

УДК 620.9:538.9

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ЛОКАЛЬНЫХ БИНАРНЫХ ШАБЛОНОВ ДЛЯ СРАВНИТЕЛЬНОЙ ОЦЕНКИ ВЗАИМОСВЯЗИ МЕЖДУ СТРУКТУРОЙ И СВОЙСТВАМИ НАПОЛНЕННЫХ ТЕХНИЧЕСКИМ УГЛЕРОДОМ ЭЛАСТОМЕРОВ

Минакова Наталья Николаевна¹,
minakova@asu.ru

Ушаков Василий Яковлевич²,
vyush@tpu.ru

¹ Алтайский государственный университет,
Россия, 656049, г. Барнаул, пр. Ленина, 61.

² Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30.

Актуальность работы обусловлена тем, что при создании нефтепромышленного оборудования применяется широкий спектр композиционных материалов. Благодаря возможности регулирования свойств в широких пределах наполненные техническим углеродом эластомеры могут обеспечивать требуемые механические и электрофизические характеристики. В зависимости от количества технического углерода могут обеспечиваться как резистивные, так и электроизоляционные свойства конструкций. Их отличает небольшой вес, антикоррозионная стойкость, невысокая стоимость и доступность исходного сырья, промышленная технология изготовления. Однако гетерогенная структура, формирующая разнообразие свойств, создает проблемы подбора состава материала, отвечающего конкретным требованиям. Подбор компонентов эмпирическим путем приводит к значительным затратам временных, финансовых и других ресурсов. В этой связи требуется разработка и реализация подходов к изучению закономерностей «структура–свойства», позволяющих наиболее эффективно оценивать свойства композиционных материалов.

Цель: оценка возможности контроля влияния на характеристики наполненных техническим углеродом каучуков предлагаемых рецептурных или технологических решений с помощью инструментария, не требующего высоких материальных затрат. Представляло интерес найти минимизированный по трудоемкости подход к оценке закономерностей «структура–свойства» наполненных техническим углеродом каучуков, влияющих на величину объемного электрического сопротивления, с помощью сравнения характеристик двух материалов. Для этого предполагается разработка способа оценки свойств наполненных техническим углеродом каучуков, адаптированного к микрофотографиям поверхности материала, полученным сканирующим электронным микроскопом. Способ основан на использовании метода локальных бинарных шаблонов для сравнения гистограмм изображений.

Методы: сканирующая микроскопия, рентгеноструктурный анализ, инструментальные измерения электрофизических характеристик резистивных полимерных композиционных материалов, корреляционный анализ.

Результаты. Показано, что микрофотографии поверхности материалов, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа, можно применять для сравнительной оценки изменения величины объемного электрического сопротивления материалов и его разброса при серийном изготовлении с помощью сопоставления материалов с известными характеристиками. Определены методы сравнения гистограмм, дающие корректные результаты: вычисление пересечений, расстояние Бхаттачария. Экспериментально подтверждена целесообразность применения предлагаемого подхода для оценки вклада технологии и вида каучука. Показана связь результатов оценки с количеством аморфной фазы в материале. Сделан вывод о том, что применение предложенной сравнительной оценки позволяет упростить изготовление материала, отвечающего требованиям конкретной области применения.

Ключевые слова:

Наполненные техническим углеродом эластомеры, структура материала, объемное электрическое сопротивление, электропроводность, коэффициент вариации, ресурсосбережение, метод локальных бинарных шаблонов, гистограмма яркости изображения, метод пересечений, расстояние Бхаттачария.

Введение

Композиционные материалы на основе эластомеров обладают антикоррозионными свойствами, небольшим весом, имеют отработанную промышленную технологию изготовления, профилируются в изделия широкого спектра форм. Наполнение эластомеров техническим углеродом в зависимости от его количества в материале может обеспечить вместе с механическими электроизоляционные или электропроводящие свойства, что обуславливает возможности их широкого применения [1–3].

Как конструкционные материалы эластомеры используются при производстве транспортерных лент, рукавов, уплотнителей в изделиях для нужд нефтепромышленной отрасли [4]. Как электротехнические материалы наполненные техническим углеродом эластомеры применяются для защиты от электромагнитных помех, в установках обезвоживания нефти, шахтных кабелях, датчиках, в качестве элементов катодной защиты трубопроводов. Разнообразие требований, предъявляемых к этим материалам в зависимости от сферы их применения, затрудняет конструирование материалов с требуемыми свойствами из-за

невозможности аналитического описания их структурообразования. Последнее, в свою очередь, обусловлено многообразием протекающих в них физико-химических процессов, зависящих от состава, технологии изготовления, эксплуатационных факторов [5–7]. В зависимости от условий работы (температура, интенсивность и характер механических воздействий, окружающая среда и др.) изменяется «ответственность» различных компонентов структуры. Изучение взаимосвязи «структура–свойства» выполняется преимущественно с помощью эмпирических подходов. Поэтому актуально постоянное совершенствование инструментария для изучения структуры материалов, задающей их свойства.

Объекты и методы исследования

Объектами исследования выбраны наполненные техническим углеродом П-514 каучуки. Концентрация технического углерода составляла 80 весовых частей на 100 весовых частей каучука – максимально возможное наполнение по условиям технологии изготовления [5]. В качестве связующей основы выбраны каучуки, незначительно отличающиеся по исходным свойствам (табл. 1).

Таблица 1. Свойства каучуков [8, 9]

Table 1. Properties of rubbers [8, 9]

Вид каучука Type of rubber	d , кг/м ³ (kg/m ³)	t , °C	M , тысяч единиц (thousand units)
Нитрильный/Nitrile	960	100–110	250–350
Бутадиене-тилстирольный Butadiene methyl	920	80–100	100–150

Анализ взаимосвязи «структура–свойства» выполнялся применительно к величинам удельного объемного электрического сопротивления (ρ_v) и его разбросу в серии изделий (К). Поэтому рассматривались материалы, близкие и отличающиеся по указанным характеристикам.

Выполненные экспериментальные исследования показали, что величины объемного электрического сопротивления и коэффициента вариации для наполненных техническим углеродом каучуков в значительной степени зависят от технологии изготовления (прессовой и беспрессовой), отличающейся разной величиной давления при вулканизации и профилировании изделия [10]. Поэтому анализировались материалы, отличающиеся видом каучука и технологией изготовления (табл. 2).

Один из распространенных способов изучения взаимосвязи «структура–свойства» для композиционных материалов – анализ микроскопических снимков структуры [5]. Изображения структуры наполненных техническим углеродом каучуков, полученные с помощью просвечивающего микроскопа, обрабатывались с применением текстурного и фрактального анализ [11, 12]. Такой подход позволил выявить корреляционные связи с электропроводностью.

Для материалов, выбранных в качестве объектов исследования, в предыдущих работах нами использовались электронно-микроскопические снимки струк-

туры, полученные с помощью трансмиссионной просвечивающей электронной микроскопии [11, 12]. На электронно-микроскопических снимках отчетливо проявляется распределение электропроводящего компонента в связующей основе, в первую очередь распределение по размерам частиц технического углерода и свободные зоны, в которые он не может попасть из-за кристаллической компоненты связующей основы [5]. Однако применение этого метода требует существенной предварительной обработки изображений и сложной подготовки образцов. Для получения микрофотографий с просвечивающего электронного микроскопа необходимы ультратонкие срезы (порядка 100–300 нм), изготавливаемые на специальном оборудовании [13].

Таблица 2. Объекты исследования

Table 2. Objects of study

Каучук Rubber	Профилирование Profiling	Вулканизация, давление, атмосфера Vulcanization, pressure, atmospheres	Обозначения состава. Материал указан в подписях к рис. 2, 3 Material composition designations is in Fig. 2, 3
СКМС-30АРК SKMS-30ARK	Прессформа Press form	125	a/a
СКН-40 SKN-40	Прессформа Press form	125	б/б
СКН-40 SKN-40	Шприцевание Injection	6	в/в

В данной работе нами предположена возможность использования для количественных оценок микрофотографии сканирующего микроскопа, с помощью которого изображение формируется вторичными электронами, отражающимися от поверхности материала под разными углами. Сканирующая микроскопия поверхности проще и дешевле в сравнении с просвечивающей электронной микроскопией, в том числе за счет менее сложной технологии подготовки образцов [14]. Микрофотографии со сканирующего микроскопа отчетливо не отражают влияние ряда характеристик, вносящих вклад в формирование структуры композиционного материала, например, кристаллическость, четко не фиксируют распределение технического углерода по объему связующего [15]. Однако на них отражается текстура, морфология компонентов материала.

На настоящий момент экспериментально подтвержден существенный вклад доли аморфной фазы в связующем для формирования структуры и свойств наполненных полимеров [5]. Можно полагать, что на микрофотографии со сканирующего микроскопа вклад основных компонентов в формирование резистивных свойств (технический углерод, имеющий кристаллическую структуру, и аморфная фаза каучука) проявляется в виде изменения яркости. Ориентация элементов, составляющих материал, и их взаимодействие проявляются через цветовой фон, насыщен-

ность изображения. Поэтому в качестве признака, отвечающего за распознавание структуры материала, выбрана гистограмма яркости изображения. Известно, что сравнение двух изображений по гистограммам применяется для анализа взаимосвязи между ними. Гистограммы отображают количество пикселей изображения с определенной интенсивностью, поэтому позволяют оценить уровень сходства между распределением пикселей [16, 17].

В работе сделано предположение, что сравнение гистограмм целесообразно осуществлять с помощью локальных бинарных шаблонов [18]. Локальный бинарный шаблон применяется для классификации на основании информации об изменении яркости на изображении. Метод имеет малую ресурсоемкость и инвариантность при преобразованиях яркости, сохраняющих порядок. Каждый шаблон несет в себе информацию о соседних точках.

В [18, 19] применен базовый оператор локального бинарного шаблона, который использует 8 пикселей окрестности. Порог – значение интенсивности центрального пикселя. Результат применения к пикселю изображения – восьмиразрядный бинарный код, который описывает окрестность этого пикселя.

Математическая модель вычисления локальных бинарных шаблонов согласно [20]:

$$LBP_{p,c} = \sum_{p=0}^{p-1} S(g_p - g_c)2^p,$$

где c – точка, для которой вычисляется локальный бинарный шаблон; $p = \{0, \dots, P-1\}$ – некая окрестность точки c ; g_c и g_p – значения яркости в соответствующих точках; S – функция, которая возвращает 1 если значение в скобках больше нуля.

В качестве метрик для сравнения гистограмм выбраны вычисление пересечений, расстояние Бхаттачария [21, 22]. Алгоритм пересечений не требует точного отделения объекта от фона, устойчив к перекрытиям на переднем плане. При определении расстояния Бхаттачария алгоритм рассматривает интенсивности изолированно друг от друга (учитываются значения в соседних ячейках без сравнения между собой).

Использовались следующие расчетные формулы:

1) вычисление пересечений [21]:

$$d_s(H_1, H_2) = \sum_i \min(H_1(i)H_2(i)),$$

где H_1 и H_2 – сравниваемые гистограммы; $H_1(i)$ и $H_2(i)$ – элементы соответствующих гистограмм с номером i .

Значение d_s может принимать значения от нуля до единицы. Приближение к единице указывает на уменьшение различий между гистограммами.

2) расстояние Бхаттачария [22]:

$$d_b(H_1, H_2) = \sqrt{1 - \frac{\sum_i \sqrt{H_1(i)H_2(i)}}{\sqrt{\sum_i H_1(i)\sum_i H_2(i)}}},$$

где H_1 и H_2 – сравниваемые гистограммы; $H_1(i)$ и $H_2(i)$ – элементы соответствующих гистограмм с номером i .

Величина d_b может принимать значения от нуля до единицы: чем ближе значение к нулю, тем меньше различий между гистограммами

Расчет выполнялся с помощью функций свободно распространяемой библиотеки `opencv` [23].

Известно, что технический углерод распределяется в аморфной фазе связующей основы [5]. Поэтому для выбранных в качестве объектов исследования материалов оценивалась кристалличность методом рентгеновской дифрактометрии на дифрактометре Shimadzu XRD 7000S (CuK α -излучение, счетчик-монохроматор Shimadzu CM-3121).

Рассматривались микрофотографии как с существенно различающимся, так и незначительно различающимся количеством аморфной фазы.

Съемка поверхности материала осуществлялась на сканирующем электронном микроскопе Hitachi TM 3000 в режиме обратно отраженных электронов. Обработывались 12–15 значений результатов сравнения микрофотографий. Размеры образцов цилиндрической формы в выборке $d=11,7-12,6$ мм, $h=1,3-2,2$ мм. Разброс значений в каждой выборке составлял 5–7 %.

На рис. 1 представлены микрофотографии материалов, отличающихся видом каучука для прессовой технологии изготовления образцов.

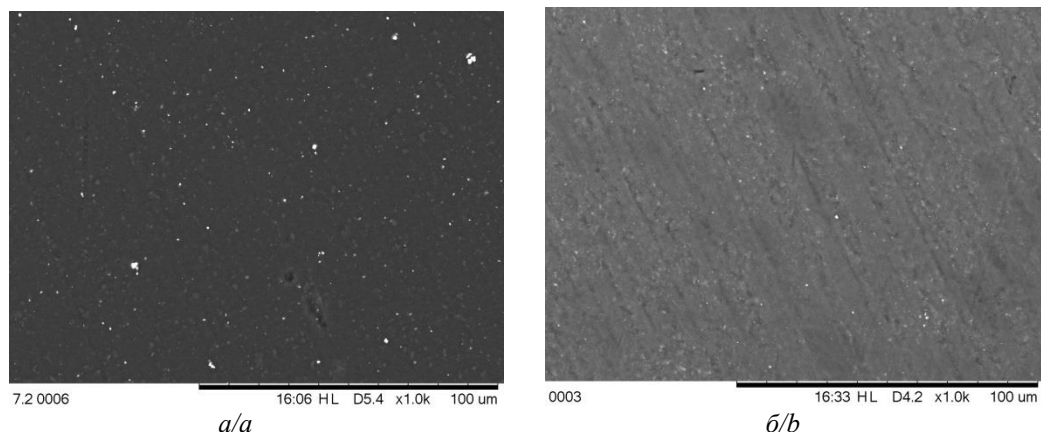


Рис. 1. Микрофотографии наполненных техническим углеродом каучуков: а) объект а в табл. 1; б) объект б в табл. 2
Fig. 1. Microphotographs of carbon black-filled rubbers: а) object а in Table 1; б) object б in Table 2

Результаты расчета по микрофотографиям сопоставлялись с величиной объемного электрического сопротивления ρ_v . Она определялась на резисторах – образцах диаметром 0,03 м, высотой 0,05 м. Измерения выполнялись в соответствии с ГОСТ 21342.20-78. Определялся разброс объемного электрического сопротивления при серийном изготовлении – коэффициент вариации в серии изделий (К, %).

Результаты исследования

Оригинальная часть исследований выполнена в предположении, что результаты сравнения гистограмм, рассчитанных по данным изображения структуры материалов, можно использовать для оценки разницы в характеристиках между материалом с известными свойствами и материалом, для которого реализовано определенное рецептурное или технологические изменение. Сравнивались материалы, состав которых указан в табл. 2.

В качестве тестового набора исследовались материалы, которые существенно различаются по величине объемного электрического сопротивления и его разбросу в серии изделий. Экспериментально установлено, что при одинаковом составе материала изготовление по беспрессовой технологии увеличивает объемное электрическое сопротивление и уменьшает его разброс в серии по сравнению с материалами, изготовленными по прессовой технологии (табл. 3). При такой смене технологии количество аморфной фазы в материале возрастает (табл. 3).

Закономерности сравнивались с результатами, полученными по гистограммам. На рис. 2, 3 данные по расчетам пересечений и расстояния Бхаттачария приведены для следующих объектов: 1 – материалы серии одинакового состава (СКН-40) беспрессовой технологии (обозначение «в», табл. 2); 2 – материалы серии одинакового состава (СКН-40) прессовой технологии (обозначение «б», табл. 2); 3 – материалы со связующим СКН-40 при разной технологии изготовления (обозначение «б, в», табл. 2); 4 – материалы серии одинакового состава (СКМС-30 АРК) прессовой технологии (обозначение «а», табл. 2); 5 – материалы с разными связующими при прессовой технологии изготовления (обозначение «а, б», табл. 2).

Таблица 3. Влияние технологии изготовления на структуру и свойства материала

Table 3. Influence of technology on the structure and properties of rubber

Связующее Binder	Технология Technology	ρ_v , Ом·м Ohm·m	К, %	Фаза, процент Phase, percentage	
				Кристаллическая Crystalline	Аморфная Amorphous
СКМС-30АРК SKMS-30ARK	Прессовая Press	2,7	15,9	26,04	73,96
СКН-40 SKN-40	Прессовая Press	2,3	18,3	31,39	68,61
СКН-40 SKN-40	Беспрессовая Pressless	6,5	8,4	17,41	82,59

Расчетные значения расстояний (рис. 2, 3) показали, что закономерности, определенные сравнением по гистограммам, совпадают с закономерностями, полученными экспериментально для выбранных объектов исследования (табл. 3). Материалы беспрессовой технологии, по сравнению с материалами прессовой технологии, имеют существенное несоответствие гистограмм из-за изменения структуры материала как по показателю d_s (вычисление пересечений), так и по показателю d_b (расстояние Бхаттачария) (рис. 2, 3).

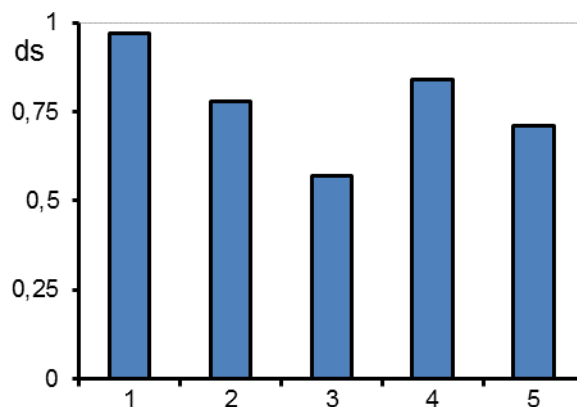


Рис. 2. Значения показателей, определенных методом пересечений. Сравниваемые объекты – микрофотографии структуры материалов разных составов: 1 – составы, обозначенные в табл. 2 как «б» и «в»; 2 – серия изображений материала – состав «б» в табл. 2; 3 – составы, обозначенные в табл. 2 как «б» и «в»; 4 – серия изображений материала – состав «а» в табл. 2; 5 – составы, обозначенные в табл. 2 как «а» и «б»

Fig. 2. Values of indicators determined by the method of intersections. Compared objects are: 1 – compositions indicated in Table 2 as «b» and «v»; 2 – series of images of the material – composition «b» in Table 2; 3 – compositions indicated in Table 2 as «b» and «v»; 4 – series of images of the material – composition «a» in Table 2; 5 – compositions indicated in Table 2 as «a» and «b» (designations in Table 2)

Между вычисленными по микрофотографиям показателями и значениями величин удельного объемного электрического сопротивления исследованных партий образцов выявлена корреляционная связь. Однако разница по величине удельного объемного электрического сопротивления больше, чем разница в показателях по гистограммам. Это может быть связано с тем, что при высоком наполнении техническим углеродом во многом реализуется туннельный механизм электропроводности (расстояния между частицами технического углерода до 100 ангстрем), что не проявляется на микрофотографии [10, 11].

Расчет числовых значений по гистограммам в серии микрофотографий одинаковых материалов показал, что различие между структурами, соответственно разброс в них, больше для материалов прессовой технологии по сравнению с беспрессовой. Такие же закономерности выявлены экспериментально по воспроизводимости величины ρ_v при серийных изготовлениях: коэффициенты вариации существенно ниже

для резисторов, технология которых содержит шприцевание и вулканизацию в паровом котле (табл. 3, рис. 2, 3).

Степень изменения параметров разброса величины объемного электрического сопротивления в серии меньше отличается от числовых значений сравнительной оценки по гистограммам по сравнению со значениями величин объемного электрического сопротивления (рис. 2, 3).

Расчетные значения по гистограммам подтвердили, что отличия в структурах материалов при разной технологии значительно больше, чем в структурах материалов одной серии. Таким образом, полученные результаты на тестовых выборках показывают корректность применения предложенного подхода для сравнительной оценки величины ρ_v и его разброса при серийном изготовлении.

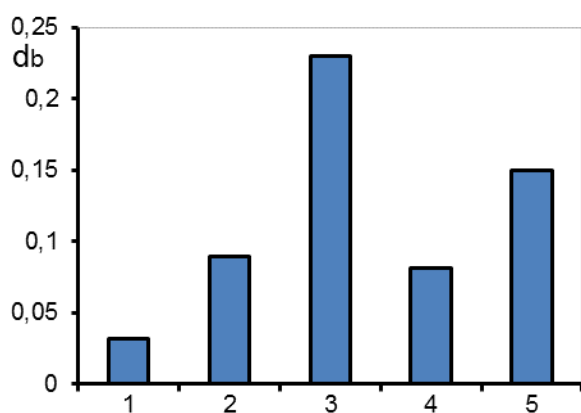


Рис. 3. Значения показателя – расстояние Бхаттачария. Сравнимые объекты – микрофотографии структуры материалов разных составов: 1 – серия изображений материала – состав «в» в табл. 2; 2 – серия изображений материала – состав «б» в табл. 2; 3 – составы, обозначенные в табл. 2 как «б» и «в»; 4 – серия изображений материала – состав «а» в табл. 2; 5 – составы, обозначенные в табл. 2 как «а» и «б»

Fig. 3. Indicator values – Bhattacharya distance. Compared objects are: 1 – compositions indicated in Table 2 as «b»; 2 – series of images of the material – composition «b» in Table 2; 3 – compositions indicated in Table 2 as «b» and «v»; 4 – series of images of the material – composition «a» in Table 2; 5 – compositions indicated in Table 2 as «a» and «b» (designations in Table 2)

Для оценки качества распознавания сравнивались материалы на основе аморфных каучуков с незначительно отличающейся аморфной фазой при одинаковой технологии изготовления (табл. 3).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Quijada C. Conductive polymers: materials and applications // Materials. – 2020. – V. 13. – № 10. – P. 2344. URL: <https://www.mdpi.com/1996-1944/13/10/2344/htm> (дата обращения 15.02.2022).
2. Минакова Н.Н., Ушаков В.Я. Полимеры с углеродными наполнителями для мощных резисторов // Известия Томского политехнического университета. Инжиниринг георесурсов. – 2018. – Т. 329. – № 2 – P. 74–80.

Несмотря на незначительно различающиеся исходные характеристики каучуков, несхожесть структуры материалов при сравнении гистограмм подтверждается как «методом пересечений», так и методом «расстояния Бхаттачария» (рис. 2, 3).

При сравнении материалов с разной величиной аморфной фазы значения показателей по гистограммам отличаются, что позволяет считать структуры разными, соответственно предполагать изменение электропроводности. Разница по величинам меньше, чем разница между этими показателями в зависимости от технологии изготовления. Значения показателей, определенных по предложенным метрикам, совпадает с экспериментальными закономерностями изменения объемного электрического сопротивления и его разброса в серии (рис. 2, 3, табл. 3). Различие в гистограммах материалов одной серии меньше, чем между материалами. Однако оно больше, чем при сравнении материалов с разным количеством аморфной фазы. Таким образом, даже небольшая разница в количестве аморфной фазы каучуков приводит к различию в структурах, что фиксируется данными расчета гистограмм.

Заключение

Разработан подход к оценке свойств наполненных техническим углеродом каучуков путем сопоставления микрофотографий материалов с известными и неизвестными свойствами. На структурах материалов, различающихся технологией и видом каучука, предложенный подход с использованием локальных бинарных шаблонов работает. В качестве признака для сравнительной оценки визуально слабо различающихся микрофотографий экспериментально подтверждены показатели вычисления пересечений и расстояния Бхаттачария.

Анализ экспериментально полученных гистограмм подтвердил, что числовые значения сравнительной оценки по предложенным метрикам совпадают с закономерностями, установленными экспериментально для выбранных объектов исследования.

Предложенный подход позволяет: а) оценивать изменение электропроводности путем сравнения микрофотографий известного материала с материалом, в котором предлагается определенное изменение (рецептурное или технологическое); б) сравнивать материалы как существенно различающиеся по величине ρ_v и его разбросу в серии, так и слабо различающиеся по этим показателям. Такая оценка характеристик по микрофотографиям структуры позволяет снизить трудоемкость поиска рецептурных и технологических приемов конструирования материалов с заданными свойствами.

3. Szadkowski B., Marzec A., Zaborski M. Effect of different carbon fillers on the properties of nitrile rubber composites // Composite Interfaces. – 2019. – V. 26. – № 8. – P. 729–750.
4. Эластомеры и полимерные композиции для нефтепромыслового оборудования. Проблемы и возможности / И.С. Пятов, С.В. Тихонова, А.И. Салимон, Л.В. Воробьева, В.В. Лунев, Л.Э. Фомичева // ООО «РЕАМ-РТИ». URL: <https://ream-rti.ru/upload/iblock/ae0/ae0e77ad7e2cdbe88098556f439ac345.pdf> (дата обращения 15.02.2022).

5. Гуль В.Е., Шенфиль Л.З. Электропроводящие полимерные композиты. – М.: Химия, 1984. – 226 с.
6. Thermal/electrical properties and texture of carbon black PC polymer composites near the electrical percolation threshold / V. Brunella, B. Rossatto, C. Mastropasqua, F. Cesano // Journal of Composites Science. – 2021. – V. 5. – № 8. – P. 212–220.
7. He X., Wang Y. Recent advances in the rational design of thermal conductive polymer composites // Industrial & Engineering Chemistry Research. – 2021. – V. 60. – № 3. – P. 1137–1154.
8. Энциклопедия полимеров. В 3 т. Т. 1 / под ред. В.А. Каргина. – М.: Сов. энциклопедия, 1972. – 1196 с.
9. Каучук аморфный характер // Справочник химика 21. Химия и химическая технология. URL: <https://www.chem21.info/info/312232/> (дата обращения 15.02.2022).
10. Минакова Н.Н., Сквирская И.И., Ушаков В.Я. Исследование природы нестабильности основных характеристик крупногабаритных полимерных резисторов // Электричество. – 2001. – № 3. – С. 38–42.
11. Минакова Н.Н., Карпов С.А., Ушаков В.Я. Текстурированный анализ дисперсной структуры композиционных эластомеров с модифицированным углеродным наполнителем // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2002. – Т. 45. – № 2. – С. 80–83.
12. Абраменко С.А., Минакова Н.Н., Ушаков В.Я. Исследование свойств полиэтилена с наноразмерными наполнителями специальной обработкой изображений макроструктуры // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2008. – Т. 51. – № 7. – С. 39–42.
13. Власов А.И., Елсуков К.А., Косолапов И.А. Электронная микроскопия. – М.: МГТУ, 2011. – 166 с.
14. Гоулдстейн Дж., Яковица Х. Практическая растровая электронная микроскопия. – М.: Изд-во «Мир», 1978. – 656 с.
15. Криштал М.М., Яеников И.С., Полуниин В.И. Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ в примерах практического применения – М.: Техносфера, 2009. – 208 с.
16. Comparison of Histogram Based Image Enhancement Methods on Iris Images / R.K. Hapsari, M.I. Utoyo, R. Rulaningtyas, H. Suprajitno // Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2020. – V. 1569. – № 2. – P. 022002. URL: <https://ui.adsabs.harvard.edu/abs/2020JPhCS1569b2002H/abstract> (дата обращения 15.02.2022).
17. Rasras R.J., Zahran B., Sara M.R. A developing digital signal clustering method using local binary pattern histogram // International Journal of Electrical and Computer Engineering. – 2021. – V. 11. – № 1. – P. 872–876.
18. Maenpaa T. The local binary pattern approach to texture analysis – extensions and applications. – Oulu, Oulu University Press, 2003. – 80 p.
19. Гонсалес Р., Вудс Р. Цифровая обработка изображений. – М.: Техносфера, 2005. – 1072 с.
20. Alpaslan N., Hanbay K. Multi-resolution intrinsic texture geometry-based local binary pattern for texture classification // IEEE Access. – 2020. – V. 8. – P. 54415–54430. URL: <http://saucis.sakarya.edu.tr/en/pub/issue/54022/709186> (дата обращения 15.02.2022).
21. Shan C., Gong S. Facial expression based on local binary patterns: a comprehensive study // Image and Vision Computing. – 2009. – № 27 (6). – P. 803–816.
22. Xu M., Varshney P.K. Tighter performance bounds on image registration // Proc. IEEE Int. Conference on Acoustics Speech and Signal Processing (ICASSP 2006). – 2006. – P. 777–780.
23. Histogram Comparison // OpenCV. URL: https://docs.opencv.org/3.4/d8/dc8/tutorial_histogram_comparison.html (дата обращения 15.02.2022).

Поступила 04.06.2022 г.

Информация об авторах

Минакова Н.Н., доктор физико-математических наук, профессор, кафедра информационной безопасности Алтайского государственного университета.

Ушаков В.Я., заслуженный деятель науки и техники РФ, доктор технических наук, профессор Инженерной школы энергетики Национального исследовательского Томского политехнического университета.

UDC 620.9:538.9

APPLICATION OF THE METHOD OF LOCAL BINARY TEMPLATES FOR A COMPARATIVE EVALUATION OF THE RELATIONSHIP BETWEEN THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF CARBON BLACK-FILLED ELASTOMERS

Natalya N. Minakova¹,
minakova@asu.ru

Vasily Ya. Ushakov²,
vyush@tpu.ru

¹ Altai State University,
61, Lenin avenue, Barnaul, 656049, Russia.

² National Research Tomsk Polytechnic University,
30, Lenin avenue, Tomsk, 634050, Russia.

The relevance of the work is caused by the fact that a wide range of composite materials are used in the creation of oilfield equipment. Due to the ability to control properties over a wide range, carbon black-filled elastomers can provide the required mechanical and electrical characteristics. Depending on the amount of carbon black, both resistive and electrical insulating properties of structures can be provided. They are distinguished by low weight, corrosion resistance, low cost and availability of raw materials, industrial manufacturing technology. However, the heterogeneous structure, which forms a variety of properties, creates problems in selecting the composition of the material that meets specific requirements. The selection of components empirically leads to significant costs of time, financial and other resources. In this regard, it is necessary to develop and implement approaches to the study of the «structure–properties» patterns, which allow the most effective assessment of the properties of composite materials.

Purpose: to evaluate the possibility of controlling the effect on the characteristics of carbon black-filled rubbers by the proposed recipe or technological solutions using tools that do not require high material costs. It was of interest to find a labor-intensive approach to assessing the structure–property patterns of carbon black-filled rubbers, which affect the value of volumetric electrical resistance, by comparing the characteristics of two materials. To do this, it is proposed to develop a method for evaluating the properties of carbon black-filled rubbers, adapted to microphotographs of the surface of the material obtained by a scanning electron microscope. The method is based on the use of the local binary templates for comparing image histograms.

Methods: scanning microscopy, X-ray diffraction analysis, instrumental measurements of the electrophysical characteristics of resistive polymer composite materials, correlation analysis.

Results. It is shown that micrographs of the surface of materials obtained using a scanning electron microscope can be used for a comparative assessment of the change in the volume electrical resistance of materials and its spread during mass production by comparing materials with known characteristics. Methods for comparing histograms that give correct results are defined: intersection calculation, Bhattacharya distance. The expediency of applying the proposed approach to assess the contribution of technology and type of rubber has been experimentally confirmed. The relationship between the evaluation results and the amount of the amorphous phase in the material is shown. It is concluded that the use of the proposed comparative assessment makes it possible to simplify the manufacture of a material that meets the requirements of a particular application.

Key words:

Carbon black-filled elastomers, material structure, volumetric electrical resistance, electrical conductivity, coefficient of variation, resource saving, local binary template method, image brightness histogram, intersection method, Bhattacharya distance.

REFERENCES

- Quijada C. Conductive polymers: materials and applications. *Materials*, 2020, vol. 13, no. 10, pp. 2344. Available at: <https://www.mdpi.com/1996-1944/13/10/2344/htm> (accessed 15 February 2022).
- Minakova N.N., Ushakov V.Ya. Polymers with carbon fillers for powerful resistors. *Bulletin of the Tomsk Polytechnic University. Geo Assets Engineering*, 2018, vol. 329, no. 2, pp. 74–80. In Rus.
- Szadkowski B., Marzec A., Zaborski M. Effect of different carbon fillers on the properties of nitrile rubber composites. *Composite Interfaces*, 2019, vol. 26, no. 8, pp. 729–750.
- Pyatov I.S., Tikhonova S.V., Salimon A.I., Vorobyeva L.V., Lunev V.V., Fomicheva L.E. *Elastomery i polimernye kompozitsii dlya neftepromyslovogo oborudovaniya. Problem i vozmozhnosti* [Elastomers and polymeric compositions for oil-field equipment. Problems and possibilities]. OOO «REAM-RTI». Available at: <https://ream-rti.ru/upload/iblock/ae0/ae0e77ad7e2cdbe88098556f439ac345.pdf> (accessed 15 February 2022).
- Gul V.E., Shenfil L.Z. *Elektricheskaya provodimost polimernykh kompozitov* [Electrically conductivity of polymer compositions]. Moscow, Khimiya Publ., 1984. 226 p.
- Brunella V., Rossatto B., Mastropasqua C., Cesano F. Thermal/electrical properties and texture of carbon black PC polymer composites near the electrical percolation threshold. *Journal of Composites Science*, 2021, vol. 5, no. 8, pp. 212–220.
- He X., Wang Y. Recent advances in the rational design of thermal conductive polymer composites. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2021, vol. 60, no. 3, pp. 1137–1154.
- Entsiklopediya polymerov* [Encyclopedia of polymers]. In 3 vol. Ed. by V.A. Kargina. Moscow, Sovetskaya entsiklopediya Publ., 1972. Vol. 1, 1196 p.
- Kauchuk amorfny kharakter [Rubber of amorphous character]. *Spravochnik khimika 21. Khimiya i khimicheskaya tekhnologiya* [Reference book of the chemist 21. Chemistry and chemical technology]. Available at: <https://www.chem21.info/info/312232/> (accessed 15 February 2022).
- Minakova N.N., Skvirskaya I.I., Ushakov V.Ya. Investigation of the instability nature of main characteristics or large size polymer resistors. *Elektrichestvo*, 2001, no. 3, pp. 38–42. In Rus.
- Minakova N.N., Karpov S.A., Ushakov V.Ya. Texture analysis of the disperse structure of composite elastomers with a modified carbon filler. *Russian Physics Journal*, 2002, vol. 45, no. 2, pp. 185–189.

12. Abramenko E.A., Minakova N.N., Ushakov V.Ya. Investigation of the properties of polyethylene with nanodimensional fillers by special processing of macrostructure images. *Russian Physics Journal*, 2008, vol. 51, no. 7, pp. 701–705.
13. Vlasov A.I., Elsukov K.A., Kosolapov I.A. *Elektronnaya mikroskopiya* [Electronic microscopy]. Moscow, MGTU Publ., 2011. 166 p.
14. Gouldstein J., Yakovitsa H. *Prakticheskaya elektronnaya mikroskopiya* [Practical raster electronic microscopy]. Moscow, Mir Publ., 1978. 656 p.
15. Krishtal M.M., Yasnikov I.S., Polunin V.I. *Scaniruyushchaya elektronnaya mikroskopiya i rentgenostrukturny mikroanaliz v primerakh prakticheskogo primeneniya* [Scanning electron microscopy and X-ray spectral microanalysis in examples of practical application]. Moscow, Tekhnosfera Publ., 2009. 208 p.
16. Hapsari R.K., Utoyo M.I., Rulaningtyas R., Suprajitno H. Comparison of histogram based image enhancement methods on iris images. *Journal of Physics: Conference Series. IOP Publishing*, 2020, vol. 1569, no. 2, pp. 022002. Available at: <https://ui.adsabs.harvard.edu/abs/2020JPhCS1569b2002H/abstract> (accessed 15 February 2022).
17. Rasras R.J., Zahran B., Sara M.R. A developing digital signal clustering method using local binary pattern histogram. *International Journal of Electrical and Computer Engineering*, 2021, vol. 11, no. 1, pp. 872–876.
18. Maenpaa T. *The local binary pattern approach to texture analysis – extensions and applications*. Oulu, Oulu University Press, 2003. 80 p.
19. Gonzalez R., Woods R. *Tsifrovaya obrabotka izobrazheniy* [Digital image processing]. Moscow, Tekhnosfera Publ., 2005. 1072 p.
20. Alpaslan N., Hanbay K. Multi-resolution intrinsic texture geometry-based local binary pattern for texture classification. *IEEE Access*, 2020, vol. 8, pp. 54415–54430. Available at: <http://saucis.sakarya.edu.tr/en/pub/issue/54022/709186> (accessed 15 February 2022).
21. Shan C., Gong S. Facial expression based on local binary patterns: a comprehensive study. *Image and Vision Computing*, 2009, vol. 27, no. 6, pp. 803–816.
22. Xu M., Varshney P.K. Tighter performance bounds on image registration. *Proc. IEEE Int. Conference on Acoustics Speech and Signal Processing (ICASSP 2006)*. 2006, pp. 777–780.
23. Histogram Comparison. *OpenCV*. Available at: https://docs.opencv.org/3.4/d8/dc8/tutorial_histogram_comparison.html (accessed 15 February 2022).

Received: 4 June 2022.

Information about the authors

Natalya N. Minakova, Dr. Sc., professor, Altai State University, 61, Lenin avenue, Barnaul, 656049, Russia.

Vasily Ya. Ushakov, Honored Scientist and Engineer of the RF, Dr. Sc., professor, National Research Tomsk Polytechnic University, 30, Lenin avenue, Tomsk, 634050, Russia.