

## **Karakterisering av epoksy polymerer for anvendelse i fiberarmerte komposittmaterialer**

Bernt Brønmo Johnsen og Solveig Rørkjær

Forsvarets forskningsinstitutt (FFI)

20. januar 2011

FFI-rapport 2011/00163

105401

P: ISBN 978-82-464-1874-2

E: ISBN 978-82-464-1875-9

## **Emneord**

Rakettmotorer

Fiberforsterkede komposittmaterialer

Epoksyplast

Testing

Termisk analyse

## **Godkjent av**

Einar Willassen

Prosjektleder

Jan Ivar Botnan

Avdelingssjef

## Sammendrag

I dette arbeidet har tre ulike epoksy polymerer som er relevante med tanke på bruk i fiberarmerte komposittmaterialer, blitt studert. De termiske egenskapene til polymerene har blitt kartlagt, da dette er viktig informasjon med tanke på bruk rakettmotorskill. Tilsats av nanopartikler til en av polymerene har også blitt undersøkt. Nanopartikler ventes å kunne bedre de mekaniske og termiske egenskapene. Studien ble utført som en del av sommerstudent Solveig Rørkjær's arbeidsoppgaver sommeren 2009.

## English summary

Three different epoxy polymers that are frequently used in polymeric fibre-reinforced composites were investigated. The study was particularly focused on the thermal properties of the polymers. Knowledge about the thermal behaviour is very important for use of the polymers in applications such as rocket motor cases. Nanoparticles were added to one of the epoxy polymers. The addition of nanoparticles is expected to improve the mechanical, as well as the thermal, properties. The study was performed as a part of the summer internship of Solveig Rørkjær in the summer of 2009.

## Innhold

<b>1</b>	<b>1 Innledning</b>	<b>7</b>
<b>2</b>	<b>Materialer</b>	<b>7</b>
2.1	Epoksyresin	7
2.2	Herdere	7
2.3	Nanosilika	8
<b>3</b>	<b>Prøvepreparering</b>	<b>8</b>
3.1	Epon 828/HY 917	8
3.2	Epon 828/NMA	8
3.3	Epon 828/NMA tilsatt nanosilika	8
3.4	Epon 828/XB 3473	9
<b>4</b>	<b>Eksperimentelle teknikker</b>	<b>9</b>
4.1	Dynamisk mekanisk analyse	9
4.2	Termogravimetrisk analyse	11
4.3	Differensiell skanning-kalorimetri	11
<b>5</b>	<b>Resultater og diskusjon</b>	<b>11</b>
5.1	TGA av rene kjemikalier	11
5.2	Epon 828/HY 917	14
5.2.1	DMA	14
5.2.2	TGA	15
5.3	Epon 828/NMA	16
5.3.1	DMA	16
5.3.2	TGA	17
5.4	Epon 828/NMA tilsatt nanosilika	18
5.4.1	DMA	18
5.4.2	TGA	23
5.5	Epon 828/XB 3473	27
5.5.1	DMA	27
5.5.2	TGA	28
5.5.3	DSC	29
<b>6</b>	<b>Sammenlikning av epoksy polymerene</b>	<b>29</b>
<b>7</b>	<b>Konklusjon og videre arbeid</b>	<b>30</b>
	<b>Takk</b>	<b>31</b>



## 1 Innledning

Polymere fiberarmerte komposittmaterialer brukes i blant annet rakettmotorskill på grunn av vektbesparelsen dette gir sammenliknet med bruk av metaller. Polymere komposittmaterialer er imidlertid mer temperaturfølsomme, og det er derfor viktig å ha kontroll på de termiske egenskapene til polymermatrisene som benyttes i komposittene.

I denne studien har de termiske egenskapene til noen utvalgte polymerer blitt undersøkt. En standard epoksy har blitt herdet ved hjelp av tre ulike herdere, og man har dermed fått dannet tre ulike epoksy polymerer. En av epoksy polymerene ble også tilsatt ulike mengder av nanopartikler av silika. De ulike polymerene, med og nanopartikler, ble karakterisert, først og fremst med dynamisk mekanisk analyse (DMA) og termogravimetrisk analyse (TGA).

Denne studien ble utført som en del av en sommerstudent Solveig Rørkjærs arbeidsoppgaver sommeren 2009.

## 2 Materialer

### 2.1 Epoksyresin

Epon 828 er et svært utbredt standard epoksyresin. Det er en ufortynnet diglycidyleter av bisfenol A (DGEBA). Etter herding har det svært gode mekaniske, adhesive og dielektriske egenskaper, samt meget god kjemisk motstandsevne. Leverandør var tidligere Shell, men er nå Hexion.

### 2.2 Herdere

To anhydridherdere ble benyttet: HY 917 og NMA. HY 917 er en anhydridherder som består av metyl tetrahydroftal anhydrid (MTHPA). Den går også under navnet Aradur 917, og er godt egnet for våtvikling. Den ble levert av Huntsman. Nadic metyl anhydrid (NMA) er også en anhydridherder. NMA er tillagt gode ablativ egenskaper. Den ble levert av Fluka. Akseleratoren 1-metylimidazol ble brukt sammen med de to anhydridherderne. Akseleratoren ble også levert av Fluka.

En aminherder ble også benyttet: XB 3473. Dette er en aminherder som består av to ulike komponenter. Den inneholder 80-92% dietyltoluendiamin og 4-10% 1,2-diaminocycloheksan, og er godt egnet for våtvikling. Den ble levert av Huntsman.

## **2.3 Nanosilika**

Nanosilika ble levert i form av partikler dispergert i en standard epoksyresin (DGEBA). Dispersjonen inneholdt 26 volumprosent, eller 40 vektprosent, nanosilika. Den midlere diameteren til nanopartiklene var 20 nm. Handelsnavnet til materialet er Nanopox F400, og ble levert av Nanoresins AG.

## **3 Prøvepreparering**

### **3.1 Epon 828/HY 917**

Epoksyresinet Epon 828 ble herdet med anhydridet HY 917. Herdingen ble akselerert med 1-metylimidazol. Epon 828, HY 917 og 1-metylimidazol ble blandet i forholdet 100:90:1 basert på vekt. Blandingen ble rørt sammen manuelt, og deretter plassert i et vakuumkammer for å fjerne luft. Luft i blandingen kan føre til at det dannes hulrom i den herdete polymeren, og må derfor fjernes. Ved romtemperatur tok det omtrent 30 minutter å fjerne luften.

Støping av prøver ble foretatt ved å helle blandingen i metallformer som på forhånd var satt inn med slippmiddel. Formene ble plassert i en ovn, og herdesyklusen som ble fulgt var 4 timer ved 80°C, etterfulgt av 8 timer ved 140°C. Oppvarmingshastigheten fra romtemperatur og mellom herdetrinnene var 1°C/min.

### **3.2 Epon 828/NMA**

Epoksyresinet Epon 828 ble herdet med nadic metylanhydrid (NMA). Herdingen ble akselerert med 1-metylimidazol. Epon 828, NMA og 1-metylimidazol ble blandet i forholdet 100:95:1 basert på vekt. Blandingen ble rørt sammen manuelt og deretter plassert i et vakuumkammer i omtrent en time for fjerning av luft.

Støping av prøver ble foretatt ved å helle blandingen i metallformer som var satt inn med slippmiddel. Formene ble plassert i en ovn, og herdesyklusen som ble fulgt var 2 timer ved 120°C, etterfulgt av 8 timer ved 160°C. Oppvarmingshastigheten fra romtemperatur og mellom herdetrinnene var 1°C/min.

### **3.3 Epon 828/NMA tilsatt nanosilika**

Polymerer av Epon 828 og NMA, tilsatt nanosilika i form av Nanopox F400, ble fremstilt på samme måte som ren Epon 828/NMA. Forskjellen var at blandingsforholdet til de ulike komponentene måtte justeres etter hvor mye nanosilika som ble tilsatt. Nanosilikaen ble blandet sammen med de andre komponentene før luft ble fjernet. Det ble fremstilt prøver med 0, 2, 6, 10 og 16 volumprosent nanosilika. Dette tilsvarer henholdsvis 0, 3,1, 9,2, 15,4 og 24,6 vektprosent.



### 3.4 Epon 828/XB 3473

Epoksyresinet Epon 828 ble herdet med aminet XB 3473. Blandingsforholdet mellom Epon 828 og XB 3473 var 100:23 basert på vekt. Blandingen ble rørt sammen manuelt og deretter plassert i et vakuumkammer i omtrent en time for fjerning av luft.

Støping av prøver ble foretatt ved å helle blandingen i metallformer som på forhånd var satt inn med slippmiddel. Formene ble plassert i en ovn. Prøvene ble herdet i 2 timer ved 120°C, 2 timer ved 160°C og til slutt 2 timer ved 180°C. Oppvarmingshastigheten mellom trinnene og før det første trinnet var 1°C/min.

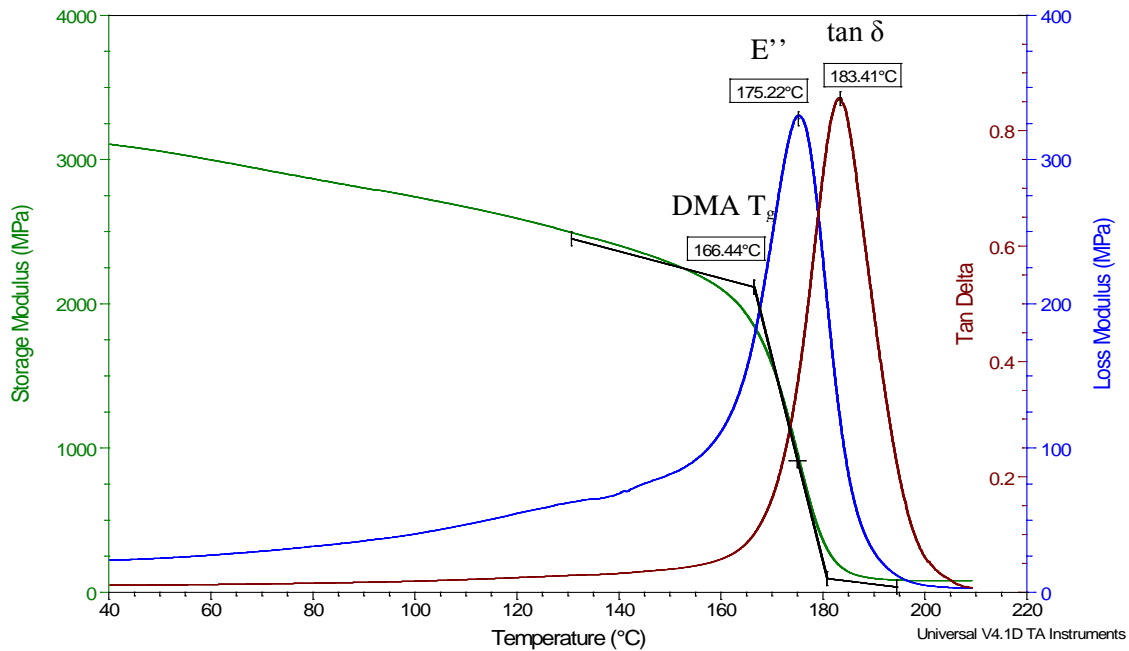
## 4 Eksperimentelle teknikker

### 4.1 Dynamisk mekanisk analyse

Dynamisk mekanisk analyse (DMA) ble utført ved bruk av en DMA 2980 Dynamic Mechanical Analyzer fra TA Instruments. Det ble benyttet en lavfriksjons tre-punkts bøyefikstur, der avstanden mellom støttepinnene var 50 mm. Analysene ble utført med en frekvens på 1 Hz og en amplitude på 20  $\mu\text{m}$ . Oppvarmingshastigheten var 2°C/min. Som en hovedregel ble to parallelle prøver analysert.

Tre forskjellige verdier for glasstransisjonstemperaturen er rapportert, som illustrert i Figur 4.1:

1. DMA  $T_g$ : verdien avlest i skjæringspunktet mellom to tangenter til lagringsmodulen,  $E'$ . Det ble ikke benyttet en logaritmisk skala på noen av aksene.
2.  $T_g$  gitt av tapsmodulen,  $E''$ : verdien avlest fra toppunktet til  $E''$ .
3.  $T_g$  gitt av  $\tan \delta$ : verdien avlest fra toppunktet til  $\tan \delta$ .



Figur 4.1 Illustrasjon av avlesningsmetoden for de ulike  $T_g$ -verdiene.

Det ble ikke benyttet noen form for kjøling av testkammeret mellom analysene av de ulike prøvene. Når målingene ble gjort fortløpende, starter derfor kurvene ved en temperatur på mellom 30 og 45°C. Alle oppgitte verdier for lagringsmodulen,  $E'$ , er derfor lest av ved 50°C for å kunne sammenlikne dataene for de ulike materialene.

Prøvene som ble analysert, var støpt i rektangulære former. Dette ga en prøvegeometri med dimensjonene lengde  $\times$  bredde  $\times$  tykkelse tilnærmet lik 60  $\times$  9,7  $\times$  3,5 mm. Den ene prøveflaten ble slipt på et slipepapir med P320 SiC partikler for å få en prøve med en mest mulig jevn tykkelse.

#### Kommentar til valg av amplitude

Forsøk utført på tilsvarende materialer etter at denne studien var avsluttet, har vist at mer reproduerbare resultater for lagringsmodulen,  $E'$ , når dersom man bruker en amplitude som er større enn 20  $\mu\text{m}$ . I mange tilfeller er det bare nødvendig med en liten økning. Det har imidlertid vist seg at vesentlig mer reproduerbare resultater oppnås med en amplitude på 50  $\mu\text{m}$ . Det er ikke forventet at endring av amplituden vil ha noen effekt på de målte  $T_g$ -verdiene.

## 4.2 Termogravimetrisk analyse

Termogravimetrisk analyse (TGA) ble utført med en Hi-Res Modulated TGA 2950 Thermogravimetric Analyzer fra TA Instruments. Temperaturprogrammet som ble fulgt bestod av en oppvarming til 550°C, med en oppvarmingshastighet på 5°C/min, etterfulgt av 1 time ved en konstant temperatur på 550°C. Ved hver analyse ble det benyttet omtrent 2 gram prøvemateriale. Alle prøvene ble testet i nitrogenatmosfære, og to parallelle analyser ble utført.

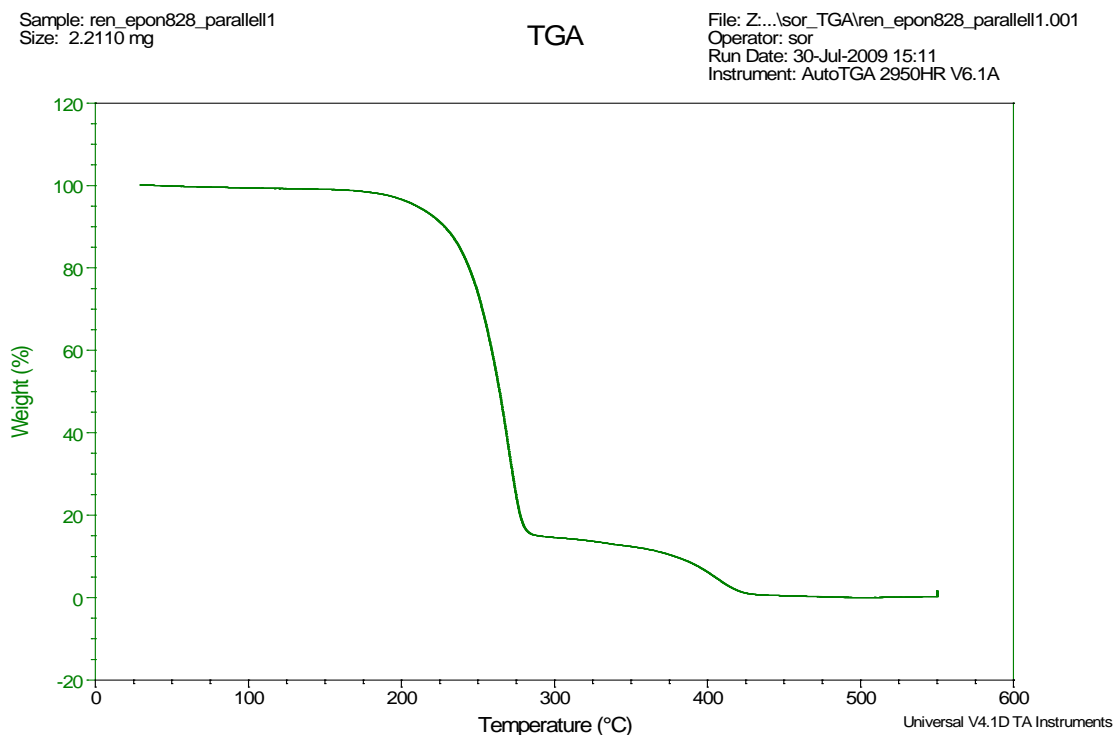
## 4.3 Differensiell skanning-kalorimetri

Differensiell skanning-kalorimetri (DSC) ble utført med en DSC Q1000 fra TA Instruments. En oppvarmingshastighet på 10°C/min opp til 250°C ble benyttet. Analysene ble utført i nitrogenatmosfære. Ved hver analyse ble det benyttet omtrent 1 gram materiale som ble lagt i aluminiumspanner.

# 5 Resultater og diskusjon

## 5.1 TGA av rene kjemikalier

De rene kjemikaliene som ble benyttet til å lage de ulike prøvene, ble analysert ved hjelp av TGA. TGA-kurver for de ulike kjemikaliene er vist i Figur 5.1 til Figur 5.5.

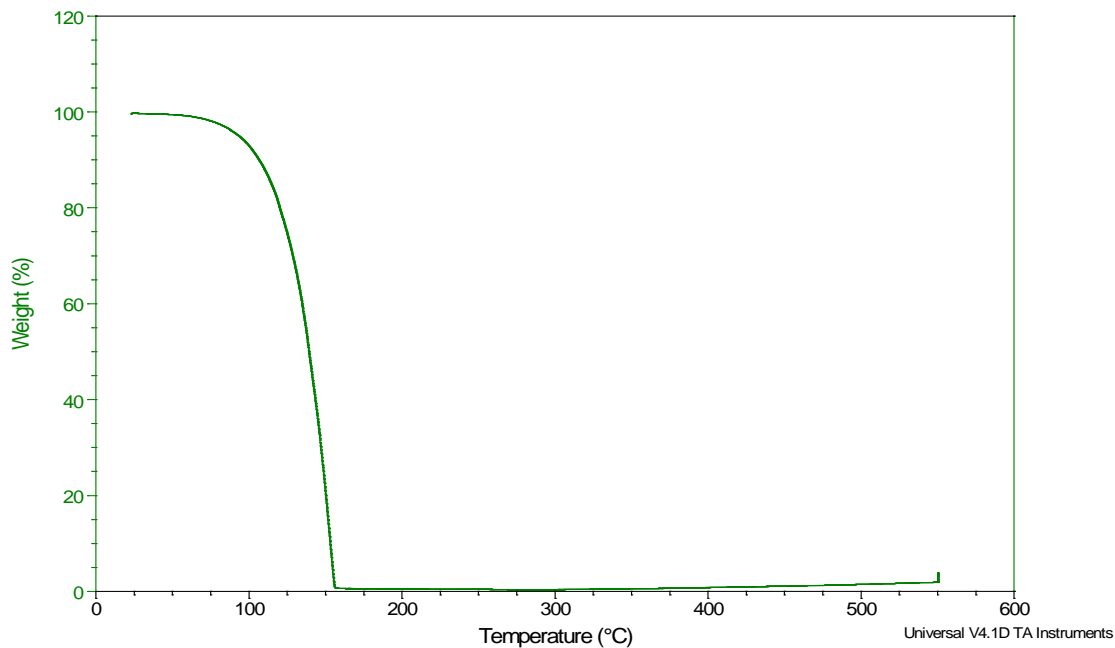


Figur 5.1 TGA av Epon 828.

Sample: HY917\_parallel1  
Size: 2.1130 mg

TGA

File: Z:\sor\sor TGA 2\HY917\_parallel1.002  
Operator: sor  
Run Date: 03-Aug-2009 08:24  
Instrument: AutoTGA 2950HR V6.1A

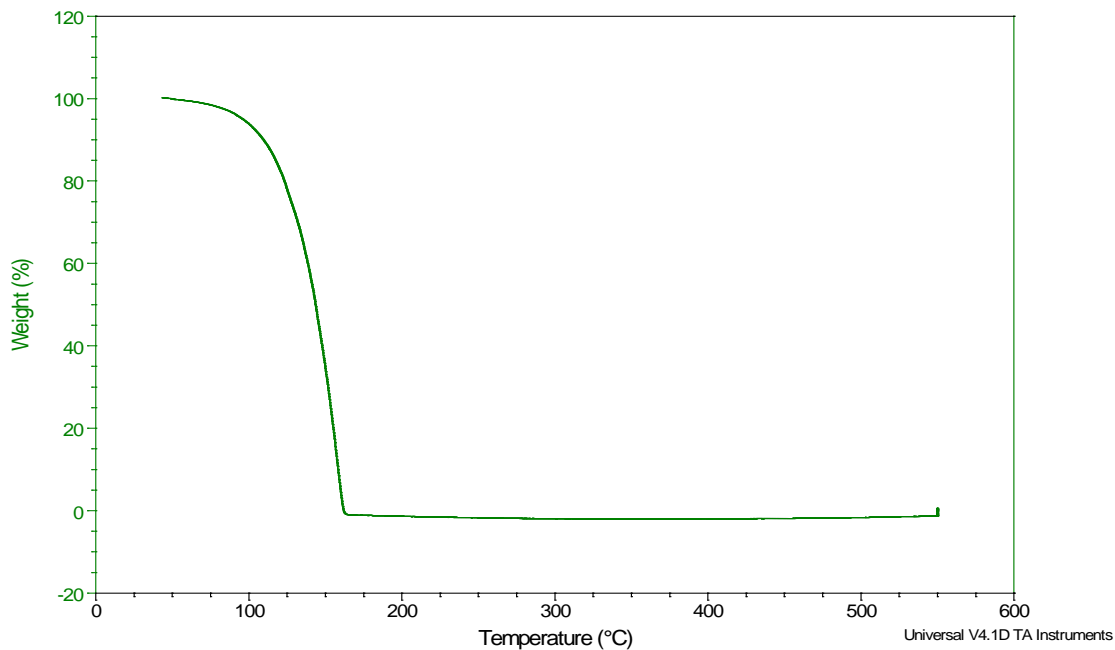


Figur 5.2 TGA av HY 917.

Sample: NMA\_parallel1  
Size: 2.0150 mg

TGA

File: Z:\sor\sor\_TGA\NMA\_parallel1.002  
Operator: sor  
Run Date: 03-Aug-2009 11:32  
Instrument: AutoTGA 2950HR V6.1A

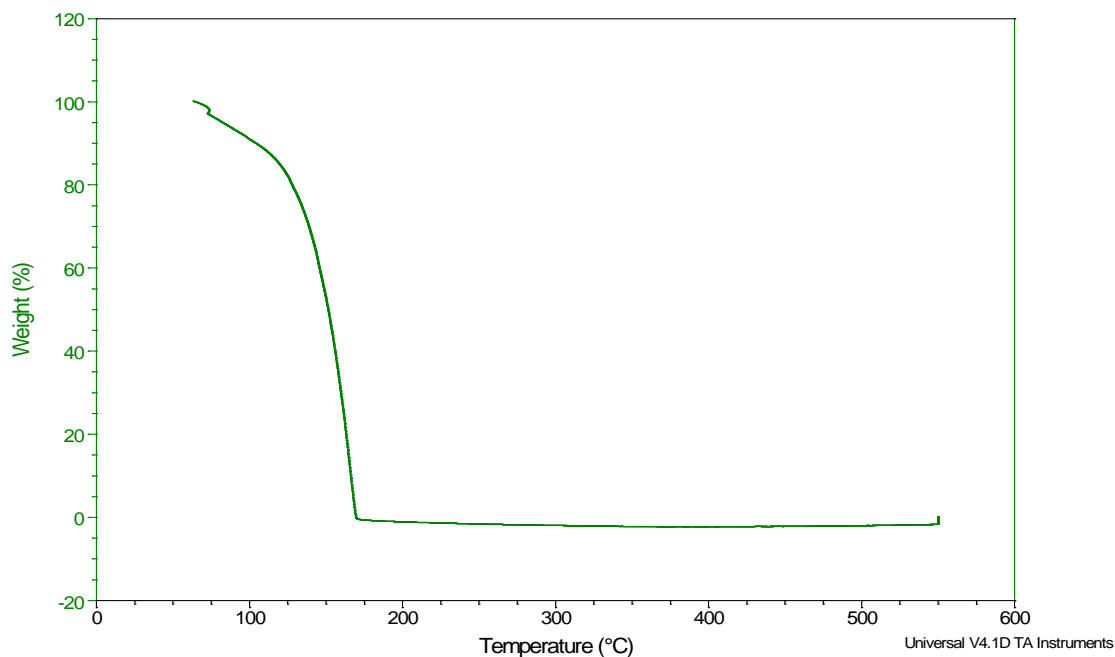


Figur 5.3 TGA av NMA.

Sample: XB3473\_ren\_parallell1  
Size: 1.9880 mg

TGA

File: Z:\sor\sor\_TGA\XB3473\_ren\_parallell1.001  
Operator: sor  
Run Date: 31-Jul-2009 14:52  
Instrument: AutoTGA 2950HR V6.1A

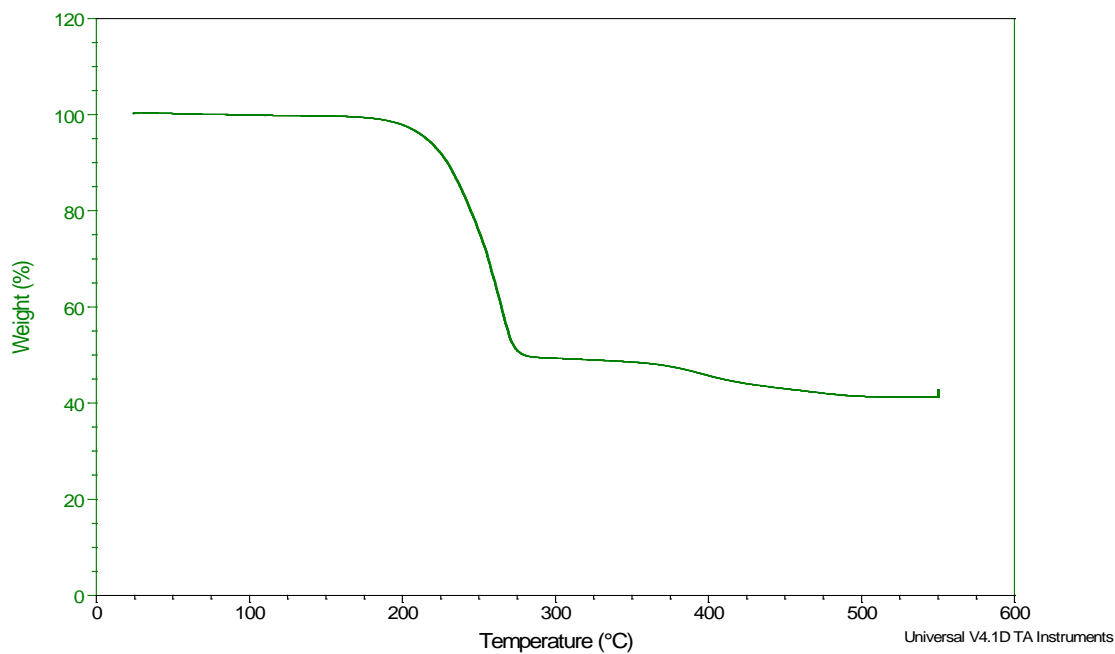


Figur 5.4 TGA av XB 3473.

Sample: nanopoxF400\_parallell2  
Size: 1.9570 mg

TGA

File: Z:\nanopoxF400\_parallell2.001  
Operator: sor  
Run Date: 10-Aug-2009 07:44  
Instrument: AutoTGA 2950HR V6.1A



Figur 5.5 TGA av Nanopox F400.

I Tabell 5.1 er restmaterialet, i vektprosent, på slutten av analysen for de forskjellige kjemikaliene angitt. Verdiene er hentet fra en temperatur på omtrent 540°C. Enkelte av verdiene er mindre enn null, hvilket tyder på en viss feilmargin i målingene.

*Tabell 5.1 Vektprosent restmateriale av rene kjemikalier.*

Prøve	Parallell	Restmateriale (vektprosent)
Epon 828	1	0,3
	2	-0,5
HY 917	1	0,5
NMA	1	-1,3
XB 3473	1	-0,9
Nanopox F400	1	41,1
	2	41,3

Restmaterialet for Nanopox F400 på 41 vektprosent stemmer godt overens med det oppgitte innholdet av nanosilika som er 40 vektprosent.

## **5.2 Epon 828/HY 917**

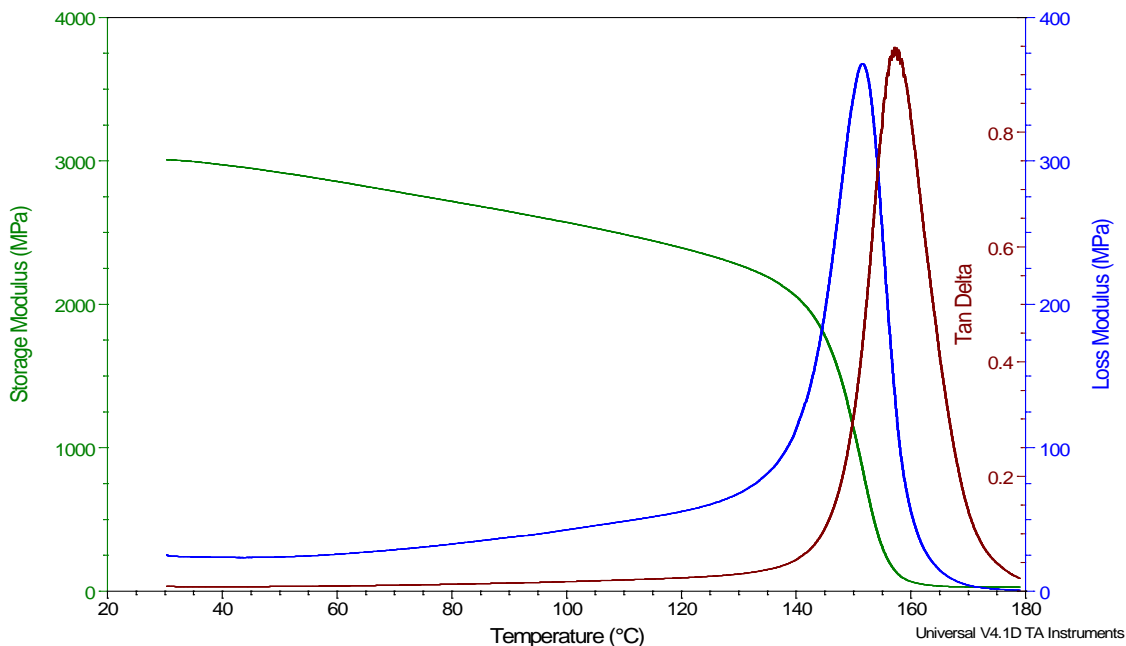
### **5.2.1 DMA**

DMA-kurver av polymeren Epon 828/HY 917 er vist i Figur 5.6. De målte  $T_g$ -verdiene og lagringsmodulen ved 50°C for to analyserte prøver er gitt i Tabell 5.2.  $T_g$ -verdien bestemt fra kurven for tapsmodulen var 160°C, mens verdien fra kurven for lagringsmodulen var 2962 MPa.

Sample: epoxy917\_11june09\_2grader\_pr\_min  
 Size: 50.0000 x 9.7400 x 3.3900 mm

DMA

File: ...epoxy917\_11june09\_2grader\_pr\_min.002  
 Operator: sor  
 Run Date: 24-Jun-2009 14:38  
 Instrument: 2980 DMA V1.7B



Figur 5.6 DMA av Epon 828/HY 917.

Tabell 5.2 Glasstransisjonstemperaturer og lagringsmodul for Epon 828/HY 917.

Parallell	Glasstransisjonstemperatur, $T_g$ (°C)			Lagringsmodul, $E'$ , ved 50°C (MPa)
	DMA $T_g$	$E''$	$\tan \delta$	
1	144	152	157	2919
2	147	155	163	3005

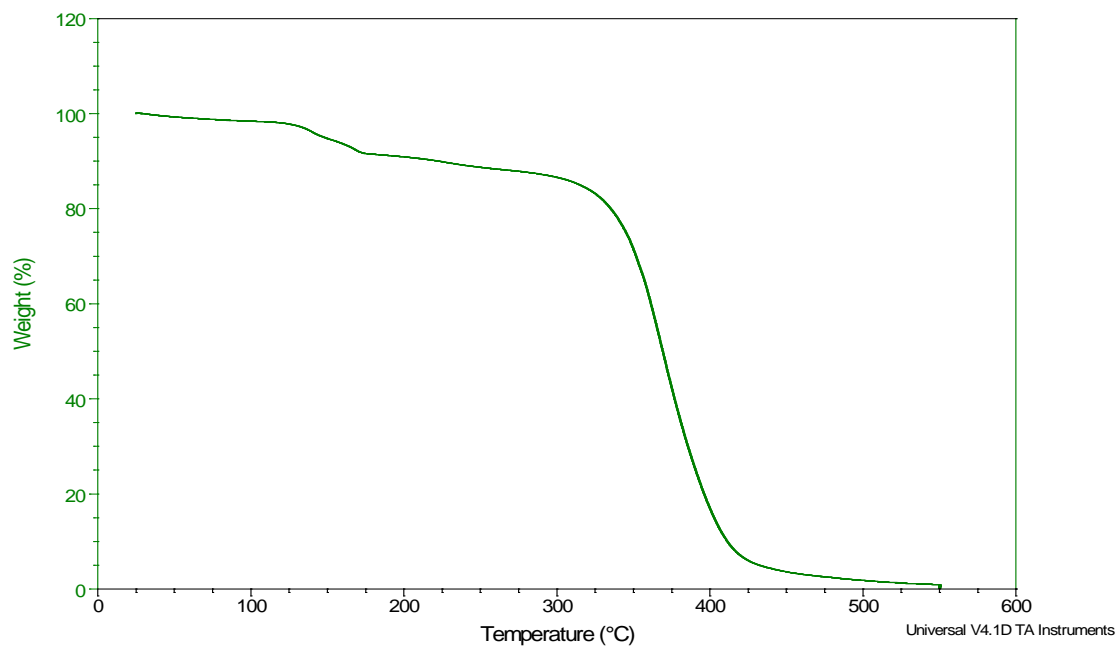
### 5.2.2 TGA

Resultatet fra TGA av polymeren Epon 828/HY 917 er vist i Figur 5.6. Det var tegn til dekomponering av polymeren allerede rundt 125°C, selv om det meste av dekomponeringen skjedde rundt 340°C. Mengde restmateriale i de to analyserte prøvene var 0,8 og 1,0 vektprosent.

Sample: epon828-HY917\_11june09\_parallel1  
Size: 2.1640 mg

TGA

File: ...epon828-HY917\_11june09\_parallel1.001  
Operator: sor  
Run Date: 16-Jul-2009 09:26  
Instrument: AutoTGA 2950HR V6.1A



Figur 5.7 TGA av Epon 828/HY 917.

### 5.3 Epon 828/NMA

#### 5.3.1 DMA

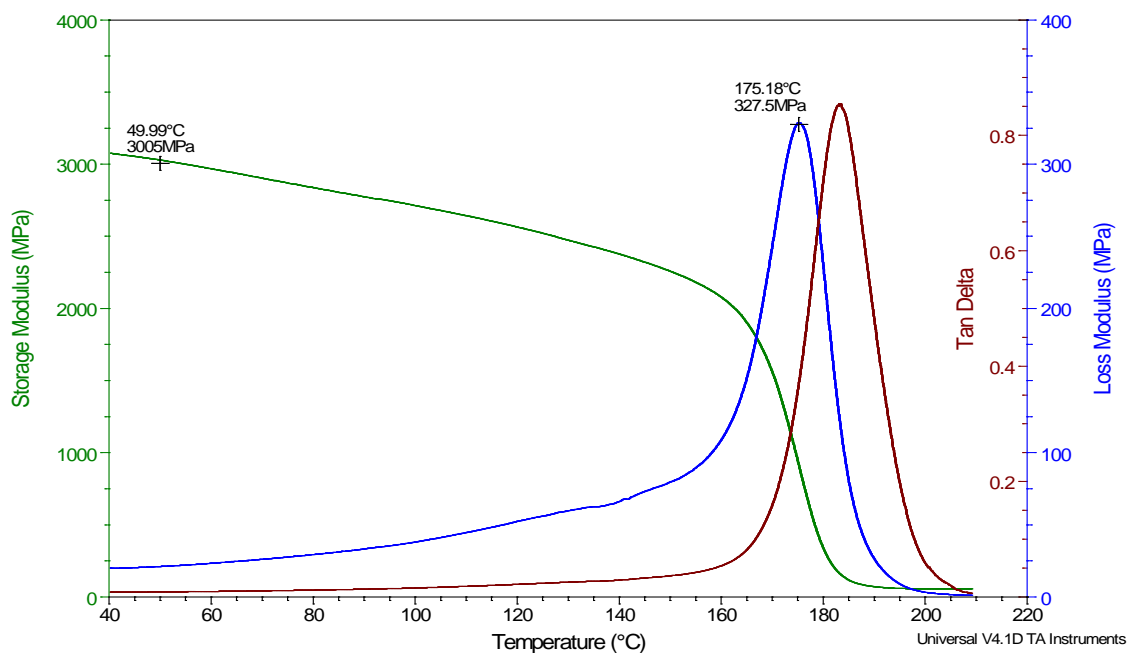
DMA-kurver av polymeren Epon 828/NMA er vist i Figur 5.8. De målte  $T_g$ -verdiene og lagringsmodulen ved 50°C for to analyserte prøver er gitt i Tabell 5.3.  $T_g$ -verdien bestemt fra kurven for tapsmodulen var 177°C, mens verdien fra kurven for lagringsmodulen var 2877 MPa.



Sample: Epon828NMA\_parallel2\_pri1  
 Size: 50.0000 x 9.7300 x 3.3500 mm

DMA

File: Z:\Epon828NMA\_parallel2\_pri1.001  
 Operator: sor  
 Run Date: 14-Jul-2009 15:35  
 Instrument: 2980 DMA V1.7B



Figur 5.8 DMA av Epon 828/NMA.

Tabell 5.3 Glasstransisjonstemperaturer og lagringsmodul for Epon 828/NMA.

Parallell	Glasstransisjonstemperatur, $T_g$ (°C)			Lagringsmodul, $E'$ , ved 50°C (MPa)
	DMA $T_g$	$E''$	$\tan \delta$	
1	171	178	186	2749
2	167	175	183	3005

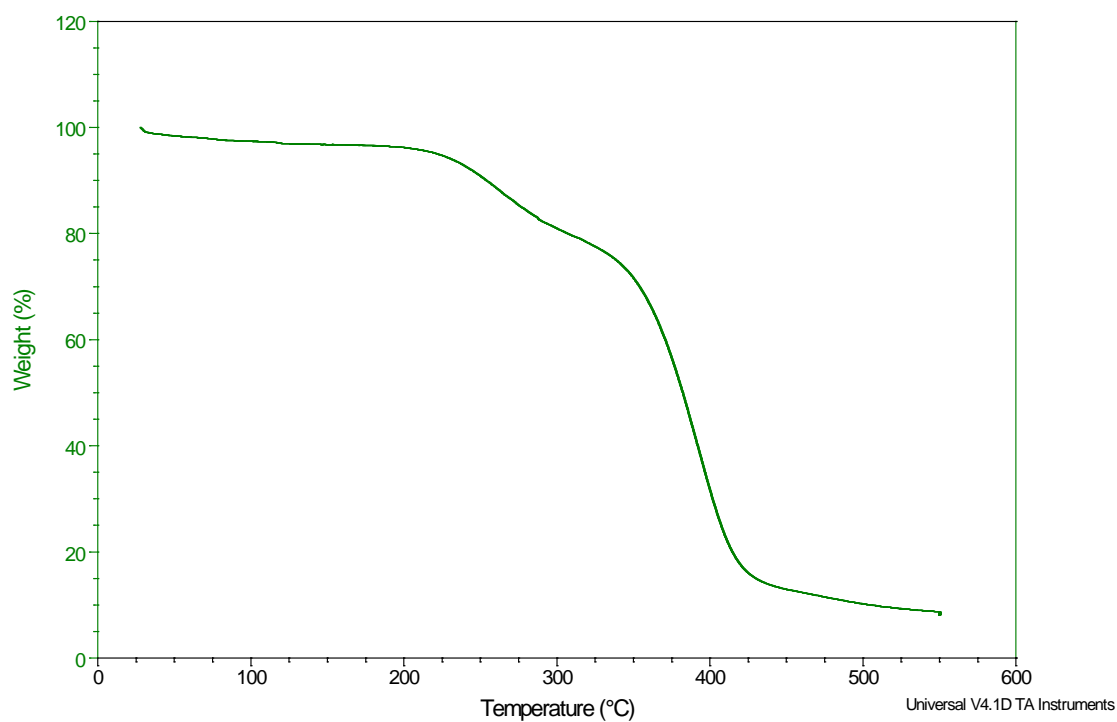
### 5.3.2 TGA

Resultatet fra TGA av polymeren Epon 828/NMA er vist i Figur 5.9. Den først dekomponeringen av epoksy polymeren i nitrogenatmosfære skjer ved en temperatur rundt 225°C. Ytterligere dekomponering finner sted rundt 360°C. Mengde restmateriale i de to analyserte prøvene var 8,8 og 14,0 vektprosent.

Sample: Epon828NMA\_pri1\_parallel2  
Size: 2.0250 mg

TGA

File: Z:\...Epon828NMA\_pri1\_parallel2.001  
Operator: sor  
Run Date: 15-Jul-2009 14:35  
Instrument: AutoTGA 2950HR V6.1A



Figur 5.9 TGA av Epon 828/NMA.

## 5.4 Epon 828/NMA tilsatt nanosilika

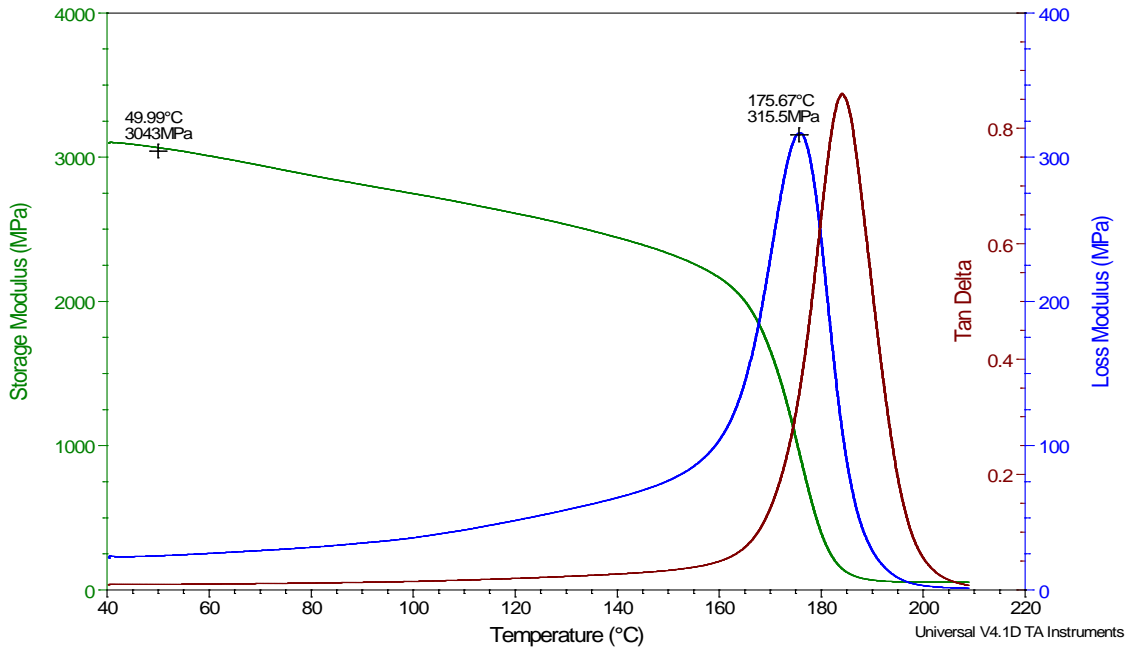
### 5.4.1 DMA

DMA-kurver av polymeren Epon 828/NMA, tilsatt ulike mengder partikler av nanosilika i form av Nanopox F400, er vist i Figur 5.10 til Figur 5.13.

Sample: Epon828NMA\_parallel12\_pri2  
Size: 50.0000 x 9.7300 x 3.9500 mm

DMA

File: Z:\Epon828NMA\_parallel12\_pri2.001  
Operator: sor  
Run Date: 14-Jul-2009 09:01  
Instrument: 2980 DMA V1.7B

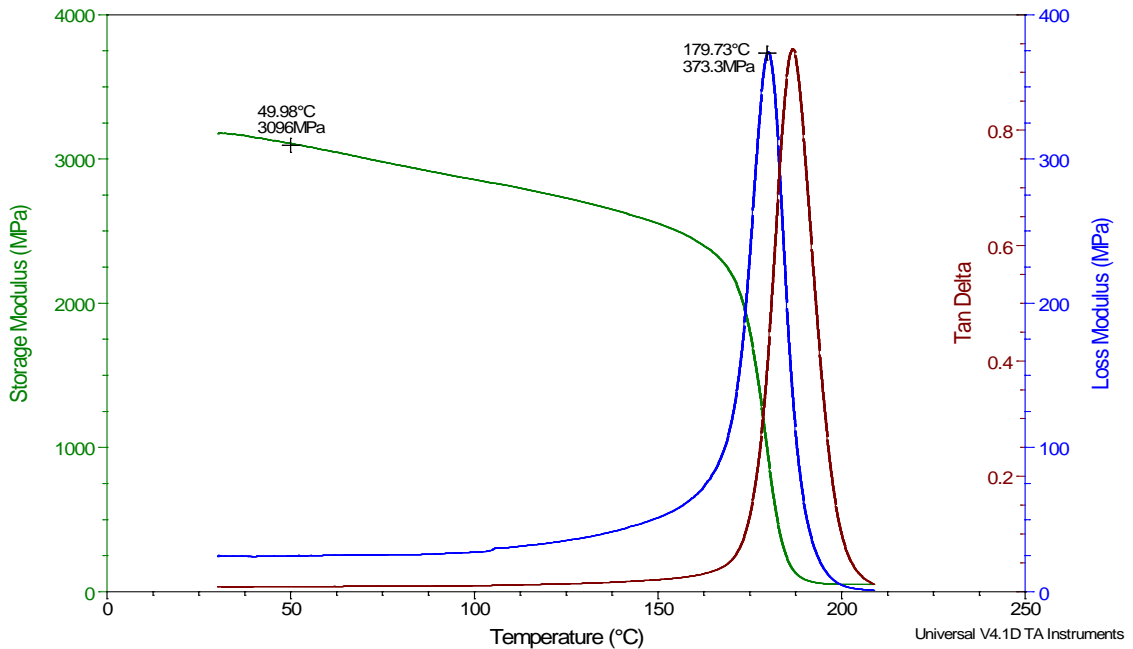


Figur 5.10 DMA av Epon 828/NMA tilsatt 2 volumprosent nanosilika.

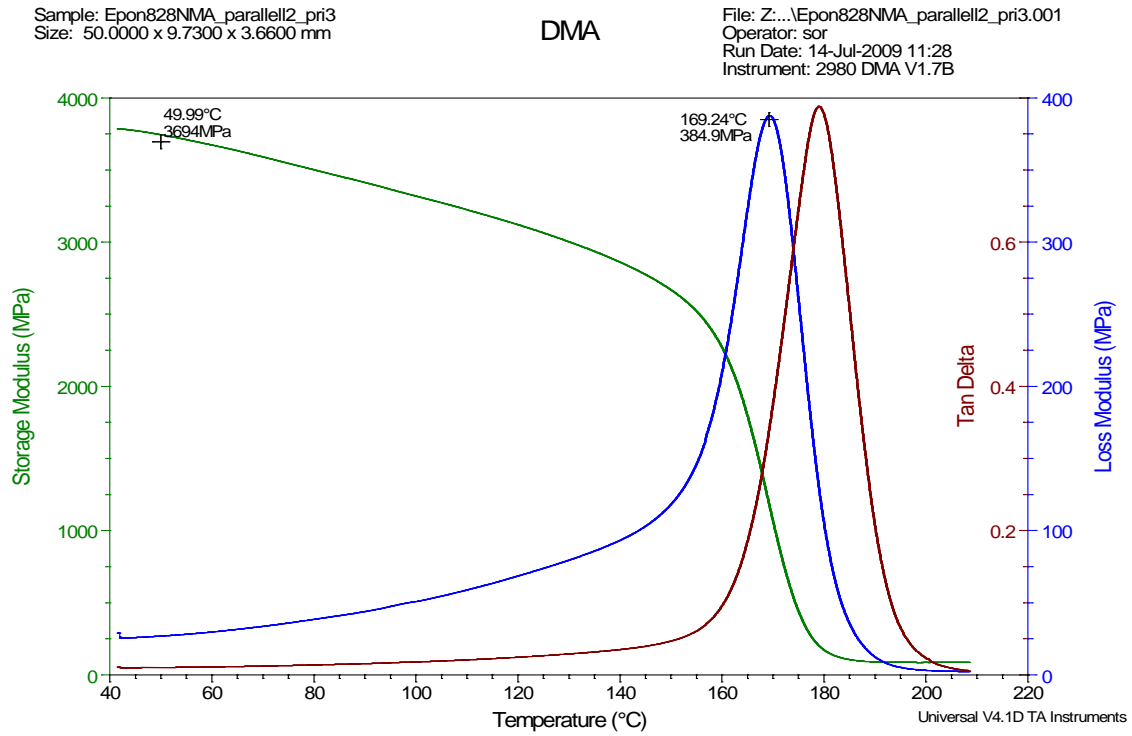
Sample: Epon828\_17june09\_2grader\_pr\_min  
Size: 50.0000 x 9.7300 x 3.9600 mm

DMA

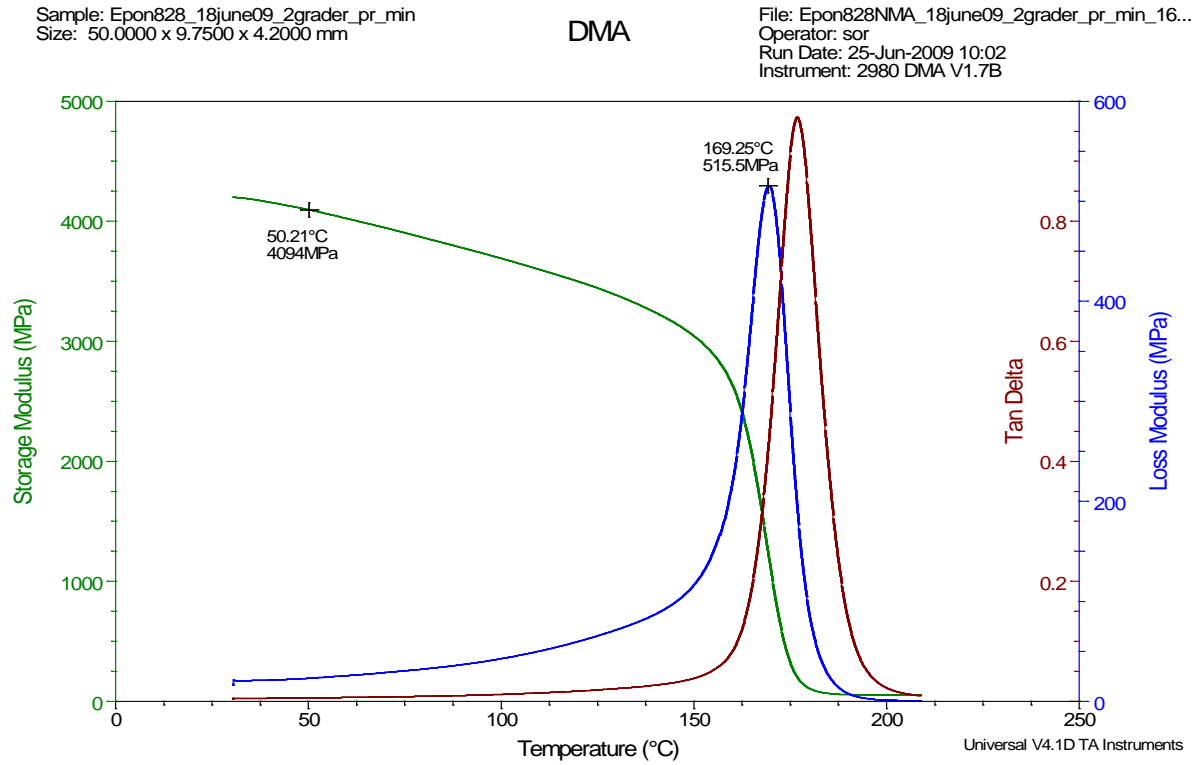
File: Epon828NMA\_18june09\_2grader\_pr\_min\_6vo..  
Operator: sor  
Run Date: 06-Jul-2009 09:02  
Instrument: 2980 DMA V1.7B



Figur 5.11 DMA av Epon 828/NMA tilsatt 6 volumprosent nanosilika.



Figur 5.12 DMA av Epon 828/NMA tilsatt 10 volumprosent nanosilika.

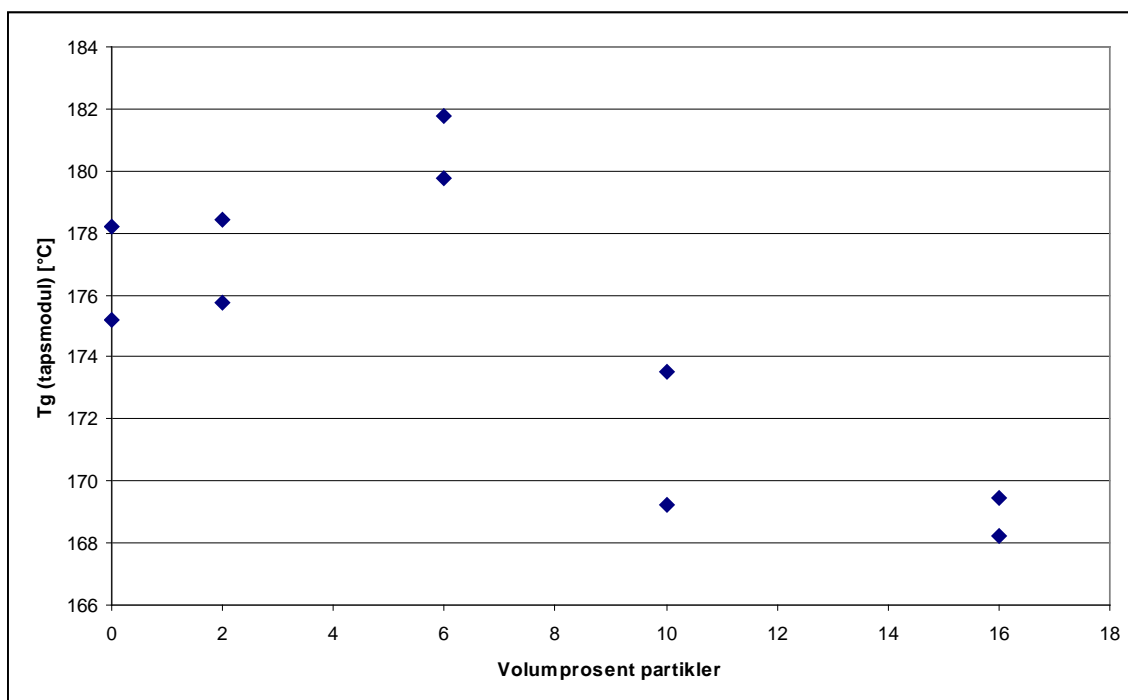


Figur 5.13 DMA av Epon 828/NMA tilsatt 16 volumprosent nanosilika.

En oppsummering av  $T_g$ -verdiene og lagringsmodulen ved 50°C for Epon 828/NMA tilsatt ulike mengder nanosilika er gitt i Tabell 5.4. Av tabellen fremgår det at alle de tre forskjellige  $T_g$ -verdiene synker med økende mengde partikler. Generelt er reduksjonen på omtrent 10°C fra den rene polymeren til polymeren med 16 volumprosent nanosilika. Som et eksempel reduseres  $T_g$ -verdien bestemt fra tapsmodulen fra 177 til 169°C. Denne reduksjonen er også illustrert i Figur , der  $T_g$ -verdien bestemt fra tapsmodulen er vist for to parallelle prøver av hver konsentrasjon av nanosilika.

Tabell 5.4 *Glasstransisjonstemperaturer og lagringsmodul for Epon 828/NMA tilsatt nanosilika.*

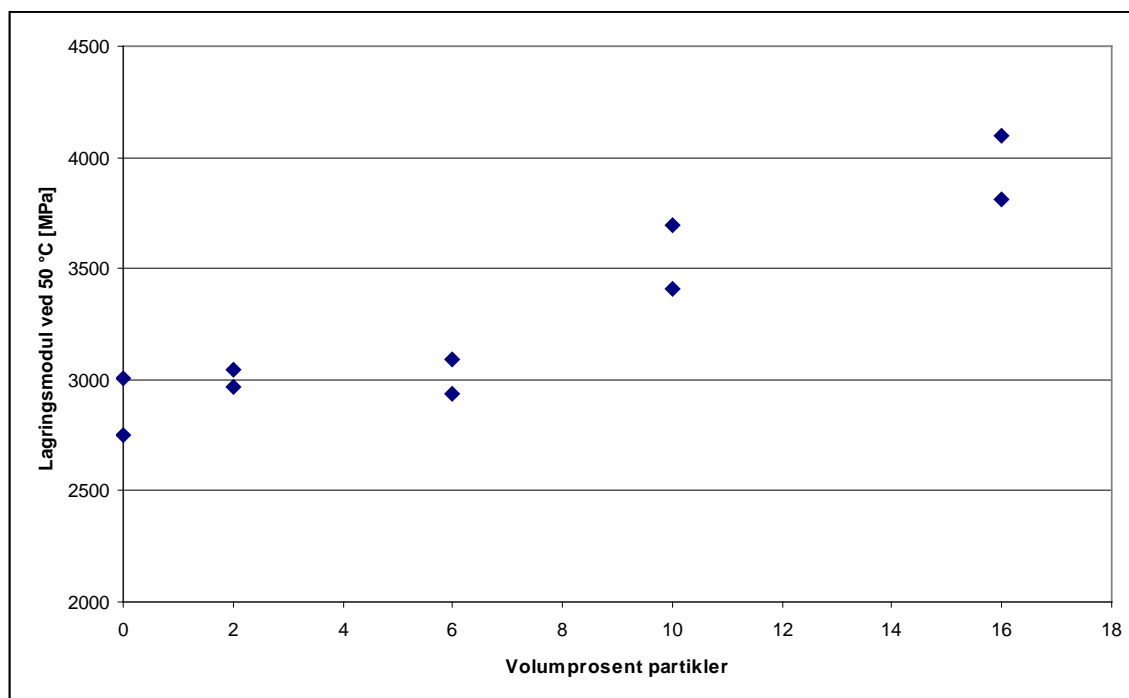
Mengde tilsatt nanosilika (volum- prosent)	Parallell	Glasstransisjonstemperatur, $T_g$ (°C)			Lagringsmodul, $E'$ , ved 50°C (MPa)
		DMA $T_g$	$E''$	$\tan \delta$	
0	1	171	178	186	2749
	2	167	175	183	3005
2	1	171	178	185	2971
	2	167	176	184	3043
6	1	176	182	188	2937
	2	172	180	187	3094
10	1	164	174	182	3410
	2	160	169	179	3694
16	1	160	169	177	4097
	2	159	168	177	3812



Figur 5.14 Glasstransisjonstemperatur for Epon 828/NMA tilsatt nanosilika. Verdiene av to parallelle prøver bestemt fra tapsmodulen,  $E''$ , er gitt.

Som man kan se i Tabell 5.4, økte verdien av lagringsmodulen målt ved 50°C med økende volumprosent partikler. Økningen fra den rene polymeren til polymeren med 16 volumprosent nanosilika var på 35-40%. Dette er illustrert i Figur , der verdien av lagringsmodulen ved 50°C er vist for to parallelle prøver av hver konsentrasjon av nanosilika.

Det er tildels stor spredning i resultatene for lagringsmodulen. Dette kan være som en følge av at amplituden som ble benyttet under forsøkene var 20  $\mu\text{m}$ . Se ytterligere kommentarer angående dette i Kapittel 4.1 (faktaboks).



Figur 5.15 Lagringsmodul,  $E'$ , for Epon 828/NMA tilsatt nanosilika. Verdiene av to parallelle prøver lest av ved 50°C er gitt.

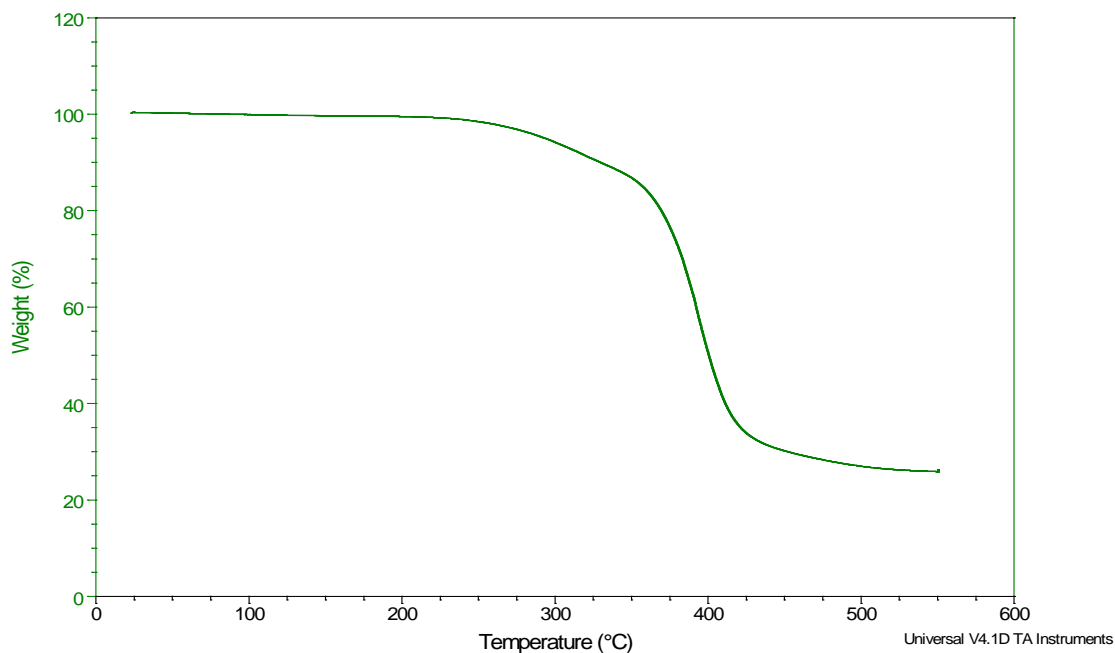
#### 5.4.2 TGA

Resultatene fra TGA av polymeren Epon 828/NMA tilsatt partikler av nanosilika, i form av Nanopox F400, er vist i Figur 5.16 til Figur 5.19. Som for den rene polymeren starter dekomponeringen av prøvene i nitrogenatmosfære ved en temperatur mellom 200 og 250°C. Det er imidlertid tegn til at dekomponeringen blir redusert, eller forskjøvet til en høyere temperatur, ved den høyeste konsentrasjonen av nanosilika.

Sample: Epon828NMA\_17june09\_pri2\_parall1  
Size: 2.0670 mg

TGA

File: Epon828NMA\_17june09\_pri2\_parallel1.001  
Operator: sor  
Run Date: 28-Jul-2009 08:20  
Instrument: AutoTGA 2950HR V6.1A

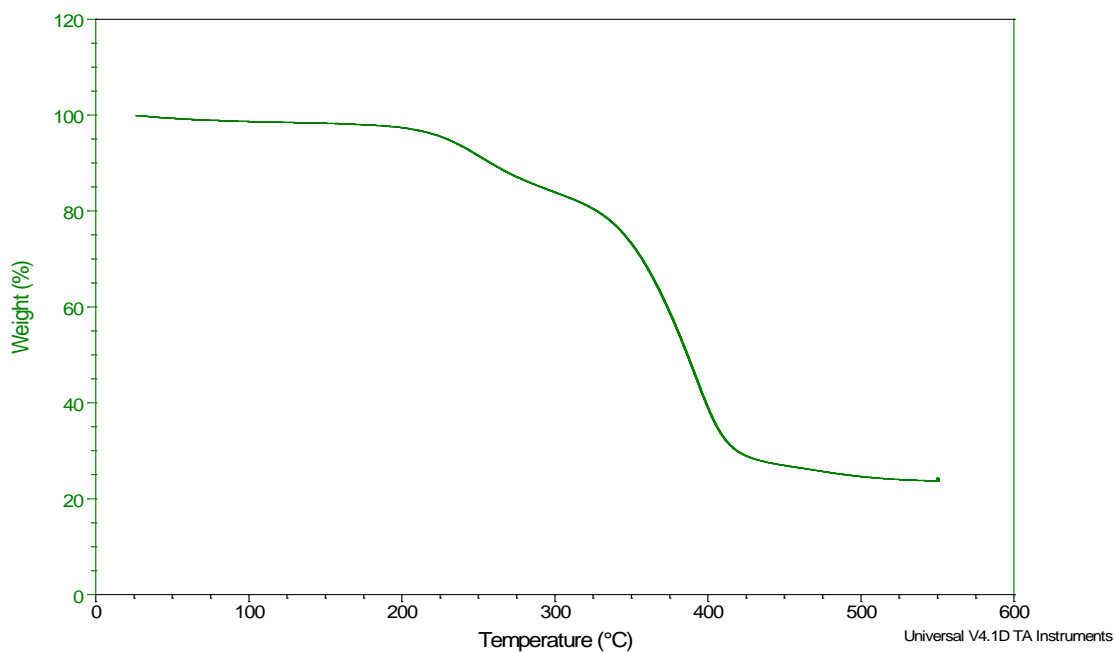


Figur 5.16 TGA av Epon 828/NMA tilsatt 2 volumprosent nanosilika.

Sample: Epon828NMA\_18june09\_pri5\_parall1  
Size: 2.1010 mg

TGA

File: Epon828NMA\_18june09\_pri5\_parallel1.001  
Operator: sor  
Run Date: 27-Jul-2009 12:56  
Instrument: AutoTGA 2950HR V6.1A



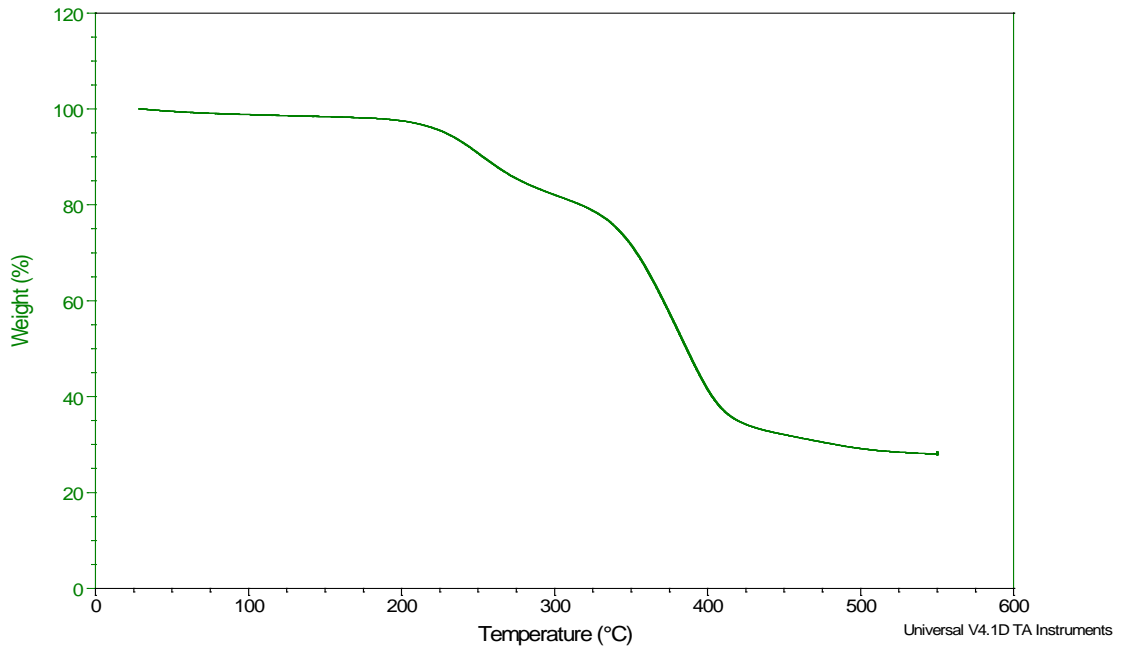
Figur 5.17 TGA av Epon 828/NMA tilsatt 6 volumprosent nanosilika.



Sample: Epon828NMA\_17june09\_pri3\_parall1  
Size: 1.9790 mg

TGA

File: Epon828NMA\_17june09\_pri3\_parallel1.001  
Operator: sor  
Run Date: 28-Jul-2009 11:47  
Instrument: AutoTGA 2950HR V6.1A

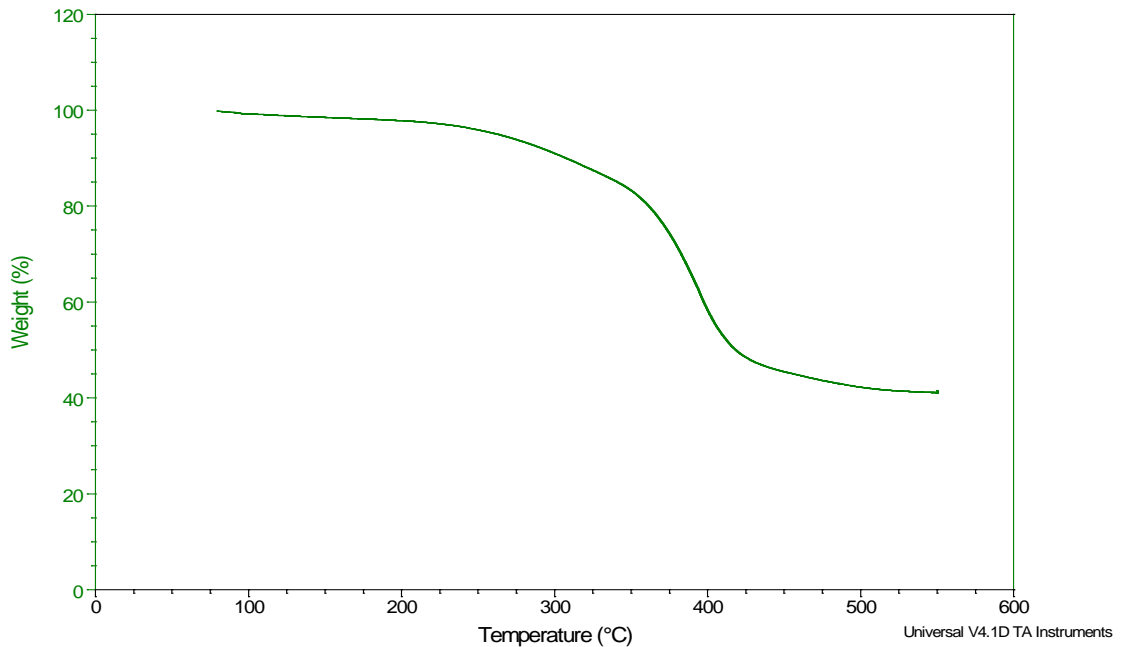


Figur 5.18 TGA av Epon 828/NMA tilsatt 10 volumprosent nanosilika.

Sample: Epon828NMA\_18june09\_pri4\_parall1  
Size: 1.8250 mg

TGA

File: Epon828NMA\_18june09\_pri4\_parallel1.001  
Operator: sor  
Run Date: 28-Jul-2009 14:46  
Instrument: AutoTGA 2950HR V6.1A

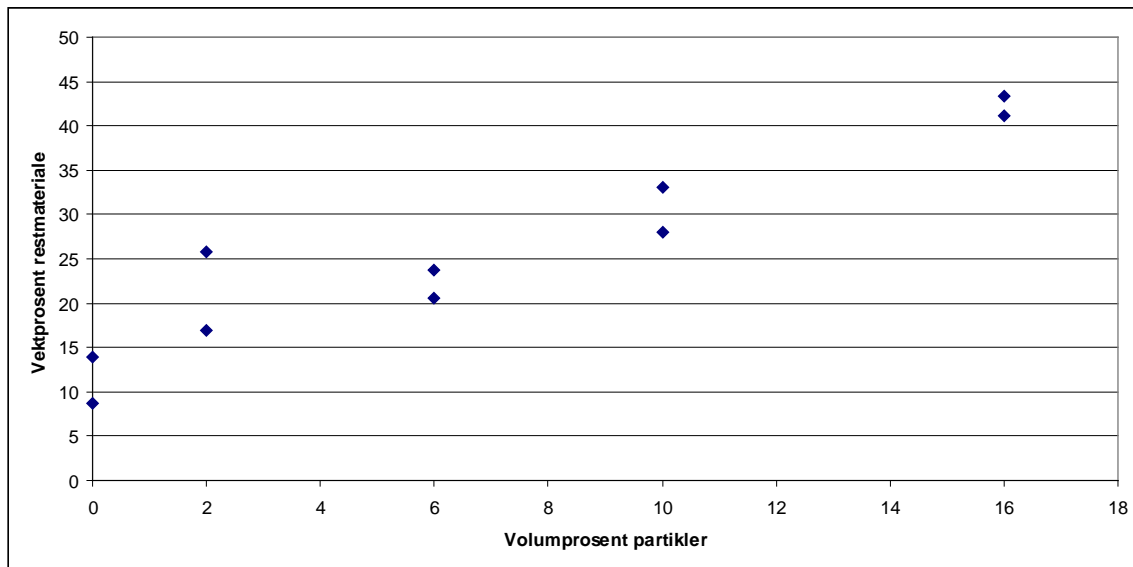


Figur 5.19 TGA av Epon 828/NMA tilsatt 16 volumprosent nanosilika.

Mengde restmateriale er gitt i Tabell 5.5. Man kan se at mengde restmateriale øker med økende andel nanosilika. Dette viser at maksimumstemperaturen i analysene ikke er høy nok til at nanopartiklene degraderes. Dette er også illustrert i Figur 5.20.

Tabell 5.5 Restmateriale av Epon 828/NMA tilsatt nanosilika.

Mengde tilsatt nanosilika (volumprosent)	Parallell	Restmateriale (vektprosent)
0	1	14,0
	2	8,8
2	1	25,9
	2	16,9
6	1	23,7
	2	20,6
10	1	28,1
	2	33,1
16	1	41,1
	2	43,3

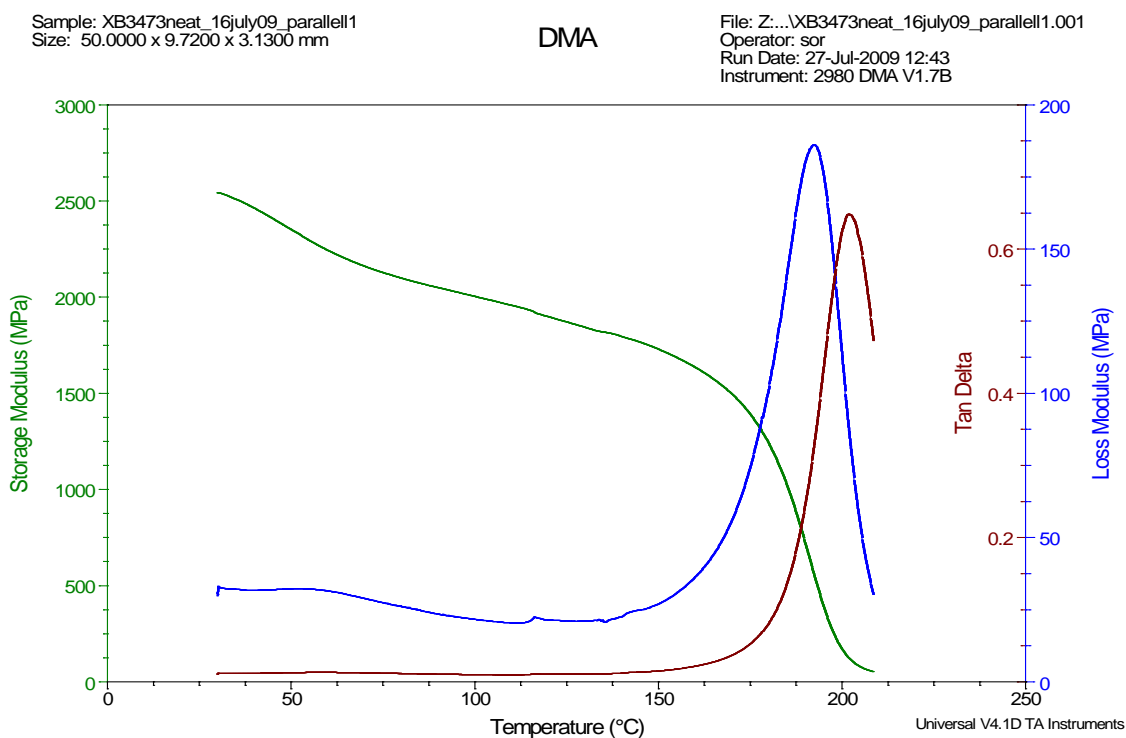


Figur 5.20 Restmateriale av Epon 828/NMA tilsatt nanosilika.

## 5.5 Epon 828/XB 3473

### 5.5.1 DMA

DMA-kurver av polymeren Epon 828/XB 3473 er vist i Figur 5.21. De målte  $T_g$ -verdiene og lagringsmodulen ved 50°C for to analyserte prøver er gitt i Tabell 5.6.  $T_g$ -verdien bestemt fra kurven for tapsmodulen var 193°C, mens verdien fra kurven for lagringsmodulen var 2106 MPa. Lagringsmodulen er betydelig lavere sammenliknet med de to andre polymerene som ble undersøkt.



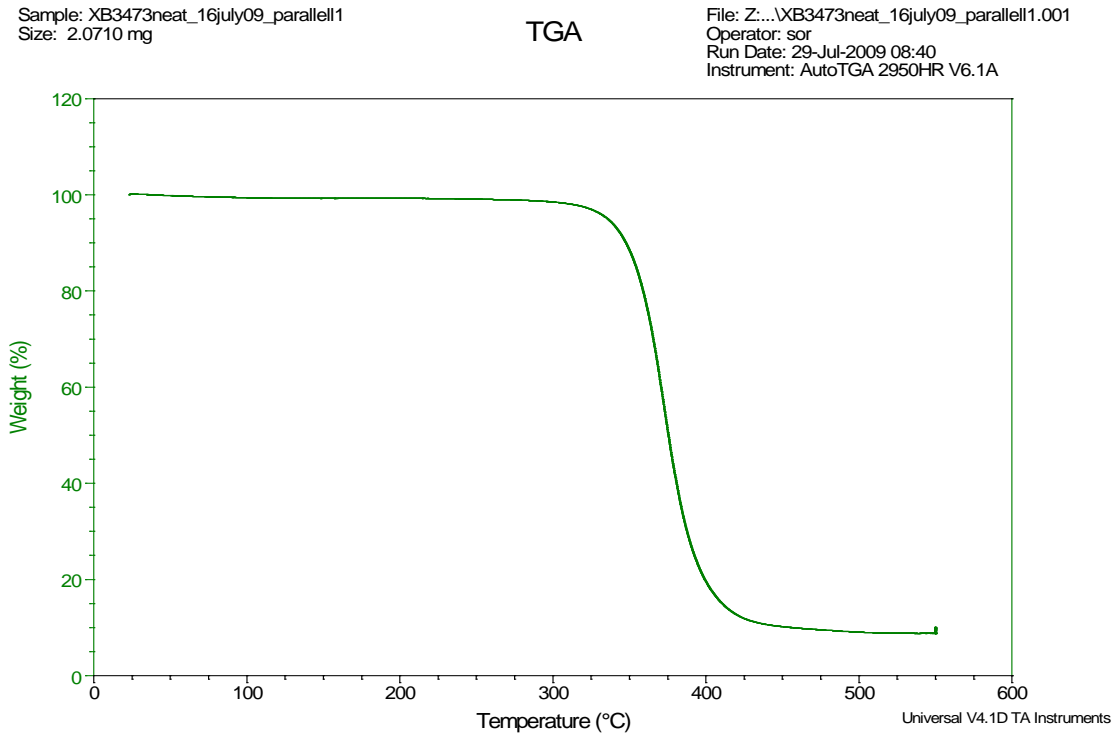
Figur 5.21 DMA av Epon 828/XB 3473.

Tabell 5.6 Glasstransisjonstemperaturer og lagringsmodul for Epon 828/XB 3473.

Parallell	Glasstransisjonstemperatur, $T_g$ (°C)			Lagringsmodul, $E'$ , ved 50°C (MPa)
	DMA $T_g$	$E''$	$\tan \delta$	
1	177	192	202	2366
2	176	194	205	1845

## 5.5.2 TGA

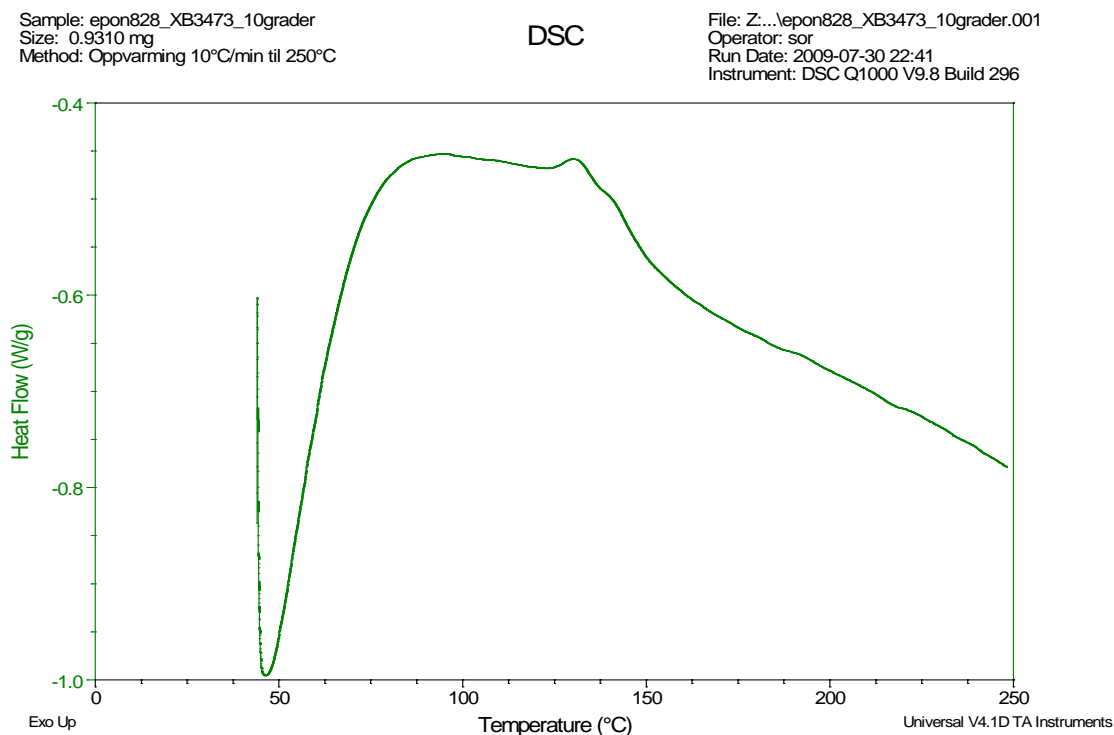
Resultatet fra TGA av polymeren Epon 828/XB 3473 er vist i Figur 5.22. Dekomponeringen av epoksy polymeren i nitrogenatmosfære finner først sted rundt 350°C. Dette er betydelig høyere enn for de to andre polymerene som er undersøkt. Mengde restmateriale i de to analyserte prøvene var henholdsvis 8,5 og 8,8 vektprosent.



Figur 5.22 TGA av Epon 828/XB 3473.

### 5.5.3 DSC

Resultatet av DSC-analysen av polymeren Epon 828/XB 3473 er vist i Figur 5.23.



Figur 5.23 DSC av Epon 828/XB 3473.

## 6 Sammenlikning av epoksy polymerene

Egenskapene til de tre ulike epoksy polymerene som ble undersøkt er for sammenlikningens skyld summert i Tabell 6.1. Grovt sett ser det ut til at det aminherdete systemet har de beste termiske egenskapene, mens de to anhydridherdete systemene har de beste mekaniske egenskapene.

Tabell 6.1 Sammenlikning av egenskapene til de ulike epoksy polymerene.

Polymer	Type herder	DMA		TGA		
		T <sub>g</sub> fra E'' (°C)	E' ved 50°C (MPa)	Første dekomponering (°C)	Videre dekomponering (°C)	Restmateriale (vektprosent)
Epon 828/HY 917	Anhydrid	160	2962	125	340	0,9
Epon 828/NMA	Anhydrid	177	2877	225	360	11,4
Epon 828/XB 3473	Amin	193	2106	350		8,7

## 7 Konklusjon og videre arbeid

Den utførte studien har hatt et relativt begrenset omfang, men noen hovedkonklusjoner kan likevel trekkes frem:

- En standard epoksyresin (Epon 828, DGEBA) ble herdet med tre ulike herdere. To ulike anhydrider og et amin ble benyttet. Det ene anhydridet er godt egnet for våtvikling av fiberarmerte kompositter (HY 917, MTHPA), mens det andre har gode ablativ egenskaper (NMA). Aminherderen (XB 3473) er en blanding av to ulike aminer, og er godt egnet for våtvikling.
- Polymeren Epon 828/XB 3473 ga de høyeste T<sub>g</sub>-verdiene av de tre undersøkte polymerene. Dette var også den polymeren som ga den beste termiske stabiliteten ved analyse med TGA. Polymeren Epon 828/NMA ga imidlertid et noe høyere restmateriale enn Epon 828/XB 3473.
- Polymeren Epon 828/XB 3473 ga en mye lavere lagringsmodul enn de anhydridherdede polymerene.
- Polymeren Epon 828/NMA ble tilsatt nanosilika (Nanopox F400). Dette førte til en viss reduksjon av T<sub>g</sub>, men samtidig en klar økning i lagringsmodulen, det vil si stivheten, med økende konsentrasjon av nanosilika. Det er også antydninger til at dekomponeringen av polymeren blir noe forskjøvet mot høyere temperatur med økende konsentrasjon av nanosilika. Mengde restmateriale økte med økende innhold av nanosilika.

Som en videreføring av dette arbeidet kan det være interessant å se nærmere på polymeren Epon 828/XB 3473. Denne har gode termiske egenskaper, men en lavere stivhet sammenliknet med de to andre epoksy polymerene. Tilsats av nanosilika til Epon 828/NMA viste at stivheten økte med økende innhold av nanosilika. Det vil være interessant å undersøke om dette også er tilfelle for Epon 828/XB 3473. Det er mulig at man kan bedre de mekaniske egenskapene, uten at dette går på bekostning av de termiske egenskapene.

## Takk

Forfatterne ønsker å rette en takk til Torbjørn Olsen og Tomas Lunde Jensen for deres instruksjoner i bruk av analyseinstrumentene. Tom Thorvaldsen takkes også for å ha lest igjennom rapporten og for å ha kommet med innspill til forbedringer.