

复合材料低温贮箱渗漏检测试验

柳敏静^{1*}, 张健², 吴会强², 林杰³, 谭德阳¹, 武湛君¹

¹大连理工大学航空航天学院, 工业装备结构分析国家重点实验室, 辽宁 大连

²北京宇航系统工程研究所, 北京

³江苏君澄空间科技有限公司, 江苏 江阴

收稿日期: 2023年8月14日; 录用日期: 2023年9月11日; 发布日期: 2023年9月18日

摘要

为了提高运载火箭的运输效率以及降低火箭发射成本, 采用复合材料贮箱代替金属贮箱是最直接、最有效的方式。低温复合材料贮箱呈现明显的渗漏失效先于结构承载失效的特点, 必须采用先进的渗透性检测方法对复合材料贮箱进行渗透性检测及漏率判定。本论文开展了复合材料低温贮箱渗漏检测试验系统平台搭建工作并对复合材料缩比低温贮箱进行了渗漏检测试验, 获取到复合材料缩比低温贮箱在重复打压、反复加泄低温介质和带低温介质振动、液氧浸泡情况下的渗漏变化规律, 对影响复合材料缩比贮箱结构渗漏的主要因素进行了研究和分析, 论文工作对复合材料低温贮箱的渗漏检测和结构设计具有十分重要的意义。

关键词

低温, 复合材料, 贮箱; 渗漏检测

Leakage Detection Experiment of Composite Low-Temperature Tank

Minjing Liu^{1*}, Jian Zhang², Huiqiang Wu², Jie Lin², Deyang Tan¹, Zhanjun Wu¹

¹State Key Laboratory of Structural Analysis for Industrial Equipment, School of Aeronautics and Astronautics, Dalian University of Technology, Dalian Liaoning

²Beijing Institute of Astronautical Systems Engineering, Beijing

³Jiangsu Juncheng Space Technology Co., Ltd., Jiangyin Jiangsu

Received: Aug. 14th, 2023; accepted: Sep. 11th, 2023; published: Sep. 18th, 2023

*通讯作者。

文章引用: 柳敏静, 张健, 吴会强, 林杰, 谭德阳, 武湛君. 复合材料低温贮箱渗漏检测试验[J]. 国际航空航天科学, 2023, 11(3): 102-109. DOI: 10.12677/jast.2023.113013

Abstract

In order to improve the transportation efficiency of launch vehicles and reduce rocket launch costs, using composite tanks instead of metal storage tanks is the most direct and effective way. Low-temperature composite tanks exhibit obvious leakage failure before structural bearing failure, and advanced leakage detection methods must be used to detect leakage and determine leakage rate of composite tanks. In this paper the construction of a leakage detection system platform for composite low-temperature tanks is carried out and leakage detection tests on composite scaled low-temperature tanks is conducted. The leakage changes of composite scaled low-temperature tanks under repeated pressure, repeated refuel and drainage of low-temperature medium, vibration with low-temperature medium, and liquid oxygen immersion were obtained. The main factors affecting the leakage of composite scaled tank were studied and analyzed. The work is of great significance for the leakage detection and structural design of composite low-temperature tanks.

Keywords

Cryogenic, Composite Material, Tanks, Leakage Detection

Copyright © 2023 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

贮箱轻量化是提高火箭运载效率的重要途径之一[1] [2] [3] [4]。低温复合材料贮箱呈现明显的渗漏失效先于结构承载失效的特点[5] [6] [7]，对复合材料贮箱进行渗漏性检测及漏率判定，进而为复合材料贮箱的渗漏检测和结构设计提供理论指导，具有十分重要的意义。

针对这一关键问题，本论文开展了复合材料层合板渗漏性能检测和复合材料缩比低温贮箱的渗漏检测方法研究、试验系统平台搭建工作，并对复合材料缩比低温贮箱进行了渗漏检测试验，获取到复合材料缩比低温贮箱在带低温介质振动、液氧浸泡情况下的渗漏变化规律，对影响复合材料缩比贮箱结构渗漏的主要因素进行了研究和分析。

2. 复合材料层合板渗漏性能检测

复合材料贮箱中贮存的低温介质通常为液氧或液氢，氢分子直径更小，渗透性更强，因此，液氢贮箱发生渗漏问题的概率更大，因此将氢气作为渗透性的测试气体更能检验出材料的抗渗漏性能。但是氢气在使用的过程中容易引发爆炸，因此采用与氢分子直径更相近的氦气来对复合材料层合板进行渗漏测试。

根据压差法原理和 GB/T1038.1-2022 [8]《塑料薄膜和薄片气体透过性试验方法差压法》，对团队研制的抗渗漏的碳纤维/改性环氧树脂基复合材料层合板(CFRP)的渗漏性能进行检测。图 1 所示为直径 65 mm 厚度 1 mm~2 mm 的渗漏检测试样，图 2 为本课题组自主研发的低温抗渗漏测试系统，主要由测试腔、真空系统、充气系统和冷却降温系统组成，测试腔分为上下两个密封的模拟超低温环境的腔室，分别为低压腔室和高压腔室。

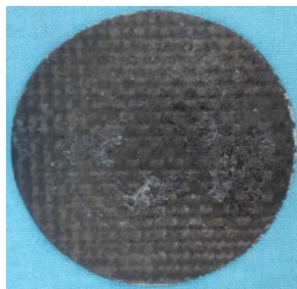


Figure 1. The sample for composite laminates leakage detection
图 1. 复合材料层合板渗漏性能检测试样

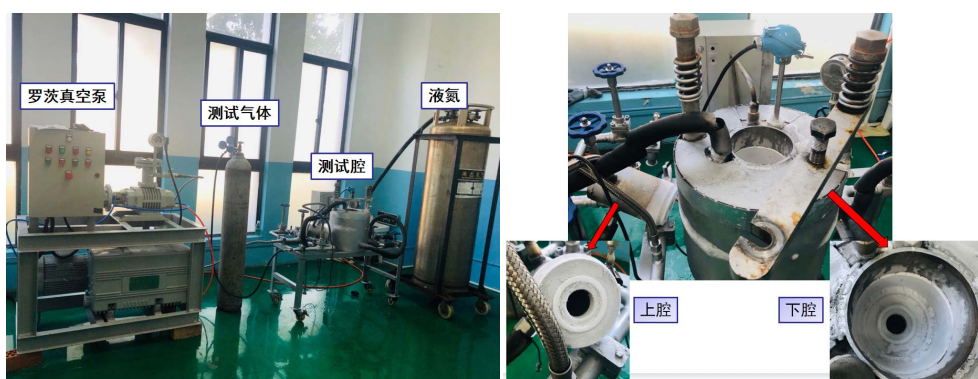


Figure 2. The leakage detection system for composite laminates
图 2. 复合材料层合板渗漏检测系统

检测时, 首先将试样放入检测系统中, 将两腔室密封后用真空泵抽真空, 腔室外部充入液氮以保障低温介质环境, 然后向高压腔室充入 0.1 MPa 的氦气, 通过测量低压腔室内的压力增量来计算气体透过量和复合材料层合板的渗漏性能。图 3 所示为不同铺层角度的复合材料层合板漏率。由图可见, 当复合材料层合板的铺层角度为正交铺层(即角度为 90°)时, 氦气渗漏率达到最低, 仅为 $9.8 \times 10^{-7} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ 。随着铺层角度逐渐减小, 复合材料层合板的渗漏率逐渐增大。当铺层角度降至 0° 时, 复合材料层合板的渗漏率最高, 达 $20.5 \times 10^{-7} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$, 表现出较差的抗渗漏性能, 这与相关文献的研究一致。日本宇宙航空研究所的 YOKOZEKI [9] 等的研究表明, 当基体裂纹的相交角度减小时, 渗漏率会进一步提高。其原因当为铺层角度为 0° 时, 损伤层的交叉角度最小, 基体裂纹路径变得更为直接, 以致渗漏率增大。因此, 在复合材料缩比低温贮箱的成型过程中也采用了正交铺层以保证其抗渗性能。

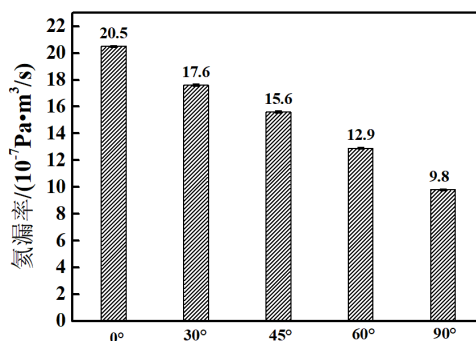


Figure 3. Helium leakage rate of composite laminates with different ply-angles
图 3. 不同铺层角度复合材料层合板氦漏率

3. 复合材料缩比贮箱渗漏检测试验

3.1. 复合材料缩比贮箱试验样件和检测项目

采用本团队研制的碳纤维/改性环氧树脂缠绕成型的体积为 35L 的缩比贮箱作为测试样件[7] [10], 如图 4 所示。根据复合材料低温贮箱工况拟订渗漏检测试验项目及其试验顺序如表 1 所示。正压氦质谱检测技术是正在兴起的检测方法[11] [12], 结合检测对象贮箱较小的特点, 采用正压吸枪法氦质谱检漏[13]-[19], 即对被检缩比贮箱内部密封室充入高于一个大气压力的氦气, 当贮箱表面有漏点时, 氦气通过漏点进入被检外表面的周围大气环境中。采用正压吸枪对贮箱外表面进行扫描探查以实现漏点的精确定位, 检测贮箱周围大气环境中的氦气浓度增量, 从而实现贮箱泄漏测量。对筒体部分因其表面积较大拟采用包覆法即正压累积法进行氦质谱总漏率的检测, 采用真空袋作为氦罩将贮箱筒体部分全部罩起来, 采用检漏仪吸枪测量一定时间段前后的氦罩内氦气浓度变化量, 实现贮箱筒体总漏率的精确测量。本文设计了专用的测试系统并构建了系统平台, 测试系统示意图如图 5 所示。

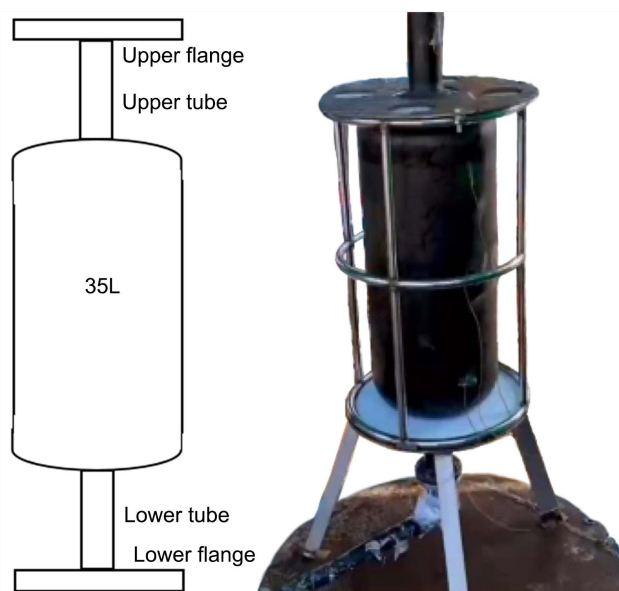


Figure 4. The sample of the composite scaled-down tank
图 4. 复合材料缩比贮箱试验件

Table 1. Test items and test conditions

表 1. 试验项目和试验条件

试验顺序	试验项目	试验次数	加载条件
1	贮箱重复打压试验 (1) 常温试验	20 次	加注纯净水至 2 MPa 后保压 15 分钟
	贮箱重复打压试验 (2) 低温试验	10 次	加注液氮至 2 MPa 后保压 15 分钟
2	贮箱反复加泄低温介质试验	20 次	注满液氮后保持 15 分钟泄出, 待箱体自然升温至 -20℃ 以上
3	贮箱带低温介质振动试验	1 次	加注液氮至贮箱容积的 50%, 在 50 Hz 频率下振动 10 分钟
4	贮箱液氧浸泡相容性评价	2 次	液氧环境下浸泡 24 小时、48 小时

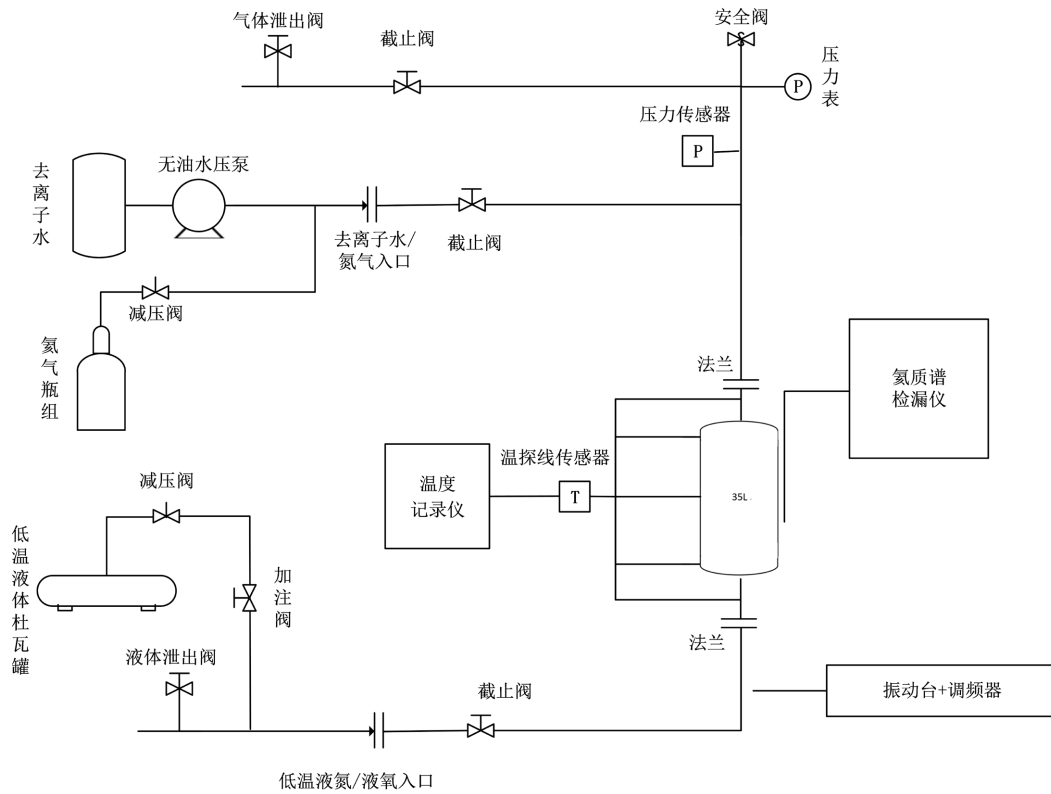


Figure 5. The test system
图 5. 试验系统示意图

3.2. 试验过程和检测结果

按照表 1 所示试验项目顺序依次进行了复合材料缩比低温贮箱各项试验。

在常温打压试验中，采用去离子水作为介质注满缩比贮箱，同时采用无油液压泵以保证试验的安全性。在缩比贮箱重复打压的低温试验中，首先将缩比贮箱处理至干燥无水分，随后当加注时排气管排气一定时间(此时贮箱充分预冷)时，将粘贴在缩比贮箱外表面各部位的温探线(如图 6 所示)显示的温度值做为参考，判断加注的低温液体液位。

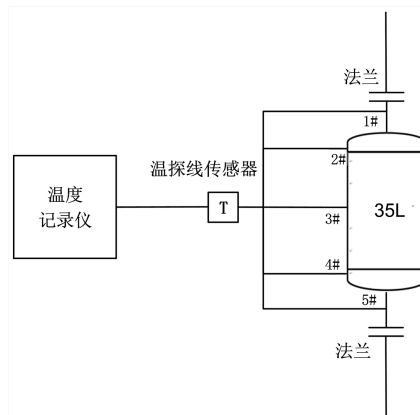


Figure 6. The temperature probe line on the outer surface of the composite scaled-down tank
图 6. 复合材料缩比贮箱外表面的温探线

在带低温介质振动试验中, 首先将复合材料缩比贮箱固定于振动台, 并避免箱体与振动台硬接触。加注液氮至贮箱容积 50% 左右, 将温探线插入至缩比贮箱中心部位作为液面显示依据, 此时温度显示为 -186°C , 说明液氮注入量满足容积要求, 按照实验条件要求设置振动频率为 50 Hz 开始振动试验。

在复合材料缩比贮箱液氧浸泡相容性试验中, 加注液氧至复合材料缩比贮箱注满时停止, 进行液氧浸泡 24 小时之后全部泄出, 浸泡试验中缩比贮箱各部分温度值如表 2 所示。同样, 有浸泡 48 小时试验过程中缩比贮箱各部分温度值如表 3 所示。

Table 2. The temperature values of each part of the tank during the 24-hour immersion test

表 2. 浸泡 24 小时试验中缩比贮箱各部分温度值

	上接管	上封头	筒体中心	下封头	下接管
开始	-66	-113	-131	-120	-100
结束	-51	-94	-137	-135	-134
检测温度	1	2	2	0	-1

Table 3. The temperature values of each part of the tank during the 48-hour immersion test

表 3. 浸泡 48 小时试验中缩比贮箱各部分温度值

	上接管	上封头	筒体中心	下封头	下接管
开始	-79	-109	-116	-118	-106
结束	-66	-112	-152	-140	-143
检测温度	8	8	8	8	7

在每一项试验后进行贮箱渗漏情况的氦质谱检测, 得到复合材料低温贮箱及其连接部位漏率如表 4 所示。由表 4 中数据可见, 复合材料低温贮箱筒体总漏率 $\leq 1 \times 10^{-6} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$, 说明复合材料低温贮箱并未渗漏。

Table 4. The leakage rates of composite cryogenic scaled-down tank and its connecting parts

表 4. 复合材料缩比低温贮箱及其连接部位漏率

缩比贮箱试验 项目 检测漏率	重复打压 常温试验	重复打压 低温试验	反复加泄低温 介质试验	带低温介质 振动试验	液氧浸泡 24 小时	液氧浸泡 48 小时
	上接管与上法兰 连接处	漏点 1 为 1.0×10^{-3} 漏点 2 为 1.4×10^{-3}	/	/	/	/
上封头与上接管 结合处	4.0×10^{-7}	整圈 6.5×10^{-5} 至 2.4×10^{-4}	整圈 5.5×10^{-6} 至 4.0×10^{-5}	整圈 3.7×10^{-7} 至 2.3×10^{-6}	整圈 4.0×10^{-5}	整圈 2.3×10^{-5}
筒身部分	5.8×10^{-7}	4.0×10^{-7}	4.0×10^{-7}	3.6×10^{-7}	4.6×10^{-7}	6.3×10^{-7}
下封头与下接管 结合处	5.1×10^{-7}	4.0×10^{-7}	3.3×10^{-7}	3.6×10^{-7}	5.6×10^{-7}	7.3×10^{-7}
下接管与下法兰 连接处	5.6×10^{-7}	/	5.4×10^{-7}	2 cm 区域为 1.0×10^{-6}	原 2 cm 扩大 至 3 cm 区域 为 1.0×10^{-6}	3 cm 区域为 1.6×10^{-6}

由表 4 分析可知:

- (1) 复合材料缩比贮箱筒体部分未发现漏点。
- (2) 漏点均出现在连接处, 本试验中的连接处包括接管与封头、接管与法兰之间的连接。
- (3) 上封头与上接管连接处在重复打压低温试验后检测发现疑似整圈漏点, 在反复加泄低温介质、带低温介质振动和液氧浸泡相容性试验后漏点并未扩大。
- (4) 上接管与上法兰连接处在常温打压试验中发现两处漏点, 推测为在二次固化中产生。
- (5) 下接管与下法兰连接处在低温介质振动试验后发现 2 cm 范围疑似漏点, 该处漏点在液氧 24 小时浸泡试验后扩大到 3 cm 区域、在液氧 48 小时浸泡试验后仍为 3 cm。

试验数据显示, 复合材料缩比低温贮箱总漏率 $\leq 1 \times 10^{-6} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$, 证明本试验用复合材料缩比低温贮箱防渗漏性能良好。在复合材料缩比低温贮箱与接管、接管与法兰连接处单点漏率 $\geq 1 \times 10^{-6} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$, 出现三处不同形式的漏点, 分析这是连接处在二次固化中由于加工工艺原因产生的成形缺陷, 并且在压力、低温、振动作用下均可能导致渗漏, 并且漏点在低温介质浸泡下有可能发生扩展, 所以压力、低温环境、振动均为影响复合材料贮箱结构渗漏的主要因素。

4. 结论

对复合材料贮箱进行渗漏性检测及漏率判定, 进而为复合材料贮箱的渗漏检测和结构设计提供理论指导, 具有十分重要的意义。本论文对复合材料缩比低温贮箱进行了渗漏检测试验, 包括复合材料缩比贮箱的带低温介质振动试验以及液氧浸泡试验。试验数据显示, 复合材料缩比低温贮箱总漏率 $\leq 1 \times 10^{-6} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$, 证明本试验用复合材料缩比低温贮箱防渗漏性能良好。在复合材料缩比低温贮箱与接管、接管与法兰连接处单点漏率 $\geq 1 \times 10^{-6} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$, 出现三处不同形式的漏点, 分析这是连接处在二次固化中由于加工工艺原因产生的成形缺陷, 并且在压力、低温、振动作用下均可能导致渗漏, 并且漏点在低温介质浸泡下有可能发生扩展, 所以压力、低温环境、振动均为影响复合材料缩比贮箱结构渗漏的主要因素。

致 谢

感谢国家重点研发计划项目(2018YFA0702800)对本文工作的支持。

参考文献

- [1] Pavlick, M.M., Johnson, W.S., Jensen, B. and Weiser, E. (2009) Evaluation of Mechanical Properties of Advanced Polymers for Composite Cryotank Applications. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, **40**, 359-367. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2008.12.009>
- [2] 张辰威, 张博明. 复合材料贮箱在航天飞行器低温推进系统上的应用与关键技术[J]. 航空学报, 2014, 35(10): 2747-2755.
- [3] Johnson, T.F., David, W. and Martin, R.A. (2013) Structures and Design Phase I Summary for the NASA Composite Cryotank Technology Demonstration Project. *54th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference*, Boston, 8-11 April 2013, 1-11. <https://doi.org/10.2514/6.2013-1825>
- [4] Mccarville, D.A., Guzman, J.C., Dillon, A.K., Jackson, J.R. and Birkland, J.O. (2018) 3.5 Design, Manufacture and Test of Cryotank Components. *Comprehensive Composite Materials II*, **3**, 153-179. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.09958-6>
- [5] 湛利华, 关成龙, 等. 航天低温复合材料贮箱渗漏性能研究现状[J]. 中国有色金属学报, 2021, 31(6): 1421-1435
- [6] 武湛君, 陈铎, 李世超, 等. 低温复合材料贮箱关键技术研究应用进展[J]. 航空制造技术, 2021, 64(11): 14-23.
- [7] Sun, T., Wang, Y., Yang, Y.Z., Fan, H.Y., Liu, M.J. and Wu, Z.J. (2020) A Novel Fe_2O_3 @APFS/Epoxy Composite with Enhanced Mechanical and Thermal Properties. *Composites Science and Technology*, **193**, Article ID: 108146 <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2020.108146>
- [8] 全国塑料制品标准化技术委员会. GB/T1038.1-2022 塑料制品薄膜和薄片气体透过性试验方法第 1 部分: 差压

- 法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2022.
- [9] Yokozeki, T., Ogasawara, T. and Ishikawa, T. (2006) Evaluation of Gas Leakage through Composite Laminates with Multilayer Matrix Cracks: Cracking Angle Effects. *Composites Science and Technology*, **66**, 2815-2824. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.02.024>
- [10] 柳敏静, 于松, 武湛君. 基于缠绕成型工艺的新型贮箱设计方法[J]. 国际航空航天科学, 2022, 10(3): 64-74.
- [11] 吴孝检, 闫荣鑫. 泄漏检测[M]. 北京: 机械工业出版社, 2015.
- [12] 全国无损检测标准化技术委员会. GB/T15823-2009 无损检测-氦泄漏检测方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.
- [13] 郗运富. 氦质谱吸枪积累检漏法在压力容器中的应用[J]. 化工设计通讯, 2021, 47(11): 96-97.
- [14] 陈光奇, 王丽红. 火箭低温贮箱的新型共底安全监测系统[J]. 导弹与航天运载技术, 2010(4): 46-48.
- [15] 刘德金, 宋行. 单层共底燃料贮箱五种检漏方法研究[J]. 上海航天, 1998(2): 58-62.
- [16] 闫荣, 肖祥正, 等. 液体燃料箱体的氦质谱加压吸枪检漏研究[J]. 导弹与航天运载技术, 1996(1): 56.
- [17] 国冰, 李强, 等. 低温贮箱共底管路的真空氦质谱检漏方法及系统[J]. 导弹与航天运载技术, 2022(2): 104-109.
- [18] 陈叔平, 昌锬, 等. 贮箱正压漏率检测装置[J]. 兰州理工大学学报, 2006, 32(2): 69-71.
- [19] 李鹏程, 谭悦, 等. 氦质谱检漏在卡套接头与其连接管密封检测中的应用[J]. 管道技术与设备, 2021(2): 24-28.