加压预处理对软质聚酰亚胺泡沫力学性能的影响

崔志刚　　张　鑫　　马　立

（北京卫星制造厂有限公司，北京　100094）

文　摘　为解决软质聚酰亚胺泡沫初始状态力学性能的不稳定性，采用Solimide® AC-550聚酰亚胺泡沫分别进行不同加压方式及加压压力的预压处理，并对预压处理的试样进行拉伸和压缩性能测试。结果表明：负压预处理对该泡沫所造成的力学性能损伤比正压更大；且在+4 kPa预处理时，可使得该泡沫获得相对稳定的力学性能，满足工程应用的需求。

关键词　聚酰亚胺泡沫，预处理方法，加压，力学性能

中图分类号：V19；TB383　　DOI：10.12044/j.issn.1007-2330.2019.03.010

Effect of Pressure Pretreatment on Mechanical Properties of Soft Polyimide Foam

CUI Zhigang　　ZHANG Xin　　MA Li

（Beijing Spacecraft Factory，Beijing　100094）

Abstract　In order to solve the mechanical instability of the initial state of soft polyimide foam，the Solimide® AC-550 polyimide foam was used for different pressure and pressure pretreatment respectively，and the tensile and compressive properties of the pretreated samples were tested. The results show that the negative pressure pretreatment damages the mechanical properties caused by the foam，and the pre-treatment at +4 kPa can make the foam obtain relatively stable mechanical properties and meet the needs of engineering applications.

Key words　Polyimide foam，Pretreatment method，Pressure，Mechanical property

0　引言

聚酰亚胺泡沫（PIF）作为聚酰亚胺材料重要的应用形式之一，不仅保持了原聚合物耐温、阻燃、耐水及抗辐照等性能，而且还具有质量轻、绝热、吸声等特点，在航空、航天与船舶等多个领域获得了广泛关注。

聚酰亚胺泡沫作为隔热材料已在国外多个航天型号中得到应用，如：凤凰号火星探测器、CHAMP卫星、GRACE卫星等，都起到了良好的隔热、减振效果[1]。国内对聚酰亚胺泡沫的研究较为局限，詹茂盛、王凯等[2-4]对聚酰亚胺泡沫的热稳定性以及隔热性能进行了相关研究，并分析了不同官能团对聚酰亚胺泡沫热力学性能的影响。但由于缺乏实际的工程应用，因而缺少对聚酰亚胺泡沫的力学性能以及应用工艺的研究。Richard J. Silcox的研究表明[5-8]，一定的加压处理可导致聚酰亚胺泡沫压缩模量的降低，但并未区分不同的加压方式及加压压力对该泡沫压缩性能的损伤程度。故本文以此为切入点，对该聚酰亚胺泡沫分别进行不同加压方式及加压压力的预压处理，进而从实验数据与理论分析两个角度去诠释预压处理对该泡沫力学性能的影响状况。

1　实验

实验对象为Solimide® AC-550牌号的聚酰亚胺泡沫（以下简称AC550-PIF），以规格为50 mm×50 mm×40 mm的试验块进行相关实验。加压方式分为：正压（重物加压）和负压（真空加压）；同时为避免泡孔结构的坍塌，加压压力在该泡沫的线性段选取。正负压加压装置如图1所示。

其中正压预处理方式通过调整重物质量来控制对聚酰亚胺泡沫试验块的加压压力；负压预处理方式通过真空加压系统[图1(b)]实现，该系统由真空泵、缓冲瓶、真空控制器、真空袋以及连接管路组成，

收稿日期：2018-08-15

基金项目：十三五民用航天项目（D020208）

第一作者简介：崔志刚，1993年出生，硕士研究生，主要从事聚酰亚胺泡沫力学性能及工艺性的研究工作。E-mail：617757553@qq.com

通信作者：马立，研究员，主要从事聚酰亚胺泡沫、形状记忆复合材料等研究工作。E-mail：2865604117@qq.com

其中真空控制器通过调节抽气量来实现真空袋膜与外界大气间压力差的精确控制，用具有平整表面的模具将聚酰亚胺泡沫试验块与真空袋膜隔开，控制加压的均匀性。



（a） 正压预处理方式　　（b） 负压预处理方式

图1 聚酰亚胺泡沫预处理加压方式

Fig. 1 Pressure pretreatment method of polyimide foam

由初期实验可知，该牌号聚酰亚胺泡沫在8 kPa以下表现为线弹性，分别对该泡沫进行±4 kPa、±6 kPa预压缩处理，两种加压方式的加压时间均为6 h，卸压后待聚酰亚胺泡沫完全恢复，参照GB/T 8813—2008与ASTM C297分别进行压缩与拉伸性能测试。

2 结果与讨论

2.1 聚酰亚胺泡沫初始状态力学性能

AC550-PIF首次压缩完整的应力-应变曲线如图2所示。

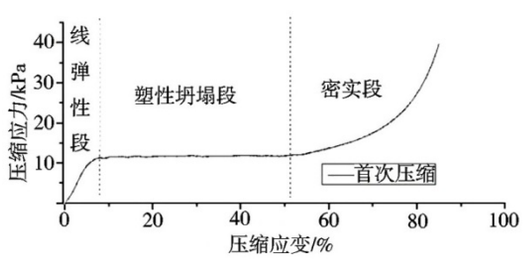


图2 软质聚酰亚胺泡沫首次压缩应力-应变曲线

Fig. 2 First compressive stress-strain curve of soft polyimide foam

由图2可知，聚酰亚胺泡沫首次压缩的应力-应变曲线可分为线弹性段、塑性坍塌段和密实段。其中塑性坍塌段是指泡沫在恒定的载荷下坍塌，出现了一个应力平台，该应力为坍塌应力。

AC550-PIF初始状态力学性能见表1、表2。压缩性能测试分别对试样进行3次3 kPa重复压缩，第4次压至初始厚度的50%，取3~5组坍塌应力与压缩模量的数据得出平均值、C_V值；同样的拉伸性能数据也由3~5组数据取其平均数得出。由表1可知，AC550-PIF初始状态的压缩性能均匀性差。初始状态下，单个试样4次压缩重复的过程中，压缩模量的平均值为137.02 kPa，在113.75 ~ 156.25 kPa内波动，C_V值可达14.44%；坍塌应力的平均值为10.29 kPa，C_V值为4.29%。而拉伸性能相对于压缩性能较为均匀，不同试样之间的离散率也较小，拉伸模量的C_V值仅为3.56%。

表1 AC550-PIF压缩性能

Tab. 1 Compression performance of AC550-PIF

压缩模量/kPa	C_V/%	坍塌应力/kPa	C_V/%
137.02	14.44	10.29	4.29

表2 AC550-PIF拉伸性能

Tab. 2 Tensile properties of AC550-PIF

拉伸模量/kPa	C_V/%	拉伸强度/kPa	C_V/%	断裂延伸率/%	C_V/%
1658.50	3.56	143.74	1.50	11.92	1.59

2.2 正/负压预处理对聚酰亚胺泡沫力学性能的影响

2.2.1 对压缩模量与强度的影响

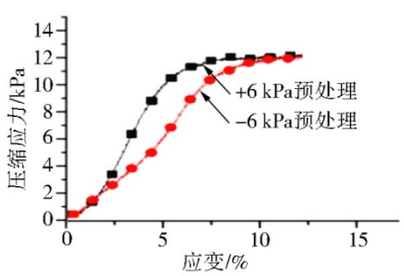


图3 ±6 kPa预处理后AC550-PIF应力-应变曲线

Fig. 3 Stress-strain curves of AC550-PIF after ±6 kPa pretreatment

由AC550-PIF初始状态性能可知，不同试样间力学性能的差异性较大，因此经过不同预处理方式后，不能确定各个试样的压缩性能的差别是由预处理造成或是试样本身差别导致。在经预处理的AC550-PIF应力-应变曲线中，选取经±6 kPa预处理

的曲线(图3)做典型分析,可知该应力-应变曲线在线弹性段均发生明显变化,为比较预处理对聚酰亚胺泡沫力学性能的影响状况,故在同一应力-应变曲线中,分别截预处理压力以下及预处理压力以上的应力段计算压缩模量(1~2 kPa、3~4 kPa等),用以表征力学性能的变化,如表3~表4所示。

表3 ±4 kPa预处理对AC550-PIF模量与强度的影响

Tab. 3 Effect of ±4 kPa pretreatment on modulus and strength of AC550-PIF

预处理/kPa	压缩模量						坍塌应力	C_V/%
	1~2 kPa	C_V/%	3~4 kPa	C_V/%	5~6 kPa	C_V/%		
+4	100.86	8.93	146.09	8.3	143.69	5.47	10.02	2.5
-4	89.76	7.38	153.36	3.0	156.75	6.21	9.87	1.99

表4 ±6 kPa预处理对AC550-PIF模量与强度的影响

Tab. 4 Effect of ±6 kPa pretreatment on modulus and strength of AC550-PIF

预处理/kPa	压缩模量								坍塌应力	C_V/%
	1~2 kPa	C_V/%	3~4 kPa	C_V/%	5~6 kPa	C_V/%	7~9 kPa	C_V/%		
+6	157.14	3.64	220.7	11.11	231.36	7.41	224.9	6.42	11.98	2.5
-6	117.13	2.99	136.8	10.47	163.19	11.43	213.19	6.83	12.78	3.28

由图4可看出,±4 kPa预处理时,经负压预处理的AC550-PIF,在1~2 kPa应力区间内的压缩模量比正压处理的下降得更多;在接近或大于预处理压力时,均在初始状态的范围内波动,故负压预处理对该泡沫所造成的压缩模量损失更大。在±4 kPa预处理状态下其坍塌应力与初始状态基本一致,可知该压力对坍塌应力不造成影响。

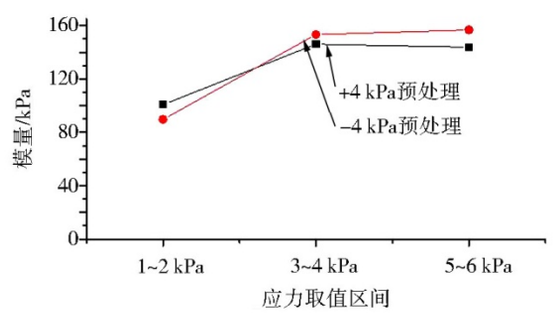


图4 ±4 kPa预处理对聚酰亚胺泡沫压缩模量的影响

Fig. 4 Effect of ±4 kPa pretreatment on compression modulus of polyimide foam

±6 kPa预处理时,正、负压预处理导致各个区间段内压缩模量变化的趋势如图5所示。已知该泡沫在8 kPa以下保持线弹性,经±6 kPa预处理后,在1~2k Pa应力区间段的压缩模量与其他应力区间相比有明显降低,且负压所造成的损失更大。在3~4 kPa、5~6 kPa应力区间内,经负压预处理的聚酰亚胺泡沫压缩模量也有所下降。由此可知,负压预处理对聚酰亚胺泡沫压缩模量造成的损伤程度更深。

综上所述,负压预处理造成压缩模量的损失较正压更多。

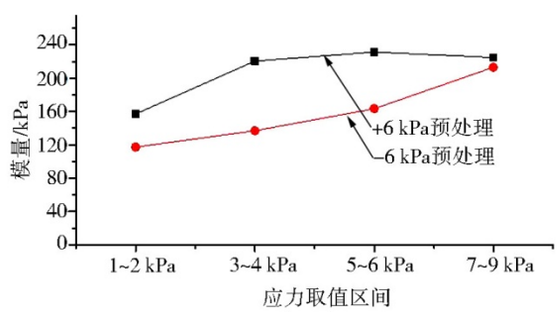


图5 ±6 kPa预处理对聚酰亚胺泡沫压缩模量的影响

Fig. 5 Effect of ±6 kPa pretreatment on compression modulus of polyimide foam

2.2.2 重复加压预处理对泡沫材料压缩模量影响

为验证预处理对压缩模量重复性的影响,对预处理状态的聚酰亚胺泡沫试验块,进行3 kPa压缩重复实验,重复4次统计其C_V值如表5所示。

表5 预处理方式对聚酰亚胺泡沫状态重复性的影响

Tab. 5 Effect of pretreatment methods on the repeatability of polyimide foam

预处理/kPa	C_V/%	预处理/kPa	C_V/%
+4	4.71	+6	2.19
-4	7.14	-6	3.12

由上述实验可知,该泡沫初始状态实验件在重复压缩过程中压缩模量的C_V值最高可达14.44%。经预处理后,该泡沫在压缩重复过程中C_V值均有明显下降,+4 kPa预处理时,C_V值降至约4.71%,可满足工程需要。同时,随加压压力的升高,该C_V值有下降趋势;且相同压力时,正压对C_V值的降低更明显。

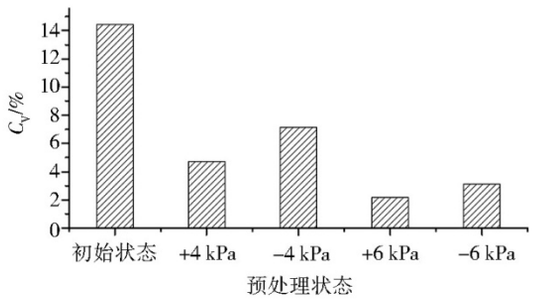


图6　不同处理方式对聚酰亚胺泡沫4次重复 C_V 值的影响

Fig. 6　Effect of different treatment methods on modulus repeatability of polyimide foam

2.2.3　正/负压预处理对聚酰亚胺泡沫拉伸性能的影响

不同预压处理后AC550-PIF的拉伸应力-应变曲线如图7所示。由图7可知，该泡沫拉伸应力-应变曲线20 kPa以内受加载影响的线性度较差，故对其拉伸模量的应力取值范围定义为30～60 kPa，得到不同预处理方式下AC550-PIF的拉伸性能见表6、表7。图7表明，与初始状态相比，经预处理的聚酰亚胺泡沫拉伸模量与断裂伸长率与初始状态相差不大，但拉伸强度有均明显的降低(图8)。其中负压预处理对拉伸强度的影响较大，表明负压预处理对孔壁材料的损伤更大。

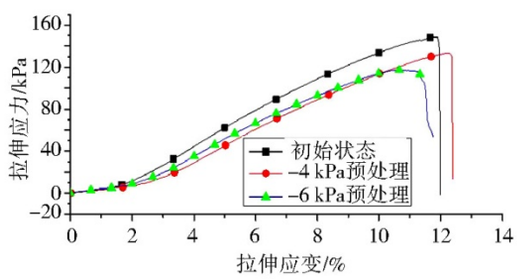


图7　初始状态与经-4 kPa、-6 kPa预处理的AC550-PIF拉伸应力-应变曲线

Fig. 7　Stress-strain curves of tensile properties of AC550-PIF pretreated with -4 kPa, -6 kPa and initial state

表6　±4 kPa预处理时对AC550-PIF拉伸性能的影响

Tab. 6　Tensile properties of AC550-PIF during pretreatment at ±4 kPa

预处理/kPa	拉伸模量/kPa	C_V/%	拉伸强度/kPa	C_V/%	断裂伸长率/%	C_V/%
+4	1621.88	4.15	136.09	1.17	11.42	2.32
−4	1591.99	2.61	131.71	1.01	12.68	0.26

表7　±6 kPa预处理时对AC550-PIF拉伸性能的影响

Tab. 7　Tensile properties of AC550-PIF during pretreatment at ±6 kPa

预处理/kPa	拉伸模量/kPa	C_V/%	拉伸强度/kPa	C_V/%	断裂伸长率/%	C_V/%
+6	1633.2	2.92	124.271	3.91	11.3	5.49
−6	1693.8	5.42	116.79	0.83	11.05	5.2

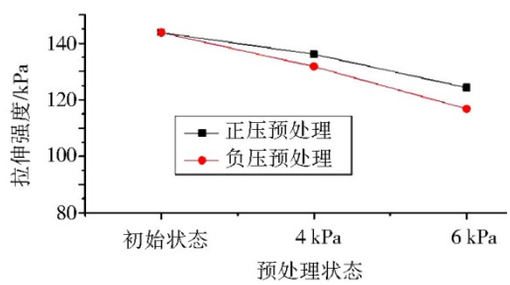


图8　正、负压预处理对拉伸强度的影响

Fig. 8　Effect of positive and negative pressure pretreatment on tensile strength

2.3　泡孔变形机制分析

由Gibson-Ashby对开孔泡沫的变形机制[8]分析可知，开孔泡沫材料的压缩变形共分为3个部分：孔壁弯曲、孔壁轴向变形和孔穴间的流体流动，如图9所示。

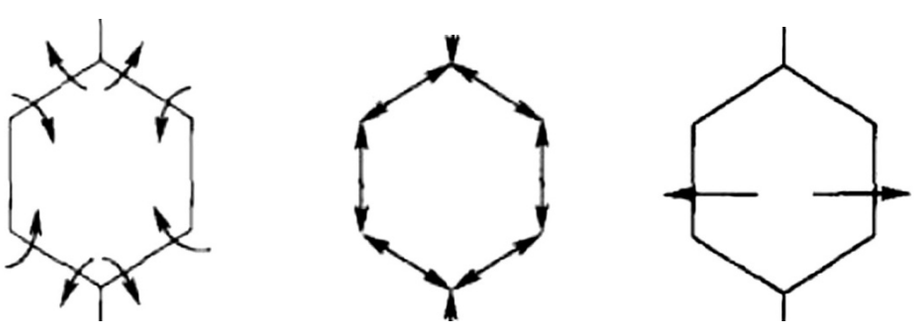


图9　开孔泡沫的变形机制

Fig. 9　Deformation mechanism of foam

为分析正、负压预处理结果的不同，做出以下两点解释。首先是引起变形的原因不同。正压预处理时，由施加的外力引起泡孔产生以上3种变形；而负压预处理时，是由真空袋内和孔穴间的气体被逐渐抽出，从而导致真空袋与外界大气形成压差，引起孔壁弯曲和轴向变形。另一方面，负压预处理孔穴间流体流动对孔壁施加的侧向载荷更大。负压预处理在持续加压过程中，与正压相比孔穴间气体压力更低，即从孔穴间排除的气体体积更大。孔穴间流体流动对孔壁施加的侧向载荷为流体流动的阻力，该阻力 $F=\frac{1}{2}C\rho SV^2$，即与单位时间内排出孔穴的气体体积的平方呈正比。由于正、负压施加的过程时间都较短，忽略时间的影响，则流体流动的阻力与排出孔穴的气体体积的平方呈正比。从而可知，负压预处理孔穴间流体流动对孔壁施加的侧向载荷更大。

综上所述，由于以上原因导致负压预处理对孔壁材料的力学性能损伤比正压更大，致使经负压预处理的AC550-PIF压缩模量和拉伸强度降低更多。

3 结论

（1）相较于正压预处理，负压预处理对AC550-PIF的力学性能损伤更大。故针对该开孔型泡沫设计加压工艺时，应尽量避免负压。

（2）在实际应用中，经+4 kPa预处理的AC550-PIF加压已可满足工程需要。在该泡沫的线弹性压力段，进一步增大压力会增加该泡沫的力学性能损失，可重复性增强，因此可根据实际的工程需求调节该压力大小。

参考文献

[1] WILLIAMS K, WEISER E S, FESMIREL J E, et al. Effects of cell structure and density on the properties of high performance polyimide foams [J]. Polymers for advanced technology, 2005(16): 167-174.

[2] 沈燕侠，潘丕昌，詹茂盛，等. 几种热塑性聚酰亚胺泡沫热力学性能[J]. 宇航材料工艺. 2007, 37(6): 109-112.

[3] 马晶晶，詹茂盛，王凯，等. 薄片状聚酰亚胺多孔材料的研究进展[J]. 宇航材料工艺. 2013, 43(01): 15-19.

[4] 詹茂盛，徐小强，潘晓玲. 水发泡剂对聚酰亚胺泡沫结构与性能的影响[J]. 航空材料学报, 2010(3): 55-60.

[5] SILCOX R J, CANO R J, HOWERTON B, et al. Development of polyimide foam for aircraft sidewall applictions [J]. American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2013 (2): 1-11.

[6] TAKAGI R, TACHIKAWA S, OHMURA T. Measurement and estimation of high-vacuum effective thermal conductive of polyimide foam in the temperature range from 160 K to 370 K for outer space applications[J]. Int. J. Thermophys , 2014(35): 277-289.

[7] TAKAGI R, TACHIKAWA S, NAGASAKA Y. Evaluation of effective emissivity of new thermal insulation using polyimide foam for spacecraft [C]. 2012, 63st International Astronautical Congress.

[8] Gibson L J, ASHBY M F. Cellular solids: structure and properties[M]. Cambridge University Press, 1997.