

文章编号: 1001-4888(2024)03-0323-09

## 单侧加热条件下带石墨膜热防护 复合材料力学性能的试验研究\*

张佳乐<sup>1</sup>, 耿小亮<sup>1</sup>, 王迎芬<sup>2</sup>, 梁恒亮<sup>3</sup>, 黄雷<sup>1</sup>, 薛志远<sup>1</sup>, 阿依巴尔<sup>1</sup>, 李欣<sup>1</sup>

(1. 西北工业大学 力学与土木建筑学院, 陕西西安 710129; 2. 中航复合材料有限责任公司, 北京 101300;

3. 中国航空制造技术研究院, 北京 101300)

**摘要:** 聚酰亚胺基碳纤维复合材料具备高温下轻质高强的力学特性, 在飞机发动机机匣及外调节片等结构上有广泛的应用前景。这类薄壁结构两侧温度通常有显著差异, 目前对这种单侧高温下复合材料力学特性方面的研究相对较少。本文以耐高温的聚酰亚胺树脂基碳纤维增强复合材料层合板为研究对象, 单侧制备石墨膜作为复合材料的热防护体系。制备了 $[0]_8$ 和 $[45/-45/0/90]_2$ 两种铺层角度的复合材料试验件, 并开展了在 25°C (室温) 和高温单侧面热源加热下的纵向拉伸与开孔拉伸试验。试验结果表明, 高温下纵向拉伸破坏模式和开孔拉伸破坏模式与常温下的破坏模式相比没有差别, 纵向拉伸破坏模式为纤维断裂, 开孔拉伸破坏模式呈现基体断裂、纤维断裂及拔出的混合特征; 在相同温度载荷下, 有石墨膜试验件的非加热面温度略低; 相比不带石墨膜的复合材料, 石墨膜的热防护特性对主要依赖纤维承载的纵向拉伸强度并不产生显著的增强效果, 而对于同时依赖纤维及基体的开孔拉伸强度在较高温度区间时其承载能力有显著提高。

**关键词:** 聚酰亚胺; 石墨膜; 复合材料; 热防护体系; 单侧加热

**中图分类号:** TB332 **文献标识码:** A **DOI:** 10.7520/1001-4888-23-141

### 0 引言

随着航空技术的不断发展和飞行速度的提高, 机头或机翼前缘等部位由于受到剧烈气动加热会形成高温区域, 作为航空动力装置, 发动机结构及邻近区域也承受着很高的服役温度。为解决这种高温下的结构受力问题, 通常采用高温合金、不锈钢或钛合金作为制造这些结构的关键材料, 而在 500°C 以下的中温环境中使用碳纤维增强高温树脂基体复合材料代替钛合金等金属材料, 能够在满足高温强度、刚度指标的条件下, 实现轻量化设计。

聚酰亚胺树脂基碳纤维增强复合材料被认为是当前耐高温性能最好的树脂基复合材料, 具备在高温条件下(300°C~500°C)承载的能力, 其优越的高温力学性能来自于基体材料聚酰亚胺树脂, 相比环氧树脂和双马树脂具有更高的热稳定性<sup>[1]</sup>。这种复合材料密度为 1.7g/cm<sup>3</sup>, 300°C 下 0° 单向板的拉伸强度仍在 1800MPa 以上, 与钛合金等材料相比, 具有更高的比强度和比刚度。周洪飞等<sup>[2]</sup>研究了国产 CCF300 碳纤维/BMP316 聚酰亚胺树脂基复合材料的力学性能及其断口形貌, 并与 T300/BMP316 聚酰亚胺树脂基复合材料的相关性能进行了对比, 结果表明: CCF300/BMP316 复合材料的力学性能与

\* 收稿日期: 2023-07-18; 修回日期: 2023-08-26

基金项目: 装备预研重点实验室基金项目(6142704200405)

通信作者: 耿小亮(1976-), 男, 博士, 高级工程师(硕士)。主要研究方向: 细观力学; 飞行器新结构与新材料的力学行为研究、力学试验技术。Email: gengxiaoliang@nwpu.edu.cn

T300/BMP316 复合材料基本相当。美国 NASA 材料研究中心制造出了可在  $280^{\circ}\text{C} \sim 315^{\circ}\text{C}$  的温度区间内稳定使用的第一代 PMR 型聚酰亚胺复合材料,后又相继研制成功耐热温度最高可达  $500^{\circ}\text{C}$  的第二代、第三代、第四代聚酰亚胺复合材料<sup>[3-4]</sup>。刘强等<sup>[5]</sup>总结了 BMP 系列复合材料的发展现状以及应用前景,并介绍了该系列聚酰亚胺树脂基复合材料的种类和性能。高艺航等<sup>[6]</sup>研究了碳纤维增强聚酰亚胺树脂基复合材料的高温力学性能,揭示了层合板在  $20^{\circ}\text{C} \sim 500^{\circ}\text{C}$  时的拉伸和层间剪切性能的变化规律。

聚酰亚胺树脂基碳纤增强复合材料可作为发动机机匣及尾喷口外调节片处的耐高温材料,但由于发动机局部热量集聚产生的高温可能会超过材料极限温度,如果采用复合材料表面集成石墨膜的技术,在发动机内侧形成热防护及热疏导通道以减弱局部热量集聚现象,可提高结构耐热能力。石墨膜是一种具有高度定向的石墨聚合物薄膜<sup>[7-9]</sup>,石墨膜具备独特的分子结构,使得其在厚度方向的隔热能力、面内方向的热疏导能力以及稳定性相比较于其他材料,有着明显的优势。翁梦蔓等<sup>[10]</sup>对石墨膜制备过程进行了研究,结果表明:随着石墨膜的含碳量与石墨化程度增高,材料热传导系数也会对应提升。袁观明等<sup>[11]</sup>对不同石墨化程度的人工膜进行了对比研究,发现石墨化程度达到 93% 时,导热系数可高达  $994\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ ,数倍于铝合金、铜合金等的导热系数  $200\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 。上述对石墨膜的研究都表明了石墨膜在面内方向具有优异的导热性能<sup>[12]</sup>。梁恒亮等<sup>[13]</sup>将高热传导系数的天然石墨膜附着于聚酰亚胺复合材料表面,提高了复合材料在高温下的承载能力。YU 等<sup>[14]</sup>用表面涂覆高取向石墨膜的聚丙烯腈基碳纤维增强塑料复合材料层合板进行热传导性能试验,发现其整体的热传导性能获得了较大的提高。HUANG 等<sup>[15]</sup>将石墨膜制备到复合材料层合板的一侧,石墨膜在恒温点热源加热试验中有效地起到了面内热疏导和厚度方向热隔离的作用。

将表面制备石墨膜的复合材料用于飞机发动机的机匣和外调节片等薄壁结构时,外侧通常为飞机所处飞行环境,而内侧为高温燃气作用形成的高温环境,使得内外两侧存在显著温差。目前对带石墨膜的复合材料层合板在单侧加热下的力学响应研究较少,相应试验更为缺乏。本文设计了专用的试验加热装置,该装置可实现对复合材料层合板单侧加热,并能够开展拉伸试验。通过分析试验结果,总结了单侧加热到不同温度时石墨膜热防护对复合材料层合板力学性能的影响规律。

## 1 试样制备及试验方法

### 1.1 试样制备

本文研究的聚酰亚胺基复合材料体系为 CCF800H/BMP350,由中航复合材料有限责任公司研发提供,石墨膜由中科院山西煤炭化学研究所制备,带石墨膜热防护复合材料层合板的最终制备由中航复合材料有限责任公司完成。该复合材料制备过程为:先进行预浸料铺制,然后在烘箱内进行酰胺化吸胶、亚胺化处理,之后放置石墨膜,利用真空袋和热压罐提供封闭的均匀温度和压力场,完成热防护结构的共固化制备工艺,试验件示意图如图 1 所示。聚酰亚胺基复合材料单层板厚度为  $0.125\text{mm}$ ,石墨膜厚度为  $0.3\text{mm}$ ,在面内的导热率为  $400\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ ,厚度方向的导热率为  $10\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 。

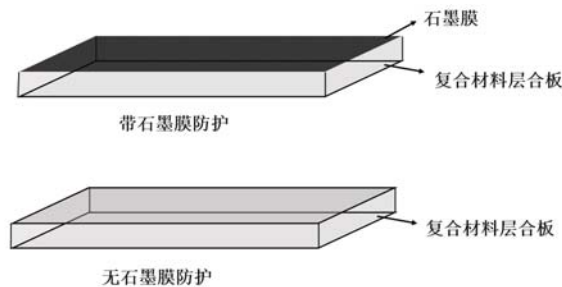


图 1 试验件示意图

Fig. 1 specimen schematic diagram

依据 ASTM D3039《聚合物基复合材料拉伸性能标准试验方法》与 ASTM D5766《聚合物基复合材

料层压板开孔拉伸强度标准试验方法》，开展纵向（纤维方向与拉伸方向成 0° 夹角）拉伸试验及开孔拉伸试验，试样每组均为 3 个。本文中分别针对纵向拉伸试验和开孔拉伸试验制备了 [0]<sub>s</sub> 和 [45/−45/0/90]<sub>2s</sub> 两种不同铺层的试验件，试验件照片及外形尺寸如图 2 所示，试验件基本尺寸见表 1。

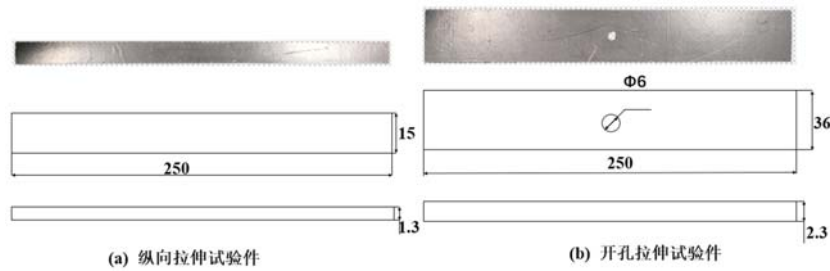


图 2 试验件照片及外形尺寸(单位:mm)

Fig. 2 Specimen photos and dimensions(unit: mm)

表 1 试验件基本尺寸

Tab. 1 Basic size of specimen

试验件类型	试验件尺寸/mm	石墨膜厚度/mm	层合板铺层顺序
纵向拉伸	250×15×1.3	0.3	[0] <sub>s</sub>
开孔拉伸	250×36×2.3	0.3	[45/−45/0/90] <sub>2s</sub>

### 1.2 试验方案设计

本文试验为单侧加热条件下的拉伸试验，与常规的高温下复合材料试验不同，试验主要考察在石墨膜一侧受热条件下的材料特性，因此采用整体式温度箱或高温炉加热的方法是不行的。为满足试验要求，自行设计并集成了一套专用的加热系统，主要采用的试验设备见表 2。参照 ASTM D3039 与 ASTM D5766 拉伸试验标准，试验件纵向拉伸及开孔拉伸试验使用 UTM-5205HB 型电子万能试验机进行加载，加载时控制横梁移动速度为 2mm/min；加热面热源温度采用 GDJS-1000 型温度调控器控制，该温度调控仪可以实时闭环调控温度变化，将所需温度控制在 ±5℃ 内；加热设备采用 BSM220.3 型陶瓷加热板，温度调控范围为 0℃~500℃；由于应变片不能适应高温条件，也不能测量全场应变，故应变的采集选用具有大范围的测量面积和强大分析能力的非接触式数字相关图像技术(DIC)测量系统，以准确测量试验件的应变场，试验系统的布置示意图如图 3 所示。试验过程中，在试验件侧边放置具有隔热作用的气凝胶毡，防止热量由于空气对流换热从试验件侧边流动到非加热面，对于开孔拉伸试验件，用气凝胶毡将孔填充，防止热量通过孔流动到非加热面。

表 2 试验设备

Tab. 2 Test equipment

设备名称	设备型号
电子万能试验机	UTM-5205HB
温度调控器	GDJS-1000
DIC 测量系统	VIC3D
陶瓷加热板	BSM220.3

为了对比验证石墨膜热防护体系对聚酰亚胺基复合材料层合板力学性能的影响，分别对纵向拉伸试验件与开孔拉伸试验件在 25℃(室温)、200℃、350℃、450℃ 温度的单侧面热源辐射加热条件下进行拉伸试验。同时还进行了 450℃ 下无石墨膜试验件的拉伸试验作为对比，试验件编号见表 3。

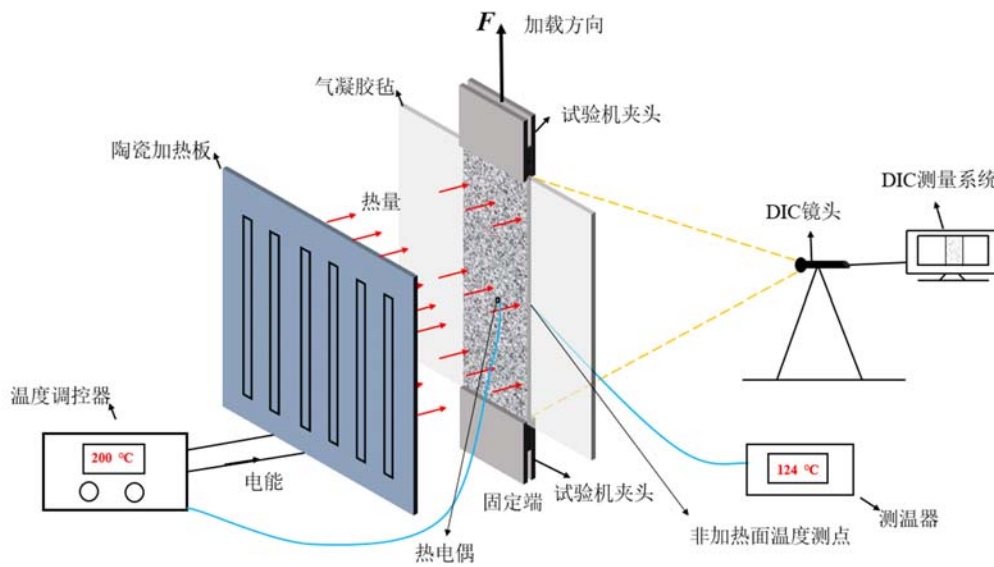


图 3 试验系统的布置示意图

Fig. 3 Layout diagram of the test system

表 3 试验件编号

Tab. 3 Specimen number

试验温度/°C	试验件编号	件数
25(室温)	G-L-T25	3
	G-K-T25	3
200	G-L-T200	3
	G-K-T200	3
350	G-K-T350	3
	G-L-T350	3
450	G-L-T450	3
	G-K-T450	3
	N-L-T450	3
	N-K-T450	3

注:试验件编号中“G”表示在试验件一侧有石墨膜,“N”表示在试验件两侧均无石墨膜,“L”表示单向板纵向拉伸,“K”表示开孔拉伸,“T200”表示所受单侧面热源温度为 200°C。

## 2 试验结果及分析

### 2.1 纵向(0°)拉伸复合材料试验结果及分析

分别对带有石墨膜复合材料的单向板进行单侧面热源温度为 25°C(室温)、200°C、350°C、450°C 的拉伸试验,同时进行 450°C 下无石墨膜试验件的拉伸试验以作对比,获得试验件的极限载荷、破坏强度及试验件非加热面的温度,见表 4。

表 4 纵向拉伸复合材料力学指标

Tab.4 Mechanical index of composites of longitudinal tensile

试验件编号	破坏载荷/kN	强度/MPa	加热面温度/℃	非加热面温度/℃
G-L-T25	29.53	1514	25	25
G-L-T200	27.01	1385	200	124
G-L-T350	25.85	1325	350	291
G-L-T450	25.64	1315	450	385
N-L-T450	25.95	1331	450	420

由表 4 可以得出,在不同温度的单侧面热源作用下,复合材料层合板的力学性能变化不显著。在室温环境下,带石墨膜试验件的破坏强度为 1514MPa,随着温度的升高,试验件破坏强度出现了一定程度的降低,当温度升高至 450℃ 时,带石墨膜试验件破坏强度为 1315MPa,与室温时相比下降了 13.1%。图 4 为纵向拉伸试验件在不同温度下的破坏模式,图中断口处可以观察到明显的纤维断裂后的纤维丝以及外侧碳纤维板间的层间开裂,表明纵向拉伸试验件的主要失效形式为纤维的拉伸断裂,且不同温度下材料的断裂模式基本相同,可见温度对材料的失效形式的影响较小。



图 4 纵向拉伸破坏模式

Fig. 4 Longitudinal tensile stretching failure mode

图 5 为纵向拉伸材料破坏强度随温度变化曲线图,由图 5 可知,随着单侧面热源温度的升高,聚酰亚胺树脂基复合材料层合板的强度整体出现了小幅度下降;对比 450℃ 时有无石墨膜材料的破坏强度,两者相差不大。虽然 CCF800H/BMP350 复合材料基体的耐热上限仅为 350℃,但由于纵向拉升强度主要依赖于纤维,而碳纤维可耐 1500℃ 以上的高温,因此在 450℃ 以下的单侧面热源下,石墨膜对材料的强度并不产生明显的增强效果。

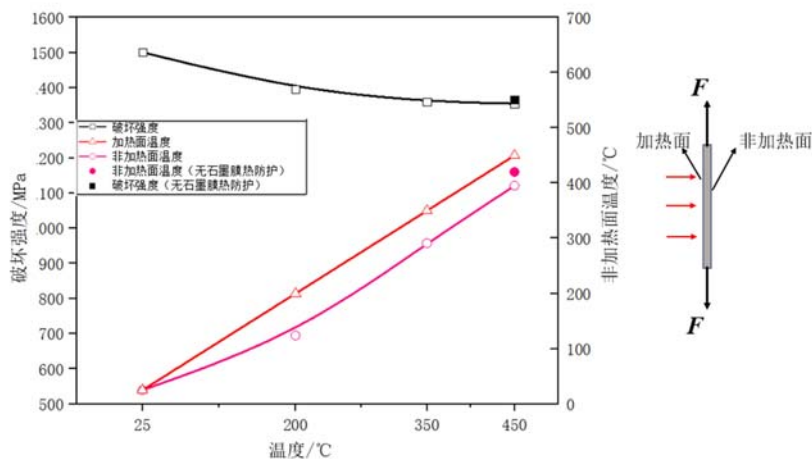


图 5 纵向拉伸破坏强度随温度变化曲线图

Fig. 5 Failure strength curves of longitudinal tensile failure strength with temperature variation

随着加热面温度的升高,试验件非加热面的温度开始上升,有石墨膜试验件非加热面温度相较于加热面温度出现了一定程度的降低,两者之间存在 50℃~80℃ 的温差;而无石墨膜试验件加热面与非加



热面之间的温差仅为 30℃。当加热面温度为 450℃时,有石墨膜试验件非加热面温度为 385℃,而无石墨膜试验件非加热面的温度达到了 420℃,比无石墨膜时低了 35℃,可见石墨膜由于其具有优良的面内热疏导的作用,且在厚度方向有一定隔热作用,能降低材料温度,从而对材料起到保护作用。

## 2.2 开孔拉伸复合材料试验结果及分析

分别对带石墨膜与无石墨膜开孔拉伸试验件进行不同温度的单侧热源加载下的拉伸试验,其中包含 25℃(室温)、200℃、350℃、450℃下有石墨膜开孔拉伸试验与 450℃下无石墨膜的开孔拉伸试验。试验件的极限载荷、破坏强度及试验件非加热面的温度数据见表 5。

从表 5 中可以得出,在不同温度的单侧面热源作用下,复合材料层合板的力学性能变化较大。在室温环境下,带石墨膜试验件的破坏强度为 650MPa,当温度升高至 350℃时,试验件的破坏强度为 628MPa,与室温时相比下降了 3.38%,此时破坏强度似乎高于 200℃时的破坏强度,这可能是由于试验件数量(3 件)较少,使试验结果的差异较大,造成试验数据的离散程度大,试验结果的集中趋势代表性较弱造成的。随着温度继续升高到 450℃时,带石墨膜试验件破坏强度为 551MPa,与室温时相比下降了 15.23%,可见当温度低于 350℃时,材料的力学性能并无明显的变化;温度一旦超过 350℃,材料的力学性能就出现了一定程度的下降。

表 5 开孔拉伸复合材料力学指标

Tab. 5 Mechanical index of composites of open-hole tensile

试验件编号	破坏载荷/kN	强度/MPa	加热面温度/℃	非加热面温度/℃
G-K-T25	44.85	650	25	25
G-K-T200	42.28	613	200	93
G-K-T350	43.36	628	350	264
G-K-T450	37.99	551	450	321
N-K-T450	35.23	510	450	395



图 6 开孔拉伸破坏模式

Fig. 6 Open-hole tensile stretching failure mode

图 6 为开孔拉伸的破坏模式,在图 6 中可以观察到试验件的断裂主要产生于开孔处,整体呈 45°方向破坏,在拉伸载荷作用下,开孔边界区域有严重的应力集中现象;在断口处可以看到部分纤维断裂、界面脱黏及靠近界面处的基体失效,这是由于铺层角度为 $[45/-45/0/90]_2$ 时,层合板的受力情况较为复杂,0°铺层主要是通过纤维承载,90°铺层主要通过基体承载,±45°铺层则由纤维和基体共同承载,最终导致了这种复杂的破坏模式。通过观察试验件在不同温度下的破坏模式,可以看到试验件的破坏形式大致相同。图 6 中无石墨膜试验件在 450℃高温下,将非加热面油漆(用于 DIC 采集试验件的应变场)烧焦,而有石墨膜的试验件非加热面喷涂的油漆并未烧焦,从侧面反映了石墨膜对试验件起到了一定的保护作用。

图 7(a)为试验过程中 DIC 测量系统采集的 450℃单侧面热源温度下开孔拉伸试验件非加热面 Y 方向(加载方向)应变场,在 DIC 分析系统中获取图 7(a)中孔边  $P_0$ 、 $P_1$ 、 $P_2$ 、 $P_3$  四点的应变随时间变化的数据,绘制试验件孔边应变随时间的变化曲线,如图 7(b)所示。在图 7(a)中可以观察到孔边左右两侧  $P_0$ 、 $P_1$  点处应变较大,上下两侧  $P_2$ 、 $P_3$  点处应变较小,在孔边有明显的应力集中现象,且孔边沿 ±45°方向的应变略高于其他区域,与图 6 中试验件整体呈 45°方向的破坏模式相吻合。由图 7(b)可见,在加载过程中,孔边左右两侧的  $P_0$ 、 $P_1$  点应变迅速增加。

图 8 为开孔拉伸试验件破坏强度随温度变化曲线图,由图 8 可知,随着单侧面热源温度的升高,试验件的破坏强度整体呈下降趋势。当加热面温度低于 350℃时,试验件的破坏强度未发生明显变化;当

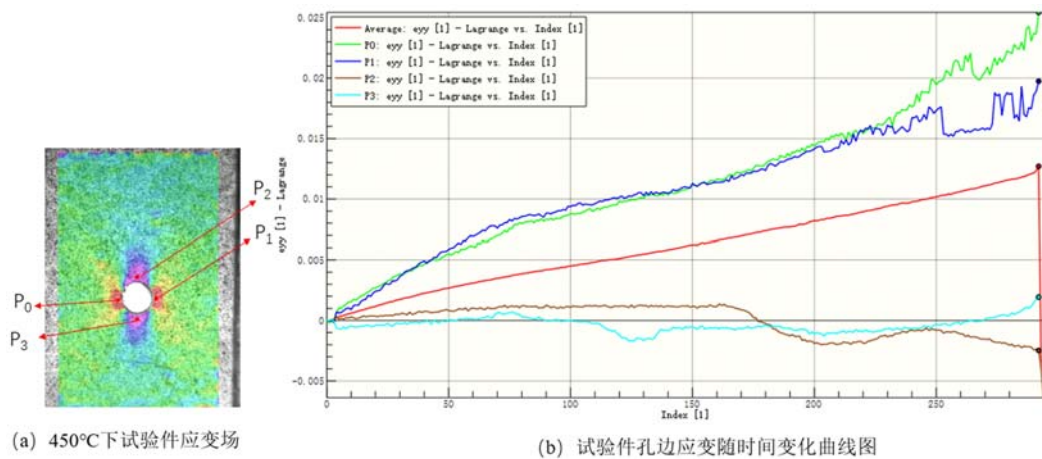


图 7 450°C下开孔拉伸应变场

Fig. 7 Strain field of open-hole tensile test at 450°C

加热面温度超过 350°C 时, 试验件的破坏强度出现了一定程度下降。这是由于开孔拉伸同时依赖于基体和纤维, 虽然碳纤维可耐 1500°C 的高温, 而 CCF800H/BMP350 复合材料基体的耐热上限为 350°C, 因此当温度超过 350°C 时, 基体的承载能力会出现一定程度的下降, 从而使材料的强度出现明显的下降。

随着受热面温度的升高, 试验件非加热面的温度开始上升, 有石墨膜试验件非加热面温度相较于加热面温度有所降低, 两者之间存在 80°C~130°C 的温差; 当受热面温度为 450°C 时, 有石墨膜的试验件非加热面的温度为 321°C, 破坏强度为 551MPa, 而无石墨膜的试验件非加热面的温度达到了 395°C, 破坏强度为 510MPa, 非加热面温度比有石墨膜试验件高了 74°C, 破坏强度降低了 7.4%。这是由于石墨膜具有优异的热传导能力, 且在厚度方向具有一定的隔热作用, 使带石墨膜试验件部分铺层基体温度低于其耐热上限 350°C, 从而对复合材料起到一定保护作用; 而无石墨膜时, 试验件整体温度均超过了基体的耐热上限, 因此, 相对于有石墨膜试验件, 无石墨膜试验件的破坏强度出现了一定程度的降低。

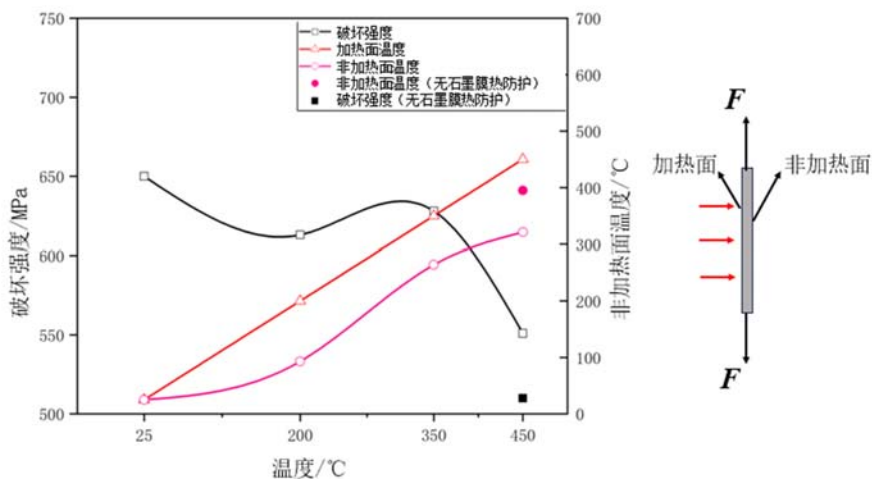


图 8 开孔拉伸破坏强度随温度变化曲线图

Fig. 8 Failure strength curves of open-hole tensile failure strength with temperature variation

### 3 结论

为探究不同温度的单侧热源加载下带石墨膜的聚酰亚胺树脂基复合材料层合板力学性能的变化, 开展了不同单侧面热源辐射加热下的拉伸试验, 其中包含在 25°C (室温)、200°C、350°C、450°C 下的有石墨膜试验件纵向拉伸与开孔拉伸试验; 并开展了 450°C 下无石墨膜纵向拉伸与开孔拉伸的对比试验。

通过对试验结果的分析,得到如下结论:

(1) 本文自行设计集成的试验系统成功应用于复合材料层合板的拉伸试验。该系统具备对试验件单侧加热的同时进行拉伸试验的功能,同时还有准确控制加热面温度并能同步测量非加热面的温度的能力。

(2) 在单侧加热条件下,纵向拉伸破坏模式为纤维断裂;而开孔拉伸破坏模式为孔断裂及其附近铺层分层及断裂。这两种断裂模式与常温下的断裂模式没有差别。

(3) 石墨膜具有优良的面内热疏导的作用,且在厚度方向有一定隔热作用。在相同温度载荷下,有石墨膜的试验件非加热面温度略低。相比不带石墨膜的复合材料,其纵向拉伸强度主要依赖纤维承载,并不产生显著的增强效果,而开孔拉伸强度同时依赖纤维及基体,其隔热作用能降低基体温度,在较高温度区间时其承载能力有显著提高。

#### 参考文献:

- [1] 杨士勇, 范琳, 冀棉, 等. 耐高温聚酰亚胺材料研究进展[J]. 高分子通报, 2011(10):70-78 (YANG Shiyong, FAN Lin, JI Mian, et al. Research progress of high temperature resistant polyimide materials[J]. Polymer Bulletin, 2011(10):70-78 (in Chinese))
- [2] 周洪飞, 斯奎, 阳灿. 国产 CCF300 碳纤维/BMP316 聚酰亚胺树脂基复合材料力学性能研究[J]. 航空制造技术, 2014(15):63-64, 67 (ZHOU Hongfei, SI Kui, YANG Can. Study on mechanical properties of domestic CCF300 carbon fiber/polyimide composites[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2014(15):63-64, 67 (in Chinese))
- [3] 王倩倩, 周燕萍, 郑会保, 等. 耐高温聚酰亚胺树脂及其复合材料的研究及应用[J]. 工程塑料应用, 2019, 47(8):144-147 (WANG Qianqian, ZHOU Yanping, ZHENG Huibao, et al. Research and application of high temperature polyimide and its composite materials[J]. Engineering Plastics Application, 2019, 47(8):144-147 (in Chinese))
- [4] 王献伟, 柯红军, 袁航, 等. 耐高温可溶性聚酰亚胺树脂及其复合材料[J]. 高等学校化学学报, 2021, 42(6):2041-2048 (WANG Xianwei, KE Hongjun, YUAN Hang, et al. High temperature resistant soluble polyimide resin and its composite material[J]. Chemical Journal of Chinese Universities, 2021, 42(6):2041-2048 (in Chinese))
- [5] 刘强, 王晓亮, 蒋蔚, 等. BMP 系列热固性聚酰亚胺树脂基复合材料的应用进展[J]. 航空制造技术, 2009(增刊 1):22-24 (LIU Qiang, WANG Xiaoliang, JIANG Wei, et al. Application progress of BMP thermosetting polyimide resin matrix composites[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2009 (Suppl. 1):22-24 (in Chinese))
- [6] 高艺航, 石玉红, 王鲲鹏, 等. 碳纤维增强聚酰亚胺树脂基复合材料 MT300/KH420 高温力学性能(I):拉伸和层间剪切性能[J]. 复合材料学报, 2016, 33(6):1206-1213 (GAO Yihang, SHI Yuhong, WANG Kunpeng, et al. High-temperature mechanical properties of carbon fiber reinforced polyimide resin matrix composites MT300/KH420 (I): tensile and interlaminar shear properties[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2016, 33(6):1206-1213 (in Chinese))
- [7] BÜRGER A, FITZER E, HEYM M, et al. Polyimides as precursors for artificial carbon[J]. Carbon, 1975, 13(3):149-157.
- [8] ZHAO G, ZHU C. Study on pyrolysis behavior of precursor of Kapton film used for graphite film with high crystallinity[J]. Carbon Techniques, 2003(6):13-16.
- [9] 亓淑英, 迟伟东, 沈曾民. 聚酰亚胺(PD)膜碳化过程中结构和性能变化研究[J]. 材料科学与工程学报, 2007(1):115-117, 101 (QI Shuying, CHI Weidong, SHEN Zengmin. Studies of the structural conversion and property change of polyimide (PI) film during the carbonization[J]. Journal of Materials Science and Engineering, 2007(1):115-117, 101(in Chinese))
- [10] 翁梦蔓, 余文涛, 卢小闯, 等. 基于聚酰亚胺的高导热石墨膜材料的研究进展[J]. 绝缘材料, 2021, 54(2):1-8 (WENG Mengman, YU Wentao, LU Xiaochuang, et al. Research progress of high thermal conductivity graphite film based on polyimide[J]. Insulating Materials, 2021, 54(2):1-8 (in Chinese))



- [11] 袁观明, 李轩科, 董志军, 等. 高导热石墨膜的制备及表征[J]. 功能材料, 2015, 46(17):17097—17101, 17106 (YUAN Guanming, LI Xuanke, DONG Zhijun, et al. Preparation and characterization of graphite films with high thermal conductivity[J]. Journal of Functional Materials, 2015, 46(17):17097—17101, 17106 (in Chinese))
- [12] LI H, GAO X, ZHANG G. Research on the highly oriented graphite from polyimide films[J]. Journal of Functional Materials, 2006, 37(1):106—108.
- [13] 梁恒亮, 陈静, 刘宇, 等. 新型树脂基复材热防护结构制造技术研究[J]. 复合材料科学与工程, 2022(3):96—103, 128 (LIANG Hengliang, CHEN Jing, LIU Yu, et al. Study on fabrication technique of new thermal protection structure based on resin matrix composite[J]. Composites Science and Engineering, 2022(3):96—103, 128 (in Chinese))
- [14] YU G, WU L, FENG L. Enhancing the thermal conductivity of carbon fiber reinforced polymer composite laminates by coating highly oriented graphite films[J]. Materials & Design, 2015, 88:1063—1070.
- [15] HUANG L, GENG X L, LI H L, et al. Thermal response of carbon fiber reinforced polyimide composite laminate coated with highly oriented graphite film under heating on single side[J]. Applied Composite Materials, 2023, 30(3):857—870.

## Experimental study on mechanical properties of composite with thermal protection by coating highly oriented graphite films under heating on single side

ZHANG Jiale<sup>1</sup>, GENG Xiaoliang<sup>1</sup>, WANG Yingfen<sup>2</sup>, LIANG Hengliang<sup>3</sup>, HUANG Lei<sup>1</sup>, XUE Zhiyuan<sup>1</sup>, Aybar Aydeng<sup>1</sup>, LI Xin<sup>1</sup>

(1. School of Mechanics, Civil Engineering and Architecture, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710129, Shaanxi, China; 2. AVIC Composite Corporation Ltd., Beijing 101300, China; 3. AVIC Manufacturing Technology Institute, Beijing 101300, China)

**Abstract:** Polyimide resin-based composites have the mechanical properties of lightweight and high strength at high temperature, which have a wide application prospect of aircraft engine casings and external tuning segments. There is usually a significant difference in temperature between the two sides of this kind of thin-walled structure, there are relatively few researches on the mechanical properties of this kind of composite under the condition of high temperature on one side. This paper took the high temperature resistant carbon fiber reinforced polyimide composites laminates as the research object, and unilateral preparation of graphite film as a thermal protection system of composite materials. Composite materials specimen with two lay-up angles of  $[0]_8$  and  $[45/-45/0/90]_{2s}$  were prepared. Longitudinal tensile and open-hole tensile tests were carried out at 25°C and high temperature with heating on single side. The test results show that longitudinal tensile failure mode and open hole tensile failure mode at high temperatures does not show evident differences with the failure modes at room temperature. The longitudinal tensile damage mode is fiber fracture, and the open hole tensile damage mode shows matrix fracture, fiber fracture and pull-out. At the same temperature loading, the temperature of the unheated surface of the specimen with graphite film is slightly lower, compared with composites without graphite film. The thermal protection properties of graphite film does not produce significant enhancement effect on the longitudinal tensile strength, which is mainly dependent on the fiber bearing. For the open hole tensile strength, which depends on both the fiber and matrix, there is a significant increase in the bearing capacity at the higher temperature.

**Keywords:** polyimide; graphite film; composite material; thermal protection system; heating on single side