

基于太赫兹波的纤维材料特性实验分析

廖晓玲 刘延雷 刘晓华 吴金才 王飞 赵丹

杭州市特种设备检测研究院,浙江 杭州 310051

摘要 利用太赫兹(THz)时域光谱技术对碳纤维与玻璃纤维材料进行研究,辅以场扫描电镜观察样品形貌,研究结果表明,当 THz 波振动方向与样品纤维方向垂直时,可获得更多信号;玻璃纤维样品吸收系数斜率小于碳纤维;纤维直径与排列方式对 THz 波透射能力存在影响。

关键词 光纤光学; 太赫兹波; 特性分析; 时域波形; 扫描电镜

中图分类号 O433 **文献标识码** A

doi: 10.3788/LOP53.100607

Experimental Analysis of Fiber Material Property Based on Terahertz Wave

Liao Xiaoling Liu Yanlei Liu Xiaohua Wu Jincai Wang Fei Zhao Dan

Hangzhou Special Equipment Inspection and Research Institute, Hangzhou, Zhejiang 310051, China

Abstract Terahertz (THz) time-domain spectroscopy technology is utilized to inspect the carbon fiber and glass fiber material and the field emission scanning electron microscope is assisted to observe sample morphologies. The study results show that, when the vibration direction of THz wave is perpendicular to the fiber sample direction, most signals can be acquired. The absorption coefficient slope of glass fiber is smaller than that of carbon fiber. Both the fiber diameter and fiber arrangement pattern have certain influences on the transmission capability of THz wave.

Key words fiber optics; terahertz wave; character analysis; time domain waveform; scanning electron microscope

OCIS codes 060.2270; 060.2290; 160.2290

1 引言

复合材料由两种或多种组分材料组成,在材料成型过程中呈现各向异性。近年来,纤维增强复合材料作为新型材料广泛应用于压缩天然气瓶领域^[1],主要用于增强钢质内胆气瓶的承压能力^[2]。当内部纤维发生断裂时,材料表面通常无痕迹出现,材料的疲劳损伤问题严重^[3],这对复合材料的特性检测提出了新的要求^[4]。

太赫兹时域光谱(THz-TDS)技术是一种新型检测技术^[5-7],广泛应用于质量安全^[8]、数字全息术^[9-10]、生物医学^[11-12]等领域,复合材料检测方面的研究也逐年增多^[13-15]。本文以纤维增强复合材料为研究对象,利用 THz 光谱技术对其进行时域、频域的检测分析,讨论 THz 波偏振方向与纤维方向之间的角度对检测结果的影响,并通过扫描电镜(SEM)观察纤维材料微观结构。结合实验结果,分析纤维材料性能,为纤维增强复合材料的无损检测提供了一定的参考。

2 实验原理及设备

图 1(a)所示为实验用 THz 时域光谱系统内部光路图,其中 M1~M7 为反射镜。钛宝石飞秒激光器激

收稿日期: 2016-05-20; 收到修改稿日期: 2016-06-24; 网络出版日期: 2016-09-20

基金项目: 国家质检总局科技计划(2014QK158)、浙江省质监系统科技计划(20150236)

作者简介: 廖晓玲(1990—),女,硕士,助理工程师,主要从事太赫兹无损检测方面的研究。

E-mail: liaoliaoxl@163.com

发出飞秒脉冲,其经分束镜后分为两束光,较强的一束脉冲聚焦入射到光导天线砷化镓(GaAs)晶体上激发产生 THz 脉冲,产生的脉冲经离轴抛物面镜(PM)准直入射到被测样品上^[16],最后从控制端获得参考波和样品的信号波。典型 THz 的波长为 $300 \mu\text{m}$,远大于尘埃等微小结构的尺寸,且光子能量低于大多数化学键的键能,因此对大多数非极性材料具有良好的穿透性^[5]。

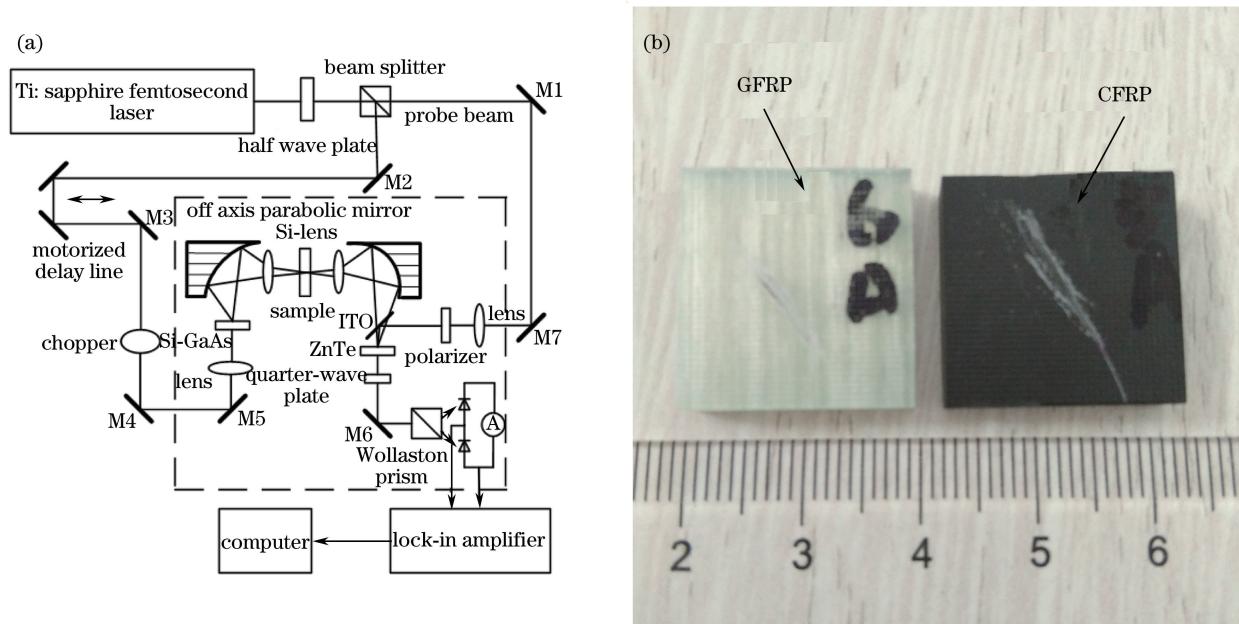


图 1 (a) THz-TDS 系统光路;(b)纤维样品

Fig. 1 (a) Optical path of THz-TDS system; (b) fiber sample

实验样品如图 1(b)所示,左侧为玻璃纤维增强复合材料(GFRP),右侧为碳纤维增强复合材料(CFRP)。纤维沿同一方向缠绕,厚度为 5 mm,切割成 17 mm 的正方形,树脂质量分数约为 30%。实验时,样品置于检测设备样品台,利用 THz 波检测,取样品的透射信号。在垂直于 THz 波传播方向的平面内,将样品旋转 90°,实现纤维方向与 THz 振动方向之间夹角的改变^[17],具体实施方式如图 2 所示。

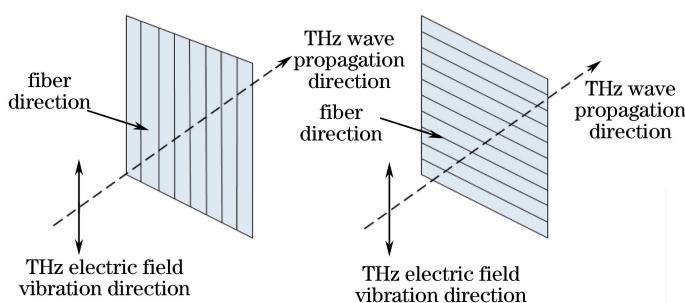


图 2 在纤维材料中传播的 THz 波

Fig. 2 THz wave propagating in fiber materials

3 结果分析

碳纤维材料具有导电性,当 THz 波穿过 5 mm 厚的 CFRP 样品时,大量信号被反射和吸收,穿透性较弱。在垂直于 THz 波传播方向的平面内,THz 波投射到 CFRP 表面,驱动碳纤维内自由电子沿纤维方向移动,产生驱动电场。该电场对太赫兹能量有反射和吸收的作用,因此太赫兹信号穿透碳纤维样本的能力与纤维取向有关,具有各向异性^[18]。当纤维方向与太赫兹振动方向垂直时,驱动电场效果减弱,较多信号穿透 CFRP 样品并被采集。

图 3(a)为 THz 波在空气中传播的时域信号(参考信号),图 3(b)为 THz 波振动方向与 CFRP 样品纤维

方向平行时的时域光谱图,图3(c)为样品纤维方向与THz波振动方向垂直时的时域光谱图。当THz波与样品纤维方向平行时,穿过样品后的信号波衰减严重,THz信号衰减至 10^{-5} 数量级,无法满足样品成像、检测需求。纤维方向与THz波振动方向垂直时,THz信号衰减至 10^{-4} 数量级,且在30 ps后出现基本THz波形,这表明有较多的THz信号穿透样品,表现为较强的信号谱。对CFRP和GFRP样品的频谱图进行对比,结果如图4所示。

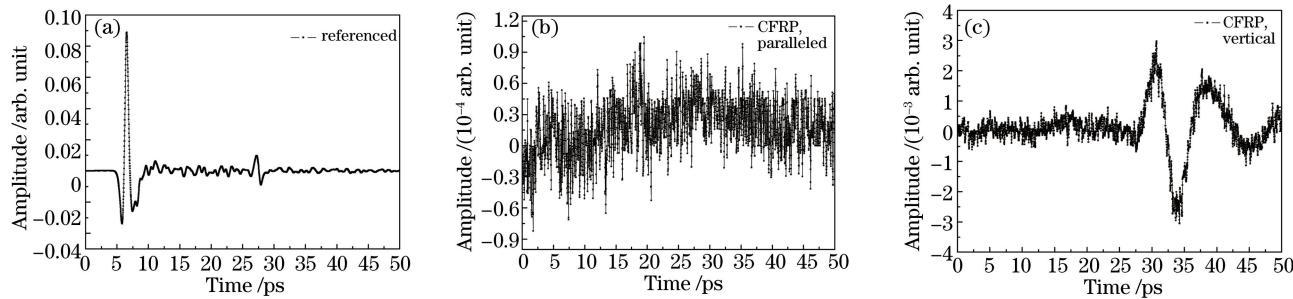


图3 (a)参考时域光谱图和(b)(c)碳纤维时域光谱图

Fig. 3 Time domain spectrograms of (a) reference and (b)(c) carbon fiber

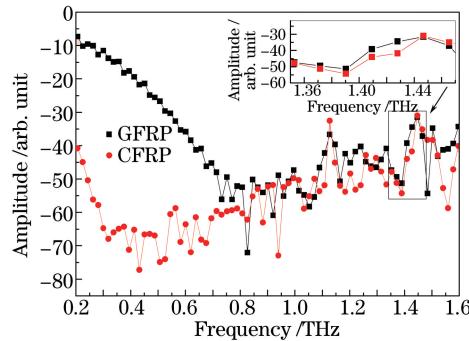


图4 碳纤维及玻璃纤维频谱图对比

Fig. 4 Spectral comparison between carbon fiber and glass fiber

当THz波振动方向与样品纤维方向垂直时,THz波穿过GFRP及CFRP样品后获得的频域图谱如图4所示。THz波穿过GFRP样品后,当频率为0.2 THz时取得最大幅度,约为-7;当频率为0.83 THz时,幅度降到最小值-73;当频率大于等于0.9 THz时,波形反弹,幅度在[-55, -30]之间震荡。THz波穿过CFRP样品后,当频率为0.2 THz时,幅度为-40;当频率大于等于0.3 THz时,波形反弹;在频率为1.46 THz处,取得全波段幅度最大值-30。由图4可以看出,频率大于0.9 THz后,两波形相似。取频率在1.35~1.48 THz频段的波形,放大观察,如图4右上角所示,两波形变化趋势相似,且取得的幅度最大值一致,因此频率大于0.9 THz后,获得的信号可认为是无效信号。由以上分析可知,在有效带宽内,GFRP对低频THz波的吸收系数斜率小于CFRP样品,CFRP样品的有效带宽小于GFRP样品。

对GFRP样品和CFRP样品辅以SEM观察,结果如图5所示。图5(a)、(b)为放大300倍和30倍的CFRP样品,经测量CFRP样品直径为6.36 μm 。在电镜观察过程中,碳纤维材料短时间内出现了荷电现象,如图5(a)右下白色区域所示。当THz波振动方向与纤维方向平行时,信号传播受阻,因此在光谱结果中未获得有效数据,电镜观察结果与THz波检测结果一致。图5(c)、(d)为放大300倍和30倍的GFRP样品,经测量玻璃纤维直径约为17.9 μm 。较大的直径及不同于CFRP样品的排列方式,有助于其在THz检测中获得较好的信号值。对比图5(b)和图5(d)可知,两种材料同为热损伤缺陷,但在电镜观察中表现形式区别较大,这有待进一步研究。

4 结 论

结合THz光谱技术及SEM检测,发现CFRP样品中纤维方向与THz波振动方向存在密切关系,当纤

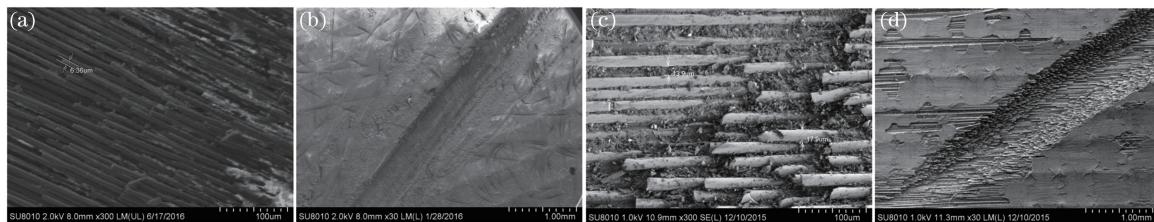


图 5 不同放大倍数下的不同样品 SEM 图。(a) 放大 300 倍, CFRP 样品; (b) 放大 30 倍, CFRP 样品;
(c) 放大 300 倍, GFRP 样品; (d) 放大 30 倍, GFRP 样品

Fig. 5 SEM images of different samples under different enlargement factors. (a) 300 \times , CFRP sample;
(b) 30 \times , CFRP sample; (c) 300 \times , GFRP sample; (d) 30 \times , GFRP sample

维方向与 THz 波振动方向垂直时, 可获得较好的透射信号波。对 CFRP 样品进行透射检测发现, THz 信号波易发生反射, 透射信号衰减幅度较大, 易产生荷电现象。通过对 CFRP 和 GFRP 样品的检测结果可知, THz 波穿过 GFRP 样品后的信号衰减幅度比碳纤维少, 低频 THz 波表现尤为显著。研究结果为纤维材料性能研究及 THz 波反射信号研究提供了一定的参考。

参 考 文 献

- Chen Ruxun. Design and analysis on the filament wound gas cylinder [J]. Journal of Solid Rocket Technology, 2008, 31(6): 625-628.
- 陈汝训. 纤维缠绕气瓶设计分析 [J]. 固体火箭技术, 2008, 31(6): 625-628.
- Yu Bin, Liu Zhidong, Zhao Weiwei, et al. Development of world-wide composite gas cylinder and analysis of Chinese COPV standard(1) [J]. Pressure Vessel Technology, 2011, 28(11): 47-52.
- 于斌, 刘志栋, 赵伟伟, 等. 国内外复合材料气瓶发展概况与标准分析(一) [J]. 压力容器, 2011, 28(11): 47-52.
- Zhang Qingle, Li Hong. Ultrasonic penetration C-scan technique for carbon fiber composite cylinders [J]. Fiber Reinforced Plastics/Composites, 2012(4): 121-123.
- 章清乐, 李宏. 复合材料气瓶超声穿透 C 扫描检测技术 [J]. 玻璃钢/复合材料, 2012(4): 121-123.
- Yang Yu'e, Zhang Wenxi. Nondestructive testing of carbon fiber composites [J]. Journal of University of Jinan (Science and Technology), 2015, 29(6): 471-476.
- 杨玉娥, 张文习. 碳纤维复合材料的无损检测综述 [J]. 济南大学学报(自然科学版), 2015, 29(6): 471-476.
- Xu Jingzhou, Zhang Xicheng. Terahertz scientific technology and application [M]. Beijing: Peking University Press, 2007.
- 许景周, 张希成. 太赫兹科学技术和应用 [M]. 北京: 北京大学出版社, 2007.
- Zhang Cunlin, Mu Kaijun. Terahertz spectroscopy and imaging [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2010, 47(2): 023001.
- 张存林, 牧凯军. 太赫兹波谱与成像 [J]. 激光与光电子学进展, 2010, 47(2): 023001.
- Zhang Yuping, Wu Zhixin, Shen Duanlong, et al. Theoretical analysis of the influence of multi-photon absorption on terahertz generation via optical-difference frequency generation [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2014, 51(3): 031901.
- 张玉萍, 吴志心, 申端龙, 等. 多光子吸收对差频产生太赫兹波影响的理论研究 [J]. 激光与光电子学进展, 2014, 51(3): 031901.
- Im K H, Hsu D K, Chiou C P, et al. Influence of Terahertz waves on the penetration in thick FRP composite materials [C]. AIP Conference Proceedings, 2014, 1581(1): 1568-1575.
- Zheng Xianhua, Wang Xinke, Sun Wenfeng, et al. Development and applications of the terahertz digital holography [J]. Chinese J Lasers, 2014, 41(2): 0209003.
- 郑显华, 王新柯, 孙文峰, 等. 太赫兹数字全息术的研发与应用 [J]. 中国激光, 2014, 41(2): 0209003.
- Wang Dayong, Huang Haochong, Zhou Xun, et al. Phase-contrast imaging by the continuous-wave terahertz in-line digital holography [J]. Chinese J Lasers, 2014, 41(8): 0809003.
- 王大勇, 黄昊翀, 周逊, 等. 连续太赫兹波同轴数字全息相衬成像 [J]. 中国激光, 2014, 41(8): 0809003.

- 11 Wahaia F, Valusis G, Bernardo L M, *et al.*. Detection of colon cancer by terahertz techniques[J]. Journal of Molecular Structure, 2011, 1006(1-3): 77-82.
- 12 Huang Ruirui, Zhao Guozhong, Liu Ying, *et al.*. Study of terahertz and infrared spectra of four kinds of lactose[J]. Acta Optica Sinica, 2015, 35(s2): s230001.
黄瑞瑞, 赵国忠, 刘影, 等. 4种乳糖的太赫兹光谱和红外光谱特性研究[J]. 光学学报, 2015, 35(s2): s230001.
- 13 Tang Guiyun, Wang Yunfei, Wang Baorui. Study on nondestructive testing for carbon fiber composite honeycomb sandwich parts[J]. Fiber Composites, 2011(1): 30-32.
唐桂云, 王云飞, 王宝瑞. 碳纤维复合材料蜂窝夹层结构的损检测方法研究[J]. 纤维复合材料, 2011(1): 30-32.
- 14 Jansen C, Wietzke S, Wang H Y, *et al.*. Terahertz spectroscopy on adhesive bonds[J]. Polymer Testing, 2011, 30(1): 150-154.
- 15 Redo-Sanchez A, Laman N, Schukin B, *et al.*. Non-destructive imaging with compact and portable terahertz systems[C]. AIP Conference Proceedings, 2014, 1581: 1583-1587.
- 16 Wang H L, Wang Q. Modeling the THz spectrum of the bentazon[J]. Chinese Optics Letters, 2011, 9(11): 110011.
- 17 Li Wei, Shi Changchen, Zhang Jin, *et al.*. Nondestructive evaluation of fiber reinforced plastic using terahertz imaging[J]. Journal of Terahertz Science and Electronic Information Technology, 2015, 13(3): 396-400.
李薇, 施长城, 张瑾, 等. 纤维增强复合材料太赫兹成像无损检测[J]. 太赫兹科学与电子信息学报, 2015, 13(3): 396-400.
- 18 Hsu D K, Im K H, Chiou C P, *et al.*. An exploration of the utilities of terahertz waves for the NDE of composites[C]. AIP Conference Proceedings, 2011, 1335: 533-540.