

CFCC 的几种声学参量表征方法比较

陆铭慧¹ 段涵屹¹ 王旭²

(1 南昌航空大学无损检测技术教育部重点实验室,南昌 330063)

(2 海洋石油工程股份有限公司,青岛 266000)

文 摘 化学气相渗透(CVI)制备的 CFCC 的质量控制非常困难。研究该材料质量的无损检测方法对材料使用及性能表征等都具有重要意义。针对声衰减严重的问题,采用穿透法测量各声学参量,用声速、衰减、非线性等相关参量评价材料的均匀性,同时用金相法进行对比测试。结果表明:声速、衰减、非线性等参量可准确地评价材料均匀性,其中声速评价是最成熟的表征方法。

关键词 连续纤维增韧陶瓷基复合材料,穿透法,声学参量,非线性,材料均匀性

中图分类号:TB553

DOI:10.3969/j.issn.1007-2330.2016.06.011

Comparison of Several Acoustic Parameters Characterization Methods of CFCC

LU Minghui¹ DUAN Hanyi¹ WANG Xu²

(1 Key Laboratory of Nondestructive Test of Ministry of Education, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063)

(2 Offshore Oil Engineering Co. Ltd, Qingdao 266000)

Abstract CFCC prepared by chemical vapor infiltration (CVI) has the difficulty in quality control. It is very important to study the quality of the material, and it has important significance for the material usage and performance characterization. In this paper, the density uniformity and quality of CFCC are evaluated by ultrasonic method. According to the serious attenuation, the penetration method is used to measure the acoustic parameters: sound velocity and attenuation, and nonlinear parameter evaluation material uniformity, and compared the test by the metallographic method. The results show that, attenuation and nonlinear parameter can accurately evaluate material uniformity, the sound velocity is the most mature uniformity characterization methods among them.

Key words CFCC, Transmission method, Acoustic parameters, Nonlinear coefficient, Homogeneity of the material

0 引言

陶瓷基复合材料^[1]具有致命的缺陷——脆性,纤维能增强韧性,从而得到纤维增韧陶瓷基复合材料(CFCC)^[2]。增韧后的材料在提高使用温度的同时还可以达到减重的效果,一举两得,正是当今航空航天等高科技领域所梦寐以求的新型材料^[3-4]。由于 CFCC 先进性与其质量的离散性并存,国际上针对 CFCC 的微观缺陷的检测和模拟研究也在进行中^[5]。超声检测在陶瓷基复合材料领域的研究应用较少。CFCC 具有耐高温、高比强、高比模、抗烧蚀和抗氧化等特点,其密度为钨合金的 1/9~1/10^[6];寿命范围和覆盖的使用温

度都很宽,应用领域^[7-8]。制造 CFCC 最适合的方法是化学气相浸渗法(CVI),该过程会使材料产生密度梯度,其不均匀程度会造成使用过程中材料的损伤。本文通过测试材料声学特征参量—声速、衰减及非线性来评估材料内部质量,根据测得的声速、声波衰减幅值及非线性系数进行成像,并用金相法对其准确性进行验证,最终实现对材料特性的评价。

1 声学参量测试原理

1.1 主要仪器及设备

CFCC 样品,西北工业大学提供,制造温度约 1 000℃,在真空环境中沉积 3 个月,基体是碳化硅,增强体是

收稿日期:2016-01-11;修回日期:2016-07-12

作者简介:陆铭慧,1963 年出生,教授,主要从事超声检测方向研究。E-mail:lunara@163.com

碳布铺层,尺寸为 100 mm×100 mm×4 mm。

声速表征系统采用实验室现有设备搭建。实验系统主要由奥林巴斯 5077 脉冲发射仪,发射、接收换能器和 Tektronix TDS3032B 数字示波器组成。发射换能器选择频率为 2.25 MHz ($\Phi 14$ mm) 或 2.25 MHz ($\Phi 14$ mm) 的 Olympus 直探头。

声衰减表征系统利用实验室现有的超声水浸特征扫描系统可以实现材料的幅值变化成像,利用自制专用夹持装置可实现对试块的快速扫查,并对接收波的幅值进行成像处理,从而得到其衰减特性分布。

RAM-5000-SNAP 非线性超声测试系统,由非线性超声测试系统产生脉冲周期为 20 周期,电压幅值为 200 V,中心频率为 2.5 MHz 的激励信号,依次经过衰减器,高能低通滤波器后,作用在所选用的 PZT 晶片上,使其激发出大振幅超声波,通过耦合剂耦合后进入待检材料中,大振幅超声波与材料中的孔隙等微缺陷相互作用后,由中心频率为 5 MHz 的 Olympus 探头接收,经过高通滤波器滤波后回到测试系统进行信号处理和谐波分析。

BX12 三目正置金相显微镜,上海立光精密仪器有限公司,放大倍数为 100 倍。

1.2 声速评价均匀性

$$\gamma = \gamma_1 + \gamma_2 + \gamma_3 = G_1 f \Phi_1 + G_2 f^3 R_f^3 \Phi_2 + G_{31} f^4 (C^R)^3 \Phi_3^{3n+1} \Phi_{V1} + G_{32} f^2 (C^R) \Phi_3^{n+1} \Phi_{V2} \quad (2)$$

式中, G_1 、 G_2 、 G_{31} 、 G_{32} 分别为与陶瓷、纤维、两种不同孔隙对应的相关常数, f 为声波的频率, Φ_1 、 Φ_2 、 Φ_3 分别为陶瓷、纤维、孔隙的含量, Φ_{V1} 、 Φ_{V2} 为两种孔隙占总孔隙的比例,可通过显微观察测得,而 C^R 也为常数,所以上式可简化为:

$$\gamma = G_0 + G_2 \Phi_3^2 + G_1 \Phi_3^{\frac{4}{3}} \quad (3)$$

式(3)表示衰减系数与孔隙之间的关系,孔隙含量的均匀性可以通过测量材料的衰减情况来确定。用特征扫描得出的接收波幅值结果可以得到材料衰减信息,则对接收波幅值的变化成像,可以得到孔隙含量均匀性的分布。

1.4 非线性评价均匀性

非线性声学的检测原理是利用超声波在材料中传播时,遇到微小缺陷如孔隙等,会相互作用产生非线性响应信号,从而可以利用该信号对材料进行性能评价和对微观缺陷进行检测。在固体介质的运动、物态和连续方程中,非线性项都不能忽略。假设在均匀

$$\mu(x, t) = A_0 \sin(kx - \omega t) - \frac{\beta_1}{8} k^2 A_0^2 x \cos 2(kx - \omega t) + \frac{\beta_2}{24} k^3 A_0^3 x [\cos 3(kx - \omega t) + 3 \cos(kx - \omega t)] \quad (8)$$

式中, k 为波数,其数值为 ω/c ; ω 为角频率,其数值为

实际应用中,材料均匀性的准确评价会直接影响到材料的有效使用^[9]。材料虽为各向异性,各个方向声速不同,但本文中只测量厚度方向声速。材料方向确定后,该方向的弹性常数即确定。

由 Reynolds 和 Wilkinson^[10]提出的理论得出,材料声速 V 与孔隙率 γ 有如下关系:

$$V = V_0 - k\gamma \quad (1)$$

式中, V_0 为无孔隙时介质声速, k 为与纤维体积含量有关的常数。从式中可以看出,材料的孔隙率与声速成反比关系。通过对材料每点声速进行测量,可以反应出材料的孔隙不均匀性,从而对材料的质量进行评价。

1.3 衰减评价均匀性

采用穿透法,发射探头发射声波后,由于复合材料内部不均匀,超声波在穿透 CFCC 材料过程中,被其内部材料反射、散射和吸收,从而导致穿透波信号幅度不同程度的降低。超声波在 CFCC 中的衰减主要由陶瓷、纤维、孔隙对声波衰减造成;及宏观缺陷如分层、夹杂、孔洞等对声波的衰减。本文所使用的试块可排除宏观缺陷的存在,并假定陶瓷、纤维和孔隙所引起的声衰减是各自独立的。

则声波在 CFCC 中的衰减

固体介质中,纵波沿着 x 方向传播,则该介质的一维运动方程式为:

$$\frac{1}{\rho} \frac{\partial \sigma}{\partial x} = \frac{\partial^2 \mu}{\partial t^2} \quad (4)$$

式中, ρ 为材料密度, $\sigma(x, t)$ 为应力变化,当变形较小, x 方向的形变

$$\varepsilon(x, t) = \frac{\partial \mu}{\partial t} \quad (5)$$

而应力 σ 与应变 ε 是非线性的关系。且在一定区间内

$$\sigma = E f(\varepsilon) \quad (6)$$

式中, E 为弹性模量,将(6)式带入(4)中:

$$\frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \mu}{\partial t^2} - \frac{\partial^2 \mu}{\partial x^2} = [f' \varepsilon - 1] \frac{\partial^2 \mu}{\partial x^2} \quad (7)$$

式中, c 为声波相速度,且数值为 $\sqrt{E/\rho}$ 。将 $f(\varepsilon)$ 按幂级数的展开式带入(7)中,并将 $\mu(x, t)$ 以 x 的方幂级数展开,然后化简,最后再按 x 同次方幂合并后得到:

$2\pi f$;又因为 $A_0 = A_1$,且可假设二次谐波幅值 $\cos 2(kx -$

ωt) 为 A_2 , 可以得到:

$$\beta_1 = \frac{8 A_2}{k^2 x A_1^2} = \beta \quad (9)$$

由(9)式可知,在已知频率和样品时,可得到二次非线性系数用以描述信号的基波和二次谐波幅值。但为了更加快捷地求解出系数,将该式简化为:

$$\beta_1 = \beta \sim \frac{A_2}{A_1^2} \quad (10)$$

用非线性系数表征材料的非线性现象,而非线性系数与高阶弹性参数有关系,同时高阶弹性常数与材料的微结构有关系。通过非线性系数的变化可以对本文研究的纤维增韧陶瓷基复合材料的高孔隙率进行表征。

单一频率正弦超声波将与介质间产生非线性相互作用,从而产生高次谐波,可以用二阶非线性系数 β 表征材料的非线性效应。

2 CFCC 声学参量测试方法

由于 CFCC 的平均衰减系数高达 2.5 dB/mm,远高于钢(0.05 dB/mm)、高温合金(0.11 dB/mm)和铝(0.18 dB/mm)。高温合金是目前超声检测中的高衰减难检材料。在实验过程中,采用传统超声脉冲反射法,超声波衰减严重,导致在示波器上无法有效观察到材料的二次底波,甚至有些区域接收不到一次底波,从而无法根据底波对材料的声速进行测量。

图 1 是使用低频探头(2.25 MHz)对试块进行超声脉冲反射法测试的 A 扫时域波形显示,可以看出底波非常杂乱,无法从中提取有效的信息。

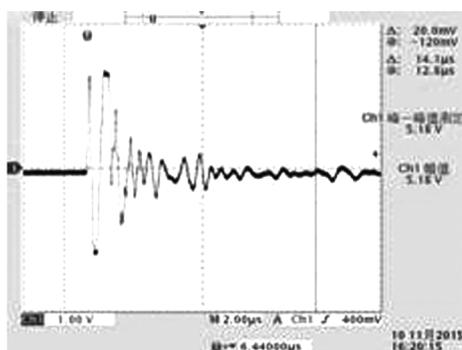


图 1 反射法测试 CFCC 试块

Fig.1 Wave form of CFCC block by reflection method

采用穿透法时,由接收探头接收到的一次波,根据其幅值变化可以了解材料内部的衰减情况。同时,在示波器上,利用起跳点与接收探头接收到的一次波的时间差测量材料声速,如图 2 所示。用已知声速的材料试样验证后,发现该方法能够准确的测量出试块的声速。由于 CFCC 材料高衰减的特征,所以采用超声透射方法来测量材料的声速和衰减特性。

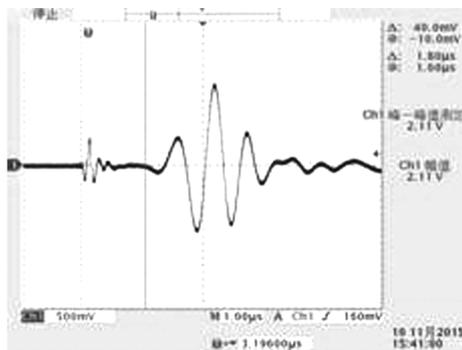


图 2 穿透法测试 CFCC 试块

Fig.2 Wave form of CFCC block by transmission method

3 材料均匀性超声表征

常见复合材料的线性声学表征包括材料声速及声衰减方法的检测^[11],如何解决 CFCC-SiC 的不均匀性和高衰减性带来的声学测量难题是解决材料用超声方法表征的重点。

3.1 声速表征材料均匀性

为了准确测试试块上不同位置的声速,将试样划分成 100 个(10 mm×10 mm)的区域,然后对每个区域的声速进行测量,利用 Matlab 对结果进行处理,结果如图 3 所示。图中竖条数值为试块上的声速范围,其灰度深浅对应试块上相应区域的声速。纵横坐标为试块上 100 个点的顺序。

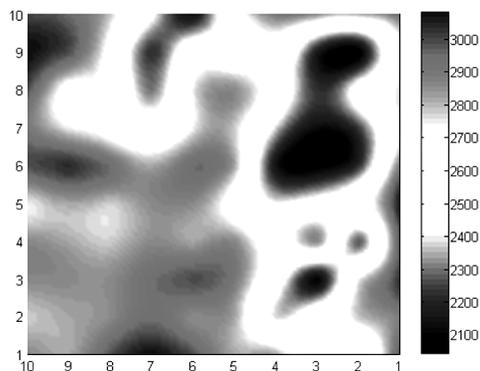


图 3 声速测量结果

Fig.3 Drawing of sound velocity measurement result

从图 3 中可以看出,试块的声速在 2 100~3 000 m/s,声速跨度极大,且变化趋势明显。试块各区域声速分布不均匀,特别是该试块左右两侧差异较大,声速的差异能够反映出材料制备过程中不同区域成分的不均匀以及孔隙含量的不同。虽然该方法能够反映出材料内部的不均匀性,但必须对材料厚度和声波传播时间进行准确测量,才能精确反映材料内部的不均匀性。

3.2 声衰减表征材料材质均匀性

实验所用试块为厚度较小,上下表面相互平行且表面光洁的薄板试块,采用下式计算其声衰减系数:
宇航材料工艺 <http://www.yhclgy.com> 2016 年 第 6 期

$$\alpha = \frac{20\lg\left(\frac{B_m}{B_n}\right) - \delta}{2(n-m)x} \quad (11)$$

式中, m, n 为底波的反射次数, B_m, B_n 为第 m, n 次底波高度, δ 为反射损失, 每次反射约为 $(0.5 \sim 1.0)$ dB, x 为薄板的厚度。

从式中看出, 要计算出试块的声衰减系数, 至少需要知道两次回波的信息, 而即使是改进后的穿透法, 在示波器上也只能得到信号较弱并且很杂乱的一次回波, 所以通过计算衰减系数来得到试块内部衰减信息的可能性较小。而了解试块内部的衰减信息, 除了计算衰减系数的方法, 还可以通过穿透法, 发射探头与接收探头分离, 利用接收探头接收到的幅值变化来评价材料内部的情况。

为了达到可以检测出材料材质均匀性的要求, 根据材料本身的特性, 验证了不同试验参数下的效果, 最终得到了一组最优的试验参数得到实验结果。

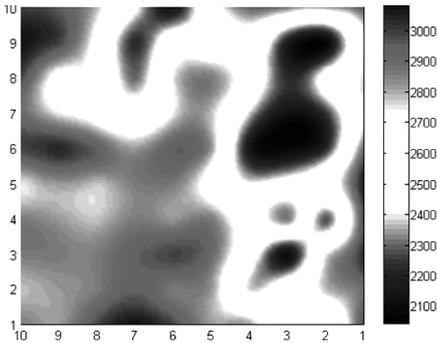


图4 水浸特征扫描幅值成像效果图

Fig.4 The amplitude imaging by water logging F scan

对试样进行水浸特征扫描之后, 利用扫描软件的离线分析功能对采集到的数据进行处理和分析, 图5即为分析软件处理的结果。图中不一样灰度的色块代表不一样的幅值区间, 对应关系如右边竖条所示, 其单位为 dB。试块的接收波幅值在 $0 \sim 100$ dB, 幅值跨度非常大, 接收不到回波的点(颜色灰度较大)与衰减较小(颜色灰度较小)的区域并存, 颜色的不均匀分布可表示出材料孔隙含量分布的不均匀性。试块的幅值跨度越大, 孔隙含量分布越不均匀。

3.3 非线性系数表征材料均匀性

分别计算出每点的二阶非线性系数后, 再用 Matlab 对其进行成像。成像结果如图5所示。该试块相对非线性系数数值大小在 $14 \sim 26$ 之间, 对比已知 RTM 碳纤维复合材料非线性系数在 $1 \sim 7$ 区间, 且非线性系数越大, 则谐波与基波平方比值越大, 即孔隙含量越大。该试块非线性系数跨度较大, 且分布极不均匀。

对比与 3.1 及 3.2 节声学参量测试结果发现, 图像均匀及不均匀区域基本一致。为验证非线性评价的可靠性, 接下来对测试区域进行金相显微照相法验证。

证声学参量表征均匀性的可靠性。

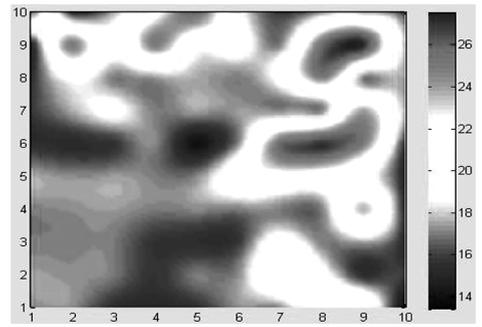


图5 试块超声非线性测试成像结果

Fig.5 Ultrasonic nonlinear imaging test results of CFCC block

4 金相法对比测试

为了验证声速参量与声波幅值衰减参量表征材料内部不均匀性的准确性, 对试验进行了破坏性的检验, 用金相显微镜观察试样的内部结构。根据第3节得到的结果, 选取试块上三个声速及声波幅值衰减差异最大的区域进行取样, 如图6所示, 材料1#位置为试块声速及衰减均匀区域, 2#、4#位置为试块声速及衰减较均匀区域, 3#位置为试块声速及衰减不均匀区域, 取样大小为 $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ 。

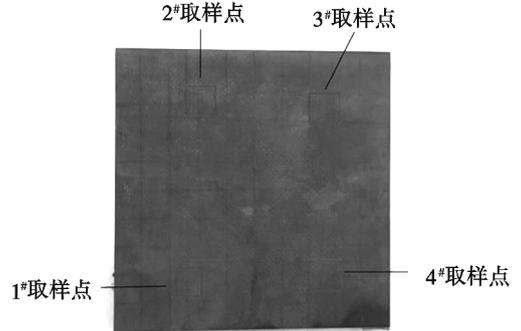


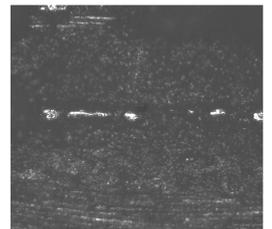
图6 取样点位置

Fig.6 Sampling place

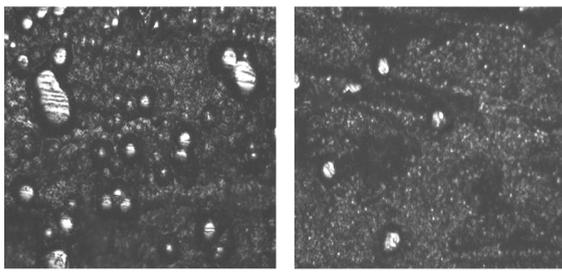
其结果如图7所示, (a) ~ (d) 分别为 1# ~ 4# 试样的观察结果, 图中黑色部分为碳纤维, 灰色部分为陶瓷, 白色部分为孔隙。其中, 1# 试样的孔隙较少, 且孔隙分布较为均匀。3# 试样的孔隙较多, 且分布极不均匀, 孔隙大小也不一致。2# 和 4# 试样的孔隙及其分布情况介于两者之间。其不均匀程度与取样位置声学参量测量出的均匀性一致。同时也表明声学参量评价材料均匀性是有效可行的。



(a) 1#



(b) 2#



(c) 3 μ

(d) 4 μ

图7 试块金相图

Fig.7 Metallographic figure of CFCC block

对比三种方法,其中,衰减方法操作方便,但结果与金相结果差异最大。非线性系数表征作为一种成熟的微观特性检测方法,灵敏度高,与金相结果较为一致,准确性好,但对设备要求高,难以实现自动检测。声速方法容易实现,测量结果重复性较好,且与金相结果最为接近,若可以使用专用设备对其进行测量,声速评价可成为最成熟的均匀性表征方法。

5 结论

针对连续纤维增韧陶瓷基复合材料这一新型材料,本文利用材料声学特征参量,声速、声波幅值衰减以及相对非线性系数来研究 CFCC 材料内部的不均匀性。由于复合材料制备过程造成的材质不均匀,同一试块不同位置声速、声衰减及非线性均存在明显差异。通过实验结果分析可知,材料声速、声衰减以及相对非线性系数能够有效地反映 CFCC 材料内部的孔隙含量及不均匀性。三种方法中,声速应用于实际生产中较容易实现。材料声学特性的较大离散性有助于利用其变化规律,根据声学参量来判断材料不均匀性的变化,定性或定量解决材料性能表征的问题。

参考文献

- [1] 李志永,郑日恒,李立翰,等.冲压发动机针刺 C/SiC 喷管的烧蚀行为研究[J].推进技术,2013(07):956-961,996.
- [2] 史国普.纤维增强陶瓷基复合材料概述[J].陶瓷,2009(1):16-20.
- [3] MAGNANT J, PAILLER R, LE PETITCORPS Y, et al. Fiber-reinforced ceramic matrix composites processed by a hybrid technique based on chemical vapor infiltration, slurry impregnation and spark plasma sintering[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2012.
- [4] 石多奇,牛宏伟,景鑫,等.考虑孔隙的三维编织陶瓷基复合材料弹性常数预测方法[J].航空动力学报,2014(12):2891-2897.
- [5] MORSCHER GREGORY N, SMITH CRAIG, et al. Electrical resistance monitoring of damage and crack growth in advanced SiC-based ceramic composites[J]. American Ceramic Society Bulletin. 2014, 93(7):28-31.
- [6] 陆铭慧,朱颖.无损检测新的机遇与挑战:连续纤维增韧陶瓷基复合材料[J].航空制造技术,2013(4):48-51.
- [7] 张立同.连续纤维增韧碳化硅陶瓷基复合材料[M].北京:化学工业出版社,2009.
- [8] 陈朝辉,等,著.先驱体转化陶瓷基复合材料[M].北京:科学出版社,2012.
- [9] 裴俊峰,邓明晰,等.铝合金板材相对均匀性的声-超声评价研究[J].后勤工程学院学报,2006(4):98-101.
- [10] REYNOLDS W N, WILKINSON S J. The analysis of fiber reinforced porous composite materials by measurement of ultrasonic wave velocities[J]. Ultrasonics, 1978, 16(4):159-163.
- [11] 吴晓波.固体中的超声衰减以及声波传播速度的研究[J].科技信息,2010(24):19.