

## Явище повільної динаміки в нелінійно-пружних спечених пористих титані та оксиді алюмінію

О. В. Вдовиченко

Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України,  
Київ, e-mail: vdovyche@gmail.com

*Досліджено явище повільної динаміки в слабкоспечених пористих оксиді алюмінію та титані, які демонструють нелінійну пружну поведінку в умовах механічного резонансу. Виявлено, що резонансна частота та декремент коливань змінювалися в процесі коливань зразків з відносно великою амплітудою, а після їх припинення відновлювалися за  $\sim 10^4$  с. Встановлено, що явище повільної динаміки та інші нелінійні ефекти пов'язані між собою. Ймовірною причиною цих явищ є перехід двовимірних дефектів в активований стан під дією циклічних навантажень та поступова релаксація структури до рівноважного стану після розвантаження.*

**Ключові слова:** порошкові матеріали, дефекти структури, нелінійні резонансні методи, повільна динаміка.

### Вступ

Останніми роками бурхливо розвиваються нові технології створення пористих та композиційних виробів з металічних та керамічних порошоків для промисловості та медицини [1—3]. Класична методика Скорохода—Фрідмана [4] дозволяє визначати загальний вміст дефектів за вимірною швидкістю поширення пружної хвилі, проте ідентифікація дефектів в пористих виробках складної геометрії вимагає розробки нових *in-situ* методів контролю на основі більш глибокого розуміння фізичних явищ, що лежать в їх основі [5, 6]. Для ідентифікації виду дефектів (пор, тріщин, недосконалих контактів між частинками та фазами) перспективними видаються акустичні методи, що ґрунтуються на так званих неklasичних нелінійних явищах, які спостерігаються в діапазоні пружних деформацій під час квазістатичних навантажень [7—9] та механічних коливань [9—11] виробів з дефектами, зокрема, виготовлених з порошоків. До таких явищ належать зменшення частоти резонансних коливань зі збільшенням їх амплітуди, спотворення форми резонансної кривої [12, 13], генерування гармонік, виникнення сталої складової в спектрі сигналу [14, 15] тощо. Одним з нелінійних ефектів, що відзначався в гірських породах та деяких інших матеріалах, є повільна динаміка, яка полягає в поступовому зменшенні резонансної частоти  $f_r$  після зростання амплітуди коливань зразка і, навпаки, в поступовому збільшенні  $f_r$  після зменшення їх амплітуди [16, 17].

Робота присвячена дослідженню повільної динаміки в частково спечених пористих оксиді алюмінію та порошковому титані як основи створення нових акустичних методів неруйнівного контролю.

### Об'єкти та методи досліджень

Для досліджень були виготовлені зразки з порошку A-1000 SG (Alcoa), що містив 99,8% (мас.) оксиду алюмінію (95%  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) з питомою площею

**Т а б л и ц я 1. Пористість досліджуваних матеріалів після спікання за різних температур**

Зразок	Матеріал	Температура спікання, К	Пористість	
			загальна	відкрита
1	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1623	0,299	0,253
2	Ti	Н/сп	0,085	Н/в
3	„ – „	973	0,185	„ – „
4	„ – „	973	0,290	„ – „

поверхні 8,4 м<sup>2</sup>/г і розподілом частинок за умовним діаметром: 10% < 160 нм, 50% < 400 нм, 90% < 1500 нм, та з титанового порошку марки ПТЭС фракції –315+200 мкм. Зразок оксиду алюмінію у формі стрижню розміром 58,5 x 5,0 x 4,7 мм, процес виготовлення якого докладно описаний в роботі [18], був одержаний спіканням на повітрі за температури 1623 К. Зразки титану розмірами 45 x 7 x (3–5) мм отримували двобічним пресуванням в закритій прес-формі без спікання або з подальшим спіканням у вакуумі [13]. Технологічні параметри та результати визначення пористості в досліджуваних матеріалах наведені в табл. 1.

Відомо, що зв'язок між компонентами тензорів механічних напружень і малих (пружних) відносних деформацій загалом не є лінійним. Перша причина „класичної” нелінійності зумовлена нелінійною залежністю міжмолекулярних сил від зміщення молекул навіть в ідеальному кристалі, другою причиною є існування мікродфектів структури твердих тіл, зокрема дислокацій [19]. Такі нелінійні ефекти стають помітними в матеріалах, які не містять макроскопічних дефектів, лише за напружень, що перевищують границю пропорційності. „Некласична” нелінійність зумовлена присутністю макро- та мезоскопічних дефектів, які виникають під час консолідації матеріалів з порошків (тріщини та недосконалі в механічному сенсі контакти) або в процесі експлуатації, і проявляється вона за набагато менших деформацій.

Дослідження проводили на повітрі за кімнатної температури. Поведінку оксиду алюмінію вивчали в процесі поздовжніх резонансних коливань стрижневого зразка [15] з частотою близько 58 кГц. Вплив закріплення на частоту власних коливань зразка був нехтовно малим, тому що вся його поверхня, за винятком двох точок контакту з п'єзоелектричними перетворювачами, залишалася вільною. Відносні максимальні циклічні деформації, що виникали в зразку, мали амплітуду порядку 10<sup>-8</sup>–10<sup>-6</sup> [20].

Декремент коливань визначали за шириною резонансної кривої на рівні половини її амплітуди за формулою

$$\delta = \frac{\pi}{\sqrt{3}} \frac{f_2 - f_1}{f_r}, \quad (1)$$

де  $f_1$  і  $f_2$  — частоти до і після резонансу відповідно, за яких амплітуда коливань зразка набуває значення половини амплітуди коливань за резонансної частоти  $f_r$  [21].

Дослідження слабкопеченого оксиду алюмінію проводили в такій послідовності: 1) вимірювали параметри поздовжніх резонансних коливань ( $f_r$  та  $\delta$ ) за амплітуди синусоїдального сигналу збурення  $U_{вх} = 1$  В; 2) сигналом амплітудою  $U_{вх} = 10$  В збурювали коливання більшої амплітуди

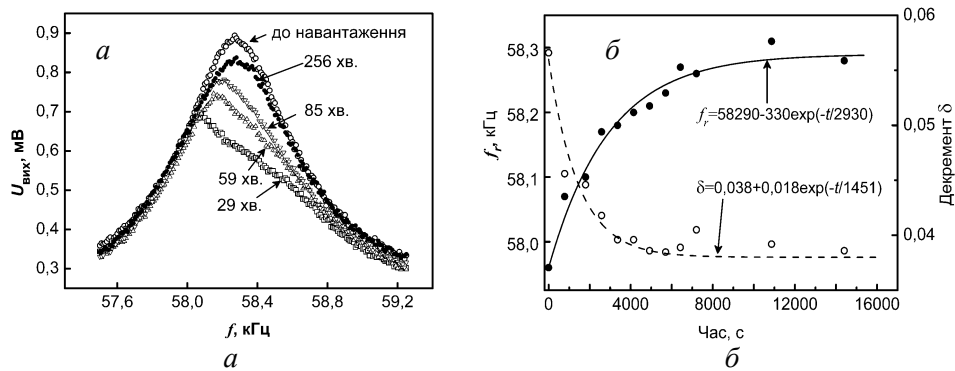


Рис. 1. Резонансні криві зразка  $\text{Al}_2\text{O}_3$  до та після вказаного на полі часу після припинення коливань, збудованих сигналом амплітудою  $U_{\text{вх}} = 10 \text{ В}$  (а) та релаксація резонансної частоти  $f_r$  та декременту коливань  $\delta$  (б).

(нагнітання), що спричиняло зменшення резонансної частоти; 3) зменшували амплітуду сигналу до  $U_{\text{вх}} = 1 \text{ В}$  і через певні проміжки часу записували резонансні криві; 4) за резонансними кривими, типовий вигляд яких зображено на рис. 1, а, визначали резонансну частоту і декремент коливань.

Поведінку консольно закріплених на вібродинамічному стенді ВЭДС-200 зразків титану вивчали в умовах їх поперечних резонансних коливань в діапазоні частот  $0,4\text{—}1,2 \text{ кГц}$ , які збудовували через закріплення [12] за схожим алгоритмом, тобто вимірювали резонансну частоту на малому рівні сигналу збурення впродовж або після підвищення рівня цього сигналу і протягом певного часу після відключення сигналу збурення. Амплітуду максимальних циклічних деформацій, що виникали в зразку під час коливань, визначали за формулою

$$\varepsilon = \pi A f (3\rho/E)^{0,5}, \quad (2)$$

де  $A$  — амплітуда коливань вільного кінця зразка;  $f$  — частота першої моди резонансних поперечних коливань;  $\rho$  — густина;  $E$  — модуль Юнга, визначений за резонансною частотою поздовжніх коливань зразків.

## Результати досліджень та їх обговорення

### Оксид алюмінію

Експериментально одержана залежність зміни резонансної частоти зразка оксиду алюмінію в процесі повільної динаміки (рис. 1, б) відносно добре апроксимується експоненційною залежністю

$$f_r(t) = f_{r\infty} - k_e \cdot \exp(-t/\tau_f), \quad (3)$$

де  $f_{r\infty}$  — резонансна частота в стабільному (неактивованому) стані;  $k_e$  — коефіцієнт;  $\tau_f$  — стала часу релаксації резонансної частоти. Рівняння, одержане мінімізацією відхилення розрахованих частот від вимірних з коефіцієнтом змішаної кореляції  $R^2 = 0,98$ , мало вигляд  $f_r(t) = 58\,290 - 330 \cdot \exp(-t/2930)$ , тобто стала часу релаксації резонансної частоти становила  $\tau_f = 2930 \text{ с} \approx 49 \text{ хв}$ . Повільна динаміка декременту коливань задовільно описувалася залежністю  $\delta(t) = 0,038 + 0,018 \cdot \exp(-t/1451)$  з  $R^2 = 0,96$ , тобто стала часу релаксації декременту коливань була вдвічі меншою і становила  $\tau_\delta = 1451 \text{ с} \approx 24 \text{ хв}$ . На відміну від результатів для скляних і сталевих зразків з одиничними тріщинами [22], апроксимація даних з

релаксації декременту логарифмічною залежністю показала набагато слабшу кореляцію ( $R^2 = 0,74$ ). Формально, відповідно до виразу (1), на значення  $\delta$  впливають дві величини: резонансна частота (обернено пропорційно) і ширина резонансної кривої на рівні половини її максимального значення. Остання величина внаслідок збільшення максимального значення резонансної кривої також зменшується з часом релаксації (рис. 1, *a*), тому значення  $\delta(t)$  зменшуються швидше, ніж збільшується  $f_r(t)$ , і  $\tau_f > \tau_\delta$ . Зауважимо: через те, що вимірювання форми резонансної кривої потребує певного часу ( $\sim 1$  с на кожну експериментальну точку на рис. 1, *a*), перше вимірювання резонансної частоти відбулося через 960 с після припинення коливань великої амплітуди і саме цей момент часу був обраний за  $t = 0$  (рис. 1, *b*).

### Титан

Явище повільної динаміки в сирій пресовці (зразок 2, табл. 1) досліджували за таким алгоритмом. На стадії I сигнал з генератора збурення покроково збільшували через кожну хвилину і на кожному кроці вимірювали власну частоту зразка, яка зменшилася від 490 Гц на рівні  $\varepsilon_{\max} = 3,25 \cdot 10^{-5}$  до 429 Гц на рівні  $\varepsilon_{\max} = 1,71 \cdot 10^{-4}$  (рис. 2, *a*). Врізка на рис. 2, *a* свідчить про те, що  $f_r$  зменшувалася зі збільшенням  $\varepsilon_{\max}$  за лінійним законом, як це відзначалося в попередній роботі [13].

На стадії II, в момент часу  $t_{02} = 300$  с від початку експерименту, рівень  $\varepsilon_{\max}$  зменшили одразу від  $1,71 \cdot 10^{-4}$  до  $4,6 \cdot 10^{-5}$ , внаслідок чого резонансна частота підвищилася до 463 Гц, і витримували на цьому рівні 540 с. Під час витримки  $f_r$  поступово зростала до 467,7 Гц за логарифмічним законом (крива 2 на рис. 2, *b*):

$$f_r(t) = f_{r0} + k_f \ln(t/\tau_f), \quad (4)$$

де вважали, що  $\tau_f = 1$  с.

В момент часу  $t_{03} = 1100$  с (стадія III)  $\varepsilon_{\max}$  збільшили одразу до  $1,87 \cdot 10^{-4}$ , після чого  $f_r$  стрімко зменшилася до 433,2 Гц, і далі витримували на цьому рівні впродовж 330 с. В процесі витримки  $f_r$  зменшувалася за експоненціальним законом до 418 Гц (крива 3, рис. 2, *b*). Через зменшення резонансної частоти в процесі коливань рівень  $\varepsilon_{\max}$  у відповідності до формули (2) знизився до  $1,81 \cdot 10^{-4}$ .

На стадії IV в момент часу  $t_{03} = 1100$  с рівень деформацій знову стрімко зменшили до  $\varepsilon_{\max} \sim 4,6 \cdot 10^{-4}$  і вимірювали  $f_r$  на цьому рівні. Резонансна частота впродовж вимірювань зростала від 454,5 Гц на початковій стадії за майже логарифмічним законом (крива б), але за великого часу витримки зміна  $f_r$  краще описувалася експоненціальним законом (крива 5). Через 4500 с від початку стадії IV, коли частота становила 472 Гц, експериментальне обладнання вимкнули, а зразок залишили закріпленим на вібростенді. Частота, виміряна через 68 280 с від початку стадії IV на рівні  $\varepsilon_{\max} = 3,25 \cdot 10^{-5}$ , становила 488 Гц, тобто практично повністю відновилася (рис. 2, *a*).

Аналіз коефіцієнтів рівнянь зміни резонансної частоти пресовки з часом (рис. 2, *b—e*), наведених у табл. 2, показав, що процес активації дефектів (стадія III) краще описується експоненційною залежністю, натомість процес релаксації відбувається на початковому етапі за логарифмічним законом (стадії II і IV за  $t - t_{04} < 2100$  с), який згодом, ймовірно,

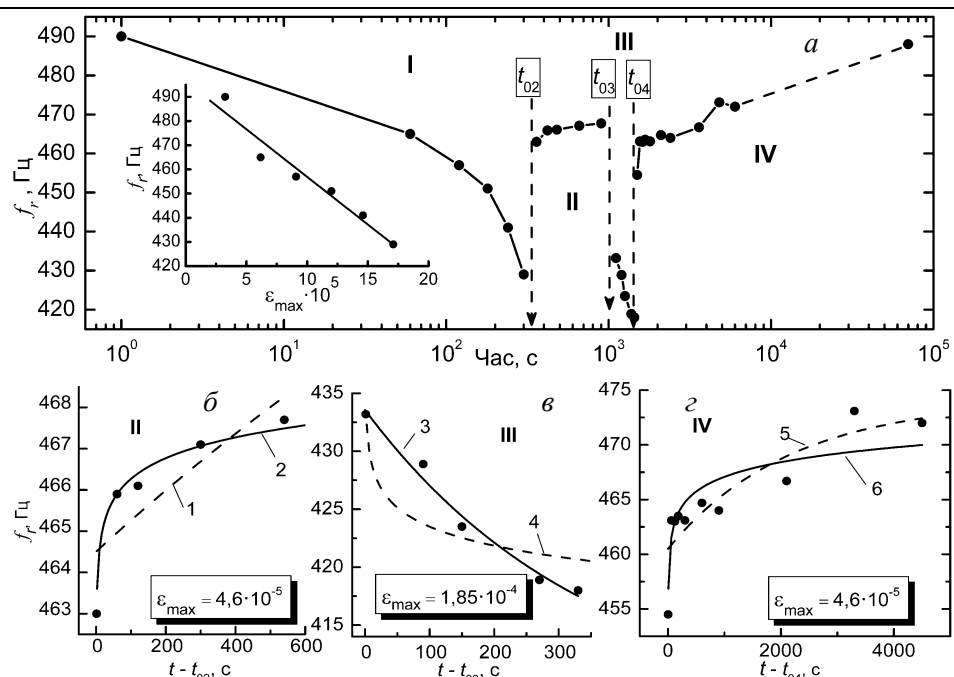


Рис. 2. Загальний протокол (а) і окремі стадії (б—з) дослідження пресовки Ті: результати (точки), одержані за  $\varepsilon_{\max}$ , вказаних на полі, і функції апроксимації за експоненційним (1, 3, 5) та логарифмічним (2, 4, 6) законами. Коефіцієнти функцій 1—6 наведені в табл. 2.

**Т а б л и ц я 2.** Апроксимаційні коефіцієнти рівнянь вигляду (3) та (4) зміни  $f_r$  пресовки Ті на різних стадіях випробувань

Стадія	Закон	$f_{r\infty}$ або $f_{r0}$ , Гц	$k_e$ або $k_l$ , Гц	$\tau_f$ , с	$R^2$
II	exp 1	484	19,4	2514	0,68
	log 2	463	0,7257	1	<b>0,99</b>
III	exp 3	407	-26,45	353	<b>0,98</b>
	log 4	434	-2,3695	1	0,76
IV (загальна)	exp 5	474	13,64	2163	0,75
	log 6	454	1,9341	1	<b>0,85</b>
IV, $t - t_{04} < 2100$ с	log	455	1,469	1	<b>0,93</b>
IV, $t - t_{04} > 300$ с	exp	482	20,48	5779	<b>0,895</b>

переходить в експоненційний. Порівняння  $\tau_f$  (табл. 2) вказує на суттєву асиметрію більш швидких процесів активації дефектів (стадія III) і повільних процесів їх релаксації (стадії II та IV), яка може свідчити про залежність цих процесів від рівня деформації.

Дані, наведені на рис. 3 та в табл. 3, також свідчать, швидше, про експоненційний, аніж логарифмічний характер процесів релаксації в зразках слабкоспечених пористих порошкових матеріалів. Нумерація кривих на рис. 3 та в табл. 3 продовжується з рис. 2 та табл. 2. З наведених експериментальних даних, зважаючи на те, що резонансна частота досконалих литих та спечених матеріалів практично не змінюється з амплітудою

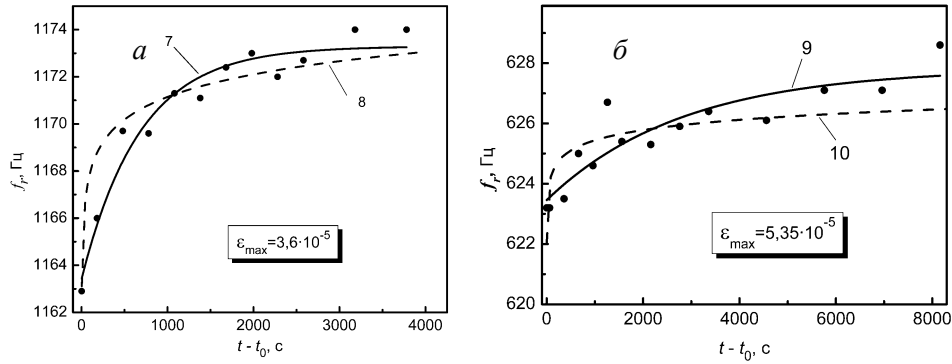


Рис. 3. Релаксація пружності пресовок Ті, спечених за 973 К, пористістю 0,185 (а) та 0,29 (б). Вимірювання проводили за  $\epsilon_{\max}$ , вказаних на полях графіків.

**Т а б л и ц я 3. Апроксимаційні коефіцієнти рівнянь (3) та (4) зміни  $f_r$  під час релаксації спечених Ті та  $Al_2O_3$**

Зразок за табл. 1	Закон	$f_{r\infty}$ або $f_{r0}$ , Гц	$k_e$ або $k_l$ , Гц	$\tau_f$ , с	$R^2$
1 ( $Al_2O_3$ )	exp	58290	330	2930	<b>0,98</b>
	log	58	0,0351	1	0,78
3 (Ті)	exp 7	1173	9,8727	679	<b>0,96</b>
	log 8	1162	1,3816	1	0,88
4 (Ті)	exp 9	628	4,367	1776	<b>0,82</b>
	log 10	622	0,4893	1	0,57

коливань ( $i$ , відповідно, з амплітудою деформації) та з часом, можна розрахувати параметр, який характеризує дефектність зразка, за формулою

$$A = ((f_{r\infty} - f_{r0})/f_{r\infty})/\epsilon_{act}, \quad (5)$$

де  $f_{r\infty}$  — резонансна частота в стабільному (неактивованому) стані матеріалу, а  $f_{r0}$  — резонансна частота відразу після активації з максимальною амплітудою деформації  $\epsilon_{act}$ .

В табл. 4 наведено результати розрахунку коефіцієнта  $A$  та інших коефіцієнтів, що характеризують нелінійність коливань, визначених за методиками, які викладені в попередніх роботах [13, 15], а саме: 1) коефіцієнтів зменшення резонансних частот  $C$ , що являють собою тангенс кута нахилу залежності зсуву відносної резонансної частоти від амплітуди вихідного сигналу  $U_{вих}$  (за поздовжніх коливань):  $C_U = (f_{0l} - f_n)/(f_{0l}U_{вих})$ , або від амплітуди максимальної циклічної деформації  $\epsilon$  (за поперечних коливань):  $C_\epsilon = (f_{0b} - f_n)/(f_{0b}\epsilon)$ , де  $f_0$  — резонансна частота за нульової амплітуди коливань;  $f_n$  — резонансна частота, виміряна на заданому рівні сигналу збурення; нижні індекси  $l$  та  $b$  позначають поздовжні і поперечні коливання відповідно; 2) коефіцієнтів, що характеризують зміну другої гармоніки  $U_2$  в залежності від амплітуди основного тону коливань  $U_1$ . З табл. 4 слідує, що між різними характеристиками нелінійної поведінки зразків існує кореляція, яка вказує на однакову їх природу.

Питання, які процеси на мікроскопічному рівні відповідальні за акумулювання в матеріалі впродовж нагнітання енергії деформування, необхідної для реалізації явищ повільної динаміки, залишається відкритим. З одного боку, за таких малих деформацій, незважаючи на

**Т а б л и ц я 4. Характеристики нелінійності зразків Ті, визначені за різними методиками**

Зразок	$T_s, K$	$\theta$	$C_\epsilon$	$C_U, MB^{-1}$	$(\partial U_2/\partial U_1) \cdot 10^3$	$\partial^2 U_2/\partial U_1^2$	A
2	Н/сп	0,085	550	$1,6 \cdot 10^{-4}$	—	—	322
3	973	0,185	~130	$\sim 2,1 \cdot 10^{-5}$	3,4—4,5	0,36	27
4	973	0,29	~300	$\sim 3,6 \cdot 10^{-5}$	12,7—13,6	1,7	98

зовнішню подібність до повзучості, повільна динаміка не може бути викликана інтеркристалітною пластичністю або рухом дислокацій в кристалічній ґратці, наприклад, оксиду алюмінію. З іншого боку, повне відновлення резонансної частоти і декременту коливань (яке відбувається приблизно за добу) свідчить про відсутність накопичення дефектів впродовж активації.

Для пояснення джерел повільної динаміки гірських порід були запропоновані фізичні моделі, що ґрунтуються на різних механізмах і прогнозують повільну динаміку логарифмічного типу [16]. В більшості моделей [20, 23, 24] використовують феноменологічне наближення Прайсаха (Preisach)—Красносельського—Мейергойца (Mayergoyz) [25, 26], за яким поведінка матеріалу на мезоскопічному рівні вважається результатом колективної поведінки одиничних гістерезисних елементів („гістеронів”) в координатах напруження—деформація, проте джерела такої пружної поведінки на мікрорівні в цих моделях не з’ясовані. Крім того, згідно з цим наближенням, пружність з деформацією змінюється поступово, що повинно спотворювати форму функції переміщень під час коливань і генерувати третю гармоніку. Це суперечить нашим спостереженням про те, що в фазах розтягу і стиску функція переміщень описується частинами різних синусоїд і, відповідно, треті гармоніки в спектрі коливань практично відсутні [15]. Автори роботи [27] пояснювали логарифмічний тип релаксації модуля Юнга відновленням площі мікроскопічних контактів, розкритих під дією хвилі активації, шляхом утворення зв’язків, яке стримується широким спектром енергетичних бар’єрів. Втім, природа цих зв’язків авторами не з’ясована. Такий механізм передбачає суттєву асиметрію процесів активації (більш швидкий розрив зв’язків) і релаксації (повільне відновлення), що спостерігалось для Ті (рис. 2). Автори моделей [22, 28, 29] стверджували, що повільна динаміка викликана наявністю мікротріщин, причому в роботах [28, 29] відповідальним механізмом вважали взаємодію шорстких поверхонь тріщини в процесі сухого тертя (адгезію), натомість в [22] припускали, що таким механізмом, зокрема для скляних і сталевих зразків з одиничними тріщинами, є термопружні явища в вершині тріщини.

На нашу думку, одержані нами результати більше узгоджуються з моделлю, запропонованою Вахненком зі співавторами [30, 31], яка ґрунтується на припущенні наявності у матеріалі з дефектами, крім стабільного стану, додаткових метастабільних станів через дію між частинками контактних сил адгезії разом з силами пружності. Автори вважали, що такі сили адгезії зумовлені конденсованою на поверхнях дефектів вологою, проте в роботі [16] наводяться дані про явища повільної динаміки в умовах глибокого вакууму, а в [32] повідомляється про такі

явища в литому сплаві Д16Т з залишковими деформаціями. Тому для пояснення ефекту повільної динаміки потрібно залучати інші механізми.

Отже, можна зробити висновок, що під дією відносно великих навантажень матеріал переходить в метастабільний стан, коли дефекти залишаються активованими, а після припинення дії цих навантажень відбувається повільна релаксація структури до її рівноважного стану. Можна припустити, що внаслідок навантажень в околі дефектів виникають зсувні деформації, які за механізмом дилатансії активують (відкривають) дефекти, чим зменшують модуль Юнга в фазі розтягу під час коливань. В фазі стиску під дією малих зовнішніх навантажень такі дефекти можуть повністю закриватися, проте залишкові напруження, що викликаються зсувними деформаціями (наприклад, як наслідок адгезії між зсунутими один відносно одного берегами площинних дефектів), відкривають такі дефекти одразу після припинення дії малих навантажень стиску. Зі збільшенням амплітуди коливань (деформації) активується все більша кількість дефектів і зменшується резонансна частота. Разом з тим пружна поведінка через одночасне розкриття всіх активованих дефектів в фазі розтягу є кусково-лінійною, а оскільки функція переміщень описується частинами двох синусоїд з різними періодами і амплітудами, в спектрі коливань з'являються постійна складова і другі гармоніки.

### Висновки

Встановлено, що в слабкоспечених зразках оксиду алюмінію та титану під час пружних поздовжніх резонансних коливань за першою модою виникає явище повільної динаміки, яке полягає в тому, що в процесі коливань резонансна частота повільно зменшується, а декремент коливань — збільшується. Після припинення коливань відносно великої амплітуди відбувається релаксація, яка супроводжується повільним (за час порядку  $\sim 10^4$  с) відновленням резонансної частоти та декременту за законом, близьким до експоненційного. Аналіз показав кореляцію повільної динаміки з такими явищами, як зсув резонансної частоти з амплітудою деформації та генерацією гармонік в спектрі коливань, що може свідчити про єдине джерело цих проявів нелінійності. Ймовірною їх причиною є перехід дефектів в метастабільний стан під дією навантажень і поступова релаксація структури після припинення їх дії. Отже, явище повільної динаміки є показником наявності планарних дефектів і воно може бути покладене в основу створення методів неруйнівного контролю матеріалів.

1. *Shirazi S. F. S.* A review on powder-based additive manufacturing for tissue engineering: selective laser sintering and inkjet 3D printing / [S. F. S. Shirazi, S. Gharehkhani, M. Mehrali et al.] // *Sci. Technol. Adv. Mater.* — 2015. — **16**. — 033502.
2. *Tan X. P.* Metallic powder-bed based 3D printing of cellular scaffolds for orthopaedic implants: A state-of-the-art review on manufacturing, topological design, mechanical properties and biocompatibility / [X. P. Tan, Y. J. Tan, C. S. L. Chow et al.] // *Mater. Sci. Eng. C.* — 2017. — **76**. — P. 1328—1343.
3. *Залат-Лозинский О. Б.* Наноконтроль на основе тугоплавких соединений, консолидированные методами электроразрядного спекания и спекания с контролируемой скоростью уплотнения (обзор) // *Порошковая металлургия.* — 2014. — № 1—2. — С. 56—68.



4. Роман О. В. Ультразвуковой и резистометрический контроль в порошковой металлургии / О. В. Роман, В. В. Скороход, Г. Р. Фридман. — Минск : Выш. школа, 1989. — 182 с.
5. *Everton S. K.* Review of in-situ process monitoring and *in-situ* metrology for metal additive manufacturing / [S. K. Everton, M. Hirsch, P. Stravroulakis et al.] // *Mater. Des.* — 2016. — **95**. — P. 431—445.
6. *Smith R. J.* Spatially resolved acoustic spectroscopy for selective laser melting / [R. J. Smith, M. Hirsch, R. Patel et al.] // *J. Mater. Process. Technol.* — 2016. — **236**. — P. 93—102.
7. *Musalek R.* Non-linear mechanical behavior of plasma sprayed alumina under mechanical and thermal loading / [R. Musalek, J. Matejcek, M. Vilemova, O. Kovarik] // *J. Therm. Spray Technol.* — 2010. — **19**. — P. 422—428.
8. *Allison P. G.* Modulus dependence on large scale porosity of powder metallurgy steel / P. G. Allison, M. F. Horstemeyer, H. R. Brown // *J. Mater. Eng. Perform.* — 2012. — **21**. — P. 1422—1425.
9. *Jonsén P.* Modelling the non-linear elastic behaviour and fracture of metal powder compacts / P. Jonsén, H.-Å. Häggblad, G. Gustafsson // *Powder Technol.* — 2015. — **284**. — P. 496—503.
10. *Solodov I.* Resonant acoustic nonlinearity of defects for highly-efficient nonlinear NDE // *J. Nondestruct. Eval.* — 2014. — **33**. — P. 252—262.
11. *Inserra C.* Characterization of granular compaction by nonlinear acoustic resonance method / C. Inserra, V. Tourmat, V. Gusev // *Appl. Phys. Lett.* — 2008. — **92**. — 191916.
12. *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.
13. *Вдовиченко О. В.* Дослідження процесів консолідації пористого порошкового титану за результатами вимірювань параметрів резонансних коливань // *Современные проблемы физического материаловедения.* — К. : Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. — 2013. — Вып. 22. — С. 87—93.
14. *Korshak V. A.* DC effects, sub-harmonics, stochasticity and “memory” for contact acoustic non-linearity / V. A. Korshak, I. Yu. Solodov, E. M. Ballad // *Ultrasonics.* — 2002. — **40**. — P. 707—713.
15. *Вдовиченко О. В.* Дослідження нелінійної пружності пористого оксиду алюмінію резонансними методами / О. В. Вдовиченко, Н. Д. Ткачук // *Электронная микроскопия и прочность материалов.* — К. : Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. — 2013. — Вып. 19. — С. 134—144.
16. *TenCate J. A.* Slow dynamics of earth materials: an experimental overview // *Pure Appl. Geophys.* — 2011. — **168**. — P. 2211—2219.
17. *Johnson P.* Slow dynamics and anomalous nonlinear fast dynamics in diverse solids / P. Johnson, A. Sutin // *J. Acoust. Soc. Amer.* — 2005. — **117**. — P. 124—130.
18. *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.
19. *Зарембо Л. В.* Введение в нелинейную акустику / Л. В. Зарембо, В. А. Красильников. — М. : Наука, 1966. — 520 с.
20. *Guyer R. A.* Nonlinear mesoscopic elasticity: evidence for a new class of materials / R. A. Guyer, P. A. Johnson // *Phys. Today.* — 1999. — April. — P. 30—36.
21. *Писаренко Г. С.* Вибропоглощающие свойства конструкционных материалов / Г. С. Писаренко, А. П. Яковлев, В. В. Матвеев. — К. : Наук. думка, 1971. — 375 с.
22. *Зайцев В. Ю.* Взаимодействие акустических волн с трещинами: упругие и неупругие механизмы нелинейности с различными временными масштабами / [В. Ю. Зайцев, В. Э. Гусев, В. Е. Назаров, Б. Кастаньеде] // *Акуст. журн.* — 2005. — **51**, Приложение. — С. 80—91.
23. *Delsanto P. P.* Modeling nonclassical nonlinearity, conditioning, and slow dynamics effects in mesoscopic elastic materials / P. P. Delsanto, M. Scalerandi // *Phys. Rev. B.* — 2003. — **68**. — 064107.

24. *Bentahar M.* Hysteretic elasticity in damaged concrete: Quantitative analysis of slow and fast dynamics / [M. Bentahar, H. El Agra, R. El Guerjouma et al.] // *Phys. Rev. B.* — 2006. — **73**. — 014116.
25. *Красносельский М. А.* Системы с гистерезисом / М. А. Красносельский, А. В. Покровский. — М.: Наука, 1983. — 272 с.
26. *Mayergoyz I. D.* Mathematical models of hysteresis and their applications. — New York: Elsevier, 2003. — 472 p.
27. *TenCate J. A.* Universal slow dynamics in granular solids / J. A. TenCate, E. Smith, R. A. Guyer // *Phys. Rev. Lett.* — 2000. — **85**. — P. 1020—1023.
28. *Pecorari C.* Adhesion and nonlinear scattering by rough surfaces in contact: beyond the phenomenology of the Preisach–Mayergoyz framework // *J. Acoust. Soc. Amer.* — 2004. — **116**. — P. 1938—1947.
29. *Aleshin V.* Microcontact-based theory for acoustics in microdamaged materials / V. Aleshin, K. Van Den Abeele // *J. Mech. Phys. Solids.* — 2007. — **55**. — P. 366—390.
30. *Vakhnenko O. O.* Strain-induced kinetics of intergrain defects as the mechanism of slow dynamics in the nonlinear resonant response of humid sandstone bars / [O. O. Vakhnenko, V. O. Vakhnenko, T. J. Shankland, J. A. TenCate] // *Phys. Rev. E.* — 2004. — **70**. — 015602(R).
31. *Vakhnenko O. O.* Soft-ratchet modeling of end-point memory in the nonlinear resonant response of sedimentary rocks / O. O. Vakhnenko, V. O. Vakhnenko, T. J. Shankland // *Phys. Rev. B.* — 2005. — **71**. — 174103.
32. *Коробов А. И.* Влияние медленной динамики на упругие свойства материалов с остаточными и сдвиговыми деформациями / А. И. Коробов, Н. И. Одина, Д. М. Мехедов // *Акуст. журн.* — 2013. — **59**, № 4. — С. 438—444.

### **Явление медленной динамики в нелинейно-упругих спеченных пористых титане и оксиде алюминия**

А. В. Вдовиченко

*Исследовано явление медленной динамики в частично спеченных пористых оксиде алюминия и титане, демонстрирующих нелинейное упругое поведение в условиях механического резонанса. Обнаружено, что резонансная частота и декремент колебаний изменялись в процессе колебаний с относительно большой амплитудой, а после их прекращения восстанавливались за время  $\sim 10^4$  с. Установлено, что явление медленной динамики и другие нелинейные эффекты связаны между собой. Вероятной причиной изучаемых эффектов является переход двумерных дефектов в активированное состояние под действием циклической нагрузки и постепенная релаксация до равновесного состояния после разгрузки.*

**Ключевые слова:** порошковые материалы, дефекты структуры, нелинейные резонансные методы, медленная динамика.

### **Slow dynamics in non linear elastic sintered porous titanium and alumina**

O. V. Vdovychenko

*Slow dynamics phenomenon in the partially sintered porous alumina and titanium that demonstrate the nonlinear elastic behavior under mechanical resonance condition was studied. It was found that the resonant frequency and the damping factor were changed during the oscillations with relatively high amplitude, and they were recovered after termination of the oscillation within  $\sim 10^4$  s. The slow dynamic was found to be connected with other non linear effects. The transition of planar defects to activated state under the cyclic loading and gradual relaxation the structure to stability after unloading is the probable case the studied effects.*

**Keywords:** powder materials, structural defects, nonlinear resonant techniques, slow dynamics.