

X 射线 CT 技术在 C/C 复合材料研究中的应用

李新涛¹ 张东生² 冯志海¹ 赵高文¹

(1 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)

(2 中国科学院上海应用物理研究所,上海 201800)

文 摘 分析了 X 射线 CT 技术的基本原理和成像模式,综述了 X 射线 CT 技术在 C/C 复合材料的密度测量、孔隙率、孔隙形状和分布等量化表征中的应用。同时介绍了 X 射线 CT 图像在 C/C 复合材料力学性能预测和裂纹扩展规律研究中的应用。

关键词 C/C 复合材料,CT 技术,微观结构,力学性能,裂纹扩展

中图分类号:TB33

DOI:10.3969/j.issn.1007-2330.2016.01.007

Application of X-ray CT Technique on Study of C/C Composites

LI Xintao¹ ZHANG Dongsheng² FENG Zhihai¹ ZHAO Gaowen¹

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

(2 Shanghai Institute of Applied Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800)

Abstract In the present paper, the basic physics and imaging modes of the X-ray CT was firstly introduced, and then its application on measuring the density, analyzing the porosity and determining the shape and distribution of pores of C/C composites was reviewed. Meanwhile, the application of X-ray CT on the prediction of the mechanical properties and the modeling of the crack propagation in C/C composites is introduced in detail.

Key words C/C composites, CT technique, Microstructure, Mechanical property, Crack propagation

0 引言

C/C 复合材料是新材料领域中重点研究和开发的一种超高温材料,具有密度低、高温强度保持率好、抗烧蚀、耐磨损、高导热、耐冲击等一系列优异性能,在各工业领域具有广泛应用。因 C/C 复合材料的高温强度保持率好,可用于超高声速飞行器的热结构部件;因其抗烧蚀,可在航天领域中用于火箭发动机喷管、喉衬等;因其高导热、高强度,可用于核聚变装置面向等离子体材料和核裂变反应堆高温部件^[1-4]。

C/C 复合材料的上述应用决定于其优异性能;C/C 复合材料的性能受其结构控制,而结构受 C/C 复合材料的制备工艺控制。可见,结构是联系 C/C 复合材料工艺-性能的桥梁,同时又是决定应用的关键。C/C 复合材料的结构(包括宏观孔隙、基体微观结构、微裂纹、界面、纤维取向等)从空间尺度上可分

为微观结构、亚微观结构、织态结构和宏观结构四个不同层次。每个层次上的结构组成不同,观察和表征所用的仪器方法也不相同^[5-6]。目前图像分析方法(例如,光学显微镜^[7-10]、扫描电子显微镜^[11-12]、透射电子显微镜^[13-14]) 在 C/C 复合材料结构表征中的应用非常广泛。

图像分析方法在 C/C 复合材料的微观结构表征中存在局限性:(1)分析区域有限,在不损坏样品的情况下,分析区域仅局限于材料的表面,不能对材料内部情况进行深入分析^[15];(2)破坏性分析,对 C/C 复合材料内部结构观察分析需要对样品特殊处理,如对样品切割、抛光和离子减薄等,破坏了样品的真实结构信息^[16]。而 X 射线 CT 技术作为一种新型的无损检测技术能够对材料内部区域进行 2D 切片分析、3D 重构分析,获得详细的样品内部结构信息(密度分

收稿日期:2015-05-22

作者简介:李新涛,1979 年出生,博士,主要从事 C/C 复合材料的研究工作。E-mail:xtlee99@tom.com

联系作者:张东生,1983 年出生,博士,E-mail:zhangdongsheng@sinap.ac.cn

布、孔隙分布、微裂纹等),在复合材料微观结构表征中得到越来越多的应用^[17-20]。本文将介绍 X 射线 CT 技术在 C/C 复合材料微观结构和性能研究中的应用情况。

1 X 射线 CT 基本原理及成像模式

1.1 X 射线 CT 基本原理

能量为 E 、入射强度为 I_0 的 X 射线束,穿过厚度为 dx 的样品材料,由于材料对射线的吸收,透过样品材料的射线强度衰减为 I ,即:

$$I = I_0 e^{-\mu(\rho, z, x) dx}$$

$$I_0 = c \frac{1}{r} i Z_1 V^2 \quad (1)$$

式中, μ 为吸收系数, ρ 为材料密度, Z 为材料复合原子序数, E 为射线能量函数, i 为射线发生器电流, V 为加速电压, r 为焦点至材料的距离, Z_1 为靶材原子序数, c 为常数。

成像的基本原理是: X 射线穿过物体后, CT 探测器接受衰减后的 X 射线强度信号 $I_\theta(l)$ [强度信号与物体在断面 (x, y 平面) 上的射线线性吸收系数 $\mu(x, y)$ 的关系见图 1^[21-22]]:

$$\ln \left[\frac{I_0}{I_\theta(l)} \right] = \int_F \mu(l \cos \theta - t \sin \theta, l \sin \theta + t \cos \theta) dt \quad (2)$$

采用目前 CT 理论中最常用的卷积滤波反投影变换二维重建后:

$$\mu(x, y) = \int_0^n \left[\ln \left(\frac{I_0}{I_\theta(l)} \right) q(l) \right] d\theta$$

$$\ln \left[\frac{I_0}{I_\theta(l)} \right] q(l) = \int_{-F}^F \ln \left[\frac{I_0}{I_\theta(l)} \right] q(l - l') dl' \quad (3)$$

式中, $q(l)$ 为滤波窗口函数。

式(1) ~ (3)表明由 X 射线 CT 扫描仪扫描的数据经重建后形成二维断层图像。X 射线 CT 断层图像获取与重构过程如图 2 所示^[23]。

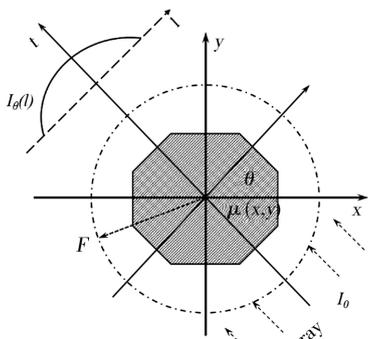


图 1 二维断层投影采样^[21-22]

Fig. 1 2D projection acquisition^[21-22]

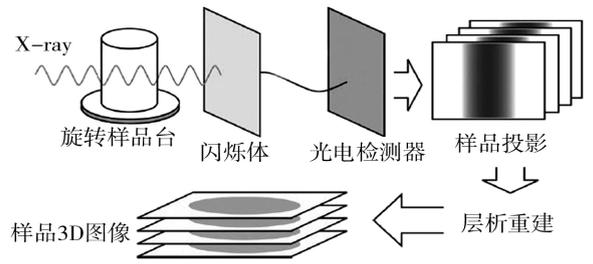


图 2 X 射线 CT 图像获取与 3D 重建示意图^[23]

Fig. 2 Schematic illustration of X-ray CT acquisition and reconstruction processes^[23]

1.2 X 射线 CT 成像模式

根据 CT 成像所用 X 射线源的不同,断层成像可分为球管 X 射线断层成像和同步辐射断层成像。根据 X 射线断层成像模式的不同,可以分为吸收成像、相衬成像和全息成像。图 3 为不同 X 射线 CT 成像方式示意图^[23]。

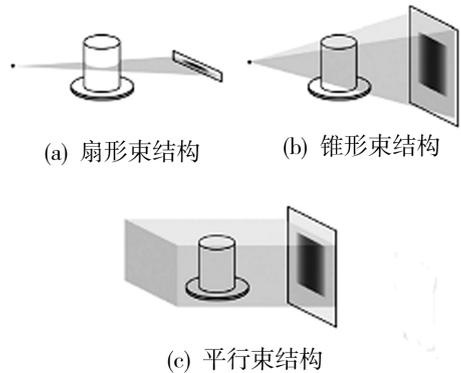


图 3 不同 X 射线 CT 成像方式示意图

Fig. 3 Illustration of different X-ray CT acquisition configurations

(1) 吸收成像模式 (absorption mode): 由于试样中原子序数和密度的不同,造成 X 射线穿过试样时的线性衰减系数不同,在 CT 图像上表现为对比度的差异。因此,试样中成分的线性衰减系数相差越大,则对比度越好,随后的图像定量分析越容易,这即是常规断层图像分析的特点。在同步辐射实验装置上,为了消除 X 射线相位效应,待测试样与探测器的距离较近。这种情况下,若透射 X 射线强度太低,光子统计性差;若透射 X 射线强度太高,试样不同成分之间对比度差。理想的 X 射线透过强度应为入射强度的 10% 左右^[24]。

(2) 相衬成像模式 (phase contrast mode): 若 X 射线部分相干、试样与探测器之间的距离比较大,则在 CT 图像上呈现较大的对比度。X 射线在材料界面处传播,由于相位延迟造成干涉,在 CT 图像上产生明显的对比度。干涉对比度与常规吸收对比度相互叠加可用于进行试样的边缘检测。增加试样与探测器

之间的距离使试样中的边缘特征变得愈加明显。因此,相衬成像模式对材料中的界面进行分析具有优势。

(3)全息成像模式(holotomography mode):在这种模式下进行断层成像分析,需多次调整试样与探测器之间的距离,并利用特定算法获得光学相位的定量分布。对每个投影像进行光学相位定量分布分析,其分析结果可作为断层图像重构的输入数据,进而获得像素表现出的折射率的变化。折射率的变化与材料的电子密度成正比。因此,在实际使用中,需在不同试样与探测器位置上完成2~4次扫描分析。

2 X射线CT测定C/C复合材料密度

在C/C复合材料的制备过程中影响C/C复合材料性能的因素主要有:工艺参数、增强体类型、基体碳种类及界面结合情况等。若以上因素都相同,则C/C复合材料的密度在很大程度上决定了材料的性能。X射线CT图像给出的试样断层图像可以反映材料的密度特性,其密度分辨率可到0.1%甚至更高^[25]。

徐惠娟等^[26]利用ACTIS300工业CT对短切碳纤维增强混合碳基体(热解碳+树脂碳)、无纬碳布叠层增强热解碳和碳布叠层增强热解碳等C/C复合材料做了研究。结果表明,CT不仅能够清晰地检测C/C复合材料中的分层、裂纹、孔洞、夹层、疏松等缺陷,还能够定性地检测材料中的密度不均。

金虎等^[27-28]利用水模试样和石墨试样对CT设备的系统噪声、试样尺寸、检测参数和试样摆放位置等因素对CT值的影响做了校正。随后对处于织物

阶段和复合物阶段的14种不同密度的C/C复合材料进行了分析,建立了CT值与材料密度的拟合关系式(织物试样CT值和材料密度的拟合关系式: $P=(T+793)/659$;复合物试样CT值和材料密度的拟合关系式: $P=(T+100)/860$)。C/C复合材料织物试样和复合物试样CT值与材料密度的拟合误差分别为0.4%和0.02%,说明利用CT对C/C复合材料的密度进行定量测试是完全可行的。

N. Douarche^[29]等利用X射线断层成像方法对铺层顺序为 $[0/60/-60]_n$ 的2.5D C/C复合材料的密度进行了定量测试。首先利用尺寸为 $\Phi 20\text{ mm}\times 10\text{ mm}$ 的标准C/C复合材料试样对断层图像的CT值进行了校正,以消除射线束硬化效应引起的伪像;随后对尺寸为 $120\text{ mm}\times 14\text{ mm}\times 10\text{ mm}$ 拉伸性能试样和 $\Phi 20\text{ mm}\times 10\text{ mm}$ 压缩性能试样的密度进行了测试。表1为2.5D C/C复合材料密度的CT测试结果与体积密度测量结果的对比^[29],可以看出,利用CT技术测量C/C复合材料的密度可以达到很高的准确度。O. Coindreau等^[30]采用全息断层成像对处于不同致密化阶段的C/C复合材料三维孔隙结构进行了研究,根据断层成像过程中X射线折射率降低量与X射线能量和材料的电子密度的关系,定量测定了C/C复合材料试样中树脂填充物、碳纤维和热解碳层的密度,分别为 (1.3 ± 0.2) 、 (1.70 ± 0.15) 和 $(2.0\pm 0.1)\text{ g/cm}^3$,与碳纤维和热解碳密度的实测值(碳纤维密度为 1.70 g/cm^3 ,热解碳的密度为 $1.94\sim 2.09\text{ g/cm}^3$)非常接近。

表1 2.5D C/C复合材料密度的CT测试结果与体积密度的结果对比

Tab.1 Comparison between densities measured by weighing and densities calculated from X-ray tomography

试样	拉伸			压缩		
	$\rho_V/\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	$\rho_{CT}/\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	$\Delta\rho/\%$	$\rho/\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	$\rho_{CT}/\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	$\Delta\rho/\%$
1	1.720	1.726	0.35	1.686	1.681	0.31
2	1.663	1.672	0.58	1.660	1.678	1.1
3	1.691	1.702	0.66	1.695	1.703	0.5
4	1.700	1.714	0.85	1.690	1.692	0.16
5	1.668	1.656	0.08	1.720	1.704	0.94
6	1.613	1.646	2.05	1.750	1.774	1.36
7	1.748	1.760	0.73	1.680	1.679	0.05
8	1.685	1.691	0.41	1.670	1.687	1.08

E. Weber^[31]利用 μCT 对49种处于不同制备工艺阶段、不同增强体结构、不同基体碳种类的C/C复合材料进行了分析。所用CT设备为Skyscan 1172,X射线管电压为40 kV,管电流为250 μA ,CCD相机分辨率为 $4\ 000\times 2\ 096$,空间分辨率分别为16.1、8.0和4.0 μm 。表2为三种不同分辨率下C/C复合材料密

度的CT测试值与压汞仪测试值的对比^[31]。可以看出,在三种不同CT分辨率下测得的C/C复合材料的密度非常相近,测试值的平均标准差为 0.011 g/cm^3 ,而且CT密度测试值与压汞仪密度测试值的一致性也非常好。

表 2 不同测试方法测得的 C/C 复合材料的密度
Tab.2 Bulk density values obtained by different methods

试样名称	压汞仪测定	g/cm ³		
		μCT 分辨率 16.1 μm	μCT 分辨率 8.0 μm	μCT 分辨率 4.0 μm
3D B1	1.922	1.935	1.932	-
2D B1	1.399	1.400	1.403	-
2D B2	1.469	1.495	1.499	-
2D A1	1.022	1.036	1.034	-
3D A1	1.881	1.903	1.895	1.898
CF 1	0.503	0.729	0.716	-
CF 3	0.794	0.783	0.779	0.766
CF 5	0.572	0.576	-	-
CF 7	1.391	1.374	-	-
Felt 1	1.036	1.019	-	-
Felt 3	1.139	1.132	-	-
Felt 4	1.309	1.315	-	-
Felt 5	1.467	1.464	-	-
Felt 6	1.528	1.525	-	-
Felt 7	1.372	1.364	-	-
Felt 8	1.518	1.527	-	-
Felt 9	1.471	1.461	-	-
Felt 10	1.455	1.458	-	-
Felt 11	1.538	1.539	-	-
Felt 12	1.508	1.489	-	-
Felt 13	1.411	1.414	-	-
Felt 14	1.226	1.209	-	-
Felt 19	1.446	1.424	-	-
Felt 20	1.432	1.422	-	-
Felt 21	1.146	1.124	-	-
Felt 22	1.222	1.210	-	-
Felt 23	1.302	1.289	-	-
Felt 26	1.303	1.278	-	-
Felt 27	1.284	1.290	1.292	-
Felt 28	1.334	1.303	1.307	-
PPMC 1	1.556	1.572	1.567	-
PPMC 2	1.574	1.581	1.575	-
PPMC 3	1.563	1.565	1.562	-
PPMC 4	1.538	1.543	1.531	-
PPMC 5	1.610	1.601	1.596	-
PPMC 6	1.640	1.649	1.646	-
PPMC 7	1.676	1.675	-	-

3 X 射线 CT 表征 C/C 复合材料孔隙结构

C/C 复合材料中的显微缺陷从理论上可归结为裂纹和夹杂两类。夹杂缺陷包含孔洞、疏松和杂质等

几种。其中孔洞是 C/C 复合材料中最为普遍的一种缺陷。在外加载荷作用下基体中的孔洞将增大,相邻的孔洞或将相互融合,使材料有效承载能力降低。因此,孔洞是影响基体有效性能的重要微观结构。孔隙率作为对试样中孔洞体积分量的定量表征,主要采用阿基米德法、气体吸附法、压汞法和扫描电镜法测试。但是上述测试方法均存在局限性,不能对 C/C 复合材料的孔隙结构进行全面而准确的表征^[32]。而 X 射线 CT 可实现对 C/C 复合材料中孔隙率(总孔隙率、开气孔率、闭气孔率)、孔径及其分布、孔的形状等参数进行准确分析。

J. Sumita 等^[33]首次采用 X 射线断层成像方法对氧化造成的 C/C 复合材料内部微观结构的变化进行了研究。所用材料为日本东洋炭素公司生产的 2D CX-27G,CT 设备的束斑直径为 4 μm,管电压 150 kV,管电流 200 μA,CCD 相机的分辨率为 6.5 μm。研究发现,随着 C/C 复合材料氧化失重量的增加,平行和垂直于叠层方向的横向裂纹的数量增加(图 4)^[33]。由于氧化形成的横向裂纹主要分布在纤维束内,裂纹尺寸较短且尖端较圆。

阚晋等^[34]利用高精度 Micro-CT 对三维细编横观各向异性 C/C 复合材料的内部结构进行了观测,发现 Micro-CT 能够获得 C/C 复合材料内部微观结构特征:在 C/C 复合材料内部、纤维与基体界面上存在大量的脱层和裂纹,在基体内部存在大量的空洞等缺陷。并在实验观测的基础上对 C/C 复合材料内部的脱层、裂纹和孔洞进行了统计分析,认为基体内部的孔洞尺寸大小服从对数正态分布。

G. L. Vignoles^[35-36]利用欧洲同步辐射装置 ID19 线站的相衬硬 X 射线 CT 对直径为 2 mm 的 C/C 复合材料进行了研究,采用渗流算法和数学膨胀算法对 CT 图像进行处理,首次获得了 C/C 复合材料纤维尺度的断层图像。在此基础上,G. L. Vignoles 采用 Pseudo-VOF 技术对 C/C 的化学气相渗透过程中孔隙结构和热解碳沉积层的变化做了模拟。

O. Coindreau 等^[37]用高分辨同步辐射 X 射线 μCT 对碳纤维增强体和化学气相渗透致密化后的 C/C 复合材料进行了扫描分析,获得了两种分辨率下(0.7 和 7.46 μm)C/C 复合材料孔隙的 3D 图像。根据对 3D 断层图像的分析,计算了材料的孔隙率、孔隙表面积、孔径及其分布、局部及平均纤维取向等,并与实验结果进行了对比。表 3 为三个不同密度试样的孔隙率的实测值与 CT 图像计算值,发现两种方法得到的 C/C 复合材料的孔隙率具有很好的吻合性^[37]。图 5 为压汞法和 CT 图像计算法得到的 C/C 复合材料的孔径分布,两种方法的微观孔隙的测量结果一致。

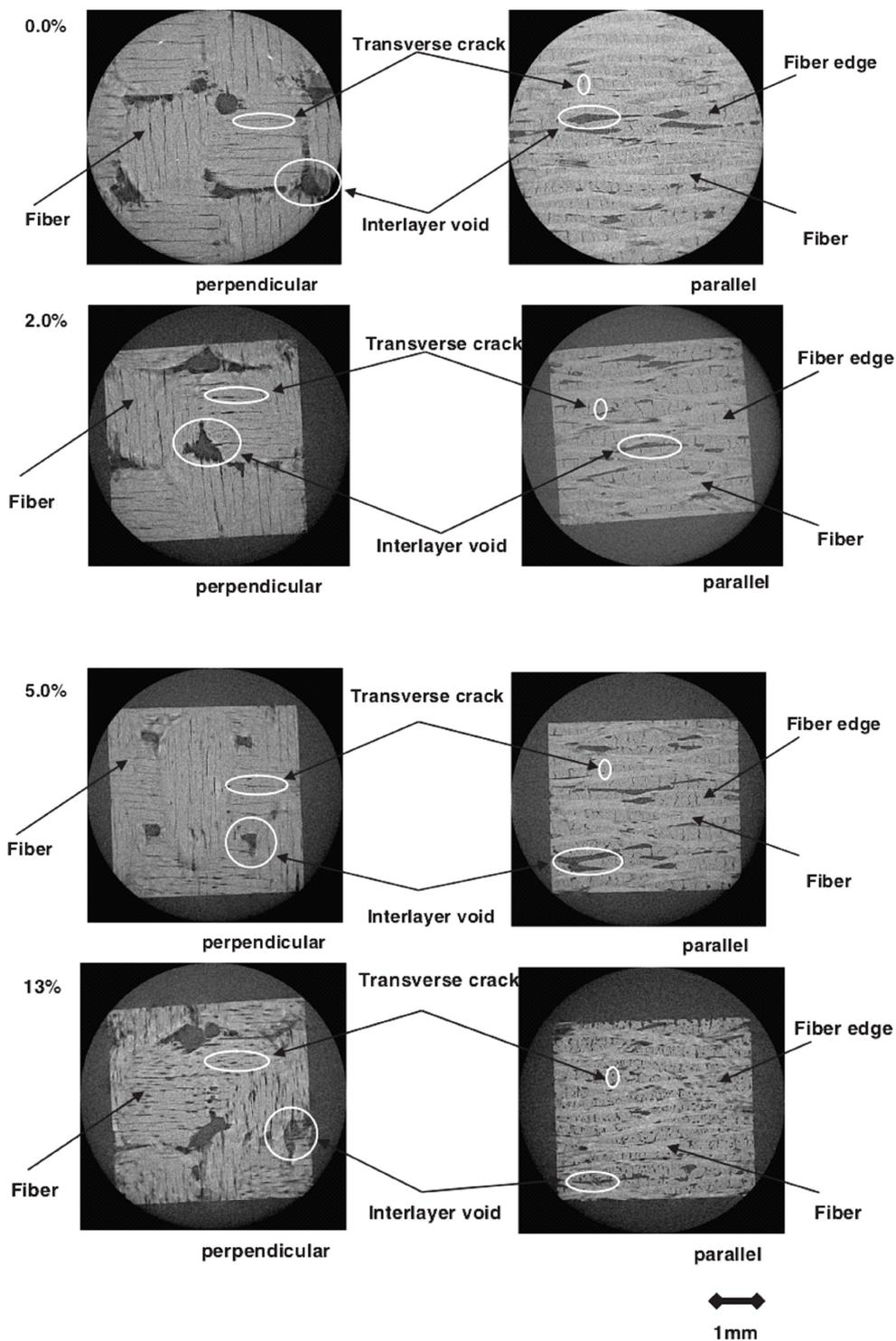


图4 CX-27G C/C 复合材料氧化后的 X 射线断层图像

Fig.4 Two-dimensional X-ray tomography images for oxidized CX-27G

表3 三个不同密度试样的孔隙率的实测值与 CT 图像计算值^[37]

Tab.3 Pore volume fractions measured and compared from CT images on the three samples^[37]

试样编号	实测结果		CT 图像计算结果
	密度/ $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	孔隙率/%	孔隙率/%
CC0	0.47 ± 0.025	73 ± 1.5	71.0
CC1	0.77 ± 0.035	58 ± 2.0	49.2
CC2	1.52 ± 0.045	20 ± 2.5	22.8

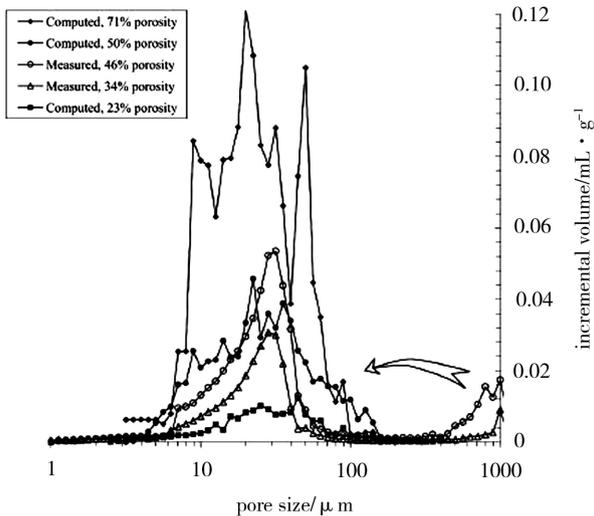


图5 压汞法和CT图像算法得到的C/C复合材料的孔径分布^[37]

Fig. 5 Pore size distributions from mercury penetration and from 3D CT image analysis^[37]

宋永忠等^[38]采用 μ CT对多向编织C/C复合材料内部的裂纹、孔洞及纤维束与基体的脱层等内部微观结构进行了研究。对2D切片图像进行投影旋转中心校正、噪声抑制和环状伪影校正之后,显著提高了图像质量,提高了材料内部微观结构的辨识度。

I. Tiseanu等^[39]用锥形束 μ CT对NB31、DMS 780和N11三种C/C复合材料的孔隙结构、孔隙率、孔的连通性进行了定量表征。采用VGStudio Max软件对 μ CT图像进行分析,得到NB31、DMS 780和N11三种C/C复合材料的孔隙率分别为8.1%、9.4%和10.5%~12.5%,与生产商提供的公称孔隙率(分别为7%~9%、>12%、12%)相近。

许承海等^[40-41]采用高分辨Micro-CT技术,对多向轴编C/C复合材料内部微观结构特征进行了分析,结果表明在碳基体、纤维束与基体间的界面层内部随机分布着大量的孔洞、裂纹等缺陷。材料内部的孔洞的平均孔径约85 μ m,孔隙率约占3%~5%,对孔洞直径概率分布曲线拟合发现碳基体中孔洞直径满足对数正态分布。

R. Sharma等^[42]采用X射线断层图像对3D C/C复合材料中纤维束内的微孔体积含量和形状、纤维束与基体界面上的裂纹进行了研究,发现纤维束内的微孔体积分数约为5%~8%;纤维束与基体界面上的裂纹厚度为12~18 μ m,界面开裂百分比为20%~50%。

4 X射线CT研究C/C复合材料力学性能

4.1 细观力学性能计算

通常,C/C复合材料的宏观性能是通过组分材料的性能计算得到的。根据C/C复合材料的结构特点,可以提取材料的代表性体积元胞,施加周期边界条件,利用有限元方法经过应力和应变的平均得到材料的宏观平均应力和平均应变,然后利用材料的宏观应力和应变关系计算材料的刚度和柔度矩阵,进而得到材料的弹性性能^[43]。上述有限元分析方法中并不能包含孔隙、裂纹等影响C/C复合材料力学性能的因素,但是借助图像分析软件可实现对包含孔隙、裂纹等缺陷的C/C复合材料的X射线CT图像进行有限元网格划分,输入ABAQUS/CAE有限元软件,通过施加合适的边界条件,可计算得到材料的弹性力学性能。

J. Ali等^[44]提出了一种基于 μ CT图像的计算C/C复合材料强度的有限元方法,并将模拟结果与数值分析结果和实验结果进行了对比。发现,基于 μ CT图像的有限元方法得到的C/C复合材料的压缩强度与实验结果具有很好的一致性。随后J. Ali等^[45]利用此方法研究了拉伸载荷下孔隙对应力集中的影响,同时对C/C复合材料的弹性模量做了预测。研究发现,利用Simpleware软件对 μ CT图像进行网格划分,由于模型中包含了C/C复合材料中的孔隙,在拉伸载荷作用下孔隙周围存在较大的应力集中;采用元胞有限元法计算得到的C/C复合材料的弹性模量为85.0 GPa,基于 μ CT图像的有限元法得到的材料弹性模量为74.2 GPa,与实验结果(77.5 GPa)最接近。

R. Sharma等^[46-47]对3D C/C复合材料做了CT断层图像分析并从重构的3D图像中提取了材料的代表性体积单元,如图6所示^[46]。R. Sharma利用有限元法对代表性体积单元的弹性力学性能和拉伸弹性模量进行了计算,并与实验结果进行了对比,如表4所示^[47-48]。拉伸弹性模量的有限元计算结果 z 和 y 方向的拉伸弹性模量分别为(66.11 \pm 0.79)和(27.28 \pm 0.97) GPa,与实验测量结果相近[分别为(65.11 \pm 2.36)和(29.44 \pm 1.42) GPa];考虑了孔隙、纤维/基体界面开裂及孔洞后,C/C复合材料的力学性能略有降低。

R. Sharma等^[49]还利用3D C/C复合材料 μ CT图像重构了用于有限元分析的三维模型,对碳纤维束从碳基体中的拔出过程做了模拟。纤维束从基体中拔出过程的载荷—位移曲线与实验结果一致;同时从纤维束的拔出模拟中得到了C/C复合材料II型破坏临界断裂能释放速率(3~6 N/m)、界面开裂强度(2

~5 MPa) 和由于纤维束表面粗糙引起的界面夹紧力 (1~4 MPa)。

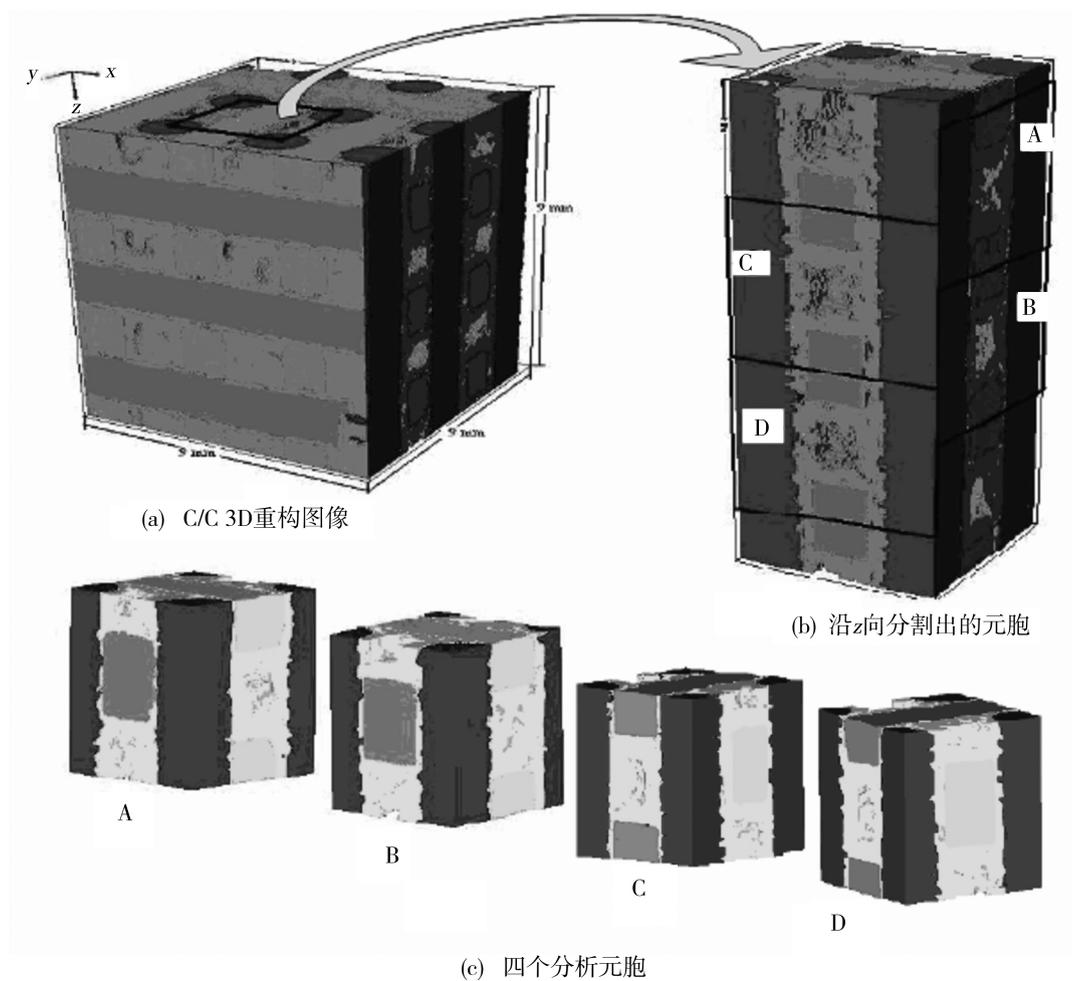


图6 含缺陷的 C/C 复合材料 3D 重构图像及代表体积单元

Fig.6 3D reconstructed image of C/C composite including imperfections and cropped unit cell

表4 材料的弹性力学性能

Tab.4 Elastic properties of C/C composite

author	E_{11}/GPa	E_{22}/GPa	E_{33}/GPa	ν_{23}	ν_{13}	ν_{12}	G_{12}/GPa	G_{13}/GPa	G_{23}/GPa
Sharma et al ^[47]	54.6	55.1	61.5	0.07	0.07	0.08	9.42	8.97	8.47
Rao et al ^[48]	56.52	56.52	62.18	0.08	0.08	0.088	10.4	10.9	10.9

B. Drach 等^[50] 利用 Skyscan 1072 桌面式 CT 设备 (分辨率 14.7 μm) 对 10 mm \times 10 mm \times 10 mm 的 C/C 复合材料进行了断层扫描分析,研究了孔隙形状对热解碳和 C/C 复合材料的弹性性能的影响。在 C/C 复合材料的 3D 重构图像中提取 3 mm \times 3 mm \times 1 mm 的微区 (如图 7 所示,包含 43 个孔,孔隙率为 9.13%),计算了其弹性常数并与分析方法得到的 C/C 复合材料弹性常数进行了对比。发现孔隙率为 9.13% 时,表征 C/C 复合材料的弹性模量的无量纲数

E_1 、 E_2 和 E_3 分别降低了 19.9%、20.3% 和 16.6%。

随后 B. Drach 等^[51] 在对 C/C 复合材料的 μCT 图像进行深入分析的基础上,对不规则孔隙的体积分布、孔隙形状和取向进行了定量统计分析;通过选取反映孔隙形状和取向的形态学参数,建立统计微观力学模型,预测不规则孔隙对 C/C 复合材料的弹性力学性能的影响。B. Drach 的研究发现用表征孔隙的惯性轴 (I_{11}/I_{33} , I_{22}/I_{33})、孔隙的表面积 (S_V) 与体积比和碳基体的泊松比 (ν) 四参数能够比较准确的预

报孔隙对 C/C 复合材料的弹性力学性能的影响, 结果如图 8 所示。

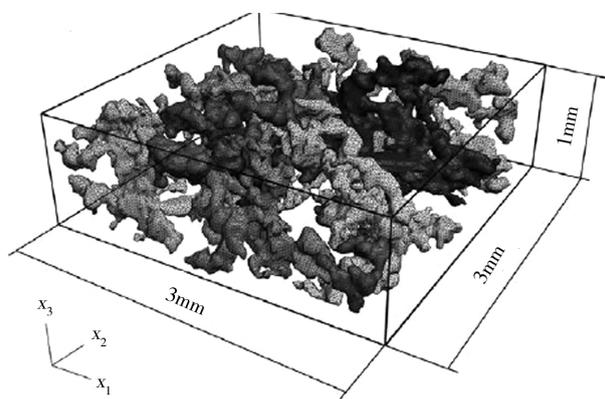
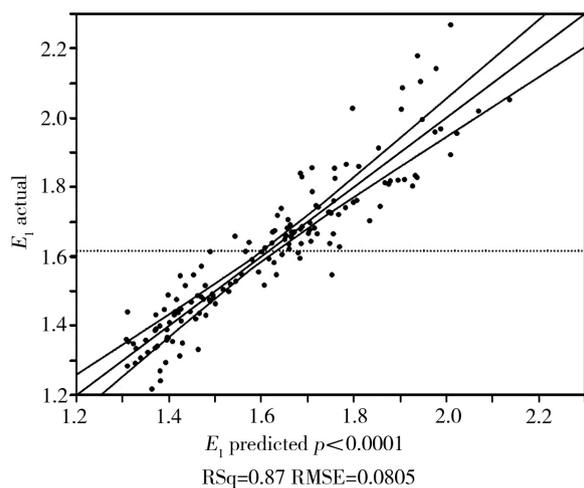
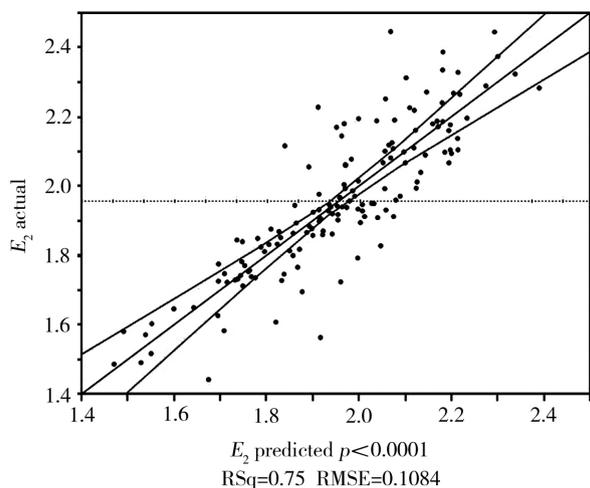


图 7 C/C 复合材料分析区域^[50]

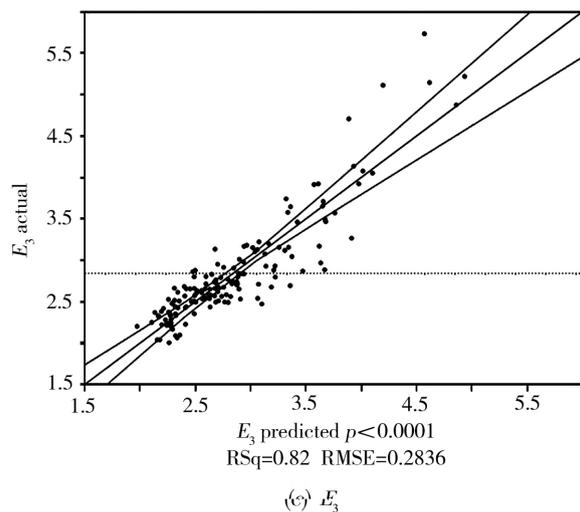
Fig. 7 Analyzed region in C/C composite^[50]



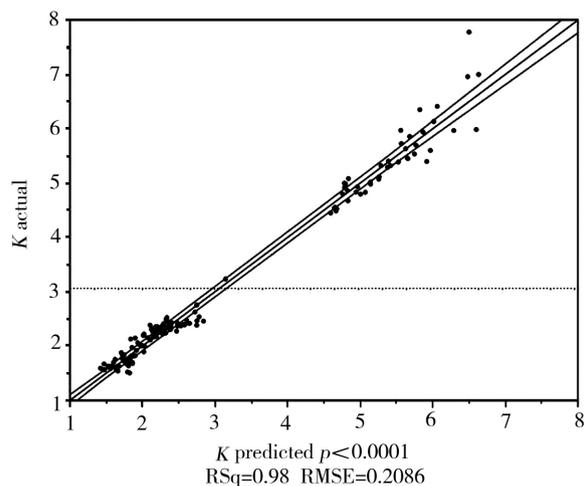
(a) E_1



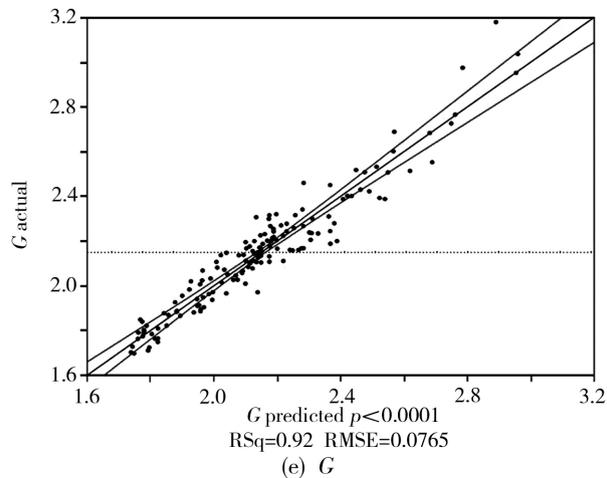
(b) E_2



(c) E_3



(d) K



(e) G

图 8 孔隙对表征 C/C 复合材料弹性性能的无量纲数

E_1 、 E_2 、 E_3 、 K 和 G 的影响

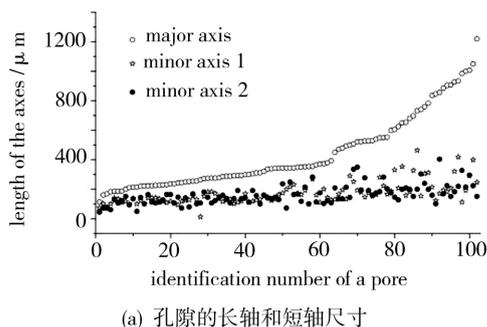
Fig. 8 Influence of porosity on the dimensionless parameters (E_1 , E_2 , E_3 , K and G) characterizing the elastic properties of C/C composite

4.2 破坏过程动态研究

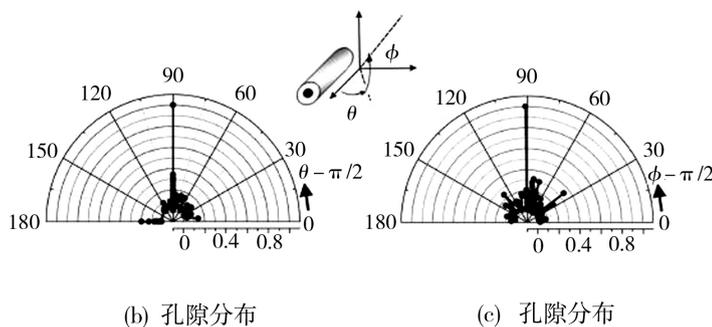
C/C 复合材料中存在的大量孔隙不仅影响材料的力学性能, 还影响材料的断裂行为。虽然从光学显微图像或者扫描电子显微图像上能获得关于 C/C 复

合材料截面上孔隙的形状和分布,但这些信息并不足以对材料的 3D 结构进行重现。X 射线 CT 技术不仅可以获得 C/C 复合材料的 3D 结构信息、确定孔隙的形状及其在碳基体中的分布,还可以由 X 射线 CT 图像产生有限元模拟所需的输入文件,由此实现对 C/C 复合材料宏观力学性能的预测和对微观裂纹扩展的模拟。

J. M. Gebert 等^[52]采用 μ CT 方法对三种不同增强体结构的 C/C 复合材料进行了系统研究。首先研究了三种 C/C 复合材料中孔隙的三维结构及其分布:在



(a) 孔隙的长轴和短轴尺寸

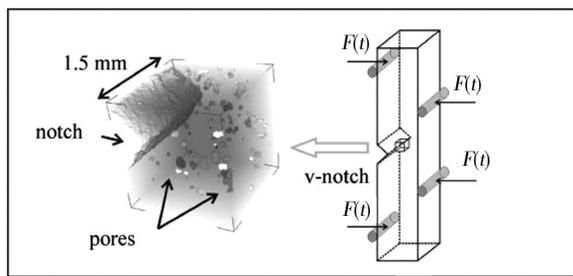


(b) 孔隙分布

(c) 孔隙分布

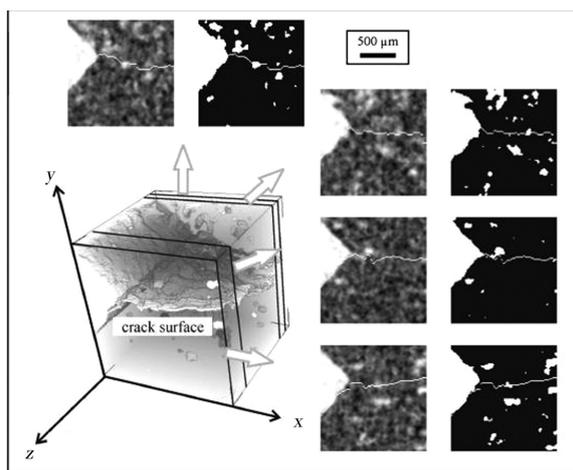
图 9 C/C 复合材料中孔隙的特征尺寸长度及分布

Fig. 9 Feature length and distribution of pores in C/C composite



(a)

(b)



(c)

图 10 四点弯曲循环加载测试过程的 C/C 复合材料 μ CT 图像

Fig. 10 Micro-computer tomographic analyses on a C/C composite tested by cyclic four-point bending load

假定复合材料中孔隙呈椭球型的基础上,提出用椭球的三个特征尺寸,分别是长轴长度(major axis)、第一短轴长度(first minor axis)、第二短轴长度(second minor axis)表征孔隙的形状。图 9 为孔隙的特征尺寸长度及分布^[52]。随后, J. M. Gebert 采用 VGStudio Max 和 ICEM CFD 对 μ CT 图像进行提取和三维网格划分,并导入 ABAQUS/CAE 中,分析了孔隙对材料内部应力集中的影响,建立了裂纹扩展路径与 C/C 复合材料微观结构的关系,如图 10 所示^[52]。图 10 为四点弯曲循环加载测试过程的 C/C 复合材料 μ CT 图像。

X 射线 CT 技术作为一种无损的材料表征手段能够准确分析 C/C 复合材料中的各组分的密度、密度均匀性、孔隙率、孔隙的形状及分布、裂纹及纤维与基体界面的脱粘等缺陷;可重现 C/C 复合材料的三维真实结构。借助与图像分析软件和有限元分析软件实现了对 C/C 复合材料力学性能的预报和对材料中裂纹扩展规律的可视化研究。

参考文献

- [1] 李贺军,曾燮榕,李克智. 炭/炭复合材料研究应用现状及思考[J]. 炭素技术,2001(5):24-27.
- [2] 孔清,樊枕,余立琼,等. 高导热 C/C 复合材料的发展现状[J]. 宇航材料工艺,2014,44(1):16-23.
- [3] 陈洁,熊翔,肖鹏. 高导热 C/C 复合材料研究进展[J]. 材料导报,2006,20(VII):431-435.
- [4] 李贺军,曾燮榕,李克智,等. 我国炭/炭复合材料研究进展[J]. 炭素,2001(4):8-13.
- [5] 张伟刚. 化学气相沉积——从烃类气体到固体碳[M]. 北京:科学出版社,2007:175.
- [6] FITZER E, MANOCHA L M. Carbon reinforcements and carbon/carbon composites[M]. Verlag Berlin Heidelberg: Springer, 1998:148.
- [7] 传秀云,李贺军,卢锦花. 化学气相渗透碳/碳复合材料热解碳光性特征——热解碳十字消光机理探讨[J]. 西北工业大学学报,2005,23(5):657-661.
- [8] 邹林华,黄勇,黄伯云,等. C/C 复合材料的显微结构及其工艺、性能的关系[J]. 新型炭材料,2001,16(4):63-70.

- [9] ZHANG W G, HU Z J, HÜTTINGER K J. Chemical vapor infiltration of carbon fiber felt: optimization of densification and carbon microstructure [J]. *Carbon*, 2002, 40(14):2529-2545.
- [10] BENZINGER W, HÜTTINGER K J. Chemistry and kinetics of chemical vapor infiltration of pyrocarbon-VI. Mechanical and structural properties of infiltrated carbon fiber felt [J]. *Carbon*, 1999, 37(8):1311-1322.
- [11] 和永岗, 李克智, 魏建锋, 等. 2D C/C 复合材料微观结构与力学性能的研究[J]. *无机材料学报*, 2010, 25(2):173-176.
- [12] REZNIK B, GUELLALI M, GERTHSEN D, et al. Microstructure and mechanical properties of carbon-carbon composites with multilayered pyrocarbon matrix[J]. *Materials Letters*, 2002, 52(1/2):14-19.
- [13] REZNIK B, GERTHSEN D. Microscopic study of failure mechanisms in infiltrated carbon fiber felts [J]. *Carbon*, 2003, 41(1):57-69.
- [14] OZCAN S, TEZCAN J, FILIP P. Microstructure and elastic properties of individual components of C/C composites [J]. *Carbon*, 2009, 47(15):3403-3414.
- [15] ZHANG Q, LEE P D, SINGH R, et al. Micro-CT characterization of structural features and deformation behavior of fly ash/aluminum syntactic foam[J]. *Acta Materials*, 2009, 57(10):3003-3011.
- [16] WEBER E, FERNANDEZ M, WAPNER P, et al. Comparison of X-ray micro-tomography measurements of densities and porosity principally to values measured by mercury porosimetry for carbon-carbon composites [J]. *Carbon*, 2010, 48(8):2151-2158.
- [17] 冯炎建, 冯祖德, 李思维, 等. C/SiC 表面 SiC 涂层氧化的显微 CT 无损检测与分析[J]. *复合材料学报*, 2011, 28(5):126-132.
- [18] COINDREAU O, MULAT C, GERMAIN C, et al. Benefits of X-ray CMT for the modeling of C/C composites [J]. *Advanced Engineering Materials*, 2011, 13(3):178-185.
- [19] HERRERO J M, GERMAIN C. Microstructure reconstruction of fibrous C/C composites from X-ray micro-tomography [J]. *Carbon*, 2007, 45(6):1242-1253.
- [20] DIETRICH S, GEBERT J M, WANNER A, et al. Microstructure characterization of CVI-densified carbon/carbon composites with various fiber distributions [J]. *Composites Science and Technology*, 2012, 72(15):1892-1900.
- [21] 吴东流. 复合材料 CT 检测的原理和应用[J]. *宇航材料工艺*, 2001, 31(1):42-48.
- [22] 张扬, 彭晓峰. 多孔材料内部结构的微 CT 扫描仪分析[J]. *工程热物理学报*, 2005, 26(5):850-852.
- [23] ERIC N L, DENIS T K. X-ray microtomography [J]. 2010, 61(12):1305-1316.
- [24] SALVO L, CLOETENS P, MAIRE E, et al. X-ray micro-tomography an attractive characterization technique in materials science [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics* *宇航材料工艺* <http://www.yhclgy.com> 2016 年 第 1 期
- Research, 2003(200):273-286.
- [25] 刘红林, 金志浩, 曾晓梅. ICT 技术测试炭/炭复合材料内部密度分布[J]. *无损检测*, 2007, 29(12):726-728.
- [26] 徐惠娟, 黄启忠. 工业 CT 在 C/C 复合材料无损检测中的应用[J]. *新型炭材料*, 1998, 13(2):25-28.
- [27] 金虎, 蔡闰生. C/C 复合材料密度的 CT 定量无损检测技术[J]. *宇航材料工艺*, 2011, 41(6):85-87.
- [28] 金虎, 杨宝刚, 任华友, 等. 利用 CT 技术检测碳/碳复合材料的研究[J]. *宇航材料工艺*, 2004, 34(2):66-68.
- [29] DOUARCHE N, ROUBY D, PEIX G, et al. Relations between X-ray tomography, density and mechanical properties in carbon/carbon composites [J]. *Carbon*, 2001, 39(10):1455-1465.
- [30] COINDREAU O, VIGNOLES G, CLOETENS P. Direct 3D microscale imaging of carbon-carbon composites with computed holotomography [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 2003, 200:308-314.
- [31] WEBER E, FERNANDEZ M, WAPNER P, et al. Comparison of X-ray micro-tomography measurements of densities and porosity principally to values measured by mercury porosimetry for carbon-carbon composites[J]. *Carbon*, 2010, 48(8):2151-2158.
- [32] 吴问全, 李伟, 李文杰, 等. 基于 Nano-CT 技术研究多孔陶瓷材料的三维结构[J]. *核技术*, 2010, 33(4):242-245.
- [33] SUMITA J, SHIBATA T, KUNIMOTO E, et al. Investigation of microstructure change by X-ray tomography and anisotropic effect on thermal property of thermally oxidized 2D-C/C composite for very high temperature reactor [J]. *Journal of Nuclear Science and Technology*, 2010, 47(4):411-420.
- [34] 阚晋, 孟松鹤, 王军. C/C 复合材料微观结构的 CT 分析[J]. *硅酸盐通报*, 2009, 28(B08):198-200.
- [35] VIGNOLES G L. Image segmentation for phase-contrast hard X-ray CMT of C/C composites [J]. *Carbon*, 2001, 39(2):167-173.
- [36] VIGNOLES G L, GERMAIN C, COINDREAU O, et al. Fibre-scale modeling of C/C processing by chemical vapor infiltration using X-ray CMT images and random walkers[J]. *ECS Transactions*, 2009, 25(8):1275-1284.
- [37] COINDREAU O, VIGNOLES G L. Assessment of geometrical and transport properties of a fibrous C/C composite preform using X-ray computerized micro-tomography: Part I. Image acquisition and geometrical properties [J]. *Journal of Materials Research*, 2005, 20(9):2328-2339.
- [38] 宋永忠, 王俊山, 傅健. 多向编织 C/C 复合材料显微结构的 μ -CT 研究[J]. *宇航材料工艺*, 2011, 41(2):105-109.
- [39] TISEANU I, TSITRONE E, KRETER A, et al. X-ray micro-tomography studies on carbon based composite materials for porosity network characterization [J]. *Fusion Engineering and Design*, 2011, 86(9-11):1646-1651.