

碳/碳多孔防热复合材料压缩性能研究

张尧¹ 卢子兴¹ 杨振宇¹ 张大海² 师建军²

(1 北京航空航天大学航空科学与工程学院,北京 100083)

(2 (航天材料及工艺研究所,先进功能复合材料技术重点实验室,北京 100076)

文 摘 常见高性能热防护材料的力学性能较为薄弱,这成为了飞行器热防护系统发展的瓶颈。因此,如何设计热防护材料,使其具有良好隔热效果同时兼具足够的承载能力,成为当前的研究热点。本文针对碳/碳多孔防热复合材料进行了单轴压缩实验,获得了其压缩应力—应变曲线,研究了其压缩变形特征及相应的失效模式,并通过 SEM 观测变形前后的材料细观结构,分析了材料内部的细观变形机制,也为进一步建立表征材料内部细观结构特征的有限元模型和进行数值模拟研究奠定了实验基础。实验结果表明:材料内部纤维主要沿面内随机分布,呈现出明显的分层现象。受其结构的影响,该材料面内方向力学性能比厚度方向优越。

关键词 碳/碳多孔防热复合材料,细观结构,力学性能,实验测试

中图分类号:V45, TB332, O34

DOI:10.12044/j.issn.1007-2330.2017.05.011

Compressive Properties of Porous C/C Thermal Protective Composites

ZHANG Yao¹ LU Zixing¹ YANG Zhenyu¹ ZHANG Dahai² SHI Jianjun²

(1 Institute of Solid Mechanics, Beihang University, Beijing 100083)

(2 Science and Technology of Advanced Functional Composite Laboratory,

Aerospace Research Institute of Materials & Processing Technology, Beijing 100076)

Abstract Common high-performance thermal protection materials have relatively weak mechanical properties, which became the bottleneck of aircraft thermal protection system development. Therefore, to design thermal protection materials with both good insulation effect and enough load capacity the become current research hot spots. In this paper, the stress-strain curve of the C/C thermal protective composite (C/C composite) was obtained by the uniaxial compressive experiments in order to investigate the compressive deformation and fracture model of C/C composite. Moreover, the microscopic morphology and microstructure deformation of this material were also studied by the SEM observations of the original material and fracture section, which also provide an experimental foundation for the characterization of the internal microstructure to establish the numerical geometric model and FEM simulation. The experimental results show that the fibers in C/C composite are randomly distributed along in-plane direction, which cause the obvious stratification. The mechanical properties of C/C composite in the in-plane direction are superior to those in the out-of-plane direction.

Key words Porous C/C thermal protective composites, Microstructure, Mechanical property, Experiment tests

0 引言

碳/碳多孔防热复合材料因其具有轻质、热导率低、防热品质好等特点,作为隔热材料在飞行器热防护系统中广泛应用^[1-3]。该材料是利用短切碳纤维和酚醛树脂溶液,混合热压成型^[4-5]后经干燥固化、碳化裂解粘结而形成的具有一定承载能力的纤维网状结构。其孔隙率可高达 70%~90%,密度范围为

0.1~0.5 g/cm³^[6-7],由于隔热效果很大程度上依赖于材料的内部微细观结构,在高压气流作用下会因材料内部结构的破坏而导致其热防护效果的降低^[8-9]。目前,国内针对陶瓷纤维隔热瓦力学性能的研究已取得了一定成果:孙陈诚等人^[10]通过气凝胶相的引入,使得陶瓷瓦的隔热性能和压缩强度都有不同程度的提高。近年来关于碳纤维隔热瓦制备工艺对材料力

收稿日期:2017-03-11

第一作者简介:张尧,1992 年出生,博士研究生,研究方向轻质材料和复合材料力学。E-mail:sy14052zy@buaa.edu.cn

学性能的影响也展开了研究:杨威等人^[11]研究结果表明:可以通过控制酚醛树脂溶液浓度来调节短切碳纤维预制体的压缩强度。同样,孙阳^[12]研究也表明浸渍剂浓度是影响复合材料最终密度的主要因素。本文侧重研究碳/碳多孔防热复合材料力学性能及微观变形机制。首先,通过单轴压缩实验获得了材料的应力—应变曲线,并得到了材料的弹性模量、强度和压缩变形特征及相应的失效模式等结果。进一步,还通过显微镜观测变形前后的试样,获得了材料微观结构以及材料内部破坏后的微观观形貌信息,为分析材料变形机制和后续建立数值模型提供了实验依据,

同时为其设计和优化提供了理论依据。

1 实验

如图 1 所示,分别沿材料的面外和面内方向截取试件进行单轴压缩实验。试件尺寸参照 GB/T 1964—1996 多孔碳压缩强度实验方法,取为 20 mm×20 mm×20 mm,且每组有 7 个试件。首先,清洗和烘干试样,使其密度达到测试要求的 0.25 g/cm³。然后,利用电子式万能实验机 WDW-20E 进行材料压缩性能测试,并采用 Model S-570 扫描电镜对材料的微观结构进行观测。

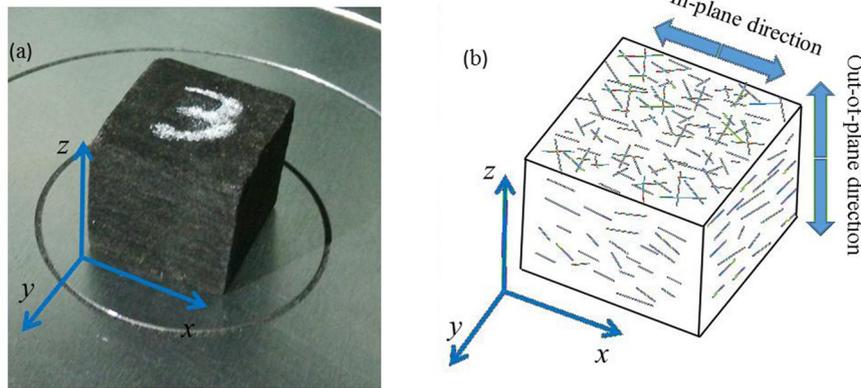


图 1 碳/碳防热复合材料试样形貌及其加载方向示意图

Fig. 1 Schematic representation of porous C/C thermal protective composite materials and the loading direction

2 结果与讨论

2.1 压缩实验结果

从图 2 中可以看出,材料沿面内和面外方向的力学行为具有明显不同的特征。

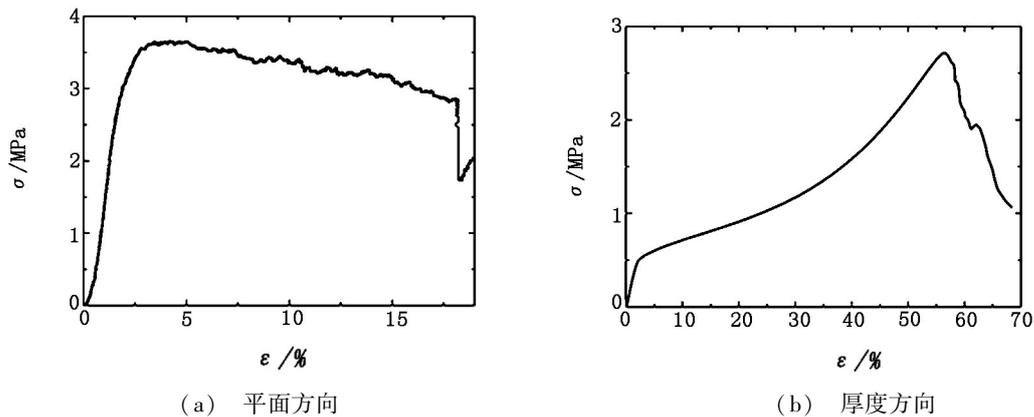


图 2 碳/碳防热复合材料单轴压缩应力—应变曲线

Fig. 2 Stress-strain curves of uniaxial compression for porous C/C thermal protective composites

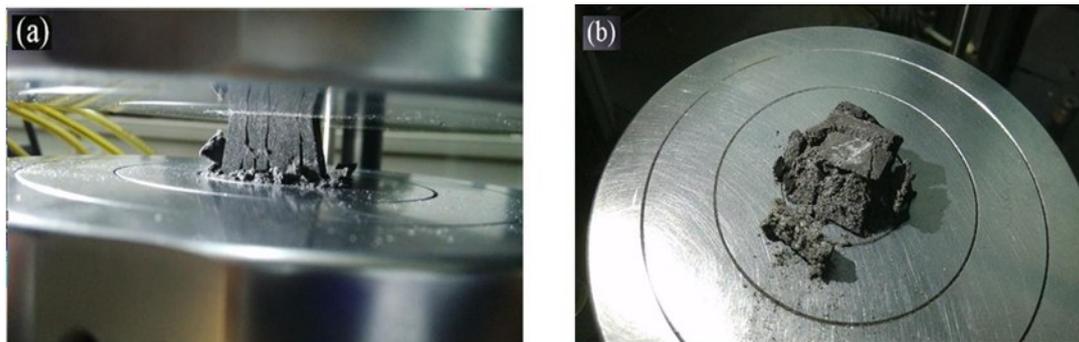
在面内方向加载时[图 2(a)],材料首先表现出线弹性行为,通过线性拟合可得初始段弹性模量为 278.63 MPa。继续施加载荷,材料应力—应变曲线进入非线性段,当应变达到 2.5% 时,最大应力值达到 3.5 MPa。随后,材料的变形机制表现出与理想弹塑性材料类似的屈服行为。随着载荷继续增加,材料发生“分层”损伤破坏[图 4(a)],大量材料分层剥落,宇航材料工艺 <http://www.yhclgy.com> 2017 年 第 5 期

导致材料的承载能力迅速降低,对应的应力—应变曲线在应变为 17% 左右突然降低,材料彻底失效。

如图 2(b) 所示,材料在面外方向的压缩响应类似于典型的泡沫材料:初始的线性段弹性模量为 22.72 MPa,当加载应变达到约 0.5% 时,材料的力学行为表现出与线性硬化弹塑性材料类似的屈服行为,名义屈服强度为 0.516 MPa(初始弹性段切线和硬化

段切线交点应力取为屈服强度)。继续施加载荷,应力应变曲线表现出缓慢上升趋势,此时压缩试件呈现

出明显的密实化现象。当加载应变为 55% 时,压缩试件几乎压成粉粒状[图 3(b)],材料完全失效。



(a) 面内方向压缩试样失效后形貌

(b) 面外方向试样失效后形貌

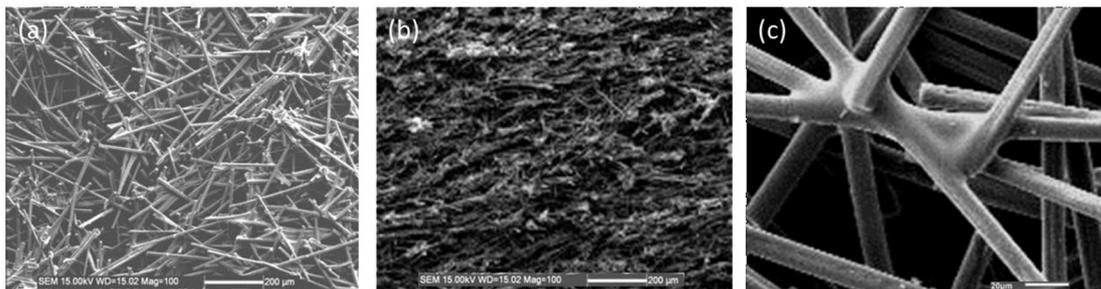
图 3 碳/碳耐热复合材料单轴压缩实验

Fig. 3 Uniaxial compression of porous C/C thermal protective composites

2.2 SEM 观测结果

碳/碳耐热复合材料内部微细观结构如图 4 所示,纤维主要沿面内方向分布,并且纤维在面内的分布几乎是完全随机的[图 4(a)],沿面外方向仅有少量的纤维分布[图 4(b)]。通过统计 SEM 图片中纤维沿面外方向的取向角,发现沿面外方向纤维的取向

部分近似地服从正态分布规律。在随机搭接结构中,纤维近似为直线段,每根纤维上可能存在多个搭接点[图 4(c)],纤维由搭接材料分成若干纤维微段,烧结过程中纤维的挠曲也可忽略,这些微细观结构特征将为后续数值模型的建立以及简化处理提供了实验的观测依据。



(a) 平面方向

(b) 厚度方向

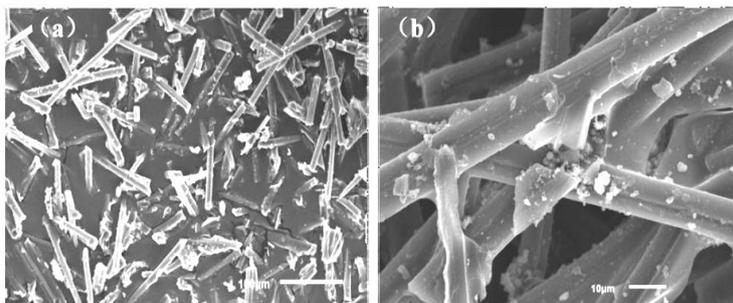
(c) 搭接局部

图 4 碳/碳耐热复合材料内部微观结构示意图

Fig. 4 SEM photos of the microstructure of porous C/C thermal protective composites materials.

面内和面外方向的压缩试件断面进行观测,如图 5 所示。发现绝大部分粉粒都是单根纤维段,很少有搭接结构存在[图 5(a)],而两根纤维间的搭接材料却发生了破坏[图 5(b)]。结合材料各组分的强

度^[13-14]进行分析,因纤维强度为 3.5 GPa,搭接材料一般仅为热解碳强度 0.21 GPa,故可知碳纤维多孔耐热复合材料在压缩载荷下,其中的搭接材料更易于纤维发生破坏。



(a) 试样破坏后粉粒形貌

(b) 搭接处材料破坏

图 5 单轴压缩试件断口 SEM 图片

Fig. 5 SEM photograph of microstructure for fractured porous C/C thermal protective composites specimen

2.3 变形机制讨论

由于碳/碳耐热复合材料中两种组分均为脆性材料,所以这种复合材料的“伪弹塑性”行为不可能由组分材料的屈服引起的。因而,可推测碳/碳多孔耐热复合材料在面内方向上引起的平台应力现象所对应的微细观变形机制为:纤维屈曲和搭接材料渐进损伤,其中搭接材料的断裂会增加搭接点间纤维微段的长度,进一步降低了纤维屈曲的临界载荷。随着载荷的进一步增加,当到达纤维的承载极限,纤维会发生破坏,导致材料承载能力迅速降低。在面外方向上由于材料内部的搭接材料发生渐进式破坏,随着搭接组分的失效,纤维上有效搭接点的数目减少,缺少了搭接组分对于碳纤维的约束作用,使得碳纤维具有更大的变形能力。由于碳纤维材料的力学性能要优于搭接组分材料,所以层间纤维接触后,使得材料仍具有一定的承载能力,在对应的应力—应变曲线中应力出现线性硬化上升。随着载荷的继续增加,纤维达到失效强度后发生脆断,纤维粉粒填充材料内部孔隙结构,使得材料出现类似于泡沫材料的致密化过程,并最终导致材料失效。

3 结论

通过实验研究了碳/碳多孔耐热复合材料的压缩力学行为,获得了材料在面内和面外压缩时的应力—应变曲线,得到了材料的弹性模量、强度和压缩变形特征及相应的失效模式等结果。结果表明:该材料力学性能具有明显的各向异性特性,且面内方向的力学性能远大于面外方向;结合试样断口的 SEM 照片和各组分材料的强度,针对面内方向和面外方向分别提出主要的变形机制。

(1)在面内方向压缩时,搭接材料首先发生破坏,进而增加了搭接点间纤维微段的长度,使得纤维更易产生屈曲变形;随着载荷的增加,逐步到达纤维的承载极限,纤维会发生脆断而导致材料的整体失效。

(2)在面外方向上,搭接材料损伤导致每根纤维上搭接点数目减少,纤维发生转动进而层间纤维发生接触,此时材料仍具有承载能力,随着载荷的增加,纤维发生破坏,破损的纤维颗粒填充材料内部的孔隙,材料发生密实化现象,最终导致材料成颗粒状失效。

参考文献

- [1] WANG Q, MAZE B, TAFRESHI H V, et al. A case study of simulating submicron aerosol filtration via lightweight spun-bonded filter media[J]. *Chemical Engineering Science*, 2006, 61(15):4871-4883.
- [2] VERDON C, SZWEDEK O, ALLEMAND A, et al. High temperature oxidation of two- and three-dimensional hafnium carbide and silicon carbide coatings[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2014, 34(4):879-887.
- [3] DU B, HONG C, ZHOU S, et al. Multi-composition coating for oxidation protection of modified carbon-bonded carbon fiber composites[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2016, 36(14):3303-3310.
- [4] ZHANG J, RAJKHOWA R, LI J L, et al. Silkworm cocoon as natural material and structure for thermal insulation[J]. *Materials & Design*, 2013, 49(49):842-849.
- [5] BAXTER R I, RAWLINGS R D, IWASHITA N, et al. Effect of chemical vapor infiltration on erosion and thermal properties of porous carbon/carbon composite thermal insulation. [J]. *Carbon*, 2000, 38(3):441-449.
- [6] DAVIES I J, RAWLINGS R D. Mechanical properties in compression of CVI-densified porous carbon/carbon composite [J]. *Composites Science & Technology*, 1999, 59(1):97-104.
- [7] DAVIES I J, RAWLINGS R D. Microstructural investigation of low-density carbon-carbon composites[J]. *Journal of Materials Science*, 1994, 29(2):338-344.
- [8] TAHIR M A, TAFRESHI H V, HOSSEINI S A, et al. Modeling the role of microstructural parameters in radiative heat transfer through disordered fibrous media[J]. *International Journal of Heat & Mass Transfer*, 2010, 53(21 - 22):4629-4637.
- [9] 李俊宁,胡子君,孙陈诚,等. 高超声速飞行器隔热材料技术研究进展[J]. *宇航材料工艺*, 2011, 41(6):10-13.
- [10] 孙陈诚,胡子君,李同起,等. 改性陶瓷瓦隔热材料制备和性能研究[C]//郭玉明,等. 复合材料——基础、创新、高效:第十四届全国复合材料学术会议论文集, 2006.
- [11] 杨威,贾献峰,乔文明,等. 刚性短切碳纤维预制体和酚醛浸渍碳烧蚀体的制备及性能[J]. *宇航材料工艺*, 2016, 46(2):13-18.
- [12] 孙阳. 多孔纤维基酚醛树脂烧蚀复合材料的制备及性能研究[D]. 哈尔滨工业大学, 2014.
- [13] 王鹏. 短切碳纤维骨架材料的力学及导热性能研究[D]. 哈尔滨工业大学, 2015.
- [14] 杨敏,孙晋良,任慕苏,等. 热解碳的纳米硬度及弹性模量[J]. *上海大学学报(自然科学版)*, 2008, 14(5):541-545.