



بررسی تجربی و ریاضی خواص مکانیکی و ریزساختار نانوکامپوزیت‌های PA6/NBR تقویت‌شده با نانوذرات کاربید سیلیسیم (SiC)

هادی سلیمانی¹، محمدرضا نخعی^{2*}، قاسم نادری³

1- دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه سمنان، سمنان
 2- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه شهید بهشتی، تهران
 3- استاد، مهندسی پلیمر، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران، تهران
 * تهران، صندوق پستی 16846-53571، m_nakhaei@sbu.ac.ir

اطلاعات مقاله

چکیده

در این مقاله، افزودن نانوذرات کاربید سیلیسیم (SiC) به وسیله فرایند اصطکاکی اغتشاشی (FSP) به ترکیب پلی‌آمید 6 (PA6) / لاستیک آکریلونیتریل بوتادین (NBR) انجام گرفت. بهینه‌سازی پارامترهای فرایندی سرعت دورانی بین (ω) و سرعت خطی شولدر (V) و پارامتر موادی مقدار نانوذره کاربید سیلیسیم (S) نیز در جهت دستیابی به پاسخ‌های مکانیکی بهینه استحکام کششی و تغییر طول در هنگام شکست از روش سطح پاسخ (RSM) استفاده شد. اعتبار سنجی نتایج مکانیکی با استفاده از مقایسه ریزساختار نمونه‌های نانوکامپوزیتی با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) انجام شد. با استفاده از مدل‌های ریاضی، نتایج نشان داد که استحکام کششی و تغییر طول در هنگام شکست با افزایش سرعت چرخش از 800 rpm به 1200 rpm در مقادیر ثابت کاربید سیلیسیم و سرعت خطی افزایش می‌یابد. علاوه، نتایج بهینه‌سازی اثبات کرد، با انتخاب مقادیر 1200 rpm، 20 mm/min، و 2.784 wt.% کاربید سیلیسیم به ترتیب به عنوان پارامترهای فرایندی و موادی، شرایط برای دستیابی به حداکثر مقدار استحکام کششی و تغییر طول در هنگام شکست به طور همزمان فراهم خواهد شد. با استفاده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مشاهده شد، تغییرات در خواص مکانیکی به تغییر اندازه فاز الاستومری NBR در ریزساختار نمونه‌های مختلف وابسته است.

دریافت: 1401/01/08

پذیرش: 1401/04/26

کلیدواژگان:

پلی‌آمید 6

لاستیک آکریلونیتریل بوتادین

کاربید سیلیسیم

فرایند اصطکاکی اغتشاشی

روش سطح پاسخ

Experimental and mathematical investigation of mechanical and microstructural properties of PA6/NBR nanocomposite reinforced with silicon carbide (SiC) nanoparticles

Hadi Soleymani¹, Mohammad Reza Nakhaei^{2*}, Ghasem Naderi³

1- Faculty of Mechanical Engineering, Semnan University, Semnan, Iran
 2- Faculty of Mechanics and Energy, Shahid Beheshti University, Tehran, Iran
 3- Faculty of Processing, Iran Polymer and Petrochemical Institute, Tehran, Iran
 * P.O.B. 16846-53571, Tehran, Iran, m_nakhaei@sbu.ac.ir

Keywords

Polyamide 6
 Acrylonitrile butadiene rubber
 Silicon carbide
 Friction stir process
 Response surface methodology

Abstract

In this paper, the addition of silicon carbide (SiC) nanoparticles to polyamide 6 (PA6) / acrylonitrile-butadiene rubber (NBR) blends was performed by friction stir process. In order to achieve optimal mechanical responses of tensile strength and elongation at break, response surface methodology (RSM) was used to optimize the process parameters of rotational speed (ω), traverse speed (V) and material parameter as silicon carbide nanoparticles (S) content. The validation of the mechanical results was done with compare the microstructure of nanocomposite samples by scanning electron microscopy (SEM). Using mathematical models, the results showed that tensile strength and elongation at break are increased by increasing the rotational speed from 800 rpm to 1200 rpm when the values of silicon carbide content and traverse speed are constant. By selecting the rotational speed of 1200 rpm, traversed speed of 20 mm/min, and 2.784 wt.% of SiC process and material parameters, the maximum tensile strength, and elongation at break can be achieved. Observation of scanning electron microscopy images confirmed that the changes in mechanical properties are related to the changes in the elastomeric phase of NBR.

Please cite this article using:

Soleymani, H., Nakhaei, M. R., Naderi, Gh., "Experimental and mathematical investigation of mechanical and microstructural properties of PA6/NBR nanocomposite reinforced with silicon carbide (SiC) nanoparticles," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 8, No. 4, pp. 1789-1796, 2022. <https://doi.org/10.22068/JSTC.2022.549961.1774>

برای ارجاع به مقاله از عبارت زیر استفاده کنید:

1- مقدمه

گرفت. آن‌ها در بررسی‌های خود بیان داشتند که ازدیاد مقدار گرافن در نمونه ساخته شده از 0 تا 2 درصد وزنی، سبب افزایش در مقدار سختی و مدول شده است. در صورتی که افزایش مقدار لاستیک در نمونه ساخته شده با گرافن‌های با درصد وزنی پایین، مدول را به شکل چشمگیری کاهش می‌دهد. اما برای نمونه‌های ساخته شده با گرافن‌های با درصد وزنی بالا، مقدار کاهش مدول کمتر می‌شود. خواص مهمی که محققان برای ساخت و تولید نانو کامپوزیت‌های بر بستر سطح پلیمر در نظر دارند عبارتند از: افزایش میزان استحکام کششی و مقاومت در برابر ضربه نمونه نانو کامپوزیتی تولید شده نسبت به ماده خالص موجود قبل از اختلاط با سایر مواد. به همین جهت برای دستیابی به چنین خواص ایده‌آلی، با استفاده از روش سطح پاسخ، پارامترهای فرایندی و موادی بهینه‌سازی می‌شود. علاوه بر این، در هنگام شروع پژوهش از روش طراحی آزمایش بهره می‌گیرند تا تعداد آزمایش‌های مورد نیاز به دست آید و پس از دستیابی به نتایج مطلوب از طریق آزمایش‌های انجام شده، می‌توان برای پیش‌بینی و تخمین مقدار استحکام کششی و مقاومت در برابر ضربه مدل‌های مناسبی را ارائه کرد تا اثر متغیرهای ورودی بر روی متغیرهای خروجی مورد مطالعه و بررسی قرار گیرد.

2- کار تجربی

2-1- ساخت نمونه‌های اولیه

نمونه نهایی نانو کامپوزیتی PA6/NBR/SiC به دست آمده در این پژوهش از اختلاط ماده پلیمری از نوع پلی‌آمید 6 با گرید کوبا کن 136، تولید شرکت کولون پلاستیک واقع در کشور کره جنوبی، لاستیک آکریلونیتریل بوتادین با گرید L 35، ساخته شده توسط شرکت کومپو کشور کره جنوبی و نانوذره کاربید سیلیسیم تولید شده در شرکت آمریکایی، ساخته شده است. از این رو، ابتدا به جهت آمیخته سازی پلیمر پایه (PA6) با الاستومر (NBR) از دستگاه پخت و اختلاط، مخلوط‌کن داخلی استفاده شد. به‌گونه‌ای که این اختلاط در محفظه‌ای با شرایط دمایی 230°C تحت سرعت دوران روتور 80 rpm به مدت 8 min انجام پذیرفت. سپس، برای ساخت نمونه‌های ورقه‌ای شکل با ابعاد $200 \times 200 \times 10\text{ mm}$ ، مواد مذاب در دستگاه پرس حرارتی گذاشته شد تا به مدت 30 s با فشار حداکثری 130 bar و دمای 230°C فشرده و قالب‌گیری شوند. در ادامه فرایند اختلاط، پس از سرد شدن نمونه‌های نهایی به دست آمده در مرحله قبل، ورقه‌های مستطیلی برای شرکت در فرایند اصطکاکی اغتشاشی به اندازه $200 \times 65 \times 10\text{ mm}$ بریده شدند تا به کمک ابزار اغتشاشی، فرایند ادغام نانوذرات کاربید سیلیسیم با ورق‌های PA6/NBR با نسبت‌های وزنی مختلف صورت پذیرد. در جدول 1 مشخصات و خصوصیات فیزیکی مورد نیاز هر یک از مواد اولیه به‌طور مختصر آورده شده است.

2-2- فرایند اصطکاکی اغتشاشی

برای ساخت نانو کامپوزیت مورد نظر از روش فرایند اصطکاکی اغتشاشی بهره گرفته شده است که یکی از روش‌های اختلاط نانوذرات با فاز ماتریس پایه و از روش‌های تازه‌ای است که اخیراً محققان به آن توجه ویژه‌ای داشته‌اند. روش اصطکاکی اغتشاشی با ایجاد اغتشاش در محل جوش، باعث توزیع نانوذرات در سطح بستر پلیمر پایه می‌شود. در این روش برای ساخت ترکیب نانو کامپوزیتی، شیارهایی با ابعاد مشخص با استفاده از سوراخ‌های متناوب به وسیله مته یا به واسطه تیغ فرز اراه‌ای به ضخامت 2 mm بر روی سطح میانی ماده پایه ایجاد شد. مقدار ابعاد و عمق شیار زده شده طبق استاندارد خاصی بر حسب درصد

در طی دهه‌های اخیر، استفاده از پلیمرهای مختلف به دلیل سهولت در فرایند ساخت، سبک‌تر بودن وزنشان نسبت به فلزات، مقاومت شیمیایی بالا و نیز قابلیت بازیافت مجدد در مؤسسات پژوهشی و صنایع مختلف مورد توجه قرار گرفته است [1]. محققان توانسته‌اند با استفاده از تقویت‌کننده‌های سیلیکاتی، سرامیکی و همچنین نانو ساختارهای کربنی رفتار مکانیکی و ریزساختار این مواد را بهبود دهند [2, 3]. به‌طوری که، این مواد با افزودن درصد وزنی اندکی از نانوذرات مختلف همچون خاک رس (در حدود 5٪)، افزایش قابل توجهی در خواص مکانیکی و ریزساختار خود داشته‌اند [4]. پلی‌آمید 6 (PA6) یکی از پلیمرهای پرکاربرد در صنایع گوناگون همچون خودروسازی و پزشکی است [5, 6]. پژوهش‌های زیادی در راستای بهبود خواص مکانیکی و ریزساختار نانو کامپوزیت‌های بر پایه فاز بستر پلی‌آمید 6 با استفاده از نانوذرات مختلف صورت پذیرفته است. استفاده از نانوذرات باعث بهبود در خواص حرارتی و مکانیکی مواد پلیمری شده است که از جمله آن می‌توان به کاهش میزان اشتعال‌پذیری و افزایش مقاومت حرارتی در دماهای بالا و نیز افزایش میزان استحکام کششی و مدول الاستیسیته در حین انجام کار اشاره کرد. پژوهشگران در تحقیقات خود از مواد لاستیکی برای برطرف کردن نواقص موجود در مواد پلیمری مانند انعطاف‌پذیری کم استفاده کرده‌اند تا انعطاف‌پذیری آن‌ها در برابر کشش افزایش یابد. همچنین، با افزودن تقویت‌کننده‌های مناسب به فاز ماتریسی ماده پلیمری، خواص آن‌ها را بهبود بخشیدند [7, 8, 9]. در مطالعاتی که توسط فرش‌باف و همکارانش [10]، انجام شد، اثربخشی پارامترهای سرعت خطی و دورانی بر استحکام سختی نانولوله‌های کربنی بر پایه پلی‌آمید 6 مورد بررسی قرار گرفت. آن‌ها دریافتند که در سرعت دورانی 2000 rpm میزان پخش‌شدگی نانولوله‌های کربنی به حداکثر مقدار خود رسیده است. بعلاوه، به ازای مقادیر سرعت دورانی 2000 rpm و سرعت خطی 125 mm/min بیشترین سختی به دست آمد. در پژوهشی دیگر نادری و همکارانش [11]، خواص مکانیکی و مورفولوژی نانوذره‌های خاک رس بر پایه نانو کامپوزیت‌های دوفازی PA6/ECO را مورد بررسی قرار دادند. آن‌ها مشاهده کردند که مقدار مدول و استحکام کششی در صورت اضافه شدن 5 wt% از نانوذرات خاک رس به فاز بستر PA6/ECO افزایش پیدا کرده است. از دیگر پژوهش‌های انجام گرفته بر پایه پلی‌آمید 6 می‌توان به تحقیقات پرن و همکارانش [12]، اشاره کرد. آن‌ها آزمایش‌های خود را با افزودن نانولوله‌های هالوسیت (HNTs) به ماده پایه PA6/NBR که توسط سیستم پخت ولکانیزه شده دینامیکی تهیه شده بود، انجام دادند. همچنین، تأثیر افزودن نانوذرات HNT بر ریزساختار و خواص مکانیکی نانو کامپوزیت حاصل شده را بررسی کردند. نتایج استخراج شده بیانگر این موضوع بود که با افزایش مقدار وزنی نانوذرات HNT در ماده ساخته شده، تنش تسلیم، مدول ذخیره و مدول یانگ افزایش یافته است. فوگاندس و همکارانش [13]، تحقیقات خود را بر روی میزان غلظت فاز الاستومری و تأثیر آن بر خواص مکانیکی نانو کامپوزیت PA6/NBR انجام دادند که نتیجه آن وابستگی خواص مکانیکی به دو پارامتر خواص مورفولوژی و سیستم پخت بود. نخعی و همکارانش [14]، اثر افزودن نانوذرات گرافن را بر خواص حرارتی و مکانیکی نانو کامپوزیت‌های PA6/NBR مورد بررسی قرار دادند. آن‌ها نشان دادند، با افزودن نانوذرات گرافن به ترکیب نانو کامپوزیتی، دمای تبلور، استحکام کششی و مدول ذخیره افزایش می‌یابد. به تازگی، در مقاله‌ای دیگر از نخعی و همکارانش [15]، تحقیقاتی بر روی امکان‌سنجی ساخت نانو کامپوزیت‌های PA6/NBR/Graphene به کمک اختلاط در دستگاه مخلوط‌کن داخلی انجام

² Halloysite nanotubes¹ Polyamide 6

2-3- تهیه نمونه آزمون کشش

برای صحت سنجی آزمایش‌های انجام شده و همچنین بررسی اثر افزودن نانوذرات کاربید سیلیسیم به فاز بستر نانو کامپوزیت PA6/NBR بر روی خواص مکانیکی از آزمون کشش با استاندارد ASTM D638 استفاده شد. به طوری که برای این آزمون، ابتدا نمونه ورقه‌ای ساخته شده از دستگاه مخلوط‌کن داخلی به صورت دمبلی شکل، با استفاده از دستگاه لیزر بریده شد. سپس، توسط دستگاه آزمون کشش زوکر، تولید شده در شرکت زویک کشور آلمان مورد بررسی قرار گرفت. این آزمون در دمای 25 °C و سرعت از هم باز شدگی فک 1 mm/min انجام گرفت (نتیجه گزارش شده در این آزمون، میانگینی از سه مرتبه تکرار هر آزمایش است تا نتیجه دقیق‌تری با کمترین میزان خطا بدست بیاید).

2-4- آزمون SEM

آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) در شرایط دمایی 25 °C و با استفاده از دستگاهی با مدل Vage ساخت شرکت Tescan محصول کشور جمهوری چک انجام شد. سپس، برای مطالعه سطح شکست نانو کامپوزیت PA6/NBR/SiC، نمونه‌ها در نیتروژن مایع غوطه‌ور شدند تا به واسطه نفوذ نیتروژن، ساختار بلوری ترکیب شکسته شود. همچنین برای حل فاز الاستومری NBR، نمونه شکسته شده در تولوئن مایع به مدت یک شبانه روز گذاشته شد. از این رو، برای عکس‌برداری بهتر و حاصل شدن تصاویر الکترونی روبشی با کیفیت بالاتر، سطح شکسته شده نمونه‌های تهیه شده با روشی از ورقه‌های طلا پوشانده شد. (استفاده از ورقه‌های نازک طلا افزایش رسانایی الکتریکی و زمینه جذب بیشتر الکترون‌های آزاد بر روی سطح نمونه‌ها را به همراه دارد).

2-5- طراحی آزمایش

این مقاله به روش سطح پاسخ توسط سه پارامتر و هر پارامتر با سه سطح متفاوت، با استفاده از نرم‌افزار دزاین اکسپرت 12 براساس ماتریس طراحی باکس بنکن انجام شد. برای اعتبار بخشی به داده‌های آزمایشگاهی، هر آزمایش سه مرتبه تکرار شد. پیش از شروع آزمایش، حدود پارامترهای فرایندی تعیین گردید و با انجام آزمایش‌های اولیه مشاهده شد که نمونه‌های نانو کامپوزیتی تولید شده نقص و ایرادی بر روی سطح بستر خود ندارند. آزمایش‌های ذکر شده بر اساس دو پارامتر فرایندی سرعت دورانی پین (ω) و سرعت خطی شولدر (V) و یک متغیر موادی که مقدار درصد وزنی نانوذره کاربید سیلیسیم در ترکیب است، انجام گرفت. جدول 2 مشخصات و حدود عملکرد متغیرهای بکار رفته در پژوهش را نشان می‌دهد. در نهایت پس از انجام آزمایش‌ها، با استفاده از نرم‌افزار، تحلیل ریاضی ذکر شده آنالیز داده‌ها انجام شد. همچنین، با کمک نتایج آزمایش‌ها و جداول آنالیز واریانس، میزان دقت مدل‌سازی انجام شده تعیین گردید. علاوه بر این، به جهت برآورد و تخمین خواص مکانیکی (استحکام کششی و تغییر طول در هنگام شکست) نمونه‌های PA6/NBR/SiC، از معادله رگرسیون استفاده شد.

جدول 2 محدوده پارامترهای ورودی بر اساس مدل سه سطحی باکس بنکن

Table 2 The range of process parameters based on Box-Behnken design

| پارامتر | علامت اختصاری | واحد | سطح | | |
|-------------|---------------|--------|-----|------|------|
| | | | 1- | 0 | 1+ |
| سرعت دورانی | ω | rpm | 800 | 1000 | 1200 |
| سرعت خطی | V | mm/min | 20 | 35 | 50 |
| مقدار SiC | S | %wt. | 2 | 4 | 6 |

حجمی یا وزنی نانوذرات تقویت‌کننده تعیین می‌شوند. در روابط 1 و 2 نحوه محاسبه این مقادیر ذکر شده است:

$$A_s = \frac{A_p \times wt. \%}{100} \quad (1)$$

$$h_n = \frac{h_s}{t_s} \quad (2)$$

در رابطه 1 مؤلفه A_s عرض سطح مقطع شیار زده شده است که با محاسبه مقدار حاصل ضرب عرض سطح مقطع ناحیه اعمال اغتشاش (Ap) در درصد وزنی نانوذره افزوده شده (%wt.) تقسیم بر 100 به دست آمد. مقدار Ap نیز از طریق حاصل ضرب قطر پین دورانی در مقدار ارتفاع نفوذ پین در بستر ماتریس حین انجام کار حاصل شد. بعلاوه، در رابطه 2 مؤلفه h_s عمق شیار زده شده و t_s ضخامت ایجاد شده به واسطه تیغ فرز است.

عمل اختلاط در این فرایند، به وسیله ابزار مخصوصی که از قطعه‌های مختلفی نظیر شولدر و بلبرینگ آلومینیومی A7075، پین دورانی فولادی H13 به قطر 10 mm (به طوری که 90٪ آن در سطح بستر پلیمر پایه قرار داشته باشد)، هیتر الکتریکی مجهز به ترموکوپل برای تنظیم درجه حرارت شولدر و دسته راهنما تشکیل شده است، انجام گرفت. بدین گونه که، با قرار دادن درصد وزنی مشخصی از نانوذرات در شیار ایجاد شده و انجام تعداد حرکت رفت و برگشتی مشخص به وسیله ابزار اغتشاشی، نانوذرات از طریق اصطکاک به وجود آمده بر اثر سرعت چرخش پین و سرعت خطی شولدر در فاز ماتریسی پخش می‌شوند. در همین راستا، از رابطه 3 برای محاسبه مقدار ارتفاع نانوذره ریخته شده در شیار به جهت ساخت نمونه‌های نانو کامپوزیتی PA6/NBR/SiC استفاده شد:

$$h_n = \frac{h_s}{D_r} \quad (3)$$

h_n بیانگر میزان ارتفاع نانوذره ریخته شده در شیار و مؤلفه D_r نشان‌دهنده نسبت چگالی نانوذرات SiC به ماده پایه (PA6/NBR) است. برای بالا بردن کیفیت و بهبود خواص مواد تهیه شده با این روش که وابسته به انتخاب محقق است، می‌توان در مقدار و اندازه پارامترهایی از قبیل سرعت حرکت چرخشی محور گردنده، تعداد حرکات رفت و برگشتی شولدر، دما فرایند در هنگام اختلاط و جنس پین بکار رفته تغییراتی به وجود آورد.

جدول 1 مشخصات فیزیکی و شیمیایی مواد اولیه

Table 1 Physical and chemical characterization of raw materials

| مواد | خصوصیات | مقدار |
|----------------------|-----------------------|--|
| پلی‌آمید 6 | شاخص جریان مذاب | 1.14 g/cm ³ 31.4 g/10min (230 °C, 2.16 Kg) |
| | دمای ذوب | 220 °C |
| لاستیک | چگالی | 0.98 g/cm ³ |
| آکریلونیتریل بوتادین | مقدار وزنی و اسکوزیته | 34 %wt. ML (1+4), 100 (41 °C) |
| کاربید سیلیسیم | چگالی شاخص سختی | 3.21 g/cm ³ 9 - 10 Mohs |

3- بحث و نتیجه گیری

3-1- نتایج آزمون کشش

بعد از تکمیل فرایند طراحی آزمایش های انجام شده و رسم جدول طراحی به کمک نرم افزار دیزاین اکسپرت 12، خصوصیات مکانیکی نمونه نانوکامپوزیتی نظیر استحکام کششی¹ (TS) و تغییر طول در هنگام شکست² (EB) به وسیله آزمون کشش سنجیده شد تا میزان تأثیر هر یک از پارامترهای فرایندی بر خواص مکانیکی نمونه مورد آزمایش بررسی شود. بدین گونه که برای صحت سنجی و اعتبار بخشیدن به نتایج آزمون های صورت گرفته در شرایط یکسان محیطی و دمایی، هر یک از آزمون ها به طور میانگین سه مرتبه تکرار شدند. در جدول 3 نتایج به دست آمده از آزمون کشش برای نمونه های نانوکامپوزیتی ساخته شده از PA6/NBR/SiC آمده است.

جدول 3 ماتریس طراحی و مقادیر پاسخها

Table 3 Design matrix and values of responses

| کد نمونه ها | S (/wt.) | V ($\frac{mm}{min}$) | ω (rpm) | EB (%) | TS (MPa) |
|-----------------|-------------|---------------------------|-------------------|----------|----------|
| P ₁ | 2 | 50 | 1000 | 34.2±0.8 | 28.8±0.6 |
| P ₂ | 4 | 50 | 800 | 21.1±0.4 | 28.2±0.3 |
| P ₃ | 4 | 35 | 1000 | 34.2±0.2 | 28.9±1.0 |
| P ₄ | 2 | 35 | 1200 | 36.2±0.3 | 32.3±0.9 |
| P ₅ | 6 | 35 | 800 | 17.2±0.6 | 27.1±0.6 |
| P ₆ | 4 | 35 | 1000 | 34.7±0.3 | 29±0.9 |
| P ₇ | 2 | 35 | 800 | 29.9±0.7 | 28.1±0.4 |
| P ₈ | 4 | 20 | 800 | 26.1±0.4 | 31±0.8 |
| P ₉ | 6 | 50 | 1000 | 25.1±0.2 | 27±0.4 |
| P ₁₀ | 4 | 20 | 1200 | 33.2±0.3 | 35.8±0.2 |
| P ₁₁ | 2 | 20 | 1000 | 38.1±0.9 | 31.1±1.1 |
| P ₁₂ | 6 | 20 | 1000 | 25.4±0.8 | 31.5±0.7 |
| P ₁₃ | 4 | 50 | 1200 | 34.1±0.5 | 32.1±0.2 |
| P ₁₄ | 6 | 35 | 1200 | 28.9±1.2 | 32±0.6 |
| P ₁₅ | 4 | 35 | 1000 | 33.3±0.4 | 28.8±1.1 |

جدول 4 آنالیز واریانس استحکام کششی

Table 4 Analysis of variance of tensile strength

| ضریب P | آزمون F | مربعیات اصلی | درجه آزادی | مجموع مربعات | پارامترها |
|---------|-------------------------------|--------------|------------|----------------------------------|--------------------------|
| 0.0001< | 856.14 | 8.99 | 9 | 80.90 | نمونه |
| 0.0001< | 3771.90 | 39.60 | 1 | 39.60 | سرعت دورانی (ω) |
| 0.0001< | 2105.83 | 22.11 | 1 | 22.11 | سرعت خطی (V) |
| 0.0002 | 86.79 | 0.91 | 1 | 0.91 | مقدار SiC (S) |
| 0.0071 | 19.29 | 0.20 | 1 | 0.20 | V × ω |
| 0.0189 | 11.67 | 0.12 | 1 | 0.12 | S × ω |
| 0.0001 | 115.24 | 1.21 | 1 | 1.21 | V × S |
| 0.0001< | 872.31 | 9.16 | 1 | 9.16 | ω^2 |
| 0.0001< | 594.29 | 6.24 | 1 | 6.24 | V ² |
| 0.0001< | 126.59 | 1.33 | 1 | 1.33 | S ² |
| ----- | ----- | 0.01 | 5 | 0.05 | باقیمانده |
| 0.5129 | 1.08 | 0.01 | 3 | 0.03 | عدم تناسب |
| | ضریب همبستگی: 0.9994 | | | ضریب همبستگی تعدیل یافته: 0.9982 | |
| | نسبت سیگنال به نویز: 105.6283 | | | ضریب همبستگی برآورد شده: 0.9930 | |

³ Analysis of Variance¹ Tensile strength
² Elongation at break

جدول 5 آنالیز واریانس تغییر طول در هنگام شکست

Table 5 Analysis of variance of elongation at break

| ضریب P | آزمون F | مربعات اصلی | درجه آزادی | مجموع مربعات | پارامترها |
|------------------------------|---------|-------------|----------------------------------|--------------|--------------------------|
| 0.0001< | 141.95 | 55.76 | 9 | 501.85 | نمونه |
| 0.0001< | 461.90 | 181.45 | 1 | 181.45 | سرعت دورانی (ω) |
| 0.0054 | 21.92 | 8.61 | 1 | 8.61 | سرعت خطی (V) |
| 0.0001< | 555.97 | 218.41 | 1 | 218.41 | مقدار SiC (S) |
| 0.0053 | 22.15 | 8.70 | 1 | 8.70 | $V \times \omega$ |
| 0.0077 | 18.56 | 7.29 | 1 | 7.29 | $S \times \omega$ |
| 0.0349 | 8.25 | 3.24 | 1 | 3.24 | $V \times S$ |
| 0.0001< | 153.85 | 60.44 | 1 | 60.44 | ω^2 |
| 0.0079 | 18.31 | 7.19 | 1 | 7.19 | V^2 |
| 0.0018 | 36.51 | 14.34 | 1 | 14.34 | S^2 |
| ----- | ----- | 0.39 | 5 | 1.96 | باقیمانده |
| 0.6596 | 0.63 | 0.31 | 3 | 0.95 | عدم تناسب |
| ضریب همبستگی: 0.9961 | | | ضریب همبستگی تعدیل یافته: 0.9891 | | |
| نسبت سیگنال به نویز: 41.3287 | | | ضریب همبستگی برآورد شده: 0.9651 | | |

شکل 3 ب، حداکثر مقدار تغییر طول در هنگام شکست نمونه زمانی حاصل می‌شود که سرعت چرخش و مقدار درصد وزنی نانوذره به ترتیب 1085 rpm و 2 % wt. تعیین شوند. علاوه، مشاهدات نشان دادند با افزایش درصد وزنی نانوذرات کاربید سیلیسیم در مقادیر ثابتی از سرعت دورانی، تغییر طول در هنگام شکست کاهش می‌یابد. این نتیجه بیانگر کلوخه شدن نانوذرات در درصد‌های وزنی بالا نانوذره است [15, 17].

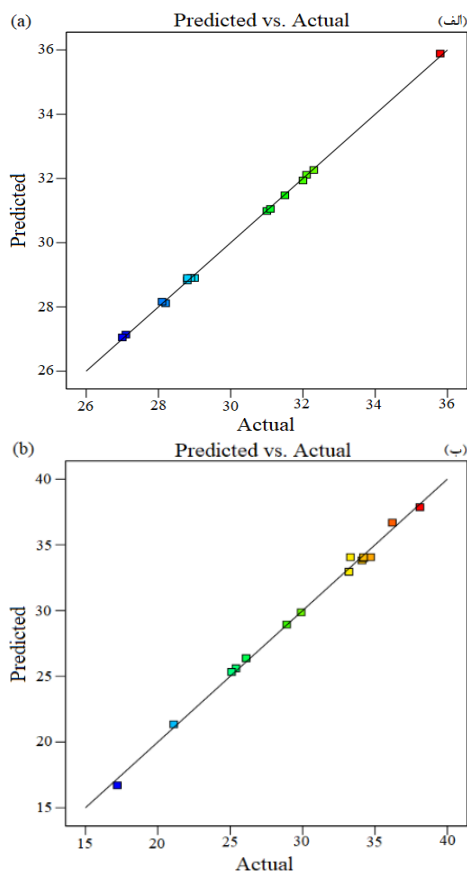


Fig. 1 Plot of actual values versus predicted values for a) tensile strength b) elongation at break

شکل 1 نمودار مقادیر واقعی به مقادیر برآورد شده برای الف) استحکام کششی ب) تغییر طول در هنگام شکست

در این روابط، دو پارامتر فرایندی سرعت دورانی پین و سرعت خطی شولدر به ترتیب با علائم اختصاری ω و V نام‌گذاری شده‌اند و تک متغیر موادی یعنی درصد وزنی نانوذره کاربید سیلیسیم با علامت S مشخص شده است.

3-3- اعتبارسنجی

اعتبارسنجی روابط ریاضی منتج شده از آنالیز واریانس به کمک تابع خطی $y = x$ و تقابل آن‌ها با نتایج تجربی در نزدیکی خط 45° حاصل از این تابع در شکل 1 الف و ب) نشان داده شده است. با مشاهده نزدیکی محل تقابل نتایج تجربی و برآورد شده با تابع خطی $y = x$ در این دو نمودار، می‌توان اثبات کرد که نتایج منتج شده از روابط ریاضی به دست آمده از مقایسه پراکندگی داده‌ها در آنالیز واریانس تطابق خوبی با نتایج تجربی دارند.

3-4- تأثیر پارامترهای فرایندی و موادی بر خواص مکانیکی

در این بخش به بررسی تأثیر هر یک از اندرکنش‌های بین پارامترهای فرایندی و موادی که در جدول آنالیز واریانس نیز ذکر شده‌اند، بر خواص مکانیکی استحکام کششی و تغییر طول در هنگام شکست پرداخته شد. نتیجه این اثرگذاری به صورت نمودارهای سه‌بعدی برای هر اندرکنش به‌طور مجزا آورده شده است. شکل‌های 2 تا 4 سطح پاسخ سه‌بعدی برآورد شده را برای استحکام کششی و تغییر طول در هنگام شکست نشان می‌دهد. از این رو، همانطور که در شکل 2 الف و ب) مشاهده می‌شود، اگر سرعت خطی شولدر ثابت در نظر گرفته شود، مقدار استحکام کششی و تغییر طول در هنگام شکست نانوکامپوزیت‌های PA6/NBR/SiC در سرعت‌های چرخشی بالا افزایش قابل توجهی پیدا می‌کنند تا در نهایت به مقدار بیشینه خود می‌رسند. برای مثال در سرعت خطی 20 mm/min با افزایش سرعت دورانی پین از 800 rpm تا 1200 rpm مشاهده شد، که مقدار استحکام کششی به 35.88 MPa و تغییر طول در هنگام شکست به 32.95٪ رسیده‌اند.

شکل 3 الف بیانگر این است که حداکثر استحکام کششی در 1200 rpm و 3.7 % wt. به دست می‌آید. به عبارت دیگر، با توجه به افزایش سرعت دورانی و ثابت بودن مقدار درصد وزنی نانوذره کاربید سیلیسیم، استحکام کششی افزایش می‌یابد. این نتایج تأیید می‌کنند که افزایش سرعت دورانی منجر به توزیع بهتر نانوذرات در حین فرایند اغتشاشی با فاز ماتریسی می‌شوند، بررسی‌ها نشان دادند با بالا بردن سرعت دورانی در هنگام اغتشاش می‌توان از کلوخه شدن نانوذرات در ترکیب نانوکامپوزیتی جلوگیری کرد و در نتیجه خواص مکانیکی استحکام کششی این ترکیبات را بهبود بخشید [16, 17]. همچنین در

از شکل 4 استنباط شد، مقدار بیشینه استحکام کششی نانو کامپوزیت های PA6/NBR/SiC در شرایطی حاصل شده است که سرعت خطی 20 mm/min و درصد وزنی نانوذره استفاده شده در ترکیب 4.35 wt. باشد. از طرف دیگر، می توان با بهره گیری از فاکتورهای مختلفی نظیر کاهش سرعت خطی و عدم بکارگیری از نانوذره با درصد وزنی بالا، خصوصیات مکانیکی نمونه را افزایش داد. در این شکل، نتایج به دست آمده از پاسخها به گونه ای است که می توان نشان داد در ترکیباتی که با سرعت های پایین خطی تهیه شده اند، استحکام کششی (شکل 4 الف) و تغییر طول در هنگام شکست (شکل 4 ب) در مقدار بیشینه خود قرار گرفته اند. در صورتی که، به تدریج و با افزایش مقدار درصد وزنی نانوذره مورد استفاده، این مقدار بیشینه روند کاهشی و نزولی به خود گرفته است [15, 16, 17].

3-5- بهینه سازی چند متغیره

استفاده از حداکثر خواص مکانیکی به صورت همزمان در یک سازه کامپوزیتی یا نانو کامپوزیتی از اهمیت قابل توجهی در طول عمر و افزایش کارایی آن در طی بارگذاری های مختلف برخوردار است. این امر مستلزم تعیین مقادیر مشخصی برای پارامترهای موادی و فرایندی است. در همین راستا، مقایسه نتایج جداول آنالیز واریانس در مطالعه پراکندگی داده های خروجی و ارتباط آن ها با متغیرهای ورودی می تواند مؤثر واقع شود. برای این منظور، نقطه بهینه به دست آمده از روابط ریاضی در جدول 6 ارائه شده است.

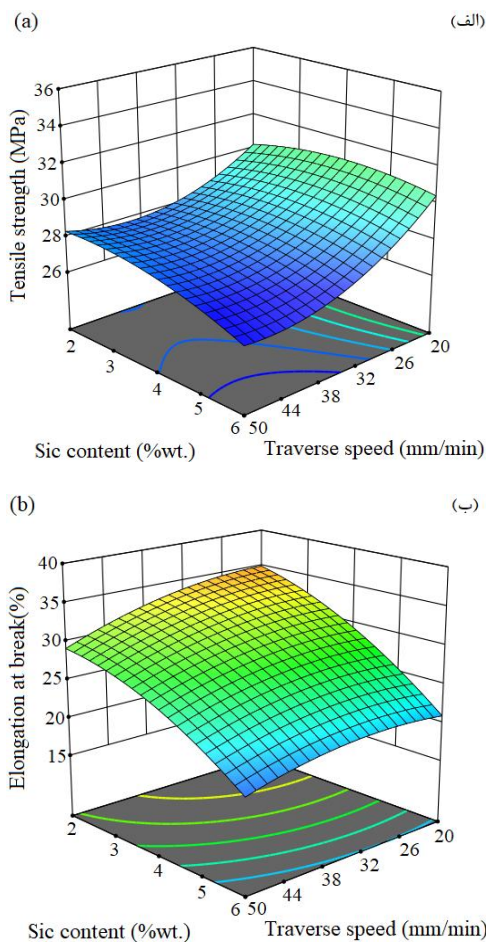


Fig. 4 3D Plot of the interaction effect of travers speed and SiC content on a) tensile strength and b) elongation at break

شکل 4 نمودارهای سه بعدی اثر متقابل سرعت خطی و مقدار نانوذره کاربید سیلیسیم بر الف) استحکام کششی ب) تغییر طول در هنگام شکست

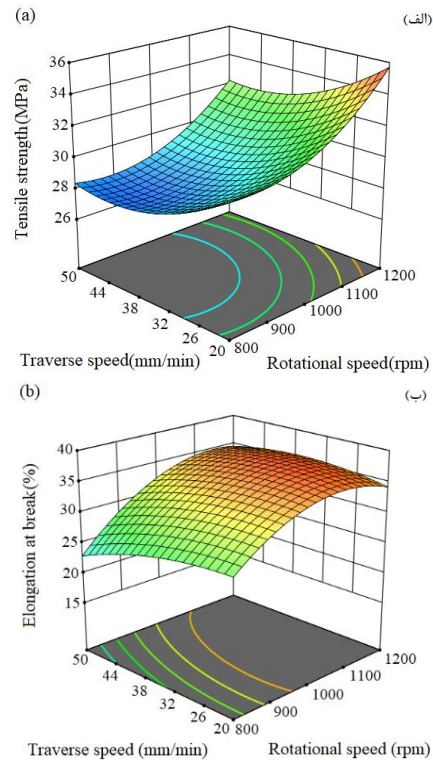


Fig. 2 3D Plot of the interaction effect of rotational speed and travers speed on a) tensile strength and b) elongation at break

شکل 2 نمودارهای سه بعدی اثر متقابل سرعت دورانی و سرعت خطی بر الف) استحکام کششی ب) تغییر طول در هنگام شکست

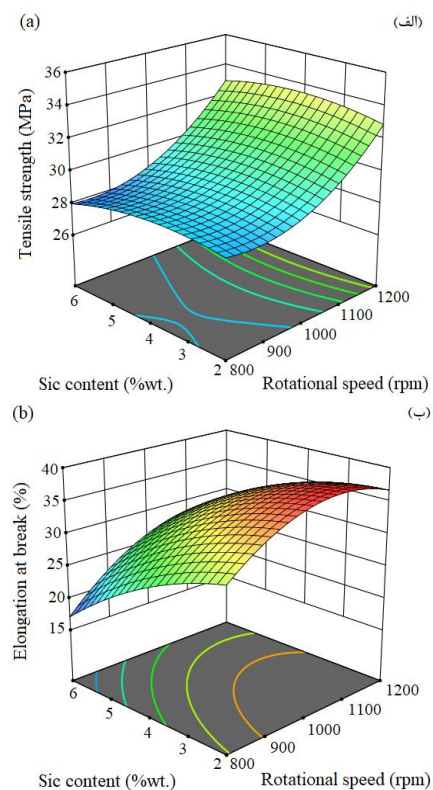


Fig. 3 3D Plot of the interaction effect of rotational speed and SiC content on a) tensile strength and b) elongation at break

شکل 3 نمودارهای سه بعدی اثر متقابل سرعت دورانی و مقدار کاربید سیلیسیم بر الف) استحکام کششی ب) تغییر طول در هنگام شکست

3-6- نتایج آزمون ریزساختار (SEM)

اعتبارسنجی نتایج تجربی به دست آمده به وسیله مطالعات بیشتر در مورد ریزساختار نانوکامپوزیت های PA6/NBR/SiC در تصاویر SEM گرفته شده از سطح شکست نمونه های ساخته شده (تصاویر 6 الف تا پ) بررسی شده است. در این تصاویر، اندازه و نحوه توزیع ذرات فاز الاستومری NBR در نمونه (الف) PA6/NBR بدون نانوذره و نمونه های (ب) P7 و (پ) P10 در زمانی که نانوکامپوزیت های PA6/NBR/SiC با پارامترهای ورودی مختلف تهیه شده بودند، مقایسه شده است. نتایج تأیید کرد که با افزودن نانوذرات کاربید سیلیسیم، اندازه فاز الاستومری که با نواحی مشکی در تصاویر نمایان است، کاهش می یابد و اندازه این فاز در نمونه P7 نسبت به نمونه PA6/NBR کوچکتر است. بعلاوه، همانطور که در میکروگراف شکل 6 ب مشاهده می شود، سرعت دورانی بالاتر و سرعت خطی کمتر منجر به تعداد زیادی ذرات NBR با اندازه کوچکتر می شود. که این امر را می توان به اغتشاش بیشتر و از هم باز شدگی زنجیره های پلیمری در ناحیه فرایند در اثر سرعت دورانی بیشتر و همین طور توزیع بهتر نانوذرات در نمونه P10 نسبت داد [18, 19]. توزیع بهتر نانوذرات کاربید سیلیسیم در فاز بستر PA6 نقش بسزایی در کاهش نسبت دانسیته فاز ترموپلاستیکی و فاز الاستومری و به دنبال آن کاهش اندازه حفره های تشکیل شده در اطراف فاز الاستومری دارد که این موضوع براساس قانون و اثبات شده است [20, 21].

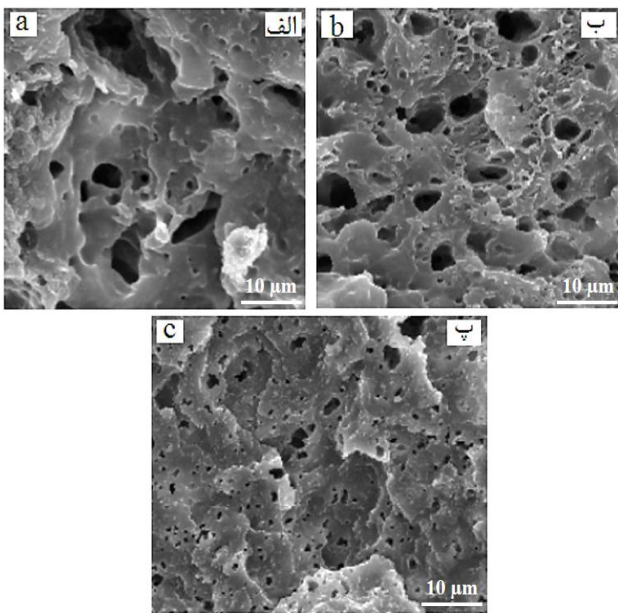


Fig. 6 SEM images of fracture surface of a) PA6/NBR b) P7 c) P10
شکل 6 تصاویر SEM گرفته شده از سطوح شکست الف) PA6/NBR (ب) P7 (پ) P10

4- نتیجه گیری

در این پژوهش، نمونه های نانوکامپوزیت بر پایه پلی آمید 6 (PA6) / لاستیک آکریلونیتریل بوتادین (NBR) / نانوذرات کاربید سیلیسیم (SiC) از طریق فرایند اصطکاکی اغتشاشی تهیه شدند. روش بهینه سازی سطح پاسخ (RSM) و طراحی سه سطحی باکس بنکن به منظور مطالعه اثرات سه پارامتر ورودی سرعت دورانی پین (ω)، سرعت خطی شولدر (V) و مقدار درصد وزنی نانوذره کاربید سیلیسیم (S) بر پاسخ های مکانیکی استحکام کششی و تغییر طول در هنگام شکست مورد استفاده قرار گرفت. در انتها، با استفاده از تصاویر SEM

براساس نتایج این جدول مشخص شد، هنگامی که پارامترهای فرایندی سرعت دورانی پین و سرعت خطی شولدر به ترتیب 1200 rpm و 20 mm/min باشند، با انتخاب 2.784 درصد وزنی از نانوذره کاربید سیلیسیم به عنوان متغیر موادی، به طور همزمان بیشینه مقادیر استحکام کششی و تغییر طول در هنگام شکست به ترتیب 35.43 MPa و 35.13٪ به دست خواهد آمد. همچنین، در شکل 5 تأثیر پارامترهای ورودی برای تعیین بهینه ترین نقطه به جهت بیشینه کردن همزمان مقدار استحکام کششی و تغییر طول در هنگام شکست نمایش داده شده است.

جدول 6 مقادیر بهینه پارامترها برای بیشینه کردن همزمان خواص مکانیکی

Table 6 Material variables for simultaneous maximization of mechanical properties

| TS (MPa) | درصد وزنی نانوذره (/wt.) | سرعت خطی شولدر (mm/min) | سرعت دورانی پین (rpm) |
|----------|--------------------------|-------------------------|-----------------------|
| 35.43 | 2.784 | 20 | 1200 |
| 35.13 | | | |

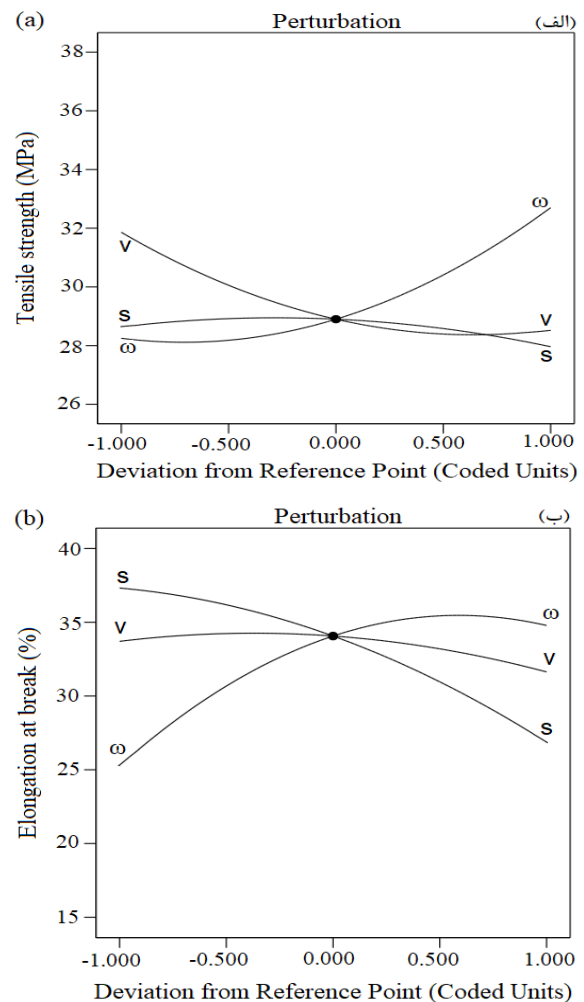


Fig. 5 Effect of material variables on a) tensile strength b) elongation at break

شکل 5 تأثیر پارامترهای فرایندی و موادی بر الف) استحکام کششی ب) تغییر طول در هنگام شکست

- nanocomposites at low strain rates”, In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 3, pp. 427-434, 2019.
- [10] Zinati, R.F., “Experimental evaluation of ultrasonic-assisted friction stir process effect on in situ dispersion of multi-walled carbon nanotubes throughout polyamide 6” The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, Vol. 81, No. 9-12, pp. 2087-2098, 2015.
- [11] Naderi, G.h., Razavi-Nouri, M., Taghizadeh, E., Lafleur, P.G. and Dubois, C., “Preparation of thermoplastic elastomer nanocomposites based on polyamide-6/polyepichlorohydrin-co-ethylene oxide” Polymer Engineering & Science, Vol. 51, No. 2, pp. 278-284, 2011.
- [12] Paran, S.M.R., Naderi, G. and Ghoreishy, M.R., “Effect of halloysite nanotube on microstructure, rheological and mechanical properties of dynamically vulcanized PA6/NBR thermoplastic vulcanizates” Soft Materials, Vol. 14, No. 3, pp. 127-139, 2016.
- [13] Fagundes, E. and Jacobi, M.A., “PA/NBR TPVs: crosslink system and properties” Polímeros, Vol. 22, No. 2, pp. 206-212, 2012.
- [14] Nakhaei, M.R., Mohammadi, Sh. and Naderi, G., “Experimental study of microstructure, thermal and mechanical properties of PA6/NBR nanocomposites reinforced with graphene nanoparticle” In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 3, pp. 419-426, 2019.
- [15] Nakhaei, M.R. and Ghorbankhan, A., “Experimental investigation on mechanical properties of PA6/NBR/graphene nanocomposite by response surface methodology” In Persian, Karafan Quarterly Scientific Journal, Vol. 18, No. 3, pp. 327-341, 2021.
- [16] Ghorbankhan, A. and Nakhaei, M.R., “Microstructure and mechanical properties of polyamid 6/acrylonitrile-butadiene rubber nanocomposites fabricated by friction stir process” In Persian, International Journal of Engineering, Vol. 34, No.10, pp. 2371-2378, 2021.
- [17] Ghorbankhan, A., Nakhaei, M.R. and Naderi, G., “Prediction and optimization of mechanical properties of PA6/NBR/graphene nanocomposites fabricated by friction stir processing” Journal of Elastomers & Plastics, Vol. 54, No.1, pp. 67-85, 2022.
- [18] Zinati, R.F. and Razfar, M.R., “Finite element simulation and experimental investigation of friction stir processing of polyamide 6” Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture, Vol. 229, No.12, pp. 2205-2215, 2015.
- [19] Mostafapour, A., Naderi, G. and Nakhaei, M.R., “Effect of process parameters on fracture toughness of PP/EPDM/nanoclay nanocomposite fabricated by novel method of heat assisted friction stir processing” Polymer Composites, Vol. 39, No. 7, pp. 2336-2346, 2018.
- [20] Nakhaei, M. R., Mostafapour, A., Dubois, C., Naderi, G., & Reza Ghoreishy, M. H. “Study of morphology and mechanical properties of PP/EPDM/clay nanocomposites prepared using twin-screw extruder and friction stir process. Polymer composites” 40(8), pp. 3306-3314, 2019.
- [21] Ning, N., Li, S., Wu, H., Tian, H., Yao, P., Hu, Guo-Hua., Tian, M. and Zhang, L., “Preparation, microstructure, and microstructure-properties relationship of thermoplastic vulcanizates (TPVs): A review” Progress in Polymer Science, Vol. 79, pp. 61-97, 2018.
- تغییرات اندازه فاز الاستومری NBR به همراه نحوه توزیع نانوذرات کاربید سیلیسیم در فاز بستر پلیمر PA6 بررسی شد. نتایج منتج شده از خواص مکانیکی و ریزساختاری نمونه‌های نانوکامپوزیت PA6/NBR/SiC را می‌توان به شرح زیر خلاصه نمود:
- 1- با توجه به مقایسه نتایج تجربی با پاسخ‌های به دست آمده از روابط ریاضی می‌توان گفت به وسیله طراحی آزمایش با روش سطح پاسخ می‌توان یک الگوی ریاضی با قابلیت اطمینان بالا برای پیش‌بینی خواص مکانیکی به دست آورد.
- 2- میکروگراف‌های SEM برای نمونه P10 نشان دادند که افزایش سرعت چرخشی پین منجر به کوچکتر شدن اندازه فاز NBR می‌شود که این امر نیز منجر به کاهش اندازه حفره‌های تشکیل شده در اطراف فاز الاستومری پس از تسلیم نمونه و به دنبال آن افزایش استحکام این نمونه شده است.
- 3- بیشینه کردن همزمان پاسخ‌های مکانیکی مدل ریاضی به دست آمده از نرم‌افزار نشان داد که جهت دستیابی به بیشینه خواص، مقادیر سرعت دورانی 1200 rpm، سرعت خطی شولدر 20 mm/min و مقدار 2.784 درصد وزنی نانوذره کاربید سیلیسیم تنظیم شود که در این صورت حداکثر استحکام کششی و تغییر طول در هنگام شکست به ترتیب 35.43 MPa و 35.13٪ است.
- 4- با افزایش مقدار سرعت دورانی پین از 800 rpm تا 1200 rpm و ثابت نگه داشتن سرعت خطی شولدر در مقدار 20 mm/min، استحکام کششی از 30.98 MPa تا 35.88 MPa افزایش یافت و همچنین، تغییر طول در هنگام شکست از 26.37٪ تا 32.95٪ افزایش پیدا کرد.
- 5- مراجع
- [1] Arefazar, A. and Shokoohi, Sh., “Polymer blends and alloys” Amirkabir University of Technology Publications, Tehran, Iran, pp. 1-3, 2010.
- [2] Kazemi khasrag, E., Siadati, M.H. and Eslami-Farsani, R., “Effect of surface modification of graphene nanoplatelets on the high velocity impact behavior of basalt fibers reinforced polymer-based composites” In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 5, No. 1, pp. 109-116, 2018.
- [3] Esmizadeh, E., Irani, A., Naderi, G., Ghoreishy, M.H.R. and Dobious, C., “Effect of carbon nanotube on PA6/ECO composites: morphology development, rheological, and thermal properties” Journal of Applied Polymer Science, Vol. 135, No. 12, pp. 45977, 2018.
- [4] Attari, M., Arefazar, A. and Bakhshandeh, G., “Mechanical and thermal properties of toughened PA6/HDPE/SEBs-G-Ma/Clay nanocomposite” Polymer Engineering & Science, Vol. 55, No. 1, pp. 29-33, 2015.
- [5] Mohsenzadeh, R. and Shelesh-Nezhad, K., “Experimental studies on the durability of PA6/PP/CaCO3 nanocomposite gears” In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 3, No. 2, pp. 147-156, 2016.
- [6] Nguyen, H.D., Hong, V., Do. V. and Chun, D., “Effect of multiwalled carbon nanotubes on the mechanical properties of carbon fibre-reinforced polyamide-6/polypropylene composites for lightweight automotive parts” Materials, Vol. 11, No. 3, pp. 429, 2018.
- [7] Paran, S.M.R., Naderi, G., Ghoreishy, M.R. and Dubois, C., “Essential work of fracture and failure mechanisms in dynamically vulcanized thermoplastic elastomer nanocomposites based on PA6/NBR/XNBR-grafted HNTs” Engineering Fracture Mechanics, Vol. 200, pp. 251-262, 2018.
- [8] Ghorbankhan, A., Nakhaei, M.R. and Safarpour, P., “Modeling and optimization of mechanical properties of PA6/NBR nanocomposite reinforced with perlite nanoparticles” In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 8, No. 1, pp. 1421-1430, 2021.
- [9] Malek-Mohammadi, H., Majzooobi, G.H. and Payandehpeyman, J., “Experimental and analytical study of the compression behavior of graphene oxide and nano-clay reinforced polycarbonate