

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

КОЗИРАЦЬКИЙ ЄВГЕН ОЛЕКСАНДРОВИЧ



УДК 620.(179.161/.163+192.4/.6):621.(762:669.018.9+763):53.082.4

**ВІДОБРАЖЕННЯ ВЛАСТИВОСТЕЙ БАГАТОКОМПОНЕНТНИХ
ПОРОШКОВИХ І КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ
У КЕРОВАНИХ АКУСТИЧНИХ ПОЛЯХ**

Спеціальність 05.02.01 – матеріалознавство
Технічні науки (13 Механічна інженерія)

АВТОРЕФЕРАТ

дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата технічних наук

Київ – 2021

Дисертацією є рукопис.

Роботу виконано в Інституті проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України, м. Київ.

Науковий керівник: доктор технічних наук, старший науковий співробітник,
Безимяний Юрій Георгійович,
завідувач лабораторії акустичних методів дослідження матеріалів
Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича
НАН України, м. Київ.

Офіційні опоненти: доктор технічних наук, професор
Сизоненко Ольга Миколаївна,
головний науковий співробітник,
виконувач обов'язків завідувача відділу імпульсної обробки дисперсних систем
Інституту імпульсних процесів і технологій НАН України,
м. Миколаїв

доктор технічних наук, доцент
Мокрий Олег Мирославович,
виконувач обов'язків провідного наукового співробітника відділу №2
акустичних методів та засобів технічної діагностики
Фізико-механічного інституту ім. Г.В.Карпенка
НАН України

Захист відбудеться «13» травня 2021 р. о 10:00 годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 26.207.03 Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України за адресою: 03142, м. Київ–142, вул. Кржижановського, 3.

З дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України за адресою: 03142, м. Київ – 142, вул. Кржижановського, 3.

Автореферат розісланий « 8 » квітня 2021 р.

Вчений секретар спеціалізованої
вченої ради Д 26.207.03
кандидат технічних наук



Хоменко О.В.

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Людство постійно потребує нових матеріалів із все більш унікальними властивостями. Перспективними напрямками є створення багатокомпонентних (БК) порошкових і композиційних матеріалів (ПіКМ) з наперед заданими властивостями, які відповідають сучасним вимогам.

Формування ПіКМ – складний багатостадійний процес, на результати якого впливає безліч факторів. Математичне прогнозування за властивостями вихідних компонентів дає лише оцінку кінцевих властивостей БК ПіКМ, тому що навіть постановка математичної задачі з урахуванням усіх суттєвих факторів дуже складна і можлива тільки для певних умов. Реальні властивості нових матеріалів можна отримати тільки експериментальними методами. Неодмінною умовою отримання оптимальної структури розроблюваного матеріалу, забезпечення високого рівня його фізико-механічних властивостей, гарантування високої якості продукції є відпрацьованість технологічних режимів і контрольованість технологічного процесу на кожній стадії. Такі можливості надають тільки методи неруйнівного контролю (НК), серед яких акустичні методи (АМ) є одними з найбільш перспективних.

Велика кількість і різноманітність задач, які виникають в матеріалознавстві при створенні, виготовленні та експлуатації ПіКМ робить їх НК багатofакторним і унеможливорює безпосереднє використання традиційних підходів, добре відпрацьованих і широко застосовуваних для литих матеріалів. Отримання вірогідних результатів НК ПіКМ за допомогою АМ неможливе без використання знань з основ побудови таких матеріалів, фізичного матеріалознавства, теорії пружності гетерогенних середовищ, фізичної акустики твердого тіла, принципів акустодіагностики та постановки коректного акустичного експерименту. Суттєвий вклад за вказаними напрямками науки належить багатьма вченим, серед яких: Ю.Безимянний, В.Гринченко, Е.Д'елесан, Дж.Ешелбі, М.Ковальченко, І.Кунін, Р.Крістенсен, Л.Ландау, Дж.Маккензі, У.Мезон, З.Назарчук, Р.Нігматулін, Б.Победря, В.Скороход, Р.Труел, Р.Хілл, Т.Шермергор, М.Штерн, В.Шутілов.

Постійне вдосконалення технології отримання ПіКМ, все більш складна структура потребують відповідного розвитку методів НК. На сьогодні АМ мають багато невикористаних можливостей для розв'язання задач НК ПіКМ.

Подальше ефективне використання АМ НК в матеріалознавстві може бути пов'язане з вивченням особливостей формування генерованого у матеріалі акустичного поля (АП) і адаптації його параметрів до умов вимірювання. Тому, наукове обґрунтування та експериментальне підтвердження якісно нового рівня відображення властивостей багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів в генерованих акустичних полях за рахунок їхнього керування є **актуальним науково-технічним завданням.**

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами і 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 виконавцем: “Дослідження закономірностей акустичного відображення елементів

структури, дефектності і фізико-механічних властивостей композиційних та пористих матеріалів із складною структурою на різних ієрархічних рівнях” (№ держреєстрації 0104U006141); “Дослідження нелінійних ефектів при формуванні полів пружних хвиль та можливостей їх практичного використання для моделювання властивостей та акустодіагностики спечених металевих і композиційних матеріалів” (0107U000039); “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” (0110U002405); «Розробка фізично обґрунтованих методів визначення характеристик пружності багатофазних порошкових матеріалів з урахуванням властивостей вихідних компонентів, технології виготовлення та особливостей експлуатації» (0113U002182); Досліджування закономірностей відображення у фізичних полях процесів контактоутворення в багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалах для моделювання та визначення їх властивостей (0116U003500).

Мета і завдання роботи. Забезпечення якісно нового рівня експериментального використання акустичних полів в дослідженні й оцінюванні фізичних, технологічних властивостей багатокомпонентних матеріалів та показників їх якості.

Для досягнення даної мети в роботі вирішувались наступні **завдання**:

1. Визначити фактори впливу на результати оцінки властивостей ПіКМ акустичними неруйнівними методами.

2. Розробити наукові підходи отримання якісно нового рівня експериментального використання акустичних полів стосовно дослідження й оцінювання властивостей ПіКМ.

3. Визначити структурні та акустичні моделі для певних класів ПіКМ із суттєво різною будовою та виявити математичний зв'язок між параметрами акустичних полів та властивостями ПіКМ – представників цих класів.

4. Розробити методики вибору акустичних полів та керування їх параметрами для розв'язання конкретних задач у об'єктах контролю певних класів.

5. Перевірити принципи коректної постановки акустичного експерименту, експериментально визначити особливості формування різних акустичних полів та отримати в результаті акустичних вимірювань нову інформацію про властивості реальних ПіКМ із складною будовою, представників певних класів, яку можна використовувати для вдосконалення технології їх виготовлення.

Об'єкт дослідження – процеси поширення пружної хвилі в гетерофазних середовищах із різною структурою та властивостями.

Предмет дослідження – відображення властивостей багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів у результатах вимірювань параметрів акустичних полів.

Методи дослідження – Зразки для досліджень виготовляли за технологіями порошкової металургії. Акустичний експеримент ставили відповідно до сучасних уявлень щодо фізичного, структурного, акустичного та математичного моделювання БК ПіКМ. Для обробки експериментальних даних використані

статистичні методи оцінки: дисперсійний, регресійний, кореляційний аналіз. Статичні методи пружності визначали методом чотириточкового вигину. Структуру матеріалів досліджували методами оптичної та електронної мікроскопії.

Наукова новизна одержаних результатів:

1. Знайшли подальшого розвитку наукові підходи отримання інформації про властивості багатокомпонентних порошкових та композиційних матеріалів акустичними методами, в основі яких лежить аналіз керованих акустичних полів, генерованих у цих матеріалах. Керування проводять у рамках постановки акустичного експерименту з використанням фізичних, структурних, акустичних і математичних моделей, адаптованих до особливостей певного матеріалу та задачі, яку відносно нього розв'язують. В результаті підвищується інформативність та вірогідність оцінки властивостей матеріалів з неоднорідною структурою.

2. Вперше показано, що експериментально отримана оцінка значень адіабатичного модуля пружності є відображенням властивості матеріалу і не залежить від метода, яким вона отримана, за умов коректної постановки вимірювань. Великий розкид значень модулів пружності гетерогенних матеріалів, який наводять у довідниках, пов'язаний не лише з одночасним використанням під одною назвою двох фізично різних модулів (ізотермічного і адіабатичного), але й з використанням некоректних підходів для оцінки адіабатичного модуля з використанням динамічних методів.

3. Вперше запропонований новий критерій оцінки стану структури порошкового матеріалу в результаті формування, чи формування та спікання. Величина критерію кількісно дорівнює відношенню експериментально визначених швидкостей поширення пружних хвиль у стрижні та поздовжньої і, на відміну від інших, змінюється стрибком як функція пористості при переході від одного структурного стану матеріалу до іншого. Використання цього критерію для спечених матеріалів дозволило виявити різний характер емпіричної залежності коефіцієнта Пуассона від пористості в порошковому титані при закритій і відкритій пористості; а також показати, що перехід матеріалу пресовок і спеченого матеріалу від закритої до відкритої пористості проходить при різних значеннях пористості.

4. Вперше показано, що керування параметрами акустичного поля в напівфабрикатах порошкового матеріалу дозволяє адекватно зіставляти його властивості на різних стадіях виготовлення, навіть при наявності в технологічному процесі стадії прокатки, після якої суттєво змінюються умови вимірювання.

5. Вперше шляхом керування параметрами акустичного поля в багат шаровому мікроламіні, а також вибору адекватних структурної, акустичної та математичної моделей матеріалу поставлений акустичний експеримент який дозволив визначити вірогідні динамічні пружні сталі такого матеріалу.

Практичне значення одержаних результатів.

Розвинута в роботі методологія дозволяє на основі аналізу особливостей будови матеріалу і розв'язуваної задачі шляхом керування акустичним полем й адекватної постановки експерименту синтезувати акустичні методи прогнозування і контролю, діагностичні параметри яких мають підвищену чутливість до конкретної властивості, особливостей структури або дефектів матеріалу із будь-якою складною структурою і тому сьогодні їх вже використовують в ІПМ НАН

України для одержання якісно нової інформації про структуру і реальні вірогідні значення властивостей порошкових і композиційних, у тому числі багатокомпонентних, матеріалів, під час відпрацювання технології їх створення, при виготовленні, паспортизації та експлуатації виробів з них, для порівняння і тестування різних матеріалів за певними властивостями.

Результати досліджень були використані:

– при виконанні госп. договору № 3/40-Д від 17.06.2015 з розробки жароміцного сплаву і виготовлення з нього виробів для Нанкінської корпорації "Чень Гуан", КНР (керівник к.ф.-м.н. М.П.Бродніковський) для відпрацювання технології виготовлення, контролю дефектності та тестування модулів пружності композиту із шарів багатокомпонентного сплаву на основі ніобію (акт від 23.12.2015);

– при виконанні договору про сумісну діяльність від 17.01.18 та госп. договору №497 від 01.10.18 про підвищення надійності повторного використання роликів прокатного стану, які відпрацювали свій ресурс та відновлені у ТОВ «Компанія «Інтервіт», була розроблена та впроваджена у виробництво оригінальна методика ультразвукової експрес дефектоскопії якості контакту шару наплавлення з матеріалом-основою у дрібних партіях таких роликів різного сортаменту (акт від 21.11.2018).

Особистий внесок здобувача. Експериментальні результати акустичних вимірювань, наведені в роботі, були одержані безпосередньо автором або за участю автора. Постановка задач досліджень, планування експериментів, аналіз та обговорення отриманих результатів, формулювання висновків, підготовка публікацій до друку виконувалися автором за участю наукового керівника. Характеристики міцності отримані Я.І.Євичем. Зразки матеріалів для досліджень із фотографіями мікроструктури були надані М.П.Бродніковським, В.М.Волкогоним, О.І.Гетьман, К.А.Комаровим, А.А.Кудую, В.А.Назаренко, О.Н.Отиченко, Є.Є.Сич, В.П.Солнцеvim, А.Б.Товстоногим.

Апробація результатів дисертації. Основні результати, отримані в дисертаційній роботі, доповідалися й обговорювалися на наступних міжнародних й національних конференціях і симпозіумах: акустичні симпозіуми «Консонанс-2005», «Консонанс-2007», «Консонанс-2009», «Консонанс-2011», «Консонанс-2015», «Консонанс-2017» (м. Київ, 2005 р, 2007 р, 2009 р, 2011 р, 2015 р, 2017 р); 3-й, 6-й Міжнародних конференціях «HighMatTech – 2011», «HighMatTech – 2019», Київ, 2011, 2019; XIV, XV Міжнародних науково-технічних конференціях «Приладобудування: стан і перспективи», Київ, 2015, 2016; I, II, III всеукраїнських науково-технічних конференціях «Актуальні проблеми автоматизації та приладобудування» – Х.: НТУ "ХП", 2014, 2015, 2016.

Публікації. За матеріалами дисертації опубліковано **20** наукових праць, з яких **12** статей – у вітчизняних виданнях, які входять до переліку фахових видань МОН України в галузі технічних наук, в тому числі **1** стаття у виданні, яке входить до категорії „А”, що індексується наукометричними базами даних SCOPUS та ін., та **8** – в матеріалах міжнародних наукових конференцій. Особистий індекс цитованості Хірша (h-index) автора становить **3**.

Структура та обсяг дисертації. Дисертаційна робота складається з анотації, вступу, п'яти розділів, загальних висновків, списку використаних джерел і 2 додатків. Обсяг роботи становить 7,0 авторських аркушів, які включають 65 рисунків, 23 таблиці, список використаних джерел із 152 найменувань.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У **вступі** розкрито актуальність обраної теми, зазначено мету, основні завдання та методи дослідження, описана наукова новизна та практичне значення отриманих результатів, подано інформацію щодо апробації основних результатів роботи та перелік публікацій за ними.

У **першому** розділі за результатами літературного огляду наведені аналіз сучасного стану, вихідні наукові принципи використання та проблеми практичного застосування найбільш поширених неруйнівних АМ дослідження властивостей БК ПіКМ; зроблені висновки щодо актуальності роботи, сформульована мета та основні завдання досліджень.

Відзначено, що для БК ПіКМ, у зв'язку з їхнім різноманіттям, вірогідне оцінювання властивості матеріалу можливе тільки за умов адекватного вибору моделі твердого середовища, в рамках якого проводять це оцінювання, а також усунення не пов'язаних з метою оцінювання негативних факторів впливу на нього.

Експериментальне оцінювання величин динамічних модулів пружності (МП) литих матеріалів за допомогою АМ проводять у рамках однорідного ізотропного ідеально лінійно-пружного твердого середовища (модель 1). Його напружено-деформований стан повністю характеризують два МП, наприклад, Юнга (E) та зсуву (G), чи E та коефіцієнт Пуассона (ν), функціонально пов'язаних зі швидкістю поширення (ШП) пружних хвиль (ПХ):

$$E = \frac{c_l^2 \rho (1 + \nu)(1 - 2\nu)}{(1 - \nu)}, \quad G = c_t^2 \rho, \quad \nu = \frac{1 - 2(c_t / c_l)^2}{2(1 - (c_t / c_l)^2)}, \quad E = c_{cm}^2 \rho, \quad \frac{c_s}{c_l} = \sqrt{1 - \frac{2\nu^2}{(1 - \nu)}}, \quad E = c_{ps}^2 \rho [1 - (\nu)^2], \quad (1)$$

де c_l – поздовжня, c_t – поперечна, c_{ps} – нормальна симетрична в пластині ПХ, які вимірюють імпульсним методом (ІМ), c_{cm} – ПХ у стрижні, яку вимірюють резонансним методом (РМ), ρ – густина матеріалу.

Використання формул (1) для неоднорідного середовища (модель 2), яке характерне для БК ПіКМ, можливе, якщо під МП розуміють їх ефективні значення, а ШП ПХ вимірюють в умовах довгохвильового наближення. Створення таких умов потребує спеціальної постановки вимірювального експерименту (розділ 3).

В квазіпружному твердому середовищі (модель 3), яке характерне для порошкових пресовок, поширення ПХ в матеріалі супроводжується деградацією сигналу. Використання формул (1) можливо тільки за умов виокремлення відомими прийомами пружної складової при обробці прийнятого сигналу.

Трансверсально-ізотропне тверде середовище (модель 4), яке має місце в порошкових напівфабрикатах, характеризується п'ятьма пружними сталими (c_{ij} , $ij=1,2,3,4$), з них найпростіший зв'язок із ШП поздовжніх (c_{lk} , $k=1,2,3$ – напрямок прозвучування, рис.1) і поперечних (c_{lk}) ПХ, мають у напрямку пресування (c_{33} , c_{44}) і у перпендикулярному (c_{11}):

$$c_{33} = (c_{11})^2 \rho; \quad c_{44} = (c_{11})^2 \rho; \quad c_{11} = (c_{12})^2 \rho = (c_{13})^2 \rho. \quad (2)$$

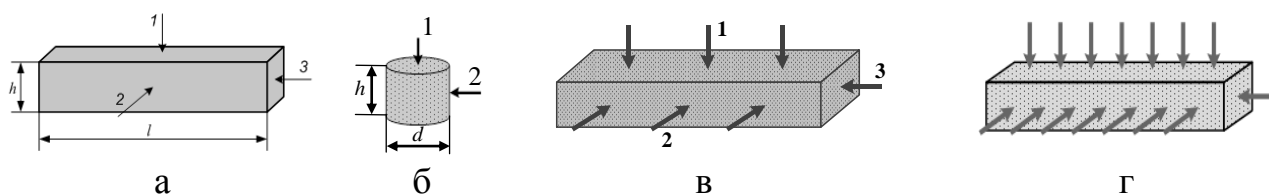


Рис.1 – Форма зразків, напрямки (1 – співпадає з напрямком пресування) і зони їх прозвучування імпульсним і резонансним (тільки напрямком 3) методами

У **другому** розділі представлені матеріали та задачі досліджень відповідно них (табл.1), форми зразків, напрямки і зони їх прозвучування (рис.1); використані для акустичних вимірювань устаткування та методи; описано застосовані стандартні методи досліджень мікроструктури, густини матеріалу, механічних властивостей.

Таблиця 1 –Матеріали та задачі досліджень

Клас	Матеріал, форма зразка (рис.1)	Задачі
Модельні матеріали	Аморфні (скло органічне) (а, б)	Зіставлення ІМ і РМ, виявлення факторів впливу, представлення можливостей АМ
	Полікристалічні (різні сталі), (а)	
	Спечене порошкове залізо (а)	
	Напівфабрикати на основі порошку титану (в)	
Багатофазні порошкові матеріали	Псевдосплави Fe-Cu-Mo (б)	Відпрацювання структури, технології виробництва, контроль властивостей по стадіях
	Композити на основі фаз високого тиску вуглецю та нітриду бору (б)	
	Порошковий матеріал на основі нікелю (а)	
Багатофазні шаруваті композити	Мікроламінати на основі шарів Fe-Cu	Розробка вірогідної методики оцінювання, паспортизація матеріалу
	Композит із шарів багатокомпонентного сплаву на основі ніобію (г)	
Матеріали медичного призначення	8 різних за складом, структурою, умовами отримання, властивостями матеріалів на основі порошку біогенного гідроксиапатиту	Порівняння за пружними константами різноманітних матеріалів
Виріб	Ролики прокатних станів після відновлення	Впровадження

Для формування АП у зразках та його аналізу використаний унікальний апаратний комплекс для прецизійних вимірювань параметрів ПХ, розроблений в ІПМ НАНУ. Засоби керування АП полягають у виборі: виду АМ, виду ПХ з відповідним колюванням точок матеріалу (рис.2), виду та параметрів сигналів для зондування, напрямків, методів та схем прозвучування зразків (рис.1).

Третій розділ присвячений критичному аналізу факторів впливу на результати оцінок властивостей БК ПіКМ акустичними методами, розвитку наукових принципів отримання такої інформації з застосуванням керованих акустичних полів, прикладам використання цих принципів.

Експериментально виявлено п'ять груп факторів впливу на результати оцінки МП багатофазних порошкових матеріалів (ПМ) АМ: вихідні компоненти, особливості матеріалу (обидва відображають його властивості), технологія виготовлення (дозволяє її відпрацювання), метод вимірювань і геометрія зразка

(обидва знижують вірогідність оцінки, потребують усунення).

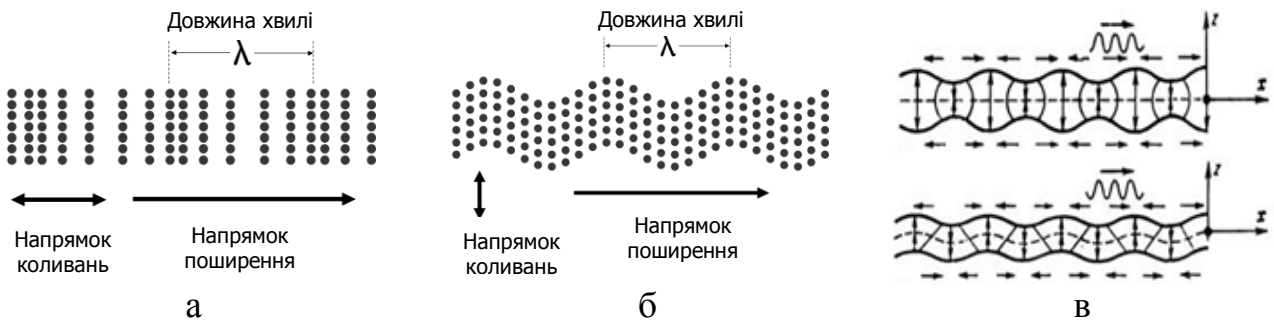


Рис. 2 – Коливання точок матеріалу в нескінченному просторі (а – поздовжні, б – поперечні об'ємні хвилі) і при наявності границь (в – пластина чи стрижень)

На модельних матеріалах (табл.1) у рамках моделі (1) зіставлені динамічні МП, експериментально отримані ІМ і РМ в однакових і різних умовах, експериментально отримані статичні МП та табличні дані. Встановлено, що, обидва методи при коректному використанні забезпечують високу апаратну точність вимірювань. При цьому, ІМ дає можливість визначати вірогідні значення усіх МП в усіх матеріалах і типорозмірах зразків, РМ дає некоректні результати при наявності в матеріалі неоднорідності, анізотропії, пористості, а також, якщо коефіцієнт Пуассона суттєво відрізняється від 0,3. Це пояснює фізичний зв'язок коливань точок матеріалу при використанні ІМ (рис.2,а,б) з відповідним МП і порушенням однорідності цих коливань у РМ (рис.2,в). Суттєві систематичні похибки для обох методів пов'язані з некоректною постановкою акустичного експерименту при оцінюванні властивостей матеріалів із складною структурою. У РМ ці похибки не завжди можна усунути.

Розроблено схему постановки коректного акустичного експерименту при дослідженні властивостей БК ПіКМ ІМ (рис.3).

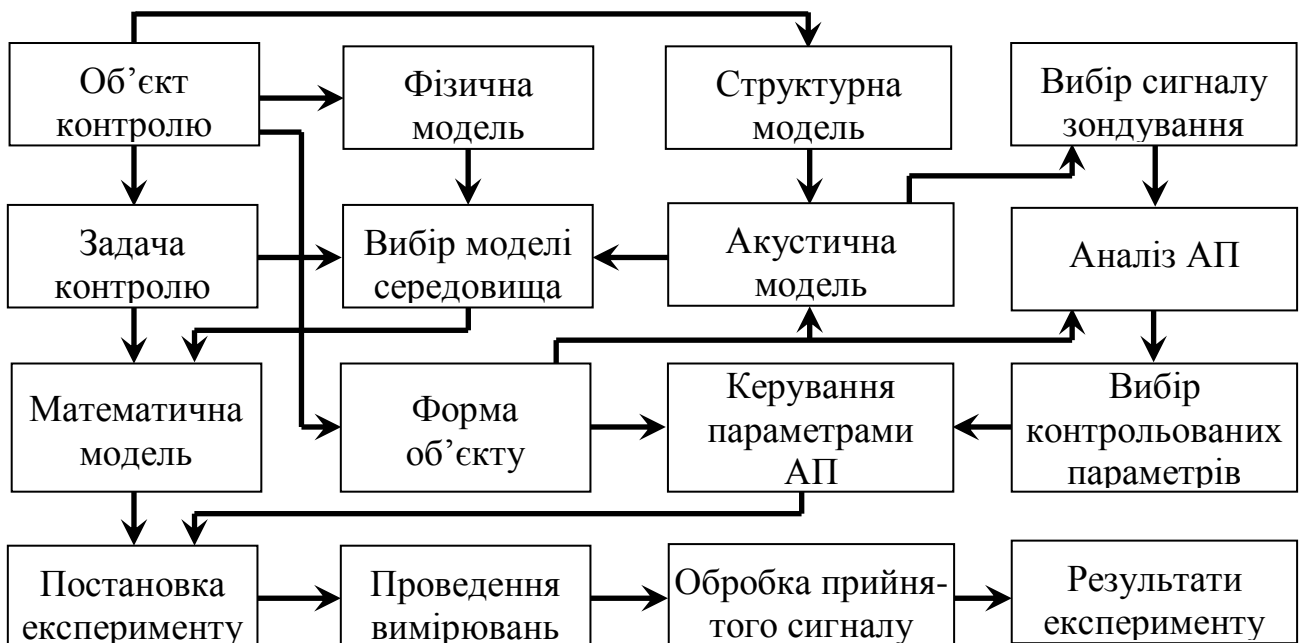


Рис. 3 – Схема постановки коректного акустичного експерименту

Відповідно до цієї схеми шляхом фізичного, структурного, акустичного та математичного моделювання, які базуються на сучасних уявленнях про формування властивостей композитів, а також керування параметрами АП, проводять адаптацію АМ до умов вимірювання в конкретному матеріалі відповідно до конкретної задачі контролю з метою забезпечення високої інформативності результатів і усунення промахів при вимірюванні.

Фізичні властивості матеріалу лежать в основі моделі середовища і вказують на наявність прямого, чи стохастичного зв'язку з параметрами АП (рис.2).

Структурні моделі досліджених матеріалів (рис.4) надають можливість вибрати представницький розмір зразка (рис.1) $\min\{l,h\}$, чи $\min\{d,h\} \gg \max\{d_i\}$, або зони прозвучування $D \gg \max\{d_i\}$ чи $\max\{h_i\}$ для неоднорідних матеріалів, а також є базовими для акустичних моделей.

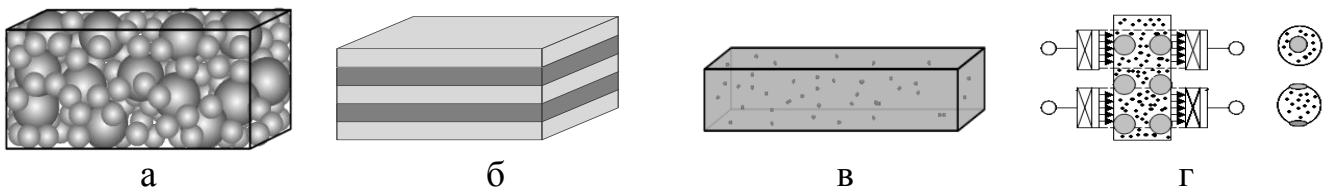


Рис. 4 – Структурні моделі (а – порошкового матеріалу (d_i – розмір порошинки чи пори), б – багат шарового композиту (d_i – висота шару), в – матеріалу з порами розмірами d_i , г – зон прозвучування порошкового матеріалу діаметром D)

Акустична модель (рис.5) ставить у відповідність до кожного розміру (зразка, його елементів, зони прозвучування) хвильовий розмір і таким чином шляхом вибору частоти зондування (f) адаптувати до того розміру, який відповідає задачі дослідження, довжину ПХ λ з урахуванням ШП у відповідному елементі (c_i), чи ефективного значення для усього зразка (c_e). Так, умови: довгохвильового наближення $\max\{d_{if}/c_i\} \ll 1$ (3), виявлення пори $d_{if}/c_i \geq 1$ (4), резонансу $2lf/c_e \approx 1$ (5).

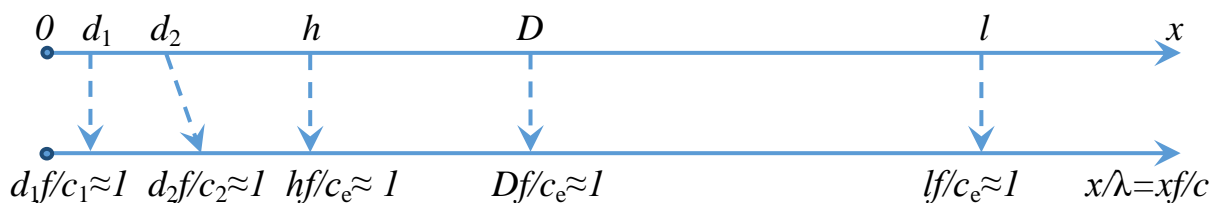


Рис. 5 – Узагальнена акустична модель об'єкта контролю

Можливості неруйнівних АМ при комплексному дослідженні закономірностей структуроутворення ПМ на етапах формування і спікання продемонстровано на прикладі модельного матеріалу – пористого титану. Пресовки пористістю 0,05...0,4 отримали з порошку титану марки ПТЕС, розсіяного на фракції $-063 \div +05$; $-0315 \div +02$; -02 , двостороннім із різним тиском пресуванням у закритій прес-формі без обмежувача. Спікання проводили при температурі 1200 °С. (рис.1,в, рис.6).

Вимірювання ШП у спеченому матеріалі проводили за умов моделі 2 твердого середовища, в пресовках – з урахуванням деградації прийнятого сигналу (рис.6,б-в) і анізотропії матеріалу, – 2-4 при частоті зондування радіоімпульсу, відповідно вимогам довгохвильового наближення (3), 1 МГц. Інструментальна методична похибка для ІМ ≤ 1 %, для резонансного – ≤ 2 %. Експериментальні

значення різних ШП ПХ для фракції $-0,63+0,5$ мм показані точками (рис.7), лінії тренда отримані в результаті регресійного аналізу експериментальних даних.

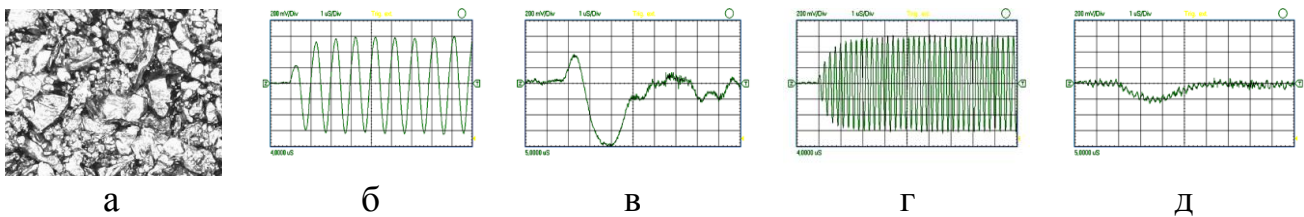


Рис. 6 – Структура поверхні пресовки (а), зонduючий (б,г) і приймальний (в,д) сигнали, на частоті 1 (б,в) та 4 (г,д) МГц, (пористість 0,3, фракція $-0,63+0,5$ мм)

Аналіз рис.7 у порівнянні з відомими уявленнями показує, що динаміка зміни значень c_l і c_t в цілому відображає процес компактування матеріалу. Крутизна ліній тренда визначається зміною пористості. Різниця між лініями тренда за значеннями c_l визначається якістю контактів між частинками в зразку і відображає особливості процесу контактоутворення в напрямку пресування і перпендикулярно йому, обумовлені застосованою технологією пресування. Різниця для спечених зразків і пресовок відображає різке поліпшення якості контактів після спікання. Лінії тренда для c_{cm} показують, що їх крутизна визначається не тільки зміною пористості, але і особливостями формування в зразках неоднорідного АП.

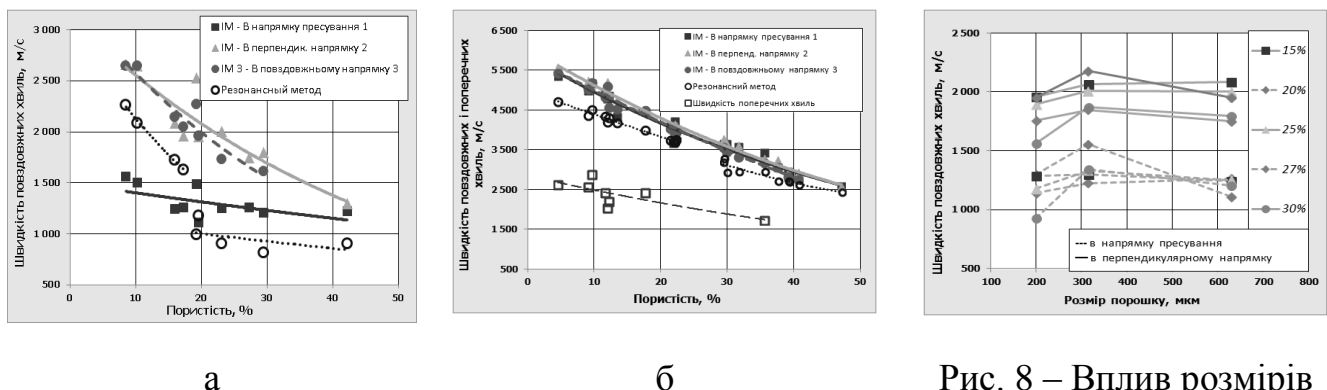


Рис. 7 – Залежність швидкості пружної хвилі від пористості для пресовок (а) і спечених зразків (б)

Рис. 8 – Вплив розмірів частинок вихідного порошку

У діапазоні $\theta \approx 17-18$ % (рис.7,а) мало місце в 2 рази збільшення розсіювання значення c_l між зразками і за їх довжиною, аномальний вплив розміру частинок вихідного порошку на c_l (рис.8). Тому ж діапазону пористості відповідає різка зміна значень c_{cm} , що можна трактувати як зміну умов резонансного коливального процесу. Усі аномалії вказують на масову за об'ємом зразка зміну структурного стану матеріалу (перехід від закритої пористості до відкритої). Запропонований новий критерій (рис.9,а) наочно вказує на діапазон переходу.

Розрахований відповідно (1) до результатів вимірювання c_l і c_{cm} коефіцієнт Пуассона як функція θ для спечених матеріалів (рис.9,в) має стрибок у всіх напрямках при значеннях $\theta \sim 29\%$, а для пресовок при $\theta < 18\%$ для напрямку пресування приймає уявні, фізично нереальні значення, що унеможлиблює використання коефіцієнт Пуассона для пресовок за цим критерієм.

Оцінки пружної сталості в рамках моделі середовища 4 (рис.10,а) і МП в

рамках моделі середовища 2 (рис.10,б) показують, що для спечених матеріалів МП, отримані обома методами збіглися і, в цілому, відповідають традиційним уявленням. Для пресовок традиційні підходи не працюють, маємо сильну анізотропію, яка зникає при $\theta > 40$ %. РМ не дав можливості отримати коректний результат.

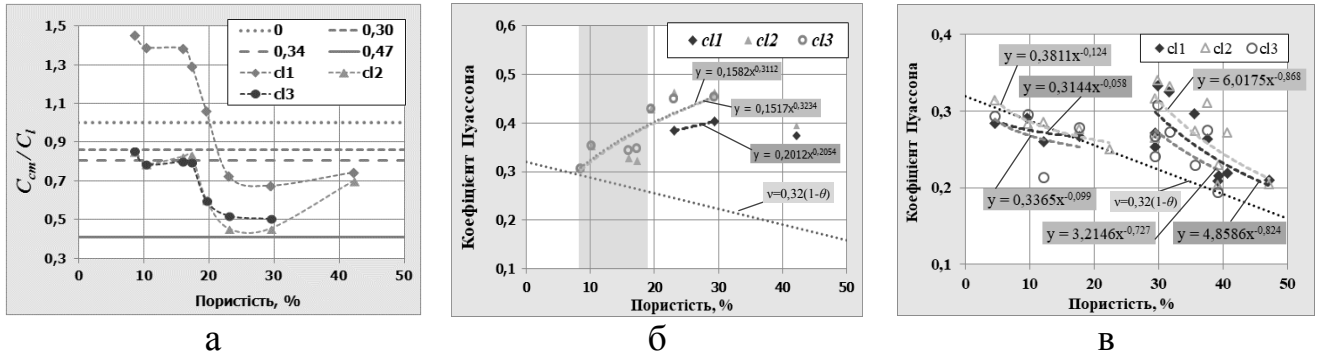


Рис. 9 – Експериментальні залежності c_2/c_1 і коефіцієнта Пуассона для пресовок (а, б) і спечених зразків (в) від пористості порівняно з $v=0,32(1-\theta)$ (.....).

Можливості вірогідної оцінки пружних сталей в нетрадиційних умовах продемонстровано при постановці акустичного експерименту з вимірювання у багат шаровому мікроламіні. Особливості задачі полягали у виявленні функціонального зв'язку між пружними сталими і ШП ПХ у такому матеріалі та експериментальній перевірці адекватності отриманого зв'язку.

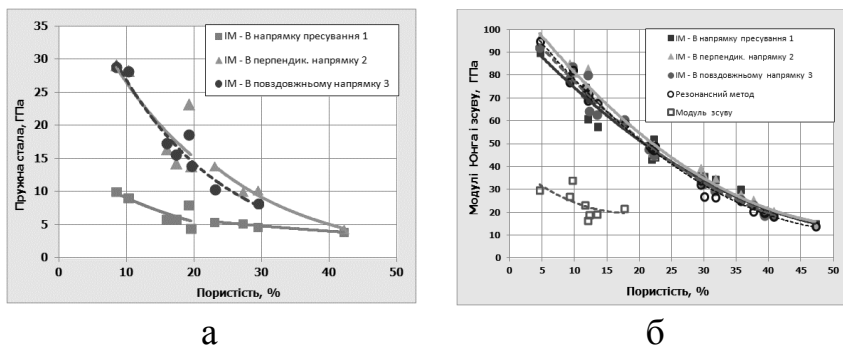


Рис. 10 – Залежності модулів пружності від пористості (а - пресовки; б - спечені зразки)

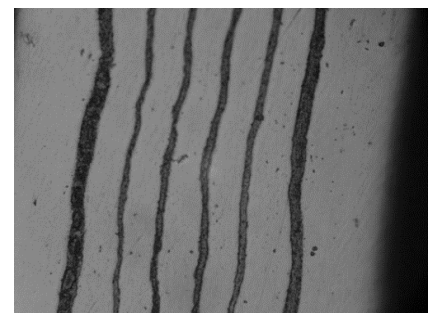


Рис.11 – Структура шліфа Fe-Cu мікроламіната

Дослідження проводили на зразку (28,55x27,12x0,15 мм), виготовленому прокаткою (10 проходів при кімнатній температурі) із заготовки мікроламіната товщиною 1,41 мм, отриманою прокаткою (1 прохід при $t=850$ °С в обоймі, завареній в аргоні) складених по чергові 7 шарів Fe та 6 – Cu, які мали початкову товщину 380 і 85, а після прокатки 17...25 і 2...5 мкм, відповідно (рис.11).

Відповідно до структурної моделі (рис.4,б) ламінат має m шарів (товщина h_1 , густина ρ_1), та n шарів (h_2 , ρ_2) двох різних однорідних ізотропних речовин і являє собою регулярну одновимірну у напрямку, перпендикулярному шарам, структуру із сильною анізотропією, в якій на макрорівні ефективну густину ρ_e визначають за відомою формулою (6). У довгохвильовому наближенні (3) таке середовище веде себе як однорідне з гексагональною симетрією (2). Функціональний зв'язок c_{ps} , яка поширюється в площині шарів, з МП матеріалів шарів має відомий вигляд (7).

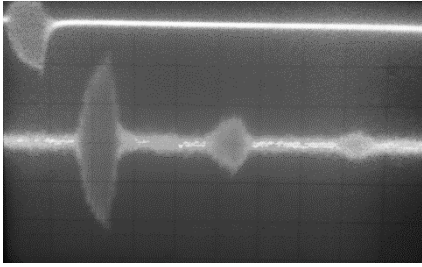


Рис. 12 – Акустичне поле у зразку після адаптації

$$s_1 = \frac{mh_1}{mh_1+nh_2}, \quad s_2 = \frac{nh_2}{mh_1+nh_2}, \quad \rho_e = s_1\rho_1 + s_2\rho_2. \quad (6)$$

$$(c_{ps})^2 = \frac{1+4s_1s_2 \frac{(G_1-G_2) \left[\frac{2\nu_1 G_1}{(1-2\nu_1)} + G_1 - \left(\frac{2\nu_2 G_2}{(1-2\nu_2)} + G_2 \right) \right]}{\left(\frac{2\nu_1 G_1}{(1-2\nu_1)} + 2G_1 \right) \left(\frac{2\nu_2 G_2}{(1-2\nu_2)} + 2G_2 \right)}}{\rho_e \left[\frac{s_1}{\left(\frac{2\nu_1 G_1}{(1-2\nu_1)} + 2G_1 \right)} + \frac{s_2}{\left(\frac{2\nu_2 G_2}{(1-2\nu_2)} + 2G_2 \right)} \right]}, \quad (7)$$

Керування параметрами АП (вибір зондувальним сигналом радіоімпульсу з частотою 5 МГц, яка відповідає умовам довгохвильового наближення, його найменшої можливої тривалості, 2 мкс, і періоду слідування, 1 мс), використання спеціальних умов контакту і відповідної обробки прийнятого сигналу дозволили адаптувати ІМ до особливостей досліджуваного об'єкту (рис.12) і провести вимірювання c_{ps} в напрямку прокатки і перпендикулярному з похибкою <1 %. Оцінку пружних сталей проводили за моделлю 4 твердого середовища (2).

Проведено зіставлення теоретичних (7) і експериментальних оцінок пружних сталей з МП, розрахованим за моделлю середовища 2 (1), де ν_e розраховане як скалярна суміш ($\nu_{Fe}=0,28^*$; $\nu_{Cu}=0,38^*$) та даними з довідника (позначені *) (табл.2). Видно, що через наявність текстури пружна стала у напрямку прокатки на 14 % менша, ніж в перпендикулярному, наслідком цього є зменшення симетрії до рівня ромбічної. Експериментально отримана пружна стала менша розрахункової на 6...17 % (вплив перехідних зон, наявність дефектів, тощо). І розрахункова, і експериментальні пружні сталі композиту лежать в межах пружних сталей матеріалів шарів, що є очікуваним результатом. Зіставлення результатів розрахунку МП зі значеннями з довідника може скласти враження, що властивості композиту перевищують МП матеріалів шарів, хоча, насправді, це можна пояснити промахами при аналізі пружного стану анізотропного композиту.

Таблиця 2 - Результати вимірювань, розрахунків та довідникові дані

	Густина, г/м ³	Швидкість, м/с	Пружна стала, ГПа	Е, Гпа
Модель	7980	5615	(251,6)	-
Зразок/ вздовж	7930	5120±40	207,9±4	189,4
Зразок/ впоперек		5470±40	237,3±4	216,2
Fe	7800*	5850*	262,4	(195-205)*
Cu	8900*	4700*	196,6	(110-130)*

У четвертому розділі наведено приклади експериментальних робіт, які підкреслюють важливість коректної постановки вимірювального експерименту і адекватної обробки експериментальних даних для забезпечення вірогідного результату вимірювань і можливості збільшення інформативності при розв'язанні різних задач у БК ПМ різноманітного призначення.

При дослідженні композитів на основі фаз високого тиску вуглецю і нітриду бору за допомогою АМ визначали пружні сталі й проводили відпрацювання складу

нового матеріалу та режимів технологічного процесу його створення. Досліджували зразки (рис.1,б) $d=7...9$ і $h=2,5...2,9$ мм. Матеріал отримували спіканням під тиском при різних температурах і тривалості суміші порошоків нітриду бору, з розмірами частинок $50...100$ нм, (95) і алмазного (5 %) динамічного (з розмірами $4...10$) або статичного ($40...150$ нм) синтезу. Структура спеченого композиту (рис.13) залежала від параметрів технологічного режиму.

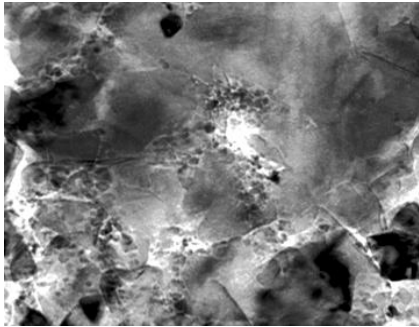
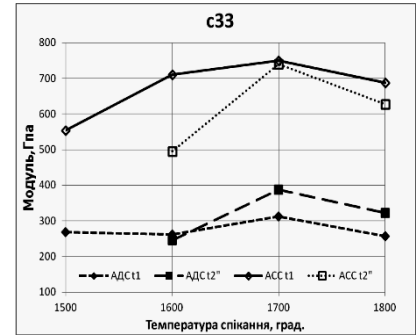
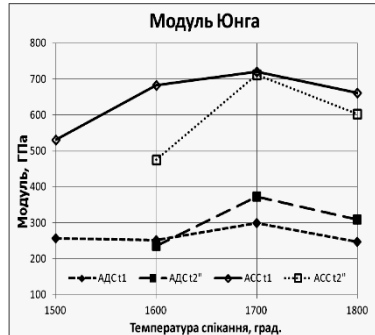


Рис. 13 – Мікроструктура спеченого композиту на основі фаз високого тиску вуглецю та нітриду бору



алмаз динамічного (АДС) та статичного (АСС) синтезу; тривалість спікання $t_1=60$, $t_2=120$ с
Рис. 14 – Значення модуля пружності і пружної сталої за експериментальними даними

Вимірювання c_l проводили у напрямку 1 на частоті 5 МГц, яка відповідає умовам (3), похибка оцінки $<2\%$. Матеріал мав невеликий ступінь анізотропії, тому МП оцінювали за моделлю 2 твердого середовища (1), прийнявши рекомендоване розробником ПМ значення $\nu=0,13$, а пружну сталу – 4 (2) (рис.14).

Обидві моделі дали якісно однакові залежності, з яких однозначно слідує рекомендації щодо оптимізації технологічних режимів і складу матеріалу. Оцінки E і c_{33} відрізняються тільки величинами у межах 4% .

Результати дослідження зіставили з розрахунками за Хашином-Штрикманом на основі довідникових даних для різних варіантів суміші вюрцитного і сфалеритного нітриду бору, графіту, вюрцитного і сфалеритного вуглецю, які можуть бути присутні в композиті залежно від режиму спікання: $804 \leq E \leq 881$ ГПа. Нижчі значення експериментального МП можна пояснити неврахуванням у розрахунках пористості матеріалу та присутністю у композиті інших фаз.

При дослідженні процесу формування псевдосплавів на основі системи Fe-Cu-Mo відпрацьовували вплив складу вихідного порошку та технологічного режиму на пружні сталі. ПМ отримано за результатами багатократного пресування та спікання до температури, яка не перевищує 1000°C , порошоків розміром від $0,5$ до $5,0$ мкм Fe та Cu з різною об'ємною концентрацією порошку Mo (рис.15).

Зразки матеріалу (рис.1,б), $h \sim 3,5$ мм, мали усічену сторону (медіана ~ 9 мм), що дозволило вимірювати c_l в обох напрямках на частоті 5 МГц, яка відповідає умовам (3), похибка оцінки $<1\%$ у напрямку 1 і $<2\%$ – 2. МП оцінювали за моделлю 2 твердого середовища (1) для $\nu=0,3$, а пружну сталу – 4 (2) (рис.16).

На відміну від попередньої задачі, пружна стала суттєво (до 30%) перевищує МП (рис.16), що пов'язано з більш високим значенням ν . Час спікання для всіх концентрацій Mo призводить до підвищення МП, хоча він залишається нижче теоретичної оцінки за Хашином-Штрикманом, очевидно, через ефекти на границях.

Після 4 год. спікання матеріал стає ізотропним. Модуль зростає з концентрацією Мо тільки до вмісту 5 %, що можна пояснити перерозподілом фаз (рис.15,г).

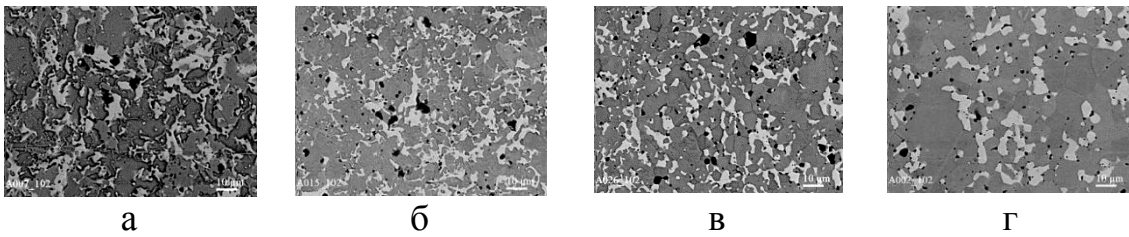


Рис. 15 – Мікроструктура композиту з різним вмістом молібдену (а – 0; б – 2; в – 5; г – 10 об. %) після 8 год. спікання

В наступній задачі проведена постановка акустичного експерименту з вимірювань комплексу різних ШП ПХ, яка забезпечила коректний НК властивостей багатофазного ПМ після кожної стадії технологічного процесу, у тому числі при наявності прокатки, де суттєво змінюються умови вимірювань.

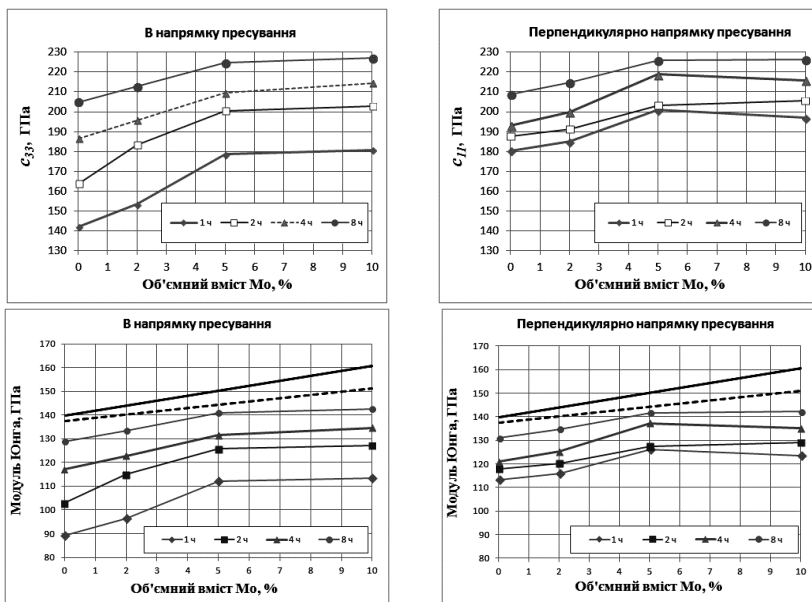
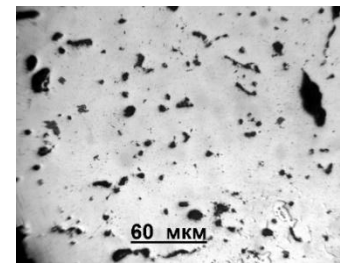
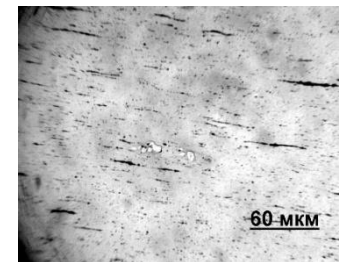


Рис. 16 – Експериментальні та теоретичні (— за Хашином; - - - за Штрикманом) залежності пружних сталей і модуля пружності зразків у різних напрямках від концентрації молібдену для різного часу спікання



а



б

Рис. 17 – Мікроструктура спеченого дисперсно-зміцненого ніхрому до (а) та після прокатки з 20 % обтисненням (б)

Зразки матеріалу (рис.1,в, 49,5·8,3·4,4 мм) отримані з порошків Ni-Cr-Al-Y₂O₃ шляхом спікання при температурі 1250 °С й охолодження з піччю в вакуумі. Ширина зразків змінювалася протягом їх довжини в межах 2, а висота – 6 %. В подальшому зразки послідовно відпалювали при температурах 800 (стадія №2 і 3), 900 (4), 1000 (5) та 1200 °С (6), прокатували на 13...20 % (7) і знову відпалювали при температурах 600 (8), 800 (9), 1000 (10) та 1250 °С (11) (рис.17). Після кожної стадії зразки прозвучували в різних напрямках і зонах (рис.1,в) різними ПХ: за довжиною вимірювали c_l , c_{cm} , та c_{ps} ; за шириною – c_t ; за висотою – c_l та c_t . c_l та c_{ps} вимірювали на частоті 5, c_t – 1 МГц, які відповідають умовам (3), похибка оцінки <0,5 та <2 %, відповідно. c_{cm} вимірювали на частотах першого (5) ~50 та другого

~150 кГц резонансу з похибкою <0,5 %.

АП у кожному напрямку мають обумовлені властивостями матеріалу та геометрією зразків особливості, (рис.18), які змінюються на стадії пресування (рис.16,в,г). При використанні ІМ для забезпечення коректності та підвищення інформативності результатів у кожному випадку розроблені адаптовані до особливостей формування АП певного виду ПХ методики вимірювань, пов'язані з вибором виду зондувального сигналу і його параметрів (періоду слідування, тривалості й частоти заповнення) та обробкою прийнятих сигналів. Результати вимірювання (рис.19) дають комплексну інформацію про зміну властивостей матеріалу і його окремих зон після кожної стадії технологічного процесу.

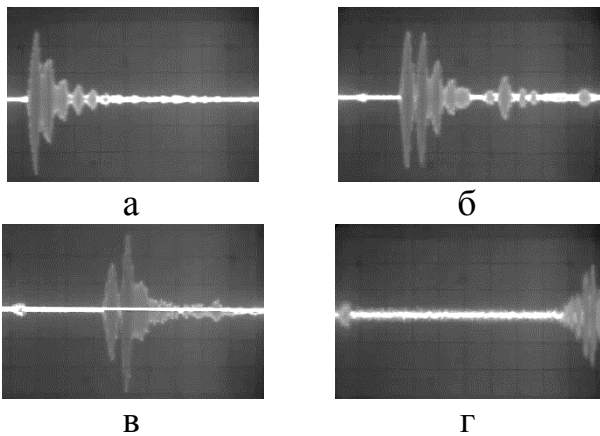


Рис. 18 – Осцилограми акустичних полів у зразках в різних напрямках (а – за товщиною; б – шириною; в – довжиною до і г – після прокатки)

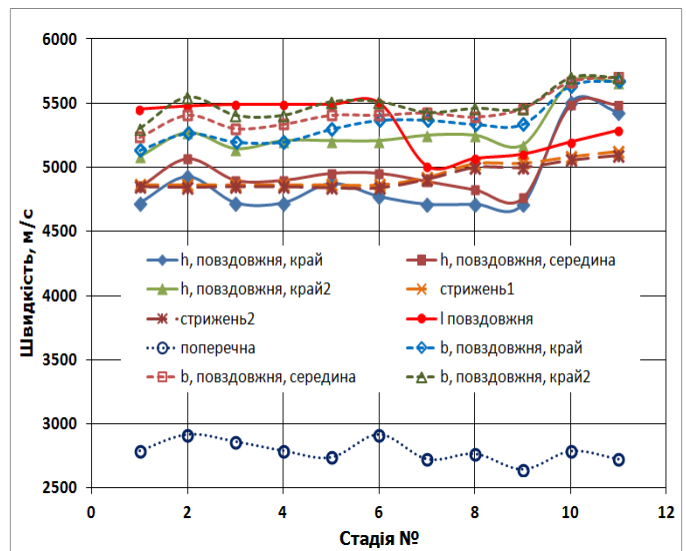


Рис. 19 – Результати вимірювання

Аналіз рис.19 показує, що: до прокатки матеріалу (стадії 1-6, рис.17,а) величини усіх ШП ПХ змінювалися тільки в межах похибки, величини c_l в напрямках вздовж і поперек пресування вказують на гексагональну анізотропію матеріалу; після прокатки (стадія 7, рис.17,б) c_l за довжиною зменшилася на 10 %, тоді як інші практично не змінилися, що вказує на перехід матеріалу до ромбічної анізотропії властивостей; при подальшому відпалюванні величини усіх ШП ПХ змінювалися, але по-різному, що вказує на поступове зменшення анізотропії матеріалу з переходом на останній стадії практично в ізотропне тіло; вимірювання в різних зонах показало нерівномірність властивостей за об'ємом зразка, яка суттєво зменшується на останніх двох стадіях.

В наступній задачі визначали і зіставляли величини пружних сталей матеріалів на основі порошку біогенного гідроксиапатиту (БГА) з різними добавками, отриманих в різних умовах (табл.3), з різною структурою (табл.3, рис.20) і властивостями, у тому числі з високою крихкістю і пористістю (табл.3), на зразках, які відрізнялися за формою і розмірами (рис.20).

Вимірювання c_l проводили у напрямку 1 (рис.1,б) за моделлю 3 твердого середовища на частоті 0,6 МГц, яка відповідає умовам (3). Мінімізацію (<1,5 %) похибки вимірювання (через варіації товщини контактної шару й потрапляння контактної рідини в матеріал), а також зберігання цілісності досліджуваних зразків,

забезпечували використанням оригінальної методики акустичного контакту: випромінюючий та приймальний перетворювачі в спеціальній акустичній камері розташовували на одній осі зі зразком і притискали до нього крізь полімерну плівку нормованим навантаженням. c_{33} (табл.3) оцінювали за (2).

Таблиця 3 – Склад матеріалів, умови спікання і результати вимірювання

№ з/п	Добавки до БГА, спікання	P , %	c_{33} , ГПа
1	Легування магнетитом, спікання в середовищі азоту	40,6-41,1	15,6-17,2
2	Легування магнетитом, спікання в вакуумі	44,6-44,8	7,4-7,7
3	Спікання в середовищі азоту	41,4-43,5	14,6-15,3
4	+скло +Fe, спікання в повітряному середовищі	26,0-27,0	37,7-43,6
5	Мікрохвильове спікання	33,0-40,4	15,5-20,1
6	Модифікування високодисперсним SiO_2	45,0-48,5	5,4-6,8
7	Традиційне спікання	35,8-40,7	11,4-18,2

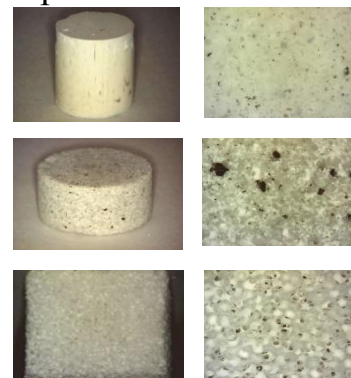


Рис. 20 – Приклади форми та структури зразків

За тією ж методикою було досліджено вплив добавки високодисперсного діоксиду кремнію Aerosil® 200 (Німеччина) на структуру (рис.21), міцність на стиск та пружну сталу (рис.22) біокераміки на основі БГА Остеоапатит керамічний® (Україна) з розміром частинок < 160 мкм. Зразки отримували методом сухого двостороннього пресування суміші кремнезему (2 та 5 мас. % в перерахунку на Si) та БГА при 50 МПа з подальшим спіканням в муфельній печі в повітряному середовищі при температурі 600 °С та витримкою протягом 1 год. Порівняння отриманих результатів з міцністю на стиск показують хорошу кореляцію (рис.22).

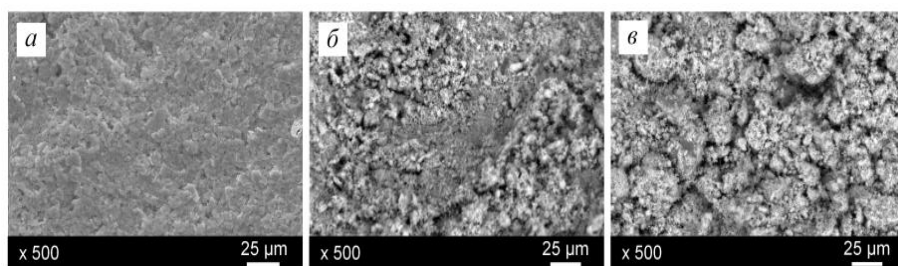


Рис. 21 – Структура зразків гідроксиапатитної біокераміки (а – без; б – 2; в – 5 мас. % Aerosil® 200)

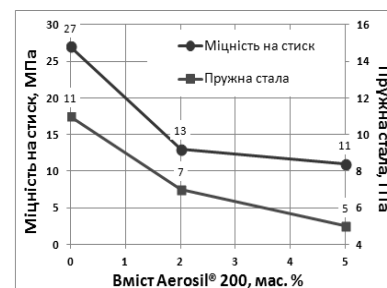


Рис. 22 – Результати вимірювань механічних властивостей

У п'ятому розділі наведені приклади розв'язання нетрадиційних задач контролю шляхом адаптування вимірюваних параметрів АП до особливостей структури певного матеріалу чи конструкції для забезпечення високої вірогідності та інформативності, які знайшли використання у виробництві.

Для атестації злитків нового БК жаростійкого сплаву на основі системи Nb-Cr-Ti-Zr-Al, які одержували шляхом сплавлення заготовок методом аргонодугової плавки при неповному їх розплавленні, було надано контрольний зразок (рис.23) і поставлено 2 задачі: визначення МП та виявлення дефектів (пор та непроплавів) у

місцях сплавлення заготовок (рис.24).

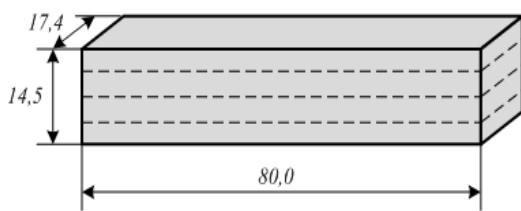
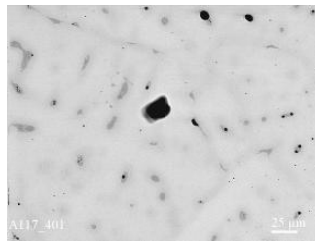
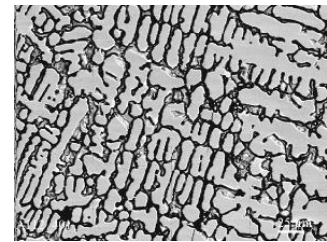


Рис. 23 – Зразок для атестації злитка



нетравлена поверхня



травлені шліфи

Рис. 24 – Мікроструктура злитка

При оцінці МП матеріал розглядали відповідно до моделі 1 твердого середовища, що стає можливим на частотах ≤ 4 МГц. Вимірювали c_l , c_t , c_{cm} відповідно рис.1,в. Похибка визначення ШП ПХ не перевищувала 0,5, а МП – 1 %. Результати експериментальної оцінки порівняні з теоретичними розрахунками за правилами суміші (арифметичне усереднення пропорційно відсотковому вмісту компонентів) відповідно даним довідників (табл.4). Значення МП, отримані ІМ, не відрізняються від розрахованих в межах похибки вимірювань, а для РМ менші майже на 5 %, що пояснюється не повною відповідністю форми зразка стрижню.

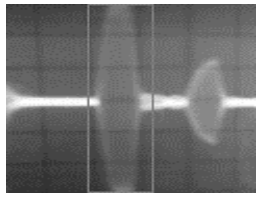
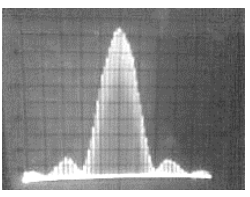
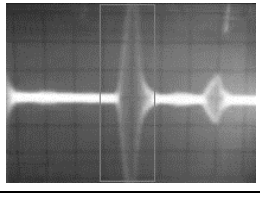
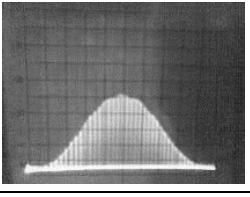
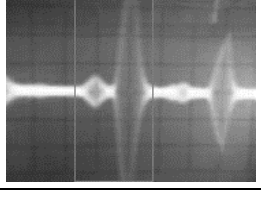
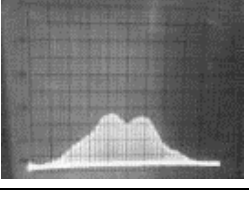
Таблиця 4 – Компоненти сплаву, їх властивості за даними довідників та властивості сплаву, розраховані та виміряні

Елемент	Відсотковий вміст		ρ , г/см ³	ν	Швидкості поширення пружних хвиль, м/с			Модулі пружності, ГПа	
	Мас. доля	Об. доля			c_l	c_t	c_{cm}	E	G
Ніобій	48,94	36,57	8,5	0,39	4 920	2 100	3 484	110	37
Хром	12,17	10,56	7,2	0,31	6 850	3 980	5 818	294	115
Титан	11,21	15,98	4,5	0,33	4 900	2 830	4 026	112	41
Цирконій	21,36	20,83	6,5	0,35	4 900	2 357	3 868	97	36
Алюміній	6,32	16,06	2,7	0,31	6 260	3 080	5 317	70	26
Суміш			6,5	0,34	5 333	2 627	4 502	121	44
Імпульсний метод					5480 ± 27	2630 ± 13		122 ± 1	45 ± 0,5
Резонансний метод							4220 ± 21	116 ± 1	

Дефектність матеріалу контролювали на частоті 10 МГц, яка відповідає акустичній моделі (4). Зондування зразку проводили радіоімпульсом, довжину якого узгоджували з розміром дефекту, у всіх напрямках (рис.1,г) з використанням ехо-методу. Додатково для оцінювання наявності дефекту використовували частотний спектр прийнятого сигналу. Результати досліджень (табл.5) зіставлені з неможливістю виявляти такі малі дефекти стандартним дефектоскопом УД2-12, де для збудження використовують відеоімпульс, яким неможливо керувати.

Наступна задача полягала у розробці й впровадженні у виробництво мало затратної методики ультразвукового НК дефектності широкого сортаменту роликів різних прокатних станів, відновлених після руйнування в процесі експлуатації, при їх дрібносерійному відновленні.

Таблиця 5 – Дефектоскопія

Дефекти	Радіоімпульс	Спектр
Немає		
Менші 0,2 мм		
Більші 0,2 мм		

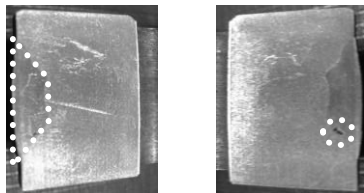
Типовий ролик являє собою циліндр зі сталі 40Х висотою 20...50 і діаметром 50...60 мм із циліндричною порожниною діаметром 10...15 мм у центрі (рис.25). При його відновленні на бічній поверхні вирізали симетрично розташований по висоті циліндра паз глибиною 6-9 мм і заправляли порожнину металом.

Надлишки металу після наплавлення сточували. В результаті використовуваної технології в напавленій частині можуть утворитися пори, а на її границі з основним металом ролика – дефекти контактів (рис.26).

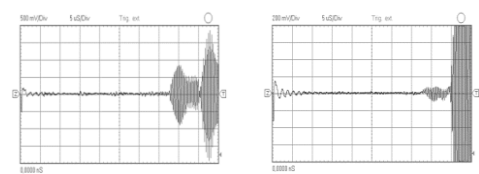
Тому методика контролю повинна забезпечувати виявлення мінімально можливих дефектів у будь-якому типорозмірі виробу до або після сточування надлишків наплавлення. Стандартний дефектоскоп УД-12 із ударним збуренням випромінюючого перетворювача не дозволяє виявити більшість критичних дефектів.



Рис. 25 – Акустична вимірювальна камера

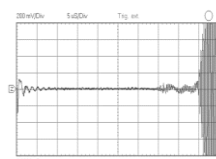


Наплавлення Дефект
Рис. 26 – Переріз роликів с дефектами різної величини після наплавлення



великі

дрібні



відсутні

Рис.27 – Класифікація дефектів

Для прозвучування виробів була розроблена вимірювальна акустична камера (рис.25), в якій акустичний перетворювач закріплювали на осі з роликом на одній з його плоских поверхонь. Пристрій для кріплення перетворювача забезпечував його переміщення з усіма ступенями вільності й фіксацією, що дозволяло створювати необхідне напавлення АП у напавленій зоні ролика будь-якого типорозміру. Прозвучування всієї приповерхневої зони виробу з можливими дефектами забезпечували за допомогою пристрою, який обертав ролик відносно датчика.

Зондування матеріалу проводили радіоімпульсом частою 2,5 МГц з регульованою тривалістю 2-3 мкс, що забезпечило надійне виявлення, на фоні структурних перешкод у матеріалі наплавлення, дефектів з розкриттям від 0,5 мм як до, так і після сточування надлишків наплавлення. Для кожного виду дефекту встановлені бракувальні рівні роликів відповідно розмірам дефектів (рис.27).

ОСНОВНІ РЕЗУЛЬТАТИ І ВИСНОВКИ

В дисертаційній роботі вирішена актуальна науково-технічна задача наукового обґрунтування та експериментального підтвердження забезпечення якісно нового рівня відображення властивостей багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів в генерованих акустичних полях за рахунок їхнього керування.

1. В результаті критичного аналізу сучасного стану використання акустичних методів під час досліджень гетерогенних середовищ та проведення модельних експериментів сформульовані вихідні принципи й проблеми практичного застосування акустичних полів для оцінки властивостей багатофазних порошкових та композиційних матеріалів. При цьому виявлені, досліджені і систематизовані за класами (вихідні компоненти матеріалу, технологія його виготовлення, особливості матеріалу, метод вимірювань, геометрія зразка) фактори впливу на результати такої оцінки. Перші три фактори покладені в основу дослідження властивостей та відпрацювання технологічних режимів створення порошкових та композиційних матеріалів. Останні два фактори виокремлені як такі, що не повинні впливати на результати оцінки і підлягають усуненню. Вказано на некоректність оцінок резонансним акустичним методом властивостей порошкових пресовок.

2. Знайшли подальшого розвитку наукові підходи отримання інформації про властивості багатокомпонентних порошкових та композиційних матеріалів акустичними методами, в основі яких вперше лежить аналіз керованих акустичних полів, генерованих у цих матеріалах. Керування проводять в рамках постановки акустичного експерименту з використанням фізичних, структурних, акустичних і математичних моделей, адаптованих до особливостей певного матеріалу та задачі, яку відносно нього розв'язують. В результаті підвищується інформативність та вірогідність оцінки властивостей матеріалів з неоднорідною структурою. При цьому вперше запропонований новий критерій оцінки стану структури порошкового матеріалу після формування, чи формування та спікання. Величина критерію кількісно дорівнює відношенню експериментально визначених швидкостей поширення пружних хвиль у стрижні та поздовжньої і, на відміну від інших, змінюється стрибком як функція пористості при переході від одного структурного стану матеріалу до іншого. Використання цього критерію для спечених матеріалів дозволило виявити різний характер емпіричної залежності коефіцієнта Пуассона від пористості у порошковому титані при закритій і відкритій пористості, а також показати, що перехід матеріалу пресовок і спеченого матеріалу від закритої до відкритої пористості проходить при різних значеннях пористості. Для порошкового титану це приблизно 18 і 29 %, відповідно.

3. Показано, що коректна постановка акустичних вимірювань дає однакові оцінки властивості матеріалу незалежно від використовуваного методу оцінювання, а некоректна – може приводити до промахів і фізично неприйнятних результатів.

4. В результаті застосування вдосконалених принципів використання акустичних методів експериментальних досліджень, заснованих на керуванні параметрами акустичних полів, показано, що комплексний акустичний аналіз

властивостей пресовок і спечених порошкових матеріалів дозволяє контролювати процес компактування матеріалу, відображати особливості процесу контактоутворення, контролювати структурний стан матеріалу, оцінювати і зіставляти для матеріалів із суттєво різним структурним станом пружні сталі в умовах анізотропії властивостей і модулі пружності при ізотропному стані матеріалу, контролювати нерівномірність розподілу властивостей за об'ємом матеріалу, визначати його анізотропію, відпрацьовувати склад нового матеріалу та режими технологічного процесу його створення, забезпечувати адекватне відображення динаміки змін його властивостей на кожній стадії виготовлення, навіть при наявності в технологічному процесі стадії прокатки, після якої матеріал стає анізотропним і суттєво змінюються умови вимірювання.

5. В результаті застосування вдосконалених підходів використання акустичних методів експериментальних досліджень показано, що в багатокомпонентних багатошарових композитах використання керованих акустичних полів дозволило вперше розробити методику визначення вірогідної динамічної пружної константи багатошарового мікроламіната, яка відповідає фізичним законам формування такого матеріалу, а також провести паспортизацію композита за критеріями модулів пружності та дефектності. При цьому експериментально показано, що застосування функціональної залежності між швидкістю поширення пружної хвилі та модулем пружності ізотропного матеріалу у випадку анізотропії призводить до некоректних результатів.

6. Використання керованих акустичних полів в роликах прокатного стану після їх відновлення дозволило оцінити якість відновленого шару матеріалу в умовах високого рівня структурних перешкод.

7. Проведено розробки, які пройшли апробацію в умовах виробництва (див. практичне значення одержаних результатів).

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

В яких опубліковані основні наукові результати дисертації:

1. Bezymyanniy Yu.G., **Koziratskiy E.A.**, Nazarenko V.A., Talko O.V. Acoustic Determination of Properties Possessed by Porous Titanium. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 2020. Vol. 59, No 1. P. 46-56. (Springer, indexed SCOPUS, режим доступу <https://doi.org/10.1007/s11106-020-00137-6>) (Особистий внесок здобувача: проведення досліджень з визначення властивостей зразків, участь у написанні статті).

2. Безимянний Ю.Г., **Козирацький Є.О.**, Комаров К.А., Солнцев В.П., Талько О.В. Постадійний ультразвуковий контроль властивостей багатокомпонентного порошкового матеріалу на основі Ni. *Вісник Українського матеріалознавчого товариства ім. І. М. Францевича*. 2019. №. 12. С. 11-16. (Режим доступу: http://nbuv.gov.ua/UJRN/Vumt_2019_12_6) (Особистий внесок здобувача: розробка методики вимірювань, проведення досліджень, участь у написанні статті).

3. Безимянний Ю.Г., **Козирацький Є.О.**, Колесников А.М., Комаров К.А., Назаренко В.А., Талько О.В. Особливості визначення характеристик пружності

мікроламінітів за результатами вимірювання швидкості поширення пружних хвиль. *Електронная микроскопия и прочность материалов. Серия: Физическое материаловедение, структура и свойства материалов.* 2019. № 25. С. 35-42. (Режим доступу: http://nbuv.gov.ua/UJRN/empm_2019_25_7) (Особистий внесок здобувача: проведення досліджень, участь у написанні статті).

4. Безымянный Ю.Г., **Козирацкий Е.А.**, Колесников А.Н., Комаров К.А., Талько О.В. Методические особенности дефектоскопии сортамента роликов прокатного стана после их восстановления. *Электроэнергетика та перетворювальна техніка.* Вісник НТУ «ХПІ». Харків, 2018. №8 (1284). С. 3-6. (Режим доступу: <http://repository.kpi.kharkov.ua/handle/KhPI-Press/39179>) (Особистий внесок здобувача: розробка додаткового устаткування, проведення досліджень, участь у написанні статті).

5. Сич О.Є., Товстоног Г.Б., Пінчук Н.Д., Безимьянный Ю.Г., **Козирацкий Е.О.**, Комаров К.А., Євич Я.І., Уварова І.В. Вплив добавки високодисперсного діоксиду кремнію на структуру та механічні характеристики гідроксиапатитної біокераміки. *Наукові нотатки.* 2017. № 59. С. 244-249. (Режим доступу: http://nbuv.gov.ua/UJRN/Nn_2017_59_42) (Особистий внесок здобувача: проведення досліджень з визначення властивостей зразків, участь у написанні статті).

6. Безымянный Ю.Г., **Козирацкий Е.А.**, Назаренко В.А. Особенности акустических измерений в прессовках на основе порошка титана. *Электроэнергетика та перетворювальна техніка.* Вісник НТУ «ХПІ». Харків, 2017. № 4 (1226). С. 3-7. (Режим доступу: <http://repository.kpi.kharkov.ua/handle/KhPI-Press/34085>) (Особистий внесок здобувача: проведення досліджень, участь у написанні статті).

7. Безымянный Ю.Г., Бродниковский Н.П., **Козирацкий Е.А.**, Талько О.В. Акустический неразрушающий контроль многокомпонентного сплава на основе ниобия. *Электроэнергетика та перетворювальна техніка.* Зб. наук. праць. Вісник НТУ «ХПІ». Харків, 2015. № 19 (1128). С.119-126. (Режим доступу: http://nbuv.gov.ua/UJRN/vcpie_2015_19_15) (Особистий внесок здобувача: розробка додаткового устаткування, розробка методики вимірювань, проведення досліджень з визначення властивостей зразків, участь у написанні статті).

8. Волкогон В.М., Безымянный Ю.Г., **Козирацкий Е.А.**, Колесников А.Н., Бужанская И.И., Аврамчук С.К. Исследование закономерностей формирования характеристик упругости композитов на основе фаз высокого давления углерода и нитрида бора. *Породоразрушающий металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения.* Сб. науч. тр. ИСМНАНУ. Киев, 2015. Вып. 18. С. 334-338. (Режим доступу: http://nbuv.gov.ua/UJRN/Pimi_2015_18_66) (Особистий внесок здобувача: проведення досліджень з визначення властивостей зразків, участь у написанні статті).

9. **Козирацкий Е.А.**, Колесников А.Н., Гетьман О.И., Радченко П.Я. Использование скорости ультразвука для исследования особенностей формирования структуры псевдосплава Fe-Cu-Mo. *Электрические контакты и электроды.* Киев, 2018. С.151-159. (Режим доступу:

http://nbuv.gov.ua/UJRN/Teke_2018_2018_18) (*Особистий внесок здобувача: проведення досліджень, участь у написанні статті*).

10. Безимьянный Ю.Г., **Козирацкий С.О.**, Тесленко Л.О., Талько О.В. Чинники впливу на динамічні модулі пружності гетерофазних порошкових матеріалів. *Вісник Українського матеріалознавчого товариства*. 2015. № 1(8). С. 68-75. (Режим доступу: <http://dspace.nbuv.gov.ua/handle/123456789/125444>) (*Особистий внесок здобувача: проведення досліджень, участь у написанні статті*).

11. Безимьянный Ю.Г., **Козирацкий Е.А.**, Колесников А.Н., Тесленко Л.О. Сравнение динамических методов при определении упругих характеристик разных материалов. *Електроенергетика та перетворювальна техніка*. Зб. наук. праць. Вісник НТУ «ХПІ». 2014. № 19 (1062). С. 15-22. (Режим доступу: <http://repository.kpi.kharkov.ua/handle/KhPI-Press/12854>) (*Особистий внесок здобувача: проведення досліджень, участь у написанні статті*).

12. Безимьянный Ю.Г., **Козирацкий Е.А.**, Богдан Г.А., Евко И.Г., Иванюк Н.А. Контроль неоднородности свойств порошковых материалов по результатам акустических измерений. *Електроенергетика та перетворювальна техніка*. Зб. наук. праць. Вісник НТУ «ХПІ». 2011. № 19. С. 204-211. (Режим доступу: <http://repository.kpi.kharkov.ua/handle/KhPI-Press/15698>) (*Особистий внесок здобувача: проведення досліджень, участь у написанні статті*).

Матеріали наукових конференцій:

13. Безимьянный Ю.Г., **Козирацкий Е.А.**, Комаров К.А., Куда А.А., Отиченко О.Н., Сич О.С. Особенности и результаты определения динамических характеристик упругости материалов медицинского назначения на основе биогенного гидроксипатита. *Актуальні проблеми автоматики та приладобудування*: Матеріали ІІІ всеукр. наук.-техн. Конф. НТУ "ХПІ". Харків, 2016. С. 101-102. (*Особистий внесок здобувача: проведення досліджень з визначення властивостей зразків, участь у написанні статті*) (заочна участь).

14. Безимьянный Ю.Г., **Козирацкий Е.А.**, Вдовиченко О.В., Евич Я.И. Сопоставление возможностей методов оценки модулей упругости в образцах материалов разной геометрии. *Актуальні проблеми автоматики та приладобудування*: Матеріали ІІ всеукр. наук.-техн. конф. НТУ "ХПІ". Харків, 2015. С. 101-102. (*Особистий внесок здобувача: проведення досліджень, участь у написанні статті*) (заочна участь).

15. Безимьянный Ю.Г., **Козирацкий Е.А.**, Колесников А.Н. Тесленко Л.О., Особенности оценки характеристик упругости многофазных порошковых материалов по результатам акустических измерений. *Акустичний симпозиум «Консонанс-2015»*: зб. праць. Київ, 2015. С. 33-38. (Режим доступу: <http://hydromech.org.ua/content/ru/cons/cons2015.html>) (*Особистий внесок здобувача: проведення досліджень з визначення властивостей зразків, участь у написанні статті*) (очна участь).

16. Безимьянный Ю.Г., **Козирацкий Е.А.**, Гетьман О.І., Радченко П.Я. Исследование процесса формирования структуры псевдосплавов Cu-W ультразвуковым методом. *Актуальні проблеми автоматики та приладобудування*:

матеріали І всеукр. наук.-техн. конф. НТУ "ХПІ". Харків, 2014. С. 15-16. (*Особистий внесок здобувача: проведення досліджень з визначення властивостей зразків, участь у написанні статті*) (заочна участь).

17. Сыч Е. Е., Безымянный Ю.Г., **Козирацкий Е.А.**, Комаров К.А. Исследование характеристики упругости керамики на основе монетита и высокодисперсного диоксида кремния акустическим методом. *Деформация и разрушение материалов и наноматериалов*: VII междунар. конф. DFMN 2017. Москва, 2017. С. 650-651 (*Особистий внесок здобувача: проведення досліджень, участь у написанні статті*) (заочна участь).

18. Безымянный Ю.Г., **Козирацкий Е.А.**, Назаренко В.А., Талько О.В. Оценка характеристик упругости пористого титана по результатам акустических измерений. *Актуальні проблеми автоматики та приладобудування*: матеріали II всеукр. наук.-техн. конфер. НТУ "ХПІ". Харків, 2018. С. 119-120. (Режим доступу: <http://repository.kpi.kharkov.ua/handle/KhPI-Press/39536>) (*Особистий внесок здобувача: проведення досліджень, участь у написанні статті*) (заочна участь).

19. Безымянный Ю.Г., **Козирацкий Е.О.**, Назаренко В.А., Талько О.В. Оцінка модуля пружності порошкових пресовок за результатами акустичних вимірювань. Матеріали VI міжнар. конф. HighMatTech. Київ, 2019. С. 209 (*Особистий внесок здобувача: проведення досліджень, участь у написанні статті*) (очна участь).

20. Сыч Е.Е., Товстоног А.Б., Безымянный Ю.Г., **Козирацкий Е.А.**, Комаров К.А. Сравнительное исследование характеристики упругости гидроксипатитной биокерамики, полученной методом традиционного и микроволнового спекания, акустическим методом. *Деформация и разрушение материалов и наноматериалов*: материалы VIII междунар. конф. DFMN 2019, Москва, 2019. С. 533. (*Особистий внесок здобувача: проведення досліджень, участь у написанні статті*) (заочна участь).

АНОТАЦІЯ

Козирацький Є.О. Відображення властивостей багатокomпонентних порошкових і композиційних матеріалів у керованих акустичних полях. – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.02.01 – матеріалознавство (13 Механічна інженерія). – Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України, Київ, 2021. Подається на захист в спеціалізовану Вчену раду Д 26.207.03 Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України.

Дисертація присвячена вирішенню актуальної науково-технічної задачі наукового обґрунтування та експериментального підтвердження забезпечення якісно нового рівня відображення властивостей багатокomпонентних порошкових і композиційних матеріалів в генерованих акустичних полях за рахунок їхнього керування.

В результаті критичного аналізу сучасного стану використання акустичних методів під час досліджень гетерогенних середовищ та проведення модельних

експериментів сформульовані вихідні принципи й проблеми практичного застосування акустичних полів для оцінки властивостей багатофазних порошкових та композиційних матеріалів. При цьому виявлені, досліджені і систематизовані за класами (вихідні компоненти матеріалу, технологія його виготовлення, особливості матеріалу, метод вимірювань, геометрія зразка) фактори впливу на результати такої оцінки.

Для відпрацювання технології створення багатокомпонентних порошкових та композиційних матеріалів за критеріями досягнення певних модулів пружності були сформульовані умови отримання високої точності вимірювання величин динамічних модулів пружності та виміряні динамічні модулі пружності у конкретних матеріалах. При цьому акцентовано увагу, що найбільш суттєві похибки вимірювань характеристик пружності багатофазних порошкових матеріалів стосуються, перш за все, не точності апаратних пристроїв, а принципів підходів до їхнього застосування.

Отримано ряд якісно нових результатів стосовно контролю властивостей матеріалів (характеристики пружності матеріалів медичного призначення, розподіл властивостей за об'ємом матеріалу, особливості процесів компактування та контактоутворення, у тому числі в анізотропних матеріалах, контроль стабільності, відпрацювання технологічних режимів, тощо).

Методологія, яка дістала розвитку в роботі, дозволяє на основі аналізу особливостей будови матеріалу і розв'язуваної задачі шляхом керування акустичним полем й адекватної постановки експерименту синтезувати акустичні методи прогнозування і контролю, діагностичні параметри яких мають підвищену чутливість до конкретної властивості, особливостей структури або дефектів матеріалу із будь-якою складною структурою і тому сьогодні їх вже використовують в ІМ НАН України для одержання якісно нової інформації про структуру і реальні вірогідні значення властивостей порошкових і композиційних, у тому числі багатокомпонентних, матеріалів, під час відпрацювання технології їх створення, при виготовленні, паспортизації та експлуатації виробів з них, для порівняння і тестування різних матеріалів за певними властивостями. Проведено розробки, які пройшли апробацію в умовах виробництва.

Ключові слова: порошкові та композиційні матеріали, пористі пресовки, титан, багат шаровий мікроламінат, псевдосплав, модулі пружності, швидкість поширення пружних хвиль, акустичні методи, неруйнівний контроль.

ABSTRACT

Kozyratskyi Ye.O. Properties of multicomponent powder and composite materials displayed in controlled acoustic fields. – The qualification scientific work presented as a manuscript.

The thesis for the degree of Candidate of Technical Sciences on specialization 05.02.01 Materials Science (13 Mechanical Engineering). – Frantsevich Institute for Problems of Materials Science, National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, 2021. Specialized Academic Council D 26.207.03.

The thesis is devoted to solving the topical scientific and technical problem of scientific substantiation and experimental confirmation of providing a qualitatively new level of imaging the properties of multicomponent powder and composite materials in the generated acoustic fields due to their control.

As a result of a critical analysis of the current state of the use of acoustic methods in studying heterogeneous media and carrying out the model experiments, the initial principles and problems of the practical application of acoustic fields to assess the properties of multiphase powder and composite materials are formulated. At the same time, the factors influencing on the results of such an assessment were found, investigated and systematized by the classes (initial components of the material, technology of its manufacture, material features, measurement method, sample geometry).

To develop the technology for creating multicomponent powder and composite materials according to the criteria for achieving certain elastic moduli, the conditions were formulated to obtain high accuracy in measuring the values of dynamic elastic moduli, and dynamic elastic moduli were measured in specific materials. At the same time, the attention is focused on the fact that the most significant errors in measuring the elastic characteristics of multiphase powder materials are related, first of all, not to the accuracy of hardware devices, but to the fundamental approaches to their application.

A number of qualitatively new results were obtained concerning the control of properties (characteristics of elasticity of medical materials, distribution of properties over the material volume, features of compaction and contact formation processes, including in anisotropic materials, control over staging, development of technological modes, etc.).

The methodology developed in this work allows, on the basis of the analysis of the structural features of the material and the problem being solved by controlling the acoustic field and the adequate formulation of the experiment, to synthesize acoustic prediction and control methods, the diagnostic parameters of which have an increased sensitivity to a specific property, structural features or material defects with any complex structure. Therefore today they are already used at the Institute of Applied Mathematics of the National Academy of Sciences of Ukraine to obtain qualitatively new information about the structure and real probable values of the properties of powder and composite, and multicomponent materials, during the development of the technology of their creation, in the manufacture, certification and operation of products from them, for comparison and testing of various materials by certain properties. The developments tested in production conditions have been carried out.

Keywords: powder and composite materials, porous compacts, titanium, multilayer microlaminate, pseudoalloy, elastic modulus, elastic wave propagation speed, acoustic methods, non-destructive testing.