

ИССЛЕДОВАНИЕ ГЕОМЕТРИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СТРУКТУРЫ КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ СМЕШИВАНИЯ

Р.С.Ахметханов

Институт машиноведения им. А.А.Благонравова, 101990,
Малый Харитоньевский пер. 4, Москва, Российская Федерация
ahtan54@mail.ru

Цель данного доклада – представление метода фотометрического анализа структуры материала – изучение и оценка пространственной однородности материала по размерам фаз и их распределению по изображению материала (объему), оценка эффективности применяемой технологии получения материала.

В докладе в виде примера приведен анализ структуры материала полученного методом волнового смешивания - создания полимерного композиционного материала (ПКМ). Волновая обработка обеспечивает высокую пространственную однородность структуры материала. Чтобы провести анализ структуры - характер распределения наполнителя в предлагаемом методе выделили компонент с помощью введения порога окрашенности пикселей и оценили распределение зерен наполнителя по их размеру (средний радиус эквивалентного диска). На рис. 1 приведены полученные изображения. По данным этих распределений хорошо видно как был измельчен наполнитель и смешан с матрицей.

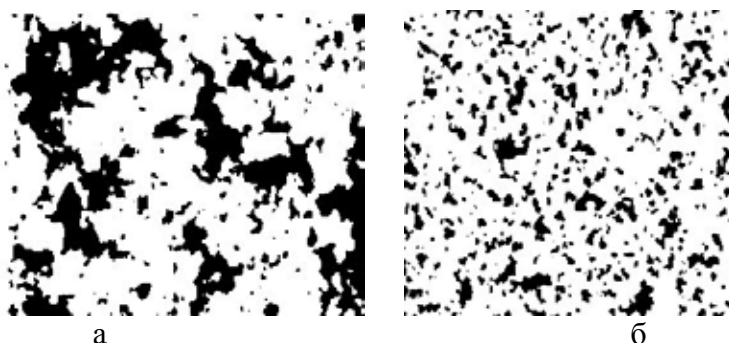


Рис. 1. Визуальное распределение зерен наполнителя при различном времени процесса волнового смешивания: а - 1 минута; б - 120 минут (черным цветом обозначен наполнитель)

В таблице 1 приведены статистические данные по размерам зерен (площадь) и статистическим отклонениям в зависимости от процесса смешивания. Процесс смешивания длился 120 минут. Данные приведены в пикселях (pk). Зерна наполнителя выделены сегментацией по методу порогов. Порог — это признак (свойство), которое помогает разделить искомый сигнал на классы. Операция порогового разделения заключается в сопоставлении значения яркости каждого пикселя изображения с заданным значением порога.

Степень измельчения по средним значениям площадей зерен наполнителя по размерам площадей равна 3,2 (300,3/93,7) (120 минут смешивания). При смешивании происходит как измельчение, так агрегация мелких зерен в более крупные. На рис.1б видно большое количество зерен с размерами от 0,3 мм и до 1,2 мм, тогда как в первые минуты процесса было достаточно большое количество крупных зерен наряду с мелкими зернами.

Таблица 1

Результаты структурного анализа наполнителя по размерам зерен и статистическим данным

Время t , минут	Площадь зерна S_z, pk mean	Срединное (медианное значение), pk median	Среднеквадратическое отклонение (стандарт, RMS), pk	Интерквартильный размах (IQR), pk
1	300,3	28,0	1356,4	49,8
15	120,2	36,0	239,8	92,0
60	118,5	41,0	240,2	76,0
90	89,2	40,0	132,6	64,0
120	93,7	43,0	145,0	78,0

IQR - это мера изменчивости, основанная на разделении набора данных на квантили. Квантили делят упорядоченный набор данных на четыре равные части. Значения, разделяющие части, называются первым, вторым и третьим квантилями; и они обозначаются $Q1$, также называемым нижним квантилем, $Q2$ и $Q3$, также называемым верхним квантилем, соответственно. Эти квантили определяются с помощью линейной интерполяции. Алгоритм IQR набора значений рассчитывается как разница между верхним и нижним квантилями $Q3$ и $Q1$.

На рис. 2 приведено распределение зерен наполнителя по величине среднего радиуса эквивалентного диска, размер приведен в миллиметрах (изображение материала условно было принято за величину 40*50 мм для получения размеров зерен в мм). Основное количество зерен находится в пределах от 0,5 мм и до 2,0 мм (рис.2в). Отличие в том, что после измельчения размер зерен стал менее 4 мм, тогда как до измельчения был 12 мм (рис. 2а).

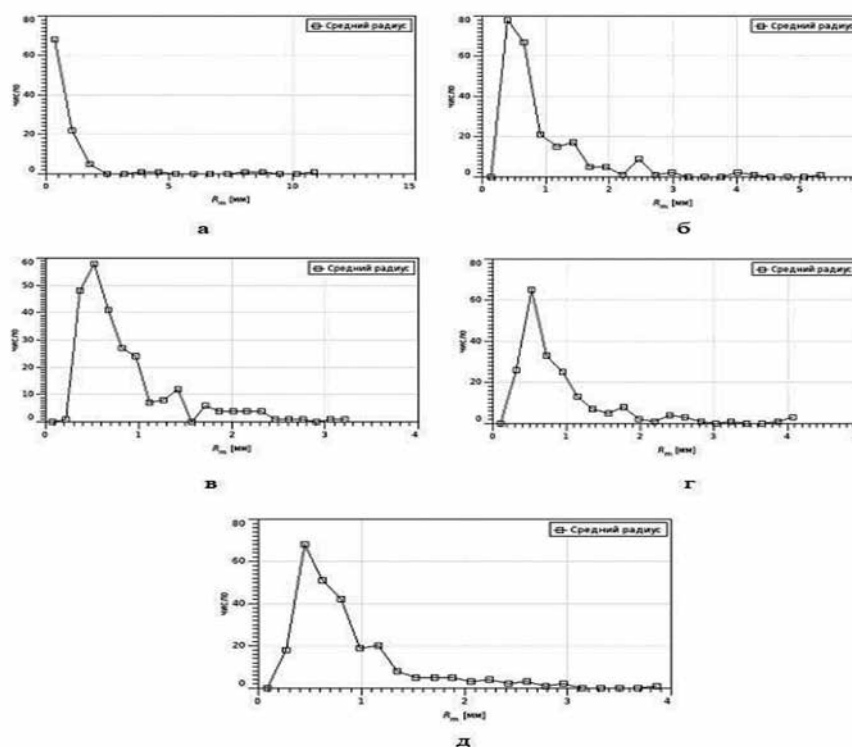


Рис. 2. Распределение числа зерен наполнителя по их размеру R_m (средний радиус эквивалентного диска) при волновой технологии смешивания композиционного материала: а - $t=1$ минута; б - $t=15$ минут; в - $t=60$ минут; г - $t=90$ минут; д - $t=120$ минут

По данным таблицы 1 варианты смешивания при $t=90$ и $t=120$ минут близки по статистическим данным, но предпочтительный вариант при $t=90$ минут, так как статистические характеристики меньше у этого варианта (средний радиус, стандарт, интерквартильный размах). Рассмотрим эти варианты с позиций фрактальной теории, сравним мультифрактальные спектры изображений полученного композиционного материала (см. рис.3). Мультифрактальный спектр $f(\alpha)$ отражает масштабную упорядоченность структуры изображения - распределенность по размерам зерен, в нашем случае - зерен наполнителя. Чем больше ширина спектра, тем больше значимых масштабных элементов в рассматриваемом множестве.

Все три спектра - мультифрактальные, начальный спектр содержит меньше значимых масштабных элементов, в процессе смешивания возникают новые значимые масштабные элементы (зерна). Причем последние варианты близки по количеству значимых масштабных элементов (размеров зерен и их количества) в структуре материала.

Мультифрактальные спектры для материалов при обработке 90 мин. и 120 мин. отличаются длиной хвостов функции $f(\alpha)$, при времени обработки в 120 мин. появляются структурные значимые элементы (размер зерен) больших и малых размеров. Происходят два процесса одновременно – измельчение зерен наполнителя и агрегация малых зерен в большие зерна по размеру (средний радиус).

Как правило, три основных параметра определяют фазовую структуру композитов с дисперсными наполнителями: содержание наполнителя в ПКМ; размер и форма частиц наполнителя; межфазное взаимодействие (свойства МФС).

Расстояние между частицами зависит от их числа в единице объема. Последнее тем больше, чем больше объемная доля наполнителя в полимере и меньше размер частиц. С уменьшением размера частиц резко возрастает их *общая удельная поверхность*, резко растет число частиц при том же объемном содержании, а значит, *уменьшается расстояние между частицами* наполнителя в ПКМ и возрастает их способность к образованию агломератов.

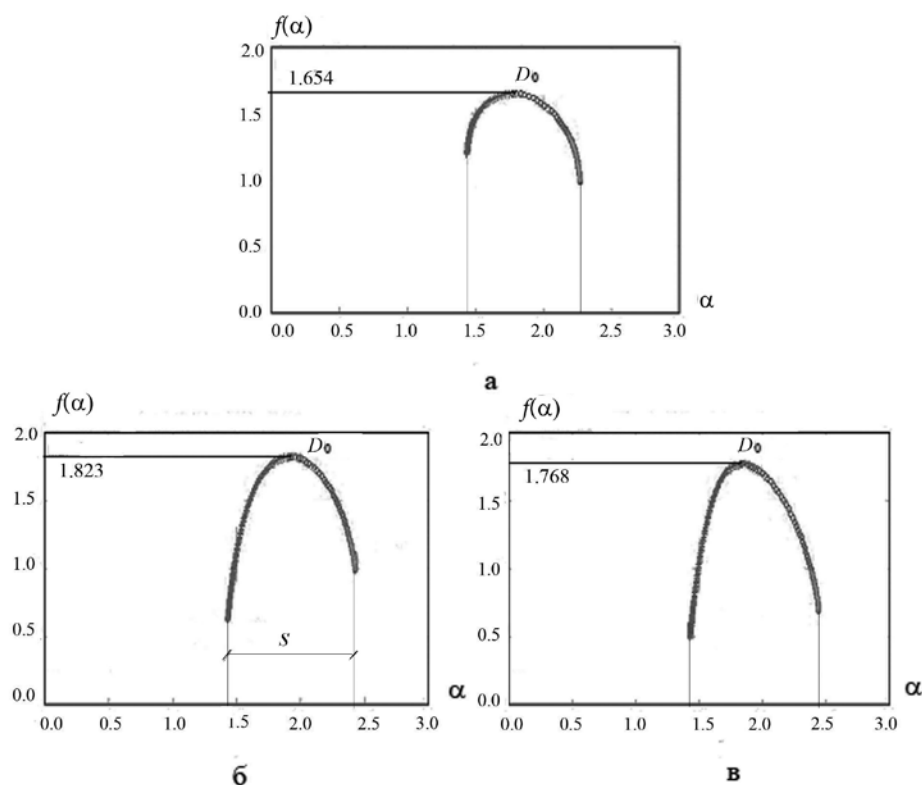


Рис. 3. Мультифрактальные спектры распределения зерен наполнителя при времени обработки смеси композиционного материала: а - $t=1$ минута; б - $t=90$ минут; в - $t=120$ минут

Для оценки однородности применим характеристику - расположения центра статического момента инерции сечения. При этом считаем, что изображение материала (структура материала) отражает весь объем материала.

После смешивания смеси матрицы с наполнителем $t=90$ минут распределение зерен наполнителя определяется отклонением центра момента инерции сечения от центра изображения материала на следующие показатели - по $D_x=0,885$ мм, по $D_y=0,46$ мм; а при $t=120$ минутах смешивания: по $D_x=0,865$ мм, по $D_y=0,84$ мм.

Вариант при времени смешивания $t=120$ минут несколько хуже по распределению центра масс наполнителя - центр сдвинулся на величину 0,38 мм, и появилось неравномерность распределения зерен наполнителя по изображению материала - фрактальная размерность снизилось с значения $D=1,8229$ до $D=1,7678$ (рис.3б, рис.3в, таблица 2). Фрактальная размерность изображения может меняться в пределах $1 < D < 2$. Чем выше значение фрактальной размерности и ближе к значению 2, тем равномернее распределение наполнителя по матрице композиционного материала. Т.е. чем ближе фрактальная размерность изображения для данной смеси (ПКМ) к значению 2, тем больше оснований данный материал рассматривать как однородный.

На рис. 4 приведены изображения границ зерен наполнителя в композиционном материале. Чем меньше размер зерен, то их общий периметр взаимодействия между наполнителем и матрицей больше. Как отмечалось ранее, от этой величины зависит связанность компонентов материала и соответственно прочность материала.

Таблица 2

Фрактальная размерность изображения смеси ПКМ

Фрактальная размерность изображения смеси ПКМ				
Время обработки смеси, мин				
1	15	60	90	120
Фрактальная размерность D				
1,6544	1,7515	1,7394	1,8229	1,7678

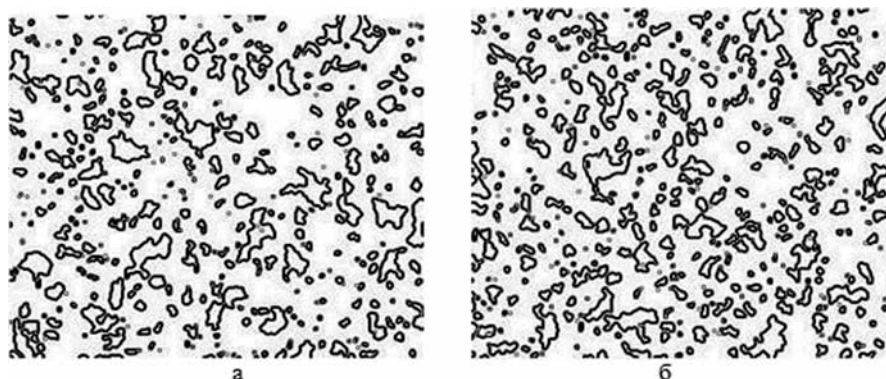


Рис. 4. Границы зерен наполнителя в ПКМ при различном времени смешивания компонентов (матрицы и наполнителя): а - 90 минут ; б - 120 минут

Рассмотрим как меняется суммарный периметр зерен наполнителя (в процентах от площади изображения) в процессе смешивания компонентов ПКМ. В таблице 3 приведены эти данные. Там же приведены данные по изменению массового объема наполнителя на поверхности материала в процентном отношении.

По мере смешивания компонентов ПКМ массовая доля наполнителя в проекции изображения уменьшается. Наполнитель равномерно распределяется по всему объему материала, тогда как в начале процесса наполнитель в большей массе был ближе к поверхности. В начале процесса массовая доля наполнителя на поверхности уменьшалась, а

после 90 минут обработки несколько увеличилась с 18,36% до 18,82%, при этом относительный показатель суммарного периметра зерен уменьшился с 0,541 до 0,483.

Таблица 3

Суммарный периметр зерен и относительный массовый объем наполнителя

Время смешивания	1	15	60	90	120
Суммарный периметр зерен $Sp, \%$	9,56	8,59	7,31	9,94	9,1
Суммарная массовая доля наполнителя $Sm, \%$	31,85	24,18	21,21	18,36	18,82
Относительный показатель суммарного периметра зерен Sp/Sm	0,3001	0,355	0,345	0,541	0,483

Таким образом, приведенные методы и их совокупность позволяют оценивать структуру материала с помощью геометрических характеристик. Распределение зерен наполнителя или матрицы в композиционном материале, их пространственную однородность в сечении материала, масштабная значимость размеров зерен и их количества позволяют оценить однородность материала и технологический процесс.

По полученным характеристикам распределения зерен, их размерам и степени заполнения наполнителя поверхности смеси (ПКМ) можно сделать вывод, что последние 30 минут обработки смеси материала не привело к значительному улучшению его однородности. Даже относительный суммарный периметр зерен несколько уменьшился, хотя распределение зерен по их размеру изменилось в сторону уменьшения. Это означает, что уменьшилось отношение периметра зерен к их радиусу – границы зерен менее изрезаны.

Список использованной литературы

1. Брандон Д., Каплан У. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. – М.: Техносфера, 2004. - 384с.
2. Бондалетова Л.И. Полимерные композиционные материалы (часть 1): учебное пособие / Л.И. Бондалетова, В.Г. Бондалетов. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета. 2013. – 118 с.
3. Ганиев С.Р., Касилов В.П., Курменев Д.В., Пустовгар А.П. Исследование возможностей получения новых полимерных конструкционных материалов с улучшенными характеристиками при помощи волновых технологий. Труды научной конференции «Деформирование и разрушение композиционных материалов и конструкций. Deformation and failure of composite materials and structures», ИМАШ РАН, Москва, Россия, 10-13 ноября 2014 г., - С. 44
4. Petr Klapetek, David Nečas, Christopher Anderson Руководство пользователя Gwyddion. Статистический анализ (gwyddion.net)
5. Шредер М. Фракталы, хаос, степенные законы. Миниатюры из бесконечного рая.- Ижевск: НИЦ «Регулярная и хаотическая динамика». 2001. - 528 с.
6. 10. Павлов А.Н., Анищенко В.С. Мультифрактальный анализ сложных сигналов. Успехи физических наук. - 2007. №8 (177) . - С. 859-876
7. Фаворин М.В. Моменты инерции тел. Справочник/Под ред. М.М. Гернета. Изд. 2-е, перераб. и доп. М., "Машиностроение", 1977. - 511 с.