



АВТОМАТИЗАЦІЯ ДОСЛІДЖЕНЬ З ВИКОРИСТАННЯМ КОМП'ЮТЕРНО-ІНТЕГРОВАНИХ ТЕХНОЛОГІЙ ДЛЯ ПРОГНОЗУВАННЯ ВЛАСТИВОСТЕЙ ЕПОКСИДНИХ КОМПОЗИТІВ

Бадищук В.І., Чихіра І.В., Добротвор І.Г.

*Тернопільський національний технічний університет імені Івана Пулюя,
Федоров В.В.*

Фізико-механічний інститут ім. Г.В.Карпенка НАН України, м. Львів

У роботі розроблено новий автоматизований метод дослідження структури матриці навколо наповнювача на основі світлової мікроскопії з подальшою обробкою отриманих зображень з використанням програмного забезпечення у системі MathCAD. Це дозволило якісно і кількісно оцінити структурні характеристики матеріалу з незначною похибкою експерименту. Новий метод забезпечує встановлення критичного вмісту наповнювача у композиціях для формування матеріалів з підвищеними експлуатаційними характеристиками.

Ключові слова: епоксидний композит, наповнювач, матриця, комп'ютерно-інтегровані технології.

Постановка задачі. На сьогодні відомі методи дослідження структури матриці епоксидних композитних матеріалів (ЕКМ) навколо наповнювача є трудомісткими і відзначаються значною похибкою експерименту [1, 2]. Ці методи є непрямими. У цьому плані перспективою є розробка нових методів дослідження структури матриці навколо наповнювача на основі світлової мікроскопії з подальшою обробкою отриманих зображень з використанням програмного забезпечення у системі MathCAD. Це дозволить якісно і кількісно оцінити структурні характеристики матеріалу з незначною похибкою експерименту, що у подальшому забезпечить підбір інгредієнтів та формування ЕКМ з оптимальними експлуатаційними характеристиками.

Аналіз останніх досліджень і публікацій. Науковий вибір наповнювачів, що використовують для формування ЕКМ і захисних покриттів на їх основі з прогнозованими властивостями, є актуальною задачею сучасного матеріалознавства та технології формування полімерних композитів на сьогодні. Одним з основних показників фізико-механічних характеристик у епоксикомпозитах є ступінь зшивання матриці. Значення ступеня зшивання матеріалів за визначеного вмісту наповнювачів різної фізичної природи можна підтвердити відсотковим вмістом гель-фракції матриці у композитах [2, 3]. У зв'язку з цим, цікавим і перспективним з наукової і практичної точки зору є нові методи визначення фізико-механічних властивостей матеріалів з використанням комп'ютерно-інтегрованих технологій. Авторами [4-6] розроблено методіку аналізу густини, об'єму і товщини зовнішніх поверхневих шарів (ЗПШ), які виникають у матриці навколо часток наповнювача при структуроутворенні епоксикомпозитів. При цьому використовували комп'ютерну обробку результатів експериментальних досліджень, що дозволило опосередковано визначити не лише параметри та характеристики ЗПШ, але й встановити науково-обумовлений вміст кількості наповнювачів у композитах залежно від їх функційного призначення.

Мета роботи – розробити автоматизовану методіку прогнозування властивостей епоксикомпозитів на основі апріорних результатів експериментальних досліджень з використанням пакетів програми MathCAD.

Матеріали та методика досліджень. Об'єктом дослідження вибрано композити на основі епоксидно-діанового олігомеру марки ЕД-20, який зшивали твердником поліетиленполіаміном (ПЕПА) при стехіометричному співвідношенні компонентів. Як наповнювачі, вибрано дисперсні частинки однакового розміру різної магнітної природи, а саме: феромагнетик (ферит марки 1500 НМ3), парамагнетики (оксид хрому, карбід бору)



і діаманетик (карбід кремнію). Вміст наповнювача у композитах становив 50 мас.ч. на 100 мас.ч. олігомера ЕД-20.

У роботі ступінь зшивання або густину визначали за кількістю фізичних та хімічних зв'язків між макромолекулами полімеру і дисперсними частками [7]. Проведеними дослідженнями підтверджено, що густину просторової сітки – гель-фракцію, яку оцінювали за результатами експерименту, можна регулювати відсотковим вмістом наповнювача та його природою.

Обговорення результатів експерименту. На першому етапі досліджень вводили дискретні дані вмісту дисперсних часток оксиду хрому у матриці програмного забезпечення MathCAD. Внаслідок проведених вимірювань встановлено відхилення N1 вмісту гель-фракції gg у композиті від вмісту її у ненаповненій матриці (лістинг 1, лістинг 2).

Для проміжних точок значень вмісту наповнювача виникає необхідність обчислення її вмісту для кращого прогнозування властивостей композиту. Для цього використано методи теорії автоматичного управління, формуючи маску h дискретної функції відклику та матрицю оберненого переходу H .

Лістинг 1. Формування маски h одиничного відклику та матриці передаточної функції для даного експерименту H .

$$q := \begin{pmatrix} 0 \\ 20 \\ 40 \\ 60 \\ 80 \\ 100 \\ 120 \end{pmatrix}; N1 := \begin{pmatrix} 7.2 \\ 5.3 \\ 5.0 \\ 6.0 \\ 5.9 \\ 6.3 \\ 4.8 \end{pmatrix}; gg := \begin{pmatrix} 0 \\ 2.53 \\ 2.52 \\ 3.79 \\ 5.24 \\ 5.53 \\ 3.31 \end{pmatrix};$$

$$E1 := gg + 95.12; f_{0,j} := E1_j; f_{1,j} := \begin{cases} 0 & \text{if } j = 0 \\ E1_{j-1} & \text{otherwise} \end{cases}; f_{2,j} := \begin{cases} 0 & \text{if } j = 0 \vee j = 1 \\ E1_{j-2} & \text{otherwise} \end{cases};$$

$$f_{3,j} := \begin{cases} 0 & \text{if } j = 0 \vee j = 1 \vee j = 2 \\ E1_{j-3} & \text{otherwise} \end{cases}; f_{4,j} := \begin{cases} 0 & \text{if } j = 0 \vee j = 1 \vee j = 2 \vee j = 3 \\ E1_{j-4} & \text{otherwise} \end{cases};$$

$$f_{5,j} := \begin{cases} 0 & \text{if } j = 0 \vee j = 1 \vee j = 2 \vee j = 3 \vee j = 4 \\ E1_{j-5} & \text{otherwise} \end{cases}; f_{6,j} := \begin{cases} 0 & \text{if } j = 0 \vee j = 1 \vee j = 2 \vee j = 3 \vee j = 4 \vee j = 5 \\ E1_{j-6} & \text{otherwise} \end{cases};$$

$$s1 := f^T; h1 := s1^{-1} N1; f_{0,j} := h1_j; f_{1,j} := \begin{cases} 0 & \text{if } j = 0 \\ h1_{j-1} & \text{otherwise} \end{cases}; f_{2,j} := \begin{cases} 0 & \text{if } j = 0 \vee j = 1 \\ h1_{j-2} & \text{otherwise} \end{cases};$$

$$f_{3,j} := \begin{cases} 0 & \text{if } j = 0 \vee j = 1 \vee j = 2 \\ h1_{j-3} & \text{otherwise} \end{cases}; f_{4,j} := \begin{cases} 0 & \text{if } j = 0 \vee j = 1 \vee j = 2 \vee j = 3 \\ h1_{j-4} & \text{otherwise} \end{cases};$$

$$f_{5,j} := \begin{cases} 0 & \text{if } j = 0 \vee j = 1 \vee j = 2 \vee j = 3 \vee j = 4 \\ h1_{j-5} & \text{otherwise} \end{cases}; f_{6,j} := \begin{cases} 0 & \text{if } j = 0 \vee j = 1 \vee j = 2 \vee j = 3 \vee j = 4 \vee j = 5 \\ h1_{j-6} & \text{otherwise} \end{cases};$$

$$H := f^T.$$

Лістинг 2. Формування зворотної перехідної матриці EE та перевірка шляхом порівняння графіків експериментальних даних MI та графіку прогнозування NI .



$$ggo := \begin{pmatrix} 0 \\ 1.78 \\ 2.01 \\ 4.01 \\ 6.09 \\ 6.4 \\ 2.98 \end{pmatrix}; EE1 := ggo + 95.55; k1 := 1; M1 := H \cdot EE1 \cdot k^{-2}.$$

Результати порівняння графіку експериментальних даних $M1$ та прогнозування $N1$ наведені на рис. 1.

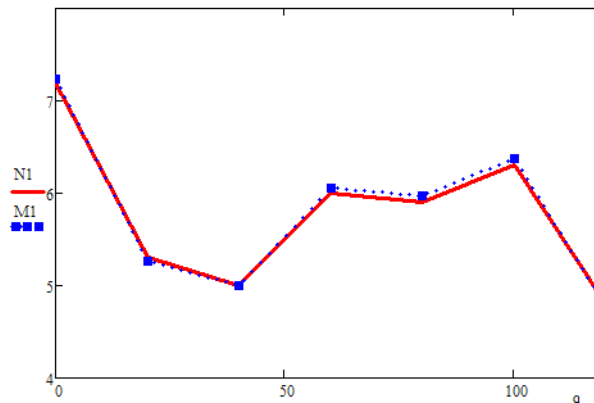


Рисунок 1 – Графіки відхилень вмісту гель-фракції (%) у епоксикомпозитах з дисперсним наповненням оксид хрому у мас. ч. на 100 мас.ч. матриці

Результати експериментальних досліджень вмісту гель-фракції у ЕКМ залежно від кількості наповнювача практично не відрізняються від аналогічних результатів їх прогнозування (рис. 1). При цьому експериментально встановлено, що мінімальний необхідний вміст наповнювача оксиду хрому у ЕКМ становить 50 мас.ч. на 100 мас.ч. епоксидної смоли ЕД-20. Доведено, що менший вміст дисперсних часток у системі не забезпечує повної рекомбінації вільних радикалів у зв'язувачі. Це, у свою чергу, сприяє зменшенню вмісту гель-фракції у композитних епоксидних матеріалах.

На другому етапі за розробленою методикою досліджували характеристики і параметри ЗПШ навколо часток наповнювача різної фізичної природи.

При визначенні градієнта зображення композитів попередньо проводили фотографування зразків у вигляді тонких плівок покриттів (100...120 мкм) у цифровому форматі BMP. Для комплексного порівняння характеристик ЕКМ використовували розроблену методику числового оброблення світлин досліджуваних матеріалів з використанням операторів другого порядку (лістинг 3). Для дослідження градієнту зображень світлин були перетворені у матриці кольорів [8]. Це дозволило оцінити зміну структурних характеристик матриці у зовнішніх поверхневих шарах. У подальшому нами було розраховано різниці матриці D на основі масивів яскравостей C різної зернистості, що дає можливість формувати комірки розміром $h \times h$ пікселів (лістинг 4).

Надалі було розраховано для досліджуваного зразка масив DC , як модуль градієнту матриці C (лістинг 5).

Лістинг 3.

```
file1 := "E:\exp1.bmp"; A := READBMP(file1); q := cols(A); q = 281; r := rows(A); r = 226;
a1 := 0; a2 := 127; b1 := 0; b2 := 127; i := a1..a2; j := b1..b2; C := submatrix(A, a1, a2, b1, b2).
```



Лістинг 4.

$C := \text{submatrix}(R, 0, r - 1, 0, c - 1); i := 0..r - 2; j := 0..c - 2; h := 4;$

$D_{i,j} := \text{submatrix}[R, h \cdot i, h \cdot (i + 1), h \cdot (j + 1)]$ матриця h - грубозернистості ;

$M_{i,j} := \text{mean}(D_{i,j})$ матриця середніх значень h - зерен зображення ;

$m_{i,j} := \max(D_{i,j})$ $l_{i,j} := \min(D_{i,j})$ $d := m - 1$ різницева матриця .

Лістинг 5.

$$cx_{i,j} = \frac{c_{i+1,j+1} - c_{i-1,j+1} + c_{i+1,j-1} - c_{i-1,j-1}}{4 \cdot h1}; cy_{i,j} = \frac{c_{i+1,j+1} - c_{i-1,j+1} + c_{i+1,j-1} - c_{i-1,j-1}}{4 \cdot h2},$$

$$DC_{i,j} = \sqrt{(cx_{i,j})^2 + (cy_{i,j})^2}$$

У результаті обробки результатів досліджень за описаною вище методикою було отримано матриці значень градієнта кольорів на фрагментах сфотографованих зображень для ЕКМ, що містить вибрані наповнювачі і ненаповнений композит. Розроблена методика дає змогу, після оцінювання лінійних величин у пікселях (1 піксель у даному експерименті становить $10,6 \cdot 10^{-3}$ мм), обчислити периметри проєкцій часток наповнювача з точністю до 10^{-6} мм. Це на кілька порядків перевищує шорсткість поверхні частки, яка оцінюється в межах $R_a = 0,02$.

Отримані розподіли (лістинг 6) масивів усереднених значень по кожній $h \times h$ комірці цифрового зображення та градієнтних значень досліджуваного фрагменту ЕКМ дають можливість порівняти інформативність операторних перетворень двовимірного масиву. Спектр градієнтних оцінок на відміну від спектру усереднених значень надає можливість оптимального вибору зернистості при дослідженні періодичності структури ЕКМ [4], що корелює із розміром комірок h .

Лістинг 6.

$\text{bin} := 64; k := 0.. \text{bin}; \text{lower} := \min(\text{MM}); \text{lower} = 0.96; \text{upper} = \max(\text{MM}); \text{upper} = 74.84;$

$$N := \frac{\text{upper} - \text{lower}}{\text{bin}}; \text{int}_k := \text{lower} + N \cdot k; H := \frac{\text{hist}(\text{int}, \text{MM})}{\text{cols}(\text{M})^2}.$$

Висновки. На основі розробленого автоматизованого комплексу проведено порівняльний аналіз ступеня зшивання матриці у поверхневих шарах на основі розробленої методики. Показано, що поверхневі шари найбільшого розміру утворюються у композитах, наповнених феритом, які, водночас, характеризуються незначними значеннями залишкових напружень в усьому досліджуваному діапазоні товщин покриттів. Це явище пояснюють впливом твердої поверхні часток на конформаційний набір макромолекул полімерної матриці, який забезпечує перерозподіл глобулярних конформацій епоксидного олігомеру. З метою підтвердження отриманих результатів досліджено вплив товщини покриттів на залишкові напруження у матеріалі.

У майбутньому заплановано використати дану методику для оцінювання критичного вмісту часток двокомпонентного полідисперсного наповнювача для формування композитів і захисних покриттів на їх основі з підвищеним експлуатаційними характеристиками.

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Федоров В. Дослідження реологічних і фізико-механічних властивостей матриці для епоксидних покриттів / В. Федоров, О. Шкодзінський, Л. Білий // Вісник ТДТУ. – 2006. – № 2. – С. 39-43.
2. Бартнев Г. М. Физика и механика полимеров / Г. М. Бартнев, Ю. В. Зеленев. – М. : Высшая школа, 1983. – 256 с.



3. Стухляк П. Д. Епоксидні матеріали, модифіковані енергетичними полями / П. Д. Стухляк, А. В. Букетов, І. Г. Добротвор. – Тернопіль : Збруч, 2008. – 208 с.
4. Добротвор І. Г. Дослідження динаміки зміни миттєвого модуля пружності епоксипластів на основі моделі зовнішніх поверхневих шарів / І. Г. Добротвор, П. Д. Стухляк, А. В. Букетов // Вісник ТДТУ. – 2007. – № 4. – С. 13-19.
5. Добротвор І. Г. Дослідження геометричних розмірів та структурних параметрів зовнішніх поверхневих шарів у наповнених епокикомполімерах / І. Г. Добротвор, П. Д. Стухляк, Р. З. Золотий, А. В. Букетов, В. А. Яцюк, В. Т. Рубаха // Вісник ТДТУ. – 2008. – № 2. – С. 34-42.
6. Добротвор І. Г. Модель формування кластерних структур при твердненні епоксикомпозитів / І. Г. Добротвор, П. Д. Стухляк, А. В. Букетов // Матеріали міжнародної науково-технічної конференції «Автоматизація: проблеми, ідеї, рішення». – Севастополь : СевНТУ, 2008. – С. 93-96.
7. Карякина М. И. Испытание лакокрасочных материалов и покрытий / М. И. Карякина. – М. : Химия, 1988. – 272 с.
8. Патент № 35187. Україна, МПК C09D 4/00. Спосіб отримання модифікованого епоксикомпозитного покриття / А. В. Букетов, П. Д. Стухляк, І. Г. Добротвор, О. А. Пастух, О. Л. Ляшук ; заявник і патентовласник Тернопільський держ. техн. унів. ім. І. Пулюя. – Заявл. 28.02.2008 ; опубл. 10.09.2008, Бюл. № 17. – 6 с.

Бадишук В.И., Чихира И.В., Добротвор И.Г., Федоров В.В. АВТОМАТИЗАЦИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОМПЬЮТЕРНО-ИНТЕГРИРОВАННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ ДЛЯ ПРОГНОЗИРОВАНИЯ СВОЙСТВ ЭПОКСИДНЫХ КОМПОЗИТОВ

В работе разработан новый автоматизированный метод исследования структуры матрицы вокруг наполнителя на основе световой микроскопии с последующей обработкой полученных изображений с использованием программного обеспечения в системе MathCAD. Это позволило качественно и количественно оценить структурные характеристики материала с небольшой погрешностью эксперимента. Новый метод обеспечивает установление критического содержания наполнителя в композициях для формирования материалов с повышенными эксплуатационными характеристиками.

Ключевые слова: эпоксидный композит, наполнитель, матрица, компьютерно-интегрированные технологии.

Badyschuk V.I., Chyhira I.V., Dobrotvor I.G., Fedorov V.V. AUTOMATION OF STUDIES USING COMPUTER-INTEGRATED TECHNOLOGY TO PREDICT THE PROPERTIES OF EPOXY COMPOSITES

In this paper, a new method for investigating the structure of the matrix around the filler based on light microscopy, followed by processing the image using the software in the system MathCAD. It is possible to qualitatively and quantitatively assess the structural characteristics of a material with low error of experiment. The new method provides the setting of critical filler content in the compositions to form materials with enhanced performance.

Keywords: epoxy composite, filler, matrix, computer-integrated technologies.

Статтю прийнято
до редакції 24.10.2013