

ХАРАКТЕР РАСПРЕДЕЛЕНИЯ СТРУКТУРНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В ДВУХКОМПОНЕНТНОМ МАТЕРИАЛЕ

Холдаева М.И., Керш Д.В.

(Одесская академия строительства и архитектуры, г. Одесса)

Приведены результаты стереологического анализа двухкомпонентной системы и возможности реконструкции распределения истинных размеров по результатам измерений на плоскости.

Эксплуатационные свойства композиционных материалов в значительной степени обусловлены их структурным состоянием. В поризованных материалах, например ячеистых бетонах, основные структурные элементы - межпоровые перегородки, представляющие твердую фазу материала, и газовые ячейки. Теплоперенос в таком материале осуществляется преимущественно теплопроводностью через цементную матрицу.

Полистиролбетон формально состоит из двух твердых фаз – цементной матрицы и гранул пенополистирола, однако вспененные полистирольные гранулы на 95 % состоят из воздуха, поэтому могут рассматриваться как аналог ячеистых пор (псевдопоры) с распределенными между ними межпоровыми перегородками.

Чтобы установить корреляцию между структурой материала и его теплотехническими и прочностными свойствами, выражаемыми количественно, необходимо также количественно описывать и структуру. Ни один из существующих методов контроля не позволяет получить всестороннюю и объективную картину пространственной структуры, выраженную в количественных характеристиках, поэтому приходится анализировать корреляцию свойств композиционных материалов с результатами структурных измерений на плоскости (в сечении образца). Однако методы оптической и электронной микроскопии дают изображения только в виде проекций или сечений пространственной структуры, т. е. позволяют получить лишь некоторую искаженную (первичную) информацию о структуре.

Таким образом, при проведении структурных исследований приходится последовательно решать задачи выбора основных информативных характеристик пространственной структуры, наилучшим образом коррелирующих с исследуемым свойством; находить экспрессный способ получения первичной информации об этих характеристиках; преобразовывать первичную информацию в непосредственную оценку этих характеристик.

Теоретические основы стереологической реконструкции структуры по измерениям на случайных сечениях – шлифах с размерами зерен в несколько микрон достаточно разработаны применительно к проблемам металловедения. Средний пространственный размер D_{cp} сферических частиц в структуре предложено оценивать по среднему диаметру D_S сечений частиц в плоскости наблюдения и средней длине хорды l_{cp} , отсекаемой случайной секущей на сечениях частиц. Анализ распределений сферических частиц размерами до 50 мкм и их случайных сечений показал [1], что для монодисперсной системы сфер l_{cp} связано со средним объемным размером как $D_{cp} = 1,5 l_{cp}$ а для полидисперсной – как $D_{cp} = 1,62 l_{cp}$.

Однако возможность применения этих зависимостей для полистиролбетона с заполнителями размером в несколько миллиметров требует своего экспериментального подтверждения.

В физическом эксперименте смоделировано распределение по размерам сферических гранул пенополистирола в полупрозрачной органической матрице. Требования к

матрице: материал матрицы должен быть химически нейтральным по отношению к пенополистиролу; вязкость должна быть достаточной для того, чтобы не допустить всплывания гранул и обеспечить равномерное их распределение в объеме образца; материал матрицы должен легко резаться, предотвращая выкрашивание как гранул, так и самой матрицы. После ряда испытаний в качестве материала, отвечающего этим требованиям, принят желатин пищевой.

Произведен рассев гранул на 5 фракций. Гранулы каждой фракции окрашены водостойкими красителями разных цветов.

Изготовлен образец кубической формы со стороной ребра - 40 мм (рис. 1) с объемным содержанием пенополистирольных гранул – 1.

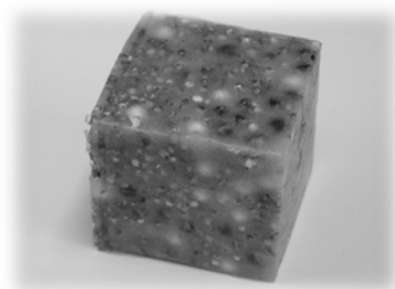


Рис.1. Модельный образец для стереологического эксперимента.

Количественное и объемное содержание гранул каждой фракции приведено в табл.1. Гранулы фракции 6,0 – 7,0 мм в эксперимент не включены. Действительный объем определен с учетом межзерновой пустотности.

Таблица 1.

	Цвет	Фракции, мм	Количество, шт.	Объем, мл	Действительный объем, см ³
	зелёный	1,25 - 3,0	1111	10	5,58
	синий	3,0 - 4,0	343	17	7,7
	чёрный	4,0 - 5,0	131	12	6,25
	жёлтый	5,0 - 6,0	61	10	5,31
	розовый	7,0 - 8,0	52	15	8,62
			Σ1698 шт.	Σ64 мл	Σ33,46 см ³

На рис.2 показано истинное распределение сфер по размерам. По горизонтальной оси отложены размеры сфер по группам, а по вертикальной оси - процентное содержание полистирольных гранул по размерным группам.

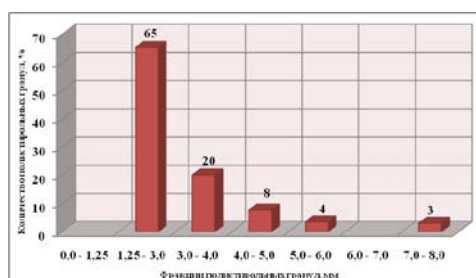


Рис. 2 Истинное распределение сфер по размерам

Образец разрезан на пластины толщиной 5 мм. Общее количество видимых сечений сфер во всех плоскостях среза превышает 700. Таким образом, с точки зрения статистических требований, анализируемая выборка является представительной.

Определён средний пространственный диаметр сечений сфер - $D_{cp} = \frac{\sum(\sum D_{cp i})}{\sum n_i}$ где, n_i – количество гранул полистирола в i-той группе;

$\sum D_{cp i}$ - сумма диаметров по фракциям: $\sum D_{cp i} = D_{cp i} * n_i$;

$\sum(\sum D_{cp i})$ – общая сумма всех средних диаметров сфер по всем сечениям;

$\sum n_i$ – общее количество сфер в образце.

Средний пространственный размер сфер для заданного распределения: $D_{cp} = 2,87$ мм.

На рис. 3 показано процентное содержание диаметров полистирольных гранул в сечении образца в диапазоне от 0 до 8 мм с интервалом 1 мм.

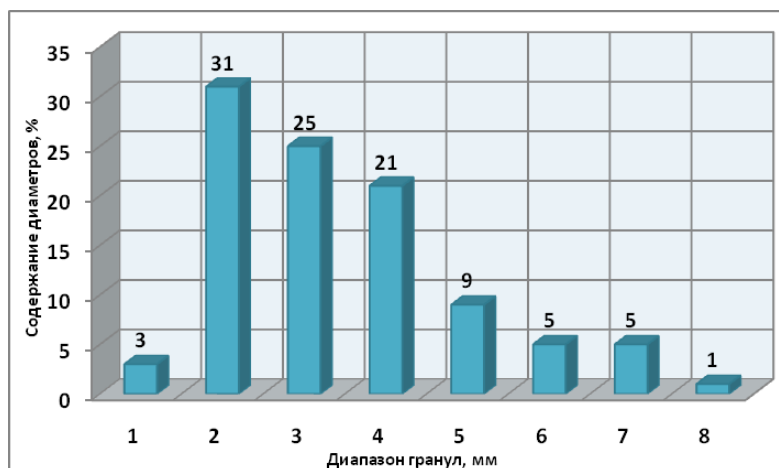


Рис.3. Распределение диаметров сечений сфер по размерам.

Распределение хорд по размерам анализировалось для двух систем секущих линий - через 5 мм (рис. 4а), и через 7 мм (рис. 4б).

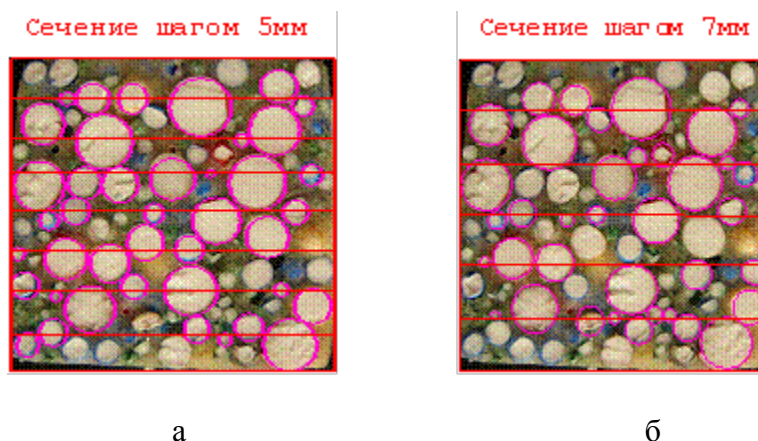


Рис. 4. Сетка секущих линий с шагом: а - 5 мм и б - 7 мм.

Средняя хорда $l_{cp} = \frac{\sum l_i}{n}$, где l_i – общая сумма хорд, n – количество хорд.

Для случая (а) средняя хорда равна: $l_{cp} = 1,88$ мм.

Для случая (б) средняя хорда равна: $l_{cp} = 1,86$ мм.

Сравнение двух вариантов показывает, что результаты практически одинаковы, однако измерения по сетке с шагом 5 мм позволяют получить больше данных для статистической обработки.

На рис. 5 показано распределение секущих хорд по размерам: по горизонтальной оси отложены размерные интервалы; по вертикальной оси - содержание секущих хорд данных размеров в процентном отношении к их общему количеству.

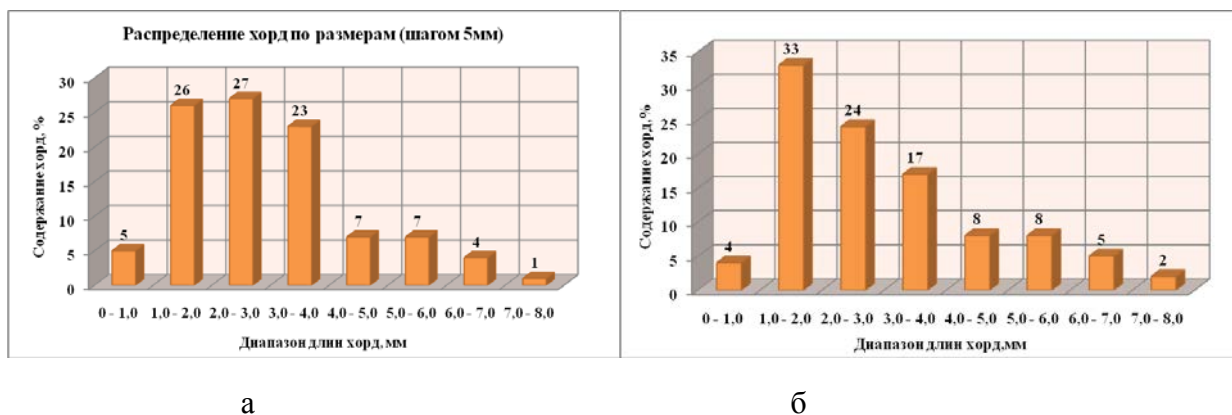


Рис 5. Распределение секущих хорд по размерам:
а - с шагом 5 мм, б - с шагом 7 мм.

Определены соотношения между средним пространственным (истинным) размером сфер, средними диаметрами плоских сечений и средними секущими хордами: $D_{\text{ср.сеч}}/D_{\text{ср}}=0,78$;

$$l_{\text{ср}}/D_{\text{ср}}=0,65 \text{ (шаг 5 мм);}$$

Анализ графиков (рис. 2, 3 и 5) показывает, что распределения по размерам плоских сечений и секущих хорд не совпадают с распределением пространственных размеров гранул. В то же время подтверждено, что средние диаметры и хорды в плоскости сечения дают приблизительно одинаково устойчивую оценку среднего пространственного диаметра D . Более предпочтительна оценка по средней хорде, которая не требует строгих допущений о форме частиц и легко определяется инструментально. Можно сделать вывод о том, что наиболее устойчивую оценку среднего размера зерен в однофазной структуре дает средняя длина хорды \bar{l} , отсекаемой границами сечений зерен на случайной секущей.

С целью проверки результатов расчётов изготовлены 2 образца из минерального вяжущего с различным содержанием полистирольного многофракционного заполнителя (рис.6).

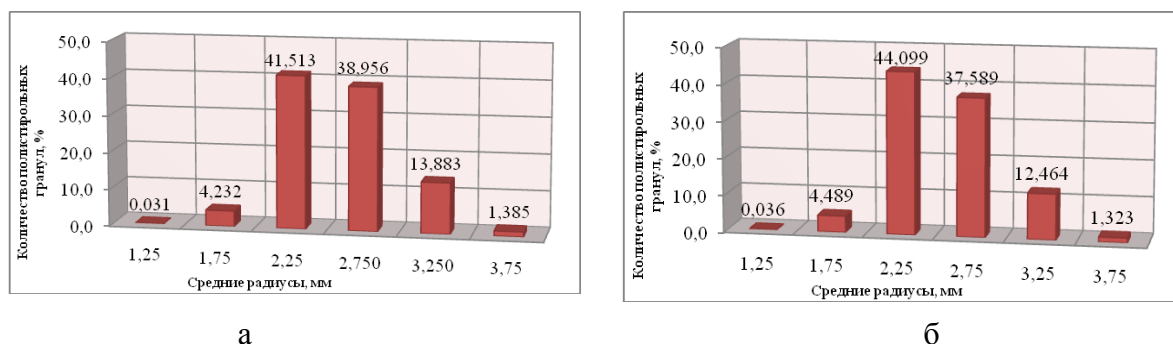


Рис.6. Истинное распределение сфер по размерам: а - объемное содержание заполнителя - 0,87; б - объемное содержание заполнителя - 0,76.

Распределения секущих хорд l по размерам показаны на рис.7.

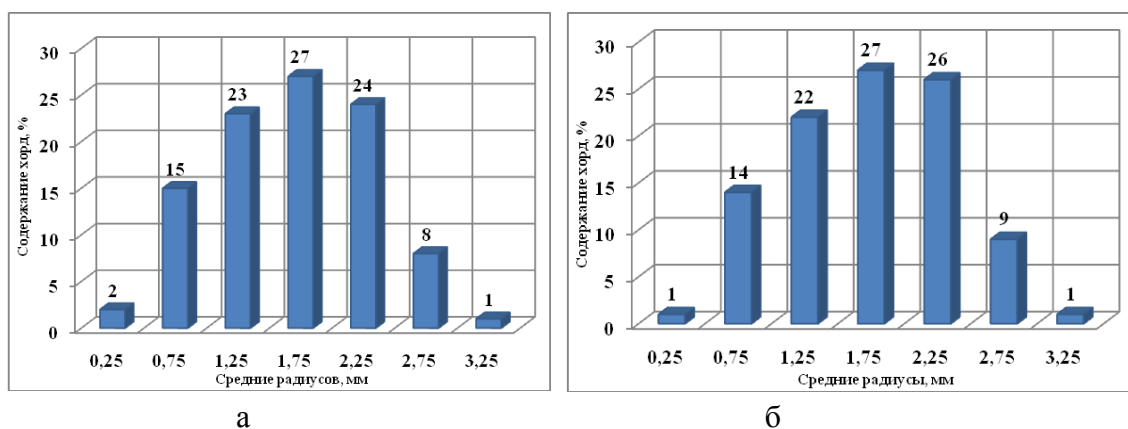


Рис. 7. Распределение секущих хорд по размерам с различным содержанием полистирольного наполнителя а – заполнение 0,87; б – заполнение – 0,76.

Важной характеристикой структуры, хорошо коррелирующей со свойствами композиционных материалов, считается удельная поверхность зёрен заполнителя.

Возможны три способа определения удельной поверхности зёрен:

- 1- по истинным размерам зёрен;
- 2- по средней хорде на сечении образца;
- 3- по истинным объемам с учетом пустотности.

В результате сравнительного анализа полученных расчётов различными способами, значения удельной поверхности, близки между собой. Более точным следует признать первый вариант расчета, для которого необходима достоверная информация о количестве зёрен и их распределении по размерам. Наиболее простым является расчет по объемному содержанию зёрен с учетом межзерновой пустотности (вариант 3). Если объемное содержание заполнителя априорно неизвестно, то целесообразен расчет по второму варианту с определением средней секущей хорды с помощью автоматических сканирующих устройств.

В то же время близость значений удельной поверхности для образцов с разным объемным содержанием заполнителя не позволяет рекомендовать $S_{уд}$ в качестве структурного параметра для экспресс – оценки свойств материалов. В качестве такой характеристики более целесообразно использовать общую площадь поверхностей раздела.

Выводы

Подтверждено соответствие зависимостей между пространственным, плоскостным и линейным содержанием структурных элементов (принцип Кавальери - Акера - Глаголева).

Установлено, что невозможна реконструкция распределения истинных размеров по распределениям диаметров сечений и секущих хорд.

Средний диаметр сечений частиц и средняя хорда дают одинаково устойчивую, но смещенную оценку истинных размеров, однако использование средней хорды в качестве характерного параметра структуры наиболее целесообразно, так как она легко определяется экспериментально.

На базе полученных зависимостей возможна применение экспресс-методов анализа структуры и оценки свойств ячеистых материалов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Стереология в металловедении // [Чернявский В.Л.] – М.: 1977 – 272с.
2. Стереометрическая металлография // [Салтыков С.А.] Изд. 3-е. М., «Металлургия», 1970 – 376с. с ил.
3. Керш В.Я., Холдаева М.И. Совершенствование структуры и теплозащитных свойств полистиролбетона // Сб. научных трудов «Прогрессивные материалы и технологии в современном строительстве». – Новосибирск, 2008 – С. 177-180.