

# 大锥角重叠缠绕防热层亚缺陷分析

余春安 罗永康 匡松连 尚龙 季雪松

( 航天材料及工艺研究所先进功能复合材料技术国防科技重点实验室 北京 100076 )

**摘 要** 常压固化成型的大锥角重叠缠绕玻璃/酚醛防热层,容易产生在小锥角防热层中不常见的一些缺陷。对大锥角防热层的亚缺陷进行无损检测、烧蚀性能、力学性能及扫描电镜分析,分析表明亚缺陷对材料的结构和性能有一定的影响。

**关键词** 缠绕,亚缺陷,防热层,玻璃/酚醛,烧蚀

## Sub-default Analysis of Bigger Angle Cone Heat Shield Materials Made by Piling up Winding

Yu Chun'an Luo Yongkang Kuang Songlian Shang Long Ji Xuesong

( Aerospace Research Institute of Materials and Processing Technology Beijing 100076 )

**Abstract** Bigger angle cone heat shield of glass/phenolic material via piling up winding and non-pressure curing has some defaults which rarely occur in small angle cone heat shield. It is indicated that the sub-default has influence on materials microstructure and some properties on the basis of NDT, TEM and analysis of ablative and mechanical property.

**Key words** Winding, Sub-default, Heat shield materials, Glass/phenolic, Ablation

### 1 前言

战术导弹中大锥角的弹头防热材料应用较多。依据实际使用环境、生产成本、生产周期等因素加以综合考虑,通常选择传统的玻璃/酚醛、高硅氧/酚醛布带重叠缠绕常压固化工艺。由于酚醛树脂基体在固化过程中放出小分子,容易在试样中形成树脂疏松层,为了判断试样内部疏松的不同程度,我们使用超声探伤法(见《GB1038.1—90》)的喷水式脉冲穿透法来确定存在试样中的两类缺陷及正常区域,在检测过程中,把两类缺陷定义为严重疏松性缺陷和亚缺陷,严重疏松性缺陷的表现形式就是分层性缺陷。亚缺陷是试样从正常区域状态到严重疏松区域状态的一种过渡状态,对于亚缺陷的分析有助于提高制品性能。亚缺陷与分层及严重疏松相比,不容易识别,在超声检测上,我们通常把含有亚缺陷的区

域判为 类区。为了确定这类亚缺陷对制品性能的影响,对含有这类亚缺陷的试样区域进行了解剖对比分析,实验结果表明亚缺陷造成制品的结构疏松和一些性能下降。

### 2 亚缺陷区域性能和微观结构

经过超声检测,初步确定含有亚缺陷的 类区有较多的孔隙存在。为了弄清楚亚缺陷对产品性能的影响,确定一些亚缺陷的微观结构形式。在产品的亚缺陷位置及正常区域,取对比试样,做了四方面的测试。

#### 2.1 小发动机烧蚀性能

亚缺陷对材料烧蚀性能的影响比较复杂,在不同的烧蚀试验条件下,烧蚀材料中树脂基体的裂解、碳化、增强材料(玻璃纤维)熔融的状态和被冲刷的程度有所不同,亚缺陷的存在对烧蚀材料性能的影响

收稿日期:2000-07-15

余春安,1972年出生,本科,主要从事烧蚀复合材料的研究工作

响程度也有所不同。我们对玻璃布/酚醛的锥体防热材料按照《GB1594—93》中的烧蚀试验方法进行试验,结果见表1。

表1 亚缺陷区与正常区域试样小发动机烧蚀性能比较

Tab.1 Ablative comparison of sub-default region with normal region

位置	平均线烧蚀速率/ $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$	平均失重速率/ $\text{g}\cdot\text{s}^{-1}$
亚缺陷区	0.360	8.35
正常区域	0.250	6.77

从表1试验结果平均值来看,在《GB1594—93》规定的烧蚀条件下,含有亚缺陷烧蚀试样的平均线烧蚀速率比正常区域烧蚀试样的平均烧蚀速率偏大。另外,正常区域产品的烧蚀试样烧蚀后的表面也比较光滑。

## 2.2 力学性能

用超声探伤的方法确定制品的亚缺陷区域与正常区域后,采用相同的加工、性能测试方法,对亚缺陷区域和正常区域分别取样进行拉伸强度、断裂延伸率、弯曲强度的对比测试,测试结果见表2。

表2 亚缺陷区与正常区域力学性能比较

Tab.2 Mechanical comparison of sub-default region with normal region

位置	拉伸强度 /MPa	断裂延伸率 / %	弯曲强度 /MPa
亚缺陷区	41.2	0.52	74.7
正常区域	38.7	0.608	78.4

从测试性能数据来看,除了亚缺陷区域的断裂延伸率比正常区域稍微偏小之外,所测试的其它性能数据相差不大。

## 2.3 X射线检测

制取200 mm×300 mm含有亚缺陷的试样做X光探伤测试。根据X光照片的结果,在亚缺陷的区域,试样密度偏低。从X光底片上可以清楚地看到玻璃纤维的排列很均匀,纤维基本上没有扭曲和大的变形,重叠缠绕锥体试样小端的密度比大端的高。

## 2.4 扫描电镜(SEM)分析

宇航材料工艺 2000年 第5期

扫描电镜对于试样的表面微观结构有很直观的表现,对不同断层的亚缺陷区域和正常区域取解剖试样,进行电镜显微观察,见图1~图4。测试试样的尺寸有两种:一种是10 mm×10 mm×7 mm;另一种是10 mm×10 mm×10 mm。试样中模具锥面是从制品与模具接触面加工而来的,布带横截面是从制品的外表面加工出来的,测试试样C1、C2采用第一种尺寸,测试试样C3、C4采用第二种尺寸,厚度为7 mm试样是在厚度为10 mm试样的外表面加工3 mm得到的。C1、C3是探伤合格区的试样,C2、C4是探伤发现类区的试样。



图1 正常区域试样厚度为7 mm的布带横截面电镜照片 48×

Fig.1 SEM photo of 7 mm thickness sample section in normal region 48×

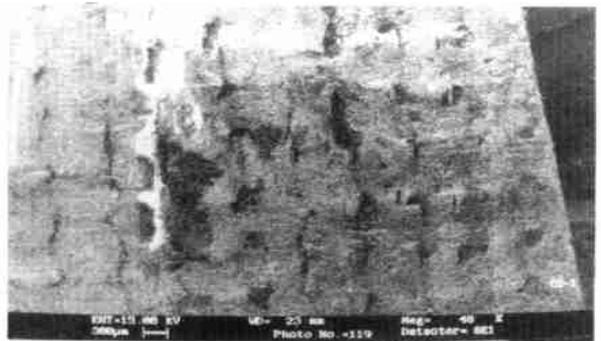


图2 亚缺陷区域试样厚度为7 mm的布带横截面电镜照片 48×

Fig.2 SEM photo of 7 mm thickness sample section in sub-default region 48×

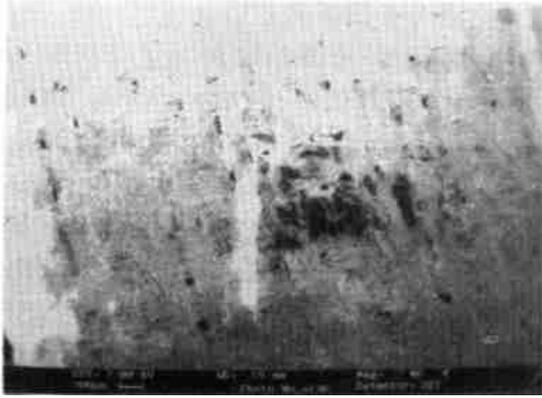


图3 正常区域试样厚度为 10 mm 的布带横截面电镜照片 48 ×

Fig.3 SEM photo of 10 mm thickness sample section in normal region 48 ×

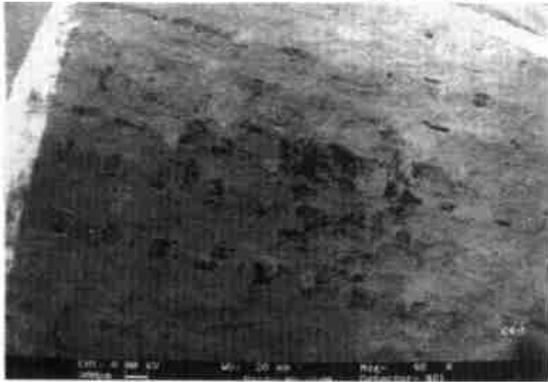


图4 亚缺陷区域试样厚度为 10 mm 的布带横截面电镜照片 48 ×

Fig.4 SEM photo of 10 mm thickness sample section in sub-default region 48 ×

首先采集试样放大 48 倍的电镜照片,显示了试样近 40% 表面积的表面显微结构,将图 1、图 3 与图 2、图 4 的显微结构相对比,在测试试样的布带横截面可以看出 类区的试样比合格区的试样有更多的空隙。将图 2 与图 4 的显微结构相比较,可以观察到厚度为 7 mm 比厚度为 10 mm 类区试样的显微结构有更明显的空隙现象。从试样放大 100 倍、463 倍的显微照片,我们可以更清楚地看出 类区试样的空隙分布状况及布带的层间间隙等明显缺陷,厚度只有 7 mm 的 类区的试样的布带横截面部分层间间隙宽度可以达到 0.2 mm,厚度为 10 mm 的 类

区的试样的布带横面虽然没有明显的层间间隙现象,但有密集的空隙分布。

### 3 结果分析和讨论

试验测试结果表明,亚缺陷能够造成制品烧蚀性能、断裂延伸率、密度的下降,孔隙率的升高。观察扫描电镜图片,在亚缺陷的区域能够观察到较密集的空隙分布和较大的层间孔洞,这些空隙中的气体形成了对超声波较大的衰减,因此解决亚缺陷产生的方法是增加布带之间的树脂粘接和树脂固化时的压力,依据此方法,我们已经克服了制品中的亚缺陷问题。

玻璃/酚醛材料在试验的烧蚀过程中,当烧蚀材料表面温度骤然升高到 1500 左右时,酚醛树脂开始热裂解和碳化,并在基体材料中形成碳化层,此时玻璃纤维吸热变软并成高粘度的粘流态,在材料的烧蚀受热过程中,烧蚀材料表面始终覆盖着一层蜡状高粘度粘流体,并沿材料的厚度方向维持合适的温度梯度。酚醛树脂的热裂解和碳化所形成的碳化层存在着从基体材料中收缩的倾向<sup>[1]</sup>,碳化层成碳的致密程度以及碳化层与基体之间的连接强度对烧蚀性能有较大的影响,亚缺陷区高孔隙率的树脂碳化所形成的碳不够致密,并且成碳时从基体材料中的收缩更强烈,容易形成不够牢固的碳层,在烧蚀的过程中,容易被气流冲刷掉,因而亚缺陷区的平均线烧蚀速率偏大,烧蚀性能下降。

亚缺陷区的孔隙率高,因而密度偏低。布带重叠缠绕防热层的拉伸断裂行为多发生在布层之间,在拉伸状态下,亚缺陷区布层的层间断裂韧性下降,断裂延伸率偏低。

### 4 结论

(1) 布带重叠缠绕试样中亚缺陷的存在形式是密集的空隙分布和较大的层间孔洞。

(2) 在一定的烧蚀条件下,亚缺陷降低了玻璃/酚醛材料的抗烧蚀性能。

(3) 解决亚缺陷产生的方法是增加布带之间的粘接和树脂固化时的压力。

### 参考文献

1 罗永康,彭维舟,王为民.烧蚀复合材料用酚醛树脂研究.宇航材料工艺,1988;(5):36~40