**Четверикова А.Г.** Оренбургский государственный университет E-mail: KR-727@mail.ru

# ФРАКТАЛЬНАЯ РАЗМЕРНОСТЬ ПОВЕРХНОСТИ РАЗРУШЕНИЯ КРЕМНЕЗЕМИСТОЙ КЕРАМИКИ ПОСЛЕ ТЕРМОУДАРА

Исследована морфология поверхности излома кремнеземистой керамики после испытаний на стойкость к термоудару. Установлено, что фрагментарная структура может быть охарактеризована цифровой обработкой изображений в модульной программе анализа данных СЗМ. Определены фрактальные размерности изломов керамических стержней. Ключевые слова: кремнеземистая керамика, фрагментарная структура, фрактальная размер-

ность, поверхности разрушения, изломы.

### Введение

Термостойкие материалы, в частности, керамики, привлекают в последнее время пристальное внимание. Это связано с широкими возможностями их применения в качестве электроизоляторов, тиглей, керамических подложек чип-резисторов и т. д. Под термостойкостью понимают свойство материалов выдерживать без разрушения напряжения, создаваемые резкими перепадами температур. Изломы керамических образцов после термоудара традиционно обрабатывают методом фрактографии. Однако существует проблема «описания» характеристик изломов пористой структуры, свойственной для данного вида материала и различных технологий его получения. Известно [1-3], что подобные структуры, как правило, имеют фрагментарную природу, однако работ, касающихся количественного описания поверхностей разрушения, практически нет. Без оценки топографических свойств поверхности и ее геометрических характеристик, адекватно отражающих реальные процессы формирования рельефа, невозможно с удовлетворительной достоверностью предсказать поведение этой поверхности в процессе эксплуатации детали или изделия. Возникает задача разработки новых подходов к фрактографическому анализу. Одним из них является использование теории фракталов и фрактальной размерности, в качестве количественного параметра перестройки структуры на всех уровнях. [4]

Целью настоящей работы является изучение возможности анализа поверхностей разрушения керамики, подвергнутой термоударам, с помощью фрактальных размерностей.

## Материалы и методы

В качестве объектов исследования выбрана керамическая масса следующего минералогического состава (%): кварц – (28...30), каолин – (59...60), гидрослюдинит – (8...10). [5] Цилиндрические образцы диаметром 10 и длиной 20 мм после сушки обжигали при температуре 1100 °C с выдержками 0 и 2 часа; скорость нагрева печи – 6 °C/мин. В результате образовалась полифазная структура с различной пористостью – 10 и 4% соответственно. Объем закрытых пор в обеих партиях составил менее 2%. Открытая пористость образцов, обожженных с двухчасовой выдержкой, оказалась в 4 раза меньше и составила около 2%.

Для испытания на термостойкость [6] использовали муфельную печь типа СНОЛ, сосуд объемом 10 л с проточной водой, обеспечивающей повышение температуры воды после погружения образцов не более, чем на 1 °С. На высоте 2 см от дна сосуда размещали проволочную сетку и ртутный термометр с ценой деления 0,2 °C. Определение стойкости к термоударам проводили путем осуществления последовательных циклов, состоящих из нагрева образцов в электропечи, выдержки при заданной температуре 30 минут и последующего резкого охлаждения в воде в течение 15 минут. Время переноса образцов из печи в воду составляло менее 5 с. При первом цикле в печи установили температуру на 100 <sup>0</sup>С выше температуры охлаждающей среды. При последующих циклах перепад температур увеличивали на 50 °C. После каждого цикла образцы высушивали в течение двух часов при температуре 120±5 °C, охлаждали и с помощью фуксина проверяли наличие трещин на поверхности.

### Четверикова А.Г. Фрактальная размерность поверхности разрушения кремнеземистой керамики

Исследования морфологии поверхности изломов проводили методами оптической микроскопии, используя цифровой оптический микроскоп, работающий в отраженном свете. Цифровая обработка изображений велась в модульной программе анализа данных СЗМ Gwyddion, выпущенным под лицензией GNU General Public License (GNU GPL). [&] В первую очередь она предназначена для анализа полей высот, полученных различными техниками сканирующей зондовой микроскопии (ACM, MCM, CTM, CБОМ), но в общем случае её можно использовать для анализа любых полей высот или изображений.

## Результаты и обсуждения

Установлено, что после термоудара появляется текстура – радиально ориентированные фрагменты структуры. При определенном повороте источника освещения заметно, что плотные участки структуры образуют треугольные возвышенности (фрагменты), вершины которых сходятся к центру. Трещины распространились преимущественно по границам фрагментов. Обычно для качественного и количественного описания поверхностей используются одни и те же понятия - фрактальные размерности и фрактальные изображения (сигнатуры). Именно через них выражаются основные морфологические параметры любых поверхностей, что позволяет провести фрактальный анализ последних. [8]

С помощью программы СЗМ осуществлен фрактальный анализ поверхностей изломов керамики после термоциклирования и сопоставлены полученные параметры с физическими процессами, происходящими в материале.

Сначала был проведен поиск границ между фрагментами. Правильное обнаружение границ и верная интерпретация данных оказывает влияние на измерения значений шероховатости, высоты профиля и фрактальной размерности уже в первом знаке после запятой [9,10]. Границы фрагментов имеют более темный фон. Цифровое изображение пересекали шестью диаметральными отрезками под углом 30°, по которым строили профили поверхности в реальных координатах (рис.1, а). Наконец, определяли среднюю и максимальную высоты фрагментов; площадь, занятую фрагментами, по отношению к площади излома (относительную площадь). На рисунке 1, б приведен пример профиля (текстуры, волнистости и шероховатости) образца после термоудара в 750 °С. Усреднив количественные данные профиля вдоль шести секущих, определили высоту Hf и площадь Cf фрагментов на поверхностях изломов после каждого термоудара (рис.2).

В образцах, спеченных при 1100 °C без выдержки, после первого цикла (ΔT=100 °C) появились фрагменты, длина и площадь которых в 10 раз больше, чем в плотной керамике (обожженной с двухчасовой выдержкой). Высота фрагментов составила около 2 мм (рис.2, а), относительная площадь – 20% (рис. 2,б). Фазовый состав образцов без выдержки представлен кварцем и пластичным каолинитом,



Рисунок 1. Построение профиля поверхности излома керамического стержня, обожженного без выдержки, после термоудара DT=750°C: расположение шести секущих на поверхности излома (а), профили поверхности (б)

#### Естественные науки

обладающим «рыхлой» кристаллической решеткой. В более плотной керамике после 2ч выдержки фрагменты невелики и занимают 10% от поверхности излома. Каолинит разложился на прочные, хрупкие фазы: муллит, корунд и кристобалит. Чем меньше фрагменты, тем больший путь проходит трещина, рассеивая энергию. С увеличением перепада температур размеры конусообразных или треугольных фрагментов в уплотненной структуре растут, а в пористой – уменьшаются. Релаксации напряжений в «недопеченной» структуре способствует возможность смещения отдельных частей фрагментов относительно друг друга при термическом нагружении. Поэтому после термоудара в 400 °С (рис. 3, а) в рыхлых образцах высота фрагментов уменьшается до 1,5 мм, а в плотных – увеличивается до 0,5 мм.

Можно предположить, что вершина фрагмента является «фокусом» трещины (местом, откуда начинается ее распространение) или концентратором напряжения, из которого идут две магистральные трещины по сторонам фрагмента. Чем меньше эти области, их высота и площадь, тем более разветвлена трещина, тем с большей диссипацией энергии она продвигается и тем выше термостойкость образца. Тепловая энергия, благодаря термическому расширению кристаллов и стеклофазы переходит в механическую. Та, в свою очередь, преобразуется в упругую деформацию и медленнее – в перестройку структуры. Отдельные элементы структуры могут объединяться в более крупные, действуя самосогласованно и образуя диссипативные структуры.

Система стремится использовать в качестве диссипативных или аккумулирующих уже имеющиеся в ней элементы структуры, и только если они отсутствуют или их недостаточно, создает новые. Это наглядно показано при устранении подобного дефекта глазури типа «сборка», когда с успехом использовали предварительное разделение нанесенного необожженного слой глазури на квадраты определенного размера. [11] При «правильно» сформированном поровом пространстве кремнеземистая система использует готовые структурные элементы, рассеивая напряжения, что приводит к «сборке» (рис. 3). Здесь роль квадратов из глазури играют закрытые квазисферические поры одного размерного ряда.

Перепад в 500 °С увеличил размеры фрагментов в 8 раз в по сравнению с исходными. Мезоструктура представлена большими грядами, идущими от поверхности к центру (рис. 3, б). Эти фрагменты занимают уже 40% площади и сами состоят из мелких областей, размеры которых на порядок меньше. Термоудар в 600 °С (рис. 3, в) увеличил значения Нf в обеих партиях образцов до 1 мм. В менее плотных образцах фрагменты занимают 30%, а в более плотных – 50% площади излома. Уменьшается число концентраторов напряжений в объеме. При  $\Delta T$ =600 °C значение Cf в менее плотном образцах ниже, что указывает на прошедшую релаксацию напряжений. Энергия вершины трещины расходуется на полиморфный переход  $\beta \rightarrow \alpha$ -кварц с увеличением объема. Если окружающая трещину матрица способна выдержать возникающие в результате уве-



### Четверикова А.Г. Фрактальная размерность поверхности разрушения кремнеземистой керамики

личения микрообъема растягивающие напряжения, то этот объем, по принципу Ле-Шателье-Брауна [12], вынужден уменьшаться, плотно сжимая между собой стенки трещин. Таким образом, сжимающие напряжения могут остановить трещину, не позволяя ей превратиться в катастрофическую. К сожалению, накопление а-фазы за счет самопроизвольного перехода приводит в конце концов к потере прочности, а затем и потере термостойкости.

Подъем  $\Delta T$  до 700 °C (рис. 3, г) приводит к увеличению плотности концентраторов напряжения ещё в два раза. Высота фрагментов не меняется, хотя они занимают уже около 80% поверхности излома. Наконец, при  $\Delta T$ =750 °C, концентрация фрагментов достигает 90% в более и 80% – в менее пористых образцах. На рисунке 3,д хорошо видны крупные фрагменты с резко очерченными границами.

Ранее [3] было показано, что пористые образцы, спеченные без выдержки, имеют более высокую стойкость к термоудару, поэтому в дальнейшем рассматривается именно эта партия. К описанию поверхностей разрушения можно применить теорию, разработанную для фракталов. Фракталы – это структуры, которые, несмотря на свою крайнюю нерегулярность, обладают самоподобием при изменении масштаба. [4] На рисунке 4 представлены изображения излома образца, обожженного при 1100 °C, без выдержки, после термоудара 550 °C. Продолжая размерный ряд (рис. 3, 6), т. е. повышая кратность увеличения на порядок (рис. 4, а) и на два (рис. 4, б), наблюдаем ту же упорядоченность структуры.

Следовательно, для дальнейших исследований можно использовать принципы фрактального анализа. В соответствии с теорией Рамсея [8], любое, достаточно большое множество чисел или точек (элементов) обязательно содержит высокоупорядоченную структуру. Это означает, что структуру, содержащую много элементов, можно рассматривать как мультифрактал, составленный из конечного числа вложенных друг в друга самоподобных структур, а в качестве оценочного параметра – использовать фрактальную



Рисунок 3. Фрагментарная структура образцов кремнеземистой керамики после термоудара: а) 400, 6) 550, в) 650, г) 700 и д) 750 °С. Увеличение х3



a)

б)

Рисунок 4. Фрагменты на изломах образцов, спеченных без выдержки, после термоудара 550 °С, увеличение: а) х30, б) х300

размерность D. Для определения последней требуется, оптическая микроскопия [8]. Существует ряд методов определения фрактальной размерности для различных объектов. В современном материаловедении основными являются ниже перечисленные. [13]

1. Метод подсчёта кубов напрямую выводится из определения фрактальной размерности подсчётом коробок. Алгоритм основан на следующих шагах: кубическая решетка с постоянной решетки *l* накладывается на растянутую по z поверхность. Вначале *l* устанавливается на X=2 (где X – половина стороны поверхности), в результате получается решетка из 2\*2\*2 = 8 кубов. Тогда N(l) – число кубов, которые содержат хотя бы один пиксель изображения. Постоянная решетки *l* последовательно на каждом шаге уменьшается вдвое, и процесс повторяется, пока *l* не станет равным расстоянию между двумя соседними пикселями. Наклон графика  $\log N(l)$  от  $\log 1/l$  даёт непосредственно фрактальную размерность D<sub>г</sub>

2. Метод триангуляции весьма похож на алгоритм подсчёта кубов и тоже основан непосредственно на определении фрактальной размерности, основанном на подсчёте коробок. Метод работает следующим образом: сетка с размером ячейки в одну единицу измерения l помещается на поверхность. Это определяет положения вершин набора треугольников. Когда, например, l = X/4, поверхность покрыта 32 треугольниками различной площади, наклонёнными под разными углами по отношению к

плоскости ху. Площади всех треугольников рассчитываются и суммируются, чтобы получить приближенную площадь поверхности S(l), соответствующую *l*. Размер сетки затем уменьшается последовательно в два раза на каждом шаге, как и раньше, процесс продолжается до тех пор, пока *l* не станет равным расстоянию между двумя соседними точками. Наклон графика S(l) от log 1/l при этом соответствует  $D_{t}$ -2.

3. В вариационном методе делят полную поверхность на равносторонние квадратные коробки, и вариация (степень среднеквадратичного значения высоты) рассчитывается для заданного размера коробок. Фрактальная размерность рассчитывается из наклона линии b, аппроксимированной методом наименыших квадратов линии на графике в двойном логарифмическом масштабе вариации как D<sub>ε</sub> = 3-b/2.

4. Метод спектра мощности основан на его зависимости от фракционного броуновского движения. В этом методе к каждому профилю высоты вдоль линии, из которых состоит изображение, применяется преобразование Фурье, рассчитывается спектр мощности и все эти спектры усредняются. Фрактальная размерность определяется из наклона аппроксимирующей линии b, проведённой по методу наименьших квадратов на построенном в двойном логарифмическом масштабе графике спектра мощности, как D<sub>ε</sub> = 7/2-b/2.

На рисунке 5 приведены зависимости фрактальных размерностей текстуры керамики от величины термоудара, полученные 4-мя



Рисунок 5. Распределение фрактальных размерностей для образцов, обожженных без выдержки, по величине термоудара

# 154 ВЕСТНИК ОГУ №9 (158)/сентябрь`2013

### Четверикова А.Г. Фрактальная размерность поверхности разрушения кремнеземистой керамики

методами. Следует отметить, что результаты различаются из-за систематических ошибок каждого из методов.

Поверхности образцов, действительно, обладают фрактальными свойствами, что подтверждается наличием пиков и дробными значениями D.

На трех симбатных кривых (1,2,3) можно выделить три участка: 400>550 °C, на котором фрактальная размерность линейно возрастает, 550>700 °С, где значения D убывают, и 700>800 °C, где фрактальные размерности остаются практически постоянными. Значения, рассчитанные методом «спектр мощности» (кривая 4) не коррелируют с остальными.

Перегибы на кривых фрактальных размерностей можно связать с изменениями в поровой микротрещиноватой структуре. Первый интервал связан с «допеканием» и выравниванием поверхности излома. Во втором интервале размер фрагментов увеличивается, а фрактальность их поверхности уменьшается. За счет диффузионного массопереноса в приповерхностных областях фрагменты приобретают более округлую форму. [11] Это облегчает релаксацию напряжений, являющихся следствием возникших в образце областей локальных уплотнений, и может быть причиной гомогенизации внутренней структуры. Наконец, в третьем интервале, фрактальная размерность не меняется потому, что керамика становится термодинамически устойчивой и все физико-химические процессы, возможные для данного интервала температур, завершены. [10]

### Выводы:

1. С помощью относительного простого метода цифрового анализа изображения поверхности излома кремнеземистой керамики оказалось возможным установить образование самоупорядоченных структур. 2. Определены фрактальные размерности изломов керамических образцов, подвергнутых термоударам, коррелирующие с результатами исследования стойкости к термоударам.

20.05.2013

#### Список литературы:

6. ГОСТ 24409-80. Материалы керамические электротехнические. Методы испытаний.

12. Базаров И. П. Термодинамика. – М.: Высшая школа, 1991. – 376 с.

Тушинский Л.И. Методы исследований материалов: Структура, свойства и процессы нанесения неорганических по-крытий. / Л.И. Тушинский, А.В. Плохов, А.О. Токарев, В.И. Синдеев. – М.:Мир, 2004. – 384с. ISBN 5-03-003572-9.

### Сведения об авторе:

### Четверикова Анна Геннадьевна, заведующий кафедрой общей физики

Оренбургского государственного университета, кандидат физико-математических наук, доцент 460018, г. Оренбург, пр-т Победы, 13, ауд. 1302, тел. (3532) 372439, e-mail: KR-727@mail.ru

<sup>1.</sup> Беляков А.В. Создание термостойких структур в керамике (обзор) / А. В. Беляков, В. С. Бакунов // Стекло и керамика. – 1998. – №2. – С. 22-24.

<sup>2.</sup> Каныгина О.Н. Разрушение керамических материалов со сложным составом под действием термических напряжений / О.Н. Каныгина, А.Г. Четверикова // Вестник Кыргызско-Российского Славянского университета. Т.7. – №8. – Бишкек: 2007. – C.18-22. ISSN 1694-500 X

<sup>3.</sup> Kanygina O.N. Thermal Stability, Strength, and Structure of Corundum Ceramic O.N. Kanygina, I.P. Gerashenko, O.M. Ziniv'ev // Glass and Ceramics. – 1994. – V. 50. – №8. – P. 345-349.

Бельков Д.В. Методы определения фрактальной размерности рельефа обработанной поверхности / Д.В. Бельков // Прогрессивные технологии и системы машиностроения, 2009, вып. 37. – с.14-19. Режим доступа http:// archive.nbuv.gov.ua/portal/natural/Ptsm/2009 37/014-019.pdf

<sup>5.</sup> Kanygina O.N. Effect of Heating Rate on the Physicomechanical Properties of Siliceous Ceramics / O.N. Kanygina, A.G. Chetverikova, A.A. Skripnikov, V.M. Lelevkin // Glass and Ceramics. – 1999. – V. 56. – №5-6. – P. 181-183.

<sup>7.</sup>Gwyddion – Free SPM (AFM, SNOM/NSOM, STM, MFM, ...) data analysis software. Режим доступа: http://gwyddion.net 8. Вячеславова, О.Ф. Анализ обработанных поверхностей с помощью фрактальных изображений (сигнатур) и фрактальных размерностей / О.Ф. Вячеславова // Автомобильная промышленность, 2005. - N 3. - C. 36-38.

<sup>9.</sup> Никитаев В.Г. Модель цифровой обработки изображений шлифов керамических материалов для оценки пористости. / В.Г. Никитаев, А.Н. Проничев // Современные наукоемкие технологии. – 2009. – №9. – С.114-115.

<sup>10.</sup> Кульков С.Н. Фрактальная размерность поверхностей пористых керамических материалов. / С.Н. Кульков, Ян Томаш, С.П. Буякова. // Письма в ЖТФ. – 2006. – т. 32, вып. 2 – С. 51-55. 11. Беляков А.В. Получение прозрачной керамики. Синергетический подход (обзор) / А.В. Беляков // Стекло и керамика. –

<sup>2009. – №12. –</sup> C.18-25.