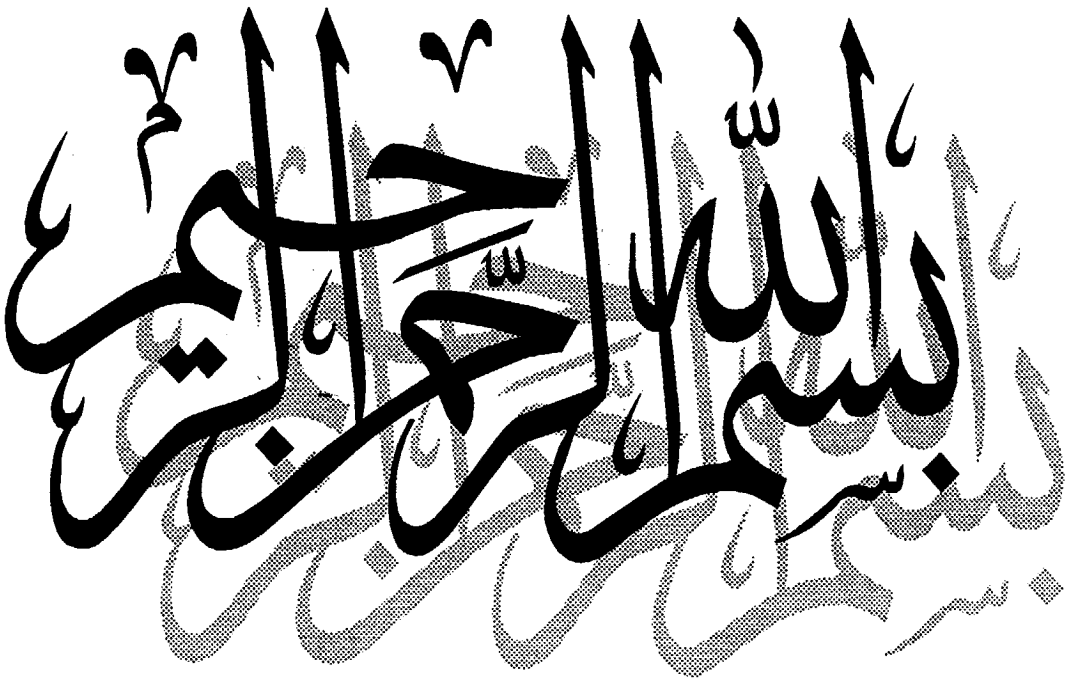


٣٥٨٥٢

مرکز اطلاعات و مدارک علمی ایران
تهیه مدارک

پژوهشگاه پلیمر ایران

وزارت علوم، تحقیقات و فناوری
دانشگاه علوم وفنون مازندران

پایان‌نامه

۱۳۸۰ /۱/ ۲۰

مقطع کارشناسی ارشد

رشته: مهندسی‌شیمی

012564

۳۵۸۵۲

عنوان: بهینه سازی چرخهٔ پخت کامپوزیتها

استاد راهنما: دکتر محمدحسین بهشتی

استاد مشاور: مهندس قاسم نادری

دانشجو: هادی دلبری

(پاییز ۱۳۷۹)

سپاس خدای را که اولین معلم بشریت است و آموخت بر بشر آنچه را که نمی‌دانست.

درود فراوان بر حضرت ختمی مرتبت، محمد بن عبدالله(ص) و جانشینان پاک و بر حق او، که با گفتار و رفتار خود فرهنگ درست خداشناسی و عدالت را به بشریت آموختند.

تشکر فراوان از پدر و مادر که حق بزرگی بر گردنم دارند، آنانکه همیشه مایهٔ رحمتند، لیکن این حقیر برای آنان مایهٔ زحمت.

از استادان گرامی آقایان دکتر بهشتی و مهندس نادری که در این مدت تحصیل بخصوص در ایام جمع‌آوری، تنظیم، ثبت و نگارش پایان‌نامه با صبر و حوصله مرا راهنمایی و مشاوره نمودند، از سویدای دل تشکر می‌کنم.

هجدهم اسفندماه سال یکهزار و سیصد و هفتاد و نه

تقدیم به دستهای گرم و قلب مهربان،

به موهای سپید که نشان ز عمری سخت دارد،

و به چشمان ضعیف که حکایت از آرزوهای دیرین دارد،

تکیه‌گاهی، پناهی، سایه‌ای، تا محبت زنده باشد زنده‌ای،

تقدیم به پدرم،

تقدیم به شاهگل قصه‌هایم،

آخرین طبیب و پناهم، زیباترین بهارم،

چشمهٔ پاک و زلالم، سنگ صبورم،

حریر امنم و بهترین نعمت خدایم،

تقدیم به مادرم،

و تقدیم به همسرم،

همسفر راه دراز تحصیلم، شاه‌پری قصه‌هایم،

بهار خاطراتم، نگین انگشتر عشقم،

او که در خلوت تنهایی خود، حریر رنگین خاطره را از تار و پود عشق می‌بافد.

چکیده:

فرآیند پخت پلیمرهای گرماسخت یک فرآیند پیچیده است. این فرآیند علاوه بر یک واکنش چند فازی ناهمگن شامل تمام پدیده‌های انتقال نظیر انتقال حرارت، انتقال جرم و جریان سیال می‌باشد. شرایط مرزی و اولیه و خواص مواد نیز شدیداً وابسته به شرایط محیطی و زمان می‌باشند. این مسأله بخصوص در مورد رزینهای فنلیک پیچیده‌تر است، زیرا بدلیل نوع خاص واکنش پخت آنها (پلیمریزاسیون تراکمی)، برخی محصولات جانبی (عموماً بصورت گازی شکل) آزاد می‌شود. این محصولات در قطعات کامپوزیتی بصورت حباب باقی می‌مانند که پس از سخت شدن بصورت حفره ظاهر می‌شوند و شدیداً بر خواص مکانیکی و فیزیکی قطعه اثر نامطلوب می‌گذارد. در صورتیکه از قطعهٔ کامپوزیتی خواص بالایی مدنظر باشد نیاز به زدودن این حفره‌ها خواهد بود. این کار عموماً با کنترل دائمی چرخهٔ پخت و بهینه‌کردن آن صورت می‌پذیرد. در این پروژه پس از تعیین مشخصات مواد اولیه بکمک چند آزمون، چرخهٔ پخت اولیه‌ای برای رزین فنلیک در دو سیستم مجزا درنظرگرفته‌شد. سپس شرایط پخت بهینه برای این دو حالت مختلف با توجه به آزمونهای انجام شده، تعیین گردید. سیستم نخست یک قطعهٔ کامپوزیتی دو لایه از الیاف آزبست نوع کریزوتایل و رزین فنولی نوع رزول IL-800 می‌باشد. بهینه‌سازی این سیستم با مشاهدهٔ اثر شرایط پختی آن بر خواص مکانیکی شامل خواص خمشی و ضربه، و خواص فیزیکی شامل درصد الیاف و درصد حفره صورت پذیرفت و در نهایت دمای ۱۷۰°C و فشار ۱۰۰-۸۰ بار و زمان ۳۰ دقیقه مناسب تشخیص داده‌شد. سیستم دوم نیز یک فوم فنولی نوع نووا لاک بوده‌است که با لاستیک NBR چقرمه شده‌است. آزمونهای مکانیکی مورد استفاده در این سیستم، آزمون رئومتر و کشش بوده‌است. بهترین شرایط پختی برای این سیستم دمای پخت ۱۸۰°C، فشار قالبگیری ۱۰بار و زمان فرآیند قالبگیری در حدود ۲۰ دقیقه بدست آمده‌است.

واژه‌های کلیدی: رزین فنولی ـ کامپوزیت ـ فوم ـ خواص ـ بهینه‌سازی ـ چرخهٔ پخت.

فهـرسـت مـطالب

فصل اول : مقدمه ۲

فصل دوم : مروری بر مطالعات انجام‌شده ۷

۲-۱- مقدمه ۸

۲-۲- تاریخچه ۸

۲-۳- رزینهای گرماسخت ۹

۲-۴- پخت گرماسختها ۱۰

۲-۵- مراحل پخت ۱۱

۲-۶- اثرات شرایط پختی بر خواص قطعه ۱۳

۲-۶-۱ - تفسیر منحنی‌های *DSC* ۱۵

۲-۷- رزین فنلی ۱۶

۲-۷-۱- مقدمه ۱۶

۲-۷-۲- پلیمر شدن ۱۷

۲-۷-۳- رزینهای نووالاک ۱۸

۲-۷-٤- رزینهای رزول ۲۰

۲-۷-۵- پخت رزینهای فنلی ۲۲

۲-۷-۵-۱- پخت رزولها ۲۳

۲-۷-۵-۲- پخت نووالاکها ۲٤

۲-۷-٦- خواص و کاربردهای رزین فنلی ۲٦

۲-۸- قالبگیری فشاری ۲۸

۲-۸-۱- مقدمه و تعاریف ۲۸

۲-۸-۲- ملاحظات فرآیند قالبگیری فشاری ۳۱

۲-۸-۳- مقایسه با دیگر فرآیندها ۳۳
۲-۸-٤- کاربردها ۳٤
۲-۹- فرآیند اتوکلاو ۳۵
۲-۹-۱- مقدمه ۳۵
۲-۹-۲- مزایا و معایب روش اتوکلاو ۳٦
۲-۹-۳- مراحل تولید یک قطعهٔ کامپوزیتی گرماسخت در اتوکلاو ۳٦
۲-۹-۳-۱- آماده‌سازی ۳٦
۲-۹-۳-۲- جایگذاری (لایه‌گذاری) مواد ۳۸
۲-۹-۳-۳- آماده‌سازی پخت ۳۸
۲-۹-۳-٤- پخت ۳۹
۲-۹-۳-۵- بازرسی ٤۰
۲-۹-۳-٦- آرایش ٤۰
۲-۹-۳-۷- دوباره‌کاری ٤۰
۲-۹-۳-۸- جفت و جور کردن ٤۱
۲-۹-٤- متغیرهای مؤثر بر پخت در فرآیند اتوکلاو ٤۱
۲-۹-٤-۱- اثر دما ٤۱
۲-۹-٤-۲-اثر فشار ٤٦
۲-۹-٤-۳- اثر زمان ۵۰
۲-۹-٤-٤- اثر خلاء ۵۰
۲-۹-۵- دو چرخهٔ نمونه برای پخت قطعات درون اتوکلاو ۵۱
۲-۹-۵-۱- مورد یک ۵۱
۲-۹-۵-۲- مورد دو: سیستم کربن/ پلی‌ایماید تراکمی در اتوکلاو ۵٤
۲-۹-٦- انواع اتوکلاوها ۵۵
۲-۹-٦-۱- اتوکلاوهای صنعتی یا تولیدی ۵۵
۲-۹-٦-۲- اتوکلاوهای آزمایشگاهی ۵٦
۲-۱۰- بهینه‌سازی چرخهٔ پخت ۵۷
۲-۱۱- الیاف آزبست ۵۹

۲-۱۲- نتیجه‌گیری ۶۲

فصل سوم : مواد و روش‌های آزمون ۸۶

۳-۱- مقدمه ۸۷

۳-۲- مواد اولیه ۸۷

۳-۲-۱- مواد اولیهٔ هسته ۸۷

۳-۲-۲- مواد اولیهٔ پوسته ۸۷

۳-۲-۲-۱- الیاف تقویت‌کننده ۸۷

۳-۲-۲-۲- رزین (ماتریس) ۸۸

۳-۳- آزمون‌های انجام شده ۸۸

۳-۳-۱- تعیین مقاومت خمشی ۸۸

۳-۳-۲- آزمون اندازه‌گیری دانسیته ۸۹

۳-۳-۳- اندازه‌گیری میزان حباب ۹۰

۳-۳-٤- اندازه‌گیری مقاومت ضربه ۹۱

۳-۳-٥- آزمون خواص کششی فوم ۹۲

۳-۳-٦- آزمون تعیین سختی ۹۳

۳-۴- دستگاه‌های مورد استفاده ۹۳

فصل چهارم: نتایج و بحث ۹۵

۴-۱- مقدمه ۹۶

۴-۲- خواص مواد مورد استفاده ۹۶

٤-۲-۱- الیاف ۹٦

٤-۲-۱-۱- تعیین وزن واحد سطح الیاف آزبست ۹٦

٤-۲-۱-۲- تعیین میزان رطوبت الیاف آزبست ۹٦

٤-۲-۱-۳- آزمون تعیین میزان پنبهٔ موجود در الیاف آزبست ۹۷

٤-۲-۲- رزین ۹۸

٤-٢-٢-١- تعیین درصدحلال و مواد جامد و فرار رزین رزول مایع IL-800.....٩٨
٤-٣- تعیین چرخهٔ پخت اولیه ٩٩
٤-٣-١- چرخهٔ پخت اولیهٔ قطعهٔ کامپوزیتی ٩٩
٤-٣-٢- چرخهٔ پخت اولیهٔ فوم فنلی ١٠١
٤-٤- بررسی تأثیر متغیرهای فرآیند بر خواص مکانیکی ١٠٢
٤-٤-١-نمونه‌های قطعهٔ کامپوزیتی..... ١٠٢
٤-٤-١-١- اثر فشار ١٠٢
٤-٤-١-٢- اثر دما ١٠٥
٤-٤-١-٣- اثر زمان..... ١٠٦
٤-٤-٢- نمونه‌های فوم فنلی ١٠٧
٤-٤-٢-١- اثر زمان..... ١٠٧
٤-٤-٢-٢- اثر دما ١٠٩
فصل پنجم..... ١٣٢
٥-١- نتیجه‌گیری ١٣٣
٥-٢- پیشنهادات ١٣٤
مراجع ١٣٦
چکیدهٔ انگلیسی(ABSTRACT) ١٣٩

فصل اول

مقدمه

کامپوزیتها (Composites) یا مواد مرکب از زمانهای بسیار دور مورد توجه و استفادهٔ بشر قرار گرفته‌اند. شاید اولین تجربهٔ بشر در این زمینه تقویت گل رُس با کاه باشد. در طبیعت نیز نمونه‌های طبیعی بسیاری وجود دارد. فراوانترین مورد چوب است که الیاف سلولز در ماتریسی از لیگنین قرار دارند. لکن کامپوزیتها از زمانی بعنوان یک شاخهٔ علمی جدا مورد توجه قرار گرفتند که بشر پی برد ترکیب مواد مختلف اغلب به تشکیل محصولات با کیفیت بالاتر منجر می‌شود[۱].

کامپوزیتها موادی هستند که از ترکیب دو یا چند جزء مشخص بوجود آمده‌باشند[۲]. کامپوزیتها را از جهات مختلف می‌توان طبقه‌بندی نمود، لکن با توجه به اینکه هدف از تهیهٔ بسیاری از کامپوزیتها بهبود خواص مکانیکی نظیر استحکام، سفتی، چقرمگی و کارآیی در دمای بالا می‌باشد، بنابراین طبقه‌بندی اغلب بر اساس مکانیسم تقویت‌کنندگی و گاهی بر اساس نوع ماتریس می‌باشد. از نقطه‌نظر نوع ماتریس کامپوزیتها به سه دستهٔ کامپوزیتهای سرامیکی، کامپوزیتهای فلزی و کامپوزیتهای پلیمری طبقه‌بندی می‌شوند. از این میان کامپوزیتهای پلیمری بیشترین حجم استفاده را دارند. هدف از تهیهٔ این نوع کامپوزیتها بیشتر بهبود خواص مکانیکی می‌باشد. خواص این کامپوزیتها تابع موارد زیر است[۳]:

۱) خواص فازهای تشکیل دهنده
۲) توزیع فازها
۳) اثرات متقابل فازها بر همدیگر
٤) ابعاد مادهٔتقویت کننده

ماتریسهای پلیمری نیز به سه دستهٔ بزرگ از لحاظ شبکه‌بندی یا اتصالات عرضی (Crosslink) میان زنجیرهای پلیمری تقسیم می‌شوند[٤]. اولین دسته آنهایی هستند که اتصالات عرضی میان زنجیره‌هایشان وجود ندارد و یا اندک است که به گرمانرم (Thermoplast) موسومند، از اینرو غالباً در حلال حل و به آسانی ذوب می‌شوند، بنابراین ویسکوزیتهٔ فرآورشی بالایی دارند. دستهٔ دوم لاستیکها (Rubbers) هستند که اندکی شبکه‌ای می‌شوند بهمین علت هنگام کشیده‌شدن، از لغزش بیش از حد زنجیره‌های پلیمری بر روی هم جلوگیری می‌شود. شبکه‌ای‌شدن در لاستیکها معمولاً بوسیلهٔ یک عامل پختی نظیر گوگرد انجام می‌پذیرد.

دستهٔ سوم به گرماسخت(Thermoset) موسومند. میزان شبکه‌بندی در آنها پس از پخت بسیار زیاد است، ازاین‌رو حل ناپذیر و غیرقابل‌ذوبند[٤]. این نوع رزینها در وزن مولکولی پایین فرآورش می‌شوند لذا ویسکوزیتهٔ فرآیندی پایینی دارند. نمونه‌ای از تغییرات شبکه‌بندی در رزینهای گرماسخت در شکل (۱-۱) نشان‌داده شده است[٤].

در طی پخت رزینهای گرماسخت، وزن مولکولی و در نتیجه ویسکوزیتهٔ آنها به مقدار قابل توجهی افزایش می‌یابد. لذا معمولاً در طی فرآورش فقط محدودهٔ باریکی وجود دارد که ویسکوزیتهٔ رزین کم است و همان محدوده فقط برای فرآورش مناسب می‌باشد[۳]. شکل (۱-۲) نمونه‌ای از تغییرات ویسکوزیته برحسب دما و همچنین چرخهٔ پخت مورد استفاده برای یک کامپوزیت اپوکسی ـ الیاف کربن را نشان می‌دهد. محدودهٔ باریک در این شکل در نقطهٔ t_{gel} قابل مشاهده است.

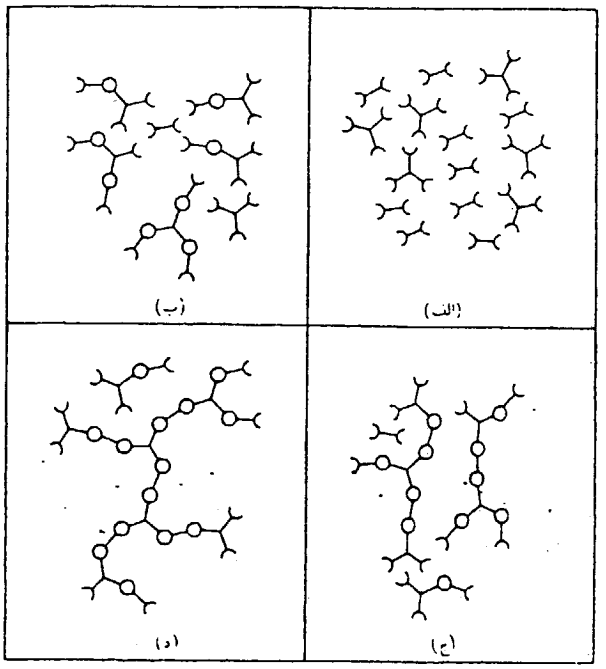
گرماسختها با وجود گرانی و همچنین مشکل‌بودن فرآیندشان، هنوز بطور گسترده در صنعت استفاده می‌شوند، زیرا پایداری حرارتی و خواص مکانیکی خوبی از خود نشان می‌دهند. برای رسیدن به چنین مزایایی میزان اتصالات عرضی میان زنجیره‌های پلیمری بسیار حائز اهمیت است. این اتصالات از طریق واکنش‌های موسوم به پخت(Curing) ایجاد می‌گردند. واکنش‌های مذکور برگشت‌ناپذیرند و از طریق تشکیل اتصالات شیمیایی میان زنجیره‌های پلیمری خطی، که خود از واکنش منومرها بوجود آمده‌اند، به پیش می‌روند و یک ساختار سه‌بعدی پدید می‌آورند.

تهیهٔ این رزینها معمولاً بوسیلهٔ یک سری واکنشهای شیمیایی انجام می‌شود. این واکنشها عموماً به دو صورت بسپارش تراکمی (Condensation) یا افزایشی (Additional) انجام می‌گردد. در این نوع واکنشها یک محصول جانبی بوجود می‌آید. واکنشهای پخت رزینهای فنلی نیز از نوع تراکمی می‌باشد. رزینهای رزول، آب و رزینهای نووالاک آمونیاک آزاد می‌کنند. این محصولات جانبی در تولید کامپوزیتهای با کیفیت بالا، که باید عاری از حفره باشند، مشکل ایجاد می‌کند و سبب افت خواص کامپوزیت می‌گردند. از این‌رو پخت گرماسختها عموماً بوسیلهٔ حرارت دادن و غالباً تحت فشار در یک چرخهٔ زمانی (Curing Cycle) خاص صورت می‌پذیرد. حرارت جهت شروع واکنشهای پخت و پایین آوردن ویسکوزیته لازم می‌باشد. فشار نیز بیشتر در خروج حبابها و بالابردن درصد حجمی الیاف مؤثر است. اعمال خلاء رسیدن به قطعات عاری از حفره را آسانتر می‌کند.

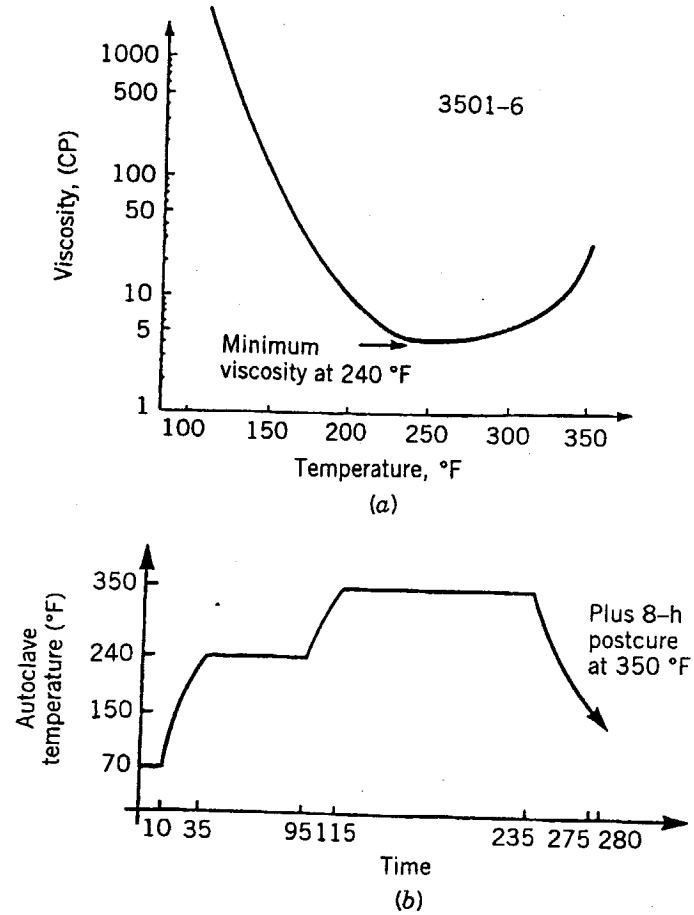
برگشت‌ناپذیری واکنش و اثر اساسی و تعیین‌کنندهٔ دما، فشار و زمان پخت روی نحوه و میزان اتصالات عرضی و در نتیجه روی خواص قطعهٔ پخت شده، کنترل شرایط پختی در حین

فرآیند پخت را بسیار مهم و قابل توجه می‌نماید. این مسأله در ساخت کامپوزیتهای ویژه و با کارآیی بالا اهمیت فوق‌العاده‌ای می‌یابد؛ از جمله در رزینهای فنلی که علاوه بر گازهای آزادشده از واکنش تراکمی، گاهی (مثلاً در رزولهای مایع) مقادیر زیادی حلال و رطوبت نیز آزاد می‌شود که باید برطرف شود. فنلیها پس از پخت عموماً بسیار شکننده‌اند. بنابراین اغلب همراه با یک پرکننده یا تقویت‌کننده پخت می‌شوند. رفتار پخت، ویسکوزیته و تنشهای باقیمانده در قطعه برای رزینهای خالص در مقایسه با نمونه‌های تقویت‌شده کاملاً متفاوت است. کم‌کردن میزان حفره و تنشهای پسماند تا حدود زیادی به چرخهٔ پخت برمی‌گردد و چرخهٔ پخت از مهمترین عوامل تعیین‌کنندهٔ خواص قطعهٔ نهایی خواهدبود. با توجه به تأثیر شرایط پختی بر خواص قطعات کامپوزیتی و همچنین اقتصاد فرآیند، لذا بهینه‌سازی چرخهٔ پخت از اهمیت زیادی برخوردار است و توجه بسیاری از محققین را در سالهای اخیر به خود جلب کرده است، لذا در این پروژه چگونگی بهینه سازی چرخه پخت مورد بررسی قرار گرفته است. از آنجا که در میان رزینهای گرماسخت شرایط پختی رزینهای فنلی از پیچیدگی بیشتری برخوردار است لذا در کارهای عملی انجام شده در این پروژه از رزین فنلی، که با الیاف آزبست تقویت شده است، استفاده گردیده است. همچنین دستیابی به یک چرخه بهینه پخت جهت یک فوم فنلی چقرمه شده با لاستیک که بعنوان هسته در یک ساختار ساندویچی با لایه های رویه فنلی-آزبست مورد استفاده قرار می‌گیرد نیز مورد بررسی قرار گرفته است.

خلاصه‌ای از اهم مطالعات انجام شده در این زمینه در فصل دوم آورده شده است. فصل سوم شامل مشخصات مواد مصرفی و شرح آزمایشات انجام شده می‌باشد. نتایج حاصله و تجزیه و تحلیل آنها در فصل چهارم و خلاصه نتایج حاصله از انجام این پروژه و پیشنهادات لازم جهت ادامه کار در فصل پنجم آورده شده است.



شکل ۱-۱- تغییرات شبکه‌بندی در رزینهای گرماسخت[٤].



شکل ۲-۱- تغییرات ویسکوزیته و چرخه پخت کامپوزیت اپوکسی / الیاف کربن(Hercules AS4/3501-6)،
(a) تغییرات ویسکوزیته در طی پخت، (b) چرخه پخت استاندارد برای AS4/3501-6[۳].