

УДК 534.08:534.21

ИССЛЕДОВАНИЕ ЧАСТОТНЫХ ЗАВИСИМОСТЕЙ ФАЗОВОЙ СКОРОСТИ ПРОДОЛЬНЫХ АКУСТИЧЕСКИХ ВОЛН В ПОРИСТЫХ УГЛЕПЛАСТИКАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ШИРОКОПОЛОСНОЙ АКУСТИЧЕСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С ЛАЗЕРНЫМ ИСТОЧНИКОМ УЛЬТРАЗВУКА

© 2021 г. Ю. Г. Соколовская¹*, Н. Б. Подымова¹, А. А. Карабутов²

¹Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования “Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова”, физический факультет, Москва, Россия

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования “Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова”,
Международный учебно-научный лазерный центр, Москва, Россия

*E-mail: yu.sokolovskaya@mail.ru

Поступила в редакцию 20.07.2020 г.

После доработки 28.08.2020 г.

Принята к публикации 28.09.2020 г.

Экспериментально реализован метод широкополосной лазерно-ультразвуковой спектроскопии для исследования пористых углепластиков. Исследованные образцы представляли собой однонаправленные углепластики с различным объемным содержанием матрицы и волокна. Показано, что величина относительной дисперсии фазовой скорости продольных акустических волн характеризует пористость образца.

DOI: 10.31857/S0367676521010282

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время проблема разработки и совершенствования методов неразрушающего контроля полимерных композиционных материалов является весьма актуальной вследствие их широкого применения в промышленности. Одним из примеров таких материалов, часто используемых в авиации и ракетостроении, являются углепластики [1–3]. Хорошо известно, что в углепластиках уже на этапе изготовления возможно возникновение некоторой пористости – объемной доли газовых пор [3–5]. Пористость оказывает негативное влияние на механические свойства материала: его упругие модули, межслойную сдвиговую прочность, прочность на сжатие, растяжение и изгиб, а также на усталостную долговечность, что приводит к снижению срока службы композитных конструкций [5]. Таким образом, необходимо развивать методы оперативной количественной диагностики структуры углепластиков.

Ультразвуковые методы неразрушающего контроля композиционных материалов, основанные на измерении различных параметров акустических волн, распространяющихся в исследуемом материале, получили широкое распространение благодаря своей оперативности, надежности, безопасности и относительной

простоте. Размер пор и неоднородностей в углепластиках может варьироваться от нескольких микрон до нескольких миллиметров, поэтому для количественного анализа структуры таких материалов необходимо использовать зондирующие импульсы, обеспечивающие широкий частотный диапазон для проводимых измерений (от нескольких сотен килогерц до десятков мегагерц). Следует отметить, что исследования частотных зависимостей фазовой скорости акустических волн в различных композиционных материалах и полимерах часто проводятся с применением традиционных пьезоэлектрических излучателей ультразвука (см., например, [6–8]). Известно, что использование пьезоэлектрических преобразователей имеет некоторые проблемы, связанные с низкой эффективностью пьезовозбуждения широкополосных акустических сигналов и с трудностями в получении равномерной частотной характеристики в широком спектральном диапазоне [9]. К настоящему времени было проделано существенное количество исследований, связанных с разработкой эффективных широкополосных пьезокерамических и пьезополимерных акустических преобразователей [10, 11]. Однако их конструирование требует некоторых сложных методов подавления возбуждения собственных резонансов пьезоэлемента для обеспечения рав-

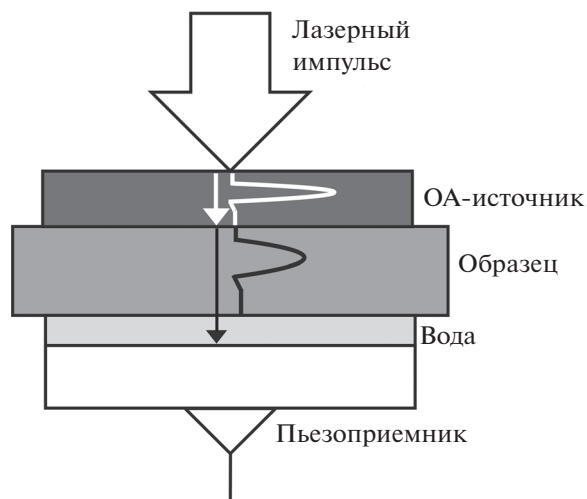


Рис. 1. Опико-акустическая ячейка.

номерной частотной характеристики, что приводит к дополнительным потерям при электроакустическом преобразовании и к снижению эффективности широкополосного возбуждения ультразвука. Кроме того, для этих преобразователей могут использоваться только специальные мелкозернистые керамики и пьезополимеры, изготовленные по особым технологиям. Поэтому часто вместо одного широкополосного преобразователя используется набор из нескольких преобразователей с различными центральными частотами (см., например, [8, 12]), что не всегда удобно, и может вносить погрешности в измерения из-за замены датчиков. В качестве альтернативы пьезоэлектрическим преобразователям представляется перспективным использование метода, основанного на лазерном термооптическом возбуждении широкополосных акустических импульсов (опико-акустический эффект [13–16]). Такой метод позволяет получить короткие и мощные широкополосные зондирующие импульсы продольных акустических волн со спектральным диапазоном от долей до десятков мегагерц и амплитудой до сотен мегапаскалей, что актуально для исследования сильно поглощающих и рассеивающих ультразвук композиционных материалов [14–16].

Целью настоящей работы является применение метода широкополосной лазерно-ультразвуковой спектроскопии для исследования частотных зависимостей фазовой скорости продольных акустических волн $C(f)$ в пористых углепластиках. Новизна работы состоит в получении зависимостей относительной дисперсии фазовой скорости для углепластиков с различным объемным содержанием матрицы и волокон, и вдобавок обладающих близкими значениями импедансов слоев, что приводит к отсутствию резонансного поведе-

ния кривой $C(f)$, которое обычно наблюдается в слоистых материалах. Основная идея заключается в том, что влияние пористости материала на дисперсию фазовой скорости продольных акустических волн позволяет использовать величину ее относительной дисперсии для количественной оценки содержания пористости в исследуемом образце.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Широкополосный лазерно-ультразвуковой спектрометр, используемый в данной работе, состоит из Nd:YAG-лазера с модуляцией добротности на длине волны 1064 нм, опико-акустической (ОА) ячейки, цифрового осциллографа и персонального компьютера. Характерная длительность лазерного импульса 10–12 нс, частота повторения импульсов 10 Гц, энергия в импульсе 10–15 мДж. Схема ОА-ячейки представлена на рис. 1. При поглощении лазерного импульса в специальном источнике звука (ОА-источнике) происходит неоднородный нестационарный нагрев приповерхностного слоя, приводящий к возникновению в нем механических напряжений, которые, в свою очередь, являются источниками продольных акустических волн. Возбуждаемый в источнике ОА-сигнал является зондирующим (опорным) в данном спектрометре. В качестве ОА-источника ультразвука использовался водный раствор черной туши. Временной профиль, амплитудный и фазовый спектры зондирующего акустического импульса представлены на рис. 2. Отметим, что амплитуда и спектр возбуждаемого в источнике ОА-сигнала зависят как от параметров лазерного излучения, так и от свойств самого источника (в первую очередь, коэффициента поглощения света на длине волны используемого излучения), а также от граничных условий возбуждения [15, 16]. Таким образом, путем подбора материала ОА-источника с определенными свойствами возможно получить зондирующие импульсы с необходимой для конкретной задачи полосой частот. Это является важным преимуществом лазерно-ультразвукового метода. Регистрация ультразвуковых импульсов, прошедших через исследуемый образец, осуществлялась с помощью широкополосного пьезоприемника с рабочей полосой частот 0.1–30 МГц, изготовленного на основе ПВДФ пленки толщиной 30 мкм. Акустический контакт между образцом и пьезоприемником в ОА-ячейке обеспечивался слоем дистиллированной воды толщиной 3 мм. Электрические сигналы с пьезоприемника передавались на цифровой осциллограф с аналоговой полосой частот 200 МГц и затем обрабатывались на персональном компьютере. Запуск осциллографа был синхронизирован с моментом

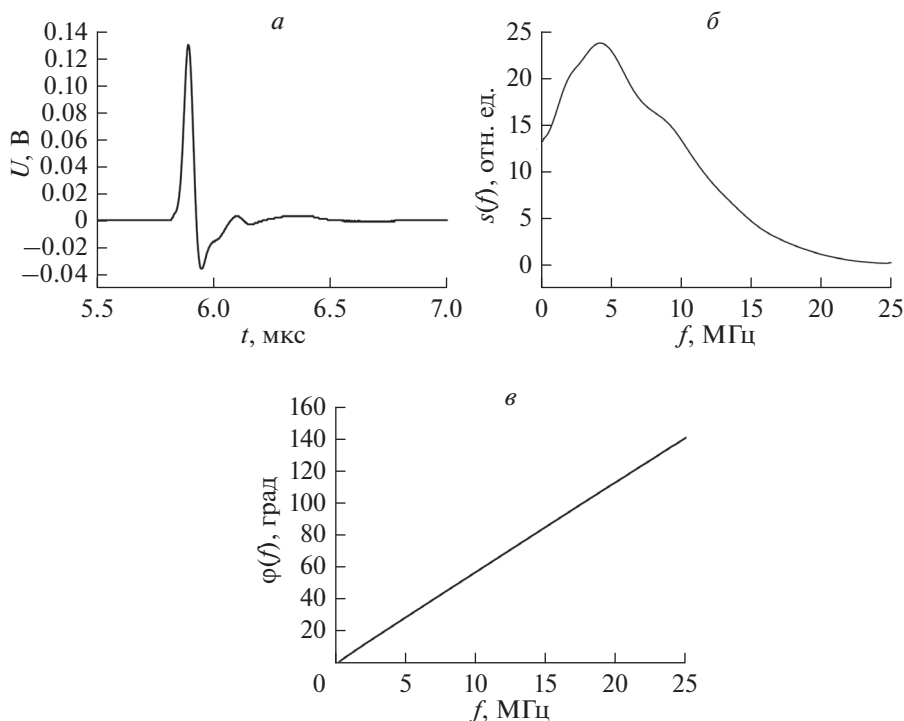


Рис. 2. Временной профиль (а), амплитудный спектр (б) и фазовый спектр (в) зондирующего ультразвукового импульса.

излучения лазерного импульса. Максимальное соотношение сигнал-шум регистрируемых электрических сигналов составляло порядка 2000.

Дисперсия фазовой скорости продольных акустических волн в образце $C(f)$ рассчитывается с использованием фазовых спектров зондирующего ультразвукового импульса $\varphi_0(f)$, и импульса, прошедшего через образец, $\varphi(f)$ [17]:

$$C(f) = \frac{H}{\Delta T + [\varphi(f) - \varphi_0(f)]/2\pi f}, \quad (1)$$

где $\Delta T = T_2 - T_1$ – разность моментов начала записи в осциллографе ультразвукового импульса, прошедшего исследуемый образец, и опорного ультразвукового импульса, H – толщина образца. Оба значения T_1 и T_2 отсчитываются от момента излучения лазерного импульса [16]. Разность фаз $\delta\varphi(f) = \varphi(f) - \varphi_0(f)$ не связана с набегом фазы импульса при его распространении в образце, а определяется искажением временной формы этого импульса за счет затухания и дисперсии фазовой скорости акустических волн в образце. Величины $\varphi_0(f)$ и $\varphi(f)$ рассчитываются с использованием стандартной процедуры “развертывания фазы” для получения непрерывных фазовых спектров [16]. Спектры ультразвуковых импульсов рассчитывались с использованием стандартного программного пакета быстрого преобразования Фурье, также

для всех спектров применялась процедура компенсации частотно-зависимого дифракционного искажения широкополосных ультразвуковых импульсов, детально изложенная в [18].

ИССЛЕДУЕМЫЕ ОБРАЗЦЫ

Углепластик представляет собой композиционный материал, состоящий из чередующихся слоев ткани из углеродных волокон и полимерной матрицы. В настоящей работе исследовались восемь образцов углепластиков с различной пористостью и с различным объемным содержанием полимерной матрицы и углеродного наполнителя. Образцы условно разделены на группы с одинаковым содержанием компонентов, процентный состав исследованных образцов приведен в табл. 1. Исследуемые образцы являются так называемым однонаправленными углепластиком, в которых все ленты углеродных волокон, образующих армирующую ткань, сонаправлены. Толщина образцов составляла 10–11 мм.

Величина фазовой скорости продольных акустических волн C_0 для беспористого материала может быть рассчитана исходя из модели двухкомпонентной среды, связывающей объемные концентрации матрицы и наполнителя и фазовые скорости в отдельных компонентах с фазовой

Таблица 1. Процентный состав исследованных углепластиковых образцов

№ образца	P , %	Объемное содержание матрицы n_m , %	Объемное содержание наполнителя n_f , %	Скорость продольных акустических волн в беспористом образце C_0 , м/с
1-1	2.5	32.8	67.2	3035 ± 15
1-2	4.2			
2-1	0	34.9	65.1	3008 ± 15
3-1	0	37.5	62.5	2977 ± 15
3-2	0.7			
3-3	2			
4-1	1.4	44.2	55.8	2905 ± 15
4-2	2.9			

скоростью продольных акустических волн в композитном материале [19]:

$$C_0^2 = \frac{1}{\rho_0} \left(\frac{n_m}{\rho_m C_m^2} + \frac{n_f}{\rho_f C_f^2} \right)^{-1}, \quad (2)$$

где плотности матрицы и наполнителя составляют $\rho_m = 1200 \text{ кг/м}^3$ и $\rho_f = 1744 \text{ кг/м}^3$ соответственно, а фазовые скорости в матрице и наполнителе C_m и C_f могут быть измерены с использованием вышеописанной методики широкополосной акустической спектроскопии и считаются известными. Полученные с помощью формулы (2) величины C_0 для каждой группы образцов с различным содержанием компонентов также представлены в табл. 1. Погрешность определения C_0 определяется точностью измерения C_m и C_f по данной методике (см. ниже).

Практически все исследованные образцы содержали некоторую пористость. Пористость P , усредненная по всему объему образца, определяется как $P = (1 - \rho/\rho_0)$, где ρ – фактическая плотность образца, а ρ_0 – плотность твердой фазы образца (без пор), которая рассчитывается по известным плотностям полимерной матрицы ρ_m и углеродной ткани ρ_f и их объемным концентрациям n_m и n_f в данном образце: $\rho_0 = n_m \rho_m + n_f \rho_f$ (где $n_m + n_f = 1$). Оценка пористости исследованных образцов проводилась с помощью рентгеновской компьютерной томографии. Результаты томографии показали, что суммарная (средняя по объему) пористость P в исследованных образцах варьируется от 0 до 4.2% (см. табл. 1).

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Расчет фазовой скорости продольных акустических волн в образцах углепластика проводился по измеренным фазовым спектрам с помощью

формулы (1). Частотные зависимости фазовой скорости в исследованных образцах получены в частотном диапазоне от 0.8 до 10 МГц. Для частот $f < 0.8 \text{ МГц}$ величина фазовой скорости не определялась из-за достаточно большой погрешности, возникающей вследствие дифракции низкочастотных составляющих сигнала в образцах. Из-за сильного затухания высоких частот в композитных образцах для частот $f > 10 \text{ МГц}$ амплитуда прошедшего импульса достаточно мала и сравнима с уровнем шума, поэтому на частотах выше 10 МГц фазовая скорость также не определялась. Точность измерения фазовой скорости акустических волн определяется погрешностью измерения толщины исследуемого образца, а также соотношением сигнал–шум для спектральной амплитуды каждой гармоники сигнала. В данных экспериментах относительная погрешность измерения скорости ультразвука составляла около 0.5%.

На рис. 3 показаны полученные частотные зависимости фазовой скорости продольных акустических волн в углепластиках $C(f)$. Из рисунков видно, что дисперсия скорости имеет место для всех образцов, но ее величина для образцов с различной пористостью будет отличаться. Ранее авторами уже было показано, что дисперсия фазовой скорости продольных акустических волн может наблюдаться даже для беспористых углепластиков [15]. Это связано с наличием поглощения ультразвуковых волн в полимерной матрице, обусловленным особенностями внутренней структуры полимера [20], а также с рассеянием ультразвука на углеродных волокнах. Увеличение относительной дисперсии фазовой скорости для пористого материала происходит из-за преобразования исходной продольной акустической волны в объемную волну, которая будет огибать поры по их границам (см., например, [21]). Это приводит к уменьшению скорости ультразвуковых волн на низких частотах по сравнению со

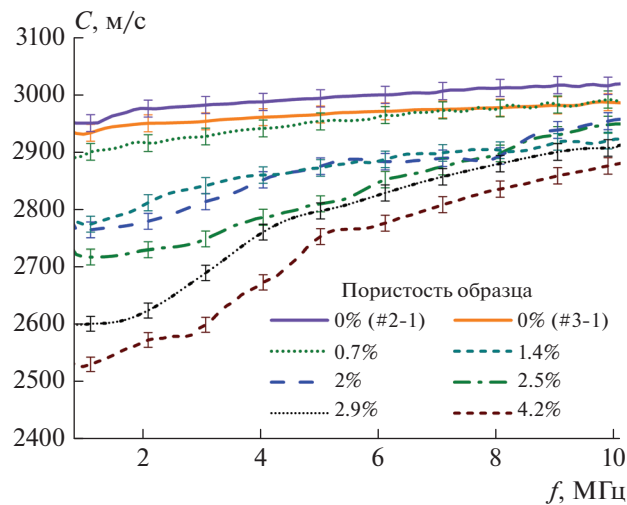


Рис. 3. Частотные зависимости фазовой скорости продольных акустических волн $C(f)$ для пористых углепластиков.

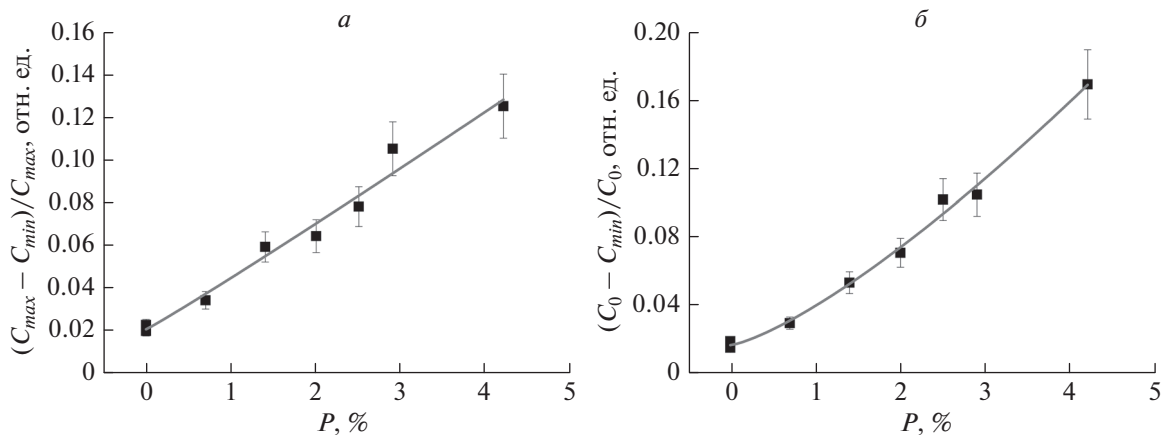


Рис. 4. Зависимости относительного изменения фазовой скорости продольных акустических волн для пористых углепластиков $\Delta C_1 = (C_{max} - C_{min})/C_{max}$ (а) и $\Delta C_2 = (C_0 - C_{min})/C_0$ (б).

скоростью в беспористом материале. Отсутствие резонансов в $C(f)$ для исследуемых композитных образцов связано с технологией производства материала, обеспечивающей близкие значения акустических импедансов слоев волокон и матрицы (различие порядка 3%) и высокой адгезией волокон к матрице. Для проверки данного факта была дополнительно проведено исследование зависимости $C(f)$ для аналогичного по методу изготовления беспористого тонкого образца толщиной 2.5 мм. Затухание ультразвука в данном образце было относительно слабым, что позволило получить $C(f)$ вплоть до 20 МГц. Полученная кривая также имела монотонный нерезонансный характер. Следует также отметить, что во всем исследуемом спектральном диапазоне абсолютное значение фазовой скорости для беспористого материала будет

тем выше, чем больше объемная концентрация углеродного волокна в образце (поскольку скорость ультразвука в волокне выше, чем в матрице).

Для получения зависимости дисперсии фазовой скорости от пористости углепластика предлагается рассматривать ее относительное изменение $\Delta C_1 = (C_{max} - C_{min})/C_{max}$, где C_{max} и C_{min} — максимальная и минимальная величины фазовой скорости продольных акустических волн в диапазоне 0.8–10 МГц. Экспериментально полученная зависимость $\Delta C_1(P)$ показана на рис. 4а. Анализ полученных результатов показал, что $\Delta C_1(P)$ может быть аппроксимирована по методу наименьших квадратов степенной функцией с корреляцией не хуже 0.978:

$$y = 0.021 + 0.024x^{1.04}, \quad (3)$$

где независимая переменная x соответствует пористости углепластика P , а переменная y – величине относительного изменения фазовой скорости продольных акустических волн ΔC_1 в исследуемом частотном диапазоне.

Величина фазовой скорости C на высоких частотах должна стремиться к величине скорости C_0 для беспористого материала, зависящей только от процентного содержания компонентов. Для большинства исследуемых образцов данная величина скорости с учетом погрешностей измерения достигается уже на частотах 9–10 МГц, причем достигается тем раньше, чем меньше величина абсолютной дисперсии скорости $\Delta C = C_{max} - C_{min}$. Для двух образцов с высокой абсолютной дисперсией величина C_0 в исследуемом спектральном диапазоне не достигается, C будет стремиться к C_0 на несколько больших частотах, недоступных в данных экспериментах из-за сильного затухания высоких частот в данных образцах. Это может быть связано как с высокой пористостью этих образцов, так и с тем, что они имеют наиболее высокое содержание волокон (рассеяние на волокнах является дополнительным фактором, влияющим на затухание ультразвука в образце). Тем не менее, учитывая закономерность $C \rightarrow C_0$, можно также оценить величину относительной дисперсии фазовой скорости продольных акустических волн в образцах как $\Delta C_2 = (C_0 - C_{min})/C_0$. Полученная зависимость $\Delta C_2(P)$ показана на рис. 4б. Анализ результатов показал, что $\Delta C_2(P)$ может быть аппроксимирована по методу наименьших квадратов степенной функцией с корреляцией не хуже 0.997:

$$y = 0.017 + 0.023x^{1.32}, \quad (4)$$

где независимая переменная x , как и в предыдущем случае, соответствует пористости углепластика P , а переменная y – величине относительного изменения фазовой скорости ΔC_2 . Отметим, что в данном случае точность аппроксимации выше, чем для зависимости $\Delta C_1(P)$. Таким образом, обе рассчитанные величины $\Delta C_2(P)$ и $\Delta C_1(P)$ могут служить характеристикой влияния пористости материала на относительное изменение фазовой скорости. Полученные эмпирические соотношения (3) и (4) могут быть использованы для оперативной неразрушающей оценки пористости композитов по частотной зависимости скорости ультразвука.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработанный метод широкополосной акустической спектроскопии с лазерным источником ультразвука позволяет получать частотные зависимости фазовой скорости ультразвуковых волн в углепластиковых композитах в диапазоне

от единиц до десятков мегагерц. В работе исследовались образцы однонаправленных углепластиков с различным объемным содержанием матрицы и наполнителя и различной средней пористостью. Получены частотные зависимости фазовой скорости продольных акустических волн в спектральном диапазоне 0.8–10 МГц. Показано, что во всех исследованных образцах наблюдается дисперсия фазовой скорости, причем дисперсия тем больше, чем выше пористость материала. Получены эмпирические зависимости относительной дисперсии скорости ультразвука от пористости углепластика. Данные зависимости могут использоваться для оперативной неразрушающей оценки пористости углепластиков. Полученные результаты могут быть полезны как для контроля качества получаемых материалов с целью модернизации технологий изготовления, так и для предсказания поведения конструкций и деталей из данного материала под действием внешних нагрузок.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Soutis C. // Prog. Aerospace. Sci. 2005. V. 41. P. 143.
2. Петронюк Ю.С., Мороков Е.С., Левин В.М. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2018. Т. 82. № 5. С. 560; Petronyuk Y.S., Levin V.M., Morokov E.S. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2018. V. 82. No 5. P. 491.
3. Петронюк Ю.С., Левин В.М., Мороков Е.С. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2016. Т. 80. № 10. С. 1363; Petronyuk Y.S., Levin V.M., Morokov E.S. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2016. V. 80. No 10. P. 1224.
4. Adams R.D., Cawle P. // NDT Int. 1988. V. 21. No 4. P. 208.
5. Scott A.E., Sinclair I., Spearing S.M. et al. // Compos. Sci. Technol. 2014. V. 90. P. 147.
6. Jeong H., Hsu D.K. // Ultrasonics. 1995. V. 33. No 3. P. 195.
7. Aksoy H.G. // Ultrasonics. 2016. V. 67. P. 168.
8. Zellouf D., Jayet Y., SaintPierre N. et al. // J. Appl. Phys. 1996. V. 80. No 5. P. 2728.
9. Труэлл Р., Эльбаум Ч., Чик Б. Ультразвуковые методы в физике твердого тела. М.: Мир, 1972. 302 с.
10. Chung C.-H., Lee Y.-C. // J. Nondestruct. Eval. 2009. V. 28. P. 101.
11. Foster F.S., Ryan L.K., Turnbull D.H. // IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control. 1991. V. 38. P. 446.
12. Ghodhiani N., Maréchal P., Duflo H. // Ultrasonics. 2015. V. 56. P. 308.
13. Егерева С.В. // Изв. РАН. Сер. физ. 2018. Т. 82. № 5. С. 532; Egereva S.V. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2018. V. 82. No 5. P. 465.
14. Карабутов А.А., Подымова Н.Б. // Акуст. журн. 2017. Т. 63. № 3. С. 265; Karabutov A.A., Podymova N.B. // Acoust. Phys. 2017. V. 63. No 3. P. 288.
15. Карабутов А.А., Подымова Н.Б., Соколовская Ю.Г. // Акуст. журн. 2019. Т.65. № 2. С. 182; Karabutov A.A.,

- Podymova N.B., Sokolovskaya Y.G.* // *Acoust. Phys.* 2019. V. 65. No 2. P. 158.
16. *Podymova N.B., Karabutov A.A.* // *J. Nondestruct. Eval.* 2014. V. 33. No 1. P. 141.
17. *Fitting D.W., Adler L.* *Ultrasonic spectral analysis for nondestructive evaluation.* N.Y.: Plenum Press, 1981. 354 p.
18. *Karabutov A.A., Savateeva E.V., Podymova N.B. et al.* // *J. Appl. Phys.* 2000. V. 87. No 4. P. 2003.
19. *Карабутов А.А., Соколовская Ю.Г.* // *Вестн. МГУ. Физ. астрон.* 2018. № 6. С. 45; *Karabutov A.A., Sokolovskaya Yu.G.* // *Moscow Univ. Phys. Bull.* 2018. V. 73. No 6. P. 622.
20. *Перепечко И.И.* *Акустические методы исследования полимеров.* М.: Химия, 1973. 296 с.
21. *Wright T.W.* // *J. Mech. Phys. Sol.* 1998. V. 46. No 10. P. 2033.

Investigation of frequency dependences for phase velocity of longitudinal acoustic waves in porous carbon fiber plastic composites using broadband acoustic spectroscopy with laser ultrasound source

Yu. G. Sokolovskaya^{a, *}, N. B. Podymova^a, A. A. Karabutov^b

^a*Lomonosov Moscow State University, Faculty of Physics, Moscow, 119991 Russia*

^b*Lomonosov Moscow State University, International Laser Center, Moscow, 119991 Russia*

**E-mail: yu.sokolovskaya@mail.ru*

Received July 20, 2020; revised August 28, 2020; accepted September 28, 2020

A broadband laser ultrasonic spectroscopy method for the investigation of porous carbon fiber plastic composites is experimentally realized. The studied samples were unidirectional carbon plastics with different volume contents of the matrix and fiber. It is shown that the relative dispersion of the phase velocity of longitudinal acoustic waves characterizes the porosity of the sample.