



بررسی اثر گرماژ پارچه کربن بر خواص مکانیکی و فرسایشی عایق کربنی با رزین اپوکسی نووالاک تقویت شده با ذرات سرامیکی ZrB_2/SiC در دمای ۳۰۰۰ درجه سانتی‌گراد

مهدی پور جعفری کسمائی^{۱*}، جعفر اسکندری جم^۲، محمدحسین علائی^۳، سیدعلی خلیفه سلطانی^۳

^۱ دانشجوی دکترا، مهندسی مکانیک، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

^۲ استاد، مهندسی مکانیک، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

^۳ دانشیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

تاریخ دریافت: ۱۴۰۳/۰۵/۱۱؛ تاریخ بازنگری: ۱۴۰۳/۰۷/۱۶؛ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۰۸/۰۹

چکیده

این پژوهش عملکرد مکانیکی و مقاومت به فرسایش و اکسیداسیون عایق‌های کربن-اپوکسی نووالاک ۱۱۷۹ تقویت‌شده با ذرات ZrB_2/SiC پارچه‌های کربنی با گرماژ مختلف را بررسی می‌کند. سه نمونه با رزین نووالاک ۱۱۷۹، ۶۰٪ SiC و ۴۰٪ ZrB_2 پارچه‌های کربنی ۱۲۰، ۲۰۰ و ۶۰۰ گرمی به روش پرس گرم تولید شدند. خواص مکانیکی و حرارتی نمونه‌ها با آزمون‌های اکسی‌استیلن، کشش و خمش ارزیابی و سپس بررسی سطح توسط آنالیز SEM - EDS و شناسایی فازها به وسیله XRD انجام شد. نتایج نشان داد با افزایش گرماژ پارچه، خواص مکانیکی و مقاومت فرسایشی بهبود می‌یابد. نمونه با پارچه ۶۰۰ گرمی کمترین کاهش وزن و ضخامت و همچنین دمای پشت عایق زیر ۱۵۰ درجه سانتی‌گراد داشت. این نمونه دارای استحکام کششی ۴۵۶/۳۵ مگاپاسکال و استحکام خمشی ۶۷۷/۱۸ مگاپاسکال بود. همچنین، ذرات ZrB_2/SiC موجب تشکیل فازهای دیرگداز ZrO_2 ، SiO_2 و $ZrSiO_4$ شد که مقاومت به فرسایش داغ را افزایش دادند.

کلمات کلیدی: عایق، فرسایش، SiC ، ZrB_2 ، گرماژ، مورفولوژی، اکسی‌استیلن، خواص مکانیکی

Investigating the effect of carbon fabric grammage on the mechanical and erosion properties of CFRP reinforced with ZrB_2/SiC ceramic particles at a temperature of 3000°C

Mahdi Pour-Jafari Kasmaei^{1,*}, Mohammad Hossein Alaei¹, Jafar Eskandari Jam¹, Seyed Ali Khalife Soltani¹

¹ Ph.D. Student, Mech. Eng., Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran

² Prof., Mech. Eng., Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran

³ Assoc. Prof., Mech. Eng Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran

Abstract

This study examines the mechanical performance, ablation, and oxidation resistance of carbon-epoxy Novolac 1179 insulation reinforced with ZrB_2/SiC ceramic particles and varying fabric grammages. The aim is to evaluate the impact of carbon fabric grammage on the properties of epoxy Novolac carbon insulation. Three samples were fabricated using hot pressing, consisting of Novolac epoxy resin with 60% SiC + 40% ZrB_2 and carbon fabrics of 120, 200, and 600 g/m². Mechanical and thermal properties were assessed through oxyacetylene, bending, and tensile tests. Surface morphology was analyzed using EDS, SEM, and XRD techniques.

The results indicated improved mechanical properties and erosion resistance with increasing fabric grammage. The greatest weight and thickness reductions occurred in the G3 (600 g/m²) and G1 (120 g/m²) samples, respectively. The G3 sample also exhibited the lowest back-surface temperature (<150°C) and the highest mechanical properties, achieving 486.35 MPa tensile strength and 677.18 MPa bending strength. Morphological analysis revealed that ZrB_2/SiC particles formed refractory phases like ZrO_2 , SiO_2 , and $ZrSiO_4$, enhancing the hot erosion resistance of the composites.

Keywords: Composites; ablation; additive

۱- مقدمه

کامپوزیت‌های کربن-اپوکسی با ذرات سرامیکی به دلیل خواص منحصر به فرد خود (استحکام به وزن، تحمل دمایی و فشار بالا) امروزه در بسیاری از صنایع مختلف با کاربرد عایق (در لباس آتش نشانان و موتورهای هواپیما و عایق فضاپیماها) استفاده می‌شوند. استفاده از رزین‌های اپوکسی در عایق‌های کربنی استحکام کششی، خمشی و سختی را افزایش داده و همچنین باعث بهبود کیفیت چسبندگی، شیمیایی و مقاومت حرارتی می‌شوند [۱]. با این وجود، محدودیت‌های رزین‌های اپوکسی نیز کارایی عایق‌های کربن را کاهش می‌دهد. به عنوان مثال، رزین‌های اپوکسی اغلب مدول‌های الاستیسیته پایین و چقرمگی شکست پایینی از خود نشان می‌دهند که منجر به تنش‌های سطحی در سطح مشترک بین تقویت‌کننده و ماتریس شده و در نهایت منجر به لایه لایه شدن و ترک می‌شود. علاوه بر این، ضریب انبساط حرارتی بالای رزین‌های اپوکسی اغلب منجر به تغییر شکل و تخریب عایق کربن در اثر تنش حرارتی و تغییرات ابعادی می‌شود [۲]. عایق‌های کربن اپوکسی تقویت‌شده با ذرات سرامیکی به دلیل ویژگی‌های برجسته‌شان، از جمله استحکام مکانیکی بالا، مقاومت حرارتی استثنایی، هدایت حرارتی برتر و خواص عایق الکتریکی مؤثر، به‌طور گسترده در صنایع مورد استفاده قرار می‌گیرند. در ساخت یک عایق کربنی مقاوم به فرسایش، وزن پارچه یک عامل بسیار مهم است که بر خواص این عایق‌ها تأثیر می‌گذارد، زیرا گرمای پارچه بالاتر معمولاً منجر به افزایش استحکام مکانیکی می‌شود. درک ارتباط بین وزن پارچه و عملکرد عایق‌های کربن اپوکسی تقویت شده با ذرات سرامیکی برای بهینه سازی عملکرد آن‌ها و اطمینان از کارایی آن‌ها در کاربردهای مختلف ضروری است. با استفاده از ترکیبی از پارچه‌ها با وزن‌های مختلف، عایق اپوکسی کربن حاصل، استحکام، طول عمر و کارایی حرارتی فوق‌العاده‌ای را به نمایش می‌گذارد و آن را به انتخابی برتر برای کاربردهایی که نیاز به مواد عایق درجه بالایی دارند تبدیل می‌کند. هنگام ساخت عایق اپوکسی کربن تقویت شده با ذرات سرامیکی ZrB_2/SiC می‌توان از پارچه‌های کربنی با وزن‌های مختلف استفاده کرد که روش مناسبی برای بهبود کیفیت مکانیکی و فرسایشی مواد ارائه می‌دهد. در حالی که پارچه ۱۲۰ گرمی سبک‌تر و انعطاف‌پذیرتر هستند، پارچه‌های ۶۰۰ گرمی سفت‌تر و محکم‌تر

هستند و برای مناطقی عالی هستند که نیاز به یکپارچگی ساختاری بالاتری دارند. این برای محیط‌های در برابر فرسایش مناسب است که کاهش وزن ضروری است. ترکیب وزن پارچه‌های مختلف در طول فرآیند تولید عایق اپوکسی کربن همراه با ذرات سرامیکی ZrB_2/SiC منجر به افزایش عایق و هدایت حرارتی مواد می‌شود. پارچه‌های ۲۰۰ گرمی این قابلیت را دارند که به عنوان یک مانع حرارتی عمل کنند و انتقال حرارت را به حداقل برسانند و کارایی عایق را افزایش دهند. مواد عایق زمانی که با پارچه‌های سنگین‌تر استفاده شوند، می‌توانند به طور مؤثر نوسانات دما را کنترل کرده و پایداری حرارتی را در محیط‌های مختلف عملیاتی حفظ کنند هنگام تولید عایق کربن اپوکسی همراه با ذرات سرامیکی ZrB_2/SiC ، تغییر وزن پارچه راهی مقرون به صرفه برای دستیابی به بهترین نتایج ارائه می‌دهد. تولیدکنندگان می‌توانند با انتخاب دقیق وزن پارچه بسته به نیازهای کاربردی خاص، عملکرد کلی مواد عایق را به حداکثر برسانند و در عین حال ضایعات مواد و هزینه‌های تولید را به حداقل برسانند. این روش استفاده اقتصادی از منابع را تسهیل می‌کند و تولید مواد عایق برتر را تضمین می‌کند. هنگام تولید عایق کربن اپوکسی تقویت شده با ذرات سرامیکی ZrB_2/SiC ، مقاومت مواد در برابر تنش‌های مکانیکی و شرایط محیطی را می‌توان با استفاده از وزن‌های مختلف پارچه افزایش داد. مواد عایق برای شرایط کاری دشوار و استفاده طولانی مدت زمانی مناسب هستند که وزن‌های متفاوتی در پارچه‌های خود دارند؛ زیرا دوام و مقاومت در برابر ضربه را افزایش می‌دهند و این امر سازگاری و دوام را بهبود می‌بخشد.

افزودن ذرات تقویت‌کننده روشی مفید و شناخته شده است که می‌تواند به بهبود کیفیت حرارتی و مکانیکی آن‌ها کمک کند. استفاده از این ذرات می‌تواند سبب کاهش سایش و مهار ترک شود تا چقرمگی، استحکام، سفتی، پایداری حرارتی کامپوزیت‌های اپوکسی را افزایش دهد [۳، ۴]. از جمله ذرات سرامیکی که با هدف تقویت کامپوزیت‌های کربن-اپوکسی بکار می‌رود، ذرات (SiC, ZrB_2) است. سرامیک‌های با دمای بالا (UHTC) مانند ذرات دیبوریید زیرکونیوم (پودر ZrB_2) دارای مدول الاستیسیته بالا، نقطه ذوب بالای ۳۰۴۰ درجه سانتیگراد، هدایت حرارتی خوب و مقاومت در برابر اکسیداسیون متوسط هستند. کامپوزیت‌های کربن اپوکسی

همکاران مقایسه استحکام کششی کامپوزیت‌های اپوکسی تقویت شده با پارچه کربنی مختلف را مورد بررسی قرار دادند. نتایج این پژوهش نشان داد ورقه های F584/PW بالاترین مقادیر استحکام کششی را ارائه کردند. با این حال، بالاترین نتایج مدول برای ورقه‌های کامپوزیت H58 تعیین شد. [17] در تحقیقی دیگر پروین و همکاران مقایسه خواص مکانیکی و فیزیکی یک کامپوزیت اپوکسی فیبر کربن ساخته شده با قالب‌گیری انتقال رزین با استفاده از حرارت معمولی و مایکروویو را مورد بررسی قرار دادند. نتایج نشان داد، کامپوزیت‌های پخت شده با مایکروویو افزایش ۹ درصدی در استحکام برشی بین لایه‌ای را نشان دادند. [۱۸] در مقاله‌ای مشابه ایروم رفیق و همکاران مروری بر آماده‌سازی و خواص کامپوزیت رزین اپوکسی تقویت شده با فیبر کربن و پرکننده معدنی مورد بررسی قرار دادند و نتایج نشان داد که مقاومت مواد در برابر تنش‌های مکانیکی و شرایط محیطی را می‌توان با افزایش وزن‌های مختلف پارچه بهبود بخشید [۱۹]. فرها آزمایش و ارزیابی خواص حرارتی و مکانیکی اپوکسی SC-15 تقویت شده با نانوالیاف کربن مورد بررسی قرار داد. نتایج نشان داد که مقاومت مواد در برابر تنش‌های مکانیکی و شرایط محیطی را می‌توان با افزایش وزن‌های مختلف پارچه بهبود بخشید [۲۰]. کیم و همکاران به بررسی هدایت حرارتی کامپوزیت‌های اپوکسی با سیستم ذره‌ای دوتایی از پرکننده‌های اکسید آلومینیوم و نیتريد آلومینیوم پرداختند. نتایج نشان داد که استفاده از پرکننده های هیبریدی برای افزایش هدایت حرارتی کامپوزیت موثر است [۲۱]. در مطالعه ای دیگر سلیمی و همکاران به بررسی چسبندگی و استحکام مکانیکی لایه‌های آلومینیوم و الیاف کربنی همراه با ذرات سیلیکا پرداختند و نتایج مثبتی در رابطه با استحکام مکانیکی دریاف کردند. [۲۲] رحمانی و همکاران به بررسی عملکرد مکانیکی کامپوزیت‌های چند لایه اپوکسی/فیبر کربن پرداختند و نتایج نشان داد، خواص مکانیکی کامپوزیت‌های ساخته شده با رزین اپوکسی EM500 بالاترین خواص مکانیکی را در مقایسه با سایر کامپوزیت‌های ارزیابی شده دارد [۲۳]. در یک مطالعه اخیر، لیو و همکاران به بررسی مقاومت در برابر فرسایش کامپوزیت‌های C/C-SiC-ZrB₂ در معرض مشعل اکسی استیلن پرداختند. آن‌ها نشان دادند که یک لایه اکسیدی همگن و متراکم در جلوی لبه جلویی در طول فرسایش تشکیل شد.

می‌توانند از خصوصیات این ذرات بهره ببرند که باعث افزایش استحکام خمشی و چقرمگی مواد می‌گردد. ذرات SiC از جمله افزودنی دیگری است که اضافه کردن آن به ماتریس‌های پلیمری موجب بهبود خواص مکانیکی و حرارتی می‌گردد. [5, 6] سیلیکون کاربید یک ماده نیمه هادی است که به دلیل هدایت الکتریکی بالا، حفظ استحکام در دماهای بالا (تا ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد)، نقطه ذوب ۲۸۳۰ درجه سانتیگراد و پایداری شیمیایی قوی در هر دو شرایط اسیدی، قلیایی و مقاومت در برابر سایش و اکسیداسیون شناخته شده است. [۷, ۸] استفاده همزمان از این ذرات (ZrB₂/SiC) در عایق می‌تواند خواص ویژه ای داشته باشد. ترکیب، درصد حجمی ذرات ZrB₂ و SiC و شرایط پخت در رزین اپوکسی نوولاک در دماهای بالا می‌تواند بر عملکرد عایق تأثیر بگذارد [۹-۱۱]. با افزایش دما اکسیدهایی که روی سطوح کامپوزیت به سبب وجود ذرات ZrB₂ و SiC تشکیل می‌شوند یک لایه محافظ تولید می‌کنند، این لایه های اکسیدی این قابلیت را دارند که انتقال حرارت را متوقف کرده و از شکسته شدن کامپوزیت جلوگیری کنند [۶]. همچنین این ذرات می‌توانند مقاومت اکسیداسیون عایق را در دماهای بالا افزایش دهند [۱۲]. وجود این ذرات در عایق می‌تواند به عنوان عامل انتقال بار در کامپوزیت عمل کرده و خواص مکانیکی از جمله چقرمگی، استحکام و سختی را در دمای بالا بهبود ببخشد و توزیع نیروها را روی کامپوزیت افزایش دهد [۱۳]. از آنجایی که این ذرات تنش های حرارتی و تفاوت ضریب انبساط حرارتی بین رزین و پارچه کربنی را کاهش می‌دهند، می‌توانند موجب ثبات ابعادی بیشتر و مقاومت به شوک حرارتی رزین اپوکسی را در دماهای بالا تقویت کنند [۱۰]. فرسایش سطح کامپوزیت می‌تواند استحکام و ضخامت عایق را کاهش دهد؛ بنابراین، افزایش ویژگی‌های ضد فرسایشی عایق‌های کربن-اپوکسی بسیار مهم است [۱۴]. علاوه بر این، استحکام کششی و خمشی این عایق ها اغلب ضعیف است و باعث شکستگی آن‌ها در اثر تنش مکانیکی می‌شود؛ بنابراین یکی از چالش‌های اولیه در این پژوهش بهبود خصوصیات مکانیکی و فرسایشی این عایق ها با تغییر گراماژ پارچه مصرفی است [۱۵].

امروزه تحقیقات زیادی در مورد بهبود خواص فرسایشی عایق های حرارتی با اصلاح ماتریس به کمک ذرات سرامیکی با تغییر گراماژ پارچه صورت گرفته است. [۱۶] در این راستا پایوا و

نشده است. در این مطالعه تأثیر وزن پارچه کربنی را بر ویژگی‌های مکانیکی و فرسایشی عایق‌های کربن تقویت‌شده با ذرات ZrB_2/SiC با استفاده از رزین اپوکسی Novalac در دمای ۳۰۰۰ درجه سانتی‌گراد مورد بررسی قرار گرفت. عایق با استفاده از سه نوع پارچه کربنی مختلف ساخته شد که هر کدام ۲۰۰ گرم، ۱۲۰ گرم و ۶۰۰ گرم وزن دارند. در فرمولاسیون عایق کربن اپوکسی تقویت شده با ذرات ZrB_2/SiC ، انواع پارچه با وزن‌های متمایز به صورت کامل به کار گرفته شد. ترکیب پارچه‌های ۲۰۰ گرمی، ۱۲۰ گرمی و ۶۰۰ گرمی یک انتخاب دقیق برای افزایش عملکرد کلی و استحکام ساختاری مواد عایق است. انتخاب این وزن‌های پارچه خاص با دقت انجام شد تا خواص مکانیکی و انعطاف‌پذیری و خواص حرارتی محصول نهایی بهینه شود با استفاده از تکنیک‌های مختلف آزمایشگاهی، خواص مکانیکی (استحکام کششی و استحکام خمشی) و فرسایش (مقاومت در برابر سایش و خوردگی) عایق‌ها در دمای ۳۰۰۰ درجه سانتی‌گراد اندازه‌گیری شد. در این مطالعه ویژگی‌های مکانیکی و سایش عایق کربن با گرماژ مختلف تقویت‌شده با ذرات در دمای ۳۰۰۰ درجه سانتی‌گراد با استفاده از رزین اپوکسی نووالاک بصورت جامع بررسی شده است.

۲- روش تحقیق

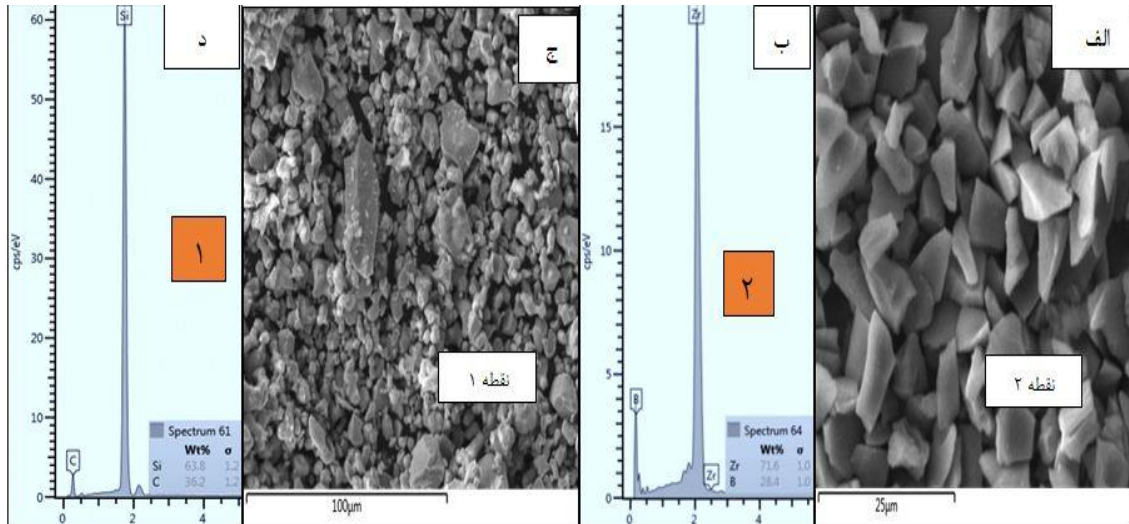
۲-۱- مواد

در این مقاله از رزین اپوکسی نووالاک (کد تجاری EPN1179) از شرکت هانتسمن، عامل پخت دی سیانید آمید (DICY) و شتاب دهنده دیوران (تهیه شده توسط سیگما آلدریج) بعنوان ماتریس کامپوزیت استفاده شده است. با توجه به ویسکوزیته بالای هر دو رزین، با هدف کاهش گرانروی هنگام ساخت به ماتریس حلال MEK اضافه شده است. ذرات ZrB_2/SiC سیلیکون کارباید با سایز ۱۵ میکرون (تهیه شده از Ovonic، آلمان) و ذرات زیرکونیوم دیبورید با سایز ۱۸ میکرون (ساخت Merck) و الیاف کربن بافته شده $plane$ با جرم ۱۲۰، ۲۰۰ و ۶۰۰ گرم در مترمربع T300 تهیه شده از (Yancheng, Jiangu) (چین) بر پایه PAN استفاده شد. به منظور بررسی ریز ساختار و تغییرات مورفولوژی نمونه‌های کامپوزیتی از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM مدل X-MAX 50 ساخت شرکت اکسفورد انگلستان استفاده شد. آنالیز فازی نمونه‌ها با

[۲۴] بیچنگ وو و همکاران در یک پژوهش جامع، اثرات هدایت حرارتی کامپوزیت‌های اپوکسی درجا پر شده با ذرات ZrB_2 مورد بررسی قرار دادند. آن‌ها نشان دادند که ذرات دی‌بورید زیرکونیوم با روش سنتز درجا به یک ماتریس پلیمری اپوکسی برای بهبود هدایت حرارتی ماتریس اپوکسی وارد شدند [۶]. در تحقیقی مشابه فنگ و همکاران مقاومت در برابر اکسیداسیون و فرسایش پوشش SiC اصلاح شده ZrB_2-SiC برای کامپوزیت‌های کربن/کربن را مورد بررسی قرار دادند. از جمله نتایج مهمی را که گزارش کردند یک لایه اکسید شیشه‌ای متراکم می‌تواند دمای بالا تا ۲۵۷۳ کلوین را تحمل کند و به طور موثر از کامپوزیت‌های کربن/کربن در برابر فرسایش محافظت کند. [۲۵] قلیچ و همکاران مقاومت دمایی بالای نانوکامپوزیت‌های SiC کربن/فنولیک تقویت‌شده با نانوالیاف دی‌بورید زیرکونیوم را مورد بررسی قرار دادند. نتایج نشان داد که نرخ فرسایش خطی کامپوزیت‌های C/Ph پس از افزودن ۷ درصد وزنی نانوپرکننده‌های ZrB_2/SiC به میزان ۱۸ درصد کاهش یافت [۲۶]. چن در یک کار مشابه بهبود مقاومت فرسایشی کامپوزیت‌های کربن-فنولی با معرفی ذرات دیبورید زیرکونیوم را مورد بررسی قرار دادند. نتایج نشان داد، نرخ فرسایش ماتریس به وضوح بالاتر از الیاف کربن در کامپوزیت‌های $C-Ph$ است [۲۷]. شان و همکاران تهیه و بررسی خواص نانوکامپوزیت‌های عایق رزین اپوکسی تقویت شده با اکسید گرافن با رسانایی حرارتی بالا را مورد آزمایش قرار دادند. نتایج نشان داد که مواد دارای خواص مکانیکی عالی بودند [۲۸]. نصار در یک پژوهش نوآورانه به بررسی خواص مکانیکی پلیمر اپوکسی تقویت شده با ذرات SiC پرداختند و نتایج نشان داد که افزودن نانوذرات کاربید سیلیکون روی رزین اپوکسی می‌تواند مقاومت به سایش را بهبود بخشد [۲۹]. کندولا و همکاران به بررسی جامع حفاظت حرارتی کامپوزیت‌های تقویت شده با فیبر کربن توسط ذرات ZrB_2/SiC پرداختند. نتایج نشان داد که ذرات ZrB_2/SiC روی یک بستر کامپوزیت فیبر کربن کمتر قابل اشتعال موثرتر هستند [۳۰]. اگرچه در زمینه ی مزایای استفاده از ذرات ZrB_2/SiC در عایق‌های بر پایه اپوکسی و فنولیک تحقیقات زیادی انجام شده است، ولی مطالعه‌ای جامع بر تأثیر تک تک اجزا بر خواص فرسایشی و مکانیکی عایق کربنی با گرماژ مختلف با رزین اپوکسی نووالاک (EPN1179) تقویت شده با ZrB_2/SiC انجام

عنصری EDS و SEM ذرات سرامیکی مورد استفاده در شکل یک ملاحظه می‌گردد.

استفاده از دستگاه پراش اشعه ایکس XRD مدل D8 ADVANCE ساخت کمپانی Bruker المان انجام شد. آنالیز



شکل ۱- SEM پودرهای سرامیکی استفاده شده (الف) پودر ZrB_2 (ب) آنالیز عنصری پودر ZrB_2 (ج) پودر SiC (د) آنالیز عنصری پودر SiC

با همزن مکانیکی در دمای ۵۰ درجه سانتیگراد و سرعت ۱۰۰۰ rpm همزده شد. پس از اطمینان از انحلال کامل عامل پخت در رزین شتاب دهنده دیوران نیز به محلول با شرایط اختلاط دور ۱۵۰۰ در دمای ۴۰ درجه سانتیگراد اضافه شد. در جدول ۱ نمونه‌های ساخته شده در این مقاله حاوی درصد‌های مختلف انواع رزین به همراه ذرات سرامیکی سیلیکون کاربید و زیرکونیوم دی‌بورید با گرماژ مختلف پارچه قابل مشاهده است.

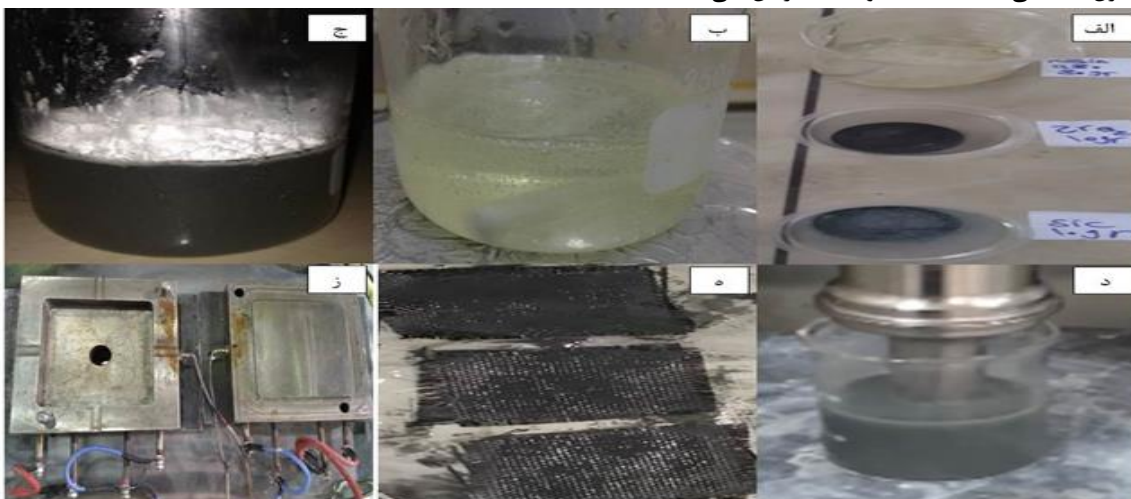
جدول ۱- نمونه های ساخته شده با درصد مختلف ذرات سرامیکی

نمونه	گرماژ پارچه (gr/m^2)	درصد ذرات	تعداد لایه
G1	۱۲۰	۴۰-۶۰	۳۸
G2	۲۰۰	۴۰-۶۰	۲۴
G3	۶۰۰	۴۰-۶۰	۱۱

رزین اپوکسی نووالاک EPN1179 در دمای محیط نیمه جامد است و گرانبوی بسیار بالایی دارند که باعث می‌شود، توزیع ذرات و فرآیند آغشته سازی با مشکل مواجه شود؛ بنابراین لازم است، ابتدا با استفاده از حلال و همچنین بالا بردن دما گرانبوی رزین را کاهش داده و سپس عامل پخت و مابقی ذرات را به آن اضافه گردید. برای آماده سازی رزین، ابتدا ۸۰ گرم رزین را درون کوره و در دمای ۸۰ درجه سانتیگراد به مدت دو ساعت قرار داده شد تا از حالت نیمه جامد خارج و مایع شود [۳۱]. پس از کاهش گرانبوی رزین، حلال به آن اضافه شد تا با کاهش دما، به حالت اولیه ی خود باز نگردد. به منظور تعدیل ویسکوزیته ۲۰ درصد وزنی رزین، حلال (MEK) به آن اضافه شد که پس از اضافه شدن روی همزن مغناطیسی در دمای ۶۰ درجه سانتیگراد و دور ۵۰۰ rpm همزده شد. در تمام این مدت درب بشر پوشانده شد تا حلال در سیستم باقی بماند. پس از اختلاط کامل رزین و حلال به صورت یکنواخت عامل پخت (دایسی به میزان ۱۰ درصد وزنی رزین و دیوران به میزان ۲ درصد وزنی رزین) به آن‌ها اضافه شد. عامل پخت بصورت تدریجی به رزین به میزان ۵ درصد وزنی رزین به آن اضافه و

این علت انتخاب شده است که چسبندگی بین لایه‌ها از بین نرود و از طرفی حلال نیز حذف شده باشد، زیرا وجود حلال در سیستم باعث ایجاد حباب در بین لایه‌ها و افت خواص مکانیکی می‌شود. در نهایت لایه‌های پیش آغشته روی هم داخل قالب طراحی شده قرار گرفته و برای پخت تحت دمای ۹۰ درجه و فشار ۳۰۰ بار به مدت دو ساعت قرار گرفت و در ادامه نمونه‌ها در دمای ۱۴۰ درجه سانتیگراد و فشار ۳۰۰ بار به مدت دو ساعت تحت فرایند پسا پخت قرار گرفتند [۳۲]. قبل از استفاده از پرس گرم ابتدا قالب به واکس جدا کننده QZ66 محصول شرکت هانتسمن آغشته شده و سپس نمونه درون قالب قرار داده شده و تحت فشار پخته شده و پس از سرد شدن خارج شد. در شکل ۲ فرایند ساخت پیش آغشته‌ها قابل مشاهده است.

در ادامه ذرات سرامیکی کاربید سیلیکون و دیبورید زیرکونیوم با درصدهای مد نظر معادل ۲۰ گرم داخل حلال MEK معادل ۱۰ درصد وزنی رزین روی همزن مکانیکی در دمای ۵۰ درجه سانتیگراد و سرعت 1000 rpm قرار داده شد تا ضمن مخلوط شدن بصورت محلول یکنواخت به رزین حاوی عامل پخت اضافه گردد. در نهایت محلول شامل ذرات سرامیکی و عامل پخت بصورت یکنواخت با همزن مکانیکی به مدت ۱۵ دقیقه همزده شد. به منظور ساخت پارچه‌های پیش آغشته، پارچه‌های کربن برش خورده با گرماژ مختلف در سایز ۱۰۰*۱۰۰ میلی‌متر به رزین حاوی ذرات سرامیکی آغشته شد. پس از پایان آغشته‌سازی نمونه‌ها به مدت سی دقیقه داخل کوره با دمای ۸۰ درجه قرار داده تا حلال باقیمانده در سیستم به صورت کامل حذف شود. لازم بذکر است جهت جلوگیری از ته نشینی ذرات سرامیکی حین آغشته سازی از همزن مکانیکی باید استفاده شود. مدت زمان سی دقیقه به



شکل ۲- مراحل ساخت نمونه عایق الف) آماده سازی و توزین ذرات سرامیکی مطابق درصد وزنی ب) ترکیب رزین با حلال ج) افزودن عامل پخت دایسی و شتاب‌دهنده دیوران به رزین اپوکسی - نووالاک ۱۱۸۰ د) اضافه کردن محلول ذرات سرامیکی ZrB_2/SiC به رزین بر روی هیتر مگنت و توزیع میکرو ذرات ZrB_2/SiC با همزن مکانیکی ه) پارچه آغشته به رزین مخلوط شده ز) قالب پیش گرم شده دارای واکس جداکننده و ساخت نمونه به روش پرس گرم

۳- ارزیابی نمونه‌ها

۳-۱- ارزیابی خواص مکانیکی خمش و کشش

آزمون رایج برای مقایسه کمی کامپوزیت‌های مقاوم به حرارت، آزمون خمش سه نقطه است که این آزمون برای هر نمونه تست خمش با استفاده از دستگاه تست Santam STM-

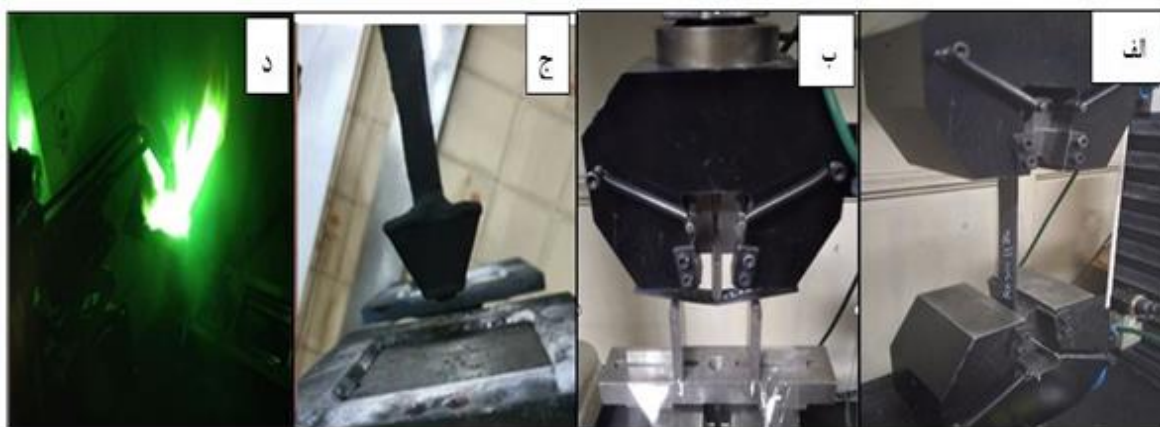
150 واقع در (دانشگاه مالک اشتر) سه مرتبه با سرعت کنترل شده ۳.۰ میلی‌متر در دقیقه انجام شد. به جهت ارزیابی خواص خمشی نمونه‌ها، صفحات تولید شده در ابعاد ۱۶۰*۲۰*۳ میلی‌متر مطابق با استاندارد ASTM D790 برای آزمون های خمش تهیه شد. به منظور ارزیابی خواص کششی نمونه‌ها و

کلوین (۳۰۰۰ درجه سانتی‌گراد)، شار گرمایی ۸۳۵ W/cm^2 و سرعت ۲۱ m/s استفاده شده‌است. این آزمون علاوه بر این که روشی برای ارزیابی اثربخشی عایق‌های حرارتی است، خروجی‌هایی نظیر شاخص عایق در دمای خاص، شاخص چگالی به عایق، نرخ سایش و شار گرمایی را نیز ارائه می‌دهد. برای انجام این آزمون ابتدا وزن و چگالی نمونه‌ها اندازه‌گیری و سپس روی استند محل قرارگیری روی دستگاه قرار داده شد. فاصله‌ی بین مشعل و سطح نمونه ۲۵ میلی‌متر و زاویه بین سر مشعل و نمونه ۹۰ درجه تنظیم شد. جهت انجام آزمون اکسی استیلن یک نمونه به ازای درصدهای مختلف اعلام شده در ابعاد $۱۰۰ \times ۱۰۰ \times ۶$ میلی‌متر مطابق استاندارد ASTM E285-80 ساخته شد

استخراج مدول الاستیک، نسبت پواسون و استحکام کششی در جهت و عمود به الیاف از آزمون کشش مطابق با استاندارد D3039 استفاده شد. ابعاد نمونه‌ها $۲۵ \times ۲۵ \times ۲.۵$ میلی‌متر مطابق استاندارد برای آزمون کشش با فرایند واتر جت برش داده شد و در هر سیکل سه نمونه تحت آزمون قرار گرفت. سرعت کشش نمونه‌ها مطابق با استاندارد برای نمونه‌ها سه میلی‌متر بر دقیقه بود. در شکل ۳ نمونه‌های در حال انجام تست نشان داده شده‌است.

۳-۲- ارزیابی خواص حرارتی

به منظور ارزیابی خواص حرارتی نمونه‌های تجربی، از دستگاه تست اکسی استیلن با قابلیت حداکثر دمایی ۳۲۷۳ درجه‌ی



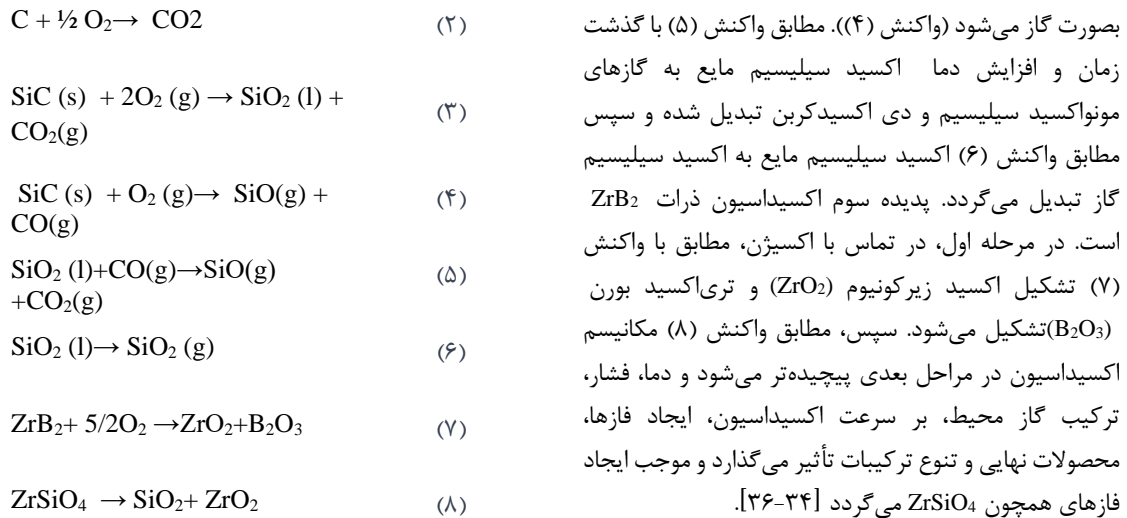
شکل ۳- الف) نمونه تست کشش کامپوزیت در حال انجام آزمون کشش (ب) نمونه تست خمش کامپوزیت با فیکسچر آزمون خمش سه نقطه (ج) تنظیم نمونه عایق در محل تست (د) نمونه عایق در حال انجام تست اکسی استیلن

اپوکسی نووالاک، در نمونه‌ی بدون تقویت‌کننده است. در ابتدا رزین نووالاک شروع به اکسید شدن کرده (واکنش یک و دو) و فشار این گاز باعث پراکنده شدن محصولات احتراق به اطراف و تولید تپه‌های ذغالی در گرداگرد مرکز فرسایش می‌شود. کربن موجود در نمونه‌ها جرم خود را بر اثر اکسیداسیون از دست می‌دهد. پدیده دوم در ادامه وقتی رخ می‌دهد که نمونه در مجاورت شعله قرار می‌گیرد. میکرو ذرات SiC شروع به اکسید شدن کرده و با توجه به ماهیت این ماده مذاب شیشه‌ای تولید می‌کند و مذاب شیشه‌ای عملکرد هدایت حرارتی را مختل می‌کند. در ادامه فرایند اکسید ذرات SiC با اکسیژن باعث تشکیل اکسید سیلیسیم مایع و دی‌اکسید کربن می‌گردد. (مطابق واکنش (۳)). با افزایش دما و زمان، فاز مذاب تبخیر و تبدیل به مونو اکسید سیلیسیم و مونو اکسید کربن

۴- نتایج و بحث

۴-۱- نتایج تست اکسی استیلن

در جدول ۲ نتایج تغییرات وزنی و ضخامتی نمونه‌های کامپوزیتی تحت شعله اکسی استیلن ارائه شده‌است. در حین انجام آزمون اکسی استیلن فرسایش در حجم و سطح قطعه رخ خواهد داد. مقاومت فداشوندگی یکی از خواص کلیدی است که عملکرد و طول عمر کامپوزیت‌های سپر گرمایی را در شرایط فدا شدن، معین می‌کند. مواد فداشونده طی تحمل شرایط دمایی بالا به تدریج از بین می‌روند و تحمل دمایی مواد باقی‌مانده را افزایش می‌دهند [۳۳]. با قرار گرفتن نمونه‌ها در معرض شعله‌ی اکسی استیلن سه پدیده رخ می‌دهد. پدیده اول تولید گاز ناشی از پیرولیز رزین



جدول ۲- نتایج تست اکسی استیلن نمونه‌ها

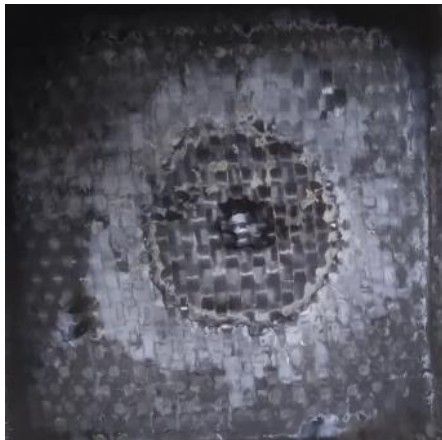
نمونه	وزن قبل از تست (g)	وزن بعد از تست (g)	درصد کاهش وزن (%)	ضخامت قبل از تست (mm)	ضخامت بعد از تست (mm)	کاهش ضخامت (mm)
G1	۸۴/۴	۷۱/۴۶	۱۵/۳	۶/۰۵	۳/۹۶	۲/۰۹
G2	۸۶/۸	۶۸/۱	۲۱/۳	۶/۰۴	۵/۰۲	۱/۰۲
G3	۹۰/۴	۷۰/۸۷	۲۱/۶	۶/۰۸	۴/۷۴	۱/۳۴

کرده و ذرات سرامیکی را به طور عمیق‌تر در بین الیاف نفوذ دهند. علت این امر پارچه‌های با گرماژ پایین‌تر تراکم کمتری دارند و فضای خالی بیشتری بین الیاف آن‌ها وجود دارد. این فضای خالی می‌تواند به رزین اجازه دهد تا به طور عمیق‌تر در بین الیاف نفوذ کند و آن‌ها را به طور کامل خیس کند. پارچه‌های با گرماژ پایین‌تر سطح بیشتری در واحد وزن دارند. این سطح بیشتر به رزین اجازه می‌دهد تا با الیاف تماس بیشتری داشته باشد و به طور موثرتری به آن‌ها بچسبد و کل سطح پارچه با رزین آغشته گردد. همچنین ذرات سرامیک ZrB_2/SiC می‌توانند به طور عمیق‌تر در بین الیاف پارچه‌های با گرماژ پایین‌تر نفوذ کنند؛ زیرا فضای خالی بیشتری بین الیاف وجود دارد که ذرات سرامیکی در بین منافذ خالی پارچه آغشته به رزین قرار می‌گیرند. پارچه با وزن کمتر دارای ضخامت کمتری است و در مقابل فرسایش باعث تخریب تعداد لایه‌های بیشتری می‌گردد. وزن و ساختار پارچه‌ها می‌تواند تأثیر زیادی

به رزین اپوکسی نووالاک عموماً باعث کاهش میزان تخریب فاز زمینه می‌شود. به دلیل توانایی ذرات سرامیکی بعنوان یک رسانای حرارتی نسبت به فاز زمینه، انتقال حرارت در سطح قطعات با میزان بیشتر رخ خواهد داد و این ذرات نقش سینک حرارتی از خود نشان می‌دهند [۳۹]. این مهم باعث میشود از نفوذ حرارت به سمت داخل تا حدی جلوگیری شود؛ زیرا مواد فرار و کربن به طور کامل تجزیه شده و دمای نمونه در زیر آن نقطه ثابت می‌ماند؛ بنابراین، تخریب رزین کمتری وجود آمده و فاز زمینه بیشتری باقی می‌ماند و بالطبع از آسیب دیدن الیاف کربن جلوگیری می‌شود. مطابق نتایج جدول ۲ در نمونه G1 کمترین کاهش وزن را پس از انجام تست اکسی استیلن در بین نمونه‌های دیگر داشته است. با توجه به اینکه نمونه G1 پارچه ۱۲۰ گرمی است، پارچه‌های با گرماژ پایین‌تر (مانند ۱۲۰ گرمی) در مقایسه با پارچه‌های با گرماژ بالاتر (مانند ۶۰۰ گرمی) به طور بالقوه می‌توانند رزین را بهتر جذب

زیرا این ذره در دماهای بالا با اکسیژن واکنش می‌دهد. مطابق واکنش هفت بر اثر اکسیداسیون فاز ZrO_2 به عنوان یک لایه محافظ عمل می‌کند و ابتدا در سطح بیرونی کامپوزیت تولید می‌شود. تنش های حرارتی ناشی از عدم تطابق ضریب انبساط حرارتی فازهای موجود باعث ایجاد ترک شده و موجب تولید تنش در سطح نمونه می‌شود. دمای ذوب B_2O_3 450 درجه سانتی‌گراد و ZrO_2 دارای نقطه ذوب ۲۷۱۵ درجه سانتی‌گراد است. B_2O_3 ماده‌ای دیر گداز نبوده و در دماهای بالا تبخیر می‌شود و فازهای میانی مانند ZrB_2O_5 و ZrB_4O_7 از واکنش های این فاز با فازهای دیگر تولید می‌شوند؛ در نتیجه می‌توان گفت، زود تبخیر شدن B_2O_3 باعث کاهش وزن نمونه می‌شوند. با اکسید شدن SiC و تشکیل فاز سیلیس این اکسید در حضور مذاب B_2O_3 یک لایه محافظ شیشه‌ای بوروسیلیکاتی تشکیل داده که برای محدود کردن ورود اکسیژن و پیشرفت فرآیند اکسیداسیون بسیار موثر است. [۴۱-۴۳] در نهایت می‌توان گفت، نمونه G1 دارای بالاترین شاخص عایق و نمونه G3 دارای بالاترین اندیس عایق است؛ زیرا در نمونه G3 عمق منطقه پیرولیز و در نمونه G1 کاهش وزن نمونه پس از سوختن کمتر از سایر نمونه‌هاست؛ در حالیکه نمونه G2 مقاومت بیشتری در برابر فرسایش دارد و ضخامت بیشتری از ماده عایق بعد از تست اکسی استیلین باقی مانده است. در طول فرآیند آزمایش فرسایش، اندازه‌گیری دمای پشت نمونه برای ارزیابی ویژگی‌های عایق و انتقال حرارت ضروری است. توانایی نمونه‌ها برای تحمل دماهای بالا و محافظت از مواد زیرین در برابر انتقال حرارت توسط این داده‌ها آشکار می‌شود. [۴۴] شکل ۴ نمودار شرایط دمایی پشت نمونه‌ها را نشان می‌دهد. از این نمودار مشخص است که دمای پشت آن‌ها به تدریج افزایش می‌یابد. نمونه G3 دارای کمترین دمای پشت عایق است که تا ثانیه ۶۰ دما به زیر ۱۵۰ درجه سانتی‌گراد می‌رسد. پارچه‌های کربنی با گرماژ پایین‌تر، هدایت حرارتی بالاتری نسبت به پارچه‌های با گرماژ بالاتر دارند. به این معنی که گرما را به طور موثرتری از جلو شعله اکسی استیلین به سمت پشت عایق منتقل می‌کنند؛ لذا باعث افزایش دمای پشت عایق می‌گردند. از سویی دیگر

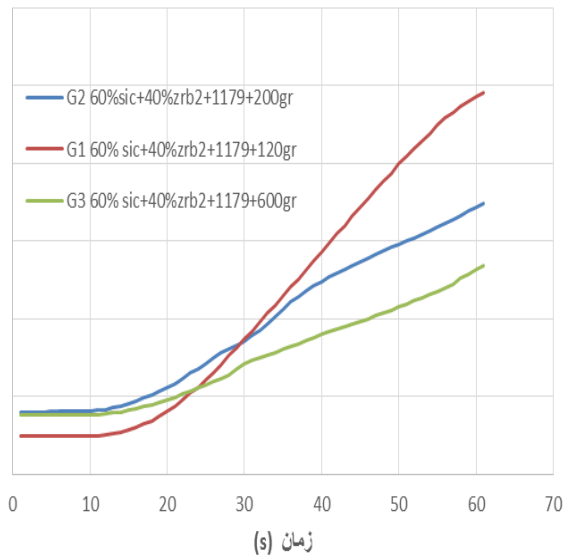
بر عمق گودال فرسایشی داشته باشد. موارد دیگر همچون نوع و اندازه ذرات سرامیکی، نوع رزین، روش اعمال رزین، شرایط پخت می‌تواند بر جذب رزین و نفوذ ذرات سرامیکی تأثیر بگذارد. پارچه کربن ۶۰۰ گرمی تراکم بیشتری نسبت به پارچه های ۱۲۰ و ۲۰۰ گرمی دارد و این به معنای فضای خالی کمتر بین الیاف است. فضای خالی بیشتر می‌تواند به شعله اکسی استیلین اجازه دهد تا به طور عمیق‌تر به داخل پارچه نفوذ کرده و باعث تشکیل سریعتر اکسید سرامیکی و پیرولیز فاز زمینه گردد و این امر می‌تواند منجر به کاهش وزن بیشتر در تست فرسایش اکسی استیلین شود. توزیع ذرات سرامیکی در پارچه کربن ۶۰۰ گرمی با توزیع ذرات سرامیکی در پارچه های ۱۲۰ و ۲۰۰ گرمی کاملاً متفاوت است. توزیع ناهموار و عدم پخش ذرات سرامیکی می‌تواند منجر به سوزاندن ناهموار پارچه توسط شعله اکسی استیلین و در نتیجه کاهش وزن بیشتر در برخی نواحی می‌گردد. مطابق جدول ۲، نمونه G2 دارای کمترین کاهش ضخامت در منطقه پیرولیز است؛ زیرا عمق منطقه پیرولیز پس از سوختن کمتر از سایر نمونه‌هاست و این نشان می‌دهد که نمونه G2 مقاومت بیشتری در برابر فرسایش دارد و ضخامت بیشتری از ماده عایق بعد از تست شعله باقی ماند. با توجه به جدول ۲ نمونه G1 کمترین کاهش وزن در بین نمونه‌ها را داشته است، در حالیکه دارای بیشترین عمق منطقه پیرولیز است؛ زیرا تراکم کمتر پارچه ۱۲۰ گرمی باعث نفوذ بیشتر شعله شده و باعث ایجاد گودال فرسایشی با عمق بیشتر است. از طرفی این امکان وجود دارد که توزیع ذرات سرامیکی در پارچه ۱۰۰ گرمی با توزیع ذرات سرامیکی در پارچه‌های ۲۰۰ و ۶۰۰ گرمی متفاوت باشد، زیرا توزیع ذرات سرامیکی در پارچه‌های ۲۰۰ و ۶۰۰ گرمی به دلیل تراکم بیشتر پارچه، احتمالاً یکنواخت‌تر است. در حالیکه در نمونه با پارچه ۶۰۰ گرمی توزیع یکنواخت‌تر ذرات سرامیکی در سراسر عایق و در نتیجه مقاومت بیشتر در برابر فرسایش دیده می‌شود. [۴۰]. در ادامه می‌توان گفت، ذرات SiC مقاوم به اکسیداسیون در دماهای بالا هستند. مطابق واکنش سه و چهار، SiC با افزایش دما در ابتدا تشکیل اکسید سیلیسیوم داده و سطح عایق کربن را با یک لایه ضخیم و بادوام از فیلم شیشه‌ای سیلیس می‌پوشاند که از نفوذ اکسیژن به لایه های زیرین جلوگیری می‌کند، SiO_2 دارای نقطه ذوب ۱۷۲۳ درجه سانتی‌گراد است. مقاومت به اکسیداسیون ذرات ZrB_2 کمتر از ذرات SiC است،



شکل ۵- نمونه عایق G3 بعد از تست اکسی استیلن

۴-۲- مورفولوژی سطح

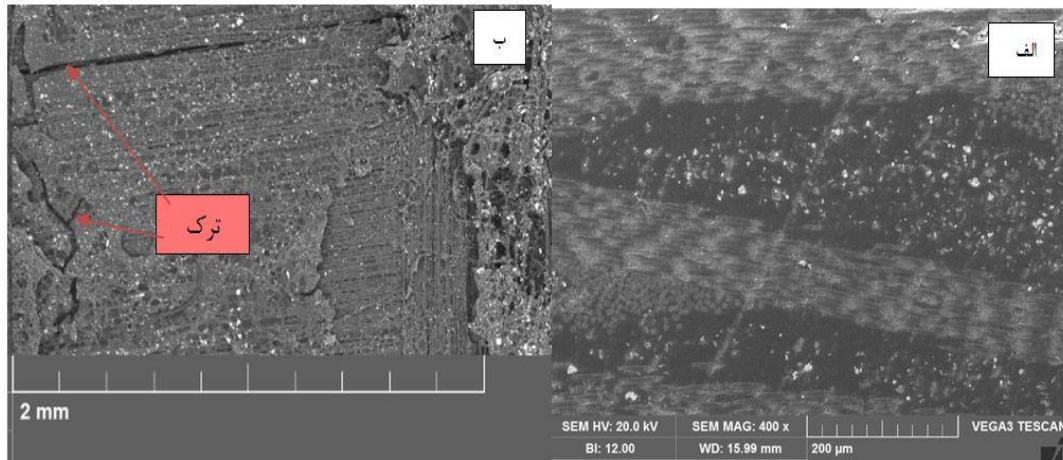
در شکل ۶ شکل میکروسکوپ الکترونی سطح مقطع نمونه G1 حاوی ذرات سرامیکی مشاهده می‌گردد. مطابق شکل ۶-الف سطح مقطع کامپوزیت قبل از انجام تست اکسی استیلن مشخص است، سطح پارچه کربن بافت یکنواختی دارد و خطوط افقی نشان‌دهنده الیاف پارچه کربن هستند و رزین اپوکسی نووالاک بافت پارچه را به خوبی پوشانده است و حباب خاصی در شکل دیده نمی‌شود. این نشان می‌دهد، فرایند نفوذ رزین به پارچه به خوبی انجام شده‌است. مطابق شکل ۶-ب بعد از انجام تست اکسی استیلن سطح مقطع نمونه G1 بر اثر حرارت تغییرات بسیار زیادی دیده و حضور خلل و فرج و عیوب در وسط تصویر ناشی از آسیب حرارتی به پارچه و رزین است. چنانچه در شکل ۶-ب مشاهده می‌گردد، آسیب حرارتی باعث ایجاد ترک حرارتی در ساختار کربن و رزین شده‌است. بریده شدن و شکستن پارچه بدلیل اختلاف ضریب انبساط حرارتی بین رزین اپوکسی نووالاک و پارچه کربن و پیرولیز فاز زمینه است [۵۱].



شکل ۴- دمای پشت نمونه‌ها بعد از گذشت ۶۰ ثانیه

پخش ذرات ZrB_2 و SiC در رزین اپوکسی می‌تواند به عنوان یک مانع برای جلوگیری از انتشار شعله و حفظ ساختار پارچه کربنی عمل می‌کند. ZrB_2 و SiC یک ماده سرامیکی با رسانایی حرارتی بالاست، بنابراین اگر SiC در ماتریس عایق زیاد باشد، در ابتدا گرما از سطح جلویی به سطح پشتی عایق نفوذ کرده و دمای پشت عایق‌ها را افزایش می‌دهد. در ادامه و با پیشرفت اکسیداسیون ذرات سرامیکی بویژه ZrB_2 لایه شیشه‌ای بوروسیلیکاتی بهمراه دیرگدازهای عایق ZrO_2 و $ZrSiO_4$ تشکیل شده و بعنوان یک مانع حرارتی عمل می‌کنند و از طرفی تبخیر فاز B_2O_3 نیز جذب و اتلاف حرارتی را بدنبال دارد [۴۷-۴۹]؛ در نتیجه در نمونه G3، گرمای کمتری از سطح جلویی به سطح عقب منتقل می‌شود. با افزایش ZrB_2 در ماتریس عایق باعث کاهش دما در پشت نمونه می‌شود [۵۰]. در شکل ۵ نمونه عایق G3 بعد از تست اکسی استیلن مشاهده می‌گردد.

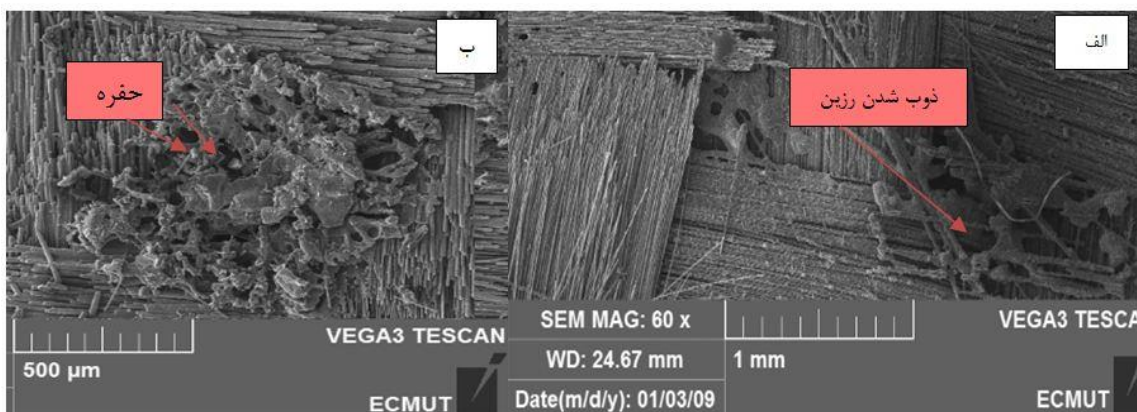
پارچه‌های با گرماژ پایین‌تر بدلیل ظرافت بافت و چگالی کمتر گرما را راحت‌تر عبور می‌دهند. البته عوامل دیگری همچون نوع و اندازه ذرات سرامیکی، نحوه توزیع ذرات سرامیکی در بافت پارچه و شرایط تست اکسی استیلن هم موثر است [۴۵، ۴۶]



شکل ۶- الف) سطح مقطع نمونه قبل از تست ب) بعد تست

بزرگنمایی ۵۰۰ میکرون مشاهده کرد. همانطور که دیده می‌شود، در بسیاری مواضع ماتریس کاملاً پیرولیز شده و به کربن تبدیل شده‌است. به وضوح در شکل ۷-الف در نمونه اصلی فرسایش افزایش یافته است. در سطح رویی کامپوزیت، حفره‌های ناشی از فرسایش نمایان شده و پارچه کربنی را آشکار کرد. این فرایند در نهایت موجب کاهش خواص مکانیکی کامپوزیت می‌شود. وجود ترک و حفره در فصل مشترک بین رزین و پارچه در آزمون مکانیکی باعث ایجاد مناطق تمرکز تنش شده و مستقیماً منجر به شکستن مواد می‌گردد. در نهایت عمق گودال ایجاد شده ناشی از فرسایش اکسیداسیون و مکانیکی به ۱/۰۲ میلی‌متر رسید [۵۲].

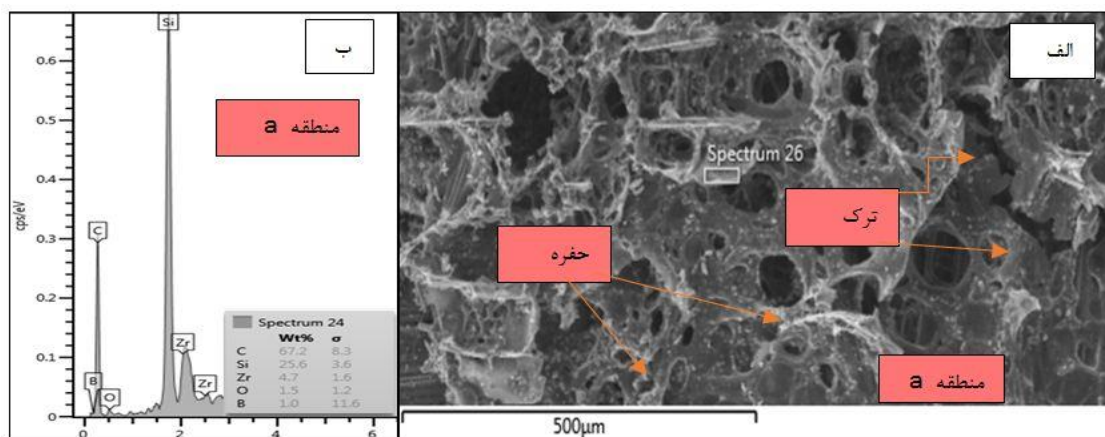
مورفولوژی نمونه G2 در شکل ۷-الف با بزرگنمایی یک میلی‌متر بعد از فرسایش نشان داده شده‌است، جایی که الیاف کربن به صورت پلکانی روی سطح کامپوزیت قرار گرفته است. تقریباً قسمت‌هایی از سطح پارچه به دلیل فرسایش اکسیداتیو و مکانیکی جریان شعله از بین رفته است. همچنین در محل‌هایی که ذرات سرامیکی بر اثر فرسایش از بین رفته است، الیاف کربن سطحی شکافته شده و فاز زمینه در لایه‌های زیرین مستقیماً در معرض جریان شعله قرار گرفت. در بین الیاف کربن، مقداری اکسیدهای سرامیکی باقیمانده وجود داشت که پیرولیز شده بود. یک مورفولوژی اکسیداتیو واضح با ساختار سوزنی مانند را می‌توان از الیاف کربن در شکل ۷-ب با



شکل ۷- نمونه G2 الیاف کربن با رزین اپوکسی نووالاک حاوی ذرات سرامیکی بعد از انجام تست اکسی استیلن الف) بزرگنمایی ۱ میلی‌متر ب) بزرگنمایی ۵۰۰ میکرون

ناشی از تجمعات سرامیکی از بین رفت، ولی وجود لایه‌های سرامیکی موجب کاهش اکسیداسیون و فرسایش مواد شد. علاوه بر این، ساختار متخلخل کربن باقیمانده تولید شده در اثر تبخیر گازهای پیرولیز، مانند H_2O ، CO ، CO_2 و CH_4 ، به عنوان یک رسانای حرارتی ضعیف عمل کرد که به طور موثر مانع انتقال گرما شد [۴۹]. از شکل ۸ مشخص است که انباشتگی لایه‌های سرامیکی ساختار متخلخلی دارد. در برخی از مناطق سطح نمونه، ترک‌های ریز مشاهده می‌شود. این ترک‌ها می‌توانند به دلیل انقباض حرارتی یا تنش‌های مکانیکی ایجاد شده باشند. تنش‌های مکانیکی باعث کاهش خواص مکانیکی عایق می‌شود. وجود حفره‌های بزرگ در سطح عایق بدلیل انقباض حرارتی و ذوب شدن مواد تشکیل‌دهنده عایق است. با این وجود، تبخیر سیلیس و B_2O_3 باعث ایجاد سوراخ‌هایی در لایه سرامیکی شد. از عوامل دیگر وجود حفره در نمونه، عدم وجود پیوند قوی بین ذرات ZrB_2 و رزین اپوکسی نئوآلک و پراکندگی غیر یکنواخت ذرات ZrB_2 است. دلیل این امر مکان‌هایی است که آگلومره‌های ذرات ZrB_2 وجود داشت و پیوند ضعیف‌تری بین ذرات ZrB_2 و رزین اپوکسی تشکیل شد. [۵۳] علاوه بر این، در طول فرآیند فرسایش، تبخیر اکسیدهای با نقطه ذوب پایین ممکن است، به طور موثر اتلاف گرما را بهبود بخشد. دماهای بالا باعث اکسید شدن پودر ZrB_2/SiC می‌شود که پتانسیل رشد دانه‌های ZrB_2 و SiC را افزایش می‌دهد. این امر می‌تواند چقرمگی و مقاومت در برابر خستگی مواد کامپوزیت و همچنین توانایی عایق‌های کربن را برای مقاومت در برابر اکسیداسیون کاهش دهد.

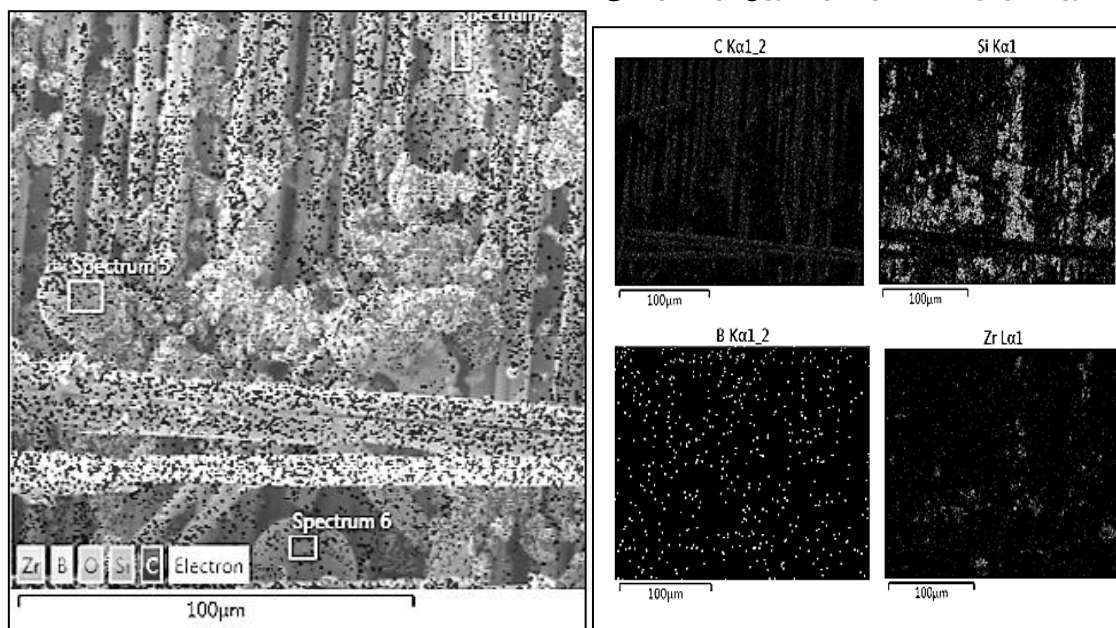
تجزیه و تحلیل EDS، در نمونه G1 مطابق شکل ۸ مشاهده می‌شود. ترک‌هایی روی سطح نمونه دیده می‌شود که این ترک‌ها احتمالاً به دلیل قرار گرفتن نمونه در معرض دمای بالا روی سطح کامپوزیت ایجاد شده‌اند. نمونه در آزمایش اکسی استیلن در معرض دمای بیش از ۳۰۰۰ درجه قرار می‌گیرد. با در معرض قرار گرفتن نمونه در چنین دمایی، نمونه دچار انقباض شده و ایجاد تنش می‌کند و این تنش منجر به ایجاد ترک در نمونه می‌گردد. در نمودار EDS قله‌هایی مربوط به کربن و سیلیسیوم مشهود است که احتمالاً در پی حضور ترکیباتی الی ناشی از پیرولیز ناقص فاز زمینه در حین برخورد شعله به سطح خواهد بود. همانطور که در شکل ۱۲ مشخص است، یک لایه سرامیکی سطح روی ناحیه فرسوده شده را پوشانده است. در زیر لایه‌های سرامیکی زغال باقیمانده با ساختار شبکه‌های سه بعدی دیده می‌شود. هنوز کربن سالم زیر پوشش سرامیکی وجود داشت. به طور موثر سایش اکسیداتیو و مکانیکی مواد داخلی را کاهش داد. مطابق شکل ۱۲ الیاف کربن انباشته شده بصورت خطوط موازی در قسمت پایینی شکل مشخص است. علائم واضحی از آسیب وجود دارد، مانند مناطقی که به نظر می‌رسد ناهمواری یا تغییر فاز دارند. بافت سطح مقطع ناهموار در قسمت پایینی شکل نشان می‌دهد که قرار گرفتن در معرض حرارت باعث فرسایش یا از هم پاشیدگی کامپوزیت شده‌است. اگر چه علامت آشکاری از حفره و ترک وجود دارد، ساختار مواد به طور کلی تخریب شده و پیچیده است که در نتیجه تغییر فاز ناشی از واکنش ذرات سرامیکی با گرما و اکسیژن است. اگر چه در مناطقی لایه‌های



شکل ۸- الف) شکل سطح نمونه G1 بعد از تست اکسی استیلن ب) نمودار آنالیز eds نقطه A

داخل رزین و مابین پارچه کاملا مشهود است. ویژگی‌های مکانیکی و حرارتی رزین اپوکسی نووالاک را می‌توان با پخش یکنواخت ذرات سرامیکی افزایش داد. ذرات سرامیکی، سختی، مدول الاستیسیته و پایداری حرارتی رزین را بهبود می‌بخشند [۵۴].

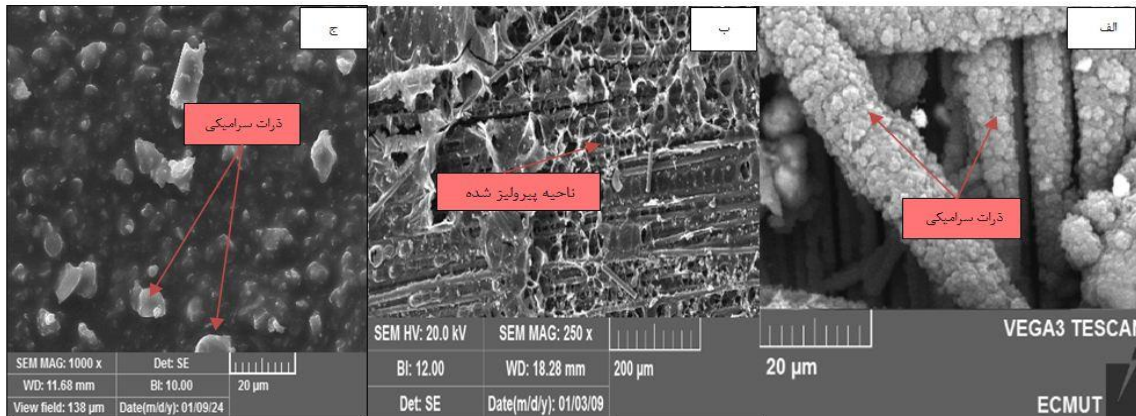
مطابق شکل ۹ بعنوان مثال در نمونه G3 توزیع ذرات ZrB_2/SiC روی پارچه کربنی پوشیده شده با رزین اپوکسی نووالاک با آنالیز قابل مشاهده است. چنانچه دیده می‌شود، این ذرات از پراکندگی مناسب و یکنواختی در فاز زمینه کامپوزیت برخوردار هستند. نقاط روشن در سرتاسر فاز زمینه نشانه‌هایی از حضور بیشتر ذرات است. در شکل ۹ توزیع ذرات سرامیکی



شکل ۹- توزیع المان‌های مختلف در نمونه G3 با آنالیز EDS توزیع المان‌های کربن، سیلیسیوم، زیرکونیوم و بور

وجود، مورفولوژی فرسایش کامپوزیت در حضور ذرات ZrB_2-SiC که روی سطح تزئین شده‌است، تغییر یافت. [۵۵] در شکل ۱۰-ب ستون‌های افقی نشان‌دهنده الیاف کربن است که بصورت دست نخورده است. لایه سرامیکی در بین الیاف کربن دیده می‌شود که بر اثر پیرولیز رزین اپوکسی نووالاک پس از قرار گرفتن در معرض دمای بالا اکسیدهای سرامیکی تشکیل شده‌است. مطابق شکل ۱۰-الف ذرات سرامیک بصورت کاملا پراکنده روی دیواره الیاف کربنی پوشیده شده‌است [۵۲، ۵۶].

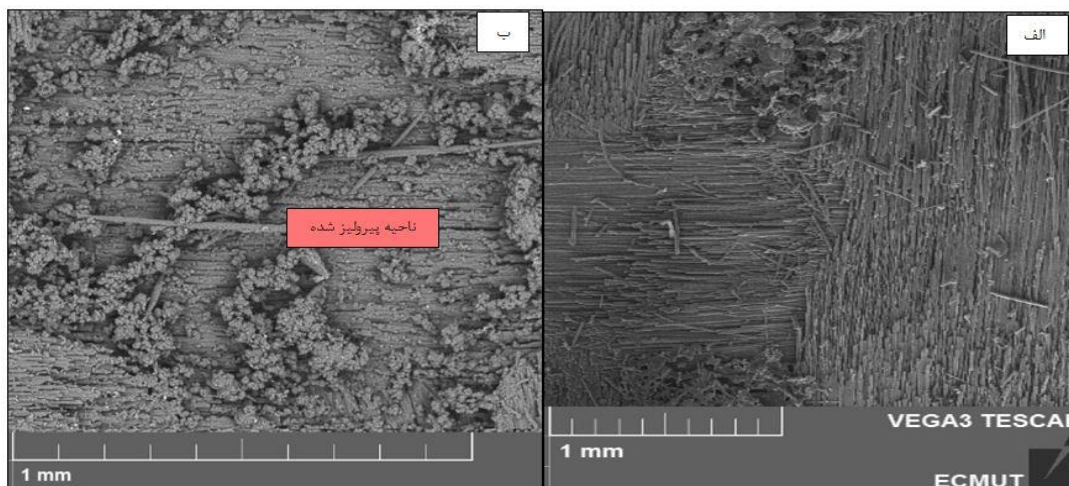
در شکل ۱۰-ج مورفولوژی نمونه G1 قبل از تست اکسی استیلن مشاهده می‌گردد. سطح عایق به شدت با تجمع قابل توجهی از ذرات سرامیکی پوشیده شده بود. نقاط روشن حاکی از ذرات سرامیکی موجود در بافت پارچه و رزین است. همانطور که دیده می‌شود، پخش ذرات بصورت کامل در سطح عایق صورت گرفته است. هیچگونه ترک و حباب در عکس دیده نمی‌شود و ذرات سرامیکی در سطح نمونه توزیع شده‌اند. با این



شکل ۱۰- الف) ذرات پوشیده شده روی سطح کربن ب) نمونه G1 بعد از تست اکسی استیلن ج) مورفولوژی نمونه G1 قبل از تست اکسی استیلن

سرامیکی دیده می‌شود که سطوح بریده شدن کربن را پوشش می‌دهد. با حفاظت این تجمعات سرامیکی عمق فرسایش کاهش می‌یابد، در حالیکه در نمونه G1 در مقایسه با نمونه G3 سرعت و عمق اکسیداسیون، به دلیل حضور ذرات سرامیکی در بین پارچه‌های کربن و همچنین تراکم کم و ریز بودن الیاف کربن، بالاست. از جمله ویژگی‌های فرسایشی قابل مشاهده در سطح عایق می‌توان به وجود ذرات اکسید شده و تخلخل ناشی از ذوب شدن مواد تشکیل دهنده عایق یا انقباض حرارتی اشاره کرد که باعث افت خواص مکانیکی می‌گردد [۵۱، ۵۷]

در شکل ۱۱ گودال ایجاد شده در منطقه فرسایش نمونه G3 نشان داده شده است. با افزودن ذرات سرامیکی عمق این گودال کاهش محسوسی پیدا کرده است. بدیهی است که پارچه کربن 600 گرمی موجود در نمونه حاوی ذرات سرامیکی دارای منافذ سطحی کمتری بوده و سایش کمتری را نشان می‌دهد. برخلاف نمونه G1 در این نمونه فاز زمینه دچار آسیب کمتری شده و در محل خود باقی می‌ماند و به همین دلیل الیاف نیز انسجام خود را حفظ کرده و از گسترش واکنش اکسیداسیون الیاف به لایه‌های زیرین جلوگیری می‌کند. مقادیر زیادی تجمعات



شکل ۱۱- نمایش از نمونه G3 الف) منطقه پیرولیز با بزرگ‌نمایی ۱ میلی‌متر ب) منطقه پیرولیز با بزرگ‌نمایی ۱ میلی‌متر

می‌کند. مطابق شکل ۱۲ پارچه کربن ۱۲۰ گرمی موجود به شدت فرسوده شده و گودال بزرگی بر روی سطح آن است. این نشان می‌دهد که این نوع عایق با چه سرعتی آسیب دیده و در

همه این موارد نشان داد که با تغییر گرماژ پارچه چگونه رفتار فرسایش با وجود ذرات ZrB_2-SiC روی سطح عایق تغییر

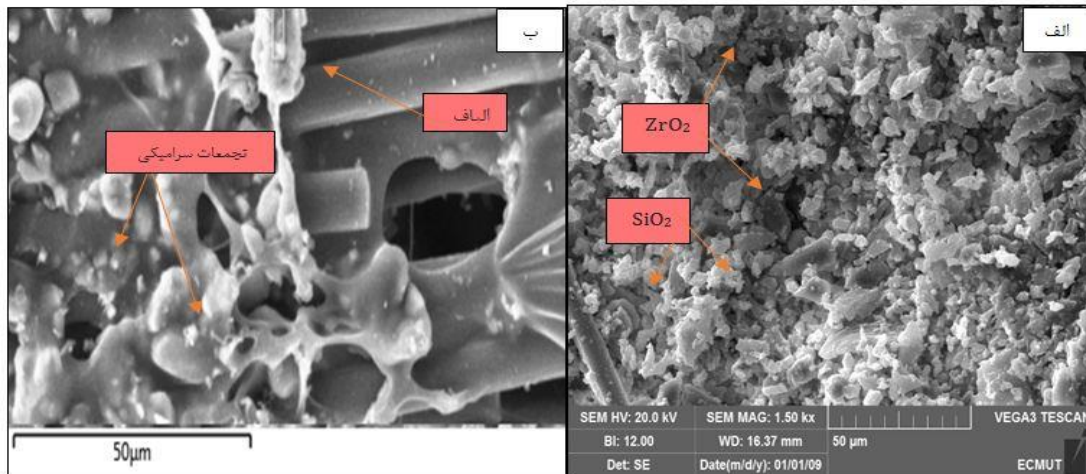
هنوز ذرات سرامیکی روی پارچه‌های کربن با کمی تجمع سرامیکی و زغال باقیمانده در معرض دید قرار گرفتند و الیاف کربن هنوز دارای آرایش و همبستگی خوب و منظم بوده است. مطابق شکل ۱۳-ب با بزرگنمایی ۵۰ میکرون نشان می‌دهد که لایه سرامیکی می‌تواند به طور موثر درجه فرسایش سطحی کامپوزیت را کاهش دهد و انسجام بافت پارچه را بدلیل جلوگیری از نفوذ حرارت و اکسیژن حفظ کند. در حالیکه در مناطقی که ذرات سرامیکی حین فرسایش از بین رفته‌اند، لایه‌های پارچه کربن بصورت پلکانی برش خورده و کاملاً آسیب دیده‌است. [۴۶] وجود فازهایی همچون ZrO_2 ، SiO_2 ، در شکل ۱۴-ب مشهود است [۶۰، ۶۱]. در ادامه از طریق تجزیه و تحلیل EDS، در نمونه G1 می‌توان فهمید که تجمعات سرامیکی با ذرات ZrB_2 و SiC وجود دارد. دو قله برجسته در شکل ۱۴ قابل مشاهده است. چنانچه که در نقطه A دیده می‌شود، آنالیز EDS نقطه مورد نظر حضور همزمان ذرات زیرکونیم و سیلیسیوم و اکسیژن را تایید می‌کند. بر این اساس میتوان نتیجه گرفت که فاز دیر گداز $ZrSiO_4$ تشکیل شده و مقاومت در برابر اکسیداسیون کامپوزیت بهبود یافته است. یافته‌ها نشان می‌دهد که حضور ذرات ZrB_2/SiC اولیه که به کامپوزیت افزوده شده‌اند، کاهش یافته و به اکسید تبدیل شده‌است. در فضای خالی بین الیاف کربن، ذرات مذاب زیادی وجود دارد. مطابق نمودار EDS با توجه به ترکیب عناصر موجود در نمونه در نقاط B و C نشان از حضور ذرات زیرکونیم و سیلیسیوم و اکسیژن است که فازهای جدید ناشی از واکنش بین ذرات ZrB_2/SiC با رزین در دمای بالا است که نشان از فازهای همچون ZrO_2 و SiO_2 است.

مقابل گرما و فشار شعله مقاوم نیست، در حالیکه در نمونه عایق ۶۰۰ گرمی عمق گودال فرسایشی بدلیل استحکام و تراکم زیاد در مقابل فرسایش مقاوم است [۵۸]. در نهایت عمق گودال فرسایشی در نمونه، G1، 2.09 میلی‌متر، در حالیکه در نمونه G3، 1.34 میلی‌متر محاسبه شد [۴۱، ۵۹].

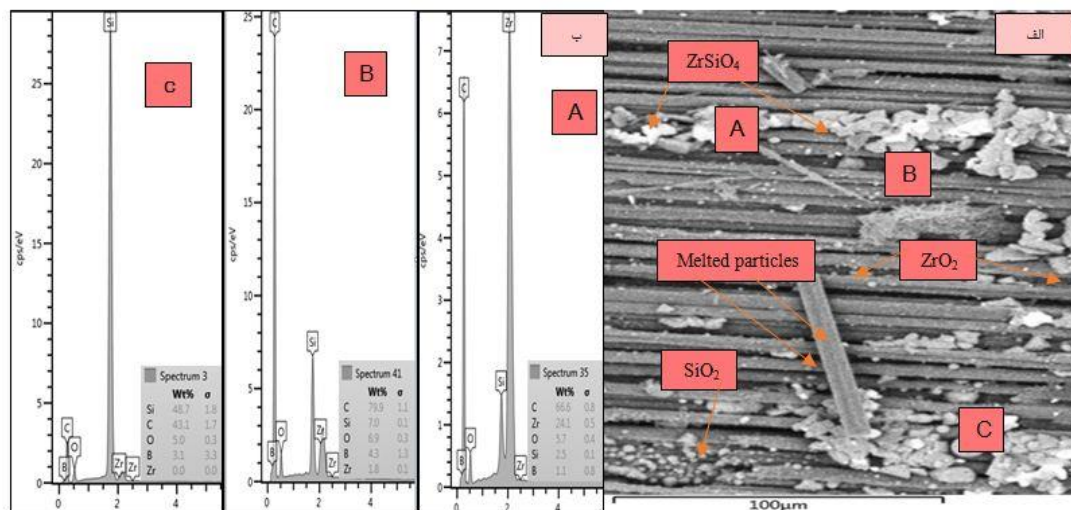


شکل ۱۲- الف) نمونه G1 بعد از تست اکسی استیلن ب) نمونه G3 بعد از تست اکسی استیلن

از تجزیه و تحلیل فوق، می‌توان نتیجه گرفت که رفتار فرسایشی کامپوزیت با گرماژ مختلف به طور قابل توجهی تغییر کرده است. برای تحلیل مکانیسم ضد فرسایش کامپوزیت، تجزیه و تحلیل دقیق از سطح کامپوزیت تست شده در نمونه G2 انجام شده‌است. شکل ۱۳-الف ناحیه تجمعات سرامیکی را با بزرگنمایی ۵۰ میکرومتر نشان می‌دهد. در ناحیه‌ای که لایه سرامیکی سطحی توسط جریان شعله فرسایش یافته است و



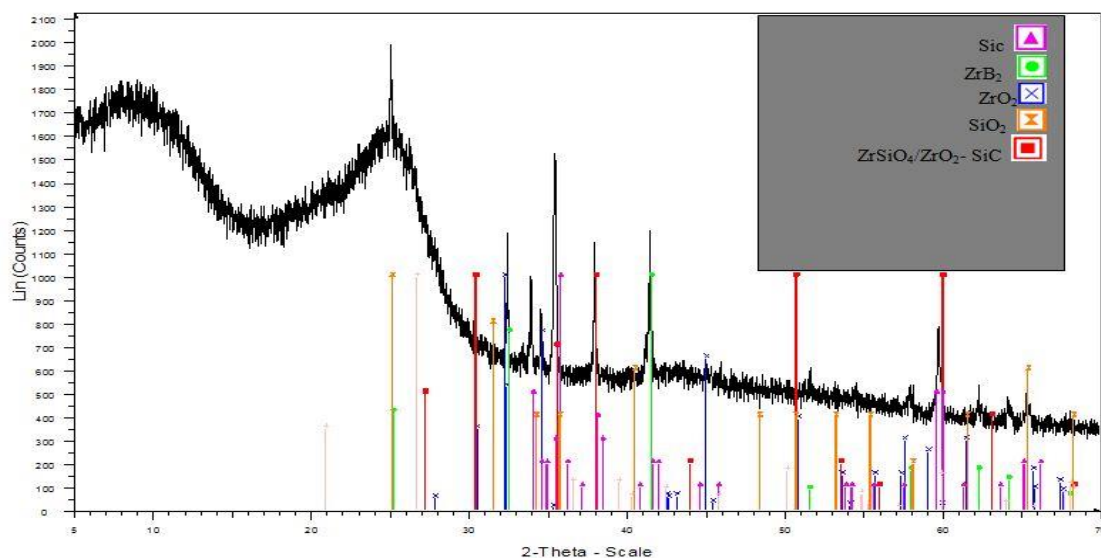
شکل ۱۳- نمونه G2 (الف) محل تجمعات سرامیکی و فازهای تشکیل شده با بزرگنمایی 50 میکرون (ب) تجمعات سرامیکی با بزرگنمایی ۵۰ میکرون



شکل ۱۴- (الف) تصویر SEM نمونه G1 با بزرگنمایی ۱۰۰ میکرون (ب) آنالیز EDS نمونه G1 در نقطه A, B, C

دارد. این پیک مربوط به ساختار بلوری SiC است که در اینجا به صورت فاز مکعبی وجود دارد. علاوه بر این، پیک های با شدت کمتر وجود دارد که نشان از فازهای همچون $ZrSiO_4$ ، ZrO_2 و SiO_2 دارد. وجود فازهای $ZrSiO_4$ ، ZrO_2 و SiO_2 تشکیل شده در عایق پس از تست کاملا مشهود است که می تواند به عنوان یک تقویت کننده به بهبود خواص مکانیکی همچون استحکام، سختی و مقاومت در برابر خوردگی عایق حرارتی کمک کند. [۶۲-۶۵]

مطابق شکل ۱۵ حضور فازهای اکسید سرامیکی در نمودار XRD نمونه عایق G3 دیده می شود و موید نتایج آنالیز eds در شکل ۱۵ است. این نمونه دارای ساختاری چند فازی است. سه فاز اصلی تشکیل شده در این نمونه شامل کربن با پیک اصلی این فاز در زاویه 2θ حدود ۲۰ درجه قرار دارد. فاز اصلی دوم ذرات ZrB_2 با پیک اصلی این فاز در زاویه 2θ حدود ۴۰ درجه قرار دارد. این پیک مربوط به ساختار بلوری ZrB_2 است که در اینجا به صورت فاز مکعبی وجود دارد. فاز اصلی سوم ذرات SiC با پیک اصلی این فاز در زاویه 2θ حدود ۶۰ درجه قرار



شکل ۱۵- آنالیز XRD بر روی نمونه G1 پس از تست اکسی استیلن

افزایش تعداد الیاف پارچه، تراکم بیشتر الیاف، ضخامت بیشتر الیاف با گرماژ بالاتر و رزین اپوکسی نووالاک با ذرات سرامیک است که نقش مهمی در انتقال تنش بین الیاف کربن را دارد و باعث کاهش تخلخل می‌گردد [۶۸]. در نهایت می‌توان نتیجه گرفت که وقتی ذرات سرامیکی در کامپوزیت باشد، عایق کربن اپوکسی نووالاک تقویت شده با ذرات ZrB_2/SiC با پارچه ۶۰۰ گرمی بهترین استحکام کششی و استحکام خمشی را دارد [۶۹-۷۳]. با افزایش گرماژ پارچه کربنی میزان استحکام خمشی، مدول خمشی افزایش می‌یابد. این امر به دلیل بهبود انتقال بارهای مکانیکی ناشی از افزایش اتصال بین الیاف کربن و ماتریس اپوکسی نووالاک با ذرات ZrB_2/SiC است. از طرفی افزودن ذرات باعث کاهش تخلخل شده و موجب افزایش استحکام خمشی می‌گردد.

جدول ۳- نتایج آزمون کشش و آزمون خمش

نمونه	استحکام کششی (MPa)	مدول الاستیک (GPa)	استحکام خمشی (MPa)	مدول خمشی (GPa)
G1	۳۲۱/۳	۸/۷۸	۴۱۰/۲۵	۸۷/۴۶
G2	۴۱۰/۹	۱۰/۵۷	۵۶۵/۱۱	۷۴/۱۹
G3	۴۶۸/۳۵	۱۴/۷۵	۶۷۷/۱۸	۸۹/۴۳

با افزایش زمان و درجه فرسایش به دلیل جریان شعله، فرسایش مکانیکی و اکسیداتیو ذرات باقیمانده نیز افزایش می‌یابد. با گذشت زمان فازهای اکسیدی و لایه شیشه‌ای در امتداد سطح مقطع نمونه کامپوزیتی تشکیل و گسترده می‌شود و لذا با از بین رفتن لایه‌های سطحی وجود این محصولات اکسیدی تخریب لایه‌های بعدی را با تاخیر مواجه خواهد کرد. لایه سرامیکی با محافظت از ذرات باقیمانده داخلی، می‌تواند به عنوان یک عایق حرارتی عمل کند و با موفقیت انتقال حرارت را متوقف کند. با این وجود، برخی از تجمعات سرامیکی و زغال باقیمانده در اثر فرسایش تشکیل می‌شود [۶۶]. در این بین، پارچه‌های کربنی با پوشش سرامیکی اکسید نشده و آرایش خود را حفظ خواهند کرد. در نتیجه، کامپوزیت کربن با ذرات ZrB_2-SiC تقویت شده با رزین اپوکسی نووالاک عملکرد ضد فرسایش خوبی از خود نشان می‌دهد [۶۷].

۴-۳- نتایج کشش و خمش

نتایج تست کشش و خمش در جدول ۳ نشان می‌دهد که مدول الاستیک و مدول خمشی با افزایش گرماژ پارچه در کامپوزیت افزایش می‌یابد. ذرات سرامیکی به عنوان یک افزودنی برای بهبود سفتی کامپوزیت عمل می‌کند. علاوه بر این با افزایش مقدار ذرات سرامیکی، وزن پارچه، استحکام کششی و خمشی کامپوزیت افزایش می‌یابد. این امر بدلیل

۵- نتیجه گیری

عایق کامپوزیتی بر پایه کربن اپوکسی نووالاک ۱۱۷۹ تقویت شده با ذرات ZrB_2-SiC با پارچه کربن با گرماژ ۱۲۰، ۲۰۰ و ۶۰۰ گرمی با قالب گیری به روش پرس گرم ساخته شد. کامپوزیت ها با درصد $60\%SiC+40\%ZrB_2$ از ذرات ZrB_2-SiC خواص مکانیکی و مقاومت در برابر فرسایش بررسی شدند. مشخص شد که نمونه عایق با پارچه ۶۰۰ گرمی دارای بالاترین استحکام کششی و خمشی بود. در رزین اپوکسی نووالاک، میزان تجمع ذرات کاهش و قابلیت پخش شدن آن ها افزایش یافت. عملکرد فرسایشی عایق توسط ذرات ZrB_2-SiC بهبود یافت. تجزیه و تحلیل تصاویر SEM نشان داد که رفتار فرسایشی کامپوزیت اصلاح شده با ذرات ZrB_2-SiC به طور قابل توجهی تغییر کرد. در ناحیه ای که ذرات ZrB_2-SiC روی پارچه های کربن با کمی تجمع ZrB_2-SiC و زغال های باقیمانده در معرض دید قرار گرفتند، الیاف کربن هنوز دارای آرایش و همبستگی خوب و منظم بود. این نشان می دهد که لایه ZrB_2-SiC می تواند به طور موثر درجه فرسایش سطحی کامپوزیت را کاهش و انسجام بافت پارچه را بدلیل جلوگیری از نفوذ حرارت و اکسیژن حفظ کند. در حالیکه در مناطقی که ذرات ZrB_2-SiC حین فرسایش از بین رفت لایه های پارچه کربن بصورت پلکانی برش خورد و کاملاً آسیب دید. نتایج تست اکسی استیلن نشان داد که نمونه G1 با پارچه ۱۰۰ گرمی کمترین وزن خود را معادل ۱۲/۹۴ گرم از دست داد، در حالی که دارای بیشترین عمق منطقه پیرولیز به میزان ۲/۰۹ میلی متر بود؛ زیرا تراکم کمتر پارچه ۱۲۰ گرمی باعث نفوذ بیشتر شعله شد و باعث ایجاد گودال فرسایشی با عمق بیشتر شد. نمونه G3 دارای کمترین دمای پشت عایق بود که بعد از گذشت ۶۰ ثانیه دمای پشت عایق به زیر ۱۵۰ درجه سانتیگراد رسید. علاوه بر این، مطابق نتایج XRD مقاومت فرسایشی کامپوزیت ها به طور قابل توجهی تحت تأثیر فازهایی همچون ZrO_2 , B_2O_3 , $ZrSiO_4$, SiO_2 بود.

مراجع

- [1] Patel, R. H. and R. G. Patel, (1993) Carbon fibre reinforced epoxy composites. *Polymer international*, 30(3): p. 301-303.
- [2] Fiedler, B. , et al. 3825 - Influence of stress state and temperature on the strength of epoxy resins. 2013.
- [3] Liang, S. , et al. (2014) Improving the thermal and mechanical properties of epoxy resins for electronic packaging. in 2014 15th International Conference on Electronic Packaging Technology. IEEE.
- [4] Bakar, M. , et al. , (2009) Mechanical and thermal properties of epoxy resin modified with polyurethane. *J. Reinforced Plast. Compos.*, 28(17): p. 2107-2118.
- [5] Wetzel, B. , F. Hauptert, and M. Q. Zhang, (2003) Epoxy nanocomposites with high mechanical and tribological performance. *Composites science and technology*, 63(14) : (p. 2055-2067).
- [6] Wu, Y. and Z. Yu, (2015) Thermal conductivity of in situ epoxy composites filled with ZrB_2 particles. *Composites Science and Technology*, 107: p. 61-66.
- [7] Ma, A. -j. , et al. , (2013) Improved thermal conductivity of silicon carbide/carbon fiber/epoxy resin composites. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 52(3): p. 295-299.
- [8] Shen, D. , et al. , (2017) Enhanced thermal conductivity of epoxy composites filled with silicon carbide nanowires. *Scientific reports*, 7(1): p. 2606.
- [9] Feng, T. .et al. , (2013) Oxidation and ablation resistance of $ZrB_2-SiC-Si/B$ -modified SiC coating for carbon/carbon composites. *Corrosion science*, 67: p. 292-297.
- [10] Feng, T. , et al. , (2016) Oxidation and ablation resistance of the ZrB_2-CrSi_2-Si/SiC coating for C/C composites at high temperature. *J. Alloys Compounds*, 662: p. 302-307.
- [11] Zhang, W. -z. , et al. , (2011) Preparation and oxidation property of ZrB_2-MoSi_2/SiC coating on carbon/carbon composites. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, (7) : 21p. 1538-1544.
- [12] Zou, B. , et al. , (2015) Oxidation protection of carbon/carbon composites with a plasma-sprayed $ZrB_2-SiC-Si/Yb_2SiO_5/LaMgAl_{11}O_{19}$ coating during thermal cycling. *J. Europ. Ceramic Society*, 35(7): p. 2017-2025.
- [13] Hu .P. , Z. Wang, and X. Sun, (2010) Effect of surface oxidation on thermal shock resistance of $ZrB_2-SiC-G$ composite. *Int. J. Refractory Metals and Hard Materials*, 28(2): p. 280-285.
- [14] Yao, X. , et al. , (2014) Oxidation and mechanical properties of $SiC/SiC-MoSi_2-ZrB_2$ coating for carbon/carbon composites. *J. Mat. Sci. Tech.*, 30(2): p. 123-127.
- [15] Meng, D. , et al. (2016) Tracking and erosion properties evaluation of polymeric insulating materials. in 2016 IEEE International Conference on High Voltage Engineering and Application (ICHVE). IEEE.

- [28] Shan, X. ,et al. , (2017) Preparation and Property Study of Graphene Oxide Reinforced Epoxy Resin Insulation Nanocomposites with High Heat Conductivity. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 171.
- [29] Nassar, A. and E. Nassar. (2013) Study on Mechanical Properties of Epoxy Polymer Reinforced with NanoSiC particles.
- [30] Kandola, B. K. , et al. , (2016) Thermal Protection of Carbon Fiber-Reinforced Composites by Ceramic Particles. THE Coatings, 6: p. 22.
- [31] Moore, G. R. , D. E. Kline, and P. R. Blankenhorn , (2007) Impregnation of Wood With a High Viscosity Epoxy Resin. Wood and Fiber Science, 15: p. 223-234.
- [32] Bahramian, A. R. , (2012) Ablation Mechanism of Nanocomposite Heat Shields Based on Thermoset Polymer and Clay. Basparesh, 2(3): p. 4-9.
- [33] Kasmaei, MP.J. , Amiri, F. , and Alaei MH. (2024) "Effect of ZrB2 Dominate with SiC Particles on the Ablation and Mechanical Properties of Carbon/Novolac-Epoxy (EPN1179) Composite at 3000 C°." Silicon 1-12.
- [34] Hu, P. , W. Guolin, and Z. Wang, (2009) Oxidation mechanism and resistance of ZrB₂-SiC composites. Corrosion Science, 51(11): p. 2724-2732.
- [35] Yang, X. , et al. , (2013) ZrB₂/SiC as a protective coating for C/SiC composites: Effect of high temperature oxidation on mechanical properties and anti-ablation property. Composites Part B: Engineering, 45(1): p. 1391-1396.
- [36] Li, H. -j. , et al. , (2013) Effect of heat flux on ablation behaviour and mechanism of C/C-ZrB₂-SiC composite under oxyacetylene torch flame. Corrosion science, 74: p. 265-270.
- [37] Mazahery .A. and M. O. Shabani, (2012) Study on microstructure and abrasive wear behavior of sintered Al matrix composites. Ceramics International, 38: p. 4263-4269.
- [38] Sharma, S. K. , et al. , (2017) High temperature erosion behavior of spark plasma sintered ZrB₂-SiC composites. Ceramics International, 43: p. 8982-8988.
- [39] Li, H. , et al. , (2009) Ablation Resistance of Different Coating Structures for C/ZrB₂-SiC Composites Under Oxyacetylene Torch Flame. International J. Appl. Ceramic Tech., 6: p. 145-150.
- [40] Li, P. , et al. , (2018) Cyclic Ablation Behaviors of ZrB₂-SiC Composites Sintered with Nano-Sized Particles. Advanced Engineering Materials, 20.
- [41] Chen, Y. , et al. , (2013) Improved ablation resistance of carbon-phenolic composites by introducing zirconium diboride particles. Composites Part B: Engineering, 47: p. 320-325.
- [16] El Fgaier, F. , Z. Lafhaj, and C. Chapiseau, (2016) Improvement insulating properties of ceramic materials by incorporating additives. J. Mat. in Civil Eng., 28(8):(p. 05016001.
- [17] Paiva, J. M. F. , S. Mayer, and M. C. Rezende, (2006) Comparison of tensile strength of different carbon fabric reinforced epoxy composites. Materials Research-ibero-american J. Mat., 9: p. 83-90.
- [18] Papargyris, D. A. , et al. ,(2008) Comparison of the mechanical and physical properties of a carbon fibre epoxy composite manufactured by resin transfer moulding using conventional and microwave heating. Composites Science and Technology, 68: p. 1854-1861.
- [19] Rafique, I. , A. Kausar ,and B. Muhammad, (2016) Epoxy Resin Composite Reinforced with Carbon Fiber and Inorganic Filler: Overview on Preparation and Properties. Polymer-Plastics Technology and Engineering, 55: p. 1653 - 1672.
- [20] Pervin, F. , et al. , (2005) Testing and evaluation on the thermal and mechanical properties of carbon nano fiber reinforced SC-15 epoxy. Materials Science and Engineering A-structural Materials Properties Microstructure and Processing, 405: p. 246-253.
- [21] Choi, S. and J. Kim, (2013) Thermal conductivity of epoxy composites with a binary-particle system of aluminum oxide and aluminum nitride fillers. Composites Part B-engineering, 51: p. 140-147.
- [22] Salimi, Kazem, et al. (2023) "Investigation of Adhesion Behavior of Aluminum Laminates/Carbon Fiber/High Silica Fiber by Phenol Resins." Int. J. of Adv. Design & Manufac. Tech., . 16.3: p 55-62.
- [23] Rahmani, H. , S. H. M. Najafi, and A. Ashori, (2014) Mechanical performance of epoxy/carbon fiber laminated composites. J. Reinforced Plast. Compo., 33: p. 733-740..
- [24] Liu, Y. , et al. , (2016) Erosion resistance of C/C-SiC-ZrB₂ composites exposed to oxyacetylene torch. J. The Europ. Ceramic Soc., 36: p. 3815-3821.
- [25] Feng, T. , et al. , (2013) Oxidation and ablation resistance of ZrB₂-SiC-Si/B-modified SiC coating for carbon/carbon composites. Corrosion Science, 67: p. 292-297.
- [26] Ghelich, R. , R. Mehdinavaz Aghdam, and M. R. Jahannama, (2018) Elevated temperature resistance of SiC-carbon/phenolic nanocomposites reinforced with zirconium diboride nanofibers. J. Composite Mater., 52: p. 1239 - 1251.
- [27] Chen, Y. , et al. , (2013) Improved ablation resistance of carbon-phenolic composites by introducing zirconium diboride particles. Composites Part B-engineering, 47: p. 100-107.

- [57] Daniel, A. , et al. , (2019) Effect of zirconium diboride incorporation on thermal stability and ablation characteristics of carbon fiber-reinforced resorcinol–formaldehyde composites. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 58(40): p. 18623-18634.
- [58] Xu, X. Y. , et al. , (2014) Preparation of C@ZrSiO₄ inclusion pigment using compound colorants via non-hydrolytic sol-gel method. *Advanced Materials Research*, 936: p. 170-175.
- [59] Torabi, S. , Z. Valefi, and N. Ehsani, (2021) The effect of the SiC content on the high duration erosion behavior of SiC/ZrB₂– SiC/ZrB₂ functionally gradient coating produced by shielding shrouded plasma spray method. *Ceramics International*.
- [60] Gupta, Y. , T. Venkateswaran, and B. V. M. Kumar, (2020) Influence of angle of incidence, temperature and SiC content on erosive wear behavior of ZrB₂ -SiC composites. *International J. Appl. Ceramic Tech.*
- [61] Torabi, S. , Z. Valefi, and N. Ehsani, (2020) Ablation behavior of SiC/ZrB₂ ultra-high temperature ceramic coatings by solid shielding shrouded plasma spray for high-temperature applications (temperature above 2000° C). *Surface and Coatings Technology*, 403: p. 126271.
- [62] Wang, S. , H. Huang, and Y. Tian, (2020) Effects of zirconium carbide content on thermal stability and ablation properties of carbon/phenolic composites. *Ceramics International*, 46(4): p. 4307-4313.
- [63] Nguyen, T. P. , et al. , (2020) Electron microscopy investigation of spark plasma sintered ZrO₂ added ZrB₂–SiC composite. *Ceramics International*, 2020. 46: p. 19646-19649.
- [64] Deng, X. , et al. , (2015) Preparation and characterization of ZrB₂–SiC composite powders from zircon via microwave-assisted boro/carbothermal reduction. *Ceramics International*, 41: p. 14419-14426.
- [65] Krishnarao, R. V. , et al. , (2014) Synthesis of ZrB₂–SiC composite powder in air furnace. *Ceramics International*, 2014. 40: p. 15647-15653.
- [66] Ren, X. , et al. , ZrB₂–SiC gradient oxidation protective coating for carbon/carbon composites. *Ceramics International*, 40: p. 7171-7176.
- [67] Zhang, D. , et al. , (2019) Oxidation behavior and ablation mechanism of Cf/ZrB₂-SiC composite fabricated by vibration-assisted slurry impregnation combined with low-temperature hot pressing. *Corrosion Science*, 161: p. 108181.
- [68] Xu, F. , et al. , (2020) Ablation behavior and mechanism of TaSi₂-modified carbon fabric-reinforced phenolic composite. *J. mate. sci.*, 55: p. 8553-8563.
- [69] Suresha, B. and M. S. Saini, (2018) Fabrication and mechanical characterisation of carbon fabric reinforced epoxy with alumina and molybdenum
- [42] Liu, Y. , et al. , The ablation behavior and mechanical property of C/C–SiC–ZrB₂ composites fabricated by reactive melt infiltration. *Ceramics International*, 2017. 43(8): p. 6138–6, 147-8.
- [43] Liu, L. , et al. , (2014) Influence of SiC additive on the ablation behavior of C/C composites modified by ZrB₂–ZrC particles under oxyacetylene torch. *Ceramics International*, 40(1): p. 541-549.
- [44] Beaudet, J. , et al. , (2011) Ablation Properties of C Fibers and SiC Fibers Reinforced Glass Ceramic Matrix Composites Upon Oxyacetylene Torch Exposure. *Materials Sciences and Applications*, 02: p. 1399-1406.
- [45] Debnath, U. K. , et al. (2017) Study of erosion characterization of carbon fiber reinforced composite material.
- [46] Xu, F. L. , et al. , (2020) Ablation Behavior of a Carbon Fabric Reinforced Phenolic Composite Modified by Surface-Decorated ZrB₂/SiC. *Materials*, 13.
- [47] Zhang, L. and N. P. Padture, (2017) Inhomogeneous oxidation of ZrB₂-SiC ultra-high-temperature ceramic particulate composites and its mitigation. *Acta Materialia*, 129: p. 138-148.
- [48] Inoue, R. , et al. , (2018) Oxidation of ZrB₂ and its composites: a review. *J. Mat. Sci.*, 53: p. 14885-14906.
- [49] Yao, X. , et al. , (2012) A SiC–Si–ZrB₂ multiphase oxidation protective ceramic coating for SiC-coated carbon/carbon composites. *Ceramics International*, 38: p. 2095-2100.
- [50] Ran, L. , et al. , (2019) Preparation and properties of C/C–ZrB₂–SiC composites by high-solid-loading slurry impregnation and polymer infiltration and pyrolysis (PIP). *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*.
- [52] Torabi, S. , Z. Valefi, and N. Ehsani, (2021) Evaluation of oxy-acetylene flame angle effect on the erosion resistance of SiC/ZrB₂–SiC/ZrB₂ multilayer coatings fabricated by the shielding shrouded plasma spray technique. *Ceramics International*.
- [53] Alosime, E. M. , M. S. Alsuhybani, and M. S. Almeataq, The oxidation behavior of ZrB₂-SiC ceramic composites fabricated by plasma spray process. *Materials*, 202 .(2):14. 1 p. 392.
- [54] Cheng, Y. , et al. , (2022) Long-term oxidation and ablation behavior of C f /ZrB₂ –SiC composites at 1500, 2000, and 2200°C. *Int. J. Appl. Ceramic Tech.*
- [55] Wei, C. , et al. , (2018) Ablation behavior of laminated Graphite/ZrB₂-SiC ceramics in two different directions. *Ceramics International*, 44(13): p. 15674-15680.
- [56] Sun, G. , et al. , (2018) A Multilayer SiC/ZrB₂/SiC Ablation Resistance Coating for Carbon/Carbon Composites. *Advanced Engineering Materials*, 21.

- [72] Zou, J. , et al. , (2012) High-temperature bending strength, internal friction and stiffness of ZrB₂-20 vol% SiC ceramics. *J. The Europ. Ceramic Soc.*, 32: p. 2519-2527.
- [73] Shahabaz, S. , et al. , (2021) Effect of alumina and silicon carbide nanoparticle-infused polymer matrix on mechanical properties of unidirectional carbon fiber-reinforced polymer. *J. Compo. Sci.*, 2022. 6(12): p. 381.
- [74] Abdulganiyu, I. , I. Oguocha, and A. Odeshi, (2021) Influence of microfillers addition on the flexural properties of carbon fiber reinforced phenolic composites. *J.Compo. Mater.*, 55: p. 3973 - 3988.
- disulfide fillers. *Int. J. Comput. Aided Eng. Technol.* , 10: p. 89-101.
- [70] Guo, S. , et al. , Effect of thermal exposure on strength of ZrB₂-based composites with nano-sized SiC particles. *Composites Science and Technology*, 2008. 68: p. 3033-3040.
- [71] Wang, L. , et al. , (2017) High-temperature tensile strength and fracture behavior of ZrB₂-SiC-graphite composite. *Int. J. Appl. Ceramic Tech.*, 14: p. 31-38.