

ВІДГУК

офіційного опонента д-ра техн. наук, професора **Сизоненко Ольги Миколаївни** на дисертацію **Козирацького Євгена Олександровича «Відображення властивостей багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів у керуваних акустичних полях»**, що подана до спеціалізованої вченої ради Д26.207.03 на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.02.01 – «Матеріалознавство» Технічні науки (13 Механічна інженерія)».

Дисертаційна робота виконана в Інституті проблем матеріалознавства ім.І.М.Францевича НАН України і складається із анотації, вступу, 5 розділів, загальних висновків, списку використаних джерел і 2 додатків. Загальний обсяг роботи 7,0 авторських аркушів. Дисертація містить 65 рисунків, 23 таблиці і 153 бібліографічних найменувань. Автореферат дисертації містить 24 сторінки тексту, в тому числі список із 20 праць, опублікованих за темою дисертації.

1. Актуальність теми та зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами

Створення багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів з наперед заданими властивостями є перспективним напрямком, що відповідає сучасним вимогам до нових матеріалів.

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, серед яких акустичні методи є одними з найбільш перспективних.

Велика кількість і різноманітність задач, які виникають в матеріалознавстві при створенні, виготовленні та експлуатації порошкових і композиційних матеріалів робить їх неруйнівний контроль багатофакторним і унеможливорює безпосереднє використання традиційних підходів, добре відпрацьованих і широко застосовуваних для литих матеріалів. Отримання вірогідних результатів неруйнівного контролю порошкових і композиційних матеріалів за допомогою акустичних методів 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 порошкових і композиційних матеріалів, все більш складна структура потребують відповідного розвитку методів неруйнівного контролю. На сьогодні акустичні методи мають багато невикористаних можливостей для розв'язання задач неруйнівного контролю порошкових і композиційних матеріалів.

Подальше ефективне використання акустичних методів неруйнівного контролю в матеріалознавстві може бути пов'язане з вивченням особливостей формування генерованого у матеріалі акустичного поля 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.**

Робота виконана у відповідності з планами науково-дослідних робіт Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України, а дисертант був в них виконавцем.

2. Ступінь обґрунтованості наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих у дисертації, достовірність отриманих результатів

Обґрунтованість наукових положень, висновків і рекомендацій забезпечується використанням сучасних уявлень при фізичному, структурному, 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.

Достовірність отриманих результатів не викликає сумніву і підтверджується їх успішним впровадженням під час виготовлення виробів, оптимізації режимів існуючих технологій виготовлення та для паспортизації й неруйнівного контролю виробів.

3. Наукова новизна отриманих результатів

У процесі досягнення мети і вирішення завдань дослідження були отримані наступні наукові результати:

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 багатошаровому мікроламіні, а також вибору адекватних структурної, акустичної та математичної моделей матеріалу поставлений акустичний експеримент який дозволив визначити вірогідні динамічні пружні сталі такого матеріалу.

4. Практичне значення отриманих результатів

Розвинута в роботі методологія дозволяє на основі аналізу особливостей будови матеріалу і розв'язуваної задачі шляхом керування акустичним полем й адекватної постановки експерименту синтезувати акустичні методи прогнозування і контролю, діагностичні параметри яких мають підвищену чутливість до конкретної властивості, особливостей структури або дефектів матеріалу із будь-якою складною структурою і тому сьогодні їх вже використовують в ІПМ НАН України. Результати досліджень були використані: при виконанні договору № 3/40-Д від 17.06.2015 з розробки жароміцного сплаву і виготовлення з нього виробів для Нанкінської корпорації "Чень Гуан", КНР для відпрацювання технології виготовлення, контролю дефектності та тестування модулів пружності композиту із шарів багатокомпонентного сплаву на основі ніобію; 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.

5. Повнота викладу основних результатів дисертації у фахових виданнях

Результати досліджень по дисертації опубліковані в 20 наукових працях, із них 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 публікацій в матеріалах міжнародних наукових конференцій.

6. Рекомендації з використання результатів і висновків дисертації

Результати досліджень були використані і продовжують використовуватися у ТОВ «Компанія «Інтервіт» для ультразвукової експрес дефектоскопії якості контакту шару наплавлення з матеріалом-основою у дрібних партіях різного сортаменту роликів прокатного стану, які відпрацювали свій ресурс та відновлені, що дозволяє оцінювати якість відновленого шару матеріалу в умовах високого рівня структурних перешкод і забезпечувати підвищення надійності повторного використання таких роликів.

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.

7. Оцінка змісту дисертації, її завершеності в цілому

У першому розділі за результатами літературного огляду наведені аналіз сучасного стану, вихідні наукові принципи використання та проблеми практичного застосування найбільш поширених неруйнівних акустичних методів дослідження властивостей багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів. Відзначено, що для багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів, у зв'язку з їхнім різноманіттям, вірогідне оцінювання властивості матеріалу можливе тільки за умов адекватного вибору моделі твердого середовища, в рамках якого проводять це оцінювання, а також усунення не пов'язаних з метою оцінювання негативних факторів впливу на нього. Зроблено висновок, що це потребує відповідного розвитку методів неруйнівного контролю для забезпечення якісно нових підходів до відображення

властивостей таких матеріалів в акустичних полях. Сформульована мета та основні завдання досліджень.

У другому розділі представлені матеріали та задачі досліджень відповідно них. Так, модельні матеріали призначені для зіставлення між собою методів контролю, виявлення факторів впливу на результати контролю дослідження можливостей акустичних методів; багатофазні порошкові матеріали – відпрацювання структури, технології виробництва, контролю властивостей по стадіях; багатофазні шаруваті композити – розробки вірогідної методики оцінювання пружних сталей, паспортизації матеріалу; матеріали медичного призначення – порівняння за пружними сталими різноманітних матеріалів; вироби – для розробки і впровадження методики неруйнівного контролю. Також представлені форми зразків, напрямки і зони їх прозвучування; використані для акустичних вимірювань устаткування та методи, у тому числі засоби керування акустичними полями; описано застосовані стандартні методи досліджень мікроструктури, густини матеріалу, механічних властивостей.

Третій розділ присвячений критичному аналізу факторів впливу на результати оцінювання властивостей багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів акустичними методами. Експериментально виявлено п'ять груп факторів впливу на результати оцінки акустичними методами модулів пружності багатофазних порошкових матеріалів. Два з них (вихідні компоненти, особливості матеріалу) дозволяють досліджувати матеріал, третій (технологія виготовлення) – відпрацювання технології, ще два (метод вимірювань і геометрія зразка) – знижують вірогідність оцінювання і тому потребують усунення.

На модельних зразках показано, що імпульсним методом можливо визначати вірогідні значення усіх модулів пружності в усіх матеріалах і типорозмірах зразків за умов постановки коректного акустичного експерименту. Для багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів показано, що такий експеримент може бути поставлений після розвитку наукових принципів отримання такої інформації з застосуванням керованих акустичних полів. Проведено такий розвиток з використанням фізичного, структурного, акустичного та математичного моделювання, які базуються на сучасних уявленнях про формування властивостей композитів, а також керуванні параметрами акустичного поля і спеціальних методах обробки інформації, які у сукупності забезпечують адаптацію акустичного методу до умов вимірювання в конкретному матеріалі відповідно до конкретної задачі контролю і дають можливість забезпечити високу інформативність і вірогідність результатів контролю, а також, усунення промахів при вимірюванні. Висока інформативність і вірогідність при використанні імпульсного методу показана на прикладі комплексного дослідження процесів компактування та контактоутворення в пресуваннях і спечених зразках з порошкового титану.

При використанні резонансного методу існує додатковий фактор впливу на результати вимірювання (наявність паразитних поперечних коливань), який пророкував ще Релей у 19 сторіччі. Тому цей метод не дає коректних результатів при оцінюванні модулів пружності неоднорідних, анізотропних матеріалів, а також при коефіцієнті Пуассона суттєво більшому 0,3. Саме з використанням резонансного методу на практиці пов'язаний великий розкид даних у довідниках стосовно модулів пружності гетерогенних матеріалів.

Наявність паразитних поперечних коливань забезпечує підвищену чутливість резонансного методу до структурного стану гетерогенного матеріалу. Це дало змогу запропонований новий критерій переходу (відношення швидкості поширення пружної хвилі у стрижні до швидкості поширення поздовжньої пружної хвилі) пресувань, чи спеченого матеріалу від одного структурного стану до іншого (від відкритої пористості до закритої). Показано, що після такого переходу змінюється вид залежності коефіцієнта Пуассона від пористості.

Можливість отримання вірогідних значень пружних сталей у результаті коректної постановки акустичного експерименту показано на прикладі вимірювання у багатошаровому металевому мікроламіні.

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

При дослідженні композитів на основі фаз високого тиску вуглецю і нітриду бору за допомогою акустичних методів визначали пружні сталі й проводили відпрацювання складу нового матеріалу та режимів технологічного процесу його створення. Результати дослідження зіставили з розрахунками за Хашином-Штрикманом. Оцінки модуля пружності і пружної сталості відрізняються тільки величинами у межах 4 %.

При дослідженні процесу формування псевдосплавів на основі системи Fe-Cu-Mo відпрацьовували вплив складу вихідного порошку та технологічного режиму на пружні сталі. Порошковий матеріал отримано за результатами багатократного пресування та спікання до температури, яка не перевищує 1000 °С, порошоків розміром від 0,5 до 5,0 мкм Fe та Cu з різною об'ємною концентрацією порошку Mo. На відміну від попередньої задачі, пружна стала суттєво (до 30 %) перевищує модуль пружності, що пов'язано з більш високим значенням коефіцієнта Пуассона.

В наступній задачі проведена постановка акустичного експерименту з вимірювань комплексу різних швидкостей поширення пружних хвиль, яка забезпечила коректний неруйнівний контроль властивостей багатофазного порошкового матеріалу після кожної стадії технологічного процесу, у тому числі при наявності прокатки, де суттєво змінюються умови вимірювань. Зразки матеріалу, отримані з порошоків Ni-Cr-Al-Y₂O₃ шляхом спікання при температурі 1250 °С й охолодження з піччю в вакуумі. В подальшому зразки послідовно відпалювали при температурах 800 (стадія №2 і 3), 900 (4), 1000 (5) та 1200 °С (6), прокатували на 13...20 % (7) і знову відпалювали при температурах 600 (8), 800 (9), 1000 (10) та 1250 °С (11). Досліджували акустичне поле не тільки об'ємних пружних хвиль, але й пружної хвилі у пластині. Результати вимірювання дають комплексну інформацію про зміну властивостей матеріалу і його окремих зон після кожної стадії технологічного процесу.

В наступній задачі за оригінальною методикою визначали і зіставляли величини пружних сталей матеріалів медичного призначення на основі порошку біогенного гідроксиапатиту з різними добавками, отриманих в різних умовах, з різною структурою і властивостями, у тому числі з високою крихкістю і пористістю, на зразках, які відрізнялися за формою і розмірами.

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

Для атестації злитків нового багатокомпонентного жаростійкого сплаву на основі системи Nb-Cr-Ti-Zr-Al, які одержували шляхом сплавлення заготовок методом аргонодугової плавки при неповному їх розплавленні, розв'язували 2 задачі: визначення повного набору модулів пружності, якого достатньо для характеристики пружного стану виробу, та виявлення дефектів (пор та непроплавів) у місцях сплавлення заготовок. Для кожної задачі було поставлено окремі експерименти і вибрані свої параметри акустичного поля, адаптовані до матеріалу і задачі. Похибка оцінки кожного модуля пружності не перевищувала 1 %. Були зафіксовані розміри пор від 0,2 мм, що на порядок перевищує можливості традиційної дефектоскопії.

Наступна задача полягала у розробці й впровадженні у виробництво мало затратної методики ультразвукового неруйнівного контролю дефектності широкого асортименту

роликів різних прокатних станів, відновлених після руйнування в процесі експлуатації, при їх дрібносерійному відновленні. Зондування матеріалу проводили радіоімпульсом частою 2.5 МГц з регульованою тривалістю 2-3 мкс, що забезпечило надійне виявлення, на фоні структурних перешкод у матеріалі наплавлення, дефектів з розкриттям від 0,5 мм як до, так і після сточування надлишків наплавлення, що суттєво перевищує можливості традиційної дефектоскопії.

8. Зауваження по роботі

1. Невдало сформульовано п.2 Наукової новизни «...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». До чого тут НОВИЗНА.

2. У розділі 1 автор критикує можливість використання акустичного поля у пластині з точки зору низької вірогідності результатів вимірювання (дивись підпункт 1.3.2.3 і рис. 1.4), але для дослідження багатошарового мікроламінату (дивись пункт 3.2.4) та постадійного контролю властивостей матеріалу на основі порошків Ni-Cr-Al-Y₂O₃ використовує акустичне поле у пластині, стверджуючи, що отримує вірогідні результати (дивись пункт 4.1.3).

3. У розділі 3 автором запропоновано новий критерій оцінки стану структури порошкових пресувань та спеченого матеріалу, величина якого кількісно дорівнює відношенню експериментально визначених швидкостей поширення пружних хвиль у стрижні та поздовжньої і змінюється стрибком як функція пористості при переході від одного стану структури матеріалу до іншого. З дисертації не ясно, чому він вказує на перехід структурного стану матеріалу від закритої до відкритої пористості. До того ж такий перехід сформульовано у п.3 Новизни «...показати, що перехід матеріалу пресовок і спеченого матеріалу від закритої до відкритої пористості проходить при різних значеннях пористості» А на с. 109 написано «У спечених зразках ця область (перехідні діапазони пористості не збігаються для пресувань і спечених зразків) передбачає перехід від матричної структури матеріалу до каркасної, чи від відкритої пористості до закритої», а вже, а у п.4 висновків написано (... від закритої до відкритої пористості ...) проходить при різних значеннях пористості.

4. Деякі структури зразків та шліфів не мають розмірної лінійки (рис. 3.11, 3.16, 3.17).

5. Осцилограми акустичних полів (рис. 3.16, 3.17, 4.13, 5.9, табл3.6) не мають амплітуди та тривалості сигналу, що дає лише якісну картину.

6. П.2 Висновків співпадає з п.3 Наукової новизни тому де фігурує «...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.»

9. Загальний висновок по роботі

У роботі присутні всі складові частини завершеної дисертації. Автореферат та опубліковані здобувачем статті в фахових виданнях відображають основний зміст і результати дисертаційної роботи. Апробація роботи на наукових конференціях та семінарах є достатньою. Методика для ультразвукової експрес дефектоскопії якості контакту шару наплавлення з матеріалом-основою у дрібних партіях різного сортаменту роликів прокатного стану, які відпрацювали свій ресурс та відновлені впроваджена у виробництво і продовжує використовуватися у ТОВ «Компанія «Інтервіт».

Представлена на відзив дисертація, незважаючи на відмічені недоліки, є закінченою науково-дослідною роботою, що містить нові технічні рішення 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.

За отриманими науковими результатами, стилю викладання та оформленню дисертаційна робота Є.О. Козирацького «Відображення властивостей багатокомпонентних порошкових і композиційних матеріалів у керованих акустичних полях», повністю відповідає вимогам пунктів 9, 10 «Порядку присудження наукових ступенів і присвоєння вченого звання старшого наукового співробітника» (постанова Кабінету міністрів України від 24.07.2013, №567) та Вимогам до оформлення дисертації (Наказ МОН України від 03.02.2017, №40).

Вважаю, що здобувач Козирацький Євген Олександрович заслуговує на присудження йому наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.02.01 «Матеріалознавство».

Офіційний опонент,
головний науковий співробітник,
в.о. завідувача відділу імпульсної
обробки дисперсних систем
Інституту імпульсних процесів
і технологій НАН України,
доктор технічних наук, проф.

О.М. Сизоненко

Підпис доктора техн. наук, проф.
Сизоненко О.М. засвідчую:
Вчений секретар ІІІТ НАН України,
кандидат технічних наук



А.В. Сінчук