

文章编号: 2095-4980(2021)03-0366-05

复合材料内隐藏分层的太赫兹检测和识别

杨秀蔚^{1,2,3}, 张德海^{*1}, 李向东³

(1.中国科学院国家空间科学中心 微波遥感重点实验室, 北京 100190; 2.中国科学院大学, 北京 100049;
3.齐鲁工业大学(山东科学院)自动化研究所 山东省科学院超宽带与太赫兹技术培育性重点实验室, 山东 济南 250013)

摘要: 因为太赫兹技术可以克服传统无损检测技术的局限性, 具有穿透普通非金属材料等优点, 可被用于分析层状材料的内部结构和内层厚度。本文首先介绍了太赫兹时域光谱系统 (THz-TDS) 在透射模式下的工作原理, 然后使用 Rouard 等效界面理论来描述多层结构中波的传播, 推导得到透射模式下太赫兹波在三层介质中的理论传输模型。通过太赫兹时域光谱系统对制备的样品进行了透射成像。结果证明样品内部聚氯乙烯(PVC)薄片的位置和形状等信息可以被探测到, 从而为探测多层材料内部结构提供理论和实验依据。

关键词: 太赫兹时域光谱技术; 无损检测; 多层结构; 缺陷识别

中图分类号: TB332

文献标志码: A

doi: 10.11805/TKYDA2020350

Terahertz detection and recognition of hidden layers in composites

YANG Xiuwei^{1,2,3}, ZHANG Dehai^{*1}, LI Xiangdong³

(1.Key Laboratory of Microwave Remote Sensing, National Space Science Center, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China;
2. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China;
3.Key Laboratory of UWB & THz of Shandong Academy of Sciences, Institute of Automation, Qilu University of Technology(Shandong Academy of Sciences), Jinan Shandong 250013, China)

Abstract: Terahertz technology can be utilized to analyze the internal structure and thickness of layered materials due to its advantages of overcoming the limitations of traditional nondestructive testing techniques and penetrating ordinary nonmetallic materials. The working principle of terahertz time domain spectral system(THz-TDS) on transmission mode is introduced, the wave propagation in multilayer structure is described by using Rouard equivalent interface theory, and the theoretic transmission model of terahertz wave in the three layers of the medium is derived on transmission mode. The transmission imaging is conducted on the prepared samples through the terahertz time-domain spectroscopy system. The results prove that the internal information such as the location and shape of polyvinyl chloride(PVC) sheet can be detected, which can provide theoretical and experimental basis for detecting the internal structure of multilayer material.

Keywords: terahertz time domain spectroscopy; nondestructive testing; multilayer structure; defect recognition

太赫兹波的应用一直是无损检测领域的研究热点。一方面因为它可以克服传统无损检测技术的局限性, 穿透普通非金属材料, 提供非侵入性、非接触性、非电离性的方法, 且无健康风险; 另一方面它能够同时提供材料性能等信息^[1]。近些年的研究中, 在 0.1~3 THz 范围内的太赫兹辐射被用于分析层状材料的内部结构和内层厚度。这些材料包括多层复合材料、热障涂层、多层结构的高分子材料等, 这些材料在可见光和红外光下是不透明的, 但太赫兹波可以穿透。它已经成功地用于表征具有复合结构的材料, 如玻璃纤维增强复合材料(Glass Fiber Reinforced Polymer, GFRP)、集成电路封装、制药片剂、聚合物涂层钢、塑料焊接等, 可以实现对材料的

收稿日期: 2020-07-27; 修回日期: 2020-09-29

基金项目: 山东省重点研发计划资助项目(2019GGX104064)

作者简介: 杨秀蔚(1987-), 女, 在读博士研究生, 主要研究方向为太赫兹无损检测技术。email:youngat2010@163.com

*通信作者: 张德海 email:zhangdehai@mirslab.cn

识别和表征^[2]。文献[3]揭示了 THz-TDS 可以揭示聚合物分子的玻璃化转变温度。文献[4]证明了 THz-TDS 系统可以应用于在线监测聚合物熔体内添加剂浓度的可能性。文献[5]中, 通过太赫兹时域光谱技术测量焊接塑料结构件中的空气分层厚度, 评估焊接质量的方法, 显示了太赫兹(THz)技术在塑料焊接接头质量检验领域的应用前景。由此可见, 太赫兹无损检测技术能够被应用于包含聚合物分子特征表征、在线生产质量监控及聚合物应用过程检测的整个产业链, 显示了太赫兹在聚合物生产过程中应用的潜力。

在对复合结构的聚合物进行 THz 无损检测过程中, 需要对各层厚度、折射率和吸收系数等材料参数进行测量。一般情况下, 太赫兹光谱一般通过透射模式得到各种材料的复折射率, 但是需要已知材料厚度, 而厚度可以通过测厚仪或者反射测量来获得, 反射测量是基于涂层前后表面反射的时间差获得。如果样品太薄, 时间差难以分离, 或者由于法布里-珀罗效应多次反射峰值叠加, 时间差无法准确分离, 导致折射率等参数测量和计算出现误差。为了提高太赫兹测量参数的准确性, 本文讨论了通过太赫兹时域光谱技术的透射模式探测多层结构介质内部隐藏分层的原理和方法。将该方法应用在由聚乙烯粉末与聚氯乙烯薄片压制的片剂样品中, 利用 THz-TDS 系统分析片剂内部聚氯乙烯薄片的位置和形状等信息, 以验证方法的准确性, 为探测多层材料内部结构提供理论和实验依据。

1 实验装置

THz 时域光谱系统被用于检测聚乙烯片剂内部隐藏的聚氯乙烯薄片。该系统由美国 Zomega 公司生产, 系统带宽范围为 0.1~4 THz, 动态范围大于 58 dB, 测量延迟时间达 100 ps。系统可提供透射模式和反射模式^[6]。系统包含光纤飞秒激光器、发射器和探测器。光纤飞秒激光器以 100 MHz 的重复频率发出中心波长为 1 560 nm 的飞秒激光脉冲, 脉冲宽度为 80~90 fs, 激光器的输出功率为 20~30 mW。激光脉冲与光电天线(Photo-Conductive-Antenna, PCA)相互作用产生 THz 脉冲, 太赫兹脉冲宽度为 250 fs, 时域范围为 0 到 100 ps, 分辨力为 0.05 ps, 太赫兹脉冲经过一组透镜聚焦到样品表面, 然后脉冲通过样品内部不同折射率的边界反射或者透射回来, 由另外一组透镜将透射或反射回的脉冲聚焦到探测器上, 将采集到的太赫兹时域脉冲数据传输到上位机做进一步的处理。系统设置为反射模式, 入射角为 0°。太赫兹波的光斑直径为 1 mm, 图 1 是系统结构示意图。为了尽量避免湿度对实验的影响, 空气湿度保持在 25%, 温度为 25℃。

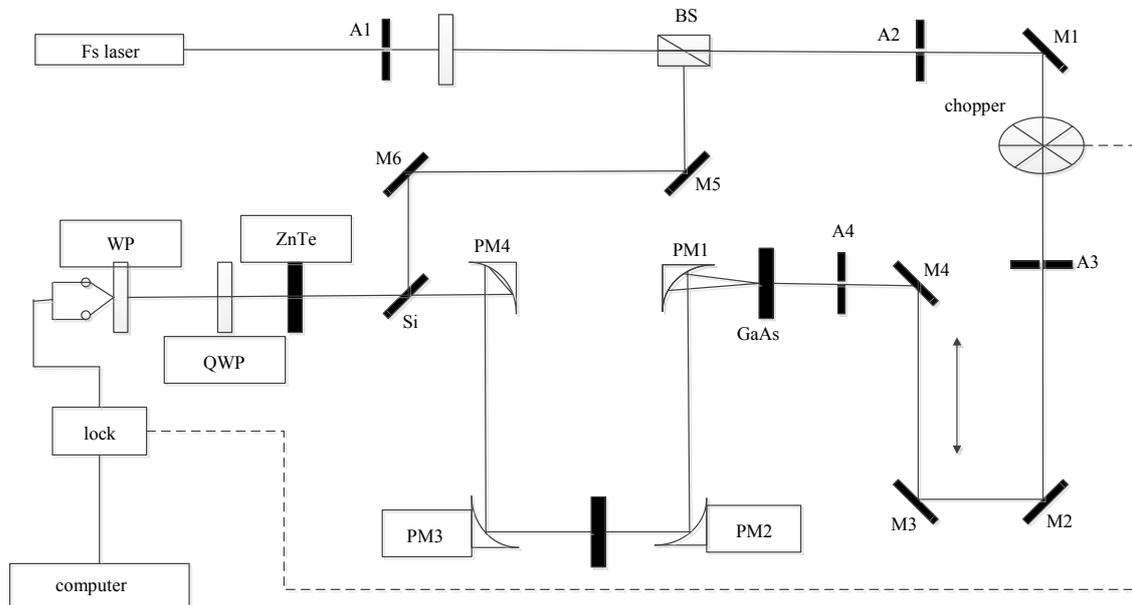


Fig.1 Schematic diagram of transmission mode measurement method
图 1 透射模式测量方法示意图

2 理论原理

太赫兹脉冲在介质中传播时, 透射电场和反射电场包含了关于介质全部的介电信息, 对于满足复合结构的介质, 为获取中间层的未知介电参数, 本文基于传递函数建立模型, 推导适合透射模式的介质参数提取模型, 通过解析方法计算得到厚度、折射率等参数^[7]。

假设太赫兹垂直入射到样品表面, 试样中的各个材料是均匀的, 各向同性且非磁性。太赫兹脉冲入射到内部含有夹层的样品传输模型如图 2 所示^[8], 样品可被看作是三层的结构模型, 样品上表面和下表面均为自由空间, n_0 为自由空间即空气的折射率, n_1 为 PE 折射率, n_2 为 PVC 折射率, $E_{Ti}(f)$ 代表在第 i 层界面处的透射脉冲信号, $E_{Ri}(f)$ 代表在第 i 层界面处的反射脉冲信号。THz 脉冲首先透过空间入射到样品上表面, 在空气-PE 界面产生透射和反射, 然后经过层内衰减, 在 PE-PVC 界面产生透射, 依次类推。经过各层的衰减, 一部分太赫兹波由层与层之间一系列的界面反射回来, 相邻界面之间还会发生重复的透射和反射, 最终一部分, 穿过样品的下表面进入自由空间中^[9]。

为了模拟太赫兹波在多层结构中的传播规律, 使用传递矩阵法建立多层传播模型。该方法用两个 2×2 矩阵对每一层进行建模, $D_{l,l+1}$ 和 P_l 。 $D_{l,l+1}$ 矩阵表示具有不同光学材料常数(包含相应的菲涅尔系数)的第 l 和 $l+1$ 层介质界面之间的太赫兹波的传播, 如式(1)所示。

$$D_{l,l+1} = \frac{1}{t_{l,l+1}} \begin{bmatrix} 1 & r_{l,l+1} \\ r_{l,l+1} & 1 \end{bmatrix} \quad (1)$$

式中: r_{ij} 是相邻介质界面的菲涅尔反射系数; t_{ij} 是相邻介质界面的菲涅尔透射系数。

$$r_{ij} = \frac{n_i - n_j}{n_i + n_j} \quad (2)$$

$$t_{ij} = \frac{2n_i}{n_i + n_j} \quad (3)$$

P_l 代表太赫兹波在第 l 层传播过程中的相位变化, 如式(4)所示。

$$P_l(\omega) = \begin{bmatrix} e^{i\omega \tilde{n}_l d_{l+1}} & 0 \\ 0 & e^{-i\omega \tilde{n}_l d_{l+1}} \end{bmatrix} \quad (4)$$

5 层结构的多层模型可通过矩阵相乘的方法得到总的矩阵 M_{total} :

$$M_{\text{total}} = \prod_{l=0}^5 P_{l,l+1} \cdot D_{l,l+1} = \begin{bmatrix} M_{11} & M_{12} \\ M_{21} & M_{22} \end{bmatrix} \quad (5)$$

因此, 可以得到透射模式下的传递函数为:

$$H_T(\omega) = \frac{1}{M_{11}(\omega)} \quad (6)$$

由此, 透射信号与发射信号之间的关系可以表示为式(7), 从而推导得到透射信号:

$$E_{Ts}(f) = \frac{E_{T1}(f)}{M_{11}} \quad (7)$$

3 实验与结果分析

3.1 样品制备

为了验证多层模型提取参数方法的正确性, 通过实验进行验证。使用聚乙烯粉末(Polythylene, PE)和 PVC 薄片压片得到 PE-PVC-PE 三层结构的样品, 结构如图 3 所示。

首先根据 PE 粉质量制备两种规格的样品, 第一种是 0.3 g 的 PE 粉内嵌 0.2 mm 厚度的 PVC 薄片经过液压机压片, 第二种是 0.2 g 的 PE 粉内嵌 0.2 mm 厚度的 PVC 薄片经过液压机压片, 另外制备无薄片的片剂用于对比。具体过程为: 首先将 0.2 mm 规格的 PVC 薄片裁剪为 1 mm×1 mm 的正方形, 使用精度为 0.001 g 的电子秤称得 0.15 g, 倒入直径为 2 mm 的模具, 粉剂使用较小压力压平之后, 放入裁剪好的 PVC 薄片, 再称得 0.15 g 的 PE 粉, 倒入 PVC 薄片之上, 给予液压机 10 MPa 的压力, 得到片剂。具体质量和片剂厚度如表 1 所示。其中编号为 5 和 8 的样品是无 PVC 的。

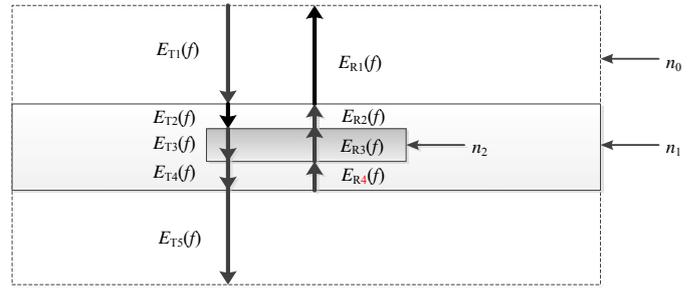


Fig.2 Transmission model of terahertz wave in the interlayer
图 2 太赫兹波在夹层中的传输模型

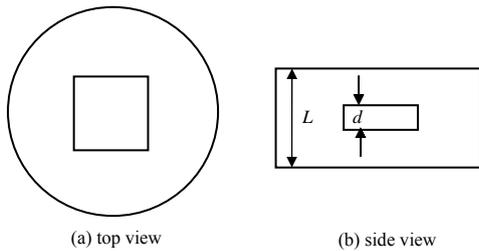


Fig.3 Top view and side view of sample
图 3 样品的俯视图和侧视图

表 1 制备样品的厚度和质量
Table1 Thickness and mass of prepared samples

No.	measuring thickness/mm	mass of pellet/g
1	2.684	0.300
2	2.756	0.300
3	2.695	0.300
4	2.614	0.300
5	1.897	0.200
6	1.913	0.200
7	1.840	0.200
8	1.758	0.200

3.2 结果分析

本文采用的基于太赫兹时域光谱成像系统的透射模式，通过二维扫描台的移动，获取样本每一空间点上是在每一个像素点都有一个时域波形组成，因此可以从每个像素点对应的时域信号或者傅里叶变换频谱中选用任意一个数据点的振幅或相位信息进行成像，从而可以从成像结果中反映出样品的吸收特性或者折射率等信息。二维扫描台扫描速度设置为 0.03 mm/s，扫描间隔为 0.05 mm，通过对样品表面进行扫描成像得到的图像尺寸与实际片剂尺寸大小一致。通过对 6 种透射式成像方法的图像结果对比发现，采用时域最大值成像方法得到的结果最为清晰，能够反映出两种材料消光系数的差异。首先获取样品每个像素点的 THz 脉冲信号，用 x, y 坐标作为索引记录 THz 脉冲信号；将扫描到的 THz 信号重塑为三维矩阵，根据时间对平面进行切片，然后对求得每个脉冲信号最大幅值，进行二维成像。图 4 为依次对编号 1~4 和 6~7 共六组样品的成像结果。圆形轮廓是 PE 粉压制的片剂边缘，方形轮廓是样品内部 PVC 夹层的形状，PE 和 PVC 均为对太赫兹波具有较好穿透性的材料，折射率相差不大，以及太赫兹时域光谱系统各部件产生各种噪声的影响，均会使两种材料的对比度降低。

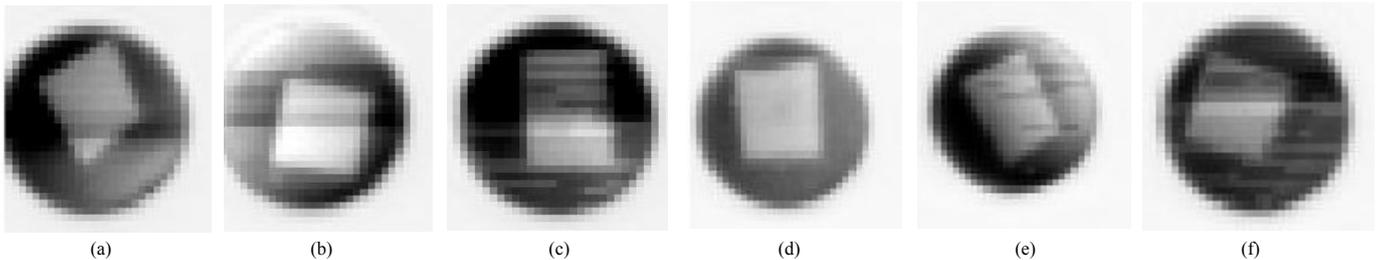


Fig.4 Results of terahertz scanning imaging
图 4 太赫兹扫描成像结果

4 结论

THz 光谱分析已成为一种很有前途的新技术，其应用包括药物、复合材料等检测。本文制备了具有 200 μm 的隐藏分层的三层结构样品，太赫兹时域光谱系统对其进行了成像处理，可以较为明显地区分隐藏分层的位置和结构，验证了太赫兹时域光谱可以探测复合材料结构的有效性。实践表明该系统可以广泛应用于层状结构的可靠性评价。针对实验结果中存在的噪声以及图像分辨率低的问题，需要进一步研究降噪及图像超分辨率重构方法，以达到隐藏层识别的要求。

参考文献：

- [1] PALKA N, KRIMI S, OSPALD F, et al. Precise determination of thicknesses of multilayer polyethylene composite materials by terahertz time-domain spectroscopy[J]. Journal of Infrared, Millimeter, and Terahertz Waves, 2015, 36(6): 578-596.
- [2] STEFFEN Wietzke, CHRISTIAN Jansen, TILMANN Jung, et al. Terahertz time-domain spectroscopy as a tool to monitor the glass transition in polymers[J]. Optics Express, 2009, 17(21): 19006-19014.
- [3] WEBER S, LIEBELT L, KLIER J, et al. Influence of system performance on layer thickness determination using terahertz time-domain spectroscopy[J]. Journal of Infrared, Millimeter and Terahertz Waves, 2020(4): 438-449.
- [4] KIM D H, RYU C H, PARK S H, et al. Nondestructive evaluation of hidden damages in glass fiber reinforced plastic by using the terahertz spectroscopy[J]. International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology, 2017, 4(2): 211-219.