

بررسی تجربی و بهینه‌سازی پارامترهای ساخت نمونه تخت کامپوزیت چندلایه عایق‌های سیلیکا فنولیک/شیشه اپوکسی به منظور دستیابی به حداکثر مقاومت حرارتی و چسبندگی بین لایه‌ای

تاریخ دریافت: ۱۴۰۱/۰۱/۲۰

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۱/۰۴/۰۶

متین فرخی^۱، علی داور^۲، مهرداد مرتضایی^۳، محسن حیدری‌بنی^۴، جعفر اسکندری جم^۵

۱ کارشناسی ارشد، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

۲ دانشیار، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران، a_davar@mut.ac.ir

۳ دانشیار، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

۴ دانشجوی دکتری، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

۵ استاد، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

چکیده

هدف از پژوهش حاضر، بررسی مقاومت چسبندگی و حرارتی کامپوزیت شیشه اپوکسی/شیشه نووالاک است. به دلیل استفاده از رزین‌های فنولیک، از روش پیش آغشته‌سازی با ترکیب درصد‌های مختلف رزین اپوکسی و نووالاک استفاده شده است. نمونه کامپوزیتی دوتکه شیشه‌های اپوکسی و نووالاک، یک‌بار بدون چسب و یک‌بار به کمک چسب به یکدیگر متصل شدند. در ادامه تأثیر ترکیب‌های مختلف دو نوع رزین اپوکسی و نووالاک بر مقاومت چسبندگی و حرارتی بررسی و ارزیابی شد. به کمک نتایج آزمون گرماسنج روبشی تفاضلی و مدت‌زمان ژل شدن، چرخه پخت نمونه‌ها پیش‌بینی شده است. نتایج نشان داد، وجود عامل پخت هر دو رزین اپوکسی و نووالاک در ترکیب ضروری است. نتایج حاصل از آزمون استحکام برشی بین‌لایه‌ای و خمش سه‌نقطه‌ای نشان داد وجود رزین فنولیک در نمونه‌ها سبب کاهش استحکام مکانیکی نمونه شده است. در اتصال دو کامپوزیت شیشه اپوکسی و نووالاک وجود چسب اکسون استحکام نمونه‌ها را نسبت به اتصال مستقیم اپوکسی ۲/۴۸ درصد افزایش داده است. در نهایت نتایج حاصل از آزمون اکسی استیلن ضرورت وجود پیش پخت و افزایش تدریجی دما در چرخه پخت را نشان می‌دهد

واژه‌های کلیدی: کامپوزیت، رزین نووالاک، عایق، اتصال کامپوزیت به کامپوزیت، پیش آغشته

Experimental study and optimization of manufacturing parameters of high silica-phenolic/glass-epoxy laminate insulators in order to achieve the highest thermal resistance and inter-laminar strength

Matin Farokhi¹, Ali Davar², Mehrzad Mortezaei³, Mohsen Heydari Beni⁴, Jafar Eskandari Jam⁵

1 Faculty of Materials and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technologies, Iran.

2 Faculty of Materials and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technologies, Iran.

3 Faculty of Materials and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technologies, Iran.

4 Faculty of Materials and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technologies, Iran.

5 Faculty of Materials and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technologies, Iran.

Abstract

The aim of the present study was to investigate the adhesion and thermal resistance of epoxy / Novalac glass composite. Due to the use of phenolic resins, the pre-impregnation method has been used by combining different percentages of epoxy and novac resin. The two-piece composite samples of epoxy glass and novac glass were bonded once without glue and once with glue. In the following, the effect of different compounds of two types of epoxy resins and Novalak on adhesion and heat resistance has been investigated and evaluated. Using the results of differential scanning calorimeter test and gelling time, the sintering cycle of the samples is predicted. The results showed that the presence of curing agent of both epoxy and novac resin in the composition is essential. The results of interlayer shear strength test and three-point bending showed that the presence of phenolic resin in the samples reduced the mechanical strength of the sample. In the connection of two composites of epoxy glass and Novalac glass, the presence of exon adhesive has increased the strength of the samples compared to the direct connection of epoxy by 2.48%. Finally, the results of the oxyacetylene test indicate the need for pre-baking and a gradual increase in temperature in the cooking cycle.

Keywords: Composite, Novalk resin, Insulation, Composite to composite bonding, Pre-impregnated

۱۳۳

سال ۱۱- شماره ۲

پاییز و زمستان ۱۴۰۱

نشریه علمی

دانش و فناوری هوا فضا



دانشگاه صنعتی مالک اشتر

بررسی تجربی و بهینه‌سازی پارامترهای ساخت نمونه تخت کامپوزیت چندلایه عایق‌های سیلیکا فنولیک/شیشه اپوکسی به منظور دستیابی به حداکثر مقاومت حرارتی و چسبندگی بین لایه‌ای

۱. مقدمه

یکی از هدف‌های مهم تحقیقات هوافضایی در دنیا، سبک‌سازی است، به دنبال سبک‌سازی مشکلاتی در بعضی از قطعات مثل ماهواره‌ها و موشک‌ها ایجاد می‌شود، زیرا باید تحمل دمایی و اصطکاکی بالایی داشته باشند. امروزه نیاز به مواد جدیدی که علاوه بر قابلیت کارکرد در محیط خارج از جو تحمل دمای بالای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد را در مدت‌زمان طولانی داشته باشند و در سامانه‌های سپر حرارتی، ابزار برش و توربین‌ها استفاده شوند، به‌شدت احساس می‌شود. ویژگی‌های منحصر به فردی از قبیل چسبندگی مناسب به گسترده بزرگی از سطوح، حلالی و مقاومت شیمیایی خوب، جمع‌شدگی^۱ کم در فرایند پخت و پایداری مکانیکی، موجب شد تا رزین اپوکسی به‌صورت تجاری در بسیاری از کاربردهای صنعتی از قبیل پوشش‌های سطوح، چسب‌ها، کامپوزیت‌ها، صنایع حمل‌ونقل و فضایی استفاده شود. رزین اپوکسی جزء رزین‌های تقریباً گران‌قیمت است، ولی خصوصیات فیزیکی مطلوب آن توازن مناسبی بین هزینه و عملکرد آن را فراهم نموده است و آن را در مقایسه با سایر رزین‌های گرماسخت، مقرون به‌صرفه ساخته است [۱]. با وجود مزیت‌های بیان‌شده، قابلیت اشتعال‌پذیری بالای اپوکسی کاربرد آن را در برخی صنایع محدود کرده است [۲]؛ بنابراین در سال‌های اخیر، محققان تلاش‌های گسترده‌ای برای افزایش مقاومت حرارتی و آتش‌پذیری رزین اپوکسی انجام داده‌اند [۳-۵]. به‌منظور افزایش مقاومت اشتعال‌پذیری اپوکسی، مواد مختلفی از قبیل مواد فنولیک، هالوزن دار، فسفر دار و

سیلیکونی از طریق اختلاط یا اصلاح شیمیایی استفاده شده است.

به‌طور کلی عایق‌های فدا شونده یا ابلتیوها زمانی که در برابر شعله و دمای بالا قرار می‌گیرند به آرامی می‌سوزند و مانع از انتقال کامل دما به سطح داخلی سازه می‌شوند. عملکرد این مواد به مراتب فراتر از کند سوزهاست. این مواد به شکل پوشش در ساختمان هواپیماها، کشتی‌ها و تجهیزات دریایی به‌کار می‌روند و با فدا کردن خود مانع از انتقال حرارت می‌شوند. این پوشش‌ها علاوه بر حفاظت در برابر شعله، چسبندگی، انعطاف‌پذیری و پایداری محیطی مناسبی با سطح زیر پایه ایجاد می‌کند [۶].

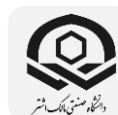
در سال ۲۰۰۶ منفردی و همکاران روی آلیاژ رزول- اپوکسی مطالعه‌ای را انجام داده‌اند. آن‌ها از رزین اپوکسی با عامل پخت آمینی آلیفاتیک به نام تری اتیلن تترامین^۲ و دو نوع رزین رزول با نسبت‌های ۱/۶ و ۲ فرمالدهید به فنول استفاده کردند. به‌منظور بررسی دمای انتقال شیشه‌ای آلیاژ از آزمون دینامیکی- مکانیکی- حرارتی^۳ استفاده کردند [۷].

استریال^۴ و همکارانش در سال ۲۰۰۷ خواص چسبندگی رزین اپوکسی با عامل پخت آمینی را با اضافه کردن رزین فنولیک رزول تا ۳۰٪ بررسی کردند. فرایند پخت نمونه‌ها شامل ۱۵ دقیقه در دمای ۸۰°C، ۳۰ دقیقه در دمای ۱۳۰ و ۱۵ دقیقه در دمای ۲۰۰°C و فشار محیط بوده است [۸].

سیرواستوا^۵ و همکاران در سال ۲۰۰۸ درباره تأثیر غلظت عامل پخت و نوع رزین فنولیک روی خواص حرارتی آلیاژ رزین رزول و رزین اپوکسی

۱۳۴

سال ۱۱- شماره ۲
پاییز و زمستان ۱۴۰۱
نشریه علمی
دانش و فناوری هوا فضا



بررسی تجربی و پیاده‌سازی پارامترهای ساخت نمونه تخت کامپوزیت چندلایه عایق‌های سبک فنولیک/ شیشه اپوکسی به منظور دستیابی به حداکثر مقاومت حرارتی و چسبندگی بین لایه‌ای

مطالعه‌ای را انجام دادند. آن‌ها از رزین اپوکسی DGEBA و رزین رزول o-cresol, m-cresol و p-cresol و عامل پخت پلی‌آمید به میزان ۵۰، ۴۰ و ۶۰ درصد وزنی رزین استفاده کرده‌اند. رزین اپوکسی به‌طور جداگانه با انواع مختلف رزین رزول مخلوط شد. میزان رزین اپوکسی در آمیزه‌ها صفر، ۲۵، ۵۰، ۷۵ و ۱۰۰ درصد وزنی بوده است [۹].

عطاریان و صالحی، خواص مکانیکی و سایشی نمونه‌های کامپوزیتی ساخته شده از رزین فنولیک و چند افزودنی نانو را مورد مطالعه قرار داده‌اند. این افزودنی‌ها شامل نانو اکسید تیتانیوم، نانو اکسید زیرکونیوم، نانو کاربید سیلیکون و نانو کاربید تیتانیوم بوده است. نمونه‌ها با روش قالب‌گیری تحت فشار ساخته شده و استحکام خمشی و مقاومت در برابر سایش نمونه‌ها مورد آزمایش قرار گرفته است. نتایج این تحقیق نشان می‌دهد که این افزودنی‌ها، تأثیر مثبتی در بهبود خواص مختلف مکانیکی، گرمایی و سایشی پلیمر فنولیک دارد [۱۰].

رائو و همکاران در سال ۲۰۲۱، به‌منظور توسعه رزین‌های اپوکسی با کارایی بالا، یک ماکرومولکول فنیل سیلوکسان حاوی فسفر/نیتروژن را به‌عنوان یک افزودنی چندمنظوره سنتز کردند. ماکرومولکول‌ها می‌توانند به‌طور هم‌زمان استحکام مکانیکی، تأخیر در شعله و عملکرد سرکوب دود را برای اپوکسی افزایش دهند. تنها با افزودن ۲ درصد وزنی فنیل سیلوکسان، استحکام ضربه‌ای، مقاومت خمشی و مدول خمشی به ترتیب به میزان ۱۰۰٪، ۱۲.۹٪ و ۳۸.۷٪ افزایش پیدا کرده

است. نتایج آزمایش کالری‌سنج نشان داد که با افزودن ۹ درصد وزنی فنیل سیلوکسان، پیک سرعت انتشار گرما، انتشار گرمای کل و انتشار دود کل به ترتیب ۳۱.۴٪، ۳۵.۴٪ و ۲۰.۰٪ در مقایسه با موارد اصلاح نشده کاهش یافته است [۱۱].

یوگاوو^۷ و همکاران در سال ۲۰۲۲، مونومر اپوکسی مبتنی بر دی‌گلیسیدیل اتر لوتئولین (DGEL^۸) از طریق روش یک مرحله‌ای از لوتئولین پایدار سنتز کردند. پژوهش آن‌ها رویکردی برای تهیه رزین‌های اپوکسی با خواص کلی برجسته را ارائه داده است، رزین آن‌ها مقاومت زیادی در برابر حرارت و بازدارندگی شعله از خود نشان داده است [۱۲].

به‌صورت کلی رزین اپوکسی به دلیل خواص فوق‌العاده از قبیل حلالیت مناسب با پودر، نووالاک، مقاومت شیمیایی، چسبندگی مناسب، جمع‌شدگی کم در فرایند پخت و درنهایت خواص مکانیکی مناسب آن در صنایع متعددی کاربرد دارد. یکی از مشکلاتی که استفاده از آن را در بعضی از کاربردهای صنعتی محدود ساخته تحمل دمایی و مقاومت در برابر شعله پایین آن است. از سوی دیگر رزین‌های فنولیک به سبب تحمل دمایی و مقاومت حرارتی بالا می‌توانند این نیاز را تا حدودی برطرف کنند. تا به امروز درباره رزین فنولیک به‌عنوان عاملی برای ترکیب با اپوکسی به‌منظور تأمین مقاومت حرارتی، مطالعات کمی صورت گرفته است. در این تحقیق در گام اول نحوه ترکیب رزین اپوکسی و نووالاک و شرایط پخت آن بررسی شده است و در مرحله بعد نحوه ساخت کامپوزیت اپوکسی/نووالاک



به صورت یکپارچه و جدا از هم مورد ارزیابی قرار گرفته است.

۲. طراحی و ساخت نمونه تجربی

مراحل ساخت سازه مورد نظر بدین ترتیب است که ابتدا پارچه شیشه نوع E با روش پیش آغشته سازی به رزین آغشته شده و به کمک روش لایه چینی دستی صفحات کامپوزیت مورد نظر ساخته شده است. برای رزین کامپوزیت از ترکیب رزین اپوکسی و نوالاک با درصدهای متفاوت استفاده شده است. در این مرحله صفحات کامپوزیتی در کوره پخت می شوند. صفحه های ساخته شده برای بررسی در آزمون های مقاومت چسبندگی و حرارتی، به ابعاد استاندارد مورد نظر برش خورده و آماده شده است.

۲-۱. مواد و ترکیبات

در این بخش مواد اولیه شامل رزین، پارچه و چسب مورد استفاده، معرفی شده است. از دو رزین اپوکسی و فنولیک و چسب پایه اپوکسی در این تحقیق استفاده شده است. برای الیاف تقویت کننده نیز از پارچه شیشه نوع E استفاده شده است.

رزین اپوکسی مورد استفاده در این تحقیق EPM-16 ساخت شرکت مکر است که مشخصات آن طبق کاتالوگ شرکت سازنده در جدول ۱ قابل مشاهده است. EPM-16 یک رزین اپوکسی مایع و شفاف است.

رزین فنولیک استفاده شده در این تحقیق از نوع نوالاک ip-502 ساخت شرکت رزیتان است که شامل ۸ درصد وزنی هگزامتیلن تترامین به عنوان عامل پخت در پودر آن، به طور یکنواخت

و با دانه بندی کنترل شده است. دمای ذوب آن بین 100°C - ۸۵ و دانسیته این رزین g/cm^3 ۱/۲۸ و درصد فنول آزاد آن هم بین صفر تا یک درصد است. این رزین (شکل ۱) به طور کامل در حلال های الکلی (متانول، پروپانول و غیره) حل می شود و درصد خلوص آن بالاتر و مساوی ۹۷ درصد است. مرحله B^۱ این رزین در دماهای مختلف طبق کاتالوگ شرکت رزیتان تهیه شده که در جدول ۲ قابل مشاهده است.

جدول ۱. برخی از خواص رزین اپوکسی EPM-16

ویژگی	مقدار	واحد	استاندارد / روش آزمون
وزن هم ارز	-۱۹۲		KZPC Internal Method
اپوکسی ۱۰	۱۸۵	g/eq	
محتوای گروه اپوکسی	-۵۴۰۰ ۵۲۰۸	Mmol/kg	KZPC Internal Method
رنگ رزین	Max ۱۰۰	Pt-Co (APHA)	ASTM 1209 (APHA)
چگالی در دمای 25°C	-۱۴۰۰ ۱۰۰۰	mpas	DIN 53015



شکل ۱. پودر نوالاک استفاده شده در این تحقیق

زمان B-stage (ثانیه)	دما (°C)
۱۸۰۰	۱۲۰
۵۱۰	۱۳۰
۱۹۶	۱۴۰
۸۷	۱۵۰

از ۲-پروپانول^{۱۱} با فرمول مولکولی C_3H_8O و خلوص ۹۹.۵٪ به عنوان حلال پودر نووالاک، ساخته شده توسط شرکت دکتر مجلی استفاده شده است که مشخصات آن در جدول ۳ قابل مشاهده است.

جدول ۳. برخی از ویژگی‌های حلال ۲-پروپانول

ویژگی	مقدار	واحد
جرم مولکولی	۶۰/۱	g/mpl
چگالی در دمای ۲۰°C ^۰	۰/۷۸	g/cm ³
دمای جوش	۸۲	سانتی‌گراد

در این تحقیق از چسب پایه اپوکسی آکسون HB9940 استفاده شده است که محصول شرکت سیکا آکسون فرانسه است. این چسب به صورت دوجزئی بوده که جزء اول آن، رزین اپوکسی و جزء دوم هاردنر است. نسبت اختلاط وزنی آن‌ها به ترتیب ۱۰۰ به ۹۰ است. این چسب تا دمای ۱۳۰ درجه سانتی‌گراد قابلیت پخت دارد. هدف استفاده از این چسب ایجاد عایق نووالاک، برای جلوگیری از ایجاد دمای بالای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد در مدت زمان مشخص در قسمت کامپوزیت شیشه اپوکسی است.

پارچه مورد استفاده در این تحقیق شیشه نوع E-glass با وزن واحد سطح 200 g/m^2 تهیه شده از شرکت پلی کامپوزیت به منظور ساخت کامپوزیت و پیش آغشته‌های آن است.

۲-۲. ساخت نمونه‌های تجربی

ساخت نمونه عایق در این تحقیق به سه روش لایه به لایه برای هر دو قسمت اپوکسی و نووالاک با درصدهای مختلف، ساخت لایه به لایه برای اپوکسی و یک تیکه نووالاک و در نهایت ساخت به صورت یک تیکه برای هر دو قسمت اپوکسی، نووالاک و اتصال با چسب انجام شده است.

در زمینه ترکیب پودر نووالاک و رزین اپوکسی پژوهش‌های کمی صورت پذیرفته و بسیاری از مطالب در آن منعکس نشده است، به منظور ساخت کامپوزیت به روش لایه گذاری دستی^{۱۲} برای درصدهای مختلف فنولیک و اپوکسی، به روش سعی و خطایی، در گام اول درصدهای مختلفی از اپوکسی و هاردنر آن و نووالاک مطابق (جدول ۴) ساخته و آزمون‌های استحکام برشی بین لایه‌ای و گرماسنجی تفضیلی روشی انجام شده است.

جدول ۴. شماره و نام گذاری نمونه‌ها

نام نمونه‌ها	اپوکسی (phr)	پودر نووالاک (حاوی ۸٪ هگزامین) (phr)	هاردنر اپوکسی (phr)
R1	۱۰۰	۰	۹۰
R2	۷۰	۳۰	۰
R3	۷۰	۳۰	۳۳
R4	۵۰	۵۰	۰
R5	۵۰	۵۰	۴۵

رزین اپوکسی مورد نظر در دمای محیط دارای گرانروی بالا است، توزیع و فرایند آغشته‌سازی را در این دما سخت می‌کند، بدین منظور ابتدا به مدت ۱ ساعت رزین اپوکسی در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد حرارت داده شد، سپس عامل پخت و مابقی ذرات به آن اضافه شد. در ادامه مراحل ساخت نمونه‌ها به طور کامل شرح داده شده است.

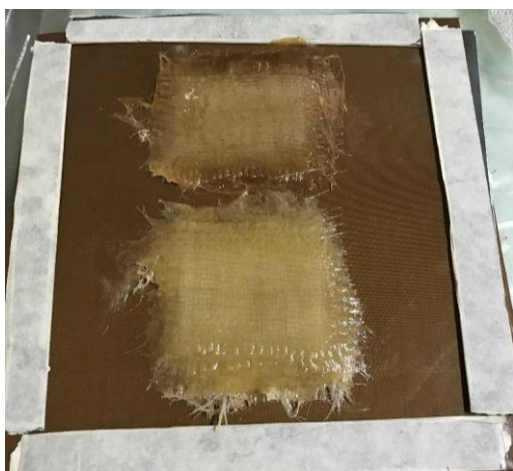


گرانروی بالا، امکان لایه چینی و آغشته‌سازی کامل پارچه امکان‌پذیر نبوده است. از نمونه R4 فقط برای گرفتن آزمون DSC استفاده شد؛ اما نمونه R5 به دلیل وجود هاردنر اپوکسی اختلاط صورت پذیرفت و آغشته‌سازی انجام شد. نمونه‌ها قبل از پخت بر روی صفحه تفلون در شکل ۳ قابل مشاهده است.



شکل ۲. هم زدن توسط مگنت مغناطیسی

به‌منظور پخت نمونه‌های اپوکسی و نووالاک از چرخه پخت نمونه‌های اپوکسی و نووالاک به‌طور مجزا طبق کاتالوگ و برای حالت ادغام‌شده با استفاده از تحقیقات صورت گرفته، استخراج شد که در بخش بررسی رفتار پخت ارائه شده است.



شکل ۳. نمونه‌های آغشته شده قبل از پخت

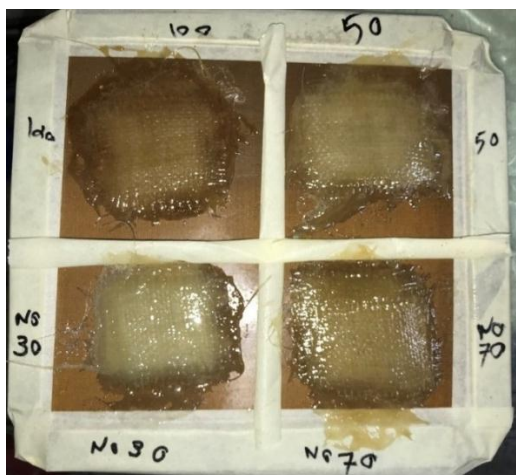
برای ساخت نمونه R1 یا همان اپوکسی خالص مطابق جدول ۳ پس از گرم نمودن ۱۰۰ گرم رزین اپوکسی، ۹۰ گرم هاردنر (طبق کاتالوگ شرکت سازنده) و ۲ گرم شتاب‌دهنده AX-1۰ ساخت شرکت مکرر استفاده شده است. پس از اختلاط کامل رزین، ۱۶ لایه پارچه شیشه به ابعاد ۶×۶ سانتی‌متر مربع بریده و به روش دستی لایه چینی انجام شده است.

برای تهیه نمونه R2، ابتدا گرانروی ۷۰ گرم رزین اپوکسی خالص را به کمک دما، کاهش داده، مقدار ۳۰ گرم پودر نووالاک را به آن افزوده و با همزن مغناطیسی با دور ۸۰۰ rpm و دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱ ساعت به‌طور کامل مخلوط کرده تا زمانی که محلولی شفاف مانند رزین اپوکسی حاصل شود. درنهایت ۱۶ لایه پارچه شیشه به ابعاد ۶×۶ سانتی‌متر مربع بریده و لایه چینی به روش دستی با استفاده از رزین آماده شده انجام شده است.

برای تهیه نمونه R3، همان مراحل ساخت نمونه R2 را تکرار کرده با این تفاوت که در این نمونه هاردنر رزین اپوکسی به‌عنوان عامل پخت به آن اضافه‌شده و با همزن مغناطیسی (شکل ۲) به مدت ۱ ساعت هم‌زده شد و رزین ساخته‌شده به همراه پارچه به روش دستی لایه چینی شده است.

در انتها برای ساخت نمونه R4 پس از ترکیب رزین اپوکسی و پودر نووالاک به دلیل بالا بودن درصد پودر ترکیب، از همزن مکانیکی با سرعت ۱۲۰۰ rpm به مدت ۱ ساعت استفاده شده است. گرچه همچنان گرانروی رزین بسیار بالا بوده و ترکیبی همگن حاصل نشده است. به دلیل

و ویسکوزیته موردنظر بستگی دارد. در این تحقیق حلال مورد استفاده ۲-پروپانول است. به طور معمول محلول ۵۵ تا ۶۵٪ وزنی نووالاک-الکل برای آغشته سازی با قلم مو و غلتک، دارای ویسکوزیته مناسبی است.



شکل ۴. نمونه نحوه لایه گذاریها برای رسیدن به کامپوزیت شیشه نووالاک روی شیشه اپوکسی

برای ساخت نمونه اپوکسی خالص، رزین اپوکسی با هاردنر و شتاب دهنده آن با نسبت ۱۰۰:۹۰:۲ طبق کاتالوگ شرکت سازنده ترکیب شده است. برای ساخت نمونه های دارای فنولیک، به دلیل پودر بودن نووالاک ابتدا آن را با نسبت معین با حلال ۲-پروپانول با همزن مکانیکی (شکل ۵) برای بازه ۱ ساعته در دمای ۶۰ درجه سانتی گراد به طور کامل هم زده، سپس به مدت دو ساعت در دمای ۴۰ درجه به آن استراحت داده شد تا به طور کامل حل و رنگ رزین شفاف شود.

برای درصد ترکیب های مختلف بدون در نظر گرفتن حلال، هر نمونه با مقدار درصد اختلاط موردنظر با همزن مغناطیسی، به مدت ۳۰ دقیقه به طور کامل هم زده شد؛ اما در این مرحله نمونه های ۴ و ۵ به دلیل وجود مقدار بالای درصد

به طور کلی به دلیل ترکیب درصدهای مختلف و متفاوت رزین اپوکسی و نووالاک و وجود حلال به منظور حل نمودن درصد بالاتر رزین نووالاک و نیاز به پیش پخت به سبب کاهش فرار رزین زیر دستگاه پرس گرم از روش پیش آغشته سازی استفاده شده است. هدف از این پژوهش، ابتدا ساخت شش نمونه کامپوزیت به روش پیش آغشته سازی مطابق (جدول ۵) با درصد ترکیب های متفاوت از رزین اپوکسی و نووالاک است، سپس بررسی و تحلیل تفاوت های هر کدام از نمونه ها مدنظر است. ساخت نمونه کامپوزیت شیشه اپوکسی روی شیشه نووالاک به روش قرار دادن لایه های مختلف پیش آغشته با درصد ترکیب های مختلف روی یکدیگر به طوری که از سطح رزین نووالاک خالص شروع و با سطح رزین اپوکسی خالص خاتمه یابد، در شکل ۴ قابل مشاهده است.

جدول ۵. شماره گذاری و نام گذاری نمونه های پیش

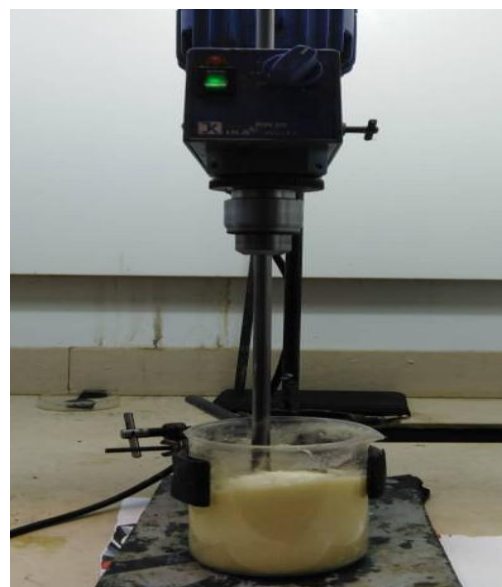
آغشته

شماره لایه	نام نمونه ها	رزین اپوکسی (%)	رزین نووالاک (%)
۱	RP1	۱۰۰	۰
۲	RP2	۸۰	۲۰
۳	RP3	۶۰	۴۰
۴	RP4	۴۰	۶۰
۵	RP5	۲۰	۸۰
۶	RP6	۰	۱۰۰

به دلیل اینکه رزین نووالاک مصرفی به صورت پودر است، برای استفاده در آغشته سازی الیاف شیشه، نیاز است که آن را ذوب یا در داخل حلال حل نمود تا قابل استفاده شود. حلال مصرفی می تواند الکل یا استون باشد و مقدار آن به کاربرد

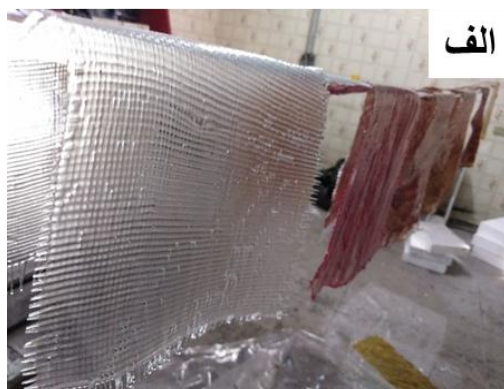


نووالاک و وجود هگزامین بیشتر، با اپوکسی وارد واکنش شده است و پس از مدت کوتاهی غیرقابل مخلوط نمودن شده است، درعمل شرایط آغشته‌سازی روی پارچه را نداشته است. نمونه‌های شماره ۴ و ۵ بدین روش امکان ساخت آن‌ها امکان پذیر نبوده است.

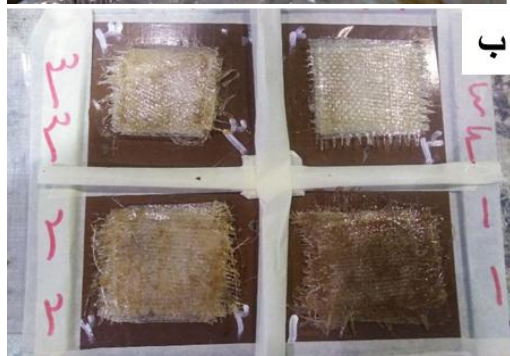


شکل ۵. استفاده از همزن مکانیکی به منظور حل نمودن پودر نووالاک و حلال

۴۰ درجه (بر اساس تجربه) به مدت ۲۴ ساعت باعث خروج قسمت قابل توجهی از حلال از نمونه شده است. برای انجام پیش پخت اولیه و رساندن مرحله پخت نمونه‌ها تا مرحله B-stage، آن‌ها برای مدت ۲۵ دقیقه در دمای ۸۰ درجه قرار داده شده‌اند. پس از پخت اولیه نمونه‌ها، آن‌ها را به اندازه ابعاد دلخواه بریده و روی هم قرار داده شده‌اند (شکل ۶ ب). سپس برای پخت نهایی، با توجه به ضخامت ۳ میلی‌متر قطعه، نیاز به ۱۶ لایه پارچه شیشه است. از طرفی برای جلوگیری از فشار بیش از حد و عدم فرار رزین اطراف کفه قالب، ورق‌هایی با ضخامت ۳ میلی‌متر اطراف قالب قرار داده شد تا نمونه پیش از حد تحت پرس قرار نگیرد.



الف



ب

شکل ۶. نمونه‌های پیش آغشته قبل از پخت (الف) در دمای محیط (ب) پس از برش و قرار گرفتن روی قالب

در مرحله بعد، برای ساخت نمونه‌های ۱ تا ۳ و نمونه ۶ مقدار موردنظر از پارچه را برش داده و قبل از آغشته‌سازی آن را وزن کرده تا مقدار دقیق رزین کامپوزیت را بتوان محاسبه کرد. پس از اطمینان از خیس شدن کامل پارچه‌ها و خروج نسبی رزین اضافه، آن‌ها را (به جز اپوکسی خالص) یک‌به‌یک وزن نموده تا به کمک آن و اندازه‌گیری مجدد وزن، باگذشت زمان مقدار خروج حلال از نمونه‌ها مشخص شود. برای خارج کردن حلال از نمونه‌ها، ابتدا آن‌ها را ۴۸ ساعت در دمای محیط (شکل ۶ الف)، سپس با قرار دادن تک لایه‌های پیش آغشته شده در درون آن (شکل ۷) با دمای

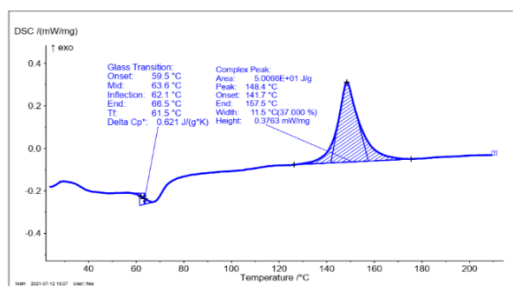


۳. آزمون‌ها و نتایج

به دلیل گستردگی مطالب، در ابتدا به بررسی شرایط پخت و تحلیل آزمون گرماسنج تفضیلی پرداخته شده است، سپس نتایج آزمون تنش برشی، خمشی و آزمون اکسی استیلین به‌طور کامل بررسی شده است.

۳-۱. بررسی رفتار پخت

برای تعیین دمای مناسب، برای پخت رزین نووالاک از آزمون DSC و براساس استاندارد ASTM E 1269-05 با سرعت گرمادهی $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ از دمای 25°C تا 300°C در محیط نیتروژن مطابق شکل ۹ استفاده شده است.



شکل ۹. نمودار تحلیل آزمون DSC برای رزین نووالاک

همان‌طور که در شکل ۹ مشخص است، منحنی DSC رزین نووالاک دارای یک پیک گرماگیر و یک پیک گرماساز است. پیک گرماگیر به فرایند ذوب رزین و پیک گرماسازی رزین به واکنش پخت نسبت داده می‌شود. در واقع پخت رزین نووالاک تک‌مرحله‌ای بوده و پسا پخت سبب بهبود خواص می‌شود. در جدول ۶ مشخصات این دو پیک مشاهده می‌شود. بر اساس اعداد ارائه شده در این جدول پخت کامل رزین در محدوده گرمای رزین اتفاق می‌افتد. رزین در دمای 63°C درجه شروع به ذوب شدن می‌نماید و در دمای



شکل ۷. دستگاه آون جهان گستر

پخت نمونه اپوکسی خالص به مدت ۶۰ دقیقه در دمای 80°C درجه، سپس 120°C دقیقه در دمای 120°C درجه سانتی‌گراد برای پخت زیر دستگاه پرس گرم با فشار 50 کیلوپاسکال و در انتها 2 ساعت در دمای 130°C درجه به‌منظور پسا پخت، به آن حرارت داده می‌شود.

نمونه آلیاژی از رزین اپوکسی و نووالاک از دمای 80°C درجه، هر 10 دقیقه 10°C درجه به دما اضافه می‌شود تا به دمای 120°C درجه برسد. در این دما فشار دستگاه پرس را روی 50 کیلو پاسکال قرار داده و به مدت 2 ساعت در دمای 120°C درجه و 2 ساعت در دمای 160°C درجه برای پخت کامل به آن حرارت داده می‌شود.



شکل ۸. نمونه زیر دستگاه پرس گرم قبل از شروع

فرایند پرس

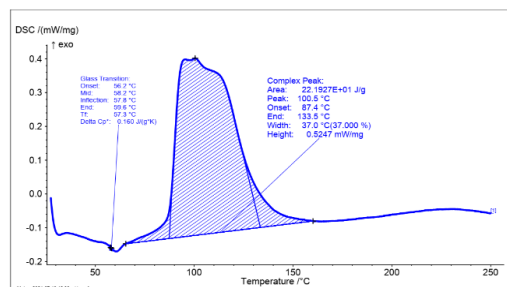


۱۴۱ درجه که شروع واکنش گرمزاست، برای انتخاب دمای پخت رزین مناسب است.

جدول ۶. مشخصات پیک‌های رزین نووالاک IP502

نوع پیک	دمای شروع (°C)	دمای پایان (°C)	دمای بیشینه (°C)	گرمای پیک (kJ/mol)
گرماگیر	۵۹/۵	۶۶/۵	۶۳/۳	۱۸/۸۵
گرمازا	۱۴۱/۷	۱۵۷/۵	۱۴۸/۴	۵۰/۰۶

برای بررسی شرایط پخت ترکیب رزین اپوکسی و نووالاک با نسب ۵۰/۵۰ درصد وزنی (نمونه R4)، آزمون DSC انجام شده است که در شکل ۱۰ قابل مشاهده است.



شکل ۱۰. نمودار تحلیل آزمون DSC برای آلیاژ رزین

اپوکسی و نووالاک

طبق نمودار در دمای حدود ۵۷/۸ درجه سانتی‌گراد یک پیک گرماگیر مشاهده می‌شود که به سبب ذوب پودر نووالاک در این دماست. همچنین یک پیک گرمازا با بازه دمایی زیاد که از دمای ۸۷/۴ شروع و در دمای ۱۶۰ به اتمام رسیده را نشان می‌دهد. قله اول، پخت رزین اپوکسی و قله دوم نقطه شروع پخت رزین نووالاک را نشان می‌دهد. به‌طور کلی دمای پخت رزین‌های فنولیک به مراتب بیشتر از رزین‌های اپوکسی است، با اضافه شدن درصد ترکیب نووالاک دمای پخت نمونه نیز افزایش یافته است. گرمای واکنش رزین‌های اپوکسی اغلب در بازه ۴۳۰ zj/g-۴۰۰ zj/g [۱۱] است. در اینجا همان‌طور که در جدول ۷ آورده شده است، وجود رزین

نووالاک گرمای واکنش پخت را کاهش داده است. به‌صورت کلی واکنش‌های پخت، از دو واکنش شبکه‌ای شدن که گرمزاست و آزاد شدن گازها که گرماگیر است، تشکیل شده است. عامل پخت همگزامین که از آن برای پخت نووالاک استفاده شده است، در دمای پخت به متیلن گلیکول و آمونیاک تجزیه می‌شود. آمونیاک ایجادشده گرمای واکنش را برای تبخیر دریافت می‌کند و باعث کاهش گرمای پخت می‌شود [۱۴].

جدول ۷. مشخصات پیک‌های آلیاژ رزین اپوکسی و

نووالاک

نوع پیک	دمای شروع (°C)	دمای پایان (°C)	دمای بیشینه (°C)	گرمای پیک (kJ/mol)
گرماگیر	۵۶/۲	۶۵/۶	۶۳/۵	۱۴/۲
گرمازا	۸۷/۴	۱۳۳/۵	۱۰۰/۵	۲۲۱/۹۲

با توجه به نتایج آزمون گرماسنج روبشی تفاضلی و برای انتخاب چرخه پخت مناسب نیاز به بررسی مدت‌زمان ژل شدن نمونه‌ها است. زمان تشکیل ژل در یک دمای مشخص یک فاکتور بسیار مهم در کاربردهای صنعتی به‌حساب می‌آید، زیرا دما و زمان ژل شدن در رزین‌های گرماسخت، بر فرایندپذیری تأثیرگذار است. زمان ژل شدن سریع سرعت تولید را بالا برده ولی کنترل‌پذیری را کاهش می‌دهد. از طرفی زمان ژل شدن طولانی فرصت کنترل سیستم پخت و فرایندپذیری را می‌دهد، بنابراین پیدا کردن زمان ژل شدن بهینه که هم بتوان سیستم را کنترل کرد و هم سرعت تولید را افزایش داد، مسئله‌ای مهم در صنعت است. در زمان تشکیل ژل و طی سیکل پخت، واکنش‌های شیمیایی رخ می‌دهد که باعث پلیمریزاسیون ماتریس (رزین) شده و خواص نهایی کامپوزیت بهبود می‌یابد. برای بررسی زمان ژل شدن نمونه‌ها از هر شش نمونه مقدار ۱۰ گرم ترکیب رزین اپوکسی و نووالاک را روی پارچه‌های مربعی کوچک آغشته و شرایط



یکسان برای تمام نمونه‌ها در نظر گرفته شد، این آزمون را در دو دمای بیشینه ۸۰ و ۱۰۰ درجه مورد بررسی قرار داده‌ایم. گزارش آن در جدول ۸ مشاهده می‌شود.

جدول ۸. مدت‌زمان ژل شدن نمونه‌ها در دو دمای ۸۰

و ۱۰۰ درجه برحسب دقیقه

نام نمونه‌ها	۸۰°C (دقیقه)	۱۰۰°C (دقیقه)
RP1	۲۰	۱۶
RP2	۳۰	۲۲
RP3	۳۴	۲۲
RP4	-	-
RP5	-	-
RP6	۵۰	۳۰

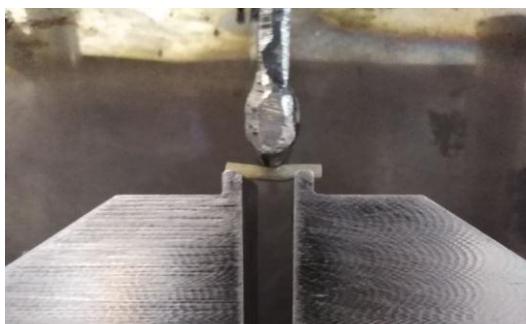
پس از ترکیب‌سازی نمونه‌ها مطابق با روش بیان‌شده در بخش قبل مشاهده شد دو نمونه RP4 و RP5 پس از مخلوط‌سازی دو رزین اپوکسی و نووالاک به سبب آنکه این دو نمونه درصد زیادی از رزین نووالاک را در خود جای‌داده بودند و به تبع آن وجود درصد بالاتر هگزامین در نمونه، در دمای محیط با رزین اپوکسی وارد واکنش شده و این ترکیب رزین فرصت ژل‌پذیری و یا حتی خیس خوردگی پارچه را ندارد به همین سبب نمونه‌های با درصد بالای رزین نووالاک به این روش قابلیت ساخت ندارد.

با توجه به آزمون‌های گرماسنجی روبشی تفاضلی و اندازه‌گیری زمان ژل شدن، می‌توان در رابطه با دما و مدت‌زمان پخت نمونه‌ها تصمیم‌گیری کرد، اما نکته موردتوجه آن است که نتایج حاصل، در رابطه با مشکلاتی که در طول فرایند آماده‌سازی ترکیب‌ها به وجود می‌آید، مانند اسفنجی شدن و وجود حباب در نمونه‌های پخت شده به دلیل حضور رزین نووالاک، اطلاعاتی نمی‌دهد. از طرفی با در نظر گرفتن

نتایج آزمون‌های گرماسنجی روبشی تفاضلی و اندازه‌گیری زمان ژل شدن و از سوی دیگر به کمک مشاهدات تجربی کارگاهی، درنهایت شرایط پخت نمونه‌های پیش‌آغشته به صورت زیر در نظر گرفته شد: (سعی شد تا حد امکان این شرایط برای تمامی نمونه‌ها یکسان در نظر گرفته شود).

۲-۳. استحکام برشی بین لایه‌ای

در این آزمون از هر حالت از نمونه‌ها مطابق با استاندارد ASTM D2344، کامپوزیت موردنظر طبق شرایط پخت آن ساخته شده است. در انتها برای آزمون از هر کامپوزیت با درصد و شرایط متفاوت آن سه نمونه با ابعاد موجود در استاندارد برش داده و مورد آزمون قرار گرفته است. بدین منظور برای آزمون استحکام برشی بین لایه‌ای نیاز به نمونه‌های کامپوزیتی با ضخامت ۳ میلی‌متر و عرض ۶ میلی‌متر و طول ۲۴ میلی‌متر است. در این آزمون برای رسیدن به ضخامت ۳ میلی‌متر نیاز به ۱۶ لایه پارچه برای ساخت کامپوزیت است که طبق شکل ۱۱ روی فک پایین دستگاه و درست وسط آن قرار داده و از بالا فشار را به آرامی اعمال می‌نماییم و با دستگاه خروجی نیرو-جابجایی ثبت می‌شود.



شکل ۱۱. نحوه قرارگیری نمونه R2 بر روی فک‌های دستگاه (بعد از اعمال فشار)



استحکام برشی چندلایه‌ها به شدت وابسته به توانایی انتقال تنش در سطح تماس الیاف و زمینه است. چندلایه‌های کامپوزیتی با مقدار ILSS کم مستعد تورق است و اغلب مقاومت ضعیفی در برابر عوامل محیطی دارد. برای افزایش دقت در آزمون برای هر درصد ترکیب سه نمونه آماده آزمون شده است و میانگین نتایج آن در جدول ۹ آورده شده است. با استفاده از میزان بیشترین نیروی خروجی که با نمودار دستگاه نمایش داده می‌شود و تغییر شکلی که در قطعه رخ می‌دهد، می‌توان طبق رابطه (۱)، نیروی ILSS را محاسبه کرد.

$$F^{sbs} = 0.75 \frac{P_m}{b \times h} \quad (1)$$

در رابطه بالا، P_m مقدار نیروی بیشینه، b عرض نمونه (mm)، h مقدار ضخامت نمونه (mm) و F^{sbs} مقدار استحکام برشی بین لایه‌ای (MPa) است.

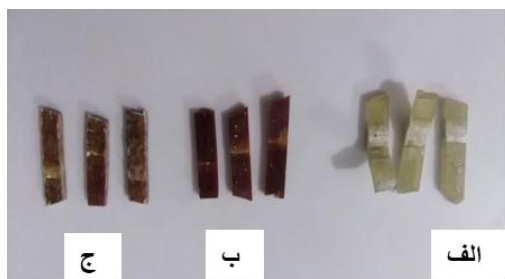
جدول ۹. نتایج آزمون استحکام برشی بین لایه‌ای

نام نمونه‌ها	ILSS(MPa)
R1	۶۳/۲
R2	۳۵/۲۶
R3	۴۷/۴
RP2	۴۹/۱
RP3	۳۷/۳
RP6	۱۸/۳۳
E/N1	۳۵/۳۴
E/N2	۳۷/۵۶

همان‌طور که در جدول مشاهده می‌شود، نمونه R1 یا همان کامپوزیت شیشه اپوکسی خالص به دلیل خواص منحصربه‌فرد رزین‌های اپوکسی که به رزین‌های مهندسی نیز معروف هستند، مقدار استحکام برشی بین لایه‌ای بالایی

دارند و هرچقدر مقدار رزین نووالاک در نمونه بیشتر شود به دلیل ترد بودن و استحکام پایین رزین‌های فنولیک استحکام برشی بین لایه‌ای آن نیز مانند نمونه RP6 که نمونه خالص کامپوزیت شیشه نووالاک است، کاهش می‌یابد.

نمونه‌های R2 و R3 (شکل ۱۲) که در هر دو آن مقدار درصد ترکیب رزین اپوکسی ۷۰٪ و رزین نووالاک ۳۰٪ (به همراه ۸٪ وزنی هگزامین) را دارد. با این تفاوت که در نمونه R3 عامل پخت رزین اپوکسی به نسبت رزین اپوکسی به نمونه ترکیب شده، افزوده شده است. پس از لایه چینی دستی و پخت کامل نمونه‌ها نتایج آزمون استحکام برشی بین لایه‌ای نشان داد که وجود عامل پخت رزین اپوکسی سبب پخت کامل رزین اپوکسی و به تبع آن افزایش استحکام شده است. همچنین به دلیل وجود هگزامین، رزین نووالاک نیز به‌طور جدا و کامل پخت شده و این دو رزین به‌طور هم‌زمان هم پخت نشده و وجود عامل پخت هر دو رزین در ترکیب لازم است.

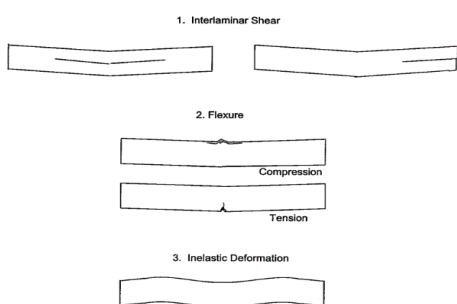


شکل ۱۲. نمونه‌ها پس از آزمون استحکام برشی بین

لایه‌ای (الف) نمونه R1، (ب) نمونه R2، (ج) نمونه R3

در نمونه‌های RP2 و RP3 که به ترتیب نمونه‌ای با ۲۰٪ و ۴۰٪ رزین فنولیک هستند که به روش پیش آغشته‌سازی ساخته شده‌اند، مشاهده شد که با اصلاح سیکل پخت تا حدودی نمونه‌ها، استحکام بین لایه‌ای مناسبی نسبت به

پس از بررسی‌ها مشاهده شد که نمونه‌ها به‌صورت یکپارچه از محل اعمال نیرو تحت فشار خم شده و از محل اتصال دولایه کامپوزیت تغییر شکل خاصی در هر دو نمونه رخ نداده است. استحکام بین لایه‌ای با وجود دو قسمتی بودن نمونه، مقدار مناسبی دارد. دلیل تفاوت دو نمونه از نظر استحکام برشی بین لایه‌ای وجود چسب بوده که در ادامه به‌طور دقیق‌تر دلیل این تفاوت بیان می‌شود.



شکل ۱۴. حالت (۱) برش بین لایه‌ای (۲) خمش الف: فشاری ب: کششی (۳) تغییر شکل غیر الاستیک

۳-۳. آزمون سختی سنجی

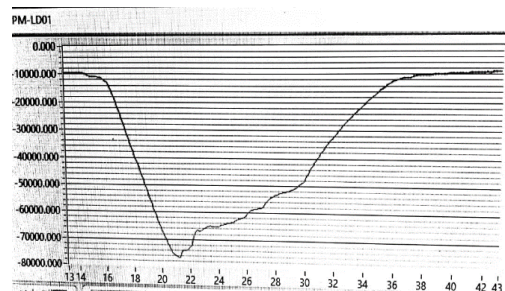
به‌منظور بررسی سختی نمونه‌ها، برای هر نمونه در ۵ نقطه متفاوت روی سطح آن‌ها، آزمون سختی‌سنجی SHORE D انجام شده است. در جدول ۱۰ نتایج حاصل از این آزمون آورده شده است که هر عدد نوشته شده در آن میانگین ۵ بار تکرار آزمون است.

افزودن رزین فنولیک مقدار کمی از سختی سازه را کاهش می‌دهد ولی به سبب پخت کامل نمونه‌ها و نحوه ساخت آن‌ها زیر پرس گرم باعث شد که تمامی نمونه‌های زیر پرس مقدار حباب کم و درصد الیاف بالایی داشته باشد و همگی از سختی مناسبی برخوردار شده‌اند.

نمونه‌های لایه چینی شده پیدا کرده‌اند ولی همچنان به دلیل وجود رزین فنولیک در نمونه مقدار این استحکام به سبب خاصیت ترد بودن این رزین کاهش می‌یابد. همچنین در نمونه PR6 که نمونه فنولیک خالص است، مقدار استحکام به‌شدت افت می‌کند و به همین سبب در صنعت از رزین‌های فنولیک انتظار تحمل سازه‌ای بالا نیست.

در شکل ۱۳ مشاهده می‌شود که نمونه پس از اعمال بار و پس از شکست اولیه به آرامی بازمی‌گردد و به یک‌باره شکست کامل و پودر شدن ناحیه اتصال صورت نمی‌گیرد. همچنین طبق استاندارد استحکام برشی بین لایه‌ای، سه نوع شکست در نمونه‌ها مطابق شکل ۱۴ امکان به وجود آمدن دارد.

پس از مشاهده و مقایسه نمونه‌ها پس از آزمون می‌توان نتیجه گرفت که تمامی نمونه‌ها دچار خمش بر اثر فشار و ترک خوردن از میانه شده‌اند.



شکل ۱۳. نمودار آزمون استحکام برشی در زمان اعمال نیرو

در نهایت دو نمونه E/N1 و E/N از اتصال دو صفحه کامپوزیتی شیشه اپوکسی و شیشه فنولیک ساخته شده‌اند، با این تفاوت که در نمونه اول برای اتصال از چسب استفاده نشده ولی در نمونه دوم از چسب آکسون استفاده شده است.

جدول ۱۰. نتایج آزمون سختی سنجی

ردیف	نام نمونه	میزان سختی (Shore D)
۱	R1	۹۲/۳
۲	R2	۹۱/۶
۳	R3	۹۰/۳
۴	RP2	۹۰/۴
۵	RP3	۸۸/۷
۶	RP6	۸۷
۷	E/N1	۹۰/۲
۸	E/N2	۹۱

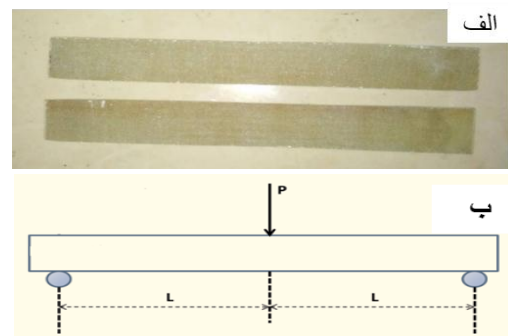


شکل ۱۶. نمای کلی دستگاه آزمون خمش سه نقطه‌ای

۳-۴. آزمون خمش سه نقطه‌ای

خواص خمشی قطعه، معیار مناسبی برای ارزیابی و کنترل کیفیت آن است. به منظور ارزیابی نمونه‌های (E/N2 و E/N1) ساخته شده در مراحل قبل، از آزمون خمش سه نقطه استفاده شده است. نمونه‌های آزمون خمش سه نقطه مطابق با استاندارد ASTM D 790 به طول ۱۶۰ میلی‌متر و عرض ۲۰ میلی‌متر برش خورده (شکل ۱۵ الف) است. مطابق (شکل ۱۵ ب) محل اعمال نیرو بر روی آن مشخص شده است. برای اجرای آزمون خمش سرعت فک دستگاه ۰/۵ میلی‌متر بر دقیقه انتخاب شده است. این آزمون با استفاده از دستگاه سنتام مدل (STM-150) انجام شده است. در شکل ۱۶ نمایی از دستگاه و فیکسچر خمش سه نقطه مشاهده می‌شود.

طی آزمون خمش، برای درک بهتر رفتار شکست نمونه، از مراحل مختلف پیشرفت شکست در آن تصویربرداری شد و در منحنی تنش- کرنش، در قسمت مربوطه قرار داده شده است. شکل ۱۴ نمودار مقایسه‌ای این آزمون را برای کامپوزیت E/N1 و E/N2 که حاوی کامپوزیت دو تکیه شیشه اپوکسی و شیشه فنولیک را نشان می‌دهد. نتایج آزمون خمش در جدول ۱۱ قابل مشاهده است. همان‌طور که در شکل ۱۴ مشاهده می‌شود، قسمت ابتدایی نمودار خطی است که نمایانگر ناحیه الاستیک خطی است، در این ناحیه، تغییر شکل نمونه، برگشت پذیر بوده و در صورت برداشتن نیرو از روی آن، به حالت اولیه خود باز می‌شود. بعد از ناحیه خطی، شیب نمودار تنش-کرنش، کاهش می‌یابد، دلیل این کاهش شیب، ریزترک‌های به وجود آمده در کامپوزیت است. بعد از این انحنا در کرنش حدود ۲/۰۸ میلی‌متر برای نمونه اول و ۱/۹ میلی‌متر برای نمونه دوم، تنش به صورت ناگهانی افت کرده است. در نمونه تحت خمش در نقطه بارگذاری شده (قوس داخلی) که زیر فشار است، شکست



شکل ۱۵. الف) نمونه‌های آزمون خمش سه نقطه‌ای (ب) نمایی از نحوه اعمال نیرو طبق استاندارد ASTM D 790



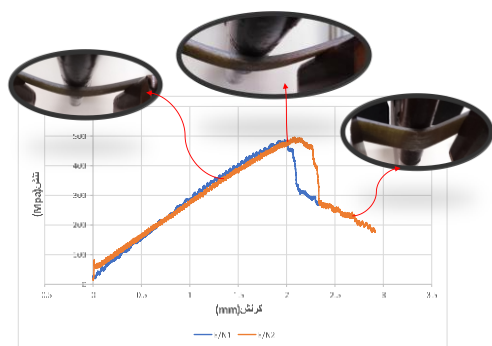
فشاری و در طرف دیگر نمونه که مورد کشش است، (قوس بیرونی) شکست کششی اتفاق افتاده است. استحکام کششی و فشاری در کامپوزیت‌ها بیشتر از استحکام برشی است و دلیل این امر وجود الیاف بلند در کامپوزیت‌ها است. در شکست کششی و فشاری الیاف مقاومت می‌کنند و در شکست برشی رزین مقاومت می‌کند، مقاومت الیاف همواره از رزین بیشتر است، استحکام برشی رزین، همواره از استحکام کششی و فشاری یک کامپوزیت کمتر است. به همین دلیل طی آزمون خمش استحکام کمتر که همان برشی است، در نمودار مشخص شده است، می‌توان از این مطلب برداشت کرد که افت ناگهانی که در نمودار مشاهده شده مربوط به شکست برشی بوده است. تصاویر گرفته شده از نمونه در این لحظه نیز این موضوع را تأیید می‌کند. در شکل ۱۷ مشاهده شده که شکست برشی به شکل طولی در نمونه اتفاق افتاده و منجر به جدایی الیاف و ترک‌هایی در مرکز قطعه شده که سبب تورق و شکست الیاف شیشه می‌شود. علت این افت تنش، مقاومت نمونه در برابر ایجاد ترک بعدی و رشد آن است. بعد از این افت، ترک‌های به وجود آمده رشد کرده است. نیروی لازم برای شروع ترک بیشتر از نیروی لازم برای رشد ترک است، رشد ترک نیاز به نیروی جدیدی نداشته و رشد ترک در نمونه تقریباً با همان نیرو ادامه پیدا می‌کند. مقدار بیشینه تنش، استحکام قطعه را مشخص کرده است.

همان‌طور که در تصاویر مشخص است در نهایت نمونه‌ها از سمت رزین نووالاک دچار شکست کامل شده اما در سمت دیگر آن‌ها یا

همان رزین اپوکسی همچنان منعطف بوده و شکست کامل رخ نداده است. در هر دو نمونه پس از ترک‌های اولیه مقاومت کمی رخ داده، سپس شروع به گسستن کامل کرده است.

جدول ۱۱. نتایج حاصل از آزمون خمش سه نقطه‌ای

نام نمونه	استحکام شکست	کرنش شکست	مدول خمشی	انرژی شکست
E/N1	۴۸۳/۲	۱/۹۸۱	۵۷/۸۲۲	۷۶۹/۵۶۴
E/N2	۴۹۵/۴	۲/۰۸۲	۵۶/۴۱	۸۱۲/۴۲۵



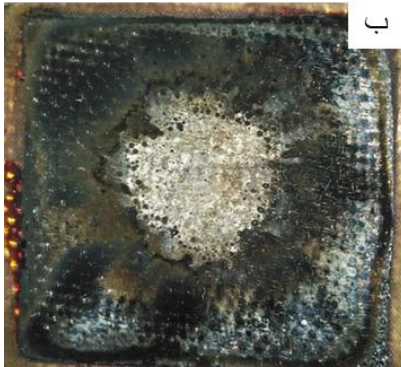
شکل ۱۷. مقایسه نمودارهای تنش-کرنش نمونه E/N1 و E/N2

در ناحیه اتصال اگر عامل اتصال‌دهنده چسب باشد (که یک نوع رزین با خاصیت اتصال‌دهندگی بالاتر نسبت به رزین اپوکسی است)، زمانی که برای اتصال آن‌ها از ماده واسط چسبی استفاده شود ناحیه اتصال بهتر و مشکلات سطحی را تا حدودی برطرف نموده تا نیرو راحت‌تر بین لایه‌ها پخش شود. در حالت نمونه بدون اتصال چسب به دلیل تغییر ناگهانی مدول و دیگر خواص مکانیکی به سبب تغییر لایه از نووالاک به اپوکسی باعث شروع ترک قبل از موعد شده و نمونه زودتر دچار شکست شده است. به همین سبب استحکام نمونه E/N2 بالاتر است.

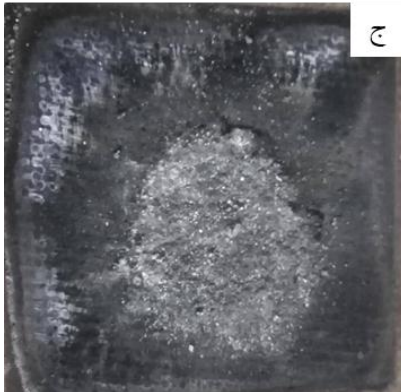
۳-۵. نتایج آزمون اکسی استیلن



الف



ب



ج

شکل ۱۸. الف) نمونه شماره ۱، ب) نمونه شماره ۲، ج) نمونه شماره ۳ پس از سوختن

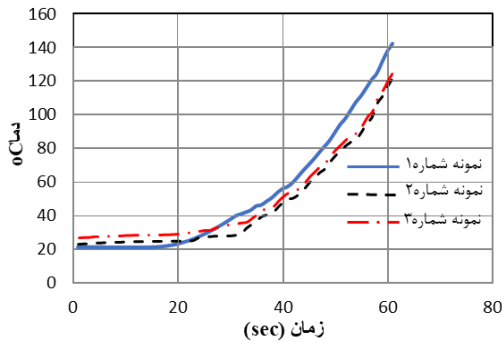
در این بخش نتایج نمونه تجربی که مورد آزمون اکسی استیلن مطابق با استاندارد ASTM E285 قرار گرفته‌اند، ارائه شده است. در این آزمون، سه نمونه کامپوزیتی به ابعاد $100 \times 100 \times 6$ mm (ضخامت \times عرض \times طول) با چرخه پخت متفاوت که به‌طور کامل شرح داده شد، ساخته شده‌اند. نمونه‌ها به مدت ۶۰ ثانیه در معرض شعله با میانگین دمای ۲۰۰۰ درجه قرار گرفته‌اند. در جدول ۱۲ نتایج تغییرات وزنی و ضخامتی نمونه‌های کامپوزیتی مورد آزمون اکسی استیلن ارائه شده است. همان‌طور که در جدول ۱۲ مشاهده می‌شود، در نمونه شماره ۲، کمترین تغییرات وزنی یعنی حدود ۷/۵ درصد از حجم نمونه بعد از آزمون کاسته شده است و این کاهش حجم در نمونه‌ها به دلیل ایجاد زغال سطحی روی نمونه فنولیک است. همچنین حدود ۲/۲ درصد به ضخامت نمونه افزوده شده است. پس از سوختن هیچ‌گونه جدایشی بین کامپوزیت شیشه اپوکسی و کامپوزیت شیشه فنولیک در نمونه‌ها مطابق شکل ۱۸ صورت نپذیرفت.

جدول ۱۲. تغییرات وزنی و ضخامتی نمونه کامپوزیتی مورد آزمون شعله

نام نمونه	نمونه شماره ۱	نمونه شماره ۲	نمونه شماره ۳
وزن قبل از سوختن (g)	۱۰۱/۳۶۱	۱۰۳/۵۹۴	۱۰۸/۸۷۵
وزن بعد از سوختن (g)	۹۱/۲۶۵	۹۵/۸۸۷	۹۹/۷۷۱
درصد تغییرات	-۹/۹۵	-۰/۱۶	-۸/۳۶
ضخامت قبل سوختن (mm)	۶/۱۲	۶/۰۵	۶/۶
ضخامت بعد سوختن (mm)	۶/۲۵	۶/۱۹	۶/۷۲
درصد تغییرات	+۲/۰۸	+۲/۲۶	+۱/۷۸
ضخامت بدون زغال (mm)	۶/۲	۶/۱۲	۶/۶۲

پس از آزمون و قرار گرفتن نمونه‌های کامپوزیتی زیر شعله گاز اکسی استیلن با شار متوسط حرارتی 800 W/cm^2 و تعیین دمای پشت نمونه‌ها، حال به کمک معادله‌های (۲) تا (۴) پارامترهای ضریب هدایت حرارتی مشخص شده است. در جدول ۱۳ نتایج حاصل از آزمون همچون شاخص عایق، دمای پشت نمونه‌ها و هدایت حرارتی نمونه‌ها به‌طور کامل گزارش شده است. در شکل ۱۹ نمودارهای دمای پشت





شکل ۱۹. منحنی دمای پشت نمونه‌ها، الف: نمونه شماره ۱، ب: نمونه شماره ۲، ج: نمونه شماره ۳

۴. نتیجه‌گیری

رزین اپوکسی از نظر مقاومت در برابر آتش و حرارت ضعیف است. به منظور بهبود خواص حرارتی رزین اپوکسی نیاز به وجود لایه عایق حرارتی فنولیکی است، در این تحقیق سه روش ترکیب‌سازی درصدی رزین اپوکسی و فنولیک (نووالاک) ساخته شده است. ساخت جدا از هم کامپوزیت اپوکسی / نووالاک و اتصال این دو به کمک چسب و ساخت کامپوزیت نووالاک و لایه چینی مستقیم اپوکسی روی آن، بررسی شد، در نهایت اتصال به کمک چسب برگزیده شد. برای بررسی تأثیر رزین فنولیک بر خواص رزین اپوکسی مقادیر صفر تا ۵۰ درصد رزین نووالاک به آمیزه اپوکسی افزوده شده و کامپوزیت نووالاک خالص نیز مورد بررسی قرار گرفت. در ادامه به طور خلاصه نتایج حاصل از آزمون‌های صورت گرفته روی این آمیزه‌ها و پیش‌آغشته‌های تهیه‌شده از آن‌ها ارائه شده است:

به هنگام ترکیب‌سازی رزین اپوکسی با نووالاک به دلیل تفاوت در دمای پخت این رزین‌ها، پیک پخت دارای شانه می‌شود. همچنین مشخص شد که پخت این دو رزین به صورت هم‌زمان انجام می‌پذیرد.

نمونه‌ها، زمانی که برای مدت ۶۰ ثانیه در معرض شعله با میانگین دمایی ۲۰۰۰ درجه سانتی‌گراد قرار می‌گیرند نشان داده شده است. مشاهده شد که نمونه شماره ۲ دمای پشت عایق کمتری دارد، وجود پیش‌پخت برای پیش‌آغشته‌های رزین فنولیک به دلیل کاهش مواد حلال (الکلی) و جلوگیری از فرار رزین تحت فشار پرس و انتخاب چرخه پخت بهینه و تدریجی از دمای ۸۰ درجه تا ۱۶۰ درجه، پرس امری ضروری است که این امر مشابه نتایج بررسی شده در مقاله مشابه است [۱۵].

$$I_T = \frac{t_T}{d} \quad (2)$$

$$\dot{Q} = qA \quad (3)$$

$$\dot{Q} = -KA \frac{dT}{dx} \quad (4)$$

در معادله‌های بالا، t_T زمان برای تغییرات دمایی d ، ضخامت نمونه I_T ، شاخص عایق در دمای T ، \dot{Q} انتقال حرارت (W) ، q شار گرمایی (W/m^2) ، k ضریب هدایت حرارتی $(W/m.k)$ ، A سطح مقطع (m^2) و $\frac{dT}{dx}$ گرادیان دماست.

جدول ۱۳. بررسی شاخص عایق‌ها و دمای پشت نمونه پس از یک دقیقه با شار متوسط حرارتی $800 W/cm^2$

نام نمونه	شاخص عایق (S/mm)	افزایش دمای پشت نمونه	هدایت حرارتی $(W/m.k)$
نمونه شماره ۱	۹/۸۱	۱۴۳	۰/۰۰۰۳۶
نمونه شماره ۲	۹/۹۱	۱۲۱/۵	۰/۰۰۰۴
نمونه شماره ۳	۸/۹۲	۱۲۸	۰/۰۰۰۴۱



پخت رزین اپوکسی بدون عامل پخت در دمای واکنش پخت تأثیری ندارند و وجود عامل پخت رزین اپوکسی برای پخت کامل الزامی است، در غیر این صورت مقدار هگزامین موجود در نمونه که به عنوان عامل پخت رزین نووالاک وجود دارد، به دلیل آمین خطی بودن با اپوکسی در دمای پایین تر وارد واکنش شده و پخت کامل صورت نمی پذیرد.

در هنگام اختلاط رزین اپوکسی با نووالاک به دلیل افزایش ویسکوزیته، ممانعت برای عوامل پخت برای رسیدن به گروه های واکنش گر بیشتر شده و زمان پخت افزایش می یابد. با استفاده از نتایج حاصل از اندازه گیری زمان ژل شدن، گرماسنجی روبشی تفاضلی و نتایج تجربی حاصل از انجام کار آزمایشگاهی، شرایط پخت برای ترکیبها طوری تعیین شد که کمترین تفاوت را باهم داشته باشند و از طرفی پخت کامل صورت گیرد.

با بررسی سختی نمونه های رزینی مشاهده شد که سختی تمامی نمونه ها بالاتر از Shore ۸۰ D است. برای رزین اپوکسی و ترکیبات آن سختی بالای Shore D ۸۰ می تواند، نشان دهنده پخت مناسب آن باشد. از طرفی به دلیل خاصیت ترد بودن رزین های فنولیک، با افزودن آن به اپوکسی، متناسب با درصد آن از سختی نمونه ها کاسته می شود.

در بررسی شرایط استحکامی نمونه ها، نتایج حاصل نشان داد که در لایه چینی مستقیم کامپوزیت شیشه اپوکسی روی کامپوزیت شیشه نووالاک پخت شده، استحکام کمتری نسبت به

حالت اتصال چسبی دارند و نمونه زودتر از موعد انتظار دچار شکست شده است.

در آزمون اکسی استیلن، با توجه به ضخامت کم عایق نتایج مناسبی حاصل شد و وجود پیش پخت اولیه و افزایش تدریجی دما از ۸۰ تا ۱۶۰ درجه سانتی گراد می تواند برای حفظ استحکام و جلوگیری از خروج رزین زیر دستگاه پرس و کاهش حلال آن کمک کننده باشد.

۵. مآخذ

- [1] S.V. Levchik, E.D. Weil, Thermal decomposition, combustion and flame-retardancy of epoxy resins -a review of the recent literature, Journal of Polymer International, Vol 53, 1901-1929, 2004.
- [2] X. Gu, X. Huang, H. Wei, X. Tang, Synthesis of novel epoxy-group modified phosphazenecontaining nanotube and its reinforcing effect in epoxy resin, Journal of European Polymer, Vol 47, 903-910, 2011.
- [3] G. Das, N. Karak, VEG etable oil-based flame retardant epoxy/clay nanocomposites, Journal of Polymer DEG radation and Stability, Vol 94, 1948-1954, 2009 .
- [4] H. Ren, J. Sun, B. Wu, Q. Zhou, Synthesis and properties of a phosphorus-containing flame retardant epoxy resin based on bis-phenoxy (3-hydroxy) phenyl phosphine oxide, Journal of Polymer DEG radation and Stability, Vol 92, 956-961, 2007.
- [5] L. LiuY, Flame-retardant epoxy resins from novel phosphorus-containing novolac, Journal of Polymer, Vol 42, 344-3454, 2001
- [6] L. E. McAllister, and J. E. hill, ablative composites , U S . Patent 4.656.095. 1987
- [7] L. B. Manfredi, A. N. Fraga, A. Vazquez, Influence of the Network Structure and Void Content on Hygrothermal Stability of Resol Resin Modified with Epoxy-Amine, Journal Applied Polymer Science, Vol 102, 588-597, 2006.
- [8] A. Sturiale, A. Va' zquez, A. Cisilino, L. B. Manfredi, Enhancement of the adhesive joint strength of the epoxy-amine system via the addition of a resole-type phenolic resin, International Journal of Adhesion & Adhesives, Vol 27 , 156-164, 2007.



-
- ¹¹. 2-Propanol
 - ¹². Hand Lay-up

- [9]K. Srivastava, D. Srivastava, S.K. Tripathi, Studies on the Effect of Curing Agent Concentration and Type of Phenol on Various Physico-Chemical Properties of Resole and Epoxy Blends, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 110, 3812–3819, 2008.
- [10]M. Atarian, H. R. Salehi, M. Atarian, and A. Shokuhfar, Effect of oxide and carbidenanoparticles on tribological properties of phenolic-based nanocomposites, *Iran. Polym. J. (English Ed.)*, vol. 21, no. 5, pp. 297–305, 2012.
- [11]W. Rao, P. Zhao, C. Yu, H.B. Zhao, and Y.Z. Wang, High strength, low flammability, and smoke suppression for epoxy thermoset enabled by a low-loading phosphorus-nitrogen-silicon compound. *Composites Part B: Engineering*, 211, p.108640, 2021.
- [12]T.Y. Gao, F.D. Wang, Y. Xu, C.X. Wei, S.E. Zhu, W. Yang, and H.D. Lu, Luteolin-based epoxy resin with exceptional heat resistance, mechanical and flame retardant properties. *Chemical Engineering Journal*, 428, p.131173, 2022.
- [13]B. L. Burton, Acceleration of Amine-Cured Epoxy Resin Systems, Huntsman Corporation, 2013.
- [14] H. Salehi, S. Salami, M. Attarian, O. Ozhdelnia, Fabrication and study of properties of carbon / phenolic nanocomposites using polymer pyrolysis method and its reinforcement with metal oxide nanoparticles, *Advanced Materials in Engineering (Independence)*. 32 (1): 39-53;2011. (in Persian فارسی)
- [15]H. Salehi, S. M. Khalili, Investigation of thermal, mechanical behavior and carbonization of Demabala phenolic resin, *Advanced Materials in Engineering (Independence)*. 1390; 30 (2): 69-81. (in Persian فارسی)

۷. پی نوشت

-
- ¹. Shrinkage
 - ². Triethylenetetramine (TETA)
 - ³. Dynamic Mechanical Thermal Analysis (DMTA)
 - ⁴. Sturiale
 - ⁵. Sirvastava
 - ⁶. WenhuiRao
 - ⁷. Tian YuGao
 - ⁸. Diglycidyl ether luteolin
 - ⁹. B-stages
 - ¹⁰. Epoxy Equivalent Weight (EEW)

