

无损检测新的机遇与挑战： 连续纤维增韧陶瓷基复合材料

New Opportunity and Challenge of NDT for CFCC

南昌航空大学无损检测技术教育部重点实验室 陆铭慧 朱颖



陆铭慧

1986年毕业于南昌航空工业学院无损检测专业,1996年获清华大学工学硕士学位,2003年获中国科学院声学研究所理学博士学位。主要从事复杂介质中声波传播规律的研究、复合材料的成像检测和自动检测成套设备的研制等工作。

陶瓷基复合材料(CMC)是一种重要的超高温材料,具有耐高温、低密度、高比强、高比模、抗氧化和抗烧

蚀等优异性能,可以用作发动机高压压气机叶片和机匣、高压与低压涡轮盘及叶片、燃烧室、加力燃烧室、火焰稳定器及排气喷管等发动机热端材料^[1-2]。然而,在诸多优点显现的同时,其最致命的弱点——脆性阻碍了这一材料的应用。为克服这一缺点,已发展了多种强韧化途径来制备陶瓷基复合材料,目前应用广泛,研究较为热门,并且性能最好的一种是连续纤维增韧陶瓷基复合材料(CFCC)。它是以陶瓷材料为基体,以连续纤维作为增强体,通过界面层来调节二者的匹配关系,从而达到兼顾材料的强度和韧性的目的。

对于连续纤维增韧陶瓷基复合材料,目前国内外研究人员主要注重于对其制备、性能表征、应用及发展

等方面的研究,而开展的无损检测研究相对较少。随着陶瓷基复合材料在航空航天等重要领域的不断推广应用,缺陷表征与无损检测已成为无损检测研究人员十分关注的焦点技术问题^[3-4]。由于陶瓷基复合材料结构、制造工艺、缺陷类型等的特殊性,其无损检测又不能简单沿用传统金属材料的检测方法与技术,因此陶瓷基复合材料的设计与制造中存在的问题,为无损检测和评价提出新的挑战^[5]。

连续纤维增韧陶瓷基 复合材料

以陶瓷材料为基体,加入另外一种或几种具有不同性质的材料,通过物理或化学的方法,在宏观上组成具

* 航空基金(2012ZF56021)项目资助。

有新性能的材料,称为陶瓷基复合材料(CFCCs)。基本结构主要包括基体、增强体和界面层。

增强体为连续纤维的陶瓷基复合材料(CFCC)被认为是目前最有发展前景的高温结构材料之一,由于采用高强度、高弹性的连续纤维与陶瓷基体复合,可以从根本上克服陶瓷脆性,是陶瓷基复合材料发展的主流方向^[6]。这种材料越来越受到航空航天等高科技领域的重视,CFCC

的发展程度标志着一个国家的军事影响力^[2,7]。

连续纤维增韧碳化硅陶瓷基复合材料(CFCC-SIC)具有高比强、高比模、耐高温、抗烧蚀、抗氧化和低密度等特点,其密度为 $2\sim 2.5\text{g/cm}^2$,仅是高温合金和钛合金的 $1/3\sim 1/4$,钨合金的 $1/9\sim 1/10$ ^[8]。CFCC-SIC主要包括碳纤维增韧碳化硅(C/SIC)和碳化硅纤维增韧碳化硅(SIC/SIC)两种,由于C/SIC抗氧化性能较SIC/

SIC差,国内外普遍认为,航空发动机热端部件最终获得应用的应该是SIC/SIC^[9]。

陶瓷基复合材料的制备方法有固相法、气相法及液相法,其中化学气相渗透(Chemical Vapor Infiltration,CVI)方法是在化学气相沉积(CVD)的基础上发展起来的一种制备新技术,可以制造大型、薄壁、复杂的连续纤维增韧碳化硅陶瓷基复合材料(CFCC-SIC)构件,也是目

表1 CFCC的应用领域及研究状况

	国际研究与发展	国内研究与发展
航空发动机	法国:部分已进入应用阶段 ^[13] ①狂风战斗机M88发动机的喷嘴瓣 ②幻影2000战斗机涡扇发动机喷管内调节片 美国:整体燃烧室、整体导向器、整体涡轮、导向叶片、涡轮间过渡机匣、尾喷管等构件还处于试验研制阶段 日本:燃气涡轮发动机喷管、燃油和燃气管路、阀门等部件同样处于研制阶段	起步晚,只能进行短期试验考核。目前对燃烧室浮壁瓦片进行了试验台短时考核;全尺寸调节片进行了发动机挂片试车考核
液体火箭发动机	法国:已将C/SIC复合材料应用到Arian5上面级发动机 美国、德国:已制备出液体火箭发动机推力室	卫星姿控发动机C/SIC燃烧室喷管成功通过地面试车,同等条件下寿命是C/C的10倍以上,引起国际关注
固体火箭发动机	美国:制备出固体导弹姿轨控火箭发动机用C/SIC复合材料推力室	CFCC导流管正处于研制试车阶段,还未投入使用
冲压发动机	超燃冲压发动机:燃烧室与喷管喉衬已经进入应用阶段 亚燃冲压发动机: 美国:对Mach8巡航导弹超燃冲压发动机构件进行试验考核 法国:构件通过了Mach7~8飞行条件的考核 美法共同合作:带有冷却结构CFCC夹层结构缩比件通过了工作环境考核	亚燃冲压发动机的喷管喉衬和燃气发生器已通过试车考核进入应用阶段,整体燃烧室处于研制阶段
TPS系统	美国:X-38采用防热/结构一体化的全C/SIC组合襟翼,被认为是迄今为止最成功和最先进的应用;C/SIC制备的TPS用于航天操作工具和航天学习工具 德国:成功制备机翼前缘和防热面板 日本:制备的箱型防热面板目前正处于试验考核阶段 欧洲:正着力研究应用于载人飞船及可重复使用飞行器的可简单装配的TPS系统 法国Hermes航天飞机、英国Hotol空天飞机、德国Sanger航天飞机等头锥、方向舵、襟翼和进气道等均采用C/SIC基复合材料	跨大气层空天飞行器高温防热系统的C/SIC头锥帽和机翼前缘已经装机试飞成功,标志着我国在高温大面积防热领域取得了重大突破
刹车系统	德国:已研制出CFCC刹车片应用于Porsche轿车 法国:TGV NG高速列车已试用C/C-SIC闸瓦 日本:新干线已试用C/C-SIC闸瓦 美国:已对C/SIC刹车材料进行了部分研究 韩国:已经为F16战斗机研究开发出C/SIC刹车盘	C/SIC材料制备的飞机刹车盘已经进入台架试车和系统考核阶段,与国际同步发展;其它领域如直升机、高速列车、高级轿车的制动材料应用也处于试验考核阶段。
空间光学系统	德国:制备出的CFCC反射镜作为空间望远镜主镜可望用作美国下一代空间望远镜(NGST)的反射镜 加拿大:利用C/SIC技术制成一种高性能的光学机械结构	起步较晚,只有中科院长春光机所及国防科技大学进行此方面的研究,并取得较大进步
核反应堆	主要用于核聚变反应堆第一壁作为核燃料的包封材料	-
高温连接件	主要应用于连接温度固定的热外表面和航空框架结构中的冷衬垫,及用作密封装置。适合制造应用于诸如宇宙镜组件等温差特别大的航空航天结构件	-
其他	先进发电装置中作超高温热交换器和燃烧器内衬;飞机驾驶员的防弹用品及环保中的高温过滤器;火箭尾喷管的喷嘴;发动机测温用热电偶保护管及支架;卫星窗框	C/SIC的制备技术和性能等方面取得了长足进步,与世界先进水平的差距在逐步缩小

前唯一商业化的制造方法^[1,10]。这项技术由法国 Bordeaux 大学的 Naslain 教授在 20 世纪 70 年代初期发明的并获得专利,现已发展成为工程化技术,此项专利后来被美国购买^[11]。

国内从 20 世纪 90 年代中期开始研究 CFCC。以西北工业大学张立同院士领导的科研团队为代表,经过 10 多年的努力,研制成功拥有自主知识产权的 CVI 法制备 CFCC-SIC 的工艺及其设备体系, CVI-CFCC-SIC 的整体研究水平已跻身国际先进行列,使我国成为国际上第 3 个掌握 CVI 法批量制备构件技术的国家,这主要体现为^[12]: (1) 建立了 CVI-CFCC-SIC 制造技术平台。建立了具有独立自主知识产权的 CVI-CFCC-SIC 制造技术和专用设备的核心技术体系,并形成批量制备复杂构件的能力。(2) CVI-CFCC-SIC 的全面性能居国际领先水平。(3) 形成了构件的应用考核技术平台。多种构件通过了规定条件的考核,大大缩短了我国与发达国家的技术差距,为 CVI-CFCC-SIC 在航空、航天、兵器 and 民用等领域的应用提供了依据。

CFCC 的耐高温和低密度特性,使其成为发展先进航空发动机、火箭发动机和空天飞行器防热结构的关键材料。表 1 列出了国内外 CFCC 的应用,并把国内研究与发展的情况与先进国家的情况进行了对比。

CFCC 无损检测

由于碳化硅陶瓷基复合材料先进性与其质量的离散性并存,即使经过研究和试验制定了合理的工艺,但在制造过程中还是不可避免地产生缺陷。这种材料具有复杂的微结构,加之其制备成型涉及多种工艺过程,构件可能存在各种缺陷,主要是孔洞、分层、夹杂、孔隙以及密度不均等,严重影响材料的性能。无损检测对 CFCC 的难度在于缺陷极其微小,一般比金属或其他种类的复合材

料小 1~2 个数量级,如典型的结构陶瓷,为防止材料快速破坏需检出 60~600 μm 的缺陷;对于缓慢裂纹生长需预测寿命的要检出 20~200 μm 的缺陷;为提高韧性而控制材料组织必须检出 10~50 μm 的缺陷;为对精密部件控制制造工艺,则需检出 1~30 μm 的缺陷,因此,对无损检测提出了极高的检测灵敏度要求^[14]。

依据 CFCC-SIC 的结构特点,可以采用多种无损检测方法。可用的无损检测方法有:密度测量、电导率测量、敲击法、目视法、显微分析、振动法、渗透探伤、X 射线、中子射线、超声波、红外热成像、激光超声、微波及核磁共振等^[15]。因为它们在对不同缺陷类型的探测能力、探测深度、速度、成本、在线检测能力等方面的差异,以及被检测材料的种类、尺寸与形状、制备阶段和服役环境的不同,这些检测方法存在不同程度的实际问题。

目前,超声检测、红外热成像检测以及 X 射线 CT 检测对碳化硅陶瓷基复合材料的无损检测被证明是可行的。X 射线 CT 可提供试件材料的结构、类型、裂纹、孔隙、夹杂及密度分布等信息,还可以辅助进行材料构件的失效分析。然而, X 射线 CT 检测方法只能对构件进行局部截面分析,检测速度慢,成本很高^[16]。显微 CT 技术主要针对材料的孔隙进行了研究。但目前针对化学气相渗透法制备的复合材料微结构的显微 CT 研究较少^[17-18]。红外热成像方法可以快速、非接触地检测面积较大构件,检测效率高,但只能检测分布较浅、直径较大缺陷的薄壁试件^[19-22]。

超声方法用来检测材料中各种缺陷,并被用于评价材料的性能因子如:复合材料界面、晶粒尺寸、结构、孔隙率、应变、弹性常数、硬度、强度和韧性,可对机械性能的演变进行测量和评估^[23-24]。但 CFCC 表面粗糙度大和内部多孔性使超声波产

生较强吸收衰减,材料不得接触油、水耦合介质等原因,探测深度有限,缺陷的精确定位与探测精度有待提高。声发射方法可检测微裂纹、裂纹位置,适用于复杂形状的构件,由分析原波形可得到微断裂面积、开裂时间的定量资料。虽然其本身并不对材料造成任何损害,但常常需要同拉伸、弯曲等破坏性方法结合使用,或者用来监测复合材料的制造和服役过程。近年来 AE 在材料选择、构件寿命、剩余寿命预测方面的应用取得了很大进展。

机遇与挑战

CFCC 因其特有的材料、结构、性质、制造与使用环境向无损检测提出了多方面的挑战。开展 CFCC 复合材料的无损检测研究,将会进一步提高对材料缺陷的认识,使其质量和可靠性得到更高的保证;研究与发展先进材料的表征手段,可以充分发挥材料的潜力。但是在它真正成为一种实用的方法以前,仍有许多理论和实验问题需要解决。因此, CFCC 无损检测技术的研究与应用,已成为各先进国家的重大课题。美国在其先进陶瓷的短期、中期和长期计划中,都把 CFCC 的无损评价放在了相当重要的位置。

针对 CFCC 材料,无损检测所面临的问题是新材料、微结构、各向异性和不均匀特性、微缺陷检测、加工与连接中出现新问题、检测标准化问题^[25]、新的检测及表征技术等,最突出的问题是微缺陷的显微检测技术问题。目前国际上还没有 CFCC 的无损检测标准,我国对此材料的无损检测方法研究开展也比较晚,采用的无损检测方法少,研究人员也比较少,目前只有西北工业大学超高温结构复合材料国防科技重点实验室开展了射线方法和红外方法的研究。

超声检测作为一种重要的无损检测方法,是复合材料无损检测最为

广泛和有效的首选检测方法和检测技术,但是我国的CFCC-SiC的无损检测研究几乎空白。究其原因:(1)一般无损检测研究人员无法接触到这种新型、高性能的高温结构材料,无法开展相关研究工作^[4];(2)CFCC复合材料的结构复杂,具有各向异性、不均匀性,声波传播复杂;(3)微结构和微缺陷特点,又存在孔隙等本征缺陷,仅采用线性声波特征(如声速、衰减)已不能完成评价目标,需要寻找新的特征进行表征,如选择非线性特征表征微结构和微缺陷对声波波形和频率的影响等。研究表明:超声技术不仅可以用声波的线性特性检测宏观缺陷,用声速和声衰减参量评价孔隙率,还可以用非线性等特性更有效的评价孔隙等微缺陷,而且非线性声学参量对孔隙率、微裂纹更为敏感,其灵敏度远大于线性声学的参量,因此有可能通过非线性声学参量对陶瓷基复合材料的孔隙等微缺陷进行定量的评价^[26-27]。

超声方法检测CFCC需要解决的问题包括:(1)基本理论问题,即超声在CFCC中的传播规律和缺陷的表征问题,如声速的各向异性问题、声散射问题、声衰减问题、微缺陷和微结构的非线性及敏感参数等问题;(2)检测工艺、设备研制及成本问题,如检测微缺陷的高频显微扫描检测方法,当频率为100MHz时,碳化硅陶瓷中的纵波波长约120 μm ,这仍比所要求达到的检测灵敏度高很多,必须使用更高的工作频率。因此,高频超声检测在提供高灵敏度的同时,也带来了设备复杂、成本高、探测深度和应用受限等问题^[28]。解决问题的思路是整合多种单一的检测技术,扬长避短、各取所长,提高检测工作的针对性和有效性,研究和开发出高效便捷、准确可靠和智能化的检测技术。

为了提高超声检测CFCC的能力和可靠性,以下2个方面应引起

重视:(1)超声检测新方法的研究,如寻找和选用对微缺陷最敏感的参数作检测判据的特征扫描成像方法;(2)扫描显微成像技术的完善与高性能工业化设备研制^[29]。

概括起来,新材料和新结构的连续纤维增韧陶瓷基复合材料的无损检测,对无损检测研究人员带来了机遇,也提出了严峻的挑战。同样,准确可靠的无损检测技术也对连续纤维增韧陶瓷基复合材料的优化设计、制备过程控制、成品及服役期质量、材料性能演变与表征等具有重要意义。

参考文献

- [1] 王永寿.陶瓷基复合材料在航空发动机上的应用研究.飞航导弹,2002(10):55-59.
- [2] 傅恒志.未来航空发动机材料面临的挑战与发展趋向.航空材料学报,1998,18(4):52-61.
- [3] Hui mei, Laifei Cheng, Litong Zhang, et al. Nondestructive evaluation and mechanical characterization of defect-embedded ceramic matrix composite laminate. Int. J. Appl. Ceram. Technol, 2007, 4(4):378-386.
- [4] 刘松平.无损检测在航空工业中的机遇与挑战.航空制造技术,2009(25):62-66.
- [5] 益小苏.先进复合材料技术的挑战与创新.航空制造技术,2004(7):24-30.
- [6] 杜善义,韩杰才,李文芳,等.陶瓷基复合材料的发展及在航空宇航器上的应用前景.宇航材料工艺,1991(5):1-10.
- [7] 徐永东,成来飞,张立同,等.连续纤维增韧碳化硅陶瓷基复合材料研究.硅酸盐学报,2002,30(2):184-188.
- [8] 张立同,成来飞,徐永东.连续纤维增韧陶瓷基复合材料的研究与应用.//中国复合材料学会2003年复合材料学术年会论文集.北京:中国复合材料学会,1-14.
- [9] 史国普.纤维增强陶瓷基复合材料概述.陶瓷,2009(1):16-20.
- [10] Patel M, Saurabh K, Prasad VVB, et al. High temperature C/C - SiC composite by liquid silicon infiltration: a literature review. Bull. Mater. Sci., 2012, 35(1): 67-77.
- [11] 徐永东,张立同,成来飞,等. CVI法制备连续纤维增韧陶瓷基复合材料.硅酸盐学报,1995,23(3):319-325.
- [12] 张立同.新型碳化硅陶瓷基复合材料的研究进展.航空制造技术,2003(1):23-32.
- [13] 周洋,袁广江,徐荣九,等.高温结构陶瓷基复合材料的研究现状与展望.硅酸盐通报,2001(4):31-36.
- [14] 张立同,成来飞.连续纤维增韧陶瓷基复合材料可持续发展战略探讨.复合材料学报,2007,24(2):1-6.
- [15] 梅辉,邓晓东,孙磊,等.陶瓷基复合材料无损检测研究进展.材料导报,2009,23(5):82-87.
- [16] 徐翔星. C/SiC陶瓷基复合材料的X射线无损检测研究[D].西安:西北工业大学,2003.
- [17] 冯炎建,冯祖德,刘永胜,等. 2D C/SiC复合材料高温蠕变损伤的显微CT分析.金属热处理,2011,36(增刊):482-485.
- [18] 冯炎建,冯祖德,李思维,等. C/SiC复合材料微结构的显微CT表征分析.航空材料学报,2011,31(2):49-54.
- [19] 孙磊,张立同,梅辉,等. 2D C/SiC缺陷的无损检测与评价.复合材料学报,2008,25(5):85-90.
- [20] 梅辉,陈曦,邓晓东,等.三维针刺C/SiC密度梯度板的无损检测与评价.复合材料学报,2010,27(6):102-112.
- [21] 徐振业,成来飞,梅辉,等. C/SiC复合材料盲孔缺陷深度的红外热成像定量测量.复合材料学报,2011,28(6):137-141.
- [22] Shen Y, Ozzano C, Pietranera N, et al. Nondestructive evaluation of the C/C-SiC ceramic matrix composite material developed by the DLR. High temperatures-High pressures, 1995/1996(27/28):293-297.
- [23] 陈建忠,史耀武,常保华.陶瓷材料超声无损检测进展.宇航材料工艺,1998(2):5-9.
- [24] 梁菁,史亦韦.陶瓷及陶瓷基复合材料微缺陷的超声检测.材料工程,2003(4):30-33.
- [25] 沈建中,蒋福棠.结构陶瓷材料的超声无损检测.应用声学,1992,11(6):1-7.
- [26] 陈振华,史耀武,赵海燕,等.微小缺陷的非线性超声检测及其成像技术.声学学报,2010,35(1):9-13.
- [27] 敦怡,师小红,王广龙,等.微米级裂纹的非线性超声检测.光学精密工程,2011,19(1):132-137.
- [28] 张清纯,马述,林素贞.结构陶瓷体内微缺陷的高频超声无损检测.无机材料学报,1987,2(4):354-362.
- [29] Onur Kas Y, Cevdet Kaynak. Ultrasonic (C-scan) and microscopic evaluation of resin transfer molded epoxy composite plates. Polymer Testing, 2005, 24(1):114-120.

(责编 三丰)