Research article

Available in: http://jips.ippi.ac.ir

Iran. J. Polym. Sci. Technol. (Persian),
Vol. 36, No. 3, 281-294
August-September 2023
ISSN: 1016-3255
Online ISSN: 2008-0883
DOI: 10.22063/JIPST.2023.3393.2234

An Evaluation and Comparison of Mechanical Properties of Phenolic-Glass Fabric Composites Prepared by Vacuum Bag-Only and Autoclave Processes

Faezeh Rafieyan, Amir Masood Rezadoust*, Seyed Alireza Sabet

Iran Polymer and Petrochemical Institute, Additive Manufacturing Laboratory,
P.O. Box 14975-112, Tehran, Iran

Received: 5 May 2023, accepted: 15 October 2023

ABSTRACT

Hypothesis: The curing process for phenolic resin composites is always carried out under press or autoclave pressure, as water by-products are released during curing process. As a result, when phenolic composite parts are formed using the vacuum bag-only method, the costs of the mold and challenges of the pressure vessels would be eliminated, and a significant step is taken in easier manufacture of these parts.
Methods: For the purpose of comparing the two methods, phenolic laminates were prepared using 3 bar pressure autoclave and vacuum bag-only methods. In order to investigate the effects of thickness on different properties, the samples were subjected to bending tests, short beam strength tests, void percentage tests, and fractured surface morphology tests.
Findings: As the sample's thickness increases, the flexural modulus increases while the flexural strength and short beam strength decrease. Furthermore, the modulus, bending strength, and strength of the short beam in the autoclave sample have increased by 27%, 17%, and 17%, respectively, compared to the vacuum bag-only sample. Morphological studies also showed that more void content was formed in the vacuum bag samples and the resin-fiber interaction was reduced compared to the autoclaved samples. A decrease in the bonding between resin and fibers and in the penetration of resin between fiber strands has also been observed with increasing thickness. Samples with a thickness of 1 mm had a void content of 3.5 ± 1% and in samples with a thickness of 9 mm, it was 15% ± 1%.

Keywords:
composites process,
phenolic composite,
vacuum bag-only,
autoclave,
mechanical properties

(*)To whom correspondence should be addressed.
E-mail: a.rezadoust@ippi.ac.ir

Please cite this article using:
Rafieyan F., Rezadoust A.M., Sabet S.A., An Evaluation and Comparison of Mechanical Properties of Phenolic-Glass Fabric Composites Prepared by Vacuum Bag-Only and Autoclave Processes, *Iran. J. Polym. Sci. Technol. (Persian)*, **36**, 281-294, 2023.

مقاله پژوهشی

ارزیابی و مقایسه خواص مکانیکی کامپوزیت‌های فنولی تقویت‌شده با پارچه الیاف شیشه تهیه‌شده به روش فقط کیسه خلأ و اتوکلاو

فائزه رفیعیان، امیرمسعود رضادوست*، سید علیرضا ثابت

تهران، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران، آزمایشگاه ساخت برهم‌افزا، صندوق پستی ۱۱۲-۱۴۹۷۵

دریافت: ۱۴۰۲/۲/۵، پذیرش: ۱۴۰۲/۷/۲۳

دسترس‌پذیر در نشانی: http://jips.ippi.ac.ir

مجله علوم و تکنولوژی پلیمر،
سال سی وششم، شماره ۳،
صفحه ۲۹۴-۲۸۱، ۱۴۰۲
ISSN: 1016-3255
Online ISSN: 2008-0883
DOI: 10.22063/JIPST.2023.3393.2234

چکیده

فرضیه: کامپوزیت‌های رزین فنولی به‌دلیل آزادکردن محصول جانبی آب به‌هنگام پخت، همواره زیر فشار پرس یا اتوکلاو فرایند می‌شوند. بنابراین، اگر بتوان برای شکل‌دهی قطعه‌های کامپوزیت فنولی فقط از روش کیسه خلأ استفاده کرد، هزینه‌های قالب و نیز چالش‌های مخزن‌های زیر فشار کنار گذاشته شده و قدم بزرگی برای آسانی فرایند ساخت این نوع قطعه‌ها برداشته می‌شود.

روش‌ها: به‌منظور ارزیابی فرایند کیسه خلأ با روش مرسوم کیسه خلأ و نیز اتوکلاو، در پژوهش حاضر، کامپوزیت‌های چندلایه فنولی تقویت‌شده با پارچه الیاف شیشه به دو روش اتوکلاو در فشار bar ۳ و نیز فقط کیسه خلأ تهیه شدند. به‌منظور مقایسه خواص و نیز بررسی اثر ضخامت بر خواص مختلف، نمونه‌ها در آزمون‌های خمش، استحکام برشی تیر کوتاه، درصد حباب و شکل‌شناسی سطح شکست بررسی شدند.

یافته‌ها: نتایج نشان داد، در هر دو گروه نمونه، با افزایش ضخامت مدول خمشی افزایش و استحکام خمشی و استحکام تیر کوتاه کاهش می‌یابد. همچنین در هر ضخامت، مدول و استحکام خمشی و استحکام تیر کوتاه در نمونه تهیه‌شده فقط با کیسه خلأ نسبت به نمونه اتوکلاو به‌ترتیب ۲۷، ۱۷ و ۱۷٪ کاهش یافته است. نتایج بررسی‌های شکل‌شناسی نیز نشان داد، در نمونه‌های تهیه‌شده فقط با کیسه خلأ برخلاف نمونه‌های اتوکلاو، حفره‌های ناشی از حباب‌های درشت به‌فراوانی یافت شده و نیز اتصال رزین و الیاف پس از شکست کاهش زیادی یافته است. همچنین با افزایش ضخامت، اتصال رزین و الیاف و نفوذ رزین در میان رشته‌های الیاف کاهش یافته است. نتایج آزمون درصد حباب نیز نشان داد، در نمونه‌های با ضخامت‌های ۱ و ۹ mm به‌ترتیب مقدار حباب ۱± ۳/۵٪ و ۱± ۱۵٪ بوده است. بنابراین برخلاف رزین اپوکسی، خواص رزین‌های فنولی در فرایند فقط کیسه خلأ کاهش می‌یابد.

واژه‌های کلیدی
فرایند کامپوزیت‌ها،
کامپوزیت فنولی،
فرایند فقط با کیسه خلأ،
اتوکلاو،
خواص مکانیکی

* مسئول مکاتبات، پیام‌نگار:
a.rezadoust@ippi.ac.ir

مقدمه

کامپوزیت‌های پلیمری به‌دلیل ترکیب‌بندی مواد با خواص مختلف و در نتیجه داشتن خواصی چون سبکی، مقاومت در برابر خستگی، خوردگی و ضربه و نیز استحکام و دوام، به‌عنوان جایگزین قطعه‌های فلزی مورد توجه صنایع هوافضا قرار گرفته‌اند [۳-۱]. ابعاد بسیار بزرگ این قطعه‌ها تولید آن‌ها با اتوکلاو را با محدودیت‌های فراوانی مواجه می‌سازد، زیرا اتوکلاوهایی با این ابعاد بسیار گران‌قیمت و کمتر در دسترس هستند و چالش‌های ایمنی فراوانی نیز دارند. برای رفع این محدودیت‌ها، روش‌های خارج از اتوکلاو (out of autoclave, OOA) به‌عنوان جایگزین مطرح شده‌اند [۴،۵]. از طرفی، رزین فنولی به‌دلیل مقاومت زیاد در برابر گرما، انتشار کم بخارهای سمی [۶]، قیمت کم و نیز آسانی دسترسی جایگاه ویژه‌ای در صنعت هوافضا دارد. اما، موضوع تولید محصول جانبی آب و حباب ناشی از آن هنگام پخت، از چالش‌های اصلی در فرایندهای شکل‌دهی قطعات تهیه‌شده از این رزین است [۷] که برای رفع آن در فرایندهای شکل‌دهی قطعه‌های فنولی از فشار زیاد استفاده می‌شود. فرایند OOA به‌دلیل نبود اعمال فشاری مشابه اتوکلاو و کاهش آن به حدود atm ۱ ناشی از فشار خلأ و کاهش قابلیت خروج هوای حبس‌شده یا حباب‌های تولیدشده حین فرایند از سامانه، می‌تواند با چالش‌هایی برای خروج مواد فرار همراه باشد [۱۰-۸].

Hyum و همکاران [۱۱] با طراحی سه چرخه مختلف پخت در فرایند OOA برای ساخت کامپوزیت‌های اپوکسی-الیاف کربن، اثر هر یک را بر کاهش زمان تولید ضمن حفظ کیفیت قطعه بررسی کردند. Mujahid و همکاران [۱۲] اثر سامانه‌های پخت فقط با کیسه خلأ و خلأ دوگانه در فرایند خارج از اتوکلاو را مقایسه کردند. نتایج نشان داد، سامانه پخت خلأ دوگانه کمترین مقدار حباب (۰/۵٪) را دارد و نیز درصد حباب با افزایش ضخامت کامپوزیت افزایش می‌یابد. Mujahid و همکاران [۱۳] همچنین اثر پارامترهای فرایندی از جمله روش‌های خلأ (سامانه‌های فقط کیسه خلأ، فقط کیسه خلأ تغییریافته و خلأ دوگانه)، منحنی پخت و ساختار چندلایه (گوشه مقعر یا گوشه محدب) را بر نایکنواختی شکل در کامپوزیت‌های با شکل‌های پیچیده بررسی کردند. نتایج نشان داد، سامانه فقط کیسه خلأ تغییریافته باعث یکنواختی بیشتری در شکل کامپوزیت و جلوگیری از اثر پل‌زنی در گوشه‌های مقعر می‌شود. Edwards و همکاران [۱۴] پیش‌آغشته‌های جدیدی با عنوان Semipreg دارای توزیع رزین به‌شکل متناوب در سطح پیش‌آغشته و خطوطی عمود بر جهت الیاف را معرفی کردند. نتایج نشان داد، تغییر در محل‌های آغشته به رزین در پیش‌آغشته و جهت قرارگیری این محل‌ها نسبت به جهت الیاف باعث افزایش انتقال گاز در طول ضخامت پیش‌آغشته می‌شود و این پیش‌آغشته‌ها در مقایسه با پیش‌آغشته‌های معمول حساسیت کمتری نسبت به شرایط نامناسب پخت دارند. Maguire و همکاران [۱۵] گرمادهی چندلایه‌های کامپوزیت اپوکسی از یک سو و عایق‌سازی آن‌ها از سوی دیگر (تقریباً انتقال گرمای تک‌جهتی) را برای ساخت کامپوزیت با روش خارج از اتوکلاو بررسی کردند. نتایج نشان داد، استفاده از پودر اپوکسی با قابلیت گرمازایی کم، ریسک پخت سریع در رزین را از بین می‌برد که به‌دلیل گرمای آزادشده می‌تواند به تخریب زنجیرهای پلیمر منجر شود، اما از نظر تغییرات درصد پخت در ضخامت نمونه، سامانه‌های پخت معمولی نسبت به پخت با گرمادهی تک‌جهتی مناسب‌تر بودند. Cender و همکاران [۱۶] هنگام لایه‌چینی پیش‌آغشته‌های شرکت Gurit در دمای ۵۵ °C، فشار ۱۵ kPa را با استفاده از غلتک اعمال کردند و مقدار آغشته‌شدن الیاف و نفوذ رزین میان آن‌ها را طی زمان با دوربین بررسی کردند. نتایج نشان داد، با گذشت زمان، رزین ابتدا در میان رشته‌های الیاف نفوذ می‌کند و سپس در داخل آن‌ها وارد شده و باعث آغشته‌سازی بهتر لایه‌ها و کاهش درصد حباب کامپوزیت می‌شود. Anandan و همکاران [۱۷] در کامپوزیت رزین بیس‌مالیمید تقویت‌شده با الیاف کربن تک‌جهتی، اثر چرخه پخت اصلی و پس‌پخت را بر خواص قطعه بررسی کردند و نشان دادند، با افزایش دما و زمان در پخت اصلی کامپوزیت، استحکام برشی بین‌لایه‌ای (interlaminar shear strength, ILSS) افزایش می‌یابد. آن‌ها، همچنین نمونه بهینه تولیدشده با روش OOA را با نمونه حاصل از روش اتوکلاو در فشار ۸۵ psi مقایسه و مشاهده کردند، استحکام برشی بین‌لایه‌ای آن‌ها چندان تفاوتی نداشته و کیفیت نمونه‌ها قابل مقایسه است. Centea و همکاران [۱۸] اثر تغییرات ناخواسته فشار بر خواص نهایی کامپوزیت رزین اپوکسی تقویت‌شده با الیاف بافته‌شده و تک‌جهتی کربن را بررسی کردند. نتایج نشان داد، پیش‌آغشته دارای الیاف بافته‌شده به‌دلیل قابلیت حبس هوا درون خود حساسیت بیشتری به عوامل افزاینده درصد حباب دارد، اما پیش‌آغشته دارای الیاف تک‌جهتی فقط در صورت حبس هوای داخل سامانه دچار افت خواص می‌شود. Nettles و همکاران [۱۹] با تهیه دو نمونه به روش اتوکلاو و OOA، اثر وجود فشار هیدروستاتیک وارد بر سامانه خلأ در اتوکلاو را بررسی کردند. در این پژوهش نمونه‌ها با استفاده از پیش‌آغشته‌های الیاف کربن و رزین اپوکسی تهیه شدند، سپس در آزمون ضربه با سطوح انرژی مختلف و فشار پس از آن، قرار گرفتند. طبق نتایج مقاومت نمونه‌های حاصل از روش OOA با نمونه‌های حاصل از روش اتوکلاو برابر بود و تفاوت چندانی بین آن‌ها مشاهده نشد. Kay و همکاران [۲۰] با بررسی اثر مقدار رطوبت پیش‌آغشته‌ها بر درصد حباب دریافتند، درصد حباب

نمونه دارای پیش‌آغشته با ٪۴۰ رطوبت نسبی تفاوت چندانی با نمونه دارای پیش‌آغشته با ٪۰ رطوبت نسبی ندارد، اما با افزایش رطوبت نسبی به ٪۱۰۰، درصد حباب به‌مقدار شایان توجهی افزایش می‌یابد. James و همکاران در مقاله مروری [۲۱] فضاهای غنی از رزین در کامپوزیت‌های تقویت‌شده با الیاف و اثر آن بر خواص مختلف کامپوزیت را مطالعه کردند. آن‌ها ضمن بررسی عوامل مؤثر بر تشکیل مناطق غنی از رزین، این مناطق را از عوامل مؤثر بر کاهش مقاومت کامپوزیت به‌طور نایکنواخت با افزایش شروع و انتشار ترک معرفی کرده و توجه به این موضوع را به‌طور ویژه در پخت کامپوزیت‌ها با روش خارج از اتوکلاو به‌جای استفاده از اتوکلاو توصیه کردند.

در جمع‌بندی مطالعات انجام‌شده می‌توان گفت، به‌طور کلی مقدار زیاد درصد حباب بزرگ‌ترین چالش پژوهشگران در تهیه کامپوزیت‌ها با روش OOA است. از طرفی طی دهه‌های گذشته پژوهش‌های فراوانی درباره ساخت کامپوزیت‌ها با مواد اولیه متفاوت به روش OOA و بهبود کیفیت آن‌ها انجام شده است. اما، جای خالی بررسی پخت کامپوزیت‌های با ماتریس رزین فنولی به‌دلیل افزایش چالش درصد حباب در فرایند OOA به‌خوبی مشهود است. در این پژوهش، پخت کامپوزیت‌های الیاف شیشه و رزین فنولی با فرایندهای اتوکلاو و OOA بررسی و مقایسه شده و اثر ضخامت صفحه کامپوزیتی بر خواص فیزیکی-مکانیکی و درصد حباب آن‌ها بررسی شده است. در مقایسه نمونه‌های تهیه‌شده با دو روش، خواص مکانیکی (خمش و مقاومت برشی تیر کوتاه)، درصد حباب و شکل‌شناسی مقایسه شده و اثر فشار و ضخامت بر این خواص ارزیابی شده است.

تجربی

مواد

رزین فنولی استفاده‌شده در این پژوهش، رزول با کد IL800 محصول شرکت رزیتان ایران و الیاف شیشه به‌صورت پارچه با بافت ساده و وزن واحد سطح ۲۰۰ g/m^2 ساخت شرکت Sichuan چین بود.

دستگاه‌ها

پیش‌پخت مرحله B، در آون ساخت شرکت Nuve و پخت کامپوزیت در اتوکلاو ساخت شرکت سیسال انجام شد. آزمون‌های خواص مکانیکی به‌کمک دستگاه Universal Testing Machine با نام تجاری STM-20 ساخت شرکت سنتام ایران و بررسی سطح شکست با میکروسکوپ الکترونی پویشی (SEM) نوع VEGA\\ ساخت شرکت Tescan جمهوری چک انجام شد. فرایند پخت با دستگاه DSC1 محصول شرکت Mettler Toledo سوئیس و اندازه‌گیری درصد پخت به‌کمک کوره با دمای ۱۲۰۰°C ساخت شرکت ترموتکنیک پارسیان بررسی شد.

روش‌ها

ابتدا الیاف شیشه با اندازه‌های مشخص (۱۳×۲۰ cm) برش داده شدند. سپس، با توجه به درصد وزنی مدنظر در محصول (٪wt ۶۰) و نیز درصد جامد رزین (٪wt ۹۰)، مقدار رزین لازم برای آغشته‌سازی الیاف محاسبه شد (بین ٪wt ۵۲ تا ٪wt ۶۰ به نسبت فرایند تهیه کامپوزیت و فشار موجود در آن) و آغشته‌سازی با قلم‌مو انجام شد. سپس الیاف آغشته، روی ورق‌هایی از جنس تفلون قرار داده شد و به‌منظور پخت مرحله B، به‌مدت ۱۲۰ min درون آون با دمای ۹۰°C قرار گرفت. زمان و دمای بیان‌شده، با توجه به آزمون جریان‌یابی انتخاب شد (استاندارد ASTM D3531). مراحل انجام‌شده در شکل ۱ آمده است. ضخامت هر لایه پیش‌آغشته در این مرحله حدود ۰/۱۷ mm و درصد وزنی الیاف در آن ٪wt ۴۵ تا ٪wt ۵۳ به نسبت فرایند تهیه کامپوزیت و فشار آن است.

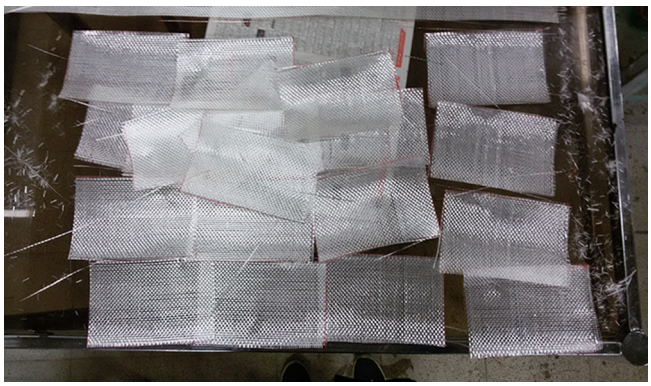
پس از انجام پخت مرحله B، پیش‌آغشته‌ها از آون خارج و از ورق‌های تفلون جدا شدند. برای پخت در فرایند OOA، باید سامانه خلأ بسته می‌شد. پیش‌آغشته‌ها به تعداد لازم با توجه به ضخامت مدنظر، روی صفحه‌ای فلزی دارای یک لایه تفلون قرار داده شدند. برای خروج رزین اضافی به‌همراه بخار آب تولیدشده حین واکنش پخت رزین، دو لایه صفحه جداکننده (peel ply) (ورق پلاستیکی سوراخ‌دار) روی آن‌ها قرار گرفتند. به‌منظور جذب رزین اضافی و نیز ایجاد محیطی برای انتقال خلأ از یک لایه تنفس (breather) روی صفحه‌های سوراخ‌دار، به‌منظور انتقال خلأ، از یک لوله باریک متصل به لایه تنفس و به‌منظور یکنواختی فشار اعمال‌شده به سامانه از صفحه نازک آلومینیمی استفاده شد. سرانجام سامانه با استفاده از کیسه خلأ بسته و از نوار لاستیکی ویژه برای آب‌بندی آن استفاده شد. در نهایت به‌منظور پخت نمونه، سامانه خلأ دارای فشار خلأ برابر با ۰/۹ bar تا انتهای مراحل پخت، داخل اتوکلاو بدون اعمال فشار با دمای ۱۶۰°C و به‌مدت ۱۲۰ min قرار داده شد. نرخ افزایش دما در اتوکلاو تا رسیدن به دمای ۱۶۰°C، به‌طور متوسط ۴/۵ °C/min است. دلیل استفاده از اتوکلاو برای گرمادهی، یکسان‌بودن دمای پخت در فرایند اتوکلاو و OOA و اجتناب از ایجاد خطاست. فشار خلأ طی پخت یکسان و به‌طور متوسط برابر مراحل انجام‌شده در شکل ۲ قابل مشاهده است.

به‌منظور پخت نمونه در فرایند اتوکلاو، سامانه خلأ به روش بیان‌شده

آماده شد و داخل اتوکلاو قرار گرفت. دمای اتوکلاو روی ۱۶۰°C تنظیم و سامانه به‌مدت ۱۲۰ min داخل اتوکلاو و در فشار ۳ bar پخت شد. با هر یک از دو روش بیان‌شده دو نمونه در ضخامت‌های ۱ و ۹ mm تهیه شد. برای یکسان‌سازی ضخامت در هر گروه ضخامت، از تغییر تعداد لایه‌های پیش‌آغشته‌ها استفاده شد. بدین صورت که در نمونه‌های با ضخامت ۱ mm تعداد لایه‌ها در هر دو فرایند ۶ لایه و در نمونه‌های با ضخامت ۹ mm در فرایند OOA، تعداد لایه‌ها ۴۶ و در نمونه‌های با این ضخامت در فرایند دیگر ۵۰ لایه قرار داده شد.

آزمون‌ها

مدول و استحکام خمشی نمونه‌های تهیه‌شده طبق استاندارد ASTM D7264 به‌دست آمد. برای هر شرایط، پنج نمونه با ابعاد استاندارد (عرض نمونه‌ها همگی ۱۳ mm، ضخامت آن‌ها برابر با ضخامت ورق ساخته‌شده یعنی ۱، ۳، ۶ و ۹ mm و طول نمونه طبق استاندارد، ۱۶ برابر ضخامت متوسط هر مجموعه نمونه انتخاب شد) برش داده شد و سپس نمونه‌ها با سرعت ۱ mm/min در آزمون خمش قرار گرفتند و میانگین مدول و استحکام آن‌ها به‌عنوان مدول و استحکام نمونه تهیه‌شده گزارش شد. به‌منظور بررسی و مقایسه استحکام بین‌لایه‌ای و مقاومت در برابر تورق کامپوزیت‌های تهیه‌شده از آزمون استحکام برشی تیر کوتاه استفاده شد [۱۷]. برای هر شرایط، پنج نمونه طبق ابعاد موجود در استاندارد ASTM D2344 برش داده شد (ابعاد نمونه‌ها برای نمونه‌های با ضخامت ۳ mm، عرض ۶ و طول ۱۸ mm و برای نمونه‌های با ضخامت ۶ mm، عرض ۱۲ و طول ۳۶ mm بود) و بر اساس شرایط استاندارد (سرعت ۱ mm/min) در آزمون قرار گرفتند. اندازه‌گیری درصد حباب موجود در کامپوزیت‌های تهیه‌شده طبق استاندارد ASTM D2734 انجام شد. بدین منظور از هر نمونه پنج قطعه کوچک برش داده شد و درصد حباب آن‌ها اندازه‌گیری و محاسبه شد. مقایسه مقدار پخت در نمونه‌های با ضخامت زیاد و نمونه‌های کم‌ضخامت، با



(a)



(b)



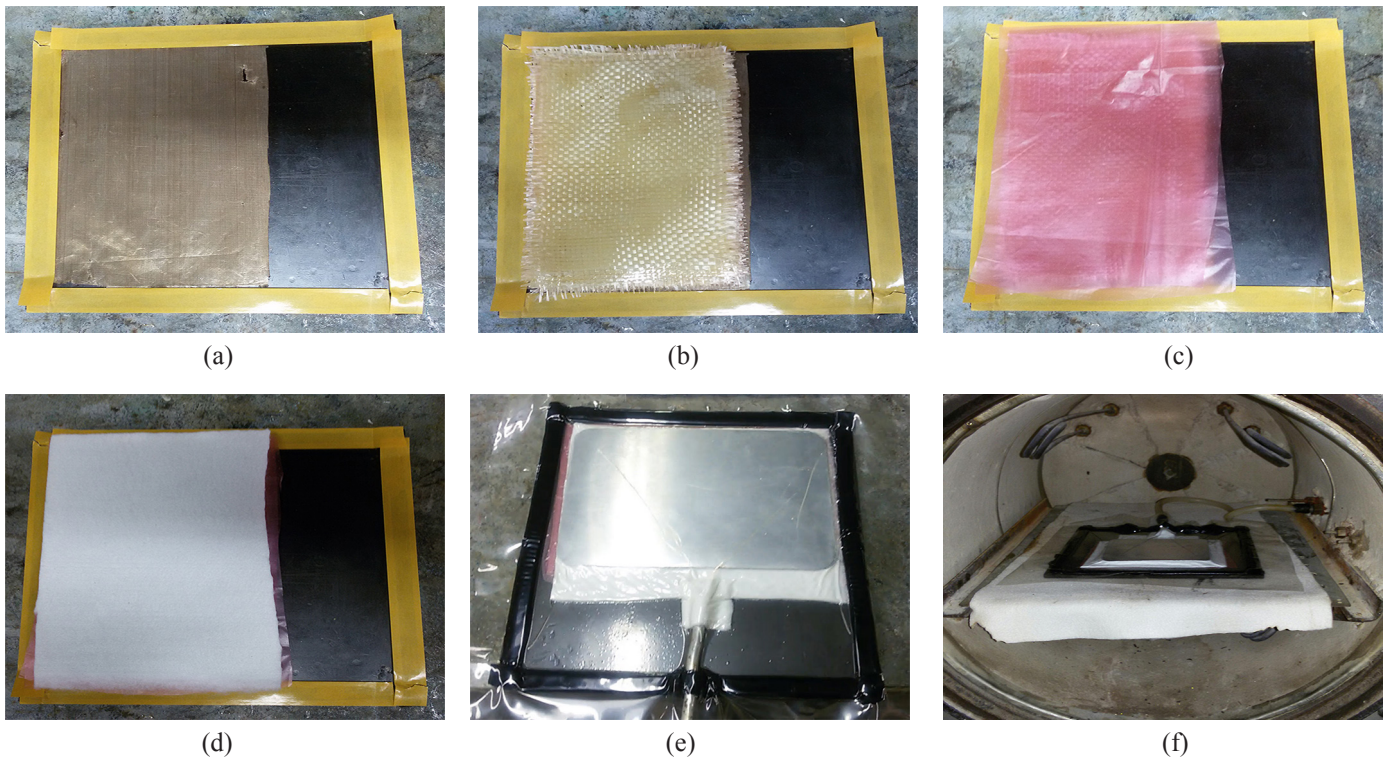
(c)



(d)

شکل ۱- مراحل تهیه پیش‌آغشته‌ها: (a) برش الیاف، (b) آغشته‌سازی الیاف با رزین، (c) گرمادهی پیش‌آغشته‌شده درون آون و (d) جداسازی پیش‌آغشته‌ها از صفحه‌های تفلون.

Fig.1. Steps of preparation of prepregs: (a) cutting fiberglass fabrics, (b) impregnation of fibers by resin, (c) heating up prepregs in oven, and (d) separation of prepregs from teflon papers.



شکل ۲- مراحل بستن سامانه خلأ و پخت کامپوزیت در فرایند OOA: (a) چسباندن نوار لاستیکی آب‌بند و قرارگیری صفحه تفلون، (b) قرارگیری پیش‌آغشته‌ها، (c) قرارگیری صفحه جداکننده، (d) قرارگیری لایه تنفس، (c) قرارگیری صفحه آلومینیمی و کیسه خلأ و کنترل آب‌بندی با اعمال خلأ به‌کمک پمپ و (d) قرارگیری سامانه داخل اتوکلاو و اتصال به خلأ.

Fig. 2. Steps of vacuum baging and curing of composites in OOA process: (a) adhering seeling tape and putting teflon paper, (b) putting prepregs, (c) putting peel ply, (d) putting breather cloth, (e) putting aluminum sheet and vacuum bag, and checking vacuum performance by a vacuum pump, and (f) putting system in autoclave and joining it to vacuum port.

آزمون DSC و مطابق با استاندارد ASTM D3418 انجام شد. در این آزمون نمونه در جو نیتروژن از دمای محیط تا ۳۰۰°C و با سرعت گرمادهی ۱۰°C/min گرم شده و با استفاده از نتایج آزمون درصد پخت نمونه‌ها مقایسه شد. به‌منظور بررسی نقص‌های موجود در نمونه‌ها و سطح شکست نمونه‌ها پس از آزمون خمش، نمونه‌ها با میکروسکوپی نوری مطالعه شدند. از تصاویر تهیه‌شده برای بررسی حالت شکست هر یک از نمونه‌ها و نیز توجیه مقدار خواص فیزیکی-مکانیکی آن‌ها استفاده شد. برای ارزیابی شکل‌شناسی سطح شکست نمونه‌های کامپوزیتی، مقدار نفوذ رزین در میان الیاف، چسبندگی رزین به الیاف و نقص‌های موجود در نمونه، سطح نمونه‌ها پس از آزمون خمش با میکروسکوپی الکترونی پویشی مطالعه شد. پیش از انجام آزمون به‌دلیل نارسانایی صفحه‌های کامپوزیتی، تمام نمونه‌ها با لایه‌ای از طلا پوشش یافتند. به‌منظور بررسی درصد الیاف نمونه‌ها، از هر نمونه پنج قطعه برش داده شد، در کوره با دمای ۶۰۰°C به‌مدت ۳ h سوزانده شده و با استاندارد ASTM D3171 و مقدار میانگین به‌عنوان درصد الیاف کامپوزیت گزارش شد.

نتایج و بحث

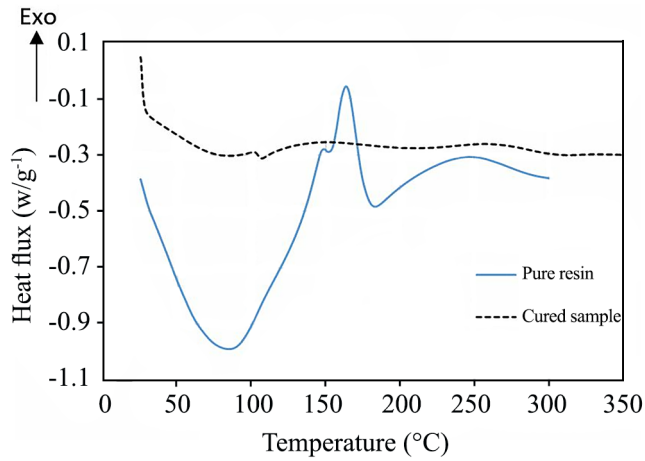
به‌منظور بررسی اثر فرایند در ضخامت‌های کم و زیاد، دو صفحه کامپوزیتی با ضخامت‌های ۱ و ۹ mm با ابعاد ۱۳×۲۰ cm با اعمال خلأ در OOA و دو صفحه با همین ابعاد با اعمال خلأ در اتوکلاو با فشار ۳ bar تهیه شدند. درصد رزین مصرفی برای آغشته‌سازی الیاف در مرحله پیش از پخت مرحله B، طوری محاسبه و اندازه‌گیری شد که درصد وزنی الیاف در تمام نمونه‌ها ۱±۶۰ باشد و درستی این موضوع با آزمون درصد الیاف بررسی شد. سپس برای مقایسه خواص فیزیکی-مکانیکی، تمام نمونه‌ها در آزمون‌های مختلفی قرار گرفتند که در ادامه نتایج آن‌ها بررسی می‌شود. درباره کدگذاری نمونه‌ها شایان ذکر است، حرف A نمایانگر نمونه‌های تهیه‌شده با روش اتوکلاو و O برای نمونه‌های تهیه‌شده فقط با کیسه خلأ بوده، اعداد ۱ و ۹ در کدها، نشان‌دهنده ضخامت قطعه است.

بررسی پخت در نمونه‌ها

برای اطمینان از پخت کامل کامپوزیت‌های تهیه‌شده، یکی از نمونه‌های با ضخامت ۹ mm برای بررسی مقدار پخت در آزمون DSC قرار گرفت. در نمودار شکل ۳ مقدار پخت بخش مرکزی نمونه (نسبت به ضخامت، طول و عرض) با رزین خالص دارای پخت کامل مقایسه شده است. نمودار DSC رزین رزول دو پیک اصلی گرمازا دارد که اولی به واکنش‌های پخت آن (واکنش تراکمی گروه‌های هیدروکسی متیل با موقعیت‌های واکنش نداده حلقه فنول یا با خود) [۲۲] و دومی به تکمیل این واکنش‌ها در دمای بیشتر مربوط است [۲۳]. نکته دیگر در این منحنی اختلال گرماگیری است که در پیک اول گرمازا مشاهده شده است. توجیه این پدیده می‌تواند به بسته‌بودن ظرف آزمون (pen) DSC مرتبط باشد. آزادشدن آب ناشی از واکنش تراکمی سبب ایجاد فشار در ظرف و در نتیجه ایجاد روزنه در آن می‌شود که سبب ظهور پیک گرماگیر در میانه پیک اصلی پخت شده است. نکته مهم اینکه نسبت سطح زیر نمودار نمونه پخت‌شده (پس از بهنجارشدن) به سطح زیر نمودار مربوط به پخت رزین خالص، بیانگر درصد پخت انجام‌نشده نمونه است. با توجه به مقدار رزین در کامپوزیت، نسبت سطح بهنجارشده پیک رزین پخت‌شده به پیک رزین خالص با نرم‌افزار Origin، حدود ٪۸/۶ به‌دست آمده که نشان‌دهنده پخت تقریباً کامل آن است. بنابراین احتمال بروز خطا به‌دلیل نایکنواختی پخت در نمونه‌ها یا پخت ناقص نمونه‌های با ضخامت زیاد از بین می‌رود.

آزمون خمش نمونه‌های ساخته‌شده با روش اتوکلاو

در شکل ۴ نمودار تنش-کرنش نمونه A-T1 در آزمون‌های خمش و بعضی از تصاویر حین شکست آن نشان داده شده است. توضیح اینکه

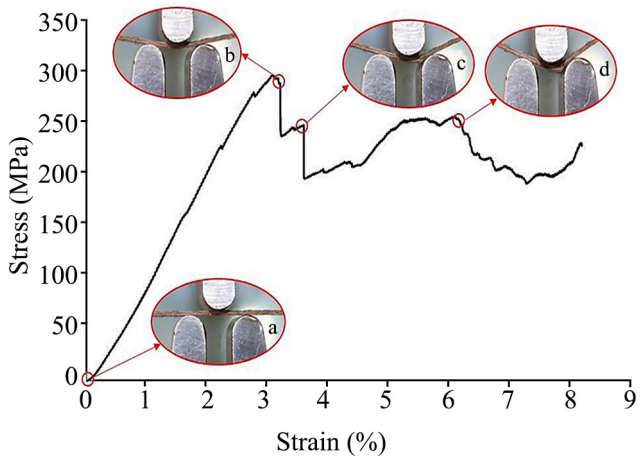


شکل ۳- گرمانگاشت DSC نمونه پخت‌شده و رزین خالص.

Fig. 3. DSC thermogram of the cured sample and pure resin.

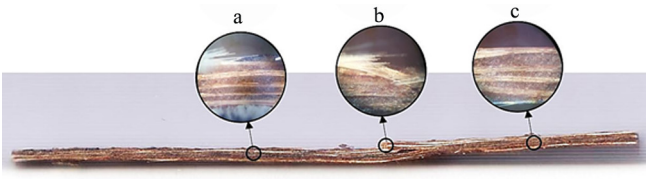
در آزمون خمش سه حالت شکست فشاری در قوس داخلی، کششی در قوس بیرونی و برشی در میان نمونه وجود دارد که براساس مقدار استحکام نمونه در هر یک از آن‌ها، شکست اصلی در یکی از این حالت‌ها اتفاق می‌افتد [۲۴]. در این نمونه به‌دلیل ضخامت بسیار کم، تنش برشی وارد بر نمونه بسیار ناچیز بوده [۲۵] و با توجه به اینکه استحکام فشاری کمتر از استحکام کششی است [۲۶]. آغاز شکست نمونه در حالت فشاری اتفاق می‌افتد [۲۷]. همان‌طور که دیده می‌شود، نمونه تا کرنش حدود ٪۳/۲ مقاومت کرده و تا پیش از این مقدار کرنش، شکست شایان توجهی که باعث کاهش شیب نمودار تنش-کرنش شود، وجود ندارد. در این کرنش، با شکنج (kink) و چین‌خوردگی لایه‌های بالایی شکست اصلی نمونه اتفاق افتاده است [۲۶،۲۸] و کاهش ناگهانی مقدار تنش در نمودار تنش-کرنش دیده می‌شود (شکل ۴ (b)) پس از آن با چین‌خوردگی بیشتر لایه‌ها و پیش‌روی آن به سمت مرکز نمونه، شکست‌های متوالی در نمونه باعث کاهش‌های متوالی در نمودار تنش-کرنش می‌شود.

در شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ نوری از بخش‌هایی از سطح نمونه پس از آزمون خمش نشان داده شده است. این تصاویر تأیید می‌کند، حباب‌های بزرگ و نقص‌های شایان توجهی در این نمونه دیده نمی‌شود. همچنین، تصویر چین‌خوردگی لایه‌های بالایی در شکل ۵ (b) حاکی از حالت شکست فشاری نمونه است [۲۸]. در نمودارهای تنش-کرنش گروه نمونه‌های A-T1، پس از کاهش اصلی در نمودار، تا کرنش‌های زیاد تنش در محدوده‌ای ثابت باقی مانده است. این موضوع حاکی از آن است که نمونه پس از شکست



شکل ۴- نمودار تنش-کرنش و تصاویر نمونه A-T1 طی آزمون خمش.

Fig. 4. Stress-strain diagram and photos of bending test of A-T1 sample.



شکل ۵- تصاویر میکروسکوپی نوری نمونه A-T1 پس از آزمون خمش.

Fig. 5. Optical microscopy photos of A-T1 sample after bending test.

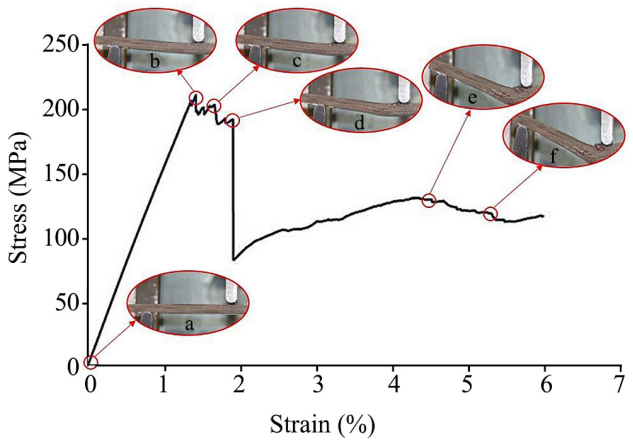
اصلی، مقاومت خود را حفظ کرده است. دلیل این موضوع می‌تواند فشار مناسب اتوکلاو به‌همراه ضخامت کم نمونه باشد که باعث شده است، فشار در سطح کمتری توزیع شده و نیروی بیشتری به هر لایه اعمال شود. بنابراین ضخامت بین‌لایه‌ای کاهش و استحکام بین‌لایه‌ای افزایش یافته است [۲۹].

در شکل ۶ نمودار تنش-کرنش آزمون خمش یکی از نمونه‌های A-T9 نشان داده شده است. همان‌طور که دیده می‌شود، نمونه تا حدود کرنش ۱/۵٪ مقاومت کرده است و در این کرنش چین‌خوردگی لایه‌های رویی آغاز می‌شود. این چین خوردگی‌ها باعث کاهش‌های کوچکی در نمودار تنش-کرنش می‌شود و روند افزایشی نمودار را متوقف می‌کنند، به‌طوری که تا حدود کرنش ۲٪ تنش در حدود مقدار ۲۰۰ MPa ثابت می‌ماند. در این کرنش به‌صورت آنی شکست و چین‌خوردگی لایه‌ها از لایه‌های بالایی نمونه گسترش یافته و از لایه‌ای به لایه‌ی دیگر انتقال می‌یابد، تا اینکه تقریباً کل ضخامت نمونه را دربرمی‌گیرد. این گسترش چین‌خوردگی‌ها به‌طور گسترده و در عین حال آنی، باعث کاهش شدید و اصلی نمودار تنش-کرنش می‌شود (شکل ۶ (d)). پس از آن بازشدگی چین‌خوردگی‌های ایجادشده موجب افزایش کرنش زیادی شده است، اما به‌دلیل نیازنداشتن به‌مقدار شایان توجهی از تنش، مقدار تنش پس از طی روند کند افزایشی، تقریباً ثابت می‌شود [۳۰].

در تمام نمودارهای تنش-کرنش نمونه‌های A-T9 مقدار تنش پس از اولین شکست تا حدود کرنش ۲٪ در مقدار ثابتی باقی مانده است و پس از کاهش اصلی نمودار نیز افزایش چندانی نمی‌یابد. با افزایش ضخامت، استحکام در نمونه‌ها کاهش نشان داد که علت آن می‌تواند افزایش تنش برشی با ازدیاد ضخامت در نمونه باشد. از طرفی مقایسه تصاویر میکروسکوپ نوری نشان داد، با افزایش ضخامت، حباب‌های درشت و نقص‌ها نیز افزایش یافته‌اند. بنابراین تنش برشی اعمال‌شده می‌تواند ترک‌های حاصل از خود را راحت‌تر ایجاد کند و رشد دهد که باعث کاهش استحکام می‌شود [۲۹،۳۱]. مدول هر نمونه در آزمون خمش با استحکام رابطه مستقیم و با کرنش رابطه عکس دارد [۲۵].

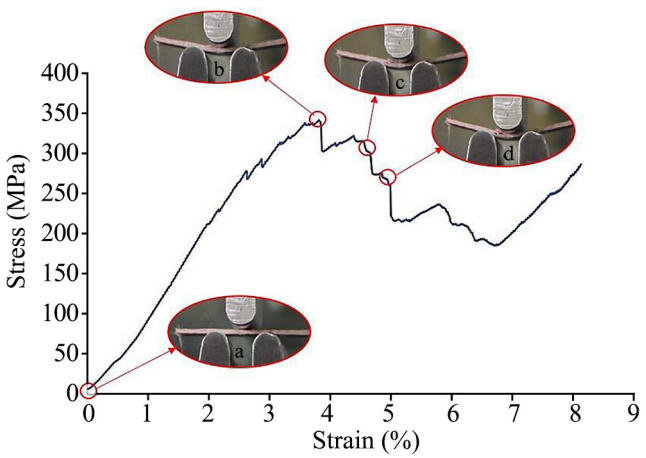
آزمون خمشی نمونه‌های ساخته‌شده با روش OOA

همانند روش اتوکلاو، دو نمونه نیز با همان ضخامت‌های ۱ و ۹ mm با روش OOA در دمای مشابه روش اتوکلاو تهیه شدند و در آزمون‌های مختلف قرار گرفتند. در شکل ۷ نمونه‌ای از منحنی تنش-کرنش آزمون خمش مربوط به نمونه O-T1 نشان داده شده است. همان‌طور که دیده می‌شود، پیش از شکست اصلی، شکست‌های متوالی خفیف در سطح نمونه باعث کاهش‌های کوچکی در نمودار تنش-کرنش شده تا اینکه سرانجام چین‌خوردگی لایه‌های رویی باعث شکست اصلی نمونه می‌شود. این چین‌خوردگی به‌تدریج به سمت مرکز نمونه



شکل ۶- نمودار تنش-کرنش و تصاویر نمونه A-T9 طی آزمون خمش.

Fig. 6. Stress-strain diagram and photos of bending test of A-T9 sample.



شکل ۷- نمودار تنش-کرنش و تصاویر نمونه O-T1 طی آزمون خمش.

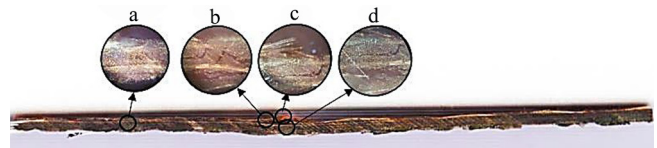
Fig. 7. Stress-strain diagram and photos of bending test of O-T1 sample.

پیش می‌رود و شکست‌های بیشتری را سبب می‌شود [۲۶].

تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه پس از آزمون خمش در شکل ۸ آمده است. این تصاویر نشان‌دهنده نقص‌های بیشتری نسبت به نمونه A-T1 است که باعث پیشروی ترک در بین لایه‌های نمونه شده است. از جمله این نقص‌ها می‌توان به رشد ترک در راستای ضخامت (شکل ۸ (d)) ناشی از افزایش ضخامت میان‌لایه اشاره کرد که دلیل آن کاهش فشار این فرایند نسبت به فرایند اتوکلاو است [۲۹]. همچنین، چین‌خوردگی لایه‌های سطحی در شکل ۸ (c) به‌خوبی دیده می‌شود.

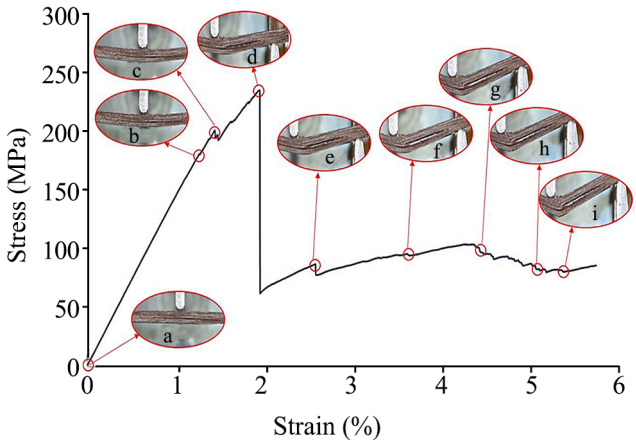
از میان پنج نمونه خمش در نمونه O-T9، در یک نمونه شروع شکست در حالت فشاری اتفاق افتاد، اما در چهار نمونه دیگر تورق کامل به‌عنوان حالت شکست اصلی ظاهر شد. در شکل ۹ نمودار تنش-کرنش یکی از نمونه‌های دارای شکست به‌طور عمده فشاری آورده شده است. همان‌طور که دیده می‌شود، شکست ابتدا از حالت فشاری روی سطح بالایی آغاز شده است. بدین ترتیب با توجه به نمودار تنش-کرنش، ابتدا یک شکست فشاری کوچک روی پوسته اتفاق افتاده است. اما این شکست در همان لایه‌های بالایی باقی می‌ماند و ادامه پیدا نمی‌کند، بنابراین نمونه مقاومت خود را حفظ می‌کند. سپس با اعمال تنش بیشتر، چین‌خوردگی لایه‌ها اتفاق می‌افتد و باعث جدایش بین‌لایه‌ای از محل نقص نیز می‌شود [۳۶]. این نقص در لایه‌های نیمه پایینی نمونه وجود دارد و در تصاویر میکروسکوپ نوری شکل ۱۰ (e) و (f) به‌صورت نواحی غنی از رزین به‌خوبی قابل مشاهده است.

با توجه به اینکه افزایش بیش از حد ضخامت چسب باعث کاهش استحکام برشی می‌شود [۳۱]، هم‌زمان با ایجاد شکست فشاری در سطح، نمونه در محل این نقص قابلیت تحمل تنش برشی وارده را ندارد و دچار جدایش بین‌لایه‌ای شده است [۳۲]. ضمن آنکه، به‌دلیل آزادسازی بخار آب حین فرایند پخت، در این قسمت به‌دلیل بیشتربودن مقدار رزین، بخار آب بیشتری تولید شده و در نتیجه حباب بیشتری در نمونه ایجاد شده است (شکل ۱۰ (e) و (f)). تمرکز تنش در اطراف حباب‌ها باعث شروع شکست از آن نقاط شده، جدایش بین‌لایه‌ای را سبب می‌شود [۲۶]. از طرف دیگر، جدایش بین‌لایه‌ای



شکل ۸- تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه O-T1 پس از آزمون خمش.

Fig. 8. Optical microscopy photos of O-T1 sample after bending test.

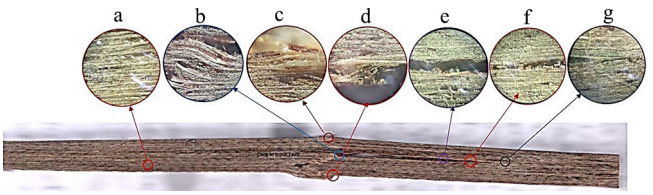


شکل ۹- نمودار تنش-کرنش و تصاویر نمونه O-T9 (حالت شکست فشاری) طی آزمون خمش.

Fig. 9. Stress-strain diagram and photos of bending test of O-T9 sample (compressive fracture).

در محل نقص، تا انتها ادامه نداشته است. دلیل این موضوع آن است که نقص نام‌برده تا جایی پیش می‌رود که به ناحیه کم‌رزین برخورد کند و با سازوکار محدودکردن کرک (crack pinning) متوقف شود (شکل ۱۰ (g)) [۳۰]. پس از ایجاد شکست اصلی به‌دلیل وقوع هم‌زمان شکست فشاری در سطح و جدایش بین‌لایه‌ای در بخش میانی نمونه که در شکل ۹ مشخص است، خمش و شکست الیاف در لایه‌های بین محل جدایش بین‌لایه‌ای و سطح، باعث کاهش‌های خفیف و متعددی در نمودار تنش-کرنش شده است. در نهایت شکست کششی در لایه پایینی نمونه باعث کاهش خفیف دیگری در نمودار تنش-کرنش شده که تصویر آن در شکل ۱۰ (d) قابل مشاهده است. در شکل ۱۰ (b)، (c) و (d) به‌ترتیب چین‌خوردگی لایه‌ها ناشی از شکست فشاری، شکست فشاری سطح بالایی نمونه [۲۸] و شکست کششی سطح پایینی نمونه دیده می‌شود.

نتایج حاکی از آن است که با افزایش ضخامت، استحکام کاهش می‌یابد. مقایسه تصاویر میکروسکوپ الکترونی موجود در بخش‌های بعدی نشان می‌دهد، با افزایش ضخامت تعداد و اندازه نقص‌ها افزایش می‌یابد، همچنین با افزایش ضخامت تنش برشی در نمونه‌ها بیشتر می‌شود و می‌تواند ترک‌های حاصل از خود را با نقص‌های یادشده راحت‌تر گسترش دهد. همین موضوع باعث کاهش استحکام می‌شود. اما حالت شکست در نمونه O-T9 با سایر نمونه‌های فرایند OOA متفاوت بوده و ٪۸۰ به‌صورت شکست برشی و ورقه‌ای‌شدن است. در حالت شکست برشی عامل کنترل‌کننده شکست، استحکام بین‌لایه‌ای است که این نقش را رزین ایفا می‌کند. به‌دلیل چقرمگی



شکل ۱۰- تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه O-T9 پس از آزمون خمش (رفتار شکست به‌طور عمده فشاری).

Fig. 10. Optical microscopy photos of O-T9 sample after bending test.

بیشتر رزین نسبت به الیاف و کامپوزیت، در این حالت نمونه در کرنش بیشتری دچار شکست می‌شود، بنابراین نمودار تنش-کرنش تا تنش‌های بیشتری ادامه یافته و استحکام افزایش می‌یابد.

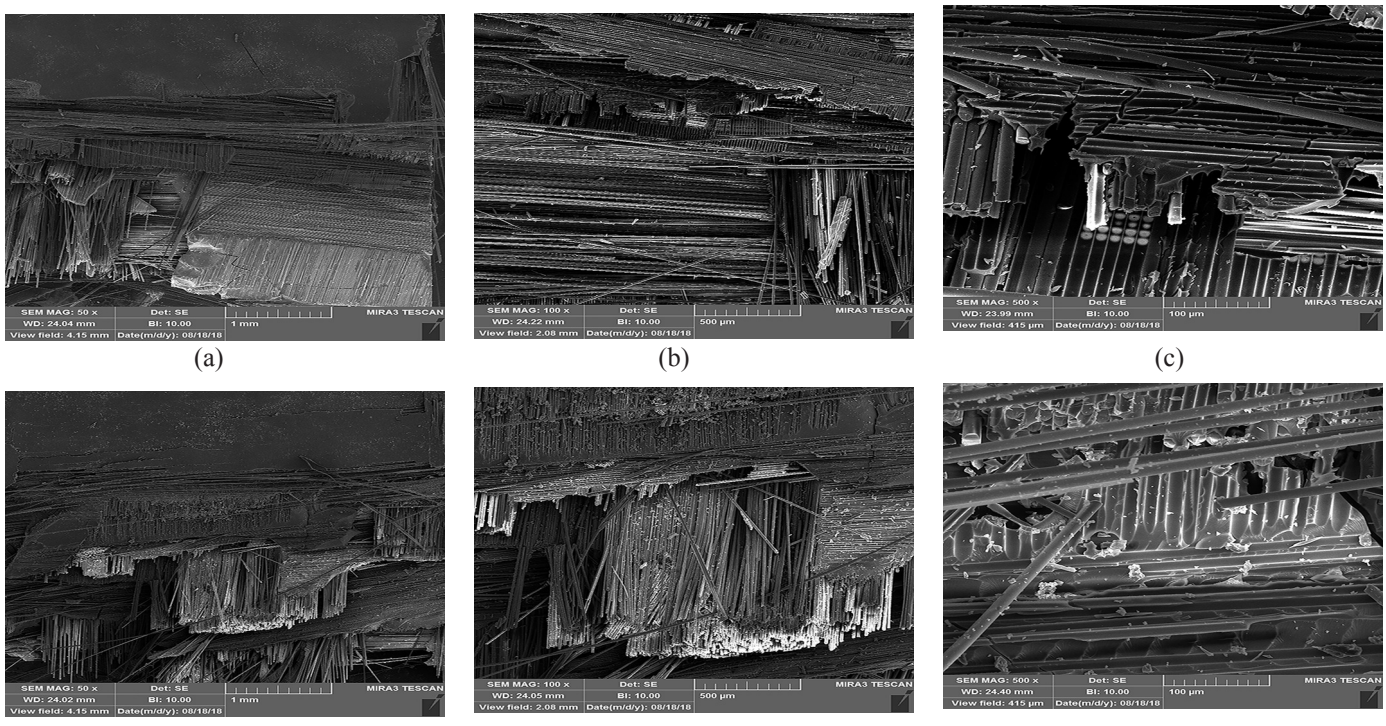
مقایسه شکل‌شناسی نمونه‌های ساخته‌شده با دو روش

در شکل ۱۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی نمونه‌ها با ضخامت ۱ mm در هر دو فرایند با بزرگ‌نمایی‌های مختلف آمده است. همان‌طور که در شکل ۱۱ (b) دیده می‌شود، در نمونه‌های OOA جای خالی الیاف روی رزین پس از شکست به‌خوبی دیده می‌شود. این موضوع نشان می‌دهد، در این نمونه پس از شکست، الیاف به‌طور کامل از رزین جدا شده‌اند.

اما در تصاویر شکل ۱۱ (a) که مربوط به نمونه اتوکلاو است، بیرون‌زدگی الیاف از رزین در طول بسیار کمی است و رزین و الیاف پس از شکست به یکدیگر متصل هستند. همان‌طور که پیش‌تر بیان شد، دلیل این تفاوت‌ها اختلاف فشار در دو فرایند است. با افزایش فشار در ضخامتی ثابت، ضخامت بین‌لایه کاهش و در نتیجه استحکام بین‌لایه‌ای افزایش می‌یابد. در واقع، اتصال رزین و الیاف در میان‌لایه بهبود یافته و جدایش آن‌ها پس از شکست کمتر اتفاق می‌افتد [۲۶،۲۹،۳۱].

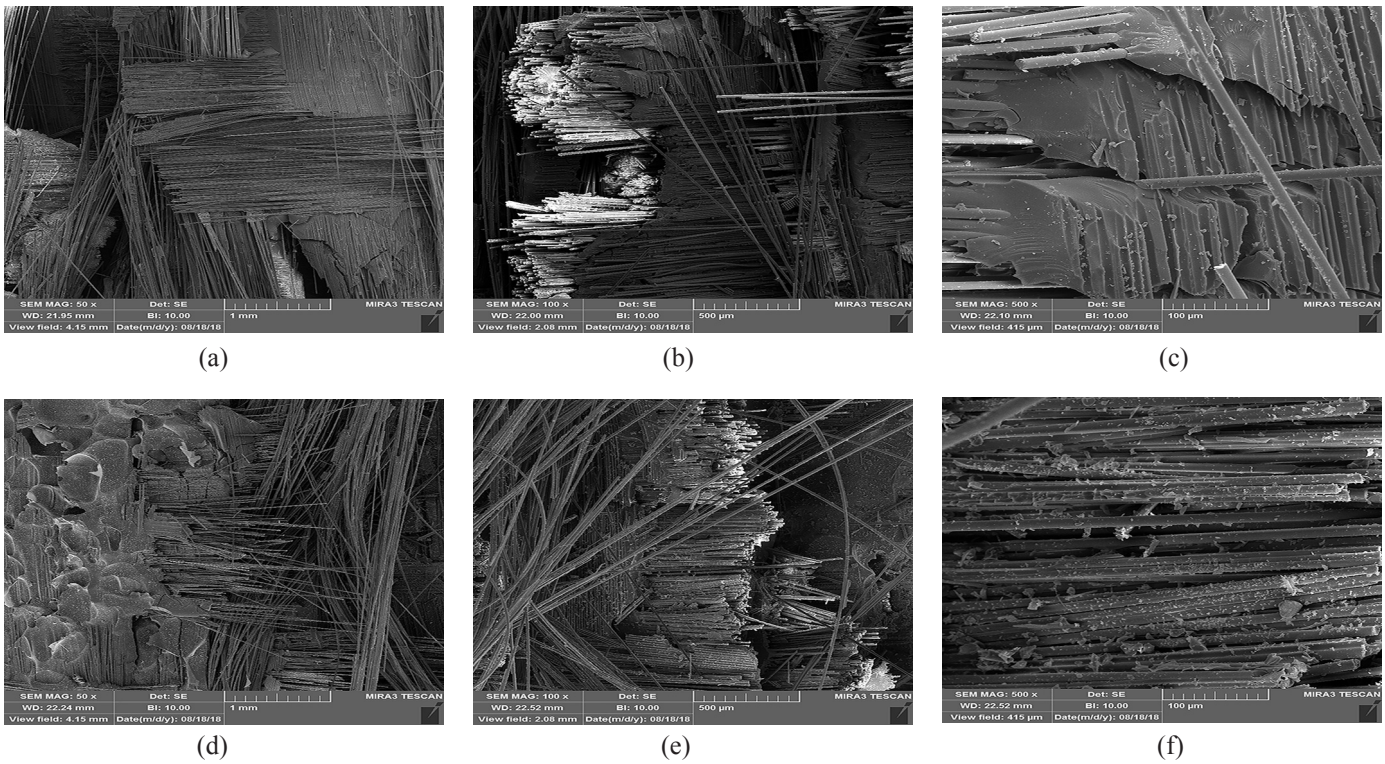
تصاویر میکروسکوپ الکترونی نمونه‌ها با ضخامت ۹ mm در شکل ۱۲ مشاهده می‌شود. در نمونه OOA (شکل ۱۲(b))، الیاف پس از شکست به‌طور کامل از رزین جدا شده و نیز حفره‌های زیادی ناشی از حباب‌ها در نمونه دیده می‌شود که این موضوع نشان‌دهنده اتصال بسیار ضعیف و نفوذ نامناسب رزین در میان الیاف است.

در شکل ۱۲ (a)، دیده می‌شود، رزین به‌طور بسیار مناسبی فضاهای خالی بین الیاف را پر کرده و بیرون‌زدگی الیاف از رزین در طول بسیار کوتاهی اتفاق افتاده است که این موضوع به اتصال بهتر الیاف و رزین در نمونه اتوکلاو اشاره دارد. مقایسه تصاویر در این بخش نشان می‌دهد، در هر دو فرایند با افزایش ضخامت، نفوذ رزین در الیاف و



شکل ۱۱- ریزنگارهای SEM نمونه‌های با ضخامت ۱ mm: (a) نمونه اتوکلاو و (b) نمونه OOA.

Fig. 11. SEM micrographs of 1 mm thickness samples: (a) autoclave sample, and (b) OOA sample.



شکل ۱۲- ریزنگارهای SEM نمونه‌های با ضخامت ۹ mm: (a) نمونه اتوکلاو و (b) نمونه OOA.

Fig. 12. SEM micrographs of 9 mm thickness samples: (a) autoclave sample, and (b) OOA sample.

چسبندگی رزین به الیاف کاهش می‌یابد. همچنین در نمونه‌های OOA با افزایش ضخامت، اندازه حفره‌های ناشی از حباب‌ها افزایش می‌یابد. توضیح اینکه با افزایش ضخامت، تعداد لایه‌ها افزایش می‌یابد و فشار به سطح بیشتری از لایه‌ها اعمال می‌شود. این موضوع موجب کاهش نیروی اعمال‌شده به هر لایه می‌شود، ضخامت بین‌لایه را افزایش، استحکام بین‌لایه‌ای را کاهش و تعداد و اندازه حباب‌های درشت را افزایش می‌دهد [۲۴،۲۹،۳۱].

مقایسه مشخصات نمونه‌های ساخته‌شده با دو روش

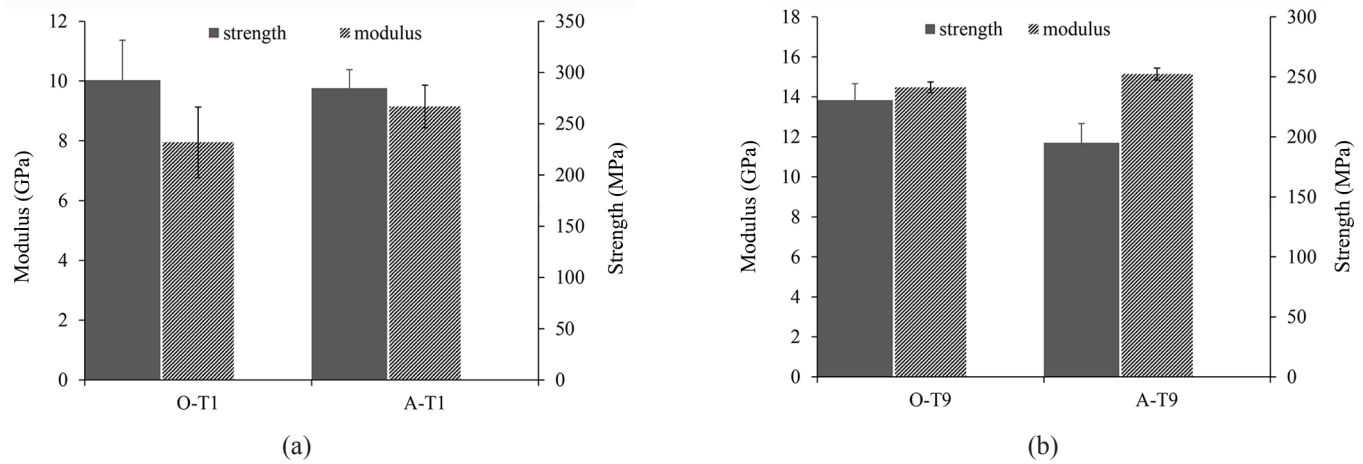
در هر نمونه ضخامت پنج بخش از آن اندازه‌گیری و مقدار میانگین به‌عنوان ضخامت نمونه ثبت شد. همچنین، برای هر نمونه پنج آزمون تعیین درصد حباب و پنج آزمون تعیین درصد الیاف انجام و در هر نمونه میانگین این اعداد محاسبه و ثبت شد که نتایج حاصل در جدول ۱ آمده است. بررسی نتایج این جدول نشان می‌دهد، در هر دو مجموعه نمونه‌های اتوکلاو و OOA، درصد حباب در ضخامت ۹ mm، زیاد و در مقداری حدود ۱ ± ۱۵٪ قرار دارد.

نمودارهای میانگین مدول و استحکام خمشی نمونه‌ها در شکل ۱۳ نشان داده شده است. همان‌طور که دیده می‌شود، استحکام و مدول نمونه‌های اتوکلاو و OOA در ضخامت ۱ mm تقریباً یکسان است. با توجه به نتایج جدول، در نمونه‌های با ضخامت ۱ mm، درصد

جدول ۱- مشخصات کلی نمونه‌ها.

Table 1. Specifications of samples.

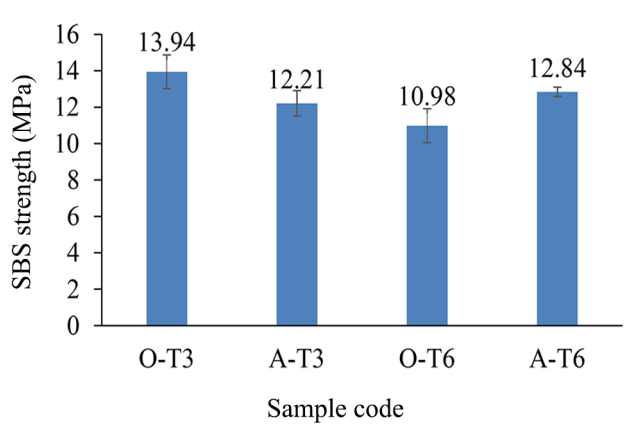
Sample	Thickness (mm)	Weight percentage of fibers (W_f)	Volume percentage of resin (V_m)	Bubble percentage (V_v)	Volume percentage of fibers
O-T1	1.25	60.57	53.85	2.84	43.31
A-T1	1.00	60.32	53.41	4.52	42.07
O-T9	9.37	60.95	47.65	14.26	38.09
A-T9	9.19	60.66	47.51	14.99	37.50



شکل ۱۳- نمودارهای مدول و استحکام خمشی نمونه‌ها در دو ضخامت.

Fig. 13. modulus and bending strength diagrams of samples in two thicknesses.

حباب نمونه OOA و نمونه اتوکلاو به‌ترتیب ۲/۸۴ و ۴/۵۲٪ بوده که باعث برابرشدن استحکام این دو نمونه شده است [۲۶]. این موضوع نشان می‌دهد، در این نمونه‌ها به‌دلیل ضخامت کم، فشار خلأ برای خروج حباب‌ها از سامانه کافی است. در نمونه‌های با ضخامت ۹ mm، استحکام نمونه OOA نسبت به نمونه‌های اتوکلاو بیشتر و مدول آن فقط ۴٪ کمتر است. بازبینی نمونه‌ها نشان داد، حالت شکست در نمونه OOA به‌صورت برشی است و ورقه‌ای شدند، اما در نمونه‌های اتوکلاو به‌صورت شکست فشاری است و ورقه‌ای‌شدن مشاهده نمی‌شود. در حالت شکست برشی عامل کنترل‌کننده شکست، استحکام بین‌لایه‌ای است که این نقش را رزین ایفا می‌کند [۳۳]. به‌دلیل چقرمگی بیشتر رزین نسبت به الیاف و کامپوزیت، در این حالت نمونه در



شکل ۱۴- نمودار استحکام برشی تیر کوتاه نمونه‌های با ضخامت ۳ و ۶ mm

Fig. 14. short beam shear strength diagram of 3 and 6 mm thickness samples.

کرنش بیشتری دچار شکست می‌شود. بنابراین، نمودار تنش-کرنش تا تنش‌های بیشتری ادامه یافته و استحکام افزایش می‌یابد. به‌همین دلیل با وجود فشارزیاد در فرایند اتوکلاو، حالت شکست متفاوت باعث کاهش استحکام آن نسبت به فرایند OOA می‌شود [۲۵،۲۶،۳۰].

آزمون استحکام برشی تیر کوتاه

از هر یک از نمونه‌های دو فرایند، پنج قطعه طبق ابعاد استاندارد ASTM D2344 برش داده شد و در آزمون استحکام برشی تیر کوتاه قرار گرفتند. با توجه به محدودیت ضخامت بیان‌شده در استاندارد و نیز محدودیت تجهیزات در ساخت کامپوزیت با ابعاد زیاد، نمونه‌هایی با دو ضخامت ۳ و ۶ mm برای این آزمون تهیه شدند و برای هر نمونه استحکام تیر کوتاه محاسبه و در شکل ۱۴ مقایسه شدند.

با توجه به شکل ۱۴، در نمونه OOA استحکام تیر کوتاه نمونه‌های با ضخامت ۳ mm از نمونه‌های با ضخامت ۶ mm بیشتر است که این موضوع نشان‌دهنده استحکام بین‌لایه‌ای بیشتر آن‌هاست [۳۴]. مقدار ورقه‌ای‌شدن در آزمون خمش در نمونه‌های با ضخامت ۳ mm از نمونه‌های با ضخامت ۶ mm کمتر است که با نتایج حاصل از آزمون استحکام برشی تیر کوتاه مطابقت دارد. در نمونه اتوکلاو، استحکام تیر کوتاه نمونه با ضخامت ۶ mm، فقط ۵٪ از نمونه با ضخامت ۳ mm بیشتر است. با توجه به اینکه اندازه‌گیری‌ها نشان داد، درصد حباب این نمونه از نمونه با ضخامت ۳ mm بیشتر است، این موضوع باعث کاهش درصد حجمی رزین در آن شده است. بنابراین، باعث افزایش ضخامت چسب در نمونه با ضخامت ۳ mm شده و استحکام تیر کوتاه آن را کاهش داده است [۳۱]. در نمونه‌های با ضخامت ۳ mm، استحکام تیر کوتاه نمونه‌های تهیه‌شده با روش OOA از نمونه‌های

تهیه‌شده با روش اتوکلاو بیشتر است. توضیح اینکه در این نمونه ضخامت در نمونه اتوکلاو از نمونه OOA کمتر شده است، در نتیجه ممان خمشی افزایش یافته و حالت برشی در نمونه کاهش می‌یابد که باعث کاهش استحکام برشی تیر کوتاه در نمونه می‌شود.

نتیجه‌گیری

در نمونه‌های تهیه‌شده با هر دو فرایند، با افزایش ضخامت مدول خمشی افزایش و استحکام کاهش یافت. در هر ضخامت، مدول نمونه اتوکلاو بیشتر از نمونه OOA بود. در ضخامت mm ۹، استحکام نمونه OOA بیشتر بود. دلیل این موضوع تفاوت حالت شکست این نمونه (تورق) با حالت شکست نمونه اتوکلاو (شکست فشاری) است. در حالی که در ضخامت mm ۱، استحکام نمونه‌ها با دو فرایند، تقریباً یکسان هستند. نتایج آزمون میکروسکوپی الکترونی نشان داد، در نمونه‌های تهیه‌شده با هر دو فرایند، با افزایش ضخامت، نفوذ رزین در میان رشته‌های الیاف و چسبندگی الیاف به رزین کاهش و بیرون‌زدگی الیاف از رزین هنگام شکست افزایش می‌یابد. در هر ضخامت، تصاویر میکروسکوپی الکترونی نشان داد، اتصال رزین و الیاف به یکدیگر و نفوذ رزین در میان رشته‌های الیاف در فرایند اتوکلاو نسبت به فرایند OOA بهتر است. نتایج تصاویر میکروسکوپ نوری، نشان داد، در نمونه‌هایی که ورقه‌ای شدند، درصد حباب‌های درشت زیاد بوده است. بر اساس نتایج آزمون درصد حباب، در نمونه‌های تهیه‌شده با روش اتوکلاو و OOA، درصد حباب در ضخامت‌های ۱ و mm ۹ به‌ترتیب ۱± ٪۳/۵ و ۱ ± ٪۱۵ است. نتایج آزمون استحکام برشی تیر کوتاه، حاکی از آن بوده که استحکام بین‌لایه‌ای در نمونه‌های OOA در ضخامت mm ۳ از سایر نمونه بهتر است و در همه نمونه‌ها با افزایش ضخامت کاهش می‌یابد.

قدردانی

از پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران که هزینه طرح، کارگاه و آزمایشگاه کامپوزیت و سایر امکانات انجام این پژوهش را در اختیار گذاشته است، تشکر و قدردانی می‌شود.

مراجع

1. Ekuase O.A., Anjum N., Eze V.O., and Okoli O.I., A Review on the Out-of-Autoclave Process for Composite Manufacturing, *J. Compos. Sci*., **6.6**, 172, 2022.
2. Babukiran B.V and Harish G, Influence of Resin and Thickness of Laminate on Flexural Properties of Laminated Composites, *Int. J. Innov. Sci. Eng. Technol*., **3**, 279–287, 2014.
3. Tracy J.J and Pardoen G.C., Effect of Delamination on the Flexural Stiffness of Composite Laminates, *Thin-Walled Struct*., **6**, 371–383, 1988.
4. Kratz J., Hsiao K., Fernlund G., and Hubert P., Thermal Models for MTM45-1 and Cycom 5320 Out-of-Autoclave Prepreg Resins, *J. Compos. Mater*., **47**, 341-352, 2013.
5. Agius S.L. and Fox B.L., Rapidly Cured Out-of-Autoclave Laminates: Understanding and Controlling the Effect of Voids on Laminate Fracture Toughness, *Compos. A: Appl. Sci.*, **73**, 186-194, 2015.
6. Barzoki P. Kheirkhah M. Latifi, and Rezadoust A.M., The Outstanding Effect of Nanomat Geometry on the Interlaminar Fracture Toughness Behavior out of Autoclave Made Glass/ Phenolic Composites under Mode-I Loading, *Eng. Fract. Mech*., **205**, 108-119,2019.
7. Kim J.W., Kim H.G., and Lee D.G., Compaction of Thick Carbon/Phenolic Fabric Composites with Autoclave Method, *Compos. Struct.,* **66**, 467–477, 2004.
8. Tavares S. S., Michaud V., and Månson J.A.E., Assessment of semi-impregnated Fabrics in Honeycomb Sandwich structures, *Compos. A: Appl. Sci*., **41**, 8-15, 2010.
9. Centea T. and Hubert, Measuring the Impregnation of an Out-of-Autoclave Prepreg by Micro-CT, *Compos. Sci. Technol.*, **71**, 593-599, 2011.
10. de Almeida S.F.M. and dos Z. Neto S.N., Effect of Void Content on the Strength of Composite Laminates, *Compos. Struct*., **28**, 139-148, 1994.
11. Hyun D.K., Kim D., Hwan Shin J., Lee B.E., Shin D.H., and Hoon Kim J., Cure Cycle Modification for Efficient Vacuum Bag Only Prepreg Process, *J. Compos. Mater*., **55**, 1039-1051, 2021.
12. Mujahid Y., Sallih N., and Abdullah M.Z., A Comparison of

Single-Vacuum-Bag and Double-Vacuum-Bag Methods for Manufacturing High-Quality Laminated Composites, *Adv. Ind. Manuf. Eng.*, 457-467, 2020.

13. Mujahid Y., Sallih N., Mustapha M., Abdullah M.Z., and Mustapha F., Effects of Processing Parameters for Vacuum-Bagging-Only Method on Shape Conformation of Laminated Composites, *Processes,* **8**, 1147, 2020.
14. Edwards W.T., Martinez P., and Nutt S.R., Process Robustness and Defect Formation Mechanisms in Unidirectional Semipreg, *Adv. Manuf.: Polym. Compos. Sci.*, **6.4**, 198-211, 2020.
15. Maguire J.M., Nayak K., and Brádaigh C.M.Ó., Novel Epoxy Powder for Manufacturing Thick-Section Composite Parts under Vacuum-Bag-only Conditions. Part II: Experimental Validation and Process Investigations, *Compos. A: Appl. Sci.*, **136**, 105970, 2020.
16. Cender T.A., Gangloff J.J.J., Simacek P., and Advani S.G., Void Reduction During Out-of-Autoclave Thermoset Prepreg Composite Processing, *SAMPE Int. Symp.*, 2013.
17. Anandan S., Dhaliwal G.S., Samaranayake V.A., Chandrashekhara K., Berkel T.R., and Pfitzinger D., Influence of Cure Conditions on Out-of-Autoclave Bismaleimide Composite Laminates, *J. Appl. Polym. Sci.*, **133**, 2016.
18. Centea T. and Hubert P., Out-of-Autoclave Prepreg Consolidation under Deficient Pressure Conditions, *J. Compos. Mater.,* 48, 2033-2045, 2014.
19. Nettles A.T. and Jackson J.R., Compression after Impact Strength of Out-of-Autoclave Processed Laminates, *J. Reinf. Plast. Compos.*, 32, 1887-1894, 2013.
20. Kay J. and Fernlund G., Processing Conditions and Voids in Out of Autoclave Prepregs, *Proceedings of the SAMPE 2012 Conference of the Society for the Advancement of Materials and Process Engineering*, Baltimore, MD, United States, 21-24, 2012.
21. Mahmood A.S., Summerscales J., and James M.N., Resin-rich Volumes (RRV) and the Performance of Fibre-Reinforced Composites: A Review, *J. Compos. Sci.*, **6**, 53, 2022.
22. Beheshty M.H. Kadkhodaei M.A., and Vafayan M.. The Effect of Co-cure and Counter Cure Methods on the Properties of Phenolic Sandwich Structures, *Iran. J. Polym. Sci. Technol. (Persian)*, **18**, 157-151, 2005.
23. Khalaf M.N., Hanoosh W.S., and Hadad A.I. Thermal, Flexural, and Impact Strength Studies on Phenolic Novolac Resin/ Acrylonitrile–Butadine Rubber Blends, *Compos. Interfaces,* **19**, 453-460, 2012.
24. Rathnakar G. and Shivanand H.K., Effect of Thickness on Flexural Properties of Epoxy Based Glass Fiber Reinforced Laminate, *Int. J. Sci. Technol.*, **2**, 409-412, 2012.
25. Crawford Roy J., *Plastics Engineering*, 3rd ed. Elsevier, Butterworth-Heinemann, 1998.
26. Greenhalgh E., Failure *Analysis and Fractography of Polymer Composites*, Elsevier, 2009.
27. Khatri S.C. and Koczak M.J., Thick-Section AS4-Graphite/E-Glass/PPS Hybrid Composites: Part II. Flexural Response, *Compos. Sci. Technol.,* **56**, 473-482, 1996.
28. Budiansky B. and Fleck N.A., Compressive Failure of Fibre Composites, *J. Mech. Phys. Solids*, **41**, 183-211, 1993.
29. Han S. and Chung D.D.L., Increasing the Through-Thickness Thermal Conductivity of Carbon Fiber Polymer-Matrix Composite by Curing Pressure Increase and Filler Incorporation, *Compos. Sci. Technol.*, 71, 1944-1952, 2011.
30. Grellmann W. and Seidler S., *Deformation and Fracture Behaviour of Polymers*. Berlin, Heidelberg, Springer Berlin Heidelberg, 2001.
31. Davies P., Sohier L., Cognard J.Y., Bourmaud A., Influence of Adhesive Bond Line Thickness on Joint Strength, *Int. J. Adhes.*, **29**, 724-736, 2009.
32. Chong H.M., Liu S.L., Subramanian A.S., Ng S.P., Tay S.W., Wang S.Q., and Feih S., Out-of-Autoclave Scarf Repair of Interlayer Toughened Carbon Fibre Composites Using Double Vacuum Debulking of Patch, *Compos. A: Appl. Sci.*, **107**, 224-234, 2018.
33. Agarwal B.D., Broutman L.J., and Chandrashekhara K., *Analysis and Performance of Fiber Composites*, John Wiley and Sons, 2006.
34. American Society for Testing and materials, Standard Test Method for Short-Beam Strength of Polymer Matrix Composite Materials and Their Laminates, ASTM International, 2006.