

УДК 669.017

О.А. Гутніченко, доц.

Житомирський державний технологічний університет

## МУЛЬТИФРАКТАЛЬНИЙ АНАЛІЗ СТРУКТУР ГРАФІТОКЕРАМІКИ

*З позиції мультифрактального формалізму розглянуто особливості структур композиту на основі ТРГ (графітокераміки). Визначено основні фрактальні характеристики досліджуваних структур та їх зв'язок із основними технологічними параметрами виготовлення композиту. На базі аналізу отриманих результатів розроблено рекомендації щодо технологічних режимів отримання графітокераміки.*

**Вступ.** Оптична та електронна мікроскопія на даний час залишаються основними методами дослідження структур матеріалів, які поряд із перевагами мають і обмеження – відсутність коректних способів кількісного опису структури [1–4]. Одним із перспективних шляхів подолання даних обмежень може бути використання підходів мультифрактальної параметризації реальних структур. Основою мультифрактального формалізму є генерація міри при розбитті простору, що займає досліджуваний об'єкт, так званий носій міри. Фрактальна розмірність при цьому може бути представлена взаємопов'язаними фрактальними підмножинами, що змінюються за степеневим законом.

Використання концепції мультифракталів відкриває можливість вводити кількісні показники однорідності та порядку для змодельованих або експериментально отриманих фрактальних структур матеріалів з метою їх параметризації та виявлення кореляційних співвідношень між властивостями та структурою.

До "фрактальних" належать матеріали із структурою фрактальних „масових” агрегатів. Це – зернисті композиційні матеріали, структура яких формується під впливом технологічних факторів (режими пресування та спікання), гелі, аерогелі, колоїдні агрегати тощо. Фізичні властивості таких матеріалів визначаються наявністю нелінійної залежності густини від об'єму, що обумовлює некоректність використання моделі суцільного середовища для опису пружних, електро- та теплопровідних властивостей.

**Метою роботи** є дослідження структур композиційних систем "терморозширений графіт (ТРГ)–кераміка" з використанням підходів мультифрактального формалізму, визначення кореляцій між основними фрактальними характеристиками і технологічними режимами виготовлення композиту та розробка рекомендацій до створення графіто-

кераміки.

**Проведення експерименту.** Для проведення мультифрактального аналізу використовувались фотографії мікроструктур графітокерамічних композитів із різними концентраціями терморозширеного графіту (ТРГ) (7,4; 9,1; 16,7 та 23 % (мас.)), виготовлених при різних технологічних режимах пресування (75, 100, 125 та 150 МПа) та спікання (температура – 900, 1100 та 1350 °С; тривалість – 1 та 3 год.) із збільшенням у 150 разів, які сканувалися у режимі „grayscale” 1000 dpi (рис. 1).

Для розрахунку спектрів Реньї  $D(q)$  та  $f(\alpha)$  використовувались зображення у форматі BMP розміром  $600 \times 600$  пікселів, методика розрахунків згідно з рекомендаціями [1, 4, 5] за формулами:

$$\alpha(q) = -\frac{d}{dq} \tau(q);$$

$$f(\alpha(q)) = q \cdot \alpha(q) + \tau(q);$$

$$D(q) = \tau(q)/(1-q);$$

$$\tau(q) = -\lim_{\delta \rightarrow 0} \frac{\ln N(q, \delta)}{\ln \delta},$$

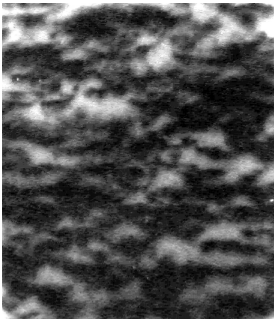
де  $q$  – масштабний фактор;

$\tau(q)$  – показник „маси”;

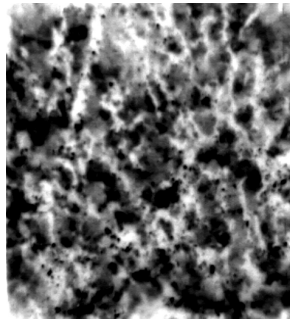
$\alpha(q)$  – скейлінговий показник Ліпшица-Гольдера;

$N(q, \delta)$  – характеристична функція або зважена кількість чарунків;

$\delta$  – розмір чарунки.



а)



б)

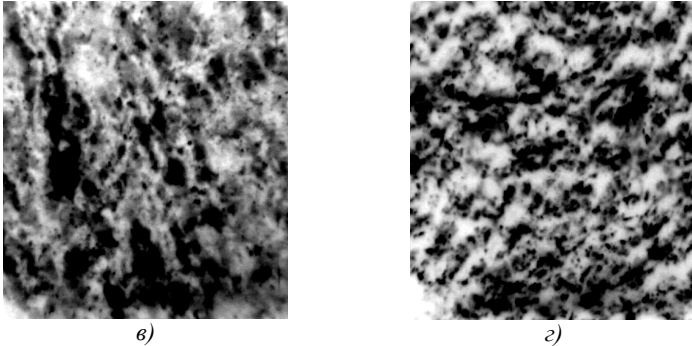


Рис. 1. Мікрофотографії графітокераміки ( $\times 150$ ):  
 а) 7,4 % ТРГ (мас), 75 МПа, 900 °С, 1 год.; б) 9,1 % ТРГ (мас), 125 МПа,  
 900 °С, 3 год.; в) 16,7 % ТРГ (мас), 150 МПа, 1350 °С,  
 1 год.; г) 16,7 % ТРГ (мас), 75 МПа, 900 °С, 3 год.

У результаті проведення розрахунків можливо визначити такі параметри:

$D_0$  – розмірність Хаусдорфа–Безиковича, що характеризує однорідний фрактал;  $D_1$  – інформаційна розмірність, що характеризує швидкість зростання кількості інформації;

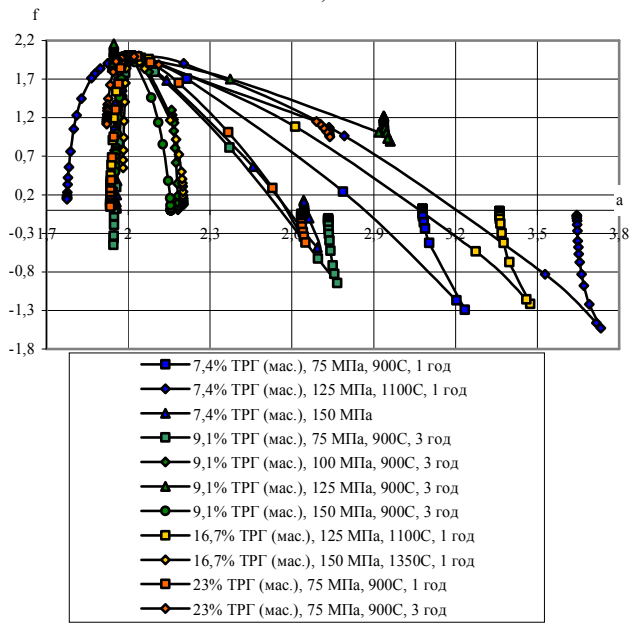
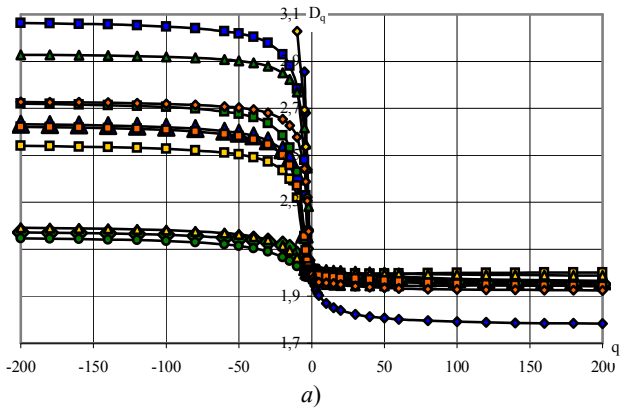
$D_2$  – кореляційна розмірність, що характеризує ймовірність знайти у одній чарунці покриття дві точки множини;

$D_\infty$  та  $D_{-\infty}$  – екстремальні значення  $D(q)$ , що відповідають мірі розрідженості мультифрактальної множини.  $D_\infty$  – найбільш розріджена,  $D_{-\infty}$  – найбільш концентрована множина, у даному випадку  $D_{200}$  та  $D_{-200}$  відповідно.

$\Delta = D_1 - D_{200}$  – мультифрактальний показник впорядкованості структури;

$f_{200}$  – показник однорідності структури.

Розраховані спектри Реньї  $D(q)$  та  $f(\alpha)$  – спектри представлені на рис. 2.



- 7,4% ТРГ (мас.), 75 МПа, 900С, 1 год
- ◆— 7,4% ТРГ (мас.), 125 МПа, 1100С, 1 год
- ▲— 7,4% ТРГ (мас.), 150 МПа
- 9,1% ТРГ (мас.), 75 МПа, 900С, 3 год
- ◆— 9,1% ТРГ (мас.), 100 МПа, 900С, 3 год
- ▲— 9,1% ТРГ (мас.), 125 МПа, 900С, 3 год
- 9,1% ТРГ (мас.), 150 МПа, 900С, 3 год
- 16,7% ТРГ (мас.), 125 МПа, 1100С, 1 год
- ◆— 16,7% ТРГ (мас.), 150 МПа, 1350С, 1 год
- 23% ТРГ (мас.), 75 МПа, 900С, 1 год
- ◆— 23% ТРГ (мас.), 75 МПа, 900С, 3 год

б)

Рис. 2. Спектри Реньї (а) та  $f(\alpha)$  – спектри (б) структур графітокераміки

Аналіз графіків, представлених на рис. 2, а, б, дозволяє зробити ряд зауважень:

а) на ступінь розрідженості мультифрактальної множини найбільш впливають концентрація ТРГ та тиск пресування графітокерамічних

зразків. Так, зі збільшенням концентрації ТРГ множини стають більш концентрованими, що вказує на збільшення впорядкованості структури композитів, аналогічний вплив і тиску пресування. При підвищенні температури спікання ступінь розрідженості має екстремум близько 1000 °С;

б) при збільшенні концентрації ТРГ  $f(\alpha)$  – спектр “стискається” до значення скейлінгового показника  $\alpha \approx 2,002...2,006$ . Аналогічна поведінка спектра при підвищенні температури спікання для низьких концентрацій графіту.

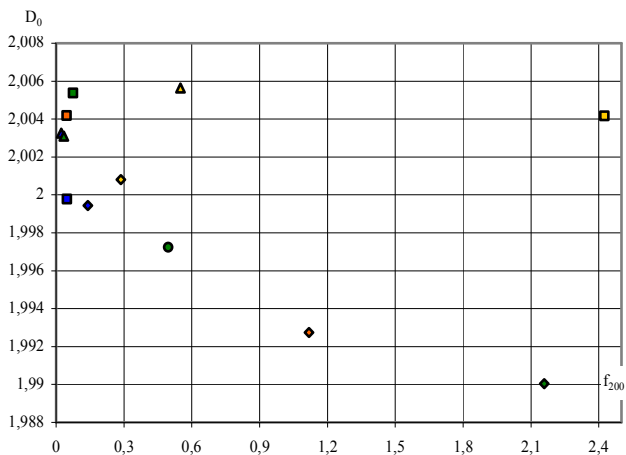
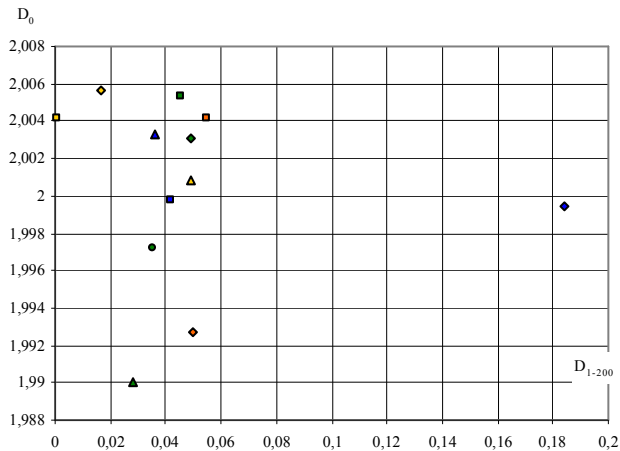
Залежності, представлені на рис. 2, дають змогу визначити вплив технологічних факторів на структуру графітокераміки, параметрами якої можуть виступати розмірність  $D_0$  та показники  $D_{1-200}$  та  $f_{200}$ . На рис. 3 та 4 представлені залежності вказаних параметрів від технологічних режимів виготовлення композиту.

Аналізуючи представлені залежності, можна зробити ряд висновків:

1) Із збільшенням тиску пресування зразків спостерігається зменшення показника неявної періодичності  $D_{1-200}$  та розмірності  $D_0$ . Із підвищенням температури та часу спікання помітне зростання параметра впорядкованості (рис. 3);

2) на параметр однорідності структури графітокераміки значний вплив мають концентрація ТРГ та тиск пресування (рис. 3). Так, із зростанням концентрації ТРГ до 23 % та тиску пресування до 150 МПа однорідність зростає (показник  $f_{200}$ ). З підвищенням температури спікання спостерігається зменшення однорідності;

3) на рис. 4 представлені узагальнюючі залежності параметра однорідності від неявної періодичності, з якого більш чітко видно вплив кожного із факторів, а саме: збільшення тиску пресування призводить до зростання однорідності та спадання впорядкованості; при підвищенні концентрації ТРГ у зразках графітокераміки спостерігається одночасне збільшення впорядкованості та однорідності структур; підвищення температури спікання викликає зменшення однорідності та зростання параметра впорядкованості; тривалість спікання в основному впливає на параметр однорідності й призводить до зростання показника  $f_{200}$ .



- 7,4% ТРГ (мас.), 75 МПа, 900С, 1 год
- ◆ 7,4% ТРГ (мас.), 125 МПа, 1100С, 1 год
- ▲ 7,4% ТРГ (мас.), 150 МПа
- 9,1% ТРГ (мас.), 75 МПа, 900С, 3 год
- ◆ 9,1% ТРГ (мас.), 125 МПа, 900С, 3 год
- ▲ 9,1% ТРГ (мас.), 100 МПа, 900С, 3 год
- 9,1% ТРГ (мас.), 150 МПа, 900С, 3 год
- 16,7% ТРГ (мас.), 75 МПа, 900С, 3 год
- ◆ 16,7% ТРГ (мас.), 125 МПа, 1100С, 1 год
- ▲ 16,7% ТРГ (мас.), 150 МПа, 1350С, 1 год
- 23% ТРГ (мас.), 75 МПа, 900С, 1 год
- ◆ 23% ТРГ (мас.), 75 МПа, 900С, 3 год

Рис. 3. Залежності розмірності  $D_0$  від  $D_{1-200}$  та  $f_{200}$  графітокераміки

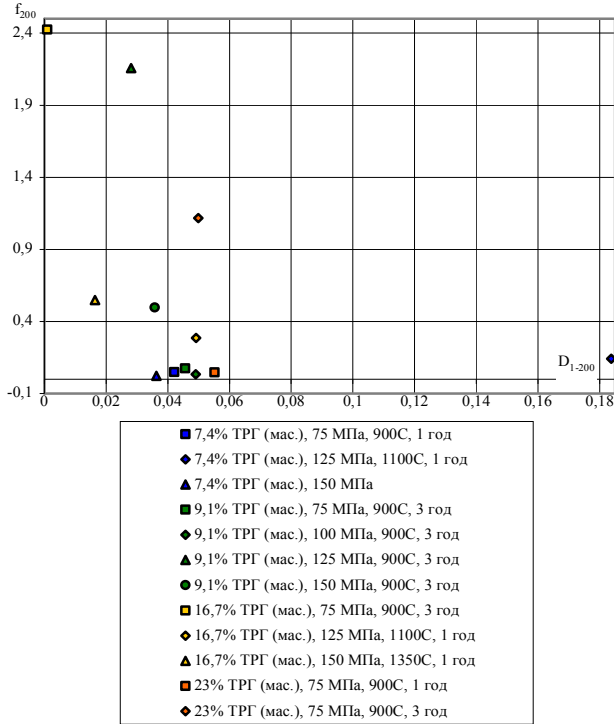


Рис. 4. Залежність однорідності та неявної періодичності графітокераміки

Із сказаного вище очевидно, що найбільший вплив на структуру досліджуваного композиту вносить тиск пресування. Для більш детального вивчення впливу тиску пресування на основні мультифрактальні параметри структури на рис. 5 представлені залежності  $D_0$ ,  $D_1$ ,  $D_2$ ,  $D_{200}$ ,  $f_{200}$  та  $D_{1-200}$  від тиску пресування зразків із 9,1 % ТРГ (мас.), спікання при температурі: 900 °С, 3 год. Наявність екстремуму на вказаних залежностях (~ 95 та 125 МПа) дає змогу оптимізації технології виготовлення графітокераміки.

**Обговорення результатів та висновки.** Представлені носії міри не є фрактально симетричними ( $\Phi$  – симетричними згідно з [6]), про що свідчать невироджені спектри  $D_q - q$  та  $f(\alpha)$ . Враховуючи, що спектр  $f(\alpha)$  відображає різні фрактальні розмірності множин, на яких можуть лежати сингулярності сили  $\alpha$ , тобто міра досліджуваного “дивного” об’єкта моделюється набором взаємопроникних множин сингу-

лярностей із своєю власною розмірністю  $f(\alpha)$ .

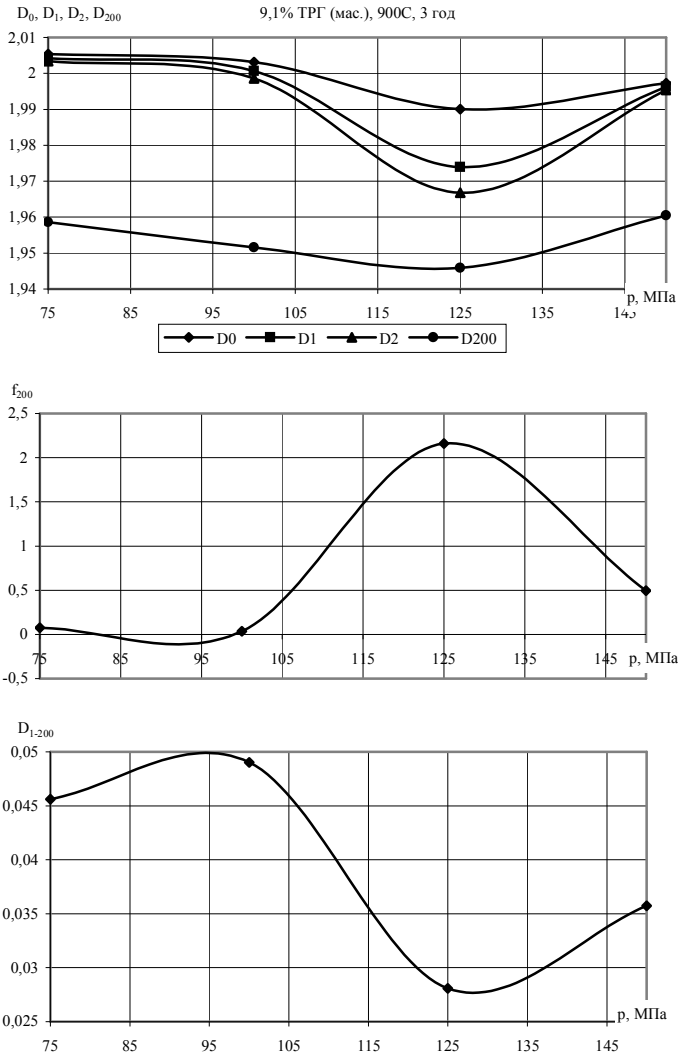


Рис. 5. Залежність основних фрактальних параметрів від тиску пресування зразків

Тому із рис. 2 можна зробити висновок про зменшення діапазону як множини сил сингулярностей, так і діапазону розмірностей, тобто



відбувається поступове зміщення досліджуваних множин (під впливом певних технологічних факторів) до регулярного фракталу із розмірністю, близькою до 2.

Значення  $f_{q=200}$  відрізняється від нуля, що говорить про те, що множина найслабших сингулярностей  $\alpha_q = 200$  із найбільшою мірою не стискається у точку при переході до границі  $l \rightarrow 0$ , де  $l$  – характеристичний розмір чарунки розбиття. Дана обставина дозволяє визначити ефективну кількісну міру однорідності системи  $f_\infty$  або її оцінку  $f_Q$  (у нашому випадку  $f_{200}$ ).

Зазначимо, що величина  $\Delta_{200}$  – кількісна міра порушення Ф-симетрії, тобто віддалення досліджуваної фрактальної множини від регулярного фракталу із виродженим спектром. Причому Ф-симетрія не зводиться просто до вимоги однорідності міри, а також може бути пов'язана із сильно неоднорідними, але рівноважними розподілами. І порушення Ф-симетрії можна співвіднести із нерівноважністю у досліджуваних системах.

Однорідність структур значно залежить від впливу технологічних параметрів, а саме: концентрації ТРГ, тиску пресування, температури та тривалості спікання. Із рис. 3 видно, що однорідність зменшується під впливом температури спікання, проходячи через екстремум у точці  $\approx 1000$  °С, що, очевидно, пов'язано із термохімічними та термомеханічними процесами керамічної складової композиту (проходження екзотермічної реакції при температурі  $\sim 950$  °С, перерозподіл частинок складових тощо).

Зі збільшенням концентрації ТРГ однорідність структур зростає, що очевидно при якісному змішуванні суміші та рівномірному розподілі складових в об'ємі.

Під впливом тиску пресування зразків графітокераміки показник однорідності зростає, що пов'язано, на нашу думку, із механічною перебудовою структур композиту та подрібненням компонент.

Тривалість спікання призводить до утворення зв'язків алюмосилікатного каркасу композиту та частковому перерозподілу структури (усадка, видалення продуктів реакцій у складових під впливом температури), а також, як відомо із [7], до термічної релаксації ТРГ, що, очевидно, спонукає до підвищення однорідності структури у цілому.

На зміну параметра впорядкованості (рис. 3, 4) найбільший вплив має тиск пресування та температура спікання. Так, при зростанні тиску пресування залежність  $D_q - p$  має два локальні екстремуми у точках 95 та 130 МПа, у цілому тиск пресування призводить до зменшення впорядкованості, що, на нашу думку, визначається подрібненням частинок та переформуванням структури по об'єму.

Температура спікання спонукає до збільшення параметру неявної періодичності внаслідок, як уже зазначалося, “вирівнювання” структури.

Таким чином, можна зробити ряд висновків, щодо вибору технологічних режимів виготовлення графітокерамічних матеріалів, які представлені у вигляді таблиці.

МФ параметр	$m_{\text{ТРГ}}$ , % (мас.)	$P$ , МПа	$T$ , $^{\circ}\text{C} \times 10^3$	$t$ , год.
Структури із “гарними” показниками $f_{200}$ та $\Delta_{200}$	–	100÷120 135÷150	1÷1,3	~3
Структури із підвищеним параметром $\Delta_{200}$	$\geq 10$	75÷100 >150	1÷1,1	–
Структури із підвищеним параметром $f_{200}$	9÷16	100÷135	0,9÷1	>3

#### ЛІТЕРАТУРА:

1. Новиков В.У., Козицкий Д.В., Иванова Д.В. Разработка компьютерной методики анализа структуры материалов с использованием мультифрактального формализма // Материаловедение. – 2000. – № 12. – С. 12–16.
2. Новиков В.У., Козицкий Д.В., Юндунов В.Б. Мультифрактальный анализ внутреннего трения в полимерных материалах // Материаловедение. – 2001. – № 1. – С. 4–10.
3. Бунин И.Ж., Колмаков А.Г., Встовский Г.В., Терентьев В.Ф. Концепция фрактала в материаловедении. Сообщение 1. Фрактальная параметризация структур материалов // Материаловедение. – 1999. – № 12. – С. 19–26.
4. Бунин И.Ж., Колмаков А.Г., Встовский Г.В., Терентьев В.Ф. Концепция фрактала в материаловедении. Сообщение 2. Методология мультифрактальной параметризации структур. // Материаловедение. – 2000. – № 1. – С. 16–24.
5. Федер Е. Фракталы.: Пер. с англ. – М.: Мир, 1991. – 254 с.
6. Встовский Г.В. Фрактальная диссиметрия структур в металлах и сплавах.
7. Мельничук П.П., Грабар І.Г., Гутніченко О.А. Дослідження процесів пресування та спікання графітокерамічних матеріалів // Збірник наукових праць КНДУ / Техніка в сільськогосподарському виробництві, галузеве машинобудування, автоматизація. – 2003. – Вип. 13. – С. 364–371.

ГУТНІЧЕНКО Олександр Анатолійович – доцент кафедри технології машинобудування та механіки технічних систем Житомирського державного технологічного університету.

Наукові інтереси:

- перколяційно-фрактальні середовища;
- новітні композиційні матеріали.

Подано 21.09.2007