



بررسی تجربی رفتار مکانیکی کامپوزیت پلیمری خودترمیم شونده تحت اثر سیکل‌های گرمایشی

سید محمد رضا خلیلی^{1,2}، محسن زارعی³، رضا اسلامی فارسانی^{4*}

1- استاد، مهندسی مکانیک، دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی، تهران

2- استاد معین، مهندسی مکانیک، موسسه تکنولوژی دهلی، دهلی نو

3- دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی، تهران

4- دانشیار، مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی، تهران

* تهران، 19991-43344، eslami@kntu.ac.ir

چکیده

اطلاعات مقاله

دریافت: 95/11/22

پذیرش: 96/01/17

کلیدواژگان:

کامپوزیت اپوکسی - الیاف شیشه
پدیده خودترمیمی
سیکل‌های گرمایشی
رفتار خمشی

تشکیل میکروترک‌ها در ساختار مواد مهندسی از جمله کامپوزیت‌ها یکی از رایج‌ترین دلایل واماندگی آن‌ها می‌باشد. از طرفی تکنیک‌های بازرسی و نگهداری مشکل و پرهزینه می‌باشند، همچنین در بعضی موارد حتی اگر بازرسی‌ها و تشخیص به درستی انجام شود، همواره امر ترمیم ممکن نیست. از این‌رو مهندسان از خودترمیمی که در سیستم‌های بیولوژیکی انجام می‌شود، الهام گرفته‌اند و از این موضوع برای ترمیم مواد مختلف از جمله کامپوزیت‌ها استفاده کرده‌اند. در این پژوهش با بهره‌گیری از روش‌های خودترمیمی، به ترمیم میکروترک‌ها و آسیب‌های ایجاد شده در یک کامپوزیت اپوکسی - الیاف شیشه پرداخته شده است. بدین منظور از یک سری میکرولوله‌های توخالی شیشه‌ای برای ایجاد مکانیزم ترمیم شونده استفاده شد. این میکرولوله‌ها با نوعی ماده ترمیمی که یک رزین دوجزئی می‌باشد، پر شدند. با ایجاد میکروترک‌ها یا خرابی‌های غیرقابل رؤیت و برخورد آن‌ها با دیواره میکرولوله‌ها، این لوله‌ها پاره شده و ماده ترمیمی درون آن‌ها در محل آسیب جریان پیدا می‌کند که با گذشت زمان باعث رفع آسیب می‌شود. هدف از پژوهش حاضر بررسی اثر سیکل‌های گرمایشی بر زمان ترمیم در این کامپوزیت‌هاست. بدین منظور سیکل‌های حرارتی متوالی (1، 3 و 5 سیکل) در محدوده دمایی 25-70 درجه سانتی-گراد پس از ایجاد آسیب در نمونه، اعمال شدند. نتایج آزمون خمش بیانگر آن بود که بازده ترمیم 74 درصدی که با گذشت 7 روز بدست آمده، تقریباً با اعمال 5 سیکل گرمایشی در محدوده دمایی یاد شده با گذشت تنها 1 روز حاصل می‌شود.

Experimental study of the mechanical behavior of self-healing polymer composite under heating cycles

Seyed Mohammad Reza Khalili^{1,2}, Mohsen Zarei³, Reza Eslami-Farsani⁴

1- Faculty of Mechanical Engineering, K. N. Toosi University of Technology, Tehran, Iran

2- Department of Applied Mechanics, Indian Institute of Technology Delhi, New Delhi, India

3- Faculty of Mechanical Engineering, K. N. Toosi University of Technology, Tehran, Iran

4- Faculty of Materials Science and Engineering, K. N. Toosi University of Technology, Tehran, Iran

*P.O.B. 19991-43344, Tehran, Iran, eslami@kntu.ac.ir

Keywords

Epoxy-glass fiber composite
Self-healing phenomenon
Heating cycle
Bending behavior

Abstract

Crack creation in material's structures including composites is one of the most common failure reasons of those materials. On the other hand, inspection and maintenance techniques are difficult and expensive. Also in some occasions even if inspections and detection were implemented correctly, the self-healing action is not always possible. Nevertheless, engineers were inspired by self-healing action in biological systems and used this innovation for the healing of different kinds of materials such as composites. In this study, using the self-healing approaches, micro-crack and damage healing of an epoxy-glass fibers composite were under consideration. So one series of hollow glass fibers were used to fabricate self-healing mechanism. These hollow fibers were filled by one self-healing agent which is one two-part epoxy resin. After the creation of undetectable micro-cracks and damages and also their encounter with hollow fibers' walls, these hollow glass fibers will crack and the self-healing agent in them would flow into damage area that after some time it repairs the damage. The aim of the present study was to investigate the effect of heating cycles over time is restored in the composite. So consecutive temperature cycles (1, 3 and 5 cycle) in temperature were implemented in the range of 25-70 °C after damage creation in the sample. The results of bending tests show that a 74% healing efficiency can be gained after 7 days almost with 5 cycles of heat in mentioned temperature range only after one day.

Please cite this article using:

Khalili, S. M. R. Zarei, M. Eslami-Farsani, R. , "Experimental study of the mechanical behavior of self-healing polymer composite under heating cycles", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 2, pp. 183-189, 2019.

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

1- مقدمه

کامپوزیت‌های پلیمری به دلیل دارا بودن استحکام و سفتی ویژه بالا بیش از 95 درصد از مصرف جهانی کامپوزیت‌ها را به خود اختصاص داده‌اند. این کامپوزیت‌ها زمانی که تحت بارگذاری‌های ترمومکانیکی مداوم قرار می‌گیرند مستعد به ایجاد میکروترک در ساختار خود هستند. از طرفی طولانی نمودن هر چه بیشتر عمر مفید فقط با تکیه بر تکنیک‌های نظارت و نگهداری دقیق ممکن می‌شود. این در شرایطی است که حتی اگر بررسی‌ها و تشخیص به درستی انجام شود، همواره عملی بودن ترمیم ممکن نیست. از این‌رو مهندسان از خودترمیمی که در سیستم‌های بیولوژیکی همانند شبکه آوندی گیاهان یا مویرگی جانوران انجام می‌شود، الهام گرفته‌اند و از این موضوع برای ترمیم مواد مختلف از جمله کامپوزیت‌ها استفاده کرده‌اند. به عنوان مثال با الهام گرفتن از نقش گلبول‌های قرمز در ترمیم، اقدام به ساخت میکروکپسول‌ها حاوی عامل ترمیم کننده نمودند. بنابراین به منظور کاهش هزینه تعمیرات، کاهش زمان خارج از سرویس بودن، حذف نیروی انسانی متخصص و همچنین در جهت افزایش طول عمر می‌توان از کامپوزیت‌های خودترمیم استفاده نمود [1,2].

خودترمیمی به صورت قابلیت ماده برای ترمیم و تعمیر خود به صورت اساسی بعد از ایجاد خرابی تعریف می‌شود. این ترمیم‌کنندگی ممکن است به صورت اتوماتیک یا بعد از کاربرد یک محرک خارجی (گرمایشی، تشعشع و غیره) فعال شود. در اینجا واژه "تعمیر" به بازیابی خواص مکانیکی کامپوزیت-های آسیب دیده اطلاق می‌شود. خودترمیمی در کامپوزیت‌ها به وسیله روش-های مختلفی انجام می‌شود، اما می‌توان آن را در حالت کلی به دو دسته خودترمیمی ذاتی و غیرذاتی تقسیم کرد [3].

به طور کلی سیستم‌های خودترمیم ذاتی، پلیمرهایی هستند که به فرم مونومری، اولیگومری و یا وضعیت خود قبل از ایجاد اتصالات تبدیل شده و قابلیت بازگشت مجدد به ساختار پلیمری اولیه خود را دارند. در واقع در این سیستم‌ها نیاز است تا در اثر ایجاد ترک و پس از ایجاد وضعیت اولیه (مثلاً مونومری)، سیستم تحت شرایطی به وضعیت پلیمری خود برگردد [4]. اما در ترمیم غیرذاتی عامل ترمیم‌کننده به گونه‌ای در یک مخزن ذخیره می‌شود و درون زمینه کامپوزیتی قرار می‌گیرد، به نحوی که در حضور ترک بتواند وارد عمل شده و عیوب مورد نظر را ترمیم نماید. استفاده از میکروکپسول‌ها، الیاف توخالی و شبکه‌های آوندی از رایج‌ترین روش‌های ترمیم غیرذاتی می‌باشند [5].

ترمیم با استفاده از میکروکپسول‌ها اولین بار توسط وایت¹ و همکارانش [3] در سال 2001 صورت گرفت. آن‌ها با کپسوله کردن عامل ترمیمی دی-سیکلوپنتادین² (DCPD) در پوسته‌ی اوره-فرمالدئیدی³ و پراکندن ذرات کاتالیست گرابس⁴ در زمینه کامپوزیت، موفق شدند اولین سیستم ترمیمی میکروکپسولی را معرفی کنند. به دلیل این که عامل ترمیمی معمولاً در فاز مایع می‌باشد (زیرا سیالیت لازم برای پرکردن میکروتُرک‌ها را دارد) از اینرو کپسوله کردن آن می‌تواند بسیار مفید باشد. به علت تسریع پلیمریزاسیون عامل ترمیمی، از کاتالیست نیز به صورت‌های مختلف در زمینه استفاده می‌شود. عامل ترمیمی و کاتالیست هر یک یا هر دو می‌توانند به صورت کپسول درآیند و در زمینه جاسازی شوند. با ایجاد ترک و برخورد آن با دیواره

کپسول، کپسول پاره می‌شود و عامل ترمیمی به بیرون نشت کرده و ترک را پر می‌کند. در نهایت عامل ترمیمی در مجاورت کاتالیست پلیمره شده و ترک را ترمیم می‌کند [6].

کسلر⁵ و همکارانش [7] در پژوهشی با استفاده از میکروکپسول‌هایی حاوی عامل ترمیمی DCPD و پراکندن ذرات کاتالیست گرابس در زمینه پلیمری، توانستند 80% چقرمگی شکست از دست رفته را بازیابی نمایند. کامفوس⁶ و همکارانش [8] نیز با استفاده از همین روش ولی با کاتالیست دیگری به نام کلرید تنگستن⁷ پایداری حرارتی کامپوزیت را بهبود بخشیدند. رول⁸ و همکارانش [9] در پژوهشی دیگر تأثیر قطر میکروکپسول را در زمینه اپوکسی مورد مطالعه قرار دادند.

یکی دیگر از روش‌های خودترمیمی غیرذاتی استفاده از الیاف توخالی می‌باشد که مکانیزمی مشابه با روش میکروکپسول‌ها دارد. اولین بار درای⁹ و همکارانش [10] در سال 1994، خودترمیمی به روش ذخیره‌ی عامل ترمیمی در الیاف توخالی را جهت ترمیم چندباره بکار گرفتند که موفقیت محدودی حاصل شد. موتوکو¹⁰ و همکارانش [11] نیز استفاده از ریزپیت-های¹¹ شیشه‌ای حاوی ماده ترمیمی را در کامپوزیت اپوکسی-الیاف شیشه مورد بررسی قرار دادند که آن‌ها هم ناموفق بودند. بلی¹² و همکارانش [12] در سال 2001 برای اولین بار از الیاف توخالی شیشه‌ای حاوی ماده ترمیمی استفاده کردند. آن‌ها این الیاف را با رزین و هاردنر پر کرده و درون زمینه کامپوزیت تقویت شده با پارچه شیشه قرار دادند که در این سیستم به علت ویسکوزیته بالای رزین، ترک توسط رزین پر نشد و عمل ترمیم به خوبی صورت نگرفت.

در پژوهشی دیگر پنگ¹³ و همکارانش [13,14] با اضافه کردن عامل رنگی فلورسنت فرابنفش به رزین ترمیمی و ذخیره‌ی آن در الیاف توخالی، رهایش عامل ترمیمی از الیاف شیشه و پرکردن ترک توسط آن را مشاهده کردند. ترسکا¹⁴ و همکارانش [15] نیز با پر کردن الیاف توخالی شیشه از عامل ترمیمی و به کار بردن آن‌ها درون زمینه کامپوزیت اپوکسی-الیاف شیشه بازده ترمیم¹⁵ را 87% اندازه‌گیری کردند.

تان¹⁶ و همکارانش [16] در مطالعه‌ی دیگر از لوله‌های شیشه‌ای موئین به قطر 1.5-1.6 میلی‌متر حاوی رزین دو جزئی برای خودترمیمی کامپوزیت-های مورد استفاده در هواپیما استفاده کردند. زین‌الدین¹⁷ و همکارانش [17] نیز با قرار دادن لوله‌های موئین شیشه‌ای حاوی رزین دو جزئی در کامپوزیت-های اپوکسی تقویت شده با الیاف شیشه، بازده ترمیم را تحت آزمون ضربه سرعت پایین 53% گزارش کردند.

شبکه‌های آوندی یکی دیگر از روش‌های خودترمیمی غیرذاتی هستند که تحقیقات جدیدتر را به خود اختصاص داده‌اند. این شبکه‌ها شامل میکرولوله‌های توخالی متصل به هم بوده که عامل ترمیمی را در خود ذخیره کرده‌اند. با برخورد ترک به میکرولوله‌ها، این لوله‌ها پاره شده و ماده درون

5 Kessler

6 Kamphaus

7 Tangsten chloride

8 Rule

9 Dry

10 Motuku

11 Micro- pipets

12 Bleay

13 Pang

14 Trask

15 Healing efficiency

16 Tang

17 Zainuddin

1 White

2 Dicyclopentadiene

3 Urea- formaldehyde

4 Grubbs

2- مواد و روش‌ها

2-1- مواد مورد استفاده

در این پژوهش از رزین اپوکسی KER 828 و هاردنر آمینی TETA (نسبت رزین به هاردنر 10 درصد) به عنوان فاز زمینه و از پارچه بافته شده از الیاف شیشه نوع E با وزن واحد سطح 300 گرم بر متر مربع به عنوان فاز تقویت کننده استفاده شد. میکرولوله‌های شیشه‌ای با قطر متوسط خارجی 300 میکرون و کسر تهیگی⁵ (نسبت مساحت داخلی به مساحت کل) حدود 52 درصد برای ذخیره سازی عوامل ترمیمی مورد استفاده قرار گرفتند. همچنین از رزین اپوکسی دو جزئی KER 828 رقیق شده (نسبت رزین به رقیق کننده 10 درصد) به عنوان عامل ترمیمی در میکرولوله‌ها استفاده شد. به منظور رقیق کردن رزین، حلال کاردورا بکار گرفته شد. رقیق کردن رزین به این منظور است که رزین سیالیت لازم برای خروج از میکرولوله‌ها و همچنین پر کردن میکروتوک‌ها را به دست آورد.

2-2- روش‌های ساخت نمونه‌ها

برای ساخت میکرولوله‌ها از یک سری لوله‌های مویین از جنس بوروسیلیکات با قطر خارجی 9 میلی‌متر و قطر داخلی 7 میلی‌متر استفاده شد. روش تولید این میکرولوله‌های توخالی به این صورت است که ابتدا لوله‌های مویین توسط یک مشعل کوچک تحت دمای کنترل شده قرار گرفتند سپس با پیچش و کشش همزمان این لوله‌های مویین قطر آن‌ها کاهش پیدا کرده و میکرولوله‌های توخالی با قطر معین بدست آمدند.

رزین و هاردنری که برای پر کردن میکرولوله‌ها از آن‌ها استفاده شد، به صورت جداگانه درون لوله‌های آزمایش ریخته شدند و به ترتیب با رنگ‌های پودری قرمز و سفید مخلوط شده تا رهایش از میکرولوله‌ها و پر کردن ترک توسط آن‌ها مشاهده شود. برای پر کردن میکرولوله‌ها با عامل ترمیم کننده از روش خلاء استفاده شد. بدین منظور یک سر میکرولوله‌ها درون ظرف حاوی رزین یا هادنر قرار می‌گیرد و در سر دیگر آن‌ها به وسیله دستگاه خلاء، خلاء ایجاد می‌شود که پر شدن لوله‌ها را نتیجه می‌دهد. بعد از پر شدن میکرولوله‌ها از رزین و هاردنر به صورت جداگانه، به صورت دوتایی در کنار هم قرار داده شدند. از کنار هم قرار گرفتن دو لوله (که یکی حاوی رزین و دیگری حاوی هاردنر است) یک واحد خودترمیمی ایجاد می‌شود. در شکل 1 میکرولوله‌های شیشه‌ای قبل و بعد از پر شدن با عوامل ترمیمی نشان داده شده‌اند.

در این پژوهش از دو نوع نمونه کامپوزیتی برای بررسی اثر خودترمیمی استفاده شد. نوع اول یک کامپوزیت اپوکسی-الیاف شیشه است که فاقد میکرولوله‌های توخالی می‌باشد و با استفاده از روش لایه چینی دستی در 6 لایه ساخته شد (نمونه شاهد). این نمونه‌ها برای مقایسه با نمونه‌های خودترمیم با 60 درصد حجمی الیاف تهیه شدند. نوع دوم یک کامپوزیت 6 لایه اپوکسی-الیاف شیشه است که میکرولوله‌های توخالی در آن تعبیه شده است. در این نمونه‌ها کسر حجمی الیاف برابر 60% و همچنین کسر حجمی میکرولوله‌ها به الیاف شیشه برابر 4% می‌باشد.

برای ایجاد کمترین گسستگی و در نتیجه کمترین کاهش در استحکام نمونه کامپوزیتی، میکرولوله‌های شیشه‌ای بجای یک لایه مجزأ مستقیماً روی الیاف شیشه بافته شده قرار می‌گیرند. این لوله‌ها به صورت جفت شده (رزین در کنار هاردنر)، به منظور قرار نگرستن روی تار خنثی و همچنین حفظ تقارن، بر روی لایه‌های دوم و چهارم قرار داده شدند.

آن‌ها در محل آسیب جریان پیدا می‌کند که با گذشت زمان باعث رفع آسیب می‌شود. به علت پر شدن مجدد آن‌ها از طریق مخزن یا قسمت‌های دیگر شبکه که هنوز حاوی عامل ترمیمی هستند، امکان ترمیم مجدد در این سیستم‌ها وجود دارد [18، 5]. اولین سیستم آوندی در سال 2007 توسط توهی¹ و همکارانش [19] طراحی شد. نتایج بیانگر این بود که این شبکه‌ها می‌توانند در یک موقعیت تا هفت بار ترمیم انجام دهند. همچنین حداکثر بازده ترمیمی نزدیک به 70% گزارش شد.

محققین مختلف روابط متفاوتی را برای تعیین و گزارش بازده ترمیمی یک سیستم خودترمیم شونده ارائه نموده‌اند. به طور خلاصه بازده ترمیمی را می‌توان بر حسب هر شاخصه‌ای از کامپوزیت قبل از آسیب و پس از ترمیم، به صورت رابطه (1) محاسبه کرد. در این رابطه f می‌تواند هر کمیت قابل اندازه‌گیری از سیستم باشد و اندیس‌های H و D به ترتیب مربوط به نمونه‌های ترمیم شده و بلافاصله پس از آسیب هستند، اندیس V نیز مقدار اولیه‌ی پارامتر را قبل از آسیب نشان می‌دهد [5].

$$\eta = \frac{f(H) - f(D)}{f(V) - f(D)} \quad (1)$$

به طور کلی کامپوزیت‌ها در مقابل عوامل مختلفی مانند دما، رطوبت، سایش و محیط خورنده رفتارهای متفاوتی از خود نشان می‌دهند که یکی از مهمترین پارامترهای تأثیرگذار اثرات حرارتی می‌باشد. مطالعه اثرات بارگذاری حرارتی در کامپوزیت‌ها، از موضوعات مهم و مورد توجه محققین در طی دهه‌های اخیر بوده است. در پژوهشی دروموند² و همکارانش [20] استحکام خمشی کامپوزیت‌های پلیمری تقویت شده با الیاف تک جهته را تحت سیکل‌های حرارتی مورد مطالعه قرار دادند. نتایج آزمون خمش سه نقطه‌ای بیانگر کاهش 11 درصدی استحکام خمشی نمونه‌های کامپوزیتی بود. سوسانو سگستر³ و همکارش [21] نیز تأثیر سیکل‌های حرارتی را بر خواص خمشی کامپوزیت‌های پلیمری تقویت شده با الیاف کربن مورد مطالعه قرار دادند.

در سال 2008، جوکسی مرک⁴ [22] به تأثیر سیکل‌های حرارتی بر کامپوزیت تقویت شده با دو اندازه مختلف از الیاف شیشه-سیلیکا پرداخت. نتایج نشان داد که اثر سیکل‌های حرارتی به نوع الیاف و همچنین اندازه الیاف تقویت کننده بستگی دارد. مرک [23] در پژوهشی دیگر، تأثیر سیکل‌های حرارتی را بر خواص خمشی کامپوزیت پلیمری تقویت شده با الیاف یک سویه سیلیکا مورد مطالعه قرار داده و نشان داد که اختلاف قابل توجهی میان استحکام شکست نمونه‌ها قبل و بعد از سیکل‌های حرارتی وجود دارد. قاسمی و همکارش [24] در سال 2016، تأثیر چهار پارامتر مؤثر در بارگذاری حرارتی یک کامپوزیت اپوکسی-الیاف شیشه را مورد مطالعه قرار دادند. نتایج آزمون کشش نشان داد که نوع لایه چینی و کسر حجمی الیاف از عوامل اصلی برای کنترل اثرات بارگذاری حرارتی می‌باشد.

با توجه به تحقیقات انجام شده، مشخص است که تاکنون بررسی همزمان دو موضوع خودترمیمی و بارگذاری حرارتی سیکلی در کامپوزیت‌های پلیمری صورت نگرفته است. بر این اساس، هدف این پژوهش طراحی و ساخت کامپوزیت پلیمری خودترمیم با استفاده از میکرولوله‌های توخالی شیشه‌ای حاوی عامل ترمیمی و بررسی نحوه‌ی عملکرد این کامپوزیت‌ها تحت سیکل‌های گرمایشی می‌باشد.

¹ Thoohy

² Drummond

³ Segerstrom

⁴ Mercic

⁵ Hollowness

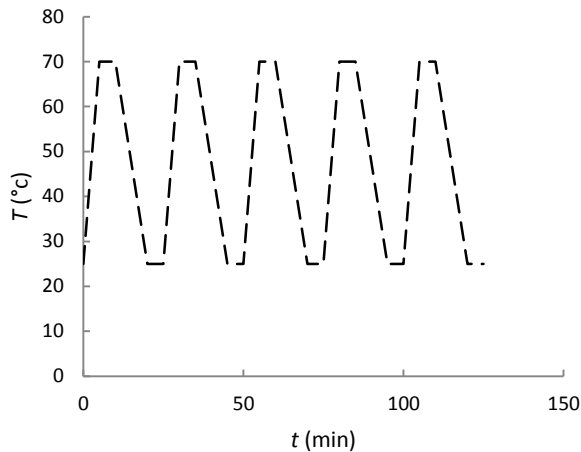


Fig. 3 Temperature change via time in hrat cycles

شکل 3 تغییرات دما با زمان در سیکل‌های گرمایشی

4-2- بارگذاری حرارتی سیکلی

برای بارگذاری حرارتی سیکلی از دستگاه چمبر مینی مدل ATM 7004-37 ساخت شرکت آریا سرمایه‌ش استفاده شد. این دستگاه قادر است که تعداد سیکل‌های متناوب را در یک فرآیند کاملاً کنترل شده و اتوماتیک در محدوده حرارتی 70- تا 180+ درجه سانتی‌گراد به نمونه اعمال نماید. با استفاده از دستگاه مذکور، سیکل‌های گرمایشی مطابق نمودار شکل 3 در محدوده دمایی 70-75 درجه سانتی‌گراد به نمونه‌ها اعمال شدند و مدت زمان اعمال هر سیکل گرمایشی 25 دقیقه بود. در پژوهش حاضر بارگذاری حرارتی سیکلی، برای سیکل‌های متوالی 1، 3 و 5 سیکل اعمال شد.

5-2- آزمون خمش

از آزمون خمش سه نقطه‌ای مطابق استاندارد ATM D790M به منظور بررسی خواص خمشی نمونه شاهد و همچنین نمونه‌های خودترمیم استفاده شد. دستگاه مورد استفاده برای آزمون خمش ساخت شرکت Hounsfield نام تجاری H25KS بود که دارای قابلیت اعمال 25 KN بار می‌باشد. در شکل 4 مراحل انجام آزمون خمش سه نقطه‌ای نشان داده شده است. در مجموع چهار دسته نمونه با نرخ بارگذاری 4 mm/min تحت آزمون خمش قرار گرفتند و نمودار نیرو-جابجایی برای هر یک حاصل شد.

در این پژوهش به منظور محاسبه میزان بازدهی فرآیند ترمیم از رابطه (1) استفاده شد. در اینجا پارامتر مورد بررسی استحکام خمشی است لذا رابطه (1) به صورت رابطه (2) بازنویسی می‌شود. در این رابطه σ_f استحکام خمشی و اندیس‌های H و D به ترتیب مابین نمونه‌های ترمیم شده و بلافاصله پس از آسیب هستند، اندیس V نیز مقدار اولیه نمونه را قبل از آسیب نشان می‌دهد.

$$\eta = \frac{\sigma_f(H) - \sigma_f(D)}{\sigma_f(V) - \sigma_f(D)} \quad (2)$$

3- نتایج و بحث

3-1- نمونه شاهد

در ارتباط با نمونه‌های شاهد، دو نوع نمونه یکی بدون آسیب و دیگری با ایجاد آسیب (هر کدام سه مرتبه جهت صحنه‌گذاری نتایج) تحت آزمون خمش قرار گرفتند و نمودار نیرو-جابجایی هر یک بدست آمد. برای مقایسه صحیح

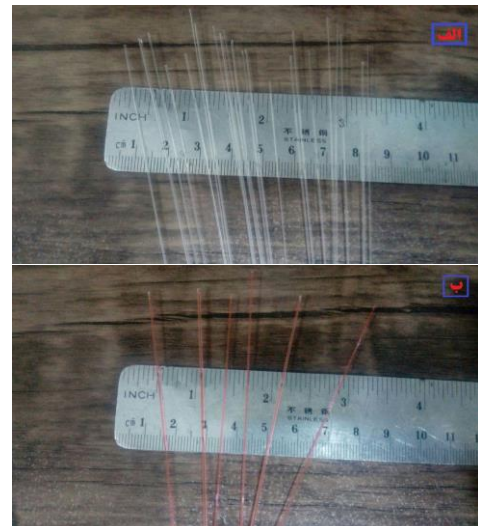


Fig. 1 Hollow glass fiber, a) before and b) after being filled by self-healing agent

شکل 1 میکرولوله‌های شیشه‌ای، الف) قبل و ب) بعد از پر شدن از مواد ترمیمی

3-2- ایجاد آسیب و راه‌اندازی مکانیزم ترمیم

ایجاد آسیب و راه‌اندازی مکانیزم ترمیم یکی از مهمترین نکات در بررسی خودترمیمی کامپوزیت‌ها است زیرا مبحث ترمیم بدون ایجاد آسیب مناسب عملاً بی‌معنی می‌باشد. ایجاد آسیب اولیه در نمونه‌های کامپوزیتی با استفاده از روش ضربه شاریبی و توسط دستگاه تست ضربه پاندولی SIT-200B ساخت شرکت Santam صورت گرفت. در این دستگاه، پاندول با انرژی مشخص رها شده تا به نمونه برخورد کرده و منجر به ایجاد آسیب در آن شود. این دستگاه دارای نمایشگر LCD بوده و کاربر می‌تواند به سادگی تست را انجام داده و انرژی ضربه را قرائت نماید. شکل 2 نمای کلی دستگاه تست ضربه پاندولی و نحوه ایجاد آسیب توسط این دستگاه را نشان می‌دهد.

با استفاده از دستگاه مذکور، تحت زاویه 15 درجه و با انرژی معادل 4 ژول آسیبی به هر کدام از دو سمت نمونه‌ها اعمال شد تا مکانیزم ترمیم در آن‌ها راه‌اندازی شود. در واقع اعمال ضربه به نمونه‌ها باعث شکسته شدن میکرولوله‌های شیشه‌ای و رها شدن عامل ترمیمی از آن‌ها می‌شود.



Fig. 2 a) Schematics of charpy impact test device and causing damage procedure.

شکل 2 الف) نمای کلی دستگاه ضربه پاندولی و ب) نحوه ایجاد آسیب

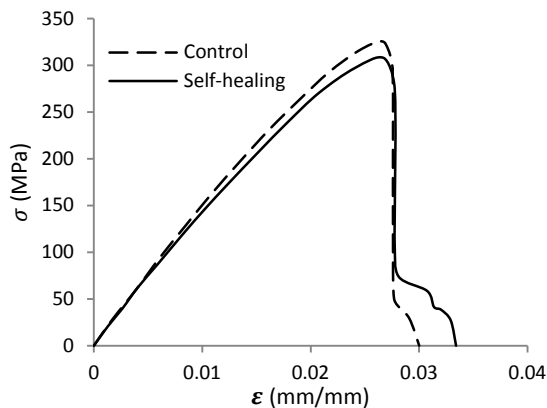


Fig. 6 Compare the tow self-healing and control sample the non-damage

شکل 6 مقایسه دو نمونه خودترمیم و شاهد بدون ایجاد آسیب در آن‌ها

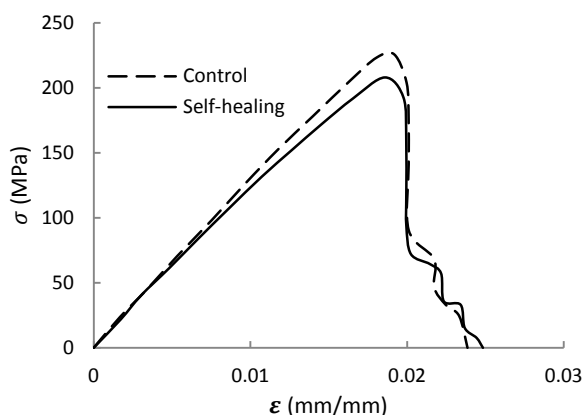


Fig. 7 Compare the tow self-healing and control sample after damage

شکل 7 مقایسه دو نمونه خودترمیم و شاهد بعد از آسیب

در یک آزمایش دیگر، بلافاصله بعد از ایجاد آسیب در نمونه‌های خودترمیم (بدون اینکه اجازه ترمیم به آن‌ها داده شود) آزمون خمش انجام شد. استحکام خمشی میانگین برای نمونه خودترمیم آسیب دیده 208 MPa بدست آمد. مقایسه نمودار تنش- کرنش میانگین این نمونه‌ها با نمونه شاهد آسیب دیده در شکل 7 نشان داده شده است. در این حالت نیز حضور میکرولوله‌ها باعث کاهش 8 درصدی استحکام خمشی می‌شود. این امر می‌تواند به علت ناپیوستگی در آرایش و چیدمان لایه پایه و همچنین ایجاد نقاط تمرکز تنش به واسطه حضور میکرولوله‌های شیشه‌ای باشد.

همچنین بررسی استحکام خمشی نمونه خودترمیم قبل و بعد از ایجاد آسیب در آن، بیانگر کاهش 32 درصدی استحکام بعد از آسیب می‌باشد. این کاهش استحکام پس از ایجاد آسیب، به علت تشکیل میکروترک‌ها و خرابی‌های غیرقابل رؤیت در نمونه اتفاق می‌افتد.

3-3- نمونه‌های خودترمیم پس از فرآیند ترمیم

نمودار تنش- کرنش میانگین برای نمونه‌های خودترمیم در دو زمان مختلف پس از ایجاد آسیب در آن‌ها در شکل 8 نشان داده شده است. پس از ایجاد آسیب توسط دستگاه ضربه پاندولی در نمونه‌های خودترمیم، این نمونه‌ها در دمای اتاق وارد دوره ترمیم 1 و 7 روزه شدند. استحکام خمشی میانگین برای این نمونه‌ها در بازه‌های زمانی 1 و 7 روز پس از آسیب به ترتیب 212 و 282 مگاپاسگال بدست آمد. مقایسه این مقادیر نشان می‌دهد که استحکام خمشی با گذشت زمان افزایش یافته است. این افزایش استحکام به این دلیل است که

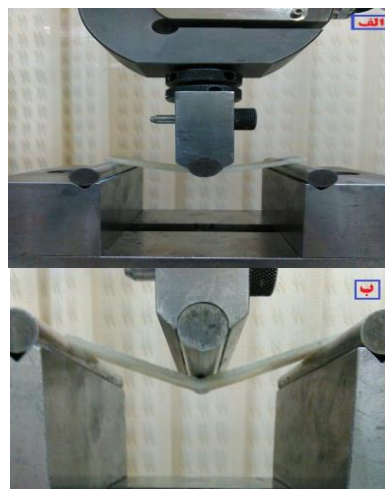


Fig. 4 Three-point bending test, s procedure, a) at the moment and b) at the end of test until sampel, s fracture

شکل 4 مراحل آزمون خمش، الف) در حین و ب) انتهای آزمون تا شکست نمونه

بین نمونه‌ها نمی‌توان از مقادیر نیرو و جابه‌جایی استفاده نمود، زیرا بدلیل تفاوت ضخامت در نمونه‌ها مقدار ماکزیمم نیروی تحمل شده در نمونه‌ها متفاوت می‌باشد. از اینرو استفاده از نمودار تنش- کرنش به منظور مستقل نمودن پارامتر مقایسه (استحکام خمشی) از ابعاد نمونه، یک روش مناسب برای مقایسه می‌باشد. شکل 5 نمودار تنش- کرنش میانگین را برای نمونه‌های شاهد در دو حالت قبل و بعد از آسیب نمایش می‌دهد.

مطابق با نمودار شکل 5 ایجاد آسیب باعث کاهش استحکام خمشی در نمونه‌ها می‌شود. استحکام خمشی میانگین برای نمونه شاهد بدون آسیب 325 MPa و برای نمونه آسیب زده شده 226 MPa بدست آمد. این کاهش استحکام که حدود 30 درصد است، بعد از ایجاد آسیب، به علت تشکیل میکروترک‌ها و خرابی‌های غیرقابل رؤیت در نمونه اتفاق می‌افتد.

3-2- مقایسه نمونه‌های خودترمیم با نمونه‌های شاهد

سه نمونه خودترمیم بدون ایجاد آسیب در آن‌ها تحت آزمون خمش قرار گرفتند تا حداکثر استحکام خمشی آن‌ها به دست آید. مقایسه استحکام خمشی این نمونه‌های خودترمیم، که به صورت میانگین 307 MPa می‌باشد، با نمونه شاهد بدون آسیب در شکل 6 آورده شده است. این مقایسه از کاهش 6 درصدی استحکام خمشی نمونه خودترمیم نسبت به نمونه شاهد حکایت دارد.

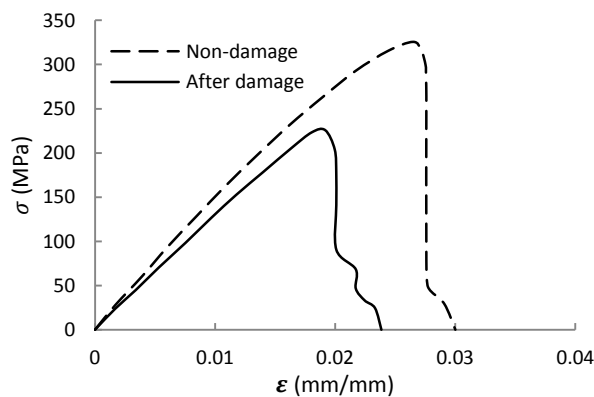


Fig. 5 Results of bending test for control sample in two states non-damage and after damage

شکل 5 نتایج آزمون خمش نمونه شاهد در دو حالت بدون آسیب و پس از آسیب

جدول 1 استحکام خمشی و بازده ترمیم نمونه‌های مورد آزمایش

Table 1 Flexural strength and healing efficiency of tested samples

نوع نمونه	استحکام خمشی (MPa)	بازده ترمیم (درصد)
نمونه شاهد بدون آسیب	7 ± 235	-
نمونه شاهد بعد از آسیب	12 ± 226	-
نمونه خودترمیم بدون آسیب	9 ± 307	-
نمونه خودترمیم بلافاصله بعد از آسیب	14 ± 208	-
نمونه خودترمیم با ترمیم 1 روز	13 ± 212	4
نمونه خودترمیم با ترمیم 7 روز	15 ± 282	74
نمونه خودترمیم تحت 1 سیکل حرارتی	13 ± 228	19
نمونه خودترمیم تحت 3 سیکل حرارتی	17 ± 258	50
نمونه خودترمیم تحت 5 سیکل حرارتی	16 ± 280	72

برای نمونه‌های خودترمیم تحت اثر سیکل‌های گرمایشی نیز بازده ترمیم با استفاده از رابطه (2) محاسبه شد. برای این نمونه‌ها بعد از اعمال 1، 3 و 5 سیکل گرمایشی بازده ترمیم به ترتیب 19، 50 و 72 درصد بدست آمد. در جدول (1) میزان استحکام خمشی و بازده ترمیم نمونه‌های مورد آزمایش ارائه شده است. نتایج نشان می‌دهد که اعمال سیکل‌های گرمایشی باعث تسریع در روند ترمیم می‌شود، به گونه‌ای که بازده ترمیم 74 درصدی که با گذشت 7 روز بدست آمده، با اعمال 5 سیکل گرمایشی در محدوده دمایی 25-70 درجه سانتی‌گراد با گذشت تنها 1 روز حاصل می‌شود.

4- نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر به بررسی تجربی اثر سیکل‌های گرمایشی بر زمان ترمیم در کامپوزیت‌های خودترمیم اپوکسی-الیاف شیشه پرداخته شد. برای ایجاد مکانیزم ترمیم شونده از یک سری میکرولوله‌های توخالی شیشه‌ای، با قطر میانگین خارجی 300 میکرون و کسر تهیگی حدود 52% استفاده شد. همچنین به منظور بررسی اثر سیکل‌های گرمایشی، 1، 3 و 5 سیکل متوالی در محدوده دمایی 25-70 درجه سانتی‌گراد پس از ایجاد آسیب در نمونه، اعمال شدند. بررسی اثر سیکل‌های حرارتی روی این کامپوزیت‌ها نشان می‌دهد که می‌توان با اعمال سیکل‌های گرمایشی باعث تسریع در روند ترمیم شد. نتایج آزمون خمش سه نقطه‌ای نشان می‌دهد که می‌توان بازده ترمیم 74 درصدی را که پس از گذشت 7 روز بدست آمده، با اعمال 5 سیکل گرمایشی در محدوده دمایی یاد شده با گذشت تنها 1 روز بدست آورد.

5- مراجع

- [1] Samadzadeh, M. Boura, H. S. and Peikari, M., "A Review on Self-healing Coatings Based on Micro/nanocapsules," Progress in Organic Coatings, Vol. 68, pp. 159-164, 2010.
- [2] Zeng, C. Seino, H. Ren, J. Hatanaka, K. and Yoshie, N., "Self-healing Biobaewd Furan Polymers Cross-linked Various Bismaleimides," Polymer, Vol. 54, pp. 5351-5357, 2013.
- [3] White, S. R. Sottos, N. R. Geubelle, P. H. Moore, J. S. Kessler, M. R. Sriram, S. R. Brown, E. N. and Viswanathan, S., "Autonomic Healing of Polymer Composite," Nature, Vol. 409, pp. 794-797, 2001.
- [4] Chen, X. Dam, M. A. Ono, K. Mal, A. Shen, H. Nuut, S. R. Sheren, k. and Wudl, F., "A Thermally Re-mendable Cross-linked Polymeric Material," Science, Vol. 295, pp. 1698-1702, 2002.
- [5] Blaiszik, B. J. Kramer, S. B. Olugebefola, S. C. Moore, J. S. and White, S. R., "Self-healing Polymers and Composites," Annu Review of Materials Research, Vol. 40, pp. 179-212, 2010.
- [6] Caruso, M. M. Delafuente, A. D. Ho, V. Sottos, N. R. Moore, J. S. and white, R. S., "Solvent-Promoted Self-healing Epoxy Materials," Macromolecules, Vol. 40, pp. 8830-8832, 2007.

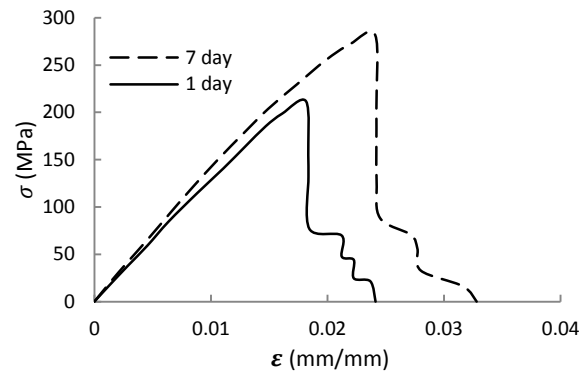


Fig. 8 Results of bending test for self-healing sample after two different points in time

شکل 8 نتایج آزمون خمش نمونه خودترمیم پس از گذشت دو بازه زمانی مختلف

عوامل ترمیمی بعد از رهاسازی از میکرولوله‌ها برای رسیدن به محل آسیب و پرکردن سطح ترک و همچنین ایجاد پیوند با زمینه نیازمند زمان کافی می‌باشند. همچنین محاسبه بازده ترمیم توسط رابطه (2) نشان می‌دهد که بازده ترمیم بعد از گذشت 1 و 7 روز به ترتیب 4 و 74 درصد می‌باشد.

3-4- نمونه‌های خودترمیم تحت اثر سیکل‌های گرمایشی

در این قسمت از پژوهش، نمونه‌های خودترمیم پس از ایجاد آسیب در آن‌ها تحت سیکل‌های گرمایشی (1، 3 و 5 سیکل) قرار گرفتند. پس از ایجاد آسیب و اعمال سیکل‌های گرمایشی، نمونه‌ها در دمای اتاق وارد دوره ترمیم 1 روزه شدند تا فرایند ترمیم در آن‌ها صورت گیرد. در شکل 8 نتایج آزمون خمش برای این نمونه‌ها تحت سیکل‌های مختلف آمده است.

استحکام خمشی میانگین این نمونه‌ها تحت بارگذاری حرارتی سیکلی برای سیکل‌های متوالی 1، 3 و 5 سیکل پس از گذشت یک روز به ترتیب 228، 258 و 280 مگاپاسکال بدست آمد. همانطور که مشاهده می‌شود با افزایش تعداد سیکل‌های گرمایشی تا پنج سیکل، استحکام خمشی نمونه‌ها افزایش می‌یابد. این افزایش استحکام به این دلیل است که سیکل‌های گرمایشی باعث کاهش ویسکوزیته عامل ترمیم کننده می‌شوند که نتیجه آن رهایش سریع‌تر عامل ترمیمی از میکرولوله‌ها و نفوذ راحت‌تر به محل آسیب است. این سیکل‌های گرمایشی می‌توانند سرعت پلیمریزاسیون عامل ترمیمی را نیز افزایش دهند و باعث کاهش زمان ترمیم شوند. همچنین این سیکل‌ها می‌توانند باعث بوجود آمدن پیوندهای مولکولی جدید در زمینه شوند که به علت بهینه نبودن دمای عمل‌آوری در ابتدا تشکیل نشده بودند.

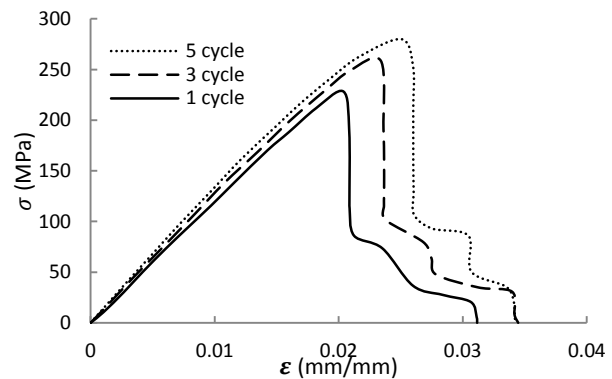


Fig. 9 Results of bending test for self-healing sample under heating cycles

شکل 9 نتایج آزمون خمش نمونه خودترمیم تحت اثر سیکل‌های گرمایشی

- [7] Kessler, M. R. Sottos, N. R. and White, S. R., "Self-healing Structural Composite Material," *composites Part A*, Vol. 34, pp. 743-753, 2003.
- [8] Kamphaus, J. M. Rule, J. D. Moore, J. S. and Sottos, N. R., "A New Self-healing Epoxy with Tungsten (VI) Chloride Catalyst," *J. R. Soc. Interface*, Vol. 5, pp. 95-103, 2008.
- [9] Rule, J. D. Sottos, N. R. and White, S. R., "Effect of Microcapsule Size on the Performance of Self-healing Polymers," *Polymer*, Vol. 48, pp. 3520-3529, 2007.
- [10] Dry, C., "Procedures Developed for Self-healing of Polymeric Matrix Composite Material," *Composite Structure*, Vol. 35, pp. 263-269, 1996.
- [11] Motuku, M. Vaidya, U. K. and Janowski, G. M., "Parametric Studies on Self-repairing Approaches for Resin Infused Composites Subjected to low Velocity Impact," *Smart Mater Struct*, Vol. 8, pp. 623-638, 1999.
- [12] Bleay, S. M. Loader, C. B. Hawyes, V. J. Humberstone, L. and Curtis, P. T., "A Smart Repair System for Polymer Composites," *Composites Part A*, Vol. 32, pp. 1767-1776, 2001.
- [13] Pang, J. W. and Bond, I. P., "Bleeding Composites damage Detection and Self-healing Using a Biomimetic Approach," *Compos Part A*, Vol. 36, pp. 183-188, 2005.
- [14] Pang, J. W. and Bond, I. P., "A Hollow Fiber Reinforced Polymer Composite Encompassing Self-healing and Enhanced Damage Visibility," *Composites Science & Technology*, Vol. 36, pp. 1791-1799, 2005.
- [15] Trask, R. S. Williams, G. J. and Bond, I. p., "Bioinspired Self-healing of Advanced Composite Structures Using Hollow Glass Fibers," *Journal of the Royal Society*, Vol. 4, pp. 363-371, 2007.
- [16] Tang, W. C. Kiew, J. C. Siow, K. Y. Sim, Z. R. Poh, H. S. and Taufiq, M. D., "Self-healing of Epoxy Composite for Aircrafts Structural Applications," *Solid State Phenomena*, Vol. 136, pp. 39-44, 2008.
- [17] Zainuddin, S. Arefin, T. Fahim, A. Hosur, M. V. and Tyson, J. D., "Recovery and Improvement in Low-velocity Impact Properties of E-glass/Epoxy Composites Through Novel Self-healing Technique," *Composite Structures*, Vol. 108, pp. 277-286, 2014.
- [18] Therriault, D. Scott, R. N. and Lewis, J. A., "Chaotic Mixing in Three Dimensional Microvascular Networks by Direct-Write Assembly," *Nature Materials*, Vol. 2, pp. 265-271, 2003.
- [19] Thoohey, K. S. Sottos, N. R. Lewis, J. A. Moore, J. S. and White, S. R., "Self-healing Materials with Microvascular Networks," *Nature*, Vol. 6, pp. 581-585, 2007.
- [20] Drummond, J. L. and Bapn, M. S., "Static and Cyclic Loading of Fiber-reinforced Dental Resin," *Dental Materials*, Vol. 19, pp. 226-231, 2003.
- [21] Segerstrom, S. and Ruyter, I. E., "Effect of Thermal Cycling on Flexural Properties of Carbon-graphite Fiber-reinforced Polymers," *Dental Materials*, Vol. 25, pp. 845-851, 2008.
- [22] Mercic, G. and Ruyter, I. E., "Effect of Thermal Cycling on Composites Reinforced Tow Differently Sized Silica-glass Fibers," *Dental Material*, Vol. 23, pp. 1157-1163, 2006.
- [23] Mercic, G. and Ruyter, J. W., "Influence of Thermal Cycling on Flexural Properties of Composite Reinforced with Unidirectional Silica-glass Fibers," *Dental Material*, Vol. 24, pp. 1050-1057, 2007.
- [24] Ghasemi, A. R. and Moradi, M., "Low Thermal Cycling on Mechanical Properties of Laminated Composite Materials," *Mechanics of Materials*, Vol. 96, pp. 126-137, 2016.