

Вплив макродефектів структури оксиду алюмінію на нелінійність резонансних механічних коливань

О. В. Вдовиченко

Вивчено нелінійну пружну поведінку пористого оксиду алюмінію з вмістом пороутворювача 4—16% (об.), спеченого за температур 1623—1848 К, в умовах механічного резонансу для оцінки наявності структурних макродефектів типу тріщин. Досліджено залежності від пористості модуля Юнга і параметра нелінійності C_N , який характеризує вплив амплітуди коливань на їх резонансну частоту. Встановлено, що, крім пористості і форми пор, на величину модуля Юнга, ймовірно, впливає наявність дефектів типу тріщин. Виявлено кореляцію між густиною тріщин і параметром нелінійності C_N , натомість однозначної залежності між C_N і пористістю не спостерігалось.

Ключові слова: Al_2O_3 , пори, дефекти типу тріщин, пружність, нелінійні коливання, резонансні методи.

Вступ

Завдяки високій твердості, низькому коефіцієнту тертя і високому опору стиранню і корозії, а також чудовій біосумісності оксид алюмінію є альтернативою металевим сплавам, що застосовуються в ортопедії, а стабільність діелектричних властивостей робить його перспективним функціональним матеріалом. Низка практичних завдань вимагає створення керамічних матеріалів із градієнтом пористості [1, 2]. Зазвичай пористість матеріалів регулюється зміною параметрів спікання або/та введенням пороутворювача [2, 3]. Проте зміна температурного режиму спікання і кількості введенного пороутворювача має наслідком не тільки зміну пористості, але й зміну фазового складу, морфології пор та стану контактів між частинками. Водночас відомо, що керамічні матеріали мають низький опір поширенню тріщин. Це висуває жорсткі вимоги до відсутності в них дефектів типу тріщин, тому що концентрація напружень в вершині тріщини навіть невеликої довжини може викликати вкрай небажане руйнування керамічного виробу, зокрема при його застосуванні *in-vivo* [4]. Тому актуальним є завдання визначення типу макродефектів керамічних матеріалів (пора чи тріщина).

Традиційні ультразвукові, зокрема резонансні, методи неруйнівного контролю матеріалів не дозволяють безпосередньо ідентифікувати тип дефекту [5—7], проте останнім часом були опубліковані роботи, в яких продемонстровано можливості застосування нелінійних ультразвукових методів для ідентифікації дефектів типу тріщин, в тому числі в пористих матеріалах [8—11]. Нелінійний відгук матеріалів, що містять дефекти типу тріщин, на акустичне збурення виявляється в: 1) залежності частоти резонансних коливань від їх амплітуди; 2) спотворенні форми резонансної кривої, 3) спотворенні форми акустичної хвилі, що проходить через зразок тощо.

В даній роботі наведено результати досліджень нелінійної пружної поведінки зразків пористого оксиду алюмінію, виготовлених за різними технологіями, в умовах резонансу при акустичному збуренні для оцінки наявності структурних макродефектів типу тріщин.

Матеріали для досліджень

Зразки для досліджень були виготовлені з порошку α - Al_2O_3 марки А-1000 SG (Alcoa), частинки якого мали форму, близьку до рівновісної з середнім розміром 400 нм і питомою площею поверхні $8,4 \text{ м}^2/\text{г}$. Технологічний процес виготовлення, докладно описаний в роботі [3], складався з таких етапів: 1) розчинення в етиловому спирті порошку поліетиленгліколю (ПЕГ), структурна формула $\text{HO}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{H}$, (Carbowax Senterly 8000, Union Carbide); 2) додавання до розчину порошку кераміки з наступним висушуванням (випарюванням розчинника); 3) пресування суміші в закритій прес-формі; 4) випалювання полімерної зв'язки; 5) остаточного спікання на повітрі впродовж 2 год.

Для одержання зразків з різною пористістю застосовано два технологічні прийоми. Всі зразки першої партії формували за згаданою технологією з додаванням 4% (об.) ПЕГ, проте остаточно спікали при різних температурах: 1623, 1673, 1823 або 1848 К. Тут і надалі під об'ємним вмістом ПЕГ вважали відношення об'єму сухого полімеру до сумарного об'єму полімеру і кераміки за відсутності пор. Зразки другої партії спікали за однакової температури (1823 К), а різної пористості досягали введенням різної кількості полімерної зв'язки, а саме 4, 8 та 16% (об.). В даному випадку полімерна зв'язка відігравала роль пороутворювача. Крім того, виготовлено партію зразків, в яких до висушеної суміші порошку Al_2O_3 і 4% (об.) полімеру, отриманої у згаданий спосіб, перед пресуванням додавали сухий ПЕГ у вигляді порошку з середнім розміром частинок 200 мкм у кількості, необхідній для одержання в сумі 16% ПЕГ в твердій фазі пресовки, і спікали при температурі 1873 К. Вміст ПЕГ в таких зразках надалі позначений 4 + 12%, щоб вказати на різницю у способах виготовлення зразків.

Технології виготовлення забезпечили одержання матеріалів не тільки з різною пористістю, але й з різною морфологією пор.

Густину спечених зразків визначено методом гідростатичного зважування за стандартом ASTM [12] з використанням дистильованої деіонізованої води як імерсійного середовища. Сухий зразок зважували безпосередньо після спікання при температурі зразка більшій за 373 К для запобігання конденсації вологи з повітря на поверхнях відкритих пор. Оскільки дані про наявність склофазі відсутні, теоретичну густину кераміки вважали рівною $3980 \text{ кг}/\text{м}^3$. Відносна похибка визначення густини зразка не перевищувала 0,1%.

Для дослідження поверхонь зразків після статичного руйнування та їх мікроструктури використано скановний електронний мікроскоп Comeco SX-50.

Методи резонансних досліджень

Метод полягав у збуренні в зразках механічних коливань на частотах, близьких до першої моди поздовжніх резонансних коливань стрижня, вимірюванні параметрів резонансної кривої і визначенні за цими параметрами характеристик пружності та дефектності досліджуваних матеріалів. Дослідження виконано на зразках у вигляді стрижня прямокутної форми довжиною 52—58 мм і поперечними розмірами 4,2—5,2 мм в діапазоні частот $5 \cdot 10^4$ — $2 \cdot 10^5$ Гц при амплітуді відносних максимальних

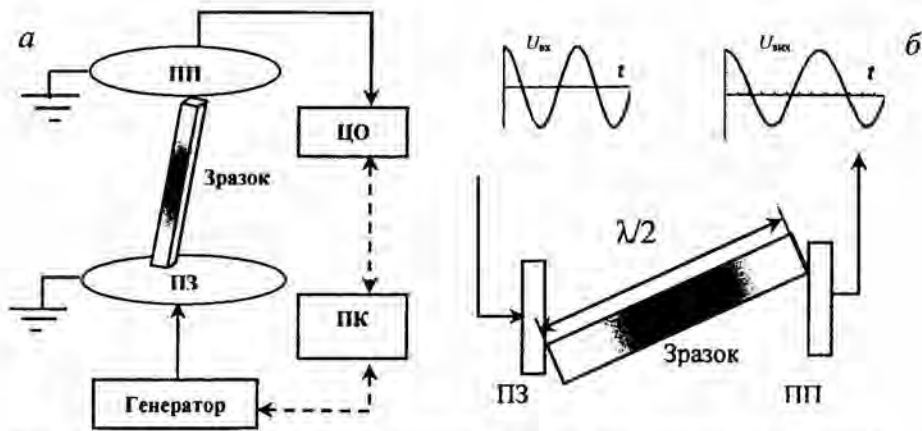


Рис. 1. Схема акустичних вимірювань (а) та схематичне зображення розподілу амплітуди деформацій по довжині зразка при коливаннях за першою модою власних поздовжніх коливань стрижня (б) (на вільних кінцях зразка деформації відсутні, натомість в середньому перерізі виникають максимальні циклічні деформації (позначені чорним)).

циклічних деформацій порядку 10^{-8} — 10^{-6} [13]. Довжина акустичної хвилі λ , яка при поздовжніх коливаннях стрижня по першій моді дорівнює двом його довжинам ($\lambda = 2l$), складала близько 10^{-1} м. Це на порядки перевищує розміри наявних в матеріалі пор (~ 100 мкм) і тому вплив геометричного розсіювання хвилі є нехтовно малим.

Схема реалізації цього методу зображена на рис. 1.

Призматичний зразок встановлено між двома п'єзоелектричними перетворювачами так, щоби контакт зразка з перетворювачами відбувався в двох точках — кутах зразка, які розташовані на його найдовшій діагоналі. Вся поверхня зразка, за винятком двох точок контакту, залишалась вільною і закріплення справляло мінімальний вплив на форми і частоти власних коливань. Електричний сигнал з цифрового генератора надходив на один з перетворювачів (ПЗ), який збуджував у зразку механічні коливання. Частоту збудження збільшували зі змінним кроком, який становив від 100 (у віддалених від резонансного піку діапазонах частоти) до 1 Гц (в близькому околі резонансу). Амплітуду та форму збуджених у зразку коливань виміряно за допомогою протилежного (приймального) перетворювача (ПП), електричний сигнал з якого надходив для подальшого аналізу на пов'язаний з комп'ютером цифровий прилад з функціями осцилоскопа та аналізатора спектру (ЦО).

Для вивчення впливу амплітуди коливань (а відтак, і амплітуди циклічних деформацій) на резонансну частоту та інші характеристики коливань для кожного зразка одержано серію амплітудно-частотних характеристик (АЧХ), виміряних при декількох амплітудах синусоїдальної електричної напруги з генератора $U_{вх}$ в діапазоні 0,25—5 В. Вважали, що величина електричної напруги $U_{вих}$, яка виникає на приймальному перетворювачі, пропорційна амплітуді переміщень вільних кінців зразка і тому результати вимірювання амплітуди коливань наведено в одиницях електричної напруги. На рис. 2 наведено типові АЧХ зразків, виготовлених за різними технологіями в околі частоти першої форми поздовжніх резонансних коливань стрижня, а також проілюстровано описану методику

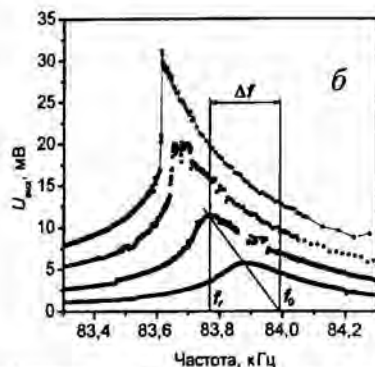
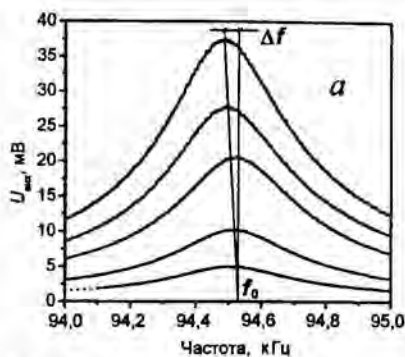


Рис. 2. Експериментальні результати вимірювань АЧХ зразків оксиду алюмінію, спеченого за температур 1848 К (4% ПЕГ) (а) та 1823 К (16% ПЕГ) (б), проведених при різних амплітудах $U_{вх}$.

методику визначення модуля Юнга. По осі абсцис на графіках рис. 2 відкладено частоту коливань, а по осі ординат — середнє квадратичне значення напруги $U_{вх}$, що є пропорційним амплітуді коливань стрижня.

Модуль Юнга E розраховано за результатами вимірювань частоти першої моди поздовжніх коливань стрижня f_0 за формулою [14]

$$E = 4\rho f_0^2 l^2, \quad (1)$$

де ρ — експериментально визначена густина, а l — довжина зразка.

Резонансна частота коливань зразків матеріалів з дефектами типу тріщин або з незв'язаними внутрішніми поверхнями розділу залежить від амплітуди, тому значення модуля Юнга визначено за таким алгоритмом [15]. При декількох амплітудах сигналу збурення коливань $U_{вх}$ визначали частоту і амплітуду поздовжніх резонансних коливань стрижня по першій моді, після чого одержану лінійну залежність між частотою і амплітудою резонансних коливань зразка екстраполювали на нульову амплітуду коливань. Величину модуля Юнга обчислювали за значенням резонансної частоти при нульовій амплітуді коливань f_0 , тобто одержаній в точці перетину прямої, що проходить через пік виміряної АЧХ, з віссю абсцис на графіку $f(A)$.

За параметр визначення, що відбиває нелінійну механічну поведінку досліджуваних матеріалів, обрано залежність частоти резонансу стрижневого зразка від його амплітуди в умовах поздовжніх коливань по першій моді. Модуль Юнга і густина досліджуваних зразків, а також їх довжина були різними, внаслідок чого резонансні частоти зразків суттєво відрізнялись (див. формулу (2)). Тому для порівняння матеріалів щодо наявності структурних макродефектів типу тріщин застосовано такий метод [16]: 1) вимірювали резонансні частоти при декількох амплітудах коливань зразка, одна з яких була мінімальною і її можна було зареєструвати; 2) визначали вигляд функції залежності відносної резонансної частоти f/f_0 від амплітуди коливань (в нашому випадку — від значення сигналу, що надходив від приймального перетворювача $U_{вх}$), а також похідну цієї функції по амплітуді коливань.

В практиці ультразвукового контролю вважається, що можливість реєстрації сигналу визначається мінімальним відношенням сигнал/шум, нижче величини якого сигнал зареєструвати неможливо, незважаючи на

характеристики вимірювального обладнання. Це відношення становить від 1 до 3 і залежить, зокрема, від акустичного фону, джерелом якого є об'єкт контролю. Вимірювання резонансних характеристик матеріалів, які містять дефекти типу тріщин, показали, що при зростанні амплітуди коливань зразка спостерігається не лише зменшення резонансної частоти, але й спотворення форми резонансної кривої і при деякій критичній амплітуді сигналу збурення при поступовому збільшенні частоти збурення відбувається стрибок амплітуди коливань (рис. 2, б), який також є проявом нелінійної пружної поведінки таких матеріалів. З методичного погляду, величина згаданої критичної амплітуди обмежує діапазон вимірювання амплітудної залежності резонансної частоти, тому що при більших амплітудах коливань визначення істинної резонансної частоти стає неможливим.

Результати досліджень та їх обговорення

Фотографії структури деяких зразків наведено на рис. 3. Результати вимірювання модуля Юнга в залежності від загальної пористості досліджуваних матеріалів представлені на рис. 4. Зазвичай для оцінки наявності дефектів типу тріщин характеристики пружності, визначені експериментально, порівнюють з розрахованими за теоретичними моделями, а різницю між ними пояснюють впливом дефектів типу тріщин (що більш характерно для крихких матеріалів) або недосконалих контактів, що присутні у частково спечених порошкових пластичних металах [5, 17]. Проте численні теоретичні і експериментальні дослідження показали, що на пружність також суттєво впливає форма об'ємних пор, їх орієнтація тощо.

На рис. 4 наведено графіки, побудовані за трьома моделями, одна з яких є модель, відома як узагальнений метод самоузгодження, запропонований Maskenzie, де пори в матеріалі розглядаються як сфери однакового

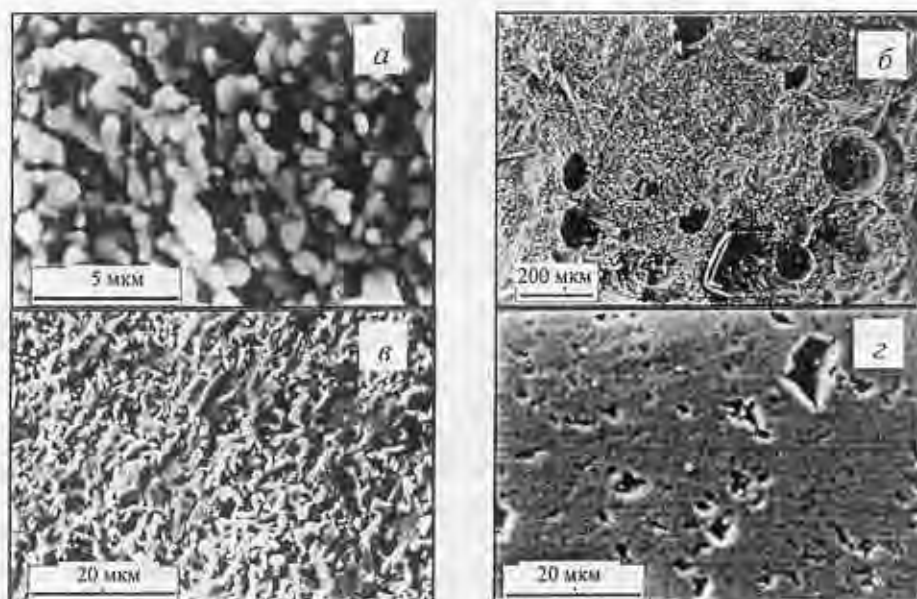


Рис. 3. Фрактограми (а—г) та мікрофотографія шліфу (з) зразків оксиду алюмінію, спечених за температури 1823 К. Об'ємний вміст ПЕГ (%) в твердій фазі до спікання: а — 4; б — 4 + 12; в, г — 16.

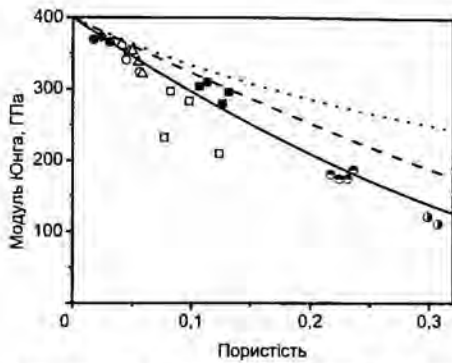


Рис. 4. Залежність модуля Юнга оксиду алюмінію від пористості: експериментальні дані, позначені точками, і розрахункові залежності за формулами (2) (···) та (3) для сферичних (---) і еліпсоїдальних пор (—). Температура спікання та вміст (%) ПЕГ в пресовках: ● — 1848 К, 4%; ○ — 1823 К, 4%; Δ — 1823 К, 8%; □ — 1823 К, 16%; ■ — 1823 К, 4 + 12%; ⊙ — 1673 К, 4%; ⊚ — 1623 К, 4%.

розміру, що не взаємодіють між собою. Згідно з цією моделлю, модуль Юнга пористого матеріалу описується формулою [18]

$$E = E_0 \left[1 + \theta \cdot \frac{3(1 - \nu_0)(9 + 5\nu_0)}{2(7 - 5\nu_0)} \right]^{-1}, \quad (2)$$

де $E_0 = 400$ ГПа і $\nu_0 = 0,23$ — модуль Юнга та коефіцієнт Пуассона оксиду алюмінію відповідно; θ — пористість.

Також на рис. 4 наведено результати числового розрахунку модуля Юнга методом скінченних елементів на трьохмірній комірниці для матеріалів із сферичними порами однакового радіуса $r = 1$ та з однаковими еліпсоїдальними порами, обмеженими поверхнею $(x/a)^2 + (y/b)^2 + (z/c)^2 = 1$ з параметрами $a = b = 1$, $c = 0,25$, орієнтованими так, що зберігається ізотропія характеристик пружності [19]. Для побудови графіків залежності модуля Юнга від пористості (рис. 4) були використані емпіричні рівняння у вигляді [20]

$$E = E_0(1 - \theta/\theta_c)^n, \quad (3)$$

де n і θ_c — припасувальні коефіцієнти. Значення цих коефіцієнтів при зміні пористості в межах $0 \leq \theta \leq 0,5$ становили для матеріалів зі сферичними порами $n = 1,65$; $\theta_c = 0,818$, а для матеріалів з еліпсоїдальними порами — $n = 2,25$; $\theta_c = 0,798$. Автори роботи [20] розглядали коефіцієнт θ_c у формулі (3) як критичну пористість, вище якої $E = 0$, проте нами не надається йому смислу границі протікання.

Одержані результати свідчать, що для всіх досліджених матеріалів експериментальні значення модуля Юнга менші за розраховані в припущенні сферичності пор і різниця між ними збільшується при зростанні пористості. Загальна тенденція зменшення пружності може бути пояснена впливом форми пор, але використання такого підходу не дає відповіді на питання про наявність площинних дефектів.

Аналіз геометричних параметрів пор, проведений по мікрофотографіях шліфів, показав, що в реальних зразках форма пор ближча до сферичної, ніж це впливає з порівняння експериментально визначених значень модуля Юнга і розрахунків за моделлю матеріалу з витягнутими порами. На рис. 5 наведено гістограми розподілу пор за коефіцієнтом видовження γ в матеріалах, спечених за температури 1823 К. Коефіцієнт видовження пор розраховано за формулою

$$\gamma = D_p/D_{\max}, \quad (4)$$

де D_{\max} — максимальний лінійний розмір пори; D_p — розмір пори у напрямку, перпендикулярному до максимального.

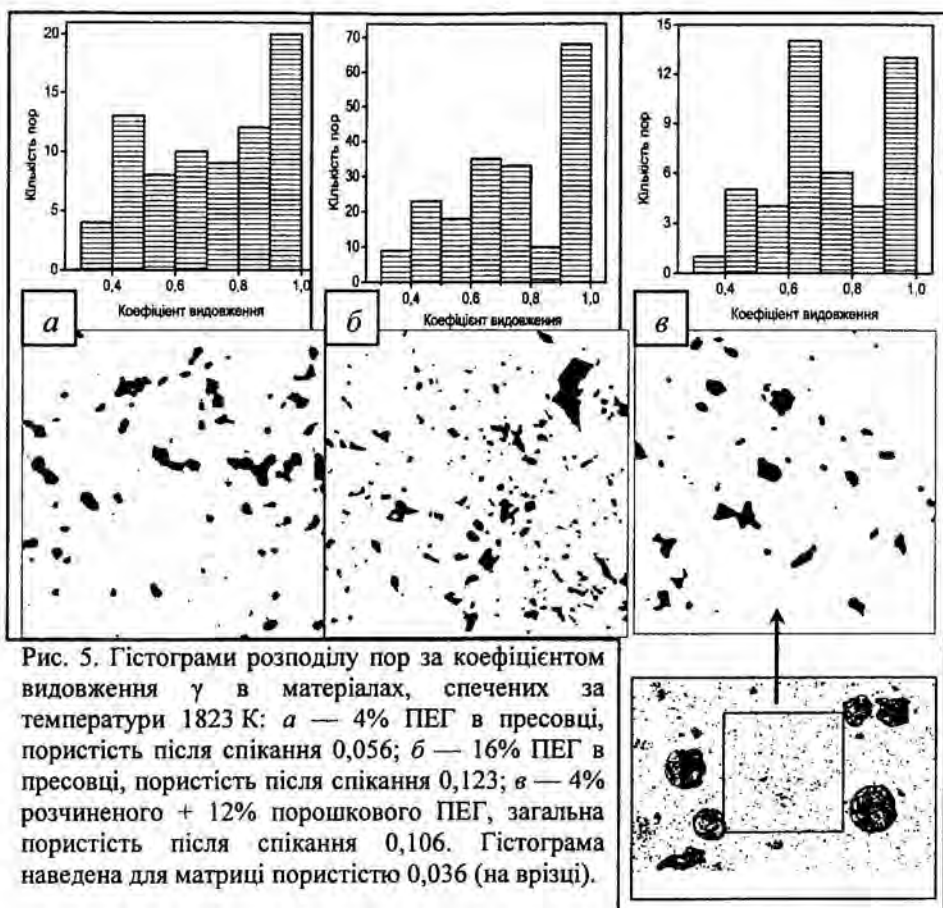


Рис. 5. Гістограми розподілу пор за коефіцієнтом видовження γ в матеріалах, спечених за температури 1823 К: *a* — 4% ПЕГ в пресовці, пористість після спікання 0,056; *б* — 16% ПЕГ в пресовці, пористість після спікання 0,123; *в* — 4% розчиненого + 12% порошкового ПЕГ, загальна пористість після спікання 0,106. Гістограма наведена для матриці пористістю 0,036 (на врізці).

Статистичні оцінки середнього коефіцієнта видовження, середнього квадратичного відхилення, а також дані про пористість, визначену методом гідростатичного зважування за стандартом ASTM [12] і в результаті аналізу мікроструктури (рис. 5), наведено у табл. 1.

Аналіз результатів свідчить про те, що збільшення пористості в дослідженому діапазоні, спричинене зростанням кількості розчиненого пороутворювача, не приводить до помітної зміни форми пор. Натомість матеріал з 4 + 12% ПЕГ має біпористу структуру і містить дрібні пори (~1 мкм) та майже сферичні розміром ~100 мкм. Оцінювали загальний середній коефіцієнт видовження матеріалу, враховуючи, що вміст великих

Т а б л и ц я 1. Статистичні оцінки розподілу пор за коефіцієнтом видовження

Вміст ПЕГ, % (об.)	Пористість θ		Середній коефіцієнт видовження γ	Середнє квадратичне відхилення
	за ASTM	за рис. 5		
4	0,056	0,066	0,735	0,207
16	0,123	0,082	0,759	0,206
4 + 16, матриця	—	0,036*	0,747	0,187
4 + 16, загалом	0,106	0,107	0,85**	—

Пористість матриці, визначена за мікрофотографією.

* Оцінка.

пор з коефіцієнтом видовження приблизно 0,9 становить дві третини від загальної пористості.

Порівняння результатів з табл. 1 з результатами визначення модуля Юнга (рис. 4) підтверджує, що 1) видовженість пор є однією з причин зменшення пружності у порівнянні з розрахованими за моделлю матеріалу, який містить сферичні пори; 2) розбіжність у значеннях модуля Юнга матеріалів, виготовлених додаванням ПЕГ різними способами (розчиненням і у вигляді порошку), зумовлена різною формою пор; 3) експериментально визначена форма пор ближче до сферичної, ніж розрахована за моделлю матеріалу з еліпсоїдальними порами (крива на рис. 4 описує залежність $E(\theta)$ при відношенні меншої осі еліпсоїда до більших 0,25). Одержані результати показали, що на величину модуля Юнга спеченого оксиду алюмінію впливають також інші чинники, найбільш ймовірним з яких є наявні дефекти типу тріщин.

В роботі [21] для оцінки присутності площинних дефектів в титані різної пористості, спеченому за різних температур, знаходили емпіричну залежність модуля Юнга і коефіцієнта Пуассона від пористості матеріалів, спечених за температури, що забезпечує рекристалізацію твердої фази, а про наявність недосконалих контактів робили висновок з порівняння експериментально визначених акустичних характеристик з розрахованими за прийнятою моделлю. Проте відомо, що форма пор змінюється при зміні температури спікання [22]. Тому для оцінки присутності дефектів типу тріщин скористались формулою, що встановлює залежність модуля Юнга від вмісту безладно орієнтованих дефектів різних типів [23]:

$$\frac{E_0}{E} = 1 + \beta \frac{8(1 - \nu_0)(10 - 3\nu_0)}{45(1 - \nu_0/2)} + \theta_1 \cdot F(\gamma_1) + \theta_2 \cdot F(\gamma_2), \quad (5)$$

де E_0 і ν_0 — модуль Юнга та коефіцієнт Пуассона твердої фази відповідно; β — параметр густини тріщин; $F(\gamma_1)$ і $F(\gamma_2)$ — функції, що залежать від характеристик пружності твердої фази і коефіцієнтів видовження γ_1 і γ_2 відповідно; θ_1 і θ_2 — часткові пористості, що формуються порами з коефіцієнтами видовження γ_1 і γ_2 відповідно.

Скалярний параметр густини тріщин визначається в трьохвимірному випадку як [23]

$$\beta = (1/V)\sum(l_i^3), \quad (6)$$

де l_i — радіус i -ї кругової тріщини в комірці об'ємом V .

В табл. 2 наведено значення $F(\gamma)$, одержані розрахунком за методикою, викладеною в роботі [23], а також результати розрахунку за формулою (5) параметра густини тріщин β зразків, структура яких наведена на рис. 5. В таблиці розрахунки наведено у припущенні, що пори мають форму сплющених еліпсоїдів (монетоподібні), проте результати для витягнутих (голкоподібних) еліпсоїдів (не наведені) є дуже близькими.

В роботі [8] показано, що такий параметр нелінійної поведінки, як амплітудна залежність резонансної частоти коливань зразка, корелює з температурою спікання. Це пояснюється впливом наявності і вмісту недосконалих в механічному сенсі контактів. Результати вимірювань резонансних частот, одержані нами, показали, що в діапазоні амплітуд, обмеженому мінімальною і максимальною амплітудами коливань, величини яких визначені з наведених раніше міркувань, функція залежності

Т а б л и ц я 2. Вміст дефектів різних типів в матеріалах, спечених за 1823 К

E , ГПа	θ_1	γ_1	θ_2	γ_2	$F(\gamma_1)$	$F(\gamma_2)$	β
323	0,056	0,735	—	—	2,031	—	0,086
209	0,123	0,759	—	—	2,025	—	0,460
304	0,036	0,747	0,070	0,85	2,028	2,011	0,072

резонансної частоти від амплітуди коливань є лінійною для всіх досліджених зразків. Це узгоджується з результатами, одержаними раніше при дослідженнях порошкового заліза, спеченого за різних температур [8], і геологічних матеріалів [13]. Тому похідні функції відносної резонансної частоти f_r / f_0 по відносній деформації, яка є пропорційною до значення сигналу $U_{\text{вих}}$ в умовах резонансу, є константою:

$$\frac{d}{dU_{\text{вих}}} \frac{f_r(U_{\text{вих}})}{f_0} = C_N, \quad (7)$$

де f_0 — резонансна частота при нульовій амплітуді коливань, визначена за викладеним раніше способом; f_r — резонансна частота, виміряна на заданому рівні сигналу збурення; C_N — числовий коефіцієнт.

Отже, коефіцієнти C_N пористого оксиду алюмінію, виготовленого за різними технологіями, визначали за графіками залежності відносного зсуву резонансної частоти $\frac{\Delta f_r}{f_0} = \frac{f_0 - f_r}{f_0}$ від амплітуди резонансу $U_{\text{вих}}$, які

наведені на рис. 6. Результати досліджень зразків, одержаних з пресовок з однаковим вмістом зв'язки, але спечених за різних температур, зображено на рис. 6, а, натомість на рис. 6, б продемонстровано результати для зразків, одержаних спіканням при однаковій температурі пресовок з різним вмістом зв'язки (пороутворювача).

Результати визначення коефіцієнта C_N , який характеризує ступінь зміни резонансної частоти при зміні амплітуди коливань зразка, наведені на рис. 7, свідчать, що значення C_N збільшуються при зростанні пористості у зразків, зміна пористості яких відбувалась за рахунок введення в пресовки різної кількості пороутворювача у колоїдний спосіб при спіканні за однакової температури (1823 К).

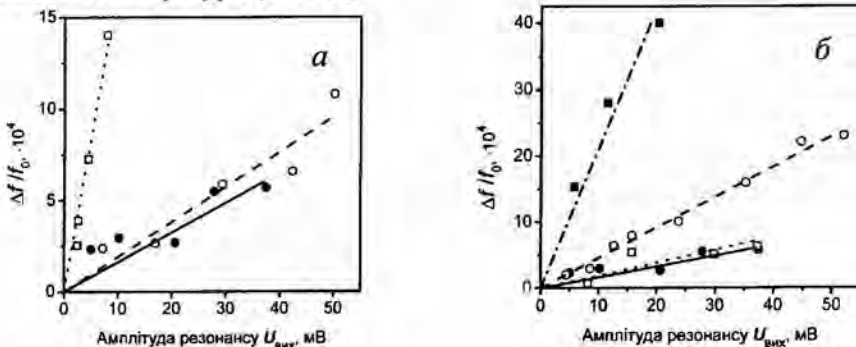


Рис. 6. Амплітудні залежності зсуву резонансної частоти Al_2O_3 : а — вміст ПЕГ в пресовці 4%, температури спікання: 1848 (●, —), 1673 (○, - -) і 1623 К (□, ···); б — температура спікання 1823 К, вміст ПЕГ: 4 (●, —), 8 (○, - -), 16 (■, - · -) та 4 + 12% (□, ···).

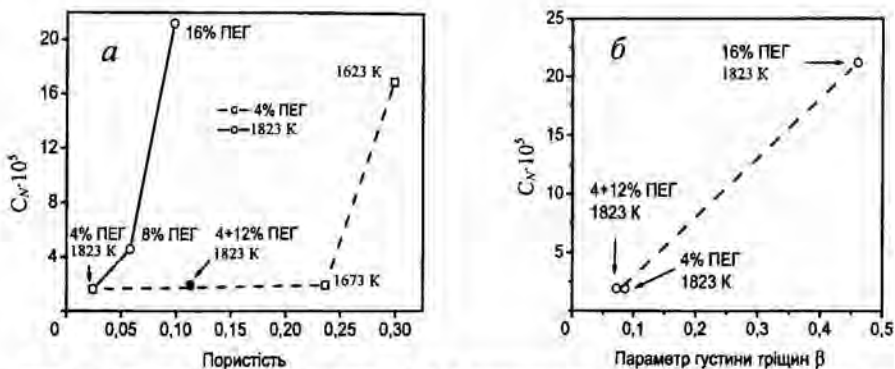


Рис. 7. Залежність коефіцієнта C_N від пористості зразків, виготовлених за різними технологіями (а), та від вмісту тріщин (б).

Незважаючи на рекристалізацію, що відбулась в матеріалі, виготовленому спіканням пресовки з вмістом 16% ПЕГ (рис. 3, в), значення коефіцієнта C_N його на порядок перевищувало такий матеріалу з 4% ПЕГ у пресовці. Втім, хоча введення пороутворювача у вигляді частинок (4 + 12%) спричинило дещо більше зростання пористості ($\theta = 0,113$), як і при введенні 16% ПЕГ у колоїдний спосіб ($\theta = 0,098$), воно не мало наслідком зростання коефіцієнта C_N у порівнянні з матеріалом пористістю 0,024, одержаним спіканням пресовки з вмістом 4% ПЕГ.

Водночас підвищення пористості від 0,02 до 0,23 внаслідок зменшення температури спікання з 1823 до 1673 К не спричинило помітної зміни C_N , тоді як цей коефіцієнт зразка, спеченого за температури 1623 К, підвищився на порядок. Наведені результати свідчать, що на зміну резонансної частоти при збільшенні амплітуди коливань зразків впливають чинники інші, ніж пористість. Порівняння результатів досліджень нелінійної пружності з результатами аналізу структури (рис. 7, б) показало, що величина коефіцієнта C_N корелює з розрахованим вмістом тріщиноподібних дефектів. Це дозволяє припустити, що джерелом амплітудної залежності резонансної частоти коливань є дефекти типу тріщин.

Висновки

Встановлено, що частота резонансних коливань зразків оксиду алюмінію, виготовлених за різними технологіями, лінійно залежить від амплітуди їх коливань від мінімальних амплітуд, що їх можливо зареєструвати, до амплітуд, при яких спостерігається зрив резонансу, і як параметр нелінійності коливань визначали коефіцієнт нахилу C_N на графіку цієї залежності. Виявлено також, що зменшення модуля Юнга оксиду алюмінію викликається не лише наявністю пор та їх морфологією. Ймовірною причиною додаткового зменшення пружності є присутність дефектів типу тріщин. Однозначної залежності між параметром нелінійності коливань і пористістю не виявлено. Натомість відзначена кореляція між параметром густини тріщин, розрахованим з використанням аналізу структури, і коефіцієнтом C_N дозволяє зробити висновок, що джерелом виникнення нелінійних ефектів при коливаннях зразків кераміки є дефекти типу тріщин. Тому методи нелінійної механічної спектроскопії є перспективними для ідентифікації типу дефектів при неруйнівному контролі керамічних виробів.

1. *Bioceramics and Their Clinical Applications* / Ed. T. Kokubo. — Cambridge : Woodhead Publishing, 2008. — 760 p.
2. *Suresh S. Fundamentals of Functionally Graded Materials Processing and Thermomechanical Behaviour of Graded Metals and Metal-ceramic Composites* / S. Suresh, A. Mortensen. — Cambridge : University Press, 1998. — 161 p.
3. *Vdovychenko O. V. Effect of polyethylene glycol content in compacts on structure of porous sintered alumina* / O. V. Vdovychenko, M. J. Baumann // *Ceramics*. — 2008. — **101**. — P. 99—106.
4. *De Aza A. H. Crack grows resistance of alumina, zirconia and toughened alumina ceramics for joint prostheses* / [A. H. de Aza, J. Chevalier, G. Fantozzi et al.] // *Biomaterials*. — 2002. — **23**. — P. 937—945.
5. *Роман О. В. Ультразвуковой и резистометрический контроль в порошковой металлургии* / О. В. Роман, В. В. Скороход, Г. Фридман. — Минск : Выш. школа, 1989. — 182 с.
6. *Безьянный Ю. Г. Возможности акустических методов при контроле структуры и физико-механических свойств порошковых материалов* // *Порошковая металлургия*. — 2001. — № 5/6. — С. 23—33.
7. *Ren F. Resonant ultrasound spectroscopy measurement of Young's modulus, shear modulus and Poisson's ratio as a function of porosity for alumina and hydroxyapatite* / [F. Ren, E. D. Case, A. Morrison et al.] // *Phil. Mag.* — 2009. — **89** (14). — P. 1163—1182.
8. *Вдовиченко А. В. Исследование эволюции межчастичных границ в высокоплотных прессовках из железного порошка методом механической резонансной спектроскопии* / А. В. Вдовиченко, Ю. Н. Подрезов, В. В. Скороход // *Порошковая металлургия*. — 2008. — № 5/6. — С. 128—137.
9. *Yan D. Measurement of ultrasonic nonlinearity of kissing bonds in adhesive joints* / D. Yan, B. W. Drinkwater, S. A. Neild // *NDT&E Int.* — 2009. — **42**. — P. 459—466.
10. *Muller M. Nonlinear ultrasound can detect accumulated damage in human bone* / [M. Muller, D. Mitton, M. Talmant et al.] // *J. Biomech.* — 2008. — **41**. — P. 1062—1068.
11. *Musalek R. Non-linear mechanical behavior of plasma sprayed alumina under mechanical and thermal loading* / [R. Musalek, J. Matejicek, M. Vilemova, O. Kovarik] // *J. Therm. Spray Technol.* — 2010. — **19**. — P. 422—428.
12. *Annual Book of ASTM Standards, Refractories, Activatic Carbon, Advanced Ceramic, 2000*. — 19.01. — С. 830—93.
13. *Guyer R. A. Hysteresis and the dynamic elasticity of consolidated granular materials* / R. A. Guyer, J. TenCate, P. Johnson // *Phys. Rev. Lett.* — 1999. — **82**. — P. 3280—3283.
14. *Тимошенко С. П. Колебания в инженерном деле* / С. П. Тимошенко, Д. Х. Янг, У. Уивер. — М. : Машиностроение, 1985. — 472 с.
15. *Пат. 90728 UA. Спосіб визначення модуля пружності матеріалів* / О. В. Вдовиченко // *Опубл.* 25.05.2010, Бюл. № 10.
16. *Пат. 82678 UA. Спосіб контролю дефектності матеріалів* / О. В. Вдовиченко // *Опубл.* 12.05.2008, Бюл. № 9.
17. *Вдовиченко А. В. Эволюция динамического модуля Юнга и демпфирующей способности пористого железа* / А. В. Вдовиченко, Ю. Н. Подрезов // *Металлофиз. новейшие технологии*. — 2005. — **27**, № 11. — С. 1429—1440.
18. *Kachanov M. Effective moduli of solids with cavities of various shapes* / M. Kachanov, I. Tsukrov, B. Shafiro // *Allp. Mech. Rev.* — 1994. — **47** (1), part. 2. — P. 151—174.
19. *Roberts A. P. Elastic properties of model porous ceramics* / A. P. Roberts, E. J. Garboczi // *J. Amer. Ceram. Soc.* — 2000. — **83**. — P. 3041—3048.
20. *Phani K. K. Young's modulus of porous brittle solids* / K. K. Phani, S. K. Niyogi // *J. Mater. Sci.* — 1987. — **22**. — P. 257—263.

21. Вдовиченко О. В. Оцінка дефектності пористого титану неруйнівними ультразвуковими методами / О. В. Вдовиченко, О. О. Мосолаб, В. А. Назаренко // *Электронная микроскопия и прочность материалов*. — К. : Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. — 2009. — Вып. 16. — С. 80—87.
22. Prokopiiev O. Dependence of the mechanical properties of sintered hydroxyapatite on the sintering temperature / O. Prokopiiev, I. Sevostianov // *Mater. Sci. Eng. A*. — 2006. — **431**. — P. 218—227.
23. Sevostianov I. Recovery of information on the microstructure of porous/microcracked materials from the effective elastic/conductive properties / I. Sevostianov, L. Gorbatikh, M. Kachanov // *Ibid.* — 2002. — **318**. — P. 1—14.

Влияние макродефектов структуры оксида алюминия на нелинейность резонансных механических колебаний

А. В. Вдовиченко

Изучено нелинейное упругое поведение пористого оксида алюминия, содержащего 4—16% (об.) порообразователя, спеченного при температурах 1623—1848 К, в условиях механического резонанса с целью оценки наличия макродефектов типа трещин. Исследованы зависимости от пористости модуля Юнга и параметра нелинейности C_N , который характеризует влияние амплитуды колебаний на их резонансную частоту. Установлено, что, кроме пористости и формы пор, на величину модуля Юнга, вероятно, влияет наличие дефектов типа трещин. Выявлена корреляция между плотностью трещин и параметром нелинейности C_N , тогда как однозначной зависимости между C_N и пористостью не наблюдалось.

Ключевые слова: Al_2O_3 , поры, дефекты типа трещин, упругость, нелинейные колебания, резонансные методы.

Influence of structural macrodefects of alumina on nonlinearity of resonant mechanic oscillations

O. V. Vdovychenko

Nonlinear elastic behavior of porous alumina containing from 4 to 16% (vol.) polyethylene glycol binder sintered at 1623 to 1848 K under condition of mechanical resonance with aim to estimate of presence of crack-like structural macrodefects is studied. The dependences of Young's modulus and nonlinearity parameter C_N that characterized influence of amplitude of oscillations on their resonant frequency, on porosity were studied. The presence of crack-like defects, in addition to porosity and pore shape, was found to be a factor of influence on Young's modulus value. The correlation between crack density and nonlinearity parameter C_N was found while no definite relation was observed between C_N and porosity.

Keywords: Al_2O_3 , pores, crack-like defects, elasticity, nonlinear oscillations, resonant technique.