

文章编号: 1671-7449(2008) 05-0419-04

碳 碳复合材料高温多热物性参数测量系统^{*}

辛春锁¹, 戴景民¹, 张 虎¹, 何小瓦²

(1. 哈尔滨工业大学 自动检测与过程控制系统研究所, 黑龙江 哈尔滨 150001;

2. 航天材料及工艺研究所, 北京 100076)

摘 要: 提出一种将多光谱辐射测温技术、激光狭缝扫描检测技术和对试样通电加热至稳态技术相结合的新方法, 可对碳 碳复合材料在高温下的多个热物性参数进行测试. 利用大电流快速将棒状碳 碳复合材料加热至稳态, 通过辐射高温计对试样表面温度分布的测量和激光狭缝扫描检测仪对膨胀量的测量, 根据流过试样的电流、电压就可计算出被测试样的电阻率、热膨胀系数、导热系数、比热、全波长半球向全发射率和多个光谱下的法向光谱发射率. 该装置主要包括高温环境试验箱、加热供电回路、高速光学高温计、激光狭缝扫描检测仪等部件, 介绍了各组成部分及其工作原理. 激光狭缝扫描检测仪的最大测量误差小于 $\pm 3\mu\text{m}$, 两套温度计的测量精度都优于 1%.

关键词: 热物性测量; 多光谱辐射测温技术; 激光狭缝扫描检测技术; 碳 碳复合材料; 高温

中图分类号: TK121 **文献标识码:** A

A Measuring System for Carbon-Carbon Composite Thermal Physical Properties at High Temperature

XIN Chunshuo¹, DAI Jingmin¹, ZHANG Hu¹, HE Xiaowa²

(1. Institute of Automatic Detecting & Process Control System, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China;

2. Aerospace Research Institute of Materials and Processing Technology, Beijing 100076, China)

Abstract A new method for measuring thermalphysical properties of carbon-carbon composite at high temperature was proposed. It utilized multi-spectral thermometry, laser scanning technique and current heating technique. A specimen was heated to steady-state by large current in a short time, and the surface temperature distribution was measured by two pyrometers. At the same time, the deformation was measured by a laser scanning system. Based on the current and voltage parameters, electrical resistivity, thermal expansion coefficient, thermal conductivity, heat capacity, total hemispherical emissivity and multi-spectral emissivity of the carbon-carbon composite can be calculated simultaneously by using the apparatus which mainly consisted of a high temperature environmental chamber, a power circuit of heating, two high-speed pyrometers, a laser scanning system, et al. The measurement principle and components of the apparatus were described in detail. The measurement precision of laser scanning system can get to $\pm 3\mu\text{m}$, and the precision of the two pyrometers is superior to 1%.

Key words measurement of thermophysical properties; multi-wavelength thermometry; laser scanning technique; carbon-carbon composite; high temperature

* 收稿日期: 2008-01-03

基金项目: 航天材料及工艺技术研究所专项基金资助项目

作者简介: 辛春锁(1977-), 男, 博士生, 主要从事辐射测温及高温材料的热物性测试研究.

0 引言

由于在高温下具有密度小、辐射系数高、可设计性强、耐烧蚀、抗粒子侵蚀等特点,作为导弹、运载火箭和卫星等航天飞行器热防护首选材料的高性能碳/碳复合材料发挥着不可替代的作用^[1,2],其应用水平和规模已关系到武器装备的跨越式提升和型号研制成败的关键。但目前只能对这种复合材料的导热系数、比热等几个高温热物性参数进行测试^[3-8],且存在很多弊端,如没有实现一套设备的多参数测量、测试温度上限低、研制及测试费用高等。大电流稳态加热法是一种有效的高温多热物性参数测试技术,早在20世纪60、70年代就已被各国学者用于对小直径棒状或细丝金属试样的导热系数等参数进行测量^[9,10]。借助于多光谱辐射测温技术可同时测量出试样真温和多个光谱发射率的特点,本文提出用多光谱测温技术、激光狭缝扫描检测技术和大电流稳态加热法相结合的方法对碳/碳复合材料的多个热物性参数进行测试,进行了理论分析,研制了相应的测试装置,并对测量装置进行了标定。

1 测量原理

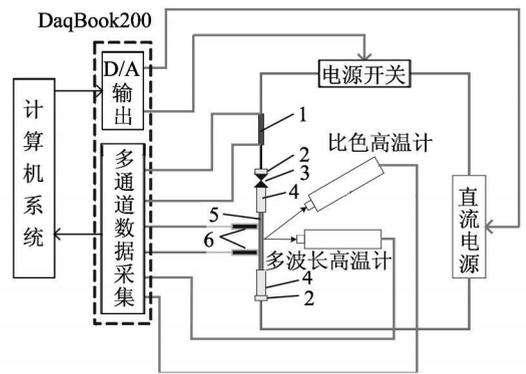
碳/碳复合材料高温多热物性参数测试系统的原理图如图1所示。根据设定的测试温度值,计算机控制加热电源的输出功率将一根尺寸均匀的棒状碳/碳复合材料试样通电加热至该温度下的热平衡状态。试验过程中,多波长高速高温计始终对试样中心位置多个光谱下的辐射信息进行测量,同时比色高温计通过扫描式光学探头对试样表面轴向的各点温度进行测量。多波长高速高温计、比色高温计和激光狭缝扫描检测仪的输出信号及试样和标准电阻的电压降一起馈送到DaqBook200数据采集板卡,并由上位机进行后期的数据处理。

由于碳/碳复合材料的各组成成分都已碳化,因此利用多波长高温计测得的多个光谱下的辐射信息就可以计算出试样的真温和各工作波长下的光谱发射率^[11],同时根据试样表面的温度分布和膨胀量就可计算出热膨胀系数。通过在热平衡状态下的其它数据(电压、电流),由能量守恒定律还可计算出碳/碳复合材料的电阻率、全波长半球向全发射率和导热系数,而根据试样在冷却过程中表面温度的变化又可求出试样的比热。

2 测量装置

1) 高温环境实验箱。高温环境实验箱内包括被测试样、电压探针、石墨电极、铜电极及其它一些辅助设施。为防止实验箱内反射光对测量结果的影响,被测试样安装在箱内中心位置,并用一个30 mm厚的碳毡隔热屏将试样包围起来。试验箱的4个方向都开有石英窗口:前、后窗口用于温度测量;左、右窗口即可对试样的轴向膨胀量进行测量,也可对试样的当前状态进行观察。试样的两个轴向端通过石墨电极与铜电极进行电气连接:下面的石墨电极直接与铜电极连接,上面的石墨电极通过膨胀节与铜电极连接,以适应因温度升高而带来的试样热膨胀。电压探针的材质与被测试样相同,具体的安装位置可根据试样均温区的长度进行调节。实验箱开有真空抽气阀和惰性气体充气孔,并装有相应的真空度测量传感器,箱体的密封性能好,利用分子真空泵可使试验箱内的真空度小于0.001 Pa,充入惰性气体后的最大正压可达到1.10 Pa。为保证箱体温度始终处于恒温状态,实验箱箱体及铜电极内部都通有循环冷却水,并用相应的测量仪表对循环水的水温和水压进行监测^[12]。

2) 加热供电回路。整个加热供电回路包括高频开关电源、大功率标准电阻、石墨电极、铜电极、被



1- 标准电阻; 2- 铜电极; 3- 膨胀节;
4- 石墨电极; 5- 试样; 6- 电压探针

图1 测试系统原理示意图

Fig 1 Schematic diagram of the apparatus

测试样和一个大功率电源开关. 高频开关电源采用 PWM 调制方式, 输出功率控制精度高于 1%, 可根据测试温度需要对输出功率进行调节. 1 mΩ 的标准电阻是由锰铜线绕制的, 通过测量它两端的电压来计算通过试样的电流强度. 高速电源开关由 25 个并联的大功率 MOSFET 组成, 每个 MOSFET 可以承受 100 A 的电流, 关断时间为 390 ns, 导通电阻为 11 mΩ, 高速开关的工作状态以及导通时间都采用计算机控制方式.

3) 高速光学高温计. 本文采用扫描式光学探头与光纤比色高温计组合的方式对试样轴向温度分布进行快速测量. 扫描式光学探头的作用是将试样表面各点的光信号折射到光纤比色温度计, 它的扫描角度和扫描速率均可调, 最大扫描角度为, 步进精度为 1 mm. 比色温度计的测温范围是 800~ 3 500 °C, 测量精度是 1%, 最快响应时间为 10 μs. 光路部分采用的是棱镜分光系统, 探测器选用的是硅光电二极管, 工作波长分别是 0. 656 μm 和 0. 9 μm, 每个探测器都接有三级串联信号放大电路, 用 Diamond-MM-16 作为数据采集板卡, HX L-486DX-66 单板 CPU 对数据进行计算和显示, 通过 RS232/485 与上位机进行通信.

多波长高温计的探测器选用的是硅光电二极管阵列, 选取 0. 4~ 1. 1 μm 范围内的 20 个光谱作为多波长高温计的工作波长. 其它技术指标及所选器件与比色温度计相同.

4) 激光狭缝扫描检测仪. 采用徐熙平等研制的激光狭缝扫描检测仪对试样的膨胀量进行测量, 关于该仪器的具体研制情况见参考文献 [13]. 考虑到试样表面存在温度梯度, 因此重新建立了计算热膨胀率的数学模型, 这部分内容将在后继文章中予以阐述.

5) 控制及数据采集系统. 控制及数据采集系统主要由计算机和多通道数据采集板卡组成. 控制计算机采用的是 Dell 公司生产的 Pentium4 型计算机, 2. 4 G 主频处理器, 512 M 内存容量, 120 G 存储空间. 多通道数据采集板卡采用的是美国 IOtech 公司生产的 DaqBook200, 16 位 A/D

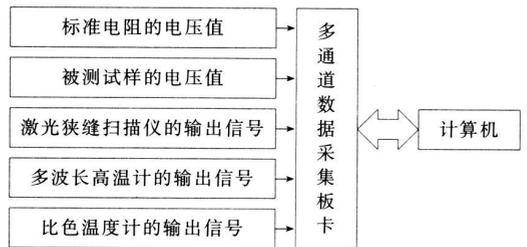


图 2 数据采集装置功能结构图

Fig. 2 Structure diagram of data acquisition

转换分辨率. 16 路单端或 8 路双端模拟信号输入, 两路模拟量输出, 最大采样频率为 100 kHz. 通过数据采集板卡可对实验过程的多个测试数据进行快速采集和处理. 整套系统的结构示意图如图 2 所示.

3 测量装置的标定

为了对测量结果进行评估, 本文对激光狭缝扫描检测仪和两套温度计的测量精度进行了标定.

将变形标定的变形量 ΔL_{0i} 设定

表 1 激光狭缝扫描检测仪标定结果

Tab. 1 Calibration results of the laser scanning system

为不同值, 用激光狭缝扫描检测仪对膨胀量进行测量, 测量结果计为 ΔL_i , 实验结果如表 1 所示. 经计算, 最大测量误差 $\leq \pm 3 \mu\text{m}^{[13]}$.

| 序号 <i>i</i> | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
|-----------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $\Delta L_{0i} / \text{mm}$ | 0 | 0.5 | 1 | 1.5 | 2 | 2.5 | 3 |
| $\Delta L_i / \text{mm}$ | 0.001 | 0.499 | 1.002 | 1.503 | 2.001 | 2.497 | 2.998 |
| 误差 $W = (\Delta L_i - \Delta L_{0i}) / \mu\text{m}$ | 1 | -1 | 2 | 3 | 1 | -3 | -2 |

在 800~ 3 000 °C 范围内采用精度

为 0. 3% 的标准辐射温度计对这两套温度计进行标定, 标定结果如表 2, 表 3 所示, 从标定数据可以看出, 在测试温度范围内的测量精度要优于 1%. 通过理论计算可证明 3 000~ 3 500 °C 范围的测量精度也优于 1%^[14].

表 2 光纤式多光谱辐射高温计的检定结果

Tab. 2 Verification results of optical fiber multi-spectral radiation pyrometer

| 标准温度 / °C | 950 | 1 100 | 1 300 | 1 500 | 1 700 | 1 900 | 2 100 | 2 300 | 2 500 | 2 700 | 2 900 |
|-----------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 测量温度 / °C | 958 | 1 094 | 1 301 | 1 497 | 1 689 | 1 881 | 2 089 | 2 293 | 2 496 | 2 688 | 2 894 |

表 3 比色温度计的检定结果

Tab. 3 Verification results of color radiation pyrometer

| | | | | | | | | | | | |
|---------------------------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 标准温度 / $^{\circ}\text{C}$ | 885 | 1 091 | 1 300 | 1 510 | 1 689 | 1 887 | 2 091 | 2 291 | 2 491 | 2 692 | 2 884 |
| 测量温度 / $^{\circ}\text{C}$ | 893 | 1 101 | 1 306 | 1 510 | 1 699 | 1 897 | 2 101 | 2 301 | 2 501 | 2 702 | 2 894 |

4 结 论

提出的碳/碳复合材料高温多热物性测试方法充分发挥了多光谱测温法和高温稳态电流加热技术的优势,实现了同时对碳/碳复合材料的多个高温热物性参数的直接测量.与激光脉冲法等同类对碳/碳复合材料的热物性参数测量装置相比,具有测量过程简便、测量装置研制难度低、试样制备容易、可同时测得多个热物性参数等优点.在对测量装置进行联合调试后,今后将对各种碳/碳复合材料的各高温热物性参数进行测量,对各测量数据的精度进行评估,并与其它方法测得的数据进行比对,以探讨这种热物性测试方法的应用前景.

参考文献:

- [1] 李贺军, 罗瑞盈, 杨峥. 碳/碳复合材料在航空领域的应用研究现状 [J]. 材料工程, 1997(8): 8-10.
Li Hejun, Luo Ruiying, Yang Zheng. The status and future on research and application about carbon/carbon composites in the aeronautical area [J]. Journal of Materials Engineering, 1997(8): 8-10. (in Chinese)
- [2] 葛明龙. 碳纤维增强复合材料在国外液体火箭发动机上的应用 [J]. 导弹与航天运载技术, 2003(4): 22-26.
Ge Minglong. Application of C/C and C/SiC based composites for foreign liquid propellant rocket engines [J]. Missiles and Space Vehicles, 2003(4): 22-26. (in Chinese)
- [3] 李志. ACNT/C 纳米复合材料导热性能及其机理的初步研究 [J]. 高等学校化学学报, 2006(10): 1819-1822.
Li Zhi. Studies on thermal conductive properties and mechanism of a new ACNT/C nanocomposite material [J]. Chemical Journal of Chinese Universities, 2006(10): 1819-1822. (in Chinese)
- [4] Luo Ruiying, Liu Tao, Li Jinsong, et al. Thermophysical properties of carbon/carbon composites and physical mechanism of thermal expansion and thermal conductivity [J]. Carbon, 2004, 42(14): 2887-2895.
- [5] Zhang Wei, Yi Fajun, Han Jiecai, et al. Experimental study on thermophysical properties of C/C composites at high temperature [J]. Journal of Harbin Institute of Technology, 2006, 13(3): 286-288.
- [6] Zhao Jianguo, Li Kezhi, Li Hejun, et al. The thermal expansion of carbon/carbon composites from room temperature to 1400 $^{\circ}\text{C}$ [J]. Journal of Materials Science, 2006, 41(24): 8356-8358.
- [7] Cheng Laifei, Xu Yongdong, Zhang Litong, et al. Effect of heat treatment on the thermal expansion of 2D and 3D C/SiC composites from room temperature to 1400 $^{\circ}\text{C}$ [J]. Carbon, 2002, 41(8): 1645-1687.
- [8] Manocha L M, Warriar A, Manocha S, et al. Thermophysical properties of densified pitch based carbon/carbon materials-I. Unidirectional composites [J]. Carbon, 2006, 44(8): 480-487.
- [9] Taylor R E. Survey on direct heating methods for high-temperature thermophysical property measurements of solids [J]. High Temperature-High Pressures, 1972, 4(5): 523-531.
- [10] 奚同庚. 无机材料热物性学 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1981: 123-146.
- [11] 戴景民, 杨茂华, 褚载祥. 多波长辐射测温仪及应用 [J]. 红外与毫米波学报, 1995, 14(6): 461-466.
Dai Jingmin, Yang Maohua, Chu Zaixiang. Multi-wavelength pyrometer and its applications [J]. Journal of Infrared and Millimeter Waves, 1995, 14(6): 461-466. (in Chinese)
- [12] 梅瑛, 程志刚, 黄莉. 温度对容器设计的影响 [J]. 中北大学学报(自然科学版), 2006, 27(3): 210-214.
Mei Ying, Cheng Zhigang, Huang Li. Influence of temperature on vessel design [J]. Journal of North University of China (Natural Science Edition), 2006, 27(3): 210-214. (in Chinese)
- [13] 张国玉, 徐熙平, 杨琳, 等. 材料高温变形激光扫描测量方法 [J]. 兵工学报, 2003, 24(1): 118-120.
Zhang Guoyu, Xu Xiping, Yang Lin, et al. Laser scanning measurement for high temperature deformation of materials [J]. Acta Armamentarii, 2003, 24(1): 118-120. (in Chinese)
- [14] 戴景民. 基于波长函数的辐射温度计一点标定法及其精度的理论估计与实验验证 [J]. 计量学报, 1999(1): 53-58.
Dai Jingmin. One-point calibration technique of pyrometer on the basis of wavelength function measurement and error checks [J]. Acta Metrologica Sinica, 1999(1): 53-58. (in Chinese)