

УЛЬТРАЗВУКОВОЙ КОНТРОЛЬ АДГЕЗИИ СПЕЦИАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ

© 2023 г. В.А. Быченко^{1,4,*}, С.А. Хижняк^{2,**}, А.А. Сорокин^{3,***}, А.Г. Симоненко³,
И.В. Беркутов^{1,4}, И.Е. Алифанова^{1,4}, А.М. Шмаков⁴, Е.И. Дьячковский⁴

¹Учреждение науки ИКЦ СЭКТ, Россия 197343 Санкт-Петербург, ул. Матроса Железняка, 57

²ПАО «ОАК», Россия 125284 Москва, ул. Поликарпова, 23Б

³ОКБ им. А. Люльки, Россия 129301 Москва, ул. Касаткина, 13

⁴Университет ИТМО, Россия 197101 Санкт-Петербург, Кронверкский пр-т, 49

E-mail: *bychenok-vladimir@mail.ru; **elk@sukhoi.org; ***andrey.sorokin@okb.umpo.ru

Поступила в редакцию 17.04.2023; после доработки 22.06.2023

Принята к публикации 30.06.2023

Контроль качества покрытий является актуальной задачей. Интерес вызывает не только обнаружение дефекта в покрытии в виде отслоения от подложки или расслоения между слоями многослойного покрытия, но и обнаружение места вероятного образования дефекта в виде участка с пониженной адгезией. Целью настоящей работы является обоснование возможности применения метода отраженного излучения (эхометода) акустического вида неразрушающего контроля с оптико-акустической генерацией акустических колебаний для оценки адгезии между слоями покрытия и между покрытием и подложкой. Задачей настоящей работы является установление корреляционной связи между акустическими характеристиками покрытий и прочности при отрыве покрытий. Актуальность работы подчеркивается отсутствием на сегодняшний день методов и средств неразрушающего контроля адгезии покрытий с доказанной эффективностью и достоверностью. Для достижения поставленной цели были разработаны и изготовлены образцы покрытия с заложенными искусственными дефектами. Была установлена корреляция между акустическими характеристиками покрытия и прочностью при отрыве покрытия, подтвержденная в результате механических испытаний, что подчеркивает научную новизну проводимых исследований.

Ключевые слова: лазерно-ультразвуковой контроль, контроль адгезии, эхометод, оптико-акустическая генерация, неразрушающий контроль, покрытия.

DOI: 10.31857/S0130308223080018, **EDN:** DYGDZP

ВВЕДЕНИЕ

Специальные покрытия (СП) представляют собой многослойные покрытия из композиционного материала, наполненного функциональными частицами различных составов и морфологии [1—4].

При нанесении СП на поверхность изделий в результате длительной эксплуатации, хранения, температурного, механического, радиационного и светового воздействий физико-механические свойства СП могут деградировать, также возможно образование дефектов следующих типов:

- отклонение толщины СП или отдельного слоя многослойного СП от требуемого;
- расслоение или снижение адгезии между СП и подложкой;
- расслоение или снижение адгезии между слоями СП [5—8].

Образовавшиеся дефекты СП в процессе эксплуатации могут развиваться и привести к разрушению СП. Таким образом, неразрушающий контроль качества СП является важным и ответственным этапом при их изготовлении и эксплуатации.

Для обнаружения расслоений между СП и подложкой и между слоями СП используются акустический [9—11], тепловой [12, 13], электромагнитный [14] и другие виды контроля. Данные виды контроля эффективны в тех случаях, когда дефект характеризуется изменением плотности, электропроводности и других физико-механических свойств (инородные включения, расслоения, наличие вздутия, воздушного пузыря).

Однако к СП кроме отсутствия дефектов предъявляются также требования к прочности при отрыве, которая должна составлять не менее 2 МПа. В настоящий момент ведутся экспериментальные исследования по разработке методик и технологий контроля адгезии покрытий [20—22], но методики с подтвержденной эффективностью и достоверностью результатов оценки адгезии на сегодняшний момент отсутствуют, что подтверждает актуальность проводимых исследований.

Авторами настоящей статьи предложено использовать акустический вид неразрушающего контроля, ультразвуковой эхометод с оптико-акустической генерацией акустических колебаний, реализованный в лазерно-ультразвуковом дефектоскопе и оптико-акустическом преобразователе (ОАП) [23—25].

Преимущества ультразвукового эхометода контроля с оптико-акустической генерацией акустических колебаний заключаются в следующем: благодаря широкополосности и малой длительности (70—80 нс) термооптически возбуждаемых акустических импульсов достигается наибольшая точность измерения скорости ультразвука (относительная погрешность не более 1 %, повторяемость 1—2 м/с) [24—26].

Целью настоящих исследований является оценка применимости ультразвукового эхометода с оптико-акустической генерацией акустических колебаний для контроля адгезии между СП и подложкой и между слоями СП.

Задачей исследований является установление корреляционной зависимости между измеряемыми параметрами акустических характеристик покрытий и адгезией между слоями СП и между СП и подложкой, подтверждаемой в результате механических испытаний.

СРЕДСТВА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Для проведения экспериментальных исследований были разработаны и изготовлены образцы размером 50×50 мм с двуслойным СП на металлической подложке толщиной 3 мм (рис. 1а). СП1 и СП2 отличаются по физическим и акустическим свойствам. Покрытие СП2 также является многослойным и наносится на изделие послойно после полимеризации предыдущего слоя, что позволяет между слоями СП2 моделировать нарушение технологии изготовления, которое должно привести к снижению прочности на отрыв между слоями СП2.

Скорость продольных ультразвуковых волн в СП1 и СП2 составляет 970 и 850 м/с соответственно. Отношение полезный сигнал/шум в бездефектном образце — 36 дБ.

В образцах моделировались эксплуатационное воздействие и нарушение технологии изготовления следующими способами:

- температурное воздействие на образец (образец № 2);
- отсутствие подготовки поверхности подложки (образец № 3, рис. 1б);
- пониженное содержание отвердителя в заданных проходах СП2 (образцы № 4, 5, 6, рис. 1в);
- отсутствие отвердителя в заданных проходах СП2 (образец № 7, см. рис. 1в).

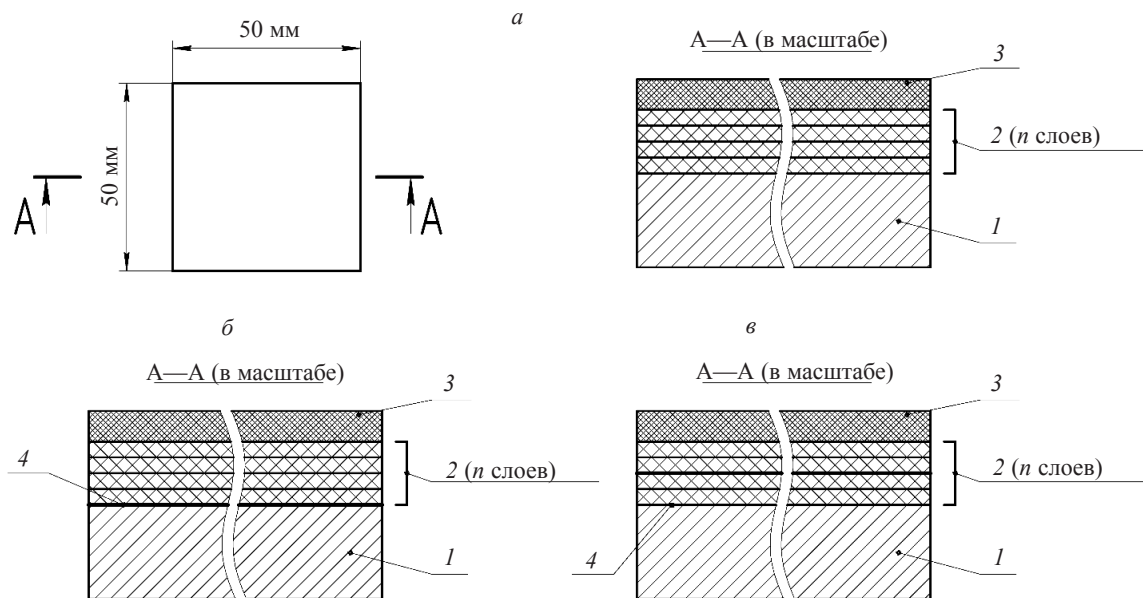


Рис. 1. Эскизы образцов: № 1 (бездефектного) и № 2 (а); № 3 (б); № 4—№ 7 (в).
1 — подложка из титанового сплава; 2 — слой СП2; 3 — слой СП1; 4 — расположение дефекта.

Для исследований акустических свойств образцов Учреждением науки ИКЦ СЭКТ [28] был разработан комплект средств ультразвукового контроля с оптико-акустической генерацией акустических

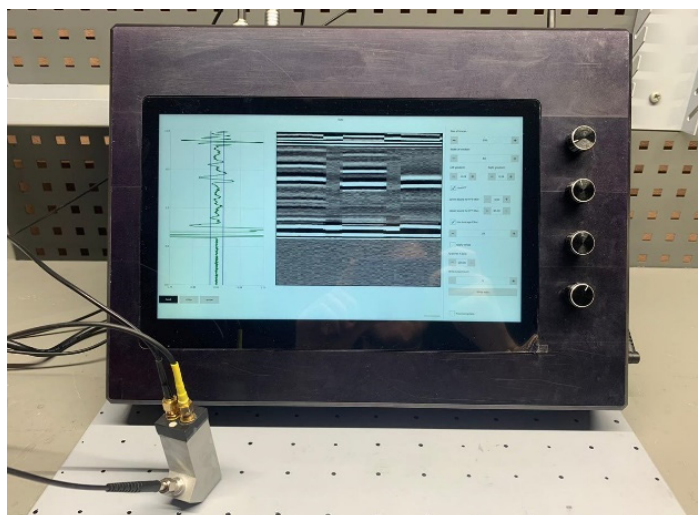


Рис. 2. Комплект средств ультразвукового контроля с оптико-акустической генерацией акустических колебаний.

колебаний: опытный образец лазерно-ультразвукового дефектоскопа и ОАП П111-ОГ (рис. 2). Принцип действия средств контроля заключается в следующем: наносекундный импульс лазера с диодной накачкой лазерно-ультразвукового дефектоскопа с помощью оптоволокна направляется на генератор ОАП, в котором возбуждается субмикросекундный акустический импульс, который направляется в исследуемый образец. Рассеянные и отраженные волны регистрируются широкополосным пьезоприемником ОАП с рабочей полосой частот от 0,2 до 12 МГц. Опытный образец лазерно-ультразвукового дефектоскопа предназначен для использования в производственных условиях, изготовлен в моноблочном исполнении и отличается от аналогов мобильностью. Обеспечивает измерение амплитуд эхосигналов с допускаемой абсолютной погрешностью ± 2 дБ, а также измерение временных интервалов с допускаемой абсолютной погрешностью ± 12 нс.

ОАП разработан для неразрушающего контроля тонких покрытий с малой скоростью распространения ультразвуковых волн (до 1000 м/с) и высокой степенью затухания ультразвуковых колебаний. С помощью комплекта средств ультразвукового контроля на образцах были записаны А- и В-сканы и измерены амплитуды и время прихода зарегистрированных эхосигналов.

Механические испытания проводились после исследований акустических характеристик СП.

При подготовке к механическим испытаниям к образцу с помощью клея на основе эпоксидных смол со стороны СП и со стороны подложки были приклеены цилиндрические захваты диаметром 35 мм. Соосность захватов и качество склейки обеспечивалось с помощью оснастки (рис. 3а). После приклейки захватов с помощью кольцевой фрезы подрезалось СП по кромке захвата (рис. 3б).

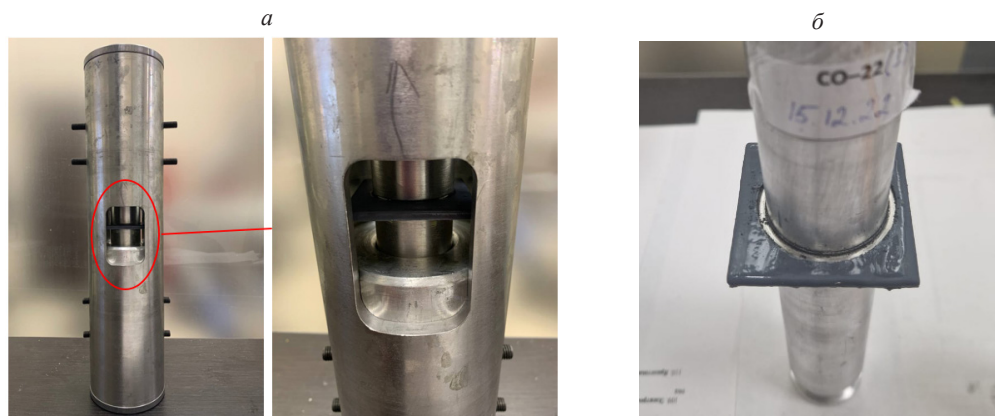


Рис. 3. Подготовка образца к проведению механических испытаний: приклеивание захватов с использованием оснастки (а); подрезка покрытия по кромке захвата (б).

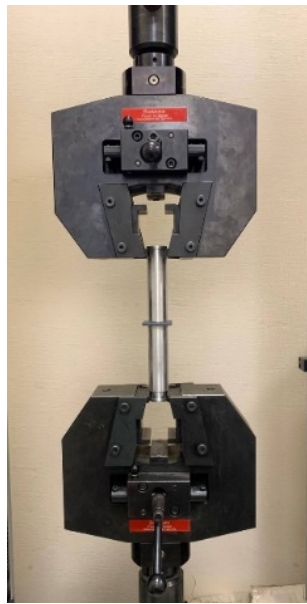


Рис. 4. Общий вид образца в зажимном устройстве разрывной машины.

Для проведения механических испытаний использовалась испытательная машина LFM150 (рис. 4). Растяжение образца осуществлялось со скоростью перемещения захватов 50 мм/мин до полного разрушения. При этом регистрировалась нагрузка (Н) и перемещение захватов в мм. В качестве характеристики адгезии между слоями СП и между СП и подложкой принимается прочность при отрыве [27].

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ, ПОЛУЧЕННЫЕ УЛЬТРАЗВУКОВЫМ МЕТОДОМ

При проведении исследований ультразвуковым методом с оптико-акустической генерацией акустических колебаний были получены А- и В-сканы, на которых различимы следующие типы сигналов (рис. 5а): 1 — зондирующий сигнал; 2 — эхосигнал от границы раздела между слоями СП1 и СП2; 3 — эхосигнал от границы раздела между СП2 и подложкой; 4 — донный сигнал от подложки; 5 — эхосигнал от дефекта или шумы.

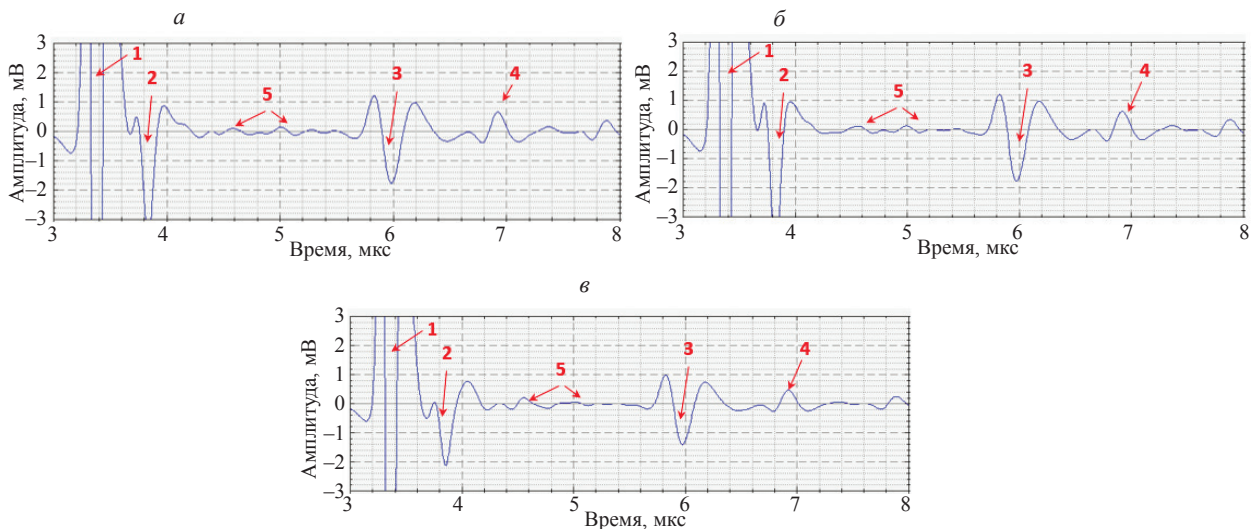


Рис. 5. А-сканы, полученные на: бездефектном образце № 1 (а); на образце № 2 после температурного воздействия (б); на образце № 3 без обработки поверхности подложки (в).

На рис. 5а приведен А-скан, полученный на бездефектном образце № 1.

На рис. 5б приведен А-скан образца № 2 после температурного воздействия. В результате температурного воздействия акустические характеристики СП не изменились.

При отсутствии подготовки поверхности подложки (образец № 3) наблюдается увеличение акустических шумов 5 по амплитуде (рис. 5в). Изменение параметров распространения других эхосигналов не наблюдается.

При наличии в СП2 проходов с пониженным содержанием отвердителя (образцы № 4, 5, 6) на А-скане наблюдается рост шумовой составляющей сигнала (рис. 6). Однако определить точную глубину расположения дефекта затруднительно.

При наличии в СП2 проходов без отвердителя (образец № 7) наблюдается эхосигнал 5 положительной фазы на глубине, соответствующей глубине заложения дефекта по конструкторской документации (рис. 6з).

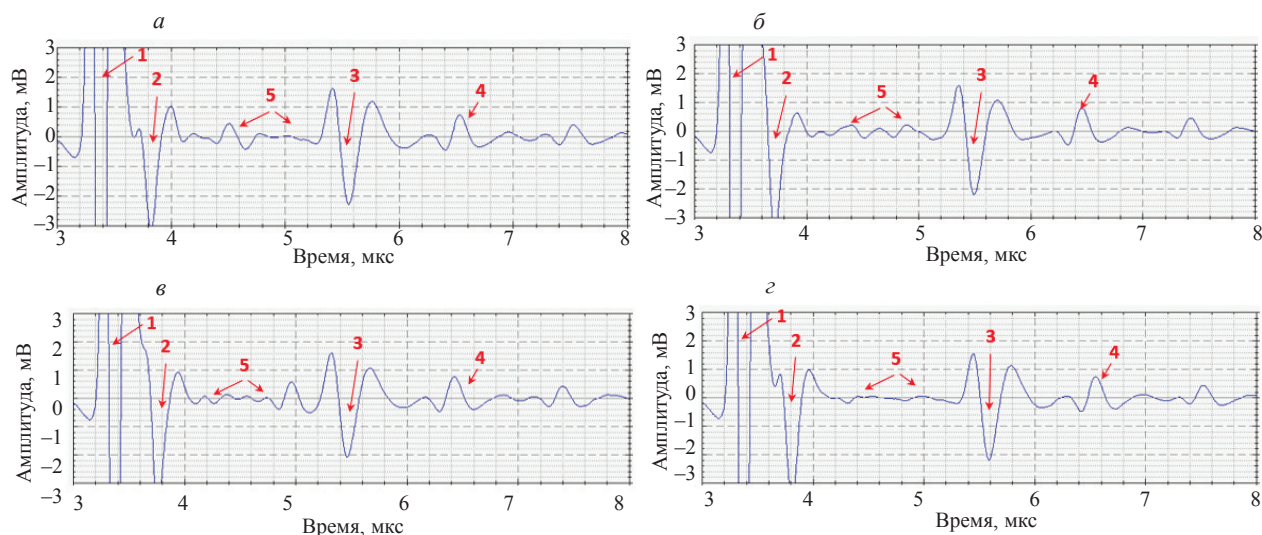


Рис. 6. А-сканы, полученные на образцах с пониженным содержанием отвердителя в проходах СП2: образец № 4 (а); образец № 5 (б); образец № 6 (в); образец № 7 (з).

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕХАНИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ

В табл. 1 приведены полученные в результате испытаний значения усилия отрыва между СП2 и подложкой / между слоями СП2. В зависимости от типа заложенного дефекта можно выделить 3 характера разрушения (рис. 7): по СП — рваное в бездефектном случае; по подложке — гладкое при необработанной поверхности подложки; по покрытию — гладкое при нарушении технологии нанесения СП.

Таблица 1

Значения критериев $K_{СП}$ и прочности при отрыве между слоями СП2 и СП2 и подложкой

№ образца	Тип образца (вид заложенного дефекта)	Прочность при отрыве, МПа	$K_{СП}$
1	Бездефектный	3,6	13,0
2	Бездефектный (после температурного воздействия)	3,7	13,5
3	Дефектный (без подготовки поверхности подложки)	2,7	9,1
4	Дефектный (между слоями проходы с пониженным содержанием отвердителя)	1,2	6,0
5	Дефектный (между слоями проходы с пониженным содержанием отвердителя)	1,0	5,4
6	Дефектный (между слоями проходы с пониженным содержанием отвердителя)	1,1	5,4
7	Дефектный (между слоями проходы без отвердителя)	1,0	6,8

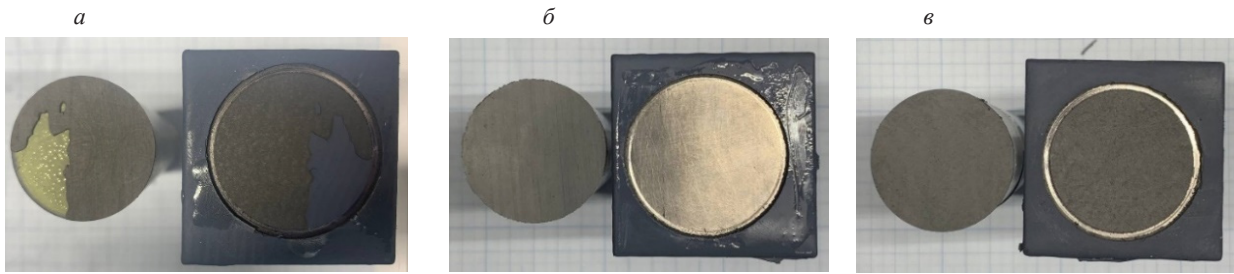


Рис. 7. Характер разрушения образцов: по покрытию — рваное (а); по подложке — гладкое (б); по покрытию — гладкое (в).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА

В результате проведенных экспериментальных исследований ультразвуковым методом с оптико-акустической генерацией акустических колебаний в качестве признаков пониженной адгезии между слоями СП2 и между СП2 и подложкой приняты:

- наличие эхосигналов положительной или отрицательной фазы 5 между эхосигналом 2 (от границы раздела между слоями СП2) и эхосигналом 3 (от границы раздела между подложкой и СП2);
- наличие акустических шумов 5.

При увеличении толщины (количества слоев) СП также может расти уровень акустических шумов 5, что связано с увеличением количества границ раздела сред. В то же время при некачественном акустическом контакте между преобразователем и поверхностью СП уменьшаются регистрируемые амплитуды всех эхосигналов, в том числе акустических шумов. На основе этих соображений для оценки адгезии между слоями СП2 и между СП2 и подложкой предложено использовать коэффициент, позволяющий давать комплексную оценку акустических характеристик СП с учетом толщины покрытий и качества акустического контакта:

$$K_{СП} = -\ln \left| \frac{\max(|A_5^+|, |A_5^-|)}{-A_1^-} \right| \cdot \frac{t_3 - t_1}{t_5 - t_1},$$

где A_5^+ — амплитуда положительной фазы эхосигнала от дефекта в СП или шумовой составляющей; A_5^- — амплитуда отрицательной фазы эхосигнала от дефекта в СП или шумовой составляющей; t_5 — время прихода эхосигнала от дефекта в СП или шумовой составляющей; A_1^- , t_1 — амплитуда и время прихода зондирующего сигнала (характеризует качество акустического контакта, толщину слоя иммерсионной жидкости и задержку самого ОАП); t_3 — время прихода эхосигнала от границы раздела между СП и подложкой.

В формуле выражение $(t_3 - t_1)$ характеризует общую толщину двухслойного СП; выражение $(t_5 - t_1)$ характеризует глубину расположения отражателя (дефекта) в СП; натуральный логарифм \ln учитывает экспоненциальное затухание акустических колебаний в СП. Таким образом, предложенная формула характеризует рост шумовой составляющей сигнала (амплитуды сигналов A_5^+ , A_5^-) с учетом толщины покрытия (разность времен прихода эхосигналов $(t_3 - t_1)$) и поправкой на качество акустического сигнала (амплитуда зондирующего сигнала A_1^-). При этом затухание и скорость распространения ультразвуковых колебаний в отдельных слоях СП1 и СП2 не оцениваются, а учитываются их интегральные значения для СП в целом.

В табл. 1 приведены результаты оценки $K_{СП}$ и значения прочности при отрыве, определенные в результате механических испытаний.

Результаты механических испытаний подтвердили результаты, полученные с помощью ультразвукового метода с оптико-акустической генерацией акустических импульсов:

- температурное воздействие без деструкции материала не приводит к снижению адгезии между СП2 и подложкой и между слоями СП;
- отсутствие подготовки поверхности подложки приводит к снижению адгезии между СП2 и подложкой;
- пониженное содержание и отсутствие отвердителя в слоях СП2 существенно снижает уровень адгезии между слоями СП2.

Установлено, что при:

$0 < K_{СП} \leq 8$, прочность при отрыве составляет менее 2 МПа;

$8 < K_{СП} \leq 16$, прочность при отрыве составляет более 2 МПа.

Коэффициент парной корреляции по шкале Чеддока между прочностью при отрыве образцов и коэффициентом $K_{СП}$ (см. табл. 1) составил 0,96, что свидетельствует о весьма высокой (сильной) связи между исследуемыми параметрами.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Для контроля качества СП предложено использовать ультразвуковой эхометод акустического вида контроля с оптико-акустической генерацией акустических колебаний. При проведении экспериментальных исследований установлено, что выбранный метод обеспечивает выявление нарушения адгезии между слоями СП2, СП2 и подложкой. При этом информативными параметрами служат время прихода и амплитуда эхосигналов от границы раздела между СП2 и подложкой и акустические шумы в СП2. На основе информативных параметров разработан критерий качества СП — $K_{СП}$. Наличие взаимосвязи между $K_{СП}$ и прочностью при отрыве доказано в результате проведения механических испытаний.

Для правильной интерпретации результатов ультразвукового контроля необходимо иметь априорную информацию о:

- количестве слоев в СП на изделии;
- скорости распространения ультразвуковых колебаний в бездефектном образце СП;
- материале и толщине подложки.

Для разработки методики контроля адгезии необходимо:

- уточнить подходы к моделированию пониженной адгезии между слоями СП и СП и подложкой;
- набрать статистически значимый объем экспериментальных данных с целью уточнения полученной корреляционной зависимости;
- разработать настроечные образцы для контроля адгезии;
- доработать средства ультразвукового контроля с оптико-акустической генерацией акустических колебаний для применения в производственных условиях;
- разработать алгоритмическое обеспечение для анализа результатов контроля и вычисления критерия качества СП в процессе контроля.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Манин В.А. Совершенствование радиоволновых способов обнаружения дефектов в радиопоглощающих покрытиях на основе математического моделирования // Известия вузов. Поволжский регион. Технические науки. 2016. № 4 (40). С. 123—135.
2. Краев И.Д., Образцова Е.П., Юрков Г.Ю. Влияние морфологии магнитного наполнителя на радиопоглощающие характеристики композиционных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2014. № S2. С. 10—14.
3. Воронин И.В., Горбатов С.А., Науменко В.Ю., Петрунин В.Ф. Многослойные радиопоглощающие нанокomпозиционные материалы и покрытия // Физика и химия обработки материалов. 2007. № 4. С. 5—10.
4. Каблов Е.Н. Материалы и химические технологии для авиационной техники // Вестник Российской академии наук. 2012. Т. 82. № 6. С. 520—530.
5. Круглянский И.М., Алексеенко А.А. Классификатор методов и средств неразрушающего контроля конструкций из полимерных композиционных материалов // Научные труды МАТИ им. К.Э. Циолковского. 2003. Вып. 6 (78). С. 222—226.
6. Мурашов В.В. Дефекты монолитных деталей и многослойных конструкций из полимерных композиционных материалов и методы их выявления // Контроль. Диагностика. 2007. № 4. С. 23—32.
7. Манин В.А., Казьмин А.И., Федюнин П.А., Тренин Н.А. СВЧ-способ обнаружения и оценки дефекта типа «Отслоение» в защитных покрытиях вооружения, военной и специальной техники и устройств его реализации // Вестник ЮУрГУ. Серия: Компьютерные технологии, управление, радиоэлектроника. 2016. № 1. С. 145—152.
8. Федоров Н.П., Дмитриев Д.А. К вопросу комплексного контроля защитных покрытий авиационной техники // Вестник российских университетов. Математика. 2005. № 2. С. 157—161.
9. Кретов Е.Ф. Ультразвуковая дефектоскопия в энергомашиностроении / 2-е изд., переработка и доп. СПб.: Издательство «СВЕН», 2007. 296 с.

10. *Мурашов В.В.* Неразрушающий контроль клеевых соединений // Клеи. Герметики. Технологии. 2008. № 7. С. 21—28.
11. *Бойцов Б.В., Васильев С.Л., Громашев А.Г., Юрсенсон С.А.* Методы неразрушающего контроля, применяемые для конструкций из ПКМ // Электронный журнал «Труды МАИ». 2011. Выпуск № 49. С. 40—49.
12. *Федоров А.В., Котовицков И.О.* Экспериментальная апробация средств и методики активного теплового контроля вертолетных лопастей из композиционных материалов // Приборы. 2022. № 9 (267). С. 1—7.
13. *Корнилов Г.А.* Методика ИК-термографии выявления скрытого дефекта в авиационной конструкции из полимерных композиционных материалов // Вестник ПНИПУ. Машиностроение, материаловедение. 2022. № 1. С. 41—48.
14. *Сясько В.А.* Электромагнитные методы и приборы контроля и мониторинга толщины покрытий и стенок изделий.
15. *Rui Li, Qipeng Xiao, Ping-a Yang, Hao Wang, Lin Liu.* Magnet-induced deformation enhanced adhesion based on magneto-responsive polymer: Theoretical analysis and experimental verification // *Materials & Design*. 2020. V. 194. P. 108905.
16. *Krahn J., Bovero E., Menon C.* Magnetic field switchable dry adhesives // *ACS Appl. Mater. Interfaces*. 2015. V. 7. Is. 4. P. 2214—2222.
17. *Pang H.M., Pei L., Xu J.Q., Cao S.S., Wang Y., Gong X.L.* Magnetically tunable adhesion of composite pads with magnetorheological polymer gel cores // *Composites Science and Technology*. 2020. V. 192. P. 108115.
18. *Tatari M., Mohammadi N.A., Turner K.T., Shan W.L.* Dynamically tunable dry adhesion via subsurface stiffness modulation // *Advanced Materials Interfaces*. 2018. V. 5. Is. 18. P. 1800321.
19. *Lee H., Um D.S., Lee Y.S., Lim S.D., Kim H.J., Ko H.H.* Octopus-inspired smart adhesive pads for transfer printing of semiconducting nanomembranes // *Advanced Materials*. 2018. V. 28. Is. 34. P. 7457—7465.
20. *Vital-Juarez A., Roffi L., Desmarres J.-M., Devos A.* Picosecond acoustics versus tape adhesion test: Confrontation on a series of similar samples with a variable adhesion // *Surface and Coatings Technology*. 2022. V. 448. P. 128926. ISSN 0257-8972.
21. *Chen Xiaomei, Shaw Christopher, Gelman Len, Grattan Kenneth T.V.* Advances in test and measurement of the interface adhesion and bond strengths in coating-substrate systems, emphasising blister and bulk techniques // *Measurement*. 2019. V. 139. P. 387—402. ISSN 0263-2241.
22. *Hatic Damjan, Cheng Xiaoyin, Stephani Thomas, Rauhut Markus, Gäbler Jan, Bethke Reinhold, King Hunter, Hagen Hans.* Use of machine learning for automatic Rockwell adhesion test classification based on descriptive and quantitative features // *Surface and Coatings Technology*. 2021. V. 427. P. 127762. ISSN 0257-8972.
23. Неразрушающий контроль. Справочник. В 7 т. Под общ. ред. В.В. Клюева. Т. 5: В 2 кн. Кн. 2: Электрический контроль / К.В. Подмастерьев, Ф.Р. Соснин, С.Ф. Корндорф, Т.И. Ногачева, Е.В. Пахолкин, Л.А. Бондарева, В.Ф. Мужичкий. М.: Машиностроение, 2004. 679 с.
24. Патент 2381496 Российская Федерация, МПК G01N 29/04. Лазерно-ультразвуковой дефектоскоп / А.А. Карабутов. Патентообладатель: А.А. Карабутов. Заявка: 2381496, 29.05.2008. Опубл.: 10.02.2010.
25. Патент 2 653 123 Российская Федерация, МПК G01N 29/04. Способ импульсно-периодического лазерно-ультразвукового контроля твердых материалов и устройство для его осуществления / А.А. Карабутов, Е.Б. Черепецкая, А.С. Бычков, Е.А. Миронова, Н.А. Морозов, П.Н. Иванов, И.А. Шибаев, И.Е. Сас, В.П. Зарубин. Патентообладатель: Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС». Заявка: 2017123111, 30.06.2017. Опубл.: 07.05.2018.
26. *Быченко В.А., Кинжагулов И.Ю., Беркутов И.В., Марусин М.П., Алифанова И.Е.* Применение лазерно-ультразвукового генератора для определения напряженно-деформированного состояния специальных материалов и изделий // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики [Scientific and Technical Journal of Information Technologies, Mechanics and Optics]. 2013. № 4 (86). С. 107—114.
27. ГОСТ 32299—2013 Межгосударственный стандарт. Материалы лакокрасочные. Определение адгезии методом отрыва.