# تهیه کامپوزیت‏های اپوکسی/پلی‏(آمیک‏اسید) 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(آمیک‏اسید) بر خواص کامپوزیت‏های چندلایه متشکل از الیاف شیشه و رزین اپوکسی/پلی(آمیک‏اسید) از آزمون استحکام بین لایه‏ای (**ILSS**) استفاده گردید. نتایج این آزمون‏ مکانیکی ثابت نمود حضور پلی(آمیک‏اسید) 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**

**1- مقدمه**

عمده کامپوزیت‏های پلیمری تجاری که در حال حاضر مورد استفاده قرار می‏گیرند، کامپوزیت‏های بر پایه *رزین*‏*های* اپوکسی می‏باشند. کامپوزیت‏های متشکل از رزین‏های اپوکسی علی‏رغم خواص مکانیکی نسبتا 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]1[. به دلیل انحلال ناپذیری ذاتی پلی‏ایمیدها و مشکلات فرآیندی، ساخت کامپوزیت‏های اپوکسی/پلی ایمید با مشکلاتی مواجه است. به عنوان راه حلی برای این معضلات استفاده از پیش‏ماده پلی‏ایمید، یعنی پلی‏(آمیک‏اسید) می‏تواند مفید و موثر باشد]2[. پلی‏آمیک‏اسید دارای گروه‏های عاملی کربوکسیلیک اسید و آمیدی می‏باشد که قابلیت واکنش با گروه‏های اکسیران موجود در اپوکسی را دارا هستند]3[. ساخت کامپوزیت‏های متشکل از الیاف شیشه، رزین‏های اپوکسی و پلی‏آمیک اسید بر پایه مونومرهای پارافنیلن‏دی‏آمین/بیس(فتالیک دی انیدرید) و بررسی اثر حضور پلی‏آمیک‏اسید بر استحکام بین لایه‏ای و چقرمگی این کامپوزیت‏ها هدف از انجام این پژوهش است.

**2- بخش تجربی**

**2-1- مواد شیمیایی استفاده شده**

**برای سنتز پلی‏(آمیک اسید) از** مونومرهای بیس(‏فتالیک دی انیدرید) تهیه شده از شرکت **سنوا تک[[1]](#footnote-1) از کشور چین با خلوص 97% و مونومر پارافنیلن دی‏آمین تهیه شده از شرکت سیگما آلدریچ[[2]](#footnote-2) آلمان با خلوص 97% حلال دی‏متیل استامید تهیه شده از شرکت مرک آلمان با خلوص 99% استفاده گردید. همچنین از رزین اپوکسی با کد تجاری ایپون [[3]](#footnote-3)828 و رزین اپوکسی با کد تجاری سوانکور ساخت کشور تایوان استفاده شد.**

**2-2- ساخت کامپوزیت**

به منظور ساخت کامپوزیت چند لایه، ابتدا پلی(‏آمیک‏اسید) بر پایه مونومرهای پارافنیلن‏دی‏آمین/بیس(فتالیک دی انیدرید) و در حلال دی‏متیل‏استامید سنتز شد. ویسکوزیته ذاتی پلی‏آمیک اسید سنتز شده 4/0 بود. پلی(‏آمیک‏اسید) تهیه شده بر روی پارچه متشکل از الیاف شیشه پوشش داده شد سپس با استفاده از رزین اپوکسی پیش آغشته تهیه گردید. در ادامه کامپوزیت‏هایی 12لایه با روش کیسه خلاء به منظور استخراج رزین اضافه و حباب‏های موجود در ساختار و با سیکل پخت 1 ساعت در 130 درجه سانتیگراد و 1ساعت در150 درجه سانتیگراد و با نرخ افزایش حرارت C/min֯2 ساخته شدند.

برای اندازه­گیری استحکام برشی کامپوزیت­های ساخته شده از دستگاه گوتک[[4]](#footnote-4) مدل Al-7000 LA 10 استفاده شد. سرعت اندازه­گیری آزمون 1 mm/min بود و تا شکست لایه­ها ادامه پیدا کرد.

**3- نتايج و بحث**

میزان استحکام بین‏لایه‏ای در کامپوزیت‏های چندلایه‏ای که با مواد پیش‏آغشته ساخته می‏شوند به عوامل متعددی نظیر؛ محتوای رزین پیش‏آغشته، نوع رزین استفاده شده، نوع الیاف استفاده شده، میزان نفوذ رزین به داخل بافت پارچه، میزان چسبندگی پلیمر به الیاف و همچنین میزان نفوذ لایه‏ها درهم، وابسته می‏باشد]4[.

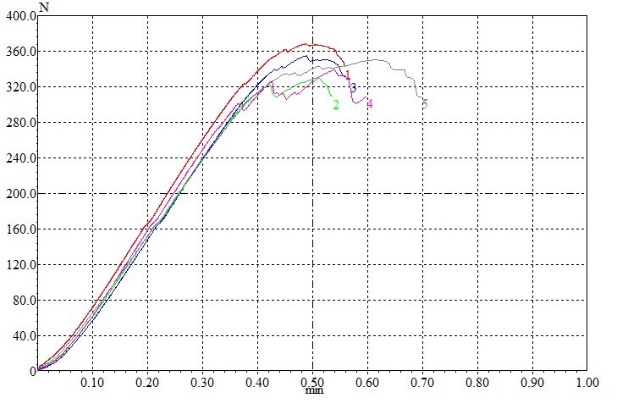
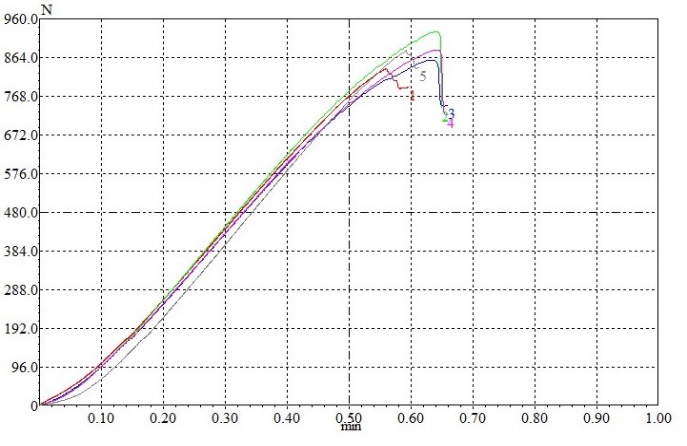
کامپوزیت‏هایی با هدف بررسی اثر نوع رزین استفاده شده در پیش‏آغشته بر خواص نهایی کامپوزیت با تاکید بر تاثیر حضور پلی‏آمیک اسید، ساخته شد. ابتدا برای مقایسه بهتر، کامپوزیت حاوی رزین اپوکسی سوانکور ساخته شد، سپس نمونه کامپوزیتی حاوی رزین اپوکسی ایپون828/سوانکور با نسبت 1:1 تهیه گردید که از این دو نمونه به عنوان شاهد استفاده شد. جدول 1 نتایج آزمون ILSS را نشان می‏دهد.

**جدول1: نتایج حاصل از آزمون** ILSS

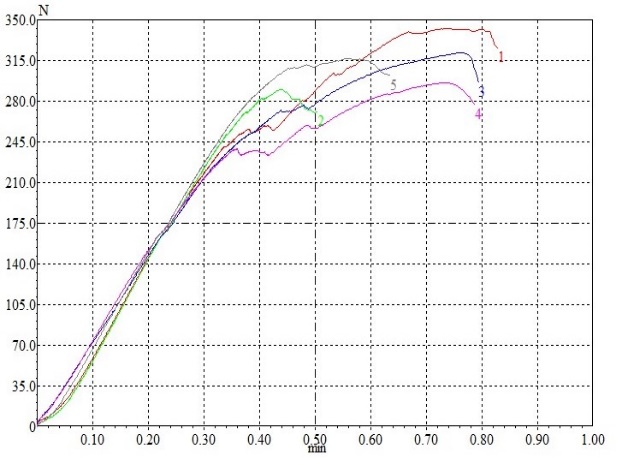
|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| محتوی رزین (%wt) | ILSS (MPa) | ضخامت(mm) | نسبت مواد | کد نمونه | شماره نمونه |
| 48 | 2±72/48 | 6/2 | SWANCOR:100phr  Accelerator: 0.8phr | SW-Ac  اپوکسی سوانکور | 1 |
| 8/27 | 2±4/36 | 88/1 | SWANCOR: 100phr  Epon828: 100phr  Nano silica: 4phr  Dicy: 4phr  Accelerator: 1phr | Ep-Si  اپوکسی سوانکور  اپوکسی ایپون828 | 2 |
| 19 | 2±01/30 | 05/2 | PAA: 12phr  SWANCOR: 100phr  Epon828: 100phr  Nano silica: 4phr  Dicy: 4phr  Accelerator: 1phr | Ep-PAA  پلی(آمیک‏اسید)  اپوکسی سوانکور  اپوکسی ایپون828 | 3 |

در نمونه شماره 1 تنها از رزین سوانکور استفاده شده است و کامپوزیت حاصل از آن بیشترین مقدار ILSS را نتیجه داده است. به نظر می‏رسد دلیل این امر نفوذ بهتر رزین به داخل بافت پارچه باشد که سبب ایجاد محتوای رزین در حدود 48 درصد در کامپوزیت نهایی شده است. محتوای رزین بالاتر سبب نفوذ بهتر لایه‏ها به داخل هم شده است که این نفوذ استحکام بین لایه‏ای بیشتری را نتیجه داده است. در نمونه شماره 2 که از سیستم رزینی اپوکسی ایپون828/سوانکور استفاده شده است، مقدار ILSS افت محسوسی داشته است. این موضوع احتمالا به دو دلیل رخ داده است؛ اول اینکه چون در ساخت این پیش‏آغشته از رزین رقیق‏تری استفاده شده است، به نظر می‏رسید مقدار زیادی از رزین به دلیل ویسکوزیته کمتر آن نسبت به نمونه شماره 1، 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 ایپون828 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 احتمالا هردو عامل مطرح شده در فوق سبب کاهش استحکام ILSS نمونه شماره 2 است.

در نمونه شماره 3، پیش‏آغشته آن به صورت دومرحله‏ای ساخته شد، به گونه‏ای که در مرحله اول مخلوط رزین سوانکور با پلی‏آمیک اسید با نسبت 30:70 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 2 برای ساخت این پیش‏آغشته استفاده شد. نتایج ILSS این نمونه در مقایسه با نمونه شماره 2، نشان‏دهنده کاهش نسبی در استحکام بین‏لایه‏ای است. مقایسه محتوی رزین این دو کامپوزیت (شماره 2 و 3) نشان می‏دهد کامپوزیت شماره 3 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 پلی(آمیک‏اسید)/اپوکسی، احتمالا سبب ایجاد یک سیستم دوفازی بین رزین مرحله اول و مرحله دوم در کامپوزیت شده است که نهایتا منجر به کاهش نفوذ لایه‏ها شده و سبب کاهش ILSS گردیده است. احتمال دیگر در این رابطه این است که پلی(آمیک‏اسید) اضافه شده به سیستم پلیمری خود عامل اصلی افت خواص باشد. در تحلیل این احتمال به نظر می‏رسد از آنجایی که کامپوزیت شماره 3 با محتوی رزین حدود 8 درصد کمتر نسبت به نمونه شماره 2 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.



**شکل2: نمودار** ILSS **نمونه شماره 1** **شکل3 نمودار** ILSS **نمونه شماره 2**



**شکل 4: نمودار** ILSS **نمونه شماره 3**

با وجود کاهش نسبی مقدار ILSS نمونه شماره 3، همانگونه که از شکل‏های 2 و 3 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 (شکل3). 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.

**4- نتيجه‌گيری**

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 ایپون828 دارای خواص ILSS به مراتب بهتری است. همچنین این آزمون نشان داد ساخت کامپوزیت اپوکسی/ پلی(آمیک‏اسید) به صورت دومرحله و با اعمال اپوکسی/پلی‏آمیک اسید 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 prepregs–Material properties, process phenomena, and manufacturing considerations." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 70 (2015): 132-154.

1. Senova Tech [↑](#footnote-ref-1)
2. Sigma aldrich [↑](#footnote-ref-2)
3. Epon-828 [↑](#footnote-ref-3)
4. Gotech [↑](#footnote-ref-4)