.

3. Практичне значення результатів дисертації полягає в тому, що були створені нові науково-практичні принципи ідентифікації елементів мезоструктури порошкових і композиційних матеріалів, які можуть бути використані для розробки нових та оптимізації існуючих технологій виготовлення та для неруйнівного контролю виробів під час експлуатації. На підставах цих принципів були розроблені способи визначення пружності та дефектності матеріалів, захищених патентами України на винахід. Застосування цих методів на Казенному заводі порошкової металургії (м. Бровари), дозволили підвищити достовірність контролю спечених порошкових виробів, а розроблена методика визначення дефектності матеріалів була прийнята до експлуатації в Управлінні магістральних газопроводів «Львівтрансгаз» компанії «Укртрансгаз» НАК «Нафтогаз України».

4. Структура, обсяг та зміст дисертації

Дисертація О.В. Вдовиченка добре оформлена, написана літературною мовою, характеризується послідовністю і доступністю викладання, внутрішньою цілісністю і системністю підходу. Дисертація складається з анотації, вступу, 6 розділів, загальних висновків та списку використаних джерел. Загальний обсяг дисертації складає 358 сторінок, робота містить 116 рисунків, 18 таблиць, список використаних джерел з 507 найменувань та 8 додатків.

У **вступі** розкрито стан наукової проблеми, обґрунтовано актуальність теми дисертації, сформульовано мету та задачі досліджень, її наукову новизну та практичне значення отриманих результатів; наведено інформацію стосовно апробації наукових результатів та особистого внеску автора, кількості публікацій, структури та обсягу дисертації.

В першому розділі розглядається стан проблеми на момент постановки досліджень за темою дисертації. Розглянуто класифікацію елементів мезоструктури, що формується внаслідок особливостей технологічних процесів виготовлення порошкових і композиційних матеріалів, та її еволюцію в процесі виготовлення і окреслено завдання ідентифікації виду елементів мезоструктури. Проведено огляд сучасних експериментальних акустичних методів, які можуть бути застосовані для розв'язання цієї задачі на основі відомих залежностей характеристик пружності від характеристик мезоструктури (пористості, форми пор, параметру густини тріщин). Аналіз сучасної літератури з матеріалознавства, фізики твердого тіла, технічної акустики та неруйнівного контролю проведений автором (більш ніж третина проаналізованих джерел видана за останні десять років) показав, що класичні акустичні методи неруйнівного контролю, які ґрунтуються на визначенні швидкостей поширення хвиль різних типів, мають обмежену придатність для розрізнення типів елементів мезоструктури та прогнозування характеристик матеріалів з інженерною точністю. Водночас було встановлено можливу перспективність використання з цією метою так званих «некласичних» нелінійних акустичних ефектів, що виникають в матеріалах з мезоструктурою, хоча систематичні дослідження взаємозв'язку технології виготовлення, особливостей мезоструктури і нелінійних акустичних явищ, що виникають в конструкційних та функціональних порошкових і композиційних матеріалах, не проводились. В результаті проведеного аналізу джерел автор визначив дисертаційної роботи встановлення закономірностей взаємодії акустичних полів з мезодефектами та аналіз закономірних зв'язків між показниками дефектності структури матеріалів та нелійними акустичними явищами в умовах резонансу, а також поставив завдання для досягнення поставленої мети.

У другому розділі сформульовано загальну методику, наведені методи, які були використані для вирішення задач дисертаційної роботи та обґрунтовано вибір цих методів. Наведені результати власних методів автора, які направлені на визначення характеристик нелінійності резонансних коливань, захищених патентами України на винахід, а також описані методи опрацювання результатів вимірювань параметрів резонансних коливань і наведені результати тестування програм розрахунку резонансних частот симетричних зразків ізотропних матеріалів і матеріалів з кубічною симетрією властивостей пружності, а також сталих пружності за результатами вимірювання резонансного спектру зразків. Також в цьому розділі обґрунтовано вибір досліджуваних матеріалів різних класів, та описані технології виготовлення, які дозволили автору створити зразки керамічних (Al_2O_3), металевих (Ti, Fe, Al-6Cu-0,4Mn) та композиційних (склофаза/ГАп, алюмінієві сплави/SiC) матеріалів з різною мезоструктурою.

На жаль, автор не сфокусував свою увагу на питаннях покращення якості сигналів, отримуваних при вимірюваннях резонансного спектра досліджуваних зразків (специфічних фільтрів, алгоритмів обробки сигналу тощо). Це досить актуально, оскільки порожнинна структура досліджуваних зразків обумовлює виникнення цілого ряду гармонік, які можуть істотно впливати на отримувані спектрограми.

У **третьому розділі** наведені результати експериментальних досліджень еволюції параметрів мезоструктури і акустичних характеристик крихких матеріалів (склофаза/ГАп, Al_2O_3) в залежності від технологічних параметрів. На основі аналізу експерименту з визначення пружності і дисипації енергії акустичної хвилі автор встановив, що, внаслідок одночасного впливу багатьох чинників, розрізнення пор і тріщин в керамічних матеріалах за результатами класичних акустичних експериментів є принципово неможливим.

Автор встановив наявність і закономірності зміни цілого ряду ефектів, які свідчать про те, що резонансні коливання зразків оксиду алюмінію є нелінійними. До таких явищ належать

- спотворення форми резонансної кривої та зменшення резонансної частоти в частотній області та відповідне збільшення амплітуди другої гармоніки в частотному спектрі коливань внаслідок збільшення амплітуди основного тону коливань;

- релаксація, яка проявляється в повільному (за час $\sim 10^4$ с) зростанні (відновленні) резонансної частоти коливань та одночасним зменшенням декременту коливань після стрімкого зменшення амплітуди коливань (ефект повільної динаміки);

- спотворення форми функції переміщень в часовій та частотно-часовій областях.

На підставі кореляції характеристик різних нелінійних ефектів автор зробив висновок, що виявлені нелінійні явища мають спільне джерело, не пов'язане з наявними порами, яким можуть бути двовимірні елементи мезоструктури (недосконалі контакти між частинками порошку і/або тріщини).

Зважаючи на неможливість детермінації тріщин і пор в керамічних композитах акустичними методами, автор застосував поняття «тріщиноподібних елементів». Вочевидь, таке поняття вимагає уточнень, оскільки в прийняті раніше математичних моделях наявність тріщин у структурі безпосередньо не враховувалася.

У **четвертому розділі** за результатами експериментів проведено обґрунтування моделі матеріалів, які містять об'ємні пори і площинні дефекти, та наводяться результати аналітичного та числового моделювання їх механічної поведінки. Запропонована модель на основі формулювань пружного потенціалу, які у випадку простих напружених і деформованих станів приводять до кусково-лінійних співвідношень між відповідними компонентами тензорів напружень і деформацій, дозволила описати пружну поведінку матеріалу за наявності об'ємних і площинних пор і оцінити їх вплив на властивості матеріалу.

Показано, що в матеріалах, пружна поведінка як визначається потенціалом запропонованого вигляду, характеристики пружності і швидкості поширення поздовжньої і поперечної акустичних хвиль не є константами, а залежать від характеру динамічного збурення.

Було встановлено закономірності зміни ефективних характеристик пружності (а отже – резонансних частот коливань) стрижнів, виготовлених з

матеріалів, пружна поведінка яких описується кусково-лінійними співвідношеннями.

На підставі прямого комп'ютерного моделювання на елементарній комірці автором показав, що запропонована модель матеріалу з мезоструктурою в цілому вірно відбиває їхню пружну поведінку і дозволяє кількісно описати вплив площинних елементів мезоструктури на ефективний модуль Юнга матеріалу і на резонансні частоти зразків.

Роблячи висновки та узагальнення стосовно моделювання, автор чітко не зазначив, чи не можна було застосовувати відомий підхід щодо моделювання поведінки так званого початкового структурного елемента композиційного матеріалу (ПСЕ) для визначення характеристик пружності, у тому числі, за основними ортами, та чи буде існувати відмінність таких характеристик. Зокрема, розглядаючи площинні дефекти, можна припустити наявність ортотропних відмінностей в акустичних характеристиках досліджуваних крихких матеріалах.

У **п'ятому розділі** наводяться результати експериментальних досліджень еволюції структури і формування властивостей внаслідок спікання металевих порошків (Fe, Ti) та екструзії сплаву Al-6Cu-04Mn і композиційних матеріалів на основі алюмінієвих сплавів, зміцнених частинками SiC та її вплив на резонансні акустичні характеристики зразків.

Було досліджено вплив еволюції стану контактів між частинками порошку **заліза** малої пористості ($\sim 0,04$) на характеристики резонансних коливань та пов'язані з ними механічні і електрофізичні характеристики. Були виявлені такі нелінійні акустичні явища, як залежності резонансної частоти і декременту коливань від амплітуди максимальних циклічних деформацій, та було встановлено вплив стану контактів на кількісні характеристики цих залежностей, що підтвердило висновки попередніх розділів про їхню роль в виникненні нелінійних ефектів.

Автор дослідив вплив еволюції стану контактів між частинками порошку **титану** різної пористості (від 0,05 до 0,40) на акустичні та механічні характеристики. На прикладі титану автор довів, що збільшення декременту коливань пористих порошкових матеріалів відбувається головним чином внаслідок погіршення стану контактів між частинками порошку, а не збільшення пористості. Подібним чином кількісні характеристики виявлених нелінійних явищ залежать від стану контактів і не залежать від пористості. Порівняння лінійних та нелінійних характеристик, визначених методами резонансного акустичної спектроскопії, з результатами фактографічних досліджень та характеристиками міцності і електропровідності показало, що кути нахилу залежностей резонансної частоти та декременту коливань від амплітуди максимальної циклічної деформації найкраще корелюють з межею плинності і коефіцієнтом тріщиностійкості порошкових металів. Це дозволило автору зробити висновок про чутливість сталей, які характеризують нелінійність коливань, саме до площинних дефектів, а отже і про можливість використання цих сталей для ідентифікації мезоструктури пористих матеріалів.

Для **композитів**, одержаних екструзією порошків алюмінієвих сплавів і мікро- та нанорозмірних SiC, встановлено наявність критичного вмісту

керамічних частинок, залежного від співвідношення розмірів частинок компонентів, перевищення якого веде до утворення агломератів частинок SiC, які містять пори і недосконалі контакти між частинками кераміки, а отже подальше підвищення концентрації кераміки з метою покращення механічних властивостей не є ефективним. Наближення відношення діаметру частинки кераміки до діаметру частинки сплаву дозволяє підвищити критичний вміст і таким чином розширити можливості збільшення пружності і міцності за рахунок ефекту композиційності.

Слід зазначити, що нанорозмірні частинки SiC володіють властивостями утворювати конгломерати, які досить важко розділити під час формування композиту. Відповідно такі конгломерати принципово змінюють умови контакту по поверхням компонентів матеріалу. Автор не зазначив, чи вдавалося йому пов'язати акустичні характеристики із неоднорідністю матеріалу, враховуючи можливість утворення таких структурних недосконалостей.

У шостому розділі наводяться результати експериментальних досліджень литих сталей, а також сплавів хімічного складу, близького до гомогенної за температури солідус інтерметалічної сполуки Ti_3Sn , за допомогою розробленої методології ідентифікації мезоструктури на підставах визначення властивостей резонансними акустичними методами.

Було встановлено, що пружна поведінка в умовах резонансних коливань зразків сталей сталі 20 та 12Х1МФ, вирізаних з деталей котельного обладнання після тривалої експлуатації під дією перегрітої пари, на відміну від зразків такого ж обладнання в стані постачання, також нелінійна, що підтверджується спотворенням форми резонансної кривої і залежністю резонансної частоти від амплітуди максимальних циклічних деформацій. Така поведінка, а також збільшення декременту коливань зразків після експлуатації свідчить на думку автора про формування нестабільних дефектів, імовірно на межах карбідів, які утворюються в процесі експлуатації.

Автором, також було встановлено сильні нелінійні акустичні ефекти (асиметричність резонансної кривої, залежність частоти резонансу від напрямку зміни частоти збурення) під час коливання зразків Ti_3Sn , а також під час квазістатичного циклічного деформування, що не характерно для інших відомих інтерметалічних сполук, схильних до мартенситних перетворень. Встановлено, що уявний модуль Юнга Ti_3Sn , визначений методом резонансної спектроскопії, оборотно змінюється в залежності від амплітуд коливань за експоненціальним законом, а також що внутрішнє тертя зменшується зі збільшенням частоти коливань, що, на думку автора, викликається оборотним рухом меж між двійниками і/або переорієнтацією двійників під дією прикладених акустичних навантажень і їхньою взаємодією з перешкодами.

Автором конкретно не зазначено, які саме нестабільні дефекти маються на увазі? Можливо ефект обумовлюється тим, що в матеріалі початкові пошкодження накопичуються до рівня, при якому відбувається розвиток мікротріщин, їх злиття із переходом у граничні стани?

Іншим важливим питанням є тотожність композиційних матеріалів і аналізованої сталі 20, сталі 12ХМФ з точки зору структури, пружних характеристик, і,

відповідно, характеристик акустичних. Доцільно було б сформульовану у розд.2-4 теорію адаптувати до гомогенних матеріалів, навівши порівняльні спекти акустичних сигналів для усіх матеріалів, що розглядалися.

Ідентичність автореферату змісту дисертації

Автореферат повністю висвітлює суть роботи і відповідає результатам, наведеним в дисертації.

Зауваження до дисертації

1. Зазначаючи на стор.98-101, що ні пряма, ні зворотна задачі визначення модулю пружності зразків, модулю зсуву за резонансними частотами аналітичних розв'язків не має, а вирішується виключно наближеними методами, автор не навів інформації щодо точності таких визначень.
2. Викликає питання необхідність експериментальних досліджень, поданих на стор. 102, зразків у дорезонансних частотах коливань (1-20 Гц).
3. Термін «густина» мабуть краще замінити на термін «щільність» (наприклад, стор. 109, табл. 2.1).
4. Наведені у розділі 2, п. 2.2.6.результати моделювання впливу дефектів на розташування резонансних піків різних мод мають посилення на п.5.3., що не є досить коректним.
5. Також бажано було б подати інформацію щодо якості вимірюваних сигналів, а також відсіюювання «шумових» ефектів при акустичних вимірах досліджуваних зразків.
6. Посилання на рис. 3.11 на стор. 133, в,г не є коректним, оскільки ці мікрофотографії свідчать про принципові відмінності досліджуваних структур.
7. Потребує уточнення поняття «тріщиноподібних» елементів у композиційних матеріалах.
8. На стор. 154 автор зазначає про еволюціонування характеристик пружності під дією знакозмінних напружень, однак було б доцільно уточнити межі таких змін та можливість оцінювати за допомогою описаного способу збереження міцності зразку, як базової характеристики механічних властивостей виробу (частково автор зазначив про це у висновках, с.159, 5).
9. Створюючи модель матеріалу, стор.153, автор чітко не зазначив, чи не можна було застосовувати відомий підхід щодо моделювання поведінки так званого початкового структурного елементу композиційного матеріалу (ПСЕ) для визначення характеристик пружності, у тому числі, за основними ортами, та чи буде існувати відмінність таких характеристик. Зокрема, розглядаючи площинні дефекти, можна припустити наявність ортотропних відмінностей в акустичних характеристиках досліджуваних крихких матеріалах.
- 10.Роблячи висновок до розд.4, стор. 191, автор зазначає про результати експериментальних даних, однак розділ відображає аналітичні дослідження коливальних явищ композиційних матеріалів, умов поширення хвиль у просторах із локальними дефектами (порами, тріщинами).

11. На рис. 5.2 стор. 195 немає вказівок щодо приведених електронних мікрофотографій.
12. Досліджуючи композиційні матеріали із доданими наночастинками SiC, стор. 249, п. 5.5.3, автор не зазначив, чи вдалося йому пов'язати акустичні характеристики із неоднорідністю матеріалу, враховуючи можливість утворення таких структурних недосконалостей
13. Назва п. 6.2., стор. 267, «динамічна поведінка інтерметаліду Ti_3Sn » потребує уточнення, оскільки автор розглядає акустичні явища та процес формування матеріалу (тим більше що надалі він зазначає про механічну поведінку, деформаційну тощо).
14. Автор оперує поняттям «нестабільних» дефектів, яке потрібно уточнити, оскільки із ним пов'язані акустичні характеристики таких матеріалів.
15. В роботі присутні окремі описки, помилки.

Загальний висновок

Зазначені недоліки не знижують значимість і загальну високу оцінку результатів дисертаційної роботи та її практичного значення. Дисертація є 6.2 стор. 257 закінченою працею, що містить нові науково обґрунтовані результати, які розширюють уявлення про вплив мезоструктури на механічну поведінку порошкових та композиційних матеріалів. За своєю актуальністю вагомістю поставлених та розв'язаних науково-технічних завдань, обсягом проведених досліджень, новизною, оригінальністю і важливістю отриманих результатів дисертаційна робота «Ідентифікація мезоструктури та визначення властивостей порошкових і композиційних матеріалів методами акустичної спектроскопії» є завершеною науковою працею і відповідає усім 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 Вдовиченко Олександр Васильович заслуговує на присудження йому наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.02.01 – Матеріалознавство.

Доктор технічних наук, професор
кафедри конструювання машин
КПІ імені Ігоря Сікорського

