



## بررسی تجربی رفتار مکانیکی کامپوزیت‌های اپوکسی - الیاف کربن حاوی مواد خودترمیم انیدریدی تحت بارگذاری کششی

امین ساری<sup>1</sup>، رضا اسلامی فارسانی<sup>2\*</sup>، محمدرضا زمانی<sup>3</sup>

1- دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی، تهران

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

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

\* صندوق پستی 1396-43344-119991@kntu.ac.ir، eslami@kntu.ac.ir

### اطلاعات مقاله

مقاله پژوهشی کامل

دریافت: 30 آبان 1395

پذیرش: 24 بهمن 1395

ارائه در سایت: 14 فروردین 1396

کلید واژگان:

کامپوزیت‌های اپوکسی - الیاف کربن

پدیده خودترمیمی

هاردنر انیدریدی

استحکام کششی

### چکیده

میکروتکرک‌های عمقی از آسیب‌های عمده در کامپوزیت‌ها هستند که در صورت مشاهده آنها باید سازه جایگزین شود. به منظور رفع این عیوب و آسیب‌ها از پدیده خودترمیمی که از سیستم‌های بیولوژیکی همانند شبکه آوندی در گیاهان یا شبکه مویرگی در جانوران الهام گرفته شده است، می‌توان استفاده کرد. در این پژوهش با بهره‌گیری از سیستم خودترمیمی یک بعدی، به ترمیم میکروتکرک‌ها و آسیب‌های ایجاد شده در یک سازه کامپوزیتی پرداخته می‌شود. بدین منظور از چند سری میکرولوله‌های شیشه‌ای برای ایجاد مکانیزم ترمیم‌شوندگی استفاده و این میکرولوله‌ها با نوعی ماده ترمیم‌کننده که شامل رزین به همراه هاردنر انیدریدی است، پر شدند. هنگامی که سازه در معرض بارگذاری قرار گیرد، آسیب‌ها یا میکروتکرک‌هایی در سازه ایجاد می‌شوند. با برخورد این میکروتکرک‌ها به میکرولوله‌ها، لوله‌ها شکسته می‌شوند و ماده خودترمیم درون آن‌ها در محل آسیب جریان پیدا می‌کند و با گذشت زمان باعث حذف آسیب می‌شود. هدف از پژوهش حاضر بررسی کسر حجمی مناسب برای ماده خودترمیم و زمان مطلوب برای مشاهده پدیده ترمیم‌شوندگی است. بدین منظور میکرولوله‌های شیشه‌ای حاوی مواد ترمیمی انیدریدی با کسرهای حجمی 0.75، 1.65 و 2.5 درصد در کامپوزیت‌های اپوکسی - الیاف کربن تعبیه شدند. خواص کششی نمونه‌ها با گذشت زمان‌های مختلف پس از ایجاد آسیب مورد بررسی قرار گرفت. بیشترین مقدار بازیابی استحکام کششی به میزان 89 درصد برای نمونه حاوی 1.65 درصد حجمی ماده ترمیمی مشاهده می‌شود. همچنین بررسی‌های مربوط به کرنش نشان می‌دهد که حضور میکرولوله‌ها باعث کاهش کرنش شکست در نمونه‌ها می‌شود که با افزایش زمان ترمیم، کرنش شکست نیز بهبود می‌یابد.

## An experimental investigation on the tensile behavior of epoxy/carbon fibers composites containing anhydride self-healing material

Amin Sari<sup>1</sup>, Reza Eslami Farsani<sup>1\*</sup>, Mohammad Reza Zamani<sup>2</sup>

1- Faculty of Materials Science and Engineering, Khaje Nasir Toosi University of Technology, Tehran, Iran

2- Faculty of Mechanical Engineering, Khaje Nasir Toosi University of Technology, Tehran, Iran

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

### ARTICLE INFORMATION

Original Research Paper

Received 20 November 2016

Accepted 12 February 2017

Available Online 03 April 2017

#### Keywords:

Epoxy-carbon fibers composites

Self-Healing phenomenon

Anhydride hardener

Tensile strength

### ABSTRACT

Deep micro cracks impart severe damages in composites so that the entire composite structure would have to be replaced. The self-healing phenomenon which is inspired from the biological systems such as vascular networks in plants or capillary networks in animals is an appropriate strategy to control the defects and micro-cracks. In the present research, by taking into account the advantages of one-dimensional self-healing system, an attempt has been made to repair the micro-cracks and damages which were created in composite structures. To do so, a series of micro glass tubes were employed to provide a self-healing system. These micro-tubes were filled with epoxy resin/anhydride hardener as a healing agent. When the structure is subjected to loading conditions, some damages or micro-cracks are created. In this situation, by propagation this micro cracks, the micro glass tubes will rupture and the healing agent will flow into the damaged area, leading to the elimination of the defects over a period of time. The aim of this study is to find out the appropriate self-healing material volume fraction and healing time to obtain an efficient healing. For this purpose, glass micro-tubes containing various healing agent loadings of 0.75, 1.65 and 2.5 vol.% were incorporated in epoxy-carbon fibers composites and the tensile behavior of the specimens were assessed during different time spans from defect creation. The highest tensile strength recovery of 89% was observed for the specimen with 1.65 vol.% healing agent. Also, the results show presence of micro tube decreased the fracture strain and over the time span fracture strain recovered.

Please cite this article using:

A. Sari, R. Eslami Farsani, M. R. Zamani, An experimental investigation on the tensile behavior of epoxy/carbon fibers composites containing anhydride self-healing material, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 17, No. 3, pp. 336-342, 2017 (in Persian)

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

A. Sari, R. Eslami Farsani, M. R. Zamani, An experimental investigation on the tensile behavior of epoxy/carbon fibers composites containing anhydride self-healing material, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 17, No. 3, pp. 336-342, 2017 (in Persian)

## 1- مقدمه

از بین کامپوزیت‌ها، کاربرد کامپوزیت‌های زمینه پلیمری بیش از سایر کامپوزیت‌هاست. استحکام و مدول ویژه بالای این کامپوزیت‌ها کاربردهای آنها را در صنایعی همچون هوافضا، صنایع هوایی، اتومبیل‌سازی و بخش انرژی‌های تجدیدپذیر، روز به روز افزایش داده است. در طول عمر استفاده از کامپوزیت ممکن است عیوب و آسیب‌هایی غیرقابل تشخیص در ریزساختار یا در عمق سازه ایجاد شوند. حضور عیوب میکروسکوپی در کامپوزیت‌های زمینه پلیمری می‌تواند بر روی خواص زمینه و همچنین الیاف تقویت‌کننده تأثیر مخرب زیادی گذاشته و باعث تخریب و از کار افتادگی سازه شود. همچنین زمینه ترک‌دار موجب ایجاد تورق و در نتیجه شکست الیاف می‌شود. در ارتباط با سازه‌های کامپوزیتی، انتشار میکروتُرک‌ها ممکن است یکپارچگی ساختاری اجزای کامپوزیتی، عمر سازه و در نهایت ایمنی آن را تحت تأثیر قرار دهد. در سازه‌های کامپوزیتی بر خلاف فلزات، عیوب عمقی تشکیل شده را نمی‌توان با بررسی از روی سطح تشخیص داد. بنابراین اهمیت استفاده از کامپوزیت‌هایی که توانایی خودترمیمی را داشته باشند، مشخص می‌شود. مواد خودترمیم‌موادی هستند که توانایی ترمیم عیوب و آسیب‌های ایجاد شده را به صورت خودبخودی دارا هستند. پدیده خودترمیمی با الگوبرداری از مکانیزم‌های زیستی و شبیه‌سازی ترمیم در بدن موجودات زنده به روش‌های مختلفی قابل دستیابی است [1,2].

به طور کلی دو روش ترمیم ذاتی و غیرذاتی وجود دارد. در ترمیم ذاتی، ترمیم در اثر عواملی همچون واکنش‌های برگشت‌پذیر، نفوذ مولکولی و یا زوج شدن یونومرها به وجود می‌آید [3]. در ترمیم غیرذاتی از عوامل فعال یا عوامل ترمیم استفاده می‌شود. عوامل فعال را می‌توان به سه روش کپسول، الیاف توخالی و میکروآوند در کامپوزیت قرار داد. این عوامل پس از آسیب در محل عیب ایجاد شده جریان یافته و باعث ترمیم عیوب ایجاد شده می‌شوند. برای نخستین بار در سال 2001 میلادی وایت و همکاران [4] استفاده از میکرو/نانو کپسول‌های پلیمری را به منظور ذخیره عوامل ترمیم در روش خودترمیمی غیر ذاتی مطرح کردند. میکرو/نانوکپسول‌های حاوی عوامل فعال ترمیم‌کننده به همراه عامل فعال ساز مناسب در زمینه پلیمری توزیع شده و با پیشروی ترک‌ها در ماده زمینه و برخورد با دیواره کپسول‌ها، دیواره کپسول‌ها شکسته می‌شوند و در ادامه، رهاسازی و جریان یافتن عامل ترمیم‌کننده در محل آسیب روی می‌دهد. واکنش پلیمریزاسیون بین ماده آزاد شده و ذرات کاتالیزور با توجه به نوع ماده ترمیم با سرعت‌های متفاوتی اتفاق افتاده و باعث ترمیم آسیب و نهایتاً بازبایی خواص مکانیکی ماده زمینه می‌شود. کپسول‌های حاوی عوامل ترمیم که می‌توانند در مقیاس‌های میکرو و یا نانو [5] باشند، پس از سنتز داخل پلیمر قرار داده می‌شوند. در این روش حضور کاتالیزور به عنوان فاز جدایش ثانویه ضروری است [1,4]. کاتالیزورها می‌توانند به صورت کپسول و یا به صورت فاز پخش شده در زمینه وجود داشته باشند [6].

در ادامه تحقیقات انجام شده، رول و همکاران [7] به بررسی تجربی تأثیر قطر میکروکپسول‌ها در ماتریس اپوکسی ایپون<sup>1</sup> 828 پرداختند. آن‌ها نشان دادند که در یک کسر حجمی ثابت هر چه اندازه کپسول‌ها بزرگتر باشد، انرژی جذب شده برای شکست بیشتر می‌شود که دلیل آن وجود عوامل ترمیم بیشتر در کپسول است. عابدینی و همکاران [8] با استفاده از کپسول‌های حاوی هیدروکسید کلسیم و استناترات پتاسیم امکان ترمیم نانوساختار سطحی و احیای آبرگریزی سطحی را فراهم کردند. لی و همکاران

<sup>1</sup> EPON

[9] تأثیر عوامل مؤثر بر مورفولوژی، ضخامت دیواره کپسول، مقدار عامل پخت مناسب، عمر کپسول و توزیع اندازه میکروکپسول‌های حاوی دیسیکلوپنتادین و دیواره اوره-فرمالیدهد را مورد مطالعه قرار دادند و نشان دادند که با کنترل عوامل فرایند همچون دمای انجام واکنش، نسبت وزنی هسته-دیواره، سرعت اختلاط و غلظت عامل امولسیون‌کننده می‌توان شرایط بهینه را به وجود آورد. استفاده از میکروکپسول‌های چندلایه امکان بهره‌گیری از مواد ترمیم‌کننده متنوع را فراهم می‌سازد و بازدهی و پایداری حرارتی بالا را به همراه دارد [10,11].

از میکرو/نانو کپسول‌ها در پوشش‌ها برای ترمیم آسیب‌های خوردگی به صورت خودبخودی، نیز استفاده می‌شود. کوهی و همکاران [12] از کپسول‌هایی با پوسته اوره-فرمالیدهد که حاوی روغن تانگ به عنوان عامل ترمیم بود، استفاده کردند. مشاهده شد که با کوچکتر شدن اندازه میکروکپسول‌ها مقاومت به خوردگی بهبود می‌یابد. درصد بهینه این کپسول‌ها 20% وزنی گزارش شد. شکوه‌فر و عرب [13] مدلی را به منظور شبیه‌سازی فرایند پلیمریزاسیون در مواد خود ترمیم، به کمک نانوکپسول‌های پلیمری، ارائه دادند.

استفاده از الیاف توخالی حاوی عوامل ترمیم، روش دیگر خودترمیمی غیرذاتی است که مکانیزم این روش شبیه به روش کپسولی بوده با این تفاوت که در روش کپسولی محدودیت عوامل ترمیم بهبود یافته و همچنین تکرارپذیری در این روش امکان‌پذیر است [4]. برای اولین بار درای و سوتوز [14,15] با پر کردن الیاف توخالی شیشه در زمینه اپوکسی، کامپوزیت‌های خودترمیم را به وجود آوردند. موتوکو و همکاران [16] سیستم‌های کامپوزیت خودترمیم را با استفاده از لوله‌های میکرونی با جنس‌های متفاوت به عنوان محل ذخیره عوامل ترمیم تشکیل دادند. بدین منظور با استفاده از لوله‌هایی از جنس شیشه‌های بوروسیلیکات، و لوله‌های مسی و آلومینیومی، سیستم‌های خودترمیم را در کامپوزیت تقویت شده با الیاف شیشه با دو نوع ماتریس پلی استر و اپوکسی ایجاد کردند. بهترین عملکرد خودترمیمی در هر دو ماتریس را شیشه‌های بوروسیلیکات از خود نشان دادند. در ادامه به منظور بهبودی خواص مکانیکی، بلی و همکاران [17] از الیاف شیشه با قطر خارجی 15 میکرون و قطر داخلی 5 میکرون استفاده کردند. تراسک و همکاران [18,19] از الیاف توخالی شیشه در کامپوزیت‌های تقویت شده با الیاف کربن استفاده کردند و بازدهی بالای 90 درصد را گزارش دادند.

نادمی و همکاران [20] به کمک لوله‌های مویین شیشه‌ای با قطر خارجی 1.2 میلی‌متر سیستم خودترمیمی را تشکیل دادند. در این پژوهش از یک رزین دو جزئی با نام تجاری AXON EPOLAM5015/5016 به عنوان عامل ترمیم استفاده شد که با قراردادن میکرولوله‌ها در سه لایه، بهبودی خواص خمشی حاصل شد.

روش دیگر خودترمیمی، استفاده از شبکه‌های آوندی است. بدین منظور با شبیه‌سازی پوست انسان در سازه‌ها، شبکه میکروآوندی را ایجاد می‌کنند [21]. پیشرفت‌های اخیر در لیتوگرافی و امکان طراحی مستقیم در پرینترهای سه‌بعدی امکان طراحی‌های پیچیده شبکه‌های آوندی میکرونی و همچنین شبیه‌سازی سیستم عروقی موجودات را در سازه‌ها فراهم آورده است [21,22]. کریستوفر و همکاران با استفاده از این روش بازبایی بیش از 96 درصد از استحکام فشاری بعد از آزمون ضربه را بدست آوردند [23].

نکته قابل توجه در مواد خودترمیم، عوامل فعال یا عوامل ترمیم هستند. این عوامل می‌توانند تک‌جزئی و یا دوجزئی باشند. دیسیکلوپنتادین

سانتی‌متر استفاده شد که پس از چندین مرتبه حرارت دادن تحت کشش قرار گرفته و قطر آن‌ها کاهش داده شد تا در نهایت میکرولوله‌هایی با قطر میانگین حدود 250 میکرون حاصل شدند. به منظور پرکردن لوله‌ها از روش خلاء استفاده شد. رزین و هاردنر انیدریدی با نسبت 100 به 90 ترکیب شده و در درون لوله‌های مویین قرار گرفت. کاتالیزور در اطراف لوله‌های مویین پخش شد تا پس از ایجاد عیب و شکسته شدن لوله‌های شیشه‌ای و جریان یافتن عوامل ترمیم، عملیات پلیمریزاسیون شروع شده و عملیات ترمیم صورت گیرد.

ساخت نمونه‌های کامپوزیتی با استفاده از روش لایه‌گذاری دستی و از طریق قراردادن 6 لایه پارچه الیاف کربن صورت گرفت. بدین منظور پس از تعیین وزن مورد نیاز از اپوکسی و هاردنر برای تشکیل کامپوزیت حاوی 30 درصد تقویت‌کننده، 6 لایه پارچه کربن در ابعاد مناسب برش داده شدند. به منظور به دست آوردن خواص مناسب و سطح صاف نمونه‌های کامپوزیتی، نمونه‌ها بر روی قالب سیلیکونی ساخته و سپس در ابعاد مناسب مطابق با استاندارد بریده شدند. در شکل 1 شماتیکی از نحوه قرار گرفتن میکرولوله‌ها در بین لایه‌های کربنی، در نمونه‌های ساخته شده، نشان داده شده است.

برای مقایسه و بررسی اثر خودترمیمی بر خواص مکانیکی، نمونه‌های شاهد نیز ساخته شدند. تفاوت ساخت نمونه‌های خودترمیم و نمونه شاهد در قرار دادن میکرولوله‌ها در درون ساختار کامپوزیت در نمونه‌های خودترمیم و عدم استفاده از آنها در نمونه شاهد است. بدین منظور برای نمونه‌های کشش به ترتیب تعداد 2، 4 و 6 میکرولوله بین لایه سوم و چهارم قرار داده شدند. میکرولوله‌ها در جهت صفر درجه نسبت به پارچه الیاف کربن و در کنار یکدیگر قرار گرفتند.

### 3-2- آزمون کشش

آزمون کشش نمونه‌های کامپوزیتی براساس استاندارد ASTM D3039 انجام شد. بدین منظور ابتدا نمونه‌ها در ابعاد 25×2.5 سانتی‌متر بریده و سپس تب‌ها توسط چسب به نمونه‌ها چسبانده شدند. نمونه‌های شاهد در دو حالت با آسیب و بدون آسیب، و نمونه‌های حاوی عوامل ترمیم پس از ایجاد آسیب در سه زمان صفر، 5 و 8 روز آزمایش شدند. به منظور ایجاد آسیب از دستگاه آزمون ضربه چارپی مدل اوری دنشن<sup>12</sup> LS10 2DE استفاده شد. نمونه‌های کشش با توجه به پیشینه تحقیقات در این زمینه [19] تحت ضربه با انرژی 20 ژول قرار گرفتند و پس از ایجاد آسیب آزمایش شدند.

در این پژوهش در مجموع 4 نوع نمونه (سه نمونه با کسر حجمی‌های 0.75، 1.65 و 2.5 درصد و یک نمونه شاهد فاقد میکرولوله شیشه‌ای و مواد

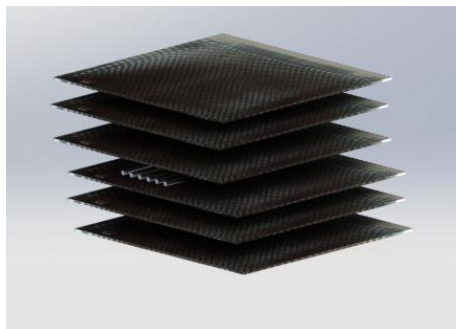


Fig. 1 Three dimensionalview of specimens

شکل 1 نمای سه بعدی از نمونه‌ها

<sup>12</sup> Avery Denison

(DCPT<sup>1</sup>) معمول‌ترین ماده مورد استفاده است که به همراه کاتالیست گراب<sup>2</sup> به عنوان عوامل فعال سازی مورد استفاده قرار می‌گیرد [24]. منگون و همکاران [25] از PMDS<sup>3</sup> و لی و همکاران [26] از رزین DGEBA<sup>4</sup> و هاردنر پلی اتر آمین به عنوان عوامل ترمیم استفاده کردند. کوپ و همکاران [27] از EPA<sup>5</sup> به همراه کاتالیست Sc(OTf)<sub>3</sub><sup>6</sup> به عنوان جایگزینی برای DCPT استفاده کردند. از عوامل ترمیم دیگر می‌توان EMAA<sup>7</sup> را نام برد که در سازه‌های کامپوزیتی استفاده می‌شود [28]. همچنین استفاده از رزین‌های اپوکسی به همراه کاتالیزورهای انیدریدی به عنوان عوامل ترمیم مورد مطالعه قرار گرفت و بازده‌های بالای 80% مشاهده شد [29]. بکاس و همکاران [30] به منظور بهبود عوامل ترمیم، برای اولین بار از رزین با ویسکوزیته کم به همراه نانولوله‌های کربنی به عنوان عامل ترمیم استفاده کردند. با تزریق مواد نانو در شبکه آوندی کامپوزیت‌های تقویت شده با الیاف شیشه، بهبود چشمگیری در چقرمگی شکست مشاهده شد. با اضافه کردن نانولوله‌های کربنی به عوامل ترمیم، بازده ترمیم 190% بدست آمد. کونگپاراکول و همکاران [31] نانو کامپوزیت خودترمیم هیبریدی با رزین اپوکسی حاوی میکروکپسول‌های خودترمیم و نانوسیلان اصلاح شده با ترکیبات آلی سیلیکون برای بالا بردن خاصیت مقاومت به خوردگی در پوشش‌های اپوکسی مورد مطالعه قرار دادند. سه عامل DET<sup>8</sup> و ETA<sup>9</sup> و POT<sup>10</sup> به عنوان عوامل عوامل ترمیم کپسوله شدند. مطالعات نشان داد پوششش حاوی 10% وزنی POT بهترین عملکرد در برابر خوردگی دارد.

با توجه به تحقیقات انجام شده تاکنون، هدف از پژوهش حاضر بررسی تاثیر عوامل ترمیم انیدریدی در سازه‌های کامپوزیتی اپوکسی-الیاف کربن و محاسبه بازده ترمیم در این مواد تحت شرایط بارگذاری کششی است. بدین‌منظور هاردنرهای انیدریدی در لوله‌های مویین به عنوان عوامل ترمیم تعبیه و کسر حجمی مطلوب عوامل ترمیم و همچنین زمان مناسب برای ترمیم مورد بررسی قرار می‌گیرد.

### 2- مواد و روش تحقیق

#### 1-2- مواد مورد استفاده

در این پژوهش از رزین اپوکسی ML506 و هاردنر آمینی HA11 (ساخت شرکت مواد مهندسی مکرر) به عنوان فاز زمینه و از پارچه الیاف کربن دو جهته T700S (شرکت الیاف کربن توری<sup>11</sup>، آمریکا) با استحکام کششی حدود 5GPa به عنوان فاز تقویت‌کننده الیافی استفاده شد. همچنین از میکرولوله‌های شیشه‌ای با قطر خارجی متوسط 250 میکرون و کسر تهیگی حدود 55 درصد برای ذخیره‌سازی عوامل ترمیم استفاده شد. عوامل ترمیم رزین اپوکسی ML526 و هاردنر انیدریدی (در درون لوله‌های میکرونی) و کاتالیزور Ax11 در زمینه مورد استفاده قرار گرفتند. سیالیت بالا و امکان استفاده به صورت تک‌جزئی از دلایل انتخاب این نوع هاردنر بودند.

#### 2-2- روش ساخت نمونه‌ها

برای ساخت میکرولوله‌ها از یک سری لوله‌های مویین با قطر خارجی 1

<sup>1</sup> Dicyclopentadiene

<sup>2</sup> Grubbs' catalyst

<sup>3</sup> Poly(dimethylsiloxane)

<sup>4</sup> Diglycidyl ether of bisphenol A epoxy

<sup>5</sup> Ethylphenylacetate

<sup>6</sup> Scandium(III)triflate

<sup>7</sup> Poly[ethylene-co-methacrylic acid]

<sup>8</sup> Diethanolamine

<sup>9</sup> Ethanolamine

<sup>10</sup> Perfluorooctyl triethoxysilane

<sup>11</sup> Toray



(الف - ا)



(ب - ب)



(ج - ج)

**Fig. 3** Cross section picture of the specimen having a) 2, b) 4 and c) 6 glass tubes

شکل 3 سطح مقطع نمونه‌های آزمون کشش حاوی، (الف 2 عدد، ب 4 عدد و ج 6 عدد میکرولوله

**جدول 1** کسر حجمی عوامل ترمیم

| Table 1 The volume fraction of healing agent |                    |                     |
|----------------------------------------------|--------------------|---------------------|
| کسر حجمی عوامل ترمیم                         | تعداد میکرولوله‌ها |                     |
| 0.75±0.1                                     | 2                  | نمونه‌های آزمون کشش |
| 1.65±0.2                                     | 4                  |                     |
| 2.5±0.2                                      | 6                  |                     |

می‌شود. با بررسی نمونه‌های مختلف، قطر داخلی نمونه‌ها به کمک تصاویر محاسبه و میانگین آنها به عنوان قطر داخلی در نظر گرفته شد.

### 2-3- خواص مکانیکی

در ادامه به بررسی نمودارهای تنش- کرنش در 4 حالت مذکور و در انتها به مقایسه داده‌های بدست آمده و بررسی تاثیر عوامل ترمیم در نمونه‌ها پرداخته شده است. سه نوع نمونه حاوی عوامل ترمیم در سه زمان ترمیم پس از ایجاد آسیب تحت آزمون کشش قرار گرفتند و سپس با نمونه شاهد مقایسه شدند. نمودار تنش- کرنش برای نمونه شاهد در دو حالت بدون آسیب و همراه با آسیب در شکل 5 مشاهده می‌شود.

خودترمیم) با نرخ بارگذاری 5mm/min تحت آزمون (هر یک سه مرتبه جهت صحت‌گذاری نتایج) توسط دستگاه یونیورسال مدل هانسفیلد<sup>1</sup> با نام تجاری H25KS و قابلیت اعمال 25KN بار قرار گرفتند. در شکل 2 نمونه‌ها در حین آزمون نشان داده شده‌اند.

پس از انجام آزمون کشش، نمودار نیرو برحسب جابجایی برای هر یک از نمونه‌ها بدست آمد. به منظور مقایسه صحیح و حذف پارامتر اندازه نمونه‌ها نمودار نیرو- جابجایی به نمودار تنش- کرنش مهندسی تبدیل شد. بدین منظور عرض و ضخامت نمونه‌ها قبل از انجام آزمون در 5 نقطه متفاوت محاسبه و سپس مساحت متوسط بدست آورده شد و همچنین با استفاده از طول سنج، کرنش نمونه‌ها محاسبه شد. با استفاده از رابطه‌های (2,1)، نمودار نیرو- جابجایی به نمودار تنش- کرنش تبدیل شد.

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (1)$$

$$\varepsilon = \frac{L_i}{L_0} \quad (2)$$

در روابط (2,1)،  $F$  نیرو،  $A$  مساحت متوسط نمونه‌ها،  $\sigma$  تنش و  $L_i$  و  $L_0$  به ترتیب جابجایی و طول سنج و  $\varepsilon$  کرنش را نشان می‌دهند.

### 3- نتایج و بحث

#### 3-1- بررسی کسر حجمی مواد ترمیم و قطر لوله‌های مویین

به منظور محاسبه کسر حجمی عوامل ترمیم از سطح مقطع نمونه‌ها، پس از انجام آزمون کشش، عکس‌هایی با بزرگنمایی‌های متفاوت تهیه شد. سپس با بهره‌گیری از نرم‌افزار ایمج تولز<sup>2</sup> درصد حجمی عوامل ترمیم محاسبه شد. هدف از تهیه عکس‌ها پس از آزمون، امکان‌پذیر نبودن تعیین قطر داخلی دقیق میکرولوله‌ها و همچنین تعیین دقیق‌تر کسر حجمی نمونه‌ها می‌باشد. در شکل 3، عکس‌های تهیه شده به منظور محاسبه کسر حجمی و در جدول 1، کسر حجمی نمونه‌ها مشاهده می‌شوند.

به منظور محاسبه قطر میکرولوله‌ها از عکس‌های میکروسکوپ نوری مدل IMM-420 ساخت صنایع اپتیک اصفهان استفاده شد. این عکس‌ها در بزرگ نمایی مختلف تهیه و به کمک آنها قطر میانگین میکرولوله‌ها محاسبه شد. تصویر سطح مقطع نمونه‌ها در بزرگنمایی 20 برابر در شکل 4 مشاهده



**Fig. 2** Tensile test machine

شکل 2 دستگاه آزمون کشش

<sup>1</sup> Hounsfield

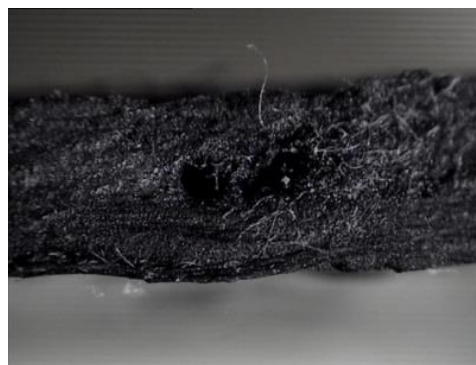
<sup>2</sup> Image Tools

همان‌طور که در شکل 5 مشاهده می‌شود، تخریب ایجاد شده باعث کاهش استحکام شکست و کرنش شکست شده است. در واقع ضربه ایجاد شده باعث تشکیل میکروترک‌ها و ایجاد گسستگی در کامپوزیت شده و این عوامل باعث کاهش خواص مکانیکی در نمونه شده‌اند. استحکام کششی در نمونه بدون تخریب  $340\text{MPa}$  می‌باشد که پس از تخریب به  $284\text{MPa}$  کاهش یافت. این میزان کاهش استحکام حدود 16 درصد محاسبه شد. در جدول 2 داده‌های بدست آمده به صورت خلاصه آورده شده‌اند.

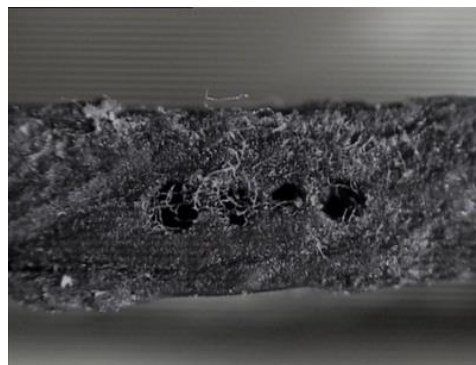
برای نمونه‌های حاوی عوامل ترمیم، سه نمونه حاوی کسر حجمی‌های مساوی در زمان‌های مختلف پس از تخریب تحت آزمون قرار گرفتند. نمودار تنش-کرنش برای نمونه‌ها در سه زمان متفاوت صفر، 5 و 8 روز پس از تخریب در شکل 6 به ترتیب برای هر سه نمونه مشاهده می‌شود. همانگونه که در شکل مشخص است، با گذشت زمان ترمیم، تنش لازم برای شکست در همه نمونه‌ها افزایش می‌یابد. این افزایش تنش ناشی از تاثیر عوامل ترمیم و پخت آنها می‌باشد. در واقع با جریان یافتن عوامل ترمیم در ترک و پخت آنها استحکام نمونه‌ها افزایش یافته است. این افزایش در استحکام کششی پس از گذشت 8 روز به حداکثر مقدار خود رسیده است. در جدول 3 خلاصه‌ای از داده‌های حاصل، آمده است.

با بررسی نتایج شکل 6 و جدول 3، مشخص است که کرنش شکست بدست آمده برای نمونه‌ها وابسته به کسر حجمی لوله‌های موئین متفاوت است. برای نمونه حاوی 0.75 درصد حجمی عوامل ترمیم، افزایش کرنش شکست پس از گذشت 8 روز از آسیب به میزان 21% مشاهده شد. برای نمونه‌های حاوی 1.65 و 2.5 درصد عوامل ترمیم، بهبودی کرنش شکست به ترتیب 32% و 5% بدست آمد. با افزایش زمان ترمیم، کرنش شکست بهبود می‌یابد. این موضوع ناشی از اثر عوامل ترمیم بر میکروترک‌ها است.

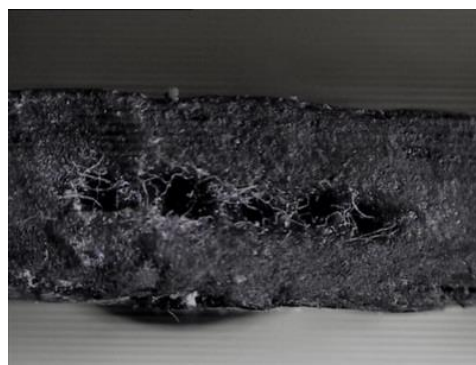
در نمودار شکل 7 داده‌های بدست آمده برای کرنش شکست به منظور مقایسه نشان داده شده‌اند. مشاهده می‌شود که حضور میکرولوله‌ها در نمونه کامپوزیتی باعث کاهش کرنش شکست می‌شود که با افزایش کسر حجمی لوله‌های موئین شیشه‌ای کرنش شکست کاهش بیشتری می‌یابد. کاهش کرنش شکست می‌تواند ناشی از ناپیوستگی‌های ایجاد شده در بین لایه‌های کامپوزیت باشد. همان‌گونه که در شکل 6 مشاهده شد، افزایش زمان ترمیم



(الف - ا)



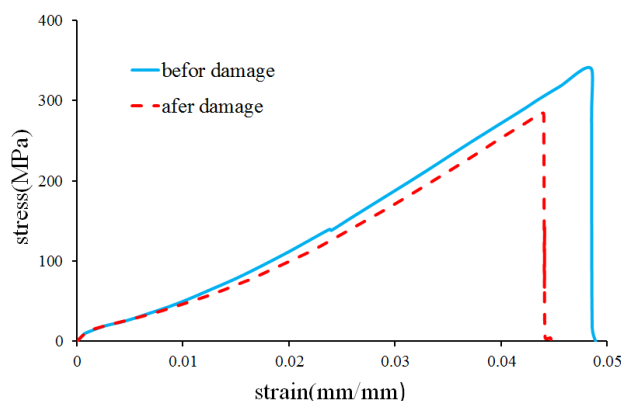
(ب - ب)



(ج - ج)

**Fig. 4** Cross section picture of the specimen in 20X resolution having a) 2, b) 4 and c) 6 glass tubes

شکل 4 تصویر میکرولوله‌ها در نمونه‌های کامپوزیتی تحت بارگذاری کششی با بزرگنمایی 20 برابر حاوی، (الف 2، ب 4 و ج 6 میکرولوله)


**Fig. 5** Stress- strain curve of control specimen

شکل 5 نمودار تنش-کرنش نمونه شاهد

**جدول 2** داده‌های بدست آمده از آزمون کشش برای نمونه‌های شاهد

**Table 2** Result of tensile test in healing specimens

| پارامتر            | نمونه بدون آسیب | نمونه بعد از ایجاد آسیب |
|--------------------|-----------------|-------------------------|
| کرنش شکست          | 0.048           | 0.043                   |
| استحکام کششی (MPa) | 340             | 284                     |
| مدول کششی (GPa)    | 7.09            | 6.58                    |

**جدول 3** داده‌های آزمون کشش نمونه‌های حاوی عوامل ترمیم

**Table 3** Result of tensile test in healing specimens

| کسر حجمی عوامل ترمیم | زمان ترمیم (روز) | کرنش  | تنش (MPa) | مدول کششی (GPa) |
|----------------------|------------------|-------|-----------|-----------------|
| 0.75                 | 0                | 0.026 | 204       | 7.84            |
|                      | 5                | 0.032 | 264       | 8.24            |
|                      | 8                | 0.033 | 269       | 8.21            |
| 1.65                 | 0                | 0.025 | 194       | 7.78            |
|                      | 5                | 0.034 | 290       | 8.54            |
|                      | 8                | 0.037 | 325       | 8.75            |
| 2.50                 | 0                | 0.023 | 122       | 5.41            |
|                      | 5                | 0.025 | 164       | 6.61            |
|                      | 8                | 0.024 | 195       | 7.9             |

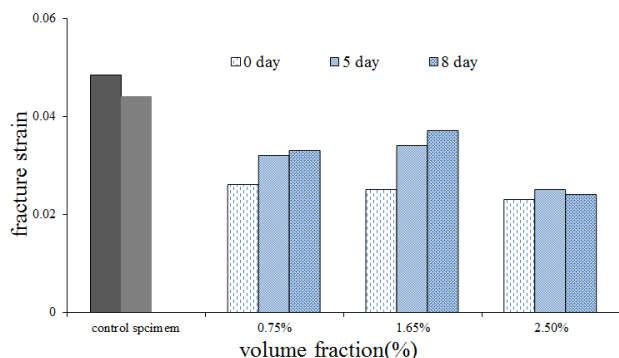


Fig. 7 Fracture strain of specimens in different heal time

شکل 7 کرنش شکست نمونه‌ها در زمان‌های مختلف ترمیم

مشاهده می‌شود، استحکام کششی در نمونه شاهد پس از ایجاد تخریب در اثر شکسته شدن الیاف کاهش حدود 16 درصدی داشته است. استحکام کششی کامپوزیت‌های حاوی مواد ترمیمی در مقایسه با کامپوزیت بدون مواد ترمیمی کمتر است. این امر می‌تواند به علت گسستگی در آرایش و چیدمان لمینیت پایه به علت وجود میکرولوله‌های شیشه و کاهش کسر حجمی فاز الیافی کربن باشد. همچنین حضور الیاف توخالی به دلیل ایجاد نقاط تمرکز تنش و افزایش ضخامت کامپوزیت باعث کاهش استحکام کششی می‌شود.

همانگونه که در شکل 8 مشاهده می‌شود با افزایش کسر حجمی لوله‌های حاوی مواد ترمیمی کاهش استحکام نسبت به نمونه شاهد دیده می‌شود. هر چه کسر حجمی لوله‌های مویین بیشتر باشد، این کاهش بیشتر است. کاهش شدید استحکام در حجم‌های بالای لوله‌های حاوی عوامل ترمیم ناشی از عیوب و ناپیوستگی‌های ساختاری به علت حضور لوله‌ها است. به منظور محاسبه میزان بازدهی فرایند ترمیم ( $\eta$ ) از رابطه (3) استفاده شد [4].

$$\eta = \frac{\sigma(H) - \sigma(D)}{\sigma(V) - \sigma(D)} \times 100 \quad (3)$$

در رابطه (3)، تنش  $\sigma$  و  $H$ ،  $D$  و  $V$  به ترتیب نمونه ترمیم شده، آسیب دیده و شاهد را نشان می‌دهند. با توجه به رابطه (3)، بازده ترمیم برای نمونه‌های مختلف محاسبه شد که در نمودار شکل 9 نشان داده شده است. مطابق این نمودار بیشترین بازده ترمیم بیش از 89 درصد و برای نمونه حاوی 1.65 درصد حجمی مواد ترمیمی پس از گذشت 8 روز پس از تخریب حاصل

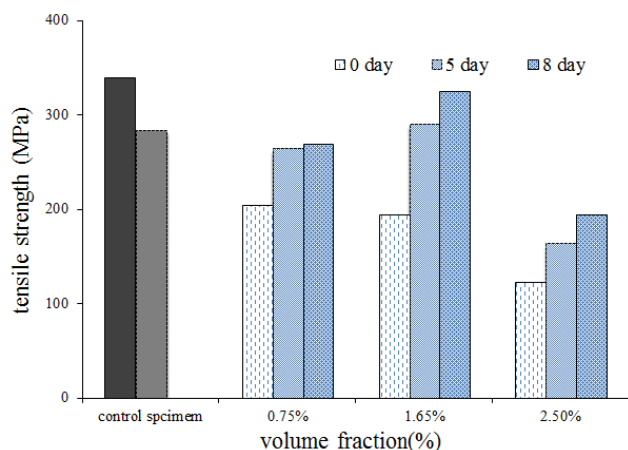
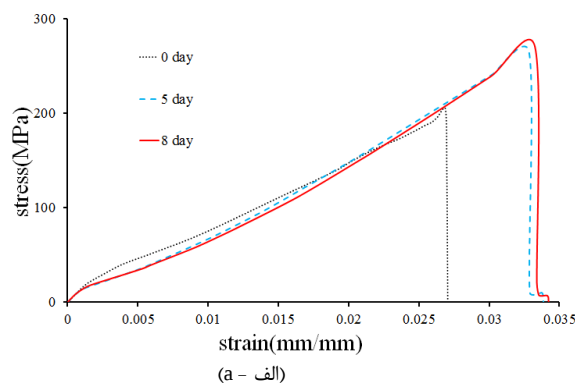
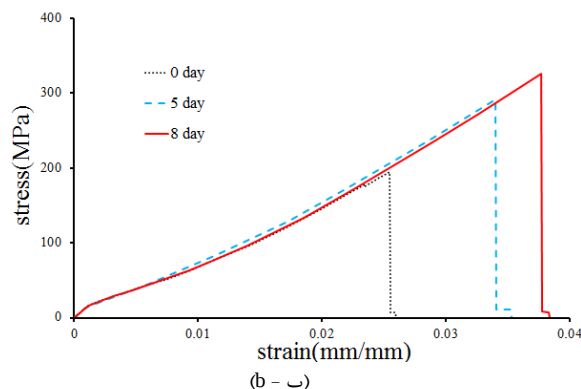


Fig. 8 tensile strength of self-healing specimens in different heal time

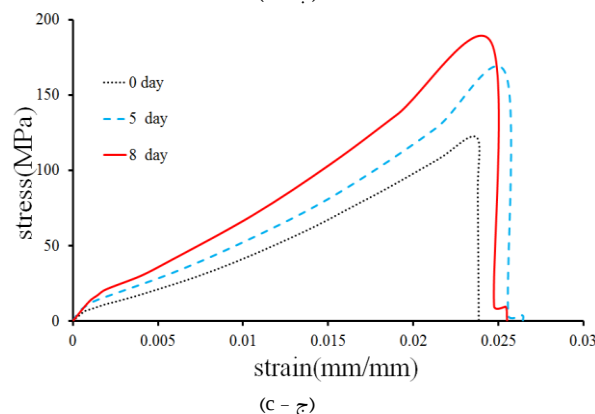
شکل 8 استحکام کششی برای نمونه‌های خودترمیم در زمان‌های مختلف



(الف - ا)



(ب - ب)



(ج - ج)

Fig. 6 Stress-strain curve of specimen include a) 0.75%, b) 1.65% and c) 2.5% healing agent in 3 different time after impact

شکل 6 نمونه‌های تنش-کرنش برای نمونه‌های حاوی (الف) 0.75، (ب) 1.65 و (ج) 2.5 درصد حجمی عوامل ترمیم‌اندیریدی

باعث افزایش کرنش شکست نمونه‌ها شده است که دلیل آن می‌تواند حضور عوامل ترمیم و خواص مکانیکی فاز ترمیم کننده باشد. در واقع عامل ترمیم (اپوکسی با هاردنر انیدریدی)، با جریان یافتن در ناحیه معیوب و پرکردن عیوب باعث بهبودی خواص کششی می‌شود.

استحکام کششی با افزایش زمان ترمیم افزایش یافته که این امر به دلیل حضور عوامل ترمیم در نمونه‌ها است. در واقع پس از تخریب، عوامل ترمیم در محل آسیب جریان یافته و با گذشت زمان به علت پخت این عوامل استحکام کششی افزایش می‌یابد. این افزایش استحکام در نمونه حاوی 0.75 درصد عوامل ترمیم 24% مشاهده شد. با افزایش کسر حجمی عوامل ترمیم بهبودی استحکام کششی نیز بهتر می‌شود بطوری که در نمونه حاوی 1.65 درصد عوامل ترمیم، استحکام کششی به میزان 40% بهبود می‌یابد.

در شکل 8 استحکام کششی میانگین برای نمونه‌های شاهد و خودترمیم به منظور مقایسه آن‌ها نشان داده شده است. همان‌طور که در این نمودار

- Yat-sen (Zhongshan) University, 2010.
- [7] J. D. Rule, N. R. Sottos, S. R. White, Effect of microcapsule size on the performance of self-healing polymers, *Polymer*, Vol. 48, No. 3, pp. 3520-3529, 2007.
  - [8] M. Abedini, M. A. Golzar, R. Bagheri, K. Reesi, Hydrophobic nano structure of self-healing material based on micro capsule, *The Second Congress of Defense Applications of Nanoscience*, Vol. 3, No. 7, pp. 34-40, 2011. (in Persian)
  - [9] Q. Li, A. K. Mishra, N. H. Kim, T. Kuila, K. Lau, J. H. Lee, Effects of processing conditions of poly(methylmethacrylate) encapsulated liquid curing agent on the properties of self-healing composites, *Composites: Part B*, Vol. 49, No. 2, pp. 6-15, 2013.
  - [10] M. M. Caruso, B. J. Blaiszik, H. Jin, S. R. Schelkop, D.S. Stradley, N. R. Sottos, S. R. White, J. S. Moore, Robust, Double-Walled Microcapsules for Self-Healing Polymeric Materials, *Applied material*, Vol. 2, No. 4, pp. 1195-1199, 2010.
  - [11] D. Y. Zhu, M. Z. Rong, M. Q. Zhang, Preparation and characterization of multilayered microcapsule-like microreactor for self-healing polymers, *Polymer*, Vol. 54, No. 5, pp. 4227-4236, 2013.
  - [12] M. Kouhi, M. Mohamadi, A. Sarafi, Construction self-heal coating based on UF capsule, *Journal of oil research*, Vol. 23, No. 76, pp. 37-47, 2013. (in Persian)
  - [13] B. Arab, A. Shoukhoufar, Modeling of polymerization UF capsule in self-healing material, *The second international conference of Iranian metallurgical engineering*, Semnan, Iran, 2015. (in Persian)
  - [14] C. Dry, N. R. Sottos, Passive smart self-repair in polymer matrix composite material, *Spil*, Vol. 16, No. 2, pp. 438-444, 1993.
  - [15] B. Erin, F. Wuld, Procedures Smart Self-repair of Polymer Matrix Composite Material, *Composite Structure*, Vol. 35, No. 3, pp. 263-269, 1996.
  - [16] M. Motuku, U. K. Vaidya, G. M. Janowski, Parametric studies on self-repairing approaches for resin infused composites subjected to low velocity impact, *Smart Material Structure*, Vol. 8, No. 3, pp. 623-638, 1999.
  - [17] S. Bledy, C. B. Loader, A Smart-repair System for Polymer Composite, *Composite, part A*, Vol. 32, No. 2, pp. 1767-1776, 2001.
  - [18] R. S. Trask, I. Bond, Biomimetic self-healing of advanced composite structures using hollow glass fibers, *Smart Material Structure*, Vol. 15, No. 3, pp. 704-710, 2006.
  - [19] G. J. Williams, I. P. Bond, R. S. Trask, Compression after impact assessment of self-healing CFRP, *Composites: Part A*, Vol. 40, No. 3, pp. 1399-1406, 2009.
  - [20] M. Nademi, J. Zamani, A. Mozafari, Fabrication a self-healing composite based on micro capsule, *the 18th international conference of Iranian mechanic engineering*, Sharif university, Tehran, Iran, 2010. (in Persian)
  - [21] D. Therrinult, S. R. White, J. A. Lewis, Chaotic mixing in three-dimensional microvascular networks fabricated by direct-write assembly, *Nature Materials*, Vol. 2, No. 6, pp. 265-347, 2003.
  - [22] D. Lim, Y. Kamotani, B. Cho, J. Mazumder, S. Takayama, Fabrication of microfluidic mixers and artificial vasculatures using a high-brightness diode-pumped Nd:YAG laser direct write method, *The Royal Society of Chemistry*, Vol. 3, No. 5, pp. 318-323, 2003.
  - [23] C. J. Norris, G. J. Meadway, M. J. O'Sullivan, I. P. Bond, R. S. Trask, Self-Healing Fibre Reinforced Composites via a Bioinspired Vasculature, *Advanced Functional Materials*, Vol. 21, No. 6, pp. 3624-3633, 2011.
  - [24] A. Patel, A. J. Sottos, N. R. Wetzal, S. R. White, Autonomic Healing of Low-Velocity Impact Damage in Fiber-Reinforced Composites, *Composites: Part A*, Vol. 41, No. 6, pp. 360-368, 2010.
  - [25] L. Mangun, A.C. Mader, Sottos, N.R., S.R. White, Self-healing of a High Temperature Cured Epoxy Using Poly(dimethylsiloxane) Chemistry, *Polymer*, Vol. 51, No. 3, pp. 4063-4068, 2010.
  - [26] Q. Li, S. Iddaramaiah, N. H. Kim, D. Hui, J.H. Lee, Effects of dual component microcapsules of resin and curing agent on the self-healing efficiency of epoxy, *Composites: Part B*, Vol. 55, No. 6, pp. 79-85, 2013.
  - [27] T. S. Coope, D. F. Wass, R. S. Trask, I. P. Bond, Repeated self-healing of microvascular carbon fiber reinforced polymer composites, *Smart Material Structure*, Vol. 23, No. 8, pp. 115002-115018, 2014.
  - [28] J. Asadi, N. G. Ebrahimi, A. Razzaghi, Self-healing Property Of Epoxy/nanoclay nanocomposite Using Poly(ethylene-co-methacrylic acid) Agent, *Composites, Part A*, Vol. 68, No. 6, pp. 56-61, 2015.
  - [29] R. Eslami-Farsani, A. Sari, H. Khosravi, Mechanical properties of carbon fibers/epoxy composite containing anhydride self-healing material under transverse loading, *Journal of Science and Technology of Composites*, Vol. 3, No. 3, pp. 285-290, 2016. (in Persian)
  - [30] D.G. Bekas, D. Baltzis, A.S. Paipetis, Nano-reinforced polymeric healing agents for vascular self-repairing composites, *Materials and Design*, Vol. 116, No. 3, pp. 538-544, 2017.
  - [31] S. Kongparakul, S. Komprasert, P. Suriya, D. Le, Self-healing hybrid nanocomposite anticorrosive coating from epoxy/modified nanosilica/perfluorooctyl triethoxysilane, *Progress in Organic Coatings*, Vol. 104, No. 3, pp. 173-179, 2017.

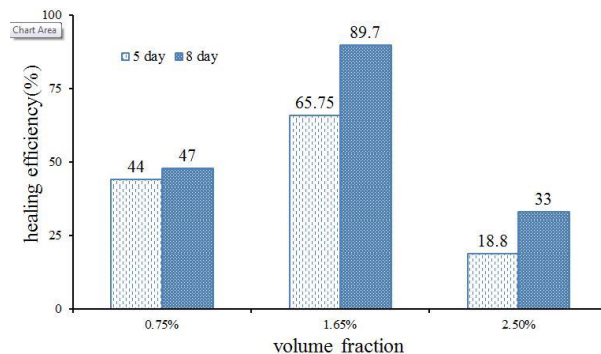


Fig. 9 Healing efficiency in the different volume fraction of healing agent and heal time

شکل 9 درصد ترمیم استحکام کششی نمونه‌های خودترمیم در کسرهای حجمی

مختلف در دو زمان 5 و 8 روز پس از آسیب

شد.

#### 4- نتیجه‌گیری

در این پژوهش، کامپوزیت اپوکسی-الیاف کربن خودترمیم به روش لایه‌چینی دستی تهیه شد. این کامپوزیت حاوی عوامل ترمیم به صورت ترکیبی از اپوکسی و هاردنر انیدریدی است. عوامل ترمیم به کمک کاتالیزور متیل ایزوبوتیلزول که در زمینه پخش شده است فعال می‌شوند. کامپوزیت‌ها در سه کسر حجمی متفاوت از عوامل ترمیم تهیه شدند. کسرهای حجمی مواد خود ترمیم 0.75، 1.65 و 2.5 درصد بود. سپس خواص مکانیکی نمونه‌ها به کمک آزمون کشش مورد مطالعه و بررسی قرار گرفت و با حالت کنترلی (نمونه شاهد) مقایسه شدند. نتایج نهایی به شرح زیر است.

- بررسی خواص کششی کامپوزیت، بهبودی استحکام کششی کامپوزیت حاوی عوامل ترمیم پس از ایجاد آسیب را نشان می‌دهد. بازایی استحکام کششی در نمونه حاوی 1.65 درصد عوامل ترمیم بیش از 89 درصد مشاهده شد.
- در نمونه‌های کششی حاوی 0.75 و 2.5 درصد عوامل ترمیم بازایی استحکام کششی پس از 8 روز زمان ترمیم به ترتیب 47 و 33 درصد بدست آمد.
- بهبودی میزان کرنش شکست در نمونه‌های کشش در بهترین حالت به 0.037 رسید که نسبت به مقدار نمونه شاهد (0.047) فاصله زیادی دارد.

#### 5- مراجع

- [1] M. Samadzadeh, S. H. Boura, M. Peikaria, S. M. Kasirha, A. Ashrafi, A review on self-healing coatings based on micro/nanocapsules, *Progress in Organic Coatings*, Vol. 68, No. 6, pp. 159-164, 2010.
- [2] C. Zeng, H. Seino, J. Ren, K. Hatanaka, N. Yoshie, Self-healing bio-based furan polymers cross-linked with various bis-maleimides, *Polymer*, Vol. 54, No. 3, pp. 5351-5357, 2013.
- [3] M. Emaami, E. Aram, A. Mahdavian, Smart Polymer :Self-healing Polymers, *polymerization*, Vol. 3, No. 1, pp. 27-38, 2013.
- [4] B. J. Blaiszik, S. L. B. Kramer, S. C. Olugebefola, J. S. Moore, N. R. Sottos, S. R. White, Self-healing polymers and composites, *Annual Review of Material Research*, Vol. 40, No. 3, pp. 179-211, 2010.
- [5] B. J. Blaiszik, N. R. Sottos, S. R. White, Nanocapsules for self-healing materials, *Composites Science and Technology*, Vol. 68, No. 2, pp. 978-986, 2008.
- [6] G. O. Wilson, H. M. Andersson, S. R. White, N. R. Sottos, J. S. Moore, P. V. Braun, Self-healing polymers, *Encyclopedia of Polymer Science and Technolog*, John Wiley & Sons, pp. 30-42, Guangzhou, P. R. China, Sun