

## Nghiên cứu chế tạo và khảo sát một số tính chất cơ - nhiệt của vật liệu compozit trên cơ sở nhựa phenolic/vải thủy tinh

Đoàn Văn Phúc<sup>1\*</sup>, Trần Xuân Tiến<sup>2</sup>, Nguyễn Tiến Mạnh<sup>1</sup>, Đỗ Quốc Mạnh<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Viện Hóa học - Vật liệu, Viện Khoa học và Công nghệ quân sự;

<sup>2</sup>Viện Tên lửa, Viện Khoa học và Công nghệ quân sự.

\*Email: doanphuc@mail.ru.

Nhận bài ngày 10/8/2021; Hoàn thiện ngày 05/11/2021; Chấp nhận đăng ngày 10/4/2022.

DOI: <https://doi.org/10.54939/1859-1043.j.mst.78.2022.126-131>

### TÓM TẮT

Bài báo trình bày một số kết quả nghiên cứu chế tạo và khảo sát độ bền cơ - nhiệt của vật liệu compozit trên cơ sở nhựa phenolformandehyt/vải thủy tinh định hướng làm lớp bảo vệ nhiệt (BVN) cho đáy động cơ hành trình tên lửa B72. Vật liệu compozit được chế tạo từ nhựa phenolformandehyt họ novolac biến tính và vải thủy tinh chịu nhiệt T-11 (LB Nga) có nhiệt dung riêng  $C_p = 1,791 \text{ J/(g}\cdot\text{K)}$ , độ bền kéo  $\sigma_k = 109,91 \text{ MPa}$ ; mô đun đàn hồi  $E = 11,96 \text{ GPa}$ ; độ bền uốn  $\sigma_u = 148,49 \text{ MPa}$  và mô đun uốn  $G = 22,68 \text{ GPa}$ . Kết quả thử nghiệm khả năng BVN thông qua ngọn lửa đèn ôxy - axetylen ở  $2100^\circ\text{C}$  cho thấy vật liệu compozit này có thể sử dụng làm lớp BVN cho đáy động cơ hành trình tên lửa B72.

**Từ khóa:** Tên lửa B72; AГ-4B; Vật liệu bảo vệ nhiệt.

### 1. MỞ ĐẦU

Tên lửa chống tăng B72 sử dụng động cơ nhiên liệu rắn (NLR), với thời gian cháy của thuốc phóng trong động cơ hành trình là khoảng 27 s. Khi phóng, nhiệt độ trong động cơ hành trình đạt khoảng 2500-3000 K cùng với áp suất khí khoảng  $170 \text{ kgf/cm}^2$  và tổng xung là 1895 N.s [1]. Tại đáy động cơ hành trình, do vị trí gần cửa ra loa phụt, nhiệt độ và áp suất còn lớn hơn so với các vị trí khác của động cơ. Do đó, cần phải có một lớp vật liệu BVN nằm ở mặt trong của đáy động cơ hành trình. Lớp vật liệu này có tác dụng giữ cho phần vỏ động cơ không đạt đến nhiệt độ tới hạn trong suốt quá trình tên lửa hoạt động. Theo kết quả khảo sát được công bố trong công trình [2] nhóm tác giả đã xác định được lớp BVN cho đáy động cơ hành trình tên lửa B72 thuộc họ vật liệu AГ-4B (FOCT 20437-89), hoạt động theo cơ chế tải mòn [2, 3] và được chế tạo trên cơ sở nhựa phenolformandehyt (PF) biến tính, gia cường bằng sợi thủy tinh R dạng rối, hàm lượng nhựa từ 38÷47% tổng khối lượng. Bài báo này tập trung giới thiệu kết quả nghiên cứu chế tạo và khảo sát một số tính chất cơ - nhiệt của vật liệu compozit trên cơ sở nhựa phenolic/vải thủy tinh định hướng làm lớp BVN cho đáy động cơ hành trình tên lửa B72.

### 2. THỰC NGHIỆM

#### 2.1. Nguyên liệu và hóa chất

- Phenol, PA, Trung Quốc;
- Focmaldehyt, PA, Trung Quốc;
- Axit HCl, PA, Trung Quốc;
- Etanol, PA, Việt Nam;
- Hexametyltetramin, PA, Trung Quốc;
- Alinin, P, Trung Quốc;
- Canxi stearat, P, Trung Quốc;
- PVB mác B30T, Merck;
- Vải thủy tinh mác T-11, Liên bang Nga.

## **2.2. Phương pháp nghiên cứu**

### **2.2.1. Phương pháp kính hiển vi điện tử quét (SEM)**

Khảo sát cấu trúc hình thái học bề mặt sợi thủy tinh, thực hiện trên máy JEM1010 (JEOL, Nhật Bản).

### **2.2.2. Phương pháp phân tích nhiệt (TGA)**

Xác định độ bền nhiệt của nhựa nền sau khi đóng rắn, tốc độ gia nhiệt 10°C/ phút, môi trường không khí, thực hiện trên máy NETZSCH TG 209F1 Libra TGA209F1D-0271-L.

### **2.2.3. Phương pháp phân tích nhiệt lượng vi sai quét (DSC)**

Xác định nhiệt dung riêng  $C_p$  và một số tính chất nhiệt của mẫu composit, thực hiện trên máy NETZSCH DSC 204F1 Phoenix 240-12-0416-L.

### **2.2.4. Phương pháp xác định tính năng cơ - lý - nhiệt của vật liệu**

- Khối lượng riêng được xác định theo TCVN 3976:1991.
- Độ bền kéo được xác định theo tiêu chuẩn ISO 527-2012 trên máy đo GOTECH AL-7000-M (Đài Loan), tốc độ kéo 5mm/phút.
- Độ bền uốn được xác định theo tiêu chuẩn ISO 178:2001 (E) trên máy đo GOTECH AL-7000-M (Đài Loan), tốc độ uốn 5mm/phút.

### **2.2.5. Phương pháp đánh giá khả năng BVN của vật liệu**

Xác định khả năng bền sốc nhiệt của vật liệu composit sau chế tạo dưới tác động trực tiếp của ngọn lửa đèn oxy-axetylen theo tiêu chuẩn ASTM E285-08 [4].

## **2.3. Thiết bị nghiên cứu, chế tạo**

- Máy khuấy cơ, máy khuấy từ có gia nhiệt IKA-RH, Đức;
- Máy ép thủy lực có gia nhiệt loại 15T, Carver, Mỹ;
- Bộ khuôn ép thủy lực, Việt Nam;
- Thiết bị đo nhiệt độ từ xa IR-AHS0, Việt Nam;
- Một số thiết bị khác: cân điện tử, phễu VZ-4, đồng hồ bấm giây, tủ sấy,...

## **2.4. Phương pháp chuẩn bị mẫu**

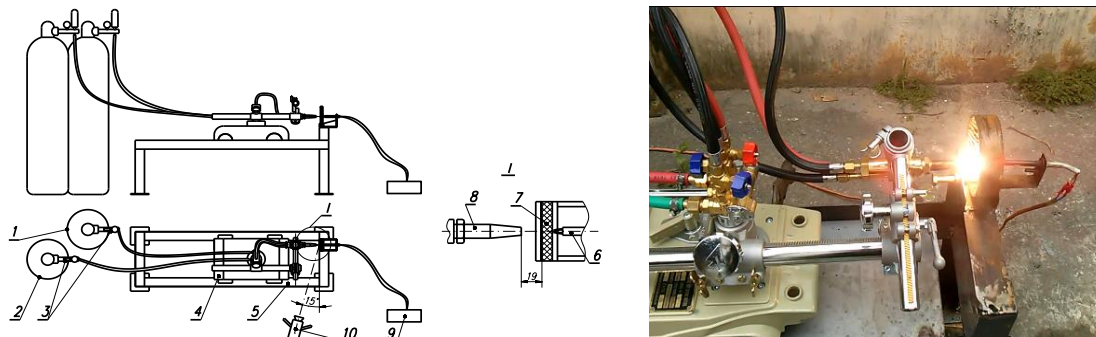
- **Chuẩn bị nhựa nền:** Nhựa PF dạng novolac sau khi tổng hợp theo quy trình [5-7] được bổ sung 10% hexametyltetramin và được hòa tan hoàn toàn trong cồn tuyệt đối, tỷ lệ nhựa/cồn = 1/1. Sau đó lần lượt bổ sung các thành phần còn lại: PVB, anilin và canxi stearat theo tỷ lệ lần lượt là 12,5%, 10% và 1% theo khối lượng nhựa novolac [8, 9]. Sử dụng máy khuấy cánh cứng, tốc độ 120÷150 vòng/phút, khuấy liên tục để bảo đảm thu được hỗn hợp nhựa nền đồng nhất.

- **Phối trộn nhựa nền và sợi thủy tinh:** Vải thủy tinh được làm sạch bằng axêton, sau đó được xử lý nhiệt ở 400 °C để tăng khả năng bám dính với nhựa nền. Để bảo đảm cho sợi thủy tinh thấm nhựa tốt, quá trình thấm hút nhựa nền vào sợi thủy tinh được tiến hành trong môi trường chân không, thời gian thấm hút khoảng 45 phút tại áp suất 10 mmHg. Kết thúc quá trình thấm hút, vải được để khô tự nhiên ở vị trí thoáng gió, sau đó, sấy kỹ cho bay hết dung môi ở nhiệt độ 60 °C.

- **Ép tạo hình và đóng rắn sản phẩm:** Thực hiện trên máy ép thủy lực ở 160 °C, áp suất 180 kgf/cm<sup>2</sup>, thời gian 2 giờ, sau đó tiếp tục sấy ở 160 °C trong 3 giờ và bảo quản mẫu trong bình hút ẩm 168 giờ rồi đem tiến hành khảo sát [3, 6, 7].

- **Thử nghiệm khả năng BVN trên ngọn lửa đèn oxy - axetylen:** Sơ đồ bố trí thiết bị đo đặc như trên hình 1. Áp suất khí được duy trì với  $P_{axetylen} = 7,8 \text{ atm}$ ;  $P_{oxy} = 8,4 \text{ atm}$ . Khoảng cách từ mẫu tới mỏ đốt là 19 mm. Cảm biến nhiệt để xác định nhiệt độ (6) được đặt ở mặt sau mẫu thử. Nhiệt độ đốt ngay tại mỏ đốt (8) được kiểm tra bằng máy đo nhiệt độ từ xa IR-AHS0 (10) với sai

số thiết bị 1%. Thời gian chịu nhiệt của mẫu thử được tính từ lúc bắt đầu đốt đến khi mẫu thử bị cháy thủng.



**Hình 1.** Sơ đồ bố trí thiết bị đo.

1. Bình khí ôxy; 2. Bình khí axetylen; 3. Lưu lượng kế; 4. Xe ga mỏ đốt; 5. Giá đỡ;  
6. Cảm biến nhiệt độ; 7. Mẫu thử; 8. Mỏ đốt; 9. Thiết bị thu thập xử lý số liệu;  
10. Máy đo nhiệt độ IR-AHS0.

### 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

#### 3.1. Kết quả nghiên cứu chế tạo nhựa nền trên cơ sở PF

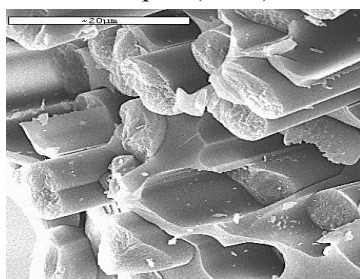
Nhựa nền chế tạo vật liệu compozit BVN phải đáp ứng tốt các yêu cầu: bền nhiệt, hàm lượng cốc hóa lớn khi phân hủy nhiệt. Từ các nghiên cứu [5-7], nhận thấy nhựa PF dạng novolac với tỷ lệ mol phenol/focmandehyt = 7/6 xúc tác HCl 37%, khối lượng sử dụng bằng 0,4% tổng khối lượng hỗn hợp có hàm lượng cốc hóa cao nhất nên phù hợp cho mục đích trên. Một số tính năng kỹ thuật của nhựa novolac đã tổng hợp tại Viện Hóa học – Vật liệu được trình bày ở bảng 1.

**Bảng 1.** Một số tính năng kỹ thuật của nhựa novolac.

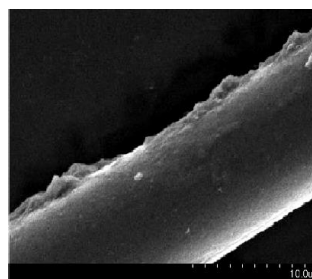
Tên chỉ tiêu kỹ thuật	Hàm lượng phenol tự do, %	Độ nhớt dung dịch nhựa/etanol = 1/1, giây*	Thời gian đóng rắn nhựa ở 160 °C, giây	Hàm lượng cốc hóa, %
Giá trị	5,2 – 5,8	110	93	65,7

\*Độ nhớt đo bằng phễu VZ-4 ở 30 °C

Để nâng cao khả năng BVN và tăng bám dính của nhựa lên sợi thủy tinh, tiến hành biến tính nhựa PF bằng anilin và nhựa PVB [8, 9]. Nhựa sau khi biến tính có độ nhớt là 135±7 giây. Khả năng bám dính và thấm ướt của nhựa nền vào sợi thủy tinh được đánh giá bằng phương pháp kính hiển vi điện tử quét (SEM).



**Hình 2.** Ảnh SEM mặt cắt ngang của vải thủy tinh T-11 đã tẩm nhựa nền.



**Hình 3.** Ảnh SEM bề mặt sợi vải thủy tinh sau khi kéo đứt khỏi bó sợi.

Quan sát ảnh SEM trên hình 2, có thể nhận thấy nhựa nền phủ kín gần như toàn bộ bề mặt của sợi gia cường; nhựa nền có cấu trúc khá đặc chắc, không bị xốp và ranh giới bề mặt sợi – nhựa chặt xít. Điều đó chứng tỏ khả năng thấm ướt tốt của nhựa nền với bề mặt sợi.

Kết quả chụp SEM trên hình 3 cho thấy cấu trúc hình thái học của bề mặt sợi vải thủy tinh có các vết nhựa kích thước khoảng  $0,1 \div 0,2 \mu\text{m}$  phân bố đều trên toàn bộ bề mặt. Điều này chứng tỏ sợi vải thủy tinh bám dính tốt với nhựa nền PF.

**3.2. Kết quả khảo sát độ bền cơ - nhiệt của vật liệu composit PF/ T-11**

Vải T-11 sau khi đã thấm nhựa nền được đem chế tạo các tấm composit phẳng (hình 4) và các đế BVN theo hình dáng, kích thước mẫu đế BVN của tên lửa B-72 do LB Nga sản xuất (hình 5).



**Hình 4.** Hình ảnh mẫu composit phẳng trên cơ sở PF/T-11.



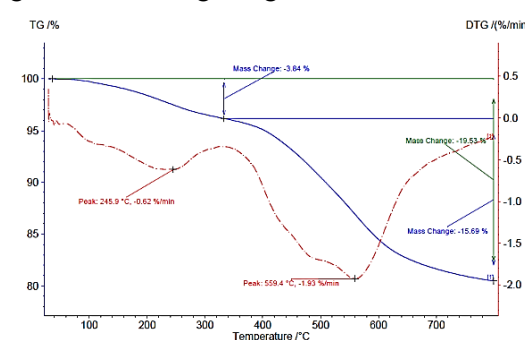
**Hình 5.** Hình ảnh đế BVN cho tên lửa B72 do nhóm nghiên cứu chế tạo.

Tiến hành khảo sát tính chất cơ lý và các tính chất nhiệt của mẫu composit chế tạo được. Kết quả khảo sát được chỉ ra ở bảng 2 và hình 6, hình 7.

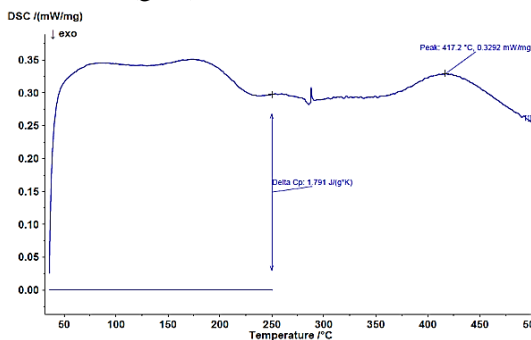
**Bảng 2.** Một số tính năng cơ lý của vật liệu composit PF biến tính/T-11.

Mẫu	Khối lượng riêng, g/cm <sup>3</sup>	Độ bền kéo, MPa	Mô đun đàn hồi kéo, GPa	Độ bền uốn, MPa	Mô đun đàn hồi uốn, GPa
1	1,82	107,45	12,47	144,51	22,88
2	1,80	112,37	11,62	147,53	22,74
3	1,79	109,91	11,79	153,42	22,43
AG-4B [2]	1,7÷1,9	-	-	≥127	≥22,4

Kết quả phân tích nhiệt (TGA, DSC) mẫu composit được trình bày trên hình 6 và hình 7. Dựa vào giản đồ phân tích nhiệt (hình 6) có thể nhận thấy độ tổn hao khối lượng cực đại của mẫu composit chế tạo được tại nhiệt độ 800 °C đạt 19,53%, tương đương với mẫu composit dùng làm lớp BVN cho máy bay vận tải quân sự tên lửa B72 mà LB Nga sử dụng [2]. Nhiệt dung riêng của mẫu composit được tính toán trên giản đồ DSC (hình 3.6) cho giá trị  $C_p = 1,791 \text{ J}/(\text{g} \cdot \text{K})$ , lớn hơn giá trị nhiệt dung riêng của mẫu vật liệu AG-4B là  $1,17 \text{ J}/(\text{g} \cdot \text{K})$  [2].



**Hình 6.** Giản đồ TGA mẫu vật liệu composit PF/T-11.



**Hình 7.** Giản đồ phân tích DSC mẫu vật liệu composit PF/T-11.

**3.3. Kết quả đánh giá khả năng BVN của vật liệu composit PF/T-11**

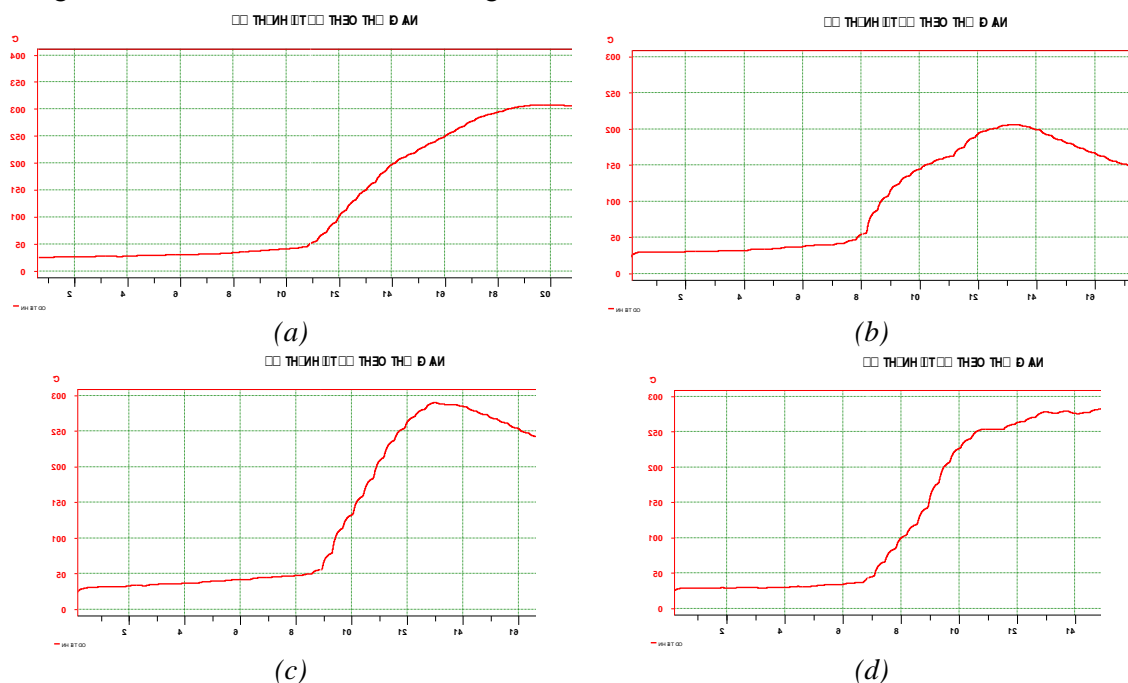
Kết quả đánh giá khả năng BVN của vật liệu composit PF/T-11 trên ngọn lửa đèn oxy –

axêtylen ở 2100 °C được trình bày trên bảng 3 và trên hình 9, trong đó mẫu 1÷3 là mẫu do nhóm nghiên cứu chế tạo, mẫu 4 là mẫu để BVN bóc ra từ tên lửa B72 do LB Nga sản xuất.

**Bảng 3.** Kết quả thử nghiệm mẫu composit PF/T-11 trên ngọn lửa đèn ôxy-axêtylen.

TT	Tên mẫu thử	Nhiệt độ ngọn lửa, °C	Thời gian từ khi ngọn lửa tác động vào mẫu đến khi mẫu bị thủng, s
1	Mẫu BVN chế tạo	2140	10,31
2	Mẫu BVN chế tạo	2134	7,90
3	Mẫu BVN chế tạo	2140	8,75
4	Mẫu BVN tên lửa B72 (LB Nga)	2127	6,68

Căn cứ vào dữ liệu trên bảng 3 và đồ thị thay đổi nhiệt độ theo thời gian trên hình 8, nhận thấy vật liệu composit với pha nền là nhựa PF biến tính, gia cường sợi thủy tinh T-11 do nhóm nghiên cứu chế tạo có tính năng BVN tương đương, thậm chí cao hơn so với mẫu để bảo vệ đáy động cơ hành trình tên lửa B72 do LB Nga sản xuất.



**Hình 8.** Đồ thị thay đổi nhiệt độ mặt sau vật liệu thử nghiệm theo thời gian: (a),( b), (c) – Mẫu BVN do nhóm nghiên cứu chế tạo; (d) – Mẫu BVN do LB Nga sản xuất.

### KẾT LUẬN

Qua nghiên cứu, chế tạo và khảo sát vật liệu composit trên cơ sở nhựa PF biến tính gia cường sợi thủy tinh T-11, định hướng sử dụng làm lớp BVN cho đáy động cơ hành trình tên lửa B72 nhóm nghiên cứu đi đến các kết luận như sau:

1. Nhựa nền trên cơ sở PF họ novolac biến tính bằng anilin và PVB có độ thấm ướt và độ bám dính tốt với sợi thủy tinh, có hàm lượng cốc hóa khi phân hủy nhiệt khoảng 65,7%, phù hợp cho chế tạo vật liệu composit bảo vệ nhiệt;
2. Vật liệu composit trên cơ sở nhựa PF biến tính / vải thủy tinh T-11 có nhiệt dung riêng  $C_p = 1,791 \text{ J/(g}\cdot\text{K)}$ , độ bền nhiệt và độ bền cơ lý vượt trội so với mẫu vật liệu AГ-4B theo GOST 20437-89.

3. Kết quả thử nghiệm đối chứng với mẫu đế BVN do LB Nga sản xuất trên ngọn lửa đèn ôxy – axetylen ở nhiệt độ 2100 °C cho thấy vật liệu compozit do nhóm nghiên cứu chế tạo có thể sử dụng làm lớp BVN cho đáy động cơ hành trình tên lửa B72.

*Bài báo này đã được báo cáo tại Hội thảo Quốc gia: Ứng dụng Công nghệ cao vào thực tiễn – 60 năm phát triển Viện KH-CN quân sự.*

#### **TÀI LIỆU THAM KHẢO**

- [1]. Управляемый снаряд 9М14М (9М14). *Техническое описание*. 1966.
- [2]. Trần Xuân Tiến, Đoàn Văn Phúc, Trần Ngọc Thanh. “Nghiên cứu xác định vật liệu chế tạo lớp bảo vệ nhiệt cho đáy động cơ hành trình tên lửa B72”. Tạp chí Cơ khí Việt Nam, (1+2), 2019.
- [3]. ГОСТ 20437-89. “Материал прессовочный АГ-4. Технические условия”.
- [4]. ASTM E285-08 Standard Test Method for Oxyacetylene Ablation Testing of Thermal Insulation Materials (Reapproved 2015).
- [5]. А. ф. Николаев, “Синтетические полимеры и пластические массы на их основе”, изд. , химия М. 1964.
- [6]. Г.С. Петров, А. Н. Левин, “Темореактивные смолы и пластические смолы”, Гос. научно - техн. изд. , М. 1959.
- [7]. ГОСТ 18694-80. “Смолы фенолоформальдегидные твёрдые”.
- [8]. Анилин // “Энциклопедический словарь Брокгауза и Ефрона : в 86 т”. (82 т. и 4 доп.). — СПб., 1890—1907.
- [9]. Дедюхин В.Г.б Ставров В.П. “Технология прессования и прочность изделий из стеклопластиков”. Издательство «Химия». Москва, 1968.

#### **ABSTRACT**

##### **Study on preparation and some thermal-mechanical characteristics of composite material based on phenolic/fiberglass**

*The article presents some results on preparing and determining the mechanical and thermal resistance of composite materials based on phenolic resin/fiberglass, oriented using for the heat-protective layer of the bottom of rocket engine B72. The research results show that the composites based on a modified phenolic resin and heat-resistant fiberglass T11 have higher specific heat and thermal and mechanical strength in comparison with the AG-4V material ГОСТ 20437-89. The test results of the heat-shielding ability through an oxygen-acetylene flame at 2100 °C showed that this material could be used as a heat-shielding layer for the bottom of rocket engine B72.*

**Keywords:** Rocket B72; AG-4V; Thermal protection.