

Single Vacuum Bagging and Autoclave Curing System Influence on Physical and Mechanical Properties of Phenolic Composites

M.A. Mirzapour*, H.R. Haghghat, and E. Zanjirian

Iranian Space Agency, Engineering Research Institute, P.O. Box: 13445-754,
Tehran, Iran

Received 6 December 2010, accepted 16 April 2011

ABSTRACT

Industrial production of thermoset composite components involves the application of a vacuum bagging and autoclave pressure to minimize void percentage, usually to less than 5%. Phenolic resin systems generate water as a reaction by-product via condensation reactions during curing at elevated temperatures. In this paper, vacuum bagging and simple manufactured autoclave curing systems are used for manufacturing of asbestos/phenolic composites and the effects of processing conditions on manufactured composites are investigated. The traditional single-vacuum-bag process is unable to manage the volatiles effectively, resulting in inferior laminates having voids. The autoclave process cure cycle (temperature/pressure profiles) for the selected composite system is designed to emit volatiles during curing reactions effectively and produce composites with low void contents and excellent mechanical properties. Laminate consolidation quality is characterized by optical photomicrography for the cross-sections and measurements of void content and mechanical properties. The void content of phenolic composites as opposed to other composites increases as pressure increases up to 3 bar and it is then decreased beyond it. A product of 124% lower void content, 13% higher density, 24% higher flexural strength and 27% higher flexural modulus can be fabricated in composites obtained by autoclave processing.

Key Words:

vacuum bagging,
autoclave,
asbestos/phenolic
composites,
void content, pressure

(*)To whom correspondence should be addressed.

E-mail: aidinmirzapour@yahoo.com

بررسی اثر کیسه خلاء تنها و سامانه پخت اتوکلاو بر خواص فیزیکی و مکانیکی کامپوزیت های فنولی

میراسد میرزاپور*، حسن رضایی حقیقت، ابراهیم زنجیریان

تهران، سازمان فضایی ایران، پژوهشکده مهندسی، صندوق پستی ۱۳۴۴۵-۷۵۴

دریافت: ۸۹/۹/۱۵، پذیرش: ۹۰/۱/۲۷

چکیده

در صنعت فرایندهای کیسه خلاء و اتوکلاو برای ساخت کامپوزیت های گرماسخت رایج هستند، به طوری که با اعمال فشار مقدار حباب معمولاً به کمتر از ۵٪ می رسد. واکنش پخت رزین فنولی تراکمی است و محصولات جانبی واکنش به شکل گاز آزاد می شوند. در کار حاضر، برای ساخت کامپوزیت های فنولی - آزیست از فرایند کیسه خلاء تنها و اتوکلاو ساده ساخته شده در این پژوهش، استفاده شد و اثر شرایط فرایند روی کامپوزیت های ساخته شده بررسی شد. فرایند کیسه خلاء تنها، به تنهایی قابلیت کنترل موثر بخارها را ندارد و حباب زیادی در کامپوزیت ها به وجود می آید. برای سامانه کامپوزیت مورد نظر، چرخه پخت فرایند اتوکلاو (نمودارهای دما-فشار)، طوری طراحی شد تا بخار آب ایجاد شده در واکنش پخت رزین فنولی به طور موثر کنترل شده و کامپوزیتی با حباب کم و خواص مکانیکی بالا تولید شود. کیفیت کامپوزیت ها به کمک میکروسکوپ نوری، اندازه گیری مقدار حباب و خواص مکانیکی بررسی شد. مقدار حباب کامپوزیت های فنولی برخلاف کامپوزیت های معمولی، با افزایش فشار تا ۳ bar کاهش یافته، ولی پس از آن افزایش می یابد. مقدار حباب کامپوزیت های ساخته شده با اتوکلاو تا ۱۲۴٪ کمتر و چگالی، استحکام و مدول خمشی آنها به ترتیب ۱۳، ۲۴ و ۲۷٪ بیشتر است.

واژه های کلیدی

کیسه خلاء،

اتوکلاو،

کامپوزیت فنولی - پنبه نسوز،

مقدار حباب، فشار

* مسئول مکاتبات، پیام نگار:

مقدمه

فرایندهای پخت انتخاب شده برای ساخت سازه های مهندسی تهیه شده از کامپوزیت های گرماسخت باید دو خاصیت بهینه را برای این کامپوزیت ها تامین کنند. اولین و مهم ترین خاصیت، دمای انتقال شیشه ای (Tg) است. ماتریس در بیش از این دما مانند یک الاستومر عمل می کند و افزایش دما در این ناحیه با کاهش قابل توجهی در خواص مکانیکی و افزایش در خواص گرانشی همراه است. در دماهای کمتر از Tg، ماتریس مثل یک فاز شیشه ای رفتار می کند که با افزایش قابل توجه در خواص مکانیکی و کاهش خواص گرانشی همراه می شود. هر چه Tg کامپوزیت بیشتر باشد، مقاومت و عملکرد کامپوزیت در دماهای بیشتر بهبود می یابد. انتخاب روش پخت مناسب، رسیدن به حداکثر Tg را تضمین می کند [۱-۳].

دومین خاصیت بهینه، مقدار حباب باقی مانده در رزین است. طی فرایند لایه گذاری وجود حباب ها اجتناب ناپذیر است. وجود مقدار زیادی حباب در کامپوزیت نشان می دهد که الیاف به خوبی به وسیله رزین آغشته سازی نشده و عواقب زیر را به دنبال دارد:

- به دلیل چسبندگی ناکافی بین رشته های الیاف، استحکام سطح مشترک الیاف کاهش می یابد. در نتیجه، استحکام و مدول کششی کامپوزیت افت می کند.

- خوردگی الیاف، باعث آسیب دیدگی و پارگی آنها می شود.

- کامپوزیت دچار ترک خوردگی می شود و به دلیل به هم پیوستگی حباب ها ترک ها رشد می کنند.

مقدار حباب کم استحکام مکانیکی و اطمینان از ثبات استحکام را به حداکثر می رساند [۴-۶]. در این زمینه Boey و همکاران با اعمال فشارهای زیاد در فرایند اتوکلاو، به این نتیجه رسیدند که کاهش حباب از ۴۰٪ به ۱۰٪ استحکام خمشی را تا حدود سه برابر و مدول خمشی را تقریباً دو برابر افزایش می دهد [۱،۶]. Stringer و همکاران پس از تلاش های فراوان توانستند از راه قالب گیری تزریقی زیر خلاء، قطعات کامپوزیتی تولید کنند که مقدار حباب در آنها به کمتر از ۳٪ کاهش یافته بود [۵]. نتایج نشان می دهد، افزایش استحکام خمشی با کاهش مقدار حباب متناسب و زمانی که مقدار حباب بین ۵-۳ درصد است این تناسب به خوبی برقرار می شود.

در فرایند کیسه خلاء، مقدار حباب با انتقال فیزیکی حباب های موجود در رزین و شبکه الیاف به درون خطوط خلاء کاهش می یابد. به هر حال، این روش به وسیله دو عامل محدودکننده یعنی فشار جزیی مواد فرار رزین و تغییر گرانشی آن در طول فرایند پخت، تحت تاثیر قرار می گیرد. مقدار خلاء ایجاد شده در درون کیسه خلاء در محدوده

۰/۶-۰/۱ bar قرار دارد. از طرفی مقدار خلاء مورد نیاز برای هر رزین به گرانشی و فراریت اجزای تشکیل دهنده آن وابسته است. استفاده از مقدار خلاء زیاد باعث خروج بیش از حد رزین از الیاف می شود. این پدیده باعث می شود تا الیاف خشک و بدون رزین باقی بمانند [۷].

پژوهش های Stringer روی فرایند کیسه خلاء نشان داد که با اعمال خلاء تنها، نمی توان مقدار حباب باقی مانده را به کمتر از ۱۰٪ رساند [۴،۵]. هم چنین آنها مشاهده کردند که در این شرایط اعمال خلاء بیشتر به افزایش قطر حباب ها منجر می شود. لازم به ذکر است، اعمال خلاء زیاد ممکن است به کیسه خلاء آسیب برساند. البته با استفاده از کیسه سیلیکونی چندبار مصرف احتمال پارگی کیسه کاهش می یابد [۸]. فرایند کیسه خلاء نه تنها به وسیله مقدار حباب کاهش یافته، بلکه با افزایش قطر حباب نیز محدود می شود. برای مقدار یکسان حباب، حباب های کوچک تر نسبت به حباب های بزرگ تر سریع تر و راحت تر خارج می شوند. بنابراین، فشار اعمالی اتوکلاو برای کاهش بیشتر حباب لازم و ضروری است [۱].

Kardos و همکاران نشان دادند که به طور فیزیکی، فرایند خروج حباب از راه اعمال فشار با فرایند خروج حباب از راه اعمال خلاء متفاوت است [۹]. در روش اعمال خلاء با از بین رفتن حباب فشار اعمال می شود. از این رو، مدل خروج حباب بر اساس هسته گذاری و رشد حباب پایه گذاری شده است. نتایج پژوهش های Kardos و همکاران نشان می دهد، به وجود آمدن حباب، پایداری و حتی رشد آن به سه ویژگی نیروی کشش سطح مشترک ویژه (SMV)، فشار داخلی حباب (P_v) و فشار هیدروستاتیکی خارجی رزین (P_m) بستگی دارد.

دلایل مختلفی برای تشکیل حباب وجود دارد که از جمله آنها می توان به حبس شدن هوا، رطوبت جذب شده و رشد حباب در فشار کم اشاره کرد. وقتی ماتریس از راه واکنش تراکمی پخت می شود، محصولات گازی می توانند به شکل حباب محبوس شوند که در نهایت باعث کاهش استحکام کامپوزیت های ساخته شده می شود [۱۰،۱۱]. Tang و همکاران دریافتند، با افزایش مقدار حباب، که به سبب فشار کم پخت به وجود می آید، استحکام برشی بین لایه ای و استحکام فشاری کاهش می یابد [۱۲]. Gurdal و همکاران نشان دادند، با افزایش مقدار حباب استحکام کششی بین لایه ای کم می شود [۱۳]. Costa و همکاران آثار مقدار حباب کامپوزیت های کربن - اپوکسی را روی استحکام برشی بین لایه ای بررسی کرده اند [۱۴]. به هر حال، بیشتر پژوهشگران اغلب روی آثار حباب های موجود پیش از پخت یا ایجاد شده از راه رطوبت جذب شده تمرکز کرده و کمتر حباب های به وجود آمده در اثر واکنش پخت را بررسی کرده اند. لازم به یادآوری است، رزین های

ضخامت سنخ فراصوت شرکت Elcometer مدل ۴۵۶ و چگالی ظاهری کامپوزیت های ساخته شده طبق استاندارد ASTM D792، به روش شناورسازی اندازه گیری شد [۱۵]. آزمون تعیین سختی کامپوزیت ها طبق استاندارد ASTM D2240 [۱۶] و به وسیله سختی سنخ سوزنی مدل شور D (Shore D) شرکت Rex آمریکا و بررسی سینتیک پخت رزین رزول به وسیله گرماسنجی پویایی تفاضلی (DSC) و با استفاده از دستگاه Dupont 910، براساس استاندارد ASTM E1269 [۱۷] در جو نیتروژن و با سرعت ۱۰°C/min انجام شد. مقدار حباب کامپوزیت های ساخته شده با استفاده از استاندارد ASTM D 2734 [۱۸] محاسبه شد. آزمون خمش مطابق استاندارد ASTM D790 و به روش سه نقطه ای با استفاده از دستگاه H&P آلمانی مدل ۵۰ انجام گرفت. تصاویر میکروسکوپ نوری با استفاده از میکروسکوپ آلمانی DM4000M Lika تهیه شد. از یک گرم خانه آزمایشگاهی ساخت شرکت Heraeus آلمان، به عنوان منبع گرمایی اتوکلاو برای پخت کامپوزیت ها استفاده شد.

روش ها

آغشته سازی پارچه های پنبه نسوز

در این مرحله ۳ لایه از پارچه های پنبه نسوز AAA به ابعاد ۲۰×۲۰ cm بریده و به دقت توزین شد. سپس، پارچه ها با مخلوط رزین فنولی IL ۸۰۰/۲ و پرکننده زیرکونیا، که پیشتر با هم زن مخلوط شده اند، به کمک قلم مو و غلتک دستی آغشته سازی شد. نسبت الیاف، رزین و پرکننده به ترتیب ۵۰، ۴۳ و ۷٪ بود.

پیش پخت آغشته ها در گرم خانه

برای تعیین شرایط پیش پخت رزین از روش های مختلفی می توان استفاده کرد. در این پژوهش، از اطلاعات آزمون گرماسنجی پویایی تفاضلی استفاده شد. همان طور که در گرمانگاشت **شکل ۱** قابل مشاهده است، پخت رزین IL ۸۰۰/۲ از دمای حدود ۱۱۰°C به تدریج آغاز می شود و تا دمای حدود ۱۸۰°C ادامه می یابد. بیشترین سرعت پخت در محدوده دمایی ۱۶۵°C اتفاق می افتد. به همین دلیل محدوده دمایی ۱۱۰-۱۰۰°C دمای مناسب برای پیش پخت آغشته ها و دمای ۱۶۵°C به عنوان دمای پخت نهایی رزین IL ۸۰۰/۲ انتخاب شد [۲۰، ۱۹].

ساخت کامپوزیت با فرایند قالب گیری کیسه خلاء

شرایط فرایندی هر نوع رزین فنولی منحصر به فرد است. از این رو، برای هر نوع رزین باید شرایط فرایند به طور جداگانه بررسی شود و

معمولی مثل اپوکسی طی واکنش پخت محصولات فرار تولید نمی کنند. اما، رزین هایی مثل رزین فنولی در حین واکنش پخت محصولات فرار تولید می کنند که باید به خوبی کنترل و از سامانه خارج شوند.

در این مقاله، در باره جزئیات کامل ساخت کامپوزیت های فنولی - الیاف پنبه نسوز (آزبست) از راه فرایند کیسه خلاء تنها و اثر اعمال فشار در فرایند اتوکلاو بر مقدار کاهش حباب های تولید شده در اثر واکنش پخت تراکمی رزین فنولی بحث می شود. استفاده از اتوکلاوهای صنعتی پیش رفته برای ساخت نمونه های آزمایشگاهی برای انجام آزمون های مدنظر بسیار پرهزینه است. به همین دلیل، برای ساخت نمونه های آزمایشگاهی و درک مفاهیم اصلی و عملی فرایند اتوکلاو و نیز انجام آزمون های آزمایشگاهی روی کامپوزیت های ساخته شده، گروه پلیمر پژوهشکده مهندسی اقدام به طراحی و ساخت یک سامانه اتوکلاو ساده کرد. در این پژوهش با استفاده از این اتوکلاو ساده، کامپوزیت های فنولی - پنبه نسوز در فشار کم نسبت به فشار زیاد هیدروکلاو ساخته شد تا هم فرایند پخت ساده تر شود و هم هزینه فرایند ساخت به طور قابل توجهی کاهش یابد. با استفاده از این اتوکلاو می توان نمونه های کامپوزیتی استاندارد به شکل صفحه و لوله ساخت.

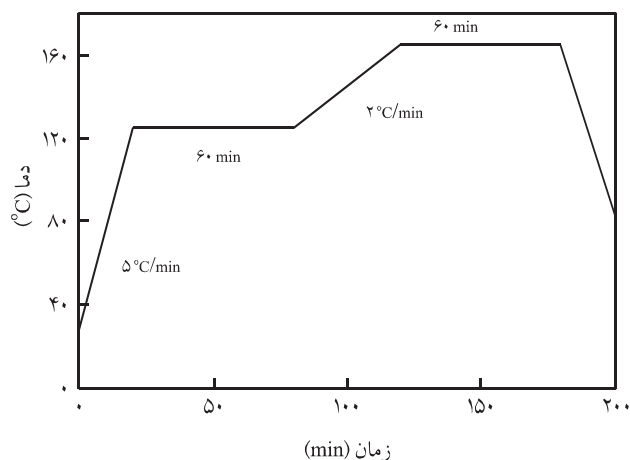
تجربی

مواد

در این پژوهش، از رزین فنولی مایع IL ۸۰۰/۲ بر پایه رزول محصول شرکت رزیتان، با چگالی ۷۲ g/cm^۳ و مقدار جامد ۸۱±۳٪ پارچه های پنبه نسوز AAA نوع کریزوتایل با چگالی ۲/۵ g/cm^۳، ضخامت ۲/۰ mm و وزن واحد سطح ۱۱۰۰ g/cm^۲ محصول شرکت Lijian چین و پرکننده زیرکونیا با چگالی ۵/۹ g/cm^۳ ساخت شرکت Hetian ceramic استرالیا برای ساخت کامپوزیت استفاده شد. از دو صفحه فولادی با روکش تفلونی به ابعاد ۲۰×۲۰ cm به عنوان قالب، برای تهیه کیسه خلاء از فیلم سیلیکونی شرکت Aerovac، از فیلم تفلونی شرکت Aerovac به ضخامت ۰/۵ μm به عنوان فیلم جداکننده و از پارچه پلی استر شرکت Aircraft spruce به عنوان پارچه جاذب رزین اضافی استفاده شد. پارچه های پنبه نسوز با استفاده از قلم مو و غلتک دستی آغشته سازی شد.

دستگاه ها

ضخامت صفحات کامپوزیتی ساخته شده، با استفاده از یک دستگاه



شکل ۲ - نمودار چرخه پخت کامپوزیت فنولی - پنبه نسوز از راه فرایند کیسه خلاء.

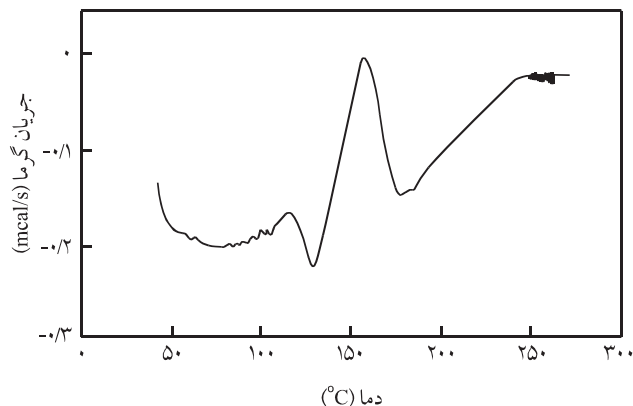
برای هر شرایط فرایند، ۵ قطعه به طور مجزا تهیه شد.

ساخت کامپوزیت با فرایند اتوکلاو

در این روش، پیش آغشته‌هایی که درون کیسه قرار گرفته و آماده پخت به روش کیسه خلاء هستند، داخل یک محفظه فولادی مستقر در گرم‌خانه قرار گرفتند. کیسه در داخل یک محفظه فولادی قرار گرفت که با دو درپوش کاملاً بسته و آب‌بندی شده بود. در یکی از درپوش‌ها مسیری برای اعمال فشار هوا به داخل اتوکلاو و در درپوش دیگر مسیری برای اعمال فشار به داخل اتوکلاو ایجاد شد. لوله‌هایی از جنس فولاد زنگ‌نزن با مقاومت دمایی و فشاری زیاد برای اعمال فشار و خلاء به کار رفت. در شکل ۳، اتوکلاو لوله‌ای به همراه دریچه خلاء و فشار نشان داده شده است. درپوشی که شامل دریچه فشار است به وسیله یک فلانچ آب‌بندی شده همیشه به محفظه چسبیده و متصل است. درپوش شامل لوله خلاء قابل باز و بسته شدن بوده و با واشر سیلیکونی آب‌بندی می‌شود. از شیرهای ویژه که به سرعت باز و بسته و به خوبی آب‌بندی می‌شوند، به عنوان شیرهای خلاء و فشار استفاده



شکل ۳ - محفظه فولادی به همراه دریچه‌های خلاء و فشار.



شکل ۱ - گرم‌نگاشت DSC رزین رزول با سرعت گرمادهی ۱۰°C/min.

بهینه‌ترین آنها معین شود. برای پخت این کامپوزیت‌ها به روش قالب‌گیری با کیسه خلاء، بر اساس نتایج DSC رزین رزول یک چرخه دوپله دمایی (مرحله توقف و مرحله پخت) و هم‌چنین نمودار اعمال خلاء در نظر گرفته شد. شرایط فرایند مثل دمای توقف، دما و زمان در مرحله پخت، فشار خلاء و زمان اعمال آن مهم‌ترین پارامترهای اثرگذار بر کیفیت و خواص مکانیکی کامپوزیت‌های ساخته شده از راه فرایند پخت کیسه خلاء است که برای هر نوع رزین و پیش‌آغشته خاص باید به شکل تجربی معین شود [۱۹، ۲۰]. برای بررسی اثر شرایط فرایند بر خواص و کیفیت کامپوزیت‌های ساخته شده دو شرایط فرایند A و B انتخاب شد. برای هر دو شرایط فرایند، چرخه پخت به شکل یک نیم‌رخ دمای دوپله‌ای که در جدول ۱ آمده است، انتخاب شد. ابتدا دمای گرم‌خانه با سرعت ۵°C/min به دمای ۱۲۰°C (دمای توقف) رسید و به مدت ۶۰ min (مدت زمان توقف) در این دما باقی ماند. پس از این مدت دمای گرم‌خانه با سرعت ۲°C/min به دمای ۱۶۵°C رسید. مجموعه به مدت ۱ h در این دما باقی ماند تا رزین فنولی به طور کامل پخت شود. چرخه پخت به کار رفته برای پخت کامپوزیت به طور نمایی در شکل ۲ نشان داده شده است. برای بررسی تکرارپذیری قطعات ساخته شده

جدول ۱ - شرایط فرایند انتخاب شده در ساخت کامپوزیت‌ها از راه فرایند پخت کیسه خلاء.

| شرایط فرایند | دمای پیش پخت (°C) | زمان پیش پخت (min) | چرخه پخت نهایی* (°C) |
|--------------|-------------------|--------------------|----------------------|
| A | ۱۰۰ | ۱۵ | ۱۲۰ / ۱۶۵ |
| B | ۱۰۰ | ۲۰ | ۱۲۰ / ۱۶۵ |

* مدت زمان در هر یک از مراحل ۶۰min انتخاب شد.

ساخت کامپوزیت با فرایند قالب گیری کیسه خلاء

نتایج حاصل از آزمون های تعیین خواص فیزیکی کامپوزیت های ساخته شده با دو شرایط فرایند A و B در **جدول ۳** آمده است. همان طور که مشاهده می شود، نتایج به دست آمده برای هر دو شرایط فرایند با هم مشابهت خیلی زیادی دارند. کامپوزیت های ساخته شده، با این که سختی خوبی دارند، ولی دارای چگالی کمی هستند و حباب باقی مانده زیادی در آنها مشاهده می شود.

ساخت کامپوزیت با فرایند اتوکلاو

نتایج حاصل از اندازه گیری ضخامت، چگالی، سختی و مقدار حباب کامپوزیت های ساخته شده با فرایند اتوکلاو به ترتیب در **شکل های ۴ تا ۷** آمده است. همان طور که در **شکل ۴** مشاهده می شود، با افزایش فشار ضخامت کاهش می یابد. این کاهش ضخامت بیشتر در محدوده ۱ تا ۵ bar چشم گیر است. به طوری که وقتی فشار از ۱ به ۵ bar افزایش می یابد، کاهش ضخامت حدود ۴۸٪ است. ولی در افزایش فشار از ۴ به ۵ bar، کاهش ضخامت فقط حدود ۵٪ است. سختی کامپوزیت ها در حالتی که طی چرخه پخت الیاف آن از رزین خالی نشده باشد، فقط به سختی سطح آن برمی گردد و سختی این قطعات بیش از همه به مقدار پیش رفت واکنش پخت رزین آن مربوط می شود. **شکل ۵** نشان می دهد، افزایش فشار در محدوده مورد بررسی در سینتیک پخت این نوع رزین ها بی اثر است. در **شکل ۶** مشاهده می شود، چگالی کامپوزیت ها نیز با ازدیاد فشار افزایش می یابد. این ازدیاد چگالی وقتی فشار از ۱ به ۵ bar افزایش

جدول ۳- نتایج خواص کامپوزیت های ساخته شده با شرایط فرایند A و B.

| شناسه قطعه | سختی (Shore D) | چگالی (g/cm ³) | مقدار حباب (%) |
|----------------|----------------|----------------------------|----------------|
| A ₁ | ۸۹±۳ | ۷۵۵ | ۱۵ |
| A ₂ | ۸۸±۳ | ۷۴۸ | ۱۴ |
| A ₃ | ۸۵±۳ | ۷۵۰ | ۱۴ |
| A ₄ | ۸۵±۳ | ۷۵۱ | ۱۵ |
| A ₅ | ۹۰±۳ | ۷۵۶ | ۱۶ |
| میانگین | ۸۷±۳ | ۷۵۲ | ۱۵ |
| B ₁ | ۹۰±۳ | ۷۵۲ | ۱۶ |
| B ₂ | ۸۸±۳ | ۷۵۳ | ۱۵ |
| B ₃ | ۸۸±۳ | ۷۴۵ | ۱۶ |
| B ₄ | ۸۹±۳ | ۷۵۱ | ۱۶ |
| B ₅ | ۸۶±۳ | ۷۵۱ | ۱۴ |
| میانگین | ۸۸±۳ | ۷۵۰ | ۱۵ |

شد. سامانه اتوکلاو ساخته شده قابلیت تحمل ۸ bar فشار را داشت و برای آن که فشار اتوکلاو از مقدار فشار معین شده بیشتر نشود، در مسیر لوله ها یک تنظیم کننده فشار تعبیه شد.

در روش اتوکلاو از همان چرخه پخت به کار رفته برای نمونه های A و B استفاده شد. با این تفاوت که باید در مرحله ای از آن چرخه، فشار معینی به داخل محفظه اعمال شود. مقدار فشار اعمالی برای هر نوع رزین و پیش آغشته های آن باید به طور تجربی و از روش آزمون و خطا معین شود. با این که روش مزبور زمان بر است، ولی اغلب بهترین نتیجه از آن حاصل می شود [۲۱]. برای رزین رزول IL ۸۰۰/۲ با کارهای تجربی که انجام شد، بهترین دمای اعمال فشار همان دمای توقف (۱۲۰°C) به کار رفته در فرایند کیسه خلاء و زمان اعمال خلاء ۱۵ min، پس از باقی ماندن پیش آغشته ها در دمای توقف، انتخاب شد. برای بررسی اثر فشار، ۵ شرایط فرایند مطابق **جدول ۲** انتخاب شد که در آنها فشار از ۱-۵ bar تغییر می کرد. برای هر شرایط فرایند ۵ نمونه جداگانه ساخته شد.

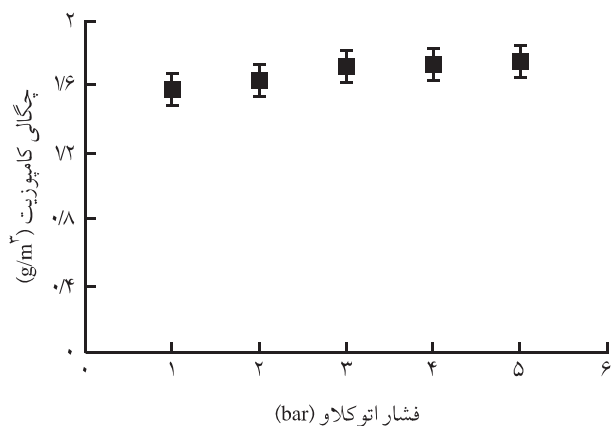
نتایج و بحث

پیش پخت پیش آغشته ها در گرم خانه

برای پیش پخت پیش آغشته ها، باید مدت زمان بهینه باقی ماندن پیش آغشته ها داخل گرم خانه ۱۰۰°C نیز معین شود. برای پیش پخت پیش آغشته های رزین رزول IL ۸۰۰/۲ مدت زمان های ۵، ۱۰، ۱۵، ۲۰، ۲۵ و ۳۰ min انتخاب شد. بررسی های کیفی (چسبندگی و انعطاف پذیری) پیش آغشته های تهیه شده در دماهای یاد شده نشان داد، زمان های ۱۵ و ۲۰ min بهترین زمان برای پیش پخت پیش آغشته های رزین رزول IL ۸۰۰/۲ است. بنابراین، در ادامه طرح آزمایش های تکمیلی تنها روی نمونه های با زمان پیش پخت ۱۵ و ۲۰ min انجام شد.

جدول ۲- شرایط فرایند انتخاب شده برای بررسی اثر فشار بر فرایند.

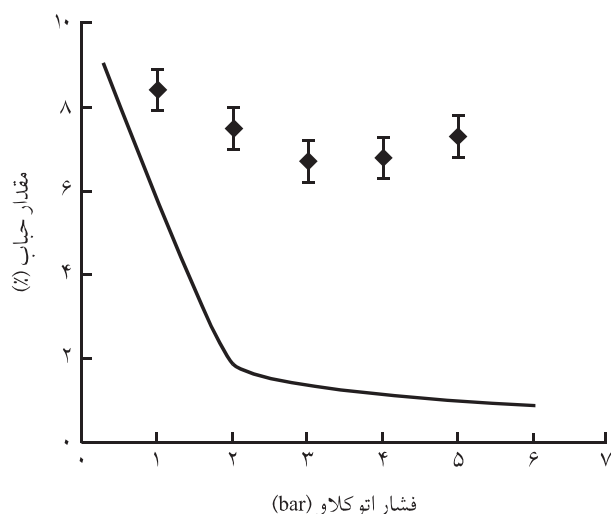
| شرایط فرایند | فشار اعمالی (bar) | دمای اعمال فشار (°C) | زمان اعمال فشار (min) |
|----------------|-------------------|----------------------|-----------------------|
| E ₁ | ۱ | ۱۲۰ | ۱۵ |
| E ₂ | ۲ | ۱۲۰ | ۱۵ |
| E ₃ | ۳ | ۱۲۰ | ۱۵ |
| E ₄ | ۴ | ۱۲۰ | ۱۵ |
| E ₅ | ۵ | ۱۲۰ | ۱۵ |



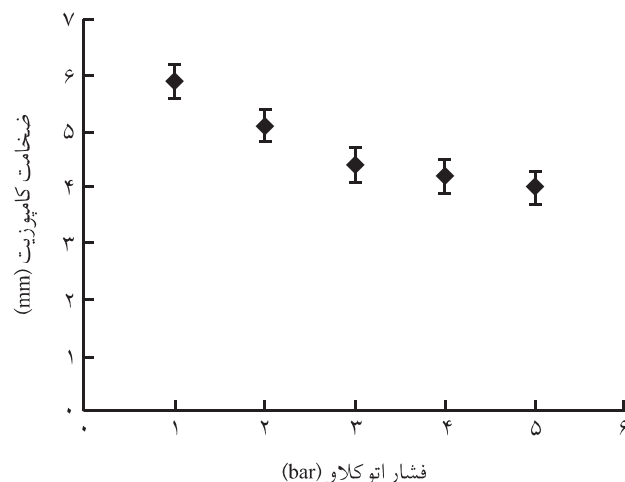
شکل ۶ - نمودار تغییرات چگالی کامپوزیت بر حسب فشار اتوکلاو.

خلأ وجود دارد، مقدار حباب زیادی به وجود می آید، چرا که طی مرحله زمان توقف مقدار خروج هوای محبوس شده کافی نیست و به علت فشار کم حباب ها رشد می کنند.

- وقتی فشار اتوکلاو از مقدار مشخصی بیشتر می شود، مقدار حباب نیز افزایش می یابد. زیرا، راه های خروج گازهای تولید شده در حین واکنش پخت رزین فنولی، به دلیل فشردگی زیاد الیاف در فشارهای زیاد مسدود می شوند. در حالی که انتظار می رود با افزایش فشار اتوکلاو، از رشد اندازه ذرات جلوگیری شده و مقدار حباب کاهش یابد. از آن جا که محصولات گازی پس از شروع واکنش پخت تولید می شوند، خروج محصولات گازی تولید شده برخلاف خروج حباب های به وجود آمده پیش از مرحله پخت، به وسیله مسدود شدن



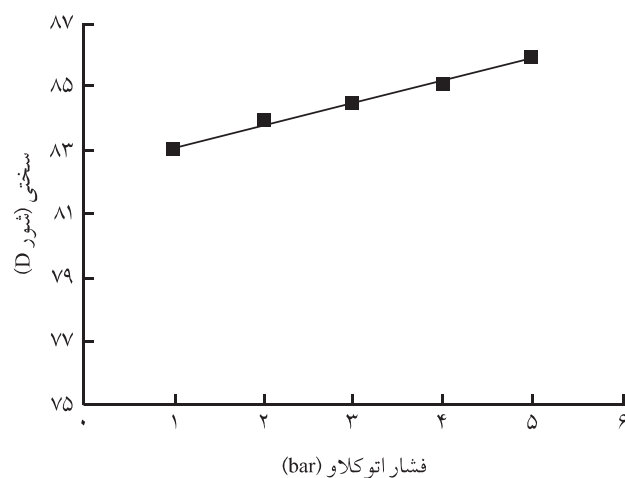
شکل ۷ - نمودار تغییرات مقدار حباب کامپوزیت بر حسب فشار اتوکلاو.



شکل ۴ - نمودار تغییرات ضخامت کامپوزیت بر حسب فشار اتوکلاو.

می یابد، حدود ۱۱٪ است. اما در از دیاد فشار از ۴ به ۵ bar، افزایش چگالی فقط حدود ۱٪ است.

شکل ۷ تغییرات مقدار حباب نسبت به فشار اتوکلاو را نشان می دهد. در این شکل نمودار کامپوزیت های معمولی ساخته شده از رزین هایی که در حین واکنش های پخت محصولات فرار تولید نمی کنند، نیز نشان داده شده است. به طور کلی، مقدار حباب با افزایش فشار ساخت کامپوزیت ها کاهش می یابد. چرا که در ضمن مرحله توقف، مقدار بیشتری از هوای محبوس شده خارج شده و از رشد اندازه حباب به مقدار زیادی جلوگیری می شود [۲۱]. مقدار حباب کامپوزیت فنولی - الیاف پنبه نسوز رفتار متفاوتی نسبت به کامپوزیت های ساخته شده از رزین های معمولی نشان می دهد که می تواند به دلایل زیر باشد: - هنگامی که فشار اتوکلاو اعمال نمی شود و فقط فشار ناشی از اعمال



شکل ۵ - نمودار تغییرات سختی کامپوزیت بر حسب فشار اتوکلاو.

جدول ۴ - نتایج خواص خمشی کامپوزیت های ساخته شده از راه شرایط فرایند A و C.

| شماره نمونه | استحکام خمشی C (MPa) | مدول خمشی C (GPa) | استحکام خمشی A (MPa) | مدول خمشی A (GPa) |
|--------------|----------------------|-------------------|----------------------|-------------------|
| ۱ | ۷۵/۱۲ | ۶/۹۷ | ۶۲/۳۰ | ۵/۵۲ |
| ۲ | ۷۵/۸۴ | ۷/۴۵ | ۶۷/۴۷ | ۵/۱۲ |
| ۳ | ۷۴/۴۱ | ۶/۲۰ | ۵۷/۰۲ | ۶/۳۰ |
| ۴ | ۷۵/۳۲ | ۶/۹۵ | ۵۵/۱۹ | ۵/۵۲ |
| ۵ | ۷۴/۹۱ | ۷/۱۰ | ۶۰/۹۱ | ۴/۶۲ |
| میانگین | ۷۵/۱۲ | ۶/۹۳ | ۶۰/۵۸ | ۵/۴۶ |
| انحراف معیار | ۰/۵۱ | ۰/۴۶ | ۴/۸۰ | ۰/۶۲ |

حباب های باقی مانده تا ۶/۷٪ کاهش یافته است. در شکل ۹ تصاویر میکروسکوپ نوری دو نمونه ساخته شده در شرایط فرایند A و C نشان داده شده است. مقدار زیاد حباب باقی مانده در کامپوزیت های ساخته شده با فرایند کیسه خلاء تنها مشاهده می شود (شکل ۹ - الف). مناطق بین لایه های الیاف، که غالباً غنی از رزین اند، نسبت به مناطق پوشیده از الیاف به طور ویژه ای مقدار حباب بیشتری دارند. آشکارا مشاهده می شود، فرایند کیسه خلاء تنها، بازده مناسبی ندارد. در کامپوزیت ساخته شده با این فرایند نه تنها مقدار رزین باقی مانده مورد نظر، بلکه به طور ویژه مقدار حباب باقی مانده نیز مشکل آفرین است. در شکل ۹ - ب مشاهده می شود، مقدار حباب باقی مانده در کامپوزیت ساخته شده از راه فرایند اتوکلاو نسبت به فرایند کیسه خلاء تنها بسیار کمتر شده است.

یکی از کاربردهای اصلی کامپوزیت های فنولی - پنبه نسوز در صنایع هوافضا به ویژه فداشونده ها و بدنه فضاییماهای برگشت پذیر به جو

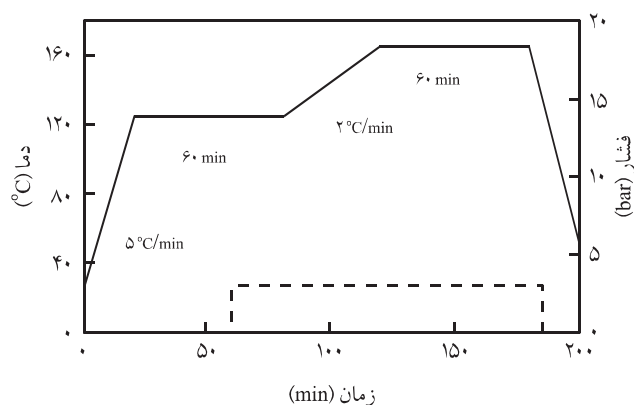
جدول ۵ - نتایج خواص کامپوزیت های ساخته شده با شرایط فرایند C.

| شناسه قطعه | سختی (Shore D) | چگالی (g/cm ³) | مقدار حباب (%) |
|----------------|----------------|----------------------------|----------------|
| C ₁ | ۹۲±۳ | ۱/۶۸ | ۶/۴ |
| C ₂ | ۹۲±۳ | ۱/۶۴ | ۷/۱ |
| C ₃ | ۹۳±۳ | ۱/۷۲ | ۶/۵ |
| C ₄ | ۸۸±۳ | ۱/۷۳ | ۷/۷ |
| C ₅ | ۹۰±۳ | ۱/۷۳ | ۶/۱ |
| میانگین | ۹۱±۳ | ۱/۷۰ | ۶/۷ |

مسیره های خروجی تحت تاثیر قرار می گیرد. اندازه گیری ضخامت، چگالی و مقدار حباب کامپوزیت فنولی - الیاف پنبه نسوز نشان می دهد، ضخامت و چگالی با فشردگی حاصل از فشار اتوکلاو متناسب است. در حالی که مقدار حباب تا یک فشار معین با افزایش فشار کاهش می یابد، ولی پس از این فشار، مقدار حباب افزایش می یابد. نتایج نشان داد، فشار بهینه برای ساخت کامپوزیت رزین رزول IL ۸۰۰/۲ - الیاف پنبه نسوز حدود ۳ bar است.

برای بررسی و مقایسه استحکام خمشی کامپوزیت های فنولی - الیاف پنبه نسوز تهیه شده با استفاده از روش پخت کیسه خلاء و اتوکلاو، کامپوزیت هایی با شرایط فرایند A و C ساخته شدند که نمودار چرخه دمایی و فشاری آنها به ترتیب در شکل های ۲ و ۸ نشان داده شده است. روی کامپوزیت های ساخته شده آزمون خمش سه نقطه ای انجام شد که نتایج این آزمون در جدول ۴ آمده است. نتایج نشان می دهد، استحکام و مدول خمشی کامپوزیت ساخته شده از راه فرایند اتوکلاو (C) با فشار ۳ bar نسبت به کامپوزیت ساخته شده با روش کیسه خلاء (A) به ترتیب ۲۴٪ و ۲۷٪ بیشتر است. نکته مهم کاهش قابل ملاحظه مقدار انحراف معیار استحکام خمشی نمونه های ساخته شده با روش اتوکلاو نسبت به کیسه خلاء است. مهم ترین دلیل این کاهش پراکندگی نتایج، کاهش قابل توجه مقدار حباب و تکرارپذیری نمونه های ساخته شده با فرایند اتوکلاو است. نتایج حاصل با نتایج استحکام و مدول خمشی کامپوزیت های فنولی - پنبه نسوز ساخته شده با استفاده از فرایند پرس گرم و فشار ۱۲۰ bar کاملاً قابل مقایسه است که توسط بهشتی و همکاران به دست آمده است [۲۲].

نتایج خواص فیزیکی کامپوزیت های ساخته شده در شرایط فرایند C در جدول ۵ آمده است. نتایج نشان می دهد، کامپوزیت های تولید شده ضمن داشتن سختی مناسب، چگالی آنها به ۱/۷ g/cm³ افزایش و مقدار



شکل ۸ - نمودار چرخه پخت کامپوزیت فنولی - پنبه نسوز از راه فرایند اتوکلاو.

صنایع هوافضا و نیروگاه های گرمایی استفاده کرد [۱۲،۱۴،۲۳].

نتیجه گیری

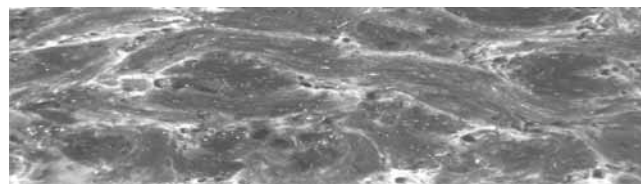
برای ساخت نمونه های آزمایشگاهی و درک مفاهیم اصلی و عملی فرایند اتوکلاو و انجام آزمون های آزمایشگاهی روی کامپوزیت های ساخته شده یک سامانه اتوکلاو ساده طراحی و ساخته شد. تصاویر میکروسکوپ نوری سطح مقطع کامپوزیت های ساخته شده به خوبی نشان داد که مقدار و قطر حباب کامپوزیت های تهیه شده با فرایند اتوکلاو نسبت به کیسه خلاء به طور قابل توجهی کاهش یافته است. چگالی کامپوزیت های فنولی - پنبه نسوز ساخته شده با فرایند اتوکلاو تا ۱۳٪ بیشتر و مقدار حباب های باقی مانده در آنها تا ۱۲۴٪ کمتر از کامپوزیت های ساخته شده با فرایند کیسه خلاء تنهاست. بررسی استحکام خمشی کامپوزیت ها نیز نشان داد، استحکام و مدول خمشی کامپوزیت های ساخته شده با فرایند اتوکلاو به ترتیب ۲۴ و ۲۷٪ بیشتر از کامپوزیت های ساخته شده با فرایند کیسه خلاء است. مقدار حباب کامپوزیت های فنولی با افزایش فشار تا ۳ bar کاهش می یابد، ولی پس از آن با افزایش فشار مقدار حباب افزایش می یابد.

قدردانی

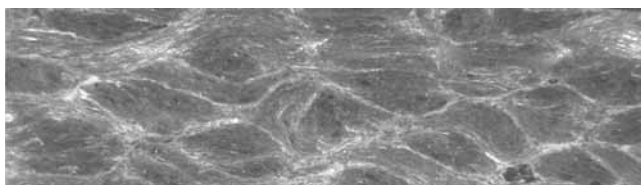
از پژوهشکده مهندسی سازمان فضایی ایران به دلیل حمایت مالی و از آقایان دکتر احمدرضا بهرامیان و مهندس آزاد کاکسوندی به دلیل مشاوره و همکاری در انجام این پژوهش قدردانی می شود.

مراجع

- Boey F.Y.C. and Lye S.W., Void Reduction in Autoclave Processing of Thermoset Composites, *Composites*, **23**, 261-266, 1992.
- Enns J.B. and Gilham J.K., *Polymer Characterization: Spectroscopic in Chromatographic and Physical Instrumental Methods*, Craves C.D. (Ed.), American Chemical Society, Advanced Chem Series 203, Chap. 2, 1983.
- Enns J.B. and Gilham J.K., Time-Temperature-transformation Cure Diagram: Modeling the Cure Behavior of Thermoset, *J. Appl. Polym. Sci.*, **28**, 2567-2591, 1983.
- Stringer L.G., Correlation between Compression Strength and Void Content in Hand Layup/Vacuum based CFRP Composite, *RARDE Internal Report*, Christchurch, UK, 1987.
- Stringer L.G., Optimisation of the Wet Layup/Vacuum Bag Process for CFRP Composites, *Composites*, **20**, 441-452, 1989
- Boye F.Y.C. and Lye S.W., Optimized Curing Process for an Autoclave Cured Fiber Reinforced Composite, *2nd NTI/NUS Symp Mater Processing Techn*, October 1990.
- Boye F.Y.C., Reducing the Void Content and its Variability in Composite Specimens Using a VIM Process, *Polym. Test.*, **12**,



(الف)



(ب)

شکل ۹ - ریزنگار کامپوزیت ساخته شده با فرایند: (الف) کیسه خلاء (۱۰۰x) و (ب) اتوکلاو (۱۰۰x).

است. وجود حدود ۱۰٪ حباب برای کاهش ضریب نفوذ گرما و رسانایی گرمایی کامپوزیت های فداشونده به کار رفته در موتور موشک، به ویژه در قسمت واگرای شیبوره که دمای شعله حدود 3000°C است، لازم است. از طرفی، فداشونده های به کار رفته در بدنه فضاپیماهای برگشت پذیر به جو باید مقدار حباب بهینه ای داشته باشند تا ضمن کاهش رسانایی گرمایی و محافظت از بدنه فلزی در برابر دمای 3000°C ، از استحکام مکانیکی زیادی نیز برخوردار باشند و در برابر نیروهای برشی و اصطکاک شدید به وجود آمده در حین ورود به جو به خوبی مقاومت کنند [۲۳]. بنابراین، با استفاده از فرایند کیسه خلاء و اتوکلاو می توان مقدار بهینه حباب مورد نیاز کامپوزیت ها را کنترل کرد و از آنها برای ساخت فداشونده ها، سپرها و عایق های گرمایی مورد نیاز در

- 325-334, 1991.
8. Boey F., Development of a Reusable Vacuum Bagging Technique for Autoclave Curing of Fiber Reinforced Polymer Composites, *Exptl. Techn.*, **13**, 21-39, 1989.
 9. Kardos J.L., Dave R., and Dudukovic M.P., *Void in Composites*, Proc Symp on Manufacturing Science of Composites, Gutowski T.G. (Ed.), ASME, Atlanta, GA, USA, 41-56, 1988.
 10. Subramaniam R.S. and Weinberg M.C., The Role of Convective Transport in the Dissolution or Growth of a Gas Bubble, *J. Chem. Phys.*, **72**, 6811-6813, 1980.
 11. Bankoff S.G., *Advanced in Chemical Engineering*, **6**, Academic, New York, 1966.
 12. Tang J.M., Lee W.I., and Springer G.S., Effects of Cure Pressure on Resin Flow, Void and Mechanical Properties, *J. Compos. Mater.*, **21**, 421-420, 1987.
 13. Gurdal Z., Tomasino A.P., and Biggers S.B., Effects of Processing Induced Defects on Laminate Response, Interlaminar Tensile Strength, *SAMPE J.*, **27**, 39-49, 1991.
 14. Costa M.L., Almeida S.F.M., and Rezende M.C., The Influence of Porosity on the Interlaminar Shear Strength of Carbon/Epoxy Fabric Laminates, *Compos. Sci. Technol.*, **61**, 2101-2108, 2001.
 15. Standard Test Method for Density and Specific Gravity of Plastics by Displacement, *Annual Book of ASTM Standard*, **08.01**, D792-00, 2004.
 16. Standard Test Method for Composite Property-Durometer Hardness, *Annual Book of ASTM Standard*, **09.01**, D2240-04, 20004.
 17. Standard Test Method for Determining Specific Heat Capacity by Differential Scanning Calorimetry, *Annual Book of ASTM Standard*, **09.01**, E1269-05, 2004.
 18. Standard Test Method for Void Content of Reinforced Plastics, *Annual Book of ASTM Standard*, **08.01**, D2734-94, 2004.
 19. Hou T.H., Processing and Properties of a Phenolic Composite System, *J. Reinforc. Plast. Compos.*, **10**, 1-7, 2005.
 20. Hou T.H., Evaluation of Double-Vacuum-Bag Process for Composite Fabrication, NASA Langley Research Center, Hampton, Virginia 23681, 2006.
 21. Kim J.W., Kim H.G., and Lee D.G., Composite of Thick Carbon/Phenolic Fabric Composites with Autoclave Method, *Compos. Struct.*, **66**, 467-477, 2004.
 22. Beheshty M.H. and Delbary H., Cure Optimization of Asbestos Reinforced Phenolic Resins, *Iran. J. Polym. Sci. Technol. (In Persian)*, **5**, 307-313, 2004.
 23. Qinghua C., Ablative Thermal Protection Structure Design of Ballistic Reentry Spacecraft, *ADA*, 256-908, 1992.