

陶瓷隔热瓦的缺陷修补

王晓艳 胡子君 孙陈诚 周洁洁 张宏波

(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 分别采用了 MgO、YSZ 和 Al₂O₃ 三种陶瓷粉体和一种含隔热瓦本体成分的粉料对陶瓷隔热瓦缺陷进行修补。研究了修补前后材料的微观形貌、力学及隔热性能。结果表明:采用含隔热瓦本体组成的粉料对陶瓷隔热瓦进行修补,修补部位与本体部位相容性好,且微观形貌相似,仍保持纤维搭接的多孔空间网络结构;修补后试样密度 0.24 g/cm³、室温热导率 0.044 W/(m·K)、压缩强度 0.58 MPa;1 200℃、30 min 热处理后,修补部位与本体部位结合性好,未出现裂纹、凹陷等缺陷,是有效的缺陷修补方法。

关键词 陶瓷隔热瓦,修补,微观结构,力学性能,隔热性能

中图分类号:TB332

DOI:10.12044/j.issn.1007-2330.2017.03.020

Defects Repair for Ceramic Insulation Tiles

WANG Xiaoyan HU Zijun SUN Chencheng ZHOU Jiejie ZHANG Hongbo

(Science and Technology on Advanced Functional Composites Laboratory, Aerospace Research Institute of Materials & Processing Technology, Beijing 100076)

Abstract Ceramic insulation tiles with defects were repaired by introducing high-temperature ceramic powders, such as MgO, YSZ, Al₂O₃ and tile matrix powders. The microstructure, mechanical property and thermal insulation properties of tile before and after repair were systematically investigated. The results show that the powder containing tile matrix powders is the best method to repair the ceramic insulation tile. The part of the complement has good compatibility with the body, and the micro morphology is similar to remain porous network structure. After repairing, the density, thermal conductivity at room temperature and compressive strength of the samples are 0.24 g/cm³, 0.044 W/(m·K) and 0.58 MPa, respectively. After 1 200℃ and 30 min heat treatment, the complement and the tile body have good bonding, cracks, depressions and other defects free.

Key words Ceramic insulation tile, Repair, Microstructure, Mechanical properties, Thermal insulation properties

0 引言

高超声速飞行器在大气中快速、机动飞行,承受长时气动加热,为了保证飞行器主体结构 and 内部仪器设备在许可温度范围内工作,必须使用高效防隔热材料对其进行热防护,以阻止外部热流向内部传递^[1]。刚性陶瓷隔热瓦以其良好的隔热和力学性能,早在 19 世纪 80 年代就成功用作航天飞机的热防护材料而备受瞩目^[2-4]。经过几代的研制和改进,陶瓷材料在力学及隔热性能方面都有了较大提高,目前仍是高超声速飞行器热防护的重要材料方案^[5-7]。刚性陶瓷隔热瓦的主要组分为陶瓷纤维,经过高温烧结后,形成纤维搭接的多孔网络结构,赋予陶瓷隔热材料良

好的力学和隔热性能^[8-9]。这种多孔网络结构经受大面积挤压或碰撞情况下不容易损坏,但是经历尖锐物碰撞后容易形成划痕、裂纹、凹坑和缺角等缺陷。2013 年美国“哥伦比亚号”航天飞机失事的主要原因是其左翼前缘的隔热材料受到发射过程中从燃料储箱上脱落的泡沫隔热板的撞击而破坏,使得航天飞机在再入大气层时,高温气体进入飞行器内部而引起灾难性后果^[10]。本文提出了一种陶瓷瓦的修补技术,主体思路是:不需要对隔热材料进行拆卸、不需要对填充物进行高温处理,不需要施加较大外力,最终获得修补材料与本体材料的性能相当的方法。主要的修补材料选取耐高温的 MgO、YSZ 和 Al₂O₃ 三种耐高温

收稿日期:2017-01-13;修回日期:2017-02-13

第一作者简介:王晓艳,1979 年出生,博士,高级工程师,主要从事防/隔热材料研究工作。E-mail:wxydnwpu@163.com

的陶瓷粉体和一种含隔热瓦本体组成的粉料,配合其它溶剂和室温固化剂等,对隔热瓦进行室温修补。

1 实验

1.1 原料

以石英纤维陶瓷隔热瓦为修补基体,主要由石英纤维和黏接剂,经高温烧结制备而成。修补材料主要由去离子水(自制)、磷酸二氢铝、硅溶胶和耐高温陶瓷粉体组成,其中陶瓷粉体包括 MgO 粉、8YSZ(8%氧化钇稳定氧化锆粉)、Al₂O₃粉(均为市售)和陶瓷瓦本体组成的粉料(将陶瓷隔热瓦磨碎粉化后得到)。

1.2 仪器设备

JD-2 系列多功能电子分析天平(精度 0.01 g),沈阳龙腾电子有限公司;JJ-1 大功率电动搅拌器,常州国华;步入式多用途干燥箱,深圳震昌;高温烧结炉,洛阳安特利尔;APOLLO 300-INCA ENERGY 350/SCG620 扫描电镜,日本 EKO;GMT4204 电子万能试验机。

1.3 试样制备

将 4 组修补材料机械搅拌混合成修补浆液,在陶瓷隔热瓦上钻出同等尺寸的圆柱状的缺陷,将配置的 4 种修补浆液分别填充进去,室温干燥,固化,再填充,干燥,固化,直至填充部位与本体部位基本持平,即获得测试样品。含 MgO 粉、YSZ(钇稳定氧化锆)粉、Al₂O₃粉和陶瓷瓦本体组成的粉料的试样分别定义为 1#~4#。

1.4 测试表征

测量试样的大小和质量,根据 $\rho = m/V$ 得出试样的密度,式中 m 为试样的质量, V 为试样的体积;采用扫描电镜观察试样的微观形貌;根据热流计法测试材料的室温热导率;根据 GB/T 3856—2005 测试试样的压缩强度。采用高温烧结炉对材料进行 1 200℃、30 min 热处理。

2 结果与讨论

2.1 试样修补前后的结构

图 1 显示了陶瓷瓦的空间网络结构。

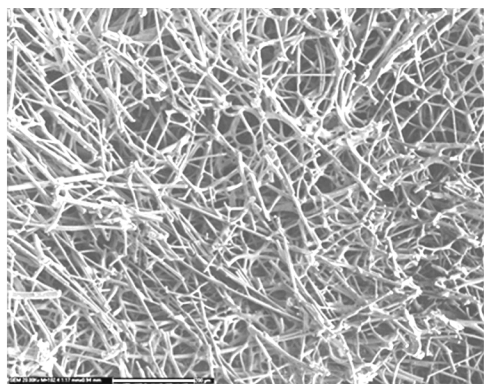


图 1 陶瓷瓦的 SEM 图

Fig.1 SEM image of ceramic insulation tile

在此基础上对陶瓷瓦进行圆柱状缺陷制造并进行修补。结果显示,经过 3 次修补后,1#~3#仍可见收缩,修补面低于瓦本体面,继续增加修补次数,发现经过 6 次修补后,1#~3#均显示了修补部分与陶瓷瓦本体之间没有明显可见裂纹界限,二者相容性较好。进一步对 1#~3#材料修补后的微观结构进行分析、比较,其形貌见图 2。可见,1#~3#的修补部分均非完全致密结构,都呈现多孔形态,为了消除应力集中,在局部也会出现微小裂纹。但是相比瓦本体的纤维搭接网络结构(孔隙尺寸集中在几十微米),修补部分的孔隙尺寸(孔隙尺寸集中在纳米量级)太小。

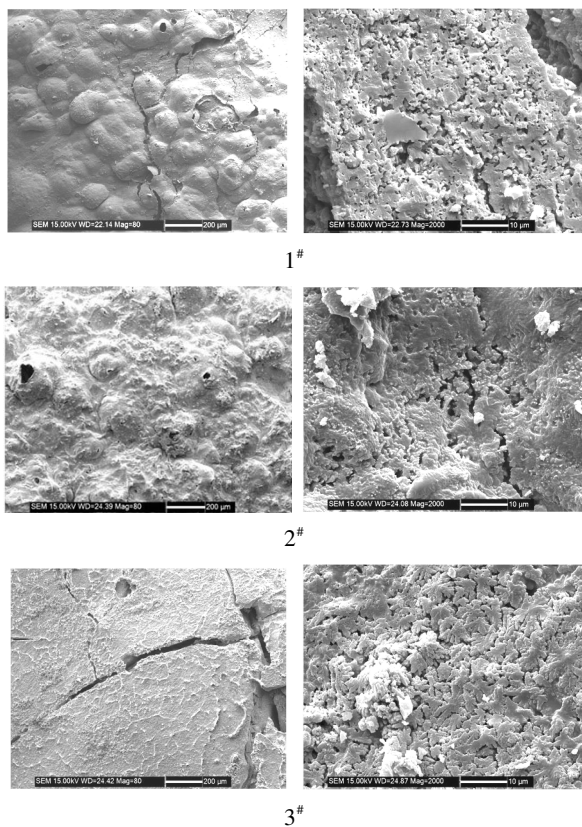


图 2 采用 1#~3#粉料修补后材料的微观形貌

Fig.2 Microstructure of samples after repairing

4#采用陶瓷材料本体纤维粉体进行修补,得到的样品宏观照片和微观形貌见图 3。

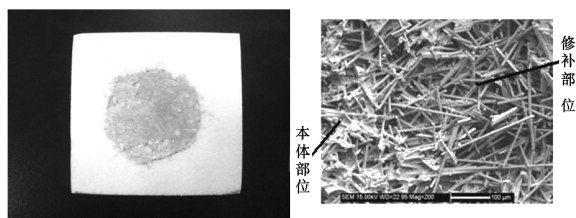


图 3 采用本体纤维粉体进行修补的样品
宏观和 SEM 照片

Fig.3 Photograph and SEM image of sample repaired
by tile matrix powder

可以看出:用 4#修补,修补部位与本体材料的相容性较好,微观结构显示了修补部位与瓦本体相似的宇航材料工艺 <http://www.yhclgy.com> 2017 年 第 3 期

纤维搭接网络结构,推测这种结构有利于保持材料较好的隔热性能。区别在于,修补部位纤维之间基本无可见搭接点,而本体部位纤维之间搭接焊点明显。

2.2 试样修补前后的力学和隔热性能

修补后试样的力学和隔热性能见表 1。

表 1 试样修补前后的性能

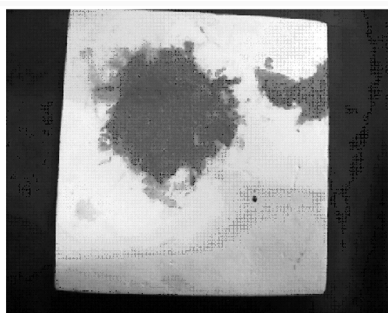
Tab.1 Properties of samples before and after repairing

试样	密度/ $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	热导率/ $\text{W}\cdot(\text{m}\cdot\text{K})^{-1}$	压缩强度/MPa
本体	0.24	0.044	1.29
1#	0.27	0.047	0.61
2#	0.31	0.046	0.78
3#	0.28	0.049	0.83
4#	0.24	0.044	0.58

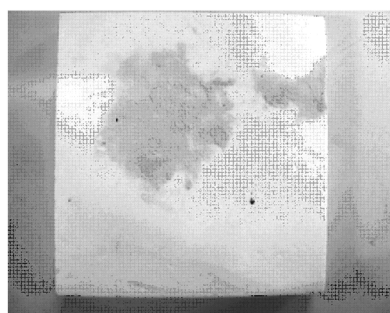
可以看出:1#~3#试样的密度和室温热导率均有所上升,分析是由于修补部位相对比较致密引起的;4#试样的密度和热导率基本没有发生变化,因为成分

和致密度与瓦本体非常相似。4 组修补试样的压缩强度均有一定程度的下降。分析原因:1#~3#尽管材料密度有所增加,但是修补部位相对致密容易引起应力集中,4#尽管微观结构与本体相似,但是由于修补部位未经历高温热处理,导致纤维之间仅是简单接触,未形成搭接焊点,因此在受力情况下纤维之间不能承载传力,导致材料强度下降。

进一步研究材料的耐高温性能,对修补后的材料进行高温热处理,发现 1#试样收缩明显,修补部位与本体完全脱离;2#试样修补处产生明显裂纹,修补部位有所收缩,高度略低于本体部位;3#试样修补处产生微裂纹,修补部位略有收缩,高度基本与本体部位持平;4#试样的修补部位与本体结合良好,没有发生脱落、开裂等现象,如图 4 中所示,说明修补部位与本体相容性较好,且二者的线胀系数相匹配,是一种有效的修补方法。



(a) 热处理前



(b) 热处理后

图 4 材料热处理前后的照片

Fig.4 Photos of sample before and after heat treatment

3 结论

采用了 4 种不同的修补配方,对陶瓷瓦缺陷部位进行室温修补。微观结构显示 1#~3#相对本体比较致密,4#与本体结构相似;修补材料与本体材料性能对比发现:修补试样的密度为 $0.24\sim 0.31\text{ g/cm}^3$,较本体有所增加;修补试样的热导率 $0.044\sim 0.049\text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$,有一定的上升;修补试样的压缩强度 $0.58\sim 0.83\text{ MPa}$,呈现下降趋势。进一步结合材料修补后的耐高温性能,发现,1#~3#试样均有不同程度的收缩,在修补部位和本体之间产生裂纹;4#试样修补部位与本体部位结合性好,未出现裂纹、凹陷等缺陷,是最有效的修补方法。

参考文献

[1] 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.
 [2] BANAS R,CUNNINGTON J G.Determination of Effective Thermal Conductivity for the Space Shuttle Orbiter's Reusable Surface Insulation(RSI)[R].AIAA-1974-0730.
 [3] PARMENTER K,MILSTEIN F,DI C A,et al.Characteriza-

tion of Lightweight Ceramic Ablator Materials[R].NASA report,1999.
 [4] TRAN H,JOHNSON C,RASKY D,et al.Silicone impregnated reusable ceramic ablaters for mars follow-on missions[C].31st AIAA Thermalphysics Conference,AIAA-1996-1819.
 [5] KELLEY H N,WEBB G L.Assessment of alternate thermal protection systems for the space shuttle skitter[R].AIAA-1982-0899.
 [6] 姚红艳,周文孝,程之强,等.硅酸铝纤维/石英复合隔热材料的研制[J].硅酸盐通报,2006,25(4):180-183.
 [7] GLASS D E.Ceramic matrix composite(CMC) thermal protection systems(TPS) and hot structures for hypersonic vehicles[C].15th AIAA International Space Planes and Hypersonic Systems and Technologies Conference. AIAA-2008-2682.
 [8] DARYABEIGI K,CUNNINGTON G R,KNUTSON J R. Combined heat transfer in high-porosity high-temperature fibrous insulations:theory and experimental validation[J].Journal of thermophysics and heat transfer,2011,25(4):536-546.
 [9] WILLIAMS STANLEY D,CURRY DONALD M.Prediction of Rigid Silica Based Insulation Conductivity[R].NASA TP-3276,1993.
 [10] 谢宗燕,孙俊峰.高超声速飞行器翼面前缘半主动金属热防护系统设计与分析[J].航天器环境工程,2013,30(1):1-7.