

文章编号:1006-9941(2023)12-1224-11

基于析因设计的PTFE/Al/SiC力学响应多因素分析

王瑞琪¹,李裕春¹,宋佳星²,吴家祥¹,李榕辛¹,黄骏逸¹

(1.陆军工程大学野战工程学院,江苏南京210007;2.西安稀有金属材料研究院有限公司,陕西西安710006)

摘要:为探究SiC质量分数、SiC粒径和Al粒径及其交互作用对PTFE/Al/SiC(PAS)反应材料力学性能的影响,通过2³析因准则设计并制备了8种不同配比的PTFE/Al/SiC反应材料,并进行了准静态压缩实验和分离式霍普金森压杆实验。通过t值排序法筛选显著因子,并分析显著因子贡献率及扰动趋势。通过响应面法分析显著的交互作用。结果显示,较高的SiC质量分数对PTFE/Al/SiC材料的力学性能具有积极影响。在应变率突变的情况下,SiC粒径对材料力学响应产生了相反的扰动趋势。Al颗粒对于PAS材料系统的力学响应作用有限。强烈的因子交互作用不容忽视。在低应变率加载下,SiC质量分数/SiC粒径交互作用显著,当SiC质量分数高且粒径较小时,可以双重优化颗粒分散状态和界面结合强度,从而提高材料的力学响应。在高应变率加载下,较高SiC质量分数的PAS材料动态力学响应较高,且SiC粒径/Al粒径交互作用显著。当SiC与Al颗粒的粒径尺寸接近时,材料的动态响应值能够得到有效提高。

关键词:聚四氟乙烯/铝/碳化硅(PTFE/Al/SiC);析因设计;力学响应;多因素分析;响应面模型

中图分类号:TJ450

文献标志码:A

DOI:10.11943/CJEM2023147

0 引言

聚四氟乙烯/铝(PTFE/Al)反应材料因其能量密度高,释能迅速,配方可调控等优点备受关注^[1-2]。当冲击目标时,PTFE/Al反应材料除了具备动能侵彻作用外,还能发生非自持爆炸反应并释放大量热量^[3]。这种动能侵彻和内爆释能两种毁伤机理的联合作用,使得该类型材料能够对目标实现高效毁伤,从而显著提升弹药战斗部的终点毁伤效能。因此,PTFE/Al材料在反应破片^[4-6]、含能药型罩^[7-9]等领域受到了广泛关注和深入研究。

近年来,针对PTFE/Al反应材料的研究主要集中在力学响应行为^[10-11],冲击反应机理^[12-14]以及战斗部结构设计^[15-17]等方面。反应材料在战斗部结构设计

方面具有潜在的广泛应用,材料的力学强度和结构的抗过载能力是设计师关注的重要性能指标。由于强度参数不足,PTFE/Al反应材料作为单独结构毁伤元的应用仍受到一定的限制。因此,提升PTFE/Al反应材料力学性能,确保这类材料在发射过载环境下具有结构完整性,并在侵彻时具有足够的强度,研究具有重要的现实意义。目前,常通过增强颗粒添加法构建PTFE/Al/X三元材料体系以改善复合材料的力学性能。常用增强颗粒包括W^[18-19]、Ni^[20-21]等金属,及CuO^[22],Fe₂O₃^[23],Bi₂O₃^[24]等金属氧化物。然而,关于陶瓷材料填充改性PTFE/Al反应材料体系的研究较少。

碳化硅(SiC)作为一种典型的陶瓷增强材料,已有研究表明其在PTFE/Al基三元体系中能够起到显著的强化作用。任鑫鑫等^[25]对PTFE/Al/SiC(PAS)材料进行力学性能测试,结果显示相较于PTFE/Al,PAS材料的屈服强度提高了65.3%。Wu等^[26]发现SiC的引入不仅能显著提高PTFE/Al材料的强度,还可有效抑制裂纹产生和扩展,这种影响对于提升材料在生产加工、运输储存和作战使用等操作环境中的安全性具有积极意义。此外,已有关于填充改性PTFE/Al材料的研究

收稿日期:2023-07-17;修回日期:2023-09-01

网络出版日期:2023-10-12

基金项目:国家自然科学基金(51673213)

作者简介:王瑞琪(1998-),男,博士研究生,主要从事反应材料制备及配方研究。e-mail:wrqrich@163.com

通信联系人:黄骏逸(1990-),男,副教授,主要从事反应材料制备及配方研究。e-mail:huangjunyi357@163.com

引用本文:王瑞琪,李裕春,宋佳星,等.基于析因设计的PTFE/Al/SiC力学响应多因素分析[J].含能材料,2023,31(12):1224-1234.

WANG Rui-qi, LI Yu-chun, SONG Jia-xing, et al. Multifactor Analysis of Mechanical Response of PTFE/Al/SiC Based on Factorial Design[J]. Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao), 2023, 31(12):1224-1234.

工作更多关注单个因子作用,并未考虑同时关联多个因子。研究两个或多个因子的交互作用效应能够为配方优化提供有价值的信息,而这正是单因子实验方法的局限。析因设计作为一种有效的实验设计方法,可以通过拟合多项式回归函数,将响应与因子及其交互作用联系起来^[27]。通过分析回归函数,可以确定不同因子对响应的影响以及因子之间交互作用对响应结果的作用。

基于此,在已有研究基础上^[25-26],选择 SiC 质量分数、SiC 粒径和 Al 粒径作为待研究重要因子,通过 2³ 析因准则设计并制备 8 种不同配比的 PTFE/Al/SiC 反应材料,对试件进行准静态压缩实验和霍普金森压杆实验测试。运用 *t* 值排序法对显著因子进行筛选,详细分析显著因子贡献率及扰动趋势;通过响应面法分析显著的交互作用,揭示交互作用对力学响应的影响模式。该研究成果可为优化 PTFE/Al 基三元材料配方设计和改进材料力学性能提供科学依据,进一步为 PTFE/Al 基材料的工程化和应用实践提供技术参考。

1 实验部分

1.1 原料与试剂

SiC 粉末,平均直径为 7 μm 和 28 μm,纯度>99.0%,秦皇岛一诺高新材料开发有限公司;Al 粉末平均直径为 5 μm 和 20 μm,纯度>99.0%,上海乃欧纳米科技有限公司;PTFE 粉末,平均直径为 25 μm,纯度>99.0%,上海三爱富新材料股份有限公司。

1.2 配方设计

设有 3 个主因子 A、B 和 C,每一因子设置 2 个水平,此设计称为 2³ 析因设计。使用记号“+1”和“-1”表示因子的规范变量,即因子的高、低水平。不同处理组合可通过图 1 立方体几何显示,每个顶点代表 1 个配方。例如 1# 表示 A、B 和 C 这三个因素同时处于低水平的配方;2# 表示 A 因素处于高水平,B 和 C 因素同时处于低水平的配方,以此类推。各效应的计算公式如表 1 所示^[28],其中 *n* 为重复次数。

2³ 析因设计全因子回归函数形式为:

$$y = \beta_0 + \beta_1 A + \beta_2 B + \beta_3 C + \beta_4 AB + \beta_5 AC + \beta_6 BC + \beta_7 ABC \quad (1)$$

式中,*y* 表示响应预测值, β_0 表示实测响应均值, β_i 表示回归系数。AB、AC 以及 BC 表示一阶交互作用,ABC 表示二阶交互作用。

取 SiC 质量分数(记为因子 A)、SiC 粒径(记为因子 B)以及 Al 粒径(记为因子 C)作为待研究的 3 个因子。由于 2³ 析因设计存在近似线性假设,因此高水平 and 低水平之间范围不宜过宽^[28]。根据已有研究^[25-26],综合考虑得到基于 2³ 析因准则的 PAS 材料配方如表 2 所示,括号内表示因子的规范变量。其中 A 的高低水平分别设置为 30% 和 10%,SiC 呈惰性,因此 PTFE 与 Al 保持氧平衡的质量配比 74:26。当 A 取 10% 时,PAS 材料组分配比为 66.6:23.4:10;当 A 取 30% 时,PAS 材料组分配比为 51.8:18.2:30。SiC 粒径的高低水平分别设置为 28 μm 和 7 μm,Al 粒径设置为 20 μm 和 5 μm。

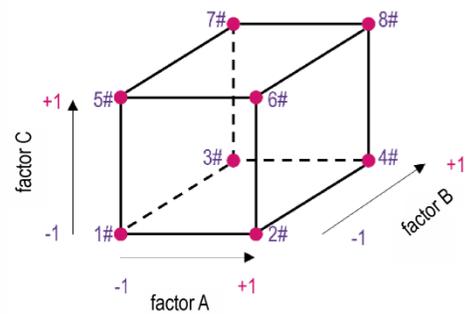


图 1 2³ 析因设计几何表示

Fig.1 Geometric view of 2³ factorial design

表 1 2³ 析因设计效应计算公式

Table 1 Formula for calculating effects in 2³ factorial design

effect	formula
A	(2# - 1# + 4# - 3# + 6# - 5# + 8# - 7#)/4n
B	(3# + 4# + 7# + 8# - 1# - 2# - 5# - 6#)/4n
C	(5# + 6# + 7# + 8# - 1# - 2# - 3# - 4#)/4n
AB	(8# - 7# + 4# - 3# - 6# + 5# - 2# + 1#)/4n
AC	(1# - 2# + 3# - 4# - 5# + 6# - 7# + 8#)/4n
BC	(1# + 2# - 3# - 4# - 5# - 6# + 7# + 8#)/4n
ABC	(8# - 7# - 6# + 5# - 4# + 3# + 2# - 1#)/4n

表 2 基于 2³ 析因设计的 PAS 配方

Table 2 PAS formulation based on 2³ factorial design

formulation	SiC mass fraction(A) / %	SiC particle size (B) / μm	Al particle size (C) / μm
1#	10(-1)	7(-1)	5(-1)
2#	30(+1)	7(-1)	5(-1)
3#	10(-1)	28(+1)	5(-1)
4#	30(+1)	28(+1)	5(-1)
5#	10(-1)	7(-1)	20(+1)
6#	30(+1)	7(-1)	20(+1)
7#	10(-1)	28(+1)	20(+1)
8#	30(+1)	28(+1)	20(+1)

Note: (±1) are coded variables without units.

1.3 样品制备

材料制备过程如下:(1)按照表2配方将原材料粉末通过J1-300W搅拌机进行湿法混合,将混合得到的悬浮液放入DZG-6050真空烘箱48 h,温度设置60℃;(2)将干燥后粉末过筛,通过FLS-30T液压机单轴冷压成型试件,压力设置240 MPa,保压时间设置20 s;(3)将成型试件置入TL1200真空烧结炉烧结以增强性能,烧结控制参数设置为:烧结温度360℃,升温速率和降温速率设置50℃·h⁻¹,保温时间4 h。动态力学测试试件尺寸为 $\Phi 10\text{ mm}\times 5\text{ mm}$,准静态力学测试试件尺寸为 $\Phi 10\text{ mm}\times 10\text{ mm}$ 。测试试件如图2所示。

1.4 实验过程

采用SHPB系统(ZDSHPB-15宗德机电设备有限公司)开展PAS材料动态力学测试,采用万能试验机

(CMT5105美特斯工业系统有限公司)开展PAS材料准静态力学测试。SHPB压杆系统包括气室、子弹、入射杆、透射杆、应变片、缓冲装置以及动态应变仪,系统设置示意如图3所示。



图2 PAS材料力学测试试件

Fig.2 PAS material specimen for mechanical test

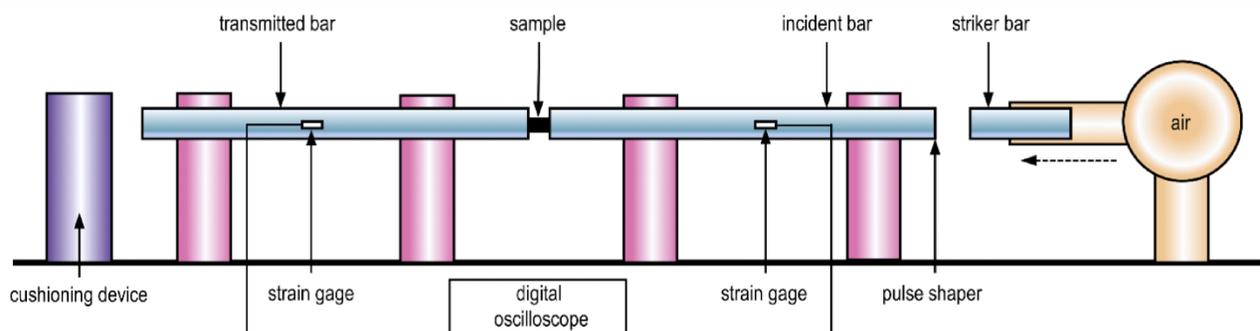


图3 SHPB测试系统

Fig.3 SHPB testing system

由于PAS材料阻抗较低,因此采用较低阻抗的铝杆作为测试杆组。其中入射杆和透射杆长度和直径分别为1200 mm和16 mm,弹性模量71 GPa,应力波速5000 m·s⁻¹。子弹长度180 mm,直径16 mm。SHPB实验控制所有配方应变率保持一致为3200 s⁻¹,准静态实验应变率0.01 s⁻¹。在数据处理中,根据体积不变性假设,将实验测得的工程应力-应变关系转换为真实应力-应变关系,为提高实验的准确性,每一种PAS配方的力学测试重复3次,即 n 取3。同时为保持误差正态性假设,试验次序由完全随机序列确定。显著性水平设置为0.05,即置信度设置为95%。

2 结果与讨论

2.1 准静态与动态力学测试结果

图4为传感器原始电压输出信号,其中通道1输出的是入射杆内的两次波动情况,分别是入射波动和

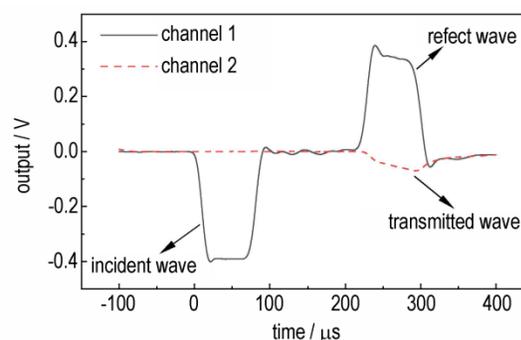


图4 传感器原始电压输出

Fig.4 Raw voltage output of the sensors

反射波动;通道2输出的是透射杆内的波动情况。图5为8种配方动态测试实测应变-应变率关系,可见0~0.10应变区间内为应力平衡阶段,应变0.2之后为应力衰减阶段,真正具有意义的的数据范围是0.10~0.20应变区间。将SHPB动态测试与准静压测试结果整理得到图6。由于 n 取3,因此每个应变率对应3条应力-应变曲线。图6显示8种配方的PAS材料均存在明

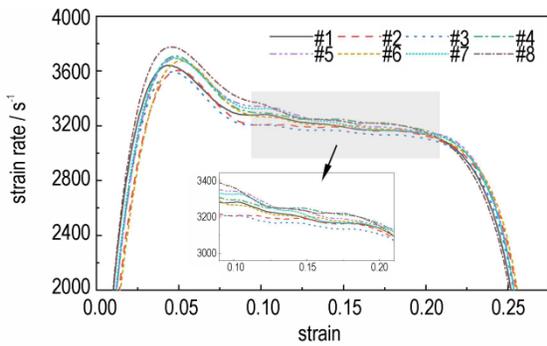


图5 8种配方PAS材料典型实测应变-应变率关系
Fig. 5 Typical measured strain-strain rate relationship for 8 formulations of PAS materials

显的弹塑性阶段,且应变率效应明显,即材料在高应变率(3200 s⁻¹)下的应力显著高于低应变率下(0.01 s⁻¹)的应力。

2.2 因子显著性及贡献率分析

选择图6中应变0.10,0.15以及0.20对应的动态应力及准静态应力作为待分析响应,符号表示见表3。

通过表1所列计算公式分别求出6个响应的因子效应值,计算因子效应值的 t 值并排序如图7所示。 t 值的绝对值衡量了因子效应的大小。 t 值的绝对值越大,意味着因子效应越显著,对于响应的作用越明显^[28]。对于准静态应力,最为显著的因子效应是 AB 、 A 以及 B ;

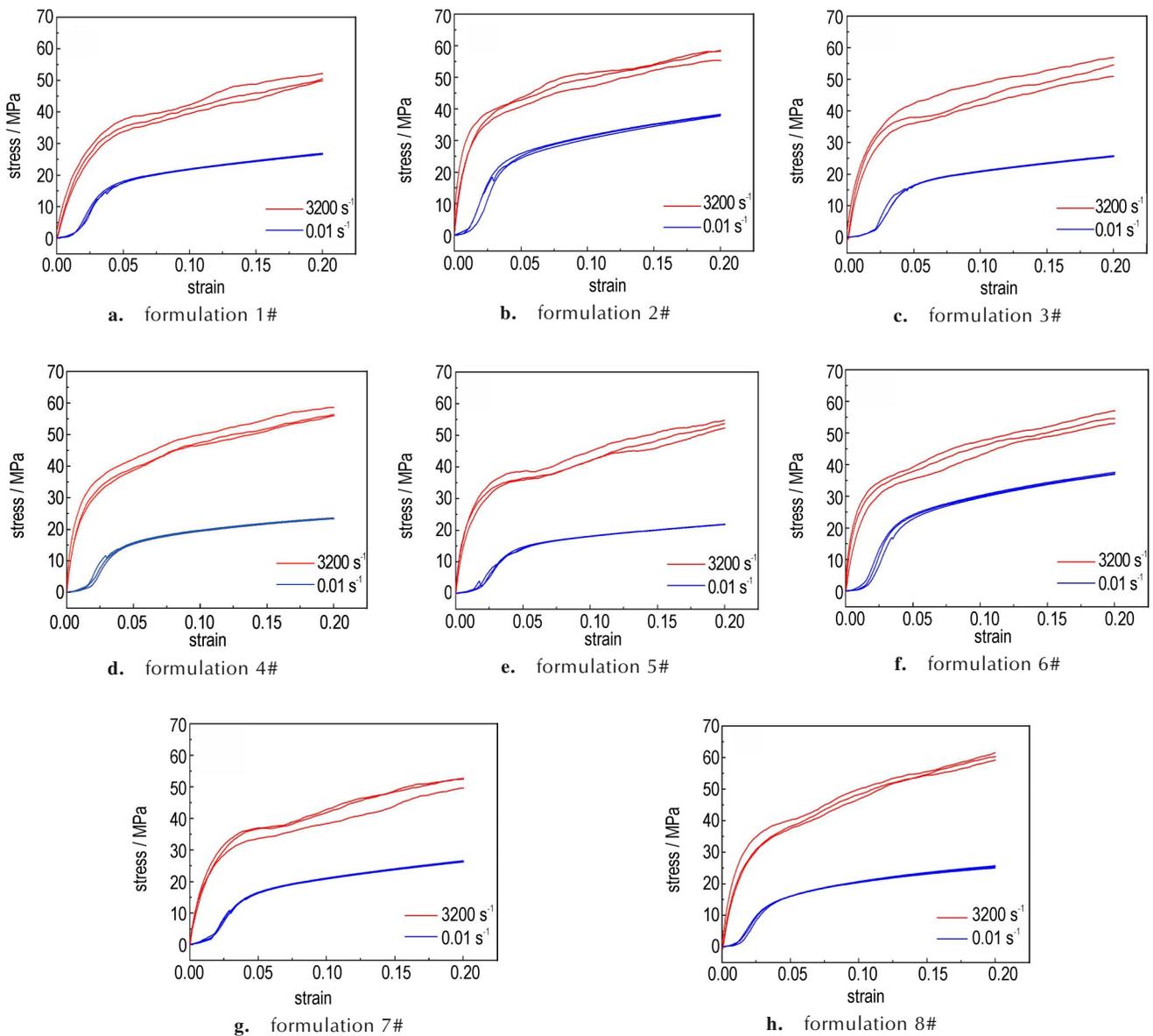


图6 8种配方PAS动态与准静态力学测试结果
Fig.6 Dynamic and quasi-static mechanical testing results for 8 formulations of PAS material

表3 待分析响应

Table 3 Responses to be analyzed

response	mark	response	mark
dynamic stress(strain:0.10)	$S_{d0.10}$	quasi-static stress(strain:0.10)	$S_{0.10}$
dynamic stress(strain:0.15)	$S_{d0.15}$	quasi-static stress(strain:0.15)	$S_{0.15}$
dynamic stress(strain:0.20)	$S_{d0.20}$	quasi-static stress(strain:0.20)	$S_{0.20}$

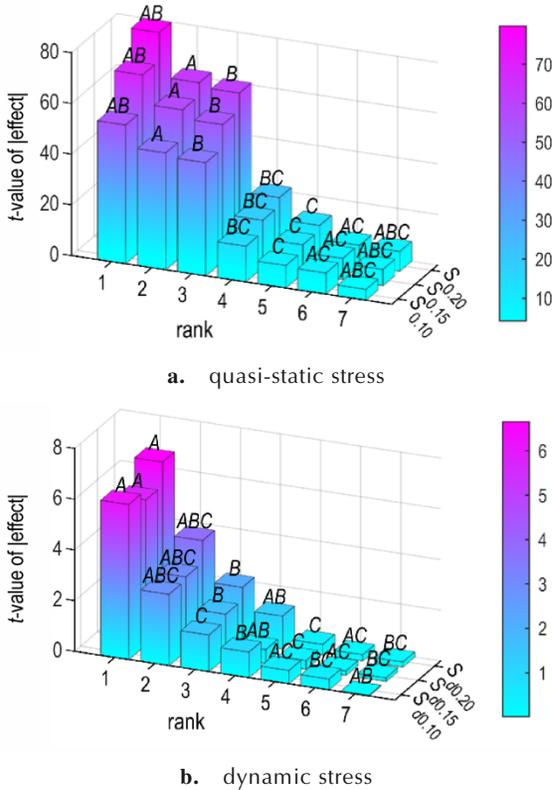


图7 t值排序

Fig.7 t-value ranking

对于动态应力,最为显著的因子效应是A和ABC。

设有 k 个配方, 每个配方重复测试 n 次, 共有 kn 个测试值。设 $y_i = \sum_{j=1}^n y_{ij}$ 表示第 i 个处理的 n 个测试值的和; $y_{..} = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^n y_{ij}$ 表示全部测试值的总和; $\bar{y}_i = \sum_{j=1}^n y_{ij}/n = y_i/n$ 表示第 i 个处理的平均数; $\bar{y}_{..} = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^n y_{ij}/kn$ 表示全部测试值的平均数。

总离差平方和为^[28]:

$$\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^n (y_{ij} - \bar{y}_{..})^2 = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^n (\bar{y}_i - \bar{y}_{..})^2 + \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^n (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i)^2 \quad (2)$$

令:

$$SS_T = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^n (y_{ij} - \bar{y}_{..})^2, SS_t = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^n (\bar{y}_i - \bar{y}_{..})^2,$$

$$SS_e = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^n (y_{ij} - \bar{y}_i)^2$$

则:

$$SS_T = SS_t + SS_e \quad (3)$$

式中, SS_T 表示总离差平方和, 即所有测试值与总平均数之差的平方和; SS_t 为处理间离差平方和, 即处理间的平均数和总平均数之差的平方和, 是不同处理带来的差异; SS_e 称为处理内离差平方和, 即处理内的观测值与其所在组的平均数的差的平方和, 是随机误差带来的差异。

因子贡献率表征了因子对响应的影响程度, 计算公式为:

$$FPC = \frac{SS_t}{SS_T} \times 100\% \quad (4)$$

通过公式(2)~(4)计算因子贡献率。结合 t 值排序法筛选出的显著因素, 对于准静态应力, 计算主因子 A, B, C 以及显著交互因子 AB 的贡献率; 对于动态应力, 计算主因子 A, B, C 以及显著交互因子 ABC 的贡献率, 结果如图 8 所示。

对于准静态应力(图 8a), AB 贡献率大于任意主因子贡献率, 主因子贡献率 $A > B >> C$ 。这表明 AB 对

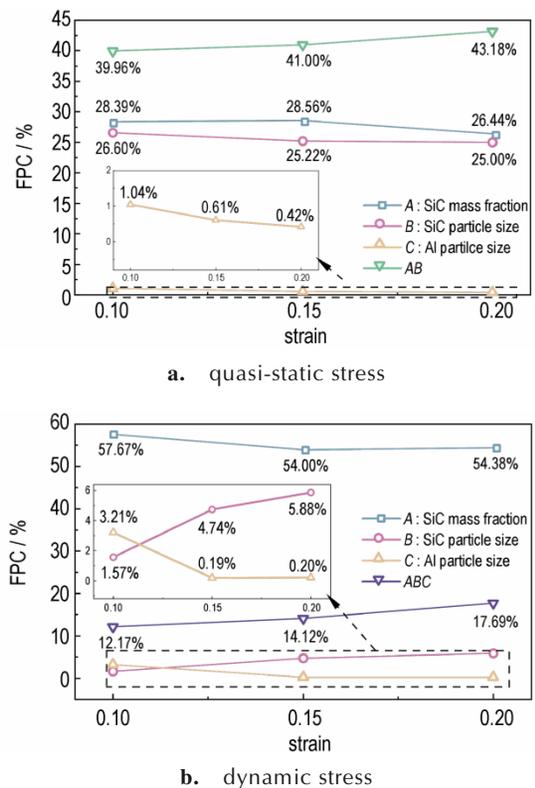


图8 主因子及显著交互因子贡献率

Fig.8 Contribution rates of main factors and significant interaction factors

静态应力的影响程度最大,主因子中 C 对准静态应力的影响最小。对于动态应力(图 8b),主因子 A 对动态应力的影响程度最大,其次是 ABC,主因子 C 对动态应力的影响最小(尽管在应变 0.10 时 C 略大于 B,考虑应变 0.10~0.20 这一区间 B 仍然比 C 对动态应力的影响程度大)。值得注意的是,在不同应变率下,Al 粒径对材料力学响应的贡献率始终较低。相较于 SiC 颗粒,Al 颗粒对于 PAS 材料系统的力学响应作用有限。Al 与 SiC 颗粒微观形貌如图 9 所示。具有更高硬度以及不规则几何外形的 SiC 比 Al 颗粒对力学响应的作用更明显。

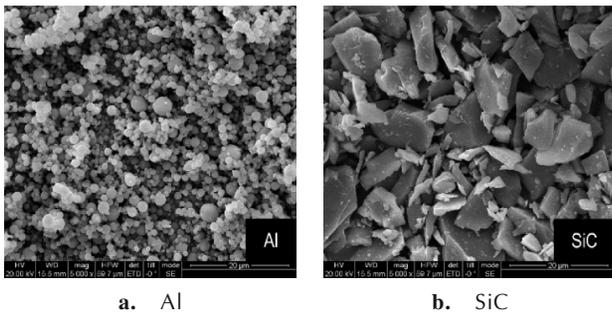


图 9 Al 与 SiC 颗粒微观形貌

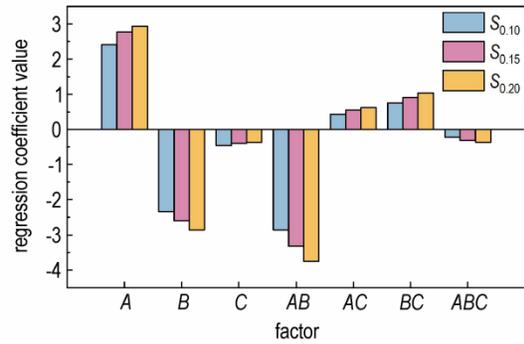
Fig.9 Microscopic morphology of Al and SiC particles

图 8 同时显示,不论是在低应变率还是高应变率下,材料变形过程中不同因子对力学响应的影响程度均会发生改变。此外,不同应变率下因子对材料力学响应的影响程度也不同。

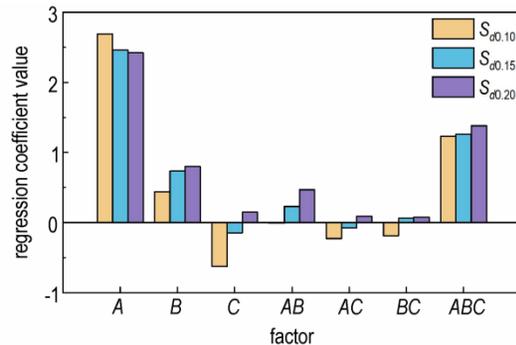
2.3 主因子扰动分析

响应与因子之间的回归函数根据公式(1)形式确定,规范变量回归函数的回归系数结果如图 10 所示。回归系数值的正负分别描述了相应因子与响应的正、负相关性,大小则描述了相应因子对响应的作用程度。

准静态应力回归函数的因子相关性在应变区间 0.10~0.20 内保持一致(图 10a),表明这一应变范围内,因子对准静态应力的扰动趋势不会改变。图 11 所示的扰动趋势显示了调整主因子水平对响应造成的影响^[29]。取响应 $S_{0.15}$ 进行扰动分析(图 11a),将 SiC 质量分数由 10% 变化到 30%,响应 $S_{0.15}$ 随之由 23 MPa 提高到 28.5 MPa,表明较高的 SiC 质量分数对 $S_{0.15}$ 的提高是有利的。调整 SiC 粒径由 7 μm 到 28 μm ,响应 $S_{0.15}$ 随之由 28.3 MPa 下降至 23.1 MPa,即较小的 SiC 粒径能够提高 $S_{0.15}$ 。将 Al 粒径由 5 μm 调整至 20 μm ,响应 $S_{0.15}$ 从 26.1 MPa 降低至 25.4 MPa,表明较小的 Al 粒径能够提高 $S_{0.15}$ 。



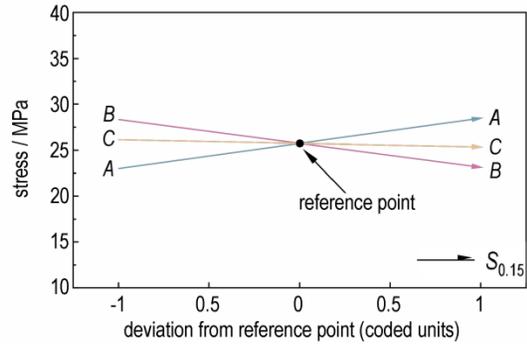
a. quasi-static stress



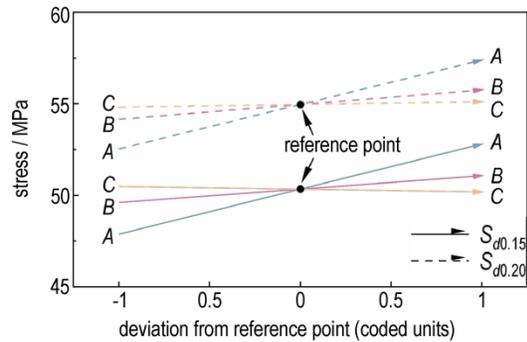
b. dynamic stress

图 10 因子回归系数

Fig.10 Regression coefficients of factors



a. response: $S_{0.15}$



b. response: $S_{d0.15}$ and $S_{d0.20}$

图 11 主因子扰动趋势

Fig.11 Perturbation trends of main factors

对于动态应力回归函数,如图 10b 所示,显著因子的相关性保持一致(A、B、ABC)。由于主因子 C 的相关性发生了改变,因此取 $S_{d0.15}$ 和 $S_{d0.20}$ 进行扰动分析,结果由图 11b 显示。对比二者的扰动趋势发现,A 与 B 对动态应力的扰动趋势一致:当 A、B 提高时,动态应力随之增大。C 对动态应力的扰动不稳定:在应变 0.15 时对动态应力产生负扰动,而在应变 0.20 时则为正扰动。以上结果表明,PAS 材料在 3200 s^{-1} 应变率下,应变区间 0.10~0.20 内,较高 SiC 质量分数和较大 SiC 粒径对动态应力的提高是有利的。Al 粒径对动态应力的扰动在此应变区间内相对较弱且不稳定。尽管没有相关研究解释 Al 粒径对动态应力扰动的不稳定性究竟是粒子本身的特性还是拟合模型带来的误差。但通过函数预测值与实际测试值的比较(图 12),显示动态应力回归函数的拟合误差较大,且 Al 粒径对动态

应力响应的影响较小,因此更倾向于认为是拟合函数时的误差造成了扰动的不稳定。

通过对比准静态与动态扰动结果,应变率的突变没有改变 A 对响应的扰动趋势:较高的 SiC 质量分数能够对 PAS 材料的力学性能产生有利影响^[26]。而因子 B 在应变率的突变下对力学响应产生了相反的扰动趋势:当应变率为 0.01 s^{-1} 时,较小的 SiC 粒径对材料应力的提高是积极的;当应变率突变至 3200 s^{-1} 时,增大 SiC 粒径反而能够提高材料的力学响应。关于填料粒径对 PTFE/Al 基材料力学性能的影响已有很多研究成果,一般认为增强填料粒径的增大会破坏 PTFE/Al 基材料整体性,从而导致力学性能的削弱^[30]。此结论对低应变率加载有较好的适用性,而对于高应变率加载,就以上结果而言,似乎是不够严谨。分析认为, SiC 粒径的增大导致颗粒不能很好填充基体的内部空隙,这一方面的确破坏了材料的整体性导致力学性能的下降;另一方面, SiC 在材料内部可能起到支撑作用,大颗粒的 SiC 在一定程度上能够提高材料的抗压能力。因此,当应变率较低时, PAS 材料变形缓慢,此时大颗粒 SiC 的破坏作用超过其支撑作用,导致材料力学响应偏低;而当应变率较高时, PAS 材料在瞬态变形下,由于颗粒的惯性和材料中的摩擦作用,大颗粒 SiC 的良好支撑作用又超过了其破坏基体的作用,材料的力学响应因此提高。

2.4 多因子交互分析

因子间交互作用在材料力学响应中起到不可忽略的作用。为研究因子间交互作用对准静态及动态应力的影响作用,取 $S_{0.15}$ 及 $S_{d0.15}$ 进行多因子交互分析,并利用真实变量回归函数(见表 4)绘制响应面及等高线图。

图 13 所示的响应面及等高线图,在保持剩余因子在中心点的情况下,显示了 A、B 及其交互作用对响应 $S_{0.15}$ 的作用。曲面颜色由蓝色过渡到粉红色,显示了响应值的由小变大。图 13a 显示,材料在较高 SiC 质量分数和较小 SiC 粒径情况下能够取得更大的准静态响应值。观察图 13b 等高线图,当 SiC 颗粒粒径较大

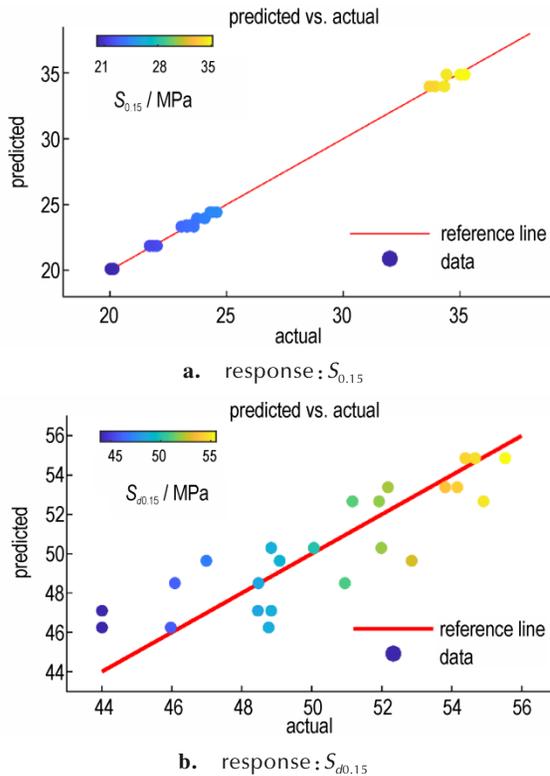


图 12 函数预测值与实际测试值关系
 Fig.12 Relationship between predicted values of a function and actual test values

表 4 $S_{0.15}$ 与 $S_{d0.15}$ 真实变量回归函数
 Table 4 Regression function of $S_{0.15}$ and $S_{d0.15}$ (real variables)

strain rate / s^{-1}	response	regression function (real variables)
0.01	$S_{0.15}$	$S_{0.15} = 20.1772 + 0.6537A + 0.1438B - 0.5364C - 2.6742 \times 10^{-2}AB + 1.4137 \times 10^{-2}AC + 1.9247 \times 10^{-2}BC - 3.9150 \times 10^{-4}ABC$
3200	$S_{d0.15}$	$S_{d0.15} = 38.1263 + 0.5705A + 0.4157B + 0.5473C - 1.7793 \times 10^{-2}AB - 2.9019 \times 10^{-2}AC - 3.1231 \times 10^{-2}BC + 1.6003 \times 10^{-3}ABC$

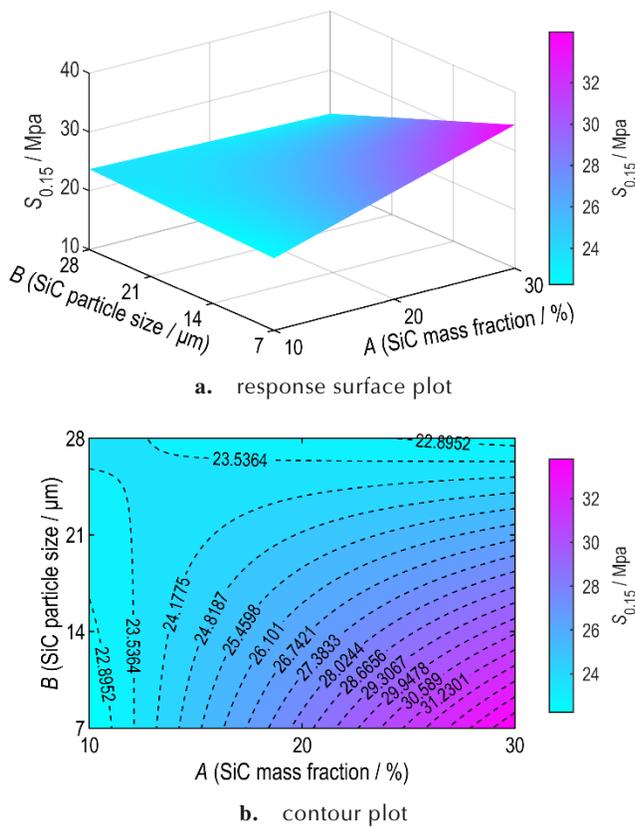


图 13 SiC 质量分数/SiC 粒径对响应 $S_{0.15}$ 的作用
 Fig.13 Effects of SiC mass fraction/SiC particle size on $S_{0.15}$

的情况下,提高 SiC 的质量分数,响应降低。同样的,当 SiC 质量分数较低的情况下,减小 SiC 颗粒粒径,响应也下降。

为解释这一现象,分别对 SiC 质量分数 30% 和 10% 的 PAS 材料进行微观形貌表征,结果如图 14 所示。从颗粒分散状态分析,如图 14a 所示,当 SiC 颗粒粒径较大时,提高 SiC 质量分数会导致颗粒之间相互作用的增强,从而使得颗粒的聚集堆积增加,这会降低材料的力学性能。相反,如图 14b 所示,当 SiC 质量分数较低时,减小 SiC 粒径,颗粒之间的相互作用减弱,颗粒的分散状况变差,同样会降低材料的力学性能。另一方面,从界面结合强度分析,当 SiC 粒径较大时,颗粒比表面积下降,此时提高 SiC 质量分数会导致颗粒与基体结合面强度下降,材料的力学性能降低。尽管减小 SiC 粒径能够增大比表面积,当 SiC 质量分数较低时,增强颗粒数目较少,颗粒与基体的总体界面结合强度下降,同样会使材料力学性能下降。因此,当 SiC 质量分数高且 SiC 粒径较小时,可以双重优化颗粒分散状态和界面结合强度,从而实现了 PAS 材料的最佳响应表现。此外,图 15 显示了 AC 及 BC 对响应 $S_{0.15}$ 的

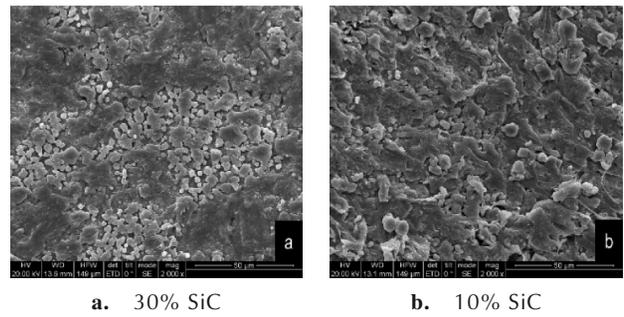


图 14 PAS 材料微观形貌
 Fig. 14 Microscopic morphology of PAS materials

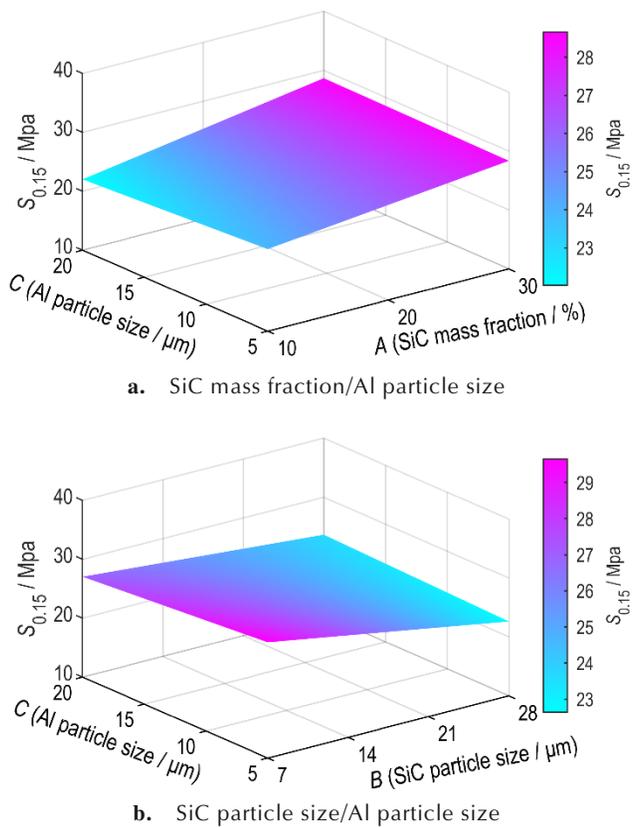


图 15 SiC 质量分数/Al 粒径和 SiC 粒径/Al 粒径对响应 $S_{0.15}$ 的作用
 Fig.15 Effects of SiC mass fraction/Al particle size and SiC particle size/Al particle size on $S_{0.15}$

作用。当 SiC 质量分数较大(图 15a)或 SiC 粒径较小时(图 15b),无论 Al 粒径的取值,都能够获得较高的响应值。这表明 AC 及 BC 交互作用对响应的作用不显著。综上所述,当应变率为 0.01 s^{-1} 时,PAS 材料系统内 SiC 质量分数和 SiC 粒径之间存在的强烈交互作用不可忽略。因子之间强烈的交互作用能够对材料响应产生较大的影响作用,显著的交互因子配合应得到更多的重视。

对于动态响应 $S_{d0.15}$, ABC 是最为显著的交互因子。通常使用立方图分析三因子交互作用, 如图 16 所示, 立方体顶点对应的数值为不同配方响应 $S_{d0.15}$ 的均值。当 SiC 质量分数发生改变时, PAS 材料动态响应的变化明显。由因子贡献率分析可知, A 对响应 $S_{d0.15}$ 的影响程度远大于 ABC 。此外, 有研究表明, 显著的单因子作用可以影响多因子交互作用^[28], 这也解释了响应值变化明显的原因。

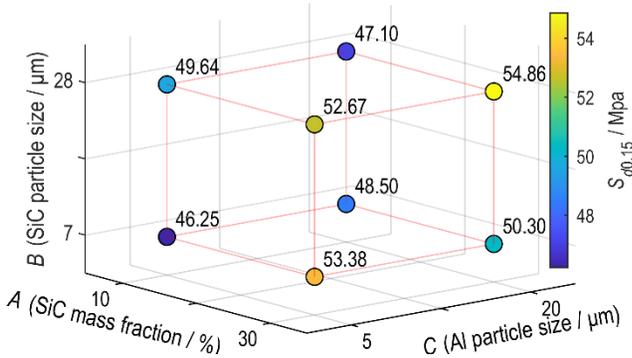


图 16 响应 $S_{d0.15}$ 立方图

Fig.16 Cube plot of $S_{d0.15}$ response

在高 SiC 质量分数条件下, 动态响应存在两个较大值, 分别在 ($A: 30\%$, $B: 7 \mu\text{m}$, $C: 5 \mu\text{m}$) 和 ($A: 30\%$, $B: 28 \mu\text{m}$, $C: 20 \mu\text{m}$) 得到。保持 A 高水平, 显示 B 、 C 及其交互作用对响应 $S_{d0.15}$ 的作用见图 17。

观察图 17a, 当 SiC 粒径和 Al 粒径同时取较大或者较小粒径时, 动态响应值得到较好的提高。此外, 观察图 17b 等高线图, 较大的曲率显示了 BC 之间较为强烈的交互作用。具体而言, 当 SiC 粒径较大时, 减小 Al 粒径会导致动态响应值下降; 而当 Al 粒径较小时, 增大 SiC 粒径也会导致动态响应值下降。综合以上观察结果, 在高 SiC 质量分数条件下, SiC 颗粒与 Al 颗粒的粒径尺寸接近时, 材料的动态响应值能够得到有效提高。相反, 若 SiC 颗粒与 Al 颗粒粒径尺寸差异较大时, 材料的动态响应值降低。分析认为: 首先, 从颗粒间结合考虑, 当 SiC 颗粒与 Al 颗粒的粒径尺寸接近时, 颗粒之间的接触面积增大, 有利于颗粒之间的结合与相互作用。这种增强的结合与相互作用可能会提高 PAS 材料的动态响应值。其次, 从颗粒分散状态分析, 当 SiC 颗粒与 Al 颗粒的粒径尺寸差异较大时, 颗粒之间的聚集堆积增加, 导致颗粒分散状态的不佳, 从而降低材料的动态响应值。最后, 从颗粒与基体间黏结来看, 当 SiC 颗粒与 Al 颗粒粒径尺寸差异较大时, 颗粒与基体之间的黏结会变得不均匀。这种不均匀的黏结力分布

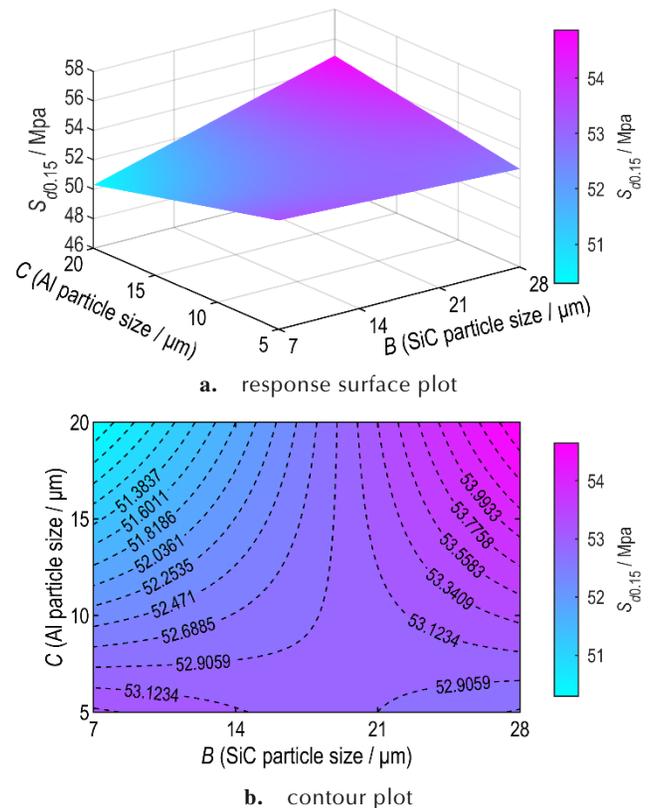


图 17 SiC 粒径/Al 粒径对响应 $S_{d0.15}$ 的作用 (SiC 质量分数 30%)

Fig.17 Effect of SiC particle size /Al particle size on $S_{d0.15}$ (SiC mass fraction of 30%)

会导致材料在受到外界冲击时引发应力集中, 从而影响材料的动态力学响应。

以上分析表明, 应变率 3200 s^{-1} 时, 高 SiC 质量分数的 PAS 材料系统内 SiC 粒径和 Al 粒径之间存在的强烈交互作用不可忽略。这一现象也被称为粒径级配关系, 在 PTFE/Al/W^[31] 与 PTFE/Al/ZrH₂^[32] 材料的研究中有类似的发现, 这进一步验证了粒径级配关系在 PTFE/Al 基材料配方设计中的重要性。

3 结论

(1) 较高的 SiC 质量分数对 PAS 材料的力学性能产生了积极影响。在高应变率加载下, 较大尺寸的 SiC 颗粒能够有效提高材料的力学响应。Al 颗粒对于 PAS 材料系统的力学响应作用有限。

(2) 强烈的因子间交互作用在本研究中不可忽略。在低应变率加载下, SiC 质量分数/SiC 粒径交互作用显著: SiC 质量分数高且 SiC 粒径较小时, 可以双重优化颗粒分散状态和界面结合强度, 从而提高材料的力学响应。在高应变率加载下, SiC 粒径/Al 粒径交互

作用显著:SiC 颗粒与 Al 颗粒粒径尺寸接近时,材料的力学响应能够得到有效提高。

(3)析因设计方法结合响应面分析可以快速筛选影响材料性能的重要因子和交互作用,并优化材料配方以获得更好的材料性能。不仅提高了研究效率,还为材料设计和工程应用提供了可靠的理论依据,在 PTFE/Al 基反应材料配方设计中具有显著的价值。

参考文献:

- [1] WU J X, LIU Q, FENG B, et al. Improving the energy release characteristics of PTFE/Al by doping magnesium hydride [J]. *Defence Technology*, 2022, 18(2): 219–228.
- [2] LAN J, LIU J X, ZHANG S, et al. Influence of multi-oxidants on reaction characteristics of PTFE-Al-XmOY reactive material [J]. *Materials & Design*, 2020, 186: 108325.
- [3] LIU S B, ZHENG Y F, YU Q B, et al. Interval rupturing damage to multi-spaced aluminum plates impacted by reactive materials filled projectile[J]. *International Journal of Impact Engineering*, 2019, 130: 153–162.
- [4] WANG H F, XIE J W, GE C, et al. Experimental investigation on enhanced damage to fuel tanks by reactive projectiles impact[J]. *Defence Technology*, 2021, 17(2): 599–608.
- [5] YUAN Y, LIU Z Y, HE S, et al. Shock-induced reaction behaviors of functionally graded reactive material[J]. *Defence Technology*, 2021, 17(5): 1687–1698.
- [6] ZHANG H, WANG H F, YU Q B, et al. Perforation of double-spaced aluminum plates by reactive projectiles with different densities[J]. *Materials*, 2021, 14(5): 1229.
- [7] ZHANG H, ZHENG Y F, YU Q B, et al. Penetration and internal blast behavior of reactive liner enhanced shaped charge against concrete space [J]. *Defence Technology*, 2022, 18(6): 952–962.
- [8] GUO H G, ZHENG Y F, HE S, et al. Reaction characteristic of PTFE/Al/Cu/Pb composites and application in shaped charge liner [J]. *Defence Technology*, 2022, 18(9): 1578–1588.
- [9] 叶胜, 毛亮, 胡榕, 等. 不同 Al 粒径的 PTFE/Al 活性射流作用双层间隔靶的实验研究[J]. 含能材料, 2021, 29(7): 625–633.
YE Sheng, MAO Liang, HU Rong, et al. Experimental study on the effect of al particle size on the damage performance of PTFE/Al reactive jet against double-layer spacer target[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials(Hanneng Cailiao)*, 2021, 29(7): 625–633.
- [10] XU F Y, WANG H F, KANG J, et al. Response behavior of the PTFE/Al/W granular composite under different loadings [J]. *Shock Waves*, 2022, 32(7): 633–642.
- [11] 李尉, 任会兰, 宁建国, 等. Al/PTFE 活性材料的动态力学行为和撞击点火特性[J]. 含能材料, 2020, 28(1): 38–45.
LI Wei, Ren Hui-lan, NING Jian-guo, et al. Dynamic mechanical behavior and impact ignition characteristics of Al/PTFE reactive materials [J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2020, 28(1): 38–45.
- [12] LU G C, LIU Z Y, XIE J W, et al. Impact-initiated chemical reaction behavior of PTFE/Al reactive materials-A theory-based numerical method[J]. *Journal of Applied Physics*, 2023, 133(19): 195105.
- [13] XU F Y, KANG J, WANG H F. Numerical simulation of impact-induced mechanical behavior of the PTFE/Al/W reactive materials[J]. *Aip Advances*, 2022, 12(10): 105215.
- [14] 田伟玺, 何源, 王传婷, 等. 冲击载荷作用下 Al/PTFE 活性材料的非均相化学反应模型[J]. 南京理工大学学报, 2022, 46(6): 659–670.
TIAN Wei-xi, HE Yuan, WANG Chuan-ting, et al. Heterogeneous chemical reaction model of Al/PTFE reactive materials under impact load[J]. *Journal of Nanjing University of Science and Technology*, 2022, 46(6): 659–670.
- [15] ZHOU J Y, RAN X W, TANG W H, et al. Research on the penetration characteristics of PTFE projectile with reactive inner core[J]. *Polymers*, 2023, 15(3): 617.
- [16] LI H D, DUAN H, ZHANG Z L, et al. Study on perforation behavior of PTFE/Al reactive material composite jet impacting steel target[J]. *Materials*, 2023, 16(7): 2715.
- [17] WANG R Q, YIN Q, YAO M, et al. Experimental investigation on ignition effects of fuel tank impacted by Bi₂O₃-reinforced PTFE/Al reactive material projectile [J]. *Metals*, 2023, 13(2): 399.
- [18] XU S L, YANG S Q, ZHANG W. The mechanical behaviors of polytetrafluorethylene/Al/W energetic composites [J]. *Journal of Physics-Condensed Matter*, 2009, 21(28): 285401.
- [19] XU F Y, LIU S B, ZHENG Y F, et al. Quasi-static compression properties and failure of PTFE/Al/W reactive materials [J]. *Advanced Engineering Materials*, 2017, 19(1): 1600350.
- [20] WANG H X, LI Y C, FENG F, et al. Compressive properties of PTFE/Al/Ni composite under uniaxial loading [J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2017, 26(5): 2331–2336.
- [21] WU J X, WANG H X, FANG X, et al. Investigation on the thermal behavior, mechanical properties and reaction characteristics of Al-PTFE composites enhanced by Ni particle [J]. *Materials*, 2018, 11(9): 1741.
- [22] ZHOU J Y, DING L L, TANG W H, et al. Experimental study of mechanical properties and impact-induced reaction characteristics of PTFE/Al/CuO reactive materials [J]. *Materials*, 2020, 13(1): 66.
- [23] HUANG J Y, FANG X, LI Y C, et al. The mechanical and reaction behavior of PTFE/Al/Fe₂O₃ under impact and quasi-static compression [J]. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2017: 3540320.
- [24] YUAN Y, GENG B Q, SUN T, et al. Impact-induced reaction characteristic and the enhanced sensitivity of PTFE/Al/Bi₂O₃ composites[J]. *Polymers*, 2019, 11(12): 2049.
- [25] 任鑫鑫, 武双章, 李裕春, 等. Al/PTFE/SiC 反应材料准静压性能研究[J]. 火工品, 2020(6): 54–57.
REN Xin-xin, WU Shuang-zhang, LI Yu-chun, et al. Study on quasi-static pressure properties of Al/PTFE/SiC reaction materials[J]. *Initiators & Pyrotechnics*, 2020(6): 54–57.
- [26] WU J X, HUANG J Y, LIU Q, et al. Influence of ceramic particles as additive on the mechanical response and reactive properties of Al/PTFE reactive composites[J]. *Rsc Advances*, 2020, 10(3): 1447–1455.
- [27] SHOMAN N A, GEBREEL R M, EL-NABARAWI M A, et al. Optimization of hyaluronan-enriched cubosomes for bromfenac delivery enhancing corneal permeation: characterization, ex vivo, and in vivo evaluation[J]. *Drug Delivery*, 2023, 30

- (1): 2162162.
- [28] MONTGOMERY D C. Design and analysis of experiments [M]. 8th edition. America: Wiley, 2009.
- [29] THIRUGNANASAMBANDHAM K, SIVAKUMAR V. Application of D-optimal design to extract the pectin from lime bagasse using microwave green irradiation[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2015, 72: 1351–1357.
- [30] HERBOLD E B, NESTERENKO V F, BENSON D J, et al. Particle size effect on strength, failure, and shock behavior in polytetrafluoroethylene-Al-W granular composite materials[J]. *Journal of Applied Physics*, 2008, 104(10): 103903.
- [31] 乔良,涂建,赵利军,等. Al/W/PTFE 粒径级配关系对材料强度影响的实验研究[J]. *兵器材料科学与工程*, 2014, 37(6): 17–21.
- QIAO Liang, TU Jian, ZHAO Li-jun, et al. Influence of particle size grading on strength of Al/W/PTFE composite[J]. *Ordinance Material Science and Engineering*, 2014, 37(6): 17–21.
- [32] ZHANG J, LI Y C, HUANG J Y, et al. The effect of al particle size on thermal decomposition, mechanical strength and sensitivity of Al/ZrH₂/PTFE composite [J]. *Defence Technology*, 2021, 17(3): 829–835.

Multifactor Analysis of Mechanical Response of PTFE/Al/SiC Based on Factorial Design

WANG Rui-qi¹, LI Yu-chun¹, SONG Jia-xing², WU Jia-xiang¹, LI Rong-xin¹, HUANG Jun-yi¹

(1. College of Field Engineering, Army Engineering University of PLA, Nanjing 210007, China; 2. Xi'an Rare Metal Materials Research Institute Co., Ltd., Xi'an 710006, China)

Abstract: To investigate the influence of SiC mass fraction, SiC particle size, Al particle size, and their interactions on the mechanical properties of PTFE/Al/SiC (PAS) reactive materials, a 2³ factorial design criterion was employed to design and prepare eight different compositions of PTFE/Al/SiC reactive materials, and quasi-static compression tests and split Hopkinson pressure bar (SHPB) experiments were conducted. Significant factors were selected using the *t*-value ranking method, and their contribution rates and disturbance trends were analyzed. Additionally, response surface methodology was employed to analyze significant interaction effects. The results indicate that a higher SiC mass fraction positively impacts the mechanical properties of PAS materials. With a sudden change of strain rate, SiC particle size exhibits opposite disturbance trends on the material mechanical response. The effect of Al particles on the mechanical response of the PAS material system is limited. Strong interaction effects between factors should not be overlooked. With low strain rate loading, the interaction between SiC mass fraction and SiC particle size is significant. When the SiC mass fraction is high and the particle size is small, the particle dispersion state and interfacial bonding strength can be optimized, thereby improving material mechanical response. With high strain rate loading, PAS materials with a higher SiC mass fraction exhibit higher dynamic mechanical response, and the interaction between SiC particle size and Al particle size is significant. When the particle sizes of SiC and Al are close, the dynamic response of the material can be effectively improved.

Key words: PTFE/Al/SiC; factorial design; mechanical response; multifactor analysis; response surface model

CLC number: TJ450

Document code: A

DOI: 10.11943/CJEM2023147

Grant support: National Natural Science Foundation of China (No. 51673213)

(责编:高毅)