

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

*Кваліфікаційна наукова праця
на правах рукопису*

Козирацький Євген Олександрович

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

ДИСЕРТАЦІЯ

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

Спеціальність 05.02.01 – матеріалознавство
Технічні науки (13 Механічна інженерія)

Подається на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук

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

_____ Є.О. Козирацький
(підпис, ініціали та прізвище здобувача)

Науковий керівник: Безимяний Юрій Георгійович, д.т.н., с.н.с.

Київ – 2021

АНОТАЦІЯ

Козирацький Є.О. Відображення властивостей багатокомпонентних 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 багатокомпонентних 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 матеріалах. 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.

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 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. У 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 експериментального 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.

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

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, відпрацювати склад нового матеріалу та режими технологічного процесу його створення, забезпечувати адекватне

відображення динаміки змін його властивості на кожній стадії виготовлення, навіть при наявності в технологічному процесі стадії прокатки, після якої матеріал стає анізотропним і суттєво змінюються умови вимірювання.

В результаті застосування вдосконалених підходів використання акустичних методів експериментальних досліджень показано, що у багатокомпонентних багат шарових композитах використання керованих акустичних полів дозволило вперше розробити методіку визначення вірогідної динамічної пружної константи багат шарового 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.

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

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

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 ПІМ НАН України для одержання якісно нової інформації про структуру і реальні вірогідні значення властивостей порошкових і композиційних, у тому числі багатокomпонентних, 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.

Scientific novelty of the obtained results:

1. Scientific approaches to obtaining information about the properties of multicomponent powder and composite materials by acoustic methods, which are based for the first time on the analysis of controlled acoustic fields generated in these materials, have been further developed. Control is carried out as part of the production of an acoustic experiment using physical, structural, acoustic and mathematical models adapted to the characteristics of a particular material and the problem that is solved in relation to it. As a result, the informativeness and probability of evaluating the properties of materials with a heterogeneous structure increases.

2. It is shown for the first time that, in contrast to popular opinion, the experimentally obtained estimate of the values of the adiabatic modulus of elasticity is a reflection of the material properties and does not depend on the method by which it is obtained, provided correct measurements. The large variation in the values of the modulus of elasticity of heterogeneous materials, which is given in the reference books, is associated not only with the simultaneous use of two physically different modules (isothermal and adiabatic), but also with incorrect approaches to estimating the adiabatic module using dynamic methods.

3. For the first time a new criterion for assessing the state of the structure of the powder material as a result of molding, or molding and sintering. The value of the criterion is quantitatively equal to the ratio of experimentally determined velocities of elastic waves in the rod and longitudinal and, unlike others, varies as a function of porosity in the transition from one structural state of the material to another. The use of this criterion for sintered materials revealed the different nature of the empirical dependence of the Poisson's ratio on the porosity in titanium powder at closed and open porosity, and showed that the transition of extrusion material and sintered material from closed to open porosity takes place at different porosity values.

4. For the first time it is shown that the control of acoustic field parameters in semi-finished powder material allows to adequately compare its properties at different stages of manufacture, even if there is a rolling stage in the process, after which the measurement conditions change significantly.

5. For the first time by controlling the parameters of the acoustic field in a multilayer microlaminate, as well as the selection of adequate structural, acoustic and mathematical models of the material set acoustic experiment, which allowed to determine the probable dynamic elastic steels of such material.

The practical significance of the obtained results. The methodology developed in the work allows to synthesize acoustic methods of forecasting and control, diagnostic parameters of which have increased sensitivity to specific properties, features of structure or defects of material on the basis of the analysis of features of structure of material and the solved problem by management of an acoustic field and adequate statement of experiment. with any complex structure and therefore today they are already used in IPM of NAS of Ukraine for receiving qualitatively new information on structure and real probable values of properties of powder and composite, including multicomponent, materials, during working off of technology of their creation, at manufacturing, certification and operation of products from them, for comparison and testing of various materials on certain properties. Developments which have passed approbation in the conditions of production are carried out.

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

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

В яких опубліковані основні наукові результати дисертації:

1. Bezumyanniy 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. Безимьянний 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. Безимьянний 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. *Электронная микроскопия и прочность материалов. Серия: Физическое материаловедение, структура и свойства материалов*. 2019. №. 25. С. 35-42. (Режим доступу: http://nbuv.gov.ua/UJRN/emprm_2019_25_7) (Особистий внесок здобувача: проведення досліджень, участь у написанні статті).

4. Безимьянний Ю.Г., **Козирацький Є.О.**, 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., Безимьянний Ю.Г., **Козирацький Є.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. *Електроенергетика 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. *Електроенергетика та перетворювальна техніка*. Зб. наук. праць. Вісник НТУ «ХПІ». Харків, 2015. № 19 (1128). С.119-126. (Режим доступу: http://nbuv.gov.ua/UJRN/vcpi_e_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. *Електрические 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., **Козирацький Є.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.Є. 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 II всеукр. наук.-техн. конф. НТУ "ХПІ". Харків, 2015. С. 101-102. (Особистий внесок здобувача: проведення досліджень, участь у написанні статті) (заочна участь).

15. Безымянный 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. Безымянный 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 I 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. конф. 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. Безимьянный 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
гидроксиапатитной 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).

ЗМІСТ

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ.....	20
ВСТУП.....	21
1 ФОРМУВАННЯ СУЧАСНОГО СТАНУ НАУКОВИХ ОСНОВ	
ВІДОБРАЖЕННЯ ВЛАСТИВОСТЕЙ БАГАТОКОМПОНЕНТНИХ	
ПОРОШКОВИХ ТА КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ	
МАЛОПОТУЖНИМИ ГЕНЕРОВАНИМИ АКУСТИЧНИМИ ПОЛЯМИ.....	27
1.1 Основні етапи розвитку принципів відображення властивостей твердих тіл в акустичних полях.....	27
1.2 Особливості багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів та вимоги до методів їх дослідження	29
1.3 Теоретичні основи використання малопотужних акустичних полів для неруйнівного контролю порошкових та композиційних матеріалів	32
1.3.1 Моделювання гетерогенного середовища	32
1.3.1.1 Однорідне ізотропне ідеально лінійно-пружне тверде середовище (Модель 1)	33
1.3.1.2 Неоднорідне середовище. (Модель 2).....	33
1.3.1.3 Квазіпружне тверде середовище. (Модель 3).....	34
1.3.1.4 Трансверсально-ізотропне тверде середовище. (Модель 4)	34
1.3.1.5 Реальний матеріал	34
1.3.2 Синтезування оптимізованого акустичного методу оцінки певної характеристики конкретного гетерогенного матеріалу.....	35
1.3.2.1 Структурне моделювання порошкового матеріалу	36
1.3.2.2 Акустичне моделювання порошкового матеріалу	36
1.3.2.3 Фізичне моделювання порошкового матеріалу.....	37
1.3.2.4 Математичне моделювання порошкового матеріалу	39
1.4 Стан і проблеми використання активних акустичних методів для неруйнівного контролю властивостей багатокомпонентних порошкових та композиційних матеріалів.....	40

1.4.1 Дослідження модулів пружності.....	40
1.4.2 Дослідження процесів контактоутворення.....	42
1.5 Висновки до розділу 1 та формулювання завдань.....	44
2 МАТЕРІАЛИ, ЗРАЗКИ, МЕТОДИ ТА АПАРАТУРА ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ.....	46
2.1. Матеріали та об'єкти для досліджень	46
2.1.1 Модельні матеріали	46
2.1.2 Багатофазні порошкові матеріали.....	48
2.1.2.1 Псевдосплав Fe-Cu-Mo	48
2.1.1.2 Композити на основі фаз високого тиску вуглецю та нітриду бору	48
2.1.2.3 Порошковий матеріал на основі нікелю Ni-Cr-Al-Y ₂ O ₃	49
2.1.3 Багатокомпонентні шаруваті композити	49
2.1.3.1 Багатокомпонентний жаростійкий сплав на основі системи Nb-Cr-Ti-Zr-Al.....	49
2.1.3.2 Мікроламінати на основі шарів Fe-Cu	50
2.1.4 Матеріали медичного призначення	50
2.2 Обладнання	51
2.2.1 Апаратний комплекс для прецизійних вимірювань параметрів пружної хвилі.....	51
2.2.2 Установа для вимірювання швидкості поширення пружних хвиль у стрижні	55
2.2.3 Комп'ютеризована вимірювальна лабораторія.....	56
2.2.4 Мікроскоп.....	57
2.3. Визначення густини зразків	57
2.4. Визначення статичного модуля пружності.....	57
3 РОЗВИТОК НАУКОВИХ ПРИНЦИПІВ ОТРИМАННЯ ІНФОРМАЦІЇ ПРО БАГАТОКОМПОНЕНТНІ ПОРОШКОВІ ТА КОМПОЗИЦІЙНІ МАТЕРІАЛИ МЕТОДАМИ АНАЛІЗУ ГЕНЕРОВАНИХ МАЛОПОТУЖНИХ АКУСТИЧНИХ ПОЛІВ	58

3.1 Аналіз факторів впливу на результати оцінок властивостей багатокomпонентних порошкових і композиційних матеріалів акустичними методами	58
3.1.1 Використання модельних матеріалів для порівняння різних методів визначення модулів пружності	60
3.1.1.1 Співставлення можливостей методів оцінки модулів пружності в зразках матеріалів різної геометрії	60
3.1.1.2 Порівняння динамічних методів при визначенні модулів пружності різних матеріалів.....	62
3.1.1.3 Порівняння динамічних методів при визначенні модулів пружності двофазного порошкового матеріалу	66
3.1.2 Принципи вірогідної експериментальної оцінки величин модулів пружності порошкових матеріалів	69
3.2 Розвиток наукових принципів отримання інформації про багатокomпонентні порошкові і композиційні матеріали з застосуванням керованих акустичних полів	71
3.2.1 Схема адаптування методів акустичних вимірювань до особливостей структури матеріалу та задачі контролю.....	72
3.2.2 Особливості моделювання при контролі властивостей багатокomпонентних порошкових і композиційних матеріалів.....	73
3.2.3 Відпрацювання принципів адаптування при вимірюванні на етапах пресування-спечений порошковий матеріал.....	76
3.2.4 Відпрацювання принципів адаптування акустичних методів при визначенні динамічних пружних сталих багатошарового мікроламінату	80
3.2.4.1 Аналіз особливостей структури мікроламінату та моделювання його пружних характеристик	81
3.2.4.2 Постановка вимірювального акустичного експерименту та його результати.....	83
3.2.4.3 Висновки.....	86

3.3 Комплексне дослідження модельного порошкового матеріалу (пористого титану) методами з підвищеною інформативністю	87
3.4 Зауваження щодо використання акустичних полів при дослідженні процесів контактоутворення в багатокомпонентних матеріалах.....	101
3.5 Висновки до розділу 3	102
4 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ ХАРАКТЕРИСТИК БАГАТОКОМПОНЕНТНИХ ПОРОШКОВИХ І КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ	105
4.1 Багатокомпонентні порошкові матеріали	105
4.1.1 Дослідження закономірностей формування характеристик пружності композитів на основі фаз високого тиску вуглецю та нітриду бору	105
4.1.1.1 Аналіз об'єкта дослідження	106
4.1.1.2 Розробка моделі вимірювального експерименту.....	107
4.1.1.3 Вимірювальний експеримент	108
4.1.2 Постадійний контроль процесу формування структури псевдосплавів Fe-Cu-Mo.....	111
4.1.3 Постадійний ультразвуковий контроль властивостей багатокомпонентного порошкового матеріалу на основі Ni.....	116
4.1.3.1 Аналіз об'єкта контролю	116
4.1.3.2 Аналіз особливостей формування акустичних полів та постановка акустичного експерименту	117
4.1.3.3 Результати вимірювання та їх аналіз	119
4.2 Особливості та результати визначення динамічних характеристик пружності матеріалів медичного призначення на основі біогенного гідроксіапатиту	121
4.2.1 Визначення модулів пружності матеріалів медичного призначення на основі біогенного гідроксіапатиту, отриманих за різними технологіями	122
4.2.2 Вплив добавки високодисперсного діоксиду кремнію на структуру та механічні характеристики біокераміки	124
4.3 Висновки до розділу 4	126

5 ПРИКЛАДИ ЗАСТОСУВАННЯ АДАПТАЦІЇ АКУСТИЧНИХ МЕТОДІВ НА ВИРОБНИЦТВІ	127
5.1 Акустичний неруйнівний контроль багатокомпонетного сплаву на основі ніобію	127
5.1.1 Об'єкт дослідження	128
5.1.2 Моделювання експерименту	129
5.1.3 Оцінка характеристик пружності.....	130
5.1.4 Дефектоскопія	132
5.1.5 Ліквіації	132
5.1.6 Висновки	133
5.2 Контроль якості на різних стадіях відновлення роликів прокатного стану.....	134
5.2.1 Об'єкт і задачі дослідження	135
5.2.2 Методика контролю	137
5.2.3 Експериментальна перевірка отриманих результатів і їх аналіз.....	138
5.3 Висновки до розділу 5	141
ВИСНОВКИ	142
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	145
ДОДАТОК А	162
ДОДАТОК Б.....	164

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ

АМ, ІМ, РМ – акустичний, імпульсний, резонансний метод, відповідно;

АП – акустичне поле;

БГА – біогенний гідроксиапатит;

БК – багатокомпонентний;

ВП – випромінюючий перетворювач;

ГА – гідроксиапатит;

КЗ – коефіцієнт згасання;

МП, E – модуль пружності (Юнга);

НК – неруйнівний контроль;

ПіКМ – порошкові і композиційні матеріали;

ПМ – порошковий матеріал;

ПС, c_{ij} – пружна стала;

ПХ – пружна хвиля;

р., пр., п., пп. – розділ, підрозділ, пункт, підпункт, відповідно;

ШП – швидкість поширення;

УЗ – ультразвуковий;

t – час;

c , α – швидкість поширення, коефіцієнт згасання пружної хвилі;

f – частота;

ρ – густина матеріалу;

G – модуль зсуву;

ν – коефіцієнт Пуассона;

"l", "t", "ps", "ст" – індекс поздовжньої, поперечної, нормальної симетричної пружної хвилі і пружної хвилі у стрижні, відповідно;

l , λ – довжина зразка, пружної хвилі, відповідно;

"e" – індекс ефективного значення величини;

θ – пористість матеріалу;

"0" – індекс безпористого матеріалу;

ВСТУП

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 багатофакторним 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 моделі матеріалу поставлений акустичний експеримент який дозволив визначити вірогідні динамічні пружні сталі такого матеріалу.

Достовірність і обґрунтованість результатів, положень та висновків

забезпечено використанням сучасних уявлень при фізичному, структурному, механічному, акустичному, математичному, комп'ютерному моделюванні; точністю вимірювання акустичних величин в експериментах і статистичною обробкою результатів; спільним аналізом модельних і емпіричних уявлень; зіставленням результатів акустичних вимірювань і даних, отриманих методами оптичної мікроскопії, механічних випробувань.

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 ПІМ 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.Волкогоном, О.І.Гетьман, К.А.Комаровим, А.А.Кудюю, В.А.Назаренко, О.Н.Отиченко, Є.Є.Сич, В.П.Солнцевим, А.Б.Товстоногом.

Апробація результатів дисертації. Основні результати, отримані в дисертаційній роботі, доповідалися й обговорювалися на наступних міжнародних й національних конференціях і симпозиумах: акустичні симпозиуми «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 автоматики та приладобудування» – Х.: НТУ "ХПІ", 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.

1 ФОРМУВАННЯ СУЧАСНОГО СТАНУ НАУКОВИХ ОСНОВ ВІДОБРАЖЕННЯ ВЛАСТИВОСТЕЙ БАГАТОКОМПОНЕНТНИХ ПОРОШКОВИХ ТА КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ МАЛОПОТУЖНИМИ ГЕНЕРОВАНИМИ АКУСТИЧНИМИ ПОЛЯМИ

У 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.

1.1 Основні етапи розвитку принципів відображення властивостей твердих тіл в акустичних полях

Перший розгорнутий і систематичний виклад загального вчення про коливання був зроблений наприкінці 19 сторіччя Релеєм [1,2]. Він наголосив, що вуха – дуже чутливий інструмент дослідження оточуючого світу, який дозволяє людині відображати навколишній світ через коливання. Для подальшого розвитку АМ неруйнівного контролю (НК) важливим є дослідження автором коливань стрижнів, які в подальшому було покладено в основу резонансних методів (РМ). Відповідно [1] для однорідного стрижня необмеженої довжини при нехтуванні інерції поперечного руху його частинок:

$$E = c_{ст}^2 \rho \quad (1.1),$$

де E – модуль Юнга, $c_{ст}$ – пружна хвиля (ПХ) у стрижні, ρ – густина матеріалу, але при врахуванні інерції поперечного руху частинок стрижня теоретичне значення $c_{ст}$ зменшується:

$$c_{ст.г} = c_{ст} (1 + (i\nu\pi r/2l)^2)^{-0.5} \quad (1.2),$$

де $i=1,2,3,\dots$ – мода коливань, ν – коефіцієнт Пуассона, l – довжина і r – радіус стрижня. При цьому, наголошує, що рівняння (1.2) стосується тільки теоретичних досліджень для

чисто поздовжніх коливань. Реальні стрижні ніколи не бувають ні виключно однорідними за матеріалом, чи циліндричними за формою. Тому при експериментальних вимірюваннях часто виявляється неможливим збудити поздовжні коливання без збудження поперечних, так як основна мода перших співпадає більш-менш точно з однією з вищих мод останніх. При таких обставинах поздовжні коливання стають не усталеними і невелика неусталеність може викликати великий ефект.

Аналіз огляду робіт 30-50-х років минулого сторіччя [3] не тільки підтвердив висновки Релея стосовно впливу інших видів коливань на результати вимірювань параметрів поздовжніх коливань у стрижні й не відповідність теоретичних розрахунків експериментальним даним, але й вказав на наявність суттєвої дисперсії швидкості поширення (ШП) ПХ та різних мод коливань, які маскують можливості визначення вірогідних значень властивостей матеріалу. Додатково було вказано на суттєві ускладнення отримання таких значень при анізотропії матеріалу. Не зважаючи на виявлені недоліки РМ деякі експериментатори продовжили його використання для оцінки модулів пружності (МП).

Розвиток фізичних уявлень про поширення ПХ у різних матеріалах, підвищення методичного та апаратного рівня акустичного експерименту привели до того, що прецизійні ультразвукові (УЗ) експериментальні методи к кінцю 70-х років минулого сторіччя стали широко використовуваним чутливим інструментом для отримання інформації про властивості, будову, різних фізичних явищ у твердих тілах самого різного призначення на макро- і мікро- рівнях, про що свідчать оглядові труди, які вийшли у найбільше розвинутих країнах світу [4-8]. В основі методів НК і прогнозування лежить фізичний зв'язок параметрів АП, ШП та коефіцієнту згасання (КЗ) ПХ з властивостями матеріалів і процесів, які в них відбуваються [5,6]. Такі методи знайшли використання при дослідженні молекулярної структури твердого тіла, особливостей будови кристалічної ґратки, дислокацій і інших мікродефектів, теплових коливань ґратки, руху доменних стінок у феромагнетиках та сегнетоелектриках, взаємодії з електронами провідності у металах і напівпровідниках, модулів пружності, непружності, напружень, неоднорідності мікрогетерогенних середовищ, а також при контролі властивостей, дефектності,

складу твердих тіл, технологічних процесів [6]. У цих напрямках АМ, принаймні, не поступаються іншим фізичним методам з більшості важливих показників, зокрема безпеки, універсальності, чутливості, експресності. Головне місце при використанні АМ займають підходи до коректної постановки експерименту, які покладені в основу отримання вірогідних результатів ІМ [5-8]. Що стосується РМ [7,8], то проблеми [1,3] підтверджені, крім того додається, що, при вимірюванні у стрижні, вплив дисперсії ШП ПХ сильно пов'язаний з коефіцієнтом Пуассона, причому саму дисперсію простіше звести до мінімуму (але не позбавитися зовсім!) не при вимірюванні РМ на низьких частотах, а при використанні ІМ на – високих [9].

Принципові підходи використання АМ в дослідженні твердих тіл на мікро- та макро- рівнях були сформовані до 90-х рр. 20-го тисячоріччя [10-20].

В 1982 р І.М.Францевич акцентував увагу на великий, як ні для якого іншого параметра твердого тіла, розкид і ненадійність значень, експериментально отриманих різними методами і на різних зразках, пружних сталей (ПС) і МП квазіізотропних полікристалічних тіл [21]. Проблему вірогідного визначення реальних величин динамічних МП ми бачимо і у сучасних довідниках [22].

Поява ПіКМ [23-30] поставила за необхідність відповідно до їх особливостей розвитку АМ НК.

1.2 Особливості багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів та вимоги до методів їх дослідження

ПіКМ [31-38] являють собою різноманітні структурні конструкції. Вони відрізняються наявністю ієрархічних рівнів структури, як правило мікро-, мезо- та макро-, кожний з яких може бути гетерогенним. Усі рівні беруть участь у формуванні характеристик матеріалу. На мікрорівні формуються властивості вихідних компонентів мезорівня (фаз) – частинок, волокон, шарів і т. ін. – які у загальному випадку неоднорідні, а їх стан описують певними фізичними й механічними характеристиками. На мезорівні за допомогою спеціальних технологічних процесів формують специфічну структуру, що визначає властивості

матеріалу в цілому або його окремих макрокомпонентів.

БК порошковий матеріал (ПМ) – це результат синтезу вихідних порошків, що мають різні властивості, з метою одержання шляхом пресування і спікання за різними технологічними режимами нового матеріалу, який відповідає заданим експлуатаційним вимогам [39].

Структурними складовими матеріалів на мезорівні є самі мезоелементи й супутні технологічному процесу формування мезорівня – пори різного характеру, різноманітні вкраплення, досконалі або недосконалі контакти, тріщини, інше. Об'ємні пори на макрорівні впливають на густину і пружність. Недосконалі контакти, тріщини й двовимірні (щілинні) пори практично не позначаються на густині матеріалу, але змінюють його механічні і фізичні властивості. [32, 33, 36].

Чим складніший матеріал, тим більше вимог до непрямих методів його дослідження.

Вперше на тісний зв'язок швидкості звуку з іншими властивостями пористого тіла як у фізичному, так і кількісному плані вказав Бальшин [24].

Обґрунтування необхідності використання та основні задачі НК в порошковій металургії були сформульовані Скороходом у 1989 р. [36]. Вони полягають у наступному: ПМ, на відміну від литих, поряд із звичайними дефектами (типу тріщини, раковини, тощо) мають специфічні, т.з. макродефекти (пори, недосконалі контакти між частинками порошку). Макродефектність ПМ залежить від технологічних особливостей його отримання та багато в чому визначає фізико-механічні властивості виробу; для порошкової металургії характерна нестабільність властивостей виробів у межах однієї партії й неідентичність властивостей реальних виробів і спеціально виготовлених зразків для досліджень їх властивостей, якщо вони відрізняються за розміром та формою; многостадійність процесу виготовлення виробів методами порошкової металургії, який може включати в себе пресування порошку, спікання, додаткову обробку тиском (калібровку, штамповку та інш.), повторне спікання, хіміко-термічну обробку й т.п., з можливим відхиленням властивостей матеріалу на будь-якій стадії, вимагає раннє виявлення браку. Це дозволить виключити наступні операції на бракованому напівфабрикаті, чим зменшити витрати на виробництво.

Виникає необхідність розробки методів НК як готових порошкових виробів, так і напівфабрикатів на різних стадіях виробництва; якщо питання НК компактних матеріалів відображено у багаточисельній монографічній та довідниковій літературі, то з контролю ПМ можна знайти лише обмежену кількість статей; серед різних методів НК ПМ важливе місце займають УЗ; у більшості публікацій надані результати експериментів, де відображені зміни параметрів поширення УЗ коливань у пористому матеріалі в залежності від різних технологічних факторів, але практично немає рекомендацій з питань реалізації запропонованих методів; важливою умовою успішного упровадження методів НК як у виробництво, так і в дослідницьку практику є вміння правильно вибирати апаратне обладнання, конструювати й виготовляти необхідні пристосування та оснастку, назначати оптимальні режими контролю.

Під керівництвом Скорохода Фридманом були зроблені перші кроки з систематизації даних з використання УЗ методів для НК ПМ та виробів [36,40], а саме: наведені експериментальні дані, які відображають взаємозв'язок параметрів поширення УЗ коливань пористого матеріалу з макродефектністю, яка формується на різних стадіях його отримання, а також технологічних факторів на акустичні властивості пресовок.

У 1995 р. Скороходом були сформульовані положення: класифікації гетерофазних систем з точки зору їх мікроструктури; класифікації фізичних властивостей – з точки зору їх структурної чутливості; основні методи оцінки властивостей статистично однорідних ізотропних систем; деякі прості методи урахування реальних параметрів мікроструктури, що обумовлені варіюванням технологічних режимів формування, спікання та обробки тиском дисперсних сумішей з різною морфологією частинок [38] – які на сьогодні є теоретичною основою використання фізичних полів для дослідження властивостей гетерофазних систем, у тому числі ПіКМ. АП у цій теорії надається велике призначення.

У роботі [41] було показано, що тестування ПМ на механічні властивості, у тому числі АМ, щодо вибору представницьких розмірів зразків вимагає зовсім інших підходів, порівняно з матеріалами з мікроструктурою, тому що на результат можуть суттєво впливати особливості мезоструктури матеріалу.

1.3 Теоретичні основи використання малопотужних акустичних полів для неруйнівного контролю порошкових та композиційних матеріалів

У результаті узагальнення відомих даних на початку 21 десятиріччя Безимянним в циклі робіт [42-44] була сформульована методологія використання акустичних ІМ для експериментального дослідження властивостей ПіКМ. Методологія полягає в збудженні в матеріалі пружного імпульсу, виокремленні частини у відгуку матеріалу на цей імпульс, яка пов'язана саме з властивостями матеріалу (акустичного відображення матеріалу) і аналізі цього відображення щодо зв'язку з певними властивостями матеріалу. Відображення є функцією часу (t), ШП (c_i), КЗ (α_i) певної ПХ, частоти коливань (f), довжини шляху ПХ у матеріалі. Акустичні характеристики c_i , α_i опосередковано пов'язані з властивостями матеріалу i , при певних умовах, дають можливість їх оцінювати. Кількість характеристик i визначається ступенем деталізації опису стану матеріалу, залежить від складності будови й можливостей його спрощеного уявлення при розв'язанні певної задачі. Основна проблема полягає у виявленні кореляційного зв'язку цих характеристик із шуканою властивістю гетерогенного матеріалу.

Для розв'язання цієї проблеми було запропоновано [43] обґрунтоване синтезування АМ, оптимізованого відносно поставленої задачі контролю властивості матеріалу з заданою структурою. В його основі лежать відомі моделі, які відрізняються ступенем відображення реальних властивостей середовищ, відповідною складністю та кількістю діагностичних параметрів. [45-49]. Для ПіКМ можуть бути використані наступні з них.

1.3.1 Моделювання гетерогенного середовища

Моделювання середовища дає можливість відобразити властивості матеріалу з урахуванням його особливостей на мезорівні.

1.3.1.1 Однорідне ізотропне ідеально лінійно-пружне тверде середовище (Модель 1.)

Це найпростіша континуальна модель твердого середовища, у рамках якої інтегрально описують його властивості [47]. Напружено-деформований стан повністю характеризують два МП. На практиці частіше за все використовують модулі Юнга (E), зсуву (G) чи коефіцієнт Пуассона (ν), які функціонально пов'язані зі ШП ПХ [3-5,15,19,50,51]:

$$E = \frac{c_l^2 \rho (1+\nu)(1-2\nu)}{(1-\nu)}, \quad G = c_t^2 \rho, \quad \nu = \frac{1-2(c_t/c_l)^2}{2(1-(c_t/c_l)^2)}, \quad E = c_{ps}^2 \rho [1-(\nu)^2], \quad (1.3)$$

де c_l – поздовжня, c_t – поперечна, c_{ps} – нормальна симетрична в пластині ПХ, ρ – густина матеріалу. В рамках цієї моделі експериментально оцінюють величини динамічних МП у матеріалах з мікроструктурою.

1.3.1.2 Неоднорідне середовище. (Модель 2)

Характерне для ПіКМ. У континуальних моделях фізичні й механічні властивості БК матеріалів розглядають як ефективні, статистично однорідні [38] в представницькому об'ємі [52] безмежного твердого середовища, достатньому за величиною для усереднення властивостей репрезентативних об'ємів, що характеризують властивості локальної області. Умова показності вибірки матеріалу – представницький об'єм на кілька порядків перевищує репрезентативний об'єм. Відомо [38] багато моделей осереднення. Для акустичного відображення властивостей середовища використовують довгохвильове наближення $\lambda \gg l_p$, де λ – довжина ПХ, l_p – характерний розмір репрезентативного об'єму. [46]

Використання формул (1.3) для неоднорідного середовища можливе, якщо під МП розуміють їх ефективні значення в представницькому об'ємі, а ШП ПХ вимірюють в умовах довгохвильового наближення. [36, 38, 44]:

$$c_{l_{\text{изм}}} = \sqrt{\frac{E_3(1-\nu_3)}{\rho_3(1+\nu_3)(1-2\nu_3)}}, \quad c_{t_{\text{изм}}} = \sqrt{\frac{E_3}{\rho_3(1+\nu_3)}} = \sqrt{\frac{G_3}{\rho_3}}, \quad c_{m_{\text{изм}}} = \sqrt{\frac{E_3}{\rho_3}}, \quad (1.4)$$

де E_3 , G_3 , ν_3 , ρ_3 – ефективні значення модулів Юнга і зсуву, коефіцієнта Пуассона і густини.

Створення таких умов потребує спеціальної постановки вимірювального експерименту [44].

1.3.1.3 Квазіпружне тверде середовище. (Модель 3)

Характерне для порошкових пресовок. Поширення ПХ в матеріалі супроводжується деградацією сигналу. Використання формул (1.3), (1.4) можливо тільки за умов виокремлення відомими прийомами пружної складової при обробці прийнятого сигналу [53].

1.3.1.4 Трансверсально-ізотропне тверде середовище. (Модель 4)

Має місце в порошкових напівфабрикатах. Характеризують п'ятьма пружними сталими (c_{ij} , $ij=1,2,3,4$) [28,54]. З них найпростіший зв'язок із ШП поздовжніх (c_{lk} , $k=1,2,3$ – напрямок прозвучування, рис.1.1) і поперечних (c_{tk}) ПХ, мають у напрямку пресування (c_{33} , c_{44}) і у перпендикулярному (c_{11}) [28,54]:

$$c_{33}=(c_{11})^2\rho; \quad c_{44}=(c_{11})^2\rho; \quad c_{11}=(c_{12})^2\rho=(c_{13})^2\rho. \quad (1.5)$$

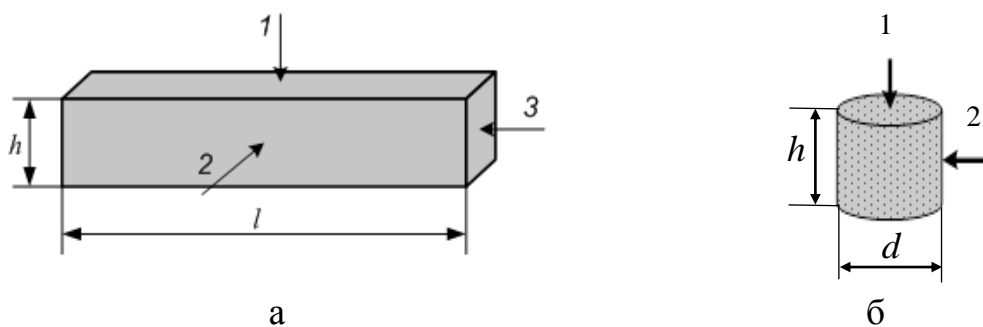


Рисунок 1.1 – Типові форми пресовок і напрямки (1 – співпадає з напрямком пресування) їх можливого прозвучування імпульсним і резонансним (тільки напрямок 3) методами

1.3.1.5 Реальний матеріал

ПіКМ у своїй більшості і неоднорідні, і анізотропні. У цих випадках необхідно

використовувати відповідну модель, чи, навіть, ускладнювати моделі, використовуючи їх комплексно. Реальні матеріали складніші, ніж наведені їхні моделі, вони крім пружності, мають інші властивості (дефекти, залишкові напруження, пористість та інше), які не можуть бути досліджені при моделюванні на макрорівні, але впливають на МП. Відхилення реальних (експериментально визначених) значень МП від розрахункових вказує на наявність таких факторів і потребують їхнього моделювання на більш низьких рівнях. Таке моделювання полягає в знаходженні найбільш простої адекватної моделі, яка задовольняє умові відображення певної шуканої властивості матеріалу з необхідною для його вірогідної оцінки точністю, і дозволяє виявити функціональний зв'язок акустичної характеристики матеріалу із цією властивістю, усунути не пов'язані з метою оцінювання негативні фактори впливу на нього й надати рекомендації щодо вибору параметрів АП, котрі забезпечують найбільшу чутливість вимірюваної характеристики до контрольованої властивості. [43] При розв'язанні різних задач для одного і того ж матеріалу можуть бути застосовні різні моделі. Реалізація кожної моделі у певних умовах потребує спеціальних підходів, які повинні привести до синтезування оптимізованого акустичного методу оцінки конкретної характеристики певного матеріалу. [44]

АП в реальних ПіКМ [55-60] формуються різними комбінаціями багатьох факторів, мають складний і своєрідний для кожного виду матеріалу характер. Особливості формування АП пов'язані з такими факторами: хвильовими розмірами структурних складових матеріалу; можливостями осереднення чи виокремлення властивостей елементів матеріалу на довжині хвилі та в озвучуваному об'ємі з комплексним характером відображення інформації про матеріал в параметрах АП. Неврахування цих факторів може привести до промахів при оцінці властивості матеріалу. [43]

1.3.2 Синтезування оптимізованого акустичного методу оцінки певної характеристики конкретного гетерогенного матеріалу

Синтезування оптимізованого АМ НК передбачає з використанням вибраних

4-х моделей середовища почергову побудову комплексу взаємозалежних рішень, які починаються з формалізації особливостей конкретного матеріалу шляхом структурного, фізичного, акустичного і математичного моделювання на досліджуваному ієрархічному рівні, а кінцевим результатом – адаптування параметрів АМ НК до високоефективної оцінки його певної властивості і постановки коректного експерименту з такої оцінки. [44]

Структурна модель повинна увібрати в себе всі елементи матеріалу, що беруть участь у формуванні шуканої властивості; акустична – відобразити ці елементи у вигляді еквівалентної акустичної схеми; фізична – виявити закономірності формування АП; математична – формалізувати зв'язки акустичних характеристик матеріалу з його властивостями для заданих умов. [44] Такий підхід показано на прикладі ПМ [44].

1.3.2.1 Структурне моделювання порошкового матеріалу

Шукана властивість ПМ може знаходитись на будь-якому ієрархічному рівні: макро-, мезо, мікро- [38], що відображає його структурна модель (рис.1.2) [44]. На ній кожний рівень характеризує відповідний розмір: L_n , l_n , a_n .

1.3.2.2 Акустичне моделювання порошкового матеріалу

В акустичній моделі кожному характерному розміру ієрархічних рівнів поставлено у відповідність хвильовий розмір L_n/λ , l_n/λ , a_n/λ (рис.1.2) [44].

Спектр хвильових розмірів елементів будь-якого рівня містить такі характерні зони відображення властивостей: інтегрального або ефективного осереднення властивостей для всього матеріалу, середньостатистичного осереднення параметрів ансамблю окремих елементів, ефективного осереднення властивостей ансамблю або окремих елементів на довжині пробігу ПХ. Вибір частоти зондування ПХ $f=c/\lambda$ дозволяє впливати на можливості відображення досліджуваних властивостей матеріалу відповідно хвильовим розмірам тіла і його структурних складових. Умова

$L_n \sim \lambda$ визначає АП стоячої ПХ, яку використовують у РМ, а інші – ІМ, тому останній більш інформативний для вивчення внутрішньої структури матеріалу. [44]

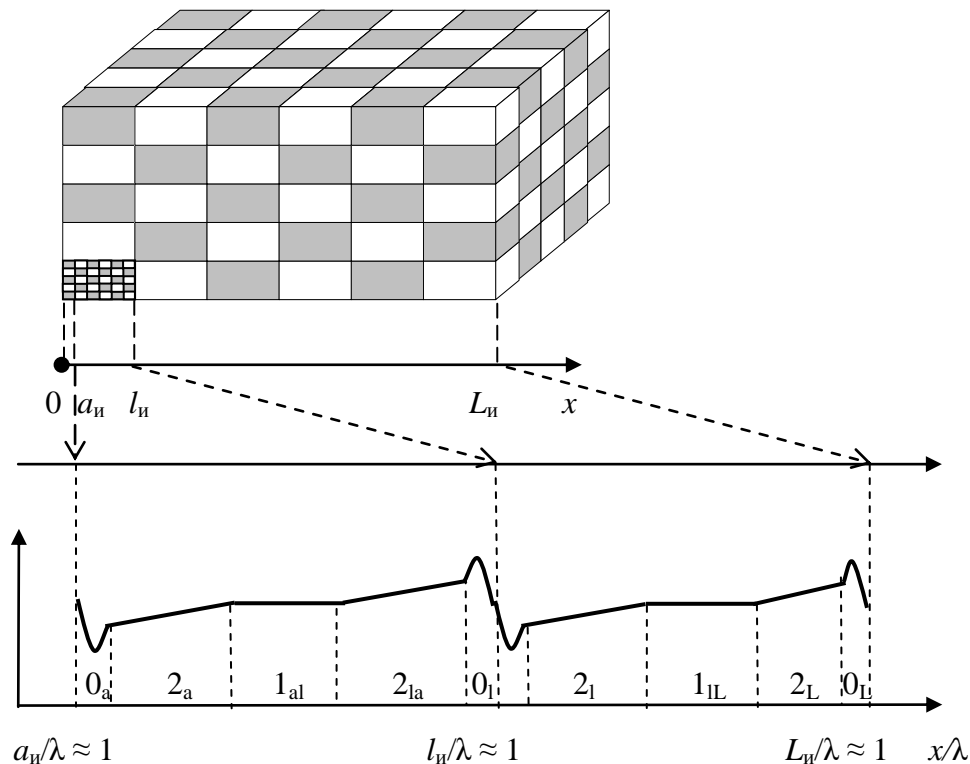


Рисунок 1.2 – Структурна модель та спектр хвильових розмірів елементів матеріалу з трьохрівневою структурою і його характерні зони відображення:

0 – середньостатистичних параметрів елементів, 1 – інтегральних, 2 – ефективних властивостей [44]

Важливим моментом акустичного відображення властивостей матеріалу є ступінь акустичного осереднення. [44] Так, в АП осереднення властивостей матеріалу відбувається на довжині ПХ, за умови, що довжина ПХ перевищує характерний розмір елемента, який формує властивості матеріалу (рис.1.2), а також в озвучуваному об'ємі, який характеризується ефективним розміром фронту ПХ. Важливість правильного вибору масштабу озвучування ПМ пояснює (рис.1.3) [44]. Видно, що неправильний вибір масштабу озвучування приводить до промахів при вимірюванні.

1.3.2.3 Фізичне моделювання порошкового матеріалу

На рис.1.4 [51] показані коливання точок при поширенні збудженої ІМ

поздовжньої ПХ в нескінченному твердому середовищі в умовах одновимірного деформування розтягання-стискання (а), фізично пов'язаного з відповідним модулем розтягання-стискання (Юнга) цього середовища, та поперечної ПХ (б) – чистого зсуву, фізично пов'язаного з відповідним модулем зсуву. При збудженні поздовжніх (в) чи поперечних (г) коливань на торці стрижня (пластини) ПХ поширюється в умовах одновимірного (двовимірного) напруження з неоднорідною деформацією точок середовища. Теоретично при нескінченно тонкому стрижні з однорідного ізотропного матеріалу така деформація відповідає модулю розтягання-стискання [1]. Але, при цьому коливання точок середовища проходять по складній траєкторії, що призводить в умовах реальних розмірів досліджуваних зразків, особливо гетерогенного середовища, до появи поперечних коливань [1] зразка з відповідною дисперсією поздовжньої ШП ПХ у стрижні чи пластині [3,7]. З цієї фізичної моделі (рис.1.4) видно, чому не можна отримати вірогідні результати вимірювань РМ.

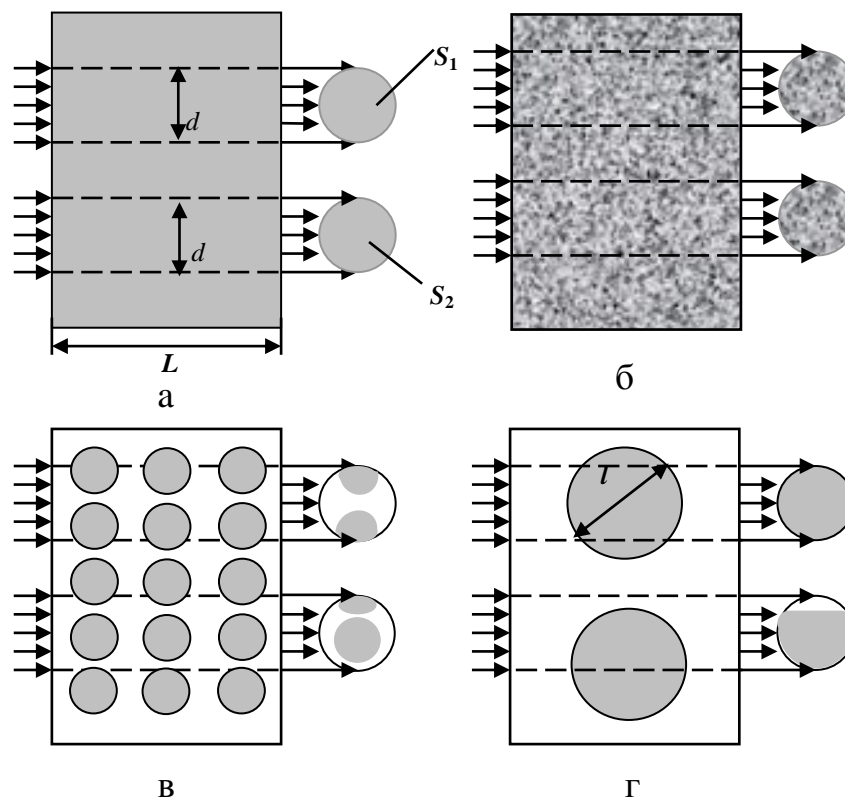


Рисунок 1.3 – Варіанти співвідношень розмірів фронту пружної хвилі й елементів мезорівня: S – ортографічні зображення структури [44]: а – відображення інтегральних властивостей матеріалу, б – середньостатистичних; в, г – не коректне відображення.

1.3.2.4 Математичне моделювання порошкового матеріалу

Формалізація зв'язку акустичних характеристик матеріалу, наприклад ШП ПХ, з його іншими властивостями полягає у встановленні функціональної чи кореляційної залежності між ними. [44] ШП ПХ є чутливою до таких властивостей ПіКМ як МП, густина, пористість, склад, якість міжчастинкових контактів, наявність дефектів, ступінь анізотропії, твердість, міцність, знос, коефіцієнт тертя, нерівномірність розподілу властивостей за об'ємом, тощо, але найбільш тісний зв'язок має з МП. [44,61].

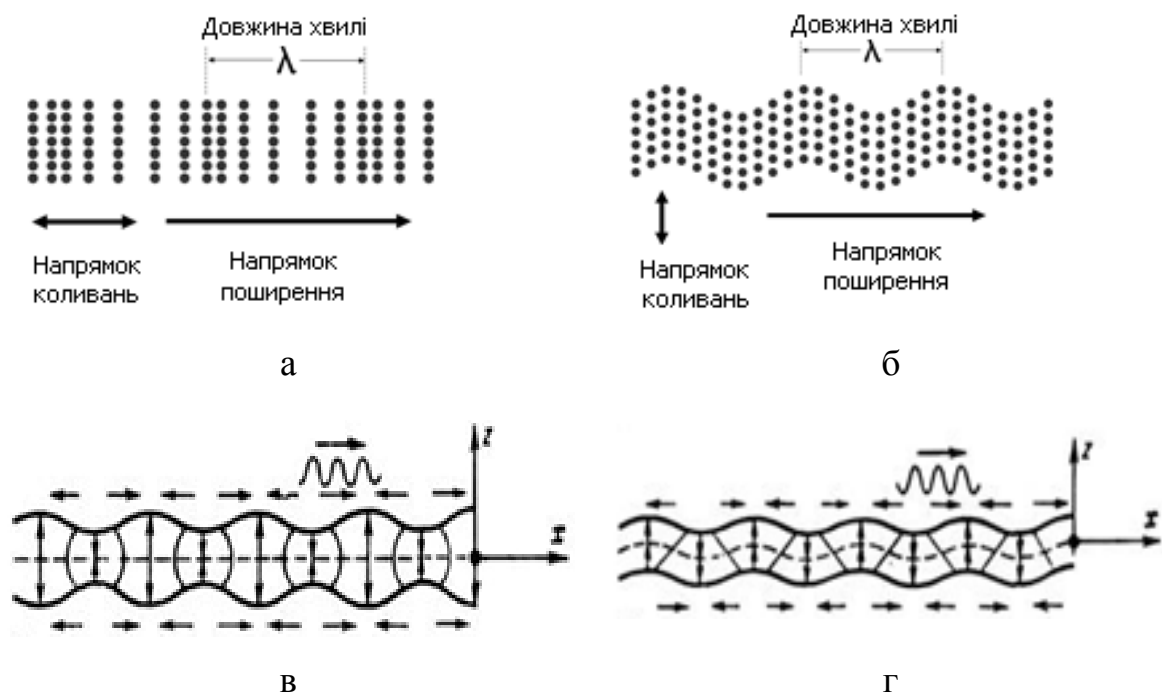


Рисунок 1.4 – Поздовжні (а,в) і поперечні (б,г) коливання точок матеріалу в нескінченному просторі (а,б) і при наявності границь у пластині чи стрижні (в,г) [51]

МП – фундаментальні механічні властивості матеріалів [22]. Розрізняють ізотермічний ($E_{из}$) та адіабатичний ($E_{ад}$) МП. Фізично це два різних модулі. Перші визначають статичними, другі – динамічними методами. Різницю між значеннями величин цих модулів для однорідного тіла при однорідному деформуванні визначають за формулою [50]:

$$E_{ад} = E_{из} / (1 - E_{из} T \alpha^2 / 9c_p), \quad (1.6)$$

де α – лінійний коефіцієнт теплового розширення;

c_p – теплоємність при постійному тиску, віднесена до одиниці об'єму тіла.

Для експериментального визначення адіабатичного модуля застосовують математичні моделі (1.3)-(1.5) при використанні ІМ [51] та (1.1),(1.2) – РМ [22]

1.4 Стан і проблеми використання активних акустичних методів для неруйнівного контролю властивостей багатокомпонентних порошкових та композиційних матеріалів

На сьогодні відповідно [62] використовують три УЗ неруйнівних метода тестування матеріалів: наскрізного прозвучування, луна-імпульсний і резонансний (див. розд.2). Про це ж свідчить оглядова література цього сторіччя [51, 63].

1.4.1 Дослідження модулів пружності

Експериментальні методи є єдиною можливістю отримання реальних МП БК ПіКМ. Ці матеріали є одними з найбільш складних та малодосліджених об'єктів для експериментального визначення вірогідних МП методами НК. На жаль, результати отримання МП експериментальними методами для БК ПіКМ ще більш суттєво відрізняються [22, 36] порівняно з матеріалами з відносно простою структурою [21]. Тому проблема вірогідного визначення реальних величин динамічних МП сьогодні стає більш актуальною.

В останнє десятиріччя минулого сторіччя було опубліковано багато робіт, у яких використовували ПХ для дослідження МП ПіКМ. У тих, хто розробляв нові теорії впливу пористості, форми включень на МП матеріалу [64-67] при порівнянні їх з результатами УЗ вимірювань, інколи взятих з літератури, завжди все майже співпадало. Ті, хто проводив експериментальні дослідження впливу пористості на МП [5, 68-70] використовували традиційні УЗ методи (ІМ з поздовжньою чи поперечною ПХ, РМ), а також резонансної УЗ спектроскопії [68] з застосуванням стандартних УЗ перетворювачів на частотах від 50 кГц до 10 МГц. Порівняння результатів

вимірювань з відомими теоріями, як правило, давало відхилення від теоретичних, що пояснювали впливом різних факторів таких як дефектність, анізотропія.

У цьому сторіччі в експериментальні роботи велися на матеріалах із більш складною будовою, у тому разі БК ПіКМ, було розширено діапазон частот до 100 МГц [71], відмічалось [72], що МП, отримані УЗ методом перевищують статичні. У інших експериментальних роботах [73-82] виявлено вплив на МП технологічних режимів, складу матеріалів, контактних явищ, анізотропії. У кожній роботі описаний конкретний матеріал, конкретні методи без будь-якого узагальнення.

Аналіз літературних даних показує, що задача визначення МП БК ПіКМ набагато складніша, порівняно з двофазними матеріалами, через більшу кількість комбінацій характеристик вихідних матеріалів та технологічних операцій, які надають зв'язку між параметрами АП та МП матеріалу більш дисперсійного характеру і тому можуть впливають на результати визначення цих характеристик АМ. Це питання на сьогодні залишається недостатньо дослідженим. Розв'язання таких задач потребує використання більш точної методики експериментальних досліджень, у тому числі, адаптації АП до багатокомпонентності матеріалу, а також застосування відповідних статистичних методів обробки даних.

З літературних даних стосовно них додатково доцільно виділити необхідність дослідження перспективності використання для розв'язання цієї задачі різних АМ, залежності результатів вимірювань динамічних МП від параметрів структури та частоти.

До відмічених причин неточного визначення МП [21] у БК ПіКМ треба додати різні властивості вихідних компонентів (характеристики пружності, розміри та форма, коефіцієнти температурного розширення, твердість, тощо), особливості технології виготовлення (режими та чергування процесів ущільнення й температурної обробки, вплив її на структуру матеріалу, тощо) та експлуатації (режими навантаження, тощо). Всі ці фактори суттєво впливають на вимоги до експериментальних методів дослідження МП матеріалу із складною структурою, але такий вплив практично не досліджено. Для визначення кола факторів, які впливають на отримувані в результаті акустичного експерименту динамічні МП БК ПіКМ необхідно систематично дослідити це питання. Дослідження цього впливу у

БК ПіКМ передбачає використання методів підвищеної точності визначення МП саме у БК ПіКМ. Для цього треба розвинути принципи отримання вірогідної оцінки властивостей матеріалів АМ стосовно БК ПіКМ. Одним з перспективних напрямків є можливість керування АП для адаптації його параметрів до особливостей конкретного матеріалу та розв'язуваної відносно нього задачі.

1.4.2 Дослідження процесів контактоутворення

БК ПіКМ, – це матеріали-конструкції, отримані як результат синтезу різних за властивостями вихідних компонентів, які мають границі розділу та розрізняються між собою за хімічним складом, структурою та фізико-механічними властивостями, а при об'єднанні, разом утворюють єдину структуру матеріалу та створюють новий корисний комплекс фізико-механічних та експлуатаційних властивостей. При значній розбіжності властивостей вихідних компонентів на границях між ними можуть виникати нові формування, які суттєво впливають на властивості композиту [83]. Для створення нових матеріалів з бажаними властивостями важливо навчитися контролювати та керувати процесом контактоутворення, що може бути досягнуте за рахунок використання методів НК. Серед найбільш перспективних методів НК якості контактів у порошковій металургії виділяють УЗ [36], а найбільш інформативних – методи, які базуються на вимірюванні ШП і КЗ ПХ [56]. Всі вони пов'язані з одночасним використанням експериментальних і розрахункових, у відповідності до тієї чи іншої моделі, чисельних характеристик матеріалу.

В ПМ конструкційного призначення якість контакту пов'язують зі здатністю пористого тіла витримувати зовнішні навантаження, а у випадку механічних коливань – це здатність тіла передавати пружну хвилю [84,85]. Тому при аналізі закономірностей контактоутворення є логічним використання характеристик поширення ПХ. [56, 57, 66, 80, 84, 86-102]

Аналіз вказаних літературних даних показує, що для досліджень контактних явищ у ПіКМ використовували ШП та КЗ поздовжньої та поперечної ПХ, а також нелінійні та спектральні ефекти як в спечених матеріалах, так і пресовках ПМ, у

шарових композитах і волокнових матеріалах, досліджували вплив технологічних процесів і анізотропію матеріалу та інше. Відмічали вплив форми контактів та частоти вимірювань. Порівняння з розрахунковими залежностями дає додаткову інформацію про вид контакту та наявність дефектів. У багатошарових композитах було використано хвилі Стоунлі.

Особливо слід звернути увагу на статтю [84], де було використано зразки пористого титану, виготовлені Назаренко в ППМ. Автори при контролі процесів контактоутворення у якості діагностичних параметрів використовували МП, які отримували методами статичного чотириточкового вигину [85] та РМ. У результаті у пресовках були отримані суттєві розбіжності між експериментально отриманими статичним та динамічним МП тим більші, чим менша температура спікання. При цьому динамічні МП при малих температурах спікання більші за статичні, при підвищенні температури спікання стають меншими і тільки при наявності повністю сформованого контакту МП співпадали. Для пояснення розбіжностей автори робили спроби досліджувати різні фізичні моделі формування контактів, але задовільного пояснення так і не дали, зробивши висновок, що динамічний МП в неспечених матеріалах не є сталою величиною тому, що залежить від структури контактів. На наш погляд ця залежність має дивний вигляд і суперечить фізичному зв'язку між ізотермічним й адіабатичним МП [50], а тому потребують додаткового дослідження і іншого пояснення, наприклад впливу дисперсії ШП хвилі у стрижні за рахунок його геометрії, яка не має ніякого відношення до властивості матеріалу [7]. Слід наголосити, що у відомих літературних джерелах ніхто більше не використовує РМ для дослідження контактоутворення. Тому проблему використання АП для ефективного контролю за процесом контактоутворення ПіКМ не можна вважати вирішеною.

У роботах [56, 88] запропонована математична модель кореляційного зв'язку вимірюваної ШП ПХ із властивостями компонентів вихідних порошків на мікрорівні (індекс “і”) та властивостей ПМ на мезорівні, а саме, пористістю (θ), якістю контактів між елементами мезоструктури (“к”), та іншими непередбаченими факторами (“ф”):

$$c_{\text{вим}} = F(c_i, \theta, K_k, K_f).$$

Цей зв'язок потребує експериментального дослідження з використанням АМ

підвищеної чутливості.

1.5 Висновки до розділу 1 та формулювання завдань

1. Аналіз літературних даних показав, що використання в сучасній порошковій металургії багатокомпонентних виробів і ускладнення технологій їх виробництва потребує відповідного розвитку методів неруйнівного контролю для забезпечення якісно нових підходів до відображення властивостей таких матеріалів в акустичних полях і експериментального дослідження й оцінювання їх властивостей за допомогою акустичних методів неруйнівного контролю.

2. Основні проблеми практичного застосування найбільш поширених неруйнівних акустичних методів дослідження властивостей багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів полягають у великому розкиді експериментальних значень оцінок властивостей таких матеріалів різними методами та різними дослідниками, у тому числі наявність промахів при використанні резонансних методів, неузгодженість між собою експериментальних, довідкових даних та теоретичних досліджень, відсутність підходів, які дозволяють проводити адекватні оцінки властивостей матеріалу на різних стадіях його виготовлення при суттєвих змінах умов вимірювань.

3. Підвищення інформативності та рівня вірогідності оцінки властивостей багатокомпонентних порошкових та композиційних матеріалів акустичними методами може бути досягнуто за рахунок керування генерованими в об'єкті контролю акустичними полями, що дозволить адаптувати їх параметри до особливостей кожного багатокомпонентного порошкового чи композиційного матеріалу, підвищити ефективність розв'язання конкретної задачі відносно нього та мати можливість адекватно порівнювати між собою матеріали, які суттєво відрізняються між собою за властивостями, чи порівняння проводять при зміні умов вимірювання.

4. У роботі поставлена науково-технічна задача, яка полягає в науковому обґрунтуванні та експериментальному підтвердженні забезпечення якісно нового

рівня відображення властивостей багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів в генерованих акустичних полях за рахунок їхнього керування.

5. Мета роботи полягає у вирішенні науково-прикладної задачі в галузі матеріалознавства, яка полягає у забезпеченні якісно нового рівня експериментального використання акустичних полів стосовно дослідження й оцінювання фізичних, технологічних властивостей багатокомпонентних матеріалів та показників їх якості.

6. Відповідно меті основні завдання в роботі наступні:

– визначити та провести критичний аналіз факторів впливу на результати оцінки властивостей багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів акустичними неруйнівними методами і, за можливістю, усунути негативні з них;

– розробити наукові підходи отримання якісно нового рівня експериментального використання акустичних полів стосовно дослідження й оцінювання властивостей багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів;

– визначити структурні та акустичні моделі для певних класів ПіКМ із суттєво різною будовою та виявити математичний зв'язок між параметрами акустичних полів та властивостями багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів – представників цих класів;

– розробити методики вибору акустичних полів та керування їх параметрами для розв'язання конкретних задач у об'єктах контролю певних класів;

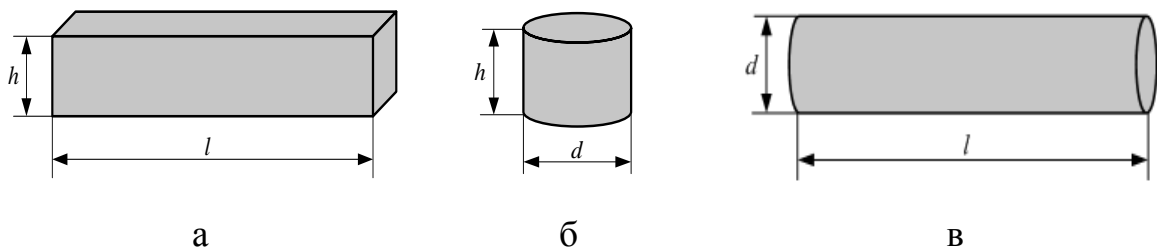
– перевірити принципи коректної постановки акустичного експерименту, експериментально визначити особливості формування різних акустичних полів та отримати в результаті акустичних вимірювань нову інформацію про властивості реальних ПіКМ із складною будовою, представників певних класів, яку можна використовувати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

2 МАТЕРІАЛИ, ЗРАЗКИ, МЕТОДИ ТА АПАРАТУРА ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ

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

2.1. Матеріали та об'єкти для досліджень

Усі зразки для досліджень були виготовлені і надані співробітниками ПІМ НАН України (табл.2.1).



а – прямокутний паралелепіпед; б, в – циліндри.

Рисунок 2.1 – Форми зразків для дослідження

2.1.1 Модельні матеріали

В якості модельних матеріалів були вибрані: органічне скло як представник класичного однорідного ізотропного твердого середовища, яке використовують в акустиці для еталонних вимірювань [51]; широко використовувані в промисловості вуглецева і нержавіюча сталі – квазіізотропні квазіоднорідні середовища [21]; порошкове залізо – перспективний трансверсально-ізотропний матеріал з розвиненою багаторівневою структурою [36], а також широко представлені пресовки та спечені зразки з порошкового титану, отримані з різних порошків при різних технологічних режимах [84]. Дані про акустичні характеристики цих матеріалів і їх модулі пружності, взяті з довідників, наведені в табл.2.2.

Таблиця 2.1 – Матеріали, зразки та задачі досліджень

Клас	Матеріал	Форма зразка (рис.2.1), розробник	Задачі
Модельні матеріали	Аморфні (скло органічне)	а, б, в Комаров К.А.	Зіставлення ІМ і РМ, виявлення факторів впливу, представлення можливостей АМ
	Полікристалічні (різні сталі)	а Комаров К.А.	
	Спечене порошкове залізо	а Гетьман О.І.	
	Напівфабрикати на основі порошку титану	а Назаренко В.А.	
Багатофазні порошкові матеріали	Псевдосплави Fe-Cu-Mo	б Гетьман О.І.	Відпрацювання структури, технології виробництва, контроль властивостей по стадіях
	Композити на основі фаз високого тиску вуглецю та нітриду бору	б Волкогон В.М.	
	Порошковий матеріал на основі нікелю	а Солнцев В.П.	
Багатофазні шаруваті композити	Мікроламінати на основі шарів Fe-Cu	а Назаренко В.А.	Розроблення вірогідної методики оцінювання, паспортизація матеріалу
	Композит із шарів багатокомпонетного сплаву на основі ніобію	а Бродніковський М.П.	
Матеріали медичного призначення	8 різних за складом, структурою, умовами отримання, властивостями матеріалів на основі порошку біогенного гідроксиапатиту	б Куда А.А., Отиченко О.Н., Сич Є.Є., Товстоног А.Б.	Порівняння за пружними константами різноманітних матеріалів

Для порошкового заліза (ПЗ) різної пористості θ в цій таблиці наведені оцінки МП за наближеними формулами [36]:

$$E = E_0(1 - \theta) \quad G = G_0(1 - \theta) \quad \nu = \nu_0(1 - \theta), \quad (2.1)$$

де індекс "0" відноситься до безпористого матеріалу; пористість, визначали за формулою [36]:

$$\theta = 1 - \frac{\rho}{\rho_0} \quad (2.2)$$

Таблиця 2.2 – Характеристики матеріалів за даними довідників [6, 21, 22, 36]

№ з/п	Матеріал	Густина, 10^3 кг/м^3	Швидкість УЗ, км/с			Модулі пружності		
			c_l	c_t	c_{cm}	E , ГПа	G , ГПа	ν
1	Скло органічне	1,18	2,65- 2,75	1,10- 1,13	1,84- 2,14	3-4	-	-
2	Сталь вуглецева	7,77-7,85	5,90- 5,94	3,22- 3,25	5,10- 5,18	200- 210	77-81	0,28- 0,31
3	Сталь нержавіюча	7,9-8,2	5,66- 6,14	3,12- 3,25	5,04			
4	Залізо	7,80-7,87	5,85- 6,06	3,23- 3,33	5,17	195- 227	81,2- 88,5	0,25- 0,29
5	ПЗ 1	6,50	-	-	-	~162	~162	~0,22
6	ПЗ 2	6,38	-	-	-	~158	~158	~0,21
7	ПЗ 3	5,75	-	-	-	~157	~157	~0,21
8	Титан	4,49-4,54	6,20- 6,30	5,04- 5,07	3,11- 3,18	110- 112	41-42	0,32- 0,33

2.1.2 Багатофазні порошкові матеріали

Отримані в ПМ за різними технологіями, на різному устаткуванні, за різними технологічними процесами та режимами.

2.1.2.1 Псевдосплав Fe-Cu-Mo

Зразки (рис.2.1,б, $h \sim 3,5$, $d \sim 9$ мм) були отримані за результатами багатократного пресування та спікання до температури, яка не перевищує $1000 \text{ }^\circ\text{C}$, порошоків заліза та міді розміром від 0,5 до 5,0 мкм з різною об'ємною концентрацією порошку молибдену. Густина зразків при різній тривалості спікання (див.табл.2.3) надана розробником зразків, табличні значення акустичних характеристик вихідних матеріалів відомі [22].

2.1.1.2 Композити на основі фаз високого тиску вуглецю та нітриду бору

Зразки виготовлені у формі таблеток (рис.2.1,б) діаметром 7...9 і висотою

2,5...2,9 мм. Матеріал отримували спіканням під тиском при різних температурах і тривалості суміші порошку нітриду бору (95) і алмазного порошку (5 %) динамічного (з розмірами 4...10) або статичного (40...150 нм) синтезу. Спечений композит мав складну структуру, залежну від параметрів технологічного режиму (рис.4.1). Розміри частинок нітриду бору склали 50...100 нм.

Таблиця 2.3 – Густина зразків при різній тривалості спікання

Склад, об. %	Густина, г/см ³				
	Час спікання, год.				
	0	1	2	4	8
70Fe-30Cu	7,0	7,2	7,35	7,49	7,68
68,6Fe-29,4Cu-2Mo	7,13	7,31	7,41	7,52	7,73
66,5Fe-28,5Cu-5Mo	7,32	7,48	7,61	7,74	7,88
63Fe-27Cu-10Mo	7,4	7,55	7,73	7,88	8,03

2.1.2.3 Порошковий матеріал на основі нікелю Ni-Cr-Al-Y₂O₃

Для досліджень шляхом спікання при температурі 1250 °С й охолодження з піччю в вакуумі були отримані з порошків Ni-Cr-Al-Y₂O₃ зразки (рис.2.1,а) двох составів матеріалу (табл.2.4). Для відпрацювання технології виготовлення матеріалу в подальшому зразки послідовно відпалювали при температурах 800, 900, 1000 та 1200 °С, прокатували (№1 на 19,6, а №2 – 13 %) і знов відпалювали при температурах 600, 800, 1000 та 1250 °С.

2.1.3 Багатокомпонентні шаруваті композити

2.1.3.1 Багатокомпонентний жаростійкий сплав на основі системи Nb-Cr-Ti-Zr-Al

Для отримання великого злитку використовували метод сплавлення окремих заготовок аргонодуговою плавкою (див.р.5.2).

Таблиця 2.4 – Вихідні дані зразків для досліджень

Склад №	Вміст, %			
	Ni	Cr	Al	Y ₂ O ₃
1	73,05	20,0	5,95	1,0
2	72,8	20,0	5,7	1,5

Таблиця 2.5 – Компоненти сплаву та властивості за даними довідників [21, 22]

Елемент	Відсотковий вміст		Густина, г/см ³	ШП ПХ, м/с		Модулі пружності, ГПа	
	Масова доля	Об'ємна доля		c_l	c_t	E	G
Ніобій	48,94	36,57	8,55	4 920	2 100	110	37
Хром	12,17	10,56	7,19	6 850	3 980	294	115
Титан	11,21	15,98	4,54	4 900	2 830	112	41
Цирконій	21,36	20,83	6,51	4 900	2 357	97	36
Алюміній	6,32	16,06	2,70	6 260	3 080	70	26

2.1.3.2 Мікроламінати на основі шарів Fe-Cu

Зразок мікроламінату розмірами 28,55x27,12x0,15 мм було виготовлено на основі шарів Fe-Cu прокаткою (10 проходів при кімнатній температурі) заготовки у вигляді багатошарового ламінату товщиною 1,41 мм. Заготовку отримали шляхом прокатки (1 прохід при температурі 850 °С в обоймі, завареної в аргоні) складених по чергово 7 шарів Fe та 6 – Cu. Шари Fe мали товщину 380, а Cu – 85 мкм. Товщина шарів Fe після прокатки складала 17...25, а Cu – 2...5 мкм.

2.1.4 Матеріали медичного призначення

Зразки були розроблені різними співробітниками із різних вихідних компонент за різними технологіями (табл.2.6). Разом із зразками надані фото зразків та їх структури (див.п.4.2.1).

Окремо були отримані зразки з гідроксиапатитної (ГА) біокераміки, де було

використано біогенний гідроксиапатит (БГА) Остеоапатит керамічний[®] (Україна) з розміром частинок < 160 мкм та високодисперсний діоксид кремнію Aerosil[®] 200 (Німеччина). Зразки отримували методом сухого двостороннього пресування суміші кремнезему (2 та 5 мас. % в перерахунку на Si) та БГА при 50 МПа з подальшою термообробкою в муфельній печі в повітряному середовищі при максимальній температурі спікання 600 °С та витримкою протягом 1 години. Компактні зразки чистого БГА та легованих матеріалів у вигляді циліндрів із діаметром $10 \pm 0,2$ мм і масою $1,8 \pm 0,3$ г було отримано шляхом пресування в прес-формі за тиску 10 МПа із подальшим низькотемпературним термолізом у вакуумі протягом 2 год за $T = 500$ °С (нижче точки Кюрі T_K , яка для магнетиту дорівнює 572 °С) [106]. Разом із зразками надані фото структури гідроксиапатитної біокераміки, дослідженої методом скануючої електронної мікроскопії з використанням мікроскопу РЕМ-106И, та результати іспитів міцності на стиск, визначеною методом одновісного стиснення за допомогою універсальної машини Ceram test system (Україна) [139]. (див.п.4.2.2).

2.2 Обладнання

2.2.1 Апаратний комплекс для прецизійних вимірювань параметрів пружної хвилі

Для реалізації ІМ використаний апаратний комплекс для прецизійних акустичних вимірювань оригінальної розробки Безимянного Ю.Г. (рис.2.2).

Комплекс дозволяє формувати акустичні полі заданого виду та досліджувати їхні параметри за часовими, частотними та енергетичними критеріями, а саме:

– формувати вид зондуючого сигналу [134], а саме, радіоімпульс (рис.2.3) із широким діапазоном змінних параметрів (амплітудою U , тривалістю τ , періодом слідування T , частотою заповнення f_0) та відеоімпульс із змінними амплітудою та періодом слідування;

- фільтрувати сигнали за часовим, частотним чи амплітудним принципом;
- досліджувати осцилограми сигналу;

Таблиця 2.6 – Характеристика зразків біокераміки

Група №	Склад	Технологічні особливості отримання	Пористість, %
1	БГА	Спінання в середовищі азоту [107]	41,4-43,5
2	БГА+Fe ₃ O ₄	Легування магнетитом, спінання в середовищі азоту [107]	40,6-41,1
3	БГА+Fe ₃ O ₄	Легування магнетитом, спінання в вакуумі [108]	44,6-44,8
4	БГА+стекло+Fe	Спінання в повітряному середовищі [109]	26,0-27,0
5	БГА+ SiO ₂	Модифікування високодисперсним SiO ₂ [110]	45,0-48,5
6	БГА	Мікрохвильове спінання [111]	33,0-40,4
7	БГА	Традиційне спінання [111]	35,8-40,7

- вимірювати часові інтервали з точністю 10 нс;
- досліджувати частотний спектр сигналу.



Рисунок 2.2 – Апаратний комплекс для прецизійних вимірювань параметрів пружної хвилі (розробка Безимяного Ю.Г.)

Ширина спектру радіоімпульсу тривалістю τ дорівнює $2\Delta f$ (рис 2.3) [134].

$$\left. \begin{aligned} S_p(t) &= U_m \cos[\omega_x t] \quad \text{при } t \in [0, \tau] \\ S_p(t) &= 0 \quad \text{при } t \notin [0, \tau] \end{aligned} \right\} \quad (2.3)$$

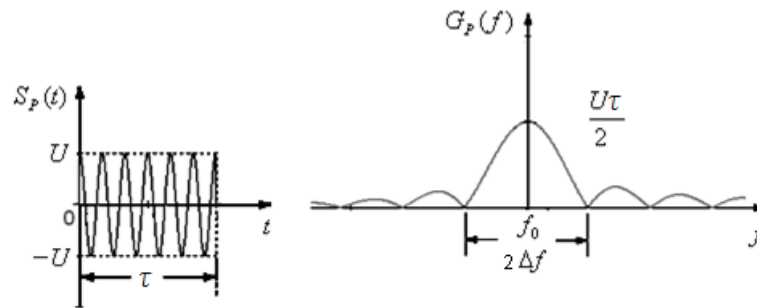


Рис. 2.3 – Радіоімпульс та його спектр

Ширина спектру відеоімпульсу тривалістю τ дорівнює $\Delta f = \frac{1}{\tau}$ (рис 2.4) [134].

$$\left. \begin{aligned} S_B(t) &= 1 \quad \text{при } t \in [0, \tau] \\ S_B(t) &= 0 \quad \text{при } t \notin [0, \tau] \end{aligned} \right\} \quad (2.4)$$

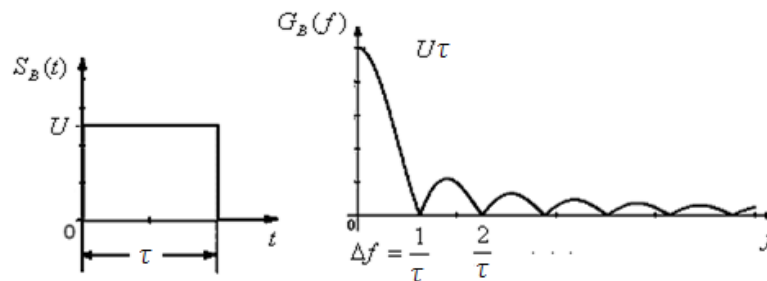


Рис. 2.4 – Відеоімпульс та його спектр

Для збудження та прийому поздовжніх ПХ у комплексі використовували стандартні прямі чи роздільно-суміщені перетворювачі на 0,6; 1; 2,5; 5 і 10 МГц, а поперечних – скісні перетворювачі власної розробки 1 МГц.

Комплекс дозволяє створювати АП в зразках у різних напрямках та зонах (рис.2.5) з використанням наскрізного прозвучування чи луна-імпульсного [51, 63].

ШП відповідної ПХ визначають за часом її поширення у досліджуваному зразку [51]. Вимірювання цього часу у комплексі проводять відповідно структурної схеми (рис. 2.6).

Досліджуваний зразок встановлюють за допомогою спеціального притискного пристрою між випромінюючим ВП та приймальним ПП перетворювачами (рис.2.6).

З виходу генератора на ВП подають періодичну послідовність електричних імпульсів. Форма, тривалість та частота повторення імпульсів можуть регулюватися відповідно до вимог експерименту. ВП є змінним елементом в

залежності від частоти сигналу та виду ПХ. З виходу ВП вже механічний сигнал проходить крізь контактний шар, досліджуваний зразок, другий контактний шар і надходить до ПП. В залежності від властивостей контрольованого матеріалу використовують різні контактні рідини та прийоми забезпечення контакту. Далі, трансформуючись у електричний сигнал через підсилювач надходить до вимірювача часових інтервалів, де, з урахуванням фази сигналу, вимірюють час затримки між моментом запуску генератора і приходом сигналу на вхід вимірювача $t_{\text{вим}}$. Для компенсації систематичної похибки вимірювань, обумовленої часом проходження сигналу без досліджуваного зразка t_0 , проводять аналогічні вимірювання за відсутності зразка між п'єзоперетворювачами.

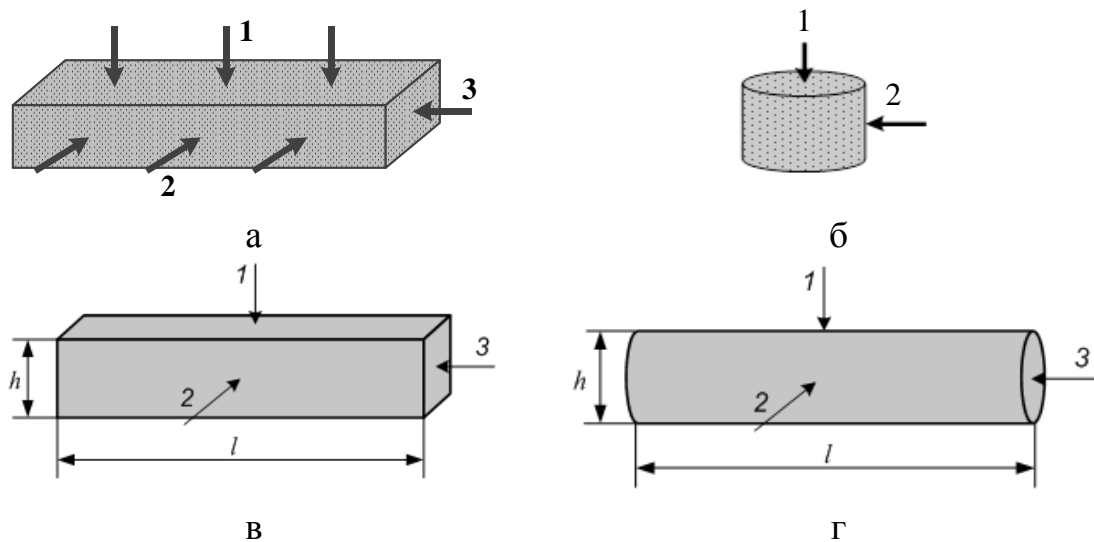


Рисунок 2.5 – Напрямки і зони прозвучування зразків

ШП ПХ визначають за формулою [51]:

$$C = \frac{h \cdot n}{t_{\text{вим}} - t_0} \quad (2.5)$$

n – кількість разів проходження сигналом зразка, для наскрізного методу $n=1$, для луна-методу – 2, 3 і т.д., а $t_0=0$.

Апаратна похибка визначення ШП ПХ у досліджуваних зразках залежить від розмірів зразка і методу прозвучування.

Розміри зразка вимірювали мікрометром.

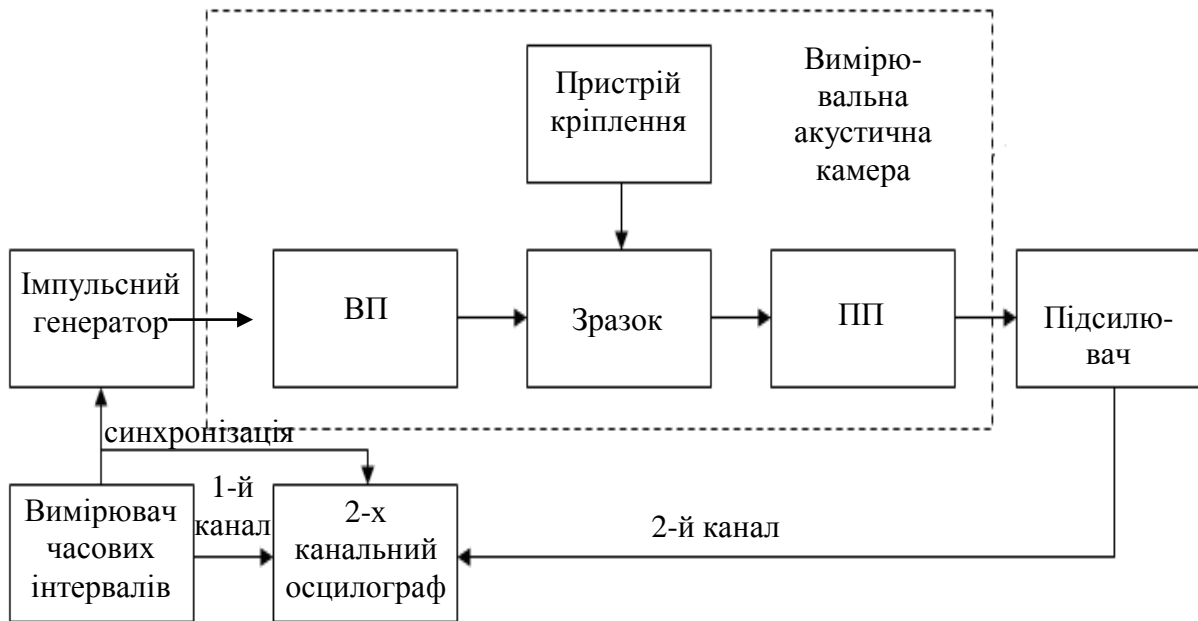


Рисунок 2.6 – Схема вимірювань часу поширення пружних хвиль імпульсним методом

2.2.2 Установа для вимірювання швидкості поширення пружних хвиль у стрижні

Для реалізації РМ використана установка розробки Комарова К.А. (рис.2.7) для вимірювання ПХ у стрижні.



Рисунок 2.7 – Установка для вимірювання швидкості поширення пружних хвиль у стрижнях (розробка Комарова К.А.)

Відповідно РМ в зразках матеріалу в формі стрижня генерують вимушені УЗ

коливання та вимірюють частоти першої, другої і т.д. мод коливань [124].

Для вимірів ШП ПХ у стрижні використана схема (рис.2.8). Схема прозвучування та кріплення зразка показана на рис.2.9.

ШП ПХ у стрижні [124] для частоти f першої моди розраховують, за формулою:

$$c_{cm} = 2fl / n, \quad (2.6)$$

де l – довжина зразка, $n = 1; 2$ або 3 в залежності від моди коливань.

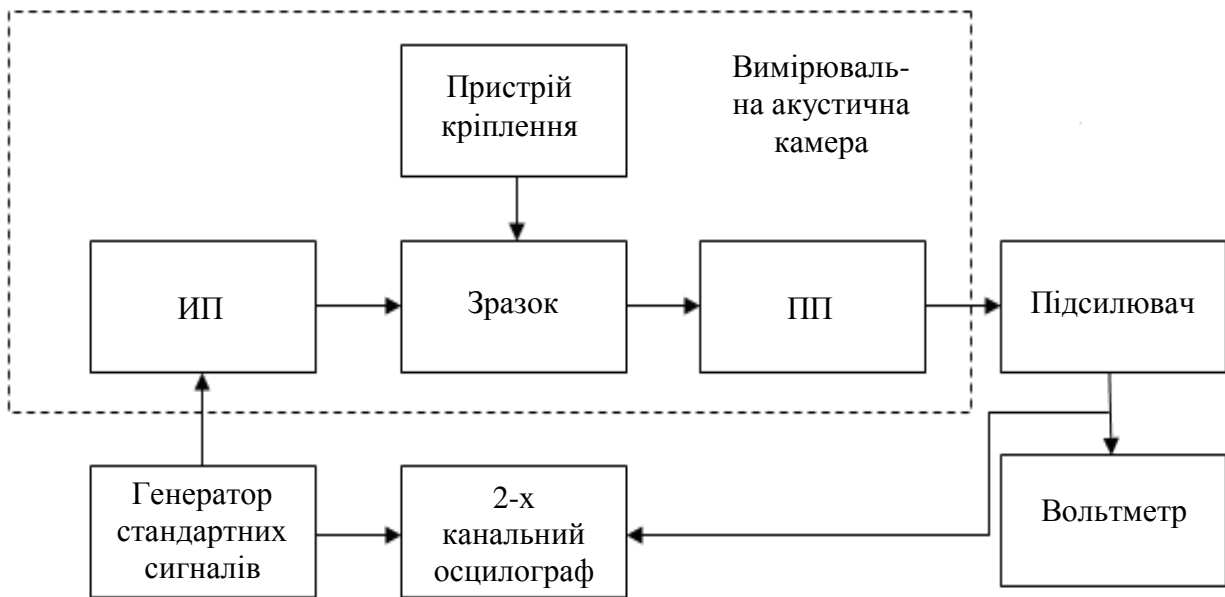


Рисунок 2.8 – Схема вимірювання резонансної частоти

2.2.3 Комп'ютеризована вимірювальна лабораторія

Для обробки сигналів у цифровому вигляді використовували комп'ютеризовану вимірювальну лабораторія на базі ПК – осцилографа і генератора фірми Velleman.

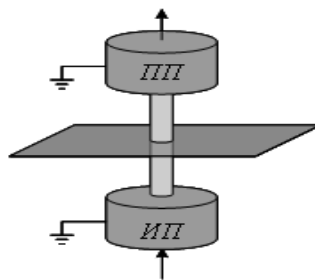


Рисунок 2.9 – Схема прозвучування та кріплення зразка



Рис. 2.10 – ПК-осцилограф Velleman pcs-500

2.2.4 Мікроскоп

Знімки структури поверхні досліджуваних зразків отримували за допомогою цифрового мікроскопа SIGETA QX500.

Також фотографії мікроструктури були надані розробниками зразків.

2.3. Визначення густини зразків

Густину зразків визначали методом гідростатичного зважування [22]:

$$\rho = \frac{N_1}{N_1 - N_2} (\rho_H - \rho_g) + \rho_g \quad (2.7)$$

N_1, N_2 – вага зразка у повітрі і воді, ρ_H, ρ_g – щільність води і повітря.

Густину двофазної суміші визначали за формулою:

$$\rho_0 = \frac{\rho_1 \cdot \rho_2 \cdot 100}{\rho_1 \cdot Q_2 + \rho_2 \cdot (100 - Q_1)}, \quad (2.8)$$

де Q – масова доля компонента в суміші.

2.4. Визначення статичного модуля пружності

Статичний МП випробував на чотириточковий вигин (ЧВ) [85] Євич Я.І. під керівництвом Подрезова Ю.М.

3 РОЗВИТОК НАУКОВИХ ПРИНЦИПІВ ОТРИМАННЯ ІНФОРМАЦІЇ ПРО БАГАТОКОМПОНЕНТНІ ПОРОШКОВІ ТА КОМПОЗИЦІЙНІ МАТЕРІАЛИ МЕТОДАМИ АНАЛІЗУ ГЕНЕРОВАНИХ МАЛОПОТУЖНИХ АКУСТИЧНИХ ПОЛІВ

Розділ присвячений критичному аналізу факторів впливу на результати оцінок властивостей БК ПіКМ АМ, розвитку наукових принципів отримання такої інформації з застосуванням керованих АП, прикладам використання цих принципів.

3.1 Аналіз факторів впливу на результати оцінок властивостей багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів акустичними методами

Перше завдання, яке було поставлене за результатами розділу 1 – визначити фактори впливу на результати оцінки властивостей ПіКМ АМ НК.

Важко коректно зіставляти дані різних авторів, отриманих у різних умовах. Тому виокремлення факторів впливу на результати оцінки властивостей багатокомпонентних ПіКМ АМ було проведено за результатами досліджень з використанням єдиного методологічного підходу (див.пр.1.3). Розглянемо цей вплив на прикладі оцінки МП ПМ за результатами вимірювань ШП ПХ.

При експериментальному визначенні МП БК ПМ можна розглядати дві задачі: порівняння значень МП різних об'єктів, у тому числі тих, які суттєво відрізняються за структурою, непружністю, тощо; оцінка реальних величин МП матеріалу. Для розв'язання першої задачі достатньо створити однакові умови вимірювань МП для досліджуваних об'єктів. При розв'язанні другої задачі, більш складної, необхідно виокремити всі фактори впливу на величину МП, виділити з них корисні – ті, які дозволяють вивчати властивості матеріалу за допомогою ШП ПХ, і ті, які призводять до похибок, зменшенню вірогідності і, навіть, промахів в результаті вимірювань.

В результаті експериментальних досліджень МП у БК ПМ із суттєво різною структурою при забезпеченні адекватного співставлення отриманих АМ даних,

виявлено та систематизовано фактори впливу на них (табл.3.1).

Таблиця 3.1 - Фактори впливу на величину динамічного модуля пружності

Клас факторів		Фактори впливу	Джерело
1	Вихідні компоненти	Розмір і форма частинок	[60,86,116,120]
		Фізичні властивості частинок	[59,60,86,116,118,119,120]
		Об'ємна доля компонентів	[86,113,118,119,120]
2	Особливості матеріалу	Морфологія	[60,86, 113, 116,119]
		Анізотропія	[86,120]
		Пористість	[59,60,86,120,129]
		Дефектність	[129]
		Неоднорідність	[114 116,117,119]
3	Технологія виготовлення	Підготовка суміші	[59,113,119]
		Тиск і вид пресування	[86,118]
		Режими і вид спікання	[59,60,115,116,119]
		Хімічна взаємодія частинок	[116,119]
4	Метод вимірювань	Імпульсний або резонансний	[60,114]
5	Геометрія зразка	Форма і розміри зразка	[60]

В результаті дослідження встановлено, що на експериментально виміряну величину динамічного МП впливають два фактори, які відображають його властивості (вихідні компоненти матеріалу, особливості його структури). Ці фактори можуть бути використані для дослідження вказаних властивостей за результатами акустичних вимірювань. Третій фактор (технологія виготовлення матеріалу) може бути використаний для відпрацювання технологічних режимів за результатами акустичних вимірювань. Останні два фактори (метод вимірювань і геометрія зразка) не є ні властивостями матеріалу, а ні особливостями формування його структури. Обидва

знижують вірогідність оцінки, а тому методологічними підходами потребують усунення з впливу на результати вимірювання. Розглянемо вплив цих факторів окремо.

3.1.1 Використання модельних матеріалів для порівняння різних методів визначення модулів пружності

Метою цього пункту є бажання розвіяти міф про те, що кожний метод повинен давати своє значення МП і ці значення не повинні співпадати. Наше глибоке переконання полягає в тому, що МП є об'єктивними властивостями матеріалу і не повинні залежати від методу оцінювання. Проблема полягає в тому, що для БК матеріалів відображення напружено-деформованого стану зовсім не відповідає такому у однорідному матеріалі і залежить від багатьох факторів, які можуть бути неоднаково інтерпретовані при постановці вимірювального експерименту різними дослідниками. Розбіжності можуть полягати у використанні невірної моделі експерименту (наприклад, не правильно врахований фізичний чи математичний зв'язок між вимірюваними параметрами і МП) чи в невірній інтерпретації його результатів (див.п.1.4.2). Для того, щоб це було очевидним, наведемо в цьому підрозділі кілька характерних прикладів.

3.1.1.1 Співставлення можливостей методів оцінки модулів пружності в зразках матеріалів різної геометрії

Відпрацювання технології створення матеріалу за критерієм досягнення визначених величин МП передбачає вимірювання цих характеристик на великій кількості зразків. При відпрацюванні технології створення нових ПМ доводиться досліджувати властивості зразків, геометрія та розміри яких відповідають можливостям технологічного обладнання. Це можуть бути стрижні, таблетки, шайби, паралелепіпеди, балки, пластини, з різними розмірами, тощо. Таке різноманіття не завжди дозволяє застосовувати стандартизовані класичні методи визначення МП. Використання різних методів і методики оцінки МП, тим більше для різної геометрії зразків, як правило, призводить до неоднакових результатів. Виникає задача вибору методу вимірювання

для конкретного типорозміру зразка матеріалу, який дозволяє отримати коректні результати і забезпечити мінімальні затрати на проведення випробувань [105].

В даному пункті проведено порівняльний аналіз методів вимірювання МП, які найбільш широко використовують: статичного, оснований на чотириточковому вигині (ЧВ) (див.п.р.2.4), та двох динамічних: ІМ і РМ (див. пр.2.2).

В якості досліджуваного матеріалу обрано органічне скло (див.п.2.1.1) – представник класичного однорідного ізотропного твердого середовища, яке використовують для еталонних акустичних вимірювань [51].

Для дослідження були виготовлені 14 типорозмірів зразків. Форми зразків наведені на рис.2.1, а розміри – в табл.3.2. Для порівняння взято стандартний зразок МД19-0-1 [52]. Слід особливо відмітити, що кожен з досліджуваних методів для досягнення коректних результатів потребує кваліфікованого застосування, тому для вимірювань статичного МП був запрошений відповідний фахівець з ПІМ НАН України – Я.І.Євич.

Таблиця 3.2 – Розміри зразків для досліджень

№ п/п	Форма (рис.2.1)	l, мм	h, мм	d, мм
1-6	а	30; 40; 60	6; 12	-
7-11	б	-	12; 20; 40; 60; 120	12
12-14	в	20; 40; 60	-	6
15	МД19-0-1	-	60	-

Вимірювання проводили за методиками (див.пр.2.2).

Можливості методів і їх обмеження відносно вимог до матеріалу, типорозмірів зразків, вимірюваних характеристик і точності вимірювань наведені в табл.3.3.

Отримані результати дозволяють зробити наступні висновки:

- усі методи дозволяють досягати високої апаратної точності оцінки МП;
- ІМ дав величини адіабатичних МП, які відповідають вірогідним значенням (див.табл.2.2);
- величина ізотермічного модуля Юнга $E_{из}$, отримана статичним методом, суттєво

нижча адіабатичного $E_{ад}$, що відповідає їх фізичній сутності (див.п.п.1.3.2.4);

Таблиця 3.3 – Зіставлення можливостей методів

Метод	Вимоги до матеріалів	Доступні типорозміри зразків	Виміряні модулі, ГПа	
			Юнга	Зсуву
ІМ	Відсутні	1-15	3,96±0,02	1,44±0,02
РМ	Невисоке демпфування	2, 3, 11, 13, 14	4,67±0,02	-
ЧВ	Відсутні	2	2,87±0,065	-

– РМ дає завищені значення МП (див.табл.2.2) при наявності високої апаратної точності, що вказує на наявність інших факторів впливу. Природу цих факторів слід шукати у фізичній сутності РМ (див.пр.1.1 та пп.1.3.2.3);

– ІМ єдиний, який дав можливість визначити найбільш імовірні значення усіх можливих МП в усіх типорозмірах зразків при точності, принаймні, не меншій, ніж у інших методів.

3.1.1.2 Порівняння динамічних методів при визначенні модулів пружності різних матеріалів

У цьому підпункті проведено порівняння на матеріалах із різними властивостями двох динамічних методів, які дали різні результати – ІМ та РМ.

При визначенні МП була прийнята гіпотеза про статистичну однорідність та ізотропність усіх досліджуваних матеріалів (див.п.1.3.1). Параметри ІМ були адаптовані до особливостей будови матеріалу та розмірів зразків (див.п.1.3.2). Це дало змогу закласти в основу вимірювального експерименту формули (1.4).

Якщо, відповідно до досліджуваних динамічних методів, вважати відомими з довідників (див.табл.2.2) c_1 і c_t для ІМ та $c_{ст}$ – для РМ, то, відповідно формулам (1.4), можна розрахувати МП. Результати таких розрахунків за даними довідників наведені в табл.3.4.

Порівняльний аналіз МП в табл.2.2 і отриманих за формулами (1.4) для РМ в

табл.3.4 показує хороший збіг для сталей, що підтверджує справедливість широкого застосування РМ для цього матеріалу. Для скла органічного в табл.3.4 несподівано отримані завищені значення МП. Розбіжності для заліза можна пояснити наявністю анізотропії, що далеко не завжди відзначають в довідниках.

Таблиця 3.4 – Модулі пружності матеріалів, розраховані за швидкостями ультразвуку з довідників

№ з/п	Матеріал	Імпульсний			Резонансний
		E , ГПа	G , ГПа	ν	E , ГПа
1	Скло органічне	3,9-4,5	1,43-1,51	0,39-0,40	4,0-5,4
2	Сталь вуглецева	195-217	80,6-82,9	0,28-0,31	202-211
3	Сталь нержавіюча	171-258	76,9-86,6	0,25-0,33	201-208
4	Залізо	193-234	81,4-87,3	0,26-0,31	209-232

Зіставлення в табл.3.4 МП, визначених ІМ і РМ, показує, що використання двох початкових параметрів для оцінки МП розширює діапазон оціночних значень в ІМ. Більш високі значення для оргскла в розрахунках для РМ можна пояснити високим значенням коефіцієнта Пуассона.

Для зіставлення експериментальних результатів вимірювань ІМ і РМ на однакових об'єктах були виготовлені зразки досліджуваних матеріалів у формі балок і циліндрів (рис.2.1,а,в) різних розмірів (табл.3.5). На рис.1.1 показані напрямки прозвучування. Зразки ПЗ були вирізані із заготовки вздовж і поперек напрямку пресування F , яке використовували при формуванні цієї заготовки (рис.3.1). Наявність у ПЗ трансверсальної анізотропії припускає неоднаковість ПС матеріалу вздовж і поперек пресування (див.п.п.1.3.4.1), тому зіставлення даних методів на одному зразку в однакових умовах виявилось можливим тільки в напрямку, перпендикулярному пресуванню з відповідною поляризацією поперечної ПХ (рис.3.1,а).

ШП ПХ для ІМ і $c_{ст}$ – для РМ були експериментально отримані за методиками (див.п.р.2.2), а МП розраховані відповідно формулам (1.4). В ІМ ШП ПХ (c_1 і c_2)

визначали за часом наскрізного проходження відповідного пружного імпульсу через досліджуваний зразок. Вимірювання часу проходження c_1 проводили на частоті 5 МГц, $c_1 - 1$ МГц. У РМ вимірювали першу резонансну частоту. Похибка визначення ШП ПХ в досліджуваних зразках для обох методів не перевищувала 0,5 %, а МП – 1 %. Результати вимірювань ШП ПХ і відповідні значення МП наведені в табл.3.5.



Рисунок 3.1 – Зразки з порошкового заліза, напрямки їх прозвучування і пресування

Таблиця 3.5 – Результати вимірювань

№ з/п	Матеріал	Форма (рис.2.1)	Розміри, мм		c_l , км/с	c_t , км/с	$c_{ст}$, км/с	$E_{имп}$, ГПа	G , ГПа	ν	$E_{рез}$, ГПа
			l	h							
1	Скло органічне	б	40	6	2,68	1,10	1,99	3,96	1,43	0,40	4,67
2	Сталь вуглецева	а	62	8	5,95	3,14	5,17	202,0	77,3	0,31	208,8
3	Сталь нержавіюча	б	40	6	5,56	2,97	4,86	182,3	70,1	0,30	187,4
4	ПЗ 1	а	43	4	4,47	2,63	4,42	100,7	39,7	0,25	112,1
5	ПЗ 2	а	43	4	4,42	2,61	4,20	99,5	43,5	0,25	112,3
6	ПЗ 3	а	43	4	4,94	2,85	4,32	113,1	52,9	0,30	121,2

Зіставлення експериментальних результатів (табл.3.5) з розрахунковими (табл.3.4) показує хороший збіг між ними для всіх компактних матеріалів.

Велика розбіжність результатів між оціночними (табл.3.4) і експериментальними (табл.3.5) значеннями для ПЗ указує на недосконалість розрахункових моделей, які відображають формули (2.1).

Зіставлення експериментальних результатів за даними методами показує, що динамічні МП, визначені ІМ і РМ, відрізняються для сталей не більш, ніж на 3 %, для ПЗ – не більш, ніж на 7-12 %, залежно від пористості, а для оргскла – на 15 %.

Аналіз отриманих результатів дозволяє виділити наступні тенденції, що

призводять до збільшення різниці між величинами МП, які визначають ІМ і РМ: збільшення коефіцієнта Пуассона; збільшення неоднорідності матеріалу на мезорівні; наявність анізотропії.

Усі тенденції призводять до збільшення неоднаковості умов взаємодії ПХ з елементами структури матеріалу для різних методів. Ця неоднаковість, в першу чергу, обумовлена різними механізмами розподілу напружень і деформацій усередині матеріалу (див.п.п.1.3.2.3). Для БК і анізотропних матеріалів напружено-деформований стан при використанні ПХ у стрижні може мати досить складний характер. При цьому зростає ймовірність появи поперечних коливань (див.пр.1.1), які впливають на наявність промахів при вимірюванні параметрів поздовжніх коливань у стрижні.

Аналогічно можна сказати про вплив коефіцієнта Пуассона на результати вимірювання РМ: чим більший коефіцієнт Пуассона, тим більше амплітуда паразитних поперечних коливань і відповідний рівень на результати вимірювань. Тому широко застосовувана на практиці формула (1.1) функціонального зв'язку між ШП ПХ у стрижні і МП, і, навіть її корегування (1.2) не враховують зміни поперечного перетину стрижня під час поширення ПХ у стрижні і, тим більше, вплив поперечних резонансів (див.пр.1.1).

Таким чином, у результаті розрахунків за відомими довідковими даними, і, також, експериментального визначення ІМ і РМ МП різних матеріалів, як широко використовуваних, так і тих, що мають особливі властивості, встановлено, що різниця між отримуваними за цими методами величинами МП змінюється залежно від властивостей матеріалу і може досягати 15 %. Ця різниця пояснюється тим, що між ШП об'ємних ПХ (c_1 і c_l) і відповідними динамічними МП (E і G) існує безпосередній функціональний зв'язок, тоді як на ШП $c_{ст}$ впливають не тільки МП, але й інші фактори, пов'язані з властивостями матеріалу, але які не мають відношення до МП. Тому РМ не слід використовувати для оцінки МП гетерогенних матеріалів, анізотропних матеріалів, чи матеріалів з великим коефіцієнтом Пуассона, щоб не отримати великі похибки і, навіть, помахи. Так як ці фактори пов'язані з властивостями матеріалу, то має сенс дослідити використання цих факторів як корисних для розширення інформативності АМ з відображення властивостей матеріалу. Різні акустичні відображення матеріалу при використанні поздовжніх, поперечних ПХ і ПХ в стрижні при їхньому сумісному

використанні може дозволити отримати більше інформації про матеріал і, тим самим, підвищити інформативність застосування АП для досліджень гетерогенних матеріалів. Для цього необхідно підвищити рівень постановки вимірювального акустичного експерименту і коректність інтерпретації його результатів, а саме адаптувати метод вимірювання до досліджуваного матеріалу і задачі, яка вирішується відносно нього.

Що стосується ПМ, то зіставлення можливостей ІМ та РМ при оцінці МП потребує більш детальних досліджень.

3.1.1.3 Порівняння динамічних методів при визначенні модулів пружності двофазного порошкового матеріалу

У пп проведене не тільки порівняння ІМ і РМ оцінки МП двофазного ПМ, але й зіставлені результати, отримані для одного матеріалу РМ на різних установках різними дослідниками.

Зразки для випробувань були виготовлені Назаренко В.А. у різний час за однією технологією. Для виготовлення зразків використовували титановий порошок марки ПТЕС, розсіяний на фракції $-063; -063 \div +05; -05 \div +0315, -0315 \div +02; -02 \div +01$ [84]. Пресовки у вигляді прямокутних балок розмірами $3 \times 7 \times 45$ та $5 \times 7 \times 45$ мм (рис.2.1,а) отримали з порошків різних фракцій, а також з вихідного поліфракційного порошку двостороннім пресуванням у закритій пресформі без обмежувача. Поверхню міжчастинкового руйнування пресовки порошкового титана фракції $-0315 \div +02$ показано на рис.3.2.

Напрямки прозвучування зразків показано на рис.2.5,а (РМ тільки 3) Напрямок 1 співпадає з напрямком пресування. Використання різного тиску пресування дозволило отримати зразки з пористістю від 0,05 до 0,4.

Статичний модуль Юнга визначав Я.І.Євич шляхом випробувань зразків фракції $-05 \div +0315$ на ЧВ (див.п.р.2.4).

Динамічний модуль Юнга РМ для зразків усіх фракцій визначали в різний час різні дослідники, на різних установках: Вдовиченко О.В. і Луговський Ю.Ф. – на модульній установці УП-1 [124]; Козирацький Є.О. – на установці (див. п.2.2.2).

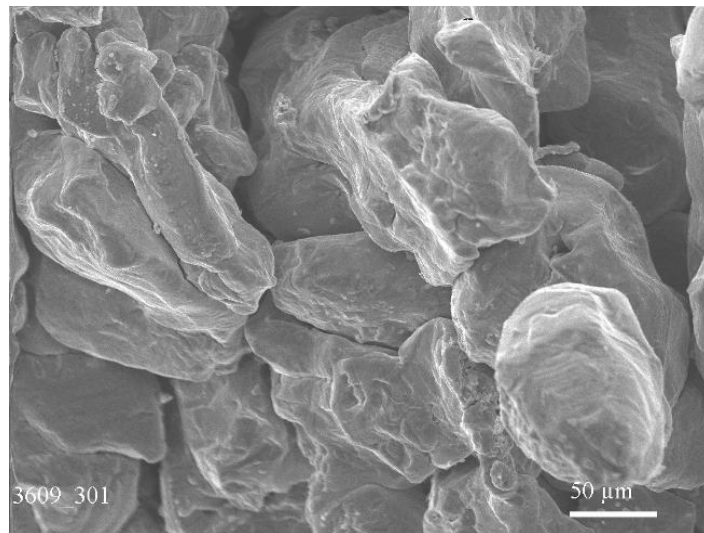
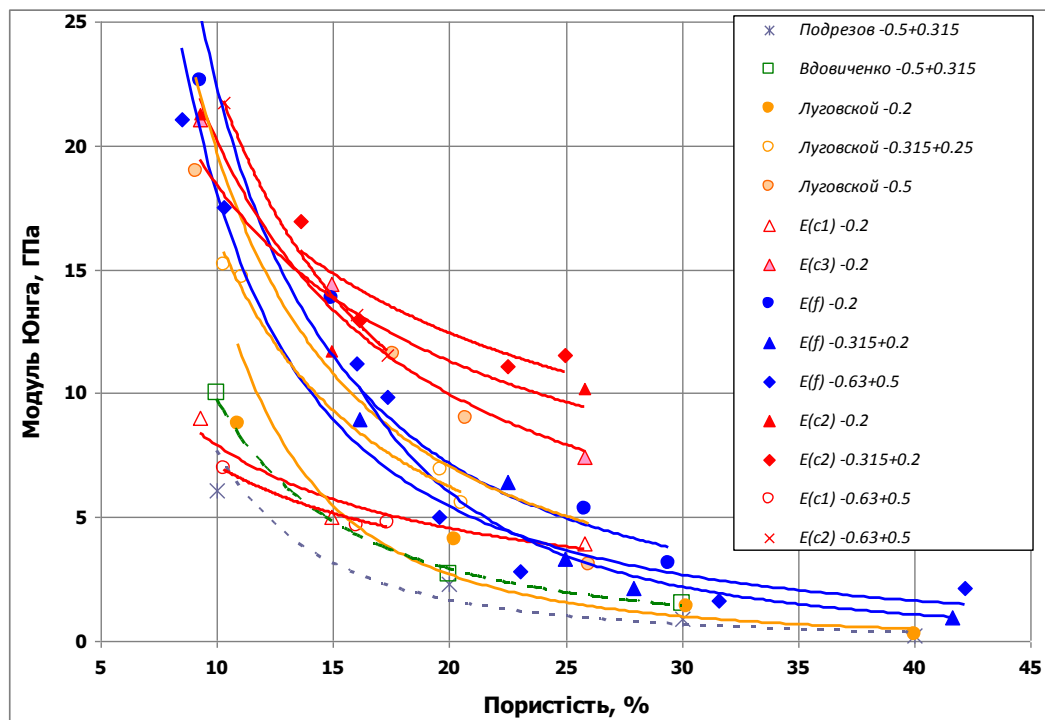


Рисунок 3.2 – Поверхня міжчасткового руйнування пресування порошкового титана фракції – 0315 ÷ +02 (наданий Назаренко)



У легенді наведені прізвище експериментатора, крім Козирацького Є.О., фракція, метод вимірювань (f – резонансний, c – імпульсний у напрямку 1, 2, 3)

Рисунок 3.3 – Залежність модуля Юнга від пористості для різних фракцій, отримана різними методами і різними експериментаторами

Динамічний модуль Юнга ІМ для зразків усіх фракцій визначав Козирацький Є.О. Усі наявні результати представлені на рис.3.3. З рис. видно, що найбільший вплив на

величину МП мають пористість, фракція та напрямок вимірювань.

Інтерпретацію результатів проводив Козирацький Є.О. Спочатку були залишені результати тільки для близьких фракцій (рис.3.4). Далі були враховані неточності значень пористості в експериментах Подрезова Ю.М. та Вдовиченка О.В. (рис.3.5).

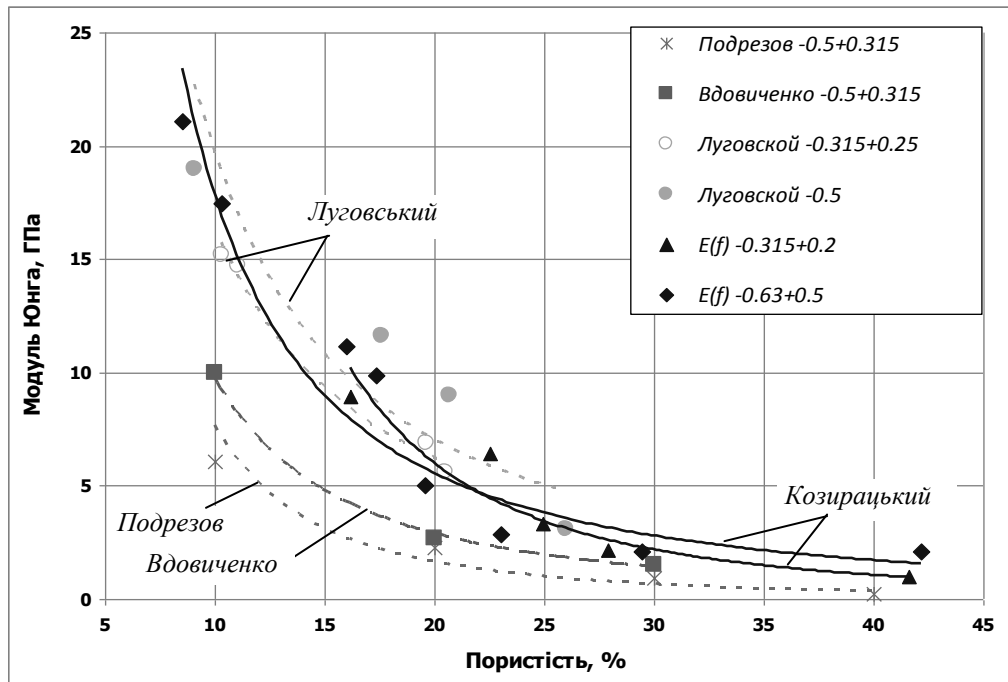


Рисунок 3.4 – Порівняння результатів статичного та резонансного методів

Як видно з рис.3.5 після коректної доробки результати РМ, отримані різними дослідниками у різний час для різних зразків, практично співпадають.

Результати статичного методу залишаються нижче, що пояснюється розбіжністю між адіабатичним та ізотермічним МП (див. пп.1.3.2.4)

Прозвучування у різних напрямках ІМ дозволило виявити анізотропію зразків, пов'язану з напрямком пресування (рис.3.6). Порівняння ІМ та РМ проводилося за результатами Козирацького Є.О. для фракції -0,2.

З рис.3.6 видно, що величини МП, отримані ІМ і РМ суттєво відрізняються (до декілька сотень %) між собою, причому ця різниця залежить від пористості матеріалу і напрямку вимірювання ІМ. Отриманий результат не тільки підтверджує висновки, зроблені у попередньому пункті, відносно впливу властивостей матеріалу на вірогідність результатів оцінки МП РМ, але й показує, що цей вплив

багатократно зростає. Це унеможливило використання РМ для оцінювання МП у пористих анізотропних пресуваннях, але залишає питання про місце РМ в дослідженні властивостей гетерогенних матеріалів.

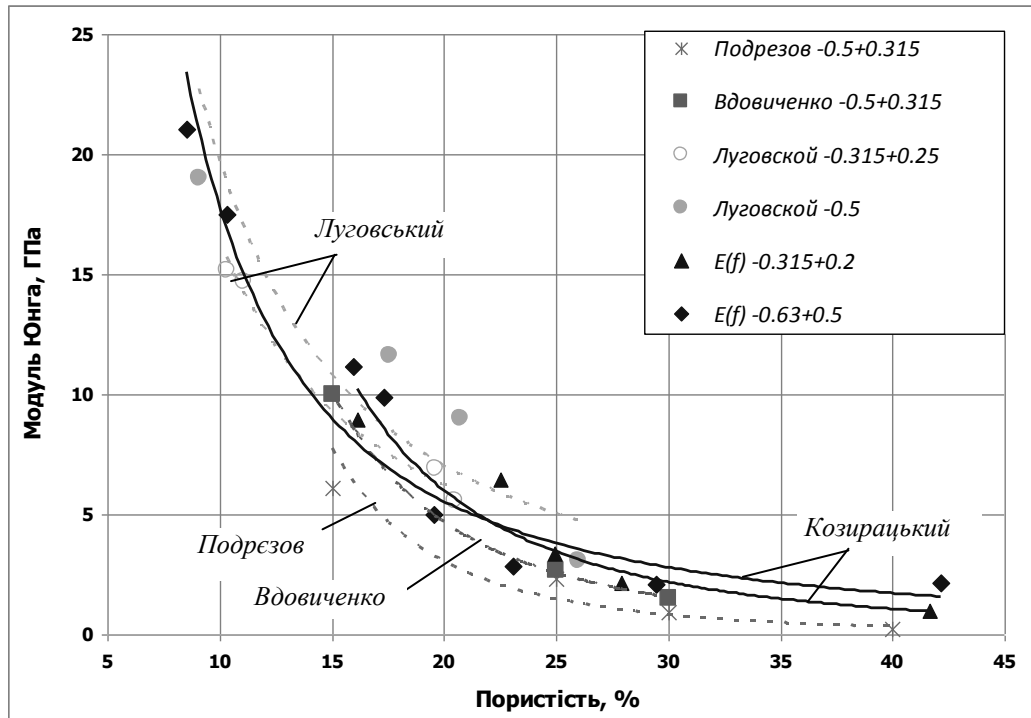


Рисунок 3.5 – Порівняння результатів після уточнення пористості

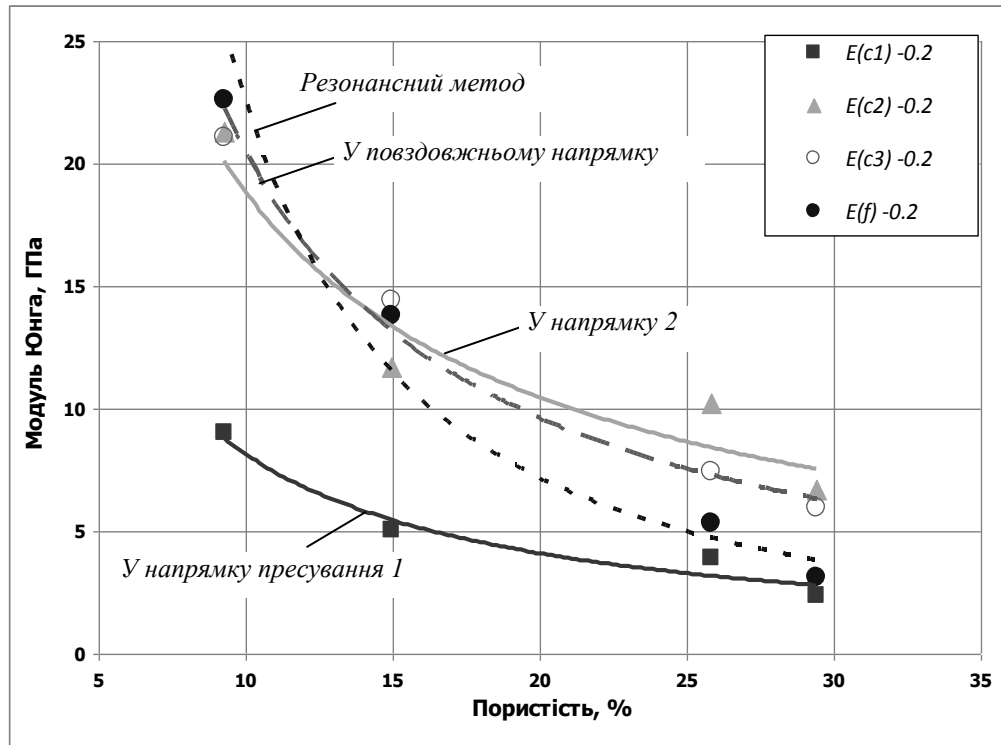
Таким чином, у результаті порівняння можливостей різних методів визначення МП при дослідженні модельних матеріалів фізично обґрунтовані причини розбіжностей, які виникають між результатами, отриманими різними методами. Показано, що для динамічних методів вони пов'язані не з фізичною сутністю МП, а з впливом на РМ факторів, обумовлених особливостями структури та властивостей матеріалів, а для ІМ – з коректністю постановки вимірювального експерименту та обробки його результатів (див.пр.1.3).

3.1.2 Принципи вірогідної експериментальної оцінки величин модулів пружності порошкових матеріалів

Узагальнення описаних у пр.3.1 результатів дозволяє запропонувати

принципи отримання високої точності визначення величин МП ПМ:

1) Найбільш суттєві похибки вимірювань МП ПМ стосуються, перш за все, не точності апаратних пристроїв, а принципових підходів до застосування методів оцінювання.



У легенді наведено: результати імппульсного методу $E(c1)$ – у напрямку пресування 1, $E(c2)$ – у напрямку 2 і $E(c3)$ – у напрямку 3; $E(f)$ – результати резонансного методу

Рисунок 3.6 – Порівняння імппульсного та резонансного методів

- 2) Метод вимірювань повинен забезпечувати напружено-деформований стан матеріалу відповідно до досліджуваного МП.
- 3) На результати вимірювань не повинні впливати фактори, які не мають відношення до МП, а саме, розміри та форма досліджуваного зразка матеріалу, недоліки методу вимірювання чи некоректне його використання.
- 4) Модель, у рамках якої проводять оцінювання повинна відповідати властивостям матеріалу.
- 5) Через неможливість отримати повний обсяг необхідних апостеріорних даних для розрахунку усіх необхідних МП для повного опису стану матеріалу допустиме

часткове використання довідникових даних, якщо такі є, з розумінням втрати певної вірогідності отримуваних результатів.

б) РМ можна використовувати тільки для зразків компактних ізотропних матеріалів у вигляді тонких стрижнів (поперечні розміри суттєво малі відносно його довжини) з коефіцієнтом Пуассона, який не перевищує 0,3. Широко поширена думка, що для оцінки МП у різних напрямках анізотропного матеріалу можна проводити вимірювання у зразках, вирізаних з анізотропного матеріалу у характерних напрямках [12], є некоректною. Доцільність використання РМ для досліджень інших властивостей БК ПіКМ потребує додаткового аналізу.

7) ІМ можна використовувати для зразків любых матеріалів за умов коректної постановки акустичного експерименту. Стосовно БК ПіКМ використання ІМ для розв'язання більш широкого круга задач вимагає удосконалення методів адаптування до особливостей цих матеріалів.

Таким чином, дана відповідь на проблему, поставлену І.М.Францевичем щодо великого, як ні для якого іншого параметра твердого тіла, розкиду і ненадійності значень експериментально отриманих різними методами і на різних зразках ПС і МП матеріалів із складною структурою (див.р.1.1). Показано, що експериментально отримана оцінка значень адіабатичного МП є відображенням властивості матеріалу і не залежить від метода, яким вона отримана, за умов коректної постановки вимірювань. Великий розкид значень МП гетерогенних матеріалів, який наводять у довідниках, пов'язаний не лише з одночасним використанням під одною назвою двох фізично різних МП (ізотермічного і адіабатичного), але й з використанням некоректних підходів для оцінки адіабатичного МП з використанням динамічних методів.

3.2 Розвиток наукових принципів отримання інформації про багатокомпонентні порошкові і композиційні матеріали з застосуванням керованих акустичних полів

Відповідно висновкам р.1 другим завданням роботи є розробка наукових підходів отримання якісно нового рівня експериментального використання АП

стосовно дослідження й оцінювання властивостей БК ПіКМ.

У цьому пр наведені результати розвитку наукових принципів отримання інформації про БК ПіКМ з застосуванням керованих АП, які дозволяють підвищити інформативність і вірогідність отримання результатів шляхом адаптування акустичного експерименту до особливостей досліджуваного об'єкта і задачі, яку відносно нього вирішують.

3.2.1 Схема адаптування методів акустичних вимірювань до особливостей структури матеріалу та задачі контролю

Розроблено схему постановки коректного акустичного експерименту при дослідженні властивостей БК ПіКМ ІМ (рис.3.7).



Рисунок 3.7 – Схема постановки коректного акустичного експерименту

Відповідно до цієї схеми постановку акустичного експерименту проводять за

такими етапами: детальне дослідження об'єкта контролю та задачі, яку відносно нього розв'язують; всебічне (фізичне, структурне, акустичне та математичне) моделювання; аналіз форми об'єкту та формування в ньому потрібного АП; керування АП з метою адаптації його параметрів до умов вимірювання в конкретному матеріалі; вимірювання його параметрів; обробка прийнятого сигналу – все це для забезпечення високої інформативності й вірогідності результатів та усунення промахів при вимірюванні.

3.2.2 Особливості моделювання при контролі властивостей багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів

Моделювання є результатом дослідження об'єкта контролю та задачі, які відносно нього вирішують з використанням АМ НК. Таких задач може бути не одна. Наприклад, дослідження МП, ступеню компактності та консолідації, анізотропії, дефектності, впливу вихідних компонент та технологічних режимів, недоліків технологічного процесу, тощо. Кожній задачі, як правило, відповідає своя модель. Моделювання базується на сучасних уявленнях про формування властивостей БК ПіКМ.

Фізичні властивості матеріалу лежать в основі моделі середовища (див.п.1.3.1) і вказують на наявність прямого, чи стохастичного зв'язку з параметрами АП (рис. 1.4). Приклад таких властивостей наведено у пп.1.3.2.3. Для БК ПіКМ ефективні властивості матеріалу безпосереднє пов'язані з методами осереднення [38,45]. Приклад осереднення властивостей для мікроламініатів наведений у п.3.2.4.

Структурна модель БК ПіКМ дає загальне уявлення про будову матеріалу. Вона обов'язково повинна нести у собі всі структурні елементи і їхні характеристики (розміри, властивості), важливі для дослідження задачі і, як правило набагато складніша за модель, представлену на рис.1.2.

У цьому п. розглянемо спрощену структурну модель трифазного ПМ, яка включає в себе макро- та мезо- рівні (рис.3.8). На мезорівні модель відображає розміри вихідних компонентів (d_i) чи пор (d_p), їх об'ємну концентрацію (% об.) і акустичні властивості (ρ_i , c_i , за необхідністю α_i , ρ_p , c_p), а на макрорівні – розміри досліджуваного зразка (l , h) і ефективні властивості матеріалу (ρ_e , c_e , пористість θ). Модель не дозволяє

оцінити результати взаємодії вихідних компонентів після технологічного впливу.

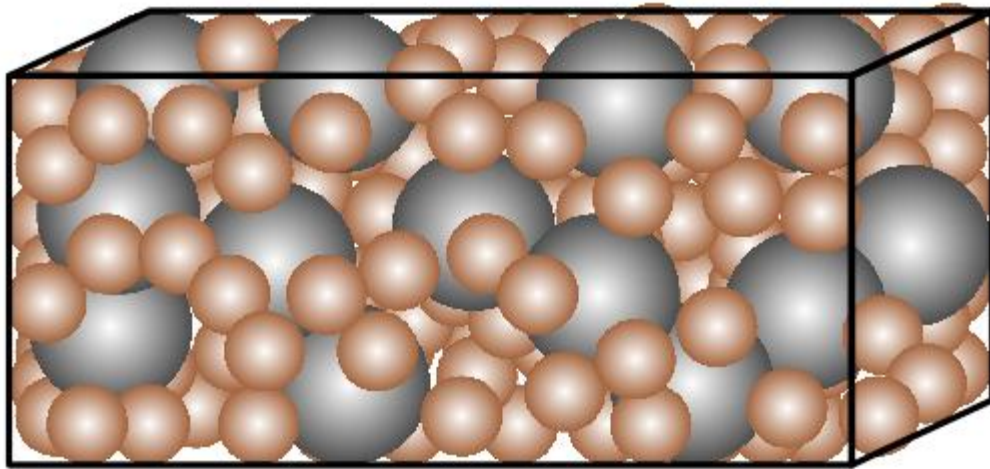


Рисунок 3.8 – Спрощена структурна модель трифазного порошкового матеріалу

Інші структурні моделі наведені та проаналізовані у відповідних п.р., наприклад мікроламінату – на рис.3.14, а матеріалу з дефектами – на рис.5.3,б. Приклади різних структурних моделей для одного і того ж матеріалу при розв’язанні різних задач наведені на рис.3.18 та 5.3.

Структурна модель надає можливість вибрати представницький розмір (див.пп.1.3.1.2) зразка для БК ПМ у вигляді:

$$\min\{l,h\} \gg \max\{d_i\} \quad (3.1)$$

Структурна модель є базовою для акустичної моделі.

В акустичній моделі (рис.3.9), як і у пп.1.3.2.2, кожному характерному розміру структурної моделі ставлять у відповідність хвильовий розмір. Принципи акустичного відображення для БК ПіКМ залишаються тими ж (див.пп.1.3.2.2), але кількість елементів, які відображають, зростає, що робить моделі БК ПіКМ суттєво складнішими для аналізу.

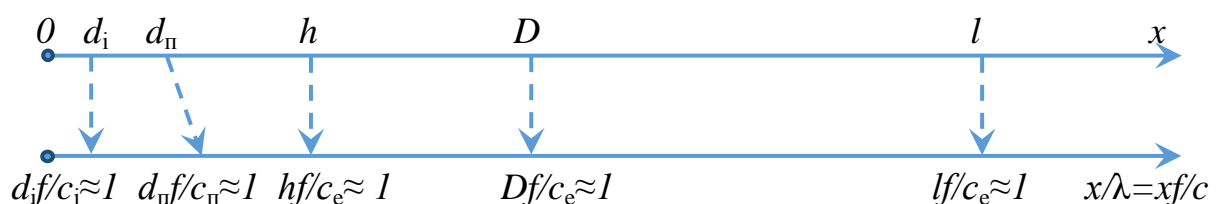


Рисунок 3.9 – Узагальнена акустична модель об’єкта контролю

За результатами акустичного моделювання можна виокремити умови: довгохвильового наближення

$$\max\{d_j/c_i\} \ll 1, \quad (3.2)$$

найбільш ефективного дослідження ІМ елементу мезорівня

$$d_j/c_i \approx 1, \quad (3.3)$$

найбільш ефективного дослідження ІМ пористості

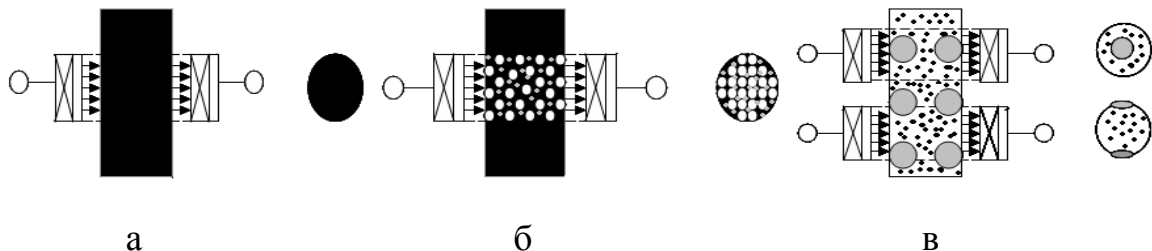
$$d_{\text{пф}}/c_{\text{п}} \approx 1, \quad (3.4)$$

акустичного резонансу за довжиною зразка для РМ

$$2lf/c_e \approx 1. \quad (3.5)$$

Вибір масштабу озвучування (див. пп. 1.3.2.2) в БК ПМ теж має свої особливості (рис. 3.10). Якщо позначити D – діаметр зони прозвучування, то, відповідно акустичній моделі (рис. 3.9), умови вимірювання в області статистичного усереднення (рис. 3.10, б) будуть мати вигляд:

$$D/c_e \gg \max\{d_j/c_i\} \quad (3.6)$$



а – область однорідних вимірювань,

б – область статистичного усереднення; в – область неоднорідних вимірювань

Рисунок 3.10 – Варіанти прозвучування багатокомпонентного порошкового матеріалу

Акустичне моделювання БК ПіКМ дозволяє адаптувати частоту ПХ до тієї чи іншої властивості матеріалу. Наприклад, для вихідних компонентів з заліза розміром 0,1 мм довгохвильове наближення виконується на частотах поздовжніх ПХ менше 6, поперечних – 3, а оптимальна частота дослідження елементів такої структури – 60 МГц. До пори такого ж розміру ПХ буде мати найбільшу чутливість

на частоті 3 МГц.

Таким чином керування АП шляхом вибору частоти зондувального сигналу та виду ПХ дає можливість оптимізувати частоту ПХ за критерієм найбільшої її чутливості до певної властивості матеріалу.

Що стосується математичних моделей, то вони дуже різноманітні, суттєво залежать від інших моделей матеріалу, а також форми об'єкту контролю, і, як правило, вони вже існують [12,15,16,38,44,45,51,54,88,133]. Тому необхідно з коректністю вибрати з відомих адекватну розв'язуваний задачі математичну модель. Приклади такого моделювання наведені у наступних п.р.

Можливості вибору параметрів АП та їх керування для суттєвого розширення кола задач, які можна розв'язувати за допомогою АМ НК, наведені у п.2.2.1. Приклади розв'язання таких задач наведені у наступних п.р.

3.2.3 Відпрацювання принципів адаптування при вимірюванні на етапах пресування-спечений порошковий матеріал

На прикладі модельного матеріалу показані можливості та особливості застосування комплексного акустичного підходу, заснованого на спільних вимірах ШП поздовжньої (з керуванням частоти), поперечної ПХ та ПХ у стрижні, при дослідженні закономірностей структуроутворення порошкового титану з порошку фракції $-0,63 + 0,5$ (див.п.3.1.1.3) на етапах формування і спікання.

На рис.3.11 показана структура поверхні зразка зі збільшенням $\times 50$. З рис. видно неоднорідності, пов'язані з процесом пресування зразків. Застосування зусилля пресування з двох боків призводить до того, що ущільненість частинок поблизу поверхні більше ніж всередині зразка. У деяких випадках область меншої щільності наближається до поверхні і таким чином формується градієнтна структура. При малому зусиллі пресування нерівномірність структури проявляється менше і в результаті виходить більш однорідний матеріал, але з більшою пористістю.

Напрямки і зони прозвучування зразків відповідали рис.1.1,а. Вимірювання ШП

поздовжньої та поперечної ПХ проводили ІМ з використанням радіоімпульсу (див.п.2.2.1) у всіх напрямках, а частоту ПХ в стрижні – РМ (див.п.2.2.2) в напрямку 3. Для забезпечення якісного контакту з перетворювачами на поверхню досліджуваних зразків наносили плівку, а в якості контактної рідини використовували воду. Адаптацію частоти зондування до особливостей структури матеріалу проводили шляхом прозвучування зразків ІМ на різних частотах. Сигнали з ПП на РС-осцилографі (див. п.2.2.3) показані в табл.3.6.

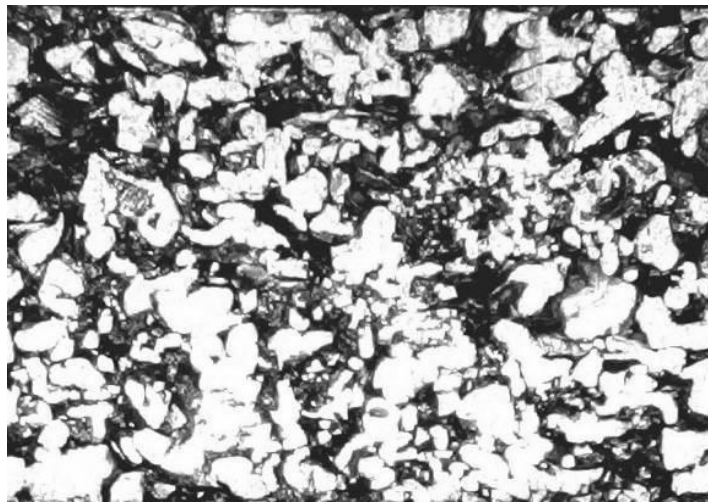


Рисунок 3.11 – Структура зразка з пористістю 20%

Із табл.3.6 видно, що для пресування характерно спотворення радіоімпульсу з частотою більше 1 МГц. Тому подальші дослідження проводили на цій частоті. Навіть на ній, у результаті впливу квазіпружного середовища, мало місце затягування фронту прийнятого імпульсу порівняно зі зондувальним тим більше, чим більше пористість матеріалу. Для виокремлення пружної частини з прийнятого сигналу вимірювання проводили за спеціальною методикою [53], а саме ефективну ШП ПХ в ІМ визначали як

$$c_3 = h/t_0, \quad (3.7)$$

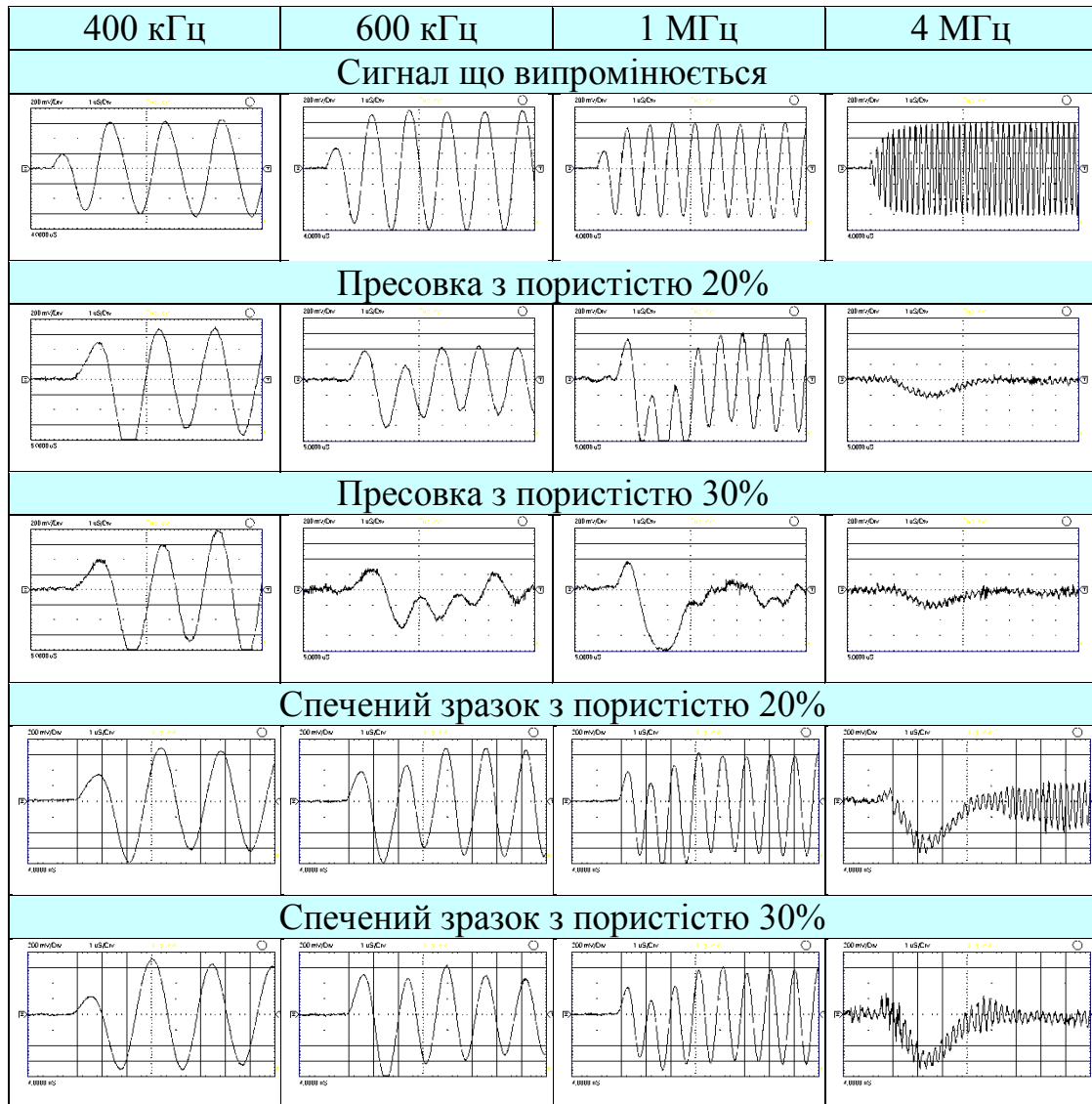
де h – шлях ПХ в досліджуваному об'єкті;

$t_0 = 1,8716(t_1 - t_{10}) - 0,8716(t_2 - t_{20})$, – час поширення фази ПХ;

t_1 і t_2 – відповідно час поширення ПХ на рівнях 1/3 і 2/3 від амплітуди першого напівперіоду сигналу, що пройшов зразок;

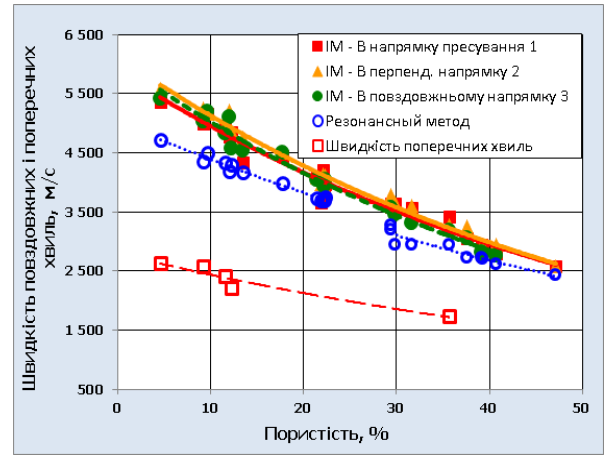
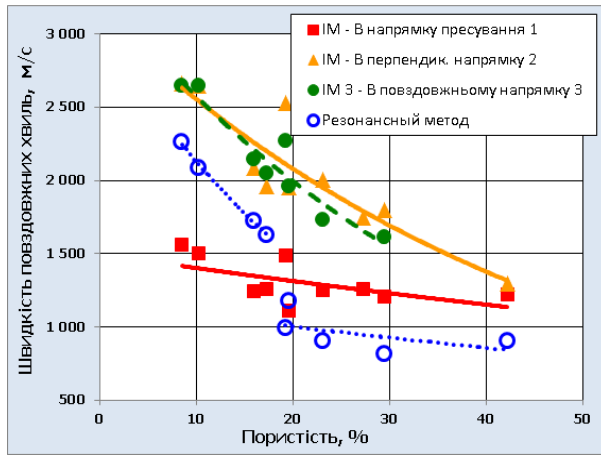
t_{10} і t_{20} – відповідно час поширення пружної хвилі на рівнях 1/3 і 2/3 від амплітуди першого напівперіоду сигналу, що пройшов датчик у датчик без зразка.

Таблиця 3.6 – Сигнали з прийомного перетворювача



Результати визначення ШП ПХ показані на рис.3.12. З рис. видно, що пресування мають суттєву анізотропію, а в області пористості 19 % спостерігається аномальний розкид значень для ІМ та розрив кривої – для РМ, що є принципово новим результатом. Для спечених зразків результати мають традиційний характер.

Перехід від ШП ПХ до оцінки МП передбачає визначення математичної моделі зв'язку між ними. Застосування формули (3.7) дало можливість взяти для оцінки ПС континуальну модель 4 гетерогенного середовища для пресування (див.п.1.3.1.4) і 2 – для спеченого матеріалу (див.п.1.3.1.2).



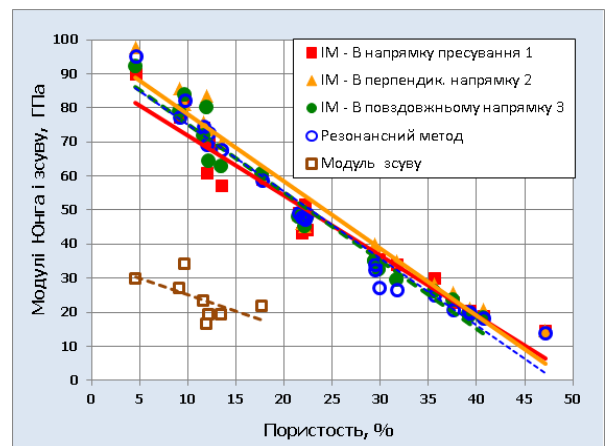
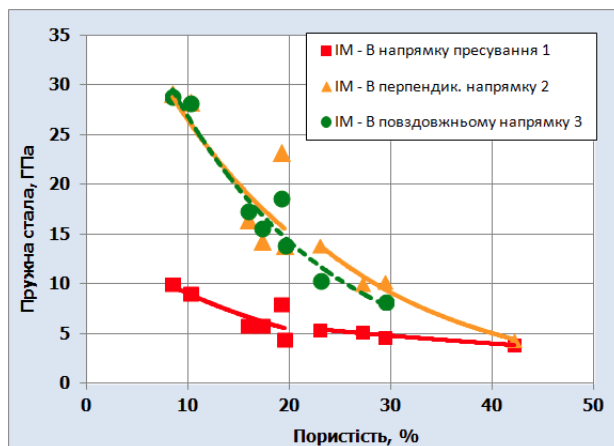
а

б

а – пресування; б – спечені зразки

Рисунок 3.12 – Залежність швидкості поширення різних пружних хвиль від пористості

Результати оцінювання ПС в рамках моделі середовища 4 (див.п.п.1.3.1.4) і МП – моделі 2 (див.п.п.1.3.1.2) наведені на рис.3.13. З рис. 3.13 видно, що для спечених зразків (б) результати, отримані РМ та ІМ в різних напрямках практично збігаються, що вказує на ізотропію матеріалу, і, в цілому, відповідають традиційним уявленням. Для пресування (а) при ІМ вимірювань характерна сильна анізотропія, яка зникає при $\theta > 40\%$. Результати, отримані для пресування РМ не відповідають жодній моделі твердого середовища і тому потребують додаткового дослідження.



а

б

а - пресування; б - спечені зразки

Рисунок 3.13 – Залежності пружної сталої і модуля Юнга від пористості

Адаптація методики вимірювання ШП ПХ ІМ до особливостей досліджуваних матеріалів шляхом керування частотою зондувального сигналу і спеціальних методів обробки сигналу, який пройшов досліджуваний матеріал, дозволила підвищити інформативність відображення АП процесів контактоутворення в пористих ПМ і отримати якісно нову інформацію. В результаті показано, що ШП об'ємних ПХ і ПХ у стрижні та відповідні їм ПС й МП по-різному відображають особливості процесів компактування і контактоутворення ПМ, пов'язані з їх стадійністю, анізотропією, нерівномірністю за об'ємом. Можливість використання ПХ у стрижні для дослідження пресувань потребує подальшого більш детального аналізу.

3.2.4 Відпрацювання принципів адаптування акустичних методів при визначенні динамічних пружних сталей багатошарового мікроламінату

У цьому пр детально описане практичне використання розвинутих наукових принципів отримання інформації про БК ПіКМ з застосуванням керованих АП на прикладі постановки коректного акустичного експерименту шляхом адаптування методів акустичних вимірювань до особливостей структури багатошарового металевого мікроламінату при розв'язуванні задачі вірогідної оцінки ПС цього композиційного матеріалу. Така постановка відповідає 3...5 завданням дисертаційної роботи. При цьому, цілі пр полягали у дослідженні закономірностей формування ПС та АП у багатошаровому металевому мікроламіні, виявленні функціонального зв'язку між ПС і ШП ПХ у такому матеріалі, постановці акустичного експерименту з вірогідної оцінки в ньому ПС та перевірки адекватності модельних оцінок та даних з довідників.

Металеві мікроламінати – багатошарові металічні композити, в яких армуючими компонентами є тонкі перехідні зони між шарами з двох і більше різних металів чи сплавів, які являють собою матрицю композиту [29]. Вони мають два особливих признаки: велику кількість шарів та малу товщину перехідних зон (0,1...10 мкм). Така структура при комбінації різних матеріалів дає можливість закладати в мікроламінати унікальні властивості: радіаційну стійкість, високі питомі механічні

властивості, жароміцність, особливі магнітні властивості – і використовувати в авіаційній, ракетно-космічній техніці, автомобілебудівництві, радіоелектроніці, у лопатках парових турбін, ріжучих інструментах, бронезахисних структурах, електропровідних виробках для низькотемпературних надпровідників та ін. [131]. Будова мікроламініатів і, відповідно, зв'язок між їх ПС та ШП вимірюваних ПХ мають свої особливості. Тому закономірності формування АП в таких матеріалах та коректне визначення їх ПС за допомогою АМ НК потребують окремого дослідження.

3.2.4.1 Аналіз особливостей структури мікроламініату та моделювання його пружних характеристик

Відповідно до структурної моделі (рис.3.14) мікроламініат 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 формують певні ефективні властивості відповідного конструкційного матеріалу, у тому числі ПС [38]. Вони залежать від концентрації, фізичних і механічних властивостей, геометрії, ступеня зв'язності фаз, наявності дефектів й інших факторів [30,44].

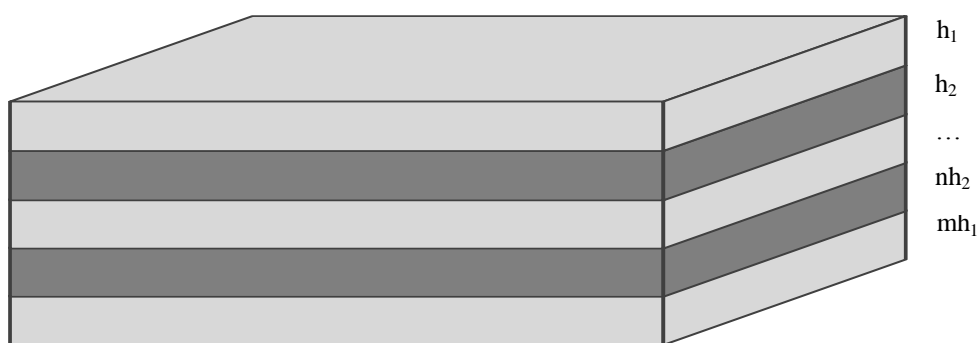


Рисунок 3.14 – Структурна модель мікроламініату

Ефективні характеристики матеріалу, які описують тензором не вищим другого рангу, розраховують за правилом адитивності відповідних характеристик вихідних компонентів [38]. Так, для ефективної густини ρ_e , яка є скалярною величиною, отримаємо:

$$s_1 = \frac{mh_1}{mh_1+nh_2}, s_2 = \frac{nh_2}{mh_1+nh_2}, \rho_e = s_1\rho_1 + s_2\rho_2. \quad (3.8)$$

ПС описують тензором четвертого рангу, тому відносно них матеріал є анізотропним. Анізотропія при створенні композиту закладається геометрією шарів, характером їх чергування та властивістю їх фаз. Для визначення ПС композиту за значеннями окремих компонентів та їх об'ємної концентрації проводять адекватне моделювання композиту. [38]

Перехідні зони між шарами формуються в процесі виготовлення композиту. Їх властивості пов'язані з особливостями технології, яку використовують при створенні матеріалу. Тому цей фактор досить важко врахувати теоретично.

Розглянемо оцінку ПС композиту за значеннями цих характеристик для окремих вихідних компонентів й їх об'ємної концентрації шляхом адекватного моделювання для заданої структури композиту, а також встановимо функціональний зв'язок між отриманими характеристиками та ШП ПХ.

Середовище, яке складається з шарів двох різних однорідних й ізотропних речовин при їхньому нескінченному чергуванні веде себе як однорідне, але ізотропне, по відношенню до ПХ, довжина яких λ у цих матеріалах значно більша за товщини шарів. По відношенню до своїх пружних властивостей таке середовище аналогічно кристалу з гексагональною симетрією: пружний стан повністю характеризують 5 ПС. [133]

Для елемента кристала з гексагональною симетрією (рис.3.15) функціональний зв'язок пружних сталих $c_{11}, c_{12}, c_{13}, c_{33}, c_{44}$ та ШП поздовжніх (V^l) і поперечних ($V^t, V_{(001)}^{[001]}, V_{(001)}^{(001)}$) ПХ має вигляд [16]:

$$\begin{aligned} \rho \cdot (V_{[001]}^l)^2 &= C_{33}; \quad \rho \cdot (V_{(001)}^{[001]})^2 = \rho \cdot (V_{[001]}^t)^2 = C_{44}; \\ \rho \cdot (V_{(001)}^l)^2 &= C_{11}; \quad \rho \cdot (V_{(001)}^{(001)})^2 = \frac{c_{11}-c_{12}}{2}; \end{aligned} \quad (3.9)$$

$$\rho \cdot (V_{[101]}^l)^2 = \rho \cdot (V_{[011]}^l)^2 = \frac{C_{11} + C_{33} + 2 \cdot C_{44}}{4} - [[(C_{11} - C_{33})/2]^2 + (C_{13} + C_{44})^2]^{1/2}/2,$$

де нижній індекс при V (ШП ПХ тільки у цьому підрозділі позначається так, щоб вказати на відмінність від позначення ПС) вказує на напрямок, чи площину поширення ПХ, а верхній – на площину чи напрямок поляризації поперечної ПХ.

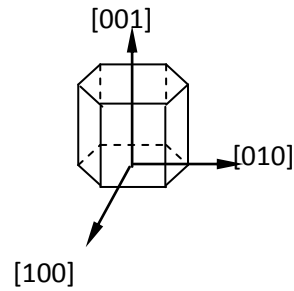


Рисунок 3.15 – Елемент кристала з гексагональною симетрією.

Якщо вважати, що шари середовища, яке ми розглядаємо, паралельні площині (001), то для нього можна встановити функціональний зв'язок між ШП ПХ та МП шарів. [133]. Для ШП нульової моди нормальної симетричної ПХ (у цьому п. $V_{ps} \equiv c_{ps}$), яка поширюється в площині (001) цей зв'язок має вигляд:

$$(c_{ps})^2 = \frac{1+4 s_1 s_2 \frac{(G_1-G_2) \left[\frac{2 \nu G_1}{(1-2\nu_1)} + G_1 - \left(\frac{2 \nu_2 G_2}{(1-2\nu_2)} + G_2 \right) \right]}{\left(\frac{2 \nu_1 G_1}{(1-2\nu_1)} + 2G_1 \right) \left(\frac{2 \nu_2 G_2}{(1-2\nu_2)} + 2G_2 \right)}}{\rho_e \left[\frac{s_1}{\left(\frac{2 \nu_1 G_1}{(1-2\nu_1)} + 2G_1 \right)} + \frac{s_2}{\left(\frac{2 \nu_2 G_2}{(1-2\nu_2)} + 2G_2 \right)} \right]}, \quad (3.10)$$

де s_i – відносна кількість речовини; G_i – модуль зсуву; ν_i – коефіцієнт Пуасона; ρ_e – середня густина середовища; $i = 1, 2$ – номер речовини.

Для інших ПС існує функціональний зв'язок зі ШП інших ПХ, аналогічний (3.10) [133].

3.2.4.2 Постановка вимірювального акустичного експерименту та його результати

Для вимірювання характеристик пружності було виготовлено зразок мікроламінату розмірами 28,55x27,12x0,15 мм на основі шарів Fe-Cu. Зразок отриманий прокаткою (10 проходів при кімнатній температурі) заготовки у вигляді багатошарового ламінату товщиною 1,41 мм. Заготовку отримали шляхом прокатки (1 прохід при температурі 850 °С в обіймі, завареної в аргоні) складених почергово 7 шарів Fe та 6 – Cu. Шари Fe мали початкову товщину 380, а Cu – 85 мкм. Товщина шарів Fe після прокатки складала 17...25, а Cu – 2...5 мкм. Структуру поперечного перетину зразка показано на рис. 3.16.

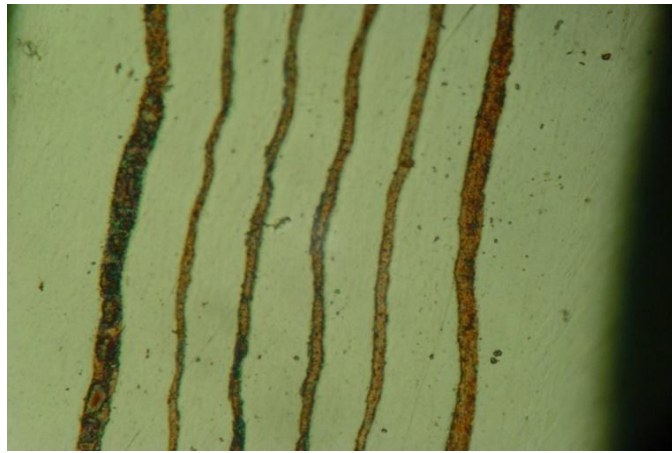


Рисунок 3.16 – Структура шліфа Fe-Cu мікроламінату.

Постановку акустичного експерименту проводили на базі апаратного комплексу для прецизійних акустичних вимірювань (див п.2.2.1). Для забезпечення коректних УЗ вимірювань вид і параметри зондувального імпульсу, умови створення акустичного контакту, вид ПХ у досліджуваному зразку та обробку приймального сигналу адаптували за результатами акустичного моделювання та аналізу реального АП до особливостей досліджуваного об'єкта.

Зразок прозвучували ІМ з торців (площина (001) (рис.3.15) за напрямом прокатки та перпендикулярно. Керування параметрами АП проводили таким чином. Зразок зондували радіоімпульсом з найбільшою частотою 5 МГц, яка відповідає умовам довгохвильового наближення ($\lambda \gg h_i$), при його найменшій можливій тривалості – 2 мкс і періоді слідування 1 мс. Вибір радіоімпульсу з вказаними параметрами дозволив позбутися зайвих ревербераційних перешкод в приймальному сигналі. З тією ж метою були використані спеціальні умови контакту п'єзоперетворювача із зразком та відповідна обробка прийнятого сигналу. У результаті в зразку отримане адаптоване до його особливостей АП (рис.3.17) нульової моди нормальної симетричної ПХ V_{ps} (див.рис.1.4,в), сформоване трьома сигналами, перший з яких проходить зразок наскрізь, а два наступних отримані відбиттям від торців. ШП V_{ps} вимірювали у напрямку прокатки і перпендикулярному за (2.5) із похибкою $<1\%$. Густина зразка визначали за (2.7), (2.8) (див.пр.2.3). ПС композиту розраховували за формулою:

$$c = \rho (V_{ps})^2. \quad (3.11)$$

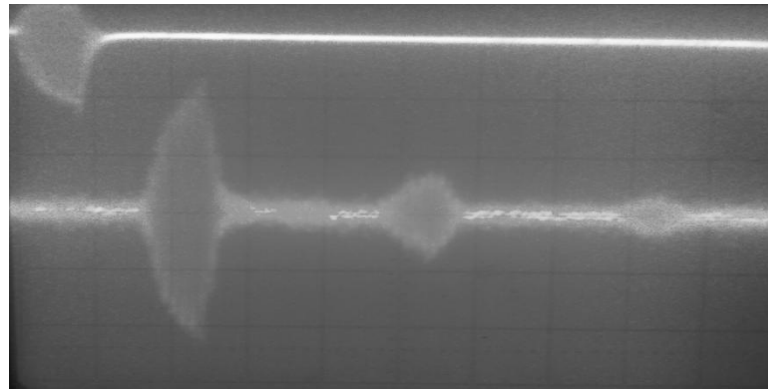


Рисунок 3.17 – Акустичне поле у зразку після адаптації.

Проведено зіставлення розрахованих за моделлю (3.10) і експериментальних (3.11) оцінок ПС з МП, розрахованим за моделлю середовища 2 (див.п.п.1.3.1.2). Для цього ПС анізотропного композиту умовно перерахована в модуль Юнга E ізотропного матеріалу за відомою [51] функціональною залежністю:

$$E = V_{ps}[1 - (\nu_e)^2], \quad (3.12)$$

де ν_e – ефективне значення коефіцієнта Пуассона, розраховане як скалярна суміш за (3.8), де замість ρ підставлене ν ($\nu_{Fe}=0,28^*$; $\nu_{Cu}=0,38^*$). Оскільки ПМ матеріалів у довідниках мають дуже великий розбіг [21], для визначеності всі фізико-механічні властивості Fe та Cu взято з довідника [22]. Вони позначені зірочками. Розрахунки за результатами моделювання, вимірювань та даних з довідника наведені в табл.3.7.

Таблиця 3.7 - Результати вимірювань, розрахунків та довідникові дані

	Густина, г/м ³	Швидкість, м/с	Пружна стала, ГПа	E, 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)*

З табл. видно, що експериментально отримана ПС менше розрахункової на 6...17 %. Це можна пояснити впливом перехідних зон, наявністю дефектів, тощо. ПС за напрямом прокатки на 14 % менше, ніж в перпендикулярному. Це можна пояснити наявністю текстури в композиті, наслідком якої є зменшення його симетрії, очевидно,

до рівня ромбічної. І розрахункова, і експериментальна ПС композиту лежать в межах ПС матеріалів шарів, що є очікуваним результатом. Зіставлення результатів розрахунку МП, отриманих за формулою (3.12) зі значеннями з довідника може скласти враження, що властивості композиту перевищують МП матеріалу шару з більшим МП, хоча для нашого випадку, на справді, не так. Це можна пояснити некоректністю використання традиційних для ізотропного матеріалу підходів при визначенні пружного стану анізотропного композиту, неузгодженістю даних у довіднику, наданих для акустичних та пружних характеристик матеріалу, тощо.

3.2.4.3 Висновки

У результаті теоретичної та експериментальної оцінок ПС мікроламінату показано, що теоретичні оцінки дають дещо завищений результат порівняно з отриманими експериментальними значеннями. Акцентовано увагу, що застосування функціональної залежності між ШП ПХ та МП ізотропного матеріалу у випадку анізотропії може призвести до некоректних результатів.

Розвитком цієї роботи можуть бути аналогічні дослідження для інших ПС мікроламінату.

Таким чином, шляхом керування параметрами АП в металевому багатошаровому мікроламіні, а також вибору адекватних структурної, акустичної та математичної моделей матеріалу поставлений унікальний акустичний експеримент який дозволив визначити вірогідні динамічні ПС такого матеріалу.

На цьому прикладі показано, що у результаті запропонованого розвитку наукових підходів отримання інформації про властивості БК ПіКМ АМ, в основі яких лежить аналіз керованих АП, генерованих у цих матеріалах, а 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, підвищена вірогідність оцінки властивостей матеріалів з неоднорідною структурою.

3.3 Комплексне дослідження модельного порошкового матеріалу (пористого титану) методами з підвищеною інформативністю

Можливості неруйнівних АМ з використання розвинутих наукових принципів отримання з застосуванням керованих АП інформації про закономірності при комплексному дослідженні структуроутворення ПМ на етапах формування і спікання продемонстровано на прикладі модельного матеріалу – пористого титану (див.п.п.3.1.1.3), який виготовляли за традиційною для ПМ технологією, яка включає три основні операції: отримання вихідних порошків, пресування і спікання [32]. Цей пр. являє собою розвиток досліджень, наведених у п.3.2.3, з метою показати високу інформативність запропонованих АМ при дослідженні ПМ.

Властивості таких матеріалів визначаються властивостями вихідних порошків, об'ємом і морфологією пор, а також природою міжчастинкових контактів [33].

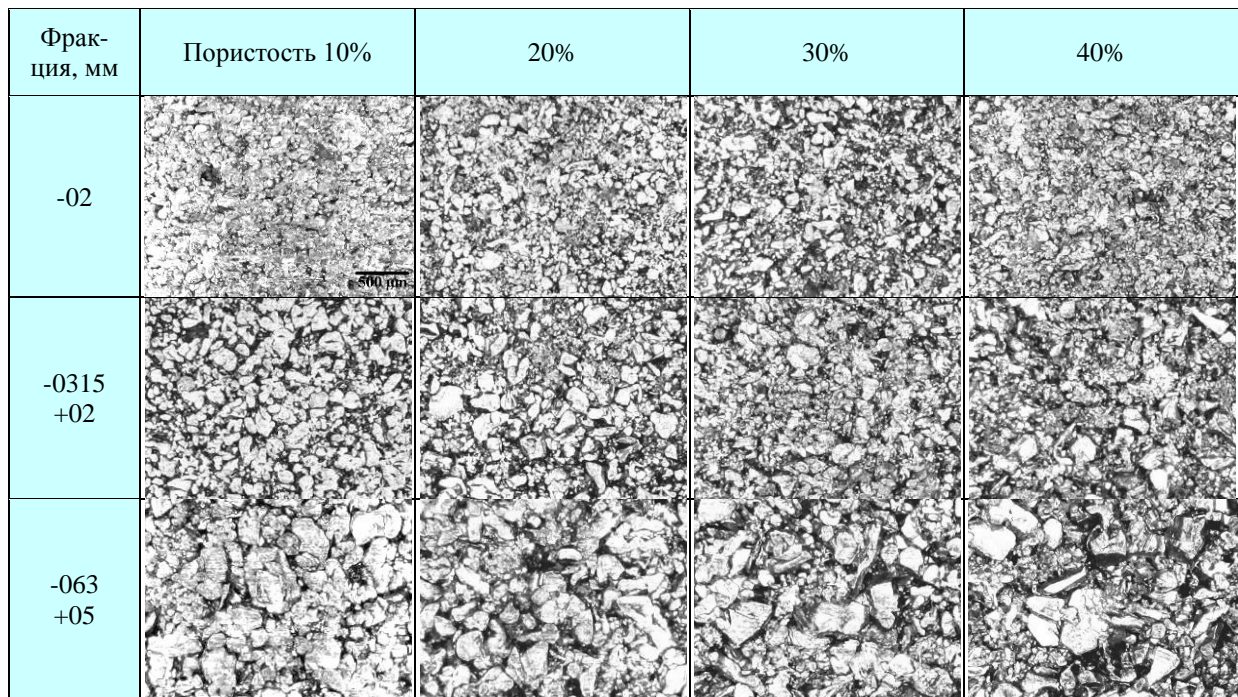
Спрогнозувати вплив різних фракцій на властивості кінцевого матеріалу досить важко. Тому *перше завдання акустичного експерименту* полягало у виявленні такого впливу.

З кожної фракції вихідних порошків отримували пресування у вигляді прямокутних балок довжиною 45 і шириною 7 мм (рис.2.1,а). При цьому порошок вільно засипався в закриту пресформу і двостороннє пресувався без обмежувача. Використання різного тиску пресування дозволило варіювати пористість в діапазоні від 5 до 40%. При цьому товщина пресування змінювалася в межах від 3 до 5 мм. У табл.3.8 наведені фотографії поверхонь зразків з різних фракцій і з різною пористістю, отримані за допомогою USB-мікроскопа (див.п.2.2.4). З фотографій видно, що всі зразки являють собою грубі полідисперсні системи.

Як відомо [138], до основних проблем пресування можна віднести труднощі досягнення рівномірної за обсягом густини матеріалу, а також наявність пружної післядії після зняття навантаження. Обидві проблеми призводять до погіршення властивостей пресовок і не можуть бути прогнозовані розрахунковими методами. У табл.3.9 наведені фотографії бічної поверхні отриманих пресувань. Як видно, докладання зусилля пресування з двох сторін призводить до того, що щільність

частинок поблизу поверхні більше, ніж усередині зразка. При малому зусиллі пресування нерівномірність структури проявляється менше, і в результаті формується більш однорідний матеріал, але з більшою пористістю.

Таблиця 3.8 – Фотографії поверхні зразків титану, спресованих з порошків різних фракцій (збільшення $\times 5$)



Характерні структурні моделі зразків можна показати у вигляді (рис.3.18): а - шарувата структура (з меншою щільністю в середній частині); б – градієнтна структура; в – однорідна структура.

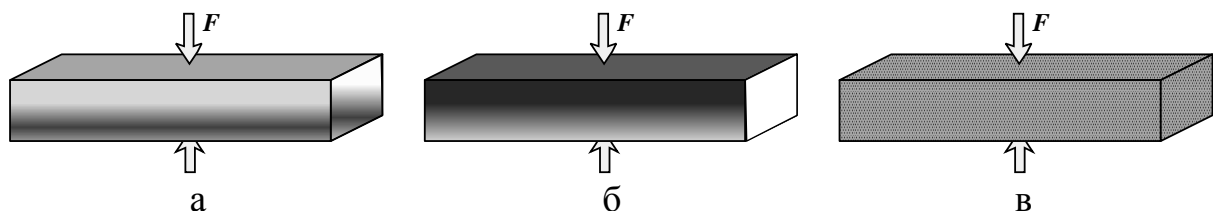


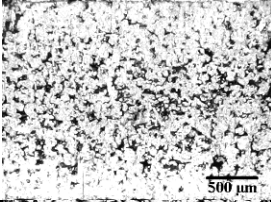
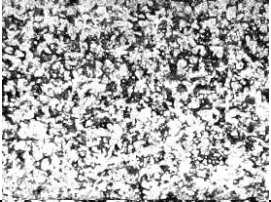
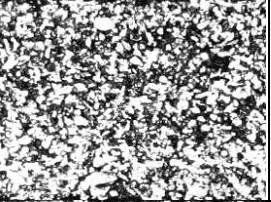

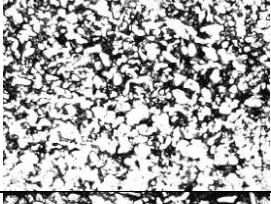
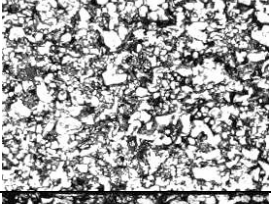
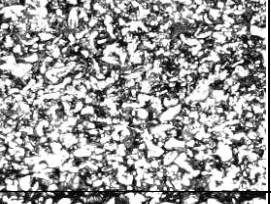
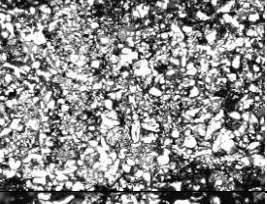

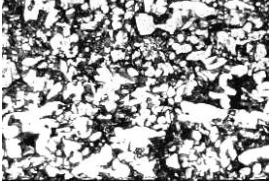
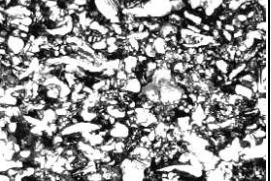
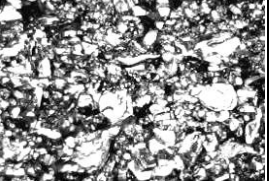
Рисунок 3.18 – Структурні моделі матеріалу

Нерівномірність структуроутворення передбачає *друге завдання акустичного експерименту*: з можливою точністю оцінити цю нерівномірність. Наявність

пружної післядії вимагає дослідження його впливу на властивості пресувань, що є *третьім завданням акустичного експерименту*. Обидва ці завдання пов'язані з особливостями процесу компактування матеріалу.

Слід зазначити, що при ущільненні порошків можна виділити три стадії, що частково перекривають одна одну [130], протягом яких головну роль відіграє процес не тільки компактування, але й контактоутворення. Перша пов'язана з формуванням найбільш щільної упаковки частинок, друга – з деформацією порошинок в області контактів і третя – з об'ємним витіканням матеріалу частинок в міжчастинкові пори. Межі між стадіями розмиті, на положення цих кордонів впливають морфологія і розміри частинок порошку, а самі стадії плавно переходять одна в іншу. При пористості пресування приблизно 8% усі пори перетворюються в закриті. Однак при пористості 20-30% вміст закритих пор невелика і по абсолютній величині зазвичай не перевищує 1-2% [130]. Можливість виявлення цих стадій АМ представляє значний інтерес. Це *четверте завдання акустичного експерименту*. Воно дозволяє відобразити особливості контактоутворення матеріалу.

Таблиця 3.9 – Фотографії бічної грані зразків титану, спресованих з порошків різних фракцій (збільшення $\times 5$)

Фракція, мм	Пористість 10%	20%	30%	40%
-02				
-0315 +02				
-063 +05				

Спикання проводили при температурі 1200 °С протягом 1 години в вакуумі. Розміри зразків після спикання не змінилися. Як відомо [84], в результаті спикання докорінно змінюються структура і властивості матеріалу. При відпрацюванні режимів спикання представляє інтерес контроль за цими змінами. Це п'яте завдання акустичного експерименту, яке пов'язане в першу чергу з процесом контактоутворення.

У табл.2.2 в якості вихідних даних для подальших розрахунків і зіставлень наведені довідкові характеристики литого титану [21,22].

Вимірювання ШП у спеченому матеріалі проводили за умов моделі 2 твердого середовища (див.п.1.3.1.2), в пресуваннях – з урахуванням деградації прийнятого сигналу (див.п.3.2.3) і анізотропії матеріалу, – 2-4 (див.п.1.3.1) при частоті зондування радіоімпульсу, відповідно вимогам довгохвильового наближення (3.2), 1 МГц. Апаратна методична похибка для ІМ $\leq 1\%$, для резонансного – $\leq 2\%$.

Застосування поздовжніх, поперечних ПХ і ПХ у стрижні дозволило отримати різні акустичні відображення матеріалу і, тим самим, підвищити інформативність досліджень. На рис.2.5,а показані напрямки і схеми прозвучування зразків при використанні ІМ (1,2,3) і РМ (3). Як видно, напрямок прозвучування РМ (вздовж зразка) збігається з напрямком прозвучування 3 ІМ. Слід зазначити, що напрямок прозвучування 1 збігається з напрямком пресування зразка, а напрямки прозвучування 2, 3 – перпендикулярні напрямку пресування. Для поздовжніх ПХ використовували всі зазначені напрямки, для поперечних, з причини великого згасання ПХ в матеріалі, – тільки напрямок 1. Прозвучування в різних напрямках дозволило дослідити вплив пружної післядії на властивості матеріалу. Прозвучування в різних зонах по довжині зразка дозволило дослідити нерівномірність розподілу властивостей за об'ємом матеріалу. При зіставленні результатів прозвучування в різних напрямках використовували значення, отримані в середині зразка.

Для успішного вирішення всіх поставлених завдань акустичного експерименту, особливо першої та четвертої, необхідною умовою є забезпечення високої точності і вірогідності вимірювань.

В ІМ при постановці акустичного експерименту основними проблемами були: велике згасання ПХ в пресуваннях, особливо високопористих, і затягування в них

переднього фронту імпульсу ПХ в процесі його поширення. Це істотно знижувало точність вимірювань і робило несумісними їх результати для матеріалів з різною пористістю. Тому адаптація методу (див.п.3.2.3) полягала у виборі таких параметрів збуджуваного в матеріалі імпульсу ПХ, при яких було б мінімальним спотворення його переднього фронту в процесі поширення ПХ, а при обробці прийнятого сигналу забезпечувалася б компенсація зміни фронту цієї ПХ. Така адаптація була проведена (див.п.3.2.3). В результаті для збудження ПХ був вибраний періодичний радіоімпульс тривалістю 10 мкс, частотою заповнення 1 МГц і періодом слідування 1 мс. Запропонований підхід дозволив компенсувати фізичну похибку вимірювань, обумовлену умовами поширення ПХ в матеріалі, зберігаючи апаратну методичну похибку на рівні не більше 1%.

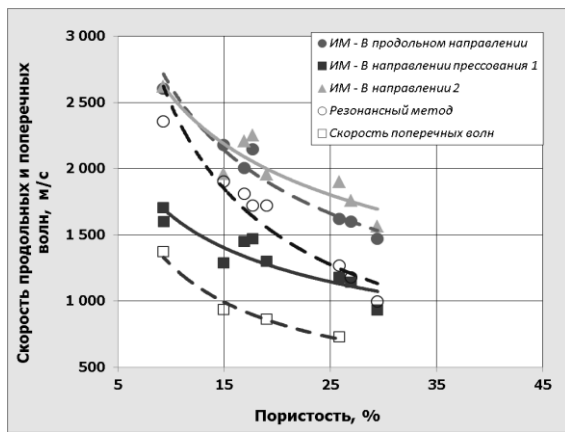
У РМ частота прив'язана до розміру зразка, тому немає можливості адаптувати метод до особливостей матеріалу. Апаратна методична похибка тут не перевищувала 2%.

Схеми вимірювань ШП поздовжньої c_l і поперечної c_t ПХ ІМ, а також c_s ПХ у стрижні РМ описані в пр.2.2.

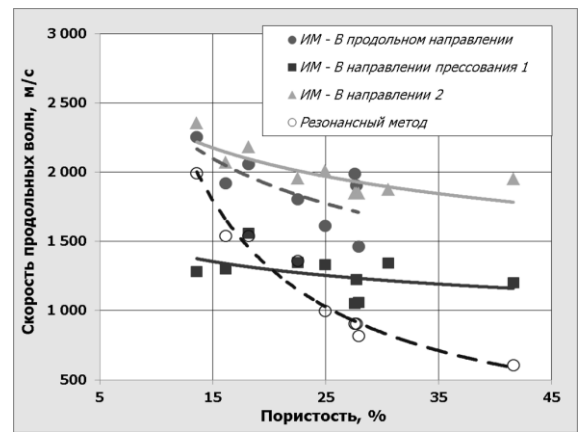
Результати вимірювань для пресувань наведені на рис.3.19, а-в, для спечених зразків – на рис.3.19,г. Точками показані значення ШП поздовжньої ПХ, виміряні в напрямках 1, 2, 3 (див.рис.2.5, а), значення ШП поперечної ПХ, виміряні в напрямку 1 (див. рис.2.5,а) і значення ШП ПХ у стрижні, виміряні в напрямку 3 (див.рис.2.5,а). Кожна точка отримана для зразка певної пористості, виготовленого з порошку певної фракції в результаті вимірювання в певному напрямку. Значення ШП поперечної ПХ в пресуваннях через велике загасання енергії ПХ вдалося виміряти тільки для фракції -0,2 мм.

Так як, зразки відрізняються пористістю і розмірами частинок, отримали великий розкид вимірюваних величин. У табл.3.10 наведені мінімальні і максимальні значення. Для ШП поперечних ПХ наведено лише максимальне значення, так як не вдалося визначити ШП в зразках з великою пористістю.

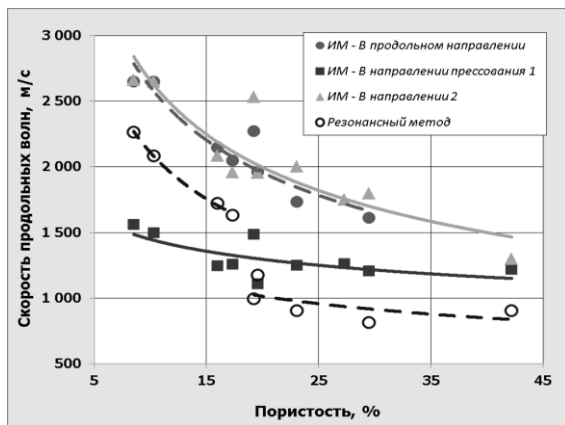
В різних точках в одному напрямку отримали розкид значень ШП ПХ в межах похибки. А при зміні напрямку прозвучування значення перевищувало похибку.



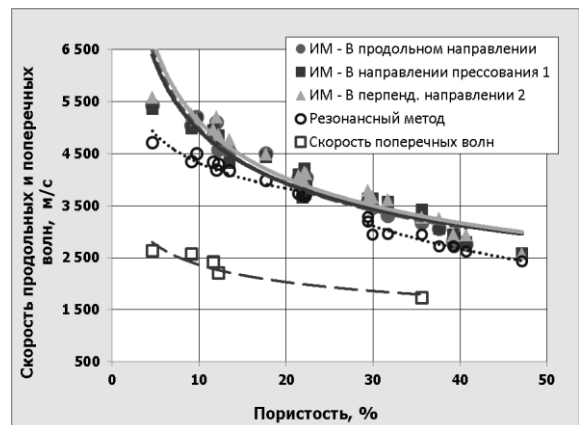
а



б



в



г

Рисунок 3.19 – Результати вимірювань для пресувань з порошків фракцій -0,2 (а), -0,315 + 0,2 (б) і -0,63 + 0,5 (в), а також спечених зразків з порошку фракції -0,63 + 0,5 (г) мм; ІМ – імпульсний метод

Таблиця 3.10 – Варіації результатів вимірювань

Характеристика	min	max
Швидкість поздовжніх хвиль, м/с	931±9	2 649±26
Швидкість поперечних хвиль, м/с	-	1 192±12
Швидкість в стрижні, м/с	607±6	2 401±24
Коефіцієнт Пуассона	0,19	0,29
Модуль Юнга (імпульсний метод), ГПа	2,39±0,04	21,84±0,44
Модуль Юнга (резонансний метод), ГПа	0,97±0,02	22,61±0,46
Модуль зсуву, ГПа	-	5,80±0,20

При цьому, в одній площині зразки ізотропні, а в напрямку пресування властивості відрізняються. Тому приймаємо гіпотезу про трансверсальну ізотропію.

В результаті регресійного аналізу експериментальних даних були побудовані лінії тренда (криві на рис.). Кожна лінія тренда є апроксимацією ступеневої функції емпіричної залежності значень ШП поздовжньої, поперечної або ПХ у стрижні від пористості зразка для певного напрямку прозвучування зразка і певної фракції порошку. Лінії тренда відображають загальні тенденції в зміні значень ШП ПХ при зростанні пористості. Як видно, у всіх випадках зростання пористості призводить до зменшення значень ШП ПХ.

Усі лінії тренду, отримані за результатами вимірювань ІМ (для поздовжніх і поперечних ПХ) монотонно зменшуються з ростом пористості, відрізняючись тільки значенням ШП ПХ. У випадку пресовок для всіх фракцій порошку для поздовжньої ПХ в напрямках прозвучування 2 і 3 (обидва перпендикулярні напрямку пресування) ці лінії практично співпадають (відмінності за значеннями ШП ПХ при однаковій пористості не перевищують 10%), а в напрямку прозвучування 1 (збігається з напрямком пресування) лежать приблизно в 1,5 рази нижче (за значеннями ШП ПХ при однаковій пористості). Для поперечної ПХ (фракція -0,2 мм, напрямок 1) лінія тренда лежить приблизно в 1,5 рази нижче, ніж відповідна лінія для поздовжньої ПХ (для значень ШП ПХ при однаковій пористості). Відповідні (у напрямку прозвучування) лінії тренду для порошоків різних фракцій відрізняються в межах 10% (за значеннями ШП ПХ при однаковій пористості).

У випадку спечених зразків для поздовжньої ПХ лінії тренда збіглися у всіх напрямках і, при цьому, значення ШП ПХ зросли (при однаковій пористості) приблизно в 2 рази в порівнянні з лінією тренда для пресувань з найбільшими значеннями ШП ПХ. Для поперечної ПХ лінія тренда лежить (за значеннями ШП ПХ при однаковій пористості) приблизно вдвічі нижче, в порівнянні з лінією тренда для поздовжньої ПХ.

Лінії тренда, отримані за результатами вимірювань РМ суттєво відрізняються між собою для різних фракцій порошку. Вони монотонно зменшуються з ростом пористості тільки для фракцій -0,2 і -0,315+0,2 мм. При цьому значення ШП ПХ у стрижні при

пористості 7-8% приблизно в 1,1-1,2 рази менше, ніж для ШП поздовжньої ПХ, яка виміряна в цьому ж напрямку. Це співвідношення збільшується зі зростанням пористості і досягає 1,5-1,8 раз при пористості 30%. Для фракції $-0,63+0,5$ мм в разі пресовок лінія тренда має кусочно-монотонний характер. При цьому на інтервалі пористості до 18% значення ШП ПХ у стрижні (при однаковій пористості) приблизно в 1,25 рази менше, ніж для ШП поздовжньої ПХ, яка виміряна в напрямку, перпендикулярному пресуванню, на інтервалі пористості 18-19% стрибком відбувається зменшення значення ШП ПХ у стрижні приблизно в 1,5 рази і на інтервалі пористості більше 19 % значення ШП ПХ у стрижні (при однаковій пористості) приблизно в 1,25 рази менше, ніж для ШП поздовжньої ПХ, яка виміряної в напрямку пресування.

У випадку спечених зразків лінія тренда для ПХ у стрижні наблизилася до лінії тренда для поздовжньої ПХ на всьому інтервалі пористості (значення ШП ПХ у стрижні для однакової пористості приблизно в 1,2 рази менше значень ШП поздовжньої ПХ). При цьому розрив кривої перемістився на інтервал пористості 23-27%.

Зіставлення результатів дисперсійного аналізу з відомими уявленнями про процеси формування і спікання дозволяють зробити наступні висновки. Перш за все, динаміка зміни значень ШП об'ємних ПХ (як поздовжньої, так і поперечної) на дослідженому інтервалі пористості в цілому відображає процес компактування матеріалу. При цьому крутизна ліній тренда визначається переважно зміною пористості матеріалу.

Різниця між лініями тренда за значеннями ШП поздовжньої ПХ визначається переважно якістю контактів між частинками в зразку. Так, ця різниця для спечених зразків і пресовок відображає різке поліпшення якості контактів після спікання. Така зміна створює передумови для вирішення п'ятого завдання акустичного експерименту. Те ж можна сказати для поперечної ПХ. Зазначена відмінність для пресовок в різних напрямках прозвучування відображає особливості процесу контактоутворення в напрямку пресування і перпендикулярно йому, обумовлені застосованою технологією пресування (після зняття тиску пресування в напрямку пресування за рахунок пружної післядії порушуються контакти між частинками матеріалу, що призводить до анізотропії його властивостей, в даному випадку значень ШП поздовжньої ПХ).

Залежність ступеня анізотропії матеріалу від пористості, визначена як

відношення значень ШП поздовжньої ПХ в напрямках 2 (перпендикулярно напрямку пресування) і 1 (вздовж напрямку пресування), показана на рис.3.20. Цей рисунок відображає рішення третього завдання акустичного експерименту – оцінки величини пружної післядії як функції пористості і п'ятого завдання – відображення відмінності властивостей пресовок і спеченого матеріалу.

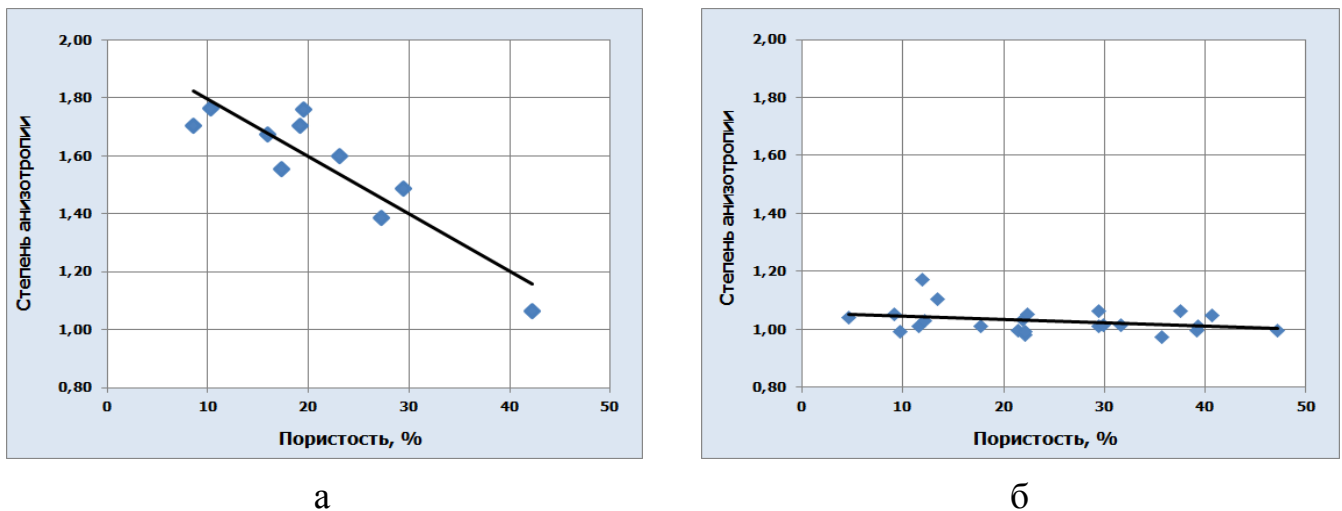


Рисунок 3.20 – Ступінь анізотропії для пресувань (а) і спечених зразків (б) з порошку фракції $-0,63+0,5$ мм

У спеченому матеріалі відсутність відмінності між лініями тренда для поздовжніх ПХ відображає однаковість процесу контактоутворення в різних напрямках і відсутність пружної післядії, що забезпечує ізотропію матеріалу. Отримане співвідношення між лініями тренда за значеннями ШП поздовжньої і поперечної ПХ (приблизно 2,1) характерне для литого титану (див.табл.2.2).

Лінії тренда, отримані для значень ШП ПХ у стрижні на дослідженому інтервалі пористості, показують, що їх крутизна визначається не тільки зміною пористості матеріалу, а відмінність від значень ШП поздовжньої ПХ визначається не тільки якістю контактів між частинками в зразку, але і особливостями формування в зразках неоднорідного АП. Це підтверджує зроблені нами раніше висновки про вплив додаткових факторів, пов'язаних із структурою матеріалу, на ШП ПХ у стрижні і робить перспективним розв'язання першого завдання за допомогою РМ.

Слід зазначити, що в діапазоні пористості 17-18% в окремих пресуваннях для

всіх фракцій порошку відхилення значення ШП поздовжньої ПХ від відповідного значення на лінії тренду досягає 20 і більше % (в інших діапазонах пористості відмінність не перевищує 10 %). Таке збільшення відхилень значень ШП поздовжньої ПХ в певному діапазоні пористості можна трактувати як масову за обсягом зразка зміну виду контактів (наприклад, перехід від закритої пористості до відкритої). Той же діапазон пористості відповідає різкій зміні значень ШП ПХ у стрижні (рис.3.19,в). Цей випадок можна трактувати як різку зміну умов резонансного коливального процесу, обумовлену зміною структури матеріалу, про яке йшла мова (див.п.3.2.3).

Описані результати вказують на можливість вирішення четвертого завдання за допомогою АМ. Для розвитку цієї ідеї був досліджений зв'язок співвідношення ШП поздовжньої ПХ і ПХ у стрижні з коефіцієнтом Пуассона при різних значеннях пористості. Відповідно до [12], у рамках моделі 1 твердого середовища (див.пп.1.3.1.1) існує функціональний зв'язок:

$$\frac{c_s}{c_l} = \sqrt{1 - \frac{2\nu^2}{(1-\nu)}} \quad (3.13)$$

де ν - коефіцієнт Пуассона пористого матеріалу (2.1).

На рис.3.21,а,б нанесені точки, що відповідають відношенню експериментально отриманої ШП ПХ у стрижні до ШП поздовжньої ПХ для трьох напрямків поширення в пресуваннях (а) та спечених зразках (б) з порошку фракції - 0,63+0,5 мм. Прямими лініями показані модельні величини, які відповідають виразу (3.13) для різних значень коефіцієнта Пуассона (0; 0,3; 0,34 і 0,47). На рис.3.21,в,г показані експериментально оцінені за моделлю (3.13) коефіцієнти Пуассона.

Для пресувань можна виділити три характерних діапазони пористості (рис.3.21,а,в). У першому діапазоні ($\theta < 18\%$) співвідношення c_s/c_l відповідає реальним значенням коефіцієнта Пуассона (0,3-0,4) при напрямку поздовжньої ПХ перпендикулярно пресуванню і нереальним (тонована полоса) – вздовж, що вказує на неоднаковість у напрямках, для яких у матеріалі характерний різний стан контактів, впливу паразитних поперечних коливань (див.пр.1.1) на ШП ПХ у стрижні та дає можливість розв'язання четвертого завдання з використанням РМ. У другому діапазоні пористості (18-21%) співвідношення c_s/c_l при напрямку вздовж пресування

поздовжньої ПХ різко зменшується і переходить в область реальних значень коефіцієнта Пуассона ($\sim 0,4$), хоча і залишається відмінним від інших напрямків прозвучування зразка поздовжньою ПХ. При подальшому збільшенні пористості це співвідношення залишається в області реальних значень коефіцієнта Пуассона (0,4-0,45) і зближується для різних напрямків, що пояснюється поступовим зменшенням анізотропії (див.рис.3.20,а). Зміна характеру коливань ПХ у стрижні дозволяє більш наочно виділити межу між зонами формування контактів при пресуванні.

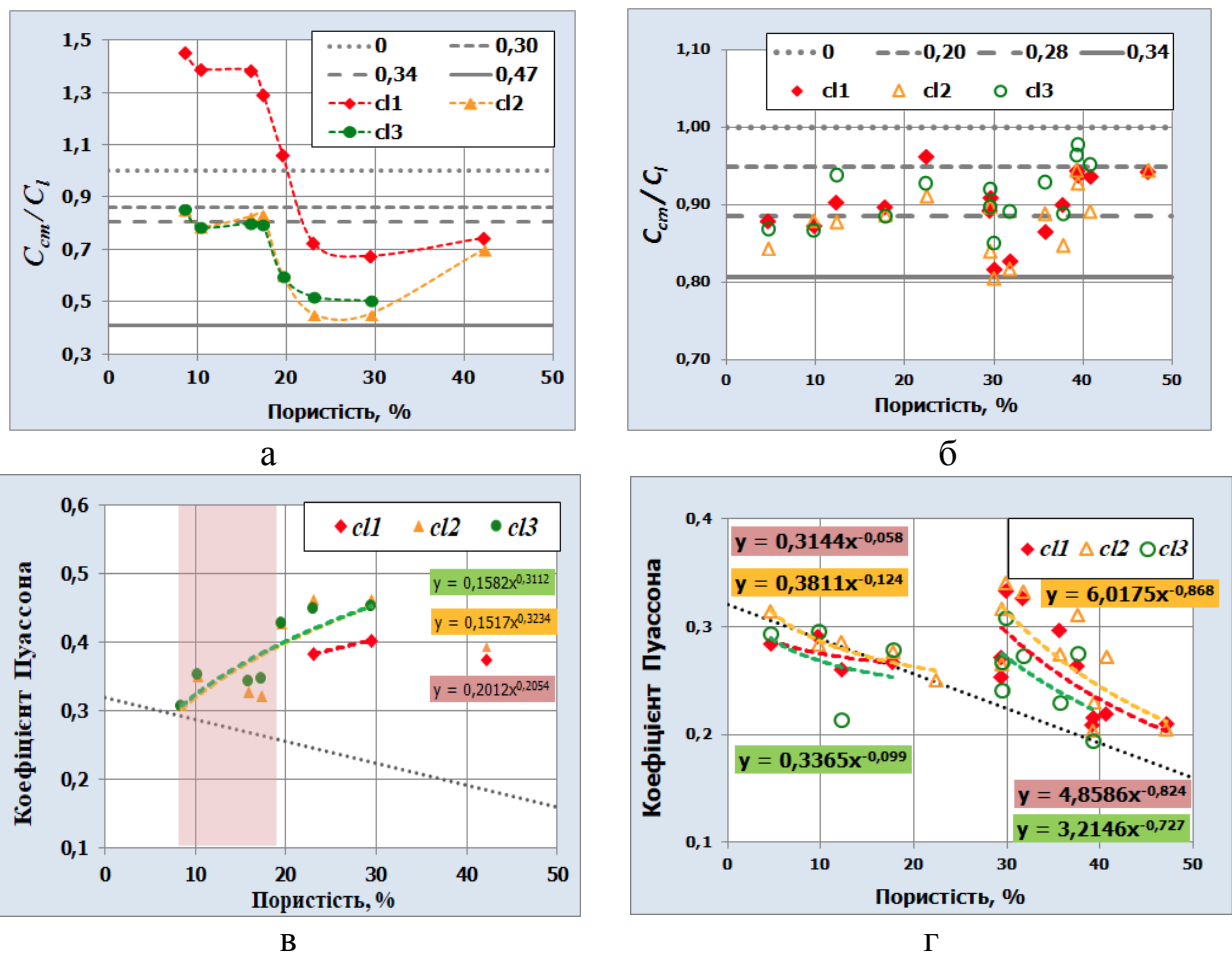


Рисунок 3.21 – Експериментальні залежності c_s/c_l і коефіцієнта Пуассона для пресувань (а, в) і спечених зразків (б, в) від пористості порівняно з $\nu=0,32(1-\theta)$ (.....).

Для спечених зразків також можна виділити три характерних діапазони пористості, при чому, на відміну від пресувань, у всіх діапазонах значення коефіцієнта Пуассона практично не залежать від напрямку прозвучування

поздовжньою ПХ (рис.3.21,б,г). У першому діапазоні ($\theta < 22\%$) співвідношення c_s/c_{II} відповідає реальним значенням коефіцієнта Пуассона ($\sim 0,3$), характерним для литого титану (див.табл.2.2) і зменшується з пористістю за законом $\nu=0,32(1-\theta)$. Другий діапазон пористості (22-29%) – перехідний між першим і третім, коли значення коефіцієнту Пуассона стрибком підвищується до значення $\sim 0,3$. При подальшому збільшенні пористості коефіцієнт Пуассона знову зменшується, але вже за іншим законом. Відзначимо, що перехідні діапазони пористості не збігаються для пресувань і спечених зразків, тобто, можливо, відображають різні фізичні явища. У спечених зразках ця область передбачає перехід від матричної структури матеріалу до каркасної, чи від відкритої пористості до закритої [38].

Таким чином, акустичний експеримент дозволяє вирішити четверте поставлене завдання з відображення перехідних діапазонів при формуванні ПМ, а також, ще раз, підтверджує можливість вирішення п'ятої – виявлення відмінностей у властивостях пресувань і спечених зразків.

Отримані результати показують, що співвідношення c_s/c_{II} може слугувати новим критерієм оцінки зміни структурного стану матеріалу.

Для вирішення другого завдання кожен зразок прозвучували в трьох точках і вимірювали розподіл значень ШП поздовжніх ПХ вздовж довжини зразка. Результати таких вимірювань в спечених зразках наведені на рис. 3.22,а. Розкид отриманих значень для деяких зразків в перехідному діапазоні пористості досягав 12% (рис. 3.22,б) і мав значення приблизно в 2 рази більше в порівнянні з іншими діапазонами пористості, що може бути додатковим критерієм для акустичного виявлення перехідного діапазону пористості, тобто рішення четвертого завдання. Значний розкид значень ШП поздовжніх ПХ вздовж довжини зразка підтверджує можливість вирішення другого завдання за допомогою акустичного експерименту, а наявність самої нерівномірності властивостей добре ілюструє дослідження мікроструктури матеріалу зразків (див.табл.3.8).

Для оцінки можливості вирішення першого завдання досліджені закономірності впливу фракції порошку, з якого виготовлене пресування, на зміну значення ШП поздовжньої ПХ в цьому пресуванні при різній пористості (рис.3.23).

Пористість 20% належить аномальному діапазону пористості, в якому фіксуються особливі властивості матеріалу зразка. Точками нанесені результати вимірювань. Як видно, за винятком аномальної зони пористості, зменшення пористості пресувань з порошку всіх фракцій призводить до природного збільшення ШП ПХ. Перехід від фракції 200 до 300 мкм для всього діапазону пористості в обох напрямках призводить до зростання ШП ПХ, причому найбільше зростання спостерігається для аномальної зони пористості і максимального значення пористості. При переході до фракції 600 мкм ШП ПХ практично не змінюється для всього діапазону пористості, крім аномальної зони пористості, де ця ШП зменшується.

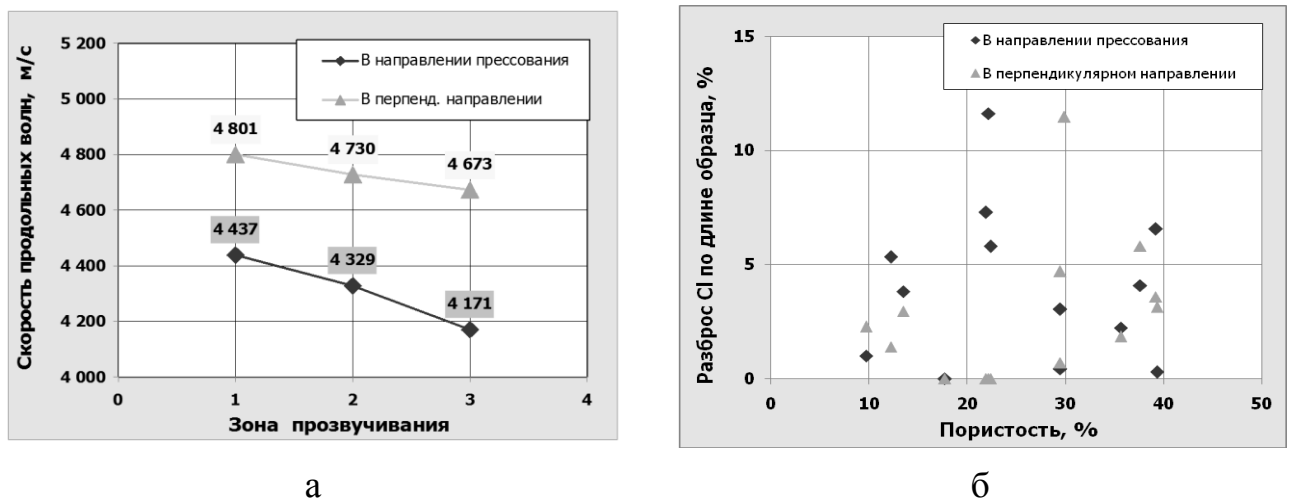


Рисунок 3.22 – Розподіл властивостей вздовж довжини спечених зразків з порошку фракції -0,63 + 0,5 мм

Інший спосіб оцінки впливу структури на результати вимірювань показаний на рис.3.24, де приведена залежність ШП поздовжніх ПХ в двох напрямках для фракції -063+05. Для деяких зразків характерне збільшення ШП ПХ при збільшенні пористості. На рисунку показані фото структури бічної грані зразків і відповідний розподіл яскравості у вигляді тривимірної діаграми, отриманий за допомогою програми ImageJ.

Таким чином, для вирішення першого завдання намічені певні тенденції, однак для обґрунтованих тверджень бажано отримати дані не тільки для трьох фракцій та не тільки ІМ, але й резонансним, який дає передумови більшої чутливості до цього фактору впливу. Наведені на рис.3.23 результати також можна

використовувати для вирішення четвертого завдання.

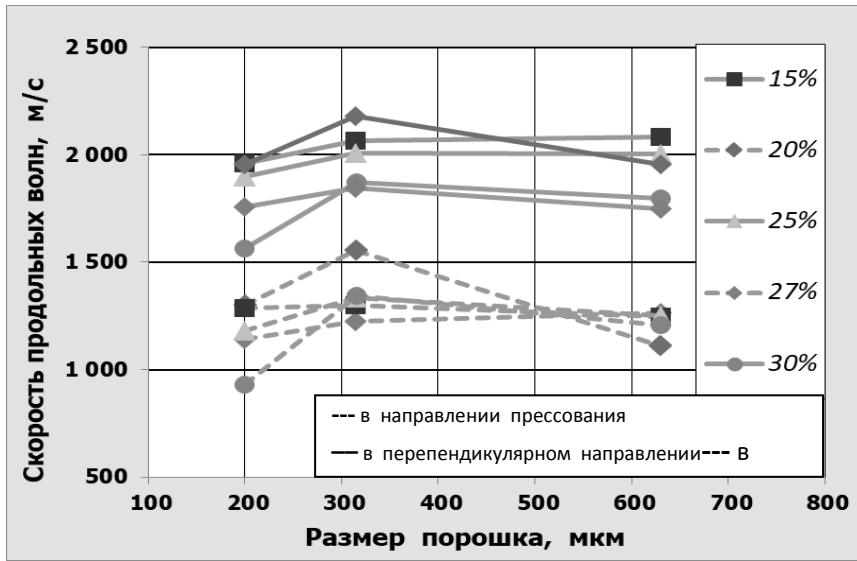


Рисунок 3.23 – Залежність швидкості поширення поздовжньої пружної хвилі в пресуваннях різної пористості в залежності від розмірів частинок вихідного порошку

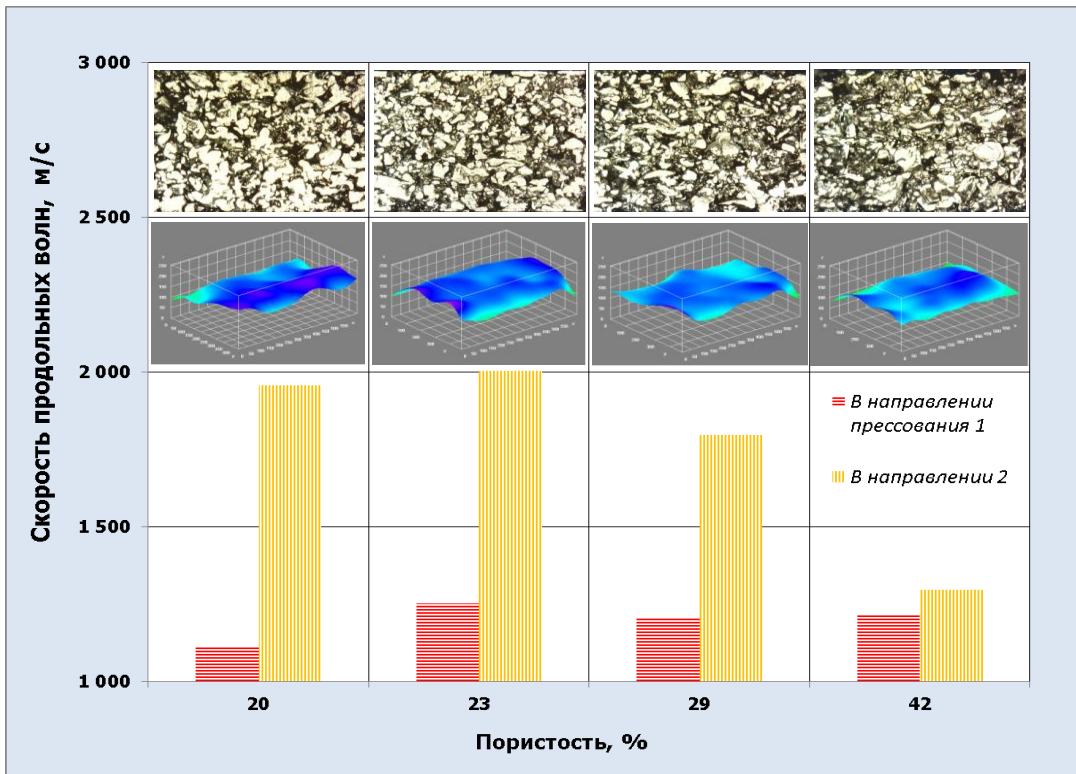


Рисунок 3.24 – Вплив структури зразків на результати вимірювань

У результаті досліджень у цьому пр показано, що адаптація експерименту з

комплексного вимірювання ШП поздовжньої й поперечної ПХ та ПХ стрижні до особливостей досліджуваного матеріалу і завдань контролю, що вирішуються, а також врахування особливостей формування АП при збудженні різних коливань в матеріалі, дозволяють підвищити інформативність використовуваних методів і їх чутливість до особливостей процесу структуроутворення ПМ. Запропоновано новий критерій оцінки зміни структурного стану матеріалу.

Встановлено, що ШП об'ємних ПХ і ПХ у стрижні по-різному відображають особливості процесів компактування і контактоутворення ПМ, пов'язаних з їх стадійністю, анізотропією, нерівномірністю властивостей за об'ємом, розміром вихідних порошків. При цьому, якщо значення ШП об'ємних ПХ функціонально пов'язані з пружним станом ПМ і можуть бути самостійно використані для отримання адекватної інформації про МП ПС, то для ПХ у стрижні цей зв'язок маскується паразитними поперечними коливаннями, не дає можливості давати вірогідні оцінки МП РМ, але цей метод може бути використаний як додатковий для підвищення інформативності вимірювань.

Перспективним для подальших досліджень є накопичення масиву експериментальних результатів і детальний їх регресійний і кореляційний аналіз для встановлення нового емпіричного зв'язку параметрів АП з особливостями формування ПМ.

Отримані результати можуть бути використані при відпрацюванні технології створення нових ПМ і контролю за процесом їх створення на різних стадіях технологічного процесу.

3.4 Зауваження щодо використання акустичних полів при дослідженні процесів контактоутворення в багатокомпонентних матеріалах

Проведені у попередніх підрозділах дослідження дають можливість наголосити на наступному.

По-перше. Проблема досить складна та має неоднозначне тлумачення отриманих результатів різними авторами.

По-друге. У попередньому п. показано, що при наявності адаптування до особливостей будови матеріалу при коректній постановці акустичного експерименту параметри АП чутливі до процесу контактоутворення ПМ.

По-третьє. ІМ і РМ по-різному відображають процеси контактоутворення і потребують різної постановки акустичного експерименту.

По-четверте. При використанні АП більш доцільно у якості критеріїв процесу контактоутворення застосовувати не динамічні МП, а самі параметри ПХ, наприклад, ШП чи КЗ, які є структурно чутливими фізичними властивостями матеріалу і тому відображають особливості його структури. При переході до динамічних МП необхідно застосовувати моделі зв'язку спочатку акустичних характеристик з МП і тільки потім МП з досліджуваною властивістю матеріалу, що може привести до додаткових неправомірних припущень і, як наслідок, можливих некоректних результатів.

По-п'яте. При дослідженні неоднорідних середовищ, перехід до ефективних значень при використанні АП потребує особливо чіткого моделювання (див.п.1.3.1) експерименту з елементами адаптування, у першу чергу, вибору частоти досліджень, для кожного діапазону якої можливі свої відображення досліджуваного середовища, у тому числі процесів структуроутворення, і використання відповідного комплексу діагностичних параметрів [44,122].

Шосте, головне. У пр.3.3 комплексне дослідження модельного ПМ методами з підвищеною інформативністю дозволило отримати якісно нову інформацію про закономірності зміни ШП поздовжньої, поперечної ПХ та ПХ у стрижні як функції параметрів структури в пресуваннях на основі порошку титана. Показано, що анізотропія ПМ в умовах двостороннього пресування свідчить про наявність недосконалих контактів, які після зняття навантаження пресування в наслідок пружної післядії виявляють себе по-різному у різних напрямках. Це добре відображають результати, отримані ІМ, а РМ можуть слугувати як додаткові.

3.5 Висновки до розділу 3

1. В результаті досліджень встановлено, що на вимірняну експериментально

величину динамічного модуля пружності впливають не тільки вихідні компоненти матеріалу, особливості його структури і технології отримання, а також метод вимірювань і геометрія зразка, які не є ні властивостями матеріалу, ні особливостями формування його структури. Для імпульсних методів методологічними підходами їхній вплив на результати вимірювань може бути виключений. Для резонансних методів існує додатковий фактор впливу, який не може бути усунений методологічними підходами, особливо для гетерогенних матеріалів, при наявності анізотропії властивостей, великому коефіцієнті Пуассона, – наявність паразитних поперечних коливань. Тому цей метод не може забезпечити вірогідно оцінку модулів пружності багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів.

2. 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.

3. 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.

4. На прикладі модельного матеріалу (порошкового титану) експериментально відпрацьовані запропоновані 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, і показано, що в результаті їх використання отримана якісно нова інформація і підвищена інформативність акустичних полів. Так зазначено, що ШП об'ємних ПХ і ПХ у стрижні по-різному відображають особливості процесів компактування і контактоутворення порошкових матеріалів, пов'язані з їх стадійністю, анізотропією, нерівномірністю за об'ємом, впливу вихідних компонентів. Запропоновано новий критерій оцінки стану структури порошкових пресувань та спеченого матеріалу. 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 стану структури 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 пресувань і спеченого матеріалу від закритої до відкритої пористості проходить при різних значеннях пористості.

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

Основні результати, викладені в розділі, опубліковані в роботах [105,114,117,120,121,122].

4 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ ХАРАКТЕРИСТИК БАГАТОКОМПОНЕНТНИХ ПОРОШКОВИХ І КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ

У р. 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.

Методологія, наведена у р.1 і допрацьована у р.3, дослідження особливостей використання АМ при визначенні характеристик БК ПіКМ дали можливість вискоєфективно використовувати динамічні методи для відпрацювання технології створення БК ПіКМ із складною структурою.

4.1 Багатокомпонентні порошкові матеріали

У даному пр під БК ПМ розумілися такі, у яких до вихідної суміші порошків входило принаймні дві різні тверді фази. Третьою фазою тоді є пор.

4.1.1 Дослідження закономірностей формування характеристик пружності композитів на основі фаз високого тиску вуглецю та нітриду бору

Композити на основі фаз високого тиску вуглецю і нітриду бору є перспективними матеріалами, які можуть бути ефективно використані як інструмент для обробки широкої гамми сталей, сплавів, нерудних матеріалів [135]. При їх створенні на основі сучасних порошкових технологій, як і для інших аналогічних матеріалів, виникає необхідність відпрацювання особливостей технологічного процесу за допомогою методів НК [36], серед яких акустичні є високо інформативними і дозволяють зіставляти різні варіанти нових матеріалів за критерієм пружності [58]. Забезпечення якісних результатів дослідження для

такого матеріалу зі складною внутрішньою структурою досягається за рахунок адаптації вимірювального експерименту до особливостей об'єкту дослідження і завдання, яке вирішується відносно нього [114].

Метою даного п. є вивчення за допомогою АМ НК МП і відпрацювання технологічного процесу створення композитів на основі фаз високого тиску вуглецю і нітриду бору. Враховуючи складність об'єкта контролю і слабку відтворюваність результатів технологічного процесу створення зразків матеріалу, для адаптації вимірювального акустичного експерименту до цих особливостей використовуватимемо запропоновану нами методологію, а саме вирішимо взаємозв'язаний ланцюжок завдань (див.пр.3.3): аналіз об'єкту дослідження (особливостей структури матеріалу і закономірностей формування АП у зразку з вибором, в результаті, можливих методів контролю) – розробка моделі вимірювального експерименту шляхом виявлення зв'язку між вимірюваними в процесі експерименту параметрами і МП матеріалу з використанням постановочного експерименту і моделювання (структурного, акустичного, математичного) – проведення вимірювального експерименту – перевірка результатів досліджень на відповідність вже відомим уявленням.

4.1.1.1 Аналіз об'єкта дослідження

Дослідження проводили на зразках у формі таблеток діаметром 7...9 і висотою 2,5...2,9 мм (рис.2.5,б). Матеріал отримували спіканням під тиском при різних температурах і тривалості суміші порошку нітриду бору (95) і алмазного порошку (5 %) динамічного (з розмірами 4...10) або статичного (40...150 нм) синтезу.

Спечений композит мав складну структуру, залежну від параметрів технологічного режиму (рис.4.1). Розміри частинок нітриду бору складали 50- - 100 нм. У структурі спостерігалися фрагментовані прошарки як перехідна зона до деформованої області зерна алмазу. На рівні мікроструктури таких зразків спостерігалося розростання зерна, в яких, а також в їх оточенні, ідентифікувався вуглець. Наявність меж сполук і міжфазних прошарків свідчить про виникнення

твердого розчину вуглецю в сфалеритному нітриді бору, що забезпечує композиту твердість і щільність, які наближаються до натурального алмазу і вказують на широкі можливості застосування матеріалу в якості інструмента.

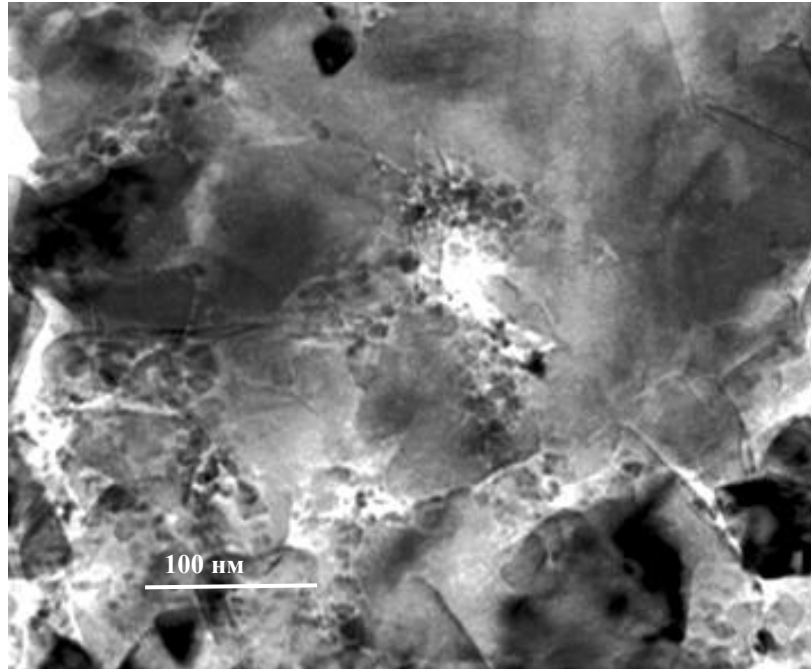


Рисунок 4.1 – Мікроструктура спеченого композиту на основі фаз високого тиску вуглецю та нітриду бору (наданий Волкогоном)

4.1.1.2 Розробка моделі вимірювального експерименту

У зразках такої форми і розмірів МП можуть бути визначені ІМ. Частоти f для використання ІМ визначаються розмірами зразка і найбільшого елемента внутрішньої структури матеріалу (див. пр.3.3), які для нашого випадку складають: $20 \text{ ГГц} > f > 4 \text{ МГц}$.

Для виявлення зв'язку між вимірюваними в процесі експерименту параметрами і МП був проведений постановочний експеримент, який полягав у встановленні ступеня анізотропії матеріалу. Для цього вибірково в деяких зразках на частоті 5 МГц методом радіоімпульсу з дискретною затримкою [5] були проведені вимірювання ШП поздовжньої ПХ c_1 у напрямі пресування і перпендикулярному йому (див. рис.2.5, б). Результати експерименту наведено на рис.4.2.

Як видно з рисунка, відмінності ШП ПХ в двох напрямках перевищують

похибки вимірювань для всіх зразків. Слід зазначити, що ці відмінності не для всіх зразків істотні. Тому для вимірювального експерименту прийнято дві гіпотези про анізотропію матеріалу, яким відповідають моделі моделі 2 і 4 (див.п.1.3.1).

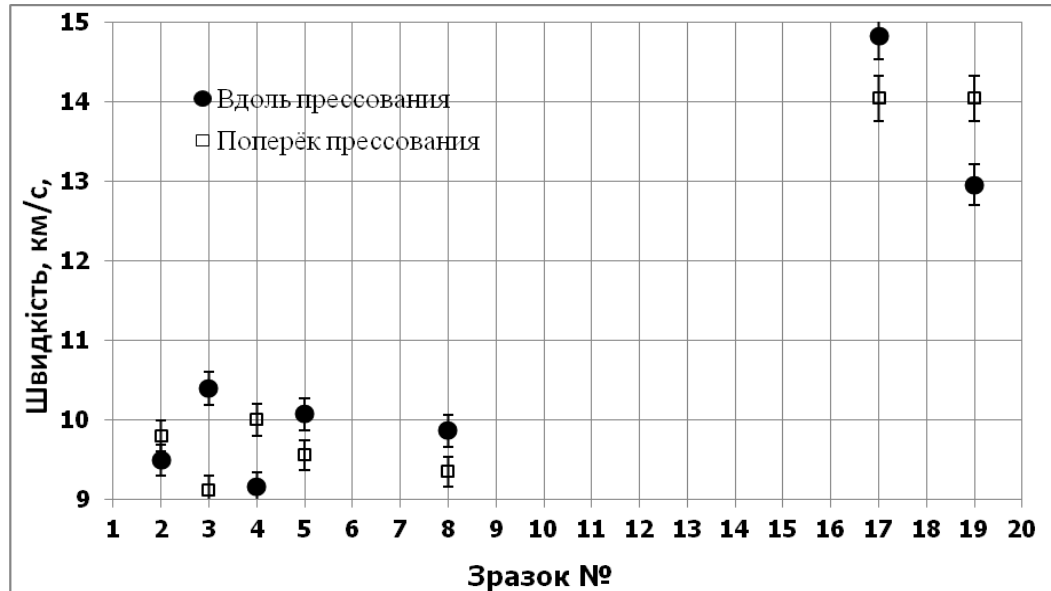


Рисунок 4.2 – Результати вимірювання швидкості поширення пружної хвилі у різних напрямках

Відповідно до першої гіпотези матеріал описують якою парою ефективних МП, які визначають (1.6) за двома вимірними ШП об'ємних ПХ (див. пункт 1.5.1).

Відповідно до другої гіпотези матеріал описують п'ятьма ефективними ПС, зокрема для напрямку пресування:

$$C_{33} = c_1^2 \rho \quad C_{44} = c_1^2 \rho \quad (4.1)$$

Для напрямку, перпендикулярному пресуванню, отримання на досліджуваних зразках коректних експериментальних значень ПС проблематичне.

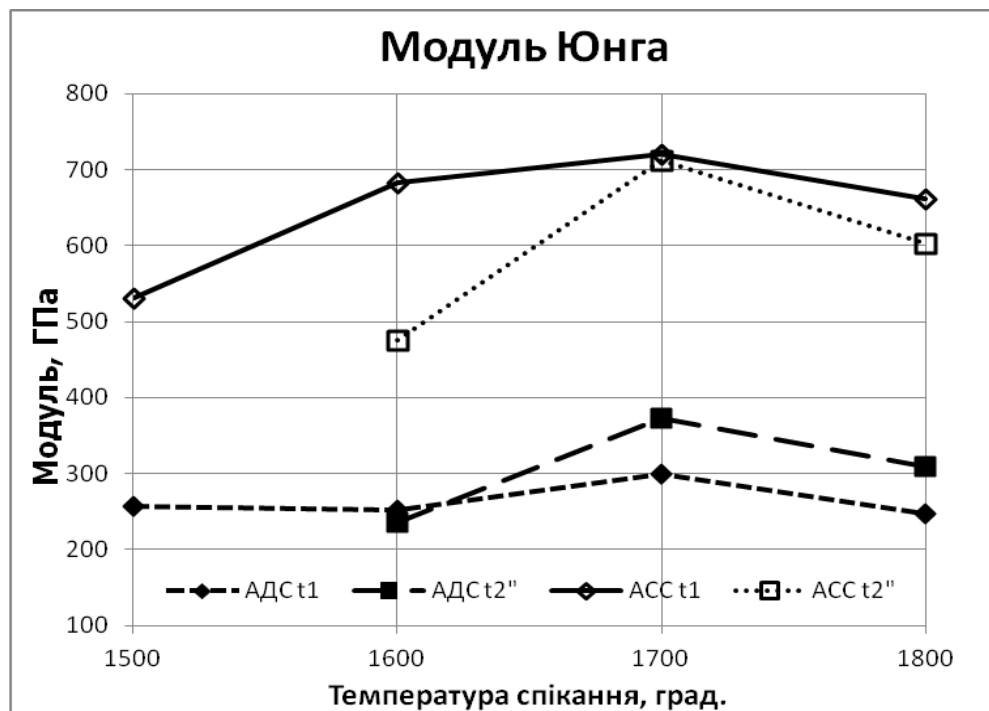
4.1.1.3 Вимірювальний експеримент

Визначення ПС проводили за результатами вимірювання ІМ ШП поздовжніх і поперечних ПХ, параметри збудження яких вибирали з урахуванням розмірів елементів структури і зразків (див. пр.3.3). ШП ПХ визначали за часом наскрізного проходження пружним імпульсом скрізь досліджуваний зразок [51]. Вимірювання

часу поширення проводили на частоті 5 МГц методом радіоімпульсу з дискретною затримкою [5]. ШП ПХ (поздовжньої або поперечної) визначали за формулою (2.5).

Похибка визначення ШП ПХ в досліджуваних зразках не перевищувала 2 % для поздовжньої ПХі. Для поперечної ПХ частота вимірювань лежала поза діапазоном, що рекомендувався (р.3.3), і, відповідно, результати вимірювань виявилися некоректними. Тому, в рамках першої гіпотези для МП прийняли рекомендоване [136] значення коефіцієнта Пуассона $\nu=0,13$, не залежне від технології і складу матеріалу. При цьому похибка вимірювання ПС склала 4 %.

Результати визначення МП, розрахованого за першою гіпотезою, наведені на рис.4.3, а ПС за другою – на рис.4.4.



У легенді наведено: АДС – алмаз динамічного синтезу, АСС – алмаз статичного синтезу; тривалість спікання $t_1=60$, $t_2=120$ с.

Рисунок 4.3 – Залежності модуля пружності, розрахованого за першою гіпотезою, від режимів спікання і складу матеріалу

З цих рисунків видно наступне:

– МП, отримані за обома гіпотезами, дали якісно однакові залежності.

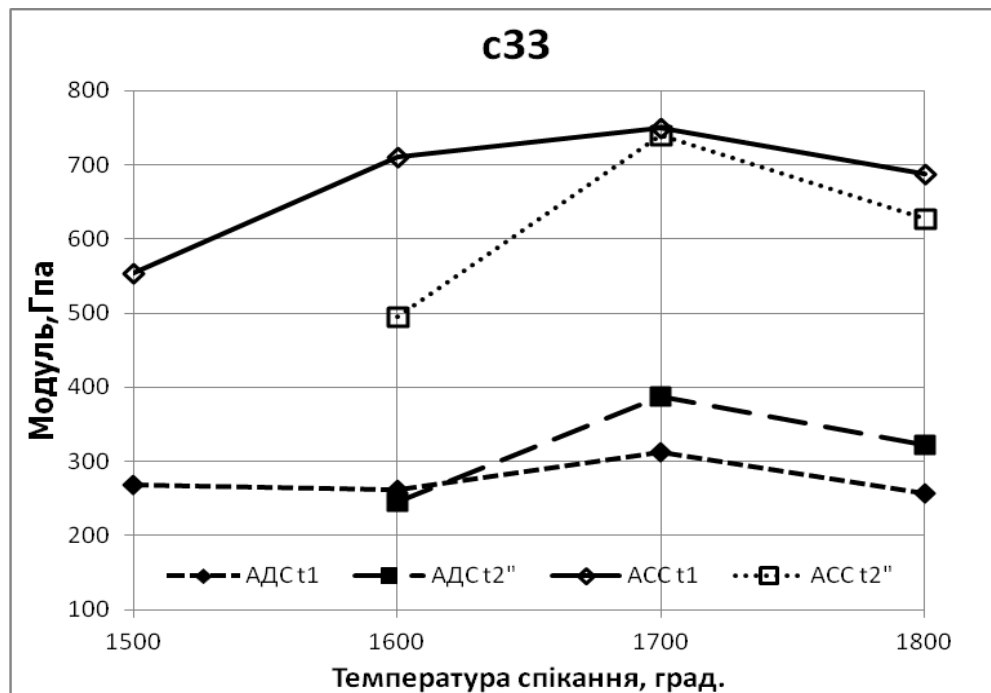
Отримані результати відрізняються тільки абсолютними значеннями E і ϵ_{33} . Ця

відмінність складає 4 %. Тому оцінка модуля Юнга для досліджуваного матеріалу може бути проведена за спрощеним алгоритмом (1.6);

– композит на основі алмазів статичного синтезу має МП у двічі вищі, ніж на основі динамічного синтезу;

– всі залежності від температури спікання мають максимум при 1700 °С;

– закономірності впливу часу спікання чітко не визначилися.



У легенді наведено: АДС – алмаз динамічного синтезу, АСС – алмаз статичного синтезу; тривалість спікання $t_1=60$, $t_2=120$ с.

Рисунок 4.4 – Залежності пружної сталості, розрахованої за другою гіпотезою, від режимів спікання і складу матеріалу

Для перевірки результатів досліджень на відповідність відомим [38] уявленням про формування ефективних властивостей гетерофазної системи на підставі довідкових даних [21, 22] для вюрцитного і сфалеритного нітриду бору, графіту, вюрцитного і сфалеритного вуглецю, які можуть бути присутні в композиті залежно від режиму спікання, розраховані різні варіанти "вилки" Хашина-Штрикмана [38], яка характеризує граничні значення фізичної властивості багатофазної суміші. Отриманий результат показує, що для даної суміші модуль

Юнга повинен знаходитися в межах $804 \leq E \leq 881$ ГПа. Нижчі значення модуля Юнга, можна пояснити наступними причинами:

- у довіднику [21] для нітриду бору наведені наближені розрахункові значення, визначені за іншими фізичними постійними;
- у наших розрахунках не врахована пористість матеріалу, яка може істотно знизити отримані значення;
- у композиті можуть бути присутні інші фази.

МП композитів на основі фаз високого тиску вуглецю і нітриду бору, визначені за результатами вимірювань ШП ПХ, чутливі до складу матеріалу (алмаз динамічного або статичного синтезу) і особливостей технологічного процесу (температура і тривалість спікання).

Адаптовані до особливостей дослідженого об'єкту і завдання, яке вирішується, АМ НК можуть бути ефективно використані для відпрацювання за критерієм пружності матеріалу складу і технології виготовлення композитів на основі фаз високого тиску вуглецю і нітриду бору навіть в умовах малих об'ємів досліджуваного матеріалу.

4.1.2 Постадійний контроль процесу формування структури псевдосплавів Fe-Cu-Mo

У р. представлені результати дослідження процесу формування псевдосплавів на основі системи Fe-Cu-Mo при різних технологічних режимах. Дослідження проведені за такою методологією: аналіз зразків матеріалу як об'єкта акустичного контролю, акустичне моделювання, вимір акустичних характеристик, визначення МП, порівняльний аналіз теоретичних і експериментальних результатів.

Зразки матеріалу (див.п.п.2.1.2.1) являли собою шайби висотою $\sim 3,5$ мм з усіченою стороною (медіана ~ 9 мм) (див.рис.1.1,б). На рис.4.5 приведена мікроструктура зразків ну після спікання 8 год. Неоднорідність середовища на мезорівні обумовлена наявністю трьох вихідних фаз: Fe-Cu-Mo з розміром частинок не більше 5 мкм та пористістю (табл.2.3). Врахування цих величин (див.п.3.2.2) дозволило на частотах менше 5 МГц вважати матеріал квазіоднорідним (див.п.1.3.1).

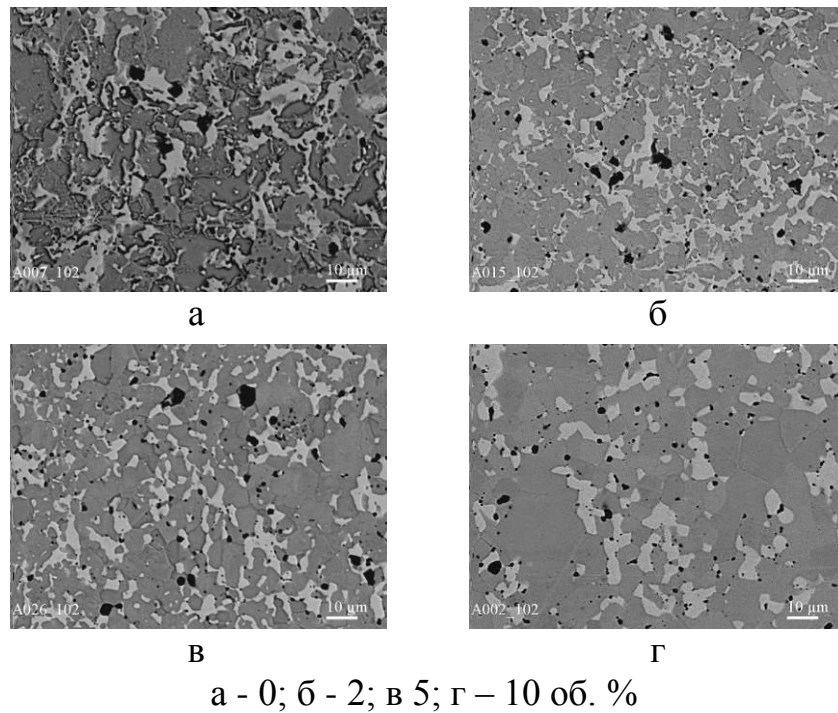


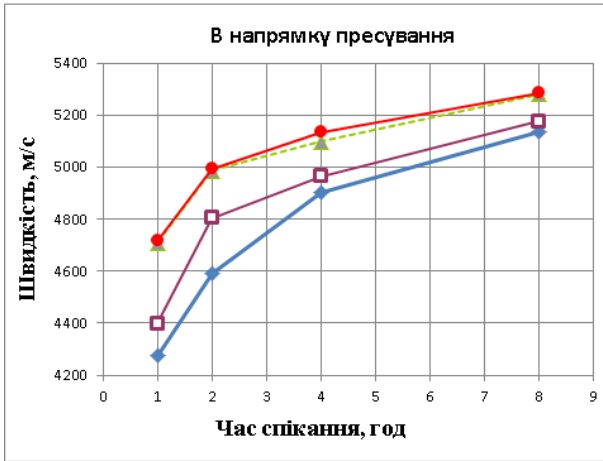
Рисунок 4.5 – Фото мікроструктури композитів з різним вмістом молібдену (надана Гетьман О.І.)

Для постановки вимірювального експерименту та теоретичного аналізу за основу було взято модель 2 (1.4) неоднорідного статистично ізотропного ідеально лінійно пружного твердого тіла (див.пп.1.3.1.2). Оскільки при формуванні матеріалу мало місце пресування, то додатково розглядали модель 4 (1.5) трансверсально-ізотропного середовища (див.пп.1.3.1.4).

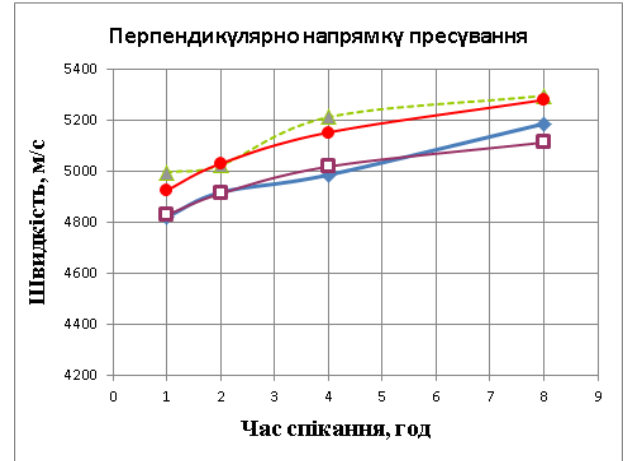
Для отримання відповідних моделям акустичних характеристик матеріалу був використаний ІМ прозвучування зразків у напрямках пресування і перпендикулярному йому (див.рис.1.1,б). Визначення ШП поздовжньої ПХ проводили ІМ за методикою (див. п.2.2.1) на частоті 5 МГц. Похибка вимірювання не перевищувала 1 % у напрямку пресування і 2 – у перпендикулярному. Результати вимірювань наведені на рис. 4.6. З рис. видно, що:

- ШП ПХ зростає зі збільшенням часу спікання, як в напрямку пресування, так і протилежному, при всіх досліджених концентраціях порошку молібдену;

- підвищення концентрації порошку молібдену до 5 % призводить до зростання ШП ПХ, але при подальшому підвищенні не впливає на її величину для любого часу спікання в обох напрямках.



а



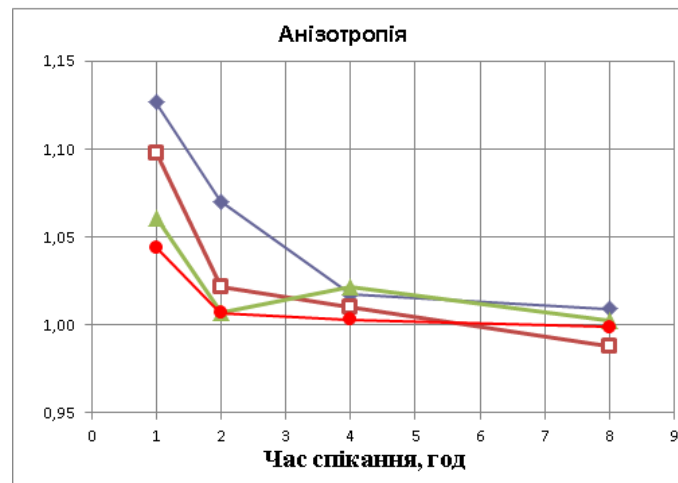
б

◆ – 0; □ – 2; ▲ – 5; ● – 10 %

Рисунок 4.6 – Експериментальні залежності швидкості поширення поздовжньої пружної хвилі від часу спікання для різної концентрації молібдену

За результатами вимірювань розраховано ступінь анізотропії матеріалу як відношення величин ШП ПХ у напрямку пресування і протилежному [137] (рис.4.7) та в обох напрямках – ПС матеріалу за формулою:

$$c_{11} = \rho c^2, \quad (4.2)$$



◆ – 0; □ – 2; ▲ – 5; ● – 10 %

Рисунок 4.7 – Залежності анізотропії швидкості поширення поздовжньої пружної хвилі від часу спікання для різної концентрації молібдену

З рис. 4.7 видно, що:

– анізотропія ШП ПХ у досліджених зразках при 1 годині спікання не перевищує величину 1,15, причому, при збільшенні концентрації молібдену, зменшується до 1,05;

– при збільшенні часу спікання вона практично відсутня у зразках з молібденом вже при 2 годинах спікання, а після 4 годин – в усіх зразках.

Концентрація молібдену впливає на ПС для любого часу спікання (рис.4.8).

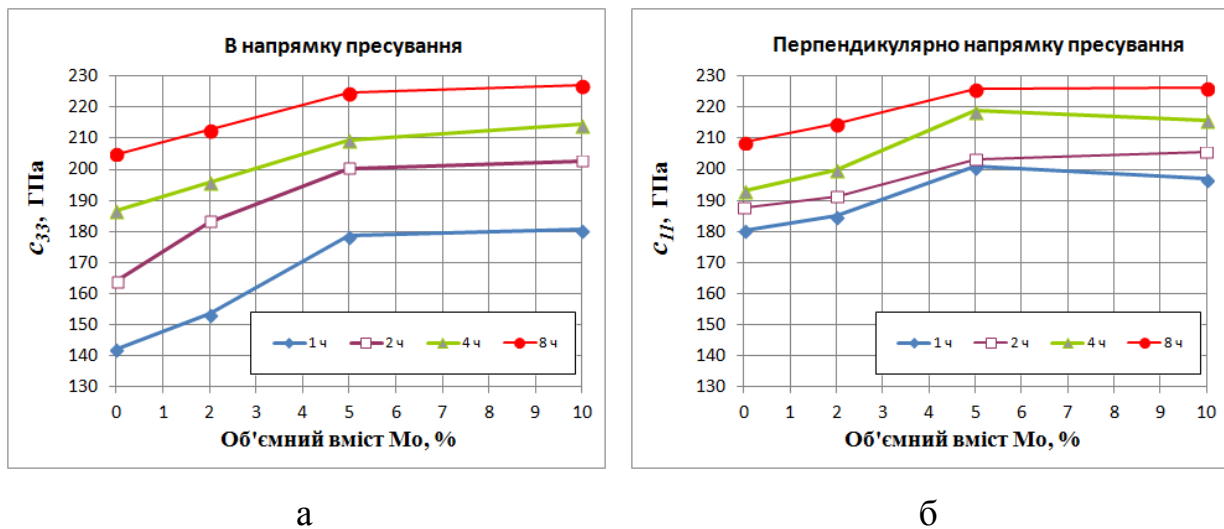
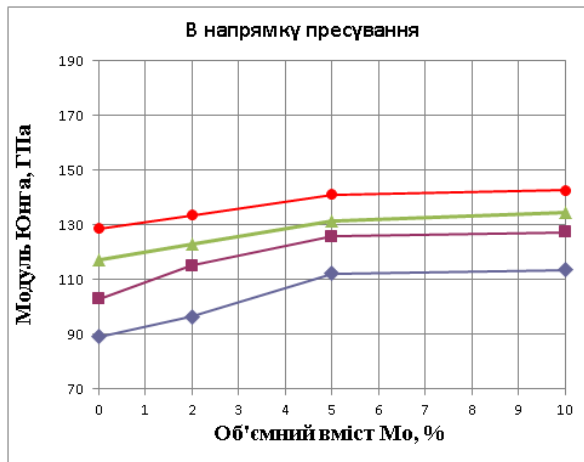


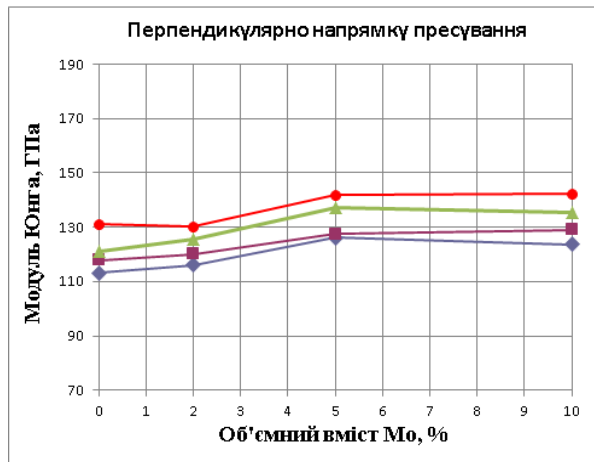
Рисунок 4.8 – Залежності пружних сталей в різних напрямках від концентрації молібдену для різного часу спікання

Для визначення МП був врахований коефіцієнт Пуассона. Його значення для вихідних матеріалів мало відрізняються від 0,3 [22], тому використання цього значення приведе до незначної похибки при оцінці МП. Отримані значення МП матеріалу (рис.4.9), на відміну від попередньої задачі, суттєво (до 30 %) менші, ніж ПС (рис.4.8), що пов'язано з більш високим значенням ν . Порівняння отриманих експериментально результатів з теоретичними розрахунками за моделлю Хашина–Штрикмана наведено на рис.4.10. З рис.4.10 видно, що:

– з підвищенням часу спікання експериментальні значення МП в обох напрямках для всіх концентрацій молібдену зростають, наближуючись до теоретичних. Це свідчить, що зростання часу спікання поліпшує якість контактів між частинками;



а

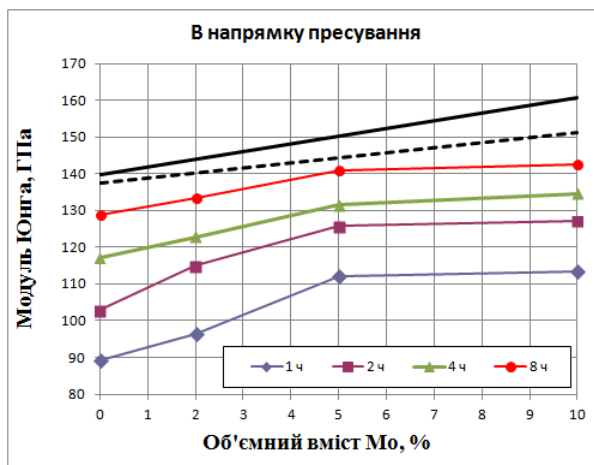


б

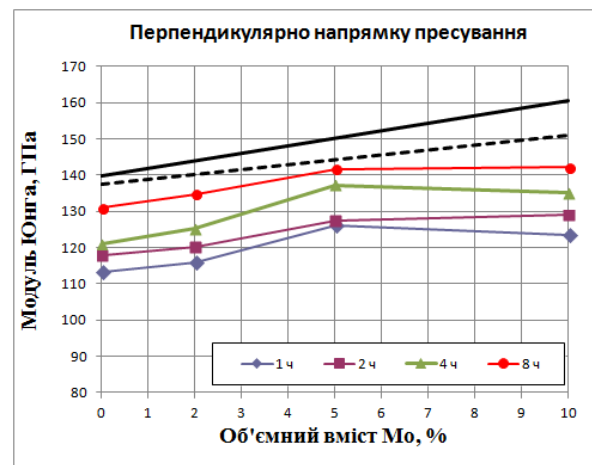
◆ – 1; ■ – 2; ▲ – 4; ● – 8 год

Рисунок 4.9 – Залежності модуля пружності зразків у різних напрямках від концентрації молибдену для різного часу спікання

– МП залишається нижче теоретичної оцінки за Хашином-Штрикманом, очевидно, через ефекти на границях;



а



б

для різного часу спікання: ◆ – 1; ■ – 2; ▲ – 4; ● – 8;

теоретичні залежності: — — за Хашином; - - - за Штрикманом

Рисунок 4.10 – Експериментальні та теоретичні залежності модуля пружності зразків у різних напрямках від концентрації молибдену

– після 4 год. спікання матеріал стає ізотропним;

– МП зростає з концентрацією Mo тільки до вмісту 5 %, що можна пояснити перерозподілом фаз (рис.4.5, г)

Таким чином, показано, що коректна постановка акустичних досліджень дозволяє ефективно використовувати УЗ методи для відпрацювання технології формування БК ПМ.

4.1.3 Постадійний ультразвуковий контроль властивостей багатокомпонентного порошкового матеріалу на основі Ni

Розглянуто задачу постадійного контролю властивостей матеріалу на основі порошків Ni-Cr-Al-Y₂O₃ за результатами вимірювань ШП ПХ. Задача виникає в при відпрацюванні технології створення нових ПМ. Адекватне відображення динаміки зміни властивостей матеріалу з використанням УЗ методів ускладнене зміною умов вимірювання від стадії до стадії і тому потребує поетапної адаптації методів НК до цих змін. Розв'язання такої задачі не описано у літературі. Для її розв'язання нами використано методологія (див.п.3.2.2).

В цій роботі методологію було застосовано для постадійного УЗ контролю динаміки змін властивостей матеріалу на основі порошків Ni-Cr-Al-Y₂O₃. У нашому випадку методологія полягала в розв'язанні наступних послідовних операцій: аналіз особливостей об'єкта контролю на різних стадіях формування матеріалу; аналіз закономірностей формування й зміни АП у зразках на різних стадіях впливу на матеріал; постановка акустичного експерименту; досліджено динаміку змін різних ШП ПХ в процесі формування матеріалу.

4.1.3.1 Аналіз об'єкта контролю

Для досліджень шляхом спікання при температурі 1250 °С й охолодження з піччю в вакуумі були отримані з порошків Ni-Cr-Al-Y₂O₃ зразки у вигляді стрижнів з прямокутним перетином (рис. 2.1,а) двох составів матеріалу (табл.4.1). Аналіз розмірів зразка (табл.4.1) показав, що вони змінюються по ширині в межах 2, а по висоті – 6 %.

Для відпрацювання технології виготовлення матеріалу в подальшому зразки послідовно відпалювали при температурах 800, 900, 1000 та 1200 °С, прокатували

(зразок 1 на 19,6, а зразок 2 – 13 %) і знов відпалювали при температурах 600, 800, 1000 та 1250 °С (табл.4.2). Мікроструктура зразків до і після прокатки (рис. 4.12).

Таблиця 4.1 – Розміри зразків для досліджень

Склад №	Розміри, мм						
	Довжина, l	Ширина, b			Висота, h		
		Край1	Центр	Край2	Край1	Центр	Край2
1	49,65	8,32	8,27	8,32	4,58	4,46	4,27
2	49,15	9,6	9,71	9,74	4,53	4,48	4,35

Таблиця 4.2 - Стадії впливу на зразки та їхні наслідки

Стадія №	Технологічний процес		Зміни, %	
	Відпал, °С	Прокатка, %	Розміри	Властивості
1	Вихідні характеристики		Табл.4.1	Вихідні
2	800	-	-	-
3	900	-	-	-
4	1000	-	-	-
5	1100	-	-	-
6	1200	-	-	-
7	-	19,6/13,2	-25/20; +9/10	≤10
8	600	-	-	≤2
9	800	-	-	≤2
10	1000	-	-	≤4
11	1250	-	-	≤6

4.1.3.2 Аналіз особливостей формування акустичних полів та постановка акустичного експерименту

Після кожної стадії впливу на матеріал на базі апаратного комплексу для прецизійних акустичних вимірювань (див.п.2.2.1) зразки досліджували ІМ та РМ. Для отримання комплексної інформації про матеріал зразки прозвучували у різних напрямках (рис.2.5,а) різними ПХ: за довжиною вимірювали ШП поздовжньої ПХ,

ПХ в стрижні та нормальної симетричної ПХ; за шириною – ШП поздовжньої ПХ; за висотою – ШП поздовжньої та поперечної ПХ. Для отримання інформації про якість технологічної операції зразки за висотою та товщиною додатково прозвучували в трьох місцях довжини (рис. 2.5,а).

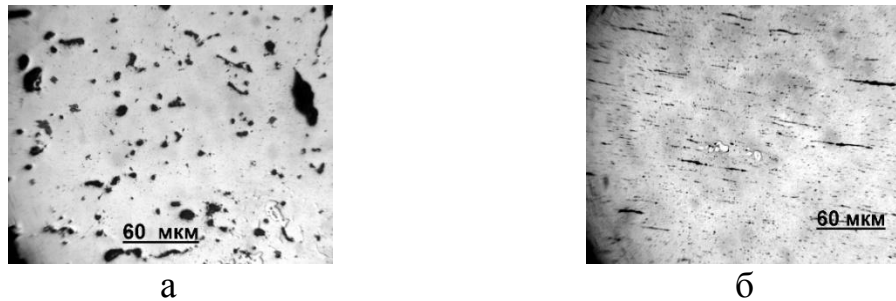


Рисунок 4.11 – Мікроструктура спеченого дисперсно-зміцненого ніхрому до (а) та після прокатки з 20 % обтисненням (б)

Розміри зразків після прокатки наведені в табл.4.3.

Таблиця 4.3 - Розміри зразків після прокатки

Склад №	Розміри, мм						
	Довжина, l	Ширина, b			Висота, h		
		Край1	Центр	Край2	Край1	Центр	Край2
1	54,60	9,02	8,95	9,06	3,58	3,62	3,57
2	52,80	10,60	10,2	10,25	3,91	3,88	3,82

АП у кожному напрямку мають свої особливості, обумовлені властивостями матеріалу та геометрією зразків (рис.4.12). Ці особливості можуть змінюватися від стадії до стадії (рис.4.12,в,г). Тому для забезпечення коректних результатів вимірювання та підвищення інформативності результатів при використанні ІМ у кожному випадку були розроблені оригінальні методики вимірювань, пов'язані з вибором виду зондувального сигналу і його параметрів, а саме, періоду слідування, тривалістю й частотою заповнення, та обробкою прийнятих сигналів. Ці методики адаптовані до особливостей формування АП для певного виду ПХ за певним напрямом з урахуванням особливостей структури матеріалу [138].

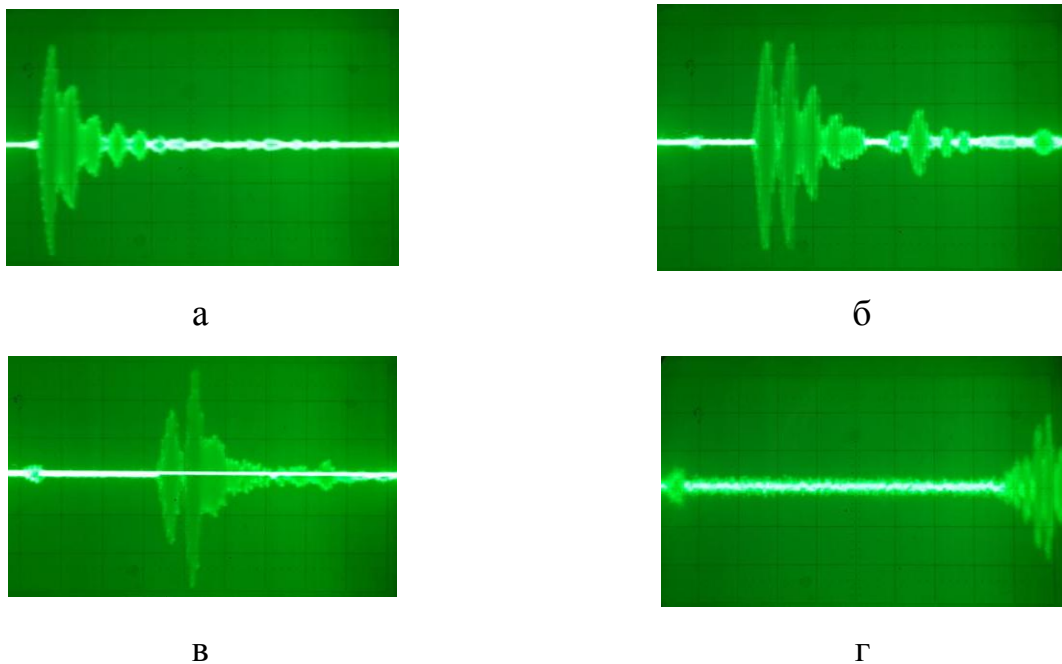


Рисунок 4.12 – Осцилограми акустичних полів у зразках за різними напрямками:
а – за товщиною; б – за шириною; в – за довжиною до і г – після прокатки

Час поширення ПХ вимірювали з похибкою не більше 0,5 %. ШП ПХ розраховували за формулою (2.5).

4.1.3.3 Результати вимірювання та їх аналіз

Результати вимірювання у вигляді залежності відповідної ШП ПХ від стадії впливу на зразок наведені на рис.4.13 та 4.14. У легенді до рисунків зазначені напрями вимірювань відповідно до рис.2.5,а та вид ПХ, яку було використано для цих вимірювань. З рис.4.13 та 4.14 видно, що наведені залежності не мають принципових відмінностей між обома з досліджених зразків. При цьому ШП поперечної ПХ практично не змінюється від стадії до стадії. Останнє пояснюється недостатньо високою для забезпечення необхідної чутливості до змін властивостей матеріалу частотою, яка може бути використана для вимірювань на цій хвилі.

Для більш детального аналізу змін при використанні поздовжніх ПХ та ПХ у стрижні результати вимірювання у зразку 1 наведені у іншому масштабі (рис.4.15, легенда та сама).

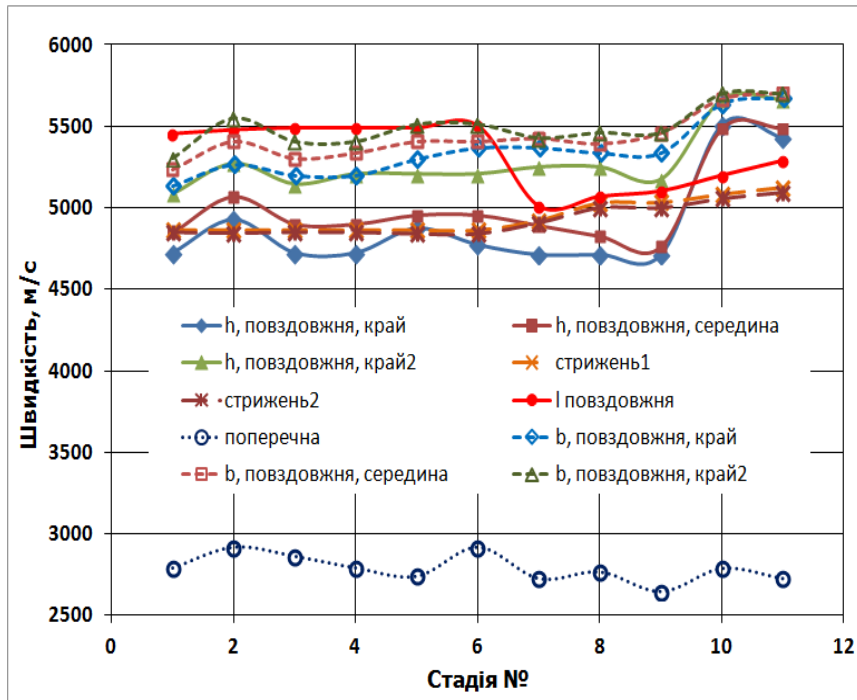


Рисунок 4.13 – Результати вимірювань у зразку 1

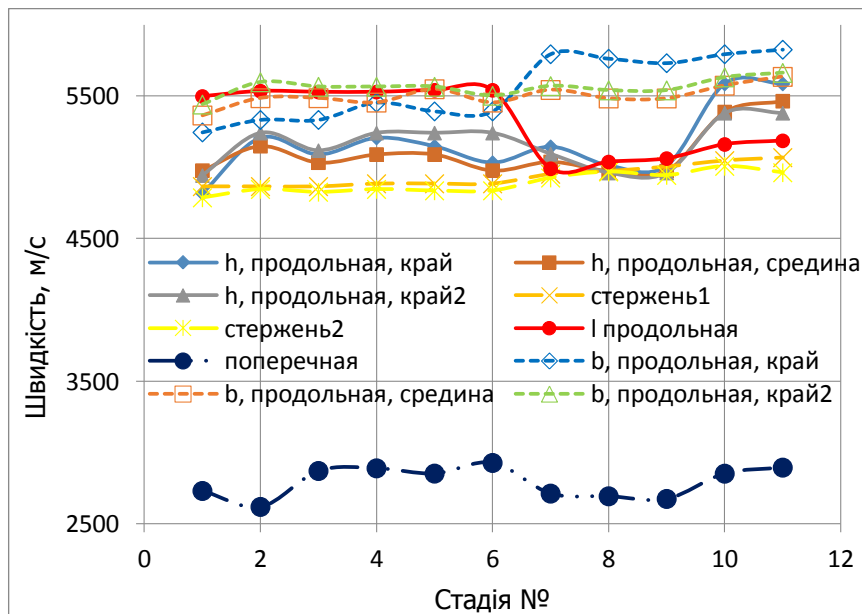


Рисунок 4.14 – Результати вимірювань у зразку 2

Аналіз результатів вимірювання дозволив зробити такі висновки:

– до прокатки матеріалу величини усіх вимірних ШП ПХ практично не змінювалися, а їхні коливання від стадії до стадії лежали у межах похибок вимірювання. Це вказує на те, що відпалювання на цих стадіях не впливало на властивості матеріалу. Значення цих величин вказують на гексагональну анізотропію матеріалу;

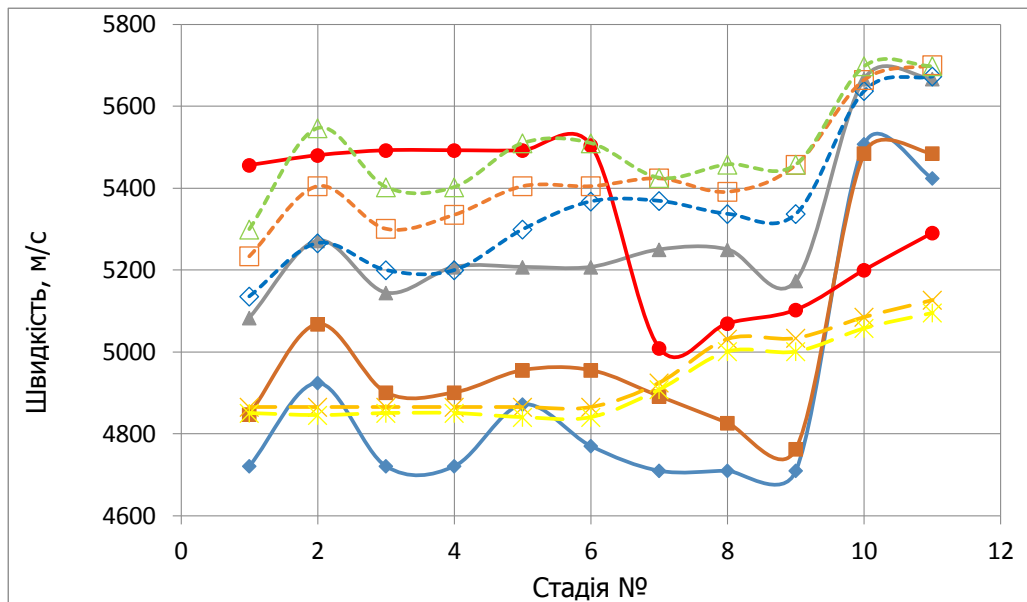


Рисунок 4.15 – Результати вимірювань у зразку 1 для поздовжніх та хвиль у стрижні

– після прокатки величина ШП поздовжніх ПХ за довжиною зменшилася на 10 %, тоді як інші практично не змінилися, що відповідає – переходу матеріалу до ромбічної анізотропії властивостей;

– при подальшому відпалюванні величини усіх ШП ПХ почали змінюватися, але по-різному. Це вказує на зміну ступеня анізотропії матеріалу на кожній стадії із переходом практично в ізотропне тіло на останніх двох стадіях;

– вимірювання у різних місцях показало нерівномірність властивостей за об'ємом зразка, яка суттєво зменшується на останніх двох стадіях.

Таким чином, УЗ дослідження дозволили показати постадійну динаміку зміни властивостей багатофазних ПМ на основі порошків $\text{Ni-Cr-Al-Y}_2\text{O}_3$ за результатами вимірювання ШП ПХ. Показано ефективність комплексного використання різних ШП ПХ для розв'язання цієї задачі.

4.2 Особливості та результати визначення динамічних характеристик пружності матеріалів медичного призначення на основі біогенного гідроксіапатиту

В сучасному біомедичному матеріалознавстві лідером серед матеріалів, що

застосовують для отримання біокераміки для лікування дефектів кісткової тканини, є гідроксиапатит – основна неорганічна складова кістки людини [139, 140].

Щороку застосування синтетичних матеріалів для лікування опорно-рухового апарату збільшується, а науковці все частіше приділяють увагу модифікуванню гідроксиапатиту різними хімічними елементами. [141-143].

При розробці імплантаційних матеріалів важливим є контроль механічних властивостей, який разом іншими дослідженнями дає змогу робити рекомендації щодо області застосування матеріалу для лікування певних дефектних ділянок кісток.

Кожна з кісток скелету людини відрізняється за величиною, формою та механічними властивостями [144]. Механічні властивості кістки значним чином залежать від віку людини, захворювань, індивідуальних особливостей росту [145]. Так, для кортикальної і губчастої кісткових тканин в залежності від обраної ділянки модуль Юнга складає 7-30 і 0,05-0,5 ГПа, відповідно.

Для імплантаційних матеріалів, що несуть механічне навантаження та застосовуються в ортопедії і травматології, одним з важливих показників є відповідність механічних властивостей кістки та імплантату для уникнення руйнування кістки у випадку перевищення механічних властивостей імплантату, або, навпаки, - руйнування імплантату, коли механічні властивості кістки більші. [146].

Тому визначення модуля пружності є важливою дослідницькою частиною в процесі створення імплантаційні матеріалів.

4.2.1 Визначення модулів пружності матеріалів медичного призначення на основі біогенного гідроксиапатиту, отриманих за різними технологіями

В роботі визначені характеристики пружності 7 груп матеріалів медичного призначення на основі біогенного гідроксиапатиту (БГА), отриманих за різними технологіями (табл. 2.6). Особливостями цих матеріалів є відповідні їх призначенню високі пористість і крихкість, а особливість наданих зразків - різні розміри (рис.4.16), Що робить некоректним застосування традиційних [50] методів вимірювання модулів пружності і передбачає адаптацію цих методів до зазначених особливостей.

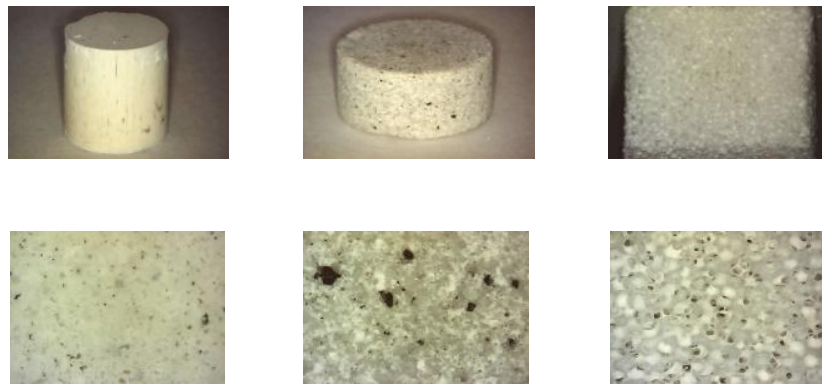


Рисунок 4.16 – Приклади форми та структури зразків

У зразках такої форми визначення характеристик пружності та їх коректне зіставлення можуть бути проведені за результатами вимірювань швидкості поширення пружної хвилі. З огляду на високу пористість зразків, цю швидкість вимірювали на частоті 0,6 МГц методом радіоімпульсу з дискретною затримкою при ударному збудженні перетворювача і наскрізному прозвучуванні зразків [43].

Мінімізацію похибок вимірювань, зумовлених варіацією товщини контактного шару і попаданням контактного мастила в матеріал, а також збереження цілісності досліджуваних зразків забезпечували шляхом застосування оригінальної методики вимірювань: випромінюваний та приймальний перетворювачі в спеціальній акустичній камері розміщували співвісно зі зразком і притискали до нього через полімерну плівку з нормованим навантаженням. При цьому похибка вимірювань склала 1,5%. Характеристики пружності, розраховані відповідно до рекомендацій [5], представлені в табл. 4.4.

Таблиця 4.4 – Результати вимірювань

Група №	Характеристика пружності, ГПа
1	14,6-15,3
2	15,6-17,2
3	7,4-7,7
4	37,7-43,6
5	5,4-6,8
6	15,5-20,1
7	11,4-18,2

Отримані результати дозволяють зробити висновок про можливість ефективного застосування досліджених біоматеріалів для заміщення дефектів кортикальної кісткової тканини людини в залежності від ділянки ураження.

4.2.2 Вплив добавки високодисперсного діоксиду кремнію на структуру та механічні характеристики біокераміки

Для отримання зразків ГА біокераміки було використано біогенний гідроксиапатит Osteoapatit керамічний[®] (Україна) з розміром частинок < 160 мкм та високодисперсний діоксид кремнію Aerosil[®] 200 (Німеччина).

Зразки отримували методом сухого двостороннього пресування суміші кремнезему (2 та 5 мас. % в перерахунку на Si) та біогенний гідроксиапатит при 50 МПа з подальшою термообробкою в муфельній печі в повітряному середовищі при максимальній температурі спікання 600 °С та витримкою протягом 1 години.

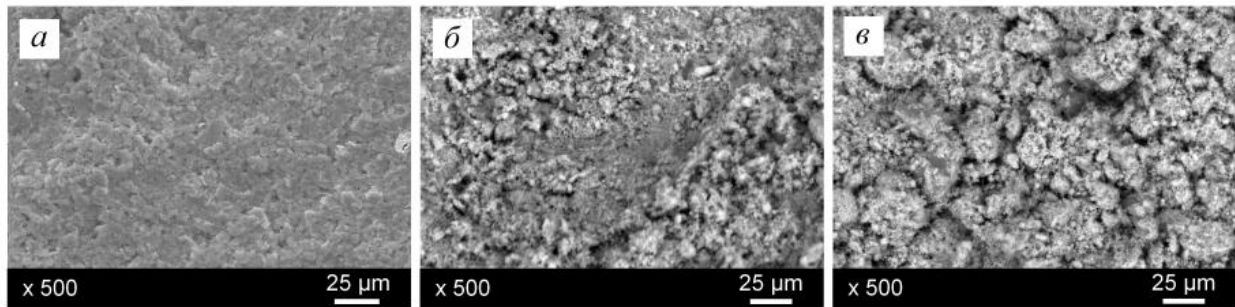
Структуру зразків біокераміки було досліджено у відділі 31 ППМ на зламах спечених зразків методом скануючої електронної мікроскопії (SEM) з використанням мікроскопів “РЭМ-106И” (ВАТ “SELMI”, Україна).

Міцність при одновісному стисканні зразків досліджували відповідно до ГОСТ 27034-86 «Сплавы твердые спеченные. Метод определения предела прочности и предела текучести при сжатии». з використанням універсальної машини Ceram test system (Україна). (Дані надані відділом 31 ППМ)

Визначення динамічних характеристик пружності матеріалів проводили за методикою (див. р.2) на частоті 0,6 МГц. Мінімізацію похибки вимірювань, зумовлених варіацією товщини контактної шару та попаданням контактної змазки в матеріал, а також збереження цілісності зразків забезпечували шляхом застосування оригінальної методики вимірювань: ВП та ПП в спеціальній акустичній камері розташовували співвісно зі зразком та притискали до нього через полімерну плівку нормованим навантаженням. При цьому похибка вимірювань склала 1,5 %.

На рис.4.17 наведено структуру ГА біокераміки, яка свідчить про суттєвий

вплив високодисперсного діоксиду кремнію на структуру отриманих зразків.



a – без Aerosil[®] 200; *б* – 2 мас. % Aerosil[®] 200; *в* – 5 мас. % Aerosil[®] 200

Рисунок 4.17 – Структура зразків гідроксиапатитної біокераміки

На рис.4.18 представлено результати атестації механічних властивостей зразків, з яких видно, що міцність на стиск та характеристика пружності біокераміки зменшуються при введенні до її складу високодисперсного SiO₂, при цьому чим більший вміст Aerosil[®] 200, тим нижчі механічні показники. З наведених результатів можна побачити, що отримані дані по визначенню міцності на стиск та по визначенню характеристики пружності матеріалу корелюють між собою, що дає підставу для подальшого використання зазначених методів для визначення механічних характеристик біоактивної кераміки на основі ГА.

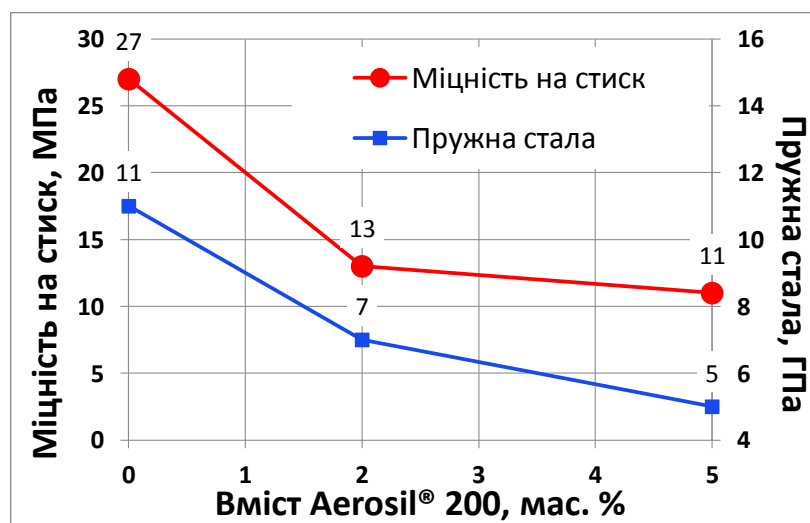


Рисунок 4.18 – Вплив Aerosil[®] 200 на міцність на стиск та модуль пружності зразків гідроксиапатитної біокераміки

Таким чином, на основі проведеного дослідження впливу високодисперсного діоксиду кремнію на механічні властивості, такі як міцність на стиск та характеристика пружності, зразків біокераміки, отриманої на основі біогенного гідроксиапатиту, показано, що за допомогою добавки високодисперсного діоксиду кремнію можна корегувати механічні властивості зразків та рекомендувати використання такого матеріалу для заповнення дефектів кісткової тканини в реконструктивній хірургії.

4.3 Висновки до розділу 4

Проведений цикл експериментальних досліджень підтвердив можливість високоефективно використовувати динамічні методи для відпрацювання технології створення багатокомпонентних матеріалів різного призначення.

Важливими елементами забезпечення надійності результату вимірювань і можливості збільшення інформативності результатів досліджень є коректна постановка вимірювального експерименту, комплексний експериментально-теоретичний підхід і адекватна обробка експериментальних даних.

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.

Основні результати, викладені в розділі, опубліковані в роботах [104,123, 147, 148,149].

5 ПРИКЛАДИ ЗАСТОСУВАННЯ АДАПТАЦІЇ АКУСТИЧНИХ МЕТОДІВ НА ВИРОБНИЦТВІ

У 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.

5.1 Акустичний неруйнівний контроль багатоконпонетного сплаву на основі ніобію

Багатоконпонентним високоентропійним сплавам останнім часом приділяють значну увагу завдяки їх високій міцності, зносо- та корозійній стійкості. Особливістю їх кристалізації є мала кількість фаз при схильності до ліквідації за хімічним складом.

При виготовленні дослідної партії виробів з нового багатоконпонентного жаростійкого сплаву на основі ніобію для отримання великого злитку такого сплаву як найбільш економічний був вибраний метод аргонодугової плавки. Злитки необхідних розмірів одержували шляхом сплавлення заготовок при неповному їх розплавленні. У місцях сплавлення заготовок у злиток можуть виникати пори та непропави. Окрім цього, для багатоконпонентних сплавів характерна ліквідація за хімічним складом. Можливість появи нестандартних дефектів вимагає використання нетрадиційних методів контролю їх наявності.

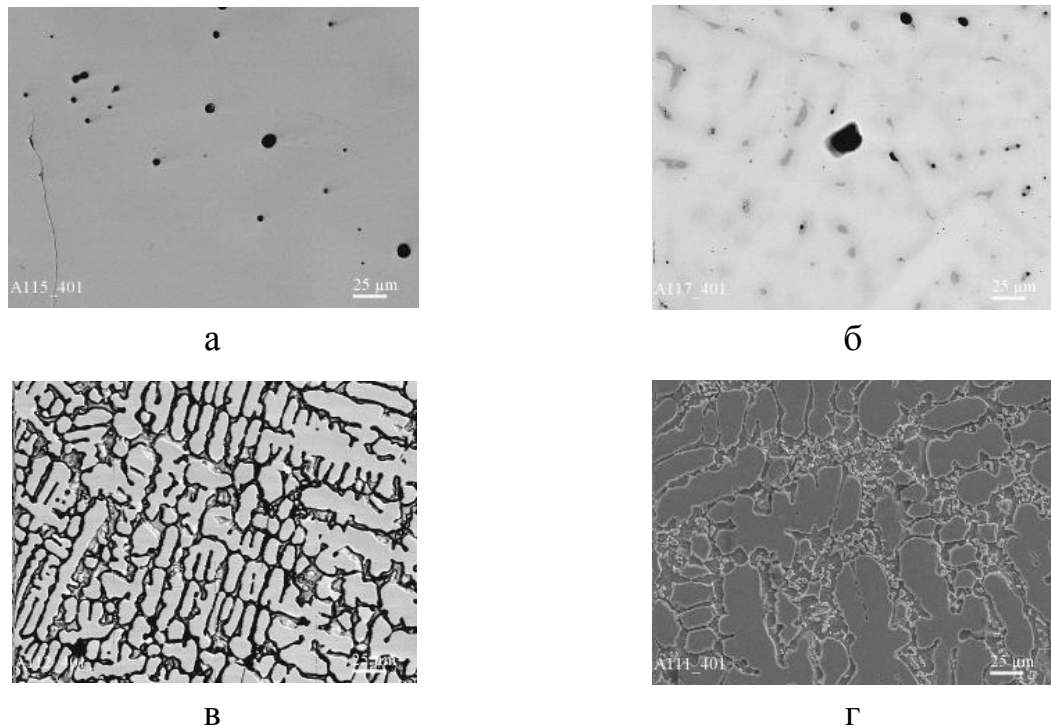
Мета дослідження полягала у відпрацюванні технології створення матеріалу за допомогою неруйнівних акустичних методів шляхом дослідження властивостей та якості злитку для визначення подальшої придатності його для виготовлення виробів.

Для досягнення мети необхідно враховувати, що отримання інтегральних характеристик (у нашому випадку пружності) неоднорідного матеріалу акустичними методами передбачає використання ПХ довжиною на порядок

більших за неоднорідності структури, виявлення окремих дефектів – довжин хвиль одного порядку із розмірами можливих дефектів чи менших, тоді як для виявлення лікваций необхідна оцінка об'ємної неоднорідності виробу. Для ефективного виконання кожної з цих задач необхідна відповідна адаптація до неї методів контролю, що використовуються, та оптимізація їх параметрів.

5.1.1 Об'єкт дослідження

В ІМ НАН України розроблений багатокомпонентний жаростійкий сплав на основі системи Nb-Cr-Ti-Zr-Al. Для отримання великого злитку використовували метод сплавлення окремих заготовок аргонодуговою плавкою. Дослідження мікроструктури одного з перших невдалих зразків свідчить про наявність непролаву, утворення пор лиття та лікваций (рис.5.1).



а, б – нетравлена поверхня; в, г – травлені шліфи

Рисунок 5.1 – Мікроструктура різних елементів зразка з дефектами
(надана Бродніковським М.П.)

Технологія виготовлення сплаву була вдосконалена. З нового злитка був вирізаний зразок для проведення досліджень, який мав форму паралелепіпеда (рис.5.2). Результати досліджень властивостей та дефектності цього зразка за допомогою ультразвуку представлені нижче.

В табл.2.5 наведені характеристики компонентів матеріалу за даними довідників [21, 22].

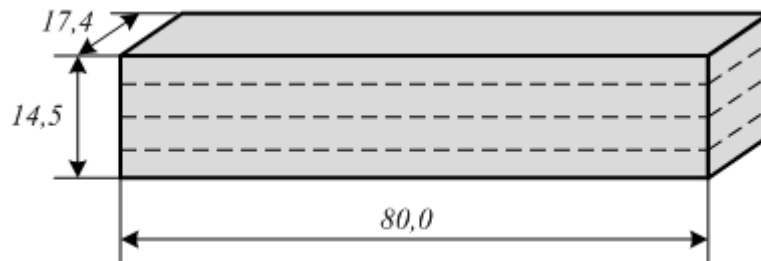
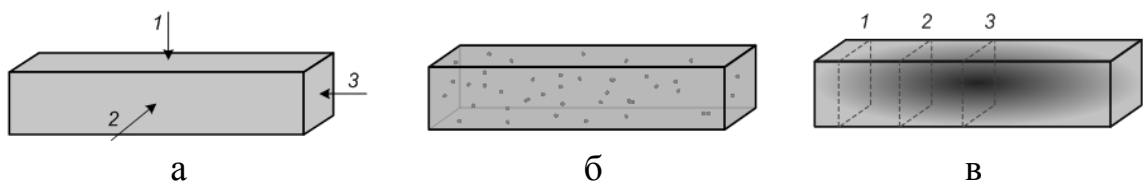


Рисунок 5.2 – Досліджуваний зразок

5.1.2 Моделювання експерименту

Розв'язання поставленої задачі проводили у декілька етапів. Для кожного етапу виділяли характерні властивості зразка, які впливають на результати вимірювань. Ці властивості закладені у моделях, що зображені на рис.5.3.



a – однорідний ізотропний; *б* – з дефектами; *в* – з лікваціями.

Рисунок 5.3 – Моделі матеріалу

Модель 1 – Однорідний ізотропний матеріал. Для визначення характеристик пружності необхідно перевірити чи є зразок ізотропним та однорідним (рис.5.3,а). При цьому необхідно обрати таку частоту прозвучування, щоб довжина хвилі була на порядок більшою за припустимі розміри дефектів.

Модель 2 – Матеріал с дефектами. Для виявлення дефектів необхідно

використовувати ПХ довжиною одного порядку із розмірами можливих дефектів або менші (рис.5.3,б). Форму та розміри дефектів можна оцінити за знімками поперечного перерізу (рис.5.1).

Модель 3 – Матеріал з лікваціями. На рис.5.3,в показана неоднорідність за хімічним складом. Пунктиром виділені три різні області, для яких зроблені знімки мікроструктури (рис.5.1,б,в,г). Рис.5.1,б отриманий при зйомці нетравленої поверхні. Рельєф на поверхні зразка утворився під час приготування шліфа і свідчить про неоднорідності стирання, викликані лікваціями. Рис.5.1,в,г отримані на травлених шліфах. При однаковому збільшенні на них спостерігається відмінність у розмірі дендритів та навколо дендритних зон, де має місце ліквація.

Для кожної моделі прозвучування зразка проводили у всіх напрямках (рис.5.4), зі збудженням поздовжніх, поперечних ПХ та ПХ у стрижні. Для цього застосовували імпульсний (див. підпункт 2.2.1) та резонансний (див. підпункт 2.2.2) методи.

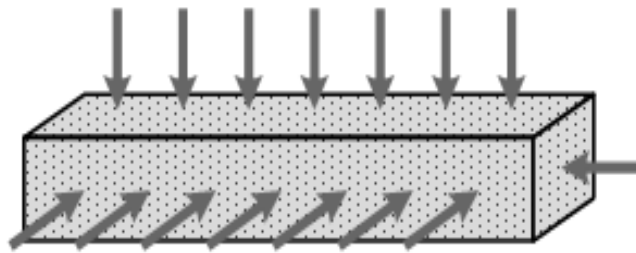


Рисунок 5.4 – Напрямки і зони прозвучування зразка

В імпульсному методі ШП ПХ (поздовжньої або поперечної) визначали за часом наскрізного проходження пружного імпульсу через досліджуваний зразок відповідно до формули (2.5). Вимірювання часу проходження проводили за методом радіоімпульсу з дискретною затримкою [5].

ШП ПХ у стрижні визначали за формулою (2.6).

5.1.3 Оцінка характеристик пружності

Для визначення характеристик пружності була проведена оцінка анізотропії

та однорідності матеріалу. Для цього у різних точках та напрямках (див. рис.5.4) методом радіоімпульсу був прозвучений зразок і визначені ШП поздовжніх ПХ. Встановлено, що, при вимірюваннях на частотах менше 5 МГц, в одному напрямку значення ШП ПХ однакові, а в інших напрямках прозвучування значення змінюються в межах похибки. Це дало можливість вважати матеріал на цих частотах квазіізотропним і квазіоднорідним та припустити, що дефекти структури не впливають на точність оцінювання характеристик пружності.

Таким чином, в рамках моделі 1 (див. рис.5.3,а) можна описувати матеріал двома модулями пружності, наприклад, модулем Юнга та модулем зсуву і визначати за формулами (1.6).

У табл.5.1 наведені результати вимірювань та властивості суміші, розраховані як середнє арифметичне значення відповідно до відсоткового вмісту компонентів.

Таблиця 5.1 – Результати вимірювань

Характеристика	Суміш	Експеримент
Швидкість поздовжніх хвиль, м/с	5 333	5480 ± 27
Швидкість поперечних хвиль, м/с	2 627	2630 ± 13
Швидкість у стрижні, м/с	4 502	4220 ± 21
Коефіцієнт Пуассона	0,34	0,35
Модуль Юнга (імпульсний метод), ГПа	121	122 ± 1
Модуль Юнга (резонансний метод), ГПа	121	116 ± 1
Модуль зсуву, ГПа	44	45 ± 0,5

Похибка визначення ШП ПХ у досліджуваних зразках для обох методів не перевищувала 0,5 %, а модулів пружності – 1 %. Значення модулів пружності отримані імпульсним методом не відрізняються від розрахованих у межах похибки вимірювань (див. табл.5.1). Модуль Юнга, отриманий резонансним методом, менший майже на 5 %. Це можна пояснити тим, що форма зразка не в повній мірі відповідає стрижню.

5.1.4 Дефектоскопія

В рамках моделі 2 (рис.5.3,б) передбачалася наявність дефектів. Для їх виявлення перейшли на максимально доступну частоту 10 МГц.

Прозвучування зразка проводили відповідно до рис.5.4 за двома методиками:

- з використанням стандартного дефектоскопу УД2-12 (збудження відеоімпульсом);
- з використанням можливостей комплексу (див. п.2.2.1) при додаткових можливостях використання керованого радіоімпульсу та дослідженні спектра частот прийнятого сигналу.

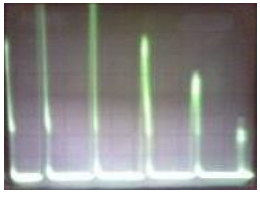
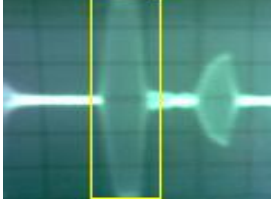
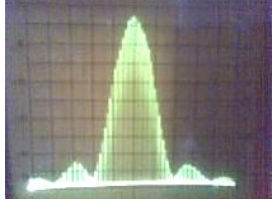
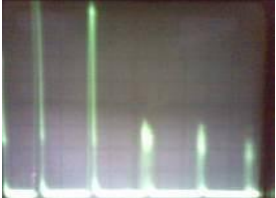
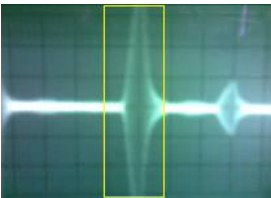
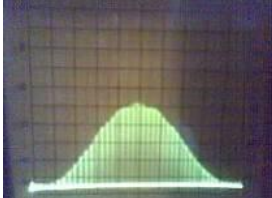
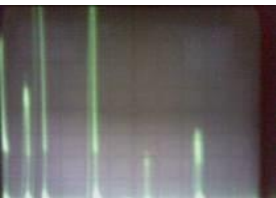

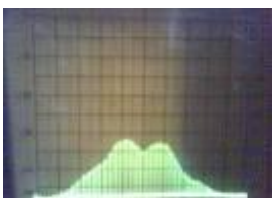
В табл.5.2 показані вибіркові сигнали для трьох випадків:

1. При відсутності дефектів відбувається рівномірне згасання донного сигналу. Спектр першого прийнятого сигналу (радіоімпульс у рамці) має правильну форму.
2. При скупченні дрібних дефектів збільшується згасання сигналу і змінюється форма спектру.
3. У випадку, коли попадаються дефекти більші 0,2 мм, вдається виявити сигнал, відбитий від дефекту. А на спектрі з'являється додаткова складова.

5.1.5 Ліквіації

Відповідно до третьої моделі (рис.5.3,в) в зразку можуть утворюватися неоднорідності за хімічним складом. Виявити їх за допомогою дефектоскопа неможливо, оскільки вони не мають чітких границь. Вимірювання ШП ПХ в різних областях також не дали результату: у всіх випадках при різних частотах отримали однакові значення. Це можна пояснити тим, що усі компоненти матеріалу мають близькі акустичні властивості (див. табл. 2.5). Тут можна рекомендувати перейти до більш високих частот дослідження.

Таблиця 5.2 – Дефектоскопія

Дефекти	Сигнал з виходу дефектоскопу	Радіоімпульс 10 МГц	Спектр
Немає			
Менші 0,2 мм			
Більші 0,2 мм			

5.1.6 Висновки

1. Розроблені та експериментально перевірені три акустичні моделі нового шаруватого композиту з багатокомпонентного жаростійкого сплаву на основі ніобію, які відображають його властивості, актуальні для відпрацювання технології створення матеріалу (характеристик пружності, пористості та ліквацій), і дозволяють адаптувати неруйнівні акустичні методи контролю для ефективного дослідження цих властивостей.

2. Показано, що матеріал досліджуваної плавки у макроскопічному розгляді можна вважати квазіізотропним та квазіоднорідним, тому його стан пружності повністю описують два модуля пружності, наприклад модуль Юнга і зсуву, отримані за результатами вимірювань двох швидкостей поширення пружних хвиль: поздовжньої та поперечної чи хвилі у стрижні. Ці швидкості можуть бути виміряні імпульсним чи імпульсним та резонансним методами на частотах не більше 5 МГц.

3. На частотах 10 МГц при луна-імпульсному прозвучуванні досліджуваного зразка у всіх напрямках з використанням ударного чи радіоімпульсного збудження були виявлені скупчення неоднорідностей розміром менше 0,2 мм та одиночні дефекти розміром 0,2..0,5 мм, які давали характерні осцилограми та спектрограми.

4. Ліквації у досліджуваному зразку не виявлені, що можна пояснити близькими значеннями акустичних властивостей матеріалу чи маскуванням ліквацій пористістю. Тому подальший розвиток досліджень може бути пов'язаний із вдосконаленням вимірювальної моделі експерименту для забезпечення більш ефективного виявлення ліквацій.

5. Результати роботи 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).

5.2 Контроль якості на різних стадіях відновлення роликів прокатного стану

Прокат металу займає важливе місце в металургійній промисловості України. Ролики прокатного стану в процесі своєї експлуатації піддаються значним механічним і температурним навантаженням і тому мають обмежений строк експлуатації [150]. Продовження їхнього ресурсу може бути досягнуте шляхом відновлення роликів, що відробили свій строк. Відновлення має сенс, якщо такий ролик буде дешевше нового при збереженні його експлуатаційних характеристик. Рішення цього завдання припускає використання маловитратної технології відновлення при гарантії якості її результатів. Таку гарантію може забезпечити неруйнуюче виявлення у відновлених роликах критичних для надійної експлуатації дефектів. При дрібносерійному відтворенні роликів широкого сортаменту використовуваний метод дефектоскопії повинен мати універсальність щодо розмірних особливостей окремих виробів при забезпеченні високої надійності виявлення дефектів, малому часі оцінки стану виробу й мінімальних фінансових витрат. Цього можна досягти за рахунок великої ймовірності виявлення дефектів

при високій продуктивності контролю з урахуванням швидкої перебудови встаткування під необхідний типорозмір виробу. Подібні завдання можна вирішувати за допомогою ультразвукової дефектоскопії [51], однак, кожний конкретний випадок вимагає індивідуальних методичних розроблень [43]. Таке розроблення можливе шляхом адаптації використовуваного методу до особливостей досліджуваного об'єкта й розв'язуваного щодо нього завдання контролю (див. р.3). У даному випадку адаптація дозволяє істотно підвищити інформативність акустичних методів і їх чутливості до особливостей дефектів на різних стадіях відновлення виробу.

Ціль дослідження: розробити й впровадити у виробництво універсальну малозатратну методику ультразвукового контролю дефектності широкого сортаменту роликів прокатного стану, відновлених після руйнування в процесі експлуатації, при їхньому дрібносерійному відтворенні.

При використанні акустичних методів контролю застосовували методологію (див. р.3), що полягала в рішенні наступних послідовних операцій: аналіз особливостей об'єкта контролю й завдань, які необхідно вирішити щодо нього; розробка адаптованої методики вимірів для кожного завдання, її універсалізація щодо неоднаковості виробів; експериментальна перевірка отриманих результатів і їхній аналіз.

5.2.1 Об'єкт і задачі дослідження

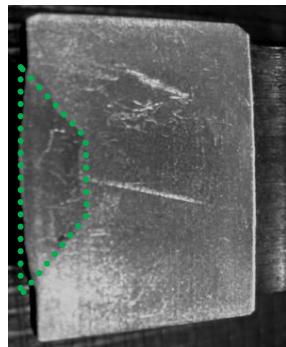
Об'єктом дослідження були ролики різних прокатних станів, які відновлювали після руйнування в процесі експлуатації. Ролики являли собою циліндри зі сталі 40Х висотою 20...50 і діаметром 50...60 мм із циліндричною порожниною діаметром 10...15 мм у центрі (рис.5.5). Такі деталі, відповідно до відомої [51, 151] класифікації відносять до поковок.

При відновленні ролика на його бічній поверхні вирізали симетрично розташований по висоті циліндра паз глибиною 6-9 мм і заплавлювали порожнину, що утворилася, металом. Надлишки металу після наплавлення сточували. У

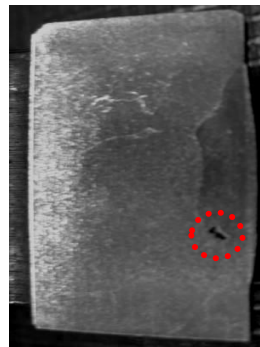
результаті використаної технології в наплавленій частині могли утворитися пори, а на її границі з основним металом ролика – дефекти контактів (рис.5.6).



Рисунок 5.5 – Різні партії роликів



Наплавлення



Дефект

Рисунок 5.6 – Перетини роликів с дефектами різної величини після наплавлення

Таким чином, ролики, що підлягають контролю відрізняються типорозмірами, величиною наплавленої частини й можуть у ній мати дефекти різного виду й розмірів, розташовані переважно в місці наплавленої зони та основи. Методика контролю повинна забезпечувати виявлення мінімально можливих дефектів у будь-якому типорозмірі виробу до або після сточування надлишків наплавлення. У першому випадку партія готових виробів буде дешевше за рахунок зменшення затрат на обробку дефектних виробів.

5.2.2 Методика контролю

Ультразвуковий контроль поковок регламентують стандарти [151, 152]. У відповідність цим документам можна виділити ряд рекомендацій [51], які при адаптації стосовно до розглянутого виробу дозволяють зробити наступні висновки: ультразвуковий контроль дозволяє виявляти всі шукані дефекти (тріщини, пори, сторонні включення, нещільності); циліндричні вироби розглянутих розмірів з каналом уздовж осі контролюють за схемою, показаної на рис.5.7; виявлення тріщини і інших нещільностей проводять поздовжніми хвилями луна- імпульсним методом; повний контроль вимагає прозвучування в трьох взаємно перпендикулярних напрямках з використанням, залежно від виду дефекту й напрямку прозвучування, прямих або скісних перетворювачів поздовжніх або поперечних хвиль; приповерхній шар контролюють РС- перетворювачем; для всіх видів прозвучування застосовують частоти 2...5 МГц.

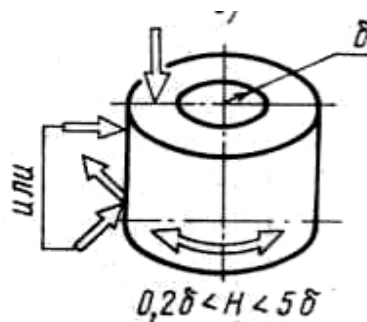


Рисунок 5.7 – Схема контролю виробу [51]

За результатами аналізу об'єкта дослідження й поставлених завдань для прозвучування виробів була розроблена вимірювальна акустична камера (рис.5.8), у якій акустичний перетворювач суміщеного або РС-типу закріплювали співвісно з роликком на одній з його плоских поверхонь. Пристрій для кріплення перетворювача забезпечував його переміщення з усіма ступенями вільності й наступною фіксацією, що дозволяло вибрати оптимальний режим прозвучування наплавленої зони ролика будь-якого типорозміру. Для прозвучування всієї приповерхньої зони виробу з можливими дефектами використовували пристрій

обертання ролика відносно датчика. Таке рішення забезпечило необхідні високу продуктивність і універсальність методики контролю, але зменшило ймовірність виявлення дефектів, розташованих уздовж твірної ролика.



Рисунок 5.8 – Акустична вимірювальна камера

Використання стандартного дефектоскопа УД-12 із ударним збуренням ВП, призвело до наявності значних перешкод різного походження й проблем з ідентифікацією дефектів розкриттям менш 1 мм. Перехід до апаратного комплексу (див. п.2.2.1) зі збуренням ВП періодичним радіоімпульсом при тональному заповненні й регульованій тривалості, показав, що на частоті 2,5 МГц при тривалості 2-3 мкс з використанням РС-перетворювача можливо надійне виявлення на фоні структурних перешкод, обумовлених розсіюванням ультразвуку на матеріалі наплавлення, дефектів з розкриттям від і більше 0,5 мм. При цьому стає видимим рівень структурних шумів від контактного шару.

5.2.3 Експериментальна перевірка отриманих результатів і їх аналіз

Для відпрацювання параметрів зондувального сигналу, вибору найбільш ефективного перетворювача, взаємного розташування перетворювача й ролика був проведений тестовий експеримент на свідомо дефектних роликах. Частину роликів після дефектоскопії розрізали для встановлення виду й розмірів дефектів.

Результати постановочного експерименту показали (рис.5.9):

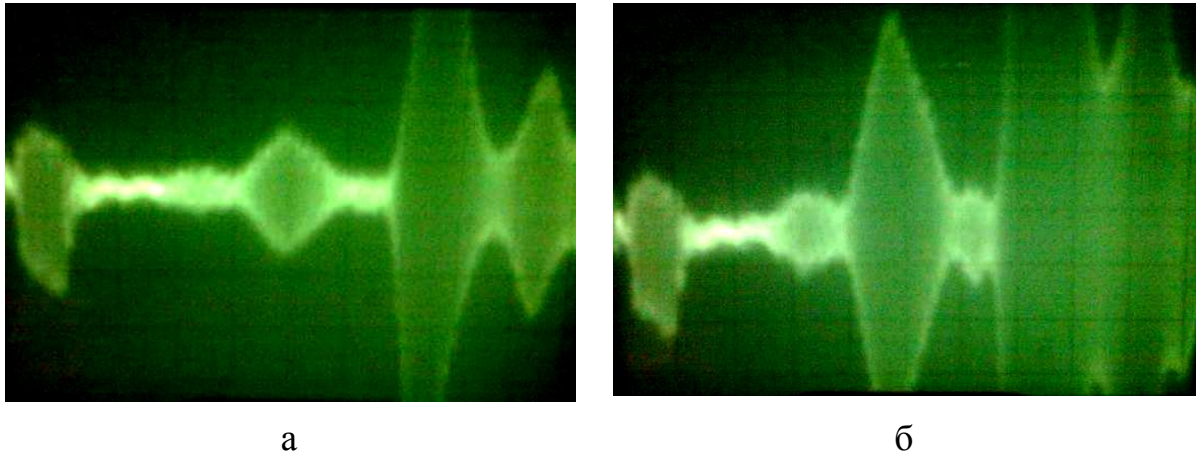


Рисунок 5.9 – Сигнали від дефектів різної величини

– використання суміщеного перетворювача не доцільно з-за тривалого часу реверберації при першому донному відбитті, а на інтервалі між першим і другим донним відбиттям – наявності, поряд із сигналами від дефекту, постійної перешкоди, мабуть, від бічної поверхні ролика;

– при використанні перетворювача РС-типу й у дефектоскопі, і в комплексі завжди присутні перешкоди, обумовлені взаємодією ПХ з поверхнею ролика й (або) границею розділу основного матеріалу ролика й наплавлення. Мінімізація цих перешкод досягається орієнтацією зондувального сигналу щодо діаметра ролика: найбільше значення – при випромінюванні уздовж діаметра, а найменше – перпендикулярно йому;

– налаштування параметрів дефектоскопа дозволяє використовувати його для контролю роликів як з однієї плоскої поверхні, так і з іншої на частотах 2,5 і 5,0 МГц, а комплексу – 2,5 МГц;

– використання датчика на 5,0 МГц у комплексі не доцільно, а в дефектоскопі не дає помітного виграшу;

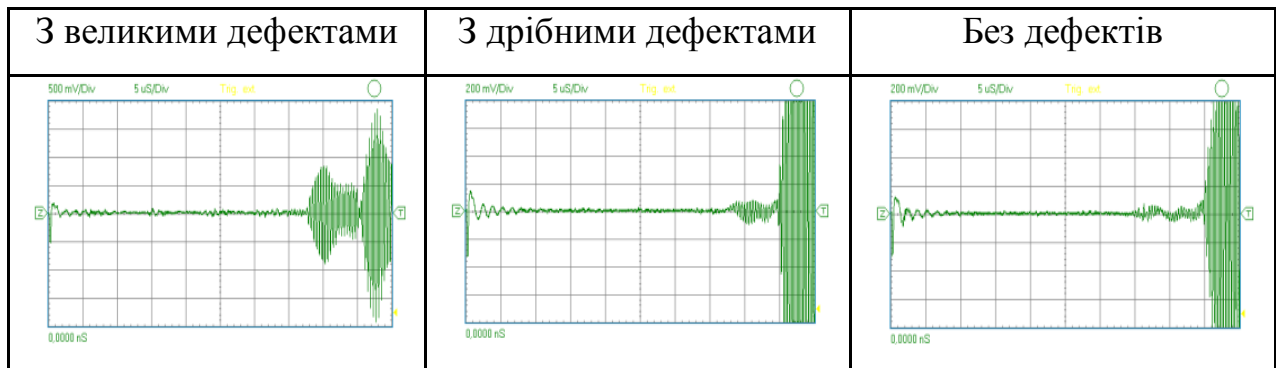
– якщо в ролика одна із плоских поверхонь не шліфована, то надійність виявлення дефектів при зондуванні із цієї поверхні знижується;

– контроль до й після сточування надлишків наплавлення може бути проведений з однаковою ефективністю за умови оптимізації розташування датчика.

Для відпрацювання бракувального рівня був проведений контроль 2-х партій роликів (10 і 18 шт.), виготовлених за різними технологіями нанесення наплавлення. Обробка отриманих даних показала:

– всі ролики за розмірами дефектів можна розділити на 3 типи (табл.5.3);

Таблиця 5.3 – Класифікація дефектів



– великі дефекти однаково добре фіксуються комплексом і дефектоскопом;
 – дрібні дефекти добре фіксуються комплексом і не завжди дефектоскопом;
 – оцінку розміру дефекту надійніше проводити за допомогою комплексу, використовуючи рівень луна- сигналу від дефекту або його значення щодо рівня донного луна- сигналу, вважаючи при цьому сигнали вище 200 мВ великими дефектами, менш – дрібними, а на рівні перешкод – бездефектними;

– на стадії до сточування надлишків наплавлення надійне виявлення дефектів можливе тільки за допомогою комплексу, який на відміну від стандартного дефектоскопу забезпечує адаптацію зондувального сигналу до виду дефекту.

Отримані результати показують можливість ефективного застосування ультразвукової дефектоскопії при експрес-контролі роликів широкого сортаменту в умовах їхнього відтворення при використанні адаптивних методів вимірювання та відповідної апаратури.

Розроблену методику впроваджено у виробництво (див. додаток А).

5.3 Висновки до розділу 5

На конкретних прикладах показано, що використання, у тому числі у виробничих умовах, керованих акустичних полів, адаптованих до особливостей контрольованого об'єкта та задачі, яку розв'язують відносно нього, дозволяє підвищити ефективність й інформативність неруйнівних акустичних методів контролю при дослідженні матеріалів і виробів.

Основні результати, викладені в розділі, опубліковані в роботах [125,127].

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 багатосарових 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 ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Дж. В. Стрет (Лорд Релей). Теория звука т.1, М. – Государственное издательство технико-теоретической литературы, 1955. 504 с.
2. Дж. В. Стрет (Лорд Релей). Теория звука т.2, М. – Государственное издательство технико-теоретической литературы, 1955. 476 с.
3. А. Бергман. Ультразвук и его применение в науке и технике. – М. Из-во иностранной литературы. – 1956, 728 с.
4. Физическая акустика / Под ред. У.Мезона. – Т.1, Ч.А. Методы и приборы ультразвуковых исследований – М. Мир, 1966. – 592 с.
5. Труэлл Р., Эльбаум Ч., Чик Б. Ультразвуковые методы в физике твердого тела. [Текст] - М.: Мир, 1972. – 238с.
6. Ультразвук. Маленькая энциклопедия. / Главн. ред. И.П.Голямина. – М.: Сов. энциклопедия, 1979. – 400 с.
7. Г.Мак-Скимин. Ультразвуковые методы измерения механических характеристик жидкостей и твёрдых тел. Физическая акустика. / Под ред. У.Мэзона – т.1, ч.А. Методы и приборы ультразвуковых исследований. – М.: Мир, 1966. – Гл.4, С.327-397.
8. Колесников А.Е. Ультразвуковые измерения. М.: Из-во стандартов, 1970. – 240 с.
9. Т.Милер, А.Мейтлер. Волноводное распространение в протяжённых цилиндрах и пластинах. – Физическая акустика / Под ред. У.Мезона. – Т.1, Ч.А. Методы и приборы ультразвуковых исследований – М. Мир, 1966. – Гл.2, С.140-203.
10. *Ноздрев В.Ф., Федорищенко Н.В.* Молекулярная акустика. М.: Высш. школа, 1974. – 268 с.
11. *Рохлин Л.Л.* Акустические свойства легких сплавов. – М.: Наука, 1974. – 140 с.
12. *Шутилов В.А.* Основы физики ультразвука. – Ленинград: Изд-во Ленингр. ун-та, 1980. – 280 с.

13. *Петрашень Г.И.* Распространение волн в анизотропных упругих средах. – Л.: Наука, 1980. – 280с.
14. *Гринченко В.Т., Мелешко В.В.* Гармонические колебания и волны в твердых телах. – Киев, Наукова думка, 1981. – 283 с
15. *Викторов И.А.* Звуковые поверхностные волны в твердых телах. – М.: Наука, 1981. – 288 с.
16. *Дьелесан Э., Руайе Д.* Упругие волны в твёрдых телах. Применение для обработки сигналов. – М.: Наука. Главная редакция физико-математической литературы, 1982. – 424 с.
17. *Приборы* для неразрушающего контроля материалов и изделий: (Справ.). В 2-х кн. – т. 1. / Под ред. В.В.Клюева. – М.: Машиностроение, 1986. – 488 с.
18. *Алешин А.П.* Методы акустического контроля металлов. [Текст] / А.П.Алешин, В.Е.Белый, А.Х.Вопилкин и др. – М.: Машиностроение, 1989 – 456 с.
19. *Крауткремер Й., Крауткремер Г.* Ультразвуковой контроль материалов: Справ. изд. – М.: Металлургия, 1991. – 752 с.
20. *Неразрушающий* контроль. В 5 кн. кн.2. Акустические методы контроля. / Под ред. В.В.Сухорукова. – М.:Высш. шк., 1991. – 283 с.
21. *Францевич И.Н., Воронов Ф.Ф., Бакута С.А.* Упругие постоянные и модули упругости металлов и неметаллов. [Справочник]– К.: Наукова думка, 1982. – 285с.
22. *Физические величины: Справочник* / Под ред. И. С. Григорьева, Е. З. Мейлихова. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 1232 с.
23. *Бальшин М.Ю.* Порошковое металловедение.– М: Металлургия,1948.– 286 с.
24. *Федорченко И.М., Андриевский Р.А.* Основы порошковой металлургии. – Киев: АН УССР, 1963. – 420 с.
25. *Бальшин М.Ю.* Научные основы порошковой металлургии и металлургии волокна. – М.: Металлургия, 1972. – 335 с.

26. *Бальшин М.Ю., Кипарисов С.С.* Основы порошковой металлургии. – М.: Металлургия, 1978. – 184 с.
27. *Болотин В.В., Новичков Ю.Н.* Механика многослойных конструкций. – М.: Машиностроение, 1980. – 375 с.
28. *Кристенсен Р.М.* Введение в механику композитов. – М.: Мир, 1982. – 336 с.
29. *Композиционные материалы. Справочник / Под ред. Д.М.Карпиноса.* Киев: «Наукова думка», 1985, 592 с.
30. *Композиционные материалы: Справочник. / В.В.Васильев, В.Д.Протасов, В.В.Болотин и др.* – М.: Машиностроение, 1990. – 512 с.
31. *Сучасне матеріалознавство ХХІ сторіччя. [Текст] / Відп. ред. І.К.Походня.* - Київ: Наук. думка, 1998. – С.447-472
32. *Косторнов А.Г.* Материаловедение дисперсных и пористых металлов и сплавов. [Текст] В 2 т. –Т.1 – Киев: Наукова думка, 2002. – 572с.
33. *Косторнов А.Г.* Материаловедение дисперсных и пористых металлов и сплавов. [Текст] В 2 т. –Т.2 – Киев: Наукова думка, 2003. – 552с.
34. *Кац С.М.* Высокотемпературные теплоизоляционные материалы. [Текст] – М.: Металлургия, 1981.– 232с.
35. *Пористые проницаемые материалы: [Справ. изд.] / Под ред. С.В. Белова* – М.: Металлургия, 1987. – 335с.
36. *Роман О.В.* Ультразвуковой и резистометрический контроль в порошковой металлургии / О.В.Роман, В.В.Скороход, Г.Р.Фридман. – М.: Выш. шк. – 1989. – 182с.
37. *Степанчук А.Н.* Порошковая металлургия // Неорганическое материаловедение: Энциклопед. изд.: В 2т. / Под ред. Г.Г.Гнесина, В.В.Скорохода.– Т.2.: Материалы и технологии. – Кн.2 – К.: Наук. думка, 2008. – С.104-114.
38. *Скороход В.В.* Теория физических свойств пористых и композиционных материалов и принципы управления их микроструктурой в технологических процессах. // Порошковая металлургия. – 1995. – №1/2. – С.53–71.

39. Гайдученко А.К. Порошковые металлические материалы. // Неорганическое материаловедение: [Текст] Энциклопед. изд.: В 2 т. / Под ред. Г.Г.Гнесина, В.В.Скорохода. – Т.2. Кн.2. П – Э: Материалы и технологии. – Киев: Наукова думка, 2008. – С.114-124.
40. Фридман Г.Р. Особенности распространения упругих колебаний в пористых порошковых металлах. /Сб. науч. тр. «Реологические модели и процессы деформирования пористых порошковых и композиционных материалов». – Киев: Наукова думка. – 1985. – С.106–114.
41. Безымянный Ю.Г., Куцевский А.Е. Опыт совершенствования стандартов на методы определения свойств металлических порошков и спеченных изделий. // Порошковая металлургия. – 2003. – №1/2. – С. 106–113
42. Безымянный Ю.Г. Особенности акустических измерений при импульсном зондировании материалов, изготавливаемых методами порошковой металлургии. [Текст] // Современные проблемы физического материаловедения: Сб. науч. тр. Института проблем материаловедения им. И.Н.Францевича НАН Украины. Сер. "Физико-химические основы технологии порошковых материалов" – К., 2005. – С.190-201.
43. Безымянный Ю.Г. Акустическое отображение материалов с развитой мезоструктурой. [Текст] // Акустичний вісник. – 2006. –Т.9, № 2. – С.3-16.
44. Безымянный Ю. Г. Акустичний контроль матеріалів з розвинутою мезоструктурою // Фізико-хімічна механіка матеріалів 2007. № 4. С.53-65.
45. Кунин И.А. Теория упругих сред с микроструктурой. Нелокальная теория упругости. – М.: Наука, 1975. – 416 с.
46. Шермергор Т.Д. Теория упругости микронеоднородных сред. – М.: Наука, 1977. – 400 с.
47. Нигматулин Р.И. Основы механики гетерогенных сред. – М.: Наука, 1978. – 336 с.
48. Санчес-Паленсия Э. Неоднородные среды и теория колебаний. – М.: Мир, 1984. – 472 с.

49. *Рушицкий Я.Я., Журнал С.І. Хвилі в матеріалах з мікроструктурою.* – Київ, Інститут механіки ім. С.П.Тимошенка. 1998.
50. Ландау Л.Д., Лившиц Е.М. Теория упругости. [Текст] – М., 1965.
51. Неразрушающий контроль: Справочник: В 7 т. / под общ. ред. В.В.Клюева. Т. 3: И.Н.Ермолов, Ю.В.Ланге. Ультразвуковой контроль. – М.: Машиностроение, 2004. – 864 с.
52. Комплект отраслевых стандартных образцов КМД10-0 стекло орг. ТОСПЦЮ2.706.011
53. Безымянный Ю.Г. Особенности использования неразрушающих акустических методов для прогнозирования защитных свойств комбинированных керамико-полимерных материалов. /Ю.Г.Безымянный, А.В.Мазная, А.Н.Высоцкий, К.А.Комаров, О.В.Талько //Электроэнергетика та перетворювальнатеchnіка. Вісник НТУ «ХП». м.Харків,2017. – №4(1226). – С.8-13
54. Тимошенко С.П. Колебания в инженерном деле. [Текст] / С.П.Тимошенко, Д.Х.Янг, У.Уивер – М.: Машиностроение, 1985. – 472с.
55. Безымянный Ю.Г. Использование акустических характеристик для контроля структуры пористых материалов. [Текст] // Электронная микроскопия и прочность материалов: Сб. научн. тр. – К., 1999. – С.93-105.
56. Безымянный Ю.Г. Анализ возможностей акустических методов при контроле контактообразования в порошковых материалах / Ю.Г.Безымянный, О.В.Талько // Электроника и связь. – 2006. – №1. – С.48-56.
57. Безымянный Ю.Г. Акустическое отображение нерегулярности формирования свойств полидисперсного порошкового железа / Ю.Г.Безымянный, А.Е.Кущевский, Р.В.Сиденко // Электроника и связь. – 2005. – №28. – С.78-82.
58. Безымянный Ю.Г. Возможности акустических методов при контроле структуры и физико-механических свойств пористых материалов. [Текст] // Порошковая металлургия. – 2001. – №5-6. – С.23-33.
59. Безымянный Ю.Г. Акустическое отображение физико-механических свойств хроммедного композита. [Текст] / Ю.Г.Безымянный, Н.А.Иванюк,

А.Н.Колесников, Е.В.Хоменко. // Тез. докл. 3-й Междун. конф. HighMatTech, 3 – 7 октября 2011 г. Киев, Украина. – С.441.

60. Безимьянний Ю.Г. Акустичний неруйнівний контроль композитів на основі фаз високого тиску вуглецю та нітриду бору. [Текст] / Ю.Г.Безимьянний, І.І.Бужанська, В.М.Волкогон, А.М.Колесников, С.К.Аврамчук. // Збірник тез доповідей 14 Міжнар. н.-т.конфер. “Приладобудування 2015: стан і перспективи”, 22-23 квітня - 2015 р., м.Київ, – С.176-177.

61. *Безымянный Ю.Г., Высоцкий А.Н., Истомина Т.И.* Связь характеристик многокомпонентных порошковых материалов со скоростью распространения упругой волны. *Вісник Національного технічного університету «ХПІ». Серія: Електроенергетика та перетворювальна техніка*, 2018.- № 8(1284). - С.65-68.

62. Державної наукової установи «Книжкова палата України». Відділ класифікаційних систем E-mail: udc@ukrbook.net.

63. Назарчук З.Т., Рибачук В.Л. Дефектоскопия и интроскопия материалов. [Текст] // Неорганическое материаловедение: Энциклопед. изд.: В 2 т. / Под ред. В.В.Скорохода, Г.Г.Гнесина. – Т.1: Основы науки о материалах. – Киев: Наукова думка, 2008. – С.1019-1092.

64. Boccaccini D.N., Dependence of Ultrasonic Velocity on Porosity and Pore Shape in Sintered Materials [Текст] / D.N.Boccaccini, A.R.Boccaccini // J.Nondestr. Eval. – 1997. – V.16, No.4. – P. 187-192.

65. Lewandowski J. Determination of Dynamic Properties of Sintered Copper Powder from Ultrasonic Measurements. [Текст] // Archives of Acoustics. – 1994. – V.19, No 4. – P.513-522.

66. Martin L.P.. Evaluation of Ultrasonically Determined Elasticity-Porosity Relations in Zinc Oxide / L.P.Martin, D.Dadon, M.Posen. [Текст] // J. Am. Ceram. Soc. – 1997. – V. 80, Issue 4. – P.829-846.

67. Grelsson B. Elastic Constants of Particle and Fiber Reinforced Metal Matrix Composites. [Текст] / B.Grelsson, K.Salama // Research in Nondestr. Eval. – 1990. – V.2, No 2. – P.120-134.

68. Leisure R.G. Resonant ultrasound spectroscopy / R.G.Leisure, F.A.Willis // J. Phys.: Condens. Matter. – 1997. – 9. – P.6001-6029.
69. Tong W. Effective Elastic Moduli and Characterization of a Particulate Metal-Matrix Composite with Damaged Particles. [Текст] / W.Tong, G.Ravichandran // Composites Science and Technology. – 1994. – V.52, Issue 2. – P.247-252.
70. Jeong H. Ultrasonic Characterization of Elastic Constants and Defects in Composite Materials. [Текст] // Digital Repository @ Iowa State University Retrospective Theses and Dissertations, 1990.
71. Gnanasundarajayaja B. Characterization, Testing and Software Analysis of Al-WC Nanocomposites. [Текст] / B.Gnanasundarajayaja, N.Selvakumar, R.Murugesh // IJST, Transactions of Mechanical Engineering. – 2014. – V.38, NoM1. – P.105-117.
72. Bourkas G. Estimation of Elastic Moduli of Particulate Composites by New Models and Comparison with Moduli Measured by Tension, Dynamic, and Ultrasonic Tests. [Текст] / G.Bourkas, I.Prassianakis, V.Kytopoulos // Advances in Materials Science and Engineering. – 2010. – ID 891824, – 13p.
73. Безимьянний Ю.Г. Дослідження взаємозв'язку модуля пружності композиту алмаз + SiC з його структурним станом. [Текст] / Ю.Г.Безимьянний, В.Г.Боровик, А.В.Степаненко // Доповіді НАНУ. – 2003. – № 2. – С.90-93.
74. Gudlur P. Thermal and Mechanical Properties of Al/Al₂O₃ Composites at Elevated Temperatures. [Текст] / P.Gudlur, A.Forness, J.Lentz // Material Science and Engineering: A. – 2012. – V.531, No1. – P.18-27.
75. Phani K.K. Estimation of Elastic Properties of Porous Ceramic Using Ultrasonic Longitudinal Wave Velocity Only. [Текст] // J. Am. Ceram. Soc. – 2007. – V.90, Issue 7. – P.2165-2171.
76. Ботаки А.А. Модули упругости и акустические свойства металлокерамики на основе монокарбида вольфрама. [Текст] / А.А.Ботаки, Э.В.Поздеева // Изв. Томского политех. института. – 2007. – Т.311. – № 2. – С.25-35.
77. Vdovichenko O.V. Effect of Microstructure on Young's Modulus of Extruded Al-SiC Composites Studied by Resonant Ultrasound Spectroscopy. [Текст] /

O.V.Vdovichenko, V.S.Voropaev, A.N.Slipenyuk // J. Mater. Sci. – 2006. – V.41. – No24. – P.8329-8338.

78. Лановенко Е.В. Новые технологии и материалы. [Текст] / Е.В.Лановенко, В.В.Лановенко // Инновации и инвестиции в промышленности Дальнего Востока: Всерос. н.-т. конф., Комсомольск-на-Амуре, 15-19 окт., 2007. Ч.2. Комс.-на-Амур.КнАГТУ, 2007. – С.67-68.

79. Акимов В.В. Применение ультразвукового резонансного метода для определения упругих и пластических характеристик сплавов TiC-TiNi. [Текст] / В.В.Акимов, Н.А.Иванов // Прикладная механика и техническая физика. – 2002. – Т.43, № 2. – С.203-207.

80. Hrairi M.A. Compaction of Fly Ash-Aluminum Alloy Composites and Evaluation of Their Mechanical and Acoustic Properties. [Текст] / M.A.Hrairi, I.N.Mirghani // Advance Powder Technology. – 2009. – V.20. – No6. – P.548-553.

81. Roy S. Analysis of Elastic Properties of an Interpenetrating AlSi₂-Al₂O₃ Composite Using Ultrasound Phase Spectroscopy / S.Roy, O.Stoll, K.A.Weidenmann. [Текст] // Composite Science and Technology. – 2011. – V.71. – No7. – P.962 – 968.

82. Sarpun I.H.. Determination of Relation between elastic constant and sintered temperature in WC-Ni composites. [Текст] / I.H.Sarpun, S.Tungel, V.Ozkan // 17th World Conference on Nondestructive Testing, Shanghai, China, 25-28 Oct. 2008. – P.200-205.

83. Вишняков Л.Р. Композиционные материалы // Неорганическое материаловедение: Энциклопед. изд.: В 2 т. /Под ред. Г.Г.Гнесина, В.В.Скорохода. – Т.2.: Материалы и технологии. – Кн.1 – К.: Наук. думка, 2008. – С.434-445.

84. Подрезов Ю.Н. Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. III. Влияние технологических и структурных параметров порошкового титана на закономерности контактообразования / Ю.Н. Подрезов, В.А. Назаренко, Я.И. Евич, А.В. Вдовиченко // Порошковая металлургия – 2009. – № 3–4. – С. 100-113.

85. *Подрезов Ю.Н.* Механические свойства. [Текст] // Неорганическое материаловедение: Энциклопед. изд.: В 2 т. / Под ред. В.В.Скорохода, Г.Г.Гнесина. – Т.1: Основы науки о материалах. – Киев: Наукова думка, 2008. – С.925-956.
86. *Безимьянний Ю.Г.* Дослідження впливу структури композита на основі мідного порошку із вольфрамовими вкрапленнями на швидкість поширення пружної хвилі. [Текст] / Ю.Г.Безимьянний, Т.А.Єпифанцева, Л.О.Тесленко, Є.О.Козирацький. // Вісник Націон. технічн. університету "ХПІ". Зб.наук.праць. Тематичний випуск "Електроенергетика та перетворювальна техніка". – Харків: НТУ "ХПІ" – № 12. – 2010. – С.148-155.
87. *Round R.* Evaluation of Reaction Kinetics and Material Properties of Cementitious Ceramic Materials Using Ultrasonic Velocity and Attenuation Measurements: [Текст] Theses Ph. D., Brunei, 1996.
88. *Безимьянний Ю.Г.* Анализ возможностей акустических методов по выявлению дефектности контактов в порошковых материалах / Ю.Г.Безимьянний, О.В.Талько // Техническая диагностика и неразрушающий контроль. – 2006. – №2. – С.39-45.
89. *Dawson A.L.* Ultrasonic Characterization of Iron Powder Metallurgy Compacts during and after Compaction / A.L.Dawson, J.F.Bussière // Advanced Performance Materials. – 1998. – V.5, Issue 1-2. – P.97-115.
90. *Chmielewski M.* Sintering Behavior and Mechanical Properties of NiAl, Al₂O₃ and NiAl-Al₂O₃ Composites / M.Chmielewski, S.Nosewicz, K.Pietrzak // Journal of Materials Engineering and Performance. – 2014. – V.23, No.11. – P.3875-3886.
91. *Безимьянний Ю.Г.* Отображение свойств волокнистых материалов по скорости распространения упругих волн / Ю.Г.Безимьянний, Е.А.Козирацький // Акустичний вісник. – 2006. – Т.9. – №1. – С.15-20.
92. *Кунець Я.І.* Розсіяння SH-хвиль пружним волокном за наявності тонкого гострокінцевого міжфазного включення малої жорсткості / Я.І.Кунець, В.В.Матус, О.В.Міщенко // Прикл. проблеми мех. і мат. – 2015. – Вип.13. – С.82-87.

93. Djordjevic B.B. Remote Non-Contact Ultrasonic Testing of Composite Materials // 15th World Conference on Nondestructive Testing, Roma, Italy, 15-21 October, 2000. – P.20-25.
94. Bhardwaj M.C. Introduction to Contact-Free Ultrasonic Characterization and Analysis of Consolidated Materials / M.C.Bhardwaj, I.Neeson, G.Stead // NDT.net – 2000. – Vol.5. – No.6.
95. Kupperman D.S. Application of NDE Methods to Green Ceramics / D.S.Kupperman, R.B.Poeppel, H.Berger. // Argonne National Laboratory. – Materials Science and Technology Division. – 1984.
96. Nosewicz S. Discrete element modeling of powder metallurgy processes // Doct. Dessert. – Warsaw. – 2015.
97. Amor M. Influence of Attenuation on the Behaviour of Refracted Elastic Waves at the Interface between Anisotropic Media / M.Amor, B.Rogé // Ultrasonics. – 2002. – V.40, Issues 1-8. – P.561-565.
98. Krasicka E. Guided Interface Waves / E.Krasicka, J.A.Simmons, N.G.Wadley // Institute for Materials Science and Engineering. US Department of Commerce. National Bureau of Standards.- Nondestructive evaluation. Technical activities. – 1986. – P.34.
99. Datta S.K. Interface Effects on Phase Velocities and Attenuation In Composite Materials. / S.K.Datta, H.M.Ledbetter // Institute for Materials Science and Engineering. US Department of Commerce. National Bureau of Standards. - Nondestructive evaluation. Technical activities. – 1986. – P.29.
100. Ijiri Y. Correlation of Mechanical Properties with Nondestructive Evaluation of Babbitt Metal/Bronze Composite Interface / Y.Ijiri, P.K.Liaw, B.J.Taszarek // Metallurgical Transactions A. – 1988. – V.19, Issue 9. – P.2215–2224.
101. S.de Oliveira C.S. Porous Ti35Nb alloy with Low Young's Modulus for Spinal Fusion Implants / S.de C.S.Oliveira, A.A.Ribeiro, S.Griza // 21st CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 09 a 13 de Novembro de 2014, Cuiabá, MT, Brasil

102. Романишин Р.І. Ультразвуковий метод визначення адгезійної міцності покриття // *Техническая диагностика и неразрушающий контроль*. – 2015. – №4. – С.20-26.
103. Gür C.H. Investigation of SiCp Reinforced Aluminum Matrix Composites by Shear and Longitudinal Ultrasonic Waves // *Insight*. – 2001. – V.43, No11. – P.748-750.
104. 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.
105. Безымянный Ю.Г., Козирацкий Е.А., Вдовиченко А.В., Евич Я.И. Сопоставление возможностей методов оценки модулей упругости в образцах материалов разной геометрии/ *Матеріали 2 всеукр. н.-т. конфер. «Актуальні проблеми автоматизації та приладобудування»* – Х.: НТУ "ХПІ", 2015. – С.101-102.
106. Otychenko O.M. Adsorption of ceftriaxon by biogenic hydroxyapatite with magnetic additions / O.M.Otychenko, T.Ye.Babutina, O.A.Kuda et. al. // *Functional Materials*. – 2017. – V.24. – No.4. – P.577-583.
107. Otychenko O. Biogenic Hydroxyapatite Doped with Nanomagnetite Using Condens Physico-Chemical Method / O.Otychenko, A.Parkhomey, T.Babutina, I.Uvarova // *HighMathTech–2015: abstracts of 5-th Intern.Conf. (Kiev, October 5–8, 2015)* – Kyiv, 2015. – P. 204.
108. Куда А.А. Исследование влияния нано-магнетита на свойства *in vitro* биогенного гидроксиапатита/Куда А.А., Отиченко О.Н., Пархомей А.Р. и др.// *Зб. наук. праць "Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології"*. – 2013. – Т. 11, № 4. – С.797-804.
109. Kuda O. Effect of Fe₃O₄, Fe and Cu Doping on magnetic properties and behaviour in physiological solution of Biological Hydroxyapatite/Glass Composites/O.Kuda, N.Pinchuk, L.Ivanchenko et al.//*Journal of Materials Processing Technology*.– Vol. 209, Issue 4. – 2009. – P. 1960-1964.

110. Sych E.E. Effect of pyrogenic silicon dioxide on the structure and properties of hydroxyapatite based bioceramics//Glass and Ceramics.– 2015.– Vol.72, Issue 3.– P.107-110.

111. Tovstonog G.B. The Structure and Properties of Biogenic Hydroxyapatite Ceramics: Microwave and Conventional Sintering/G.B.Tovstonog, O.E.Sych, V.V.Skorokhod//Powder Metallurgy And Metal Ceramics. – 2015. Vol. 53, Issue 9. – P. 566-573.

112. Машиностроение: [Текст] Энциклопедический справочник: В 15 т. / под общ. ред. Е.А.Чудакова. Т. 4: Материалы машиностроения. – М.: Госуд.н.-т. из-во машиностроительной литературы, 1947. – 429 с.

113. Безымянный Ю.Г. Исследование процесса формирования структуры псевдосплавов Cu-W ультразвуковым методом. [Текст] / Ю.Г.Безымянный, Е.А.Козирацкий, О.И.Гетьман, П.Я.Радченко. // Тез. докл. I всеукраїнської н.-т. конференції «Актуальні проблеми автоматики та приладобудування» Харків ХПІ, 11-12 грудня 2014 р. – С.18-19.

114. Безымянный Ю.Г. Сравнение динамических методов при определении упругих характеристик разных материалов. [Текст] / Ю.Г.Безымянный, Е.А.Козирацкий, А.Н.Колесников, Л.О.Тесленко. // Вісник націон. технічн. університету «ХПІ». Зб. наук. праць. Серія: Електроенергетика та перетворювальна техніка. – Харків, 2014. – № 19 (1062). – С.15-22.

115. Безымянный Ю.Г. Постадійний контроль розподілу властивостей в об'ємі заготовок з порошкового заліза. [Текст] / Ю.Г.Безымянный, Г.А.Баглюк, І.Г.Євко, К.А.Комаров. // Вісник націон. технічн. університету «ХПІ». Зб. наук. праць. Серія "Електроенергетика і перетворювальна техніка". – Харків, 2013. – № 34 (1007). – С. 156-162.

116. Безымянный Ю.Г. Оценка свойств материалов на основе монокарбида вольфрама по результатам акустических измерений. [Текст] / Ю.Г.Безымянный, Г.А.Богдан, А.Н.Колесников. // Збірник тез доповідей 11 Міжнар. н.-т.конфер. “Приладобудування 2012: стан і перспективи”, 24-25 квітня – 2012 р., м.Київ, – С. 211-212.

117. Безымянный Ю.Г. Контроль неоднородности свойств порошковых материалов по результатам акустических измерений. [Текст] / Ю.Г.Безымянный, Г.А.Богдан, И.Г.Евко, Н.А.Иванюк, Е.А.Козирацкий. // Вестник Национального технического университета "ХПИ". Зб.науч.трудов. Тематичний випуск "Електроенергетика и преобразовательная техника", 2011. – №19. – С.204-211.

118. Безымянная Е.Ю. Использование ультразвука для исследования процессов компактирования и консолидации прессовок. [Текст] / Е.Ю.Безымянная, А.Н.Колесников, В.А.Назаренко, О.В.Талько. // Акустичний симпозиум «Консонанс-2011». Збірник праць. - Київ, 2011. – С.55-60.

119. Безымянный Ю.Г. Использование ультразвука при отработке технологии получения порошкового материала. [Текст] / Ю.Г.Безымянный, Г.А.Богдан, А.Н.Колесников, А.В.Лаптев, А.И.Толочин, Е.В.Хоменко. / Акустичний симпозиум «Консонанс-2011». Збірник праць. - Київ, 2011. – С.65-70.

120. Безымянный Ю.Г. Использование ультразвука при отработке состава и свойств порошковых прессовок. [Текст] / Ю.Г.Безымянный, Т.А.Епифанцева, Е.А.Козирацкий, Л.О.Тесленко. // Акустичний симпозиум «Консонанс-2011». Збірник праць. - Київ, 2011, – С.75-80.

121. Безымянный Ю.Г., Козирацкий Е.А., Назаренко В.А., Тесленко Л.О. Особенности акустических измерений в прессовках на основе порошка титана // Вісник НТУ «ХПИ». м.Харків, 2017. – №4(1226). – С.3-7.

122. Чинники впливу на динамічні модулі пружності гетерофазних порошкових матеріалів / Ю.Г. Безимьянний, Є.О. Козирацький, Л.О. Тесленко, О.В. Талько // Вісник Українського матеріалознавчого товариства. — 2015. — № 1(8). — С. 68-75.

123. Безимьянний 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.

124. Кузьменко В.А. Звуковые и ультразвуковые колебания при динамических испытаниях материалов. [Текст] – К.: Изд-во АН УССР. 1963. – 152с.
125. 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. *Електроенергетика та перетворювальна техніка*. Вісник НТУ «ХПІ». Харків, 2018. №8 (1284). С. 3-6.
126. Solntsev V. Development of rolling modes for samples made from nichrome powder alloy and their testing at operating temperatures [Текст] / V. Solntsev, G. Frolov, L. Kravchuk, V. Nazarenko, I. Bilan, K. Petrash, I. Husarova, F. Potapov // International scientific journal “Machines. Technologies material”. – Sofia. – 2017. – p. 254-257.
127. Безымянный Ю. Г., Козирацкий Е. А., Бродниковский Н. П., Талько О. В. Акустический неразрушающий контроль многокомпонентного сплава на основе ниобия / Вісник Національного технічного університету "ХПІ". Серія: Електроенергетика та перетворювальна техніка. Прилади та методи контролю та визначення складу речовин. - 2015. - № 19. - С. 119-126.
128. Ермолов И. Н. Теория и практика ультразвукового контроля. М., Машиностроение, 1981. 240 с.
129. Безымянный Ю. Г., Вдовиченко А. В., Кузьменко В. А. Некоторые результаты акустических исследований материалов, изготавливаемых методами порошковой металлургии: Препринт – Киев: ИПМ НАНУ, 1994. – 63 с.
130. Кипарисов С.С., Либензон Г.А. Порошковая металлургия. М.: Металлургия, 1980. 496 с.
131. Неклюдов И.М., Белоус В.А., Воеводин В.Н., Диденко С.Ю., Ильченко Н.И., Диденко Ю.С., Ильченко Ю.Н. Перспективы производства и использования металлических микроламинатов, получаемых вакуумной прокаткой // Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт», Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение (96). – 2010. – №5 . – С.89-94.

132. Безымянный Ю.Г. Особенности использования акустических методов при контроле качества слоистых материалов // Порошковая металлургия. – 1999. – № 5/6. – С. 24-29.
133. Бреховских Л.М. Волны в слоистых средах. М.: Издательство академии наук СССР. – 1957. – 504 с.
134. Гоноровский И.С. Радиотехнические цепи и сигналы. М.: Советское радио, 1971. – 672 с.
135. Шульженко А.А. Поликристаллические материалы на основе алмаза. [Текст] / А.А.Шульженко, В.Г.Гаргин, В.А.Шишкин, А.А.Бочечка Отв. ред. Н.В.Новиков: АН УССР. Ин-т сверхтвердых материалов – К.: Наук. думка, 1985. – 192с.
136. Волкогон В.М. Фізико-технічні основи отримання та управління фомуванням властивостей інструментальних полікристалічних надтвердих матеріалів з вюрцитного нітриду бору: Автореф. дис. докт. техн. наук: 05.02.01 [Текст] / Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М.Францевича НАН України. – Київ, 2004. – 40 с.
137. Исследование анизотропии свойств порошкового железа / Ю.Г.Безымянный, В.В.Скороход, О.В.Талько, Г.Р.Фридман // Порошковая металлургия. – 2006. – №3/4. – С.88–97.
138. Безимьянный Ю.Г., Висоцький А.М., Колесников А. М., Комаров К.А., Назаренко В.А., Солнцев В.П. Особливості ультразвукового контролю за зміною властивостей зразків матеріалу до і після прокатки. Вісник Національного технічного університету «ХПІ». Серія: Електроенергетика та перетворювальна техніка, 2019.- № 1. - С.7-10.
139. Zhou H. Nanoscale hydroxyapatite particles for bone tissue engineering / H.Zhou, J.Lee // Acta Biomater. – 2011. – Vol.7, Issue 7. – P.2769-2781.
140. Sadat-Shojai M. Synthesis methods for nanosized hydroxyapatite with diverse structures / M.Sadat-Shojai, M.T.Khorasani, E.Dinpanah-Khoshdargi, A.Jamshidi // Acta Biomater. – 2013. – Vol.9, Issue 8. – P.7591-7621.

141. Carlisle E. M. Silicon: a possible factor in bone calcification / E. M. Carlisle // *Science*. – 1970. – Vol. 167, Issue 3916. – P. 279–280.
142. Ning C. Q. Effects of silica on the bioactivity of calcium phosphate composites in vitro / C. Q. Ning, J. Mehta, A. El-Ghannam // *J. Mater. Sci. Mater. Med.* – 2005. – Vol. 16, Issue 4. – P. 355–360.
143. Wang S. Bioactive and biodegradable silica biomaterial for bone regeneration / S. Wang, X. Wang, F. G. Draenert et al. // *Bone*. – 2014. – Vol. 67. – P. 292-304
144. Керамические и стеклокристаллические материалы для медицины: [учебник] / В.И.Верещагин, Т.А.Хабас, Е.А.Кулинич, В.П.Игнатов. – Томск.: Издательствл ТПУ, 2008. – 151с.
145. Джея Б. Механические свойства костной ткани [Электронный ресурс] – Режим доступа к публикации: <https://www.scienceforum.ru/2017/pdf/36380.pdf>.
146. Уварова І.В., Горбик П.П., Горобець С.В, и др. Наноматеріали медичного призначення/за редакцією В.В. Скорохода. – К.: «Наукова думка», 2014, 414 с.
147. Сич О. Є. Вплив добавки високодисперсного діоксиду кремнію на структуру та механічні характеристики гідроксиапатитної біокераміки / О. Є. Сич, Г. Б. Товстоног, Н. Д. Пінчук, Ю. Г. Безимьянный, Є. О. Козирацький, К. А. Комаров, Я. І. Євич, І. В. Уварова // *Наукові нотатки*. – 2017. – Випуск № 59. - С. 244-249
148. Безимьянный Ю. Г., Козирацкий Е. А., Комаров К. А., Куда А. А., Отыченко О. Н., Товстоног А. Б., Сыч Е. Е. Особенности и результаты определения динамических характеристик упругости материалов медицинского назначения на основе биогенного гидроксиапатита // III Всеукраїнська науково-технічна конференція «Актуальні проблеми автоматики та приладобудування». м. Харків, Україна, 8-9 груд. 2016 р. – м. Харків, Україна, 2016. – С. 96-97
149. Сыч Е. Е. Исследование характеристики упругости керамики на основе монетита и високодисперсного диоксида кремния акустическим методом / Е. Е. Сыч, Ю. Г. Безимьянный, Е. А. Козирацкий, К. А. Комаров// VII международная

конференции "Деформация и разрушение материалов и наноматериалов" DFMN 2017, г. Москва, Россия, 7-10 нояб. 2017 г.. – г. Москва, Россия, 2017. – С. 650-651

150. Полухин В.П. Составной рабочий инструмент прокатных станов. / В.П.Полухин, П.И.Полухин, В.А.Николаев // М.: Металлургия, 1977. – 87с.

151. ДСТУ EN10229-3-2017. Неразрушающий контроль поковок из стали. Часть 3. Ультразвуковой контроль поковок из ферритных и мартенситных сталей (EN 10229-3: 2016: IDT).

152. ГОСТ 24507-80. Контроль неразрушающий. Поковки из чёрных и цветных металлов. Методы ультразвуковой дефектоскопии.

ДОДАТОК А

АКТИ ВПРОВАДЖЕННЯ

ЗАТВЕРДЖУЮ

Заст. директора

Інституту проблем матеріалознавства
ім. І.М.Францевича НАН України

Г.А. Баглюк

23 " грудня 2015 г.



А К Т

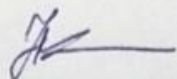
впровадження результатів науково-дослідної роботи

Цей акт складений в тому, що, 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) використано оригінальну методику визначення за допомогою акустичних неруйнівних вимірювань характеристик пружності та пористості зразка багатокомпонентного жароміцного сплаву на основі ніобію. Методику розроблено в рамках відомчої теми фундаментальних наукових досліджень Ш-11-13 «Розробка фізично обґрунтованих методів визначення характеристик пружності багатофазних порошкових матеріалів з урахуванням властивостей вихідних компонентів, технології виготовлення та особливостей експлуатації» (№ держреєстрації 0113U002182, науковий керівник д.т.н. Ю.Г.Безимянний, виконавець м.н.с. Є.О.Козирацький) в Інституті проблем матеріалознавства ім. І.М.Францевича НАН України.

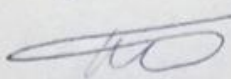
Методика полягає в моделюванні матеріалу з урахуванням особливостей його структури при визначенні кожного з двох типів характеристик, які контролювали. За результатами моделювання проведений вибір найбільше ефективних акустичних методів контролю та їх адаптація до особливостей матеріалу для ефективного розв'язання кожної задачі. Адаптацію при визначенні модулів пружності проводили шляхом вибору вимірюваних параметрів, які забезпечують нечутливість вимірювань до неоднорідності структури матеріалу на мезорівні, а при розв'язанні другої, навпаки, - високу чутливість до відповідної контрольованої особливості структури матеріалу.

Результати досліджень характеристик нового багатокомпонентного жароміцного сплаву на основі ніобію були використані для рекомендацій з відпрацювання технології його створення.

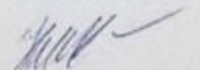
Зав. відділу фізики та технології
жароміцних матеріалів №53

 Бродніковський М.П.

Зав. відділу акустичних досліджень
матеріалів № 57

 Безимянний Ю.Г.

М.н.с. відділу акустичних досліджень
матеріалів № 57

 Козирацький Є.О.


ЗАТВЕРДЖУЮ
 Директор ТОВ «Компанія «Інтервіт»
 _____ В.П.Понизьська
 " 21 " листопада 2018

АКТ

впровадження результатів науково-дослідної роботи

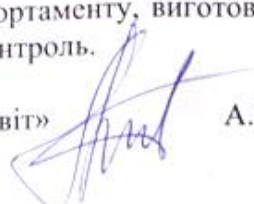
Цей акт складений в тому, що в порядку надання технічної допомоги ТОВ «Компанії «Інтервіт» (Договір про сумісну діяльність № 4 від 15.01.2018 та госп. Договір № 497 від 01.10.2018, наук. керівник д.т.н. Ю.Г.Безимьянний, відп. виконавець м.н.с. Е.О.Козирацький) у рамках відомчої теми фундаментальних досліджень Інституту проблем матеріалознавства ім.І.М.Францевича НАН України (ІПМ) III-15-16 «Дослідження закономірностей відображення у фізичних полях процесів контактоутворення в багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалах для моделювання та визначення їх властивостей» (№ держреєстрації 0116U003500, наук. керівник д.т.н. Ю.Г.Безимьянний, виконавець м.н.с. Е.О.Козирацький) в ІПМ розроблена, а у ТОВ «Компанія «Інтервіт» впроваджена у виробництво оригінальна методика ультразвукової експрес дефектоскопії дрібних партій роликів прокатного стану різного сортаменту, виготовлених у ТОВ «Компанія «Інтервіт».

Ролики являли собою циліндроподібні вироби зі сталі 40Х діаметром 50...60 мм з циліндричною порожниною 15 мм в центрі, мали різну висоту та форму бокової поверхні. Для відновлення поверхневого шару після експлуатації та підвищення зносостійкості старий поверхневий шар роликів знімали у найбільше напружених місцях та наплавляли новий. Різні види роликів потребували різних технологій нанесення покриттів. У місцях контакту нового шару з матеріалом основи ролика можуть з'являтися різні дефекти, які зменшують надійність роботи ролика в процесі експлуатації. Для перевірки наявності дефектів у наплавленому поверхневому шарі та на його границях необхідно було розробити маловитратну універсальну методику ультразвукової дефектоскопії, яка б дозволяла оперативно налаштовувати апаратуру на певний вид ролика та проводити експрес-контроль відповідної партії виробів.

Таку методику було розроблено в ІПМ на базі апаратного комплексу для прецизійних акустичних вимірів, створеного у відділі акустичних методів дослідження матеріалів. Оригінальність розробленої методики полягає в адаптації параметрів акустичного поля до особливостей матеріалу та форми роликів, які контролюються, за критерієм досягнення максимальної чутливості до наявності дефектів на фоні перешкод, пов'язаних з неоднорідністю структури матеріалу досліджуваного виробу.

Впровадження запропонованої методики дозволило надійно виявляти дефекти в роликах прокатного стану різного сортаменту, виготовлених у ТОВ «Компанія «Інтервіт», при малих затратах на контроль.

Керівник відділу продаж ТОВ «Компанії «Інтервіт»


 А.Ю.Терентьев

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

В яких опубліковані основні наукові результати дисертації:

1. Bezumyanniy 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. Безимьянний 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. Безимьянний 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. *Электронная 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. Безимьянний Ю.Г., **Козирацький Є.О.**, Колесников А.Н., Комаров К.А., Талько О.В. Методические особенности дефектоскопии сортамента роликов прокатного стана после их восстановления. *Електроенергетика 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., **Козирацький Є.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. Безимьянный Ю.Г., **Козирацкий Е.А.**, Назаренко В.А. Особенности акустических измерений в прессовках на основе порошка титана. *Електроенергетика 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. Безимьянный Ю.Г., Бродниковский Н.П., **Козирацкий Е.А.**, Талько О.В. Акустический неразрушающий контроль многокомпонентного сплава на основе ниобия. *Електроенергетика та перетворювальна техніка*. Зб. наук. праць. Вісник НТУ «ХПІ». Харків, 2015. № 19 (1128). С.119-126. (Режим доступу: http://nbuv.gov.ua/UJRN/vcpi_e_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., Безимьянный 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).*

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

10. Безимьянный Ю.Г., **Козирацький Є.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 доступа: <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 доступа: <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 доступа: <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.Є. Особенности и результаты определения динамических характеристик упругости материалов медицинского назначения на основе

биогенного гидроксиапатита. *Актуальні проблеми автоматики та приладобудування*: Матеріали III 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. Безымянный 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 II всеукр. наук.-техн. конф. НТУ "ХПІ". Харків, 2015. С. 101-102. (*Особистий внесок здобувача: проведення досліджень, участь у написанні статті*) (заочна участь).

15. Безымянный 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. Безымянный 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 I 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).*