



## Experimental Investigation of Talc Microparticles Effect on the Mechanical and Thermal Properties of Silica-Phenolic Composite Multilayers

### ARTICLE INFO

#### Article Type

Original Research

#### Authors

Fotohi H.<sup>\*1</sup> MSc,  
Khezrian I.<sup>2</sup> MSc

#### How to cite this article

Fotohi H, Khezrian I. Experimental Investigation of Talc Microparticles Effect on the Mechanical and Thermal Properties of Silica-Phenolic Composite Multilayers. Modares Mechanical Engineering, 2020;20(1):259-266.

<sup>1</sup>Composite Department, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran

<sup>2</sup>Aerospace Department, Shahid Beheshti University, Tehran, Iran

#### \*Correspondence

Address: Composite Department, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran

Phone: -

Fax: -

hamid.fotohi97@gmail.com

#### Article History

Received: September 17, 2018

Accepted: May 7, 2019

ePublished: January 01, 2020

### ABSTRACT

Today, composite materials have attracted much attention in many industries, such as aerospace, automotive and marine industries, due to the strength to weight ratio, as well as the ratio of stiffness to high weight. Thermoset resins are among the most widely used resins in making composites based polymer. In the meantime, phenolic resins are the oldest industrial and thermosetting resins, which have important applications in various industries. The distinctive feature of this resin has resulted to its application as industrial insulators, thermal shields composites and ablative composites, and abrasive parts such as brake linings and clutch plates, and many other components. One of the applications of phenolic resins, especially resole with a relatively high thermal resistance, is the use of thermal insulation composites in thermal shields and hot air nozzles. The thermal insulation composites are often phenolic resins and their reinforcement is mainly asbestos fibers with high thermal resistance. Today, due to the carcinogenicity of asbestos fibers and the problems caused by its use, these fibers are removed from the list of reinforcing insulators, and silica fibers, a new product with an asbestos thermal stability and no environmental problem, have replaced instead of them. In this study, talc mineral micro-particles with a mean particle size of 8  $\mu\text{m}$  as reinforcing the mechanical properties and thermal stability, were added to 25, 15 and 35 phr in phenolic resins in several layers of silica-phenolic composites.

**Keywords** Silica-Phenolic Composite; Talc; Thermal Stability; Fracture; Resole

### CITATION LINKS

[1] Delamination behaviour of ... [2] Modeling the effect of damage in composite structures: Simplified ... [3] Phenolic resins: Chemistry, applications and performance: Future ... [4] Introducing polymers and ... [5] Applied polymer ... [6] Plastic reinforced ... [7] The effect of graphite nanoparticles on thermal stability and ablation of phenolic/carbon fiber/graphite ... [8] Phenolic resins: A century of ... [9] Study of room temperature curing of phenolic resin and its silica reinforced ... [10] Thermal physical characteristics of high-performance ablative ... [11] Poly (methacrylic) acid and  $\gamma$ -methacryloxypropyltrimethoxy silane/clay nanocomposites prepared by in-situ ... [12] Polymer-layered silicate nanocomposites: Preparation, properties and uses of a new class of ... [13] Thermal stability and flame retardancy of poly (methyl methacrylate)-clay ... [14] Rapid thermal chemical vapor deposition of zirconium oxide for metal-oxide-semiconductor field effect transistor ... [15] Influence of plasma spray parameters on formation and morphology of ZrO<sub>2</sub>-8 wt% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ... [16] Moldability and properties of phenolic/artificial zeolite ... [17] High temperature ablation of kaolinite layered silicate/phenolic resin/asbestos ... [18] Ablation mechanism of polymer layered silicate nanocomposite heat ... [19] Ablation and thermal degradation behaviour of a composite based on resole type phenolic resin: Process modeling and ... [20] Effect of nanosilica on bending strength and thermal stability of glass fiber/phenolic ... [21] Standard test method for resin flow of carbon fiber-epoxy ... [22] Standard test method for transition temperatures of polymers by differential scanning ... [23] Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating ... [24] Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite ... [25] DSC measurements of thermosetting ... [26] Phenolic resins: A century of ... [27] Composite material based on an ablative phenolic resin and carbon ... [28] Preparation and properties of a phenolic/graphite nanocomposite bipolar plate for proton exchange membrane fuel ... [29] Mechanical and electrical properties of graphite/carbon fiber/phenolic resin ...

## بررسی تجربی اثر میکرو ذرات تالک بر خواص مکانیکی و حرارتی چندلایه‌های کامپوزیتی سیلیکا- فنولیک

حمید فتوحی\* MSc

گروه مواد مرکب، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

اسماعیل خضریان MSc

گروه مهندسی هوافضا، دانشگاه شهید بهشتی، تهران، ایران

### چکیده

امروزه مواد کامپوزیتی در بسیاری از صنایع مانند صنایع هوا و فضا، اتومبیل‌سازی و دریایی به دلیل داشتن نسبت استحکام به وزن و همچنین سفتی به وزن بالا توجه زیادی را به خود جلب کرده‌اند. از جمله پرکاربردترین زمینه‌های مورد استفاده در ساخت کامپوزیت‌های زمینه پلیمری، رزین‌های گرماسخت هستند. در این میان رزین‌های فنولی قدیمی‌ترین رزین‌های صنعتی و گرما سخت است که کاربردهای مهمی در صنایع مختلف دارد. ویژگی بارز این رزین باعث استفاده آن به عنوان عایق‌های صنعتی، سپرهای حرارتی و کامپوزیت‌های فداشونده و قطعات تحت سایش مانند لنت ترمز و صفحه کلاچ و بسیاری قطعات دیگر شده است. یکی از کاربردهای رزین‌های فنولی به ویژه نوع رزول که مقاومت گرمایی نسبتاً زیادی دارد، استفاده در ساخت کامپوزیت‌های عایق گرمایی در سپرهای حرارتی و نازل‌های حرارتی هوای گرم است. زمینه کامپوزیت‌های عایق گرمایی اغلب رزین‌های فنولی است و تقویت‌کننده آنها نیز عمدتاً الیاف آریست هستند که مقاومت گرمایی زیادی دارند. امروزه با توجه به سرطان‌زا بودن الیاف آریست و مشکلاتی که در اثر استفاده آن به وجود می‌آید این الیاف از فهرست عایق‌های تقویت‌کننده خارج شده‌اند و الیاف سیلیکا که محصولی جدید با پایداری گرمایی در حد آریست و بدون مشکلات زیست محیطی است جایگزین الیاف آریست شده‌اند. در این تحقیق از میکروذرات معدنی تالک با میانگین اندازه ذرات  $8\mu m$  به عنوان تقویت‌کننده خواص مکانیکی و پایداری حرارتی به مقادیر ۲۵، ۱۵ و ۳۵ phr به رزین فنولیک در چند لایه‌های کامپوزیتی سیلیکا- فنولیک افزوده شد. **کلیدواژه‌ها:** کامپوزیت سیلیکا- فنولیک، تالک، پایداری حرارتی، شکست، رزول

تاریخ دریافت: ۱۳۹۷/۶/۲۶

تاریخ پذیرش: ۱۳۹۸/۲/۱۷

\*نویسنده مسئول: hamid.fotohi97@gmail.com

### ۱- مقدمه

امروزه مواد کامپوزیتی در بسیاری از صنایع مانند صنایع هوا و فضا، اتومبیل‌سازی و دریایی به دلیل داشتن نسبت استحکام به وزن و همچنین سفتی به وزن بالا توجه زیادی را به خود جلب کرده‌اند[1]. در این میان یکی از بزرگترین و پرکاربردترین نوع کامپوزیت‌ها، کامپوزیت‌های پلیمری هستند که دارای مزایایی همچون استحکام و سفتی ویژه، تولید آسان قطعات پیچیده و قیمت مناسب هستند[2]. از جمله پرکاربردترین زمینه‌های مورد استفاده در ساخت کامپوزیت‌های زمینه پلیمری، رزین‌های گرماسخت هستند. در این میان رزین‌های فنولی، قدیمی‌ترین رزین‌های صنعتی و گرماسخت هستند که کاربردهای مهمی در صنایع مختلف دارند[3]. هنگامی که پلیمر مورد استفاده در کامپوزیت چندلایه، رزین فنولی باشد،

محدوده مطالعاتی و کاربردی این مواد بسیار گسترده می‌شود. محصولات رزینی بر پایه فنول و فرمالدئید را ابتدا وون‌بایر در سال ۱۸۷۲ به‌دست آورد و در سال ۱۹۰۷، بالکند تولید تجاری آن را آغاز کرد[4]. از آنجا که رزین‌های فنولی خواص عایق‌بودن عالی داشتند خیلی زود جایگزین رزین‌های طبیعی شدند[5]. این رزین‌ها ارزان و مقاوم هستند و با وجود گذشت بیش از صد سال از ورود آنها به بازار همچنان از کاربردهای قابل توجهی برخوردارند و روز به روز بر کاربردهای آن‌ها افزوده می‌شود[6].

رزین‌های فنولی به ۲ گروه رزول (گرماسخت) و نووالاک (گرم‌نرم، پیش از افزودن عامل پخت) دسته‌بندی می‌شوند. از مزایای این رزین‌ها می‌توان به پایداری گرمایی و شیمیایی زیاد، عایق الکتریکی بودن و خواص مکانیکی مطلوب، سپرهای حرارتی[7] و کامپوزیت‌های فداشونده، قطعات تحت سایش مانند لنت ترمز و صفحه کلاچ و بسیاری قطعات دیگر اشاره کرد[8]. در مقابل، معایبی چون مقاومت به ضربه کم، نیاز به دما و فشار زیاد برای پخت، رنگ تیره محصولات و جمع‌شدگی زیاد به هنگام پخت دارند[6].

زمینه کامپوزیت‌های عایق گرمایی اغلب رزین‌های فنولی نوع رزول است و تقویت‌کننده آنها نیز عمدتاً الیاف آریست هستند که مقاومت گرمایی زیادی دارند. امروزه با توجه به سرطان‌زا بودن الیاف آریست و مشکلاتی که در اثر استفاده آن به‌وجود می‌آید این الیاف از فهرست عایق‌های تقویت‌کننده خارج شده‌اند و الیاف سیلیکا که محصولی جدید با پایداری گرمایی در حد آریست و بدون مشکلات زیست محیطی است که جایگزین الیاف آریست شده‌اند. اما مقالات چندانی در زمینه کامپوزیت‌های فنولی- سیلیکا منتشر نشده است[9].

نتایج پژوهش‌های مینگ نشان می‌دهد وقتی کامپوزیت‌های عایق هوای گرم تقویت‌شده با الیاف در معرض حرارت قرار گیرند، ابتدا سطح آنها گرم می‌شود، سپس سطح خارجی پلیمر گرانشورده و واکنش تخریب شروع می‌شود. پس از آن، اسفنج کربنی و در نهایت زغال متخلخل ایجاد می‌شود[10]. اما از جمله مهم‌ترین افزودنی‌هایی که موجب افزایش خواص مکانیکی و حرارتی چندلایه‌ای کامپوزیتی می‌شود استفاده از افزودنی‌های معدنی لایه‌ای مانند نانو و میکروسیلیکات‌ها، ذرات میکروتالک و غیره است. کامپوزیت‌های با افزودنی‌های لایه‌ای به شرط پخش خوب لایه‌ها در زمینه پلیمری سبب افزایش چشمگیری در مدول، استحکام، خواص گرمایی و کاهش نفوذپذیری می‌شود[11]. بهبود مدول و سختی کامپوزیت‌ها به مقدار نفوذ پلیمر بین لایه‌های سیلیکاتی و معدنی بستگی دارد[12]. با افزایش درصد وزنی تقویت‌کننده، مدول افزایش می‌یابد. اما، اگر این افزایش از حدی بیشتر شود، تشکیل ساختارهای تجمع ذرات بین لایه‌های سیلیکاتی و معدنی باعث افت مدول می‌شود[13]. طول لایه‌ها، همسانی نسبت منظر و پخش مناسب، اثری کاملاً آفراینده بر مدول، کاهش اشتعال‌پذیری و بهبود چشم‌گیر خواص مکانیکی دارد[11]. چنگ و همکاران[14] نشان داده‌اند پودر معدنی زیرکونیا به‌عنوان تاخیرانداز شعله در عایق‌های حرارتی

اضافه شده و پس از ۱۵ دقیقه هم‌خوردن مخلوطی یکدست به‌دست آمد. به‌منظور آماده‌سازی نمونه‌ها ابتدا الیاف‌های سیلیکای آماده شده در ابعاد  $10 \times 13 \text{ cm}$  به روش لایه‌گذاری دستی، به رزین آغشته شدند. در مرحله پیش‌پخت با استفاده از استاندارد ASTM D3531 [21]، لایه‌های آغشته به رزین به مدت ۸۵ دقیقه و در دمای  $90^\circ\text{C}$  سانتی‌گراد درون آون قرار گرفتند (شکل ۱- a). در مرحله پخت ۱۲ لایه با زوایای صفر و  $90^\circ$  روی هم قرار داده شد. قبل از گذاشتن نمونه‌ها درون پرس ابتدا قالب به‌طور کامل به اسپری سیلیکون آغشته شد. سپس نمونه‌ها درون قالب قرار داده شد و در دمای  $160^\circ\text{C}$  سانتی‌گراد و فشار ۵ bar به مدت ۳۰ دقیقه درون پرس قرار گرفتند.

### ۳- آزمون‌ها

#### آزمون‌های حرارتی

به‌منظور بررسی ظرفیت گرمایی و بررسی اثر میکروذرات تالک روی پخت رزین فنولیک از آزمون گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) در شرایط دما ثابت ( $230^\circ\text{C}$ ) طبق استاندارد ASTM D3418 [22] در مدت ۱۵ دقیقه به‌وسیله دستگاه گرماسنجی روبشی تفاضلی مدل DSC200F3 ساخت شرکت نتر آلمان انجام شد. همچنین به‌منظور بررسی ویژگی‌های حرارتی کامپوزیت‌های اصلاح‌شده با تالک از آزمون گرماسنج وزنی (TGA) طبق استاندارد ASTM E1131 و با استفاده از دستگاه TGA شرکت متلر ساخت کشور سوییس استفاده شد. در همین راستا آزمون در محیط خنثی و از دمای محیط تا دمای  $230^\circ\text{C}$  (به مدت ۱۵ دقیقه در دمای  $230^\circ\text{C}$ ) انجام شد.



شکل ۱) اختلاط میکروذرات تالک با رزین فنولیک (a) و پیش‌آغشته‌های B- استیج شده (b)

#### آزمون‌های مکانیکی

به‌منظور بررسی اثر افزودنی بر چندلایه‌های سیلیکا- فنولیک از آزمون خمش سه‌نقطه استفاده شد. بدین منظور نمونه‌ها طبق استاندارد ASTM-D790 [23] برش داده شد و با سرعت بارگذاری  $1/5 \text{ mm/min}$  با استفاده از دستگاه سنتام ۱۵۰ اتن تحت آزمون قرار

نازل‌های هوای گرم عمل می‌کند و با سازوکار تغییر فاز در دماهای زیاد باعث اتلاف گرما می‌شود. نتایج مطالعات کوکوک و همکاران [15] روی زیرکونیا نشان می‌دهد، این ماده اکسیدی به‌واسطه داشتن ماهیت سرامیکی، شرایط عایق گرمایی مناسبی را برای سطح قطعه فراهم می‌کند. رسانایی گرمایی این ماده سرامیکی به‌مراتب از رسانایی گرمایی فلزات، آلیاژها و بسیاری از سرامیک‌ها کمتر است. مات سوماتو و همکاران [16] پودر ژئولیت را در آمیزه قالب‌گیری فنولی استفاده کردند. آنها نتیجه گرفتند، این پرکننده، جریان‌پذیری آمیزه را بیشتر از تالک، کلسیم‌کربنات و حتی الیاف شیشه، بهبود می‌بخشد و خواص مکانیکی آن پس از آمیزه‌های دارای الیاف شیشه و بیشتر از سایر پرکننده‌ها قرار می‌گیرد. بهرامیان و همکاران [17-19] نشان داده‌اند که افزودن نانوسیلیکات‌های لایه‌ای اثر بسزایی بر افزایش پایداری گرمایی کامپوزیت‌های فنولی دارد. میرزایپور و همکاران [20] اثر نانوذرات سیلیکا روی خواص حرارتی و خمشی رزین‌های شیشه فنولی را بررسی کردند. نتایج آزمون خمش سه‌نقطه‌ای نشان داد که استحکام خمشی کامپوزیت‌های ساخته‌شده در حضور ۲ درصد وزنی نانوسیلیکا به مقدار بهینه خود رسیده است. همچنین با افزودن نانوسیلیکا پایداری گرمایی نانوسیلیکا افزایش یافته به‌گونه‌ای که سرعت فرسایش خطی و وزنی نانوکامپوزیت دارای ۳ درصد وزنی نانوسیلیکا نسبت به نمونه بدون سیلیکا به ترتیب ۵۲ و ۴۸٪ کاهش یافت.

در سال‌های اخیر بیشتر تحقیقات صورت‌گرفته در مورد کامپوزیت‌های پایه اپوکسی بوده است. در این تحقیق به‌منظور بهبود پایداری حرارتی و ویژگی‌های مکانیکی چندلایه‌های کامپوزیتی زمینه فنولیکی برای اولین بار از میکروذرات معدنی تالک استفاده شده و الیاف سیلیکا که محصولی جدید با پایداری گرمایی در حد آریست و بدون مشکلات زیست‌محیطی است، استفاده شده است. هدف از این تحقیق بررسی تجربی اثر میکروذرات ماده معدنی تالک روی رفتار شکست و پایداری حرارتی چندلایه‌های کامپوزیتی سیلیکا- فنولیک است.

### ۲- مواد اولیه و ساخت نمونه‌ها

#### مواد اولیه

برای ساخت چندلایه‌های کامپوزیتی در این تحقیق از رزین فنولیک رزول ساخت شرکت رزیتان با کد IL-800 با درصد جامد  $80 \pm 3\%$  استفاده شد. الیاف سیلیکا به‌صورت پارچه‌ای با بافت ساده و وزن واحد سطح  $600 \text{ g/m}^2$  با ابعاد  $13 \times 10 \text{ cm}$  از شرکت جوشی چین تهیه شد. همچنین تالک مصرفی با مش ۱۵۰۰ به‌صورت پودر از شرکت ای.می.فابی ایتالیا تهیه شد.

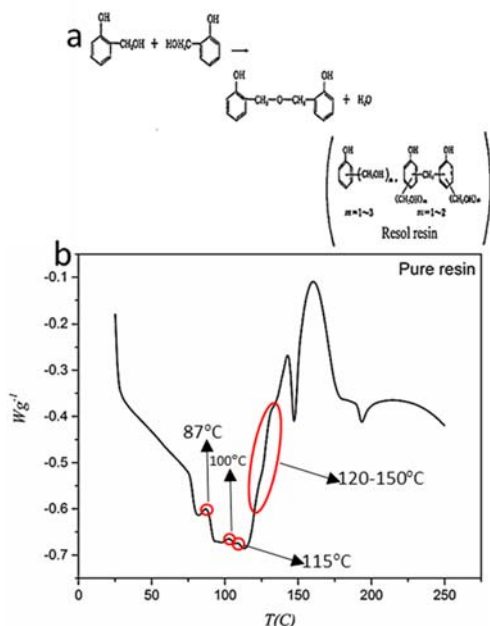
#### ساخت چندلایه‌های کامپوزیتی

برای تهیه آمیزه‌ها از تالک در هر صد رزین (phr) استفاده شد. لذا مقادیر ۱۵، ۲۵ و ۳۵ phr از وزن رزین به گرم محاسبه شده و به رزین آرام آرام اضافه شد. ابتدا ذرات تالک به‌سختی با رزول مخلوط شدند (شکل ۱- a). در ادامه مقدار ۳ phr استتارات روی به مخلوط

۱- انجام دو واکنش جداگانه یا مجموعه‌ای از واکنش‌های نزدیک به هم است.

۲- مقدار واکنش پخت رزول با استفاده از پیک‌های آزمون DSC محاسبه می‌شود. هنگام پخت به‌طور همزمان واکنش‌های گرماگیر که ناشی از تبخیر آب است همراه با واکنش‌های گرمازا که ناشی از ایجاد پیوندهای عرضی است انجام می‌گیرد که در این حالت یک پیک پهن گرمازا حاصل از واکنش و یک پیک گرماگیر پهن ناشی از بخارشدن آب درون سیستم به‌طور همزمان به‌وجود می‌آید. همپوشانی این دو نمودار باعث ایجاد دو پیک نوک تیزتر نسبت به پیک‌های همپوشانی‌نشده می‌شود. اما در صورتی که محفظه حاوی نمونه به‌طور کامل آب‌بندی شده باشد، نمودار DSC رزول یک پیک پهن گرمازا نشان می‌دهد.

پخت حرارتی رزین‌های فنولی معمولاً در بازه ۱۲۰ تا ۱۸۰ درجه سانتی‌گراد صورت می‌گیرد. در رزین‌های رزول، گروه‌های عاملی (گروه‌های متیلول) به مقدار کافی وجود دارد تا به‌صورت مستقیم پخت شوند. پیشرفت واکنش پخت رزین به‌صورت یک واکنش پیوسته است. وقتی که پخت رزول آغاز می‌شود، افزایش جرم مولکولی وزنی رخ می‌دهد و تا زمان رسیدن به حالت ژل ادامه می‌یابد که دیگر در محیط قبلی (آب یا الکل) محلول نیست و هنگامی که حلال بر اثر حرارت دادن تبخیر می‌شود، یک ساختار شبکه‌ای سخت را ایجاد می‌کند. پخت کامل رزول منجر به ماده‌ای با مدول بالا و دانسیته اتصالات عرضی زیاد می‌شود که مقاومت حرارتی خوبی از خود نشان می‌دهد. به‌دلیل تراکم بودن واکنش‌های پخت، این واکنش‌ها همراه با آزادشدن ترکیباتی با وزن مولکولی پایین است که به‌صورت گاز بعد از بخار آب تولید شده (نمودار ۱- a) از سامانه خارج می‌شود [26].



نمودار ۱) مکانیسم پخت رزول و تولید آب [26] (a) و نمودار DSC پخت رزول خالص در اتمسفر خنثی (b)

گرفتند. بیشینه نیروی قابل تحمل برای کامپوزیت به‌عنوان استحکام خمشی گزارش شد؛ همچنین، شیب ناحیه خطی منحنی تنش- کرنش حاصل از آزمون خمش محاسبه و به‌عنوان مدول خمشی گزارش شد.

همچنین به‌منظور بررسی استحکام و مدول کششی، ازدیاد طول در شکست و چقرمگی چندلایه‌های کامپوزیتی طبق استاندارد ASTM 3039 [24] با سرعت بارگذاری ۵mm/min با استفاده از دستگاه سنتام ۱۵۰تن تحت آزمون قرار گرفتند. به‌منظور بررسی درصد الیاف موجود در کامپوزیت‌ها به‌منظور بررسی نسبت مقدار رزین به الیاف در نمونه‌ها و اطمینان از یکسان بودن درصد‌های وزنی مقدار ۱گرم از همه نمونه‌ها به مدت ۳ساعت در دمای ۶۰۰درجه سانتی‌گراد قرار گرفتند. سپس با استفاده از رابطه ۱، درصد رزین در هر نمونه به‌دست آمد:

$$Resin(\%) = \frac{w_1 - w_2}{w_1} \times 100 \quad (1)$$

$w_1$  وزن اولیه نمونه و  $w_2$  وزن نمونه بعد از قرارگرفتن در کوره است.

#### ۴- نتایج

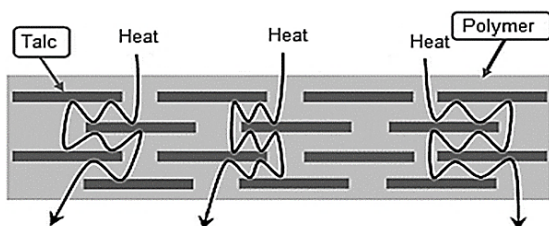
##### آزمون‌های حرارتی

گرمای واکنش طی آزمون به میزان درجه پخت بستگی دارد. تغییر در نسبت مول‌ها، دمای واکنش، کاتالیست و افزودنی‌ها می‌توانند بر دمای پخت و درجه پخت مؤثر باشند. یکی از عوامل مؤثر دیگر در نتایج آزمون DSC در رزین‌های فنولیک تکنیک آزمون‌گرفتن است. از آنجایی که رزین‌های فنولی هنگام پخت از خود آب، گاز یا حلال آزاد می‌کنند، چگونگی محفظه نمونه در آزمون مهم است. در این حالت محفظه نمونه می‌تواند بسته، باز یا سوراخ‌دار باشد که هر یک از این حالات در نتایج آزمون مؤثر خواهد بود [25]. در حالت محفظه باز پیک ناشی از تبخیرشدن آب کنار دمای گذار رزین فنولی ظاهر نمی‌شود. به‌طور معمول برای بررسی اثر آب بر نتیجه آزمون به‌طور کنترل‌شده سه روش وجود دارد. اولین روش حذف آب است به این صورت که نمونه را با استفاده از فرایند فریزکردن خشک می‌کنند به‌گونه‌ای که هیچ‌گونه پختی در فنولی در مدت زمان خشک‌کردن رخ ندهد. در روش دوم، آزمون را تحت فشار انجام می‌دهند؛ در این حالت فشار باعث کاهش انتقال آب (تبدیل از مایع به بخار) می‌شود که تاثیری روی حالت پخت فنولی ندارد. در روش سوم، نمونه درون یک محفظه بسته آب‌بندی‌شده قرار می‌گیرد، به‌طوری که فشار به‌وجودآمده ناشی از آب تبخیرشده در محفظه است. هر یک از این روش‌ها روی اطلاعات پخت رزین تحت آزمون مؤثر است. بنابراین برای مقایسه باید شرایط ثابتی داشته باشیم.

از دیگر عوامل مؤثر بر نتیجه آزمون مقدار ماده و نرخ حرارت‌دهی به نمونه است. پیک‌های آزمون DSC را نمی‌توان به‌طور مطلق تفسیر نمود، زیرا نرخ حرارت‌دهی روی نقطه آغازین و پایانی پیک و نقطه ماکزیمم آن مؤثر است. دوشاخه‌شدن پیک‌ها در رزین‌های فنولی نشان از دو عامل می‌تواند باشد:

همان‌طور که در نمودار ۲ مشاهده می‌شود نمونه‌های حاوی ۱۵ و ۳۵phr تالک نسبت به نمونه مرجع افت دمایی بیشتری داشته‌اند که این امر نشان می‌دهد تالک در این ترکیب درصدها اثری منفی داشته است. بنابراین ۲۵phr مقدار بهینه تالک در بهبود خواص حرارتی کامپوزیت‌ها بوده است.

تالک خالص تا حدود دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد از نظر گرما پایدار است. آزمایشات آنالیز حرارتی افتراقی (DTA) یک قله شاخص را در دمای ۹۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد که بیانگر پیک گرماگیر ایجاد شده به واسطه اُفت آب ترکیبی تالک است. البته یک پیک کوچکتر در ۷۱۰ درجه سانتی‌گراد هم ممکن است وجود داشته باشد که نمایانگر خروج دی‌اکسید کربن از دولومیتی است که معمولاً به صورت کانی فرعی همراه با تالک در سنگ معدن یافت می‌شود. از طرفی ساختار تالک به صورت صفحات لایه‌ای بوده و لایه‌ها با پیوندهای ضعیف و اندروالسی به یکدیگر متصل شده‌اند. این امر موجب می‌شود تا در برابر حرارت، سد ایجاد شود و مدت زمانی بیشتری طول کشد تا گرادیان دمایی در ساختار از بین برود و در کل ساختار دمایی ثابت و پایدار به وجود آید (شکل ۲). با توجه به نمودار ۳ می‌توان دریافت که در نمونه بهینه (۲۵phr) پایداری حرارتی از همه نمونه‌ها بیشتر بوده است و در انتهای قسمت سوم مقدار وزن باقی‌مانده از این نمونه ۹۸/۵۱٪ بود که این امر نشان از آن دارد که به‌طور تقریبی هیچ‌گونه تغییر وزنی در نمونه رخ نداده است. در نمونه ۱۵phr همان‌طور که در آزمون‌های حرارتی دیده شد نمونه در حال بهبودی بوده است اما نیاز به مقدار بیشتری تالک در سیستم احساس می‌شود که این کمبود در نمونه ۲۵phr جبران شده است. در نمونه ۳۵phr پایداری حرارتی به‌طور ناگهانی افت می‌کند (نمودار ۳). با افزایش تالک در زمینه میکروذرات به شکل کلوخه‌ای درمی‌آیند، این امر موجب می‌شود تا با افزایش دمای میکروذرات، خود نیز به‌عنوان عامل انتشار حرارت در ساختار کامپوزیت عمل کنند. همچنین با توجه به جدول ۲ و مقدار درصد الیاف سیلیکا می‌توان گفت مطالعات انجام‌شده در زمینه کامپوزیت‌های رزین فنولی نمایانگر آن است که مقدار الیاف دو اثر عمده بر رفتار گرمایی کامپوزیت دارد: اول اینکه، کامپوزیت با مقدار الیاف بیشتر در دماهای زیادتر تخریب می‌شود. دیگر اینکه، کاهش وزن رزین فاقد الیاف از رزین‌های تقویت‌شده با الیاف بیشتر است. افزون بر این، کاهش وزن کامپوزیت با مقدار الیاف بیشتر، کمتر است.



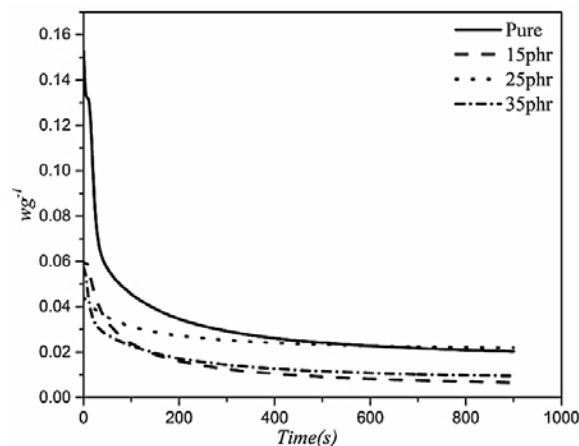
شکل ۲) شماتیکی از خاصیت سدگری کامپوزیت‌های اصلاح‌شده با تالک در برابر دما

با توجه به نمودار DSC (نمودار ۱- b) می‌توان دریافت که در دمای ۱۱۵°C، فرآیند پخت رزین آغاز می‌شود. در دماهای ۸۷ و ۱۰۰°C پیک‌های گرماگیر مشاهده می‌شوند که این پیک‌ها به ترتیب می‌توانند مربوط به تبخیر اتانول و آب موجود در سیستم باشند. به دلیل سوراخ‌دار بودن محفظه حاوی نمونه با آغاز فرآیند پخت رزین، سوراخ محفظه به دلیل خروج رزین همراه با بخار آب، مسدود می‌شود و با افزایش فشار بخار سوراخ باز شده و بخار آب خارج می‌شود. از آنجایی که واکنش برگشت‌پذیر است، محصول جانبی حتماً باید از سیستم خارج شود. همان‌طور که در نمودار DSC مشاهده می‌شود (نمودار ۱- b)، در دماهای ۱۲۵، ۱۳۴ و ۱۴۷°C پیک پخت با چند انحنا همراه بوده است که نشان‌دهنده خروج آب از سیستم است. در دمای ۱۸۰°C عمده واکنش پخت به پایان می‌رسد. اما این احتمال وجود دارد که در قسمت‌هایی از محفظه که گرادیان دمایی وجود داشته یا رزین سطح تماس مناسبی با منبع حرارتی دستگاه نداشته است در دماهای بالاتر واکنش پخت انجام شده و محصول جانبی واکنش تراکمی با توجه به تعادلی بودن واکنش از سیستم خارج شود.

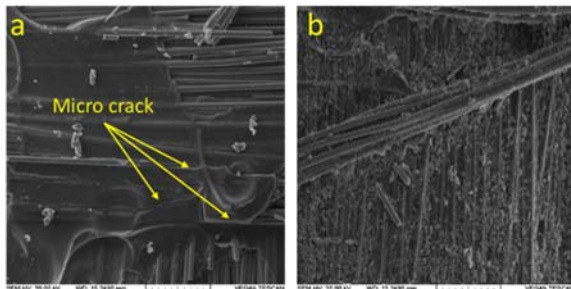
به‌منظور بررسی اثر ذرات تالک روی پخت رزین فنولی از آزمون گرماسنجی روبشی تفاضلی در دمای ثابت استفاده شد. با توجه به جدول ۱ و نمودار ۲ می‌توان دریافت که نمونه حاوی ۲۵phr تالک نسبت به نمونه‌های دیگر از پایداری حرارتی بهتری برخوردار است و همان‌طور که در جدول ۱ مشاهده می‌شود، مساحت زیر منحنی که مقدار گرمای لازم در مرحله پس‌پخت را نشان می‌دهد، نسبت به دیگر نمونه‌ها کمتر بوده است.

جدول ۱) اطلاعات تکمیلی گزارش‌شده از آزمون DSC دما ثابت نمونه‌های کامپوزیتی اصلاح‌شده با تالک

نمونه	شروع پیک (min)	قله (min)	پایان پیک (min)	سطح زیر پیک (mJ)
Pure	۰/۱۴	۰/۱۵	۰/۲۲	۸۷/۰۹
۱۵phr	۰/۱۸	۰/۱۸	۱۰/۴۶	۵۶/۲۳
۲۵phr	۶۸/۵۸×۱۰ <sup>-۳</sup>	۸۳/۳۳×۱۰ <sup>-۳</sup>	۱۴/۵۶	۳۲/۴
۳۵phr	۰	۱۶/۶۷×۱۰ <sup>-۳</sup>	۱۱/۰۳	۵۰/۰۳



نمودار ۲) نمودار DSC دما ثابت نمونه‌های اصلاح‌شده با میکروذرات تالک در اتمسفر خنثی



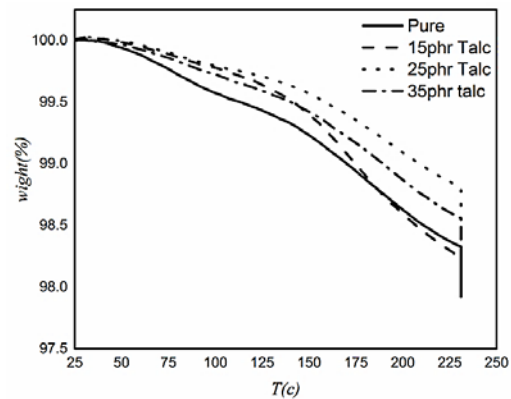
شکل ۳) تصویر SEM از سطح شکست: نمونه خالص (a)، نمونه اصلاح شده با 25phr تالک (b)

بعد از این انحنا تنش به صورت ناگهانی افت می کند. در نمونه تحت خمش در نقطه بارگذاری شده (قوس داخلی) که تحت فشار است، شکست فشاری و در طرف دیگر نمونه که تحت کشش است (قوس بیرونی) شکست کششی اتفاق می افتد. استحکام کششی و فشاری در کامپوزیت ها بیشتر از استحکام برشی است و دلیل این امر وجود الیاف بلند در کامپوزیت هاست. از آنجایی که در شکست کششی و فشاری، الیاف مقاومت می کنند و در شکست برشی، رزین مقاومت می کند و 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 می شود و می توان از این مطلب برداشت کرد که افت ناگهانی که در نمودار مشاهده شد مربوط به شکست برشی است. بعد از این افت، نیرو کمی افزایش نشان داد که دلیل آن، مقاومت نمونه در برابر ایجاد ترک بعدی و رشد آن بود. ترک دوم منجر به وقوع افت بعدی در نیرو شد. بعد از این افت، ترک های به وجود آمده رشد کردند و از آنجایی که نیروی لازم برای شروع ترک بیشتر از نیروی لازم برای رشد ترک است و رشد ترک نیاز به نیروی جدیدی نداشته، رشد ترک در نمونه، کمابیش با همان نیرو ادامه پیدا کرده است. مقدار بیشینه نیرو، استحکام قطعه را مشخص می کند و سطح زیر نمودار که با برنامه Origin تعیین شده، میزان چقرمگی را مشخص می کند (جدول ۲).

جدول ۲) نتایج آزمون خمش سه نقطه ای نمونه های اصلاح شده با میکروذرات تالک

نمونه	چقرمگی (N.m)	بیشینه استحکام قطعه (N.mm <sup>2</sup> )	مقدار الیاف (%)
Pure	۵۳۸۱	۶۴۵	۵۵
۱۵phr Talc	۵۰۷۱	۶۸۶	۵۲
۲۵phr Talc	۵۴۲۴	۷۸۶	۵۷
۳۵phr Talc	۵۴۳۰	۷۰۰	۴۸

با توجه به جدول ۲ می توان دریافت که در نمونه بهینه (۲۵phr) مقدار بیشینه استحکام قطعه نسبت به نمونه خالص حدود ۱۸٪ افزایش داشته است. همان طور که مشاهده می شود با افزودن تالک به کامپوزیت ها خواص مکانیکی نسبت به نمونه خالص افزایش



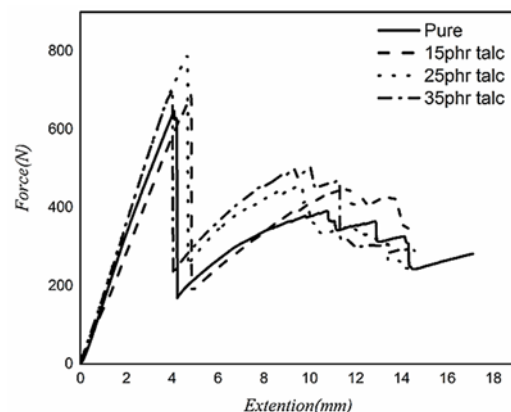
نمودار ۳) نمودار آزمون TGA نمونه های اصلاح شده با تالک در اتمسفر خنثی

### آزمون های مکانیکی

به کمک آزمون خمش می توان استحکام و مدول خمشی آمیزه ها را مورد ارزیابی قرار داد. اما قبل از بررسی استحکام و مدول خمشی، ابتدا نگاهی کلی به منحنی های تمامی نمونه های کامپوزیتی انداخته می شود. به دلیل آنکه برای هر یک از کامپوزیت ها ۳ نمونه تحت آزمون خمش قرار داده شد، به عنوان نماینده یکی از منحنی های نیرو- جابجایی هر یک از نمونه ها که دارای بیشترین شباهت به مقادیر میانگین است، در نمودار ۴ آورده شده است.

در همه نمونه ها هنگامی که نمونه آزمایش در معرض خمش قرار می گیرند، در سطح بالایی آنها تنش فشاری و در سطح پایینی تنش کششی به وجود می آید و در صورت وجود ضخامت کافی در لایه میانی نمونه، نیروی برشی ایجاد می شود که می تواند برای ارزیابی چقرمگی رزین به کار گرفته شود.

همان طور که در نمودار ۴ دیده می شود، قسمت ابتدایی نمودار خطی است که نمایانگر ناحیه الاستیک خطی است که در آن، تغییر شکل نمونه، برگشت پذیر بوده و در صورت برداشتن نیرو از روی آن به حالت اولیه خود برمی گردد. بعد از ناحیه خطی، شیب نمودار تنش- کرنش کاهش می یابد که دلیل این کاهش شیب، ریزترک های به وجود آمده در کامپوزیت ذکر شده است (شکل ۳- a) که با چشم دیده نمی شود اما وجودشان باعث می شود که شیب نمودار کمی کاهش یابد.



نمودار ۴) نمودار نیرو- جابجایی آزمون خمش سه نقطه ای نمونه های اصلاح شده با میکروذرات تالک

و خواص حرارتی کامپوزیت‌ها می‌شود. با توجه به نتایج آزمون‌های حرارتی مقدار ۲۵phr تالک در رزین حالت بهینه شد. در آزمون DSC نمونه حاوی ۲۵phr پایداری حرارتی بیشتری در دمای  $230^{\circ}\text{C}$  در مدت ۱۲ دقیقه از خود نشان داد. همچنین در آزمون TGA نمونه حاوی ۲۵phr تالک در شرایط سرویس‌دهی و در مدت ۱۲ دقیقه کاهش وزن محسوسی نداشت که این امر نشان می‌دهد که عایق حرارتی به خوبی عمل کرده است. با افزودن تالک به کامپوزیت‌ها خواص مکانیکی در همه نمونه‌ها نسبت به نمونه خالص افزایش یافت. در حالت بهینه مقدار بیشینه استحکام کششی و خمشی نمونه بهینه (۲۵phr) نسبت به نمونه خالص به ترتیب ۱۸ و ۱۳٪ افزایش داشت.

**تشکر و قدردانی:** نویسندگان موردی بیان نکردند.

**تاییدیه اخلاقی:** نویسندگان موردی بیان نکردند.

**تعارض منافع:** نویسندگان موردی بیان نکردند.

**سهم نویسندگان:** حمید فتوحی (نویسنده اول)، نگارنده مقدمه/روش‌شناسی/پژوهشگر اصلی/تحلیلگر آماری/نگارنده بحث (۵۰٪): اسماعیل خضریان (نویسنده دوم)، نگارنده مقدمه/روش‌شناسی/پژوهشگر اصلی/تحلیلگر آماری/نگارنده بحث (۵۰٪)

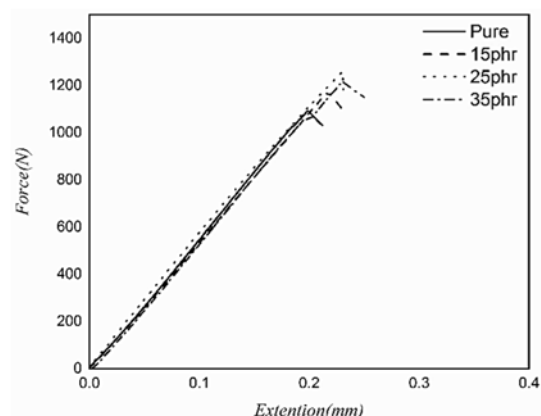
**منابع مالی:** نویسندگان موردی بیان نکردند.

#### منابع

- 1- Sridharan S. Delamination behaviour of composites. 1<sup>st</sup> Edition. Cambridge: Woodhead Publishing Limited; 2008.
- 2- Kassapoglou Ch. Modeling the effect of damage in composite structures: Simplified approaches. Hoboken: John Wiley & Sons; 2015.
- 3- Knop A, Pilato LA. Phenolic resins: Chemistry, applications and performance: Future directions. Berlin: Springer; 1985.
- 4- Rahimi A. Introducing polymers and application. 1<sup>st</sup> Edition. Tehran: Iran Polymer and Petrochemical Institute; 2006. [Persian]
- 5- Zohurian Mehr MJ. Applied polymer chemistry. Tehran: Sharif University of Technology; 1997. [Persian]
- 6- Beheshty M, Rezadoust AM. Plastic reinforced (composites). Tehran: Iran Polymer and Petrochemical Institute; 2012. [Persian]
- 7- Akhlaghi R, Bahramian AR, Razaghi Kashani M. The effect of graphite nanoparticles on thermal stability and ablation of phenolic/carbon fiber/graphite nanocomposites. Iranian Journal of Polymer Science and Technology. 2014;27(3):241-249. [Persian]
- 8- Pilato L, editor. Phenolic resins: A century of progress. Berlin: Springer; 2010.
- 9- Karami Ghahi M, Beheshty MH, Esfandeh M, Rezadoust AM. Study of room temperature curing of phenolic resin and its silica reinforced composites. Iranian Journal of Polymer Science and Technology. 2008;21(2):149-155. [Persian]
- 10- Minges ML. Thermal physical characteristics of high-performance ablative composites. Journal of Macromolecular Science: Part A- Chemistry. 1969;3(4):613-639.

داشته است. صفحات نازک از این ماده، حاوی کریستال‌های تالک است. این صفحات، اگرچه انعطاف‌پذیر هستند ولی، الاستیسیته محدودی دارند. در نتیجه، تالک دارای استحکام مکانیکی بالایی است و به همین دلیل، ساختار این ماده دارای پایداری خوبی است که موجب بهبود خواص مکانیکی کامپوزیت‌ها و باعث شکست نرم در کامپوزیت‌ها شده است (شکل ۳- b). در نمونه ۳۵phr میکروذرات کلوخه‌شده خود نیز به‌عنوان مراکز تنش عمل کرده و باعث سهولت انتشار ترک می‌شوند.

نمودار ۵ نتایج آزمون کشش نمونه‌های سیلیکا- فنولیک با درصد‌های متفاوت تالک را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود حضور تالک باعث افزایش مقدار استحکام کششی نمونه‌ها نسبت به نمونه خالص شده است. از طرفی نمونه ۲۵phr تالک بیشترین مقاومت کششی را داشته و در بین نمونه‌های تحت آزمون نتایج بهتری داشته است. هنگام کشش علاوه بر مقاومت الیاف در راستای طولی میکروذرات تالک نیز به دلیل لایه‌ای بودن از خود مقاومت کششی کمی نشان می‌دهند. اما عمده دلیل بهبود خواص کششی چندلایه‌های کامپوزیتی، افزایش سطح تماس رزین و میکروذرات تالک با الیاف سیلیکا در سطح برخورد این دو ماده به دلیل لایه‌ای بودن ساختار تالک هنگام پخت رزین است. جدول ۲ نتایج آزمون کوره و مقدار درصد الیاف در کامپوزیت‌ها را نشان می‌دهد. مطالعات انجام‌شده نشان می‌دهد، کامپوزیت فنولی با حدود ۶۰ درصد وزنی الیاف بیشترین استحکام خمشی را دارد [27]. به‌طور عمده دو سازوکار شکست الیاف و بیرون‌کشیده شدن الیاف سبب بهبود مقاومت خمشی کامپوزیت می‌شود. همچنین گفتن این نکته ضروری است، مقادیر اضافی الیاف سبب کاهش مقاومت خمشی و کششی می‌شود که ممکن است به دلیل خیس‌شدن تمام الیاف و پراکنش ضعیف الیاف در کامپوزیت باشد [29].



نمودار ۵) نمودار نیرو- جابجایی آزمون کشش نمونه‌های اصلاح‌شده با میکروذرات تالک

#### ۵- نتیجه‌گیری

افزودن تالک به کامپوزیت‌های سیلیکا- فنولیک باعث بهبود پایداری

- modeling and experimental. *Polymer*. 2006;47(10):3661-3673.
- 20- Mirzapour A, Pourhasan B, Eslami Z. Effect of nanosilica on bending strength and thermal stability of glass fiber/phenolic nanocomposite. *Iranian Journal of Polymer Science and Technology*. 2016;29(4):377-386. [Persian]
- 21- ASTM D3531/D3531M-16. Standard test method for resin flow of carbon fiber-epoxy prepreg. West Conshohocken: ASTM International; 2016.
- 22- ASTM D3418-99. Standard test method for transition temperatures of polymers by differential scanning calorimetry. West Conshohocken: ASTM International; 1999.
- 23- ASTM D790-17. Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials. West Conshohocken: ASTM International; 2017.
- 24- ASTM D3039M. Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials. West Conshohocken: ASTM International; 2017.
- 25- Hitachi. DSC measurements of thermosetting resins. Tokyo: Hitachi; 1981.
- 26- Pilato L, editor. Phenolic resins: A century of progress. 2<sup>nd</sup> Edition. Berlin: Springer Science & Business Media; 2010.
- 27- Srebrenkoska V, Bogoeva-Gaceva G, Dimeski D. Composite material based on an ablative phenolic resin and carbon fibers. *Journal of the Serbian Chemical Society*. 2009;74(4):441-453.
- 28- Taherian R, Nozad Golikand A, Hadianfard MJ. Preparation and properties of a phenolic/graphite nanocomposite bipolar plate for proton exchange membrane fuel cell. *ECS Journal of Solid State Science and Technology*. 2012;1(6):M39-M46.
- 29- Li M, Liu D. Mechanical and electrical properties of graphite/carbon fiber/phenolic resin composite. In: Fan W, editor. *Advanced materials research*. Unknown city: Trans Tech Publications. 2012. pp. 1452-1455.
- 11- Gültek A, Seçkin T, Önal Y, İçduygu MG. Poly (methacrylic) acid and \gamma-methacryloxypropyltrimethoxy silane/clay nanocomposites prepared by in-situ polymerization. *Turkish Journal of Chemistry*. 2002;26(6):925-938.
- 12- Alexandre M, Dubois P. Polymer-layered silicate nanocomposites: Preparation, properties and uses of a new class of materials. *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 2000;28(1-2):1-63.
- 13- Zhu J, Start P, Mauritz KA, Wilkie CA. Thermal stability and flame retardancy of poly (methyl methacrylate)-clay nanocomposites. *Polymer Degradation and Stability*. 2002;77(2):253-258.
- 14- Chang JP, Lin YS, Chu K. Rapid thermal chemical vapor deposition of zirconium oxide for metal-oxide-semiconductor field effect transistor application. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*. 2001;19(5):1782-1787.
- 15- Kucuk A, Lima RS, Berndt CC. Influence of plasma spray parameters on formation and morphology of ZrO<sub>2</sub>-8 wt% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> deposits. *Journal of the American Ceramic Society*. 2001;84(4):693-700.
- 16- Matsumoto A, Ohtsuka K, Kimura H, Adachi SI, Takenaka M. Moldability and properties of phenolic/artificial zeolite composites. *Journal of Applied Polymer Science*. 2007;106(6):3666-3673.
- 17- Bahramian AR, Kokabi M, Famili MH, Beheshty MH. High temperature ablation of kaolinite layered silicate/phenolic resin/asbestos cloth nanocomposite. *Journal of Hazardous Materials*. 2008;150(1):136-145.
- 18- Bahramian AR, Kokabi M. Ablation mechanism of polymer layered silicate nanocomposite heat shield. *Journal of Hazardous Materials*. 2009;166(1):445-454.
- 19- Bahramian AR, Kokabi M, Famili MH, Beheshty MH. Ablation and thermal degradation behaviour of a composite based on resol type phenolic resin: Process