

# 纤维单向缠绕制备 C/C扩张段成型技术

白 侠 李辅安 李崇俊 王增加 张世杰

(西安航天复合材料研究所, 西安 710025)

**文 摘** 在“锥形纤维单向缠绕技术”的基础上进行了碳纤维单向缠绕制备 C/C扩张段成型工艺的探索,制备出了 180 mm C/C扩张段试验件,并对其进行了性能测试及整体探伤。测试结果为:超声探伤分贝差为 15 dB 的缺陷面积小于 5%;沿母线方向层间剪切强度大于 10 MPa,大端环向层间剪切强度偏小;内压爆破压强为 0.6 MPa,破裂模式较好。试验结果表明,采用碳纤维单向缠绕技术制备 C/C扩张段工艺可行。

**关键词** 碳纤维,单向缠绕, C/C扩张段

## Molding Technology of New C/C Divergent Section

Bai Xia Li Fuan Li Chongjun Wang Zengjia Zhang Shijie

(Xi'an Aerospace Composite Materials Institute, Xi'an 710025)

**Abstract** This paper concerns the exploratory study on the fabrication of carbon fiber unidirectional winding C/C divergent section by unidirectional filament winding of cone structure technology, and a 180 mm C/C divergent section is fabricated successfully. The testing results of C/C divergent section are as follows: defective area is less than 5% of the overall divergent section; the axial LSS is more than 20 MPa, but the hoop LSS is less than the axial LSS; internal pressure burst strength is 0.6 MPa and burst pattern is well. It is approved that the fabrication of unidirectional filament winding C/C divergent section is feasible, and it is a new process technology for C/C divergent section.

**Key words** Carbon fiber, Unidirectional filament winding, C/C Divergent section

### 1 引言

C/C扩张段具有质量轻、强度高、烧蚀率低、抗热冲击性好及线胀系数小等一系列优异性能,应用于固体火箭发动机(SRM)喷管上减轻了发动机的惰性质量、降低了喷管的烧蚀率,提高了发动机喷管的可靠性,增加了导弹的射程等,是未来战略导弹先进 SRM 喷管的发展趋势。

目前 C/C扩张段的主要成型工艺有:针刺技术、花瓣铺层技术、三维编织技术、针刺/整体编织复合成型技术和全螺旋纤维缠绕技术等<sup>[1]</sup>。对于 SRM 喷管 C/C扩张段来说,燃气从扩张段内表面通过,内型面纤维的“交叉”易使燃气粒子从交叉处导致纤维脱层,从而影响喷管工作的可靠性。为了使扩张段具有更好的抗烧蚀、抗冲刷及抗剥蚀能力,应该尽量减少碳纤维之间的相互交叉,使碳纤维方向与燃气流方向一致。由于纤维单向缠绕可实现纤维的无交叉缠绕,本文通过应用“锥形纤维单向缠绕技术”进行了碳纤维单向缠绕制备 C/C扩张段的探索。

### 2 实验

#### 2.1 原材料

碳纤维:12K-PAN基 T700碳纤维,日本东丽公司;树脂:热塑性酚醛树脂(RPh),俄罗斯;固化剂:六次甲基四胺;溶剂:工业酒精。

#### 2.2 工艺路线

碳纤维单向缠绕制备 C/C扩张段的工艺过程概括为:优化“锥形纤维单向缠绕技术”程序后输入扩张段芯模尺寸参数与缠绕参数,运行程序后将碳纤维经过 RPh胶液进行缠绕,缠绕至所需尺寸,在空气中静置一段时间后在液压釜中进行加热加压固化,得到扩张段预制体。然后将扩张段预制体机加至最终产品所需尺寸,再进行炭化、致密化等工序,最终制备出密度大于 1.60 g/cm<sup>3</sup>的 C/C扩张段。

#### 2.3 性能测试

- (1)密度、开孔率测试标准按 GB1994—88执行。
- (2)层间剪切强度,试样尺寸为 18 mm ×6 mm ×3 mm,测试标准按 Q/GB97—92执行。

收稿日期:2008-01-08

作者简介:白侠,1980年出生,硕士,主要从事 C/C复合材料的研究工作

(3)探伤标准,采用增益型 HS5 超声探伤仪对 C/C 扩张段进行无损超声探伤,其分贝差大于 15 dB 的缺陷面积应小于 10%。

(4)内压试验,对扩张段实施两端堵头、中间放置橡皮口袋作为内衬,然后接上水泵进行打压,直至扩张段破裂。

### 3 C/C 扩张段成型技术

#### 3.1 纤维单向缠绕技术

碳纤维单向缠绕扩张段是对“锥形体单向纤维缠绕技术”的应用<sup>[2~3]</sup>。在实际应用中,缠绕只发生在芯模锥体段,因此缠绕前必须在锥形芯模的两端安装上针盘工装以满足挂纱需要。其缠绕规律为:缠绕时芯模绕自身轴线转动,绕丝嘴在固定平面内按照特定的速度沿芯模轴线方向往复运动,绕丝嘴带动纤维从芯模大端缠绕到小端后挂在相应的针上,然后芯模反向转动,绕丝嘴带动纤维作返回缠绕到起始端,后将纤维挂在相应的针销上,当缠绕一个单程循环时,芯模旋转一个微小角度,反映在芯模表面为两个带宽,如此往复循环进行,直至纤维纱片均匀布满芯模表面。纤维在锥体芯模上的缠绕轨迹如图 1 所示。

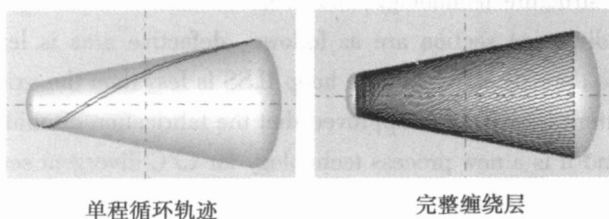


图 1 单向缠绕示意图

Fig 1 Sketch of unidirectional filament winding

纤维单向缠绕最大特点就是实现了纤维的无交叉缠绕,其另一个突出优点是缠绕只发生在锥体段,不经过封头,在编程时不需要考虑封头的解析方程,简化了工艺设计,同时节省了原材料,提高了生产效率。

#### 3.2 扩张段成型工艺

##### 3.2.1 单向缠绕成型

纤维缠绕扩张段是通过芯模的转动和绕丝头的相对运动来实现的,在一个单程缠绕循环过程中,绕丝头的运动状态变化如图 2 所示。绕丝嘴首先从大端 A 点起开始运动,其走向是 A B C D C B A,丝嘴带动纤维经过这六段的往复运动后又回到起始点 A,完成了一个完整的缠绕循环。

在缠绕过程中,绕丝头始终在包络体曲面内运动(图 2),包络体是以芯模主轴为轴线,到芯模表面距离为  $H_0$  的一个锥体。为了使在端头挂纱准确,应尽可能使包络体靠近芯模轮廓。

缠绕结束后,在扩张段的大端与小端的直筒段缠绕若干层环向纤维,一来可勒紧固定缠绕的单向纤维,使纤维紧贴芯模以及消除纤维在小端凹曲面段发

生的纤维架空现象,二来可防止纤维在缠绕结束进行切割针盘处纤维时产生疏松,同时还可防止在固化过程中扩张段因受压而发生纤维错位。

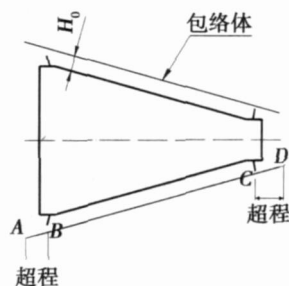


图 2 绕丝头运动状态示意图

Fig 2 Sketch of motion state of feeding head

##### 3.2.2 固化

由于扩张段的特殊形状,选择在液压釜中进行固化,复合材料在液压釜中是以 0.25 /min 的升温速率进行固化的,因此应推算出在该升温速率的峰值温度,以便确定满足实际情况的固化工艺制度。为此测试了 RPh 在三个不同升温速率下的 DSC 曲线,利用外推法<sup>[4]</sup>求出各峰值,结果见表 1。

表 1 RPh 体系 DSC 数据  
Tab 1 DSC results of RPh resin

升温速率 / $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$	峰始温度 / $^{\circ}\text{C}$	峰顶温度 / $^{\circ}\text{C}$	结束温度 / $^{\circ}\text{C}$
10	120	157	173
5	108	145	167
2	101	136	163
0.25 (外推法)	96	128	159

扩张段的固化制度见图 3,应合理控制固化加压制度,以确保合适的复合材料基体含量,这是制作 C/C 复合材料最为关键的部分,因为过高或过低基体含量的树脂基复合材料在炭化过程容易发生分层等缺陷,都不利于树脂基复合材料向 C/C 复合材料转变<sup>[5]</sup>。

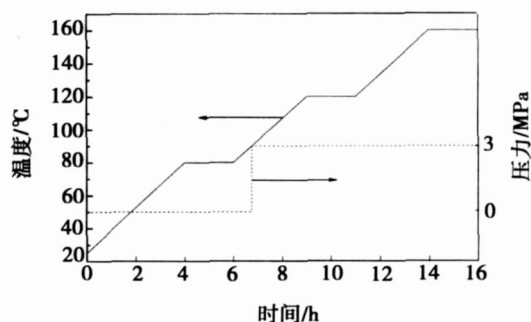


图 3 固化制度

Fig 3 Solidification of divergent section

### 3.2.3 炭化

碳纤维/RPh扩张段预制体的炭化工艺在制备C/C复合材料中起着举足轻重的作用。炭化工艺不合理,树脂基复合材料在炭化过程会发生分层,特别是二维截锥体树脂基扩张段在炭化时较二维层压板更易分层。炭化工艺的核心是升温速率,它是影响碳氢化合物裂解过程的主要因素,因为炭化过程中有大量气体和部分结晶水析出,质量损失高达40%以上,并且加热速率与残碳率密切相关。在加热速率较慢的情况下,碳氢化合物有充分时间进行分解和聚合反应,进行再聚合的分子数增加,残碳率因而增大;加热速率太快,将使制品内外温差增大,制品内部各部位将会发生不同阶段的分解和聚合过程,引起制品内外收缩不一致而产生应力,出现裂纹、分层等缺陷<sup>[5-6]</sup>。对于不同的温度范围,要有不同的升温速率,在热失重剧烈的温度范围内,应采用最小的升温速率,以利于热应力缓慢释放,使挥发份以较小量排出。

扩张段的炭化工艺主要参考RPh的TGA曲线来制定的,图4为固化后RPh的TGA曲线。从RPh的TGA曲线上可以看出在400~500℃热失重最大,因此在此温度段应采用最慢升温速率,使挥发份以较小速率排出,减小挥发份释放压力,并使热应力得到缓慢释放。

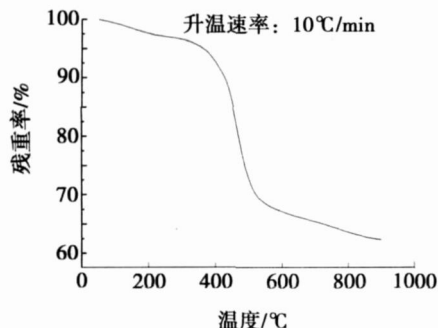


图4 RPh树脂的TGA曲线  
Fig 4 TGA curve of RPh resin

### 3.2.4 致密化

炭化后的扩张段的密度在1.26 g/cm<sup>3</sup>左右,孔隙率达30%以上。本试验对炭化后的扩张段进行300h的化学气相沉积,使密度达1.50 g/cm<sup>3</sup>以上,然后再进行糠酮树脂的浸渍和炭化,以期在缩短周期的前提下,获得性能优异的C/C扩张段。

## 4 结果与讨论

首先对致密后的C/C扩张段进行了无损超声探伤,然后对C/C扩张段进行了解剖性能测试,将扩张段从小端到大端机加为三段:第一段进行了密度和母线方向层间剪切强度测试;第二段进行了内压爆破试

验;第三段进行了密度、环向层间剪切强度和母线方向层间剪切强度。

### 4.1 探伤结果

超声探伤结果为:C/C扩张段仅有一处分贝差大于15 dB的异常区,占整个扩张段面积的3.8%,缺陷面积主要集中在沿固化起皱线上。

### 4.2 层间剪切强度

扩张段性能测试结果见表2,其测试结果可以概括为以下两点:(1)扩张段沿母线方向有较高的层间剪切强度(LSS),且大端母线方向LSS高于小端母线方向;(2)大端处的环向LSS远远小于母线的,母线LSS几乎是环向的三倍多,扩张段各向异性较大。

表2 扩张段性能测试结果

Tab 2 Shear strength of divergent section

密度 /g·cm <sup>-3</sup>	开孔率 / %	LSS/MPa		
		小端母线	大端母线	大端环向
1.62	6.01	10.5	22.1	6.93

对以上结果可从以下几个方面来进行解释:二维C/C复合材料的力学性能与纤维取向存在着很大的关联,在大端纤维几乎是沿母线取向,在环向方向纤维强度分量很少,势必导致环向力学性能小于母线方向,而在小端随着缠绕角的增大,纤维在环向方向的分量超过了沿母线方向的分量,因此母线方向LSS变小,相应的环向LSS应该增大。

### 4.3 内压爆破试验结果

仅从LSS单一指标很难说明扩张段整体力学性能的好坏,因此本课题采用内压爆破试验来对扩张段的整体性能进行表征。内压爆破试验的目的是为了检查在内压工作情况下扩张段各部位变形的一致性及其协调性,考核该工艺的稳定性以及内部缺陷状况。

对于锥形壳体,在高度很小的范围内可以视为圆柱形状,因此可以近似采用圆柱压力容器计算环向强度,环向强度按内压强度公式计算:

$$\sigma = pR/t$$

式中:  $\sigma$ ——环向强度;  $p$ ——内压;  $R$ ——破坏点的半径;  $t$ ——破坏点的厚度。

对C/C扩张段进行了内压爆破试验,内压爆破加载程序为0 MPa 0.2 MPa 0.4 MPa ..... 爆破。试验充压至0.6 MPa保压后在升压过程发生破裂,扩张段首先从大端处破裂,随后断裂口延伸至小端,沿母线发生断裂,计算环向强度为16.7 MPa。

在进行内压试验时,扩张段是从强度最为薄弱处

(下转第69页)

## 参考文献

- 1 Rhodes C G, Mahoney M W, Flintoff J G et al Effect of friction stir welding on microstructure of 7075 aluminum. Scripta Materialia, 1997; 36(1): 69 ~ 71
- 2 Squillace A, De Fenzo A, Giorleo G et al A comparison between FSW and TIG welding techniques: modifications of microstructure and pitting corrosion resistance in AA2024 - T3 butt joints Journal of Materials Processing Technology, 2004; 152(1): 97 ~ 105
- 3 Rollin M, Collins E The use of friction welding technology in maritime application A. In: Jata K V, Mahoe M W. Aluminum 2001 - processing of the TMS 2001 aluminum automotive and joining sessions C Indianapolis, America: TMS, 2001: 189 ~ 195
- 4 Ericsson M, Sandstrom R Influence of welding speed on the fatigue of friction stir welds, and comparison with MIG and

- TIG International Journal of Fatigue, 2003; 25: 1 379 ~ 1 387
- 5 Cai Zhizhou, Yang Xinqi, Luan Guohong Effect of oxide array on the fatigue property of friction stir welds Scripta Materialia 2006; 54: 1 515 ~ 1 520
  - 6 Dickerson T L, Przydatek J Fatigue of friction stir welds in aluminum alloys that contain root flaws. International Journal of Fatigue, 2003; 25: 1 399 ~ 1 409
  - 7 Cavaliere P et al Effect of welding parameters on mechanical and microstructural properties of AA6056 joints produced by friction stir welding Journal of Materials Processing Technology, 2006; 180: 263 ~ 270
  - 8 徐灏. 疲劳强度. 北京: 高等教育出版社, 1988: 226 ~ 233

(编辑 李洪泉)

(上接第 65 页)

发生破坏的。扩张段先从大端开始破裂,这主要是由于扩张段大端纤维缠绕角较小,纤维主要提供母线方向强度,而在环向得到的纤维强度分量较小。图 5 是扩张段内压爆破破坏前后的照片,从整体外观上可以看出扩张段的破坏模式为沿一条母线整体断裂破坏,是一种较为理想的破坏形式,这说明设计合理、工艺得当。从断口处看,扩张段破坏同时包括纤维断裂、纤维拔出以及局部界面分层等多种破坏模式。

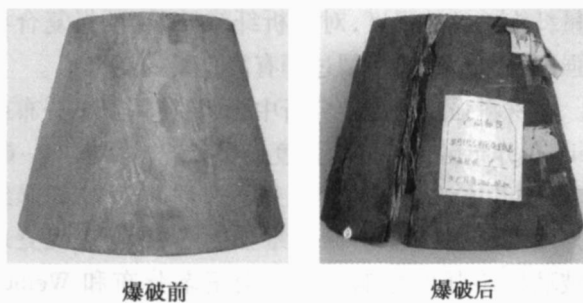


图 5 内压爆破前后扩张段照片

Fig 5 Photo of before and after Hydraulic bursting test

碳纤维单向缠绕 C/C 扩张段的轴向层间剪切强度与整体爆破压强均已达到或超过扩张段的使用指标,但是大端环向 LSS 与环向强度较低,而大端环向力学性能也是整个扩张段最弱点,这是由该工艺本身特点决定的,可以采取在远离燃气的扩张段外层增加大缠绕角缠绕层以提高扩张段环向力学性能。

## 5 结论

(1) 针对 C/C 扩张段特点和现存问题,将“锥形体单向纤维缠绕技术”应用于 C/C 扩张段成型探索研究中,通过一系列工艺实验制备出了 180 mm C/C 扩张段。

(2) C/C 扩张段性能测试结果为:超声探伤结果表明扩张段缺陷面积较小;母线方向的层间剪切强度较高,达到了 10 MPa 以上;内压爆破强度为 0.6 MPa,达到了扩张段的性能设计指标。

(3) 工艺实验及性能测试结果表明,碳纤维单向缠绕 C/C 扩张段成型技术是可行的。

## 参考文献

- 1 霍肖旭,曾晓梅,刘红林. C/C 复合材料及碳纤维增强塑料在固体火箭发动机喷管上的应用. 炭素技术, 2001; (3): 23 ~ 26
- 2 王增加. 锥形体单向纤维缠绕技术探索研究. 航天动力技术研究院硕士学位论文, 2004
- 3 王增加,李辅安,刘建超. 锥体结构单向纤维缠绕线型设计及程序设计研究. 玻璃钢/复合材料, 2005; (2): 34 ~ 37
- 4 肖翠蓉,唐羽章. 复合材料工艺学. 长沙:国防科技大学出版社, 1991
- 5 黄发荣,焦杨声. 酚醛树脂及其应用. 北京:化学工业出版社, 2003
- 6 张玉龙. 先进复合材料制造技术手册. 北京:机械工业出版社, 2003

(编辑 任涛)