

# 大厚度织物液相浸渍工艺研究

刘义华<sup>1</sup> 余平江<sup>2</sup>

(1. 第二炮兵驻 8610 厂军代室, 远安 444200;

2. 湖北三江航天江北机械工程有限公司, 孝感 432000)



**摘要:** 提供了一种针对厚织物的液相浸渍工艺方法, 解决了大厚度、大尺寸复合陶瓷天线罩材料致密性(密度大于  $1.75\text{g}/\text{cm}^3$ )和均匀性的问题, 同时可使纤维强度有较高的保持率, 复合材料有较高的强度和断裂韧性。

**关键词:** 复合陶瓷; 大厚度织物; 液相浸渍

## Research of Liquid Impregnation for Large Thickness Fabric

Liu Yihua<sup>1</sup> She Pingjiang<sup>2</sup>

(1. The Second Artillery Military Representative of Plant 8610, Yuanan 444200;

2. Jiangbei Machinery Engineering Co. Ltd., Xiaogan 432000)

**Abstract:** This article provides a method of liquid impregnation for thick fabric. It solved the problem of compactness (density greater than  $1.75\text{g}/\text{cm}^3$ ) and uniformity of the large thickness, large size of radome material made by composite ceramic. It also made the strength of fabrics keep in high retention rates, and composite materials have high strength and fracture toughness.

**Key words:** composite ceramic; large thickness fabric; liquid impregnation

### 1 引言

透波天线罩材料是保护航天飞行器制导系统在恶劣环境下通讯、遥测、制导、引爆等系统能正常工作的一种多功能介质材料, 是运载火箭、飞船、导弹及返回式卫星等航天飞行器无线电系统中的关键部件, 因此透波材料一直是各军事强国研究的热点和难点。

针对一种头部厚度达到 70mm 的石英纤维增强石英复合陶瓷天线罩产品, 本文主要介绍溶胶凝胶法制造大厚度天线罩的胶液选取及浸渍过程, 并对使用此工艺制造的天线罩试验件及随炉试样的产品性能进行了评价。

### 2 技术难点

石英纤维增强石英复合陶瓷浸渍工艺是将石英纤维编织体放于石英溶胶中, 通过真空浸渍、加压浸渍和振动浸渍等方法, 增加石英胶液动能进行渗透、复合<sup>[1]</sup>。

浸渍工艺的困难主要在于如仅仅采用真空浸渍、加压浸渍复合出的厚编织体试块 ( $\geq 40\text{mm}$ ) 密度仅有  $1.62\text{g}/\text{cm}^3$  左右, 解剖后观察, 沿厚度方向形成一定的密度梯度, 材质内部存在干纤维、疏松及孔洞等明显缺陷, 材质不均匀, 无法满足使用要求。

要达到使用石英胶液浸透头部厚度约为 70mm 的大厚度编织体的目的, 就要保证石英胶液能够达到大厚度编织体的内部并充分润湿纤维。这就对石英胶液的状态(浓度、温度)和浸渍方法提出了新的要求, 需要对材料特性及浸渍原理结合动力学原理进行研究。

### 3 石英胶液的密度、动力粘度研究

石英胶液制备后的起始密度为  $1.16\text{g/cm}^3$  左右，当密度达到  $1.40\text{g/cm}^3$  以上会在短期内发生凝胶现象，在这个密度区间，需要一种密度较高，而粘度相对较

低的石英溶胶，以提高存硅率和浸渍效果。通过试验测得石英胶液在不同密度、不同温度下的粘度值及放置后石英胶液的变化情况，选取了几种典型试验数据，见表1。

表1 典型石英胶液粘度测试结果

密度/ $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	温度/ $^{\circ}\text{C}$	运动粘度/ $\text{mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$	动力粘度/ $\text{mPa}\cdot\text{s}^{-1}$
1.20	20	1.81	2.07
	40	1.23	1.40
	50	1.07	1.22
1.27	51	1.43	1.76
	60	1.22	1.51
	70	1.06	1.30
	80	0.94	1.16
1.33	51.5	1.95	2.49
	60	1.77	2.26
	70	1.55	1.99
	80	1.31	1.68
1.41	41.5	3.56	4.74
	51	3.05	4.05
	60	2.79	3.71

#### 3.1 试验结果

a. 密度为  $1.27\text{g/cm}^3$  的石英胶液在  $80^{\circ}\text{C}$  时液面开始蒸发结皮（凝胶速度加快），粘度最低，无胶凝现象；

b. 密度为  $1.33\text{g/cm}^3$  的石英胶液在  $60^{\circ}\text{C}$  时液面开始蒸发结皮（凝胶速度加快）， $70^{\circ}\text{C}$  时液面蒸发结皮成膜且增厚鼓起，无胶凝现象；

c. 密度为  $1.41\text{g/cm}^3$  的石英胶液在  $51^{\circ}\text{C}$  时液面开始蒸发结皮（凝胶速度加快）， $60^{\circ}\text{C}$  时液面蒸发结皮成膜且增厚鼓起。将以上石英胶液保温 2h 后，液面蒸发加快并形成一层凝胶的沉淀膜并逐渐胶凝，石英胶液挥发掉近  $1/4$ 。

#### 3.2 试验结论

对石英胶液的温度、密度-粘度以及温度、密度-凝胶值进行了测试，为浸渍工艺提供了依据，通过综合比较与分析，确定胶温为  $80^{\circ}\text{C}$ ，密度为  $1.27\text{g/cm}^3$  石英胶液粘度最小，适合进行浸渍。

### 4 浸渍复合工艺技术研究

#### 4.1 胶液浸渍原理

当石英复合陶瓷经过多轮浸渍复合达到一定密度后，要求石英胶液中的  $\text{SiO}_2$  颗粒能够从高密度区域向低密度区域扩散，渗入并沉积在纤维编织体内部，达到浸渍充分的效果，主要有 2 种途径<sup>[2]</sup>。

##### 4.1.1 界面扩散

多次浸渍后，石英胶液沿纤维与纤维、纤维与基体的界面孔隙及基体本身孔隙向材料内部扩散。图1中，纤维与基体存在较多的界面。

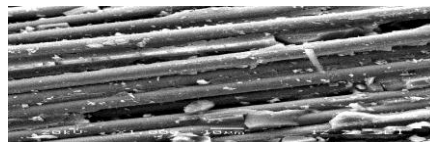


图1 石英复合陶瓷内部界面形貌

##### 4.1.2 毛细管作用

毛细管凝聚是多孔固体吸附的一个重要特征。由于石英复合陶瓷表面有大量的微气孔，这些毛细管对石英胶液具有自然的毛细管吸力。图2中，石英复合陶瓷上有一定数量毛细管。

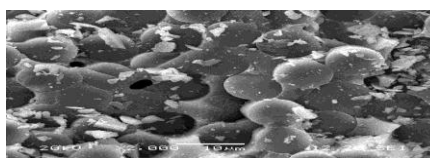


图2 石英复合陶瓷毛细管

#### 4.2 振动-波动工艺研究

振动-波动工艺的实现需采用具有波动效应的装置，以最小的能量消耗给出具有所需频率和强度的必要波动场。运动的振动形式和波动形式，取决于外部作用的振幅和频率及具体多相系统（固相、液相、气相）的几何和物理参数，在运动过程中系统参数自发地发生改变，趋近于共振值，在该值下仅需以最小的

能量消耗维持所研究的状态<sup>[3]</sup>。振动-波动工艺实现了以较小的能耗将脉动和波动能剧烈地转化成多相介质中其它机械运动形式的能。并具有一系列原理上新颖的效应。这些效应包括：在毛细管和多孔介质中液体运动速度的高倍增长（1000~100000 倍）、多相系统的可控波动紊流性及伴随而来的流体动压及静压激烈的重新再分布、质量交换过程和弥散过程的强化等。

波动传播在多孔介质孔隙中诱导出附加单向流动的速度值与由稳态压降而引起的单向流动渗流速度值相比有显著增长，见图 3。

图 3 中， $R_0$  为毛细管半径， $v$  为由稳态压降而引起的单向流动渗流速度值， $v_0$  为波动传播诱导出附加单向流动的速度值。对不同毛细管类型，有无波动传播两种状态下，单向流动速度值对比如表 2 所示。

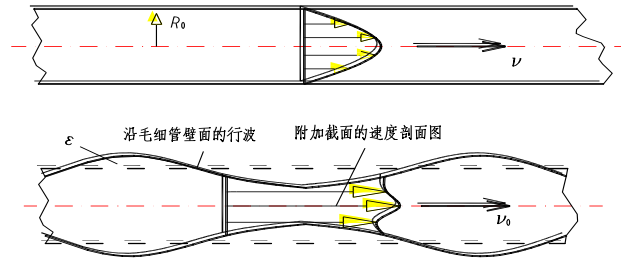


图 3 单向流动及其特性

表 2 两种状态下渗流速度值对比

毛细管类型	$R_0/m$	$V/m \cdot s^{-1}$ 沿截面	$\varepsilon/R_0$	$v_0/m \cdot s^{-1}$ 沿截面	$v_0/v$
通道	$10^{-2}$	25	$10^{-3}$	0.39	1.56%
裂缝	$10^{-3}$	0.25	$10^{-3}$	0.344	137.6%
孔隙	$10^{-5}$	$2.5 \times 10^{-5}$	$10^{-3}$	0.045	$1.8 \times 10^5\%$

由表 2 可见，对于半径  $R$  的量级为  $10\mu m$  的孔隙来说，波动运动在单向位移中会发生特别有效的变化。该位移速度可以达到渗流速度的 180000%。

研究了不同激振力的超声振动浸渍过程，通过振动-波动工艺，可有效降低编织物（或多孔复合陶瓷材料）缝隙和微孔中的毛细管阻力，强化石英胶液质量传递位移速度。通过有效传输给石英胶液中二氧化硅粒子运动能量，提高渗入毛细管和孔、缝中的程度，提高浸渍质量，获得高强度材料。随着振动力的加大，石英胶液中的  $SiO_2$  颗粒动力能增大，传递给石英胶液的能量成倍增大，石英胶液中  $SiO_2$  颗粒更易进入编织体内部。

### 4.3 小结

石英纤维和石英胶液之间的物理相容性和化学相容性，是影响石英胶液浸渍石英纤维工艺与性能的关键因素。浸渍时纤维束和石英胶液之间的界面结合大多数是简单的机械互锁，它受反应的热力学和动力学控制。动力、热力决定反应的速度和  $SiO_2$  颗粒的动力能。将石英胶液浸渍温度提高，使用振动设备对石英胶液进行激振，通过提高温度和施加外力可大大增强石英胶液中  $SiO_2$  颗粒的动力能，更容易进入大厚度

织物的纤维束中。

### 5 结束语

通过试验，采用真空浸渍→振动-波段浸渍工艺过程，进行制品及随炉试样的研制。通过 X 射线、工业 CT 无损检测和试验件密度计算分析，试验件在最厚处和最薄处的材质均匀，无明显差异；从解剖断面看，不存在干纤维现象，材料内部组织均匀性好；使用电镜扫描观察材料微观型貌，石英纤维的外形比较完整，其四周石英颗粒填充的比较密实，断裂后纤维表面明显有附着的石英胶液颗粒，说明浸渍研究达到预期效果，密度、强度达到预期值，石英胶液浸渍厚编织体效果较好。

### 参考文献

- 1 温广武. 石英玻璃基复合材料的研究进展. 材料工程, 2002(1): 40~43
- 2 贾成厂. 陶瓷基复合材料导论. 北京: 冶金工业出版社, 2002
- 3 张学军. 先进陶瓷材料胶态成型工艺进展. 宇航材料工艺, 2006(1): 16~