



تهیه کامپوزیت‌های اپوکسی/پلی(آمیک اسید) و بررسی استحکام بین لایه‌ای آن‌ها

محمد صادق صالحی، ایرج امیری امرایی*، مهرزاد مرتضایی، حسن فتاحی

پژوهشکده مهندسی کامپوزیت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران

*Iraj_amiri@yahoo.com

چکیده

در این پژوهش به منظور مطالعه و بررسی میزان و نحوه اثرگذاری پلی(آمیک اسید) بر خواص کامپوزیت‌های چندلایه متشکل از الیاف شیشه و رزین اپوکسی/پلی(آمیک اسید) از آزمون استحکام بین لایه‌ای (ILSS) استفاده گردید. نتایج این آزمون مکانیکی ثابت نمود حضور پلی(آمیک اسید) سبب تغییر رفتار شکست کامپوزیت و ایجاد ناحیه گرمانرم شده و منجر به ارتقای چقرمگی کامپوزیت حاصل می‌شود.

کلید واژگان: پلی(آمیک اسید)، رزین اپوکسی، کامپوزیت، استحکام بین لایه‌ای

۱- مقدمه

عمده کامپوزیت‌های پلیمری تجاری که در حال حاضر مورد استفاده قرار می‌گیرند، کامپوزیت‌های بر پایه رزین‌های اپوکسی می‌باشند. کامپوزیت‌های متشکل از رزین‌های اپوکسی علی‌رغم خواص مکانیکی نسبتاً مطلوب دارای نواقصی نظیر شکننده بودن می‌باشند. تحقیقات فراوانی در جهت بهبود خواص مکانیکی، خواص حرارتی و چقرمه کردن رزین‌های اپوکسی صورت گرفته است. یکی از این روش‌ها آمیزه‌سازی رزین اپوکسی با سایر پلیمرهای با خواص عالی نظیر پلی‌ایمیدها به منظور ساخت کامپوزیت می‌باشد [۱]. به دلیل انحلال ناپذیری ذاتی پلی‌ایمیدها و مشکلات فرآیندی، ساخت کامپوزیت‌های اپوکسی/پلی‌ایمید با مشکلاتی مواجه است. به عنوان راه حلی برای این معضلات استفاده از پیش‌ماده پلی‌ایمید، یعنی پلی(آمیک اسید) می‌تواند مفید و موثر باشد [۲]. پلی‌آمیک اسید دارای گروه‌های عاملی کربوکسیلیک اسید و آمیدی می‌باشد که قابلیت واکنش با گروه‌های اکسیران موجود در اپوکسی را دارا هستند [۳]. ساخت کامپوزیت‌های متشکل از الیاف شیشه، رزین‌های اپوکسی و پلی‌آمیک اسید بر پایه مونومرهای پارافنیلن دی‌آمین/بیس(فتالیک دی‌انیدرید) و بررسی اثر حضور پلی‌آمیک اسید بر استحکام بین لایه‌ای و چقرمگی این کامپوزیت‌ها هدف از انجام این پژوهش است.

۲- بخش تجربی

۲-۱- مواد شیمیایی استفاده شده

برای سنتز پلی(آمیک اسید) از مونومرهای بیس(فتالیک دی‌انیدرید) تهیه شده از شرکت سنوا تک^۱ از کشور چین با خلوص ۹۷٪ و مونومر پارافنیلن دی‌آمین تهیه شده از شرکت سیگما آلدריך^۲ آلمان با خلوص ۹۷٪ حلال دی‌متیل استامید تهیه شده از شرکت مرک آلمان با خلوص ۹۹٪ استفاده گردید. همچنین از رزین اپوکسی با کد تجاری اپون ۸۲۸^۳ و رزین اپوکسی با کد تجاری سوانکور ساخت کشور تایوان استفاده شد.

^۱ Senova Tech

^۲ Sigma aldrich

^۳ Epon-828



۲-۲- ساخت کامپوزیت

به منظور ساخت کامپوزیت چند لایه، ابتدا پلی (آمیک اسید) بر پایه مونومرهای پارافنیلن دی آمین / بیس (فتالیک دی انیدرید) و در حلال دی متیل استامید سنتز شد. ویسکوزیته ذاتی پلی آمیک اسید سنتز شده ۰/۴ بود. پلی (آمیک اسید) تهیه شده بر روی پارچه متشکل از الیاف شیشه پوشش داده شد سپس با استفاده از رزین اپوکسی پیش آغشته تهیه گردید. در ادامه کامپوزیت هایی ۱۲ لایه با روش کیسه خلاء به منظور استخراج رزین اضافه و حباب های موجود در ساختار و با سیکل پخت ۱ ساعت در ۱۳۰ درجه سانتیگراد و ۱ ساعت در ۱۵۰ درجه سانتیگراد و با نرخ افزایش حرارت 2 °C/min ساخته شدند.

برای اندازه گیری استحکام برشی کامپوزیت های ساخته شده از دستگاه گوتک^۴ مدل Al-7000 LA 10 استفاده شد. سرعت اندازه گیری آزمون 1 mm/min بود و تا شکست لایه ها ادامه پیدا کرد.

۳- نتایج و بحث

میزان استحکام بین لایه ای در کامپوزیت های چند لایه ای که با مواد پیش آغشته ساخته می شوند به عوامل متعددی نظیر؛ محتوای رزین پیش آغشته، نوع رزین استفاده شده، نوع الیاف استفاده شده، میزان نفوذ رزین به داخل بافت پارچه، میزان چسبندگی پلیمر به الیاف و همچنین میزان نفوذ لایه ها درهم، وابسته می باشد [۴].

کامپوزیت هایی با هدف بررسی اثر نوع رزین استفاده شده در پیش آغشته بر خواص نهایی کامپوزیت با تاکید بر تاثیر حضور پلی آمیک اسید، ساخته شد. ابتدا برای مقایسه بهتر، کامپوزیت حاوی رزین اپوکسی سوانکور ساخته شد، سپس نمونه کامپوزیتی حاوی رزین اپوکسی ایپون ۸۲۸/سوانکور با نسبت ۱:۱ تهیه گردید که از این دو نمونه به عنوان شاهد استفاده شد. جدول ۱ نتایج آزمون ILSS را نشان می دهد.

جدول ۱: نتایج حاصل از آزمون ILSS

شماره نمونه	کد نمونه	نسبت مواد	ضخامت (mm)	ILSS (MPa)	محتوی رزین (wt.%)
۱	SW-Ac اپوکسی سوانکور	SWANCOR: 100phr Accelerator: 0.8phr	۲/۶	۴۸/۷۲±۲	۴۸
۲	Ep-Si اپوکسی سوانکور اپوکسی ایپون ۸۲۸	SWANCOR: 100phr Epon828: 100phr Nano silica: 4phr Dicy: 4phr Accelerator: 1phr	۱/۸۸	۳۶/۴±۲	۲۷/۸
۳	Ep-PAA پلی (آمیک اسید) اپوکسی سوانکور اپوکسی ایپون ۸۲۸	PAA: 12phr SWANCOR: 100phr Epon828: 100phr Nano silica: 4phr Dicy: 4phr Accelerator: 1phr	۲/۰۵	۳۰/۰۱±۲	۱۹

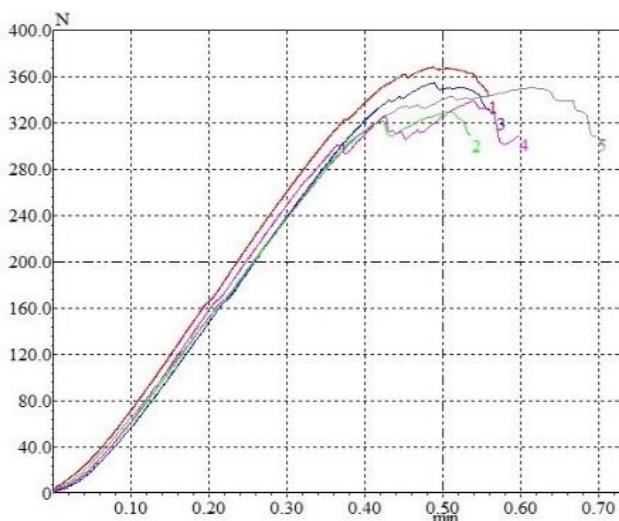
در نمونه شماره ۱ تنها از رزین سوانکور استفاده شده است و کامپوزیت حاصل از آن بیشترین مقدار ILSS را نتیجه داده است. به نظر می رسد دلیل این امر نفوذ بهتر رزین به داخل بافت پارچه باشد که سبب ایجاد محتوای رزین در حدود ۴۸ درصد در کامپوزیت نهایی شده است. محتوای رزین بالاتر سبب نفوذ بهتر لایه ها به داخل هم شده است که این نفوذ استحکام بین لایه ای

⁴ Gotech

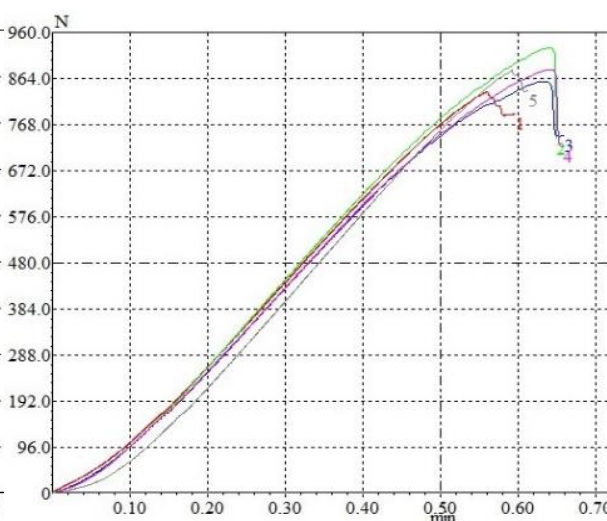


بیشتری را نتیجه داده است. در نمونه شماره ۲ که از سیستم رزینی اپوکسی ایپون ۸۲۸/سوانکور استفاده شده است، مقدار ILSS افت محسوسی داشته است. این موضوع احتمالاً به دو دلیل رخ داده است؛ اول اینکه چون در ساخت این پیش‌آغشته از رزین رقیق‌تری استفاده شده است، به نظر می‌رسد مقدار زیادی از رزین به دلیل ویسکوزیته کمتر آن نسبت به نمونه شماره ۱، از داخل بافت پارچه خارج شده است که این خود منجر به کاهش نفوذ بین‌لایه و کاهش استحکام بین‌لایه‌ها گردیده است. احتمال دوم، ضعف خواص رزین ایپون ۸۲۸ در مقایسه با رزین سوانکور می‌باشد که سبب کاهش خاصیت چسبندگی بین لایه‌ای کل شده است. با توجه به نتایج تحقیقات دیگری که با استفاده از این دو رزین انجام شده است احتمالاً هر دو عامل مطرح شده در فوق سبب کاهش استحکام ILSS نمونه شماره ۲ است.

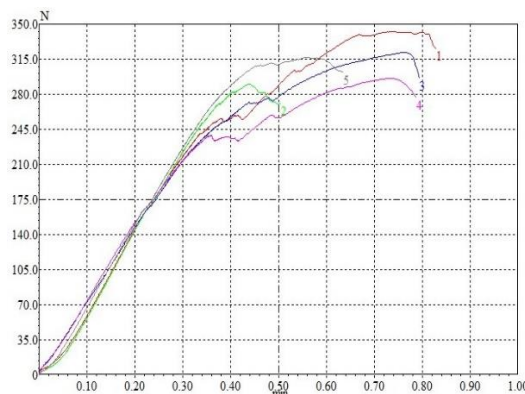
در نمونه شماره ۳، پیش‌آغشته آن به صورت دومرحله‌ای ساخته شد، به گونه‌ای که در مرحله اول مخلوط رزین سوانکور با پلی‌آمیک اسید با نسبت ۷۰:۳۰ درصد وزنی تهیه شده و به پارچه اعمال گردید، هدف از ساخت این پیش‌آغشته به صورت دومرحله‌ای، استخراج حلال از داخل آمیزه بود تا اثرات مخرب حضور حلال بر خواص نهایی محصول به حداقل برسد. پس از استخراج حلال در مرحله اول، در مرحله دوم از سیستم رزینی آماده شده برای نمونه شماره ۲ برای ساخت این پیش‌آغشته استفاده شد. نتایج ILSS این نمونه در مقایسه با نمونه شماره ۲، نشان‌دهنده کاهش نسبی در استحکام بین‌لایه‌ای است. مقایسه محتوی رزین این دو کامپوزیت (شماره ۲ و ۳) نشان می‌دهد کامپوزیت شماره ۳ محتوی رزین نهایی کمتری دارد، در توضیح این موضوع می‌توان بیان کرد که چون پلی‌آمیک اسید اعمال شده در مرحله اول ساخت، روی سطح پارچه را پوشش داده است، این امر باعث کاهش توانایی جذب رزین پارچه در مرحله دوم شده است. کاهش میزان رزین نهایی و عدم نفوذ لایه‌ای به خاطر پوشش مرحله اول پلی‌آمیک اسید/اپوکسی، احتمالاً سبب ایجاد یک سیستم دوفازی بین رزین مرحله اول و مرحله دوم در کامپوزیت شده است که نهایتاً منجر به کاهش نفوذ لایه‌ها شده و سبب کاهش ILSS گردیده است. احتمال دیگر در این رابطه این است که پلی‌آمیک اسید اضافه شده به سیستم پلیمری خود عامل اصلی افت خواص باشد. در تحلیل این احتمال به نظر می‌رسد از آنجایی که کامپوزیت شماره ۳ با محتوی رزین حدود ۸ درصد کمتر نسبت به نمونه شماره ۲ مقدار ILSS آن افت زیادی نداشته است، به نظر می‌رسد این احتمال ضعیف بوده و عامل اصلی افت استحکام بین لایه‌ای را باید در مشکلات فرآیندی ساخت کامپوزیت به صورت دو مرحله‌ای جستجو کرد.



شکل ۳: نمودار ILSS نمونه شماره ۲



شکل ۲: نمودار ILSS نمونه شماره ۱



شکل ۴: نمودار ILSS نمونه شماره ۳

با وجود کاهش نسبی مقدار ILSS نمونه شماره ۳، همانگونه که از شکل‌های ۲ و ۳ قابل مشاهده است، کامپوزیت‌های فاقد پلی(آمیک‌اسید) دارای رفتار شکست ترد می‌باشند اما حضور پلی(آمیک‌اسید) باعث تغییر رفتار شکست ترد و ایجاد ناحیه پلاستیک شده است (شکل ۳). دلیل این امر خاصیت گرمانرم پلی(آمیک‌اسید) و متعاقب آن خاصیت گرمانرم پلی‌ایمید مورد نظر است که منجر به تغییر رفتار شکست در کامپوزیت گردیده است. کامپوزیت مورد نظر در این پژوهش می‌تواند گزینه مناسبی در کاربردهای با اولویت استحکام بین‌لایه‌ای متوسط و چقرمگی بهبود یافته نسبت به کامپوزیت‌های حاوی اپوکسی خالص باشد.

۴- نتیجه‌گیری

نتایج آزمون ILSS نشان داد میزان محتوی رزین در کامپوزیت نقش مهمی را در مقدار استحکام کششی بین‌لایه‌ای ایفا می‌کند. همچنین این نتایج نشان دادند که رزین اپوکسی سوانکور در مقایسه با رزین اپوکسی ایپون ۸۲۸ دارای خواص ILSS به مراتب بهتری است. همچنین این آزمون نشان داد ساخت کامپوزیت اپوکسی/پلی(آمیک‌اسید) به صورت دو مرحله و با اعمال اپوکسی/پلی‌آمیک‌اسید در مرحله اول با هدف استخراج حلال پلی(آمیک‌اسید)، سبب کاهش جذب رزین در مرحله دوم شده و محتوی رزین نهایی کمتری را نتیجه می‌دهد. از این رو نفوذ بین لایه‌ای نیز کاهش پیدا نموده و مقدار استحکام بین‌لایه‌ای نیز متعاقباً کاهش می‌یابد. اما حضور پلی(آمیک‌اسید) و پلی‌ایمید که موادی گرمانرم هستند سبب تغییر رفتار شکست کامپوزیت و ایجاد ناحیه پلاستیک شده و در نهایت منجر به چقرمه‌تر شدن کامپوزیت نهایی و افزایش میزان جابجایی تا شکست کامپوزیت‌های چندلایه می‌شود.

مراجع

- [1] Chen, Fenghua, et al. "Layered structure formation in the reaction-induced phase separation of epoxy/polyimide blends." *Macromolecules* 41.20 (2008): 7469-7477.
- [2] Gaw, K. O., and M. Kakimoto. "Polyimide-epoxy composites." *Progress in Polyimide Chemistry I*. Springer, Berlin, Heidelberg, 1999. 107-136.
- [3] Bakar, M., M. Okulska-Bożek, and M. Zygmunt. "Effect of poly (amic acid) and polyimide on the adhesive strength and fracture toughness of epoxy resin." *Materials Science* 47.3 (2011): 355-362.
- [4] Centea, Timotei, Lessa K. Grunenfelder, and Steven R. Nutt. "A review of out-of-autoclave prepreps—Material properties, process phenomena, and manufacturing considerations." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 70 (2015): 132-154.