

PACSnumbers: 07.05.Pj, 61.43.Hv, 61.72.Mm, 62.23.Pq, 62.25.Mn, 81.07.Wx, 81.20.Ev

Мультифрактальные характеристики горячепрессованных композитов из нанопорошков $AlB_{12}-AlN$

**И. Е. Красикова, И. В. Красиков, В. В. Картузов, В. Б. Муратов,
А. А. Васильев**

*Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины,
ул. Акад. Кржижановского, 3,
03142 Киев, Украина*

Разработанное авторами программное обеспечение для вычисления мультифрактальных характеристик изображений структур, получаемых при помощи электронной микроскопии, применено к анализу серии снимков горячепрессованных нанокompозитов $AlB_{12}-AlN$. Показана корреляция механических свойств этих композитов с мультифрактальными характеристиками как структуры фаз, так и структуры границ фаз.

Розроблене авторами програмне забезпечення для обчислення мультифрактальних характеристик зображень структур, одержуваних за допомогою електронної мікроскопії, застосовано до аналізу серії знімків горячепресованих нанокompозитів $AlB_{12}-AlN$. Показано кореляцію механічних властивостей цих композитів з мультифрактальними характеристиками як структури фаз, так і структури меж фаз.

Software developed by the authors for calculating the multifractal characteristics of the electron-microscopy images of structures is applied to the analysis of a series of images of hot-pressed $AlB_{12}-AlN$ nanocomposites. The correlation of the mechanical properties of these composites with the multifractal characteristics of both the phases' structure and the phase-boundaries' structure is revealed.

Ключевые слова: мультифрактальность, электронная микроскопия, обработка изображений, горячее прессование, нанокompозит.

Ключові слова: мультифрактальність, електронна мікроскопія, оброблення зображень, гаряче пресування, нанокompозит.

Key words: multifractality, electron microscopy, image processing, hot pressing, nanocomposite.

(Получено 11 августа 2019 г.; окончательная версия — 2 сентября 2019 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

В последнее время в современном материаловедении при описании структурных свойств наноматериалов все более широко используются их фрактальные характеристики. Области практического применения наночастиц только формируются, что связано в числе прочих причин и с тем, что надёжное определение строения и свойств как самих наночастиц, так и получаемых из них материалов представляет значительную проблему. Для создания технологий производства материалов на основе нанопорошков необходима возможность получения достоверных сведений об их морфологических, размерных и структурных характеристиках.

Использование таких методов исследования, как электронная микроскопия (просвечивающая, сканирующая, туннельная и т.д.) позволяет визуально оценить размер, форму, степень агломерирования наночастиц, а в ряде случаев и строение нанокристаллов. Однако изображения структур и характерных поверхностей наноматериалов, получаемые при помощи электронной и оптической микроскопии, могут обеспечивать не только качественные характеристики, но и количественную информацию. Для решения таких задач требуется программное обеспечение для анализа изображений, реализующее алгоритмы, основанные на максимально адекватных математических моделях, одним из источников которых является мультифрактальный анализ.

По сути мультифрактальный анализ в этом случае даёт математический алгоритм определения численных параметров, пригодных для описания характеристик таких структур, как поверхности изломов, пористые структуры покрытий, зоны разрушения, структурные границы вязко-хрупкого перехода и т.д.

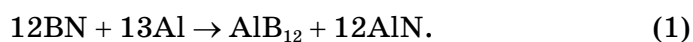
В работах [1–5] достаточно подробно изложен математический аппарат, на основе которого авторами было разработано программное обеспечение для вычисления мультифрактальных характеристик [6, 7]. В данной работе это программное обеспечение применено к изучению мультифрактальных характеристик горячепрессованных композитов нанопорошков $AlB_{12}-AlN$.

2. ИССЛЕДОВАНИЕ МУЛЬТИФРАКТАЛЬНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ГОРЯЧЕПРЕССОВАННЫХ КОМПОЗИТОВ $AlB_{12}-AlN$

Предметом настоящего исследования являются композиты системы $AlB_{12}-AlN$ с различным содержанием компонентов, методика получения и некоторые механические свойства которых описаны в [8].

Компоненты рассматриваемой системы между собой не взаимодействуют, а потому можно ожидать, что механические свойства исследуемых композитных материалов будут подчиняться законам аддитивности. Из тех же соображений можно надеяться на то, что мультифрактальные характеристики данного материала будут демонстрировать монотонное изменение с монотонным изменением количества AlN в составе композитов.

Изучение мультифрактальных характеристик указанных композитов было проведено как составная часть работы, состоявшей в систематическом исследовании условий компактирования и влияния состава на механические свойства композитов системы AlB_{12} - AlN при содержании AlN 75, 50, 25, 10 и 5% (массовых процентов). Додекаборид и нитрид алюминия были получены из одной партии синтезированных продуктов по реакции:



При получении шихты для горячего прессования заданного состава в синтезированный продукт, состоящий из 25% AlB_{12} и 75% AlN , добавляли необходимое количество додекаборида алюминия, выделенного из продуктов синтеза химической обработкой.

Горячее прессование проводили в графитовых пресс-формах с обмазкой нитридом бора при давлении 30 МПа. Установлено, что оптимальная температура прессования изменяется от 1850°C до 1930°C, повышаясь с количеством AlB_{12} в композите.

Подготовка образцов для микроструктурного анализа, измерения твердости и механических свойств (полировка) было выполнено на полировальной машине FORCIMATE фирмы Metkon. На рисунке 1 приведены микрофотографии структур горячепрессованных образцов. На них можно видеть изменение фазового состава в исследованных пределах концентраций AlB_{12} и AlN и оценить наличие пористости в образцах в зависимости от температуры прессования.

Изучение мультифрактальных характеристик данных изображений, полученных на электронном микроскопе, выполнялось с помощью разработанного программного обеспечения Fraculator.

Оказалось, что ожидания монотонного изменения фрактальной размерности двумерного изображения поверхности нанокompозита при монотонном изменении процентного содержания фазы AlN были оправданы (рис. 2).

Разработанная программа позволяет, кроме получения обычных мультифрактальных характеристик изображений структуры фаз, выделять на них границы и определять мультифрактальные характеристики структуры сформированной системы границ фаз [6].

Общеизвестно, что физико-химические свойства границ разде-

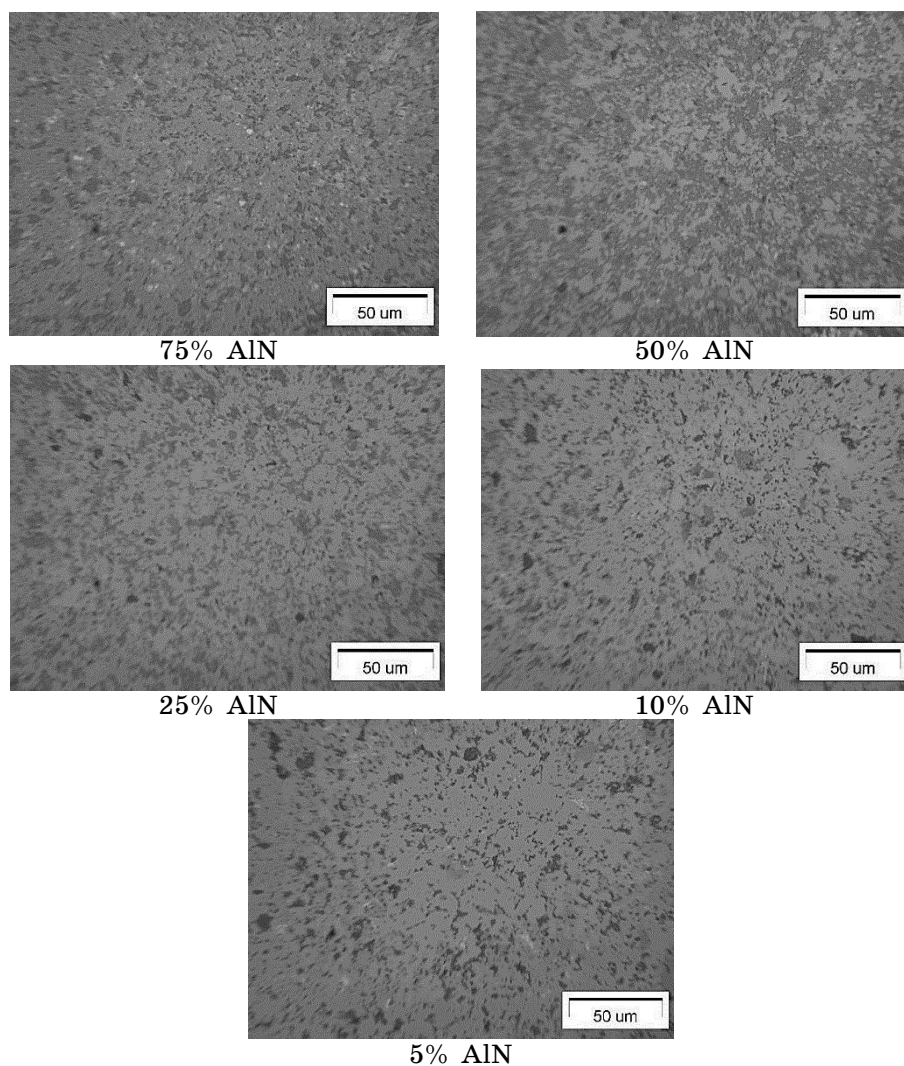


Рис. 1. Микрофотографии поверхности образцов нанокompозита AlB_{12} - AlN с разным соотношением фаз.¹

ла фаз (компонентов) часто играют определяющую роль в формировании эксплуатационных характеристик композитов, что особенно справедливо в отношении наноматериалов с развитыми границами. Следует ожидать, что структура (геометрия) границ, характеризуемая фрактальной размерностью, также немаловажна при оптимизации эксплуатационных свойств материалов.

Примеры обработанных программой и подготовленных для вычисления мультифрактальных характеристик изображений с вы-

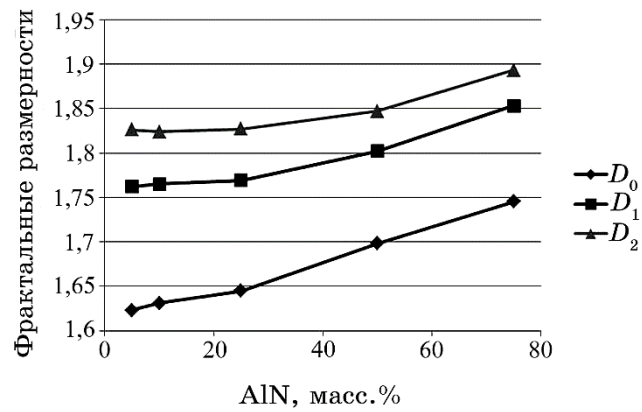


Рис. 2. Зависимости фрактальных размерностей D_0 , D_1 и D_2 от массовой доли AlN в составе нанокompозита.²

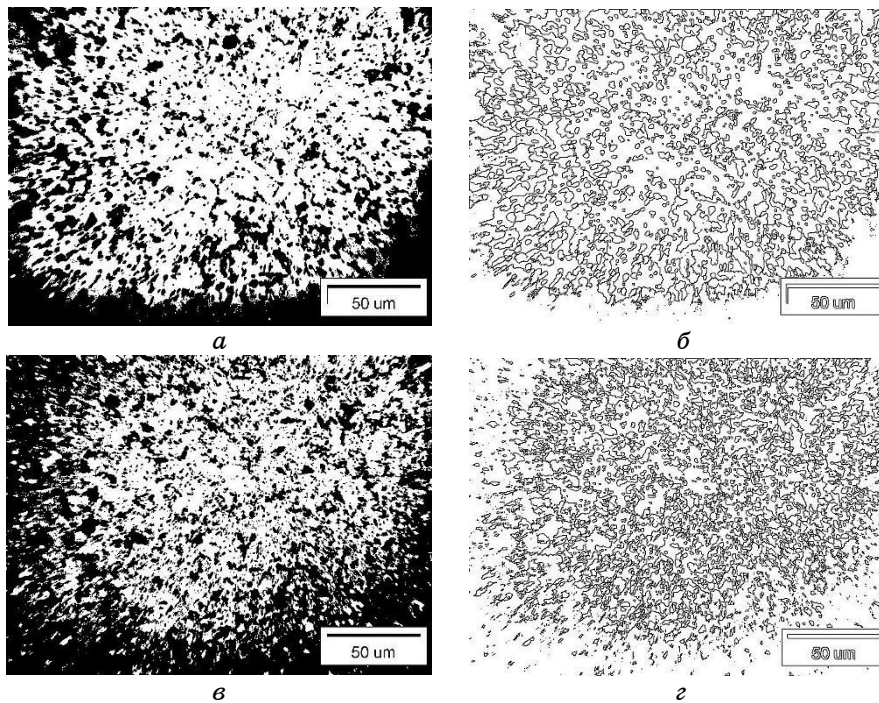


Рис. 3. Примеры обработанных программой и подготовленных для вычисления мультифрактальных характеристик исходных изображений и системы выделенных границ (*а, б* — 5% AlN, *в, г* — 75% AlN).³

деленными на них границами приведены на рис. 3.

Результаты исследования мультифрактальных характеристик

системы выделенных границ показаны на рис. 4.

Данные мультифрактальные характеристики носят неаддитивный характер, который, однако, неплохо коррелирует с характером зависимости микротвёрдости шлифов рассматриваемого нанокompозита от массовой доли AlN в его составе. Результаты исследования микротвёрдости шлифов, выполненного на микротвердомере ПМТ-3 под нагрузкой 2 Н, показаны на рис. 5.

Композит AlB₁₂ (90%) + AlN (10%) обладает локально минимальной микротвёрдостью, которая совпадает с локальным экстремумом (максимумом) всех трёх фрактальных характеристик

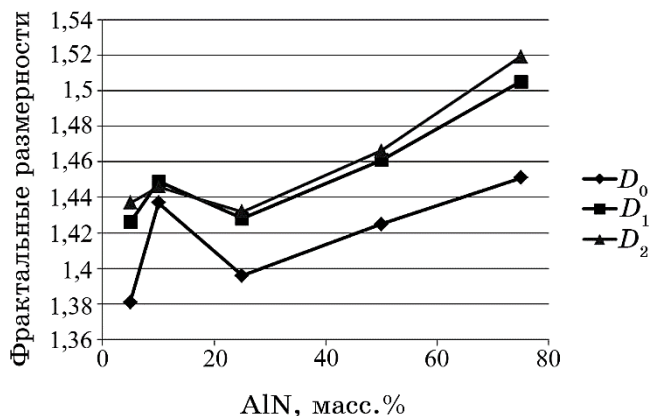


Рис. 4. Зависимости фрактальных размерностей D_0 , D_1 и D_2 изображений границ от массовой доли AlN в составе композита.⁴

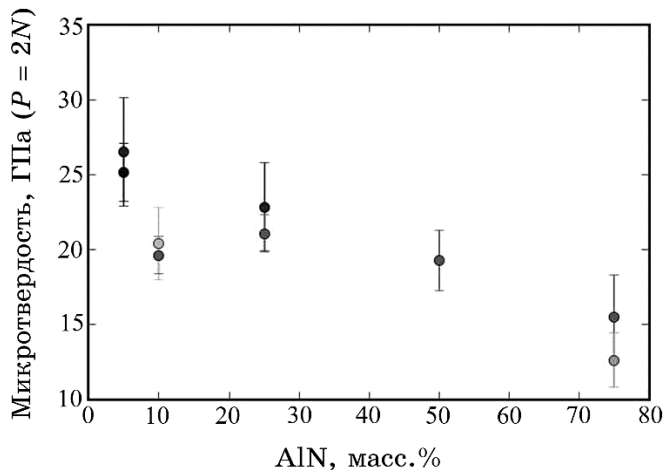


Рис. 5. Микротвёрдость композита AlB₁₂-AlN в зависимости от содержания нитрида алюминия.⁵

изображений границ.

Таким образом, сопоставление полученных мультифрактальных и физических характеристик горячепрессованного композита $AlB_{12}-AlN$ позволяет сделать важный вывод о том, что с физическими характеристиками могут быть связаны не только мультифрактальные характеристики изображений структуры фаз, но и мультифрактальные характеристики выделенных на них границ (границ зёрен, границ фаз — в зависимости от исследуемого материала). Кроме того, эти характеристики границ могут даже иметь большую информативную ценность, чем характеристики необработанных изображений, в первую очередь для наноматериалов, обладающих развитыми границами.

3. ВЫВОДЫ

В работе показана корреляция получаемых мультифрактальных характеристик структуры горячепрессованного нанокompозита $AlB_{12}-AlN$ со значениями их физических характеристик, причём различные физические характеристики могут коррелировать как с мультифрактальными характеристиками фаз, так и с мультифрактальными характеристиками границ фаз, что играет особенно важную роль при изучении наноматериалов.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. И. Е. Красикова, И. В. Красиков, В. В. Картузов, *Математические модели и вычислительный эксперимент в материаловедении*, **9**: 79 (2007).
2. И. Е. Красикова, И. В. Красиков, В. В. Картузов, *Математические модели и вычислительный эксперимент в материаловедении*, **13**: 82 (2011).
3. И. Е. Красикова, И. В. Красиков, В. В. Картузов, *Математические модели и вычислительный эксперимент в материаловедении*, **15**: 69 (2013).
4. И. Е. Красикова, И. В. Красиков, В. В. Картузов, *Математические модели и вычислительный эксперимент в материаловедении*, **16**: 74 (2014).
5. И. Е. Красикова, И. В. Красиков, В. В. Картузов, *Математические модели и вычислительный эксперимент в материаловедении*, **18**: 30 (2016).
6. И. Е. Красикова, И. В. Красиков, В. В. Картузов, *Электронная микроскопия и прочность материалов*, **22**: 3 (2016).
7. И. Е. Красикова, И. В. Красиков, В. В. Картузов, *Наукові нотатки*, **57**: 102 (2017).
8. П. В. Мазур, О. О. Васільев, В. Б. Муратов, Т. О. Прихна, П. П. Барвіцький, В. В. Гарбуз, В. В. Картузов, *Наукові нотатки*, **58**: 232 (2017).

REFERENCES

1. I. E. Krasikova, I. V. Krasikov, and V. V. Kartuzov, *Matematicheskie*

- Modeli i Vychislitel'nyy Ehksperiment v Materialovedenii*, **9**: 79 (2007) (in Russian).
2. I. E. Krasikova, I. V. Krasikov, and V. V. Kartuzov, *Matematicheskie Modeli i Vychislitel'nyy Ehksperiment v Materialovedenii*, **13**: 82 (2011) (in Russian).
 3. I. E. Krasikova, I. V. Krasikov, and V. V. Kartuzov, *Matematicheskie Modeli i Vychislitel'nyy Ehksperiment v Materialovedenii*, **15**: 69 (2013) (in Russian).
 4. I. E. Krasikova, I. V. Krasikov, and V. V. Kartuzov, *Matematicheskie Modeli i Vychislitel'nyy Ehksperiment v Materialovedenii*, **16**: 74 (2014) (in Russian).
 5. I. E. Krasikova, I. V. Krasikov, and V. V. Kartuzov, *Matematicheskie Modeli i Vychislitel'nyy Ehksperiment v Materialovedenii*, **18**: 30 (2016) (in Russian).
 6. I. E. Krasikova, I. V. Krasikov, and V. V. Kartuzov, *Elektronnaya Mikroskopiya i Prochnost' Materialov*, **22**: 3 (2016) (in Russian).
 7. I. E. Krasikova, I. V. Krasikov, and V. V. Kartuzov, *Naukovi Notatki*, **57**: 102 (2017) (in Russian).
 8. P. V. Mazur, O. O. Vasiliev, V. B. Muratov, T. O. Prikhna, P. P. Barvits'kyi, V. V. Garbuz, and V. V. Kartuzov, *Naukovi Notatki*, **58**: 232 (2017) (in Ukrainian).

*I. M. Frantsevich Institute for Problems of Materials Science, N.A.S. of Ukraine,
3, Krzhizhanovsky Str.,
UA-03142 Kyiv, Ukraine*

¹ Fig. 1. Micrographs of the surface of AlB₁₂-AlN nanocomposite samples with various phase ratios.

² Fig. 2. Dependence of fractal dimensions, D_0 , D_1 and D_2 , on the mass fraction of AlN in the nanocomposite content.

³ Fig. 3. Examples of original images processed by the program and prepared for calculating the multifractal characteristics (a , σ —5% AlN, σ , z —75% AlN).

⁴ Fig. 4. Dependence of fractal dimensions, D_0 , D_1 and D_2 , of boundary images on the mass fraction of AlN in the composite content.

⁵ Fig. 5. Microhardness of the AlB₁₂-AlN composite depending on the aluminium nitride content.