

УДК 629.11.012.533

Профессор В.К. Битюков, доцент А.А. Хвостов,
доцент И.А. Хаустов, доцент Д.И. Ребриков

(Воронеж. гос. ун-т. инж. технол.) кафедра информ. и управл. систем тел. (473) 2553875
E-mail: rebrikov-vgt@rambler.ru

Professor V.K. Bitiukov, associate Professor A.A. Khvostov,
associate Professor I.A. Khaustov, associate Professor D.I. Rebrikov
(Voronezh state university of engineering technology) Department of information and control
systems. phone (473) 2553875
E-mail: rebrikov-vgt@rambler.ru

Использование сложных гармонических сигналов в задачах акустической спектрометрии эластомеров

Using of complex harmonious signals in problems of acoustic spectrometry of polymers

Реферат. В статье рассматриваются особенности определения акустических свойств полимеров с применением ультразвуковых колебаний. Показана возможность определения с помощью одного метода таких показателей качества как спектр времен релаксации полимера и функции молекулярно-массового распределения молекул в растворе, что приводит к увеличению времени проведения измерений. Для сокращения времени возможно сужение диапазона частот ультразвуковых колебаний, наносимых на измеряемый образец, или увеличение такта квантования регистрируемого сигнала с помощью осциллографа. При этом оба варианта приводят к снижению достоверности получаемой информации из-за возможного выхода за пределы эффективного частотного диапазона или потери высокочастотной составляющей регистрируемого сигнала при увеличении такта квантования. Для решения перечисленных проблем предложено использовать сложный гармонический сигнал, являющийся суперпозицией нескольких сигналов. Частоту сигналов необходимо выбирать, исходя из чувствительности каждого определяемого показателя качества эластомера. На конкретных примерах показано, что чувствительность для таких показателей качества как предел прочности и вязкость по Муни существенно зависит от частоты. Для первоначального исследования в случае, когда свойства материала заранее неизвестны и необходимо выявить эффективные диапазоны частот, для каждого определяемого свойства материала предложено использовать сигнал типа «белый шум», который позволит выявить диапазоны частот с наибольшей чувствительностью для каждого измеряемого показателя качества. Что, в свою очередь, связано с равномерным распределением спектральных составляющих частот по всему возможному частотному диапазону. Показана необходимость в определении эффективного диапазона времени регистрации и шага квантования в виду ограниченности технических возможностей средств регистрации электрических сигналов (осциллографов).

Summary. In article features of definition of acoustic properties of polymers with application of ultrasonic fluctuations are considered. The opportunity of definition with single method of such parameters of quality as a relaxation spectra of polymer and function of molecular-mass distribution in a solution that results in increase in time of carrying out of measurements is shown. For reduction of time, may use narrowing of a range of frequencies of the ultrasonic fluctuations rendered on the measured sample, or increase the step of quantization of a registered signal with the oscillograph. Thus both variants result in reduction in reliability of the received information because of a possible extends for limits of an effective frequency range or loss of a high-frequency component of a registered signal at increase in a step of quantization. For the decision of the listed problems it is offered to use the complex harmonious signal being superposition of several signals. Frequency is necessary for choosing proceeding from sensitivity of each determined polymer parameter of quality. On concrete examples it is shown, that sensitivity of such parameters of quality as strength and viscosity on Mooney essentially depends on frequency. For initial research, in a case when properties of a material beforehand are not known and it is necessary to reveal effective ranges of frequencies, for each determined property of a material, it is offered to use a signal such as «white noise» which will allow to reveal ranges of frequencies with the greatest sensitivity each measured parameter of quality. That, it is in turn connected to uniform distribution of spectral making frequencies on all possible frequency range. Necessity for definition of an effective range of time of registration and a step of quantization for a kind of limitation of technical opportunities of means of registration of electric signals (oscillographs) is shown.

Ключевые слова: «белый шум», спектр, математическая модель, акустическая спектрометрия полимеров.

Keywords: «white noise», spectra, mathematical model, acoustic spectrometry of polymers.

© Битюков В.К., Хвостов А.А., Хаустов И.А., Ребриков Д.И., 2014

Термомеханические методы исследования свойств эластомеров находят широкое применение в практике лабораторного и промышленного контроля качества. Термомеханические методы обладают простотой реализации и высокой информативностью, а также позволяют определить большое количество свойств эластомеров и их композитов (аморфность или кристалличность, влияние пластификаторов и наполнителей, температуры размягчения, стеклования, плавления, кристаллизации и т.д.). Широкая сфера применения термомеханического метода привела к созданию разнообразных приборов и методов контроля, предназначенных для определения конкретных показателей качества, использующихся в той или иной отрасли промышленности. Каждый из методов контроля характеризуется своим частотным диапазоном деформации испытуемого образца, температурным диапазоном и соответствующей методике единицы измерения (единицы вязкости по Муни, пластичности по Карреру и т.д.). Современные методы формирования и регистрации механических деформаций, которым подвергается эластомер, позволяют моделировать температурно-частотные условия разных методов контроля в рамках одного прибора, что открывает широкие возможности для создания универсальных, компактных и недорогих систем контроля спектра показателей качества эластомеров.

Разрабатываемая система контроля должна обеспечивать нанесение возмущающего сигнала на испытываемый образец, регистрацию прошедшего через образец сигнала и его обработку с целью соотнесения шкалы измерения регистратора и единицы измерения показателя качества эластомера.

Оценка показателей качества осуществляется по измеряемым акустическим свойствам образца [1]. По измеренным параметрам колебательных процессов, возбуждаемых в образце ультразвуковым преобразователем (амплитуд излученного и принятого сигналов $A_{изл}, A_{пр}$), регистрируемых приемником и осциллографом для передачи на ЭВМ, а также условий проведения измерений (частоты ω , Гц и температуры T , К) и толщины образца (h , м) определяются акустические свойства полимера (α – коэффициент затухания, м⁻¹; c – скорость звука, м/с;) при заданных ω и T :

$$c = \frac{2h}{\Delta t_\alpha}, \quad \alpha = \frac{1}{2h} \cdot \ln \frac{A_{изл}}{A_{пр}}, \quad (1)$$

где Δt_α – время прохождения сигнала от излучателя до приемника.

Анализ проводится как при фиксированных температурах и частотах воздействия, так и на основе акустической спектрометрии (сканировании в частотном или температурном диапазоне с определенным шагом). В результате сканирования формируется множество значений, отражающих распределение акустических свойств полимера по температуре и частоте $\overline{Sak} = \langle \alpha_i, c_i, \omega_i, \Delta\omega, T_i, \Delta T \rangle, i = \overline{1, N}$. По этим значениям осуществляется расчет распределений компонентов комплексного модуля упругости $\tilde{E}$ или тангенса угла механических потерь $tg\delta$ $\overline{Svp} = \langle E_i, \eta_i, tg\delta_i, \omega_i, \Delta\omega, T_i, \Delta T \rangle, i = \overline{1, N}$.

$$\begin{aligned} \tilde{E}(\omega) = E' + i\omega\eta = \rho c^2 \cdot \frac{1 - \left(\frac{\alpha c}{\omega}\right)^2}{\left[1 + \left(\frac{\alpha c}{\omega}\right)^2\right]^2} + \\ + i \cdot 2\rho c^2 \cdot \frac{\frac{\alpha c}{\omega}}{\left[1 + \left(\frac{\alpha c}{\omega}\right)^2\right]^2}, tg\delta = \frac{E''}{E'} \end{aligned} \quad (2)$$

Показатели качества, как правило, увязывают с параметрами кривой, полученной по данным акустической спектрометрии [2]. Например, температура релаксационного или фазового перехода T_n в диапазоне $T \in [T_{n\min}, T_{n\max}]$ при частоте измерения ω_0 определяется как:

$$T_n = \max_T (tg\delta(\omega_0, T)), \quad (3)$$

время релаксации τ_p при температуре T_0 определяется по частотной характеристике тангенса угла механических потерь:

$$\tau_p = \left\{ \max_\omega [tg\delta(\omega, T_0)] \right\}^{-1}. \quad (4)$$

По данным акустической спектрометрии можно оценить спектр времен релаксации полимера [3] и даже функцию молекулярно-массового распределения его раствора [4].

Необходимость оперативности контроля показателей качества требует максимального сокращения суммарного времени цикла анализа, включающего нанесение, регистрацию и обработку результатов воздействия при каждом шаге воздействия в процессе сканирования. Сокращение времени измерения возможно сужением диапазона сканирования или увеличением шага $\Delta\omega, \Delta T$. В первом случае потеря полезной информации возможна в результате

выхода за пределы частотного или температурного диапазона измерения, а во втором – за счет снижения частоты дискретизации.

Выходом из данной ситуации служит использование в качестве возмущающего сигнала не гармонического сигнала одной частоты ω , а сложного гармонического сигнала, являющегося суперпозицией нескольких гармонических сигналов с информативными для конкретной задачи частотами $\omega \in \Omega$, например $\Omega = \{1, 3, 5, 10\}$. Такой подход используется при исследовании динамических систем, таких как радиотехнические цепи [5].

В таком случае для селективности анализа излучаемых и принимаемых после прохождения через образец сигналов необходим способ независимого оценивания потерь для каждой из гармоник. Такие возможности представляет аппарат спектрального анализа [6]. Одним из эффективных способов является разложение исходного сигнала $S(t)$ в диапазоне $t \in [t_1, t_2]$, для которого выполняется условие:

$$\int_{t_1}^{t_2} [S(t)]^2 dt < \infty \quad (5)$$

в систему ортогональных функций $\{\varphi_n(t)\}$:

$$S(t) = C_0\varphi_0(t) + \dots + C_n\varphi_n(t) + \dots = \sum_{n=0}^{\infty} C_n\varphi_n(t). \quad (6)$$

Система представляет собой обобщенный ряд Фурье (6), причем каждый член ряда

$C_n\varphi_n(t)$ является спектральной составляющей, а совокупность коэффициентов $\{C_0, \dots, C_n, \dots\}$ – спектр сигнала $S(t)$. Суть спектрального анализа заключается в определении коэффициентов ряда (6). Кроме того, возможна как аппроксимация, так и разложение $S(t)$ с последующим анализом спектральных составляющих. Таким образом, эффективным средством исследования свойств эластомеров является использование сложных излучаемых акустических сигналов, состоящих из некоторого множества спектральных составляющих $\{C_0, \dots, C_n, \dots\}$. В реальном исследовании предполагается конечное число спектральных составляющих $N \in [n_1, n_2]$, обеспечивающих решение частной исследовательской задачи.

$$S(t) \approx \sum_{n=n_1}^{n_2} C_n\varphi_n(t) \quad (7)$$

Например, метрологические характеристики (чувствительность как отношение изменения измеряемого косвенного параметра к изменению показателя качества и погрешность оценок показателей качества) при измерении предельной прочности при разрыве σ_p и вязкости по Муни Mh по данным экспериментальных исследований [2] существенно зависят от частоты и температуры. В таблицах 1, 2 представлены результаты оценки погрешностей.

Т а б л и ц а 1

Относительные погрешность и чувствительность оценки σ_p для каучука СКС-30

Частота измерения, МГц	0,6	0,6	1,25	2,5
Температура измерения, К	373	293	293	293
Максимальная относительная погрешность, %	28,422	31,796	21,28	7,216
Средняя относительная погрешность, %	14,039	13,992	8,653	4,283
Относительная чувствительность	0,037	0,017	0,287	0,816
Критерий Фишера (расчетный)	0,197	0,352	2,55	3,229

Т а б л и ц а 2

Относительная погрешность и чувствительность оценки Mh для каучука СКС-30

Частота измерения, МГц	0,6	0,6	1,25	2,5
Температура измерения, К	373	293	293	293
Максимальная ошибка, %	1,933	2,465	9,356	9,318
Средняя ошибка, %	0,952	1,438	4,373	3,518
Относительная чувствительность	0,159	0,192	0,033	0,017
Критерий Фишера (расчетный)	4,49	4,6	0,383	0,48

Видно, что наилучшие характеристики по каждому показателю достигаются при определенных частотах ω_{Mh}^* и $\omega_{\sigma_p}^*$

Таким образом, целесообразно вести измерения с использованием сложных гармонических сигналов, представляющих суперпозицию нескольких гармонических сигналов с

частотами, соответствующими максимумам чувствительности и минимуму погрешности измерения для каждого показателя качества в общем случае:

$$S_{\Sigma}(t) = \sum_{n=1}^N A_n \sin(\omega_n t + \varphi_n), \quad (8)$$

и для случая анализа предельной прочности при разрыве и вязкости по Муни:

$$S_{\Sigma}(t) = A_{Mh} \sin(\omega_{Mh}^* t + \varphi_{Mh}) + A_{\sigma_p} \sin(\omega_{\sigma_p}^* t + \varphi_{\sigma_p}), \quad (9)$$

где $S_{\Sigma}(t)$ - сложный гармонический сигнал, $A_n, A_{Mh}, A_{\sigma_p}, \varphi_n, \varphi_{Mh}, \varphi_{\sigma_p}$ - амплитуды и фазы соответствующих составляющих гармоник сложного сигнала.

Далее, используя преобразование Фурье прошедшего через образец и принятого сигнала, определяются зоны частотных диапазонов, соответствующих максимумам в спектре принятого сигнала. Значения функции спектра характеризуют амплитуды соответствующих частот и, следовательно, отражают изменение этих амплитуд с изменением свойств материала в заданном частотном диапазоне (рисунок 1).

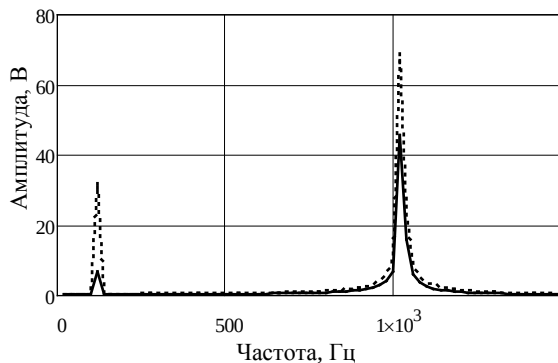


Рисунок 1. Пример амплитуд сигнала для определения двух показателей качества

Однако на первом этапе исследований заранее не известен набор необходимых для исследования частот или хотя бы их диапазон. В таком случае для исследований и выявления необходимых частотных диапазонов можно использовать сигнал типа белый шум, спектральные составляющие которого равномерно распределены по всему диапазону задействованных частот.

$$S(\omega) \rightarrow \text{const}, \forall \omega \in (-\infty; +\infty) \quad (10)$$

Одним из эффективных способов его использования является определение частотных характеристик динамических систем, т.к. амплитудно-фазовая частотная характеристика линейной системы есть отношение преобразования Фурье выходного сигнала к преобразова-

нию Фурье входного сигнала [5]. Также воздействие сигнала белый шум на вход системы используется в задачах идентификации динамических систем [5].

В генераторах есть возможность синтеза сигналов, моделирующих белый шум. Однако при осуществлении исследований у такого подхода возникает ряд трудностей – вероятность искажений из-за ограничений на время регистрации сигнала белого шума при фиксированном количестве точек сигнала, в связи с ограничением памяти регистратора осциллографа. При малых интервалах времени возникают искажения в низкочастотной области спектра, а при больших сигнал искажается в высокочастотной области ввиду снижения частоты дискретизации и, соответственно, потери информации. На рисунках 2, 3 представлены спектры сигнала белый шум, регистрация велась с помощью цифрового осциллографа RIGOL DS-1102.

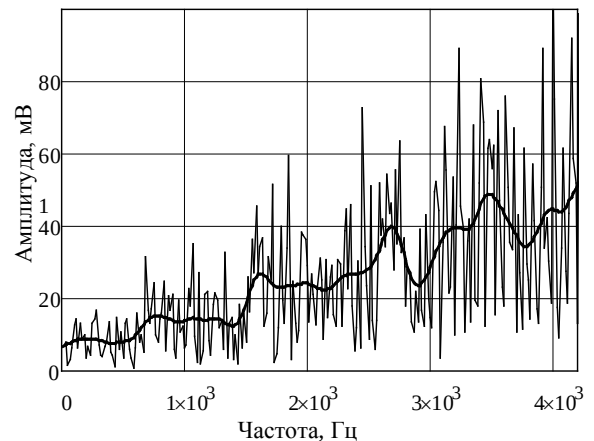


Рисунок 2. Спектр сигнала белый шум, записанный с помощью осциллографа RIGOL DS-1102

Представленные спектры получены для интервалов сигнала белый шум $4 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-2}$ и 1 секунда, для визуализации результатов дополнительно использовалась фильтрация по алгоритму на основе ядра функции Гаусса (рисунок 2). Из представленных на рисунке 3 спектров видно, что с изменением интервала времени, при котором регистрируется спектр, довольно существенно проявляется отклонение от равномерного распределения спектральных составляющих по частотам.

В этой ситуации для синтеза автоматизированных информационно-измерительных систем необходимо разработать методику выбора интервала времени подачи сигнала типа белый шум, который обеспечивал бы приемлемое качество фиксируемого сигнала в смысле равномерности распределения спектральных составляющих в наблюдаемом частотном диапазоне.

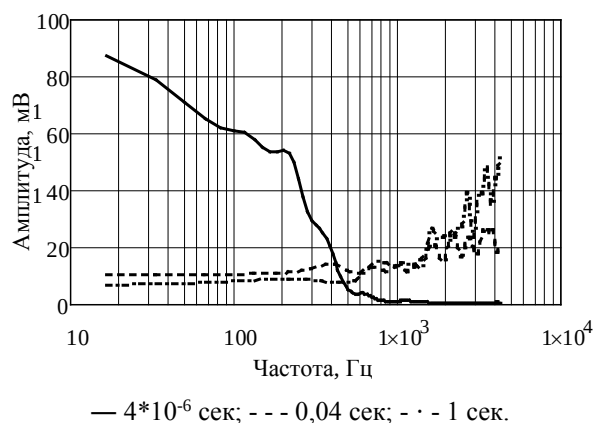


Рисунок 3. Спектры сигналов «белый шум» с различным временем регистрации

ЛИТЕРАТУРА

- 1 Михайлов И.Г., Соловьев В.А., Сырников Ю.П. Основы молекулярной акустики. М.: Наука, 1964. 516 с.
- 2 Битюков В.К. и др. Оценка показателей качества полимера по частотному спектру модуля упругости // Системы управления и информационные технологии. 2008. № 1(31). С. 124-126.
- 3 Honerkamp J. et al. Determination of the relaxation time spectrum from dynamic moduli using an edge preserving regularization method. Rheologica Acta, 2000, vol. 3, no. 2, pp. 163-173.
- 4 Thimm W. et al. An analytical relation between relaxation time spectrum and molecular weight distribution. J Rheol, 1999, no. 43, pp. 1663-1672.
- 5 Дженкинс Г., Ваттс Д. Спектральный анализ и его приложения. М.: Мир, 1971. 316 с.

Таким образом, в системах акустической спектрометрии свойств эластомеров, возможна оценка нескольких показателей качества с использованием сложных гармонических сигналов, что позволит повысить оперативность измерений в частотном диапазоне, обеспечивающем приемлемые метрологические характеристики измерений. Для использования на начальном этапе исследований сигналов в виде стационарного белого шума необходимо разработать процедуру подбора временного окна, при котором обеспечивается равномерность спектральных составляющих излучаемого генератором сигнала.

REFERENCES

- 1 Mikhaylov I.G., Solov'ev V.A., Syrnikov Yu.P. Osnovy molekuliarnoi akustiki [Basics of molecular acoustic]. Moscow, Nauka, 1964. 516 p. (In Russ.).
- 2 Bitukov V.K. et al. Estimation of polymer quality parameters with frequency spectra of strength module. *Sistemy upravleniia i informatsionnye tekhnologii*. [Control systems and Information technology], 2008, no. (31), pp. 124-126. (In Russ.).
- 3 Honerkamp J. et al. Determination of the relaxation time spectrum from dynamic moduli using an edge preserving regularization method. Rheologica Acta, 2000, vol. 3, no. 2, pp. 163-173.
- 4 Thimm W. et al. An analytical relation between relaxation time spectrum and molecular weight distribution. J Rheol, 1999, no. 43, pp. 1663-1672.
- 5 Dzhenkins G., Vatts D. Spektralnyi analiz i ego prilozheniia [Spectral analysis and its applications]. Moscow, Mir, 1971. 316 p. (In Russ.).