

碳酚醛复合材料高温渗透率测试中 真空压力精密控制解决方案

Solution of Precise Control of Vacuum Pressure in High Temperature Permeability Test of Carbon Phenolic Composites

摘要：气体渗透率是树脂基纤维防热和烧蚀复合材料的关键性能参数，基于现有的稳态法渗透率测试技术相关研究报道，本文提出了更详细和切实可行的渗透率测试中的真空压力差精密控制解决方案。解决方案采用了两个真空度可精密控制的缓冲罐布置在被测样品的气流上下游，从而在样品上实现真空压力差可调且精密恒定控制。解决方案具有很强的可拓展性，为后续的高温氧化性能测试和质谱仪气体分析留有相应的连接接口。

1. 项目背景

树脂基纤维复合材料在工业炉、防火、棉絮材料和高速航天器的隔热罩等应用中被用作高性能隔热材料，这类高孔隙率材料通过在高温下提供气体缓冲，有效保护下层结构免受周围热源的影响，其低密度特性同时最小程度地增加了高速航天器的有效载荷质量。

由于树脂基纤维复合材料的高孔隙率，气体可以很容易地在烧蚀材料中流动，例如酚醛树脂分解产生的热解气体在离开材料之前会穿过烧焦的结构，可能会与纤维发生反应。类似地，来自边界层的反应物可以进入材料微结构并在孔内流动，这种气体传输对整体材料响应具有显著的影响。这种通过多孔结构的流动行为常以渗透率为特征，因为渗透率控制着介质内的动量传输，因此在模拟多孔介质流动时，渗透率是一个关键的材料性能参数。

材料渗透率的测量，特别是测试高温下的材料渗透率普遍采用稳态法，即在样品的上、下游端施加稳定的压力差，通过测量流经样品的流量气体，依据达西定律计算获得渗透率。在参考文献[1,2]中对纤维复合材料的高温渗透率稳态法测量进行了报道，并给出了测试系统结构示意图，但在如何形成稳定的高精度压力差方面并未给出说明，而这恰恰是稳态法渗透率测试的关键。

为了真正实施稳态法高温渗透率测试方法，特别是模拟星际环境在被测样品两侧建立宽域可调且精确稳定控制的真空压力差，本文提出了如下真空压力控制解决方案。

2. 解决方案

对于高温渗透率测试中的真空压力控制，解决方案拟达到如下技术指标：

- (1) 样品上下游的真空压力控制范围气压（绝对压力）：0.1Torr~750Torr。
- (2) 控制精度：读数的 $\pm 1\%$ 。

可实现上述技术指标的真空压力差控制系统结构如图1所示。

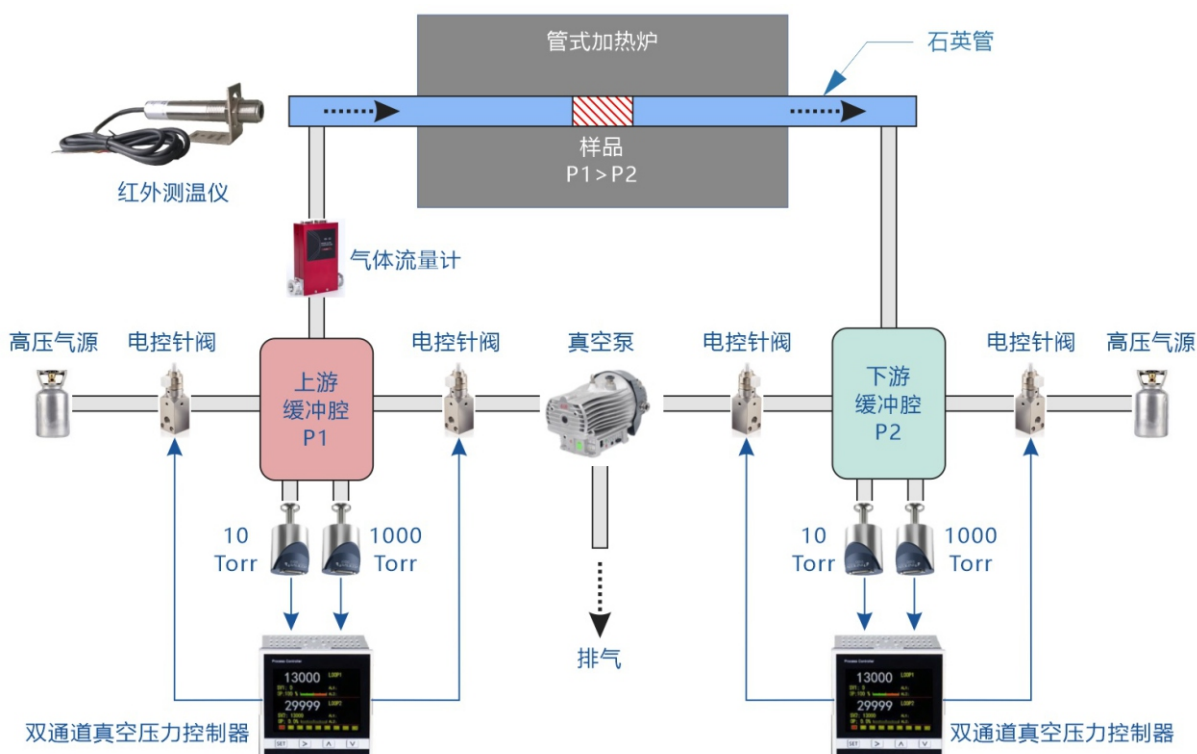


图1 高温渗透率测量装置真空压力差控制系统结构示意图

如图1所示，本解决方案对文献[1,2]中所报道的真空压力差控制系统进行了细化，即系统中增加了上游和下游真空压力缓冲腔及其控制装置，分别将上下游缓冲腔按照所需的真空度设定值 P_1 和 P_2 ($P_1 > P_2$) 进行精密恒定控制，由此可在高温样品的上下游形成宽域可调且精确稳定控制的真空压力差，然后通过布置在上游管路中的气体流量计测量压力差稳定后的气体渗透流量，由此最终根据样品尺寸数据计算得到不同温度和压差下的不同气体渗透率。

对于上下游缓冲腔的真空度控制，配备了两套相同的真空度控制系统，每套控制系统主要由两只薄膜电容真空计、两只电控针阀和一个双通道真空压力控制器，具体型号和指标如下：

- (1) 薄膜电容真空计：量程1Torr和1000Torr，测量精度为读数的 $\pm 0.25\%$ 。
- (2) 电控针阀：型号NCNV-20和-120，线性度0.1~2%，重复精度1%，响应时间1秒。
- (3) 双通道真空压力控制器：独立双通道，24位AD、16位DA和0.01%最小输出功率百分比，带PID参数自整体和MODBUS标准协议的RS485通讯接口，并配有计算机软件。

在每个缓冲腔的真空度控制过程中，具体操作步骤需要注意以下内容：

- (1) 对于10~1000Torr的低真空范围内控制，采用排气调节模式，即将负责进气流量调节的电控针阀控制为固定开度使得进气流量恒定，然后再自动控制负责排气流量调节的电控针阀。
- (2) 对于0.1~10Torr的高真空范围内控制，采用进气调节模式，即将负责排气流量调节的电控针阀控制为100%固定开度使得全速排气，然后再自动控制负责进气流量调节的电控针阀。
- (3) 双通道真空压力控制器具有两路独立的PID自动控制通道，其中在第一输入通道上连接10Torr量程真空计，在第二输入通道上连接1000Torr量程真空计，第一输出通道上连接负责进气的电控针阀，第二输出通道上连接负责排气的电控针阀。

还需说明的是本解决方案将气体流量计布置在样品的上游端，这样做的好处是流经流量计的气体温度为常温，常温气体对流量计不会带来损害。

另外，红外测温仪也布置在石英管的上游端外，这是因为石英管上游端的密封法兰相对比较简单，而石英管下游端的密封法兰则相对比较复杂，这是因为下游端还需为今后的测试功能拓展留有余地。

3. 总结

综上所述，本解决方案对文献[1,2]所报道的高温渗透率测试装置中的真空压差控制系统进行了细化，比较而言，本文所提出的解决方案具有以下优势和特点：

(1) 本解决方案更具有实用性，可实现样品上下游压力的恒定控制，这是文献[1,2]报道中所欠缺的关键技术，由此可任意设定和调节样品两端的压力差，更符合稳态法渗透率测试模型。

(2) 本解决方案具有很强的适用性和可拓展性，如通过改变其中的相关部件参数指标就可适用于不同范围的真空压力，实现不同压力差的精密控制及其对应渗透率测试。

(3) 本解决方案可以通过高压气源的改变来实现不同工作气体下的渗透率测量，也可进行多种气体混合后的真空压力差控制和氧化性能测试，具有很大的灵活性。

(4) 更重要的是，本解决方案为后续的残余气体取样分析留有接口通道，可方便的与质谱仪和微流量可变泄漏阀连接，使得质谱仪分析流经被测样品的气体。

(5) 解决方案中的真空压力控制自带计算机软件，可直接通过计算机的软件界面操作进行整个控制系统的调试和运行，且控制过程中的各种过程参数变化曲线自动存储，这样就无需再进行任何的控制软件编写即可很快搭建起控制系统，极大方便了试验装置的搭建和测试研究。

4. 参考文献

[1] Panerai F, White J D, Cochell T J, et al. Experimental measurements of the permeability of fibrous carbon at high-temperature[J]. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2016, 101: 267-273.

[2] Panerai F, Cochell T, Martin A, et al. Experimental measurements of the high-temperature oxidation of carbon fibers[J]. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2019, 136: 972-986.