

تهیه و ارزیابی ریزساختار، استحکام فشاری و کششی فوم‌های ترکیبی از جنس وینیل استر/میکروبالن شیشه‌ای

محمدرضا لقمان، محمد نجف‌پور، علیرضا نصر اصفهانی، حسن شیخ، محسن صادقی* و احسان محمد شریفی

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، اصفهان، ایران

(تاریخ دریافت: ۱۴۰۳/۱/۲۵؛ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۴/۳)

چکیده: فوم‌های ترکیبی (سینتاکتیک) متشکل از رزین وینیل استر میکروکره توخالی (میکروبالن) شیشه‌ای به دلیل داشتن چگالی کم، نسبت استحکام/چگالی بالا و قابلیت جذب انرژی در بسیاری از سازه‌های دریایی یا هوایی استفاده می‌شوند. در این تحقیق رزین وینیل استر خالص به همراه سه درصد حجمی گوناگون ۲۰، ۴۰ و ۶۰ درصد از میکروبالن شیشه‌ای به روش قالب‌گیری ریخته‌گری تولید شد. تأثیر درصد میکروبالن‌ها بر چگالی، ویژگی‌های فشاری و کششی فوم‌ها ارزیابی شد. اندازه‌گیری چگالی فوم‌ها نشان داد که با افزایش درصد میکروبالن شیشه‌ای، از صفر درصد به ۶۰ درصد حجمی، چگالی از ۱/۰۴ به ۰/۵۶۳ گرم بر سانتی‌متر مکعب کاهش پیدا کرد. نتایج نشان داد با افزایش درصد میکروبالن استحکام فشاری و کششی فوم‌ها کاهش ولی استحکام فشاری ویژه (نسبت استحکام فشاری/چگالی) فوم‌ها افزایش می‌یابند. بیش‌ترین استحکام کششی مربوط به رزین وینیل استر بدون میکروبالن با استحکام کششی ۴۰ MPa است. ویژگی استحکام فشاری ویژه فوم‌ها از ۷۶ MPa.cm³/g به ۹۸ MPa.cm³/g با افزایش درصد میکروبالن شیشه‌ای از صفر درصد به ۶۰ درصد افزایش پیدا کرد.

واژه‌های کلیدی: فوم ترکیبی، رزین وینیل استر، میکروبالن شیشه‌ای، ویژگی‌های فشاری، ویژگی‌های کششی.

* مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: mohsen.sadeghi.m@gmail.com

Preparation and Evaluation of Microstructure, Compressive and Tensile Strength of Vinyl Ester/Glass Micro Balloon Foams

M.R. Loghman, M. Najafpour, A.R. Nasr Esfahani, H. Sheikh, M. Sadeghi* and E. Mohammad Sharifi

Department of Materials Engineering, Malek AShtar University of Technology, Iran

ABSTRACT

Syntactic foams consisting of vinyl ester resin hollow glass microspheres (microballoons) are used in many marine or air structures due to their low density, high stiffness/density ratio, and ability to absorb energy. In this research, pure vinyl ester resin with three different volume percentages of 20%, 40%, and 60% of glass microballoons was produced by molding and casting method. The effect of the percentage of microballoons on the density, compressive, and tensile properties of foams was evaluated. The density measurement of the foams showed that with the increase in the percentage of glass microballoons, from 0% to 60% by volume, the density decreased from 1.04 g/cm³ to 0.563 g/cm³. The results showed that with the increase in the percentage of microballoons, the compressive and tensile strength of the foams decrease, but the specific compressive strength (compressive strength to density ratio) of foams increases. The highest tensile strength is related to the vinyl ester resin without microballoons with a tensile strength of 40 MPa. The specific compressive strength of foams increased from 76 MPa.cm³/g to 98 MPa.cm³/g by increasing the percentage of glass microballoon from 0% to 60%.

Keywords: Syntactic foam, Vinyl ester resin, Glass microballoons, Compressive properties, Tensile properties.

۱- مقدمه

با گسترش و توسعه زمینه‌های گوناگون مهندسی، توجه محققین به سازه‌های دارای توانایی جذب انرژی افزایش یافته است. به منظور کاهش خسارات و افزایش امنیت، جذب انرژی توسط مواد در سازه‌های دریایی نقش حفاظتی دارد و از ورود ضربه‌های ناگهانی یا غیرقابل پیش‌بینی به اجسام، قطعات، یا اشیای محافظت‌شده توسط آن‌ها جلوگیری می‌کند (۱ و ۲). فوم‌های ترکیبی، مواد مرکب متشکل از کره‌های بسیار کوچک توخالی به نام میکروبالن و ماتریس فلزی، سرامیکی یا پلیمری هستند (۳). طیف گسترده‌ای از فوم‌های زمینه پلیمری، فلزی و سرامیکی توسط محققین ارائه شده‌اند. در میان فوم‌ها، فوم‌های پلیمری ترکیبی اپوکسی تقویت‌شده با میکروبالن شیشه‌ای^۱، به دلیل استحکام فشاری ویژه بالا، جذب رطوبت کم (به دلیل ساختار سلولی بسته)، تحمل حرارتی بالا، ویژگی‌های فیزیکی همسانگرد نامزد مناسبی برای سازه‌های سبک مانند هواپیما و زیردریایی‌ها (تأمین‌کننده نیروی شناورسازی^۲ زیردریایی) هستند (۴ و ۵). با این حال، ترشوندگی کم اپوکسی در درصدهای حجمی بالاتر از ۴۰ درصد نسبت به میکروبالن

شیشه‌ای باعث می‌شود که پژوهشگران دنبال جایگزین‌هایی که ظرفیت پذیرفتن پرکننده میکروبالن شیشه‌ای بیشتری دارند باشند؛ بنابراین، مطالعات اخیر رزین‌های دیگری مانند سیانات استر (۶)، پلی پروپیلن (۷)، پلی سیلات (۸) و وینیل استر (۹) را به عنوان مواد زمینه فوم ترکیبی مورد بررسی قرار داده‌اند. رایج‌ترین میکروبالن‌های مورد استفاده در ساخت فوم‌های ترکیبی میکروبالن‌های شیشه‌ای هستند. میکروبالن شیشه‌ای چگالی بسیار پایینی در مقایسه با میکروبالن‌های فلزی و سرامیکی دارند. به طور معمول فوم‌های ترکیبی ساخته‌شده با میکروبالن‌های شیشه‌ای ویژگی مکانیکی بهتری در مقایسه با فوم‌های ساخته‌شده با میکروبالن‌های پلیمری دارند (۱۰ و ۱۱). ویژگی‌های فوم‌های ترکیبی تابع متغیرهای گوناگون است که ویژگی‌های نهایی فوم تولیدشده وابسته به این متغیرها است. این متغیرها عبارت‌اند از: جنس میکروبالن و نوع رزین مورد استفاده، اندازه میکروبالن، توزیع اندازه ذرات میکروبالن، ضخامت دیواره میکروبالن، حضور فاز سوم و نیز کسر حجمی آن‌ها است (۱۲-۱۴). همچنین، ترتیب مخلوط‌شدن سخت‌کننده، رزین و میکروبالن در پژوهش‌های گوناگون متفاوت

جدول ۱- ویژگی‌های میکروبالن شیشه‌ای با کد تجاری H38H

محدوده		مقدار	مشخصه
حداکثر	حداقل		
۰/۴۰	۰/۳۶	۰/۳۸	چگالی (g/cm ³)
-	-	۳۱	مقاومت خردشدگی (MPa)
۹۰ درصد دارای اندازه ۸۵ μm		۵۰ درصد دارای اندازه ۴۵ μm	اندازه ذرات (μm) با درصد فراوانی تجمعی

برحسب میزان درصد حجمی میکروبالن‌ها در ماتریس وینیل استر و سازوکارهای جذب انرژی که به وسیله آن‌ها صورت می‌گیرد، بررسی شده است. هدف از این مطالعه، تعیین نقش درصد حجمی میکروبالن‌ها در تعیین ویژگی‌های نهایی فوم و ارائه روش‌های بهینه‌سازی برای تولید فوم‌های وینیل استری با عملکرد بالا است.

۲- مواد و روش تحقیق

۲-۱- مواد اولیه

برای فاز زمینه از رزین وینیل استر با کد VE-200 (ساخت شرکت مجتمع صنایع شیمیایی ایران) که یک رزین وینیل استر بر مبنای اپوکسی بیس فنل A محلول در مونومر استایرن است، استفاده شد. محتوای بار جامد این رزین ۶۵ درصد در مونومر استایرن است. سخت‌کننده این رزین اتیل متیل کتون پر اکساید به مقدار دو درصد وزنی است. معمولاً ۰/۴ تا نیم درصد کاتالیزور نفتات کبالت به‌عنوان شتاب‌دهنده پخت رزین وینیل استر استفاده می‌شود. از میکروبالن‌های شیشه‌ای توخالی با چگالی ۰/۳۸g/cm³ شرکت پیشرومبکتر پیوند با کد تجاری H38H به‌عنوان فاز تقویت‌کننده و همچنین از سیلیکون قالب‌گیری با کد تجاری RTV2 به‌منظور ساخت قالب برای تولید نمونه‌های آزمایشگاهی استفاده شد. مشخصات هر یک از مواد مصرفی طبق کاتالوگ ارائه شده توسط شرکت سازنده در جداول (۱) تا (۳) گزارش شده است.

به‌منظور اصلاح سطح میکروبالن‌ها، از ۳-تری‌اتوکسی سیلیل پروپیل آمین شرکت مرک استفاده شد.

است. افرادی مانند گوپتا و همکاران (۱۴)، ابتدا رزین و سخت‌کننده را مخلوط می‌کنند و سپس میکروبالن‌ها را اضافه می‌کنند درحالی‌که تاگولیا و همکاران (۱۵)، ابتدا میکروبالن و رزین را مخلوط می‌کنند و سپس سخت‌کننده را اضافه می‌کنند. نوع مخلوط کردن تاگولیا و همکاران (۱۶)، ویژگی‌های مکانیکی بهتری نسبت به گوپتا و همکاران (۱۴ و ۱۷) نشان داد. در تولید فوم‌های ترکیبی، محققان دنبال بهبود استحکام فشاری ویژه هستند. یعنی فوم در عین داشتن سبکی (به‌دلیل داشتن محتوای بالایی از میکروبالن شیشه‌ای)، استحکام فشاری بالایی نیز داشته باشد. مهم‌ترین رزینی که در تولید فوم‌های ترکیبی استفاده می‌شود رزین اپوکسی با سخت‌کننده پلی‌آمید است. عیب این رزین گرانبوی بالایی آن است که باعث می‌شود برای افزودن درصدهای میکروبالن شیشه‌ای تا ۶۰ درصد حجمی نیاز به هم‌زدن با انرژی برشی بیشتر باشد. انرژی برشی بیشتر باعث شکسته شدن می‌شود. برای رفع این مشکل، در این پژوهش از رزین وینیل استر که همان رزین اپوکسی تقویت شده با پلی‌استر است استفاده می‌شود. این رزین به‌دلیل گرانبوی کمتر (۳۰۰ تا ۵۰۰ سانتی‌پوآز) از رزین اپوکسی (۱۲۰۰ تا ۱۳۰۰ سانتی‌پوآز) قابلیت ترشوندگی و آغشته‌سازی، مقدار بیشتری از میکروبالن‌ها را نسبت به فوم‌های پایه اپوکسی در خود جای می‌دهد. این موضوع باعث سبک‌سازی بیشتر فوم ترکیبی و بهبود ویژگی‌های مکانیکی ویژه آن می‌شود (۱۸).

در این تحقیق روی چگالی، استحکام فشاری، کششی و ظرفیت جذب انرژی فوم‌های ترکیبی وینیل استر با میکروبالن شیشه‌ای و همچنین تأثیر عامل اصلاح سطح بر میکروبالن‌ها مورد بحث و بررسی قرار گرفته‌اند. ویژگی‌های مکانیکی فوم‌ها

جدول ۲- مشخصات سیلیکون قالب‌گیری RTV2

چگالی (g/cm ³)	گرانروی (cP)	نسبت سخت‌کننده (%)	زمان سخت‌شدن (h)	پات لایف (مهلت زمان کار پس از اختلاط) (دقیقه)
۱/۲۱۰	±۴۰۰۰ ۲۰۰۰۰	۵	۳-۵	۴۰-۳۰

جدول ۳- مشخصات رزین وینیل استر

مقدار	مشخصه
۳۰۰ - ۵۰۰	گرانروی (cP, mPa.S)
۱/۱۳	چگالی (g/cm ³)
۱۵ - ۲۵	زمان ژل شدن (دقیقه)

می‌توان میکروبالن را در زمینه فوم اپوکسی ترکیب کرد، ۶۵ درصد از کل حجم فوم است (۱۹). بنابراین انتخاب این سه درصد متفاوت کل دامنه تغییرات حجمی میکروبالن در زمینه پلیمری را پوشش می‌دهد.

برای بهبود ترشوندگی میکروبالن‌های شیشه‌ای با زمینه وینیل استر مقدار ۱۰۰ گرم میکروبالن شیشه‌ای با یک گرم تری‌اتوکسی سیلیل پروپیل آمین درون کیسه نایلونی زیپ‌دار ریخته شد. با استفاده از تکان دادن کیسه نایلونی زیپ‌دار به مدت نیم ساعت، میکروبالن شیشه‌ای با عامل اصلاح سطح پایه سیلانی مخلوط شد. به منظور تولید نمونه‌های فوم ترکیبی در مرحله اول، مخلوط رزین وینیل استر و میکروبالن شیشه‌ای اصلاح‌شده با یک درصد وزنی تری‌اتوکسی سیلیل پروپیل آمین تهیه شد. برای این کار مقدار صد گرم رزین وینیل استر محلول در مونومر استایرن درون بشر ریخته شد. سپس مقدار ۵، ۱۰، ۲۲ و ۴۰ گرم میکروبالن شیشه‌ای اصلاح‌شده با عامل سیلانی منطبق بر درصد حجمی ۵، ۲۰، ۴۰ و ۶۰ درصد حجمی جدول (۴) به سامانه اضافه شد. به منظور پخش کردن یکنواخت میکروبالن شیشه‌ای اصلاح‌شده در فاز زمینه (وینیل استر) از همزن مکانیکی حداقل سرعت چرخش (۱۰ دور بر دقیقه) استفاده شد تا از خردشدن میکروبالن‌های شیشه‌ای و تشکیل حباب جلوگیری شود. همچنین میکروبالن‌ها در چند مرحله برای پخش شدن هرچه بهتر به زمینه اضافه شدند.

سپس، یک میلی‌لیتر کاتالیزور پخت‌کننده^۳ متیل اتیل کتون پراکسید، ۴/۰ میلی‌لیتر نفتات کبالت و ۵/۰ میلی‌لیتر دی‌متیل آنیلین به عنوان عامل شتاب‌دهنده کمکی^۴ به محلول وینیل استر/میکروبالن شیشه‌ای اضافه شد. سپس مواد زمینه، کاتالیزور، عامل سخت‌کننده با نسبت‌های بیان‌شده در جدول (۴) با

۲-۲- تجهیزات مورد استفاده

مدل: برای تولید قالب‌های سیلیکونی نیاز به مدل اولیه است، مدل‌های اولیه، با استفاده از فلز، چوب و PVC ساخته شد.

قالب سیلیکونی: به دلیل ویژگی نجسب بودن و انعطاف‌پذیری بالا از قالب سیلیکونی به منظور تولید نمونه‌های آزمایشگاهی استفاده شد.

ترازو دیجیتال: برای وزن کردن مواد نمونه‌های تولیدشده از ترازوی دیجیتالی ساخت شرکت kern با دقت چهار رقم اعشار استفاده شد.

همزن مکانیکی: به منظور پخش کردن میکروبالن‌ها در زمینه پلیمری از همزن مکانیکی با قابلیت تنظیم سرعت چرخش استفاده شد.

دستگاه خشک‌کن: بعد از آماده‌سازی و شستن زیر لایه‌ها و همچنین پس از شستن پوشش‌ها از دستگاه خشک‌کن استفاده شد.

۳-۲- روش ساخت فوم ترکیب وینیل استر/میکروبالن شیشه‌ای

برای ساخت نمونه‌های فوم ترکیبی با زمینه پلیمری نمونه‌هایی با درصد حجمی ۲۰، ۴۰ و ۶۰ درصد ساخته و آزمایش شده‌اند. نتایج تحقیقات پیشین نشان داده است که حداکثر میزانی که

جدول ۴- مقدار ترکیبات برای نمونه‌های فوم ترکیبی و کدگذاری

کد نمونه	عامل اصلاح‌کننده سطح (%W)	مقدار میکروبالن (g)	مقدار رزین وینیل استر (g)	درصد حجمی میکروبالن
VE-0	۰	۰	۱۰۰	۰
VE-20	۱	۱۰	۱۰۰	۲۰
VE-40	۱	۲۲	۱۰۰	۴۰
VE-60	۱	۴۰	۱۰۰	۶۰

اساس اندازه‌گیری چهار نمونه از هر درصد افزودنی میکروبالن شیشه‌ای به رزین وینیل استر گزارش شده است. چگالی فوم‌ها بر اساس ASTM D1622 (معادل استاندارد ISO845) از اندازه-گیری جرم به حجم نمونه استوانه‌ای شکل با قطر یک اینچ (۲۵/۴ mm) و طول دو اینچ (معادل ۵۰/۸ میلی متر برای چهار بار تکرار) اندازه‌گیری شد.

۳- نتایج و بحث

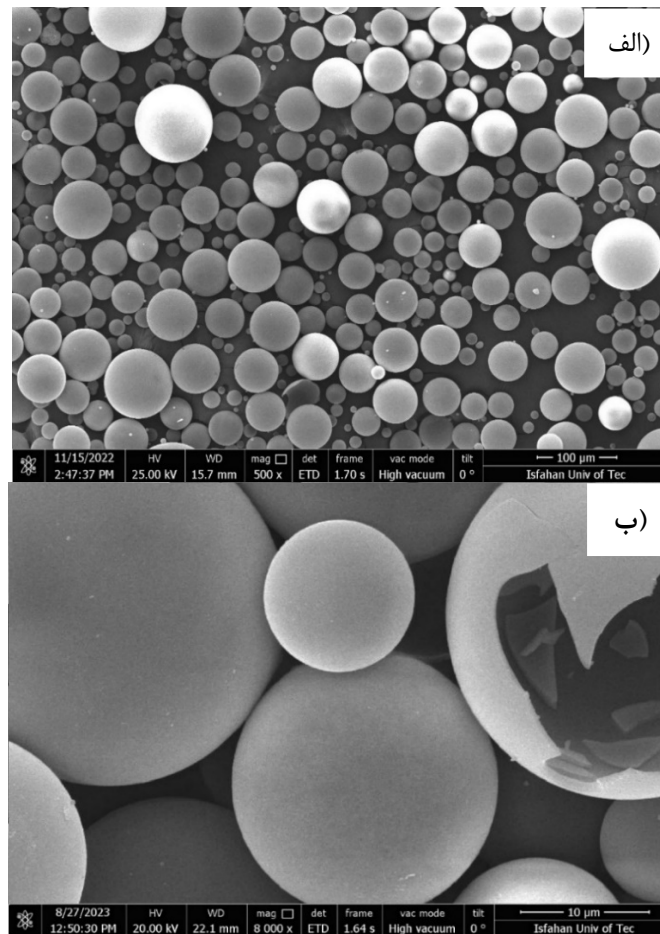
۳-۱- ریزساختار فوم

برای درک عمیق‌تری از تأثیرات ساختاری و شیمیایی میکروبالن‌ها که بر ویژگی‌های نهایی فوم‌های ترکیبی حاصل اثرگذار است به بررسی میکروبالن‌ها پرداخته می‌شود. شکل (۱-الف)، به ما امکان می‌دهد تا ساختار کلی و توزیع اندازه میکروبالن‌ها را نشان داده شود. همچنین، می‌شود ساختار سطح و شکل ظاهری آن‌ها مشاهده می‌شود. این اطلاعات می‌توانند در تحلیل‌های بعدی برای درک بهتر تأثیرگذاری آن‌ها بر روی ویژگی‌های فیزیکی و مکانیکی فوم ترکیبی مورد استفاده قرار گیرند. شکل (۱-ب)، جزئیات بیش‌تری از سطح و ضخامت دیواره میکروبالن را نمایان می‌سازد. مشاهده می‌شود بعضی از میکروبالن‌ها قبل از ترکیب با وینیل استر دچار شکست شده‌اند. در شکل (۲) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نشر میدانی از میکروبالن‌های شیشه‌ای اصلاح‌شده با تری‌اتوکسی سیلیل پروپیل آمین را نشان می‌دهند. اصلاح سطح باعث بهبود سازگاری فازی بین میکروبالن‌ها و ماتریس پلیمری می‌شود و

یکدیگر توسط همزن مکانیکی مخلوط شده و در قالب سیلیکونی پیش‌گرم شده با ابعاد استاندارد آزمون کشش و فشار (برای راحتی جدایش پلیمر پخت شده از قالب) ریخته‌گری شد. با پیش‌گرم کردن قالب سیلیکونی، از تشکیل حباب درون زمینه پلیمری جلوگیری می‌کند. در نهایت مواد به مدت شش تا هشت ساعت در دمای محیط قرار داده شد تا اتصال عرضی^۵ عامل سخت‌کننده به زنجیره پلیمر وینیل استر صورت گیرد. برای کاهش حلال استایرن باقی‌مانده، فوم‌های وینیل استر، در ۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت سه ساعت پخت شد.

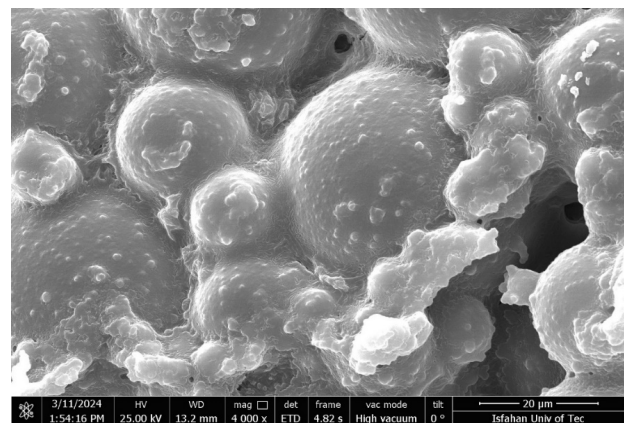
۴-۲- دستگاه‌های مشخصه‌یابی مورد نیاز

از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی^۶ با ولتاژ ۲۵ kV برای مشاهده ریزساختار سطح رویی و سطح شکست فوم‌های ترکیبی و توزیع میکروبالن‌ها در آن‌ها و مشاهده مورفولوژی فوم استفاده شد. دستگاه آزمون فشار مدل Hounsfield H25KS ساخت کشور انگلیس است. برای استخراج ویژگی‌های مکانیکی نمونه‌ها در آزمون فشار از استاندارد ASTM D695 و در آزمون کشش فوم‌های پلیمری از استاندارد ASTM D638 استفاده شد. دستگاه آزمون فشار و کشش مدل Hounsfield H25KS ساخت کشور انگلیس است. مطابق استاندارد طول، عرض و ضخامت نمونه کشش به ترتیب ۱۶۵ mm، ۱۳ و ۳ mm است. همچنین، آهنگ افزایش نیرو در دستگاه یک میلی‌متر بر دقیقه است. نمونه آزمون فشار به صورت استوانه‌ای شکل با قطر ۸/۵ mm و ارتفاع ۹ mm به کار برده شد. تحراف معیار نمونه‌ها بر



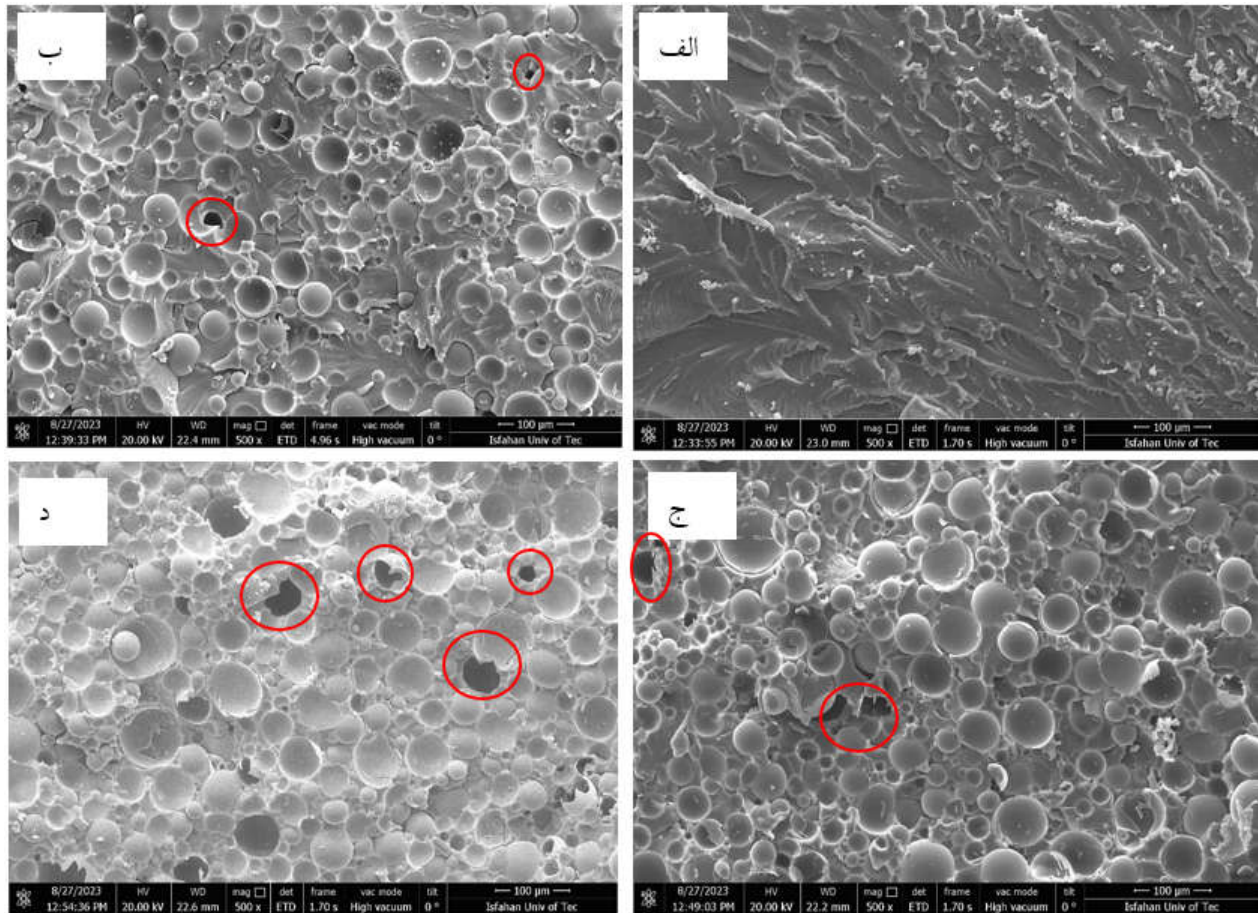
شکل ۱- تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نشر میدانی از میکروبالن‌های شیشه‌ای اصلاح سطحی نشده در بزرگنمایی‌های گوناگون الف) ۵۰۰ برابر ب) ۸۰۰۰ برابر.

شکست فوم‌های حاوی درصد گوناگون میکروبالن شیشه‌ای را نشان می‌دهد. از شکل (۳-الف) تا شکل (۳-د) با افزایش درصد میکروبالن، حباب‌ها و تخلخل‌های زمینه در نمونه‌ها افزایش می‌یابد. شکل (۳-ب) در مقایسه با شکل (۳-ج) که مربوط به نمونه ۴۰ درصد می‌باشد، رزین بیشتری در سطح خود دارد و با توجه به چگالی کمتر میکروبالن‌ها که می‌توانند در رزین روی سطح قرار بگیرند می‌توان گفت نمونه دارای ۴۰ درصد میکروبالن توزیع یکنواخت‌تری نسبت به سایر نمونه‌ها دارد. در عکس‌های میکروسکوپی الکترونی روبشی نشر میدانی مشاهده می‌شود که سطح ترک شامل سطوح شکسته شده زمینه پلیمری و میکروبالن است. در سطح شکست میکروبالن سالم به ندرت یافت می‌شود که نشان می‌دهد ترک



شکل ۲- تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نشر میدانی از میکروبالن‌های شیشه‌ای اصلاح سطحی شده.

شکل (۳) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی سطح مقطع



شکل ۳- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی سطح مقطع شکست فوم‌ها (الف) رزین خالص (ب) فوم ترکیبی با ۲۰ درصد میکروبالن (ج) فوم ترکیبی با ۴۰ درصد میکروبالن (د) فوم ترکیبی با ۶۰ درصد میکروبالن.

وینیل استر تبدیل شوند. این نقاط در شکل (۳) با دایره قرمز رنگ مشخص شده است.

شکل (۴) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی مربوط به نمونه حاوی ۲۰ درصد حجمی میکروبالن است که از عامل فعال سطحی به نام (تری‌اتوکسی سیلیل پروپیل آمین) با نسبت یک درصد وزنی استفاده شده است. در این تصاویر، پیوند و ارتباط قوی میکروبالن‌ها با زمینه به خوبی مشخص است، که نشان می‌دهد عامل فعال سطحی به‌طور قابل ملاحظه‌ای برای بهبود سطح میکروبالن‌ها و ارتباط زمینه با میکروبالن به خوبی تأثیر گذاشته است.

در نقطه A از شکل (۴-الف)، جای خالی میکروبالن‌ها را نشان می‌دهد که توسط طرف دیگر سطح مقطع جدا شده که

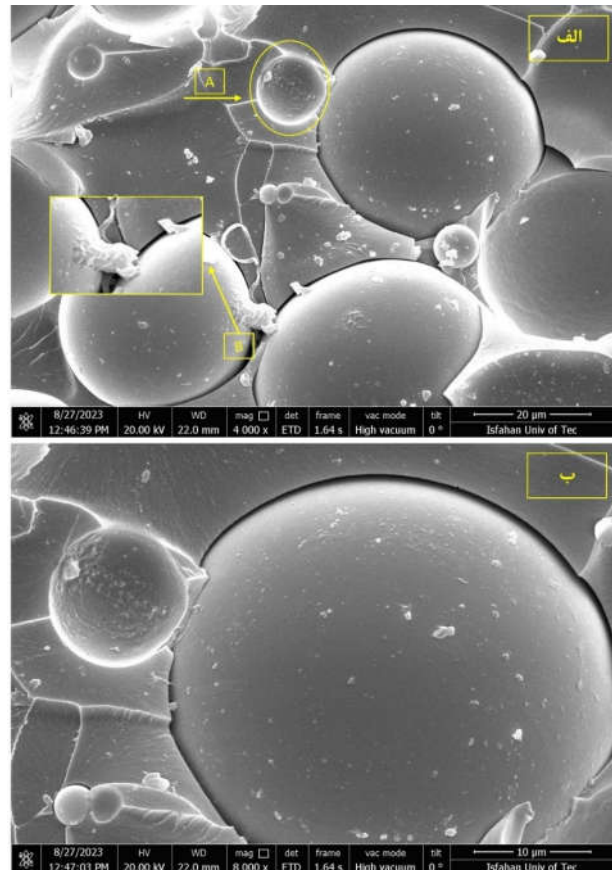
از مرز بین میکروبالن و زمینه عبور نکرده است. این موضوع مؤید آن است که اتصال بین میکروبالن و ماتریس به خوبی برقرار شده و اتصال ضعیفی نیست.

شکل (۳-د) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نشر میدانی فوم‌های تولید شده با ۶۰ درصد میکروبالن را نشان می‌دهد. در نمونه ۶۰ درصد بیش‌ترین تخلخل در تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی مشاهده می‌شود. این موضوع به دلیل افزایش میکروبالن‌ها و در پی آن کاهش گرانی فوم و گیرافتادن هوا و حباب است که به سطح قالب راهی ندارند. همچنین تجمع بیش‌ازحد میکروبالن باعث می‌شود در هنگام مخلوط کردن با همزن مکانیکی، میکروبالن‌ها شکسته شوند و خود به تخلخل جدید در بین فصل مشترک میکروبالن با زمینه

است، منطقه نهایی نیز به نام منطقه سفت‌شوندگی شناخته می‌شود. دلیل افزایش تنش در منطقه سفت‌شوندگی ترک خوردن و از بین رفتن میکروبالن‌ها و در نتیجه پر شدن فضای خالی می‌باشد (۲۰).

همان‌طور که از نمودار شکل (۵) مشخص است با افزایش میزان میکروبالن شیشه‌ای، میانگین استحکام فشاری روندی کاهش دارد. افزایش میکروبالن شیشه‌ای می‌تواند تراکم کلی فوم را کاهش دهد، که این موضوع می‌تواند به کاهش استحکام فشاری منجر شود. فوم‌های با تراکم کمتر به‌طور معمول دارای استحکام فشاری کمتری هستند زیرا ماده زمینه‌ای کمتری با مقاومت فشاری بالاتر که همان وینیل استر است دارند که بتواند بار را تحمل کند.

با افزایش درصد میکروبالن به ۶۰ درصد به‌خصوص در شکل (۵-د) قله‌های گوناگونی در نمودار پیدا شده است. علت به وجود آمدن این قله‌ها که با افزایش درصد میکروبالن شیشه‌ای مشاهده می‌شود، این است که با تجمع میکروبالن‌ها هنگامی که تحت فشار قرار می‌گیرند به‌صورت یکجا شکسته نمی‌شوند، بلکه در چند مرحله و به‌صورت دسته‌های جدا از هم، از نظر زمانی شکسته می‌شوند. به این صورت که ابتدا تحت یک فشار مقداری از آن‌ها شکسته شده و سپس تحت فشار بیش‌تر دسته‌های بعدی میکروبالن‌های شیشه‌ای شکسته می‌شوند (۱، ۱۴ و ۱۷). ناحیه ابتدایی که نمونه تحت فشار قرار می‌گیرد تا رسیدن به استحکام فشاری نهایی ناحیه الاستیک خطی می‌باشد. بعد از این ناحیه یک افت ناگهانی در نمودار رخ می‌دهد که به علت ایجاد ترک در نمونه می‌باشد. ناحیه افقی در نمودار به علت حضور میکروبالن‌ها می‌باشد که در نمونه خالص وجود ندارد و ناحیه جذب انرژی نمودار می‌باشد. با توجه به شکل (۵) و شکل (۶) مشاهده می‌شود در نمونه رزین خالص شکل (۵-الف) که در آن میکروبالن وجود ندارد نمونه تحت فشار پس از ناحیه الاستیک شروع به خردشدن می‌کند و توانایی توزیع و جذب انرژی در نمونه وجود ندارد. با افزایش درصد میکروبالن تا نمونه ۶۰ درصد به علت حضور میکروبالن‌های

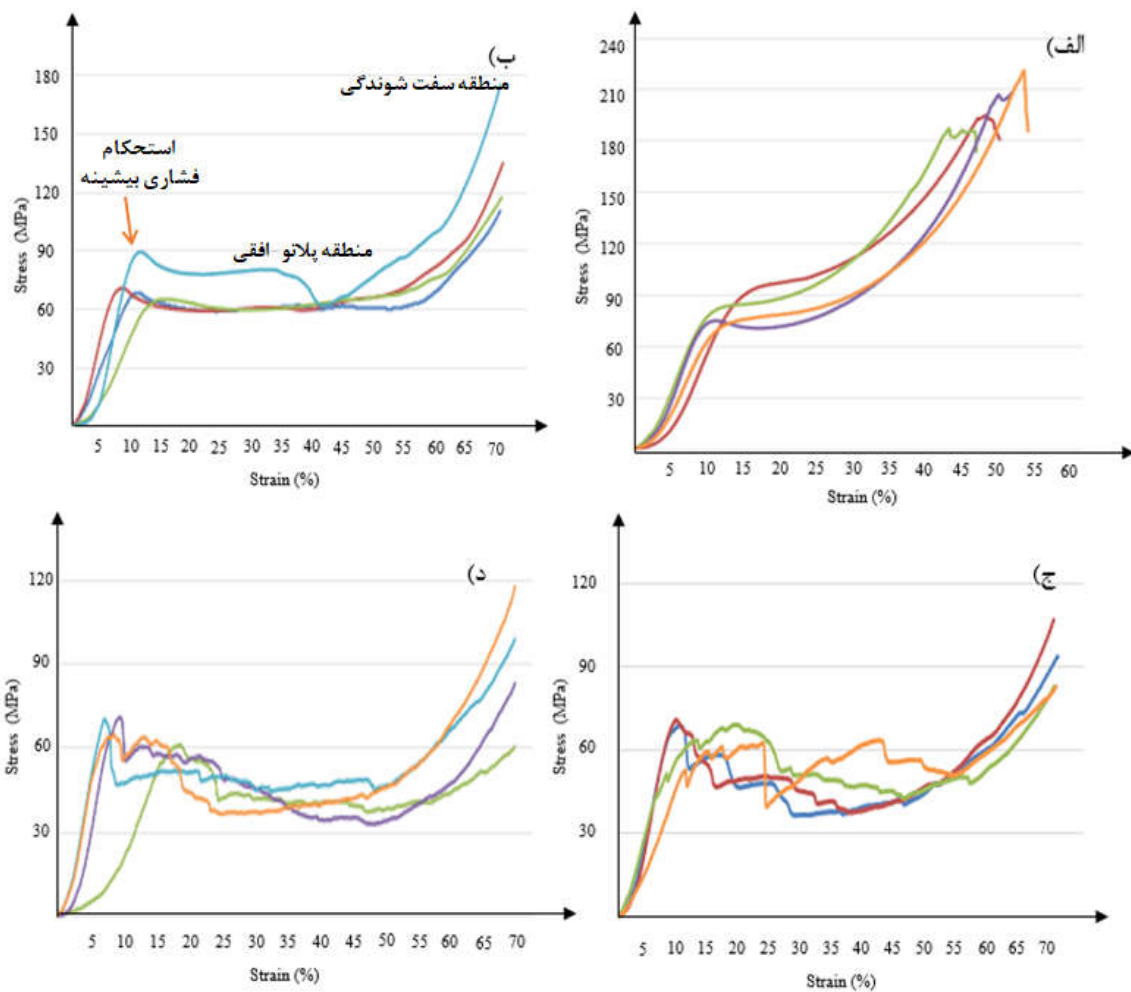


شکل ۴- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نشر میدانی از میکروبالن‌های اصلاح سطح شده در نمونه ۲۰ درصد حجمی میکروبالن.

نشان‌دهنده چسبندگی بهتر میکروبالن به زمینه می‌باشد. در نقطه B از شکل (۴-الف)، دو میکروبالن به‌وسیله یک ذره از زمینه به یکدیگر متصل شده‌اند که نشان‌دهنده اتصال بهتر میکروبالن‌ها به زمینه پلیمری است.

۳-۲- استحکام فشاری

شکل (۵) منحنی‌های تنش-کرنش فشاری برای فوم‌های ترکیبی وینیل استر / میکروبالن شیشه‌ای را نشان می‌دهد. مطابق شکل (۵) نمودار تنش-کرنش در فوم‌های ترکیبی دارای سه منطقه اصلی می‌باشد. منطقه ابتدایی تا رسیدن فوم به تسلیم ادامه دارد و بعد از آن وارد منطقه افقی نمودار (مشخص‌کننده میزان جذب انرژی ماده) می‌شود که مورد توجه محققین این حوزه



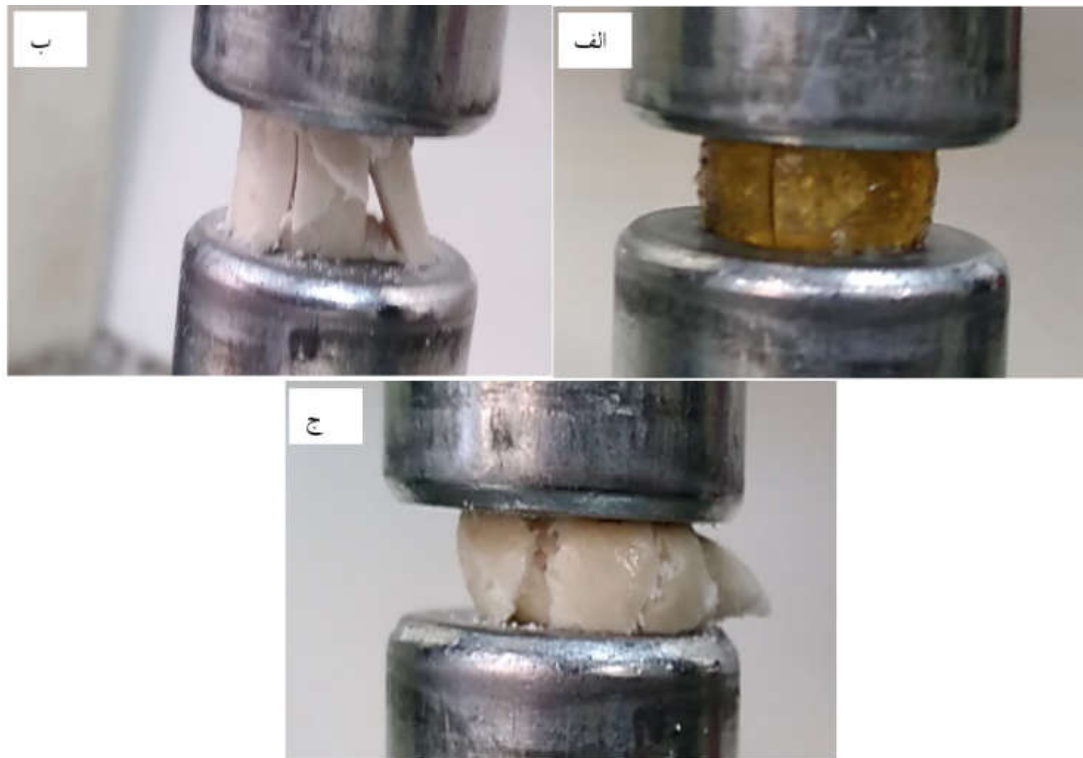
شکل ۵- منحنی‌های تنش- کرنش فشاری برای رزین خالص و فوم‌های ترکیبی میکروبالن شیشه‌ای / وینیل استر (الف) رزین خالص و وینیل استر (ب) ۲۰ درصد میکروبالن (ج) ۴۰ درصد میکروبالن (د) ۶۰ درصد میکروبالن. منحنی‌های رسم شده حاصل از چهار بار اندازه‌گیری برای هر نمونه است.

توجه به نمودار شکل (۷) می‌توان بیان کرد که بیش‌ترین میزان استحکام کششی مربوط به نمونه بدون میکروبالن است. با اضافه کردن ۲۰ درصد حجمی میکروبالن شیشه‌ای همان‌طور که ملاحظه می‌شود تا حد زیادی استحکام کششی کاهش پیدا کرده است. کاهش ویژگی کششی با افزایش میکروبالن رابطه عکس دارد. افزودن میکروبالن شیشه‌ای به زمینه وینیل استر باعث کاهش استحکام فشاری و کششی شده است. زیرا نسبت ابعادی (طول به قطر) میکروبالن‌های کروی معادل یک است. بنابراین انتقال نیرو از زمینه به میکروبالن‌ها به دلیل داشتن فصل مشترک کم با زمینه به‌خوبی صورت نمی‌گیرد.

شیشه‌ای که موجب پخش شدن و گسترده شدن انرژی می‌شود از به وجود آمدن ترک‌های ریز در نمونه که موجب خردشدن آن می‌شود جلوگیری می‌شود و ناحیه توزیع انرژی که همان ناحیه افقی در نمودار تنش کرنش می‌باشد افزایش می‌یابد. در شکل (۵-ج) که زاویه ترک‌ها به‌صورت مورب می‌باشد ناحیه پلاتو بیش‌ترین مقدار خود را دارد.

۳-۳- استحکام کششی

شکل (۷) منحنی‌های تنش-کرنش ناشی از آزمون مقاومت کششی فوم‌های ترکیبی رزین وینیل استر خالص و به همراه درصد‌های گوناگون میکروبالن شیشه‌ای را نشان می‌دهد. با



شکل ۶- وضعیت فوم‌های ترکیبی تحت تنش فشاری

(الف) رزین خالص (ب) فوم ترکیبی با ۲۰ درصد میکروبالن (ج) فوم ترکیبی با ۶۰ درصد میکروبالن.

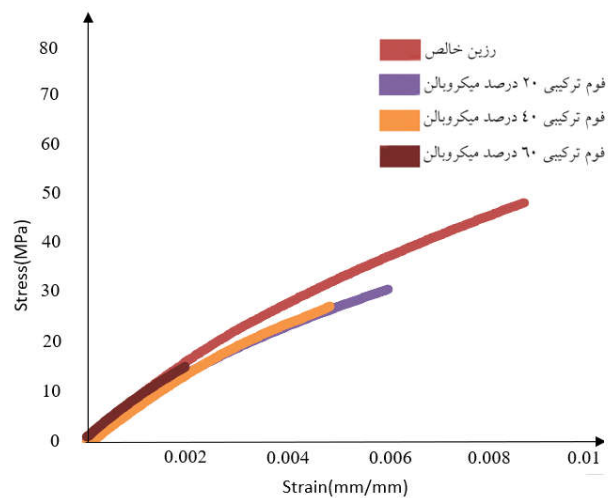
(۵) گزارش شده است. دو نوع تخلخل در فوم وینیل استر/ میکروبالن وجود دارد. تخلخل درون میکرو کره‌های توخالی (میکرو بالنها) و تخلخل ناشی از حبس هوا در زمینه (حفره). میزان حباب هوا و حفره ناشی بین فصل مشترک میکروبالن با زمینه از رابطه (۱) استفاده شد (۱ و ۲۰).

$$\text{درصد حفره} = \frac{\rho_T - \rho_{ex}}{\rho_T} \times 100 \quad (1)$$

که در این رابطه، ρ_T = چگالی تئوری و ρ_{ex} = چگالی تجربی است.

هر چه به انتهای زمان ژل شدن زمینه پلیمری نزدیک می‌شود، گرانیوی مخلوط وینیل استر/میکروبالن بالاتر رفته و امکان آزاد شدن حباب‌های ناشی از هم‌زدن سخت‌تر می‌شود.

مطابق جدول (۶)، بیش‌ترین استحکام کششی ویژه مربوط به نمونه حاوی ۴۰ درصد میکروبالن شیشه‌ای به مقدار $44/3 \text{ MPa.cm}^3/\text{g}$ و بیش‌ترین استحکام فشاری ویژه مربوط به نمونه حاوی ۶۰ درصد میکروبالن شیشه‌ای به مقدار



شکل ۷- منحنی‌های تنش- کرنش کششی فوم‌های ترکیبی رزین وینیل استرخالص و وینیل استر/ میکروبالن شیشه‌ای. نتایج رسم شده میانگین چهار بار تکرار اندازه‌گیری است.

چگالی فوم‌های (تعداد پنج نمونه برای هر درصد حجمی) تولید شده بر اساس روش اندازه‌گیری جرم به حجم نمونه در جدول

جدول ۵- مقادیر استحکام کششی ویژه (نسبت استحکام کششی به چگالی) و مقادیر استحکام فشاری ویژه

چگالی گروه	میزان حفره در زمینه	استحکام فشاری ویژه گروه گویتا (۱)	استحکام فشاری ویژه پژوهش حاضر (MPa.cm ³ /g)	استحکام کششی ویژه (MPa.cm ³ /g)	میزان حفره در زمینه (%)	چگالی تئوری (g/cm ³)	چگالی تجربی (g/cm ³)	درصد میکروبالن
گویتا (۱)	گروه گویتا (۱) (%)	(۱)	(MPa.cm ³ /g)	(MPa.cm ³ /g)	(%)	(g/cm ³)	(g/cm ³)	
۰/۸۶۹	۴/۴	۷۳/۰	۷۶/۹ ± ۱/۰	۴۳/۲ ± ۲/۲۰	۱۸/۴	۰/۸۷۸	۱/۰۴ ± ۱/۱۵	۰
۰/۷۶۵	۷/۳	۸۰/۳	۷۹/۵ ± ۱/۱۵	۳۲/۸ ± ۳/۳۰	۱۲/۲	۰/۷۸۴	۰/۸۸ ± ۱/۱۰	۲۰
۰/۶۹۰	۶/۸	۸۳/۰	۸۵/۷ ± ۱/۱۴	۴۴/۳ ± ۱/۱۰	۱/۴	۰/۶۹۰	۰/۷۰ ± ۱/۱۲	۴۰
۰/۵۹۷	۸/۹	۸۵/۱	۹۸/۲ ± ۲/۲۰	۳۰/۳ ± ۲/۲۰	۶/۰۴	۰/۵۹۶	۰/۵۶ ± ۱/۱۱	۶۰

جدول ۶- مقایسه مدول فشاری و کششی فوم وینیل استر در تحقیق حاضر و دیگر مطالعات

مرجع	درصد میکروبالن	مدول کششی (GPa)	مدول فشاری (GPa)	مدول کششی ویژه (GPa.cm ³ /g)	مدول فشاری ویژه (GPa.cm ³ /g)	استحکام کششی (MPa)	استحکام فشاری (MPa)
	۰	۳	۱/۰۸	۲/۸۸	۱/۰۴	۴۵ ± ۲/۹	۸۰ ± ۲/۵
وینیل استر تقویت شده با میکروبالن با چگالی ۰/۳۸ در مطالعه حاضر	۲۰	۲/۷۵	۱/۱۱	۲/۶۵	۱/۲۶	۲۸ ± ۲/۰	۷۰ ± ۲/۰
	۴۰	۳/۵	۱/۱۳	۵/۰	۱/۶۱	۳۱ ± ۱/۶	۶۰ ± ۲/۴
	۶۰	۳/۱۲	۱/۲۵	۵/۵۷	۲/۲۳	۱۷ ± ۱/۵	۵۵ ± ۲/۰
پژوهش فوم وینیل استر گروه گویتا با میکروبالن با چگالی ۰/۳۲ (۱)	۳۰	۳/۲۵	۲/۵	۳/۵۵	۲/۷۴	۲۷	۷۵
	۴۰	۳/۳۹	۲/۶۸	۳/۹۹	۳/۱۵	۲۵	۷۰
	۵۰	۳/۱۴	۲/۴۲	۴/۴۱	۲/۹۹	۸	۵۸
	۶۰	۳/۷۳	۲/۷۶	۴/۶۴	۳/۰۴	۷	۵۵

کمتر از رزین خالص است.

در مقایسه‌ای که در جدول (۶) صورت گرفته، مدول کششی پژوهش حاضر با پژوهش گویتا مشابه و نزدیک به هم می‌باشند اما مدول فشاری متفاوت است. با توجه به این که ویژگی میکروبالن‌ها بیش تر خود را در مقاومت فشاری نمایان می‌کند (۱ و ۱۹)، می‌توان گفت علت اختلاف بین این دو مطالعه را می‌توان به استحکام خردشدگی (مقدار فشار موردنیاز برای تخریب ۸۰ درصد میکروبالن‌های خالص شیشه‌ای) شیشه‌ای مورد استفاده در این پژوهش نسبت به پژوهش گویتا ارتباط داد. دلیل دیگر بیش تر بودن مدول کششی فوم وینیل استر حاوی ۶۰ درصد حجمی در پژوهش گویتا نسبت به مدول فشاری پژوهش حاضر متفاوت بودن نرخ افزایش نیرو در آزمون فشار است. در پژوهش گویتا از نرخ افزایش نیروی

۹۸/۲ MPa.cm³/g است. مقدار مقاومت کششی ویژه این پژوهش ۱/۵ برابر فوم اپوکسی / میکروبالن شیشه‌ای پژوهش احمدی و همکارانش (۲۱) است. این موضوع برتری ویژگی‌های به دلیل کمتر بودن مقدار حباب و تخلخل بین فصل مشترک میکروبالن شیشه‌ای در این پژوهش نسبت به پژوهش مرجع (۲۱) است. به دلیل درصد حفرات کمتر موجود در زمینه در این پژوهش، مطابق جدول (۵)، استحکام فشاری ویژه گروه گویتا (۱) نیز کمتر از پژوهش حاضر است.

در جدول (۶) مقایسه مدول فشاری و کششی این پژوهش (به دست آمده از منحنی‌های شکل (۵) و (۷) با پژوهش گویتا و همکارانش (۱) را نشان می‌دهد.

مطابق جدول (۶)، مدول کششی تمامی نمونه‌ها بیش تر از مدول فشاری است. همچنین، مدول تمامی فوم‌های ترکیبی

توزیع انرژی در فوم ترکیبی، از تجمع تنش در یک ناحیه جلوگیری می‌کند و از خرد شدن آن جلوگیری می‌شود.

ه) افزودن میکرو بالن شیشه‌ای به زمینه وینیل استر باعث کاهش استحکام فشاری و کششی شده است. زیرا نسبت ابعادی (طول به قطر) میکروبالن‌های کروی معادل یک دارند. بنابراین انتقال نیرو از زمینه به میکرو بالن‌ها به خوبی صورت نمی‌گیرد.

نسبت با سایر پژوهش‌ها و محققین خارجی به دلیل متفاوت بودن استحکام خردشدگی میکروبالن شیشه‌ای و حضور عامل فعال سطحی پایه سیلانی تری اتوکسی سیلیل پروپیل آمین برای داشتن استحکام فصل مشترک و تر شوندگی بهتر رزین وینیل استر/میکروبالن شیشه‌ای، ویژگی‌های استحکام فشاری ویژه تا ۹۸ مگاپاسکال بر گرم بر سانتی‌متر مکعب نسبت به سایر پژوهش‌ها بهبود داده شد.

تشکر و سپاسگزاری

این تحقیق حمایت خاصی از مؤسسات عمومی، صنعتی و غیرانتفاعی دریافت نکرده است.

تضاد منافع

پژوهشگران اذعان دارند که نتایج این پژوهش، با هیچ شرکت دولتی و غیردولتی و هیچ شخص یا اشخاص حقیقی و حقوقی تضاد منافی ندارد.

۱ mm/min استفاده شده است ولی در پژوهش حاضر این نرخ برابر با ۱ mm/min است. هر چه نرخ افزایش نیرو در فوم‌های پلیمری یا کامپوزیتی بیش‌تر باشد، مدول فشاری و استحکام فشاری کاهش می‌یابد (۲۰).

۴- نتیجه‌گیری

با استفاده از مقادیر استحکام فشاری و کششی، تنش پلاتو، انرژی جذب‌شده و تأثیر عامل اصلاح سطح بر چندین فوم در سه درصد حجمی متفاوت میکروبالن، مورد آزمون قرار گرفتند تا تأثیر اصلاح سطح میکروبالن‌ها و تغییر درصد حجمی در ویژگی‌های مکانیکی آن‌ها مشخص شود. نتایج به دست آمده به شرح زیر هستند:

الف) عامل اصلاح سطح تری اتوکسی سیلیل پروپیل آمین به خوبی بر روی میکروبالن‌ها تأثیرگذار است و موجب زبری آن‌ها می‌شود.

ب) در سطح مقطع شکست نمونه‌ها بیش‌تر میکروبالن‌ها دچار شکست شدند که نشان‌دهنده اتصال مناسب زمینه و میکروبالن است.

ج) هرچند افزایش درصد میکروبالن موجب کاهش استحکام فشاری می‌شود؛ اما از طرفی ناحیه افقی نمودار که نماینده جذب انرژی توسط نمونه است افزایش می‌یابد.

د) نحوه شکسته شدن در نمونه‌های دارای میکروبالن به علت

واژه‌نامه

1. glass microballons
2. bouyancy force
3. cure
4. accelerator

5. cross linker
6. field emission scanning electron microscopy (FESEM)

مراجع

1. Gupta N, Ye R, Porfiri M. Comparison of tensile and compressive characteristics of vinyl ester/glass microballoon syntactic foams. *Compos. B Eng.* 2010; 41(3): 236-45. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2009.07.004>
2. Salleh Z, Islam MM, Epaarachchi JA, Su H. Vinyl

- ester/glass microballoon syntactic foams with low density. *Int. Res. J. Mater. Sci. Appl.* 2017; 2017(1): 1-25. <http://escipub.com/Articles/IRJMSA/IJMSA-2017-04-1001>
3. Afolabi OA. Hybrid syntactic foam core cased natural-glass fibre sandwich composite (Doctoral

- dissertation), 2023.
4. Shunmugasamy VC, Pinisetty D, Gupta N. Viscoelastic properties of hollow glass particle filled vinyl ester matrix syntactic foams: effect of temperature and loading frequency. *J. Mater. Sci.* 2013; 48:1685-701. <https://doi.org/10.1007/s10853-012-6927-8>
 5. Dando KR, Cross WM, Robinson MJ, Salem DR. Characterization of mixture epoxy syntactic foams highly loaded with thermoplastic and glass microballoons. *J. Compos. Mater.* 2019;53(13):1737-49. <https://doi.org/10.1177/00219983188107>
 6. John B, Nair CR, Syntactic foams. In *Handbook of thermoset plastics*. William Andrew Publishing; 2014. p. 511-554.
 7. Mae H, Omiya M, Kishimoto K. Effects of strain rate and density on tensile behavior of polypropylene syntactic foam with polymer microballoons. *Mater. Sci. Engin.: A.* 2008;477(1-2):168-78. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.05.028>
 8. Papakonstantinou CG, Giancaspro JW, Balaguru PN. Fire response and mechanical behavior of polysialate syntactic foams. *Compos. Part A: Appl. Sci. Manufact.* 2008;39(1):75-84. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.08.029>
 9. Ray D, Gnanamoorthy R. Friction and wear behavior of vinylester resin matrix composites filled with fly ash particles. *J. Reinforc. Plastics Compos.* 2007;26(1):5-13. <https://doi.org/10.1177/0731684407069945>
 10. Mohammadian Z, Azdast T. A novel method to develop nanocomposite bimodal foams containing expandable polymeric microballoons: microstructural characteristics. *J. Porous Mater.* 2023;30(2):433-47. <https://doi.org/10.1007/s10934-022-01355-6>
 11. Chen Y, Quino G, Pellegrino A. A comprehensive investigation on the temperature and strain rate dependent mechanical response of three polymeric syntactic foams for thermoforming and energy absorption applications. *Polymer Testing.* 2024;130:108287. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2023.108287>
 12. Gupta N, Woldesenbet E, Mensah, P. Compression properties of syntactic foams: effect of cenosphere radius ratio and specimen aspect ratio. *Compos. Part A: Appl. Sci. Manufact.* 2004; 35(1), pp.103-111. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2003.08.001>
 13. Woldesenbet E, Peter S. Radius ratio effect on high-strain rate properties of syntactic foam composites. *J. Mat. Sci.* 2009;44:1551-9. <https://doi.org/10.1007/s10853-008-3026-y>
 14. Gupta N, Kishore, Woldesenbet E, Sankaran S. Studies on compressive failure features in syntactic foam material. *J. Mat. Sci.* 2001; 36: 4485-91. <https://doi.org/10.1023/A:1017986820603>
 15. Tagliavia G, Porfiri M, Gupta N. Vinyl ester—glass hollow particle composites: dynamic mechanical properties at high inclusion volume fraction. *J. Compos. Mater.* 2009;43(5):561-82. <https://doi.org/10.1177/0021998308097683>
 16. Sankaran S, Ravishankar BN, Ravi Sekhar K, Dasgupta S, Jagdish Kumar MN. Syntactic foams for multifunctional applications. *Compos. Mater.: Proces., Appl., Charact.* 2017;281-314. https://doi.org/10.1007/978-3-662-49514-8_9
 17. Anirudh S, Jayalakshmi CG, Anand A, Kandasubramanian B, Ismail SO. Epoxy/hollow glass microsphere syntactic foams for structural and functional application-A review. *Europ. Polymer J.* 2022; 171:111163. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2022.111163>
 18. Yadav SK, Schmalbach KM, Kinaci E, Stanzione III JF, Palmese GR. Recent advances in plant-based vinyl ester resins and reactive diluents. *Europ. Polymer J.* 2018;98:199-215. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2017.11.002>
 19. Wang P, Zhong S, Yan K, Liao B, Guo Y, Zhang J. Effect of hollow glass microspheres surface modification on the compressive strength of syntactic foams. *J. Mater. Res. Technol.* 2024;30:2264-71. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.04.007>
 20. Singh AK, Behera R, Shishkin A, Gupta N. Effect of expanded glass particle size on compressive properties of vinyl ester syntactic foams. *SPE Polymers.* 2022; 3(2): 91-8. <https://doi.org/10.1002/pls2.10066>
 21. Ahmadi H, Shokrieh MM. Volume fraction and microballoon size effects on the compressive properties of epoxy/ceramic microballoon syntactic foam. *Modares Mechanic. Engin.* 2014;14(4):37-44. <http://mme.modares.ac.ir/article-15-6079-en.html>