نشریه علمی پژوهشی



علوم و فناوری **کامپوزیت**

http://jstc.iust.ac.ir

اثر نانوذرات گرافن بر مقاومت ساختار پانل ساندویچی تحت بارگذاری شبه استاتیک و ضربه سرعت پایین

 2 مهدی رضوانی توکل 1 ، مهدی یارمحمد توسکی 2* ، محسن جباری 8 ، مهرداد جوادی

1- دانشجوی دکترا، مهندسی مکانیک، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران جنوب، تهران 2- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران جنوب، تهران 3- دانشیار، مهندسی مکانیک، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران جنوب، تهران

* تهران، صندوق پستى m.yarmohammad.tooski@gmail.com ،11365-4435

چکیدہ	اطلاعات مقاله:
در دهههای اخیر، استفاده از نانوذرات در ساختارهای کامپوزیتی و پانلهای ساندویچ کامپوزیتی به دلیل بدست آمدن خواص مکانیکی و	دريافت: 1401/08/06
فیزیکی گسترش پیدا کرده است. در مطالعه حاضر، اثر نانوذرات گرافن بر مقاومت یک ساختار پانل ساندویچی با مدل هندسهای رگهای	پذيرش: 1401/12/13
جدید تحت بارگذاری شبه استاتیک و ضربه سرعت پایین مورد بررسی قرار گرفته است. ساختارهای رگهای از لایههای شیشه / اپوکسی با	
درصدهای مختلف 0.0، 0.1، 0.3 و 0.5 درصد نانوذرات گرافن ساخته شدهاند. بعلاوه، در مرکز ساختار رگه ساندویچی، از فوم پلیاورتان	كليدواژگان
استفاده شده است. جهت بررسی آسیب در درون ساختار رگه، تصاویر نمای برش خورده آسیب تهیه و نتایج آن گزارش شده است. علاوه	ساختار كامپوزيتى،
بر این، از آنالیز FE-SEM به منظور بررسی ریزساختار و ارزیابی توزیع نانوذرات گرافن در ساختار پلیمری استفاده شد. ویژگیهای قابلیت	پانل ساندویچی،
ضربهپذیری در نمونههای آزمایش شده مورد بحث قرار گرفت. نتیجه گرفته شد که این نوع از ساختار رگهای ساندویچی با هسته فوم	ضربه سرعت پايين،
پلیاورتان، میتواند انتشار أسیب در بارگذاری شبه استاتیک و آزمون سقوط وزنه را محدود کند و ساختار ساندویچی را سالم نگه دارد. از	آزمون شبه استاتیک،
طرفی، مشاهده شده است که در اثر ضربه چندین حالت شکست مختلف از جمله شکست الیاف، ترک ماتریس، لایه لایه شدگی، جدا شدگی	جذب انرژی.
بین الیاف و فوم، شکست فوم و له شدن فوم رخ داده است. بعد از آنالیز FE-SEM مشاهده شد که ساختار ساندویچی با 0.3 درصد نانوذرات،	
دارای تراکم بیشتری نسبت به سایر ساختارهای آزمایش شده میباشد.	

The effect of graphene nanoparticles on the strength of sandwich panel structure under quasi-static loading and low-velocity impact

Mahdi Rezvani Tavakol¹, Mahdi Yarmohammad Tooski^{1*}, Mohsen Jabbari¹, Mehrdad Javadi¹

1- Department of Mechanical Engineering, South Tehran Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran * P.O.B. 11365-4435, Tehran, Iran, m.yarmohammad.tooski@gmail.com

Keywords	Abstract
Composite structure, Sandwich panel, Low-velocity impact, Quasi-static test, Energy absorption.	In recent decades, the use of nanoparticles in composite structures and composite sandwich panels has expanded due to the achievement of mechanical and physical properties. In the present study, the effect of graphene nanoparticles on the strength of a sandwich panel structure with a new vein geometry model under quasi-static loading and low-velocity impact has been investigated. The vein structures are made of glass/epoxy layers with different percentages of 0.0, 0.1, 0.3 and 0.5% of graphene nanoparticles. In addition, polyurethane foam was used in the center of the sandwich vein structure. In order to check the damage inside the vein structure, cut-out images of the damage have been prepared and the results have been reported. In addition, FE-SEM analysis was used to investigate the microstructure and evaluate the distribution of graphene nanoparticles in the polymer structure. The characteristics of crashworthiness in the tested samples were discussed. It was concluded that this type of sandwich vein structure with polyurethane foam core can limit the propagation of the damage in quasi-static loading and drop weight test and keep the sandwich structure healthy. On the other hand, as a result of the impact, several different failure modes have occurred, including fiber failure, matrix cracking, delamination, Foam detachment, foam failure, and foam crushing. After the FE-SEM analysis, it was observed that the sandwich structure with 0.3% of nanoparticles has a higher density than the other tested structures.

Please cite this article using:

د کامپوزیت

برای ارجاع به مقاله از عبارت زیر استفاده کنید:

Rezvani Tavakol, M., Yarmohammad Tooski, M., Jabbari, M., Javadi, M., "The effect of graphene nanoparticles on the strength of sandwich panel structure under quasi-static loading and low-velocity impact," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 9, No. 3, pp. 1994-2005, 2023. https://doi.org/10.22068/JSTC.2023.563568.1803

1- مقدمه

پانلهای ساندویچی کامپوزیت متشکل از سطوح پلیمر تقویت شده با الیاف (FRP) و هسته فوم، به دلیل نسبت سختی به وزن بالا در سازههای سبک از جمله وسایل حمل و نقل، بال هواپیما و پانلهای بدنه مورد استفاده قرار مى گيرند [1-3]. چنين ساختار خاص باعث مقاومت خمشى عالى و ظرفيت جذب انرژی پانل ساندویچی میشود [4]. بررسی تجربی میتواند دید مستقیمی از پدیده تأثیر و اشکال آسیب را فراهم کند که در این صورت برای بدست آوردن منابع اساسی در آنالیز بیشتر، مناسب و مؤثر است. سازههای کامپوزیتی و نانوکامپوزیتی به دلیل تماس عرضی و ضربه با اشیا خارجی، مستعد آسیب و شکست هستند. در یک رویداد ضربهای، ساختارهای ساندویچی می توانند حالتهای متعددی از شکست را از خود نشان بدهند. در این نوع از ساختارها، آزمایشهای بارگذاری شبه استاتیک و ضربه سرعت پایین باعث ايجاد آسيبهايي مانند شكستگي الياف، ترک خوردگي ماتريس، خرد شدن و لایه لایه شدن می شوند. اگر آسیب ناشی از ضربه و بارگذاری شدید باشد، ممکن است منجر به شکست ناگهانی ساختار کامپوزیتی شود. به طور کلی، متداول ترین مکانیزمهای آسیب پوستههای کامپوزیتی تقویت شده با الیاف تحت ضربه سرعت پایین، ترک خوردگی ماتریس و لایه لایه شدگی بین دولایه مجاور بوده و در فرآیند تکامل آسیب نیز به یکدیگر وابسته هستند [5]. رضائی گلشن و همکاران [6] به بررسی عددی پارامترهای مؤثر بر پاسخ لولههای کامپوزیتی تحت بارگذاری ضربه محوری پرداختند. نتایج آنها نشان داد که با افزایش قطر داخلی، شیب نمودار تغییر نمی کند؛ به عبارت دیگر با افزایش قطر، استحكام نمونه افزايش و علاوه بر آن مقاومت نمونه در برابر ضربه هم افزايش پیدا میکند. شدت آسیب ناشی از ضربه به عواملی مانند شکل ضربه زننده یا نفوذ كننده، سرعت ضربه، نوع مواد سازه مورد استفاده، نوع ساختار كامپوزيت و نانوکامپوزیت و غیره بستگی دارد [7]. بوی و شنگ کینگ [8] حالتهای آسیب و شکست پانل ساندویچ کامپوزیتی را تحت بارگذاری شبه استاتیک و ضربه سرعت پایین مورد بررسی قرار دادند. نتایج آنها نشان داد که اثر ضخامت صفحه، سهم بسیار مهمی در حالت شکست و بار نهایی متناظر با آن را دارد. اکثر مطالعات [9-13]، مقایسهای بین نتایج آزمایش ضربه با استفاده از یک آزمون سقوط وزنه و نتایج بدست آمده از بارگذاری شبه استاتیک را گزارش میدهند، که در برخی موارد نتایج دارای تناقض در میزان استحکام سازه در برابر این دو آزمایش میباشند. ژانگ و همکارانش [14] به بررسی تغییر شکل و شکست تیرهای ساندویچی مرکب هیبریدی با هسته فوم فلزی تحت بارگذاری شبه استاتیک و ضربه سرعت پایین پرداختند. نتایج آنها نشان داد که تیرهای ساندویچی مرکب هیبریدی، دارای چهار حالت شکست فعال شامل شکستگی صفحه لایه، فرورفتگی، برش هسته و برش کششی هسته می باشند. امامیه و همکاران [15] مقاومت به ضربه صفحات ساندویچی تقویت شده با ذرات سیلیکا و نانو رس را مورد بررسی قرار دادند. فرآیند ساخت آنها بصورت لایه گذاری دستی می باشد. آن ها دریافتند که میزان مقاومت به ضربه صفحات ساندویچی بعد از نانوذرات، تغییر کرده و بهبود یافته است. اسپرانک و همکارانش [16] مقایسه چندلایههای کربن / اپوکسی و شیشه / پلیآمید را با استفاده از آزمون ضربه سرعت پایین و بارگذاری شبه استاتیک انجام دادند. نتايج آنها نشان داد كه كربن / اپوكسي در مقايسه با آزمون شبه استاتيك و ضربه سرعت پایین به طور قابل توجهی متفاوت عمل می کند. کاراکوز و همکارانش [17] اثر دمای بالا بر رفتار مواد مرکب پیشرفته تحت بارگذاری

1 Catastrophic failure

شبه استاتیک و ضربه سرعت پایین را مورد بررسی قرار دادند. نتایج آنها نشان داد که در موارد نفوذ شبه استاتیک و آزمایش ضربه سرعت پایین، مقادیر انرژی جذب شده و استحکام برشی سنبه، رفتار مشابهی را نشان میدهند.

نانوذرات گرافن ((GNs خواص مکانیکی و فیزیکی قابل توجهی دارند و آنها به طور بالقوه مواد ايده آلى براى تقويت پليمرها هستند. اضافه كردن نانوذرات گرافن به ساختارهای کامپوزیتی، یک روش مناسب برای بهبود بیشتر خواص مکانیکی مانند خواص برش کششی، خمشی، فشاری، سایش و بین لایهای است. در این راستا، کارهای زیادی برای بررسی خواص مکانیکی كامپوزيت ماتريس پليمرى تقويت شده با نانوذرات گرافن انجام شده است [11-21]. قادری و همکارانش [19] به بررسی نفوذ شبه استاتیکی بر روی پانل ساندویچی ساخته شده از الیاف بازالت با لحاظ نانوذرات گرافن پرداختند. آنها در کار خود از نانوذرات گرافن با درصدهای مختلف 0، 0.3، 0.7 و 1.1 درصد استفاده کردند. نتایج آنها نشان داد که نمونه حاوی 0.7 درصد دارای بهترین جذب انرژی و مقاومت در برابر نفوذ شبه استاتیک بوده است. ژانگ و همکارنش [22] نشان دادند که با اضافه کردن نانومواد مبتنی بر گرافن به کامپوزیتهای پلیمری، خواص مکانیکی و حرارتی آنها بهبود مییابد. بوراک و همکارنش [23] اثر ضربه سرعت پایین و پاسخ خم شدن اتصالات دو بند تقویت شده با نانوذرات گرافن را مورد بررسی قرار دادند. آنها در کار خود میزان درصد نانوذرات گرافن را 1٪، 2٪ و 3٪ در نظر گرفتند. نتایج آنها نشان داد که مقاومت ضربه اتصالات تحت ضربه سرعت پایین با استفاده از تقویت گرافن افزایش پیدا کرده است.

پلیاورتان 7 ((PU متشکل از واحدهای آلی میباشد که توسط یورتان به هم متصل شدهاند و برای کف کردن درجا مناسب میباشد [24]. PU از واکنش بین اجزای پلیال^۴ ((PO و ایزوسیانات^۵ ((ISO تولید میشود که با توجه به تركيبات اوليه خود، مىتواند انواع فومهاى مختلفى (مانند فوم نرم، سفت، الاستومري و صلب) را توليد كنند. فوم پلى اورتان به دليل ويژگى قابل توجه از جمله وزن سبک، سازگار با محیطزیست، چگالی کم، جذب ضربه و خاصيت ارتجاعي فوقالعاده، يكي از جامعترين گروههاي مورد تحقيق و بهرهبرداری از خانوادههای پلیمری هستند. مطالعات زیادی بر روی بهبود خواص مكانيكي و مقاومت به ضربه فوم پلياورتان انجام شده است [25-28]. لوگاناتان و همکارانش [29] به بررسی تأثیر ضخامت و چگالی هسته بر رفتار ضربه سرعت پایین پانلهای ساندویچی با هسته فوم پلیاورتان پرداختند. نتایج تجربی آنها نشان داد که اثر چگالی هسته نقش مهمی در جذب انرژی ویژه و ضریب انرژی ضربه دارد. در کار آنها با افزایش چگالی هسته فوم پلیاورتان، جذب انرژی بالاتر مشابه با تغییر ضخامت هسته مشاهده شد.

در مورد ساختار پانل ساندویچی کامپوزیتی و نانوکامپوزیتی، به علت پیچیدگی آنها در پاسخ به ضربه؛ وجود آسیب و تکامل آن در ساختار جدید با وجود نانوذرات گرافن در لايه هاي آن هنوز تحقيقات كاملي انجام نشده است. در مطالعه حاضر، اثر نانوذرات گرافن بر مقاومت یک ساختار رگهای جدید با هسته فوم پلیاورتان تحت بارگذاری شبه استاتیک و ضربه سرعت پایین به صورت تجربی مورد بررسی قرار گرفت. ساختار رگهای ساندویچی، متشکل از پوستههای لایهای شده شیشه/ اپوکسی کامپوزیت است. در زمان ساخت ساختارهای رگهای ساندویچی، درصدهای وزنی مختلف نانوذرات گرافن 0.0، 0.1، 0.3 و 0.5 درصد برای آنها در نظر گرفته شد. در اثر بارگذاری شبه استاتیک و ضربه سرعت پایین، نمودارهای نیرو – جابجایی و انرژی – زمان

4 Polyol

5 Isocyanate

² Graphene Nanoparticles ³ Polyurethane

Tab

مورد بررسی قرار گرفتند. بعلاوه، ویژگیهای قابلیت ضربهپذیری شامل قابلیت جذب انرژی و راندمان نیرو له شدگی در نظر گرفته شد. در آخر، جهت ارزیابی توزیع نانوذرات گرافن در ساختار رگهای، از آنالیز FE-SEM استفاده شد.

2- کار تجربی 1-2- مواد و روش

در مطالعه حاضر، یک ساختار رگهای ' کامپوزیتی و نانو کامپوزیتی جدید معرفی شده است. این نوع از هندسه، جهت بررسی مقاومت آن در برابر نیروهای ناشی از ضربه جسم خارجی در نظر گرفته شده است. برای ساخت لایههای کامپوزیتی، از الیاف شیشه تکجهته 200 و رزین اپوکسی (EPR1080) با ویسکوزیته 700 rp، همراه با هاردنر (EPR1080) استفاده گردید. الیاف با ضخامت اسمی μ 18 دارای خواص مکانیکی با چگالی 2.54 و مترکت gr/cm3، و اقع در ایران) با مشخصات نشان داده شده در جدول از شرکت ARMINA، واقع در ایران) با مشخصات نشان داده شده در جدول 1، با درصدهای وزنی مختلف در ساخت نمونهها استفاده شد. بعلاوه، از فوم سلول بسته پلی اورتان، با ترکیب دو ماده پلی ال و ایزوسیانات، با چگالی 50 (mm³

2-2- روش ساخت

ساختارهای درنظر گرفته شده از پوستههای تکجهته شیشه / اپوکسی با درصدهای وزنی مشخص نانوذرات گرافن تشکیل شدهاند و به یک هسته فوم پلیاورتان متصل میباشند. برای ساخت نمونهها، چیدمان الیاف خام پیوسته تکجهته شیشه به صورت [0/90/0/90] میباشد و برای فشردهسازی آنها از روش تزریق خل² استفاده شد.

جدول 1 ویژگیهای نانوذرات گرافن GP7. Table 1 Characteristics of graphene nanoparticles GP7.

1034343-98-0	پارمترها (واحد)
С	فرمول مولكولي
12.01	وزن مولكولي: (g/mol)
پودر	شكل
سياه	رنگ
پوسته پوسته شدن	مورفولوژي
5 - 10	لايەھا
15	ضخامت متوسط: (mm)
5	ابعاد جانبی: (µm)
50 - 80	مساحت سطحی: (g/m2)
95	خلوص: (٪)
1<	محتواي اكسيژن: (٪)
0.64	نسبت نقص: (ID/IG)

¹ Vein

	مدول 2 خواص مكانيكي فوم شكل پذير.	•
le 2 The crushable foam mech	nanical properties.	

مقادير (واحد)	پارمترها
(50 (kg/m ³	چگالى: م
0.37 (MPa) [30]	σ_{c} مقاومت فشاری:
15.9 (MPa) [30]	مدول فشاری: E _c
0.37 (MPa) [30]	σ_T مقاومت کششی:
18.7 (MPa) [30]	مدول کششی: E _T
0.22 (MPa) [30]	$ au_c$ مقاومت برشی:
5.3 (MPa) [30]	G_c مدول برشی:

نانوذرات گرافن با درصدهای وزنی 0.1، 0.3 و 0.5 درصد همراه با رزین اپوکسی میکس گردید و بعد از آن با هاردنر ترکیب و در درون الیاف مورد استفاده قرار گرفت. برای ساخت فوم پلیاورتان، مقدار gr 10 از ماده ایزوسیانات و gr 10 از ماده پلیال با هم ترکیب و در هسته نمونههای ساندویچی تزریق شد. هر لایه از پوسته کامپوزیتی و نانوکامپوزیتی ساخته شده دارای ضخامت اسمی mm 0.4 و پوسته توخالی استوانهای دارای ضخامت mn 1.5 می باشند. ابعاد کلی نمونههای ساخته شده² mm 150 × 150 است. شکل 1، مدل ساده شده ساختار رگهای که به صورت شماتیک در نرمافزار سالید ورکس⁷ طراحی شده است، و مدل ساخته شده کامپوزیتی را نشان می دهد.





ت-b

Fig. 1 a) A simplified model of a longitudinal vein with a sandwich structure and b) Samples made of sandwich vein structures with different percentages of graphene nanoparticles شكل 1 الف) مدل ساده شده رگه طولى با ساختار ساندويچى، ب) نمونههاى ساخته شده از ساختارهاى رگهاى ساندويچى با درصدهاى مختلف نانوذرات گرافن.

² Vacuum infusion

³ SolidWorks

3-2- بارگذاری شبه استاتیک

آزمون شبه استاتیک بر روی ساختارهای رگهای ساندویچی با استفاده از دستگاه آزمون یونیورسال ^۱ انجام شده است (شکل 2–الف). این دستگاه، دارای ظرفیت بار KN 50 و سرعت آزمون mm/min 2 میباشد. برای انجام آزمون شبه استاتیک، سرعت بارگذاری به مقدار mm/min 2 و به صورت ثابت درنظر گرفته شد. نمونه بین دو صفحه فیکسچر قرار گرفت و با 8 پیچ ثابت گردید که شرایط مرزی کاملاً گیردار در نمونه ایجاد شد. علاوه بر این، مدل هندسی نفوذ کننده² از نوع نیم کروی³ با قطر mm 16 میباشد. آزمون شبه استاتیک تا نفوذ کننده به مرکز لوله وسط رگه ساندویچی و ایجاد کامل نمودار نیرو – جابجایی ادامه داشت. نیروی واکنش و جابجایی در اثر فشردهسازی نمونه توسط لودسل⁴ موجود در بالای محل اتصال نفوذ کننده ثبت گردید و تغییر شکل محوری با دقتی در حدود mm

4-2- ضربه سرعت پايين

آزمون ضربه سرعت پایین بر روی ساختارهای رگهای ساندویچی توسط دستگاه آزمون سقوط وزنه⁵ با ظرفیت انرژی J 60، همانطور که در شکل 2-ب نشان داده شده است، انجام شد. برای ضربه، سطوح انرژی J 02، J 30 و J 45 با ارتفاع سقوط⁶ مختلف (0.35، 0.45 و 0.52 متر) در نظر گرفته شد و ضربه زننده⁷ بدون سرعت اولیه رها گردید. همچنین، اثر ضربه در بخش پوسته بیرونی رگه و مرکز ساختار ساندویچی در نظر گرفته شد. توسط لودسل موجود در محل اتصال ضربه زننده، نیروهای ضربهای ثبت گردید. این سیگنال نیرو به عنوان تابعی از سیگنال زمان برای بدست آوردن سرعت، به صورت عددی یکپارچه شد. ساختارهای ساندویچی بین دو صفحه فیکسچر با 4 گیره ثابت شد تا شرایط مرزی کاملاً گیردار در نمونه ایجاد شود. مدل هندسی ضربه زننده از نوع نیم کروی با قطر 16 mm 16 و وزن kg 20 است.



Fig. 2 Experimental apparatus of sandwich vein structures under a) quasi-static loading and b) low-velocity impact. شکل 2 دستگاههای آزمایشی ساختارهای رگهای ساندویچی تحت الف) بارگذاری شبه استاتیک، ب) ضربه سرعت پایین.

5-2- قابليت ضربه پذيرى

دو پارامتر مهم برای ارزیابی میزان قابلیت ضربهپذیری⁸ سازههای تحت بارگذاری شبه استاتیک، نیروی له شدگی پیک و جذب انرژی ویژه میباشند. نیروی پیک بسیار مورد توجه است [31]، به دلیل اینکه ساختار ساندویچی در اثر بارگذاری شبه استاتیک و ضربه سرعت پایین تغییر شکل دائمی نداشته

- ² Indenter ³ Hemispherical
- ⁴ Load cell

باشد را اندازه گیری می کند. با این وجود، جذب انرژی ویژه ⁹ (SEA) بیانگر کارآیی و قابلیت جذب انرژی در طی تغییر شکل ساختار است [32]. خصوصیات قابلیت ضربه پذیری از فرمول زیر محاسبه می شود:

$$EA = \int_{S_i}^{S_f} F(x) dx \tag{1}$$

در اینجا، EA جذب انرژی کل (مساحت زیر منحنی نیرو – جابجایی بین فاصله شکست) است. F(x) با انتگرال گیری از نیروی لهیدگی در جهت محوری بدست میآید. Si و Sf به ترتیب مقادیر جابجایی اولیه و نهایی در فشردهسازی هستند. از طرفی، نیروی میانگین Pm با انتگرال گیری از هر مقدار نیروی وابسته بر طول نمونه (جابجایی) له شده، در ناحیه انتشار له شدگی بصورت زیر میباشد:

$$P_m = \frac{\int_{S_i}^{S_f} F(x) dx}{S_f} = \frac{EA}{S_f}$$
(2)

همچنین، راندمان نیرو له شدگی (CFE) نسبت میانگین نیروی میانگین به نیروی پیک اولیه است. CFE یک پارامتر مهم برای ارزیابی یکنواختی نیروی له شدگی در آزمون شبه استاتیک است و به صورت زیر بیان میشود:

$$CFE = \frac{P_m}{P_{peak}} \tag{3}$$

بالاتر بودن CFE یک مشخصه، جذب انرژی ایده آل را نشان میدهد و هر چه بالاتر باشد، قابلیت ضربه پذیری ساختارها نیز بهتر است [33, 34]. یکی از مهم ترین پارامترها برای ارزیابی ظرفیت جذب انرژی، جذب انرژی ویژه است. SEA، مقدار جذب کل انرژی EA بر وزن نمونه Wm است و به صورت فرمول زیر نشان داده می شود:

$$SEA = \frac{EA}{W_m} \tag{4}$$

یک عامل مهم برای مقایسه جذب انرژی ساختارهای کامپوزیتی ساخته شده است، که دارای ویژگیهای هندسی، پیکربندی و یا مواد پایهای مختلف باشد. هر چه ارزش آن بیشتر باشد، ساختار از نظر جذب انرژی به صورت انبوه کارآمدتر است [31, 32]. این پارامتر به عنوان سطح زیر منحنی نیرو – جابجایی هم تعریف می شود.

3- نتايج و بحث

1-3- نتايج آزمون شبه استاتيک

پاسخ نیرو – جابجایی: نمودارهای نیرو – جابجایی هر یک از ساختارهای کامپوزیتی و نانوکامپوزیتی تحت بارگذاری شبه استاتیک در شکل 3 نشان داده شده است. با توجه به شکل 3، نمودار نیرو – جابجایی ساختار ساندویچی 0.0 درصد نانو به 5 بخش و سایر ساختارها با درصدهای نانوذرات گرافن، به 4 بخش تقسیم شدهاند. با توجه به شکل، بخش اول نمودار AB بصورت خطی است که نشاندهنده رفتار الاستیک میباشد. این ناحیه نشان داده است که هدف

¹ Universal

⁵ Drop-weight testing

⁶ Drop height

 ⁷ Impactor
 ⁸ Crashworthiness

⁹ Specific energy absorption



Fig. 3 Force – displacement diagrams of sandwich vein structures; a) 0.0 % graphene nanoparticles, b) 0.1 % graphene nanoparticles, c) 0.3 % graphene nanoparticles, d) 0.5 % graphene nanoparticles.

شکل 3 نمودار نیرو – جابجایی ساختارهای رگهای ساندویچی؛ الف) 0.0 درصد نانوذرات گرافن، ب) 0.1 درصد نانوذرات گرافن، ج) 0.3 درصد نانوذرات گرافن و د) 0.5 درصد نانوذرات گرافن.

کامپوزیتی دچار خیز الاستیک شده، اما گسیختگی یا خرابی در هدف ایجاد نشده است. در نقطه B، الیاف و رزین در سطح بالای رگه، به دلیل نیروی نفوذ کننده دچار آسیب شده، اما به صورت کامل تخریب نشده و مقاومت ساختار ساندویچی تا نقطه C ادامه داشته است. نقطه C نیروی پیک را نشان داده است که محل شروع خرابی در ساختار رگه است. این خرابی ممکن است باعث ایجاد ترک عمیق در ماتریس، لایه لایه شدگی و یا سوراخ شدگی در ساختار شود. در بخش CD، شاهد افت شدید نیرو هستیم که مقدار آن بستگی به میزان مقاومت کم فوم پلی
اورتان دارد و این گسیختگی تا نقطه D ادامه پیدا کرده است. بخش DE نشان داده است که نفوذ کننده به قسمت لوله مرکزی ساختار ساندویچی رسیده و با وجود مقاومت کم آن دچار خیز الاستیکی ناچیزی شده است. بخش EF نشان دهنده کاهش نیروی نفوذ کننده است. در انتهای فرآیند، نمودار تقریباً حالت افقی به خود گرفته است و تنها نیروی مقاوم در برابر نفوذ، نیروی اصطکاک بین بدنه نفوذ کننده و ساختار ساندویچی است. سایر ساختارهای ساندویچی با درصدهای مختلف نانوذرات، تقریباً همین روال داشتهاند. با توجه به نتایج حاصل از آزمون شبه استاتیک بر روی نمونهها، وجود نانوذرات گرافن در رزین اپوکسی این نوع از ساختارهای ساندویچی رگهای در تغییرات نمودار نیرو – جابجایی نقش مهم و قابل ملاحظهای داشته است. با توجه به نتایج بدست آمده، ساختارهای ساندویچی با 0.1، 0.3 و 0.5 درصد نانوذرات گرافن، نسبت به ساختار ساندویچی 0.0 درصد نانو به دلیل مقاومت خوبی که نانوذرات در نمونهها از خود نشان دادهاند، شاهد خیز الاستیک بصورت خطی تا نیروی پیک اولیه بودیم. براین اساس، نمونههای دارای درصد وزنی نانوذرات، در زمان وارد کردن نیروی شبه استاتیک کمتر دچار آسیب اولیه در الیاف و رزین شدهاند. این موضوع نشان دهنده مقاومت خوب نانوذرات گرافن در این نوع از ساختارهای ساندویچی تحت نیروی شبه استاتیک است و نقش بسیار مهمی در عملکرد ساختارهای ساندویچی رگهای دارد.

راندمان نیروی له شدگی: نیروی پیک اولیه Ppeak یک پارامتر مهم برای ارزیابی آغاز روند شکست له شدگی در آزمون شبه استاتیک است. شکل 4-الف نیروی پیک اولیه ساختارها را با درصدهای مختلف نانوذرات گرافن نشان می دهد. حداکثر نیروی اولیه مربوط به ساختار ساندویچی با 0.5 درصد نانو به مقدار N 3.177 kN به عنوان حداکثر نیروی اولیه، و ساختار ساندویچی با 0.0 درصد نانو به مقدار 2.485 kN به عنوان حداقل نيروى اوليه بدست آمده است. مقدار نیروی پیک اولیه با اضافه کردن درصدهای مختلف نانوذرات گرافن به ساختار ساندویچی با 0.1، 0.3 و 0.5 درصد نانو به ترتیب به مقدار 1.071، 1.134 و 1.278 درصد افزایش داشته است. دلیل افزایش نیروی پیک نشان دهنده مقاومت خوب ساختارهای رگهای در اثر افزایش نانوذرات گرافن در رزین اپوکسی میباشد که هر چقدر میزان درصد نانوذرات بیشتر شده است مقاومت اولیه ساختار تا نیروی پیک در اثر نیروی اولیه افزایش پیدا کرده است. از طرفی، نیروی له شدگی میانگین، شاخص خوبی برای توانایی جذب انرژی کل سازه می باشد [35, 36]. همانطور که در شکل 4–ب نشان داده شده، بيشترين ميانگين نيروي له شدگي مربوط به ساختار ساندويچي با 0.5 درصد نانو است. این موضوع نشان میدهد که ساختار ساندویچی با 0.5 درصد نانو تحت بارگذاری شبه استاتیک دارای بیشترین نیروی پیک اولیه و نیروی میانگین است. CFE یک شاخص مفید برای اندازه گیری عملکرد جاذب [37] و ارزيابي پايداري فرآيند له شدگي [36, 38, 39] است.

هرچقدر مقدار CFE بالاتر باشد، باعث افزایش جذب انرژی بیشتر و قابلیت ضربه پذیری ساختار نیز بهتر میشود و برای بدست آوردن حداقل خسارت در آزمایش های مهم میباشد [34]. شکل 4-ج نشان دهنده مقدار CFE در ساختار با درصدهای مختلف نانوذرات گرافن میباشد. ساختارهای ساندویچی با 0.0، 1.0، 0.3 و 0.5 درصد نانو حداکثر بازده نیرو را به ترتیب 1.482. میزان درصد نانوذرات گرافن میاشد. ساختارهای ساندویچی میزان درصد نانوذرات گرافن در ساختار است. با این وجود، در آزمون شبه استاتیک، ساختار ساندویچی بدون نانوذرات گرافن، قابلیت ضربه پذیری بهتری را از خود نشان داده است. از طرفی، در حالت وجود نانوذرات گرافن، مشخص است که مقدار نانوذرات با درصدهای کم تأثیر چندانی بر روی قابلیت ضربه پذیری ساختار ندارد و حتی باعث کاهش قابلیت ضربه پذیری آن میشود، اما اگر مقدار درصد نانوذرات گرافن در این نوع از ساختار بیشتر شود باعث افزایش قابلیت ضربه پذیری در برابر آزمون شبه استاتیک میشود.



• 0.0% Nano • 0.1% Nano • 0.3% Nano • 0.5% Nano

Fig. 4 a) Initial peak force, b) mean crushing force, c) crushing force efficiency.

شکل 4 الف) نیروی پیک اولیه، ب) نیروی له شدگی میانگین، ج) راندمان نیروی له شدگی.

قابلیت جذب انرژی: EA مساحت سطح زیر منحنی نیرو – جابجایی است که در شکل 5-الف نشان داده شده است. بر اساس نتایج گزارش شده، بیشترین ظرفیت جذب انرژی مربوط به ساختار ساندویچی با 0.5 درصد نانو میباشد. از طرفی، ساختار ساندویچی با 0.3 درصد نانو دارای کمترین جذب انرژی ویژه نسبت به سایر ساختارهای ساندویچی است. هرچقدر میزان EA بيشتر باشد، ظرفيت جذب انرژي يک ساختار بهتر خواهد بود [40]. شکل 5-ب نتایج جذب انرژی ویژه ساختارهای ساندویچی را نشان میدهد. این نتایج اطلاعات بهتری را برای درک جذب انرژی فراهم میکند. با توجه به نتایج، ساختار ساندویچی با 0.5 درصد نانو نسبت به سایر ساختارها دارای بیشترین جذب انرژی ویژه میباشد. جذب انرژی ویژه در ساختارهای ساندویچی با 0.0، 0.1 و 0.3 درصد نانو به ترتيب 0.034، 0.053 و 0.056 درصد نسبت به ساختار رگهای با 0.5 درصد نانو کاهش داشتهاند. علت تغییرات جذب انرژی در نمونه-های دارای نانو تا حدودی به نحوه پراکندگی نانوذرات گرافن در رزین اپوکسی برمی گردد که باعث تغییر در سفتی پوسته ها می شود. این نتایج در آزمون شبه استاتیک نشان آن است که با کاهش میزان درصد نانوذرات گرافن، قابلیت شکست این نوع از ساختارهای رگهای تحت نفوذ شبه استاتیک بیشتر شده است. با توجه به نتایج نشان داده شده می توان دریافت که این نوع از ساختار ساندویچی بدون نانو تحت بار گذاری شبه استاتیک، باعث افزایش دو عامل مهم یعنی جذب انرژی کل و جذب انرژی ویژه شده است. از طرفی، با اضافه کردن نانوذرات گرافن با درصدهای کم، باعث کاهش این دو عامل می شود و اگر مقدار درصد نانوذرات گرافن از یک حدی بیشتر شود، جذب انرژی کل و جذب انرژی ویژه نیز بیشتر شده است. پارامترهای شاخص در جذب انرژی ساختارهای ساندویچی رگهای برای بارگذاری شبه استاتیک در جدول 3 گزارش شده است.

فوم پلیاورتان در جذب انرژی ساختارهای ساندویچی با هسته فوم تحت آزمون شبه استاتیک بسیار تأثیرگذار است. وجود فوم پلیاورتان در هسته مرکزی ساختارهای ساندویچی رگهای، باعث کاهش شدید میزان نیرو بعد از نیروی پیک است. فوم پلیاورتان در هسته مرکزی منجر به افزایش کارایی ساختار از لحاظ مقدار ظرفیت جذب انرژی شده است. علاوه بر این، فوم پلی-اورتان باعث شد تا گسترش بیشتر آسیب در ساختار رگهای محدود شود و بقیه ساختار سالم باقی بماند.

آنالیز شکست: هنگامی که یک جسم خارجی بر روی ساختار ساندویچ كامپوزيتى اثر مى گذارد، چندين حالت آسيب مانند شكست الياف، ترك ماتریس و لایه لایه شدگی اتفاق میافتد. تصاویر بازرسی بصری بعد از آزمون شبه استاتیک ساختارهای ساندویچی رگهای در شکل 6 نشان داده شده است. با بررسی سطح آسیب دیده، حالت آسیب اولیه یعنی شکست الیاف و به دنبال آن ترکت ماتریس و انتشار آسیب در سطح بیرونی رگهها مشاهده شد. علاوه بر این، برای بررسی دقیق آسیب، نمونههای آزمون شده توسط دستگاه CNC برش داده شدند. با توجه به تصاویر گزارش شده، با فشار نفوذ کننده در داخل رگههای ساندویچی، جداشدگی بین الیاف و فوم رخ داده است. از سوی دیگر، لايههای بالايی ساختار رگهای، به دليل فشار نفوذ كننده باعث لايه لايه شدگی در فصل مشترک بین لایهها شده است. این امر می تواند به دلیل جهت گیری لایههای کامپوزیتی و نانوکامپوزیتی باشد که در تمامی نمونهها یافت می شود [13]. بر اثر فشار نفوذ كننده در هسته فوم، آسيبهايي از جمله له شدگي فوم و شکست فوم مشاهده شد. عيوب ايجاد شده در هنگام ساخت لايهها، از جمله توزيع غير يكنواخت رزين، چسبندگي ضعيف بين لايهها و وجود خلأ، نقش مهمی در حالت خرابی پانلهای ساندویچی با هسته فوم دارند که موجب لایه

لایه شدگی و تغییر شکل ساختار میشوند. این عیوب بر رفتار مکانیکی پانل های ساندویچی مانند استحکام و سختی تأثیرگذار باشند.

2-3- نتايج آزمون ضربه سرعت پايين

سطوح انرژی: پاسخهای نیروی تماس - جابجایی ساختارهای ساندویچی با سطوح انرژی 20، 30 و 45 ژول ((J به ترتیب در شکل 7-الف، 7-ب و7-ج نشان داده شده است. بخش اول نمودار، در زمان اولیه کمتر از 0.002 ثانیه، بارگذاری اینرسی^۱ در نمودار رخ داده است.



Fig. 5 Energy absorption capability; a) total absorption energy, b) specific energy absorption.

شکل 5 قابلیت جذب انرژی؛ الف) جذب انرژی کل، ب) جذب انرژی ویژه.

جدول 3 ویژگیهای جذب انرژی نمونهها.

able 3 Energy absorption characteristics of specimens.								
W _m (gr)	SEA (J/gr)	CFE (%)	P _{peak} (kN)	P _m (kN)	EA (J)	نمونهها		
122.20	0.13	1.48	2.48	3.68	16.72	0.0 درصد		
125.58	0.11	1.23	2.66	3.29	14.70	0.1 درصد		
117.20	0.11	1.05	2.82	2.37	13.44	0.3 درصد		
118.88	0.17	1.30	3.17	4.13	20.30	0.5 درصد		

¹ Inertial loading



d-ა

 Fig. 6 Damage modes in sandwich vein structures under quasi-static test;

 a) 0.0% nano, b) 0.1% nano, c) 0.3% nano, d) 0.5% nano.

 شكل 6 حالتهاى آسيب در ساختارهاى رگهاى ساندويچى تحت آزمايش شبه

 استاتيک؛ الف) 0.0 درصد نانو، ب) 0.1 درصد نانو، چ) 0.3 درصد نانو و د) 0.5 درصد نانو.

بارگذاری اینرسی به عنوان نیروی ناشی از شتاب بدنه صلب^۲ نمونه، معمولاً در زمان اولیه ضربه اتفاق میافتد [41]. در انرژیهای ضربهای 20 و 30 ژول، میزان خیز الاستیک نیروی تماس اوج بعد از محدوده بار گذاری اینرسی بصورت خطی و با شیب بیشتری اتفاق افتاده است. نیروی تماس به طور مداوم افزایش داشته است تا سرعت ضربه زننده با وجود برخی از نوسانات افت کند و به صفر برسد. این نیرو به طور ناگهانی از محدوده نیروی پیک تماس به صفر کاهش پیدا کرده است. علت آن آسیب کامل نمای بالای ساختار ساندویچی میباشد که توسط ضربه زننده نفوذ کرده است. در انرژی ضربه 45 ژول، نمودارهای نيروى تماس - جابجايي كاملاً با هم متفاوت هستند. دليل آن مي تواند افزايش میزان درصد نانو و انرژی ضربه نیز باشد. با این وجود، ساختار 0.3 درصد نانو در تمام سطوح انرژی ضربهای، دارای عملکرد بهتری نسبت به سایر ساختار میباشد. نمودار انرژی - زمان ساختارهای رگهای ساندویچی با سطوح انرژی 20، 30 و 45 ژول (J) به ترتیب در شکل 8-الف، 8-ب و 8-ج نشان داده شده است. با توجه به نمودار، سرعت ضربه زننده کاهش و به صفر رسیده، انرژی جنبشی آن به سازه منتقل شده و در طی بازیابی صفحه"، به دنبال آسیب در ساختار و اصطکاک، انرژی جنبشی آن به یک مقدار پایدار رسیده است.

2000

² Rigid-body acceleration

³ Plate recovery





Fig. 8 Energy-time diagrams of sandwich vein structures; a) impact energy of 20 J, b) impact energy of 30 J, c) impact energy of 45 J [21]. شكل 8 نمودار انرژی – زمان ساختارهای رگهای ساندویچی؛ الف) انرژی ضربه 20 ژول، ب) انرژی ضربه 30 ژول، ج) انرژی ضربه 45 ژول [21].

از طرفی، به دلیل کلوخه شدن احتمالی نانوذرات گرافن در رزین اپوکسی موجب کاهش در جذب انرژی میشود. اما بعد آزمایش ساختارها با انرژی ضربه بیشتر، نتایج نشان داد که در ضربه 30 و 45 ژول ساختارهای ساندویچی دارای نانو، جذب انرژی بهتری نسبت به ساختارهای ساندویچی بدون نانو داشتند. این نتایج نشان میدهد که با اضافه کردن نانوذرات گرافن به این نوع از ساختار ساندویچی رگهای باعث افزایش مقاومت و جذب انرژی در آزمون سقوط وزنه شده است. جدول 4، نتایج تجربی برای پارامترهای نمونههای آزمون شده تحت ضربه سرعت پایین را گزارش کرده است. از طرفی، وجود فوم پلیاورتان در



ج−c

 Fig. 7 Contact force – displacement diagrams of sandwich vein structures; a) impact energy of 20 J, b) impact energy of 30 J, c) impact energy of 45 J [21].

 شكل 7 نمودارهاى نيروى تماس – جابجايى ساختارهاى رگەاى ساندويچى؛ الف) انرژى

ضربه 20 ژول، ب) انرژی ضربه 30 ژول، ج) انرژی ضربه 45 ژول [21].

قابلیت جذب انرژی: میزان انرژی جذب شده ساختارهای رگهای ساندویچی تحت سطوح انرژی ضربهای 20، 30 و 45 ژول ((J به ترتیب در شکل 9–الف، 9–ب و 9–ج نشان داده شده است. با توجه به نتایج آزمون ضربه سرعت پایین، در ضربه 20 ژول ساختارهای ساندویچی دارای نانو جذب انرژی متفاوت و کمتری نسبت به ساختار بدون نانو داشتند؛ دلیل آن میتواند میزان تراکم نانوذرات در رزین اپوکسی نمونهها و پایین بودن میزان انرژی ضربه و یا تا حدودی خطای ناچیز در دستگاه آزمون نیز باشد.

جذب انرژی نیروی تماس ساختارهای رگهای با هسته فوم تحت ضربه سرعت پایین بسیار مهم است. با توجه به نتایج تجربی، وجود فوم پلیاورتان در هسته مرکزی ساختارهای آزمون شده، از آسیب شدید ساختارها در هنگام آزمون وزنه افتان جلوگیری کرده است. به طور کلی، در ضربه سرعت پایین، فوم پلی اورتان در این نوع از ساختارها باعث محدود شدن گسترش بیشتر آسیب در رگه شده است.





 Fig. 9 Energy absorption capability at a) impact energy of 20 J, b) impact energy of 30 J, c) impact energy of 45 J [21].

 شكل 9 قابليت جذب انرژى در الف) انرژى ضربه 20 ژول، ب) انرژى ضربه 30 ژول، ج) انرژى ضربه 45 ژول.

آنالیز شکست: ساختارهای ساندویچ کامپوزیتی با هسته فوم هنگامی که تحت اثر یک جسم خارجی قرار می گیرند، چندین حالت آسیب در الیاف، ماتریس و هسته فوم آنها به وجود میآید. تصاویر برش خورده ساختارهای رگهای ساندویچی پس از آزمایش ضربه سرعت پایین در شکل 10 نشان داده شده است. با بررسی سطح نمونههای آزمون شده، حالتهای آسیب اولیه از جمله شكست الياف، ترك ماتريس، خرد شدن فوم، شكست فوم، جدا شدن فوم و لایه لایه شدگی در آنها مشاهده گردید. با توجه به تصاویر نشان داده شده، انتشار آسیب در هسته فوم بیشتر در ساختار ساندویچی با 0.5 درصد نانو اتفاق افتاده است. این موضوع نشان میدهد که با توجه به اثر ضربه پرتابه، میزان آسیب به هسته فوم بیشتر بوده است. لایههای کامپوزیتی و نانوکامپوزیتی در قسمت بالای رگه به دلیل افزایش انرژی ضربه، علاوه بر آسیب قابل توجهی که در قالب شکستگی الیاف متحمل شده است، لایه لایه شدگی نیز در فصل مشترک بین لایهها اتفاق افتاده است. دلیل این امر جهت گیری لایههای متفاوت لایههای کامپوزیتی میباشد و این رفتار در تمامی نمونهها يافت میشود [13]. لايه لايه شدگی در ساختار ساندويچی 0.3 درصد نانوذرات گرافن نسبت به سایر نمونهها کمتر دیده می شود. بعلاوه، در ساختارهای 0.1 و 0.5 درصد وزنی نانوذرات گرافن شاهد جداشدگی فوم و انتشار آسیب بیشتری در لایههای نانوکامپوزیت و هسته فوم بودیم. دلیل آن میتواند افزایش و کاهش نانوذرات گرافن در رزین اپوکسی نسبت به ساختار ساندویچی با 0.3 درصد نانو باشد که میزان مقاومت را کاهش داده است. با این وجود، ساختارهای دارای درصد وزنی نانوذرات گرافن دارای مقاومت بیشتری نسبت به ساختار بدون بودند. از طرفی، در جذب انرژی نیروی تماس ساختارهای ساندویچی، وجود فوم پلیاورتان بسیار مهم است. با توجه به نتایج تجربی، وجود فوم پلیاورتان در هسته مرکزی، باعث جلوگیری از آسیب شدید ساختارهای ساندویچی در هنگام ضربه شده است. به طور کلی، در آزمایش ضربه سرعت پایین، فوم پلی-اورتان در این نوع از ساختارهای رگهای باعث محدود شدن گسترش بیشتر آسیب در رگه شده است.

3-3- آناليز FE-SEM

میزان پراکندگی ذرات در رزین اپوکسی یکی از عوامل مهم در ساختارهای نانوکامپوزیتی میباشد. ناهمگونی^۲ در ساختار نانو، باعث ایجاد تراکم^۲ ذرات نانو در ماتریس میشود و به عنوان عوامل تنشزا^۴ عمل کرده و باعث بدتر شدن خواص مکانیکی میشود [24]. در مطالعه حاضر، از آزمایش میکروگراف -FE SEM برای ارزیابی پراکندگی نانوذرات گرافن در داخل رزین استفاده گردید. میزان بزرگنمایی در آنالیز FE-SEM به مقدار xx 50 در نظر گرفته شد. شکل 11، توزیع نانوذرات در بخشی از ماتریس برای درصدهای وزنی مختلف نانوذرات گرافن را نشان میدهد. در ساختارهای نانوکامپوزیت، با بالا بودن محتوای ذرات، تراکم ذرات نانو اتفاق میافتد که معمولاً به عنوان دلیل اصلی تخریب خواص مکانیکی در نظر گرفته میشوند [43]. با وجود یکسان بودن شرایط میکس نانوذرات با رزین برای هر سه وضعیت، اما در ساختارهای نانوکامپوزیتی با 0.1 و 0.5 درصد نانو، مقدار تراکم موجود در ماتریس بسیار کوچکتر و جزئی هستند. با این وجود، تراکم موجود در ماتریس ساختار نانوکامپوزیتی با 0.3

نشريه علوم و فناورى كامپوزيت

¹ Foam detachment

² Inhomogeneity

³ Agglomeration

⁴ Stress raisers

اثر نانوذرات گرافن بر مقاومت ساختار پانل ساندویچی تحت بار گذاری شبه استاتیک و ضربه سرعت پایین

Table 4 Experimental results for key parameters of impact on the sandwich structures.												
	رژی (J)	جذب ان			عایی (mm)	ماكزيمم جابع			اکزیمم (kN)	نیروی تماس م		انرژی ضربه
0.5	0.3	0.1	0.0	0.5	0.3	0.1	0.0	0.5	0.3	0.1	0.0	(J)
درصد نانو	درصد نانو	درصد نانو	درصد نانو	درصد نانو	درصد نانو	درصد نانو	درصد نانو	درصد نانو	درصد نانو	درصد نانو	درصد نانو	
11.07	11.44	11.10	11.57	41.89	30.78	34.66	30.85	2.01	2.21	2.28	2.41	20 J
21.22	21.29	21.38	20.24	54.18	48.69	48.86	69.20	2.17	1.32	2.27	2.64	30 J
35.19	37.40	37.48	33.42	26.38	34.95	34.95	34.18	2.47	1.03	1.94	4.01	45 J

جدول 4 نتایج تجربی برای پارامترهای کلیدی ضربه بر ساختارهای ساندویچی.



الف–a



ب-b



ج−c

Fig. 10 Damage modes in longitudinal and transverse sectioned specimens; a) impact energy of 20 J, b) impact energy of 30 J, c) impact energy of 45 J [21].

شکل 10 حالتهای آسیب در نمونههای برش خورده طولی و عرضی؛ الف) انرژی ضربه 20 ژول، ب) انرژی ضربه 30 ژول، ج) انرژی ضربه 45 ژول [21].

4- جمعبندی

در این مطالعه، اثر نانوذرات گرافن بر مقاومت یک ساختار رگهای ساندویچ کامپوزیتی جدید، تحت بارگذاری شبه استاتیک و ضربه سرعت پایین مورد بررسی قرار گرفت. ساختارهای ساندویچی از پوستههای لایهای شده شیشه / اپوکسی تکجهته با روش تزریق خلأ ساخته شدهاند که در مرکز آنها از هسته فوم پلیاورتان استفاده شد. میزان درصدهای نانوذرات گرافن برای ساختارها به ترتیب 0.0، 0.1، 0.3 و 0.5 درصد می باشد. برای انجام آزمایش های بار گذاری شبه استاتیک و ضربه سرعت پایین از پرتابهای با مدل هندسی نیم کروی استفاده شد. در آزمایش بارگذاری شبه استاتیک، ویژگیهای قابلیت ضربه پذیری شامل راندمان نیروی له شدگی و قابلیت جذب انرژی مورد بررسی قرار گرفتند. همچنین، برای آزمایش ضربه سرعت پایین، انرژیهای مختلف ضربهای 20، 30 و 45 ژول (J) در نظر گرفته شد. میزان پراکندگی و تراکم ذرات گرافن در ماتریس، توسط آنالیز FE-SEM مورد ارزیابی قرار گرفت. با مشاهده نتایج، میتوان دریافت که وجود ساختارهایی مانند ساختار رگهای ساندویچی با هسته فوم پلیاورتان میتوانند در برابر ضربه انتشار آسیب را محدود كرده و بقیه ساختار سالم باقی بگذراند. با مقایسه نتایج هر دو آزمایش انجام شده بر روی نمونهها می توان دریافت که در آزمون شبه استاتیک، با اضافه کردن نانوذرات گرافن به این نوع از ساختارهای رگهای ساندویچی در درصدهای پایین، مقاومت چندانی در برابر نفوذ شبه استاتیک نداشتند، اما زمانی که میزان نانوذرات گرافن از یک حدی افزایش پیدا کرد، این نوع ساختار مقاومت قابل ملاحظهای را از خود نشان دادند. از طرفی، در آزمون ضربه سرعت پایین می-توان دریافت که با اضافه کردن نانوذرات گرافن مقاومت ساختارهای رگهای در آزمون سقوط وزنه مقاومت بیشتری را از خود نشان دادند و حتی انتشار آسیب را تا حدودی محدود کردهاند. علاوه بر این، وجود نانوذرات گرافن تأثیر خوبی در مقاومت این نوع از ساختار داشته است. با افزایش نانوذرات گرافن میزان مقاومت ساختار افزایش یافت. سهم فوم پلیاورتان در جذب انرژی این نوع از ساختارها بسیار مؤثر بوده است. وجود فوم پلی اورتان باعث جلوگیری از آسیب شدید ساختار در هنگام ضربه شد. بعد از آنالیز FE-SEM بخشی از ماتریس ساختار، مشاهده شد که با وجود یکسان بودن شرایط میکس نانوذرات، ساختار 0.3 درصد نانو دارای تراکم بیشتری بوده است. به طور کلی، میتوان دریافت که با وارد کردن ضربه به رگه ساندویچی با این نوع از ساختار، ساختاری انعطاف پذيرتر به وجود مي آورد.

5- مراجع

- Zangana, S., Epaarachchi, J., Ferdous, W. and Leng, J., "A Novel Hybridised Composite Sandwich Core with Glass, Kevlar and Zylon Fibres–Investigation under Low-Velocity Impact" International Journal of Impact Engineering, Vol. 137, pp. 103430, 2020.
- [2] McCracken, A. and Sadeghian, P., "Partial-Composite Behavior of Sandwich Beams Composed of Fiberglass Facesheets and Woven Fabric Core" Thin-walled structures, Vol. 131, pp. 805-815, 2018.
- [3] Castanié, B., Bouvet, C. and Ginot, M., "Review of Composite Sandwich Structure in Aeronautic Applications" Composites Part C: Open Access, Vol. 1, pp. 100004, 2020.
- [4] Zhu, Y. and Sun, Y., "Low-Velocity Impact Response of Multilayer Foam Core Sandwich Panels with Composite Face Sheets" International Journal of Mechanical Sciences, Vol. 209, pp. 106704, 2021.
- [5] He, Y., Zhang, X., Long, S., Yao, X. and He, L., "Dynamic Mechanical Behavior of Foam-Core Composite Sandwich Structures Subjected to Low-Velocity Impact" Archive of Applied Mechanics, Vol. 86, No. 9, pp. 1605-1619, 2016.
- [6] Rezaei Golshan, N., Pol, M. H. P. and Najafzade Asl, O., "Numerical Investigation of the Parameters Affecting on the Composite Tubes Response under Axial Impact" Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 2, pp. 200-212, 2019.
- [7] Kumar, S. A. and Kumar, S. A., "Low-Velocity Impact Damage and Energy Absorption Characteristics of Stiffened Syntactic Foam Core Sandwich Composites" Construction and Building Materials, Vol. 246, pp. 118412, 2020.
- [8] Zhu, S. and Chai, G. B., "Damage and Failure Mode Maps of Composite Sandwich Panel Subjected to Quasi-Static Indentation and Low Velocity Impact" Composite structures, Vol. 101, pp. 204-214, 2013.
- [9] Sarasini, F., Tirillò, J., Ferrante, L., Sergi, C., Russo, P., Simeoli, G., Cimino, F., Ricciardi, M. R. and Antonucci, V., "Quasi-Static and Low-Velocity Impact Behavior of Intraply Hybrid Flax/Basalt Composites" Fibers, Vol. 7, No. 3, pp. 26, 2019.
- [10] Belingardi, G. and Vadori, R., "Influence of the Laminate Thickness in Low Velocity Impact Behavior of Composite Material Plate" Composite structures, Vol. 61, No. 1-2, pp. 27-38, 2003.
- [11] Symons, D. D., "Characterisation of Indentation Damage in 0/90 Lay-up T300/914 Cfrp" Composites science and technology, Vol. 60, No. 3, pp. 391-401, 2000.
- [12] Breen, C., Guild, F. and Pavier, M., "Impact of Thick Cfrp Laminates: The Effect of Impact Velocity" Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 36, No. 2, pp. 205-211, 2005.
- [13] Ahmed, A., Bingjie, Z., Ikbal, M. H., Qingtao, W., Obed, A. and Wei, L., "Experimental Study on the Effects of Stacking Sequence on Low Velocity Impact and Quasi-Static Response of Foam Sandwich Composite Structures" Advances in Structural Engineering, Vol. 18, No. 11, pp. 1789-1805, 2015.
- [14] Zhang, W., Qin, Q., Li, J., Li, K., Poh, L., Li, Y., Zhang, J., Xie, S., Chen, H. and Zhao, J., "Deformation and Failure of Hybrid Composite Sandwich Beams with a Metal Foam Core under Quasi-Static Load and Low-Velocity Impact" Composite Structures, Vol. 242, pp. 112175, 2020.
- [15] Emamieh, H. R., Yarmohammad Tooski, M., Jjabbari, M. and Khorshidvand, A. R., "An Experimental Investigation of Impact Resistance of Sandwich Panels Reinforced by Nano-Silica and Nano-Clay" Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 8, No. 2, pp. 1573-1582, 2021.
- [16] Spronk, S., Kersemans, M., De Baerdemaeker, J., Gilabert, F., Sevenois, R., Garoz, D., Kassapoglou, C. and Van Paepegem, W., "Comparing Damage from Low-Velocity Impact and Quasi-Static Indentation in Automotive Carbon/Epoxy and Glass/Polyamide-6 Laminates" Polymer Testing, Vol. 65, pp. 231-241, 2018.
- [17] Karakuzu, R., Djele, A. and Dogan, A., "High Temperature Effect on Quasi-Static and Low Velocity Impact Behaviors of Advanced Composite Materials" Proceedings of the Institution of Mechanical



الف−a



ب-b





Fig. 11 FE-SEM images of the dispersion of graphene nanoparticles; a) 0.1% nanoparticles, b) 0.3% nanoparticles, c) 0.5% graphene.
 شكل 11 تصاوير FE-SEM از پراكندگى نانوذرات گرافن، الف) 0.1 درصد نانوذرات.
 ب) 0.3 درصد نانوذرات و ج) 0.5 درصد نانوذرات.

Filled Tube under Quasi-Static Axial Loading" Materials & Design, Vol. 88, pp. 258-268, 2015/12/25/, 2015.

- [34] Wu, F., Xiao, X., Yang, J. and Gao, X., "Quasi-Static Axial Crushing Behaviour and Energy Absorption of Novel Metal Rope Crochet-Sintered Mesh Tubes" Thin-Walled Structures, Vol. 127, pp. 120-134, 2018/06/01/, 2018.
- [35] Özbek, Ö., Bozkurt, Ö. Y. and Erkliğ, A., "An Experimental Study on Intraply Fiber Hybridization of Filament Wound Composite Pipes Subjected to Quasi-Static Compression Loading" Polymer Testing, Vol. 79, pp. 106082, 2019/10/01/, 2019.
- [36] Chiu, L. N. S., Falzon, B. G., Ruan, D., Xu, S., Thomson, R. S., Chen, B. and Yan, W., "Crush Responses of Composite Cylinder under Quasi-Static and Dynamic Loading" Composite Structures, Vol. 131, pp. 90-98, 2015/11/01/, 2015.
- [37] Kim, J.-S., Yoon, H.-J. and Shin, K.-B., "A Study on Crushing Behaviors of Composite Circular Tubes with Different Reinforcing Fibers" International Journal of Impact Engineering, Vol. 38, No. 4, pp. 198-207, 2011/04/01/, 2011.
- [38] Xu, J., Ma, Y., Zhang, Q., Sugahara, T., Yang, Y. and Hamada, H., "Crashworthiness of Carbon Fiber Hybrid Composite Tubes Molded by Filament Winding" Composite Structures, Vol. 139, pp. 130-140, 2016/04/01/, 2016.
- [39] Hu, D. Y., Luo, M. and Yang, J. L., "Experimental Study on Crushing Characteristics of Brittle Fibre/Epoxy Hybrid Composite Tubes" International Journal of Crashworthiness, Vol. 15, No. 4, pp. 401-412, 2010/10/14, 2010.
- [40] Zhu, G., Sun, G., Yu, H., Li, S. and Li, Q., "Energy Absorption of Metal, Composite and Metal/Composite Hybrid Structures under Oblique Crushing Loading" International Journal of Mechanical Sciences, Vol. 135, pp. 458-483, 2018/01/01/, 2018.
- [41] Feraboli, P., "Some Recommendations for Characterization of Composite Panels by Means of Drop Tower Impact Testing" Journal of aircraft, Vol. 43, No. 6, pp. 1710-1718, 2006.
- [42] Ulus, H., Üstün, T., Şahin, Ö. S., Karabulut, S. E., Eskizeybek, V. and Avcı, A., "Low-Velocity Impact Behavior of Carbon Fiber/Epoxy Multiscale Hybrid Nanocomposites Reinforced with Multiwalled Carbon Nanotubes and Boron Nitride Nanoplates" Journal of composite materials, Vol. 50, No. 6, pp. 761-770, 2016.
- [43] Zhang, F., Mohmmed, R., Sun, B. and Gu, B., "Damage Behaviors of Foam Sandwiched Composite Materials under Quasi-Static Three-Point Bending" Applied Composite Materials, Vol. 20, No. 6, pp. 1231-1246, 2013.

Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science, Vol. 235, No. 23, pp. 7110-7119, 2021.

- [18] Korsavi-Kashani, S. A. and Eslami-Farsani, R., "Exprimental Investigation on Effect of Functionalized Nano Silica and Nano Graphene on Basalt Fibers-Epoxy Composite under High Velocity Impact" Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 7, No. 1, pp. 675-682, 2020.
- [19] Ghaderi, A., Ghassemi, A. and Yarmohamad Toski, M., "An Experimental Investigation of Quasi-Static Indentation on a Composite Sandwich Panel Made of Basalt Fiber Using Nano-Graphene" Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 1, pp. 109-118, 2019.
- [20] Nakhaei, M.-R., Mohammadi, S., Naderi, G. and Ghoreishy, M.-H., "Experimental Study of Microstructure, Thermal and Mechanical Properties of Pa6/Nbr Nanocomposites Reinforced with Graphene Nanoparticle" Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 3, pp. 419-426, 2019.
- [21] Rezvani Tavakol, M., Yarmohammad Tooski, M., Jabbari, M. and Javadi, M., "Effect of Graphene Nanoparticles on the Strength of Sandwich Structure Inspired by Dragonfly Wings under Low-Velocity Impact" Polymer Composites, Vol. 42, No. 10, pp. 5249-5264, 2021.
- [22] Zhang, B., Asmatulu, R., Soltani, S. A., Le, L. N. and Kumar, S. S., "Mechanical and Thermal Properties of Hierarchical Composites Enhanced by Pristine Graphene and Graphene Oxide Nanoinclusions" Journal of Applied Polymer Science, Vol. 131, No. 19, 2014.
- [23] Hülagü, B., Ünal, H. Y., Acar, V., Khan, T., Aydın, M. R., Aydın, O. A., Gök, S., Pekbey, Y. and Akbulut, H., "Low-Velocity Impact and Bending Response of Graphene Nanoparticle-Reinforced Adhesively Bonded Double Strap Joints" Journal of Adhesion Science and Technology, Vol. 35, No. 22, pp. 2391-2409, 2021.
- [24] Choupani Chaydarreh, K., Shalbafan, A. and Welling, J., "Effect of Ingredient Ratios of Rigid Polyurethane Foam on Foam Core Panels Properties" Journal of Applied Polymer Science, Vol. 134, No. 17, 2017.
- [25] Wang, H., Li, T.-T., Wu, L., Lou, C.-W. and Lin, J.-H., "Spacer Fabric/Flexible Polyurethane Foam Composite Sandwiches: Structural Design and Quasi-Static Compressive, Bursting and Dynamic Impact Performances" Journal of Sandwich Structures & Materials, Vol. 23, No. 4, pp. 1366-1382, 2021.
- [26] Zhao, F., Wu, L., Lu, Z., Lin, J.-H. and Jiang, Q., "Design of Shear Thickening Fluid/Polyurethane Foam Skeleton Sandwich Composite Based on Non-Newtonian Fluid Solid Interaction under Low-Velocity Impact" Materials & Design, Vol. 213, pp. 110375, 2022.
- [27] Zeng, X., Tang, T., An, J., Liu, X., Xiang, H., Li, Y., Yang, C. and Xia, T., "Integrated Preparation and Properties of Polyurethane-Based Sandwich Structure Composites with Foamed Core Layer" Polymer Composites, Vol. 42, No. 9, pp. 4549-4559, 2021.
- [28] Khan, T., Acar, V., Aydin, M. R., Hülagü, B., Akbulut, H. and Seydibeyoğlu, M. Ö., "A Review on Recent Advances in Sandwich Structures Based on Polyurethane Foam Cores" Polymer Composites, Vol. 41, No. 6, pp. 2355-2400, 2020.
- [29] Loganathan, S. B. and Shivanand, H. K., "Effect of Core Thickness and Core Density on Low Velocity Impact Behavior of Sandwich Panels with Pu Foam Core" Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering, Vol. 3, No. 03, pp. 164, 2015.
- [30] Garrido, M., Madeira, J., Proença, M. and Correia, J., "Multi-Objective Optimization of Pultruded Composite Sandwich Panels for Building Floor Rehabilitation" Construction and Building Materials, Vol. 198, pp. 465-478, 2019.
- [31] Tarlochan, F. and Ramesh, S., "Composite Sandwich Structures with Nested Inserts for Energy Absorption Application" Composite Structures, Vol. 94, No. 3, pp. 904-916, 2012/02/01/, 2012.
- [32] Liu, Q., Xing, H., Ju, Y., Ou, Z. and Li, Q., "Quasi-Static Axial Crushing and Transverse Bending of Double Hat Shaped Cfrp Tubes" Composite Structures, Vol. 117, pp. 1-11, 2014/11/01/, 2014.
- [33] Mohsenizadeh, S., Alipour, R., Shokri Rad, M., Farokhi Nejad, A. and Ahmad, Z., "Crashworthiness Assessment of Auxetic Foam-

نشريه علمى پژوهشى





علوم و فناوری **کامپوزیست** http://jstc.iust.ac.ir

بررسی تأثیر فرآیند ساچمهزنی بر خواص و کیفیت پوشش کامپوزیت Al-Al2O3 ایجادشده به روش پاشش سرد

افشین جودکی 1 ، محمد جواد اشرفی $^{2^*}$

1- کارشناس ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت، تهران
 2- دانشیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت، تهران
 * تهران، صندوق یستی 1114-1686، mj_ashrafi@iust.ac.ir

· ->, ···;	
اطلاعات مقاله:	چکیدہ
دريافت: 1401/08/20	
ېذيرش: 1401/12/09	پوشش پودر آلومینیوم خالص و پودرAl ₂ O ₃ با درصد وزنی 50 درصد مخلوط شدند. پوشش با استفاده از گاز نیتروژن در دمای 300 درجه
	سانتیگراد و فشار 30 بار و فاصلهی پاشش 20mm انجام شد. پوشش ایجادشده با استفاده از فرآیند ساچمهزنی سانتریفیوژی با سرعت
كليدواژگان	3000 دور بر دقیقه و اندازه ساچمه 0.6mm به مدتزمان 3 دقیقه مورد ساچمهزنی قرار گرفت. اثر فرآیند ساچمهزنی بر خواص و کیفیت
پاشش سرد	پوشش موردبررسی قرار گرفت مشخصات پوشش با استفاده از ریز سختی سنجی، میکروسکوپ الکترونی روبشی، نرمافزار تحلیل تصویر
ساچمەزنى	clemex، میکروسکوپ نیروی اتمی موردبررسی قرار گرفت. نتایج نشان میدهد که براثر فرآیند ساچمهزنی بر روی پوشش کامپوزیت 10
تخلخل	درصد سختي پوشش افزايش مييابد و تخلخل پوشش براثر فرآيند ساچمهزني به مقدار 80 درصد كاهش مييابد. نتايج ميكروسكوپ نيروي
سختی کار بار ۲۰۰۱ ما ۸۱	اتمی نشان میدهد براثر فرایند ساچمهزنی زبری سطح افزایش مییابد، و از سوی دیگر به دلیل متراکم شدن و فرسایش، کاهش ضخامت
نامپوریت۲۰۸۱ ₂ O3	در پوشش رخ میدهد.

Investigating the effect of the shot peening process on the properties and quality of Al-Al₂O₃ composite coating created by cold spraying

Afshin Joodaki¹, Mohammad Javad Ashrafi^{1*}

1- School of Mechanical Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran * P.O.B. 16846-13114, Tehran, Iran, mj_ashrafi@iust.ac.ir

Keywords	Abstract
Cold Spray Shot Peening Porosity Hardness Al- Al ₂ O ₃ Composite	In this research, Al-Al ₂ O ₃ composite coating was created using cold spraying process on Al-1050 alloy sheet. In order to create the coating, pure aluminum powder and Al ₂ O ₃ powder were mixed with equal weight percentage (50% wt.). The coating was done using nitrogen gas at a temperature of 300 °C and a pressure of 30 bar and a spraying distance of 20 mm. Moreover, the coating was shot peened using a centrifugal process with a speed of 3000 rpm and peen size of 0.6 mm for 3 minutes. The effect of the shot peening process on the properties and quality of the coating was investigated. The characteristics of the coating were investigated using microhardness measurement, scanning electron microscope, image processing, and atomic force microscope. The results show that the hardness of the coating increases by 10% due to the shot peening process. The results of the atomic force microscope show that the surface roughness increases due to the shot peening process, and on the other hand, the coating thickness decreases due to condensation and erosion.

1- مقدمه

بحرانی خود بیشتر شود ذرات بر روی سطح بستر رسوب می کنند[5.4،2] و پوشش متراکم زمانی تشکیل می شود که سرعت برخورد ذرات به مقدار قابل توجهی بالاتر از سرعت بحرانی باشد. درحالی که در سرعت پایین تر، فرسایش زیرلایه و جدایش ذرات رخ می دهد مقدار سرعت بحرانی بستگی به خواص زیرلایه و ذرات پاشش دارد[6].

فرآیند پاشش سرد یک تکنیک رسوب مواد در حالتجامد است که ذرات با شتاب به سطح بستر برخورد میکنند و پوشش تشکیل میشود[2،1]. در این فرآیند، ذرات پودر برای تشکیل یک جت مافوق صوت، سیال شده و به یک نازل همگرا_ واگرا تزریق میشوند[3]. هنگامی که سرعت ذرات از سرعت

Please cite this article using:

برای ارجاع به مقاله از عبارت زیر استفاده کنید:

Joodaki, A., Ashrafi, M. J., "Investigating the effect of the shot peening process on the properties and quality of Al-Al2O3 composite coating created by cold spraying," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 9, No. 3, pp. 2006-2010, 2023. https://doi.org/10.22068/JSTC.2023.563598.1804

در فرآیند پاشش سرد پس از برخورد ذرات به سطح زیر در ذرات تغییر شکل پلاستیک شدید رخ می دهد، که این تغییر شکل پلاستیک شدید ذرات در فرآیند پاشش سرد به خوبی زیر نقطه ذوب مواد اسپری شده است[2]. در این روش به دلیل دمای نسبتاً پایین فرآیند، مشکلات مربوط فرآیندهای دمابالا مانند اکسیداسیون، اعوجاج، تنش باقی مانده کششی، تغییرات متالورژیکی و تبدیل فاز نامطلوب کاهش می یابد. بنابراین فرآیند پاشش سرد برای زیرلایه هایی که به گرما و اکسیداسیون حساس هستند بهتر از فرآیندهای پاشش حرارتی است[7]. این خواص باعث می شود که پاشش سرد نه تنها یک فنّاوری قابل رقابت در هزینه و صنعتی شدن بلکه در زمینه عملکرد نیز باشد. علاوه بر این، پاشش سرد نیاز به سرمایه گذاری نسبتاً کمی در مقایسه با سایر فرآیندهای پاشش حرارتی معمولی دارد. این فرآیند ازلحاظ اقتصادی به صرفه بوده و می توان از آن در یک مرکز تعمیرات و تولید استفاده کرد[39].

طيف وسيعي از پوشش هاي فلزي مانند مس، نيكل، آلومينيوم، تيتانيوم و روى با استفاده از فرآيند پاشش سرد ايجاد مى شوند [11،10]. اخيراً براى بهبود عملکرد این پوششهای فلزی از ذرات سرامیک و فلز سخت استفاده شده است. Al2O3 یکی از متداول ترین تقویت کننده های مورداستفاده در فرآیند پاشش سرد است مانند [13،12،6]Al-Al₂O₃، [13،12،6][14] و Ni-Al₂O3] افزودن ذرات سخت به پودر باعث افزایش بازدهی پوشش دهی، افزایش سختی و کاهش تخلخل پوشش میشود که مقاومت به خوردگی پوششهای فلزی را تحت تأثیر قرار میدهد [8]. تحقیقات مختلفی در زمینه پاشش سرد پوشش Al-Al₂O₃ صورت گرفته است، ضیائی و همكاران[15] پودرAl2O3 را با درصدهای وزنی مختلف با پودر آلومینیوم مخلوط و پوشش ایجاد کردند. نتایج حاصله نشان میدهد وجود ذرات باعث تغییر شکل پلاستیک شدید بیشتر شده و درنتیجه باعث افزایش سختی، ریزدانه شدن پوشش، افزایش چسبندگی پوشش به زیرلایه و کاهش تخلخل ذرات پودر آلومینیوم پوشش می شود. اما به دلیل برخورد ذرات Al₂O₃ به یکدیگر و شکستن آنها و اتصال ضعیف ذرات Al₂O₃ به ذرات آلومینیوم باعث افزایش تخلخل در اطراف ذرات تقویت کننده می شود که خود سبب افزایش تخلخل نهایی در پوشش می گردد. در پژوهش دیگری [2] پوشش آلومینیوم _ آلومینا با استفاده از دستگاه پاشش سرد کمفشار بر روی سطح Al-7075ایجاد شد نتایج نشان میدهد پوشش دارای میکروترک و تخلخل مے باشد.

با توجه به این که فرآیند ساچمهزنی عملیات کار سرد است و ذرات ریز ساچمه مانند یک چکش کوچک عمل می کند و باعث تغییر شکل پلاستیک در ماده می شود[16]. درصورتی که بتوان با فرآیند ساچمهزنی تغییر شکل پلاستیک مضاعف در پوشش پاشش سرد ایجاد کرد این تغییر شکل پلاستیک مضاعف سبب افزایش سختی و متراکم کردن پوشش می شود[8]. امروزه تحقیقات مختلفی جهت بهبود کیفیت پوشش با استفاده از فرآیند ساچمهزنی بر مورت گرفته است، یاو و همکاران[17] به بررسی اثر فرآیند ساچمهزنی بر روی پوشش آلومینیوم ایجادشده توسط پاشش سرد کم فشار پرداختند، نتایچ آنها نشان می دهد فرآیند ساچمهزنی سبب کاهش تخلخل، ریزدانه شدن پوشش و افزایش مقاومت به خوردگی می گردد. در پژوهش دیگر [18] اثر فرآیند ساچمهزنی بر پوشش روی باعث کاهش تخلخل و افزایش سختی شده

با توجه به تأثیر فرآیند ساچمهزنی در بهبود کیفیت پوشش های پاشش سرد تا به امروز پوشش های مختلفی موردبررسی قرار گرفتند و با در نظر گرفتن کاربرد گسترده ذرات تقویت کننده در پوشش های پاشش سرد، بررسی های کمتری نسبت به پوشش های کامپوزیت انجام شده است. در این پژوهش سعی شد به بررسی اثر فرآیند ساچمهزنی بر بهبود کیفیت پوشش کامپوزیت Al-Al2O3 پرداخته شود.

2-مواد و روش حل

در این پژوهش از پودر آلومینیوم خالص تجاری با خلوص 99.6 درصد و پودر Al₂O₃ با اندازه دانه کمتر از 45 میکرومتر استفاده شد. توزیع اندازه دانه ذرات با استفاده از آزمون آنالیز لیزر مشخص شد. پودر آلومینیوم خالص و Al₂O₃ با ترکیب وزنی 50 درصد آماده و مخلوط شدند، در شکل شماره 1 نمودار توزیع اندازه ذرات و تصاویر SEM پودرها ارائه گردید. ورق Al-1050 در ابعاد 50×30×4 میلیمتر تهیه و بهعنوان زیرلایه مورداستفاده قرار گرفت. ترکیب شیمیایی زیرلایه در جدول شماره 1 نشان داده شده است. سطح زیرلایهها ابتدا با استفاده از ورق سنباده با شمارههای 80 تا 400 سنبادهزنی و سپس ماسه پاشی¹شدند. ماسه پاشی زیرلایهها با استفاده از ذرات Al₂O3 با مش 200، فشار هوای 6 بار انجام شد. زیرلایهها بعد از ماسه پاشی به مدت 30 ثانیه در حمام آلتراسونیک استون قرارگرفته و تمیز شدند.

برای پوشش دهی نمونه اا ز دستگاه پاشش سرد موجود در دانشگاه تربیت مدرس استفاده شد. در شکل شماره 2 طرحوارهای از آن نشان داده شده است. پارامترهای عملیات پاشش در جدول شماره 2 آورده شده است. به منظور بررسی اثر ذرات تقویت کننده و فرآیند ساچمهزنی دو پوشش آلومینیوم خالص و دو پوشش کامپوزیت AI-Al₂O3 ایجاد شد، در دستگاه مذکور نازل در حین فرآیند ثابت است و با حرکت زیرلایه در مقابل نازل، پوشش یکنواخت روی سطح ایجاد شد.



Fig. 1 (a) SEM image and (b) particle size distribution of pure Al powder, (c) SEM image and (d) particle size distribution of Al₂O₃ powder شكل 1 (الف) تصوير ميكروسكوپى الكترونى روبشى و (ب) نمودار توزيع اندازه ذرات پودر آلومينيوم خالص، (ج) تصوير ميكروسكوپى الكترونى روبشى و (د) نمودار توزيع اندازه ذرات پودر اكسيد آلومينيوم.

1Sand Blast

جدول 1 ترکيب شيميايی ورق آلومينيوم 1050 برحسب درصد وزنی Table 1 Chemical composition of Al-1050 plate (in wt. %)

Other	Zn	Si	Fe	Mg	Mn	V	AL
0.01>	0.03	0.07	0.25	0.03	0.01	0.02	Balance



Fig. 2 Schematic of cold spray process شکل 2 طرحوارهای از فرآیند پاشش سرد[15]

Al-1050 جدول2 پارامترهای پوشش ایجادشده به پاشش سرد بر روی بستر Table 2 Parameters of coating created by cold spraying on Al-1050 substrate

نوع گاز	دمای گاز	فشار گاز	فاصلهی نازل و زیرلایه
هيدروژن	300 (°C)	30 bar	20 mm

پس از ایجاد پوشش کامپوزیت Al-Al2O3 جهت بررسی تأثیر فرآیند ساچمهزنی بر روی پوشش، نمونه با استفاده از دستگاه ساچمهزنی سانتریفیوژی با سرعت 3000 دور بر دقیقه و اندازه ساچمه 0.7-0.5 میلیمتر به مدتزمان 3 دقیقه ساچمهزنی شد، جنس ساچمه مورداستفاده فولادی با سختی 30 راکول C می باشد.

بعد از فرآیند ساچمهزنی نمونهها، مقطع زنی و مانت سرد انجام شد. سنبادهزنی نمونهها با استفاده از سنباده با شمارههای 80 تا 5000 سنبادهزنی و سپس پرداخت کاری شدند. ساختار پوششها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی موردبررسی قرار گرفت. برای محاسبه مقدار تخلخل نمونهها 5 تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی با بزرگنمایی 500X گرفته شد و سپس اندازه گیری مقدار تخلخل پوشش با نرمافزار آنالیز تصویر Clemex نسخه 35.025 انجام شد. سختی پوششها با استفاده از دستگاه ریز سختی سنجی و با نیروی 20 و زمان تأخیر 15 ثانیه اندازه گیری شد، به منظور کاهش خطا برای هر نمونه 15 آزمون ریزسختی گرفته شد. با استفاده از میکروسکوپ نیروی اتمی تصاویر از سطح نمونه گرفته شد و سپس اندازه گیری مقدار زبری سطح با نرمافزار Nanoscope انجام شد.

لازم به ذکر است نمونه یآلومینیوم خالص دارای چسبندگی مطلوب به زیرلایه نمی باشد و در این پژوهش پس از آن که نمونه آلومینیوم خالص را مورد فرآیند ساچمهزنی قراردادیم پوشش از سطح زیرلایه جدا شد و قادر به تعیین اثر فرآیند ساچمهزنی بر آلومینیوم خالص نمی باشیم.

3- نتایج و بحث 1-3- سختی

نتایج حاصل از ریز سختی پوشش در شکل 3 آورده شده است. مقادیر سختی پوشش برای آلومینیوم خالص، کامپوزیت Al-Al₂O3 بدون ساچمهزنی و پوشش كامپوزيت ساچمهزنى شده به ترتيب برابر با 53، 75 و 83 ويكرز رسید، با توجه به این که سختی پوشش آلومینیوم خالص کمتر است این افزایش سختی در پوشش کامپوزیت به علت وجود ذرات سخت Al₂O₃ و ريزدانه شدن ساختار ميكروسكوپي پوشش است [20،19]. از سوى ديگر ذرات پوشش به سطح برخورد می کنند و باعث تغییر شکل پلاستیک شدید می شوند و برخورد دوباره ساچمه ها به سطح بعد از فرآیند ساچمهزنی باعث تغییر شکل ذرات تغییر شکل یافته می شود که سبب اعمال تغییر پلاستیک بیشتر و افزایش کار سختی در آن می شود [21]،این عوامل درمجموع باعث افزایش سختی نهایی پوشش بعد از فرآیند ساچمهزنی می شود. باید توجه داشت که در فرآیند پاشش سرد در حین اعمال پوشش هر یک از ذرات مانند یک چکش کوچک عمل میکنند که برخورد آن ها به ذرات دیگر حالت چکش کاری در سطح پوشش را ایجاد می کند که سبب ایجاد تراکم و افزایش سختی پوشش می شود اما در لایه های سطحی پوشش عمل چکش کاری کمتر انجام میشود، بنابراین لایههای سطحی دارای سختی کمتری نسبت به لايه هاى زيرين مى باشند [22]. با اعمال فرآيند ساچمهزنى به دليل ايجاد چکش کاری در سطح نمونه سختی افزایش می یابد.



Fig. 3 Microhardness values of coatings

شکل 3 مقادیر ریز سختی پوششها

2-3- تخلخل

نتایج حاصل از تخلخل پوشش در شکل 4 آورده شده است. تخلخل پوشش آلومینیوم خالص برابر با 0.48 درصد، کامپوزیت Al-Al₂O3 بدون ساچمهزنی برابر با 1.1 و تخلخل پوشش ساچمهزنی شده برابر با 0.2 گزارششده است، که وجود ذرات سرامیکی باعث تغییر شکل مضاعف ذرات نرم پوشش شده و باعث افت تخلخل در زمینه پوشش میشود[24،23]. درعینحال باید توجه داشت تخلخل پوشش به دلیل وجود تخلخل در خود ذرات Al₂O3 و شکستن و خرد شدن این ذرات است. همچنین در بعضی مناطق عدم چسبندگی مناسب ذرات Al₂O3 با زمینه نرم آلومینیومی باعث به وجود آمدن تخلخل در فصل مشترک تماس بین آن دو میشود و بنابراین درصد تخلخل نهایی پوششها، بیشتر میشود [15]. میتوان به این نکته اشاره کرد که فرآیند ساچمهزنی باعث

تغییر شکل مضاعف ذرات تغییر شکل یافته و متراکم شدن پوشش می شود، که خود باعث کاهش تخلخل در پوشش می گردد. مقادیر تخلخل پوشش ها با یکدیگر مقایسه شد، نتایج نشان می دهد که پوشش کامپوزیت بدون ساچمهزنی نسبت به آلومینیوم خالص 57 درصد افزایش تخلخل و پوشش ساچمهزنی شده نسبت به کامیوزیت 80 درصد کاهش تخلخل را دارا می باشد.



Fig. 4 Porosity values of coatings

شکل 4 مقادیر تخلخل پوششها

3-3- سطح يوشش

تصاویر حاصل از تصویربرداری SEM از سطح پوشش در شکل 5 آورده شده است، فرآیند ساچمهزنی در سطح پوشش سبب بسته شدن منافذ سطحی پوشش میشود و در ادامه ذرات آلومینا در سطح پوشش ساچمهزنی شده، بهصورت قابل توجهی نسبت به پوشش بدون ساچمهزنی کاهشیافته است، که براثر برخورد ساچمه به سطح پوشش به علت اتصال ضعیف از سطح جدا یا خرد شده باشند. نتایج حاصل از تحلیل تصاویر آزمون AFM نشان می دهد، برخورد ذرات ساچمه به سطح پوشش سبب ایجاد ناهمواری در سطح پوشش شده و درنهایت فرآیند ساچمهزنی سبب افزایش زبری سطح در پوشش می گردد.



 Fig. 5 SEM images of the coating surface (a) composite coating (Al-Al2O3-CS), (b) shot Peening coating (Al-Al2O3-CS-SP)

 (ب)

 (م)

 Al-Al₂O₃-CS)

 (μ)

 (Al-Al₂O₃-CS)

 (μ)

 (Al-Al₂O₃-CS)

 (μ)

 (μ)

4-3- ضخامت پوشش

تصاویر SEM دو نمونهی کامپوزیت و کامپوزیت ساچمهزنی شده در شکل 6 نشان دادهشده است. بررسی تصاویر نشان میدهد فرآیند ساچمهزنی سبب

1 Erosion

کاهش ضخامت در نمونه شده است، با توجه به این که فرایند ساچمهزنی سبب جداسازی ذرات دارای اتصال ضعیف از سطح شده [25] و از سوی دیگر فرآیند ساچمهزنی باعث متراکم کردن پوشش میشود. پس میتوان کاهش ضخامت را به دلیل متراکم شدن و فرسایش^۱ پوشش دانست.



Fig. 6 SEM images of the cross section of the coating (a) Al-Al₂O₃-CS composite coating with thickness (395 μ m), (b) Al-Al₂O₃-CS-SP shot Peening coating with thickness (345 μ m)

شكل 6 تعاوير SEM از سطح مقطع پوشش (الف) پوشش كامپوزيت Al-Al₂O₃-CS باضخامت باضخامت (395µm)، (ب) پوشش ساچمهزنی شدهAl-Al₂O₃-CS-SP باضخامت (345µm)

4- نتيجەگىرى

- وجود ذرات سخت آلومینا در پوشش سبب افزایش سختی پوشش کامپوزیت Al-Al₂O₃ میشود، از سویی دیگر برخورد ذرات سخت آلومینا در پوشش سبب ایجاد تغییر شکل پلاستیک مضاعف در ذرات تغییر شکل یافته میشود. این تغییر شکل پلاستیک بیشتر و افزایش کار سختی سبب افزایش سختی پوشش میشود.
- در فرآیند ساچمهزنی به دلیل تغییر شکل پلاستیک بیشتر و افزایش کار سختی مقدار سختی پوشش کامپوزیت افزایش یافت.
- برخورد ذرات سخت آلومینا باعث کاهش تخلخل در زمینه نرم آلومینیوم می شود، اما به دلیل خرد شدن و شکستن ذرات آلومینا در برخورد با یکدیگر و اتصال ضعیف ذرات آلومینا با زمینه نرم پوشش تخلخل در اطراف ذرات آلومینا افزایش می یابد، در نتیجه سبب افزایش تخلخل نهایی پوشش می شود. در فرآیند ساچمه زنی برخورد ساچمه ها به سطح سبب ایجاد چکش کاری در سطح می شود که این امر سبب متراکم شدن پوشش و در نتیجه کاهش تخلخل در آن می شود.
- براثر برخورد ساچمه به سطح پوشش منافذ سطحی پوشش بسته میشوند. همچنین فرآیند ساچمهزنی سبب افزایش زبری سطح در نمونه میشود.
- براثر برخورد مداوم ساچمه به سطح پوشش کاهش ضخامت رخ میدهد
 که این کاهش ضخامت به دلیل فرسایش و متراکم شدن پوشش میباشد.

5- مراجع

[1] Bakshi, S. R., Wang, D., Price, T., Zhang, D., Keshri, A. K., Chen, Y., McCartney, D. G., Shipway, P. H. and Agarwal, A., "Microstructure and Wear Properties of Aluminum/Aluminum-Silicon Composite Coatings Prepared by Cold Spraying" Surface and Coatings Technology, Vol. 204, No. 4, pp. 503-510, 2009.

- [20] Ahmadifard, S., Shahin, N., Kazemi, S., Heidarpour, A. and Shirazi, A., "Fabrication of A5083/Sic Surface Composite by Friction Stir Processing and Its Characterization" Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 2, No. 4, pp. 31-36, 2016.
- [21] Nikbakht, S., Eftekhari, M. and Faraji, G., "Study of Microstructure and Mechanical Properties of Pure Commercial Titanium Via Combination of Equal Channel Angular Pressing and Extrusion" Modares Mechanical Engineering, Vol. 17, No. 1, pp. 453-461, 2017.
- [22]Stoltenhoff, T., Borchers, C., Gärtner, F. and Kreye, H., "Microstructures and Key Properties of Cold-Sprayed and Thermally Sprayed Copper Coatings" Surface and Coatings Technology, Vol. 200, No. 16-17, pp. 4947-4960, 2006.
- [23]Kumar, S., Reddy, S. K. and Joshi, S. V., "Microstructure and Performance of Cold Sprayed Al-Sic Composite Coatings with High Fraction of Particulates" Surface and Coatings Technology, Vol. 318, pp. 62-71, 2017.
- [24] Leyman, P. and Champagne, V. K., "Cold Spray Process Development for the Reclamation of the Apache Helicopter Mast Support", Army Research Lab Aberdeen Proving Ground MD Weapons and Materials Research ..., pp. 2009.
- [25]Zhang, L., Zhang, Y., Wu, H., Yang, S. and Jie, X., "Structure and Corrosion Behavior of Cold-Sprayed Cu/Ni Composite Coating Post-Treated by Ultrasonic Shot Peening" SN Applied Sciences, Vol. 2, No. 2, pp. 1-14, 2020.

- [2] Assadi, H., Gärtner, F., Stoltenhoff, T. and Kreye, H., "Bonding Mechanism in Cold Gas Spraying" Acta materialia, Vol. 51, No. 15, pp. 4379-4394, 2003.
- [3] Peat, T., Galloway, A., Toumpis, A., McNutt, P. and Iqbal, N., "The Erosion Performance of Particle Reinforced Metal Matrix Composite Coatings Produced by Co-Deposition Cold Gas Dynamic Spraying" Applied Surface Science, Vol. 396, pp. 1623-1634, 2017.
- [4] Stoltenhoff, T., Kreye, H. and Richter, H., "An Analysis of the Cold Spray Process and Its Coatings" Journal of Thermal spray technology, Vol. 11, No. 4, pp. 542-550, 2002.
- [5] Liang, Y., Wang, Z., Zhang, J., Zhang, J. and Lu, K., "Enhanced Bonding Property of Cold-Sprayed Zn-Al Coating on Interstitial-Free Steel Substrate with a Nanostructured Surface Layer" Applied Surface Science, Vol. 385, pp. 341-348, 2016.
- [6] Triantou, K. I., Pantelis, D. I., Guipont, V. and Jeandin, M., "Microstructure and Tribological Behavior of Copper and Composite Copper+ Alumina Cold Sprayed Coatings for Various Alumina Contents" Wear, Vol. 336, pp. 96-107, 2015.
- [7] Cong, D., Li, Z., He, Q., Chen, H., Zhao, Z., Zhang, L. and Wu, H., "Wear Behavior of Corroded Al-Al2o3 Composite Coatings Prepared by Cold Spray "Surface and Coatings Technology, Vol. 326, pp. 247-254, 2017.
- [8] Rech, S., Trentin, A., Vezzu, S., Vedelago, E., Legoux, J.-G. and Irissou, E., "Different Cold Spray Deposition Strategies: Single-and Multi-Layers to Repair Aluminium Alloy Components" Journal of thermal spray technology, Vol. 23, No. 8, pp. 1237-1250, 2014.
- [9] Blochet, Q., Delloro, F., N'guyen, F., Jeulin, D., Borit, F. and Jeandin, M., "Effect of the Cold-Sprayed Aluminum Coating-Substrate Interface Morphology on Bond Strength for Aircraft Repair Application" Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 26, No. 4, pp. 671-686, 2017.
- [10] Suhonen, T., Varis, T., Dosta, S., Torrell, M. and Guilemany, J., "Residual Stress Development in Cold Sprayed Al, Cu and Ti Coatings" Acta Materialia ,Vol. 61, No. 17, pp. 6329-6337, 2013.
- [11] Price, T., Shipway, P., McCartney, D., Calla, E. and Zhang, D., "A Method for Characterizing the Degree of Inter-Particle Bond Formation in Cold Sprayed Coatings" Journal of thermal spray technology, Vol. 16, No. 4, pp. 566-570, 2007.
- [12] Irissou, E., Legoux, J.-G., Arsenault, B. and Moreau, C., "Investigation of Al-Al2o3 Cold Spray Coating Formation and Properties" Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 16, No. 5, pp. 661-668, 2007.
- [13] Spencer, K., Fabijanic, D. and Zhang, M.-X., "The Use of Al–Al2o3 Cold Spray Coatings to Improve the Surface Properties of Magnesium Alloys" Surface and Coatings Technology, Vol. 204, No. 3, pp. 336-344, 2009.
- [14] Miguel, J., Guilemany, J. and Dosta, S., "Effect of the Spraying Process on the Microstructure and Tribological Properties of Bronze–Alumina Composite Coatings" Surface and Coatings Technology, Vol. 205, No. 7, pp. 2184-2190, 2010.
- [15]Ziaei, H., Abdollah-zadeh, A., Eyvazi, Z., Seraj, R. and Kargar, F., "The Effects of Al2o3 Particles on the Microstructure and Hardness of Cold Sprayed Al-Al2o3 Composite Coating" Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 3, pp. 473-480, 2019.
- [16] Modi, C., "Shot Peening of Automobile Parts," Indian Foundry Journal, Vol. 61, No. 2, pp. 38-42, 2015.
- [17] Yao, H. L., Hu, X. Z., Yi, Z. H., Xia, J., Tu, X. Y., Li, S. B., Yu, B., Zhang, M. X., Bai, X. B. and Chen, Q. Y. "Microstructure and Improved Anti-Corrosion Properties of Cold-Sprayed Zn Coatings Fabricated by Post Shot-Peening Process" Surface and Coatings Technology, Vol. 422, pp. 127557, 2021.
- [18] Lu, F. F., Ma, K., Li, C. X., Yasir, M., Luo, X. T. and Li, C. J., "Enhanced Corrosion Resistance of Cold-Sprayed and Shot-Peened Aluminum Coatings on La43m Magnesium Alloy" Surface and Coatings Technology, Vol. 394, pp. 125865, 2020.

[19] www.nanoindustry.ir,

https://nanoindustry.ir/report/4203/%D9%81%D8%B1%D8%A7% DB%8C%D9%86%D8%AF%D9%BE%D8%A7%D8%B4%D8% B4-%D8%B3%D8%B1%D8%AF نشريه علمى پژوهشى



ملوم و فناوری **کامپوزیست**

http://jstc.iust.ac.ir

ساخت و ارزیابی ویژگیهای مکانیکی و فیزیکی کامپوزیت سبز ژئوپلیمری تقویتشده با الیاف کنف و نانولوله کربنی

وجيهه صادقي پناه¹، محراب مدهوشي²*، تقي طبرسا³، مرتضي ناظريان⁴، ابراهيم نجفي كاني⁵ و زهرا عبدالله نژاد⁶

۱- دانشجوی دکتری فرآوردههای چندسازه چوبی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، گرگان
 2-استاد، گروه تکنولوژی و مهندسی چوب، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان
 3-استاد، گروه تکنولوژی و مهندسی چوب، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی، گرگان
 4-دانشیار، گروه سامانههای زیستی، تهران، دانشگاه شهید بهشتی، پردیس زیرآب، مازندران
 5-دانشیار، دانشکده مهندسی شیمی، نفت و گاز، دانشگاه سمنان
 6-گروه مهندسی عمران و محیط زیست، دانشگاه کانکتیکات

*گرگان،madhoushi@gau.ac.ir ، 49138-15739

چکیدہ	اطلاعات مقاله:
این تحقیق با هدف ساخت و ارزیابی ویژگیهای مکانیکی و فیزیکی (جذب آب) کامپوزیت سبز ژئوپلیمر تقویتشده با الیاف کنف و نانولوله کربنی انجام شد. برای	دريافت: 1401/08/22
این منظور تأثیر مقدار الیاف کنف، نانولوله کربن و نیز مقدار آب هر کدام در 5 سطح (درصد وزنی) نسبت به ژئوپلیمر مبتنی بر متاکائولن و سرباره فولاد بر خواص	پذيرش: 1401/12/13
مکانیکی و فیزیکی کامپوزیت مورد ارزیابی قرار گرفتند. از روش آماری سطح پاسخ و طرح مرکب مرکزی برای انتخاب اختلاطها استفاده شد. بر روی نمونهها،	
آزمونهای خمش (مقاومت خمشی، مدول الاستیستیه و چقرمگی شکست)، فشار و جذب آب انجام گردید. همچنین، ریزساختار ژئوپلیمر و کیفیت پراکندگی	کلیدواژگان:
نانولوله كربن و الياف كنف در ماتريس كامپوزيت با استفاده از تصاوير FESEM ارزيابي گرديد. نتايج نشان داد كه با اضافهكردن مقدار الياف كنف تا سطح 7.5	کامپوزیت،
درصد مقاومت خمشی، فشاری، چقرمگی شکست و جذب آب افزایش یافتند، در حالیکه در مقادیر بالاتر الیاف مقادیر مقاومت مکانیکی روند نزولی داشتند.	ژئويليمر،
همچنین حضور نانولوله کربن بهعنوان تقویتکننده، تا سطح 0.6 درصد تأثیر مثبت در افزایش مقادیر مقاومتی کامپوزیت داشتند. بررسیهای FESEM نیز	نانولوله کرېن،
افزایش اندازه منافذ ماده زمینه را با افزایش مقدار نانوالیاف و نانولوله کربن نشان داد. به طور کلی در این تحقیق، با توجه به نتایج آماری، نمونه با ترکیب شرایط	الياف كنف،
اختلاط الياف كنف 7.5 درصد، نانولوله كربن 0.6 درصد و آب به مقدار 29 درصد به عنوان تركيب بهينه معرفي مي گردد.	چقرمگی شکست

Manaufactuirng and evaluation of mechanical and physical properties of green geopolymer composite reinforced with kenaf fibers and carbon nanotubes

Vajihe Sadeghi Panah¹, Mehrab Madhoshi^{2*}, Taghi Tabarsa², Morteza Nazerian³, Ebrahim Najafi Kani⁴, Zahra Abdollahnejad⁵

1- Ph.D. Student of Wood Composite Products, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran

Department of Wood Engineering and Technology, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran
 Associate Professor, Department of Biological Systems Engineering, Shahid Beheshti University, Zirab Campus, Mazandaran, Iran

Associate Professor, Department of Biological Systems Engineering, Shahid Beheshti University, Zirab Cam
 Associate Professor, Faculty of Chemical, Oil and Gas Engineering, Semnan University, Semnan, Iran

* P.O.B. 49138-15739, Gorgan, Iran, madhoushi@gau.ac.ir

Keywords	Abstract
Composite, Geopolymer, Carbon nanotube, Kenaf fiber, Fracture toughness	The aim of this study was manufacturing and evaluation of the mechanical and physical (water absorption) of a green geopolymer composite reinforced with kenaf fibers and carbon nanotubes. For this purpose, the effect of amount of kenaf fibers, carbon nanotubes and water each in 5 levels (% wt) compared to metakaolin-based geopolymer and steel slag on the mechanical and physical properties of the composite were evaluated. Response surface method and central composite design were used as statistical method to select the mixtures. Bending tests (bending strength, modulus of elasticity and fracture
	toughness), compression and water absorption were conducted on the samples. Also, ultrastructure of geopolymer and dispersion quality of carbon nanotubes and kenaf fibers in the composite matrix, was evaluated by FESEM images. The results showed that by increasing the amount of kenaf fibers up to 7.5%, the bending strength, compressive strength, fracture toughness and water absorption increased, whilst at higher amounts of the fibers, the values of mechanical strength decreased. Also, the use of carbon nanotube as a reinforcement up to 0.6%, had a positive effe on increasing the mechanical strengths of the composite. The results of FESEM showed that with increasing the amount of percentage of kenaf fibers, the diameters of pores in matarix highly increased. Generally, in this research according to the statistical results, the sample with the combination of 7.5% kenaf fiber, 0.6% carbon nanotube and 29% water is introduced as the optimal combination

Please cite this article using:

د کامپوزیت

Associate Professor, Faculty of Chemical, On and Gas Engineering, Semian University, Semian, Iran
 5-Department of Civil and Environmental Engineering, University of Connecticut, Storrs, United States of America

برای ارجاع به مقاله از عبارت زیر استفاده کنید:

Sadeghi Panah, V., Madhoshi, M., Tabarsa, T., Nazerian, M., Najafi Kani, E., Abdollahnejad, Z., "Manaufactuirng and evaluation of mechanical and physical properties of green geopolymer composite reinforced with kenaf fibers and carbon nanotubes," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 9, No. 3, pp. 2011-2022, 2023. https://doi.org/10.22068/JSTC.2023.1972309.1809

1- مقدمه

در سالهای اخیر، توجه به مسائل محیطزیستی و استفاده از مصالح ساختمانی سازگار با محیطزیست مورد توجه محققان و دولتها قرار گرفته است. بهطوری که بسیاری از دولتها مشوقها و حمایتهای ویژهای برای تولیدکنندگان و مصرف کنندگان این مواد اختصاص دادهاند. به منظور کاهش میزان آلودگی و انرژی مصرفی در فرآیند تولید سیمان پرتلند، نوعی مواد سیمانی تولید شده محلول قلیایی ساخته میشود. محصول به دست آمده یک ژل سیلیکات آلومینیومی است که تمام خواص سیمان پرتلند را دارا بوده و به آن ژئوپلیمر گفته میشود [1]. با توجه به اینکه فعالیتهای ساختوساز و عملیات ساختمانی در سرتاسر جهان، میلیاردها تن مواد خام را هر ساله مصرف می کنند، استفاده از مواد و فرآوردههای ساختمانی سبز و کمک به حفاظت منابع تجدیدپذیر در سطح بینالمللی به طور فزایندهای اهمیت پیدا کرده است [2].

صنعت سیمان در مقیاس جهانی برای تولید یک تن مصالح سیمانی تقریباً یک تن CO₂ و سالانه حدود 2.8 میلیارد تن گاز گلخانهای تولید میکند که سهمی بیش از هفت درصد تولید سالانه این گازها در سراسر جهان است. به عبارت دیگر، فرآیندهای تولید سیمان انرژی زیاد نیاز دارد و مقدار زیادی CO₂ منتشر می کنند که استفاده از آن را به عنوان یک ماده سازگار با محیطزیست با چالشهایی روبرو می کند. از اینرو، ارائه راهحلها و تولید موادی که دوستدار محيطزيست باشند ضروري است. با همين هدف، ژئوپليمرها كه مواد جديد و سبز بهشمار مىروند بهعنوان جايگزينى براى سيمان پرتلند معرفى شدهاند كه مزیتهای محیطزیستی و اقتصادی فراوانی دارند [3]. مواد پوزلانی برای ساخت ژئوپلیمر قیمت پایین تری دارند و به دلیل استفاده از ضایعات سایر صنایع در تهیه آنها و همچنین انرژی کمتر در تولید آنها، آلودگی محیطزیستی و ردپای اكولوژيكى كمترى را موجب مىشوند [4]. از مواد معدنى، مواد بازيافتى و ضایعات (صنعتی، کشاورزی و خانگی) برای ترکیب با سیمان پرتلند به عنوان جایگزین بعضی ترکیبات اولیه به منظور تولید سیمان سبز و ایجاد یک اتصال دهنده مناسب مى توان استفاده كرد. خاكستر بادى، سرباره كوره و دود کورههای سیلیس، سه نمونه شناخته شده از مواد جایگزین سیمان است که در حال حاضر برای تولید سیمان سبز قابل استفاده می باشند [5].

1-1-تأثیر نانوذرات بر مقاومتهای مکانیکی کامپوزیتها

نانوذرات بهدلیل سطح ویژه بسیار زیاد خود و فعالیت بالایی که دارند قادرند واکنشهای مواد معدنی فاقد مواد سیمانی را تحت تاثیر قرار دهند و سبب بهبود واکنشهای ژئوپلیمریزاسیون گردند [6]. نانوذرات علاوه بر افزایش مقاومتهای مکانیکی کامپوزیتها، خواص شیمیایی و فیزیکی آنها را نیز بهبود می بخشند. نانوذرات با اشکال کروی نظیر نانواکسید سیلیس، نانواکسید آلومینیوم، نانواکسید تیتانیوم، نانواکسید آهن، نانورس، نانولولههای کربنی و نانوفیبرهای کربنی از مواد مؤثری هستند که میتوانند به سیمان به عنوان مواد افزودنی اضافه شوند [7]. نانولولههای کربنی از جمله نانوذرات آلی هستند که بهواسطه خصوصیات مکانیکی قابل توجه خود محبوبیت زیادی پیدا کردهاند و همین ویژگی سبب شده است تا محققان برای استفاده از آنها بهعنوان تقویت کننده در ساختار سیمان و بتن تمایل بیشتری نشان دهند [8].

همچنین مطالعات نشان میدهد این نانومواد میتوانند سبب بهبود خواص مکانیکی سایر محصولات غیرسیمانی شوند که به عنوان اتصال دهنده و ماتریس برای اتصال ذرات در کامپوزیتها استفاده میشوند [9]. دلیل این موضوع، تشکیل شبکه در مناطق بین فازی و پراکندگی نانولولههای کربنی و فازهای

میانی اطراف آن است که بر خواص مکانیکی نانوکامپوزیتها تأثیرگذار است [10]. به طور کلی نانولولههای کربنی چند جداره قادرند مدول الاستیک، مقاومت فشاری و چقرمگی شکست در مواد ژئوپلیمری بر پایه خاکستر بادی را افزایش دهند [11].

1-2-تأثير الياف طبيعي و مصنوعي بر كامپوزيتها

الیاف با مدول الاستیسیته بالا نه تنها مقاومت فشاری کامپوزیتها را حفظ میکنند، بلکه با انتقال و توزیع یکنواخت تنش، تنشهای متمرکز داخلی اعمالشده در جهات مختلف را کاهش میدهند. بنابراین، از تمرکز تنش و شکستگیهای ناحیهای جلوگیری میکنند [12]. نتایج بررسی انجامشده بر روی مقاومت به ضربه کامپوزیتهای ژئوپلیمر تقویتشده با الیاف پنبه نشان داد که افزودن الیاف پنبه (از 3.6 تا 3.8 درصد) در ماتریس ژئوپلیمر، سبب افزایش مقاومت و مدول الاستیستیه خمشی و چقرمگی شکست گردید [13]. میکروالیاف کربنی نیز سبب بهبود ریزساختاری و خواص مکانیکی ژئوپلیمری در دماهای بالا میشوند. تحقیقات نشان داده است افزودن این الیاف به مقدار 15 درصد وزنی، در ماتریس ژئوپلیمرهای مبنی بر متاکوئولن، سبب شد تا ماده بتواند مقاومت فشاری خود در حدود 23.13 مگاپاسکال تحت دماهای ۲۰۰ تا 14].

3-1-چقرمگی شکست کامپوزیتهای ژئوپلیمری

مطالعه پدیده شکست و مقاومت مواد و کامپوزیتها به ترکخوردگی، یکی از مهمترین عوامل مؤثر در شناخت مقدار نیروی لازم برای گسیختگی آنها میباشد. مطالعه چقرمگی شکست و افزایش مقادیر آن میتواند منتهی به ساخت کامپوزیتها و مواد ساختمانی بسیار مقاوم و پایدار در برابر عوامل محیطی مثل زلزله، طوفان، گرد باد و ... شود [15].

در این تحقیق پس از بررسی منابع مختلف مشخص شد که ژئوپلیمرها علیرغم مزایای بسیار، دارای محدودیتهای خاصی نسبت به سیمان پرتلند معمولی هستند. بهعنوان نمونه، ژئوپلیمرها به دلیل ساختار درونی خاص خود، در مقایسه با سیمان پرتلند معمولی، شکنندهتر هستند و دچار شکست بیشتری می شوند. بنابراین، بهبود خواص شکنندگی، عملکرد و دوام ژئوپلیمرها برای کاربردهای عملی بسیار ضروری است. از اینرو، در این تحقیق استفاده از الیاف کنف و نانولوله کربن در جهت بهبود عملکرد و مقاومتهای مکانیکی کامپوزیتهای ژئوپلیمر مورد بررسی قرار گرفت. شایان ذکر است در حالی که کارهای تحقیقاتی قبلی روی الیاف طبیعی دیگر در طیف وسیعی انجام شده بود، تحقیقی در مورد استفاده از الیاف کنف به همراه نانولوله کربن به عنوان

2-مواد و روشها

2-1- مواد اوليه

الیاف کنف: الیاف کنف مورد استفاده از نوع الیاف وارداتی بود. الیاف قبل از استفاده توسط آسیاب مکانیکی خرد شدند و سپس طول و قطر آنها بهوسیله میکروسکوپ اندازه گیری گردید که بهترتیب برابر با 1.21 میلیمتر و 22.1 میکرومتر بود.

نانولوله کربن چند دیواره: این نانومواد با استفاده از کاتالیزور Co-MgO در پژوهشگاه صنعت نفت ایران سنتز و تهیه شد.

متاکائولن: پودر کائولن از شرکت خاک چینی ایران (شهرستان مرند) تهیه گردید و سپس به مدت 4 ساعت در یک کوره الکتریکی با دمای 750 درجه

سانتی گراد تحت عملیات حرارتی قرار گرفت تا سنتز متاکائولن صورت بگیرد. در جدول 1، مشخصات خاک متاکائولن (گزارششده توسط شرکت سازنده) ارائه شده است.

سرباره فولاد⁽: از شرکت سیمان سپاهان (اصفهان) تهیه گردید. آنالیز شیمیایی این سرباره توسط فلورسانس اشعه ایکس^۲ انجام و نتایج در جدول 1 ارائه شده است.

فعال کنندههای قلیایی: از سیلیکاتسدیم مایع بهعنوان فعال کننده قلیایی بهمنظور فعالسازی اتصال دهنده خشک سرباره فولاد استفاده شد. سیلیکاتسدیم تجاری با چگالی 1.57 گرم بر سانتی متر مکعب از شرکت سیلیکات گستر سپاهان (اصفهان) به صورت محلول تهیه گردید. ترکیب شیمیایی فعال کننده شامل 32.4 SiO2 درصد(،13.9 Na2O) معداد درصد)، 14 (1.5 درصد) و نسبت مولی (SiO2/Na2O) 2.5 بود. همچنین، از هیدروکسیدسدیم با خلوص 98 درصد تهیه شده از شرکت مرک آلمان استفاده شد.

2-2- ساخت کامپوزیتھای ژئوپلیمر

برای این منظور در ماتریسی از مواد ژئوپلیمری (جدول 2) از سه متغیر هر کدام در پنج سطح شامل الیاف کنف (2.5، 5، 7.5، 10 و 2.51 درصد وزنی)، نانولوله کربن (صفر، 0.3، 6.0، 9.0 و 1.2 درصد) و آب (23، 26، 29، 22 و35 درصد) با استفاده از روش سطح پاسخ⁷ و طرح مرکب مرکزی[†] استفاده شد. روش سطح پاسخ، یک روش ریاضی و آماری است که هدف نهایی آن، بهینهسازی پارامترهای مؤثر بر یک محصول است و میتوان برای تولید محصولات مختلف سیمانی، ژئوپلیمری و مواد دیگر با ترکیبات بهینه و خاصیت کنترلشده استفاده کرد [16]. طرح کلی ساخت کامپوزیتها در جدول 3 نشان داده شده است.

جدول 1 درصد وزنی ویژگیهای شیمیایی مواد اولیه استفاده شده (منبع: شرکت سازنده)

 Table 1 Weight percent of the chemical characteristics of the raw materials (Ref: manufacturerer company)

سرباره	متاكائولن	
0.42	0.97	Na ₂ O
53.1	2.56	Fe ₂ O ₃
-	0.36	TiO 2
32.39	0.66	CaO
0.47	4.68	KO_2
2.28	1.36	SO 3
-	0.15	P_2O_3
32.09	64.51	Si ₂ O
14.15	22.87	AL_2O_3
8.75	0.67	MgO

جدول 2 درصد وزنی الیاف کنف، نانولوله کربن و آب در بلوکهای مختلف **Table 2** Weight percent of kenaf fibers, carbon nanotubes and water in different blocks

آب	الياف كنف	نانولوله كربن	51
(درصد)	(درصد)	(درصد)	بىوت
32	5	0.9	1
29	12.5	0.6	2
32	5	0.3	3

¹ GGBFS: Ground-granulated blast-furnace slag ² XRF: X-ray fluorescence

29	2.5	0.6	4
32	10	0.3	5
29	7.5	1.2	6
26	5	0.9	7
29	7.5	0.6	8
23	7.5	0.6	9
29	7.5	0	10
29	7.5	0.6	11
26	5	0.3	12
26	10	0.9	13
29	7.5	0.6	14
29	7.5	0.6	15
32	10	0.9	16
35	7.5	0.6	17
29	7.5	0.6	18
26	10	0.3	19
29	7.5	0.6	20

جدول 3 متغیرهای تحقیق در طرح مرکب مرکزی (کامپوزیتهای ژئوپلیمری سبز) Table 3 Research variables in the central composite design (Green geopolymer composites)

	سطوح متغيرها				.I ·	la 19
+2	+1	0	-1	-2	نماد	منغيرها
12.5	10	7.5	5	2.5	А	الياف كنف (٪)
1.05	0.9	0.6	0.3	0.15	в	نانولوله كربن (٪)
36	32	29	26	23	С	آب (./)

برای ساخت نمونه ها، پیش ماده ها (شامل متاکائولن و سرباره) بعد از توزین اولیه، توسط همزن مکانیکی با هم مخلوط شدند. سپس الیاف کنف به ترکیب بدست آمده افزوده شد و سطح آن ها با مواد زمینه ای خشک به طور کامل پوشانده شد و ترکیب همسان و یکنواختی حاصل گردید. در مرحله بعد فعال سازهای قلیایی که از 24 ساعت قبل آماده و دو ساعت قبل از ساخت نمونه با هم ترکیب شده بودند، به مواد زمینه ای خشک اضافه گردیدند. نانولوله کربنی قبل از مرحله اولتر اسونیک به مدت 24 ساعت در دمای اتاق با سرعت 850 دور در دقیقه توسط همزن مکانیکی با آب و صمغ عربی (به منظور پراکنش یکنواخت نانولوله کربنی) آماده شد، هر چند هیدروکسیدسدیم در افزایش انحلال و ثبات حلال و محلول نانولوله کربن مؤثر بود. این محلول قبل از اختلاط با فعال سازها، مجدداً با همزن اولتر اسونیک به مدت 30 دقیقه با دوره 5 ثانیه ترکیب شدن و ۳ ثانیه استراحت آماده گردید.

در ادامه ترکیب نهایی آماده شده از همه مواد با یک همزن مکانیکی به مدت 20 دقیقه با دور بالا مخلوط گردید. پس از دستیابی به ترکیبی یکنواخت، مخلوط در درون قالبهای 30×30 سانتیمتر ریخته و با یک کاردک پلاستیکی سطح قالب صاف و در داخل پرس قرار داده شدند. نمونهها به مدت 24 ساعت تحت پرس سرد با فشار 40 بار قرار گرفتند. سپس به منظور جلوگیری از ایجاد انحنا در سطح، نمونهها به مدت 72 ساعت بین گیرههای دستی و داخل کیسههای پلاستیکی (بهمنظور جلوگیری از تبادل سریع رطوبتی نمونهها با محیط اطراف) قرار داده شدند. در ادامه نمونهها تا تکمیل دوره انعقاد 28 روزه، در دمای محیط آزمایشگاه (با دمای ۳۲ درجه سانتی گراد) خشک شدند. در نهایت نمونهها به اندازههای مورد نیاز برای انجام آزمایشها براساس استانداردها برش داده شدند.

³ RSM: Response surface method

⁴ CCD: Central composite design

2-3- آزمون خمش

آزمون خمش برای اندازه گیری مقاومت خمشی و مدول الاستیسیته نمونه ها با استفاده از دستگاه Comtech موجود در آزمایشگاه مکانیک چوب دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان انجام شد (شکل 1). نمونه ها مطابق با استاندارد 310 EN به ابعاد 10×20×120 میلی متر تهیه شدند و نرخ بارگذاری 0.5 میلی متر بر دقیقه انتخاب شد. مقاومت خمشی و مدول الاستیسیته نمونه ها به ترتیب با استفاده از روابط 1 و 2 محاسبه گردید [17].

$$MOR = \frac{3P_u l}{2bh^2} \tag{1}$$

$$MOE = \frac{P_{pl}l^3}{4bh^3\delta}$$
(2)

که در آن MOR مقاومت خمشی (پاسکال)، P_u بار حداکثر (نیوتون)، lطول دهانه)متر)، dنمونه (متر)، h ضخامت نمونه (متر)، MOE مدول الاستیسیته (پاسکال)، P_{pl} بار حد تناسب (نیوتون)، δ خیز (تغییرمکان افقی) نمونه (متر) میباشد.



Fig. 1 (a) Samples prepared for flexural test and (b) samples in flexural testing شكل **1** (الف) نمونه هاى آماده شده براى آزمون خمش (ب) نمونه در آزمون خمش

2-4- اندازهگیری مقاومت فشاری

نمونههای مورد نظر برای این منظور در ابعاد 4×2 سانتیمتر تهیه شدند و در 3 تکرار برای هر طرح اختلاط مورد آزمون قرار گرفتند (شکل2). نرخ بارگذاری 2 میلیمتر در دقیقه در نظر گرفته شد. مقاومت فشاری نمونههای آزمونی براساس استاندارد ASTM C109 و با استفاده از رابطه 1 تعیین گردید [18].

$$P_u = \frac{F_{max}}{A} \tag{3}$$



(م-کار) Fig. 2 (a) Compression testing and (b) the sample after the test شکل 2 (الف) آزمون مقاومت فشاری و (ب) نمونه پس از آزمون

A که در آن Pu مقاومت فشاری (پاسکال)، Fmax بار حداکثر (نیوتون) و A سطح مقطع نمونه تحت بارگذاری (مترمربع) میباشد.

2-5- اندازەگىرى چقرمگى شكست^ا

چقرمگی به میزان مقاومت مواد در مقابل شکست بر اثر اعمال تنش گفته میشود. برای اندازه گیری چقرمگی، نمونهها مانند نمونههای خمشی به ابعاد 10×20×10 میلیمتر (و طول دهانه ۱۲۰ میلیمتر) تهیه و یک ترک با نسبت طول به عرض ((// a/w با استفاده از یک تیغه الماس 0.4 میلیمتری در وسط دهانه ایجاد شد. نرخ بارگذاری 0.5 میلیمتر بر دقیقه انتخاب گردید و محاسبه چقرمگی شکست با استفاده از روابط 4و 5 انجام شد [13].

$$K_{IC} = \frac{P_m S}{W D_3^2} f\left(\frac{a}{W}\right)$$
(4)

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{3\left(\frac{a}{W}\right)^{\frac{1}{2}} \left[1.99 - \left(\frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right) \times \left(2.15 - 3.93\frac{a}{W} + 2.7\frac{a^{2}}{W^{2}}\right)\right]}{2\left(1 + 2\frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{\frac{2}{3}}}$$
(5)

در این روابط K_{IC} میزان چقرمگی شکست (پاسکال بر مترمربع)، P_m بار حداکثر (نیوتون)، S طول نمونه (متر)، W عرض نمونه (متر)، D ضخامت نمونه (متر)، $\left(\frac{a}{W}\right)$ ضریب تصحیح هندسی و a طول ترک اولیه (متر) میباشد.

2-6-جذب آب 24 و 48 ساعت

کامپوزیتهای حاوی الیاف طبیعی به دلیل ماهیت آبدوست بودن ذاتی الیاف، رطوبت جذب می کنند و ثبات ابعادی آنها دستخوش تغییر میشود. در این تحقیق مقدار جذب آب توسط کامپوزیتها بهعنوان مهمترین خواص فیزیکی آنها مورد بررسی قرار گرفت. برای این آزمون، مطابق استاندارد EN - IN 317 مقدار جذب آب در نمونههایی به ابعاد 10×10 میلیمتر بعد از 24 و ساعت غوطهوری در آب تعیین شدند. برای این منظور در ابتدا وزن خشک نمونهها تعیین و سپس در داخل آب مقطر با دمای محیط 3±02 درجه سانتی گراد قرار داده شدند. توزین نمونهها با استفاده از ترازوی دیجیتالی با دقت 0.01 گرم انجام و برای تعیین میزان جذب آب از رابطه 6 استفاده شد [17].

$$W = \frac{(M_w - M_o)}{M_o} \times 100 \tag{6}$$

که در آن W مقدار جذب آب (درصد) بعد از زمان غوطهوری، M_w وزن تر نمونه (کیلوگرم) و M_0 وزن خشک نمونه (کیلوگرم) میباشد.

2-7-ویژگی های مورفولوژیکی (ریختشناسی)

برای مطالعه خصوصیات ریختشناسی از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان^۲ مدل MIRA3 TESCAN-XMU مستقر در پژوهشگاه متالورژی رازی تهران استفاده گردید. ابتدا نمونهها در ابعاد 1×1 سانتیمتر از محل شکست تهیه و سپس به مدت 24 ساعت در درجه حرارت 65 درجه سانتیگراد خشک شدند. در نهایت نمونهها به مدت 10 دقیقه توسط دستگاه متالایزر با طلا پوشش دهی و در ولتاژ 15 کیلوولت و بزرگنمایی100 تا200 بررسی شدند.

¹ Fracture toughness

² FESEM: Field emission scanning electron microscope

2.4 10.43 2084 9.16 5 3.5 8.25 4152 16.98 6 در این مطالعه، برای ساخت نمونههای کامپوزیتی با توجه به متغیرهای مستقل 3.2 7.54 7.3998 15.05 7 و سطوح بکاررفته از روش سطح پاسخ و طرح مرکب مرکزی برای پیش بینی و 2.55 13.26 8 9.2 2767 بهینهسازی پاسخهای اندازه گیری شده استفاده گردید. از روش سطح پاسخ 3.25 8.5 3895 14.2 9 10 2.85 6.93 2095 9.43 می توان برای تولید محصولات مختلف سیمانی، ژئویلیمری و مواد دیگر با 2.03 14.63 2295 10.8 11 ترکیبات بهینه و خاصیت کنترل شده استفاده کرد. در این تحقیق علاوه بر تأثیر 1.98 7.14 7.2306 11.6 12 مستقل هر پارامتر، اثر متقابل متغیرها بر پاسخهای اندازه گیری شده مشخص 4.11 6.93 2655 11.7 13 2.5 7.36 3474 13.72 14 شد. در این تحقیق، جهت دستیابی به مقادیر بهینه ساخت کامیوزیت، برای 10.96 2.44 10.85 2139 15 سه متغير مقدار الياف كنف، مقدار نانولوله كربني و مقدار آب در پنج سطح، 2.15 11.64 2110 10.63 16 جدول ترکیبی شرایط ساخت مطابق روش آماری سطح پاسخ (جدول3) تعریف 11.56 3.49 5.15 2695 17 3.75 8.25 3894 14 18 3940 16.02 19 10 3.6 3.65 9.5 3968 15.9 20

3- نتايج و بحث

شد.

مقادیر پاسخهای مقاومتهای مکانیکی و مقدار جذب آب بهترتیب در جداول 4 و 5 برای هر اختلاط ارائه شده است.

2-8- روش سطح پاسخ و طرح مرکب مرکزی تعیین مقادیر

1-3- مقاومت خمشي و مدول الاستيسيته

نتايج آناليز واريانس براى مقاومت خمشى و مدول الاستيسيته بهترتيب در جداول 6 و 7 ارائه شده است. بر اساس این جداول، نتایج سطح پاسخ مشتقشده از لحاظ آماری کافی هستند و میتوان از آنها برای پیشبینی مقاومت خمشي و مدول الاستیسیته نزدیک به نتایج تجربی در بازده اطمینان 93 درصد استفاده کرد. همچنین ضرایب همبستگی چندگانه (ضریب تبیین پیشبینی شده) مدلهای سطح پاسخ بهدست آمده نشاندهنده یک خطای آزمایشی کوچک و برازش مناسب مدلهای پیشبینیشده با دادههای تجربی

شکل 3 اثر متغیرهای مورد بررسی بر مقاومتخمشی کامپوزیتهای سبز ژئوپلیمری را نشان میدهد. مطابق نتایج بهدست آمده، مقدار الیاف کنف پارامتری مهم بر مقاومت خمشی و مدول الاستیسیته کامپوزیتهای ژئوپلیمری است و افزایش مقدار آن تا حد متوسط 7.5 درصد باعث بهبود ویژگی خمشی آنها شده است که این موضوع به علت پیوند شیمیایی و فیزیکی بین الیاف کنف و ماده زمینه است. به طور کلی، کاربرد الیاف طبیعی در کامپوزیت های ثئويليمرى سبب افزايش استحكام آنها مى شود [[13, 12] .

همچنین، افزایش بیش از حد الیاف کنف که با جذب آب بیشتر همراه خواهد بود باعث كاهش مقاومت خمشى مىشود. بيشترين مقدار مقاومت خمشى (16.98 مگاپاسكال) مربوط به طرح اختلاط با مقدار الياف 7.5 درصد، نانولوله كربن 0.6 درصد و آب 29 درصد بود. در همين ارتباط، كمترين مقدار مقاومت خمشی (5.53 مگایاسکال) مربوط به کامیوزیتهای با 2.5 درصد الیاف كنف بود. با افزايش درصد الياف كنف بالاتر از 7.5 درصد مقاومت خمشي هم تا حدودی کاهش داشت [13].

جدول 4 نتایج طرح آماری سطح پاسخ خواص مکانیکی Table 4 The results of the response surface statistical design of the

meenamear proper	ues			
Pu (MPa)	K _{IC} (MPa/m ²)	MOE (MPa)	(MPa) MOR	بلوک
3.3	9.85	4120	16.25	1
2.32	13	933	5.53	2
3.75	9.06	3272	13.46	3
1.9	6.18	2836	9.96	4

جدول 5 نتايج طرح آماري سطح پاسخ جذب آب Table 5 The results of the response surface statistical design of the water

response absorption		
جذب آب 48 ساعت (٪)	جذب آب 24 ساعت (٪)	بلوک
17	16.3	1
14.83	12.75	2
17.96	17.76	3
19.63	18.99	4
17.29	17.01	5
18.2	17.85	6
19.2	18.6	7
14.32	13.25	8
17.98	15.89	9
15.36	13.04	10
13.08	12.06	11
18.96	18.14	12
20.08	19.57	13
18.33	17.91	14
19.6	19.37	15
18.85	17.12	16
20.1	20	17
18.05	18	18
18	17.8	19
17.95	16.25	20

با توجه به نتایج می توان عنوان کرد که نانولوله کربن در درصدهای متوسط 0.6 و پایین تر از توزیع یکنواختی برخوردار بودهاند که حضورشان به عنوان فاز تقويت كننده بين الياف كنف و ژئوپليمر موجب افزايش مقاومت خمشي و مدول الاستیسیته کامیوزیتها گردید. وجود نانومواد از طریق تسریع در ژئوپلیمریزاسیون، کاهش قلیائیت سیستم و افزایش ژل ژئوپلیمر تأثیر مثبت در مقاومت خمشي و مدول الاستيسيته دارند [11].

بهعلاوه، با افزایش نانولوله کربن بیشتر از 0.6 درصد مقاومت خمشی كاهش يافته است كه علت آن را ميتوان عدم توزيع يكنواخت و مناسب نانولوله کربن در اثر تجمع و ایجاد کلوخگی در درصدهای بالاتر عنوان کرد. در درصدهای بالاتر، ذرات نانولوله کربن به علت نیروهای واندروالسی بین خود و همچنین نسبت سطح به حجم بالا، تمایل به جذب یکدیگر و تجمع زیاد دارند که در نتیجه پراکنش یکنواخت و جداسازی آنها از یکدیگر به سختی انجام می شود [19]. واضح است که پر اکنش مناسب نانولوله ها در ژئوپلیمرها، می تواند یکی از چالشهای اصلی در ساخت کامپوزیت ژئوپلیمری باشد. نتایج کسب شده این تحقیق با یافته های سأفی و همکاران (2013) مطابقت دارد [19].

تفاون	Р	مقدار F	میانگین مربعات	مجموع مربعات	درجه آزادی	منبع تغييرات
**	< 0.0001	74.08	32.51	292.63	9	مدل
**	< 0.0001	269.29	118.19	118.19	1	B- الياف كنف
**	0.0001	20.1	8.82	8.82	1	C- آب
**	< 0.0001	36.92	16.20	16.20	1	AB
*	0.0138	6.67	2.93	2.93	1	BC
**	< 0.0001	177.32	77.83	77.83	1	A^2
**	< 0.0001	269.99	130.35	130.35	1	\mathbb{B}^2
**	< 0.0001	65.33	28.68	28.68	1	C^2
			0.44	16.68	38	باقيمانده
ns	0.2084	1.53	0.63	3.13	5	ضعف برازش
			0.41	13.54	33	خطای خالص

جدول 6 آنالیز واریانس اثر عوامل متغیر بر مقاومت خمشی

** معنی دار در سطح 1 درصد، * معنی دار در سطح 5 درصد، ns عدم معنی داری

جدول 7 آناليز واريانس تأثير عوامل متغير بر مدول الاستيسيته

Table 7 Analysis of variance of the effect of variable factors on the modulus of elasticity

تفاوت	Р	مقدار F	میانگین مربعات	درجه آزادی	مجموع مربعات	منبع تغييرات
**	< 0.0001	56.59	3.189E+006	9	2.870E+007	مدل
**	< 0.0001	23.79	1.341E+006	1	1.341E+006	A- نانولوله کربن
**	< 0.0001	229.25	1.292E+007	1	1.292E+007	B- الياف كنف
**	0.0003	16.25	9.154E+005	1	9.154E+005	-C آب
**	< 0.0001	20.24	1.141E+006	1	1.141E+006	AB
*	0.0282	5.21	2.935E+005	1	2.935E+005	BC
**	< 0.0001	86.72	4.887E+006	1	4.887E+006	A^2
**	< 0.0001	206.45	1.163E+007	1	1.163E+007	\mathbf{B}^2
**	< 0.0001	80.33	4.526E+006	1	4.526E+006	C^2
			56347.81	38	2.141E+006	باقيمانده
ns	0.0685	2.29	1.102E+005	5	5.511E+005	ضعف برازش
			48184.30	33	1.590E+006	خطای خالص
					اف معال 38 237	.~il (0.93:(ℝ ²) :i

** معنی دار در سطح 1 درصد، * معنی دار در سطح 5 درصد، ns عدم معنی داری





شكل 3 اثر متقابل عوامل بر مقاومت خمشي ژئوپليمر، (الف) الياف كنف × نانولوله كربن، (ب) آب × نانولوله كربن و (پ) نانولوله كربن × آب



Fig. 4 The interaction of variable factors on the modulus of elasticity of geopolymer, (a) kenaf fibers \times carbon nanotube, (b) water \times carbon nanotube and (c) carbon nanotube \times percentage of water

شكل 4 اثر متقابل عوامل متغير بر مدول الاستيسيته ژئوپليمر (الف) درصد الياف × نانولوله كربن، (ب) درصد آب × نانولوله كربن و (چ) نانولوله كربن × آب

همچنین، مقاومت خمشی با افزایش مقدار آب تا 29 درصد افزایش؛ اما در مقادیر بالاتر آن سیر نزولی داشت. علت این موضوع را میتوان باقیماندن آب آزاد در کامپوزیت نهایی دانست که بعد از حذف آن و ایجاد تخلخل، سبب افت مقاومت می شود.

در کامپوزیتهای سبز ژئوپلیمری تقویتشده با الیاف طبیعی، الیاف بهعنوان تقویت کننده عمل می کنند به طوری که هنگام تنش با انتقال و توزیع یکنواخت تنش، تنشهای متمر کز داخلی اعمال شده در جهتهای مختلف را کاهش می دهند. بنابراین، از تمر کز تنش و شکستگیهای محلی جلوگیری کرده و باعث افزایش مقاومت خمشی و مدول الاستیسیته می شود. استفاده از الیاف باعث افزایش انعطاف پذیری کامپوزیتها نیز می شود [[13].

شكل 4 اثر متغیرهای مورد بررسی بر مدول الاستیسیته ژئوپلیمر را نشان می دهد. مشابه مقاومت خمشی، مقدار الیاف كنف عاملی مهم بر مدول الاستیسیته است. كم ترین مقدار مدول الاستیسیته مربوط به نمونههای با الیاف كنف 2.5 درصد بود و افزایش مقدار آن تا 7.5 درصد باعث بهبود ویژگی شكنندگی و مقاومت به شكست ژئوپلیمرها گردید. مطابق نتایچ، افزایش بیش مناز حد الیاف كنف كه با جذب آب بیشتر همراه خواهد بود باعث كاهش مدول الاستیسیته می شود. بیش ترین مقدار مدول الاستیسیته (215 مگاپاسكال) مربوط به طرح اختلاط با مقدار الیاف 7.5 درصد، نانولوله كربن 6.0 درصد و آب 29 درصد بود. با توجه به جدول 6 مقدار F بهدست آمده برای نانولوله كربن در مقایسه با الیاف كنف مقدار كمتری است، بنابراین می توان گفت تأثیر نانولوله كربن بر مدول الاستیسیته نسبت به الیاف كنف كمتر بوده است. این نتایچ با یافتههای قبلی مطابقت دارد كه با حضور الیاف طبیعی مقاومت، انعطاف پذیری و سختی كامپوزیت ژئوپلیمری تا حد زیادی افزایش نشان داده است.[12]

3-2- مقاومت فشاري

مطابق شکل 5 که اثر عوامل متغیر بر مقاومت فشاری کامپوزیتهای ژئوپلیمری را نشان می دهد، مقاومت فشاری با افزایش نانولوله کربن تا 0.9 درصد و کاهش مقدار الیاف کنف تا 2.5 بهطور قابل توجهی بهبود یافت. بهطوری که، این مقاومت با افزایش نانولوله کربنی تا 0.9 درصد به مقدار 14.63 مگاپاسکال و در مقابل با افزایش الیاف کنف تا مقدار 6.93 مگاپاسکال کاهش یافت. همانطور که در جدول آنالیز واریانس مشاهده می شود، تأثیر همه عوامل متغیر بر مقاومت فشاری معنی دار هستند. تأثیر الیاف کنف با توجه به مقدار F حاصل شده در جدول 8 بیشتر از دو متغیر دیگر است.

مقاومت فشاری بالاتر نمونهها در اثر حضور نانولوله کربنی را میتوان به کاهش ریزترکها در ماتریس کامپوزیتهای ژئوپلیمری مرتبط دانست. علاوه بر این، افزایش نانولوله کربنی بهعلت خاصیت پرکنندگی میتواند میزان تخلخل را کاهش داده و متقابلاً باعث افزایش مقاومت فشاری کامپوزیتها شود. همچنین کاهش مقاومت فشاری در اثر افزایش مقدار الیاف احتمالاً میتواند به دلیل آسیابکردن و خردشدن الیاف و کاهش ضریب لاغری آنها باشد که نقش خود در تقویت و انتقال تنشهای فشاری را نمیتوانند به خوبی ایفا کنند.

علاوه بر آن، با افزایش درصد الیاف میزان جذب آب افزایش مییابد که بهنوبه خود سبب افزایش اندازه منافذ و تخلخل در کامپوزیت و در نهایت کاهش مقاومت فشاری خواهد شد. [20]. همچنین، با توجه به واکنش بین نانولوله کربن و اجزای ژئوپلیمرها، پس از تشکیل ترک در ماده زمینه، نانولوله کربن همانند پل عمل میکند و مانع از رشد و گسترش میکروترکها در ماده زمینه میشود که در نتیجه سبب افزایش مقاومت فشاری میگردد [21].

3-3- چقرمگی شکست

چقرمگی شکست با اندازه گیری ضریب شدت تنش و انرژی شکست تعیین می شود. مطابق جدول آنالیز واریانس، تأثیر همه عوامل متغیر بر این خاصیت مکانیکی معنی دار هستند (جدول 9). اثر مقدار الیاف کنف و نانولوله کربنی به همراه مقدار آب بر چقرمگی ژئوپلیمر در شکل 6 ارائه شده است. الیاف کنف و نانولوله کربنی نقش مهمی در افزایش چقرمگی نمونه ها از طریق عملکرد جذب انرژی مانند گسیختگی الیاف و جداسازی اتصال الیاف-ماده زمینه دارند. چقرمگی شکست در کامپوزیتهای حاوی الیاف کنف 2.5 درصد کمترین مقدار (1.1 مگاپاسکال بر مترمربع) و در کامپوزیتهای با الیاف 7.5 درصد الیاف کنف بیشترین مقدار (4.11 مگاپاسکال بر مترمربع) اندازه گیری شد.

باتوجه به نتایج طرح آماری سطح پاسخ در جدول 4 میزان چقرمگی شکست ژئوپلیمر حاوی نانولوله کربن در مقایسه با نمونههای بدون نانولوله کربنی حداقل افزایش دو برابری مقاومت فشاری را نشان دادند به طوری که برای نمونههای بدون نانولوله، چقرمگی 6.18 مگاپاسکال بود در حالی که نمونهها با 0.6 درصد نانولوله کربن چقرمگی 14.63 مگاپاسکال را نشان دادند .دلیل این افزایش قابلتوجه در چقرمگی شکست را میتوان پلزدن، کاهش ترکها و متراکم ساختن بیشتر ساختار توسط نانولوله کربنی بیان کرد.

Table 8 Varia	able 8 Variance analysis of the effect of variable factors on the compressive strength							
تفاوت	Р	مقدار F	ميانگين مربعات	مجموع مربعات	درجه آزادی	منبع تغييرات		
**Y	0.0001 >	73.46	33.27	299.40	9	مدل		
**	0.0001 >	127.52	57.75	57.75	1	A- نانولوله کربن		
**	0.0001 >	308.79	139.84	139.84	1	B- الياف كنف		
**	0.0001 >	24.48	11.09	11.09	1	C- آب		
**	0.0001 >	76.26	34.54	34.54	1	AB		
**	0.0001 >	86.54	39.19	39.19	1	AC		
**	0.0001 >	17.50	7.92	7.92	1	BC		
			0.45	17.21	38	باقيمانده		
ns	0.0885	2.11	0.83	4.17	5	ضعف برازش		
			0.40	13.04	33	خطای خالص		
					عراف معيار: 0.67	ضريب تبيين(R ²):0.94 ، ان		

جدول 8 آنالیز واریانس اثر عوامل متغیر بر مقاومت فشاری

** معنیدار در سطح 1 درصد، ns عدم معنیداری



Fig. 5 The interaction effect of variable factors on the compressive strength of geopolymer, (a) kenaf fibers \times carbon nanotube, (b) water \times carbon nanotube and (c) carbon nanotube \times water

شكل 5 اثر عوامل متغير بر مقاومت فشارى ژئوپليمر، (الف) الياف كنف × نانولوله كربن، (ب) آب × نانولوله كربن و (پ) نانولوله كربن × درصد آب

پراکنش الیاف کنف در ماتریس ژئوپلیمر تأثیر قابلتوجهی بر خواص مخلوط تازه، بهویژه بر روی کارایی دارد و افزودن 10 و 12.5 درصد وزنی الیاف کنف منجر به کاهش استحکام ماتریس شد. به علت خاصیت هیدروفیل بودن الیاف، گرانروی مخلوط در درصدهای بالای الیاف کنف کاهش می یابد و باعث میشود که سطح الیاف بهطور کامل با ماده زمینه پوشانده نشوند که این مسئله با توجه به مشاهدات تجربی با افزایش مقدار آب جبران میشود. افزایش محتوای آب برای غلبه بر چنین مشکلی ممکن است منجر به اثرات نامطلوب دیگری مانند افزایش تخلخل و ریزترک شود. این محدودیتها منجر به کاهش پیوند در سطح مشترک الیاف-ماده زمینه میشود که در نتیجه سبب انتقال بیشتر تنش به ماده زمینه میشود. به طور خلاصه، همانگونه مطالعات قبلی نیز زئوپلیمری را میتوان در الیاف طبیعی به دست آورد [13]. وجود نانولوله کربن رئوپلیمری را میتوان در الیاف طبیعی به دست آورد [13]. وجود نانولوله کربن رئوپلیمری را میتوان در الیاف طبیعی به دست آورد [13]. وجود نانولوله کربن

آكونو^۱ (2020) به بررسی خاصیت شكست ژئوپلیمر مبتنی بر متاكائولین تقویتشده با 0.1، 0.2 و 0.5 درصد وزنی نانوالیاف كربنی پرداخت. نتایج تحقیق وی نشان داد كه نانوالیاف كربنی مقاومت در برابر شكست را افزایش

دادند و چقرمگی شکست به ترتیب 38٪، 40٪ و 45٪ بهبود یافت. در همین ارتباط، انرژی شکست به ترتیب 83٪، 72٪ و 74٪ افزایش نشان داد. او تأکید میکند که نانوالیاف کربن منجر به متراکمشدن ریزساختار میشود [21].

3-4-جذب آب پس از 24 و 48 ساعت

نتایج آنالیز واریانس نشان می دهد اثر عوامل متغیر بر مقدار جذب آب ژئوپلیمر، پس از 24 و 48 ساعت غوطه وری در آب معنی دار است (جدول 10). شکل 7 و 8 اثر متغیرهای مورد بررسی بر مقدار جذب آب را بهتر تیب پس از در 24 ساعت و 48 ساعت غوطه وری نشان می دهد. نتایج نشان داد با افزایش مقدار الیاف کنف، مقدار جذب آب پس از 24 و 48 ساعت (شکل 7 و 8 بخش پ-C) افزایش داشته است. علت آن را می توان به حضور سلولز و همی سلولزهای موجود در الیاف طبیعی نسبت داد.

مقدار آب نقش مهمی در خواص ژئوپلیمرتولیدشده با فعالسازهای قلیایی دارد. زیرا آب باعث حلشدن آلومینوسیلیکات، هیدرولیز⁴-Al و ⁴⁴ و افزایش تراکم زیاد مواد قابل انحلال میشود. با این حال، مقدار بیش از حد آب در فرآیند ژئوپلیمریزاسیون به دلیل افزایش حجم و اندازه منافذ در ساختار ژئوپلیمر، قدرت مکانیکی مواد را کاهش میدهد [22].

جدول 9 آنالیز واریانس اثر عوامل متغیر بر چقرمگی شکست

تفاوت	Р	مقدار F	ميانگين مربعات	مجموع مربعات	درجه آزادی	منبع تغييرات
**	0.0001 >	98.28	2.46	22.14	9	مدل
**	0.0002 >	17.38	0.44	0.44	1	A- نانولوله کربن
**	0.0001 >	376.52	9.43	9.43	1	B- الياف كنف
**	0.0001 >	44.23	1.11	1.11	1	C- آب
**	0.0001 >	102.05	2.55	2.55	1	AB
**	0.0004 >	15.08	0.38	0.38	1	AC
*	< 0.0208	5.82	0.15	0.15	1	BC
**	0.0001 >	212.52	5.32	5.32	1	A^2
**	0.0030	10.08	0.25	0.25	1	B^2
**	0.0001 >	184.77	4.63	4.63	1	C^2
			0.025	0.95	38	باقيمانده
ns	0.6785	0.63	0.017	0.083	5	ضعف برازش
			0.026	0.87	33	خطای خالص

ضريب تبيين 0.958 ، انحراف معيار 5.66:



Fig. 6 The interaction of variable factors on the fracture toughness of geopolymer, (A) kenaf fibers \times carbon nanotube, (B) \times water \times carbon nanotube and (C) carbon nanotube \times water

شکل 6 اثر عوامل متغیر بر چقرمگی شکست ژئوپلیمر، (الف) الیاف کنف × نانولوله کربن، (ب) آب × نانولوله کربن و (پ) نانولوله کربن × آب

جدول 10 آنالیز واریانس اثر عوامل متغیر بر جذب آب 24 و 48 ساعت Table 10 Variance analysis of the effect of variable factors on water absorption of 24 and 48 hour

ی تفاوت	معنىدار;	1	Р	رF	مقدا	مربعات	ميانگين	ربعات	مجموع م	درجه آزادی	بناية والتر
48	24	48	24	48	24	48	24	48	24	48 24	منبع لغييرات
**	**	< 0.0001	< 0.0001	164.39	103.07	24.1	33.76	216.9	303.86	9	مدل
**	**	< 0.0001	< 0.0001	629.76	470.74	92.32	154.19	92.32	154.19	1	B- الياف كنف
**	**	< 0.0001	< 0.0001	421.63	237.83	61.81	77.9	61.81	77.90	1	C- آب
**	**	< 0.0001	< 0.0284	117.24	5.19	17.19	1.7	17.19	1.70	1	AB
**	**	0.0001	0.0001	18.53	18.53	6.07	6.07	6.07	6.07	1	AC
**	**	< 0.0001	< 0.0001	105.54	63.66	15.47	20.85	15.47	20.85	1	BC
**	**	< 0.0001	< 0.0001	63.03	43.06	9.24	14.11	9.24	14.11	1	A^2
**	*	0.0049	0.0141	7.49	6.62	1.10	2.17	1.10	2.17	1	B^2
**	**	< 0.0001	0.0003	30.46	15.8	4.47	5.17	4.47	5.17	1	C^2
						0.15	0.33	5.57	12.45	38	باقيمانده
ns	ns	0.0772	0.0822	2.21	2.16	0.28	0.61	1.40	3.07	5	ضعف برازش
						0.13	0.28	4.18	9.37	33	خطای خالص
									، معنار : 0.57	تىيىن: 0.96، انجراف	24 ساعته: ضربب

48 ساعته: ضريب تبيين: 0.975، انحراف معيار: 0.38

** معنیدار در سطح 1 درصد، * معنیدار در سطح 5 درصد، ns عدم تفاوت معنیداری



Fig. 7 The interaction of variable factors on water absorption of geopolymer after 24 hour immersion, (a) kenaf fibers \times carbon nanotube, (b) water \times carbon nanotube and (c) carbon nanotube \times water

شکل 7 اثر عوامل متغیر بر مقدار جذب آب ژئوپلیمر پس از 24 ساعت غوطهوری، (الف) الیاف کنف ×نانولوله کربن، (ب) آب ×نانولوله کربن و (پ) نانولوله کربن × آب



Fig. 8 The interaction of variable factors on water absorption of geopolymer after 48 hour immersion, (a) kenaf fibers \times carbon nanotube, (b) water \times carbon nanotube and (c) carbon nanotube \times water

شکل 8 اثر عوامل متغیر بر مقدار جذب آب ژئوپلیمر پس از 48 ساعت غوطهوری، (الف) الیاف کنف × نانولوله کربن، (ب) آب 🗴 نانولوله کربن و (پ) نانولوله کربن × آب

نتایج نشان داد که مقدار جذب آب کامپوزیتها در درصدهای بالاتر الیاف کنف، ابتدا بطور قابل توجهی افزایش را نشان داد. اما بعد از مدت زمانی مشخص این تغییرات چشمگیر نخواهد بود به عبارت دیگر این کامپوزیتها مقدار معینی جذب آب دارند. پس از آن درصد جذب تغییر قابل قبولی نخواهد کرد. که اعداد موجود در جدول (4) نتایج طرح آماری سطح پاسخ برای بازههای 24 و48 ساعت نیز همین مطلب را تایید میکند.بنابراین، تغییر در مقدار الیاف کنف بیشترین تأثیر را در میزان جذب آب در بازدههای زمانی مختلف از خود نشان داده است. میزان جذب آب همچنین،کمی با افزایش مقدار نانولوله کربن در کامپوزیتها به دلیل ویژگیهای آبدوستی و قطبی بودن نانولوله کربن افزایش یافت.

3-5-نتايج ميكروسكوپ الكتروني روبشي

بهمنظور تشخیص نقش تقویت کنندگی نانولولههای کربنی و توزیع الیاف کنف مطالعه سطح شکست نمونهها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی میدانی (FESEM) صورت گرفت. تصویر بدستآمده از ژئوپلیمر خالص (شکل ۹ الف-a) یک ریزساختار متخلخل همگن و سهبعدی را نشان میدهد که در ترکیب با نانولوله کربن، تجمع نانومواد در بخشهایی از ماده زمینه مشاهده میشود (شکل 9 ب-d تا شکل 9 ث-e). همچنین، مشاهده میشود که قطر منافذ (تخلخل) موجود در زمینه ژئوپلیمر در ترکیب با الیاف کنف و نانولوله کربن تا نسبتهای بهینه از نظر خواص مقاومتی افزایش یافته است. (شکل 9 ب-d تا شکل 9 ت-b). میانگین قطر منافذ اندازه گیری شده در جدول 11 آورده شده است.

درصد وزنی نانولوله کربن، قطر منافذ ماده زمینه ژئوپلیمری به شدت افزایش یافت. افزایش اندازه منافذ درشت، به دلیل افزایش ویسکوزیته خمیر اولیه کامپوزیت است[11]. با توجه به نتایج کسب شده ممکن است با افزایش ویسکوزیته حتی پس از استفاده از روش های اختلاط پیشرفته همچنان حضور ماکرو منافذ افزایش یابد. در همین ارتباط، با افزایش درصد الیاف قطر منافذ و تعداد منافذ به علت جذب بیشتر آب افزایش یافته است (شکل 9 پ-c). همچنین، همان طور که مشاهده میشود نانولوله های کربن با مکانیسم پلزدن تا شکل ث-e). مکانیسمهای پلزدن در نانوکامپوزیتهای ژئوپلیمری تقویتشده با میکروالیاف کربن و نانولولههای کربنی چند جداره در مطالعات قبلی نیز گزارش و مورد تایید واقع شده است [21]

بررسى شكل 9 و جدول 11 نشان داد با افزايش درصد الياف كنف و با 0.6

جدول 11 میانگین قطر (میکرومتر) منافذ نمونه های مختلف ژئوپلیمری Table 10 Pore diameter average of different geopolymer samples

ث-e	ت-d	c−پ	ب-b	الف−a	نمونه
54.87	258.01	95.78	92.09	65.68	ميانگين
29.75	157.89	13.98	29.22	20.46	انحراف معيار



Fig. 9 FESEM images of (a) primary geopolymer sample, and geopolymer made with (b) carbon nanotube 0% + kenaf fibre 7.5% + water 29%, (c) carbon nanotube 0.6% + kenaf fibre 7.5% + water 29%, (d) carbon nanotube 1.2% + kenaf fibre 7.5% + water 29%, (e) carbon nanotube 0.6% //+ kenaf fibre 12.5% + water 29

شكل 9 تصاوير FESEM از نمونه (الف) ژئوپليمر اوليه، و ژئوپليمر ساخته با (ب) نانولوله كربن %0 + الياف كنف 7.5٪ + آب 29٪، (پ) نانولوله كربن %0.6 + الياف كنف 7.5٪ + آب 29٪، (ت) نانولوله كربن %1.2 + الياف كنف 7.5٪ + آب 29٪، (ث) نانولوله كربن %0.6 + الياف كنف 1.5٪ + آب 29٪

4-نتیجهگیری

در این تحقیق، مقاومت مکانیکی نانوکامپوزیتهای سبز ژئوپلیمری مبتنی بر سرباره و متاکائولن تقویتشده با نانوالیاف کربن و الیاف کنف بررسی گردید. نتایج نشان داد که الیاف کنف و نانولوله کربن میتواند به عنوان تقویت کننده در بهبود خواص کامپوزیتهای ژئوپلیمری استفاده شوند. افزایش مقدار الیاف کنف (تا 7.5 درصد) استحکام خمشی، مدول الاستیسته و چقرمگی شکست کامپوزیتها را افزایش داد، اما افزایش بیشتر مقدار آن سبب کاهش خواص مکانیکی گردید. دلیل این افت کیفیت میتواند مربوط به تشکیل بیشتر منافذ و افزایش اندازه آنها (مشاهده شده در تصاویر (FESEM، پراکنش غیریکنواخت و تجمع تودههای الیاف در ماده زمینه باشد. با توجه به اینکه الیاف کنف از نوع الیاف بلند است، احتمالا در استفاده از سایر انواع الیاف طبیعی انتظار نتایج متفاوتی میرود که نیاز به تحقیقات تکمیلی بعدی است.

همچنین، مقاومت خمشی کامپوزیتهای ژئوپلیمری با افزایش مقدار نانولولههای کربنی (تا 0.6 درصد) افزایش یافت که علت آن به به پراکندگی مناسب نانولولههای کربنی در ماتریس کامپوزیت و تضعیف نیروهای واندروالسی

نسبت داده می شود. براکندگی نانوساختارهای کربنی در کامپوزیتهای پلیمری هنوز یکی از چالشهای اصلی به دلیل نیروهای واندروالس است که باعث ایجاد تراکم و تجمع می شود [19]. با این حال، نویسندگان تاکنون نتوانستند درباره اثر نانولولههای کربنی و غلظت پرکننده آنها بر خواص مکانیکی و فیزیکی نانوکامپوزیتهای ژئوپلیمر مبتنی بر متاکائولن و سرباره به گزارشی دست پیدا کنند.

نتایج تصاویر FESEM نشان داد افزایش نانولوله کربنی (تا 0.6 درصد) قطر منافذ (تخلخل) افزایش یافت. به عبارت دیگر، با افزایش قطر منافذ قابلیت جذب انرژی ناشی از بارگذاریهای مکانیکی توسط ماده زمینه و به تبع آن کامپوزیت افزایش مییابد و در نتیجه نانولوله کربنی می تواند مقاومت خمشی، مقاومت فشاری و چقرمگی ماده را افزایش دهد. همچنین، با توجه به نتایج مقاومتها، الیاف کنف توانست به عنوان تقویت کننده عمل کند. به طوری که هنگام اعمال تنش با انتقال و توزیع آن، تنشهای متمرکز داخلی اعمال شده در جهتهای مختلف را کاهش داده، در نتیجه با کاهش تمرکز تنش و کاهش شکستگیهای محلی باعث افزایش مقاومت خمشی و مدول الاستیسیته شدند. Research on the Use of Cellulosic Fibres, Their Fibre Fabric Reinforced Cementitious, Geo-Polymer and Polymer Composites in Civil Engineering", Composites Part B: Engineering, Vol. 92, pp. 94-132, 2016.

- [12] Siddique, R., Khatib, J., and Kaur, I. "Use of Recycled Plastic in Concrete: A review", Waste Management, Vol. 28, No. 1, pp. 1835-1852, 2008.
- [13] Alomayri, T., Shaikh, F. U. A., and Low, I. M. "Synthesis and Characterization of Mechanical Properties of Cotton Fiber-Reinforced Geopolymer Composites", Composites Part B: Engineering, Vol. 60, pp. 36-42, 2014.
- [14] Behera, P., Baheti, V., Militky, J., and Naeem, S. "Microstructure and Mechanical Properties of Carbon Microfiber Reinforced Geopolymers at Elevated Temperatures" Construction and Building Materials, Vol. 160, pp. 733-743, 2018.
- [15] Ritchie, R. O. and Liu, D. "Introduction to Fracture Mechanics", Elsevier, pp. 81-99, Oxford, 2021.
- [16] Anderson, M. J., and Whitcomb, P. J., "RSM Simplified: Optimizing Processes Using Response Surface Methods for Design of Experiments", Second ed, Taylor & Francis, Boca Raton, 2016.
- [17] Wood-based panels. Determination of modulus of elasticity in bending and of bending strength, British Standards Institution, (BS) EN: 310, 1993.
- [18] Standard test method for compressive strength of hydraulic cement mortars, Annual Book of ASTM Standard, C109/C109M-02, 2002.
- [19] Saafi, M., Andrew, K., Tang, P. L., McGhon, D., Taylor, S., Rahman, M., Yang, Sh., and Zhou, X., "Multifunctional Properties of Carbon Nanotube/Fly Ash Geopolymeric Nanocomposites", Construction and Building Materials, Vol. 49, pp. 46-55, 2013.
- [20] Orouji, M., Zahrai, S. M., and Najaf, E., "Effect of Glass Powder and Polypropylene Fibers on Compressive and Flexural Strengths, Toughness and Ductility of Concrete: An environmental approach", Structures, Vol. 33, pp. 4616-4628, 2021.
- [21] Akono, A. "Fracture Behavior of Metakaolin-Based Geopolymer Reinforced with Carbon Nanofibers", International Journal of Ceramic Engineering and Science, Vol. 2, No. 5, pp. 234-242, 2020.
- [22] Okada, K., Ooyama, A., Isobe, T., Kameshima, Y., Nakajima, A., and MacKenzie, K. J. D., "Water Retention Properties of Porous Geopolymers for Use in Cooling Applications", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 29, No. 10, pp. 1917–1923, 2009.

میزان جذب آب نیز تا حدودی با افزایش مقدار نانولوله کربن به دلیل ویژگیهای آبدوستی و قطبیبودن نانولوله کربن افزایش یافت.

کاربردهای احتمالی این کامپوزیتهای ژئوپلیمری تقویتشده با الیاف کنف ممکن است شامل انواع خاصی از سقفها و برخی کاربردهای داخلی در صنعت ساخت و ساز باشد.

5- سپاسگزاری

مقاله حاضر بخشی از نتایج طرح تحقیقاتی مصوب صندوق حمایت از پژوهشگران و فناوران کشور به شماره 98002545 میباشد که بدین وسیله از این مرکز و همچنین از معاونت پژوهش و فناوری دانشگاه گرگان تشکر و قدردانی می گردد.

6- مراجع

- [1] Zhang, P., Wang, K., Wang, J., Guo, J., Hu, S., and Ling, Y., "Mechanical Properties and Prediction of Fracture Parameters of Geopolymer/Alkali-Activated Mortar Modified with PVA Fiber and Nano-SiO₂", Ceramics International, Vol. 46, No. 12, pp. 20027-20037, 2020.
- [2] Kioupis, D., Tsivilis, S., and Kakali, G., "Development of Green Building Materials Through Alkali Activation of Industrial Wastes and By-Products", Materials Today: Proceedings, Vol. 5, No. 14, pp. 27329-27336, 2018.
- [3] Kilani, A., Fapohunda, C., Adeleke, O., and Metiboba, C., "Evaluating the Effects of Agricultural Wastes on Concrete and Composite Mechanical Properties", Research on Engineering Structures and Materials, Vol. 8, No. 2, pp. 307-336, 2022.
- [4] Altwair, N. M., and Kabir, S., "Green Concrete Structures by Replacing Cement with Pozzolanic Materials to Reduce Greenhouse Gas Emissions for Sustainable Environment", In 6th International Engineering and Construction Conference, Cairo, Egypt, 269-279, 2010.
- [5] Imbabi, M. S., Carrigan, C., and McKenna, S., "Trends and Developments in Green Cement and Concrete Technology", International Journal of Sustainable Built Environment, Vol. 1, No. 2, pp. 194-216, 2012.
- [6] Xu, Z., Huang, Z., Liu, C., Deng, H., Deng, X., Hui, D., and Bai, Z., "Research Progress on Key Problems of Nanomaterials-Modified Geopolymer Concrete", Nanotechnology Reviews, Vol. 10, No. 1, pp. 779-792, 2021.
- [7] Chuah, S., Pan, Z., Sanjayan, J. G., Wang, C. M., and Duan, W. H., "Nano Reinforced Cement and Concrete Composites and New Perspective from Graphene Oxide", Construction and Building materials, Vol. 73, pp. 113-124, 2014.
- [8] Bazrkar, H., Lork, A., and Aminnejad, B., "Extraction of Mechanical Properties of Carbon Nanotubes in Water-Based Polymer latex for Application in Petroleum Well Cementing", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 8, No. 4, pp. 1758-1766, 2022.
- [9] Ghafari, F., Bozorgi, M. H., and Salari, M., "Applications of Nanotechnology in Construction: A Short Review", Advances in Applied NanoBio-Technologies, Vol. 3, No. 1, pp. 82-86, 2022.
- [10] Zare, Y., and Rhee, K. Y. "Expression of Normal Stress Difference and Relaxation Modulus for Ternary Nanocomposites Containing Biodegradable Polymers and Carbon Nanotubes by Storage and Loss Modulus Data", Composites Part B: Engineering, Vol. 158, pp. 162-168, 2019.
- [11] Yan, L., Kasal, B., and Huang, L. "A Review of Recent

نشريه علوم و فناوري كامپوزيت

نشريه علمى پژوهشى





علوم و فناوری **کامپوزیست** http://jstc.iust.ac.ir

ساخت و مشخصهیابی نانوذرات کامپوزیتی گرافناکسید احیا شده-کبالت (rGO-Co) برای استفاده در هایپرترمی

آناهيتا كاكاوند¹، سيد خطيب الاسلام صدرنژاد^{2*}

1– دکتری، مهندسی پزشکی، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران 2– استاد تمام، مهندسی مواد و متالوژی، دانشگاه صنعتی شریف، تهران * تهران، صندوق پستی sadrnezhaad@sharif.edu ،11365-9466

چکیدہ	اطلاعات مقاله:
استفاده از نانوذرات در روش هایپرترمی به دلیل اندازه کوچک آنها به جهت نفوذ در سلول سرطانی و قابلیت کنترل بهتر و پخش یکنواخت	دريافت: 1401/09/09
دما خیلی مؤثر است. نانوذرات کبالت به سبب مومنت اشباع و خواص مغناطیسی عالی خود گزینه مناسبی در درمان هایپرترمی است. از	پذيرش: 1401/12/03
طرفی بهمنظور بهحداقل رساندن سمیت سلولی نانوذرات کبالت و بهبود عملکرد هایپرترمی ضروری است نانوذرات کبالت به صورت	كليدواژگان
کامپوزیت با مواد دیگر استفاده گردد. بدین منظور در پژوهش حاضر نانوذرات کامپوزیتی گرافناکسید احیا شده- کبالت ((rGO-Co	ھايپرترمى،
جهت کاربرد در درمان گرمایی به روش همرسوبی سنتز گردید. مشخصهیابی پودرهای سنتز شده توسط آزمونهای TEM ،FESEM،	نانوذرات كبالت،
VSM ، XRD و DSC-TGA انجام شد و آزمون MTT برای تعیین زیستسازگاری و آزمون هایپرترمی برای تعیین نرخ جذب مخصوص	نانوذرات گرافن اکسید،
مواد استفاده شده است. نتایج آزمون هایپرترمی نشاندهنده نرخ جذب مخصوص بالاتر نانوذرات کامپوزیتیrGO-CO نسبت به گرافناکسید	نانوذرات كامپوزيتى rGO-Co،
و نانوذرات کبالت بود. بررسی رفتار بیولوژیکی نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در غلظتهای µg/ml µ0-100 ، حاکی از زیستسازگاری	درمان سرطان.
خوب نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در مقایسه با نانوذرات کبالت بود. بهطوری که سلولهای فیبروبلاست در نمونههای حاوی غلظتهای	
30 و μg/ml به خوبی رشد و تکثیر کردند.	

Fabrication and characterization of reduced graphene oxide-cobalt (rGO-Co) composite nanoparticles for use in hyperthermia

Anahita Kakavand¹, Sayed Khatiboleslam Sadrnezhaad^{2*}

- 1- Department of Biomedical Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran
- 2- Department of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology, Tehran, Iran
- * 11365-9466, Tehran, Iran, sadrnezhaad@sharif.edu

Keywords Abstract The use of nanoparticles in the hyperthermia method is very effective due to their small size to penetrate Hyperthermia, cobalt nanoparticles, the cancer cell and better control and uniform temperature distribution. Cobalt nanoparticles are a good Graphene oxide nanoparticles, rGO-Co option in hyperthermia due to their saturated momentum and excellent magnetic properties. On the other composite nanoparticles, cancer treatment hand, to minimize the cytotoxicity of cobalt nanoparticles and improve hyperthermia, it is necessary to use cobalt nanoparticles in composite form with other materials. For this purpose, in the present study, reduced cobalt-reduced cobalt (rGO-Co) composite nanoparticles were synthesized for use in heat treatment by the co-precipitation method. The synthesized powders were characterized by FESEM, TEM, XRD, VSM, and DSC-TGA tests, and the MTT test was used to determine biocompatibility, and hyperthermia test was used to determine the specific adsorption rate of the material. The results of the hyperthermia test showed a higher specific adsorption rate of rGO-Co composite nanoparticles than graphene oxide and cobalt nanoparticles. The study of the biological behavior of rGO-Co composite nanoparticles at concentrations of 30-100 µg/ml showed good biocompatibility of rGO-Co composite nanoparticles in comparison with cobalt nanoparticles. Fibroblasts grew and proliferated well at concentrations of 30 and 50 µg/ml.

Please cite this article using:

برای ارجاع به مقاله از عبارت زیر استفاده کنید:

Kakavand, A., Sadrnezhad, S. K, "Fabrication and characterization of reduced graphene oxide-cobalt (rGO-Co) composite nanoparticles for use in hyperthermia," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 9, No. 3, pp. 2023-2032, 2023. https://doi.org/10.22068/JSTC.2023.1975436.1815

1- مقدمه

درگیری بسیاری از مردم جهان به بیماری سرطان باعث شده است که محققان درصدد یافتن روشهای پیشرفته جدید یا بهبود روشهای موجود درمان سرطان باشند. پس از سالها مطالعه گسترده، بیشتر انواع سرطان هنوز قابل درمان نیستند [1]. روشهای مختلفی برای درمان سرطان وجود دارد که استفاده از هر کدام از آنها به نوع سرطان و مرحله پیشرفت سرطان بستگی دارد. برخی از بیماران فقط با یک نوع روش درمان میشوند ولی اغلب آنها نیاز به ترکیبی از چند روش درمانی دارند. از جمله این تکنیکها می-توان به روش جراحی^۱، شیمی درمانی^۲، پرتو درمانی^۲، ایمونتراپی^۲، هورمون درمانی^۵، درمان با سلولهای بنیادی^۲، هایپرترمی درمانی^۷ اشاره نمود [2, بدن در معرض دمای بالاتر از محیط اطراف قرار میگیرد تا سلولهای بدن در معرض دمای والاتر از محیط اطراف قرار میگیرد تا سلولهای سرطانی هدف را از بین ببرد یا حداقل آنها را نسبت به سایر روشهای درمانی مانند پرتوهای گاما و برخی داروهای ضد سرطانی حساس تر کند [2].

هایپرترمی با استفاده از نانوذرات مغناطیسی ابتدا در سال 1957 به-وسیله گیلکریست^۸ انجام و پیشنهاد شد [4]. گیلکریست در آزمایشی نشان داد که میدان مغناطیسی باعث گرم شدن نانوذرات مغناطیسی میشود. نانوذرات مغناطیسی دارای ممانهای مغناطیسی هستند که همه در یک مهت منظم شدهاند، قرارگیری نانوذرات مغناطیسی در یک میدان مغناطیسی متغیر منجر به تغییر جهت ممانهای مغناطیسی نانوذرات و بنابراین تولید انرژی گرمایی میشود [5]. همچنین اصطکاک ایجاد شده حاصل از چرخش نانوذرات مغناطیسی درون سیال تحت میدان مغناطیسی متغیر، منجر به ایجاد گرما در آن میشود [6]. بنابراین پس از ورود نانوذرات مغناطیسی به بافت سرطانی و قرارگیری بافت حاوی نانوذرات مغناطیسی در میدان مغناطیسی متغیر، افزایش دمای ناشی از تغییر جهت ممانهای مغناطیسی و جرخش نانوذرات مغناطیسی در درون سلولهای بافت سرطانی، منجر به مرگ سلولهای بافت سرطانی میشود [1, 7].

در دهه اخیر، نانوذرات مغناطیسی^۹ به دلیل کاربردهای گستردهشان در کاتالیز و زیستشناسی، توجه دانشمندان را به خود جلب کرده است [8]. ذره ایده آلی برای کلیه کاربردهای گرمایش مغناطیسی وجود ندارد. ذرات آهن-اکسید که اغلب با دکستران پوشش داده میشوند، بیشترین کاربرد را دارند چرا که از زیستسازگاری عالی بدون تقریباً هیچ سمیتی [9-13] و نرخ جذب مخصوص بالایی برخوردارند [14]. کبالت [15] و آلیاژهای آهن-کبالت [16], 17] مقادیر نرخ جذب مخصوص بالای جذابی دارند اما ممکن است خاصیت سمی داشته باشند [18]. شا^{۱۰} و همکارانش [19] نیز با سنتز نانوذرات فریت کبالت به دنبال افزایش عملکرد نانوذرات برای استفاده در هایپرترمیا بودند.

در میان نانوذرات فلزی مختلف از جمله Ni ،Co ،Fe، نانوذرات Co به دلیل کاربردهای صنعتی بالقوه آنها به طور گسترده مورد مطالعه قرار گرفته است [20-20]. مشخص شده است که نانوذرات کبالت به دلیل

¹Surgery ²Chemotherapy ³Radiation Therapy ⁴Immunotherapy ⁵Hormone Therapy ⁶Stem Cell Therapies ⁷Hyperthermia Therapy ⁸Gilchrist ⁹Magnetic Nanoparticles (MNPs ¹⁰Sha

ناهمسانگردی بزرگ و شل شدن پروتون بیشتر، جایگزین عالی برای نانوذرات آهن هستند [24]. این ویژگیهای جالب نانوذرات کبالت آنها را به یک کاندید ایده آل برای کاربرد در کاتالیز، تصویربرداری تشدید مغناطیسی^{۱۱} و دارورسانی تبدیل میکند [25]. با توجه به اهمیت روش هایپرترمی در درمان سرطان، بهبود راندمان این روش در از بین بردن سلولها نقش بسزایی در پایین هایپرترمی مغناطیسی رایچ که معمولاً با Fe_3O_4 وجود دارد، اغلب نیاز به غلظت بالایی از نانوذرات برای تزریق به بدن انسان دارد؛ که نه تنها منجر به سمیت بالقوه میشود، بلکه نظارت بر پیشرفت پاسخ تومور را با استفاده از ابزارهای تصویربرداری پزشکی پیچیده میکند [27]. همچنین تأخیر در رسیدن به دمای مورد نظر، کنترل دقیق دما را دشوار کرده و باعث بروز برخی از عوارض جانبی ناخواسته مانند گرم شدن بیش از حد بافتهای طبیعی و/یا توزیع غیریکنواخت دما در نزدیکی تومورها میشود [2].

بهبود عملکرد نانوذرات مغناطیسی در درمان هایپرترمی با استفاده از کامپوزیتی نمودن آنها با صفحات گرافن یا گرافناکسید، بهدلیل افزایش سطح نانوذرات مغناطیسی، بهبود عملکرد رفتار گرمایی نانوذرات مغناطیسی را به همراه خواهد داشت [8, 21, 22, 28–30]. بای^{۱۲} و همکارانش [31]، نشان دادند که حضور گرافن در کنار نانوذرات اکسیدآهن، علاوه بر حفظ رفتار مغناطیسپذیری نانوذرات کامپوزیت شده، رفتار هایپرترمی آن را به میزان قابلتوجهی ارتقا داد. کامپوزیتی نمودن نانوذرات مغناطیسی با گرافن به عنوان راهکاری جذاب به منظور بهبود راندمان گرمایی نانوذرات مغناطیسی در درمان هایپرترمی میباشد [31, 32].

بهسبب اینکه بازدهی هایپرترمیک ذره مغناطیسی تکحوزه به ناهمسانگردی کریستالی بستگی دارد، استفاده از مواد مغناطیسی مانند کبالت فلزی در نانوکامپوزیت گرافناکسید احیاء شده- کبالت با ناهمسانگردی مغناطیسی و ممان مغناطیسی بالا موجب بهبود قابل توجه کارایی مواد خواهد شد. بدین ترتیب هایپرترمی مغناطیسی و تصویربرداری تشدید مغناطیسی بهبود مییابد. یکیدیگر از مزایای منحصربهفرد استفاده از کبالت در نانوکامپوزیت گرافن اکسید احیاء شده- کبالت (rGO-Or) این است که اجازه کاهش اندازه ذرات را میدهد که به نوبه خود مزایای دیگری از جمله افزایش قابلیت نفوذ به سلولهای سرطانی کوچکتر دارد. از طرفی نیمهعمر فلولانی تری در خون خواهد داشت که به دوز کمتری از مواد در بدن بیمار نیاز خواهد بود که این خود موجب کاهش سمیت خواهد شد[33]. بنابراین در این پژوهش، نانوذرات کامپوزیتی rGO-Oo به روش همرسوبی سنتز و پس از مشخصهیابی آن، رفتار گرمایی و زیستسازگاری آن مورد بررسی قرار گرفت. همچنین سمیت سلولی نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co با روش همرسوبی سنتز و

2- فعالیتهای تجربی

1-2- سنتز گرافناکسید

گرافناکسید با استفاده از روش شیمیایی هامر^{۱۰} سنتز شد. لازم به ذکر است که تمامی مواد مصرفی از شرکت Merck تهیه شده است. پیش از شروع سنتز، ابتدا 0.5 گرم پودر گرافیت با خلوص 99.99 و اندازه ذرات ≤200μ در 150 میلیلیتر اسیدسولفوریک با خلوص 95 / اضافه شد و به مدت 2 ساعت به آرامی هم زده شد تا ناخالصیهای نامطلوب پودر گرافیت با شستشو

¹¹Magnetic Resonance Imaging (MRI)

¹²Bai ¹³Hummer's method

حذف شود. برای سنتز گرافناکسید، ابتدا 0.5 گرم پودر گرافیت و 0.5 گرم سدیم نیترات با خلوص 99.99٪ درون 23 میلی لیتر اسیدسولفوریک به مدت 15 دقیقه در دمای C[°]0 به آرامی همزده شد. سپس 3 گرم پتاسیم پرمنگنات با خلوص 99٪ اضافه شد و به مدت 4 ساعت در دمای C[°]25 به آرامی همزده شد. سپس به محلول فوق 40 میلی لیتر آب دیونیزه اضافه شد و به مدت 30 دقیقه مخلوط در دمای C[°]09 تحت چرخش آرام قرار داده شد. به منظور جلوگیری از ورود آلودگی های ناشی از یون های پرمنگنات اضافی به ماده، به محلول فوق 100 میلی لیتر آب دیونیزه و 3 میلی لیتر هیدروژن پراکسید با خلوص 30٪ اضافه شد. به منظور تبدیل محلول زردرنگ گرافیت اکسید با گرافناکسید به مدت 40 دقیقه آلتراسونیک شد. درنهایت ماده قرمز قهوه ای گرافناکسید به مدت 40 دقیقه آلتراسونیک شد. درنهایت ماده قرمز قهوه ای گرافناکسید به مدت 40 دقیقه آلتراسونیک شد. درنهایت ماده قرمز قهوه ای معلول نوق 200 میلی لیتر آب دیونیزه و 3 میلی لیتر هدروژن پراکسید با معرافناکسید به مدت 40 دقیقه آلتراسونیک شد. درنهایت ماده قرمز قهوه ای گرافناکسید به مدت 40 دقیقه آلتراسونیک شد. درنهایت ماده قرمز قهوه ای معرافی اکسید به مدت 40 دقیقه آلتراسونیک شد. درنهایت ماده قرمز قهوه ای گرافناکسید به مدت 40 دقیقه آلتراسونیک شد. درنهایت ماده قرمز قهوه ای در افن اکسید به مدت 70 دقیقه آلتراسونیک شد. درنهایت ماده قرمز قهوه دو دافذ حسافی فیلتر شد. رسوبات باقی مانده درون کاغذ صافی با ترکیب 100

rGO-Co سنتز نانوذرات كامپوزيتى

بهمنظور سنتز نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co به روش همرسوبی، 0.095 گرم کبالت کلرید 6آبه با خلوص >98% و 0.035 گرم گرافناکسید سنتز شده در آب دیونیزه حل شد. pH محلول با استفاده از محلول یک مولار سدیم-هیدروکسید با خلوص >97% روی 8 تنظیم شد و مخلوط به طور پیوسته به مدت 30 دقیقه هم زده شد. 80.03 گرم محلول سدیم بورهیدرید با خلوص >98% به محلول فوق افزوده شد. به منظور تکمیل واکنش به مدت 3 ساعت محلول در دمای اتاق هم زده شد. در نهایت رسوبات توسط کاغذ صافی فیلتر و سه بار با آب دیونیزه شسته شدند. سپس در آون در دمای $3^{\circ}08$ خشک شدند. پس از خشک شدن، بهمدت یک ساعت در دمای $3^{\circ}08$ خشک هیدروژنی کلسینه شدند. به منظور مقایسه نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co با نانوذرات کبالت از شرکت Merck خریداری شد.

3-2- بررسیهای ساختاری نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co

جهت شناسایی ترکیبات فازی نانوذرات کبالت، گرافناکسید و نانوذرات m SDS کامپوزیتی rGO-Co آزمون پراش اشعه ایکس ^۱ Bruker مدل A کامپوزیتی $\lambda = 3$ $m K_{\alpha_{Cu}}$ استفاده از لامپ $\Lambda_{\alpha_{Cu}} = 3$ مدل Advance انجام شد. الگوهای پراش با استفاده از لامپ $\lambda = 3$ (1.54 Å مده 10.54 مده انجام شد. علیفهای به دست آمده عنوط نرمافزار SOS (2000 ورژن 3.05 بررسی شدند. به منظور rGO-Co بررسی شدند. به منظور بررسی مورفولوژی نانوذرات کبالت، نانوذرات گرافناکسید سنتز شده و نوشه کیفی توزیع عناصر تهیه نانوذرات کامپوزیتی SOS مدل MIRA III استفاده شد و نقشه کیفی توزیع عناصر تهیه شد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری ^۲ و الگوی پراش الکترون ناحیهی مدل itrice مد و نقشه کیفی توزیع عناصر تهیه شد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری عبوری تا و الگوی پراش الکترون ناحیه SOS (SOS Prese Prese) مدل Philips مدل Philips مدل Philips مدل Philips مدل Philips مدل Philips به دست آمده Philips و تونیع عبوری Philips مدل Philips مدل Philips و SOS (SOS Prese) و SOS Philips مدل Philips و SOS Ph

بهمنظور بررسی وضعیت شیمیایی اتمهای کربن و کبالت در نانوذرات گرافناکسید و نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co طیفسنج فوتوالکترون پرتوی ایکس^۵ مورد استفاده قرار گرفت. تحلیل دادههای حاصل از آزمون XPS با نرمافزار CASA نسخه 2.3.19 انجام گردید. رفتار حرارتی و تغییرات وزن نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co به ترتیب با استفاده از آزمون گرماسنجی

روبشی تفاضلی² و آزمون وزن سنجی حرارتی^۲ توسط دستگاه Netzsch مدل rGO-Co مورد بررسی قرار گرفت. بدین منظور نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co از دمای محیط تا دمای C^o000 با نرخ گرمایش rGO-C^o گرم شد. خواص مغناطیسی نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co با استفاده از دستگاه مغناطیسسنج^۸ Meghnatis Daghigh Kavir اندازه گیری و به عنوان تابعی از میدان مغناطیسی اعمالی نشان داده شده است.

4-2- بررسی رفتار هایپرترمی نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co تحت میدان مغناطیسی

پاسخ گرمایی هایپرترمی مغناطیسی نانوذرات کبالت، گرافناکسید و نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co پراکنده شده در محیط مایع شبیه سازی شده بدن^۴ با غلظت µg/mL 100 در بازه زمانی 300 ثانیه (5 دقیقه) تحت میدان مغناطیسی توسط دستگاه گرمایش القایی فرکانس بالا^{۱۰} مدل FG-10-1 مورد بررسی قرار گرفت. میدان مغناطیسی تحت فرکانس H5 150، شدت آغازین برای نمونه ها تعریف شده است. یک میلی لیتر از سوسپانسیون حاوی نانوذرات در یک لوله شیشه ای درون پیچه القایی مغناطیسی که با آب خنک می میود قرار داده شد. چالش درمان هایپرترمی، توسعه یک واسطه گرمایشی با توان تلفات ویژه ۱۰ بالا است که اثر دوز فروسیال^{۱۲} در داخل بدن را کاهش می دهد. بنابراین، SLP را می توان از معادله 1 محاسبه کرد:

$$SLP = \left(\frac{CV_S}{m}\right) \times \left(\frac{dT}{dt}\right)_i$$
(1)

 $V_{\rm S}$ ، 4.18 $J/_{\rm g^{o}C}$ كه در آن C ظرفیت حرارتی حجمی ویژه یعنی $V_{\rm S}$ ، 4.18 $J/_{\rm g^{o}C}$ حجم نمونه برحسب $g_{\rm e} \left(\frac{{
m d} T}{{
m d} t}\right)_{\rm i}$ خجم نمونه برحسب $g_{\rm e} \left(\frac{{
m d} T}{{
m d} t}\right)_{\rm i}$ فرایه افزایش دما است که چند ثانیه پس از شروع اثر گرمایش تعیین میشود. همچنین به منظور بررسی اثر غلظت محلول های حاوی غلظتهای مختلف نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در بازه زمانی 1200 ثانیه تحت میدان مغناطیسی قرار گرفت.

5-2- بررسی رفتار بیولوژیکی

به منظور بررسی رفتار بیولوژیکی نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در مقایسه با نانوذرات کبالت و گرافن اکسید از سلول های فیبروبلاست انسانی استفاده شد. ابتدا نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در اتانول استریلیزه شدند. نانوذرات در داخل ظرف 24 خانه ای کشت سلولی ^{۱۲} قرار گرفتند. در هر خانه حاوی نانوذرات، مقدار 1 میلی لیتر محیط کشت شامل DMEM^{۱۹} به همراه 10.^۲ حجمی سرم جنین گاوی ^{۱۵} و 1.^۲ حجمی پنی سیلین ^{۱۴} استر پتومایسین ^{۱۷} حجمی سرم جنین گاوی ^{۱۵} و 1.^۲ حجمی پنی سیلین ^{۱۴} استر پتومایسین ^{۱۷} (CMEM+10% v FBS+ 1% V P/S) اضافه شد. سپس به میزان ¹⁰⁵×2.5 سلول به ازای هر خانه برسطح نانوذرات کاشته شد در نهایت در انکوباتور تحت اتمسفر 5.^۲ کربن دی اکسید (CO) و 55^۲ رطوبت در دمای

17Streptomycin

¹X-Ray Diffraction (XRD)

²Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM)

³Transmission Electron Microscope (TEM)

⁴Selected Area Electron Diffraction (SAED)

⁵X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)

⁶Differential Scanning Calorimetry (DSC) ⁷Thermal Gravimetric Analysis (TGA) ⁸Vibrating Sample Magnetometer (VSM) ⁹Simulated Body Fluid (SBF) ¹⁰High Frequency Induction Heater (HFIH) ¹¹Specific Loss Power (SLP) ¹²Ferrofluid ¹³24-well plates ¹⁴Dulbecco's Modified Eagles Medium (DMEM) ¹⁵Fetal Bovine Derum (FBS) ¹⁶Penicillin

3°37 نگهداری شد. در طول مدت زمان آزمایش محیط کشت بهطور متناوب هر روز تغییر داده شد. جهت مشاهده مورفولوژی، رشد و تکثیر سلولها در محیط کشت، در مدت زمان 48 ساعت، از میکروسکوپ نوری معکوس Evident مدل 1X83 استفاده شد.

6-2- بررسی سمیت سلولی

rGO-Co به منظور ارزیابی رفتار سمیت نانوذرات کامپوزیتیMMT بر روی سلول ها در محیط کشت در روزهای اول و دوم انجام شد. ابتدا محلول MTT با علظت mg/ml 5 با انحلال در 1 میلی لیتر فسفات بافرسالین 7 تهیه MTT با غلظت mg/ml به هر یک از خانهها افزوده شد و به مدت 4 ساعت در انکوباتور در 2 70 تحت 2 00 %5 قرار گرفت. سلول های زنده فورمازان 7 را تشکیل می دهند. به منظور حل کردن بلورهای ارغوانی رنگ فورمازان 7 را تشکیل می دهند. به منظور حل کردن بلورهای فورمازان، پس از خارج کردن ماده TMT حاوی محیط کشت، محلول دی متیل سولفوکساید 4 فورمازان 7 را تشکیل می دهند. به منظور حل کردن بلورهای فورمازان، پس از خارج کردن ماده حافه شد. بهتر بلورهای فورمازان، پس از غارج کردن ماده تاک MTT حاوی محیط کشت، محلول دی متیل سولفوکساید 4 کشت به مدت 10 دقیقه بر روی دستگاه شیکر قرار گرفت. درنهایت مقدار غلظت ماده حل کشت به مدت 10 دقیقه بر روی دستگاه شیکر قرار گرفت. درنهایت مقدار غلظت ماده حل شده در قرار می محیط کشت به مدت 10 دقیقه بر روی دستگاه شیکر قرار گرفت. درنهایت مقدار من خاطت مداور می محیط محسبه محیا و خانه معدار و می محیط کشت به مر خانه اضافه شد. به منظور حل شدن بهتر بلورهای فورمازون، پلیت کشت به مدت 10 دقیقه بر روی دستگاه شیکر قرار گرفت. درنهایت مقدار غلون مداور مد محیط کشت محاول دی متیل مولود و محیا کشت به مدت 10 دقیقه بر روی دستگاه شیکر قرار گرفت. درنهایت مقدار مداور می نوم محاوم محاور محانه میکروپلیت رید م

3- نتایج و بحث 1-3-آنالیز فازی

شكل 1 نتايج حاصل از آناليزXRD نانوذرات كبالت، پودر گرافناكسيد و نانوذرات كامپوزيتي rGO-Co سنتز شده را نشان ميدهد. شكل 1 (الف) الگوی XRD نانوذرات کبالت را نشان میدهد. پیکهای مشخص شده در زواياي (2θ) 41.8، 44.5، 47.5 و 76 به ترتيب به صفحات (100)، (002)، (101) و (110) فاز HCP كبالت مربوط هستند در حالي كه پيكهاي 44.5 و 51.63 به صفحات (111) و (200) فاز FCC كبالت مربوط است [34, 35]. این نشان می دهد که نمونه نانوذرات کبالت شامل هر دو فاز کریستالی HCP و FCC كبالت است. شكل 1 (ب) الكوى XRD گرافن اكسيد سنتز شده را نشان میدهد. در این شکل دو پیک در زاویههای(20)، 11.9 و 29.4 درجه نمایان شده است که تطابق خوبی با پیکهای مشخصه گرافن اکسید دارد. الگوی پراش اشعه ایکس نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در شکل 1 (ج) قابل مشاهده است. پیکهایی ظاهر شده در زوایای (26)، 23.4 و 44.4 مربوط به گرافن هستند در حالی که پیکهای ظاهر شده در زوایای (20)، 41.6، 44.4، 73.3 و 76 به ساختار متراكم هگزاگونالي كبالت اختصاص دارند (JCPDS NO. 05-0727). پیکهای 36 و 62 درجه به Co₃O₄ و به ترتیب به صفحات (110) و (111) نسبت داده می شوند (-JCPDS Card No. 01) 072-1474). ناپدید شدن پیکهای گرافناکسید در نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co نشان دهنده این است که گرافن اکسید به طور مؤثر به rGO کاهش یافته است [36]. نانوذرات کبالت که بین لایههای rGO وجود دارد، مانع خودبازسازی rGO می شود. بنابراین شدت پراش rGO کمتر می شود و درنتیجه پیکهای مشخصه پراش rGO در الگوی XRD نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co مشاهده نمی شود [21].

⁵Microplate reader

2-3- بررسی ریزساختار و موفولوژی

تصاویر TEM نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در شکل 2 نشان داده شده است. همانطور که مشاهده میشود، نانوذرات کروی کبالت روی صفحات نازک گرافن به طور همگن و یکنواخت مستقر شدند که نشاندهنده عملکرد مناسب روش سنتز میباشد. به دلیل ترکیب کامل و نیروی جاذبه قوی بین نانوذرات کبالت و صفحات گرافن تقریباً تمام نانوذرات کبالت قابل مشاهده حتی پس از فرآیند آمادهسازی، به سطح صفحات گرافن متصل باقی ماندند. همچنین اندازه متوسط نانوذرات کبالت در حدود 15 نانومتر میباشد. الگوی SAED مربوطه، که در قسمت داخلی شکل 2 (ج) نشان داده شده است، نقاط و حلقههای ساختار هگزاگونال نانوذرات کبالت را نشان میدهد.



Fig. 1 XRD pattern: a) cobalt nanoparticles, b) graphene oxide and c) rGO-Co composite nanoparticles شكل 1 الگوى XRD: الف) نانوذرات كبالت، ب) گرافناكسيد و ج) نانوذرات كامپوزيت rGO-Co

در شکل 3 تصاویر FESEM گرافناکسید (شکل 3 (الف)) و نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co (شکل 3 (ب)) مشاهده می شود. صفحات گرافناکسید با مورفولوژی ورقهای شکل هستند که چین و چروکهای سطحی ورقه ها دیده می شود. نانوذرات کبالت به خوبی روی صفحات گرافن قرار گرفتهاند، به-گونهای که پوششی از نانوذرات کبالت روی صفحات گرافن تشکیل شده است. این نتایج مشابه نتایج تحقیقات مرجع [21] است. نانوذرات کبالت با اندازه

⁶3-(4,5-dimethylthiazol-2-yl)-2,5-diphenyltetrazolium bromide ⁷Phosphate-Buffered Saline (PBS)

⁸Formazan

⁹Dimethyl Sulfoxide (DMSO)

ذرات کمتر از 30-20 نانومتر بر روی صفحات گرافن اکسید احیا شده قرار گرفتهاند. همچنین نقشه توزیع عناصر در شکل 3 (ج) دیده می شود که نشان دهنده توزیع یکنواخت عناصر کبالت و کربن در نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co است.





(ج-C)

Fig. 2 TEM images: a) Cobalt nanoparticles attached to graphene oxide sheets, b) Cobalt spherical nanoparticles and c) SAED pattern rGO-Co composite nanoparticles

شکل 2 تصاویر TEM: الف) نانوذرات کبالت متصل به ورقههای گرافناکسید، ب) نانوذرات کروی کبالت و ج) الگوی SAED نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co



Fig. 3 FESEM images: a) graphene oxide, b) rGO-Co composite nanoparticles and c) rGO-Co composite nanoparticle element distribution map

شکل 3 تصاویر FESEM: الف) گرافناکسید، ب) نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co و ج) نقشه توزیع عناصر نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co

3-3- بررسی شیمیایی

بهمنظور ارزیابی وضعیت شیمیایی سطح صفحات گرافن در نانوذرات كامپوزيتی rGO-Co از روش XPS استفاده گرديد. طيف XPS نانوكامپوزيت در شکل 4 (الف) نشان داده شده است. به دلیل احیای گرافن اکسید پیک O(1S) نسبت به پیک (C(1S) شدت کمتری دارد [22]. نتایج طیف O(1S) با نتايج آزمون XRD (حذف پيک اکسيژن مربوط به نانوذرات گرافن اکسيد بعد از سنتز نانوذرات كامپوزیتی rGO-Co) مطابقت دارد. البته گرافن احیا شده مانند گرافن طبیعی نبوده و مقداری اکسیژن در نانوذرات کامیوزیتی rGO-Co وجود دارد که بخشی از آن میتواند به آلودگیهای سطحی نسبت داده شود [22]. حضور نانوذرات کبالت در ساختار نانوذرات کامپوزیتی -rGO Co با پیکهای مشخصهی تراز هستهی کبالت (3S، 3F و 2P) در طیف eV) $2p_{1/2}$ تأیید شد. پیکهای تراز هستهی Co(2p) به دو جزء پیک XPS 796) و 2P_{3/2} (783 eV) تقسیم شده است [20]. تراز هستهی (Co(2P_{3/2}) به کبالت فلزی Co^{2+} مربوط می شود. شکل4 (ب و ج) تجزیه پیک مربوط به تراز (C(1s) و Co(2p) نشان داده شده است. در شکل 4 (ب) نسبت مساحت پیک مربوط به گروههای عاملی اکسیژندار (C-O، C-OH، C-O-C و O=C-OH) به پیک C-C محاسبه شدند. نسبت O/C از 0.9 برای نمونه گرافناکسید به 0.18 برای نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co کاهش مییابد. نتایج به دست آمده، اکسیژنزدایی ورقههای گرافناکسید را نشان میدهد. این امر احیای مناسب گرافناکسید را نشان میدهد که با نتایج XRD موافقت دارد. شکل 4 (ج) پیکهای ساده شده XPS ترازهای هستهی (co(2p_{3/2}) را نشان میدهد. پیکهای ساده شده (co(p_{3/2}) در 778، 781.4 و R3.7 eV به دست آمدند. پیک P81.4 eV به انرژی پیوند CoO و یا پیوند (Co-O) فلز/کربوکسیلات مربوط است. پیک eV 778 eV به کبالت فلزی نسبت داده می شود. دادههای XPS نشان می دهند که کبالت اغلب در حالت⁺² Co قرار دارد.



Fig. 4 XPS analysis spectrum: a) rGO-Co composite nanoparticles, b) C (1s) decomposition peak and c) Co (2p) decomposition peak شكل 4 طيف آناليز XPS : الف) نانوذرات كامپوزيتی rGO-Co ب)ييک تجزيه (co(2p) و ج) پيک تجزيه (co(2p)

نشريه علوم و فناورى كامپوزيت

4-3- آناليز TGA-DSC

نمودارهای TGA-DSC نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در محدوده دمای Co 25-1000 در محدود دمای rGO-Co در شکل 5 نشان داده شده است. نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در دمای C°11 به دلیل حذف آب [21] و در دمای C°598 به دلیل سوختن گرافن احیا شده [37] و تخریب گروههای عاملی اکسیژن گرافناکسید [38] دچار کاهش وزن شد. همچنین در دمای C°518 اندکی افزایش وزن رخ داده است که میتواند به دلیل اکسیداسیون نانوذرات کبالت باشد. با توجه به نتایج آنالیز توزین حرارتی، کل وزن از دست رفته نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در حدود .w 19٪ میباشد که به دلیل سوختن گرافناکسیداحیا شده میباشد. به همین ترتیب میتوان گفت که میزان درصد وزنی کبالت موجود نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در حدود wt. میزان درصد وزنی کبالت موجود نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در حدود wt.



Fig. 5 Thermal gravimetric results of rGO-Co composite nanoparticles

شكل 5 نتايج وزنسنجي حرارتي نانوذرات كامپوزيتي rGO-Co

5-3- بررسی رفتار مغناطیسی

رفتار مغناطیسی نانوذرات کبالت، گرافناکسید و نانوذرات کامپوزیتی -rGO Co با استفاده از اندازه گیری مغناطش به عنوان تابعی از میدان مغناطیسی اعمالي بررسي شد. بدين منظور پاسخ مغناطيسي نمونهها توسط مغناطيس-سنج نمونه ارتعاشی در شکل 6 نشان داده شده است. با توجه به نمودار هیسترزیس ترسیم شده برای این مواد، نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co و نانوذرات كبالت رفتار فرومغناطيس خوبي از خود نشان دادهاند. اما گرافن-اکسید رفتار متفاوتی دارد. رفتار ضعیف سوپر پارامغناطیس گرافناکسید با آنچه در پژوهش صورت گرفته توسط سرکار و همکارانش [39] مطابقت بسیار خوبی دارد که ناشی از وجود گروههای عاملی و ساختار لایهای کربن است. در گرافناکسید اتصال اتمهای اکسیژن به شبکه کربن موجب بروز ممانهای مغناطیسی می شود. بخشی از خواص مغناطیسی گرافن اکسید مربوط به گروه عاملی ⁻OH است. در فرآیند احیای گرافن اکسید، چنین گروههای عاملی به تدریج حذف می شوند و ممان مغناطیسی کمتری از خود نشان میدهند. لذا به همین دلیل وجود گرافن احیا شده در نانوذرات كامپوزيتى سنتزشده موجب كاهش ممان مغناطيسى در مقايسه با كبالت مىشود. پسماند مغناطيسى براى نانوذرات كامپوزيتى rGO-Co، نانوذرات كبالت و گرافن اكسيد به ترتيب 14.91، 159.84 و 0.0124 emu/g است. بدین ترتیب با قرارگیری نانوذرات کبالت بر روی صفحات گرافن، اندکی از خاصیت پسماند مغناطیسی آن کاسته میشود ولی همچنان از مغناطیس

پذیری خوبی برخوردار است. از طرف دیگر، مقادیر بدست آمده برای مغناطش اشباع نانوذرات كامپوزيتي rGO-Co ، نانوذرات كبالت و گرافن-اكسيد به ترتيب 37.18، 56.52 و 0.031 emu/g مىباشد. بالا بودن مقادير اشباع مغناطیسی نانوذرات کبالت به عنوان امتیازی جهت کاربردپذیری هرچه بهتر آن در هایپرترمی مغناطیسی است. اشباع مغناطیسی بالای نانوذرات کبالت، بالا رفتن حساسیت و پاسخدهی نانوذرات را به میدان مغناطیسی خارجی به همراه داشته و موجب می شود که بازدهی حرارتی نانوذرات با قرارگیری در میدان مغناطیسی متناوب، جهت کاربرد در هایپرترمی مغناطیسی، افزایش یابد. میزان مغناطش اشباع برای نانوذرات کامپوزیتی (حاوى 80٪ كبالت) از نانوذرات كبالت كمتر مىباشد كه علت آن را مىتوان کاهش مقدار کبالت در نانوکامپوزیت و از طرف دیگر اکسیداسیون سطحی ناخواسته ذرات کبالت دانست که احتمالاً به صورت پوسته نازکی بر روی سطح كبالت تشكيل شده است. نتايج پژوهش آقايي دوست ^۲ و همكارانش [40]، هم نشان داد که مقدار مغناطش اشباع نانوکامپوزیتهای گرافن-كبالت سنتز شده (119 emu/g) از نمونه كبالت خالص(168 emu/g) به دلیل وجود صفحات غیرمغناطیسی گرافن کمتر است. وجود فازهای اکسید کبالت در نتایج XRD نیز پیشتر مشخص شده بود. خاصیت بازدارندگی مغناطیسی نیز برای نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co، نانوذرات کبالت و گرافن-اكسيد به ترتيب 800.4، 22.37 و 72.5 Oe است. چنانچه مشهود است نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در مقایسه با نانوذرات کبالت خاصیت بازدارندگی بیشتری از خود نشان میدهد. علت این امر محدودیت چرخش نانوذرات كبالت تحت ميدان مغناطيسي بهدليل به دام افتادن در صفحات گرافن است. درنتیجه افزایش انرژی مورد نیاز دوقطبیهای مغناطیسی، موجب افزایش شدت میدان مغناطیسی می شود. رفتار مغناطیسی نانوذرات کامیوزیتی rGO-Co و نانوذرات کبالت مشابه رفتار مشاهده شده در نانوذرات CoFe₂O₄ سنتز شده توسط شا و همكارانش [19] مىباشد.



Fig. 6 Vibrating sample magnetometer (VSM) diagram: cobalt, graphene oxide and rGO-Co composite nanoparticles شکل 6 نمودار مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی (VSM): کبالت، گرافن اکسید و rGO-Co نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co

6-3- بررسی رفتار گرمایی تحت میدان مغناطیسی

نمودار رفتار گرمایی محلول حاوی نانوذرات کبالت، گرافناکسید و نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co با غلظت mg/ml در شکل 7 (الف) نشان داده شده است. با تغییر جهت میدان مغناطیس خارجی، فِروسیالها با انتقال انرژی گرمایی به محیط اطراف به آسایش میرسند. دو مکانیسم اصلی

مسئول آسایش، آسایش براونی^۱ و آسایش نیل^۲ است [22, 41–43]. آسایش نیل ناشی از شکستن سد انرژی ناهمسانگرد بهدلیل چرخش ممانهای مغناطیسی در داخل ذرات رخ میدهد. آسایش براونی بهدلیل چرخش فیزیکی (مکانیکی) ذرات در سوسپانسیون و جابهجایی دیوارههای حوزههای مغناطیسی است [22, 41–43]. با توجه به اتلاف حرارتی ناچیز گرافناکسید که در شکل 6 نشان داده شد، آزادسازی انرژی حرارتی این ذرات صرفا درنتیجه رسیدن به آسایش از طریق مکانیسم نیل می باشد. بنابراین افزایش دمای نمونه گرافناکسید به طور قابل توجه نخواهد بود و پس از مدت زمان 5 دقیقه دمای محلول حاوی ذرات گرافناکسید به 2°38 رسید.

نرخ انتقال گرما نانوذرات کبالت در مقایسه با محلول حاوی گرافناکسید بسیار بیشتر است. بهطوری که، بعد از 5 دقیقه قرارگیری محلول حاوی نانوذرات کبالت تحت میدان مغناطیسی، دمای آن از 2°37 به حدود 2°66 -رسید. نانوذرات کبالت بهدلیل دارا بودن ماهیت فرومغناطیسی، درنتیجهی اتلاف هیسترزیس، گرما تولید میکنند. از طرفی نانوذرات کامپوزیتی -GO ک یز ماهیت فرومغناطیسی دارد. ولی میزان اتلاف هیسترزیس (مساحت داخل حلقه هیسترزیس در شکل 6) آن بیشتر از نانوذرات کبالت بوده و به همین دلیل مقدار حرارت بیشتری تولید میکند. حضور گرافناکسید احیا شده در کنار نانوذرات کبالت، منجر به بهبود راندمان حرارتی شده است چراکه میزان فصل مشترک ذره با محیط سیال، برای یک ذره کامپوزیتی scor رادمان میزان قابل توجهی بیشتر است. پنابراین طی اعمال میدان مغناطیسی متناوب و متعاقباً چرخیدن ذره درون سیال، میزان گرمای حاصل از اصطکاک سطح نانوذرات کامپوزیتی CO

در جدول 1 میزان گرمایش، نرخ افزایش دمای اولیه و نرخ جذب مخصوص (SLP) سه محلول حاوی نانوذرات کبالت، گرافن اکسید و نانوذرات كامپوزيتى rGO-Co با غلظت mg/ml ذكر شده است. نرخ جذب مخصوص یا میزان تلفات توان به ترتیب از بیشترین به کمترین مقدار به نانوذرات كاميوزيتي rGO-Co (22.18 W/g)، نانوذرات كبالت (10.46 W/g) و گرافناکسید (W/g) تعلق دارد. عملکرد ماده در روش هایپرترمی با پارامتر SLP مشخص می گردد. دمای محلولهای حاوی 100 mg/ml نانوذرات كبالت، گرافن اكسيد و نانوذرات كامپوزيتي rGO-Co تحت میدان مغناطیسی و در مدت زمان 5 دقیقه به ترتیب 2.5، 11 و C° 20.2 افزایش یافت که نشان از عملکرد بهتر نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co نسبت به گرافناکسید و نانوذرات کبالت است. نتایج بدست آمده با نتایج شا و همکارانش [19] متفاوت است بهطوری که دمای محلول حاوی mg/ml 250 از نانوذرات فریت-کبالت با اندازه ذرات متوسط 25 و 60 نانومتر تحت میدان مغناطیسی kA/m و فرکانس 135 kHz در مدت زمان 1 دقیقه به ترتیب به میزان 29.9 و C°22 افزایش یافته است. اختلاف میزان افزایش دما به تفاوت خواص مغناطیسی، تفاوت اندازه ذرات، غلظت محلول کبالت و فریت-کبالت، شدت میدان مغناطیسی و مدت زمان اعمال میدان بستگی دارد. مقدار افزایش دمای بالاتر فریت- کبالت نسبت به نانوذرات کامپوزیتی -rGO Co می تواند از غلظت بالاتر محلول ناشی گردد. با این حال اندازه کوچک تر نانوذرات کبالت در نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در پژوهش حاضر میتواند به نفوذ در تومورهای سرطانی کمک بهتری کند. از طرفی نیز دارو با غلظت کمتری نیز برای درمان نیاز خواهد بود.

رفتار گرمایی نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co با غلظتهای 30، 50، 50 و به این اینوذرات کامپوزیتی rGO-Co با غلظتهای 30، 50، 50 و په اینه مشاهده میشود، نرخ انتقال گرما با افزایش غلظت محلول افزایش یافته است و به سمت مقادیر بالاتر دمایی تغییر کرده است. لازم به ذکر است، در غلظتها به دلیل نزدیک شدن نانوذرات کبالت به یکدیگر بر هم کنش دوقطبی-دوقطبی بین نانوذرات مغناطیسی افزایش مییابد. لذا با افزایش غلظت محلول حاوی نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co، گرمایش در نتیجه حضور میدان مغناطیسی نیز افزایش مییابد [22].

جدول 1 میزان گرمایش، نرخ افزایش دمای اولیه و SLP محلول حاوی نانوذرات کبالت، گرافناکسید و نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co

 Table 1 Heating rate, initial temperature rising rate and solution SLP containing cobalt nanoparticles, graphene oxide and rGO-Co composite nanoparticles



Fig. 7 a) Thermal behavior of cobalt, graphene oxide and rGO-Co composite nanoparticles with a concentration of 100 μ g/mL under a magnetic field of 25 kA/m, b) Thermal behavior of rGO-Co composite nanoparticles at concentrations of 30, 50, 70 and 100 μ g/ml under magnetic field 25 kA/m

شکل 7 الف) رفتار حرارتی نانوذرات کبالت، گرافناکسید و نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co با غلظت μg/mL میدان مغناطیسی RA/m 25 ، ب) رفتار حرارتی نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در غلظتهای 30، 50، 70 و μg/mL 100 μg/mL تحت میدان مغناطیسی β/m

7-3- زیستسازگاری در محیط برون تنی^۳

به دلیل اینکه که رفتار زیستسازگاری نانوذرات در بازه زمانی که در محیط بدن وارد می شوند از اهمیت بالایی برخوردار است، نیاز است قبل از تزریق نانوذرات به محیط بدن، طی ارزیابی برون تنی، رفتار زیستسازگاری آن ها مورد بررسی قرار گیرد. شکل 8 تصاویر میکروسکوپ نوری از تکثیر سلولی در محیط کشت حاوی غلظتهای مختلف نانوذرات کامپوزیتی MTT پس از نانوذرات کبالت نشان داده شده است. هم چنین نتایج آزمون MTT پس از 48 ساعت در شکل 9 نشان داده شده است. رشد و تکثیر سلولهای فیبروبلاست در محیطهای حاوی نانوذرات کامپوزیتی CO-Co با غلظت-های 30، 50 و μg/mL مر مقایسه با نمونه کنترل افزایش داشته است که نشاندهنده عدم سمیت سلولی در این محیطها است. اما با افزایش غلظت نانوذرات کامپوزیتی Co-Og به μg/mL و همچنین در محیط کشت

نشريه علوم و فناوري كامپوزيدت

³Invitro
حاوی نانوذرات کبالت، جمعیت سلولها با کاهش روبرو شده است که علت آن مرگ سلولها در نتیجه سمیت محیط کشت میباشد. بنابراین غلظت قابل استفاده در محیط بدن را میتوان از 30 تا $\mu g/mL$ 70 دانست. نتایج آزمون MTT در پژوهش حاتمی⁽ و همکارانش [22]، بر روی محیط کشت سلول-های L929 حاوی نانوذرات کامپوزیتی GO-Co در مدت زمان کشت 48 ساعت نسبت به پژوهش حاضر متفاوت بود. به طوری که نتایج آنها نشان داد که تمامی محیطهای کشت با غلظت 10 تا μg/mL 100 زیست سازگار نبوده و این در حالی است که در پژوهش حاضر در غلظتهای تا MTT نبوده و این در حالی است که در پژوهش حاضر در غلظتهای تا MTT میتواند به روش سنتز نانوذرات کامپوزیتی مربوط شود. به گونهای که این این این شده توسط حاتمی و همکارانش وجود داشته باشد و موجب بروز سمیت سنتز شده توسط حاتمی و همکارانش وجود داشته باشد و موجب بروز سمیت سلولی شود.



Fig. 8 Optical microscope images of cell proliferation in: a) culture medium (control sample), b) culture medium containing rGO-Co $30\mu g/mL$, c) 50 $\mu g/mL$, d) 70 $\mu g/mL$, e) 100 $\mu g/mL$ and f) culture medium containing cobalt nanoparticles ($100 \ \mu g / mL$)

شکل 8 تصاویر میکروسکوپ نوری از تکثیر سلولی در: الف) محیط کشت (نمونه کنترل)، ب) محیط کشت حاوی α0-GO-C0 (30 μg/mL)، ج) محیط کشت حاوی rGO-C0 (20 μg/mL)، م) محیط rGO-C0 (20 μg/mL) rGO-C0 (20 μg/mL) (20 این (100 کشت حاوی نانوذرات کبالت (100 μg/mL)



Fig. 9 Optical density after 48 hours at 570 nm شکل **9** چگالی نوری پس از 48 ساعت در طول موج 570 نانومتر

4- نتيجەگىرى

در کار حاضر پودر نانوذرات کامپوزیتی گرافناکسید احیاشده- کبالت (-rGO Co) جهت ارزیابی ساختاری، مغناطیسی و بررسی کاربرد آن در هایپرترمی مغناطيسي سنتز گرديد. نتايج حاصل از ارزيابي ميكروسكوپ الكتروني عبوري بیانگر توزیع مناسب نانوذرات کبالت بر روی صفحات گرافن اکسید احیا شده مىباشد. مغناطيس پذيرى خوب نانوذرات كامپوزيتى rGO-Co با اشباع مغناطیسی 37.18 emu/gr، بهبود عملکرد حرارتی نانوذرات کامپوزیتی را در محیط مایع شبیهسازی بدن در حضور میدان مغناطیسی متناوب نشان داد. ارزیابی رفتار حرارتی نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co با غلظتµg/mLدر محیط مایع شبیهسازی بدن نشان داد که دربازه زمانی 5 دقیقه تحت میدان که دمای محیط مایع حاوی نانوذرات به بیش از $^\circ C$ افزایش 20.2° kA/m يافت. مقدار SLP نانوذرات كامپوزيتي rGO-Co با غلظت Mg/mL 100، 22.18 W/g بود. با افزایش غلظت نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co از 30 تا 100 µg/mL مقدار دما افزایش ولی مقدار SLP کاهش یافت. در این بین ارزیابی بیولوژیکی نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co نشان داد که نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co در محیط کشت رفتار زیستسازگاری مناسبی در مقایسه با نانوذرات کبالت در محیط کشت از خود نشان میدهد. همچنین بررسی اثر غلظت نانوذرات کامپوزیتی rGO-Co بر رفتار زیستسازگاری آنها نشاندهنده رشد و تكثير سلولها دربازه غلظت μg/mL بود. بنابراین با کمترین غلظت ممکن (μg/mL) بهترین عملکرد (افزایش دما در مدت زمان کم) بدون سمیت حاصل شد.

5- مراجع

- [1] Giustini, A. J., Petryk, A. A., Cassim, S. M., Tate, J. A., Baker, I. and Hoopes, P. J., "Magnetic Nanoparticle Hyperthermia in Cancer Treatment," Nano LIFE, Vol. 1, No. 1n02, pp. 17-32, 2010.
- [2] Lee, J.-H., Kim, B., Kim, Y. and Kim, S.-K., "Ultra-High Rate of Temperature Increment from Superparamagnetic Nanoparticles for Highly Efficient Hyperthermia," Scientific Reports, Vol. 11, No. 1, p. 4969, 2021.
- [3] Fatima, H., Charinpanitkul, T. and Kim, K. S., "Fundamentals to Apply Magnetic Nanoparticles for Hyperthermia Therapy," Nanomaterials (Basel), Vol. 11, No. 5, 2021.
- [4] Gilchrist, R. K., Medal, R., Shorey, W. D., Hanselman, R. C., Parrott, J. C. and Taylor, C. B., "Selective Inductive Heating of Lymph Nodes," Annals of surgery, Vol. 146, No. 4, pp. 596-606, 1957.
- Thomas, L., "Nanoparticle Synthesis for Magnetic Hyperthermia," Doctoral Thesis, University College London, UK, 2010.

¹ Hatamie

Diagnosis," Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, Vol. 146, pp. 271-279, 2016.

- [23] Singh, N., Ansari, J., Pal, M., Thanh, N. T., Le, T. and Datta, A., "Synthesis and Magnetic Properties of Stable Cobalt Nanoparticles Decorated Reduced Graphene Oxide Sheets in the Aqueous Medium," Journal of Materials Science: Materials in Electronics, Vol. 31, No. 18, pp. 15108-15117, 2020.
- [24] Parkes, L. M., Hodgson, R., Lu le, T., Tung le, D., Robinson, I., Fernig, D. G. and Thanh, N. T., "Cobalt Nanoparticles as a Novel Magnetic Resonance Contrast Agent-Relaxivities at 1.5 and 3 Tesla," Contrast Media Mol Imaging, Vol. 3, No. 4, pp. 150-156, 2008.
- [25] Bohara, R. A., Thorat, N. D., Yadav, H. M. and Pawar, S. H., "One-Step Synthesis of Uniform and Biocompatible Amine Functionalized Cobalt Ferrite Nanoparticles: A Potential Carrier for Biomedical Applications," New Journal of Chemistry, Vol. 38, No. 7, pp. 2979-2986, 2014.
- [26] Zeisberger, M., Dutz, S., Müller, R., Hergt, R., Matoussevitch, N. and Bönnemann, H., "Metallic Cobalt Nanoparticles for Heating Applications," Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 311, pp. 224-227, 2007.
- [27] Mahmoudi, K., Bouras, A., Bozec, D., Ivkov, R. and Hadjipanayis, C., "Magnetic Hyperthermia Therapy for the Treatment of Glioblastoma: A Review of the Therapy's History, Efficacy and Application in Humans," International Journal of Hyperthermia, Vol. 34, No. 8, pp. 1316-1328, 2018.
- [28] Dar, M. S., Akram, K. B., Sohail, A., Arif, F., Zabihi, F., Yang, S., Munir, S., Zhu, M., Abid, M. and Nauman, M., "Heat Induction in Two-Dimensional Graphene–Fe₃O₄ Nanohybrids for Magnetic Hyperthermia Applications with Artificial Neural Network Modeling," RSC Advances, Vol. 11, No. 35, pp. 21702-21715, 2021.
- [29] Prabhakaran, T., Udayabhaskar, R., Mangalaraja, R. V., Sahlevani, S. F., Freire, R. M., Denardin, J. C., Béron, F., Varaprasad, K., Gracia-Pinilla, M. A., Vinicius-Araújo, M. and Bakuzis, A. F., "Probing the Defect-Induced Magnetocaloric Effect on Ferrite/Graphene Functional Nanocomposites and Their Magnetic Hyperthermia," The Journal of Physical Chemistry C, Vol. 123, No. 42, pp. 25844-25855, 2019.
- [30] Narayanaswamy, V., Obaidat, I. M., Kamzin, A. S., Latiyan, S., Jain, S., Kumar, H., Srivastava, C., Alaabed, S. and Issa, B., "Synthesis of Graphene Oxide-Fe304 Based Nanocomposites Using the Mechanochemical Method and in Vitro Magnetic Hyperthermia," International journal of molecular sciences, Vol. 20, No. 13, p. 3368, 2019.
- [31] Bai, L.-Z., Zhao, D.-L., Xu, Y., Zhang, J.-M., Gao, Y.-L., Zhao, L.-Y. and Tang, J.-T., "Inductive Heating Property of Graphene Oxide–Fe304 Nanoparticles Hybrid in an Ac Magnetic Field for Localized Hyperthermia," Materials Letters, Vol. 68, pp. 399-401, 2012.
- [32] Shi, X., Gong, H., Li, Y., Wang, C., Cheng, L. and Liu, Z., "Graphene-Based Magnetic Plasmonic Nanocomposite for Dual Bioimaging and Photothermal Therapy," Biomaterials, Vol. 34, No. 20, pp. 4786-4793, 2013.
- [33] Baldi, G., Lorenzi, G. and Ravagli, C., "Hyperthermic Effect of Magnetic Nanoparticles under Electromagnetic Field," Processing and Application of Ceramics, Vol. 3, No. 1-2, pp. 103-109, 2009.
- [34] Özdoğan, N., Kapukıran, F., Öztürk Er, E. and Bakırdere, S., "Magnetic Cobalt Particle–Assisted Solid Phase Extraction of Tellurium Prior to Its Determination by Slotted Quartz Tube-Flame Atomic Absorption Spectrophotometry," Environmental Monitoring and Assessment, Vol. 191, No. 6, p. 339, 2019.
- [35] Meng, Q., Guo, S., Zhao, X. and Veintemillas-Verdaguer, S., "Bulk Metastable Cobalt in Fcc Crystal Structure," Journal of Alloys and Compounds, Vol. 580, pp. 187-190, 2013.
- [36]Ghobadi, N., Hosseini Moradi, S. A. and Amirzade, M., "Synthesis and Structural, Magnetic, and Electromagnetic Characterization of Cobalt Ferrite/Reduced Graphene Oxide Composite," In Persian, Journal of Advanced Materials in Engineering Vol. 40, No. 4, pp. 69-83, 2022.

- [6] Rosensweig, R. E., "Heating Magnetic Fluid with Alternating Magnetic Field," Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 252, pp. 370-374, 2002.
- [7] Jordan, A., Wust, P., Fähling, H., John, W., Hinz, A. and Felix, R., "Inductive Heating of Ferrimagnetic Particles and Magnetic Fluids: Physical Evaluation of Their Potential for Hyperthermia," Int J Hyperthermia, Vol. 25, No. 7, pp. 499-511, 2009.
- [8] Yadav, A. N., Singh, A. K., Kumar, P. and Singh, K., "Graphene-Induced Room Temperature Ferromagnetism in Cobalt Nanoparticles Decorated Graphene Nanohybrid," Nanoscale Research Letters, Vol. 15, No. 1, pp. 1-8, 2020.
- [9] DeNardo, S. J., DeNardo, G. L., Miers, L. A., Natarajan, A., Foreman, A. R., Gruettner, C., Adamson, G. N. and Ivkov, R., "Development of Tumor Targeting Bioprobes (111in-Chimeric L6 Monoclonal Antibody Nanoparticles) for Alternating Magnetic Field Cancer Therapy," Clinical cancer research, Vol. 11, No. 19, pp. 7087-7092, 2005.
- [10] Laurent, S., Forge, D., Port, M., Roch, A., Robic, C., Vander Elst, L. and Muller, R. N., "Magnetic Iron Oxide Nanoparticles: Synthesis, Stabilization, Vectorization, Physicochemical Characterizations, and Biological Applications," Chemical reviews, Vol. 108, No. 6, pp. 2064-2110, 2008.
- [11] Ali, A., Hira Zafar, M. Z., ul Haq, I., Phull, A. R., Ali, J. S. and Hussain, A., "Synthesis, Characterization, Applications, and Challenges of Iron Oxide Nanoparticles," Nanotechnology, science and applications, Vol. 9, p. 49, 2016.
- [12] Verma, J., Lal, S. and Van Noorden, C. J., "Nanoparticles for Hyperthermic Therapy: Synthesis Strategies and Applications in Glioblastoma," International journal of nanomedicine, Vol. 9, p. 2863, 2014.
- [13] Gutiérrez, T. J. and Alvarez, V. A., "Nanoparticles for Hyperthermia Applications," in: Handbook of Nanomaterials for Industrial Applications, pp. 563-576, 2018.
- [14] Chan, K. and Chou, C., "Use of Thermocouples in the Intense Fields of Ferromagnetic Implant Hyperthermia," International Journal of Hyperthermia, Vol. 9, No. 6, pp. 831-848, 1993.
- [15] Romanus, E., Matoussevitch, N., Prass, S., Heinrich, J., Müller, R., Berkov, D., Bönnemann, H. and Weber, P., "Magnetic Characterization of Cobalt Nanoparticles by Temperature Dependent Magnetic Relaxation Measurements," Applied organometallic chemistry, Vol. 18, No. 10, pp. 548-552, 2004.
- [16] Zhang, X., Wen, G., Xiao, G. and Sun, S., "Magnetic Relaxation of Diluted and Self-Assembled Cobalt Nanocrystals," Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 261, No. 1-2, pp. 21-28, 2003.
- [17] Hütten, A., Sudfeld, D., Ennen, I., Reiss, G., Wojczykowski, K. and Jutzi, P., "Ferromagnetic Feco Nanoparticles for Biotechnology," Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 293, No. 1, pp. 93-101, 2005.
- [18] Hergt, R., Dutz, S., Müller, R. and Zeisberger, M., "Magnetic Particle Hyperthermia: Nanoparticle Magnetism and Materials Development for Cancer Therapy," Journal of Physics: Condensed Matter, Vol. 18, No. 38, p. 2919, 2006.
- [19] Sha, A., Hassan, R., Aa, A., Alomayri, T. and Alamri, H., "Magnetic Hyperthermia Using Cobalt Ferrite Nanoparticles: The Influence of Particle Size," International Journal of Advancements in Technology, Vol. 08, pp.567-579, 2017.
- [20] Khan, M. A. M., Khan, W., Ahamed, M., Ahmed, J., Al-Gawati, M. A. and Alhazaa, A. N., "Silver-Decorated Cobalt Ferrite Nanoparticles Anchored onto the Graphene Sheets as Electrode Materials for Electrochemical and Photocatalytic Applications," ACS Omega, Vol. 5, No. 48, pp. 31076-31084, 2020.
- [21] Liu, Z., Xu, G., Zhang, M., Xiong, K. and Meng, P., "Synthesis of CoFe₂O₄/rGO Nanocomposites by Click Chemistry and Electromagnetic Wave Absorption Properties," Journal of Materials Science: Materials in Electronics, Vol. 27, pp. 9278-9285, 2016.
- [22] Hatamie, S., Ahadian, M. M., Ghiass, M. A., Iraji zad, A., Saber, R., Parseh, B., Oghabian, M. A. and Shanehsazzadeh, S., "Graphene/Cobalt Nanocarrier for Hyperthermia Therapy and Mri

- [37] Malinga, N. N. and Jarvis, A. L. L., "Synthesis, Characterization and Magnetic Properties of Ni, Co and Feco Nanoparticles on Reduced Graphene Oxide for Removal of Cr(VI)," Journal of Nanostructure in Chemistry, Vol. 10, No. 1, pp. 55-68, 2020.
- [38] Mostafavi, F., Sadat and Imani, R., "Synthesis and Characterization of Gelatinfunctionalized Reduced Graphene Oxide for Drug Delivery Application," In Persian, Pathobiology Research, Vol. 23, pp. 75-85, 2021.
- [39] Sarkar, S., Raul, K., Pradhan, S., Basu, S. and Nayak, A., "Magnetic Properties of Graphite Oxide and Reduced Graphene Oxide," Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures, Vol. 64, pp. 78-82, 2014.
- [40] Aghaie Doost, S. F. and Ansari, N., "Effect of Solution Ph on Magnetization of Graphene-Cobalt Nanocomposite Synthesized by Electrochemical Deposition Technique," In Persian, Journal of Advanced Materials and Technologies (JAMT), Vol. 8, pp. 59-69, 2019.
- [41] Reyes-Ortega, F., Delgado, Á. V., Schneider, E. K., Checa Fernández, B. L. and Iglesias, G. R., "Magnetic Nanoparticles Coated with a Thermosensitive Polymer with Hyperthermia Properties" Polymers, Vol. 10, No. 1, p. 10, 2018.
- [42] Liu, X., Zhang, Y., Wang, Y., Zhu, W., Li, G., Ma, X., Zhang, Y., Chen, S., Tiwari, S., Shi, K., Zhang, S., Fan, H. M., Zhao, Y. X. and Liang, X.-J., "Comprehensive Understanding of Magnetic Hyperthermia for Improving Antitumor Therapeutic Efficacy," Theranostics, Vol. 10, No. 8, pp. 3793-3815, 2020.
- [43] Ferrero, R., Barrera, G., Celegato, F., Vicentini, M., Sözeri, H., Yıldız, N., Atila Dinçer, C., Coïsson, M., Manzin, A. and Tiberto, P., "Experimental and Modelling Analysis of the Hyperthermia Properties of Iron Oxide Nanocubes," Nanomaterials, Vol. 11, No. 9, p. 2179, 2021.

نشريه علمى پژوهشى



علوم و فناوری **کامپوزیست** http://jstc.iust.ac.ir



مدلسازی و تحلیل رفتار مکانیکی چندلایههای کامپوزیتی دریلکاری شده تحت بار کششی و فشاری

مهناز ذاکری^{1*}، هادی قسمتی کوچکی²، مجیدرضا آیت اللهی³

1- دانشیار، آزمایشگاه پژوهشی سازههای پیشرفته، دانشکده مهندسی هوافضا، دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی، تهران
 2- فارغالتحصیل کارشناسی ارشد، دانشگده مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران
 3- استاد، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران
 3- استاد، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران
 3- استاد، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران
 3- استاد، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران
 3- استاد، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران
 3- استاد، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران

چکیدہ	طلاعات مقاله:
۔ در این مقاله، ابتدا روند مدلسازی تورق ناشی از فرآیند دریلکاری سنتی با مته دریل پیچشی در چندلایههای کامپوزیتی در بستر اجزاء	دريافت: 1401/09/27
محدود، شرح داده شده و نتایج دریلکاری در یک چندلایه بررسی می گردد. سپس رفتار مکانیکی این چندلایه حاوی تورق، تحت بارگذاری	بذيرش: 1402/01/09
تکمحوری مورد مطالعه قرار گرفته و نتایج تحلیل حاضر با ادبیات موجود مورد مقایسه قرار میگیرد. برای این تحلیل، ویژگیها و رفتار	كليدواژگان
مکانیکی و استحکامی لایههای کامپوزیت به ترتیب با نگارش قوانین ساختاری مواد ناهمسانگرد و معیار آسیب هاشین، در قالب زیرروال	کامپوزیتهای چندلایه، سوراخکاری،
وی یومت در نرمافزار آباکوس به لایهها اختصاص داده میشود. به منظور پایش پدیده تورق، بین لایهها از المانهای چسبندهٔ تابع قانونِ	ورق، بار تکمحوری، تحلیل اجزاء
کشش- جدایش دو خطی استفاده میشود. بین نتایج تحلیل اجزاء محدود حاضر و نتایج پژوهشهای پیشین تطابق خوبی برقرار است. در	محدود
ادامه، رفتار چندلایه کامپوزیتی سوراخدار حاوی تورق اولیه ناشی از دریلکاری، تحت بار کششی و فشاری مورد بررسی قرار میگیرد. نتایج	
نشان مىدهد در حالتى كه تورق اوليه در اطراف سوراخ اعمال شود، نسبت به حالتى كه صفحه سوراخدار بدون توجه به تورق اوليه تحليل	
شود، استحکام کششی و فشاری قطعه به ترتیب به طور میانگین به میزان 5.5 و 19.5 درصد کاهش یافته است. هر چه اندازه ناحیه تورق	
بیشتر باشد، افت استحکام نیز بیشتر خواهد بود.	

Modeling and analysis of drilled laminated composites mechanical behavior subjected to tensile and compressive loads

Mahnaz Zakeri^{1*}, Hadi Ghesmati-Kucheki², Majid Reza Ayatollahi²

1- Advanced Structures Research Laboratory, Aerospace Engineering Department, K. N. Toosi University of Technology, Tehran, Iran 2- School of Mechanical Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

* P.O.B. 16765-3381, Tehran, Iran, m.zakeri@kntu.ac.ir

Keywords	Abstract
Laminated composites, drilling, delamination, uniaxial loading, finite element analysis	In this paper, first, the process of modeling the delamination due to the traditional drilling process with twist bit in composite laminates in the finite element bed has been described and the drilling results in a laminate have been investigated. Then, the mechanical behavior of this laminate containing the delamination was studied under uniaxial loading and the results of the analysis were compared with the literature. For this analysis, the mechanical and strength properties and behavior of the composite layers were assigned by writing the structural laws of anisotropic materials and the Hashin damage criterion, respectively, in the form of VUMAT subroutine in ABAQUS software. To monitor the delamination phenomenon, cohesive elements between the layers were used based on the bilinear traction-separation law. There was a good agreement between the results of the present finite element analysis and the previous researches. In the following, the behavior of drilled composite laminate containing primary drilling-induced delamination under tensile and compressive loads was investigated. The results show that in the case where the initial delamination was applied around the hole, the tensile and compressive strength of the laminate decrease by 5.5 and 19.5 percent on average, respectively, compared to the case where the strength drop.

Please cite this article using:

برای ارجاع به مقاله از عبارت زیر استفاده کنید:

Zakeri, M., Ghesmati-Kucheki, H., Ayatollahi, M. R., "Modeling and analysis of drilled laminated composites mechanical behavior subjected to tensile and compressive loads," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 9, No. 3, pp. 2033-2045, 2023. https://doi.org/10.22068/JSTC.2023.558291.1796

1- مقدمه

چندلایههای کامپوزیتی به علت داشتن ویژگیهای منحصر به فردی مانند نسبت مقاومت به وزن بالا، مقاوم بودن در برابر عناصر خورنده، استحکام مناسب در برابر بارهای نوسانی و جذب انرژی بالا، طی سالهای اخیر مورد توجه صنایع مختلف قرار گرفتهاند[1] . عملیات ماشین کاری قطعات، بخش جداییناپذیری از فرآیند تولید محصولات صنعتی می باشد. عواملی مانند ساختار لایه ای کامپوزیتهای تقویت شده با الیاف، خاصیت سایندگی بالای الیاف و مقاومت حرارتی پایین ماده زمینه یا ماتریس، منجر به پیچیدگی و دشواری عملیات ماشینکاری این نوع از مواد، می شود[2] .

دریل کاری^۱ یکی از متداول ترین انواع ماشین کاریِ قطعات صنعتی می باشد. در وسایل حمل و نقلی مانند هواپیما، این فرآیند جهت ایجاد بستر برای اتصال اجزاء مختلف و سرهم بندی آنها و همچنین ایجاد بستر روی دیوارهها جهت عبور شیلنگهای هیدرولیک، کابلهای الکتریکی و ... از یک بخش به بخش دیگر، بکار گرفته می شود. از آنجا که قطعه کامپوزیتی، از لایههای الیاف محصور در ماتریس تشکیل شده است، اعمال بار چرخهای و ضربه، می تواند منجر به جدایی این لایهها از هم شود. در صنعت و علوم مهندسی، این پدیده، با اصطلاح تورق^۲ شناخته شده و یکی از چالشهای مهم در زمینه سوراخکاری چندلایه-های کامپوزیتی می باشد. شکل گیری این پدیده اغلب غیر قابل مشاهده با چشم غیر مسلّح بوده و به طور قابل ملاحظهای قابلیت بارپذیری سازه را کاهش می دهد[3].

بنابه گزارش محققین، علت عدم تائید حدود شصت درصد از قطعات کامپوزیتی سوراخکاری شده در صنایع هوافضایی، تورقِ ناشی از سوراخکاری میباشد[4] . در هر هواپیمای مسافربری، ایجاد یک الی دو میلیون سوراخ جهت سرهمبندی اجزای مختلف نیاز است؛ این عدد در هر بال حدود پنج هزار سوراخ، میباشد. از طرفی بنابه گزارشهای موجود، حدود پنجاه درصد از هزینهها در صنایع تولیدی هوافضایی، مربوط به بخش سرهمبندی میباشد. بنابراین واکاوی دقیق رخداد آسیب ناشی از ماشینکاری به منظور جلوگیری از هدر رفت سرمایه، از الزامات تحقیقاتی بخش سازه، تلقی میشود[5-7] .

متغیرهای مختلفی بر کیفیت سوراخ ایجاد شده و میزان وقوع آسیب ناشی از دریلکاری مؤثر هستند؛ هندسه مته دریل^۲، نرخ تغذیه ابزار^۴، سرعت برش، تأثیر ساییده شدن ابزار، حرارت تولیدی ناشی از تماس ابزار و قطعه، زاویه الیاف از جمله مهمترین این عوامل میباشند، که باید قبل از بکارگیری این فرآیند در سازههای بزرگی مانند هواپیما، تأثیر هر کدام از این عوامل بر کیفیت سوراخ مورد بررسی قرار گیرد[8,3] . هزینه بالای ساخت چندلایههای کامپوزیتی و گرانقیمت بودن ابزار برش، تعداد آزمایشهای در زمینه دریلکاری این نوع مواد را محدود میکند. بدین منظور سالهاست که محققین به دنبال ابزارهای جایگزین و مطمئن میباشند. از آنجایی که چندلایه کامپوزیتی ذاتاً خاصیت ارائه روابط تحلیلی فرم بسته برای پیشبینی آسیب ناشی از دریل کاری به طوری که جایگزین یا مکمل مناسبی برای آزمونهای تجربی باشد، تقریباً غیرممکن به نظر میرسد.

با توجه به این قضیه و در نظرگیری پیشرفت چشمگیر رایانهها با توان پردازشی بالا طی سالهای اخیر، روشهای عددی یک گزینه مناسب جهت

پیشبینی آسیب ناشی از فرآیند دریلکاری چندلایههای کامپوزیتی بشمار میروند. طی سالهای اخیر پژوهشهای متعددی توسط محققین مختلف انجام شده است. فادنیس و همکاران [9] با نگارش معیار آسیب هاشین- پاک^۵ در قالب زیر روال وی یومت⁶ و تخصیص آن به چندلایه تقویت شده با الیاف کربن و همچنین بکار گیری المانهای چسبنده^۷ مابین لایهها، گزارش دادند که مدل اجزاء محدود با دقت مناسبی نیروی پیشروی^۸ و گشتاور پیچشی را پیشبینی میکند. همچنین ابعاد تورق ناشی از سوراخکاری در ورودی مته با دقت خوبی پیشبینی کرده، هر چند ابعاد تورق در خروجی مته را کمی بیشتر از اندازه بدست آمده از آزمون تجربی، ارائه میدهد.

ایسبیلر و قاسمیه [11,10] با نگارش معیار آسیب هاشین در قالب زیر روال وی یومت و تخصیص آن به چندلایه تقویت شده با الیاف کربن و همچنین بکار گیری سطح چسبنده^۴ مابین لایهها، گزارش کردند که مدل عددی توانایی خوبی در پیشبینی ابعاد تورق، نیروی پیشروی و گشتاور را داشته و میتوان تأثیر تغییر هندسه مته و نرخ تغذیه و سرعت برش بر ابعاد تورق را به خوبی با مدلسازی اجزاء محدود بررسی کرد. فیتو و همکاران[12-14] در مجموعه تعقیقاتی که انجام دادند، گزارش کردند که مدل اجزاء محدود در پیشبینی نیروی پیشروی ابزار و ابعاد تورق به خوبی عمل کرده و اختلاف اندکی با نتایج حاصل از آزمایشهای تجربی دارد. این محققین ذکر کردند که روش اجزاء محدود توانایی بالایی برای کاهش هزینههای آزمایش در جهت بررسی تأثیرگذاری متغیرهای مختلف بر پدیده تورق و نیز بررسی فرآیند سوراخکاری چندلایه در شرایط و هندسههای پیچیده، میتواند داشته باشد.

با توجه به اینکه قطعات کامپوزیتی سوراخ شده در وسایل حمل و نقل مانند هواپیما، به طور پیوسته تحت انواع بار از جمله بارهای کششی و فشاری قرار میگیرند، لازم است رفتار مکانیکی این قطعات تحت بار محوری مورد مطالعه قرار گیرد. در حوزه بررسی رفتار مکانیکی قطعات کامپوزیتی حاوی سوراخ اولیه، تحت بار کششی و فشاری مطالعات زیادی توسط محققین مختلف صورت گرفته است. چنگ و لسارد [15]، یکی از اولین افرادی بودند که به صورت تجربی، تحلیلی و عددی رفتار قطعات کامپوزیتی سوراخدار تحت بار فشاری را مورد مطالعه قرار دادند. این محققین مدل آسیب پیشرونده به منظور پیش بینی مودهای خرابی و استحکام قطعات ارائه دادند که بنابه گزارش ایشان، تطابق خوبی با نتایج حاصل از آزمون تجربی داشته است.

ستیانارایانا و رزیکپ^{۱۰} [16]، با نگارش معیار آسیب هاشین- روتم^{۱۱} در قالب زیرروال وی یومت، نوع و بار خرابی قطعات کامپوزیتی سوراخدار تحت کشش با تعداد لایه و قطر سوراخ متغیر را در نرمافزار آباکوس مورد بررسی قرار دادند. طبق گزارش این محققین، مدل خرابی پیشرونده^{۱۲} با معیار هاشین-روتم جهت پیشبینی شروع آسیب و افت آنی خواص با ضرب متغیر آسیب در قانون ساختاری مواد ناهمسانگرد، جهت پیشبینی تکامل آسیب، توانایی خیلی خوبی در پیشبینی نوع و بار خرابی دارد.

ایدی و کیس [17]، با مطالعه تجربی و عددی قطعات کامپوزیتی سوراخدار با قطر سوراخ و لایه چینی مختلف تحت بار کششی، گزارش کردند که با افزایش قطر سوراخ به سه برابر قطر اولیه، استحکام قطعه تا نصف کاهش میباشد. طبق گزارش همین محققین، تطابق خوبی میان نتایچ آزمونهای تجربی و مدل المان محدود برقرار میباشد. در تحقیق دیگری طاهری بهروز و بخشان [18]، با بکار

¹ Drilling

² Delamination

³ Drill bit geometry
⁴ Drill Feed rate

⁵ Hashin-Puck

⁶ UMAT subroutine

⁷ Cohesive elements

⁸ Thrust force 9 Cohesive surface

¹⁰ Satyanarayana and Przekop

¹¹ Rotem

¹² Progressive failure

گیری آزمون تجربی و مدل خرابی سه بعدی پیشرونده در قالب زیرروال یومت در نرمافزار آباکوس، گزارش کردند که نسبت استحکام قطعه کامپوزیتی بافته سوراخدار تحت بار کششی، با قطر سوراخ ده میلیمتر به قطعه بدون سوراخ، تقریباً با ضریب 0.6 افت می کند. طبق گزارش همین محققین نتایج حاصله از معیارهای بیشینه تنش و تسای- وو⁽، تطابق خوبی با نتایج حاصله از آزمونهای تجربی برای کامپوزیت بافته، داشته است.

مندال و چاکرابارتی [19]، با تعریف معیارهای آسیب هاشین برای پیش بینی آسیب الیاف و ماتریس، معیار لسارد- شکریه برای پیش بینی تورق و معیار نادری- مالینیو^۲ برای پیش بینی آسیب برشی میان الیاف و ماتریس در قالب زیرروال یومت و اعمال آن بر قطعه کامپوزیتی سوراخدار تحت بار کششی یک طرفه، گزارش کردند که جابه جایی در شکست درمقایسه با بار شکست، زمانی که حدود 25 درصد لایه ها در راستای اعمال بار باشند، وابستگی بسیار اندکی به نوع لایه چینی دارد.

خیچای و همکاران [20]، با استفاده از روش همبستگی تصاویر دیجیتالی و روش اجزاء محدود، قطعات کامپوزیتی حاوی سوراخ با شکل و اندازه سوراخ مختلف، تحت بار کششی را مورد بررسی قرار دادند. طبق گزارش این محققین، استحکام کششی به شکل و اندازه سوراخ، زاویه جهت گیری الیاف و توزیع تنش بستگی دارد؛ با افزایش اندازه سوراخ، ضریب تمرکز تنش (SCF)^۳ و ناحیه آسیب افزایش یافته ولی استحکام کاهش مییابد. شکست نمونهها به علت تمرکز کرنش و گسیختگی الیاف در ناحیه سوراخ و اثر لبه سوراخ^{*} گزارش شده است.

با وجود مطالعه چندلایههای سوراخدار، تاکنون مدلسازی کاملی جهت بررسی اثر تورق اولیه ناشی از دریلکاری بر رفتار مکانیکی قطعات سوراخ شده تحت بار کششی- فشاری و میزان کارایی استفاده از روش اجزاء محدود در تحلیل این مسئله، ارائه نشده است. از اینرو در پژوهش حاضر سعی شده است با بکارگیری روش اجزاء محدود، تورق اولیه ناشی از دریلکاری بر روی المان-های چسبنده مابین لایهها مدلسازی شده و سپس رفتار مکانیکی این چندلایه کامپوزیتی سوراخدار تحت بار کششی و فشاری، مورد مطالعه قرار گیرد.

2- بیان مسأله و روش تحقیق

مسئله مورد بررسی در مقاله حاضر، یک چندلایه کامپوزیتی مستطیلی از جنس T300/LTM45-EL است که پس از سوراخکاری با دریل، تحت بارگذاری داخل صفحهای قرار می گیرد. ابعاد و لایه چینی قطعه مطابق شکل 1 است. مدلسازی و حل این مسئله طی دو مرحله شامل مرحله سوراخکاری چندلایه کامپوزیتی و مرحله اعمال بار بر قطعه سوراخ شده، انجام می گیرد. در ادامه به شرح جزئیات مدلسازی پرداخته می شود.

1-2- سوراخکاری چندلایه کامپوزیتی 1-1-2- مدلسازی مته دریل

برای سوراخکاری چندلایه مورد نظر، از یک مته دریل با جنس کاربید تنگستن مطابق شکل 2 استفاده شده است. مدول یانگ و ضریب پوآسون ماده بصورت E = 534 GPa و 2022 در نظر گرفته شده [21] و مدلسازی هندسی مته دریل در نرمافزار سالیدورک انجام گرفت. مشخصات هندسی و مکانیکی این مته دریل مطابق جدول 1 میباشد و تمام مؤلفههای حاصل ضرب ممان اینرسی، صفر هستند.



شکل 2 هندسه مته دریل



Fig. 1 Geometric specifications and loading of composite laminate. a) Drilling, b) Loading

شکل 1 مشخصات هندسی و بارگذاری چندلایه کامپوزیتی. الف) سوراخکاری، ب) بارگذاری



Fig. 2 Drill bit geometry

نشريه علوم و فناوري كامپوزيت

³ Stress concentration factor

⁴ Hole edge effect

 $C_{11}^0 = E_{11}^0 (1 - v_{23} v_{32}) \Gamma$ ⁽²⁾

 $C_{22}^{0} = E_{22}^{0} (1 - v_{13} v_{31}) \Gamma$ (3)

 $C_{33}^0 = E_{33}^0 (1 - v_{12} v_{21}) \Gamma \tag{4}$

$$C_{12}^{0} = E_{11}^{0} (v_{21} + v_{23} v_{31}) \Gamma$$
(5)

$$C_{23}^{0} = E_{22}^{0} (\nu_{32} + \nu_{12} \nu_{31}) \Gamma$$
(6)

$$C_{13}^{0} = E_{11}^{0} (\nu_{31} + \nu_{21} \nu_{32}) \Gamma$$
⁽⁷⁾

$$\Gamma = 1/(1 - v_{12}v_{21} - v_{23}v_{32} - v_{13}v_{31} - 2v_{21}v_{32}v_{13})$$
(8)

$$v_{21} = \left(\frac{E_{22}^{0}}{E_{11}^{0}}\right) v_{12} \qquad v_{31} = \left(\frac{E_{33}^{0}}{E_{11}^{0}}\right) v_{13} \qquad v_{32} = \left(\frac{E_{33}^{0}}{E_{22}^{0}}\right) v_{23} \tag{9}$$

که E_{23}^0 ، E_{22}^0 ، E_{13}^0 ، G_{12}^0 ، که E_{23}^0 ، E_{22}^0 ، E_{11}^0 مدول برشی، قبل از رخداد آسیب و v_{13} ، v_{13} ، v_{13} ، فرایب پوآسون میباشند.

پیش بینی خرابی کامپوزیت ها، به علت ناهمگونی ساختاری این نوع مواد، چالش بزرگی است. تاکنون معیارها خرابی متعددی مطرح و توسط محققان مختلف، راستی آزمایی شده اند که از بین آنها می توان به معیار خرابی تنش بیشینه، تسای-وو[[22، تسای-هیل^۱[[22، هاشین][24 و پاک[[25 اشاره کرد. البته برخی از این معیارها به علت در نظر نگرفتن ناهمگونی ماده و اندرکنش میان مؤلفه های تنش، دارای دقت کافی نمی باشند[[26 .

معیارهای خرابی مبتنی بر پایه فیزیکی، به علت قائل شدن تمایز میان الیاف و ماتریس، برای پیشبینی آسیب در کامپوزیتها مناسب هستند که در این میان، معیار هاشین به علت تشخیص مودهای مختلف خرابی و همچنین اندرکنش میان مؤلفههای تنش، به عنوان یکی از پرکاربردترین معیارها در تحلیل شروع آسیب کامپوزیتها شناخته میشود [26]. در معیار هاشین، چهار حالت آسیب شامل کشش الیاف، فشرده شدن الیاف، کشش ماتریس و فشرده شدن ماتریس در نظر گرفته شده است که معادلات آنها به ترتیب مطابق روابط (10) الی (13) میباشد.

$$F_f^T = \left(\frac{\sigma_{11}}{X_T}\right)^2 + \frac{\sigma_{12}^2 \sigma_{13}^2}{S_{xy}^2} \qquad ; \ (\sigma_{11} > 0) \tag{10}$$

$$F_f^C = \left(\frac{\sigma_{11}}{X_C}\right)^2 \qquad ; \ (\sigma_{11} \le 0) \tag{11}$$

$$F_m^T = \left(\frac{1}{Y_T}\right)^2 (\sigma_{22} + \sigma_{33})^2 + \left(\frac{1}{S_{yz}}\right)^2 (\sigma_{23}^2 - \sigma_{22}\sigma_{33}) + \left(\frac{1}{S_{yy}}\right)^2 (\sigma_{12}^2 + \sigma_{13}^2) \quad ; \quad (\sigma_{22} + \sigma_{33} > 0) \quad (12)$$

$$F_{m}^{C} = \left(\frac{1}{Y_{C}}\right) \left[\left(\frac{\sigma_{22}^{2}}{2\sigma_{23}}\right)^{2} - 1 \right] \left(|\sigma_{22} + \sigma_{33}| \right) \\ + \left(\frac{1}{2S_{yz}}\right)^{2} \left(\sigma_{22} + \sigma_{33}\right)^{2} + \left(\frac{1}{S_{yz}}\right)^{2} \left(\sigma_{23}^{2} - \sigma_{22}\sigma_{33}\right) \\ + \left(\frac{1}{S_{xy}}\right)^{2} \left(\sigma_{12}^{2} + \sigma_{13}^{2}\right) \qquad ; \quad (\sigma_{22} + \sigma_{33} \le 0)$$
(13)

جدول 1 مشخصات هندسی و مکانیکی ([21]) مته دریل از جنس کاربید تنگستن Table 1 Geometric and mechanical properties ([21]) of tungsten carbide drill bit

مقدار	مشخصه
2×10 ⁻⁶	جرم (tonne)
16.81	(mm³) حجم
81.96	سطح ناحيه (mm²)
1.19 ×10 ⁻⁸	چگالی (tonne/mm³)
X = Y = 0, $Z = -4.78$	مرکز جرم (mm)
I_{xx} =9.36×10 ⁻⁶ I_{yy} =9.38×10 ⁻⁶ I_{zz} =3.5×10 ⁻⁷	ممان،های اینرسی (tonne.mm ²)

مته دریل مورد نظر را میتوان در نرمافزار آباکوس، به صورت صلب یا تغییر شکل پذیر مورد تحلیل قرار داد. به دلایل مختلفی همچون ناهمسانگردی مواد، تخمین آسیب در هر المان، رفتار غیرخطی طی فرآیند دریل کاری، اجرای فرآیند دریل کاری چندلایههای کامپوزیتی در بستر اجزاء محدود حتی با رایانه-هایی که پردازشگر قدرتمندی دارند، بسیار زمانبر است. در مقالاتی که طی سالهای اخیر در این زمینه منتشر شدهاند، برای تحلیل فرآیند دریل کاری، با توجه به بالا بودن استحکام کاربید تنگستن نسبت به کامپوزیتهای پایه پلیمری، مته دریل صلب در نظر گرفته شده است [9-14] و این فرض در تحلیل حاضر نیز استفاده خواهد شد.

2-1-2- مدلسازی چندلایه کامپوزیتی

بعد از مدلسازی مته دریل، چندلایه کامپوزیتی مدل شده و خواص مکانیکی به آن، اختصاص داده میشود. با توجه به اینکه در مسئله حاضر تنشهای برون صفحهای نیز مورد توجه بوده و عامل ایجاد پدیده تورق میباشند، برای مش ریزی از المانهای توپر و تحلیل سه بعدی استفاده میشود. برای هر لایه، یک دستگاه مختصات محلی به منظور بیان جهت الیاف، ماتریس و جهت عمودی تعبیه میشود. بعد از ایجاد هندسه لایهها، خواص مکانیکی شامل ثابتهای سفتی و استحکامی ماده به آنها اختصاص داده میشود.

جهت پیش بینی شروع آسیب در چندلایه کامپوزیتی، از معیار هاشین سه بعدی استفاده می شود. از آنجا که این معیار برای المانهای توپر در محیط نرمافزار آباکوس بصورت پیش فرض تعبیه نشده است، قانون ساختاری حاکم بر مواد ناهمسانگرد و معیار هاشین به صورت یک زیر روال به زبان فرترن نوشته شده و در محیط آباکوس فراخوانی می گردد.

قانون ساختاری برای مواد ارتوتروپیک مطابق معادله (1) است و مؤلفههای ماتریس سفتی در حالت عدم رخداد آسیب (⁰ر*i*) با استفاده از روابط (2) الی (9) تعیین می شوند [10].

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & G_{23} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & G_{31} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & G_{12} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} \\ \varepsilon_{23} \end{pmatrix}$$

(1)

نشريه علوم و فناوري كامپوزيد

¹ Tsi-Hill

در معادلات بالا، σ_{ij} مؤلفه تنش در محورهای محلی بوده، T_T و X_C م ترتیب استحکام کششی و فشاری الیاف و Y_T و Y_C به ترتیب استحکام کششی و فشاری ماتریس میباشند. زیرنویسهای f و m به ترتیب مربوط به الیاف و ماتریس و T و 2 به ترتیب نشانگر کشش یا فشاری هستند. $y_X g$ و $y_X g$ نیز به ترتیب، استحکام برشی در صفحات (2-1) و (3-2) را نشان می دهند. طبق روابط (10) الی (13) آسیب زمانی رخ می دهد که مقدار حاصل از هر عبارت، برابر یا بیشتر از یک باشد. خواص سفتی و استحکامی کامپوزیت کربن/ اپوکسی تکجهته T300/LTM45-EL به ترتیب در جداول 2 و 3 ارائه شدهاند.

زمانی که هر یک از معادلات معیار آسیب هاشین ارضا شود، مود آسیب مربوطه شروع شده و در مرحله پیشروی آسیب، چندلایه دچار افت خواص مکانیکی خواهد شد. برای اعمال افت خواص، مدولهای الاستیسیته و برشی اولیه، مطابق روابط (14) الی (19) در عملگرهای آسیب مربوط به الیاف، ماتریس و برش (d_f الی (20) ضرب میشوند. این عملگرها مطابق روابط (20) الی (22) تعیین میشوند [10].

$$E_{11} = (1 - d_f) E_{11}^0 \tag{14}$$

$$E_{22} = (1 - d_f)(1 - d_m)E_{22}^0$$
(15)

$$E_{33} = (1 - d_f)(1 - d_m)E_{33}^0 \tag{16}$$

$$G_{12} = (1 - d_s)G_{12}^0 \tag{17}$$

$$G_{23} = (1 - d_s)G_{23}^0 \tag{18}$$

$$G_{31} = (1 - d_s)G_{31}^0 \tag{19}$$

$$d_{f} = \begin{cases} 0 & \text{if } \sigma_{11} \rangle 0 \text{ and } F_{f}^{T} \langle 1 \\ 1 & \text{if } \sigma_{11} \rangle 0 \text{ and } F_{f}^{T} \geq 1 \\ 0 & \text{if } \sigma_{11} \leq 0 \text{ and } F_{f}^{C} \langle 1 \\ 1 & \text{if } \sigma_{11} \leq 0 \text{ and } F_{f}^{C} \geq 1 \end{cases}$$

$$(20)$$

$$d_{m} = \begin{cases} 0 & if (\sigma_{11} + \sigma_{11}) \rangle 0 & and & F_{m}^{T} \langle 1 \\ 1 & if (\sigma_{11} + \sigma_{11}) \rangle 0 & and & F_{m}^{T} \geq 1 \\ 0 & if (\sigma_{11} + \sigma_{11}) \leq 0 & and & F_{m}^{C} \langle 1 \\ 1 & if (\sigma_{11} + \sigma_{11}) \leq 0 & and & F_{m}^{C} \geq 1 \end{cases}$$
(21)

$$d_s = 1 - (1 - d_f)(1 - d_m) \tag{22}$$

طبق این روابط، اگر الیاف به طور کامل آسیب ببینند (f = 1)، بارپذیری قطعه کاملاً از بین می رود لذا تمامی مقادیر مدول ها در صفر ضرب خواهد شد. اما زمانی که ماتریس دچار آسیب کامل شود (f = m)، تمامی مدول ها به غیر از E_{11} در صفر ضرب می شود، بدین معنی که قطعه کاملاً از بین نرفته و هنوز توانایی بارپذیری در راستای الیاف را دارد. روندنمای مربوط به پیادهسازی آسیب پیش رونده در چندلایه کامپوزیتی در قالب زیر روال وی یومت، در شکل 3 قابل مشاهده است [9].

به منظور بررسی پدیده تورق بعد از ایجاد لایههای کامپوزیت، میتوان بین لایهها از ناحیه چسبنده (CZ)^۱ بر پایه سطح یا المان استفاده کرد. مدل CZ



Fig. 3 Algorithm for implementing progressive damage in laminated composites in the form of VUMAT subroutine

شکل 3 روندنمای مربوط به پیادهسازی آسیب پیشرونده در چندلایه کامپوزیتی در قالب زیرروال وی یومت

جدول 2 خواص سفتی کامپوزیت کربن/ اپوکسی تکجهته T300/LTM45-EL برحسب گیگایاسکال [9]

 Table 2
 Anisotropic properties of T300/LTM45-EL unidirectional carbon/epoxy composite (GPa) [9]

v_{23}	$v_{12} = v_{13}$	G_{23}^{0}	$G_{12}^0 = G_{13}^0$	$E_{22}^0 = E_{33}^0$	E_{11}^{0}
0.45	0.31	4	5.6	9.1	127

جدول 3 خواص استحكامي ماده مركب كربن/اپوكسي تكجهته -T300/LTM45 EL برحسب مگایاسكال [9]

 Table 3 Strengths of T300/LTM45-EL unidirectional carbon/epoxy

 composite (MPa) [9]

$S_{13} = S_{23}$	S ₁₂	Y_C	Y_T	X _C	X_T
210	115	214	111	1690	2720

تعیین مسیر رشد ترک در ناحیه مقابل نوک ترک را میسر میکند. در این مدل، معادلات مورد نیاز جهت تحلیل فرآیند شکست، سادهسازی و فقط در منطقه نوک ترک متمرکز شده و مشخصات ناحیه اطراف نوک ترک، بوسیله قانون کشش- جدایش^۲، تعیین میگردد. این قانون، به سه متغیر سفتی اولیه (سفتی پنالتی)^۲، انرژی شکست بحرانی و استحکام میان سطحی^[†] وابسته می-باشد. این متغیرها با معادله ماتریسی (23) به هم مرتبط میشوند [28,27].

¹ Cohesive zone

² Traction- separation law

نشریه علوم و فناوری کامپوزیت

³ Penalty stiffnesses ⁴ Interfacial strengths

$$\vec{T} = \begin{cases} t_n \\ t_s \\ t_t \end{cases} = \begin{bmatrix} K_n & 0 & 0 \\ 0 & K_s & 0 \\ 0 & 0 & K_t \end{bmatrix} \begin{cases} \delta_n \\ \delta_s \\ \delta_t \end{cases} = K\vec{\delta}$$
(23)

که \tilde{T} بردار تنشهای چسبنده، δ بردار جابهجایی و K ماتریس سفتی المانها/ سطوح است. t_n ، t_s و t_s به ترتیب تنش کشش در راستای عمود بر المان/ سطح (مود اول ترک)، تنش مماسی اول (مود دوم ترک) و تنش مماسی دوم (مود سوم ترک) میباشند. همچنین δ_n ، δ_s و δ_s به ترتیب جابهجایی در راستای عمود بر المان/ سطح، جابهجایی مماسی اول و جابهجایی مماسی دوم هستند. در شکل 4، منحنی کشش– جدایش دو خطی، قابل مشاهده است.

طی این روش، در تمامی نواحی که انتظار رشد ترک وجود دارد باید از المانها/ سطوح چسبنده استفاده شود. با اعمال بار به قطعه و افزایش تدریجی آن، المانها/ سطوح چسبنده دچار نرم شدگی^۱ (خطی- غیرخطی) شده و متغیر آسیب اسکالرِ *b* برای آنها نمایش داده میشود. در ابتدای تحلیل، مقدار این متغیر برابر صفر بوده و بعد از شروع آسیب، مقدار آن از صفر بیشتر شده و هنگامی که آسیب کامل رخ دهد، مقدار این متغیر برابر یک میشود. در این لحظه یکی از المانها/ گرههای سطح مقابل نوک ترک از هم گسسته شده و ترک به اندازه طول آن المان/ فاصله بین دو گره، پیشروی میکند.



Fig. 4 Bilinear traction-separation response of the cohesive element/surface

شکل 4 منحنی کشش- جدایش دو خطیِ المانها/ سطوح چسبنده

هنگام بکارگیری مدل CZ باید معیارهای شروع و گسترش آسیب برای المانها/سطوح چسبنده اختصاص داده شوند. از معیارهای شروع آسیب میتوان به معیار تنش اسمی بیشینه^۲، معیار کرنش اسمی بیشینه^۳، معیار تنش اسمی درجه دوم[†] و معیار کرنش اسمی مرتبه دوم^۵ اشاره کرد [28,27]. از معیارهای گسترش آسیب در ناحیه چسبنده نیز میتوان به معیار قانون توانی² و معیار

$$\begin{pmatrix} \langle t_n \rangle \\ \overline{t_n^{max}} \end{pmatrix}^2 + \left(\frac{t_s}{t_s^{max}} \right)^2 + \left(\frac{t_t}{t_t^{max}} \right)^2 = 1$$

$$\begin{cases} t_n < 0 \quad \to \quad < t_n > = 0 \\ t_n > 0 \quad \to \quad < t_n > = t_n \\ \begin{pmatrix} G_I \end{pmatrix}^{\alpha} + \begin{pmatrix} G_{II} \end{pmatrix}^{\alpha} + \begin{pmatrix} G_{III} \end{pmatrix}^{\alpha} > 1$$

$$(24)$$

$$\left\{\frac{G_I}{G_{Ic}}\right\} + \left\{\frac{G_{II}}{G_{IIc}}\right\} + \left\{\frac{G_{III}}{G_{IIIc}}\right\} \ge 1$$
(25)

در معادله (24)، متغیرهایی که اندیس "max" دارند، از آزمون تجربی بدست میآیند. بدین صورت که در هر نقطه انتگرالگیری درون المانها، تنش-های عمودی، مماسی اول و مماسی دوم بدست آمده از نرمافزار بر تنشهای عمودی، مماسی اول و مماسی دوم حاصل از آزمون تجربی تقسیم شده و زمانی که مقدار یکی از سه کسر برابر واحد شود، آسیب درون المان شروع میشود. نکته قابل توجه دیگر در مورد مدل CZ این است که تنش فشاری خالص، منجر به شروع آسیب در المان/ سطح نمیشود. لذا در این معادله، تنش نرمال درون عملگر براکت مکوری (<>) قرار گرفته است [28,27].

در رابطه (25)، α نما در معیار قانون توانی و G_{IC} ، G_{IC} و G_{IIC} به G_{IIC} و G_{IIC} می ترتیب چقرمگی شکست میانلایهای مود اول، دوم و سوم میباشند [28,27]. ضـخامت هر لایه کامپوزیت mm 0.125 و ضـخامت لایه چسـبنده 10 میکرومتر در نظر گرفته شـده اسـت [9]. پارامترهای مادی برای المانهای چسبنده در جدول 4 ذکر شدهاند.

3-1-2- اجراي فرآيند دريلكاري چندلايه كامپوزيتي

جهت اجرای فرآیند دریل کاری، هندسه مته دریل مدل شده در نرمافزار سالیدورک در محیط نرمافزار آباکوس فراخوانی شده و بعد از اختصاص خواص مکانیکی، قید صلبیت به آن اختصاص داده می شود. سپس هندسه لایه او المانهای چسبنده ایجاد شده و خواص مکانیکی آنها مشخص می گردد. بعد از اختصاص قید tie میان سطح لایه های کامپوزیت و المان های چسبنده، مجموعه در محیط اسمبلی جهت ایجاد یک چندلایه، سرهم بندی می شود.

در ادامه باید مته دریل در موقعیت مناسب نسبت به چندلایه قرار گیرد (مطابق شــکل 1). اگر بردار نرمال چندلایه را در مرکز آن فرض کنیم، محور مته دریل بلید دقیقاً منطبق بر این بردار بوده و فاصـله هوایی جزئی (در حد چند دهم میلیمتر) از سطح چندلایه داشته باشد. این فاصله جهت جلوگیری از بروز خطا حین اولین تماس مته با سطح چندلایه، تعریف می شود.. سپس به صفحه زیرین قید صلبیت اختصاص داده و این صفحه در محیط اسمبلی، به نحوی زیر چندلایه قرار گیرد که بردار نرمال گذرنده از مرکز صـفحه، بر بردار نرمال گذرنده از مرکز چندلایه منطبق باشـد. در نهایت جهت ایجاد شرایط فرآیند دریل کاری مشابه با واقعیت، مابین سـطح زیرین چندلایه و سطح بالایی صفحه قید tie برده می شود [9].

جهت تحلیل فرآیند دریلکاری و بارگذاری صفحه سوراخ شده، از حلگر دینامیکی صریح استفاده شده است. همچنین لازم است بین متهدریل، لایههای کامپوزیت و صفحه زیرین تماس تعریف شود. بدین منظور از تماس

بنزگاه- کنان^۷ اشاره کرد. در پژوهش حاضر، بین لایههای کامپوزیت از المان-های چسبنده که از قانون ساختاری دو خطی پیروی میکنند، استفاده شده است. برای پیش بینی شروع آسیب این المانها، از معیار تنش اسمی درجه دوم (رابطه (24)) و به منظور پیش بینی تکامل آسیب، از معیار قانون توانی (رابطه (25)) استفاده شده است.

⁵ Quadratic nominal strain (Quade)

⁶ Power low ⁷ Banzaggagh Kanan

⁷ Benzeggagh- Kenane

¹ Softening

² Maximum nominal stress (Maxs)

 ³ Maximum nominal strain (Maxe)
 ⁴ Quadratic nominal stress (Quads)

عمومی⁽ با خواص ضریب اصطکاک 0/3 استفاده شده است [9].

شکل 5 اعمال شرایط مرزی بر صفحه زیرین را نشان میدهد. با توجه به اینکه به این صفحه قید صلبیت اختصاص یافته است، شرایط مرزی حاکم بر آن، به نقطه مرجع قرار گرفته در مرکز جرم صفحه اعمال می سود و تمام درجات آزادی صفحه زیرین مقید شده است. از آنجا که مته دریل نیز مانند صفحه زیرین دارای قید صلبیت است، شرط مرزی حاکم، به نقطه مرجع در مرکز جرم مته اختصاص یافته است. با توجه به شرایط فیزیکی، تمام درجات آزادی مته به جز انتقال در راستای محور مته و چرخش حول محور آن، مقید شده است.

جهت اعمال نرخ تغذیه و سرعت برش به مته دریل، کافیست مقادیر مورد نظر برای این دو متغیر به ترتیب در راستای محور مته و حول محور، به صورت شرط مرزی از نوع سرعتی به نقطه مرجع موجود در مرکز جرم مته، اختصاص یابد. از آنجا که بین سرطح بالایی صفحه زیرین و سرطح پایینی چندلایه قید tie تعریف شده است، نیازی به تعریف شرط مرزی برای چندلایه نمی باشد.

در مرحله بعد، مشریزی مجموعه با المانهایی طبق جدول 5 انجام شده است. جهت کاهش حجم محاسبات، در راستای ضخامت لایههای کامپوزیت و لایههای متشکل از المانهای چسبنده، فقط یک المان قرار داده شده است. شکل 6 نمایی از شبکهبندی مجموعه مورد بررسی را نشان میدهد. در بخشی از چندلایه که سوراخکاری خواهد شد، از المانهای ریزتری نسبت به سایر مناطق استفاده شده است. تعداد و اندازه المانها مطابق مرجع [9] به نحوی انتخاب شدهاند که نتایج کمترین حساسیت به شبکهبندی را داشته باشند.

جدول 4 خواص بكار رفته براى المانهاى چسبنده در كامپوزيت T300/LTM45-EL

 Table 4 Properties used for cohesive elements in the T300/LTM45-EL composite [9]

چقرمگی شکست (<i>N/mm</i>)		(MPa) ₍	استحکام (MPa)		ضریب الاستیک نرمال شدہ (N/mm ³)		
$G_s = G_t$	G _n	$t_s^0 = t_t^0$	t_n^0	$K_s = K_t$ 4×10^6	K_n		
1	0.2	90	60		1 × 10 ⁶		

جدول 5 مشخصات المانهای استفاده شده جهت شبکهبندی not alements specifications for meshing

rable 5 Employed elements spectrications for meshing							
صفحه	تکلایه چسبنده	تکلایه	مته	-			
زيرين	مابينى	كامپوزيت	دريل				
C3D8R	COH3D8	C3D8R	C3D4	كد المان			
900	10000	10000	1800	تعداد المان			



Fig. 5 Boundary conditions assigned to the backing plate شکل 5 شرایط مرزی اختصاص یافته به صفحه زیری



Fig. 6 The finite element model for the specimen and a zoomed view of the bit tip region شکل 6 مدل المان محدود قطعه و نمای نزدیک سرمته

4-1-2- بارگذاری چندلایه

بعد از مرحله سوراخکاری چندلایه، با استخراج شکل و ابعاد ناحیه تورق، مدل سه بعدی از تورق ساخته می شود (شکل a-7). در مطالعه حاضر جهت گزارش ابعاد ناحیه تورق در سطح، از پارامتر ضریب تورق استفاده شده است که از تقسيم مساحت آسيب ديده بر كل مساحت بدون آسيب محاسبه مي شود. اين مساحتها با استفاده از نرمافزارهای آنالیز تصویر قابل محاسبه هستند. نامتعارف بودن هندسه تورق حاصل از سوراخکاری، شبکهبندی چندلایه را بسیار سخت و در بسیاری مواقع جهت دستیابی به یک تحلیل صحیح، غیرممکن میکند. چرا که ضروری است در راستای ضخامت تمامی گرهها (شامل گرههای لایههای چسبنده و کامپوزیت) دقیقاً همراستا باشند. از اینرو در هر لایه چسبنده، شکل ناحیه تورق با کوچکترین بیضی مماس بر محیط تورق تقريب زده می شود (شکل b-7). سپس مدل ايجاد شده از لايه های چسبنده وارد محیط آباکوس شده و مابین لایههای کامپوزیت قرار می گیرد (شکل c-c). سپس خواص مکانیکی و استحکام چندلایه مطابق جدولهای 2و 3 در قالب زیرروال وی یومت اختصاص یافته و مختصات محلی متناسب با جهت گیری الیاف، روی هر لایه تعبیه شده است. خواص مربوط به لایههای چسبنده نیز مطابق جدول 4 اختصاص داده می شود و بین سطوح لایه های کامپوزیت و چسبنده قید tie تعریف می گردد.

شـکل 8 شـرایط مرزی و بارگذاری چندلایه را نشـان میدهد. بار از نوع جلبهجایی و به مقدار 0.3 میلیمتر با دامنهای از نوع گام ملایم^۲ بر چندلایه اعمال شده و حلگر از نوع صریح با بازه زمانی 0.0075 ثانیه ایجاد شده است. مشربندی قطعه (شـکل 9) طبق اطلاعات موجود در جدول 5 انجام شـده و جهت افزایش دقت نتایج، چندلایه به صورتی شـبکهبندی میشود که اندازه المانها اطراف سوراخ کوچکتر از سایر نواحی باشد.

1 General contact



Fig. 7 (a) Three-dimensional model of drilling-induced delamination, (b) Approximation of the delamination area by adapting the smallest ellipse, (c) Placement of cohesive layers containing primary delamination between composite layers

شکل 7 (الف) مدل سه بعدی تورق حاصل از سوراخکاری، (ب) تقریب ناحیه تورق با انطباق کوچکترین بیضی، (ج) قرارگیری لایههای چسبنده حاوی تورق اولیه مابین لایههای کامپوزیت

3- ارائه نتايج و تحليل آنها

نتایج حاصل از تحلیل عددی طی دو مرحله مورد بررسی قرار می گیرد: مرحله سوراخکاری چندلایه و مرحله بارگذاری چندلایه سوراخ شده.

1-3- سوراخکاری چندلایه کامپوزیتی

قبل از پرداختن به نتایج حاصل از سوراخکاری چندلایه، لازم است درستی عملکرد زیرروال وی یومت تهیه شده ارزیابی گردد.

1-1-3- راستی آزمایی زیرروال وی یومت

طبق توضیحات راهنمای نرمافزار آباکوس [27]، جهت صحت سنجی زیرروال وی یومت نیاز است زیرروال روی تک المانی از مدل، اعمال شده و نتایج حاصله مورد بررسی قرار گیرد. در اینصورت هندسه مورد بررسی بسیار ساده بوده و



Fig. 8 Boundary and loading conditions of drilled laminate under tensile/compressive tractions

شکل 8 شرایط مرزی و بارگذاری چندلایه سوراخ شده تحت بار کششی / فشاری



Fig. 9 Meshing of drilled laminate containing primary delemination شكل 9 شبكهبندى چندلايه سوراخ شده حاوى تورق اوليه

پیچیدگیهای هندسی و بارگذاری و قیود تماسی از صورت مسئله حذف می-شوند. لذا اگر خطایی در نتایج مشاهده شود، میتوان اظهار نظر کرد که مشکل رخ داده منسوب به زیرروال نوشته شده میباشد، نه خطای مدلسازی و یا خطا در تعریف قیود تماسی و سایر موارد. بدین منظور مطابق شکل a-10 تک المانی به ابعاد واحد از چندلایه، جهت پیادهسازی فرآیند صحت سنجی زیرروال در نظر گرفته شد. سپس با اختصاص خواص مکانیکی و استحکامی طبق جداول 2 و 3 و تعبیه مختصات محلی، المان در راستای الیاف تحت بار کشش/ فشار از نوع جابهجایی به مقدار 0.025 میلیمتر قرار گرفت (شکل d-10).

زمانی که المان تحت جابهجایی کششی در راستای الیاف قرار میگیرد، فقط تنش کششی در المان بوجود آمده و میزان تنش های برشی برابر صفر است. لذا مطابق رابطه کشش الیاف در معیار آسیب هاشین (رابطه 10) المان زمانی از هم گسسته میشود که تنش در راستای الیاف برابر یا بیشتر از استحکام کششی الیاف باشد. با توجه به اینکه ابعاد این المان برابر واحد است، تنش و نیرو در راستای الیاف از نظر مقداری با هم برابر خواهند بود. همانطور که در شکل ۲-10 قابل مشاهده است زمانی که تنش کششی در راستای الیاف از مقدار 2707 مگاپاسکال (نیروی 2707 مگانیوتن) تجاوز میکند، به علت آسیب دیدن الیاف، بارپذیری المان از بین میرود.

بر اساس رابطه (10)، آستانه شروع آسیب الیاف هنگامی است که مقدار تنش کششی از میزان 2720 MPa تجاوز کند. با مقایسه این مقدار با نتیجه حاصل از مدلسازی، اختلاف ناچیز 0.5 درصدی بین دو مقدار مشاهده میشود. می توان بررسی مشابهی نیز برای فشار الیاف انجام داد. در شکل c-10 مشاهده میشود که با اعمال فشار در راستای الیاف، هنگامی که تنش از مقدار 1665 مگاپاسکال تجاوز می کند، الیاف آسیب دیده و بارپذیری المان از بین می رود. با مقایسه این میزان تنش با مقدار حاصل از رابطه (11) که آستانه شروع آسیب الیاف را زمانی که مقدار تنش فشاری از میزان 1690 مگاپاسکال تجاوز کند، پیش بینی می کند، اختلاف اندکی به اندازه 2 درصد بین دو نتیجه مشاهده می شود. با توجه به بررسیهای انجام شده می توان ادعا کرد که زیر روال تهیه شده می تواند برای تعیین مقدار تنش و موقعیت رخداد آسیب در کامپوزیت مدل شده با المانهای سه بعدی توپر، مورد استفاده قرار گیرد.



Fig. 10 (a) Consideration of a single-element of laminate to perform subroutine validation process, (b) Boundary conditions and loading on the single-element (c) Force-displacement curve in longitudinal loadings of single element.

شکل 10 (الف) در نظرگیری تک المان از چندلایه جهت انجام فرآیند صحت سنجی زیرروال، (ب) شرایط مرزی و بارگذاری تک المان (ج) منحنی نیرو-جابجایی در بارگذاریهای طولی تک المان

2-1-3- مرحله سوراخکاری چندلایه

با پیادهسازی مراحل ذکر شده در بخشهای قبل، فرآیند سوراخکاری چندلایه کامپوزیتی در بستر اجزاء محدود انجام میشود. زمان تحلیل سوارخکاری این چندلایه، در سیستمی با حافظه رم 24 گیگابایتی و پردازنده 12 هستهای به مدت 122 ساعت به طول انجامیده است. در این پژوهش سوراخکاری چندلایه در وضعیتی که حالت بحرانیتری از پدیده تورق رخ میدهد، مد نظر قرار گرفته است. طبق مراجع موجود [29]، با افزایش سرعت نرخ تغذیه مته، نیروی پیشروی افزایش یافته و مقدار فاکتور تورق افزایش می یابد. تأثیر نرخ تغذیه بر مقدار فاکتور تورق، بیش از سه برابر سرعت برش می باشد. از اینرو سرعت برش

ثابت و برابر 41.67 دور بر ثانیه در نظر گرفته شده و نرخ تغذیه مته از میان سه مقدار 2.5، 5 و 8.33 میلیمتر بر ثانیه موجود در مرجع [9] که نتایج آزمون تجربی آن مورد استفاده قرار خواهد گرفت، برابر 8.33 میلیمتر بر ثانیه در نظر گرفته شده است.

شکل و اندازه ناحیه تورق در ورودی و خروجی مته مستخرج از آزمون تجربی با سرعت برش 41.67 دور بر ثانیه در شکل a-11 قابل مشاهده است. مقدار ضریب تورق برای نرخ تغذیه 2.5، 5 و 8.33 در قسمت ورودی و خروجی مته در جدول 6، بیان شده است. در این پژوهش جهت تعیین ضریب تورق براي مدل المان محدود حاضر و نتايج تجربي مرجع [9] از نرمافزار ايميج جی استفاده شده است. در قسمت ورودی مته ملاحظه می شود که با افزایش نرخ تغذيه از 2.5 الى 8.33 ميلىمتر بر ثانيه، تغيير قابل توجهى در اندازه ناحیه تورق در قسمت ورودی مته رخ نمی دهد، در حالی که با افزایش نرخ تغذيه، اندازه ناحيه تورق در قسمت خروجي مته، حدود 2.4 برابر مي شود [9]. شكل 11-b نشان مىدهد كه نتايج تحليل اجزاى محدود مى تواند نتايج تجربى را با تقریب مدلسازی کند، زیرا شکل و اندازه تورق رخ داده در قسمت ورودی مته، مشابه نتایج حاصل از آزمایش است. اما در قسمت خروجی مته و به ویژه برای نرخ تغذیه بالاتر، تفاوت بیشتری در هندسه ناحیه تورق بین نتایج حاصل از تحليل اجزاء محدود با آزمون تجربي وجود دارد. بنابه گزارش مرجع [9]، میزان این تفاوت برای اندازه ناحیه تورق در نرخ تغذیه پایین در حدود 7 درصد و در نرخ تغذیه بالاتر در حدود 11 درصد است. این تفاوت می تواند به دلایل مختلف همچون عدم اعمال وابستگی به نرخ کرنش و اثرات حرارتی در ماتریس حین عملیات سوراخکاری، استفاده از معیارهای آسیبی مانند هاشین که ذاتاً برای بارگذاری های استاتیکی ارائه شدهاند، و همچنین مدل سازی مته دریل به صورت صلب ایجاد شده باشد.

جدول 6 ضریب تورق در قسمت ورودی و خروجی مته دریل Table 6 Entrance and exit delamination factor

ناصل از تحليل	ضريب تورق (ح	عاصل از آزمون	ضريب تورق (<	نرخ تغذيه				
اجزای محدود)		([9]	(میلیمتر بر					
خروجي مته	ورودى مته	خروجي مته	ورودى مته	ثانيه)				
0.20	0.031	0.1396	0.0294	2.5				
0.34	0.039	0.2302	0.0377	5				
0.52	0.04	0.3409	0.0379	8.33				

در شکل c-11 نتایج حاصل از تحلیل اجزاء محدود حاضر برای نرخ تغذیه 8.33 میلیمتر بر ثانیه، مشابه نتایج موجود در مرجع [9] در شکل d-11 و با اختلاف کمتر از 1.5 درصد در اندازه تورق میباشد. با توجه به نزدیکی نتایج، جهت صرفهجویی در هزینههای تحلیل اجزاء محدود، در ادامه برای نرخهای تغذیه 2.5 و 5 میلیمتر بر ثانیه از نتایج مرجع [9] جهت اعمال اثر تورق بر استحکام کششی و فشاری صفحات سوراخکاری شده، استفاده میشود.

نمودار نیروی پیشروی و گشتاور مته دریل بر حسب نرخ تغذیه 2.5 و 5 و 8.33 میلیمتر بر ثانیه در شکل 12 قابل مشاهده است. با افزایش نرخ تغذیه، نیروی پیشروی و گشتاور نیز تقریباً به صورت خطی افزایش مییابند. نکته قابل توجه دیگر اختلاف اندک بین نتایج تحلیل اجزاء محدود با آزمون تجربی است؛ طوری که برای نیروی پیشروی به طور میانگین اختلاف تقریباً 5 درصدی و برای گشتاور، اختلافی در حدود 9 درصد بین نتایج اجزاء محدود و آزمون تجربی وجود دارد که عوامل مؤثر بر این اختلاف، در قسمت قبل ذکر شد. از طرفی نتایج حاصل از تحلیل کار حاضر نیز اختلاف حدود کمتر از 2 درصدی

با نتایج اجزاء محدود مرجع [9] دارد. در نتیجه میتوان بیان کرد که با افزایش نرخ تغذیه، نیروی پیشروی مته دریل افزایش یافته و این عامل منجر به افزایش اندازه ناحیه تورق در چندلایه (به ویژه در قسمت خروجی مته دریل) می شود.



Fig. 11 The shape and size of delamination at the inlet and outlet of the drill: (a) experimental test ([9]), (b) finite element analysis in the reference [9], (c) the present finite element analysis.

شکل 11 شکل و اندازه تورق در ورودی و خروجی مته: (الف) آزمون تجربی ([9])، (ب) حل اجزاء محدود در مرجع [9] (ج) حل اجزاء محدود حاضر



Fig. 12 Comparison of thrust force and torque values for different feed rates $% \left[{{\left[{{{\rm{T}}_{\rm{T}}} \right]}_{\rm{T}}}} \right]$

شکل 12 مقایسه مقادیر نیروی پیشروی و گشتاور برای نرخهای تغذیه مختلف

2-3- بارگذاری چندلایه سوراخ شده

1-2-1- صحت سنجی آزمون کشش چندلایه سوراخدار بدون تورق اولیه به منظور تائید اعتبار مدلسازی و تحلیل در بارگذاری کششی، از یک نمونه کامپوزیت تکجهته IM7/8552 حاوی سوراخ مرکزی استفاده میشود که هندسه آن در شکل 13 قابل مشاهده است. قطر سوراخ 5 اینچ بوده و بقیه ابعاد نسبت به قطر سوراخ بی بعد شدهاند. مطابق توضیحات موجود در مرجع [16]

لایهچینی به صورت اوز 790/4-59/0] بوده و اندازه المان لایههای کامپوزیت 0.09 × 0.09 اینچ و از نوع المان پوسته پیوسته انتگرال کاهش یافته میباشد. همچنین مشریزی لایههای چسبنده مابینی با استفاده از المانهای چسبنده هشت گرهی به اندازه 0.02 × 0.02 اینچ انجام شده است. شرایط مرزی به صورتی است که سه درجه آزادی انتقالی یک سر تیر بسته شده و در سر دیگر آن دو درجه آزادی انتقالی مقید شده است. جهت ایجاد کشش، باری از نوع جابهجایی در حلگر صریح نرمافزار آباکوس به میزان 0.07 اینچ در بازه زمانی 0.0075 ثانبه، به قطعه اعمال میشود.

در شکل 14 نتایج حاصل از تحلیل حاضر با نتایج موجود در مرجع [16] مقایسه شده و مطابقت قابل قبولی نشان میدهد. از روی نمودار می توان دریافت با افزایش جابهجایی، بار نیز به صورت خطی افزایش یافته تا لحظهای که میزان بار در لایههای صفر درجه، در آستانه تجاوز از استحکام الیاف قرار می گیرد در این لحظه خواص به صورت آنی افت کرده و قطعه بارپذیری خود را از دست میدهد.

3-2-2 صحت سنجى آزمون فشار چندلايه سوراخدار بدون تورق اوليه

برای تائید درستی مدلسازی و تحلیل در بارگذاری فشاری، از یک نمونه کامپوزیتیT800 S/#3900-2B به ضخامت 1.5 میلیمتر حاوی سوراخ مرکزی به قطر 6.35 میلیمتر (شکل 15) استفاده شده است. طبق مرجع [30] لایهچینی به صورت ₃[90/45-0/45] بوده و حدود 19.000 المان جهت شبکهبندی چندلایه بکار رفته است. شرایط مرزی به صورتی است که سه درجه آزادی انتقالی یک سر تیر بسته شده و در سر دیگر آن دو درجه آزادی انتقالی بسته و باری از نوع جابهجایی در حلگر صریح نرمافزار آباکوس جهت ایجاد فشار، به قطعه اعمال میشود.



Fig. 13 Specimen used to validate the tensile test of a drilled laminate without initial delamination [16]

شکل 13 نمونه مورد استفاده جهت صحتسنجی آزمون کشش یک چندلایه سوراخدار بدون تورق اولیه [16]



Fig. 14 Force-displacement diagram for validation of tensile loading on the drilled laminate without initial delamination

شکل 14 نمودار نیرو- جابهجایی جهت صحت سنجی بارگذاری کششی چندلایه سوراخدار بدون تورق اولیه

در شکل 16 نتایج حاصل از مدلسازی حاضر با نتایج مرجع [30] مقایسه شده و مطابقت قابل قبولی نشان میدهد. از روی نمودار میتوان دریافت با افزایش جابهجایی، تنش نیز به صورت خطی افزایش یافته و زمانی که میزان بار در لایههای صفر درجه در آستانه تجاوز از استحکام الیاف قرار میگیرد، خواص به صورت آنی افت کرده و قطعه بارپذیری خود را از دست میدهد. -3-2-3- نتایج حاصل از بارگذاری چندلایه سوراخ شده

پس از صحتسنجی روند تحلیل، نمونه کامپوزیتی سوراخدار مورد نظر (شکل 1) از جنس T300/LTM45-EL با حضور تورق اولیه ناشی از سوراخکاری و بدون آن، بررسی می شود. شکل a-17 نمودار نیرو-جابه جایی این چندلایه را تحت بار از نوع جابه جایی به اندازه 0.3 میلی متر نشان می دهد. در این شکل منظور از تورق های a، d و c به ترتیب تورق اولیه حاصل از نرخ تغذیه 2.5 5 و 8.33 میلی متر بر دقیقه می باشد.



Fig. 15 Specimen used to validate the compression test of a drilled laminate without initial delamination [30]

شکل 15 نمونه مورد استفاده جهت صحتسنجی آزمون فشار یک چندلایه



Fig. 16 Stress-displacement diagram for validation of compressive loading on the drilled laminate without initial delamination **شكل 16** نمودار تنش- جابجايى جهت صحت سنجى بارگذارى فشارى چندلايه سوراخدار بدون تورق اوليه

طبق گزارش موجود در مراجع، وجود سوراخ میتواند استحکام کششی قطعه را با ضریب 0.6 نسبت به حالت بدون سوراخ، افت دهد [18]. حال می-توان دریافت که وجود تورق اولیه ناشی از سوراخکاری نیز میتواند استحکام کششی قطعه سوراخدار را به طور میانگین با ضریب 0.945 نسبت به وضعیت بدون تورق اولیه، کاهش دهد. این افت استحکام برای بارگذاری فشاری، بحرانیتر بوده و به طور میانگین با ضریب 0.805 رخ میدهد.

طبق این نتایج، افت استحکام نسبی برای چندلایه تحت بار فشاری 3.5 برابر چندلایه تحت بار کشش خالص است (شکل ط-17). این امر اهمیت بالای چسبندگی و اتصال بین لایهای را تحت بار فشاری نشان میدهد. طوری که وقتی به علت تورق ناشی از دریلکاری این اتصال در اطراف سوراخ از بین میرود، لایهها تحت بار فشاری به راحتی از هم جدا میشوند و استحکام قطعه به طور قابل ملاحظهای افت میکند. همچنین میتوان نتیجه گرفت که لحاظ کردن تورق اولیه ناشی از سوراخکاری زمانی که قطعه تحت بار کششی خالص قرار می گیرد، با توجه به پیچیدگی مدل سازی و هزینه بالای محاسباتی، ضروری نمی باشد. اما لحاظ کردن تورق اولیه در شرایطی که قطعه تحت بار فشاری قرار می گیرد، از اهمیت ویژهای برخوردار است.

متغیر آسیب در چندلایه کامپوزیتی مورد نظر با لایه چینی [04/908/04] تحت بار فشاری، در شکل 18 ارائه شده است. تصاویر از ردیف پایین به بالا، به ترتیب چهارمین لایه صفر درجه، لایه چسبنده بین صفر و نود درجه، سپس لایه نود درجه، لایه چسبنده بین نود و صفر درجه و در نهایت لایه صفر درجه (سیزدهمین لایه) را نشان میدهند. در لایههای صفر درجه، آسیب فشاری ماتریس در راستای عرضی (عمود بر الیاف) رخ میدهد. با توجه به اینکه تحت بار فشاری لایههای صفر درجه در راستای بردار نرمال چندلایه از قطعه جدا میشوند، برای کشش ماتریس نیز همانند فشار آن، متغیر آسیب فعال شده است. اما با توجه به فشاری بودن بار در این لایهها، مقدار این متغیر برای مود کشش الیاف برابر صفر میباشد.



Fig. 17 (a) Force-displacement diagram, (b) Diagram of relative strength loss of drilled composite laminate with and without primary delamination

شکل 17 (الف) نمودار نیرو - جابهجایی، (ب) نمودار افت استحکام نسبی چندلایه کامپوزیتی سوراخدار با و بدون تورق اولیه

5- مراجع

- [1] Harris, B., "Engineering Composite Materials," The Institute of Materials, London, 1999.
- [2] Peng, R.L., Zhou, J., Johansson, S., Billenius, A., Bushlya, V. and Stahl, J.E., "Surface integrity and the influence of tool wear in highspeed machining of Inconel 718," 13th International conference of Fracture, pp. 1–10, 2013.
- [3] Sridharan, S., "Delamination behavior of composites", Once Edition, Woodhead Publishing Limited, 2008.
- [4] Srinivasan, T., Palanikumar, K., Rajagopal, K. and Latha, B., "Optimization of delamination factor in drilling GFR– polypropylene composites," Materials and Manufacturing Processes, Vol. 32, No. 2, pp. 226-233, 2017.
- [5] Micillo, C. and Huber, J., "Innovative manufacturing for automated drilling operations," Proc. Autofact West, Vol. 2, pp. 253, 1980.
- [6] Kline, G.M., "Ultrasonic drilling of boron fiber composites," Modern Plastics, Vol. 52, pp. 88, 1974.
- [7] Mazumdar, S., "Composites manufacturing: materials, product, and process engineering," CRC press, 2001.
- [8] Ghesmati-Kucheki, H., "Drilling-induced damage evaluation modeling in laminated composites subjected to tension and compression loading," In Persian, MSc Thesis, Iran University of Science and Technology (IUST), Iran, 2022.
- [9] Phadnis, V.A., Makhdum, F., Roy, A. and Silberschmidt, V. V., "Drilling in carbon / epoxy composites: Experimental investigations and finite element implementation," Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 47, pp. 41–51, 2013.
- [10] Isbilir, O. and Ghassemieh, E., "Numerical investigation of the effects of drill geometry on drilling induced delamination of carbon fiber reinforced composites," Composite Structures, Vol. 105, pp. 126–133, 2013.
- [11] Isbilir O. and Ghassemieh, E., "Three-dimensional numerical modelling of drilling of carbon fiber-reinforced plastic composites," Journal of Composite Materials, Vol. 48, No. 10, pp. 1209–1219, 2014.
- [12] Feito, N., López-Puente, J., Santiuste, C. and Miguélez, M. H., "Numerical prediction of delamination in CFRP drilling," Composite Structures, Vol. 108, No. 1, pp. 677–683, 2014.
- [13] Feito, N., Diaz-Álvarez, J., López-Puente, J. and Miguelez, M. H., "Numerical analysis of the influence of tool wear and special cutting geometry when drilling woven CFRPs," Composite Structures, Vol. 138, pp. 285–294, 2016.
- [14] Feito, N., Díaz-Álvarez, J., López-Puente, J. and Miguelez, M. H., "Experimental and numerical analysis of step drill bit performance when drilling woven cfrps," Composite Structures, Vol. 184, pp. 1147–1155, 2018.
- [15] Chang, F. K. and Lessard, L. B., "Damage tolerance of laminated composites containing an open hole and subjected to compressive loadings: Part I—Analysis," Journal of composite materials, Vol. 25, pp. 2-43, 1991.
- [16] Satyanarayana, A. and Przekop, A., "Predicting failure progression and failure loads in composite open-hole tension coupons," Hampton, VA: NASA Langley Research Center, 2010.
- [17] Aidi, B., and Case, S. W., "Experimental and numerical analysis of notched composites under tension loading," Applied Composite Materials, Vol. 22, pp.837-855, 2015.
- [18] Taheri-Behrooz, F. and Bakhshan, H., "Tensile characteristic length determination of notched woven composite laminates by means of progressive damage analysis," In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol.15, No. 8, pp. 360-370, 2015.
- [19] Mandal, B. and Chakrabarti, A., "Simulating progressive damage of notched composite laminates with various lamination schemes," International Journal of Applied Mechanics and Engineering, Vol. 22, 2017.
- [20] Khechai, A., Tati, A., Guerira, B., Guettala, A. and Mohite, P. M., "Strength degradation and stress analysis of composite plates with circular, square and rectangular notches using digital image correlation," Composite structures, Vol. 185, pp. 699-715, 2018.





Fig. 18 Damage variable in drilled laminate containing primary delamination under compressive load شکل 18 متغیر آسیب در چندلایه سوراخ شده حاوی تورق اولیه تحت بار فشاری

4- نتيجەگىرى

ابزار اجزاء محدود، بستر مناسبی برای تحلیل فرآیند دریلکاریِ چندلایههای کامپوزیتی فراهم میکند و نتایج حاصل از این ابزار در مقایسه با نتایج تجربی، قابل قبول هستند. از آنجا که متغیرهای مختلفی مانند هندسه و نوع مته، نوع روش سوراخکاری، نرخ تغذیه، سرعت برش و ... تأثیر قابل ملاحظهای بر شکل و اندازه تورق دارند، توصیه میشود جهت کاهش هزینههای گزاف آزمونهای تجربی، از این ابزار بهره گیری شود.

طبق نتایج این پژوهش، در حالتی که تورق اولیه ناشی از دریل کاری در اطراف سوراخ اعمال شود، نسبت به حالتی که صفحه سوراخدار بدون تورق اولیه فرض گردد، استحکام کششی و فشاری قطعه به ترتیب به طور میانگین به میزان 5.5 و 19.5 درصد افت کرده و هر چه اندازه ناحیه تورق بیشتر باشد، افت استحکام نیز بیشتر میشود. با توجه به اینکه افت استحکام فشاری در چندلایه حاوی تورق به مراتب بیشتر از افت استحکام کششی است، لذا اعمال تورق اولیه ناشی از دریل کاری در قطعات تحت بارهای فشاری، اهمیت زیادی دارد. اما با توجه به پیچیدگی مدل سازی و تحلیل چندلایه سوراخدار حاوی تورق اولیه، لحاظ کردن تورق اولیه ناشی از دریل کاری در بررسی رفتار مکانیکی قطعات سوراخدار تحت بار کششی خالص، ضروری به نظر نمی رسد. طی بررسیهای انجام شده، ابزار اجزاء محدود در این زمینه نیز دارای ظرفیت مطلوبی جهت پیش بینی استحکام قطعه می باشد.

- [21] Priyadarshini, A., Pal, S. K. and Samantaray, A. K., "Finite element modeling of chip formation in orthogonal machining," In Statistical and computational techniques in manufacturing, Springer, Berlin, Heidelberg, pp. 101-144, 2012.
- [22] Tsai, S. W. and Wu, E. M., "A general theory of strength for anisotropic materials," Journal of Composite Materials. Vol. 5, pp. 58–80, 1971.
- [23] Tsai, S. W., "Strength theories of filamentary structures fundamental aspects of fibre reinforced plastic composites." New York: Wiley–Interscience, 1968.
- [24] Hashin, Z., "Failure criteria for unidirectional fibre composites," Journal of Applied Mechanics, Vol. 47, pp. 329–334, 1980.
- [25] Puck, A. and Schürmann, H, "Failure analysis of FRP laminates by means of physically based phenomenological models," Composites science and technology, Vol. 62, pp. 1633-1662, 2002.
- [26] Cepero-Mejías, F., Curiel-Sosa, J. L., Blázquez, A., Yu, T. T., Kerrigan, K. and Phadnis, V. A, "Review of recent developments and induced damage assessment in the modelling of the machining of long fibre reinforced polymer composites," Composite Structures, Vol. 240, pp. 112006, 2020.
- [27] ABAQUS User's Manual, Version 6.14. Dassault Systèmes Simulia Corp.
- [28] Heidari-Rarani, M. and Sayedain, M., "Finite element modeling strategies for 2D and 3D delamination propagation in composite DCB specimens using VCCT, CZM and XFEM approaches," Theoretical and Applied Fracture Mechanics, Vol. 103, pp. 102246, 2019.
- [29] Ghesmati-Kucheki, H., Zakeri, M. and Ayatollahi, M. R., "Investigating the effect of different variables to reduce delamination due to drilling in composite laminates," In Persian, Iranian Journal of Manufacturing Engineering, Vol. 8, No. 6, pp. 15-20, 2021.
- [30] Shimizu, S., Sato, M., Koyanagi, J., Suemasu, H., and Kogo, Y., "Numerical simulation of compressive failure of carbon-fiberreinforced plastic laminates with various hole shapes," Advanced Composite Materials, Vol. 30, No. 1, PP. 58-75, 2021.

نشريه علمى پژوهشى





مروری بر پوششهای ضدخوردگی خودترمیمشونده بر پایه رزین اپوکسی

2 صادق صحرایی 1* ، فاطمه آهنگران

1- استادیار، گروه مهندسی پلیمر، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه لرستان، خرمآباد

2- پژوهشگر پسادکتری، گروه مهندسی شیمی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه اصفهان، اصفهان

* خرم آباد، صندوق پستی 68151-44316 sahraei.s@lu.ac.ir

	اطلاعات مقاله:
۔ رزینهای اپوکسی به طور گستردهای به عنوان یک ماده پوششی برای حافظت از فلزات در کاربردهای مختلف، به کار میرود. ویژگیهایی	دريافت: 1401/10/11
نظیر فرآیندپذیری بسیار خوب، مقاومت شیمیایی عالی، عایق بودن خوب نسبت به الکتریسیته و چسبندگی قوی رزین اپوکسی به مواد	پذيرش: 1401/12/29
غیر همجنس موجب شده است این مواد به طور گسترده در صنایع تولید پوشش مورد توجه قرار گیرند. پوشش.های اپوکسی مستعد	كليدواژگان
آسیبهایی نظیر میکروترک میباشند. این نوع آسیبدیدگیها موجب ایجاد نقایصی در پوشش، افت ویژگیهای ظاهری (زیبایی) و استحکام	رزين اپوكسى،
مکانیکی پوشش میشوند. همچنین مسیرهایی برای تسریع ورود آب، اکسیژن و گونههای خورنده به سطح فلز ایجاد میشود، در نتیجه	خوردگی،
خوردگیهای موضعی در فلز رخ میدهد. فرآیند ترمیم قطعات ساخته شده از پوششهای پلیمری زمانبر، گران قیمت و در بسیاری از موارد	پوششهای خودترمیمشونده،
امکان تشخیص آسیب و دسترسی به آنها برای انجام ترمیم غیرممکن میباشد. از این رو یافتن راهحلی به منظور ترمیم خودکار میکروتر کها	ميكروكپسول
بدون نیاز به مداخله بشر و جایگزینی مواد جدید، بسیار حائز اهمیت میباشد. بنابراین، به دنبال پژوهش و تلاشهای زیادی که در این	
زمینه انجام شده است، این مهم با طراحی سامانههای هوشمند خودترمیم شونده عملی میگردد. رایجترین روش تهیه پوششهای	
خودترمیمشونده، میکروکپسوله کردن عامل ترمیم در پوستههای پلیمری یا معدنی و جاسازی میکروکپسولهای تهیه شده در ماتریس	
اپوکسی میباشد. بررسی خاصیت خودترمیمی در پوششهای اپوکسی با آزمونهای طیفسنجی امپدانس الکتریکی و اسپری نمک انجام	
می گیرد. در این پژوهش، مطالعات انجام شده در زمینه پوششهای اپوکسی خودترمیمشونده، مرور خواهد شد.	

A review on anti-corrosion self-healing epoxy coatings

Sadegh Sahraei^{1*}, Fatemeh Ahangaran²

1- Department of Polymer Engineering, Faculty of Engineering, Lorestan University, Khorramabad, Iran.

2- Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, University of Isfahan, Isfahan, Iran

* P.O.B. 68151-44316, Khorramabad, Iran, sahraei.s@lu.ac.ir

Keywords	Abstract
Epoxy resin, Corrosion, Self-healing coatings, Microcapsules.	Epoxy resins are widely used as coating to protect metals in various applications. The properties such as very good processability, excellent chemical resistance, good insulation against electricity, and strong adhesion to non-homogeneous materials have caused epoxy materials to be widely considered in the coating industries. Epoxy coatings are susceptible to damage such as microcracking. These types of damages cause defects in the coating and reduce the appearance (beauty) and mechanical strength of the coating. Also, the penetration of water, oxygen and corrosive agents to the surface of the metal is accelerated. As a result, the local corrosion occurs in the metal. The repair process of polymer coatings is time-consuming, expensive, and in many cases it is impossible to detect the damages and access them for repair. Therefore, it is very important to find a solution to automatically repair the microcracks without any type of human intervention and the replacement of new components. Therefore, this can be possible by designing self-healing intelligent systems. The most common method of preparing self-healing coatings is microencapsulation of healing agent in polymer or mineral shells and embedding the prepared microcapsules in the epoxy matrix. The self-healing properties of the epoxy coatings can be investigated with electrical impedance spectroscopy and salt spray tests. In this research, the studies on self-healing epoxy coatings have been reviewed.

که آسیبهای الکتروشیمیایی که ناشی از تخریب شیمیایی میباشند را خوردگی مینامند. هنگامی که سایش و خوردگی به طور همزمان رخ میدهند، آسیب به طور معناداری افزایش می یابد (سایش-خوردگی) [1]. آسیبهای شدید می توانند طول عمر تجهیزات فلزی را به طور چشم گیری کاهش دهند.

1– مقدمه

بسیاری از تجهیزات فلزی صنایع در سراسر جهان اغلب در معرض آسیب-دیدگیهای مکانیکی و شیمیایی هستند. آسیبهای مکانیکی که به دلیل برخورد ذرات جامد با قطعات فلزی ایجاد می شوند را سایش می نامند، در حالی

Please cite this article using:

برای ارجاع به مقاله از عبارت زیر استفاده کنید: Sahraei, S., Ahangaran, F., "A review on anti-corrosion self-healing epoxy coatings," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 9, No. 3, pp. 2046-2062, 2023. https://doi.org/10.22068/JSTC.2023.1983220.1819

یکی از مهمترین مشکلات صنایع، خوردگی سازههای فلزی میباشد که از نظر مالی موجب ضررهای مالی قابل توجهی می شود. خوردگی تجهیزات فلزی علاوه بر افزایش هزینهها، مشکلاتی نظیر نشت مواد، انفجار مخازن یا راکتورهای مواد شیمیایی و آلودگیهای محیطی را به وجود می آورد. سالانه حدود 300 بیلیون دلار در صنایع مختلف در سراسر جهان صرف آسیبهای ناشی از خوردگی می گردد [2]. برای کنترل و یا کاهش خوردگی روشهای مختلفی متناسب با نوع و محیط خوردگی مطرح می شود که متداول ترین آنها شامل استفاده از مواد خنثی در برابر خوردگی مانند طلا و پلاتین، تغییر و کنترل محیط با حذف اکسیژن، تغییر سیال در تماس با فلز، تغییر دما، افزودن مواد شیمیایی با اثر ضدخوردگی به محیط مانند کروماتها و نیتراتها، استفاده از طراحیهای خاص به منظور جلوگیری از تجمع رطوبت در سطح فلز، استفاده از بازدارنده-ماهی¹ خوردگی در محیطهای کنترل شده برای جلوگیری از خوردگی، حافظت کاتدی^۲ با به کارگیری فلزات فداشونده در سطح فلز، استفاده از پوششهای^۲

یکی از مناسبترین روشهای حفاظت فلزات در برابر خوردگی استفاده از پوششهای محافظت کننده می باشد که مانع رسیدن رطوبت و یا سایر عوامل خورنده به سطح فلز مورد نظر می گردند. از مهم ترین مزایای استفاده از یوشش-ها ایجاد یک فصل مشترک یا مانعی بین بستر و یا لایه های پوششی دیگر با محيط خارجي خورنده مي باشد [3]. پوشش هاي فلزي به عنوان يک لايه فلزي نازک در سطح فلز به کار میروند و به عنوان آند قربانی در سطح فلز عمل میکنند. از جمله پرکاربردترین پوششها در مبارزه با خوردگی پوششهای پلیمری میباشند که پس از پخت شدن در سطح فلز یک لایه جامد را تشکیل میدهند و ساختار فلزی را از محیط خورنده محافظت میکنند. از خواص عمومی پوششهای پلیمری می توان به استحکام بالا، وزن کم، پایداری بالا و مقاومت شیمیایی آنها اشاره کرد، اما با گذشت زمان پوششها ویژگیهای حفاظتی خود را به دلیل ایجاد آسیبدیدگیهایی مانند تشکیل میکروترکها از دست میدهد [4] .میکروتر کها از طریق آسیبهای حرارتی، شیمیایی و خستگی مکانیکی ایجاد می شوند. بروز این آسیب ها، علاوه بر از بین بردن ویژگیهای ظاهری (زیبایی) پوشش موجب افزایش نفوذپذیری رطوبت، اکسیژن و سایر گازها و عوامل مضر به سطح فلز می شوند. نفوذ سریع عوامل یاد شده به سطح فلز موجب کاهش مقاومت در برابر خوردگی و کاهش خواص عمومي پوشش مي گردد [5].

تعمیر یا جایگزینی پوششهای آسیب دیده به منظور بهبود مقاومت مکانیکی و فیزیکی پوششها با مداخله بشر با استفاده از روشهای مختلفی انجام میشود. ترمیم آسیب ها به ویژه در کاربردهایی که دسترسی به قطعه پوشش یافته به راحتی میسر نیست (مثل پوشش لوله های فولادی انتقال نفت در قعر دریاها) با روشهای سنتی وقت گیر و هزینه بر بوده و نیازمند روشهای شناسایی و مهارت بالا می باشد. از طرف دیگر، روشهای مرسوم تعمیر فقط قادر به ترمیم آسیب های خارجی هستند و نمی توانند برای ترمیم آسیب های داخلی و میکروتر کها مورد استفاده قرار گیرند. در سال های اخیر ترمیم خود بخود آسیب در پوششها بدون نیاز به مداخله بشر از طریق پلیمرهای هوشمند خود ترمیم شونده، توسعه یافته است [6]. الهام گیری از طبیعت و

سامانه های بیولوژیکی سرلوحه پژوهش در زمینه تهیه پلیمرهای خودترمیم-شونده، قرار گرفته است. بطور مثال میتوان به نوع ترمیمشوندگی که حین آسیب به رگ اتفاق میافتد، اشاره نمود. از لحاظ مفهومی، پلیمرهای خودترمیمشونده قابلیت ترمیم خود را به گونهای دارند که خواص آنها پس از اعمال نیرو و ایجاد آسیب بازیابی شود. این بازیابی میتواند به صورت خودکار و یا به صورت اعمال یک نیروی خارجی فعال گردد. در برخی موارد، یک محرک خارجی نظیر تغییر دما [7]، تابش [8]، تغییرات PH [9]، تغییر فشار [10]، یا محرک مکانیکی (میکروترک) [11]، برای آغاز و انجام خودترمیمی نیاز شونده میتوان آسیبهای داخلی و خارجی را به طور همزمان ترمیم نمود [6]. نوینه میتوان آسیبهای داخلی و خارجی را به طور همزمان ترمیم نمود [6]. نویت خودترمیمی موجب افزایش طول عمر قطعات تولیدی میگردد، بدون آنکه خللی در خواص اولیه پلیمر به وجود آید. در این صورت با افزایش طول مر قطعات، توسعه و پیشرفت در مواد پلیمری خودترمیم شونده میتواند فرصت مناسبی جهت کاربرد این مواد هوشمند در کاربردهای حساس و بحرانی فراهم نماید [12].

با توجه به این که استفاده از روشهای نوین نظیر به کارگیری پوششهای هوشمند ضدخوردگی میتواند گامی هر چند کوچک در مسیر حفاظت و افزایش طول عمر تجهیزات فلزی در مقابل پدیده خوردگی بردارد. مقاله حاضر، با مرور مبانی علمی و مطالعه مقالات متعدد، به بررسی انواع پوششهای ضدخوردگی هوشمند خودترمیمشونده می پردازد.

2- مواد خودترميم شونده

مواد خودترمیمشونده از نقطه نظر رویکرد در سه نوع دسته بندی می شوند: مواد خودترمیم شونده بر پایه جاسازی کپسول[†]، مواد خودترمیم شونده بر پایه جاسازی لوله های توخالی^۵ یا شبکه آوندی⁴ و مواد خودترمیم شونده ذاتی^۷، که بر حسب مکانیسم عملکرد ترمیم شوندگی در زمان وقوع آسیب متمایز می گردند (شکل 1). ترمیم شوندگی بر پایه جاسازی کپسول و لوله های توخالی حاوی عوامل ترمیم شوندگی نوع سوم به صورت ذاتی انجام می گیرد، در حالی که شونده ذاتی شامل پلیمرهای دارای پیوندهای کووالانسی برگشت پذیر و پیوندهای غیر کووالانسی برگشت پذیر (یونومرها، پلیمرهای ابرمولکولی) می-باشند. در ترمیم شوندگی ذاتی همواره از یک محرک خارجی جهت فعال سازی فرآیند ترمیم استفاده می شود، خود به خودی نبودن این نوع ترمیم باعث می شود تا این روش چندان مورد علاقه پژوه شگران نباشد [12,13].

در روش رهاسازی عامل ترمیم، عاملهای فعال مایع مانند مونومرها، کاتالیستها و سختکنندهها ^۹ درون میکروکپسولها ^{۱۰} و یا الیاف توخالی ذخیره میشوند و سپس درون سامانههای پلیمری جاسازی میشوند. در صورت وقوع آسیب، سامانه ترمیمکننده ترک میخورد، سپس عامل ترمیم در اثر نیروی موئینگی^{۱۱} به درون ترکها رها میشوند و در حضور عاملهای فعالساز (کاتالیست یا سختکننده)، پلیمره میشوند و باعث ترمیم ترک میگردند. نیروی محرکهی اصلی فرآیند ترمیم در سامانههای خودترمیمشونده بر پایه جاسازی عوامل ترمیم کپسوله شده، رشد ترکها میباشد. با توجه به اینکه این فرآیند نیازی به دخالت محرک خارجی ندارد و وقوع آسیبدیدگی (ترک)

¹ Corrosion inhibitors

² Cathodic protection

³ Coatings
⁴ Capsule based

⁵ Hollow fibers

⁶ Vascular

⁷ Intrinsic
⁸ Healing agents

⁹ Hardener

¹⁰ Microcapsules

¹¹ Capillary

موجب انجام عمل ترمیم میشود، این نوع ترمیم را ترمیم خودبخودی مینامند. لازم به ذکر است پس از رها شدن عوامل ترمیم، میکروترکهای ایجاد شده ترمیم میشوند و اجازه رشد و ایجاد ترکهای بزرگ (که میتواند موجب شکست قطعه گردد) از آنها گرفته میشود [14.6-17]. در ادامه سامانههای خودترمیمشونده بر پایه رزین اپوکسی مورد توجه قرار میگردند.



Fig. 1 Approaches to self-healing include a) capsule-based, b) vascular, and c) intrinsic methods [12]. شكل 1 روشهاى خودترميمشوندگى بر پايه الف) جاسازى كپسول، ب) لولههاى توخالى يا آوندى و ج) ذاتى [12].

3- خاصیت خودترمیمی در پوششهای ضدخوردگی بر پایه رزین اپوکسی

رزین اپوکسی به طور گستردهای به عنوان یک ماده پوششی برای محافظت از فلزات در کاربردهای ساختاری آنها، به کار میرود. فرآیندپذیری بسیار خوب، مقاومت شیمیایی عالی، عایق بودن خوب نسبت به الکتریسیته و چسبندگی قوى رزين اپوكسى به مواد غير همجنس موجب شده است اين مواد به طور گسترده در صنایع تولید پوشش مورد استفاده قرار گیرند. پوششهای اپوکسی به طور کلی خوردگی بسترهای فلزی در معرض الکترولیت را به دو روش کاهش میدهند. از یک سو پوششهای اپوکسی به عنوان یک لایه حفاظتی فیزیکی، دسترسی فلز را به گونههای زیان آور کاهش میدهند. از سوی دیگر، پوششهای اپوکسی می توانند به عنوان یک منبع برای ذخیره بازدارنده های خوردگی عمل کنند و به بستر فلزی برای مقاومت در برابر حمله گونههای مهاجم مانند آنیون-های کلراید، کمک کنند [18]. حساسیت رزینهای اپوکسی به آسیبهایی نظير سايش سطح مانع كاربرد موفق اين پوشش هاي مي گردد [19]. همچنين اپوكسىها نسبت به آسيبهايى نظير آغاز و انتشار تركها مقاومت ضعيفى از خود نشان ميدهند [20]. اين فرآيندها موجب ايجاد نقايصي در پوشش مي-شوند و ویژگیهای ظاهری (زیبایی) و استحکام مکانیکی پوشش را کاهش میدهند. همچنین مسیرهایی برای تسریع ورود آب، اکسیژن و گونههای مهاجم به سطح فلز ایجاد می شود، در نتیجه خوردگی های موضعی در فلز رخ میدهد. علاوه بر این، ماهیت آب دوست اپوکسی، کاهش حجم یا انقباض ازیاد در طی فرآیند پخت موجب می شود رزین اپوکسی آب را از پیرامون به سمت خود جذب كند [18]. حفرات موجود در سطح پوشش اپوكسى مىتوانند به مهاجرت آب جذب شده و دیگر ناخالصی ها به سطح مشترک ایوکسی-فلز کمک کنند که منجر به آغاز خوردگی در سطح فلز، لایه لایه شدن پوشش و در برخی موارد وقوع آسیبهای جبرانناپذیر شوند. فرآیند ترمیم قطعات ساخته شده از پوششهای پلیمری زمانبر، گران قیمت و در بسیاری از موارد امکان تشخیص

- ⁴ Drying oils
- 5 Linseed oil
- 6 Tung oil
- ⁷ Poly(urea formaldehyde) (PUF)
- 8 Polyurea (PU)

آسیب و دسترسی به آنها برای انجام ترمیم غیرممکن میباشد. از این رو یافتن راهحلی به منظور ترمیم خودکار ترکها بلافاصله بعد از ایجاد آنها بسیار حائز اهمیت میباشد. بنابراین، به دنبال پژوهش و تلاشهای زیادی که در این زمینه انجام شده است، این مهم با طراحی سامانههای هوشمند خودترمیم شونده عملی میگردد. نکته مهم دیگری که بر ضرورت انجام پژوهش در زمینهی پوششهای خودترمیمشونده میافزاید این است که این مواد جزء محصولات دانش بنیان مورد نیاز برای صنایع مصرف کننده مواد پلیمری میباشند. صنایع مصرف کننده مواد پلیمری به منظور افزایش طول عمر، کاهش هزینههای جایگزینی قطعات جدید و افزایش ایمنی به پلیمرهای خودترمیم شونده نیازمند میباشند.

4- سازوکار خودترمیمی^۲ در پوششهای ضدخوردگی خودترمیمشونده مطالعه پژوهشهای انجام شده در زمینه پوششهای خودترمیم شونده بر پایه رزین اپوکسی نشان میدهد سازوکار خودترمیمی در این پوششها به طور عمده بر اساس روش کیسوله کردن عامل ترمیم گزارش شده است. در یوشش-های بر پایه رزین اپوکسی مونومرهایی نظیر دیسیکلوپنتادیان (³(DCPD، اپوکسی، کلروبنزن، فنیل استات و روغن های خشک شونده ۲ نظیر روغن بزرگ و روغن تانگ⁹ در پوستههای پلیمری و معدنی کپسوله میشوند [22,21]. در میان عوامل ترمیم یاد شده، روغنهای خشک شونده به دلیل ماهیت طبیعت دوست آنها گزینههای مناسبی در تهیه پوششهای خودترمیم شونده مورد توجه قرار گرفتهاند [23]. مزیت اصلی روغنهای خشکشونده نسبت به سایر عوامل ترميم، عدم نياز آنها به كاتاليست براى انجام فرآيند ترميم مىباشد [24]. كپسوله كردن عوامل ترميم در پوستههاى پليمرى نظير پلى اوره-فرمالدهيد ⁷ (PUF) [25]، پلىاوره ^٨ (PU) [26]، پلىفنول فرمالدهيد ^٩ (PF) [۲۷]، پلىيورتان ^۱ (PU) [28]، پلىسولفون ^۱ (PSF) (PSF)، پلىوينيل-ييروليدون ^{١٢} (PVP) [٣٠]، پلىمتيلمتاكريلات ^{١٣} (PMMA) [16] و پوسته-های معدنی نظیر [31] SiO₂ و [32] TiO₂ گزارش شده است. در سازو کار تهیه پوششهای خودترمیمشونده، میکروکپسولهای حاوی عوامل ترمیم در بستر یوشش ایوکسی پراکنده میگردند. سیس وقوع ترک در بستر یوشش باعث شکسته شدن کپسولهای حاوی عامل ترمیم و رهایش مونومرها در داخل ترک می گردد. در ادامه، تماس مونومر با آغازگر یا کاتالیست موجود در بستر پوشش موجب آغاز سریع فرآیند پلیمر شدن می گردد و ترک با عامل ترمیم پر می شود. به این ترتیب آسیب ایجاد شده در پوشش با پلیمر شدن عامل ترمیم، برطرف می گردد (شکل 2) [34,33].

5- مروری بر پوششهای خودترمیمشونده بر پایه رزین اپوکسی

سوریانارایانا^{۱۴} و همکاران، پوشش های خودترمیمشونده اپوکسی حاوی میکروکپسول-های پلیاوره فرمالدهید^ه (PUF) حاوی روغن بزرک به عنوان عامل ترمیم^{۱۶} (با گستره اندازه μm 1-100 μr با ضخامت دیواره nm 200) را تهیه کردند.

- ¹² Poly(vinylpyrrolidone) (PVP)
- ¹³ Poly(methyl methacrylate (PMMA)
- ¹⁴ Suryanarayana
- ¹⁵ Poly(ureaformaldehyde) (PUF)
- ¹⁶ Linseed oil (LO)

¹ Shrinkage

 ² Self-healing mechanism
 ³ Dicyclopentadiene (DCPD)

⁹ Phenol-formaldehyde (PF)

¹⁰ Polyurethane (PU) ¹¹ Polysulfone (PSF)





Fig. 2 Self-healing mechanism in anti-corrosion epoxy coatings [34]. **شکل 2** سازوکار خودترمیمی در پوششهای ضدخوردگی بر پایه رزین اپوکسی [34].

سپس اثر عوامل مؤثر بر اختلاط میکروکپسول ها در ماتریس پوشش مانند سرعت اختلاط، ویسکوزیته ماتریس پوشش و زمان اختلاط را بر پایداری مکانیکی میکروکپسول ها، مورد بررسی قرار گرفت. با توجه به این که رزین اپوکسی دارای ویسکوزیته بالایی می باشد و فرآیند اختلاط میکروکپسول ها در ماتریس ویسکوز دشوار است از حلالهای آلی برای رقیق کردن ماتریس اپوکسی استفاده شد. در این پژوهش، رزین اپوکسی با استفاده از مخلوط حلال-های زایلن : بوتانول با نسبت حجمی 4:1، رقیق شده است. آزمون اسپری محلول آب نمک و بررسی تصاویر میکروسکوپی نشان داد پوششهای حاوی میکروکپسول های LO/PUF در محلول آب نمک نسبت به پوشش اپوکسی شاهد (فاقد میکروکپسول) دارای خاصیت ضدخوردگی میباشند. شکل 3، تصاویر پوششهای اپوکسی خودترمیم شونده و اپوکسی شاهد (کنترلی) را پس از آزمون اسپری آب نمک در زمانهای مختلف نشان میدهد [25].



72 HOURS

Fig. 3 Self-healing performance of samples after different times of salt sprav test [25]

شکل 3 عملکرد خودترمیمی نمونهها پس از زمانهای مختلف قرار گرفتن در معرض آزمون اسيري آب نمک [25].

Salt spray

چو و همکاران پوششهای اپوکسی پلی استر خودترمیم شونده حاوی 12 درصد وزنی میکروکیسولهایPUF حاوی یلی دیمتیل سیلوکسان^۲ (PDMS) (به عنوان عامل ترمیم) و 3 درصد وزنی میکروکپسول های پلیپورتان^۳ (PU) حاوى كاتاليستهاى DMDNT يا TKAS تهيه كردند. بررسىها نشان داد عمل ترمیم در حضور کاتالیست DMDNT در دمای C° 50 انجام می شود در حالی که عمل ترمیم در حضور کاتالیست TKAS در دمای محیط انجام می گیرد. بررسی آزمونهای خوردگی نشان داد در پوشش حاوی میکروکپسولهای PUF حاوی عوامل ترمیم، عمل خوردگی صورت نمی گیرد. در این پژوهش از آزمون پاشش نمک[†] برای بررسی عملکرد ضدخوردگی پوششهای اپوکسی، استفاده شده است. این آزمون روشی معتبر جهت شبیهسازی محیطهای طبیعی خورنده است که میزان مقاومت یوشش را در برابر خوردگی ناشی از محیطهای مرطوب بررسی می کند. اساس این آزمون پاشش قطرات ریز محلول آب نمک و گاهی همراه با مخلوطی از مواد شیمیایی در شرایط ثابت دما و فشار جهت تعیین پایداری قطعات فلزی روکش شده و مطالعه رفتار پوشش از لحاظ وجود تاول، زنگزدگی و خوردگی سطح می باشد. شکل 4، پوشش های اپوکسی پلی-استر شاهد و خودترمیم شونده، شمایی از آزمون الکتروشیمیایی و نتایج آن را نشان مىدھد [35].

صمدزاده ⁶ و همکاران، پوششهای اپوکسی خودترمیم شونده حاوی میکروکپسولهای PUF حاوی روغن تانگ⁶ را به منظور بررسی عملکرد ضدخوردگی و حفاظتی این پوششها از فولاد تهیه کردند. در این پژوهش عمل ترمیم تنها از طریق یک عامل کپسوله شونده (روغن تانگ) و بدون نیاز به کاتالیست میسر شد. نتایج نشان داد رهایش عامل ترمیم از میکروکپسولهای آسیبدیده (بدون نیاز به کاتالیست) و پلیمر شدن عامل ترمیم (خشک شدن) در حضور اکسیژن هوا موجب ایجاد خاصیت خودترمیم شوندگی و ضدخوردگی در سطح فولاد میشود. عملکرد ضدخوردگی پوششهای اپوکسی با آزمون شبیه سازی محیط خورنده حاوی 3.5 درصد وزنی نمک بررسی شد. شکل 5، پوششهای اپوکسی خالص و خودترمیم شونده حاوی میکروکپسول های عامل ترمیم را پس از 10 روز غوطهور شدن در محلول آب نمک را نشان میدهد .[36]

گارسیا^۷ و همکاران، پوششهای خودترمیمشونده اپوکسی را با استفاده از میکروکیسولهای Silyl ester/PUF تهیه کردند. در این یژوهش عامل ترمیم-كننده Silyl ester به عنوان يك تركيب آلي فعال بدون نياز به كاتاليست قابليت انجام عمل ترميم را در سطح آلياژ آلومينيوم از خود نشان داد. اين عامل ترميم در تماس آب یا رطوبت هیدرولیز می شود و به دو جزء سیلانول و اولئیک اسید تجزیه می شود که این دو جزء به سطح فلز می چسبند و یک لایه پلیمری آب گریز تشکیل می شود که موجب ترمیم آسیب در پوشش می شوند [37].

هوانگ ^۸ و همکاران، پوششهای اپوکسی خودترمیمشونده حاوی میکروکپسول های PU حاوی هگزامتیلن دی ایزوسیانات^۹ (HDI) را به منظور بررسی عملکرد خودترمیمی و ضدخوردگی در سطح فولاد، تهیه کردند. بررسی عملکرد خودترمیمی پوششهای حاوی 10 درصد وزنی از میکروکپسولهای HDI/PU نشان داد عامل ترمیم HDI بدون نیاز به کاتالیست یا محرک خارجی قادر به ترمیم و محافظت از سطح آسیبدیده فولاد در برابر خوردگی میباشد (شكل 6) [28].

¹ Cho

² Poly(dimethylsiloxane) (PDMS) Polyurethane (PU)

⁵ Samadzadeh

⁶ Tung oil Garcia

Huang

⁹ Hexamethylene disocyanate (HDI)



Fig. 4 a) Control sample of epoxy polyester coating, b) epoxy polyester containing healing agent microcapsules, c) SEM image of control sample, d) SEM image of self-healing coating, e) schematic of electrochemical test, and f) current against of time for control and self-healing samples [35].

شکل 4 الف) نمونه پوشش اپوکسیپلیاستر شاهد، ب) پوشش اپوکسیپلیاستر حاوی میکروکپسولهای عوامل ترمیم، ج) تصویر SEM نمونه شاهد، د) تصویر SEM پوشش خودترمیمشونده، ه) شمای آزمون الکتروشیمیایی و ی) نمودار جریان در برابر زمان برای پوشش شاهد و پوشش خودترمیمشونده [35].



Fig. 5 a) Neat epoxy coating, b) self-healing epoxy coating containing Tung oil microcapsules, after 10 days immersing in 3.5 wt% NaCl solution [36].

شکل 5 الف) پوشش اپوکسی خالص، ب) پوشش اپوکسی خودترمیم شونده حاوی میکروکپسول های روغن تانگ، پس از 10 روز غوطهور شدن در محلول //wa 3.5 از NaCl [36].

لیو^۱ و همکاران، پوشش اپوکسی خودترمیمشونده حاوی میکروکپسول-های اپوکسی با پوسته اتیلندیآمین^۲ (EDA) را تهیه کردند (EDA عامل پخت رزین اپوکسی میباشد که به عنوان پوسته به کار گرفته شده است). همچنین اثر جزء وزنی میکروکپسولها بر خاصیت خودترمیمی و ضدخوردگی پوششها بررسی شد، پوششهای حاوی 20 درصد وزنی میکروکپسول بهترین بازده خودترمیمی را از خود نشان دادند. در پوششهای آسیبدیده رزین اپوکسی رها شده از میکروکپسولهای شکسته شده در ماتریس قلیایی حاوی اپوکسی

صادق صحرایی و فاطمه آهنگران



Fig. 6 SEM images of damaged regions before immersing in salt solution: a) control sample, c) self-healing sample, images after 48 h immersing in salt solution: b) control sample, and d) self-healing sample [28].

شکل 6 تصاویر SEM از نواحی آسیبدیده قبل از غوطه کردن در محلول آب نمک: الف) نمونه شاهد، ج) نمونه خودترمیمشونده، تصاویر پس از غوطهور شدن در محلول آب نمک بعد از 48 ساعت: ب) نمونه شاهد، د) نمونه خودترمیمشونده [28].

و رزین پلی آمید از دو طریق واکنش می دهد، الف) واکنش پلیمر شدن گروههای اپوکسی با گروههای آمینی عامل پخت پلی آمید، ب) واکنش پلیمر شدن بین گروههای اپوکسی در محیط قلیایی [38].

سیوا^۳ و همکاران، کپسولهای PUF حاوی مخلوط روغن بزرک و بازدارنده (MBT) با گستره توزیع اندازه nn 200-70 با روش پلیمر شدن درجا تهیه کردند. پوششهای اپوکسی تهیه شده از 10 درصد وزنی میکروکپسولهای حاوی عوامل ترمیم قابلیت ضدخوردگی و خودترمیمی بسیار مناسبی از خود نشان دادند. اندازه گیری پتانسیل جریانباز⁴ نشان داد پوششهای اپوکسی حاوی میکروکپسولهای عامل ترمیم در گستره مقاومت در برابر خوردگی می-باشد (V 0.300-)، در حالی که پتانسیل پوشش اپوکسی شاهد در گستره فعال میباشد. نتایج آزمون خوردگی نشان داد پوششهای اپوکسی خودترمیم قابلیت حفاظت از فولاد را در محیطهای طبیعی دارند و میزان امپدانس پس از 15 روز در حدود ²mc 10⁷ باقی ماند، در حالی که پوششهای اپوکسی شاهد قابلیت حفاظتی خود را از دست دادند (شکل 7) [39].

سابو^۵ و همکاران، پوششهای رنگ دو جزئی خودترمیمشونده بر پایه جاسازی میکروکپسولهای PUF حاوی عامل ترمیم کننده را تهیه کردند. در این پژوهش از روغن بزرگ به عنوان عامل ترمیم استفاده شد به همراه عامل ترمیم ماده خشککننده⁹ (Co-octoate) و یا بازدارنده خوردگی (ODA) نیز کپسوله شد. با توجه به اینکه خشک شدن روغن بزرگ در حالت عادی 7-6 روز زمانبر میباشد، استفاده از عامل خشککننده موجب کاهش زمان خشک شدن به 5 ساعت می گردد. از سوی دیگر کپسوله کردن عامل بازدارنده خوردگی موجب افزایش مدت زمان خشک شدن روغن بزرگ می گردد، از این رو مقدار بهینهای از عامل خشککننده و بازدارنده خوردگی به همراه روغن بزرگ در کپسولها به کار گرفته شدند.

نشريه علوم و فناورى كامپوزيدت

¹ Liu ² Ethylenediamine (EDA) ³ Siya

⁴ Open circuit potential (OCP)

⁵ Szabo ⁶ Drier



Fig. 7 Impedance changes of damaged region of epoxy coating containing PUF microcapsules on steel in 3 wt% NaCl solution [39]. شكل 7 تغييرات امپدانس ناحيه آسيبديده پوشش هاى اپوكسى حاوى ميكروكپسول MaCl وروى سطح فولاد در محلول 3/ وزنى از NaCl [39].

بررسی نتایج آزمون خوردگی نشان داد روند عملکرد خودترمیمی پوشش-های تهیه شده حاوی میکروکپسولهای عامل ترمیم در این پژوهش به صورت زیر میباشد: LO(+ODA+Co-octoate) >LO(+ODA >(LO(+ODA) Sout همان طور که گزارش شده است کپسوله کردن مقدار بهینه عامل خشک-کننده و بازدارنده خوردگی به همراه روغن بزرگ در مقایسه با کپسولهای حاوی روغن بزرگ به طور چشمگیری موجب بهبود عملکرد خودترمیمی می-شود [40].

المادد¹ و همکاران، عامل ترمیم کننده اپوکسی را در نانولولههای 20i7 و عامل پخت آمینی (عامل پخت عمل ترمیم) را در نانوذرات متخلخل 2siO ذخیره کردند و از این عوامل برای تهیه پوششهای خودترمیمشونده اپوکسی استفاده کردند. مشاهده شد رهایش اپوکسی از نانولولههای TiO و عامل آمینی از نانوذرات متخلخل 2siO موجب انجام عمل ترمیم در نواحی آسیبدیده می-گردد (شکل 8)، بازده ترمیم در این مطالعه 57 درصد گزارش شده است. در این مطالعه سرعت رهایش عوامل ترمیم در ناحیه آسیبدیده کند گزارش شده است [32].



Fig. 8 SEM images of damaged self-healing coating, a) after one day, b) after 5 days [32].

شکل 8 تصاویر SEM پوشش خودترمیم شونده آسیب دیده، الف) پس از یک روز، ب) پس از 5 روز [32].

¹ Al-maadeed ² Safaei

صفایی^۲ و همکاران، میکروکپسولهای PUF حاوی اپوکسی و عامل رقیق-کننده فعال را با متوسط اندازه mm 2 تهیه کردند و پوششهای خودترمیم-شونده حاوی 10 درصد وزنی از این میکروکپسولها را به منظور پوششدهی فولاد تهیه کردند (شکل 9). در این مطالعه گزارش شده است رهایش اپوکسی از میکروکپسولهای شکسته و واکنش آن با عامل پخت اضافی موجود در ماتریس موجب ترمیم ناحیه آسیبدیده میگردد. پوشش ساخته شده توسط این افراد با روش میزان عبوردهی مورد بررسی قرار گرفت و مشاهده شد عبوردهی جریان الکتریکی پوشش خودترمیمشونده Mm 0 میباشد. این در حالی است که نمونه اپوکسی شاهد پس از ایجاد خراش و حین آزمون، عبوردهی جریان در آن از Mm 201 افت کرده که این مشاهدات قابلیت خودترمیمی در پوشش اپوکسی حاوی میکروکپسولها را اثبات میکند (شکل 10) [41].



Fig. 9 Optical microscopy images, a) control epoxy coating, b) selfhealing epoxy coating containing 10 wt% PUF microcapsules filled with epoxy [41].

شكل 9 تصاویر میكروسكوپ نوری، الف) پوشش اپوكسی شاهد، ب) پوشش اپوكسی خودترمیمشونده حاوی 10٪ وزنی میكروكپسولهای PUF حاوی اپوكسی [41].



Fig. 10 Current against time for control and self-healing coatings [41]. شكل 10 نمودار جريان عبورى در برابر زمان براى پوشش هاى اپوكسى شاهد و خودترميم شونده [41].

کیان^۳ و همکاران، نانوحاملهایی با متوسط اندازه mn 100 -60 که دارای هسته نانوذرات SiO₂میباشند و پوسته حاوی لایههای پلی الکترولیت کیتوسان و پلی الکترولیت آلیژینات محبوس میباشد، با روش ته نشست لایه لایه پلی الکترولیت تهیه کردند. در بین لایههای پلیالکترولیت بازدارنده خوردگی (PASP) محبوس شد (شکل 11). مشاهده شد رهایش بازدارنده (شکل اناوحاملهای تهیه شده موجب حفاظت فولاد در برابر خوردگی میشود (شکل [31].

نشريه علوم و فناوري كامپوزيت



3.5 wt% NaCl

self-healing

coating

mild steel

Fig. 11 Preparation of nanocarrier containing corrosion inhibitor using layered polyelectrolyte [31]. شكل 11 تهيه نانوحامل هاى حاوى بازدارنده خوردگى با روش ته نشينى لايه لايه پلى الكتروليت [31].



Sample

Fig. 13 Permeability of epoxy coatings containing microcapsules and different nanoparticles [42]. شكل 13 نفوذيذيري يوشش ايوكسي حاوي ميكروكيسول ها و نانوذرات مختلف [42].

ویشار⁴ و همکارانش، پوشش های ضدخوردگی اپوکسی برای بهبود عملکرد فولاد در بتن سازهای استفاده کردند. در این مطالعه روغن تانگ به عنوان عامل ترمیم در پوسته PUF کپسوله شد. پوشش های اپوکسی خودترمیم شونده بر روی سازه ها و میلگردهای فولادی اعمال شدند. سپس پوشش ها دچار آسیب-دیدگی شدند و با استفاده از مخازن هوادهی آب نمک به محیط خورنده وارد شدند. در این آزمون استحکام چسبندگی و اثر ضخامت پوشش های اپوکسی خودترمیم شونده مورد بررسی قرار گرفت. سه نوع پوشش با ضخامتهای متفاوت مورد بررسی قرار گرفتند. پوشش های نازک فاقد میکروکپسول، پوشش ضخیم فاقد میکروکپسول و پوشش حاوی 10 درصد وزنی میکروکپسول که تریب ضخامت پوشش ها به صورت زیر گزارش شد:

پوشش ضخیم فاقد میکروکپسول> پوشش حاوی 10 درصد وزنی میکروکیسول> یوششهای نازک فاقد میکروکیسول

نتایج آزمون استحکام چسبندگی نشان داد پوششهای نازک فاقد میکروکپسول نسبت به دوگروه پوشش دیگر، بیشترین استحکام چسبندگی را دارند. همچنین پوششهای اپوکسی حاوی 10 درصد وزنی میکروکپسول در

Fig. 12 Suggested mechanism of performance of self-healing coating containing nanocarriers filled with corrosion inhibitors in 3.5 wt% NaCl solution [31].

0

0

0

00

00

0

0

00

0000

(pH 1) 0

 $Fe - 2e \rightarrow Fe^{2+}$ $O_2 + 2H_2O + 4e \rightarrow 4OH^-$

00

0

0

00

0

شکل 12 سازوکار پیشنهادی عملکرد پوششخودترمی_مشونده حاوی نانوحاملهای حاوی بازدارنده خوردگی در محلول Wik ا 3.5 از 311 [31].

کونگپاراکول^۱ و همکاران، پوششهای نانوکامپوزیتی اپوکسی خودترمیم-شونده حاوی نانوذرات سیلیس اصلاح شده با عوامل سیلاندار (GPTMS و APTES) و میکروکپسولهای PUF حاوی عوامل ترمیم را تهیه کردند. در این مطالعه از ترکیباتی نظیر پرفلورواکتیل تری اتوکسی سیلان^۲ (POT) و دو عامل آمینی اتانولآمین^۳ (AA) و دیاتانولآمین^۴ (DEA) به عنوان عوامل ترمیم استفاده شد. پوششهای اپوکسی حاوی 10 درصد وزنی از میکروکپسولهای POT و 3 درصد وزنی نانوذرات سیلیس اصلاح شده با GMS بهترین خاصیت خاصیت حاود گر درصد وزنی از داند. بررسی عملکرد خوردگی در الکترولیت حاوی 5 درصد وزنی از NaCl به مدت 66 ساعت انجام شد. در این مطالعه گزارش شده است حضور میکروکپسولهای POT و نانوذرات سیلیس اصلاح شده با GMS موجب کاهش نفوذپذیری پوشش نسبت به اکسیژن میگردد (شکل 13) [42].

⁴ Diethanolamine (DEA)

⁵ Weishaar

¹ Kongparakul

 ² Perfluorooctyl triethoxysilane (POT)
 ³ Ethanolamine (ETA)

مقایسه با پوششهای ضخیم حاوی 0 درصد وزنی میکروکپسول، استحکام چسبندگی مشابهی نشان دادند. در پوششهای خودترمیم شونده حضور میکروکپسول ها به عنوان نقص در فصل مشترک پوشش و فلز عمل میکند، از این رو استحکام چسبندگی نسبت به پوششهای نازک کاهش مییابد. همچنین نتایج آزمونهای خوردگی نشان داد پوششهای اپوکسی حاوی 10 درصد وزنی میکروکپسول در مقایسه با پوششهای فاقد میکروکپسول، مقاومت بهتری نسبت به خوردگی از خود نشان میدهند. نتایج آزمون خوردگی نشان داد آرماتورهای فولادی با یوشش خودترمیمشونده تعبیه شده در بتن، بیشتر از نمونههای فولادی با پوشش معمولی، در محیط خورنده دوام می آورند [43]. ما و همکارانش، پوششهای ضدخوردگی خودترمیم شونده بر پایه رزین اپوکسی را با استفاده از میکروکپسولهای دو دیواره پلیاوره حاوی هگزامتیلن دی آمین به عنوان عامل ترمیم، تهیه کردند. ساختار میکروکپسولهای عامل ترمیم از سه بخش هگزامتیلن دی آمین (HMDA) به عنوان هسته، پلیاوره به عنوان پوسته داخلي و پيش پليمر ساخته شده ايزوسيانات و پلياتر آمين به عنوان پوسته خارجی، تشکیل شد. در این فرآیند دیواره پلیاوره از طریق یلیمریزاسیون بین سطحی در فصل مشترک هگزامتیلن دی آمین (هسته) و پیش پلیمر بر پایه دی ایزوسیانات، تشکیل شد. نتایج مطالعات طیفسنجی امپدانس الکتروشیمیایی نشان داد پوششهای حاوی میکروکپسولهای 2 و 5 درصد وزنی میکروکپسول پس از غوطهور شدن به مدت 144 ساعت در آب دريا، مىتوانند به ترتيب با بازده ترميم 61.61 و 45.99 درصد از خوردگى فلز جلوگیری کنند [44].

نوارچیان ^۲ و همکارانش، پوششهای اپوکسی خودترمیمشونده را با استفاده از میکروکپسولهای PMMA حاوی روغن بزرک به عنوان عامل ترمیم را تهیه کردند. به منظور بهبود برهمکنشهای بین سطحی پوسته میکروکپسولها و ماتریس اپوکسی، سطح میکروکپسولها با استفاده از عامل آمینی هگزامتیلن دی آمین (HMDA) به صورت شیمیایی اصلاح شد. شکل 41، اصلاح شیمیایی سطح میکروکپسولهای PMMA با ADH را نشان می-دهد. نتایج طیفسنجی امپدانس الکتریکی نشان داد پوششهای اپوکسی حاوی میکروکپسولهای PMMA اصلاح شده با ADH نسبت به پوششهای حاوی اصلاح شیمیایی سطح میکروکپسولهای HMDA باعث افزایش چسبندگی میکروکپسولهای AMM اصلاح نشده، عملکرد خودترمیمی بهتری دارند. سطح میکروکپسولها به ماتریس اپوکسی می گردد، از این رو شکست مؤثر میشود. شکل 15، تصاویر میکروسکوپ الکترونی پوششهای اپوکسی حاوی میشود. شکل 15، تصاویر میکروسکوپ الکترونی پوششهای اپوکسی حاوی میکروکپسولهای AMMA اصلاح نشده (الف) و میکروکپسولهای ADMA اسک میکروکپسولهای AMMA اصلاح نشده (الف) و میکروکپسولهای اپوکسی حاوی

لی⁷ و همکارانش، میکروکپسولهای PUF حاوی روغن تانگ را با روش پلیمریزاسیون درجا تهیه کردند. میانگین قطر میکروکپسولهای به دست آمده 8.5 میکرومتر گزارش شده است. نتایج آزمون TGA نشان داد محتوی هسته میکروکپسولهای PUFحدود 33 درصد می باشد. پوششهای خودترمیمشونده با افزودن 5 درصد وزنی میکروکپسولهای PUF به رزین اپوکسی تهیه شدند و سپس روی بستر آلیاژ آلومینیوم AA2024 پوشش دهی شدند. بررسی پوشش – سپس روی بستر آلیاژ آلومینیوم AA2024 پوشش دهی شدند. بررسی پوشش – های اپوکسی با روش طیفسنجی امپدانس الکتروشیمیایی نشان داد پوشش – های خودترمیمشونده مقاومتی بیش از $\Omega \cdot cm^2$ در برابر خوردگی از خود نشان میدهند. این میزان مقاومت در برابر خوردگی، حدود $\Omega \cdot cm^2$ بالاتر

¹ Ma ² Navarchian

از مقاومت پوششهای اپوکسی خالص است. همچنین آزمون اسپری نمک، عملکرد ضدخوردگی خوب پوششهای خودترمیمشونده اپوکسی را تائید کرد. شکل 16، عملکرد ترمیم پوششهای اپوکسی خالص و پوششهای اپوکسی خودترمیمشونده حاوی 5 درصد میکروکپسول را طی مدت 30 روز نشان می-دهد [46].



Fig. 14 Chemical modification of PMMA microcapsule surface with HMDA [45].

شكل 14 اصلاح شيميايي سطح ميكروكپسول هاي PMMA با HMDA [45].



Fig. 15 SEM images of interfacial adhesion between surface of PMMA microcapsule containing Linseed oil: a) before and b) after chemical modification with HMDA [45].

شکل 15 تصاویر SEM از چسبندگی بین سطحی میکروکپسول های PMMA حاوی روغن بزرک: الف) قبل و ب) بعد از اصلاح شیمیایی سطح با HMDA [45].

³ Li



Fig. 16 Optical microscopy images of self-healing performance of neat epoxy coatings (up) and self-healing epoxy coatings (down) after salt spray test after 30 days [46].

شکل 16 تصاویر میکروسکوپ نوری از عملکرد ترمیم پوشش های اپوکسی خالص (بالا) و پوششهای اپوکسی خودترمیم شونده (پایین) پس از انجام آزمون اسپری نمک طی مدت 30 روز [46].

شلمپر و همکارانش، پوششهای اپوکسی خودترمیم شونده را با استفاده از ترکیبات آمینی مختلف به عنوان عوامل ترمیم تهیه کردند. در این مطالعه میکروکپسول های PUF حاوی تترا اتیلن تترا آمین^۲ (TETA)، پلیدی متیل سیلوکسان آمین دار^۳ (PDMS-a) و ترکیب پلی آمید/پلی آمین را جداگانه تهیه کردند. پوششهای اپوکسی حاوی 2.5، 5، 10 و 15 درصد وزنی میکروکپسولهای PUF تهیه شدند. آزمونهای اسپری نمک نشان داد که پوششهای حاوی PDMS-a و PDMS-a/TETA حفاظت بهتری از بستر فلزی داشتند.همچنین مشاهده شد که عملکرد محافظتی پوشش از بستر فلزی تحت تأثیر افزایش کسر وزنی میکروکپسولها و دمای پخت قرار میگیرد. به طور کلی افزودن 15 درصد میکروکپسول با پخت در دمای 20 60، اثر حفاظتی بهتری را نشان داد. نتایج طیفسنجی امپدانس الکتروشیمیایی نشان داد پوششهای حاوی PDMS-a و PDMS-a/TETA مقادیر بالاتری از مدول امپدانس را نسبت به پوششهای بدون میکروکپسول، از خود نشان میدهند. بررسیها نشان داد عرض شکاف در آسیبهای ایجاد شده در پوششهای اپوکسی خودترمیم شونده با عامل ترمیم PDMS-a کاهش می یابد [47]. در ادامه پژوهشهای انجام شده در زمینه تهیه پوششهای ضدخوردگی خودترمیم شونده بر پایه رزین اپوکسی به طور خلاصه در جدول 1، ارائه شده

.Table 1 Summary of studies on self-healing epoxy coatings

جدول 1 خلاصه پژوهشهای انجام شده در زمینه پوششهای خودترمیم شونده بر پایه رزین اپوکسی.

خلاصه نتایج به دست آمده	روش ارزیابی خوردگی	فلز بستر	جنس پوسته	عامل ترميم	جنس زمينه پوشش	محقق (سال)
میکروکپسولهای LO/PUF با گستره اندازه۳۳ با 1-100 با ضخامت دیواره mn 200 با محتوی هسته 80 درصد تهیه شدند. روغن بزرگ و رنگ قرمز در پوسته PUF کپسوله شدند. به منظور سهولت پخش میکروکپسولها در ماتریس پوشش، رزین (رقیق کردن رزین اپوکسی با استفاده از مخلوط حلالهای زایلن (رقیق کردن رزین اپوکسی با استفاده از مخلوط حلالهای زایلن اثر عوامل مؤثر بر اختلاط میکروکپسولهای در ماتریس پوشش مانند سرعت اختلاط، ویسکوزیته ماتریس و زمان اختلاط، بر پایداری مکانیکی میکروکپسولهای حاوی میکروکپسولهای خاصیت ضدخوردگی در پوششهای حاوی میکروکپسولهای ایراک ایر محلول آب نمک نسب به پوشش کنترلی (فاقد میکروکپسول) گزارش شد.	Salt spray, OM	MS	PUF	LO (+red dye)	Epoxy resin	Suryanarayana (2008) [25]
خاصیت خودترمیمی دو نوع پوشش بر پایه اپوکسیپلیاستر با استفاده از 12 درصد وزنی میکروکپسول PUF حاوی پلیدی- متیل سیلوکسان (PDMS) و 3 درصد وزنی کپسول های PU حاوی کاتالیستهای DMDNT و TKAS بررسی شد. مشاهده شد کاتالیست DMDNT برای انجام عمل ترمیم به دمای 05 درجه سانتی گراد نیاز دارد، در حالی که کاتالیست TKAS عمل ترمیم را در دمای محیط انجام میدهد. بهبود دهنده چسبندگی در ماتریس پوشش به میزان 3 درصد وزنی (ecal (Geles) به کار انداز دارد. گرفته شد. در پوشش های حاوی میکروکپسول های عوامل ترمیم هیچ گونه خوردگی مشاهده نشد.	Electrochemical evaluation, OM		PUF	/PDMS DMDNT & TKAS (catalyst)	Epoxy polyester	Cho (2009) [35]
³ Aminated poly(dimethylsiloxane) (PDMS-a)	1	Shlemper				

است [57-25].

¹ Shlemper ² Triethylenetetramine (TETA)

نشريه علوم و فناورى كامپوزيت

2054

خلاصه نتایج به دست آمده	روش ارزیابی خوردگی	فلز بستر	جنس پوسته	عامل ترميم	جنس زمينه پوشش	محقق (سال)
پوششهای خودترمیمشونده با خواص ضدخوردگی با استفاده از میکروکپسولهای حاوی روغن تانگ بدون نیاز به کاتالیست تهیه شدند.	EIS	C-steel	PUF	ТО	Epoxy resin	Samadzadeh (2011) [36]
پوشش های خودترمیم شونده بر پایه جاسازی کپسول های حاوی Silyl ester (تهیه شده با روش پلیمر شدن درجا) و بدون نیاز به کاتالیست یا عامل پخت (wt./ 17 میکروکپسول های silyl ester/PUF تهیه شدند. میکرو و به دو جزء سیلانول و اولئیک اسید تجزیه می شود که این دو جزء به سطح فلز می چسبند و یک لایه پلیمری آب گریز تشکیل می شود که موجب ترمیم و ایجاد خاصیت ضدخوردگی می شود.	EIS, SVET	AA 2024T3	PUF	Octyldimethyl- Silyloleate (Silyl ester)	Epoxy 828 + Ancamine 2500	Garcia (2011) [37]
میکروکپسولهای حاوی HDI با روش پلیمر شدن بین سطحی با متوسط قطر 5-350 میکرومتر و ضخامت پوسته 1-15 میکرومتر تهیه شدند. در پوششهای اپوکسی حاوی 10 درصد وزنی میکروکپسولهای HDI/PU، انجام عمل ترمیم در حضور یک جز عامل کپسوله شده و بدون نیاز به حضور کاتالیست و محرک خارجی انجام میشود.	SEM, OM	Steel	PU	Hexamethylene diisocyanate (HDI)	Epoxy resin (Epolam 5015/5014)	Huang (2011) [28]
پوششهای اپوکسی خودترمیم شونده حاوی پوششهای اپوکسی خودترمیم شونده حاوی 10 درصد وزنی میکروکپسول های سیلانی از میکروکپسول ها در نواحی آسیب دیده و هیدرولیز این عامل موجب ایجاد ترکیب سیلانولی می گردد که تشکیل پیوندهای عرضی بین عوامل سیلانولی لایه پلیمری حفاظت کننده و ترمیم کننده در نواحی آسیب دیده تشکیل می دهد. از نظر اقتصادی مقرون به صرفه).	OM, EDX, SEM, Electrochemical evaluation using a three- electrode electrochemical cell	CS	PUF	POTS	Epoxy resin (Epolam 5015/5014)	Huang (2012) [48]
پوششهای خودترمیمشونده ضدخوردگی بر پایه روش جاسازی کپسولهای LO/PUF در ماتریس اپوکسی تهیه شدند. خاصیت خودترمیمی و ضد خوردگی مناسب با به کارگیری LO به عنوان عامل ترمیم مشاهده شد.	EIS, SECM	Steel	PUF	LO	Epoxy primer	Pilbath (2012) [49]
پوششهای خودترمیم شونده حاوی 5 ,10 ,15 و wt 20٪ از میکرو- و نانوکپسول های حاوی LO تهیه شدند. پوششهای حاوی نانوکپسول ها خاصیت ضدخوردگی بهتر را در طول مدت کوتاهتر	EIS, Visual inspection	CS	PUF	LO	Epoxy resin	Hatami-Boura (2012) [50]

خلاصه نتایج به دست آمده	روش ارزیابی خوردگی	فلز بستر	جنس پوسته	عامل ترميم	جنس زمينه پوشش	محقق (سال)
نسبت به پوششهای حاوی میکروکپسولها از خود نشان دادند. پوششهای خودترمیمشونده حاوی wt٪ 15 از میکروکپسولهای حاوی LO بالاترین قابلیت مقاومت در برابر خوردگی را از خود نشان دادند.						
EDA که عامل پخت رزین اپوکسی ماتریس پوشش می باشد، به عنوان پوسته کپسول بکار گرفته شد. میکروکپسول های حاوی 20 درصد وزنی میکروکپسول های اپوکسی بهترین بازده ترمیم را پس از 4 ساعت از خود نشان دادند. آسیب دیده در ماتریس قلیایی حاوی اپوکسی و رزین پلی آمید از دو طریق واکنش می دهد: واکنش پلیمر شدن گروههای اپوکسی با گروههای آمینی و نیز واکنش پلیمر شدن بین	EIS, SEM	CS	EDA	DGEBA	DGEBA, 203# polyamide resin (diethylenetriamine condensate, 180– 220 mg KOH/g)	Liu (2012) [38]
اثر متوسط اندازه، نسبت وزنی میکرو کپسول ها و ضخامت پوشش بر عملکرد ضدخوردگی آنها با آزمون اسپری نمک بررسی شد. پوششها با محتوی میکرو کپسول 10 درصد وزنی بهترین عملکرد ضدخوردگی را نشان دادند. دادند. سینتیک خودترمیمشوندگی پوشش با آزمون EIS بررسی شد.	EIS, Salt spray	Metal	Polyurethane	HDI	Epoxy resin	Huang (2013) [51]
پوششهای حافظهدار شکلی خودترمیمشونده (SMASH) اپوکسی از طریق الکتروریسی الیاف PCL در سطح فولاد به صورت رندم و سپس پوشش دهی با رزین اپوکسی تهیه شدند. منیده تا دمایی بالاتر از دمای مایع شدن الیاف (در این مورد دمای ذوب) و نزدیک دمای انتقال شیشهای ماتریس انجام میگیرد. دای انتقال شیشهای ماتریس انجام میگیرد. الیاف (در این مورد دمای زوب) و مزدیک می دهد: دو پدیده به طور همزمان و خودبخودی رخ می دهد: 1 - بازیابی شکل ماتریس از طریق رها شدن انرژی تنش در ناحیه پلاستیک و بسته شدن انرژی تنش در ناحیه پلاستیک و بسته شدن در این پوششها بسته شدن ترک موجب کاهش عامل ترمیم مورد نیاز میگردد و امکان ترمیم ترکهای بزرگ و حفرات فراهم می- شده.	Linear Sweep Voltammetry	Steel	PCL	3-caprolactone fiber	DGEBA NGDE Jeffamine D230	Luo (2013) [52]

پایه <i>ر</i> زین اپو کسی	مروری بر پوششهای ضدخوردگی خودترمیمشونده بر
---------------------------	--

له آهنگران	و فاطہ	صحرايى	صادق
------------	--------	--------	------

خلاصه نتایج به دست آمده	روش ارزیابی خوردگی	فلز بستر	جنس پوسته	عامل ترميم	جنس زمينه پوشش	محقق (سال)
پوششهای خودترمیم شونده با 1 ,2 ,5 و 10 wt/ میکرو کپسول های روغن بزرگ تهیه شد. افزایش خاصیت خودترمیم شوندگی و کاهش استحکام مکانیکی با افزایش درصد وزنی میکرو کپسول ها مشاهده شد. خاصیت خودترمیمی و استحکام کششی بهینه برای پوشش حاوی 5 درصد وزنی میکرو کپسول با متوسط قطر 53 میکرومتر مشاهده شد.	EIS, OM, Salt spray	MS	PUF	LO	Epoxy resin	Behzadnasab (2014) [53]
میکروکپسولهای حاوی روغن بزرگ و بازدارنده خوردگی (MBT) با نسبت 5 به 1 در پوسته PUF با روش پلیمر شدن درجا تهیه شدند. طیف FTIR پوششهای آسیبدیده حاوی 10 درصد وزنی از میکروکپسولهای حاوی درصد وزنی از میکروکپسولهای حاوی عامل ترمیم در اثر اکسیداسیون با اکسیژن هوا ترک را ترمیم میکند.	EIS, SVET	Steel	PUF	&LO MBT (5:1(Epoxy resin	Siva (2015) [39]
میکروکپسول های حاوی LO به همراه ماده خشک کننده Co-ocoat و یا بازدارنده خوردگی ADA انجام شد. خشک شدن LO در حالت عادی به 7-6 روز زمان نیاز دارد، در حالی که حضور ماده خشک کننده این زمان را به کساعت کاهش میدهد. برای کاهش زمان خشک شدن مقدار بهینهای میدهد. از عامل خشک کننده و بازدارنده خوردگی به کار گرفته شد. کار گرفته شد. داد، عملکرد خودترمیمی کپسول ها در یوشش به صورت زیر است: LO(+ODA+Co-octoate) LO(+ODA) > LO(+ODA)	EIS	MS	PUF	LO (with or without Co- (octaote/ODA	Dual function paint	Szabó (2015) [40]
میکروکپسولهای پلیاوره حاوی اپوکسی و آمین با محتوی هسته 90 درصد با روش پلیمریزاسیون بینسطحی تهیه شدند. پوششهای اپوکسی با ضخامت 500 میکرومتر حاوی 10 درصد وزنی میکروکپسول اپوکسی و 5 درصد میکروکپسول آمین، تهیه شدند.	brine- submersion corrosion- accelerating	Metal	Polyurea	Epoxy (E51) TEPA	Epoxy resin	Yi (2016) [54]
رهایش اپوکسی از نانولولههای TiO2 به کندی صورت گرفته و در تماس بودن آن با آمین رها شده از ذرات سیلیکا متخلخل موجب انجام عمل ترمیم در نواحی خراشیده شد. خواص ضد خوردگی پس از 5 روز به میزان 90 درصد بازیابی شد.	EIS, SEM	CS	TiO ₂ nanotubes	Ероху	Epoxy resin	Al-Maadeed (2016) [32]

صادق صحرایی و فاطمه آهنگران			ن اپو کسی	میمشونده بر پایه <i>ر</i> زیر	های ضدخو <i>ر</i> دگی خودتره	مرو <i>ر</i> ی بر پوشش
خلاصه نتایج به دست آمده	روش ارزیابی خوردگی	فلز بستر	جنس پوسته	عامل ترميم	جنس زمينه پوشش	محقق (سال)
پوشش های حاوی 10 درصد وزنی میکروکپسول حاوی روغن تانگ تهیه شدند.در آزمون خوردگی مدت زمان شکست پوشش خودترمیم شونده سه مرتبه کمتر از پوشش معمولی میباشد. پس از 150 روز از آزمون خوردگی حدود 83 درصد از پوشش خودترمیم شونده دچار خوردگی نشده بود.	Accelerated Corrosion Testing	Steel- reinforced cement	PUF	ТО	Epoxy resin	Chen (2017) [55]
اثر پارامترهایی نظیر جرم مولکولی PVA سرعت اختلاط و دمای واکنش بر خواص میکروکپسولهای حاوی روغن بزرگ بررسی شد. پوششهای حاوی میکروکپسولهای روغن بزرک خاصیت خودترمیم بسیار خوبی نسبت به پوششهای اپوکسی شاهد از خود نشان دادند.	SEM	Steel	PUF	LO	Epoxy resin	Lang (2017) [56]
میکروکپسولهای حاوی اپوکسی رقیق شده با عامل رقیق کننده فعال با متوسط قطر حدود 2 میکرومتر تهیه شدند. پوششهای ضدخوردگی حاوی 10 درصد وزنی میکروکپسول حاوی اپوکسی تهیه شد. واکنش بین اپوکسی رها شده از میکروکپسولها و هاردنر موجود در ماتریس پوشش موجب فراهم شدن خاصیت خودترمیم و ضدخوردگی در محلهای آسیبدیده می گردد.	EIS, Salt spray	Steel	PUF	Epoxy (EPL 1012 ^R)	Epoxy resin	Safaei (2017) [41]
نانوحاملهایی با متوسط اندازه 100-60 نانومتر با هسته نانوذرات SiO2 و پوسته پلی- الکترولیت کیتوسان و آلیژینات تهیه شد. بازدارنده PASP در بین لایههای یوسته						

EIS, Salt spray, Qian محبوس شد، تهیه نانوحاملها با روش ته Q235MS SiO_2 PASP Epoxy resin SEVT (2017) [31] نشست لايه لايه پلىالكتروليت انجام شد. رهایش بازدارنده PASP در سطح آسیبدیده موجب حفاظت فولاد در برابر خوردگی می-شود. میکروکپسول های حاوی روغن تانگ با پوسته PSF با متوسط اندازه 130 میکرومتر با روش تبخير حلال تهيه شدند. بررسی خواص خودترمیمی و خودروان-کنندگی پوششهای تهیه شده به ترتیب با آزمونهای خوردگی و تربیولوژی نشان داد Li (2017) [57] پوشش حاوی 10 درصد وزنی دارای خواص EIS Metal PSF то Epoxy resin بهینه میباشند. میکروکپسولها عملکرد ضدخوردگی بسیار عالی از خود نشان دادند که این امر به دلیل تشكيل لايه پليمري پيوند عرضي شده بعد از رهایش روغن تانگ از میکروکپسولهای شکسته شده میباشد.

خلاصه نتایج به دست آمده	روش ارزیابی خوردگی	فلز بستر	جنس پوسته	عامل ترميم	جنس زمينه پوشش	محقق (سال)
نانوکامپوزیت پوششرهای اپوکسی خودترمیمشونده حاوی نانوذرات سیلیس اصلاح شده با عوامل GPTMS و APTES و میکروکپسولهای حاوی عوامل ترمیم تهیه شدند.						
پوششهای اپوکسی حاوی 10 درصد وزنی میکروکپسولهای POT و 3 درصد وزنی نانوذرات سیلیس اصلاح شده با GMS، بهترین خاصیت ضدخوردگی را از خود نشان دادند (بررسی عملکرد خوردگی در الکترولیت حاوی 5 درصد وزنی NaCl به مدت 96 ساعت).	Cyclic ,voltammetry salt spray, Visual inspection	Steel	PUF	POT ETA DEA	Epoxy resin	Kongparakul (2017) [42]
حضور میکروکپسولهای POT و نانوذرات سیلیس اصلاح شده با GMS موجب کاهش نفوذپذیری پوشش نسبت به اکسیژن می- گردد.						
اثر ضخامت پوشش بر استحکام چسبندگی و مقاومت خوردگی پوشش ها مورد بررسی قرار گرفت. پوشش های اپوکسی حاوی 10 درصد وزنی میکروکپسول PUF حاوی روغن تانگ در مقایسه با پوشش های اپوکسی نازک حاوی 0 درصد وزنی، مقاومت بهتری نسبت به خوردگی از خود نشان میدهند. پوشش های اپوکسی حاوی10 درصد وزنی میکروکپسول وزنی میکروکپسول، استحکام چسبندگی مشابهی داشتند. نتایج آزمون خوردگی نشان داد آرماتورهای فولادی با پوشش خودترمیم شونده تعبیه شده در بتن، بیشتر از نمونه های فولادی با پوشش معمولی، در برابر محیط فولادی با پوشش معمولی، در برابر محیط خورنده دوام میآورند.	Salt spray	Steel	PUF	ТО	Epoxy resin	Weishaar (2018) [43]
آمین به عنوان عمل ترمیم تهیه شدند. بازده ترمیم 61.61و 45.99 درصد را برای پوششهای حاوی 2و 5درصد وزنی میکروکپسول نشان داد.	EIS	Metal	Polyurea	HMDA	Epoxy resin	Ma (2019) [44]
پوششهای اپوکسی خودترمیم شونده حاوی 10 درصد وزنی میکروکپسولهای PMMA اصلاح شده با HMDA تهیه شد. اصلاح شیمیایی سطح میکروکپسولها موجب بهبود چسبندگی بین سطحی میکروکپسولها با ماتریس اپوکسی می گردد، از این رو عملکرد خودترمیمی افزایش مییابد.	EIS	Steel	PMMA	LO	Epoxy resin	Navarchian (2019) [45]
میکروکپسول های PUF حاوی روغن تانگ با میانگین قطر 8.5 میکرومتر تهیه شدند. نتایج	EIS Salt spray	AA2024 alloy	PUF	ТО	Epoxy resin	Li (2021) [46]

خلاصه نتایج به دست آمده	روش ارزیابی خوردگی	فلز بستر	جنس پوسته	عامل ترميم	جنس زمينه پوشش	محقق (سال)
آزمون TGA نشان داد محتوی هسته						
میکروکپسولهای PUF حدود 33 درصد می-						
باشد.						
پوششهای اپوکسی خودترمیمشونده حاوی5						
درصد وزنی میکروکپسولهای PUF مقاومتی						
بیش از Ω·cm² در برابر خوردگی از خود						
نشان میدهند. این میزان مقاومت در برابر						
خوردگی، حدود Ω·cm² 10 ³ بالاتر از مقاومت						
پوششهای اپوکسی خالص است.						
پوششهای اپوکسی خودترمیم _ا شونده را با 						
استفاده از ترکیبات آمینی مختلف به عنوان						
عوامل ترمیم تهیه کردند.						
پوششهای اپوکسی حاوی 2.5، 5، 10 و 15						
wt% میکروکپسولهای PUF تهیه شدند.						
آزمون،های اسپری نمک نشان داد که						
پوششهای حاوی PDMS-a و PDMS-	FIG					California an
a/TETA حفاظت بهتری از بستر فلزی	Salt spray	Steel	PUF	PDMS-a	Epoxy resin	(2021) [47]
داشتند.	1 2					
مشاهده شد که عملکرد حافظتی پوشش از						
بستر فلزى تحت تأثير افزايش كسر وزنى						
میکروکپسولها و دمای پخت قرار می گیرد.						
به طور کلی افزودن 15 درصد میکروکپسول						
با پخت در دمای ℃60، اثر حفاظتی بهتری را						
نشان داد.						

7- Abbreviation:

Aluminum alloy (AA), Aminated-polydimethylsiloxane (PDMS-a), Corrosion inhibitor (CI), Carbon steel (CS), Electrochemical impedance spectroscopy (EIS), Layer-by-layer deposition (LbL), Layered double hydroxide (LDH), Mild steel (MS), Optical microscope (OM), Phenolformaldehyde (PF), Polyurethane (PU), Scanning electrochemical microscope (SECM), Scanning electron microscope (SEM), Scanning ion-selective electrode technique (SIET), Urea-formaldehyde (UF), Xray photoelectron spectroscopy (XPS), Si [OSn(n-C4H9)2OOCCH3]4 (TKAS), Dimethyldineodecanoate (DMDNT), Hexamethylene diisocyanate (HDI), Hexamethylene diamine (HMDA), Poly(ecaprolactone) (PCL), Polysulfone (PSF), tetraethylenepentamine (TEPA), (3-glycidoxypropyl)trimethoxysilane (GPTMS), Perfluorooctyl triethoxysilane (POT), ethanolamine (ETA), and diethanolamine (DEA), GPTMS-modified silica (GMS), Ethyl phenylacetate (EPA), ethylenediamine (EDA), Poly methacrylic acid (PMAA), Poly Nisopropylacrylamide (PNIPAM), poly(ethylene glycol) methacrylate (PPEGMA), Linseed oil (LO), Cobalt octoate (Co-octoate), (ODA), octadecylamine mercaptobenzothiazole (MBT), Ethylenediamine (EDA), Tung oil (TO), Triethylene tetramine (TETA), Perfluorooctyl triethoxysilane (POTS), Superabsorbent Polymers (SAP), methacryloxypropyl-terminated polydimethylsiloxane (MAT-PDMS).

6- جمعبندی و نتیجهگیری

یکی از پرکاربردترین روشهای حفاظت از فلزات در مقابل فرآیند خوردگی، پوششدهی سطح تجهیزات فلزی با پلیمرها میباشد. پوششهای اپوکسی به دلیل ویژگیها و مزایای منحصر به فردی که دارند در صنایع تولید پوشش به طور گستردهای مورد توجه قرار گرفتهاند. بررسیها نشان میدهد آسیبهایی از نوع میکروترک موجب افت خواص و کارایی پوششهای اپوکسی در کاربردهای ساختاری این ترکیبات می شود. به همین منظور ایجاد خاصیت خودترميمي به طور خودكار و بدون مداخله بشر موجب افزايش طول عمر و کارایی این پوششها در محیطهای در معرض خوردگی میشود. بررسی مطالعات انجام شده در زمینهی پوششهای خودترمیم شونده نشان میدهد جاسازی میکروکپسول های پلیمری یا معدنی حاوی عوامل ترمیم علاوه بر ایجاد خاصیت خودترمیمی موجب افزایش مقاومت این پوششها در مقابل نفوذ عوامل خورنده به سطح فلز میشوند و از این رو خاصیت ضدخوردگی پوشش-های خودترمیم شونده نسبت به پوشش های معمولی افزایش می یابد. به نظر می سد توسعه یوشش های هوشمند خودترمیم شونده بر پایه رزین ایوکسی با افزایش طول عمر و کاهش هزینههای ترمیم پوششهای آسیبدیده، میتواند گامی هرچند کوچک در مسیر توسعه حفاظت از فلزات در کاربرهای ساختاری این مواد بردارد.

- [21] Wang, H., & Zhou, Q., "Evaluation and failure analysis of linseed oil encapsulated self-healing anticorrosive coating", Progress in Organic Coatings, Vol. 118, pp. 108-115, 2018.
- [22] Li, H., Cui, Y., Li, Z., Zhu, Y., & Wang, H., "Fabrication of microcapsules containing dual-functional tung oil and properties suitable for self-healing and self-lubricating coatings", Progress in Organic Coatings, Vol. 115, pp. 164-171, 2018.
- [23] Blaiszik, B. J., Sottos, N. R., & White, S. R., "Nanocapsules for self-healing materials" Composites Science and Technology, Vol. 68, No. 3-4, pp.978-986, 2008.
- [24] Hasanzadeh, M., Shahidi, M., & Kazemipour, M., "Application of EIS and EN techniques to investigate the self-healing ability of coatings based on microcapsules filled with linseed oil and CeO2 nanoparticles", Progress in Organic Coatings, Vol. 80, pp. 106-119, 2015.
- [25] Suryanarayana, C., Rao, K. C., & Kumar, D., "Preparation and characterization of microcapsules containing linseed oil and its use in self-healing coatings', Progress in organic coatings, Vol. 63, No. 1, pp. 72-78, 2008.
- [26] Tatiya, P. D., Hedaoo, R. K., Mahulikar, P. P., & Gite, V. V., "Novel polyurea microcapsules using dendritic functional monomer: synthesis, characterization, and its use in self-healing and anticorrosive polyurethane coatings", Industrial & Engineering Chemistry Research, Vol. 52, No. 4, pp. 1562-1570, 2013.
- [27] Jadhav, R. S., Hundiwale, D. G., & Mahulikar, P. P. "Synthesis and characterization of phenol - formaldehyde microcapsules containing linseed oil and its use in epoxy for self - healing and anticorrosive coating", Journal of applied polymer science, Vol. 119, No. 5, pp. 2911-2916, 2011.
- [28] Huang, M., & Yang, J., "Facile microencapsulation of HDI for selfhealing anticorrosion coatings", Journal of materials chemistry, Vol. 21, No. 30, pp. 11123-11130, 2011.
- [29] Li, H., Cui, Y., Wang, H., Zhu, Y., & Wang, B., "Preparation and application of polysulfone microcapsules containing tung oil in selfhealing and self-lubricating epoxy coating", Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, Vol. 518, pp. 181-187, 2017.
- [30] Ng, S. L., Such, G. K., Johnston, A. P., Antequera-García, G., & Caruso, F., "Controlled release of DNA from poly (vinylpyrrolidone) capsules using cleavable linkers", Biomaterials, Vol. 32, No. 26, pp. 6277-6284, 2011.
- [31] Qian, B., Song, Z., Hao, L., Wang, W., & Kong, D., "Self-Healing Epoxy Coatings Based on Nanocontainers for Corrosion Protection of Mild Steel", Journal of The Electrochemical Society, Vol. 164, No. 2, C54-C60, 2017.
- [32] Al-Maadeed, M. A. S., Vijayan P, P. "TiO2 nanotubes and mesoporous silica as containers in self-healing epoxy coatings", Scientific reports, Vol. 6, No. 1, pp. 38812 (1-9), 2016.
- [33] Ahangaran, F., Hayaty, M., Navarchian, A. H., Pei, Y., & Picchioni, F., "Development of self-healing epoxy composites via incorporation of microencapsulated epoxy and mercaptan in poly (methyl methacrylate) shell", Polymer Testing, Vol. 73, pp. 395-403, 2019.
- [34] Pulikkalparambil, H., Siengchin, S., & Parameswaranpillai, J., "Corrosion protective self-healing epoxy resin coatings based on inhibitor and polymeric healing agents encapsulated in organic and inorganic micro and nanocontainers", Nano-structures & nanoobjects, Vol. 16, pp. 381-395, 2018.
- [35] Cho, S. H., White, S. R., & Braun, P. V., "Self healing polymer coatings", Advanced Materials, Vol. 21, No. 6, pp. 645-649, 2009.
- [36] Samadzadeh, M., Boura, S. H., Peikari, M., Ashrafi, A., & Kasiriha, M., "Tung oil: An autonomous repairing agent for self-healing epoxy coatings", Progress in Organic Coatings, Vol.70, No. 4, pp. 383-387, 2011.
- [37] García, S. J., Fischer, H. R., White, P. A., Mardel, J., González-García, Y., Mol, J. M. C., & Hughes, A. E., "Self-healing anticorrosive organic coating based on an encapsulated water reactive silyl ester: synthesis and proof of concept", Progress in Organic Coatings, Vol. 70, No. 2, pp. 142-149, 2011.

- 8 -مراجع
- Yabuki, A., "Particle-induced damage and subsequent healing of materials: Erosion, corrosion and self-healing coatings", Advanced Powder Technology, Vol. 22, No. 3, pp. 303-310, 2010.
- [2] Cho, S. H., Andersson, H. M., White, S. R., Sottos, N. R., & Braun, P. V., "Polydimethylsiloxane - based self - healing materials", Advanced Materials, Vol. 18, No. 8, pp. 997-1000, 2006.
- [3] Li, G., & Meng, H., "Recent Advances in Smart Self-Healing Polymers and Composite" Elsevier, 2015.
- [4] Shi, X., Fernando, B. D., & Croll, S. G., "Concurrent physical aging and degradation of crosslinked coating systems in accelerated weathering", Journal of Coatings Technology and Research, Vol. 5, No. 3, pp. 299-309, 2008.
- [5] Burnett, P. J., & Rickerby, D. S., "The relationship between hardness and scratch adhesion", Thin solid films, Vol. 154, No. 1-2, pp. 403-416, 1987.
- [6] Ghosh, S. K., "Self-healing materials: fundamentals, design strategies, and applications", John Wiley & Sons, 2009.
- [7] Tian, Q., Yuan, Y. C., Rong, M. Z., & Zhang, M. Q, "A thermally remendable epoxy resin", Journal of Materials Chemistry, Vol. 19, No. 9, pp.1289-1296, 2009.
- [8] Chujo, Y., Sada, K., & Saegusa, T., "Polyoxazoline having a coumarin moiety as a pendant group. Synthesis and photogelation", Macromolecules, Vol. 23, No. 10, pp. 2693-2697, 1990.
- [9] Yabuki, A., & Sakai, M., "Self-healing coatings of inorganic particles using a pH-sensitive organic agent", Corrosion Science, Vol. 53, No. 2, pp. 829-833, 2011.
- [10] Rahmathullah, M. A. M., & Palmese, G. R., "Crack healing behavior of epoxy-amine thermosets", Journal of applied polymer science, Vol. 113, No. 4, pp. 2191-2201, 2009.
- [11] Cho, S. H., Andersson, H. M., White, S. R., Sottos, N. R., & Braun, P. V., "Polydimethylsiloxane - based self - healing materials", Advanced Materials, Vol. 18, No. 8, pp. 997-1000, 2006.
- [12] Blaiszik, B. J., Kramer, S. L., Olugebefola, S. C., Moore, J. S., Sottos, N. R., & White, S. R., "Self-healing polymers and composites", Annual review of materials research, Vol. 40, pp. 179-211, 2011.
- [13] Ahangaran, F., & Navarchian, A. H., "A review of recent studies on self-healing smart composites for application in dentistry", Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 6, pp. 435-450, 2019.
- [14] Ahangaran, F., Navarchian, A. H., & Picchioni, F., "Material encapsulation in poly (methyl methacrylate) shell: A review", Journal of applied polymer science, Vol. 136, No. 41, pp. 48039 (1-21), 2019.
- [15] Ahangaran, F., Microencapsulation: Solvent evaporation, Elsevier, 2022.
- [16] Ahangaran, F., & Navarchian, A. H., "Towards the development of self-healing and antibacterial dental nanocomposites via incorporation of novel acrylic microcapsules", Dental Materials, Vol. 38, No. 5, pp. 858-873, 2022.
- [17] Ahangaran, F., Hayaty, M., Navarchian, A. H., & Picchioni, F., "Micromechanical assessment of PMMA microcapsules containing epoxy and mercaptan as self-healing agents", Polymer Testing, Vol. 64, pp. 330-336, 2017.
- [18] Shi, X., Nguyen, T. A., Suo, Z., Liu, Y., & Avci, R., "Effect of nanoparticles on the anticorrosion and mechanical properties of epoxy coating", Surface and Coatings Technology, Vol. 204, No.3, pp. 237-245, 2009.
- [19] Zhang, M. Q., Rong, M. Z., Yu, S. L., Wetzel, B., & Friedrich, K., "Improvement of tribological performance of epoxy by the addition of irradiation grafted nano - inorganic particles", Macromolecular materials and engineering, Vol. 287, No. 2, pp. 111-115, 2002.
- [20] Yamini, S., & Young, R. J., "Stability of crack propagation in epoxy resins", Polymer, Vo. 18, No.10, pp. 1075-1080, 1977.

Concrete", ACS Sustainable Chemistry & Engineering, Vol. 5, No. 5, pp. 3955-3962, 2017.

- [56] Lang, S., & Zhou, Q., "Synthesis and characterization of poly (ureaformaldehyde) microcapsules containing linseed oil for self-healing coating development", Progress in Organic Coatings, Vol. 105, pp. 99-110, 2017.
- [57] Li, H., Cui, Y., Wang, H., Zhu, Y., & Wang, B., "Preparation and application of polysulfone microcapsules containing tung oil in selfhealing and self-lubricating epoxy coating", Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, Vol. 518, pp. 181-187, 2017.
- [38] Liu, X., Zhang, H., Wang, J., Wang, Z., & Wang, S., "Preparation of epoxy microcapsule based self-healing coatings and their behavior", Surface and Coatings Technology, Vol. 206, No. 23, pp. 4976-4980, 2012.
- [39] Siva, T., & Sathiyanarayanan, S., "Self-healing coatings containing dual active agent loaded urea formaldehyde (UF) microcapsules", Progress in Organic Coatings, Vol. 82, pp. 57-67, 2015.
- [40] Szabó, T., Telegdi, J., & Nyikos, L., "Linseed oil-filled microcapsules containing drier and corrosion inhibitor–Their effects on self-healing capability of paints", Progress in Organic Coatings, Vol. 84, pp. 136-142, 2015.
- [41] Safaei, F., Khorasani, S. N., Rahnama, H., Neisiany, R. E., & Koochaki, M. S., "Single microcapsules containing epoxy healing agent used for development in the fabrication of cost efficient selfhealing epoxy coating", Progress in Organic Coatings, Vol. 114, pp. 40-46, 2018.
- [42] Kongparakul, S., Kornprasert, S., Suriya, P., Le, D., Samart, C., Chantarasiri, N., & Guan, G., "Self-healing hybrid nanocomposite anticorrosive coating from epoxy/modified nanosilica/perfluorooctyl triethoxysilane", Progress in Organic Coatings, Vol. 104, pp. 173-179, 2017.
- [43] Weishaar, A., Carpenter, M., Loucks, R., Sakulich, A., & Peterson, A. M., "Evaluation of self-healing epoxy coatings for steel reinforcement", Construction and Building Materials, Vol. 191, pp. 125-135, 2018.
- [44] Ma, Y. X., Zhang, Y., Liu, J. T., Li, M. Y., & Xu, Y. Q., "Selfhealing epoxy coating modified by double-walled microcapsules based polyurea for metallic protection", In Key Engineering Materials, Trans Tech Publications Ltd , Vol. 821, pp. 313-320, 2019.
- [45] Navarchian, A.H., Najafipoor, N., Ahangaran, F., "Surfacemodified poly(methyl methacrylate) microcapsules containing linseed oil for application in self-healing epoxy-based coatings", Progress in Organic Coatings, Vol. 132, pp. 288-297, 2019.
- [46] Li, J., Shi, H., Liu, F., & Han, E. H., "Self-healing epoxy coating based on tung oil-containing microcapsules for corrosion protection", Progress in Organic Coatings, Vol. 156, pp. 106236, 2021.
- [47] Schlemper, D. M., & Pezzin, S. H., "Self-healing epoxy coatings containing microcapsules filled with different amine compounds–A comparison study", Progress in Organic Coatings, Vol. 156, pp. 106258, 2021.
- [48] Huang, M., Zhang, H., & Yang, J., "Synthesis of organic silane microcapsules for self-healing corrosion resistant polymer coatings", Corrosion Science, Vol. 65, pp. 561-566, 2012.
- [49] Pilbáth, A., Szabó, T., Telegdi, J., & Nyikos, L., "SECM study of steel corrosion under scratched microencapsulated epoxy resin", Progress in Organic Coatings, Vol. 75, No.4, pp. 480-485, 2012.
- [50] Boura, S. H., Peikari, M., Ashrafi, A., & Samadzadeh, M., "Selfhealing ability and adhesion strength of capsule embedded coatings—Micro and nano sized capsules containing linseed oil", Progress in Organic Coatings, Vol. 75, No. 4, pp. 292-300, 2012.
- [51] Huang, M., & Yang, J., "Salt spray and EIS studies on HDI microcapsule-based self-healing anticorrosive coatings", Progress in Organic Coatings, Vol. 77, No. 1, pp. 168-175, 2014.
- [52] Luo, X., & Mather, P. T., "Shape memory assisted self-healing coating", ACS Macro Letters, Vol. 2, No. 2, pp. 152-156, 2013.
- [53] Behzadnasab, M., Esfandeh, M., Mirabedini, S. M., Zohuriaan-Mehr, M. J., & Farnood, R. R., "Preparation and characterization of linseed oil-filled urea–formaldehyde microcapsules and their effect on mechanical properties of an epoxy-based coating", Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, Vol. 457, pp. 16-26, 2014.
- [54] Yi, H., Deng, Y., & Wang, C., "Pickering emulsion-based fabrication of epoxy and amine microcapsules for dual core selfhealing coating", Composites Science and Technology, Vol. 133, pp. 51-59, 2016.
- [55] Chen, Y., Xia, C., Shepard, Z., Smith, N., Rice, N., Peterson, A. M., & Sakulich, A., "Self-Healing Coatings for Steel-Reinforced

نشریه علمی پژوهشی





قالب پیشنویس مقاله برای نشریه علوم و فناوری کامپوزیت با بکارگیری امکانات استایل (سبک) در نرمافزار وُرد (استایل عنوان)

نام و نامخانوادگی نگارنده اول¹، نام و نامخانوادگی نگارنده دوم^{2*}، نام و … نگارنده سوم³، …. (استایل نویسندگان)

1- مرتبه علمي نگارنده، رشته تخصصي، نام سازمان، نام شهر (استايل مشخصات نويسندگان)

2- دانشیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت، تهران

3- دانشجوي دكترا، مهندسي مكانيك، دانشگاه تربيت مدرس، تهران

* شهر، صندوق پستى 13114-16846، پست الكترونيكى نويسنده عهدهدار مكاتبات (استايل مشخصات نويسندگان)

چکیده (سبک عنوان چکیده)
در این قالب (تمپلیت)، شیوهی تهیهی سریع ساختار مقاله با استفاده از امکانات استایل (سبک) نرمافزار وُرد برای مجله علمی پژوهشی
علوم و فناوری کامپوزیت شرح داده شده است. روش قالببندی مقاله، بخشهای مختلف آن، انواع قلمها و اندازه آنها، بهطور کامل در
استایلها تهیه شده است و کافی است نویسندگان با کپی کردن متن مقاله و چسباندن (پِیست) آن در بخشهای مختلف و انتخاب استایل
مربوط، مقاله خود را تهیه نمایند. نویسندگان محترم مقالات باید توجه داشته باشند، مجله از پذیرش مقالاتی که خارج از این قالب تهیه
شده باشند، معذور است. برای آمادهسازی مقاله از همین فایل و کمک گرفتن از نوار ابزار «استایلها» (Styles) استفاده کنید. توجه شود
که از نسخه ورد 2010 برای نگارش مقالات استفاده شود تا هماهنگیهای لازم بین کاربران نظیر سردبیر، دبیر تخصصی، داور و ویراستار
برقرار گردد. چکیده برای مقاله پژوهشی کامل حداقل 180 و حداکثر شامل 250 کلمه میباشد. چکیده باید بهطور صریح و شفاف، موضوع و هدف پژوهش، روشهای انجام و نتایج آن را مطرح کند. در چکیده از ذکر جزئیات کار، شکلها، جدولها، فرمولها، مراجع و پاورقی پرهیز شود. لازم به ذکر است که حداقل 15 درصد از مراجع استفاده شده در مقاله باید از مجلات علمی-پژوهشی داخل کشور انتخاب شود.

A template for preparing papers in journal of science and technology of composites using styles in microsoft word (Style: English Title)

Name Surname¹, Fathollah Taheri-Behrooz^{2*}, Davoud Shahgholian³, ... (Style: Authors)

1- Name of the Department, University Name, City, Country.

2- School of Mechanical Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

3- Department of Mechanical Engineering, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran

* P.O.B. 16846-13114, Tehran, Iran, email@address.ac.ir (Style: Authors' Affiliation)

Between 3 and 5 words, with separator comma (Style: Keywords), As: Composites, Foam, Shear, Deflection

Keywords (Style: Keywords Title)

Abstract (Style: Abstract Title)

The abstract should briefly summarize the main contents of your contribution. It must be limited between 180 to 250 words for full research paper. The abstract should include a definition of the problem, assumptions, method of solution, summary of results. It should clearly state the objective, results and the conclusion of the work. Please do not insert any picture, diagram, table, references and other media material in your abstract. (**Style: Abstract**)

کپی و سپس چسباندن(پِیست²) متن خود در این فایل، سبک³ مربوط را انتخاب نمایید. همچنین در هر قسمت از مقاله پس از پِیست کردن متن میتوانید از مسیر زیر، به طور مستقیم سبک مربوط را اعمال فرمایید: Paste option → match with Destination format

1-مقدمه (سبک عنوان سطح 1)

برای آمادهسازی مقاله خود از همین قالب (تمپلیت¹) استفاده نمایید. نوع صفحه و فواصل از اطراف، در این قالب تنظیم شده است. کافی است نویسندگان محترم، یک کپی از این فایل را در قسمتی از رایانه ذخیره نمایند. پس از آن با

¹ Template ² Paste

برای ارجاع به مقاله از عبارت زیر استفاده کنید:

د کامپوزیت

³ Style

Please cite this article using:

Avand, R., Ghaderi Hamidi, A., Pourabdoli, M., "Feasibility of Production of an Iron-base Metal Matrix Composite by Infiltration of molten Gray Cast Iron into a 304 Stainless Steel Porous Skeleton", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 8, No. 2, pp. 1479-1493, 2021. https://doi.org/10.22068/JSTC.2021.527470.1715

پاراگرافهای دوم به بعد در هر عنوان با فرورفتگی به اندازهی 5 میلیمتر از شروع سطر و بدون فاصله پس یا پیش از پاراگراف است.

موقع استفاده از علایمی نظیر ، : . ؛ و غیره، به خاطر داشته باشید که کلیهی این علایم بدون فاصله از حرف قبلی و با یک فاصله از حرف بعدی نوشته میشوند.

حداکثر صفحات پیشنویس مقاله 15 صفحه (با رعایت قالب فعلی) است. (استایل متن اصلی)

$(3 \ e^{-1})$ اشاره به مراجع (استایل عنوان سطح $2 \ e^{-1}$

اشاره به مراجع با علامت [1] در متن مقاله شروع می شود و بقیه مراجع نیز به ترتیب ادامه می ابند. مراجع باید به ترتیب ارجاع در متن شماره گذاری شوند و نمی توان به مرجع شماره 4 زودتر از مرجع شماره 3 اشاره کرد. در اشاره به چند منبع پشت سر هم، به جای ذکر تک تک آنها می توان یک جا اشاره کرد [3-6] و برای اشاره به دو یا چند منبع غیر متوالی در داخل براکت از جداکننده کاما استفاده می شود [7،5،3].

از ارجاع به مراجع به صورت: "در این موضوع محققان بسیاری تحقیق نمودهاند [2-15]" خودداری شود. در مقالههای پژوهشی ارجاع باید به طور عمده در بخشهای اصلی مقاله صورت گیرد. مراجعی که فقط در مقدمه آورده شدهاند در واقع مرجع پژوهش نیستند و تعداد آنها باید اندک باشد. -1-2اعداد و کلمات انگلیسی (استایل عنوان سطح 2 و 3)

در مقاله یفارسی استفاده از کلمات انگلیسی¹ مجاز نیست و حتماً باید معادل فارسی آنها را در متن مقاله به کار برد. در صورت لزوم، اصل انگلیسی کلمات به صورت زیرنویس اشاره شود.

در راستای نمایه شدن مجله در پایگاههای معتبر استنادی بینالمللی، بایستی تمامی اعداد مقاله به صورت انگلیسی تایپ شوند و از به کار بردن ممیز فارسی خودداری شود. به طور مثال 1.2 صحیح و 1/2 غلط می باشد.

اشاره به زیرنویس در هر صفحه از مقاله با عدد 1 شروع میشود. باید توجه کرد که از زیرنویس وقتی استفاده میشود که اولینبار آن کلمه در متن مقاله استفاده میشود و در دفعات بعدی نیازی به تکرار زیرنویس نیست.

2-شكلها، نمودارها و جدولها (استایل عنوان سطح 1)

شکلها، جدولها و نمودارها نیز با فرمت دوستونی در مقاله درج میشوند. در صورتیکه نتوان آنها را در اندازه یک ستون رسم نمود، و شکل مطلوب بیش از عرض یک ستون را اشغال کند، در بالا یا پایین صفحه و بعد از محل ارجاع درج می شوند. (استایل متن اصلی)

1-2- شكلها و نمودارها (استايل عنوان سطح 2 و 3)

نکات کلی که باید در ترسیم شکلها به آن دقت شود، عبارت است از:

- در راستای نمایه شدن مجله در پایگاههای معتبر استنادی بینالمللی، شکلها و نمودارها باید دارای هر دو عنوان فارسی و انگلیسی باشند. عنوان شکلها در زیر شکل قرار می گیرند (عنوان شکل به صورت انگلیسی در زیر شکل و سپس عنوان فارسی در زیر عنوان انگلیسی قرار می گیرد).
- عنوان فارسی شکل بایستی به صورت راستچین و عنوان انگلیسی شکل بایستی به صورت چپچین باشد.
- به همه شکل ها و نمودارها در مقاله باید اشاره کرد. اشاره به شکل ها در متن، با ذکر شماره شکل و همان سایز متن مقاله و بدون پرانتز است. مگر در پایان جمله که در این حالت در داخل پرانتز اشاره می شود.

- شکلها و نمودارها در هر صفحه در بالا و یا پایین هر ستون بعد از اولین ارجاع به آن جانمایی شوند. برای این منظور، پس از کلیک روی شکل از مسیر زیر محل آن را در مکانهای ذکر شده، مشخص نمایید: Picture Tools -> Format -> Arrange -> Position
 - محورهای مختصات فقط با پارامتر توصیف میشوند.
- عناوین افقی و عمودی شکلها اگر بصورت بدون بعد باشند، غیرایتالیک میآیند. در غیراینصورت پارامترها بصورت ایتالیک میآیند(توجه شود واحدها همواره در کل شکلها، نمودارها و متن مقاله بصورت غیرایتالیک میآیند).
- و اندازه قلم محور شکلها تایمز نیو رومن² با اندازه 9pt است و نوع و اندازه قلم متون داخل شکلها تایمز نیو رومن با اندازه 8pt است.
- شکلها با زمینه سفید (زمینه خاکستری و یا رنگی نباشد) و بدون قاب
 اضافی بیرونی و بدون خطوط افقی و عمودی (گریدلاین³) رسم می شود.
- مجله بهصورت سیاه و سفید چاپ میشود. بنابراین اجزای شکلها و نمودارها باید به گونهای باشند که در چاپ سیاه و سفید قابل تفکیک باشند. به خصوص در شکلهایی که کانتور رنگی دارند، طیف رنگ استفاده شده باید در چاپ سیاه و سفید قابل تفکیک باشد.
- استفاده از کلمات فارسی در شکلها قابل قبول نمیباشد و کلیه توضیحات، ارقام، ارجاعها و غیره بایستی با استفاده از کلمات و ارقام انگلیسی صورت گیرند. این کلمات و ارقام بایستی با استاندارد یکسان و مناسب در کل شکلهای هر مقاله ارائه گردند.
 - در کلیهی محورهای شکلها باید درجهبندی آنها روبه داخل باشد.
- از نویسندگان محترم درخواست میگردد تا هر شکل و نموداری را به صورت یک مجموعه واحد در مقاله وارد نمایند تا از به همریختگی شکل و توضیحات آن اجتناب شود.

شکل 1، نمونه شکل با کیفیت و مورد تایید مجله را نشان میدهد.

برای توضیحات تکمیلیتر در مورد تهیه شکلها و نمودارها مورد تأیید مجله، به فایل راهنمای تهیه شکلها و نمودارها مراجعه کنید.



Fig. 1 Results of three- point bending test for composite plate شکل 1 نتایج آزمون خمش سه نقطه ورق کامپوزیتی

¹English (Style: Sub Title) ² Times New Roman

نشريه علوم و فناورى كامپوزيت

2-2-جدول ها (استایل عنوان سطح 2 و 3)

نكات كلى كه بايد در ترسيم جدولها به آن دقت شود، عبارت است از:

- جدولها باید دارای هر دو عنوان فارسی و انگلیسی باشند که در بالای جدول قرار می گیرند (عنوان جدول به صورت فارسی بالاتر از عنوان انگلیسی قرار دارد).
- . عنوان فارسی جدول بایستی به صورت راستچین و عنوان انگلیسی جدول بایستی به صورت چپچین باشد.
- جدولها حتى الامكان فقط با سه خط افقى اصلى و بدون خطوط عمودى تنظيم مىشوند.
- به همهی جدولها در مقاله باید اشاره کرد. اشاره به جدولها در متن، با ذکر شماره جدول و همان سایز متن مقاله و بدون پرانتز است. مگر در پایان جمله که در این حالت در داخل پرانتز اشاره می شود.
- جدولها در هر صفحه در بالا و یا پایین هر ستون بعد از اولین ارجاع به آن جانمایی شوند.
 - استفاده از اعداد فارسی در جدولها قابل قبول نمی باشد.
- در صورتی که از جدول های سایر منابع استفاده شود، ذکر شماره مرجع در هر دو عنوان فارسی و انگلیسی جدول ضروری می باشد.
- متون داخل جدولها باید به زبان فارسی و با قلم بینازنین در اندازه 9pt تهیه شوند. استفاده از پارامترهای تعریف شده در جداول بخصوص سرستون ها بلامانع است. اندازه قلم برای پارامترهای انگلیسی و لاتین،7pt با نوع قلم تايمز نيو رومن مىباشد.
- جدولها را به صورت زمینه سفید تهیه نمایید. از زمینههای رنگی و خاکستری در تهیه جدولها پرهیز نمایید.

جدول 1 نمونه صحيح جدول مورد تاييد مجله را نشان مىدهد. برای توضیحات تکمیلیتر در مورد تهیه جدولها مورد تأیید مجله، به فایل راهنمای تهیه شکلها و نمودارها مراجعه کنید.

Table 1 Fonts sizes (Style: Table Title)

جدول 1 اندازه فونتها (استایل: عنوان جدول)

-	لاتين	فارسى		زبان متن
_	تايمز نيو رومن	بىنازنين		نوع قلم
	9	10	عناوین بخشهای سطح 1	اندازه قلم
	8	9	عناوین بخشهای سطح 2	
	9	10	متن اصلی مقاله	
	8	9	عنوان شکلها و جدولها	
	8		متن داخل شکلها	
	7	8	پاورقی و پینوشت	
	8	9	متن در جدولها	
	9	9	فرمولها (*)	
	9		شماره روابط	
	8		مراجع	

(*)فونت فرمول لاتين ميتواند كامبريا مث نيز باشد.

3-روابط و فرمول های ریاضی (استایل عنوان سطح 1)

روابط و فرمولهای ریاضی با استفاده از ابزار معادله¹ موجود در نرمافزار آفیس با قلم کامبریا مث² 9pt و از سمت چپ تایپ میشوند و با شمارهگذاری از یک

مشخص شده و برای اشاره به آنها از شماره فرمول در داخل پرانتز استفاده می شود. یادآور می شود در نسخه های 2007 به بعد نرم افزار آفیس، فونت كامبريا مث بهطور پيش فرض براى نوشتن روابط و فرمول ها بكار رفته و كافى است اندازه آن در ابزار معادله تغییر کند. حتی المقدرو برای تایپ فرمول ها از نرمافزار مثتایپ³ استفاده نشود.

در نوشتن فرمولها رعایت نکات زیر الزامی است:

1- در فرمولنویسی پارامترها و متغیرها به صورت ایتالیک میآیند، ولی اعداد، كلمات، توابع مشخص و واحدها به صورت غيرايتاليك مىآيند.

2- در صورتی که فرمول طولانی باشد و طول آن از یک سطر تجاوز کند، باید در جای مناسب شکسته شده و ادامه فرمول در سطر بعدی آورده شود و از فشرده کردن آن پرهیز شود.

3- وقتی ادامه فرمول در سطرهای بعدی آورده می شود، باید از سطر دوم به بعداز سمت چپ فرورفتگی داشته باشد.

4- شماره هر فرمول در گوشه سمت راست آخرین سطر فرمول درج می شود و در صورتی که در سطر آخر برای نوشتن شماره فرمول جا نباشد، در گوشه سمت راست سطر بعد نوشته می شود.

5- دقت شود از نقطه مميز يا همان نقطه پايان جمله (a.b) به جاي نقطه ضرب (a·b) استفاده نشود.

$$\overline{Q_{11}^{K}} = Q_{11}^{K} \cos^{4} \theta^{k} + 2(Q_{12}^{K} + Q_{66}^{K}) \sin^{2} \theta^{k} \cos^{2} \theta^{k} + Q_{22}^{K} \sin^{4} \theta^{k}$$
(1)

$$\Pi = \int_{t_0}^{t_1} \sum_{i=1}^{N_0} (T_i - U_i + W_i) dt$$
(2)

$$\varepsilon_{xy}^{0} = \frac{\partial v}{\partial x} + \frac{\partial u}{\partial y}$$
(a-3)

4-قواعد نوشتاری (استایل عنوان سطح 1)

تلاش شود در متن مقاله از جملات رسا، گویا و کوتاه استفاده شود و از نوشتن جملات تودرتو پرهیز شود. جداسازی اجزای مختلف یک جمله نیز نقش زیادی در فهم آسان آن دارد. درستی نوشتار بر پایهی املای زبان پارسی ضروری است. در این بخش، برخی از موارد اشتباه متداول یادآوری می شود.

در افعال حال و گذشته استمراری باید دقت شود که «می» از جزء بعدی فعل جدا نماند. برای این منظور از «فاصله ی متصل» استفاده کنید. برای نوشتن فاصلهی متصل از «کلید Ctrl» به همراه «کلید -» استفاده کنید. همچنین دقت کنید که جزء «می» و جزء بعدی فعل را بهصورت یکپارچه ننویسید. بنابراین «می شود» و «میشود» اشتباه، و درست آن «می شود» است.

در مورد «ها»ی جمع نیز دقت کنید که از کلمهی جمع بسته شده جدا نوشته شود. برای جدانویسی نیز از فاصلهی متصل استفاده کنید. مثلاً «شکل ها» را بهصورت «شکلها» بنویسید. جمع بستن کلمات پارسی یا لاتین با قواعد زبان عربی اشتباه است. بنابراین، «پیشنهادات» و «ساتید» اشتباه و درست آنها «پیشنهادها» و «استادان» است.

1-4- علايم، نشانهها و ارقام (استايل عنوان سطح 2 و 3)

از علایم و نشانه های متداول در زبان فارسی و همچنین از علایم و نشانه های به کار رفته در متون مهندسی مکانیک می توان استفاده نمود. استفاده از ممیز

نشريه علوم و فناوري كامپوزيت

¹ Insert -> Symbols -> Equation ² Cambria Math

³ Math Type
فارسی خطر بههم ریختگی اعداد را دارد و استفاده از آن به هیچ وجه مجاز نیست. اندازه و قلم علایم در داخل فرمول و در داخل متن و در لیست علایم باید دقیقا یکسان باشد.

در صورت نیاز، لیست علایم و نشانهها، در انتهای مقاله و پیش از مراجع درج میشود. این لیست بهصورت جدول دوستونی و ترتیب الفبایی تنظیم شده و هر سطر به ترتیب شامل نماد و شرح (و ابعاد) آن است. مثال:

5- فهرست علائم (استایل عنوان سطح 1)

6- تقدیر و تشکر و پیوستها (استایل عنوان سطح 1)

در صورت وجود تقدیر و تشکر و پیوست در مقاله، به ترتیب در انتهای مقاله و پس از لیست علایم و نشانهها آورده میشود. باید به پیوستها در متن مقاله اشاره و ارجاع شده باشد.

7- مراجع (استایل عنوان سطح 1)

تمامی مراجع با قلم تایمز نیو رومن 8 نوشته می شوند. شماره مرجع داخل کروشه و با ایجاد بیرون زدگی 5 میلی متر از خط دوم هر مرجع، نوشته می شود. نکات زیر را در مرجع نویسی و استفاده از مراجع رعایت نمایید:

- لازم به ذکر است که حداقل 15 درصد از مراجع استفاده شده در مقاله
 باید از مجلات علمی-پژوهشی داخل کشور انتخاب شود.
- نقطه، فاصله، کاما، ساده بودن فونتها در مرجعنویسی باید با همان
 دقتی که در نمونهها به آن اشاره شده است، رعایت شود.
- ✓ مجددا تاکید می شود از ارجاع گروهی به مراجع به صورت: "در این موضوع محققان بسیاری تحقیق نمودهاند [2–10]" خودداری شود.
- ✓ مراجع استفاده شده در مقاله باید قابل دسترس و قابل استفاده برای خوانندگان باشد.
- از ارجاع به مدارک قدیمی، بی ارتباط با اهداف اصلی مقاله و مطالبی که به صورت توضیحات و قوانین آشکار و آشنا برای مهندسان است، خودداری نمایید. به عنوان مثال، "قانون دوم نیوتن بصورت زیر است [5]." این نوع ارجاع <u>نادرست</u> است و کمکی به خواننده در درک مطلب نخواهد داشت.
 - 🗸 از ارجاع به پایاننامههای کارشناسی خودداری نمایید.
 - نام مجلهها و نظایر آن به طور کامل و بدون اختصار آورده شود.

² EndNote

در محل نصب نرمافزار انتقال یابد. این پوشه معمولا در مسیر زیر در دسترس است: Program Files → EndNote X# → Styles برای مراجع فارسی در این نرمافزار کافی است در قسمت زبان³ مرجع، عبارت (In Persian) درج شود.

تذکر: برای نوشتن مراجع می توانید از فایل استایل مخصوص نشریه علوم و فناوری کامیوزیت¹ در نرمافزار اندنُت² استفاده کنید. این فایل از طریق وب-

سایت مجله در دسترس است و برای استفاده از آن کافی است به پوشه استایل،

مقالات در بخش مراجع به ترتیب زیر آورده می شوند:

نام خانوادگی، نام، عنوان، نام مجله، شماره جلد، صفحات ابتدایی و انتهایی و سال انتشار.

(توجه شود حروف اول در عناوین مقالات بخش مراجع همه بزرگ باشند)

 Switzky, H. and Cary, J. W., "Minimum Weight Design of Cylindrical Structures," AIAA Journal, Vol. 1, No. 10, pp. 2330-2337, 1963.

مراجع فارسی زبان باید به صورت معادل انگلیسی آنها درج شده و از عبارت In Persian استفاده شود مانند:

[2] Safarabadi, M., "More Accurate Evaluation of Curing Residual Stress Field Considering Interphase Characteristics," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 1, No. 1, pp. 3-12, 2014.

نام خانوادگی و نام نویسنده، عنوان کتاب و ناشر آن، محل نشر، نوبت چاپ،

شماره صفحه و سال انتشار.

مثال:

[3] Timoshenko, S., "Strength of Materials, Part II, Advanced Theory and Problems," Third ed., Krieger Publishing Company, Florida, pp. 121-132, 1976.

پایان نامه ها؛

[4] Carlson, W. R., "Dialectic and Rhetoric in Pierre Bayle," MSc Thesis, Yale University, USA, 1977.

ثبت اختراع؛

[5] Chin D.A. and Irvin D.J., "Actuator Device Utilizing a Conductive Polymer Gel," US Pat. 6, 685, 442, 2004.

پایگاه های الکترونیکی؛

 [6] Mauritz K., "Sol-gel Chemistry," http://www.psrc.usm.edu/mauritz/solgel.htm, available in 13, February 2005.

استانداردها؛

[7] Standard Test Method for Solidification Point of BPA, Annual Book of ASTM Standard, 06.04, D 4493-94, 2000.

¹ JSTC.ens (EndNote Style)

³ Language