УДК 620.179.162

СТРУКТУРОСКОПИЯ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ АНАЛИЗА МГНОВЕННОГО СПЕКТРА УЛЬТРАЗВУКОВЫХ СИГНАЛОВ

© 2019 г. В.К. Качанов^{1,*}, И.В. Соколов¹, В.В. Первушин², Д.В. Тимофеев¹

¹Национальный исследовательский университет «МЭИ», Россия 111250 Москва, ул. Красноказарменная, 14 ²ΦГУП «ФЦДТ «Союз», Россия 140090 Дзержинский Московская область, ул. Академика Жукова, 42 E-mail: *kachanovvk@mail.ru

> Поступила в редакцию 18.12.2018; после доработки 23.03.2019 Принята к публикации 05.04.2019

Показано, что с помощью анализа мгновенного спектра ультразвукового сигнала, прошедшего в теневом режиме через исследуемое изделие, возможно установить степень различия структуры изделий из полимерных мелкодисперсных материалов с различным содержанием одной из компонент полимера, что не удается сделать с помощью традиционных методов ультразвуковой структуроскопии, основанных на анализе степени затухания и измерении скорости ультразвука в материале.

Ключевые слова: ультразвуковая структуроскопия, полимерные материалы, мгновенный спектр.

DOI: 10.1134/S0130308219060010

введение

При разработке изделий из полимерных материалов, используемых в ракетной технике, необходимо осуществлять оперативный контроль за смесевым соотношением компонентов материала как с целью поиска оптимального состава многокомпонентного полимера [1], так и с целью мониторинга состояния структуры полимера при изменении технологии изготовления изделия. Очевидно, что в этом случае мониторинг состояния структуры необходимо проводить с помощью неразрушающих методов, среди которых наиболее подходящими являются ультразвуковые (УЗ) методы структуроскопии.

Как правило, УЗ методы определения физико-механических характеристик материалов основаны на измерении скорости продольных и поперечных УЗ колебаний (УЗК) и на определении коэффициента затухания прошедших через изделия УЗ сигналов [2, 3]. Эти акустические методы позволяют получить косвенную информацию о состоянии структуры по той причине, что даже незначительные изменения параметров структуры исследуемого материала приводят к изменению интегральных акустических свойств материала: скорости УЗК и величины частотно-зависимого показателя затухания $\delta(f)$.

Как известно, затухание УЗК вызвано процессами рассеяния и поглощения. Прошедший через изделие протяженностью x УЗ сигнал $U_{_{\rm H3T}}$ ослабляется и на выходе имеет амплитуду $U_{_{\rm ID}}$

$$U_{\rm np} = U_{\rm H31} e^{-\delta(f)x},\tag{1}$$

где $\delta(f)$ — частотно-зависимый коэффициент затухания УЗ волны, который состоит из коэффициентов поглощения δ_n и рассеивания δ_n : $\delta = \delta_n + \delta_n$.

Проблемам исслёдования механизмов поглощения УЗ колебаний в полимерах посвящено большое число работ [4—6], из которых видно, что на величину затухания существенное влияние оказывают добавки, которые меняют не только химические свойства полимера, но и влияют на физико-механический состав материала, что приводит к образованию распределенных случайным образом неоднородностей материала. Показано, что с увеличением числа и размера неоднородностей структуры полимера возрастает затухание УЗ колебаний, а оптимальным методом измерения затухания УЗК является способ спектрального анализа, при котором об изменениях в структуре полимера судят по изменению формы амплитудной характеристики частотного спектра прошедшего через изделие сигнала.

В [2, 3, 7, 8] приведены значения акустических характеристик (коэффициент затухания $\delta(f)$, продольная (C_l) и поперечная (C_l) скорости УЗ колебаний) для многочисленных полимеров (пластиков, резины), поясняющие тесную связь между акустическими характеристиками полимеров и состоянием смесевого состава полимеров. Показано, что УЗ методы анализа структуры явля-

ются ценным инструментом для получения информации о структуре и характеристиках многокомпонентных полимеров, а измерение акустических характеристик полимеров в процессе их изготовления позволяет осуществлять мониторинг структурных изменений в изделиях. Вместе с тем некоторые смесевые полимерные материалы имеют свои особенности, из-за которых достаточно сложно определить наличие неоднородностей структуры с помощью существующих методов измерения затухания и скорости УЗК [3]. Действительно, с их помощью не всегда удается зафиксировать относительно небольшие изменения в структуре мелкодисперсных полимерных материалов [3—6]. Именно по этой причине в настоящей работе была поставлена задача создания нового высокоточного метода определения акустических параметров, позволяющего осуществлять мониторинг изменения структуры смесевых полимеров в процессе их синтеза или эксплуатации.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ТРАДИЦИОННЫХ МЕТОДОВ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ СТРУКТУРОСКОПИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТЕПЕНИ РАЗЛИЧИЯ СТРУКТУРЫ СМЕСЕВЫХ ПОЛИМЕРОВ

На рис. 1 показаны три цилиндрических образца (№ 337, 338, 339) диаметром 90 мм и высотой 55 мм, выполненных из полимерного материала с различным содержанием мелкодисперсного компонента-наполнителя. На первом этапе исследований была предпринята попытка определить различие в структуре мелкодисперсных материалов с помощью известных методов УЗ структуроскопии, основанных на определении коэффициента затухания УЗ сигналов и анализе измеренной скорости УЗК.



Рис.1. Исследуемые образцы из смесевого полимерного материала.

Перед измерениями исследуемых образцов было проведено предварительное тестирование электроакустического тракта (ЭАТ), состоящего из изделия из оргстекла толщиной 170 мм, а также излучающего и приемного широкополосных пьезоэлектрических преобразователей (ПЭП) продольных волн, работающих в теневом режиме (рис. 2*a*). Зондирующим сигналом служил короткий импульс длительностью 1 мкс.





Рис. 2. Комплект УЗ широкополосных ПЭП: а — продольных волн; б — поперечных.

На рис. За показана осциллограмма сигнала на выходе ЭАТ, по виду которой можно сказать, что сигнал после прохождения через электроакустический тракт искажен минимально. Так как затухание УЗ сигнала в образце из оргстекла незначительно, то можно полагать, что вид АЧХ ЭАТ (рис. 36) в основном определяется амплитудно-частотными свойствами излучающего и приемного мозаичных пьезопреобразователей, работающих в диапазоне $\Delta F \approx 150-700$ кГц. Знание АЧХ излучающего и приемного преобразователей необходимо для проведения экспериментов на следующем этапе исследований при определении АЧХ испытуемых образцов из полимерных материалов.



Рис. 3. Временные (а) и частотные (б) характеристики ЭАТ в тестовом режиме.

На втором этапе в теневом режиме определялась скорость УЗК по времени задержки сигнала, прошедшего через образцы из мелкодисперсного полимерного материала. Затухание УЗ сигнала определялось по его амплитудно-частотной характеристике.

На рис. 4 показаны осциллограммы (*a*) и амплитудно-частотные спектры (δ) прошедших через изделия УЗ сигналов волны продольного типа. Их сравнительный анализ говорит о том, что время задержки эхосигналов во всех образцах одинаково и равно $T_3 = 60,6$ мкс, что позволило установить значение продольной скорости УЗК $C_1 = 1490$ м/с. Амплитудные спектры прошедших через изделия сигналов (рис. 4δ) различаются незначительно и выявить какие-либо особенности материалов с их помощью не представляется невозможным. Тем самым с помощью традиционного временно́го и частотного представлений прошедших через полимерные изделия УЗ сигналов продольного типа волны можно лишь констатировать, что для всех образцов характерно сильное частотно-зависимое затухание УЗК на частотах выше 400 кГц.

Вместе с тем известно, что механизм распространения акустических колебаний и взаимодействия их с фрагментами структуры анализируемого материала различен для акустических волн с поперечной и продольной поляризациями. Поэтому с помощью УЗ широкополосных преобразователей поперечных волн, предназначенных для работы в диапазоне частот от 120 до 500 кГц (см. рис. 26), были проведены измерения скорости распространения поперечных УЗК в исследуемых полимерных образцах, которые оказались по значениям различными: $C_{t,337} = 846$, $C_{t,338} = 900$, $C_{t,339} = 987$ м/с. Это говорит о том, что в данных полимерных материалах существуют потенциально измеряемые акустические характеристики, которые позволяют фиксировать различия в свойствах материалов исследуемых образцов. Однако и при использовании поперечных волн не удалось установить существенные различия в спектре сигналов, прошедших через полимерные материалы.



Рис. 4. Сравнительные характеристики УЗ сигналов продольных волн, прошедших в теневом режиме через исследуемые изделия:

a — осциллограммы; δ — амплитудные спектры сигналов.

МЕТОД УЛЬТРАЗВУКОВОЙ СТРУКТУРОСКОПИИ, ОСНОВАННЫЙ НА АНАЛИЗЕ МГНОВЕННОГО СПЕКТРА ПРОШЕДШЕГО ЧЕРЕЗ ИЗДЕЛИЕ СИГНАЛА

Тот факт, что традиционные методы УЗ спектроскопии [2—5] не позволили получить более подробную информацию о структуре материала, объясняется тем, что амплитудно-частотные характеристики сигналов, получаемые в результате преобразования Фурье (см. рис. 46), отображают интегральные сведения о спектре исследуемого сигнала и не дают представления о локальных свойствах сигнала при изменениях его спектрального состава на протяжении длительности импульса. По этой причине для более детального анализа акустических свойств изделий из полимерных материалов мы применили математический аппарат анализа мгновенного спектра УЗ сигнала, прошедшего через контролируемое изделие [9, 10].

Мгновенный спектр определяется по регистрируемой временной реализации сигнала: временной интервал длительности сигнала разбивается на ряд временных отрезков — временных окон. В пределах длительности каждого из временных окон для соответствующего фрагмента сигнала вычисляется фрагментарное преобразование Фурье. Если тот или иной оконный временной фрагмент исследуемого сигнала содержит определенный для этого окна набор частотных гармоник, то они будут отражены на соответствующем временном отрезке в мгновенном спектре $S(\omega, \tau)$ исследуемого сигнала U(t). Таким образом реализуется частотно-временное представление сигнала, которое позволяет детально исследовать одновременно и частотные, и временные особенности анализируемого сигнала, а также связанные с ними характеристики структуры исследуемого материала.

Оконное преобразование Фурье выполняется с использованием выражения

$$S(\omega,\tau) = \int_{-\infty}^{\infty} U(t) \cdot w(t-\tau) \cdot \exp(-j\omega t) dt.$$
⁽²⁾

Здесь, в отличие от фурье-преобразования, временная функция сигнала $U(\tau)$ умножается на оконную функцию $w(t - \tau)$, в которой τ задает сдвиг окна по оси времени. Оконная функция $w(t - \tau)$ должна иметь собственный хорошо локализованный амплитудный спектр. Искажения, вносимые применением окон, определяются временной длительностью окна и его формой. При построении мгновенных спектров мы использовали окно Гаусса [9, 10].

Для примера на рис. 5 показан мгновенный спектр широкополосного ЛЧМ-радиоимпульса длительностью $T_{_{ЛЧМ}}$ и с девиацией частоты $\Delta F = F_{_{max}} - F_{_{min}}$. Вдоль оси абсцисс изменяется временной параметр мгновенного спектра ЛЧМ-сигнала т, вдоль оси ординат — частота ω , а цветом кодируется амплитуда гармоник мгновенного спектра $S(\omega, \tau)$. Форма мгновенного спектра показывает, что на протяжении временного интервала, равного длительности $T_{_{ЛЧМ}}$ ЛЧМ-сигнала, мгновенное значение несущей частоты линейно изменяется от $F_{_{min}}$ до $F_{_{max}}$, а постоянство цветовой окраски говорит о неизменности амплитуды гармоник мгновенного спектра ЛЧМ-сигнала.



Рис. 5. Мгновенный спектр ЛЧМ-импульса.

Совсем иной вид имеет мгновенный спектр (рис. 6) прошедшего через тестовый образец из оргстекла толщиной 170 мм короткого тестового эхосигнала (см. рис. 3*a*). Форма мгновенного спектра тестового сигнала говорит о том, что в момент $t \approx 75$ мкс мы наблюдаем мощный, короткий, а значит, и широкополосный «спектральный комплекс 1», за которым следуют короткие узкополосные спектральные комплексы, которые, очевидно, отражают незначительное затухание УЗ сигнала в оргстекле.



Рис. 6. Мгновенный спектр тестового сигнала, прошедшего через оргстекло толщиной 170 мм.

Ниже приведены результаты экспериментов, которые иллюстрируют широкие возможности оконного преобразования Фурье для УЗ структуроскопии полимерных материалов. На рис. 7 показаны мгновенные спектры УЗ сигналов продольных волн, зарегистрированных на трех исследуемых образцах. Сравнительный анализ мгновенных спектров прошедших через изделия сигналов позволяет сделать вывод о неоднородности полимеров, а также о том, что затухание УЗК в образ-



Рис. 7. Сравнительный анализ мгновенных спектров сигналов, прошедших через три образца из многокомпонентного полимерного материала.

цах увеличивается с ростом номера образца. Это видно по изменению спектрального комплекса 1, соответствующего импульсу с максимальной амплитудой на временных диаграммах: его амплитуда максимальна для образца № 337 (ее значение достигает $F \approx 500$ кГц) и снижается для образцов № 338 (до $F \approx 450$ кГц) и № 339 (до $F \approx 400$ кГц).

Кроме того, на мгновенных спектрах сигналов, полученных на образцах из мелкодисперсного полимера, явно присутствуют (в отличие от мгновенного спектра сигнала, зарегистрированного на образце из оргстекла) несколько частотно-временных отметок (спектральных комплексов 2—8), которые характеризуются последовательно уменьшающейся шириной спектра. Существование

самих спектральных комплексов можно связать с наличием неоднородностей структуры, а различия в форме, ширине спектра и в числе спектральных комплексов на картинах мгновенных спектров для разных образцов говорят о потенциальной чувствительности метода, позволяющего зафиксировать даже незначительные изменения структуры в материале.

Если соединить плавной пунктирной линией точки спектральных комплексов, соответствующие значению максимальной частоты их мгновенных спектров, то по форме этой кривой можно сделать вывод о ее экспоненциальном характере, а значит, и об экспоненциальном характере зависимости затухания УЗ колебаний от времени задержки эхосигналов. Показатель экспоненты позволяет определить значение декремента затухания, уже основываясь на значении которого можно дать количественную оценку изменениям физико-механических характеристик структуры данного изделия, выполненного из полимерного материала.

Таким образом, анализ формы мгновенного спектра сигнала, прошедшего через исследуемое сложноструктурное полимерное изделие, позволяет получить дополнительную информацию о характере структуры мелкодисперсного материала, в то время как применение традиционных методов УЗ структуроскопии, основанных на анализе амлитудно-частотных характеристик прошедших через изделие сигналов, не позволяет достоверно обнаружить разницу в акустических характеристиках исследуемых материалов [6].

В заключение следует отметить, что реализация предлагаемых методов УЗ структуроскопии, основанных на использовании анализа мгновенного спектра прошедшего через многокомпонентное полимерное изделие УЗ широкополосного сигнала, оказалась возможной благодаря использованию разработанного в МЭИ многофункционального адаптивного измерительного комплекса [11], в котором программным путем задаются любые простые и сложномодулированные сигналы, обеспечиваются многочисленные радиотехнические обработки сигналов, осуществляется адаптация используемых сигналов и методов их обработки под характеристики контролируемых изделий.

выводы

Традиционные средства УЗ структуроскопии, основанные как на измерении скорости распространения УЗ волны, так и на анализе величины затухания ультразвука, измеренной по АЧХ изделия, не обладают необходимой чувствительностью к обнаружению изменения акустических характеристиках исследуемых материалов, то есть не дают полной и достоверной количественной оценки состояния структуры полимерных материалов. Предложенный новый подход, основанный на анализе параметров мгновенного спектра УЗ сигналов, прошедших через изделия, позволил определить степень единообразия структуры изделий, выявить наличие ограниченного числа неоднородностей структуры, предложить алгоритм количественной оценки затухания ультразвука в полимерных мелкодисперсных материалах.

Статья подготовлена в рамках выполнения Государственного задания 9.7168.2017/6.7 образовательным организациям высшего образования, подведомственным Минобрнауки России, в сфере научной деятельности на выполнение работы «Организация проведения научных исследований».

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Sun Z., Tatibouët J., Jen C.-K., Liang H.L. and Su C.-Y. In-line ultrasonic monitoring of polymer blending in a twin-screw extruder // https://www.ndt.net/article/wcndt2004/pdf/in-process_ndt-nde/726_liang.pdf

2. Ермолов И.Н., Ланге Ю.В. Неразрушающий контроль / Справочник. В 7 т. Под общ. ред. В.В. Клюева. Т. 3. Ультразвуковой контроль. М.: Машиностроение, 2004. 864 с.

3. Pylaev A.E., Kostikova E.A., Yurkov A.L., Kalugin D.I., Malakhov A.P., Avdeev V.V., Lepin V.N., Oktyabr'skaya L.V., Minchuk S.V. Velocity and Attenuation of Acoustic Waves in Polymers and Polymer Composites // Polymer Science, Series D. 2018. V. 11. No. 3. P. 272—276. DOI: 10.1134/S1995421218030152.

4. *Zhang Yi.* Measuring Acoustic Attenuation of Polymer Materials Using Drop Ball Test // Embry-Riddle Aeronautical University Daytona Beach. Florida. April 2013. Dissertations and Theses. https://commons.erau.edu/edt/151.

5. *Fitting D.W. and Adler L.* Ultrasonic Spectral Analysis for Nondestructive Evaluation. Plenum. New York. 1981.

6. *Truell R., Elbaum Ch.* and *Chik B.* Ultrasonic Methods in the Solid State Physics. Academic. New York. 1969.

7. Mott Peter H., Roland C. Michael, Corsaro Robert D. Acoustic and dynamic mechanical properties of a polyurethane rubber // Acoust. Soc. Am. V. 111. No. 4. 2002. P. 1782-1790. DOI: 10.1121/1.1459465. 8. Onda Corporation (2003). Acoustic Properties of Plastics, Sunnyvale, CA.

9. Качанов В.К., Карташев В.Г., Соколов И.В., Шалимова Е.В. Методы обработки сигналов в

ультразвуковой дефектоскопии. М.: Издательский дом МЭИ, 2010. 220 с. ISBN 978-5-383-00521-7. 10. Kachanov V.K., Sokolov I.V., Lebedev S.V., Pervushin V.V. Radiotechnical Signal Processing Techniques for Polymer Materials Structure Analysis / Defect and Diffusion Forum. 2017. Trans Tech Publications, Switzerland. V. 381. P. 59-63. DOI:10.4028/www.scientific.net/DDF.381.59.

11. Качанов В.К., Карташев В.Г., Соколов И.В., Концов Р.В., Федоров М.Б. Ультразвуковая адаптивная многофункциональная дефектоскопия. М.: Издательский дом МЭИ, 2015. 175с. ISBN 978-5-383-00668-0.