جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 335- 342

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیـــت**

http://jstc.iust.ac.ir

ساخت ماده هدفمند مس- آهن به روش متالورژی پودر و مشخصه‌یابی مکانیکی آن

سیدمحمدرضا خلیلی[2,1]، مریم ترابیان[3]، رضا اسلامی فارسانی[4*]

1- استاد، مهندسی مکانیک، دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی، تهران

2- استاد معین، مهندسی مکانیک، موسسه تکنولوژی دهلی، دهلی نو

3- دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی، تهران

4- دانشیار، مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی، تهران

* تهران، صندوق پستی 43344- 19991، eslami@kntu.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 95/12/16

پذیرش: 96/4/24

کلیدواژگان:

ماده هدفمند

متالورژی پودر

ریزساختار

استحکام خمشی

استحکام کششی

چکیده

مواد هدفمند، نوع جدیدی از کامپوزیت‌ها با ریزساختار ناهمگن هستند که خواص فیزیکی و مکانیکی آن‌ها در راستای ضخامت ماده به صورت پیوسته تغییر می‌کند. در دو دهه اخیر تحقیقات زیادی در زمینه ساخت و تخمین خواص و همچنین تحلیل‌های سازه‌ای و حرارتی مواد هدفمند صورت گرفته است. با تغییر درصد حجمی مواد تشکیل دهنده می‌توان خواص مکانیکی، فیزیکی و ترمودینامیکی مختلفی را از آن‌ها انتظار داشت. در این پژوهش، کامپوزیت هدفمند پنج لایه مس- آهن با تغییر ترکیب لایه‌ها به صورت پله‌ای بین مس خالص و آهن خالص به کمک روش متالورژی پودر ساخته شد. ابتدا پودر فلزات به وسیله پرس در فشار بالا فشرده شد و پس از آن، قطعات خام اولیه برای اتصال بهتر لایه‌ها و افزایش استحکام در کوره مناسب، تف‌جوشی شدند. برای مقایسه نتایج از دو نوع پرس مختلف شامل پرس تک محوره و پرس ایزواستاتیک سرد برای ساخت قطعات استفاده شد. جهت مشاهده ریزساختار و چگونگی تغییر ترکیب لایه‌های ماده هدفمند، میکروسکوپ نوری مورد استفاده قرار گرفت. نتایج مطالعات میکروسکوپی، اتصال خوب لایه‌ها و ذرات فلز و میزان نسبتا کم حفره‌ها در هر لایه را نشان دادند. برای تعیین خواص مکانیکی کامپوزیت نیز، نمونه‌های مس- آهن هدفمند ساخته شده مورد آزمایش‌های خمش و کشش قرار گرفتند. نمودارهای تنش- کرنش به دست آمده از آزمایش، افزایش استحکام خمشی و کششی ماده هدفمند مس- آهن را در مقایسه با مس و آهن خالص ساخته شده به روش متالورژی پودر نشان دادند. همچنین پرس ایزواستاتیک سرد در افزایش استحکام قطعات نسبت به پرس تک محوره بسیار موثرتر واقع گردید.

Fabrication and mechanical characterization of Cu-Fe FGM produced by powder metallurgy method

Seyed Mohammad Reza Khalili[1,2], Maryam Torabian [1], Reza Eslami-Farsani[3*]

1- Faculty of Mechanical Engineering, K. N. Toosi University of Technology, Tehran, Iran
2- Department of Applied Mechanics, Indian Institute of Technology Delhi, New Delhi, 110016, India
3- Faculty of Materials Science and Engineering, K. N. Toosi University of Technology, Tehran, Iran
* P.O.B. 19991-43344, Tehran, Iran, eslami@kntu.ac.ir

Keywords

Functionally graded material
Powder metallurgy
Microstructure
Bending strength
Tensile strength

Abstract

Functionally graded materials (FGM) are a new type of composites with non-homogenous microstructure, which their physical and mechanical properties vary in the thickness direction continuously. In the past two decades many researches in the field of property estimation, structural and thermal analysis of materials have been targeted. Different mechanical, physical and thermo-dynamical properties can be expected from these materials by changing the containing materials volume fraction. In this research, five layered Cu-Fe FGM specimens were fabricated with changing stepwise in the layers composition between pure copper and pure iron by powder metallurgy method. First the metal powders were compressed by press in high pressures and then the green specimens were sintered in a proper furnace was used to improve the layers connection and to increase the strength of the specimens. Two press systems containing uniaxial press and cold iso-static press were used in the fabrication of specimens to compare the results. Optical microscope was used to observe the microstructure and the combination of FGM layers. The results of microscopic investigations showed fine connectivity of the layers and powders and low density of pores in each layer. The produced Cu-Fe FGM specimens were tested in bending and tension to achieve their mechanical properties. The obtained stress-strain curves of these specimens showed enhancement in flexural and tensile strength of Cu-Fe FGM compared with the existing curves for pure copper and iron made by powder metallurgy method. Also cold iso-static press was highly more effective than uniaxial press in increasing the strength of specimens.

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Khalili, S. M. R. Torabian, M. and Eslami-Farsani, R., "Fabrication and mechanical characterization of Cu-Fe FGM produced by powder metallurgy method", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 3, pp. 335-342, 2019.

1- مقدمه

مواد هدفمند[1] را مواد درجه‌بندی شده تابعی یا متغیر مدرج نیز می‌نامند. در یک ماده هدفمند، ویژگی‌ها و خواص در نقاط مختلف فرق می‌کند و خواص آن به تدریج با تغییر موقعیت اجزاء قطعه تغییر می‌نماید. شیب یا گرادیان می‌تواند تفاوت در پارامترهایی نظیر ترکیب شیمیایی، تخلخل، اندازه تخلخل، میزان حجم فازها، اندازه دانه، چگالی نابجایی‌ها و تنش باقیمانده در نقاط مختلف قطعه باشد. گرادیان در نقاط مختلف قطعه منجر به ایجاد اختلاف در خواص مکانیکی و فیزیکی نقاط مذکور می‌شود. نخستین بار در سال 1972 ایده ترکیب دو فاز مختلف با تغییر در نحوه آرایش و ترتیب لایه‌ها در جهت بهبود خواص مکانیکی مطرح شد. این ایده عموما مربوط به ضعف مواد مرکب در بسیاری از کاربردها بود. در اواسط سال‌های 1980 برای اولین بار در کشور ژاپن نام علمی متغیر یا مدرج یا هدفمند به این مواد اختصاص داده شد و عصر جدیدی برای تحقیقات گسترده بر روی این مواد گشوده شد.

مواد هدفمند به‌صورت مواد مرکب و میکروساختار ناهمگن هستند. همچنین خواص مکانیکی آن‌ها به‌صورت پیوسته و هموار از یک سطح به سطح دیگر تغییر می‌کند. این تغییر پیوسته باعث بروز خواص دیگری در مواد با خواص متغیر می‌شود که در مواد معمولی مشاهده نمی‌گردد. در مواد با خواص متغیر می‌توان بدون هیچ گونه جدایی لایه‌ای از لایه دیگر در دماهای بالا، کارایی لازم را به دست آورد. این ویژگی باعث بروز دو خاصیت می‌گردد؛ که وجود هم‌زمان آن‌ها در مواد معمولی غیرممکن است. در مواد معمولی، افزایش مقاومت در برابر بارهای ناگهانی و مقاومت تسلیم، باعث کاهش خاصیت چقرمگی می‌شود. بنابراین داشتن هم‌زمان مقاومت و شکل‌پذیری بالا میسر نیست. این عیب در مواد با خواص متغیر حل گردیده است. بنابراین می‌توان مقاومت و میزان شکل‌پذیری بالا را در آن‌ها انتظار داشت. این مواد در برابر دماهای بالا، مقاومت زیادی دارند. مواد هدفمند به صورت فلزی، سرامیکی و یا ترکیبی از این دو وجود دارند [1].

روش‌های متعددی برای ساخت مواد هدفمند وجود دارد که شامل متالورژی پودر، ریخته‌گری، ریخته‌گری گریز از مرکز، اسپری پلاسما، رسوب لیزری، رسوب فیزیکی بخار و غیره می‌باشند. در این پژوهش از روش متالورژی پودر برای ساخت ماده هدفمند مورد نظر استفاده می‌شود. متالورژی پودر، روشی برای ساخت و تولید قطعات فلزی و سرامیکی است که اساس آن بر فشردن پودر مواد به شکل مورد نظر و تفجوشی آن است. لازم به ذکر است که تفجوشی در درجه حرارتی زیر نقطه ذوب صورت می‌پذیرد. چرا که در دماهای بالاتر، دامنه نوسان اتم‌ها بیشتر بوده و بنابراین نفوذ اتمی بیشتر می‌شود. اتم‌های ذرات مجاور در یکدیگر نفوذ کرده و ذرات را به هم می‌چسبانند. ساخت قطعات هدفمند توسط فرآیند متالورژی پودر خود شامل روش‌های انباشت پودر، ورق سازی چند لایه، پاشش پودر، ریخته‌گری گریز از مرکز، رسوب‌سازی تحت نیروی گرانش و غیره می‌باشد [2].

ماده هدفمند مس- آهن یک ترکیب ناهمگن از دو فلز با خواص متفاوت است که ترکیب و ساختار آن به صورت درجه‌بندی شده تغییر می‌کند. این ماده هدفمند، خواص آهن همچون مدول یانگ بالا و خواص مغناطیسی ویژه را با ویژگی‌های منحصر به فرد مس همانند هدایت حرارتی و شکل‌پذیری عالی ترکیب می‌کند. ماده هدفمند مس- آهن در موارد زیادی کاربرد دارد. این کاربردها شامل کانال‌های سرمایشی (به دلیل هدایت حرارتی زیاد و مقاومت خوردگی خوب)، اجزای رآکتورهای هسته‌ای ، قطعات الکترونیکی، قطعات مغناطیسی و غیره می‌باشند. تفاوت نسبتا کم نقاط ذوب مس و آهن (حدود 450°C)، هم‌پوشانی خوبی برای تعیین محدوده دمای تفجوشی ایجاد می‌کند [5-3].

در سال 1997 کاوازاکی و همکاران به بررسی روش متالورژی پودر در ساخت مواد هدفمند و میزان موفقیت آن پرداختند. آن‌ها ماده هدفمند فسفات سولفوریک روی و فولاد ضد زنگ 304 را ساختند و اثر پارامترهای ساخت مثل فشار و دما را روی خواص آن بررسی کردند [6]. در سال 2000 اوگل و همکارش به وسیله روش تک‌مرحله‌ای فشار گرم، ماده هدفمندی از جنس آلومینیوم، مس و سیلیکون کاربید تولید نمودند و روند تغییر مدول الاستیک، استحکام کششی و استحکام تسلیم را با تغییر درصد سیلیکون کاربید بررسی کردند و مشاهده نمودند که خواص مکانیکی کامپوزیت حاصل با افزایش درصد آلومینیوم بهبود می‌یابد [7]. در همین سال ژو و همکارانش ماده هدفمند زیرکونیا اکسید و نیکل کرومایدرا به همین روش ساختند و مشاهده نمودند که سختی ویکرز این ماده با افزایش مقدار نیکل افزایش می‌یابد[8]. در سال 2005 جین و همکاران وی با روش متالورژی پودر به صورت پرس و تفجوشی در کوره، قطعه هدفمندی از جنس مولایت و مولیبدن ساختند و مورد آزمایش شوک حرارتی قرار دادند. با وجود ایجاد ترک در حین تفجوشی، ماده هدفمند حاصل مقاومت بیشتری نسبت به مولایت خالص در برابر شوک‌های حرارتی از خود نشان داد [9]. درسال 2007 سید و همکارانش ماده هدفمند مس و آهن را به روش رسوب لیزری و به صورت پوششی ساختند. آن‌ها دریافتند که افزودن نیکل به این ترکیب موجب بهبود انتقال حرارت آن می‌شود [10]. در همین سال گلبستاین و دو همکارش با روش متالورژی پودر قطعات هدفمندی از جنس سرب و تلوریوم و هم‌چنین سرب، تلوریوم و قلع ساختند که در قطعات ترموالکتریک کاربرد دارد و اثرات دما و زمان تفجوشی را در ریزساختار این قطعات مطالعه نمودند. آن‌ها با کنترل شرایط آنیل کردن، تعادل حرارتی را در قطعات ترموالکتریک حاصل ایجاد نمودند [11].

در سال 2011 نعمت علا و همکارانش تحقیقاتی را روی ماده هدفمند ساخته شده از آلومینیوم و فولاد به روش متالورژی پودر انجام دادند. آن‌ها با آزمایش درصد ترکیبات مختلف از این دو فلز، بهترین ترکیب را از نظر مقاومت به ترک و جدایش در اتصالات یافتند [12]. در سال 2014 کاودار و همکارانش به روش متالورژی پودر ترکیبی از مس و آهن ساختند و با تغییر ترکیب لایه‌ها، استحکام خمشی آن را مورد بررسی قرار دادند. در همین سال ژیونگ و همکارش ترکیب مس و فولاد ابزار هدفمندی را به صورت شش لایه ساختند و تصاویر میکروسکوپی از ترکیب حاصل تهیه نمودند. این محققان به بررسی خواص حرارتی ماده هدفمند حاصل در بهبود انتقال حرارت در کانال‌های سرمایشی پرداختند [15]. در سال 2015 داندان و همکارش یک ماده هدفمند تنگستن و آهن را بررسی کردند که به وسیله فشار سرد و سپس تفجوشی با جریان برق در زمان کوتاه ساخته شد و ریزساختار آن در قالب تصاویر میکروسکوپی مشاهده گردید. با افزایش مقدار تنگستن، سختی ویکرز ماده هدفمند دچار افزایش چشمگیری شد [14]. در همین سال اردمیر و همکاران او ترکیب هدفمندی از آلومینیوم 2024 و کاربید سیلیسیم را به‌وسیله متالورژی پودر و از نوع فشار گرم تک مرحله‌ای تولید نموده و رفتار خوردگی و سایشی آن را بررسی نمودند. آن‌ها با افزایش مقدار کاربید سیلیسیم، تغییر استحکام خمشی را بررسی نمودند و در 40% وزنی کاربید سیلیسیم به بیشترین استحکام خمشی دست یافتند [15].

[1] Functionally Graded Materials (FGM)

در پژوهش حاضر قطعات هدفمند پنج لایه مس- آهن به روش متالورژی پودر ساخته شدند. ساخت نمونه‌ها به صورت پرس لایه‌های پودر در فشار بالا و سپس تف‌جوشی در کوره انجام شد. پس از ساخت نمونه‌ها، ریزساختار و خواص مکانیکی آن‌ها مانند استحکام‌های خمشی و کششی مورد بررسی قرار گرفتند.

2- مواد و روش آزمایش

2-1- مواد مورد استفاده

پودرهای مس و آهن استفاده شده دارای اندازه 45 میکرون و خلوص 99% بودند. جدول 1 خواص فیزیکی این دو نوع فلز را نشان می‌دهد. برای اندازه‌گیری وزن پودرهای هر لایه از ترازوی دیجیتال با دقت 0.001 گرم استفاده شد. پس از اندازه‌گیری وزن، پودرهای مس و آهن هر لایه به وسیله یک همزن مکانیکی با دور متوسط 110RPM و به مدت 15 دقیقه مخلوط شدند. این همزن پودرها را به صورت یکنواخت مخلوط کرده و از کلوخه شدن آن‌ها جلوگیری می‌کند.

2-2- ساخت و آزمایش نمونه

در این پژوهش ساخت ماده هدفمند به روش متالورژی پودر و از نوع انباشت پودر انجام شد. ترکیب این پودرها با تابع پله‌ای از لایه مس خالص به لایه آهن خالص تغییر می‌کند. شکل 1 طرح‌واره لایه‌چینی پودرها را نمایش می‌دهد. مقدار پودر فلزات هر لایه به‌صورت درصد وزنی بیان شده است.

در مرحله پرس کردن پودر فلزات، از دو نوع پرس مختلف شامل پرس تک محوره و پرس ایزواستاتیک سرد استفاده شد. در روش پرس تک محوره از دستگاه پرس آریا ماشین مدل U25 (که به صورت هم‌زمان دارای قابلیت ایجاد فشار محوری و افزایش دمای نمونه تا 220°C است)، جهت فشرده سازی پودر فلزات استفاده شد. در پرس تک محوره، لایه‌های پودر مس و آهن درون قالب فولادی استوانه‌ای با قطر 75 mm لایه‌چینی شدند. سپس قالب تحت فشار محوری 220 MPa (100 ton) و دمای 220°C به مدت 3 ساعت قرار گرفت.

جدول 1 خواص فیزیکی فلزات مس و آهن [17].

Table 1 Physical properties of copper and iron [15]

ماده	چگالی (kg/m^3)	ضریب انبساط حرارتی µm/(m·K)	دمای ذوب (°C)
مس	8960	16.5	1084.62
آهن	7870	11.8	1538

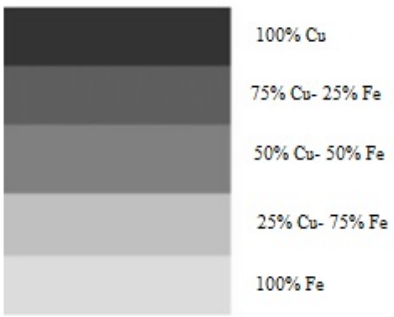


Fig. 1 Layers arrangement of FGM

شکل 1 ترتیب چینش لایه‌های ماده هدفمند

در روش پرس ایزواستاتیک سرد از دستگاه پرس مدل KLP 300E استفاده شد. در این روش، لایه‌چینی پودرهای مس و آهن مطابق شکل 1 در قالبی از جنس سیلیکون با ابعاد $160*30*10\ mm^3$ انجام پذیرفت و با خلاء آب بندی شد. گردید. سپس قالب مستقیماً درون محفظه فشار (که حاوی روغن در دمای محیط است)، غوطه‌ور گردید. فشار ایزواستاتیک به میزان 450MPa در همه جهات بر سطح خارجی قالب اعمال شد و پودر را به شکل مورد نظر فشرده نمود. مزیت این روش نسبت به روش پرس تک محوره آن است که در این روش امکان اعمال فشار از تمام جهات وجود دارد. شکل 2، دستگاه‌های پرس تک محوره و پرس ایزواستاتیک سرد را نمایش می‌دهد.

پس از پرس پودرها و تشکیل قطعات خام اولیه، این نمونه‌ها در کوره تف‌جوشی شدند تا ماده هدفمند مقاوم حاصل شود. جهت جلوگیری از اکسید شدن مس و آهن، کوره خلأ لوله‌ای ساخت شرکت آذر کوره با فشار خلأ 10^{-4} mbar استفاده شد. تف‌جوشی حالت جامد در دمای 1000°C (پایین‌تر از دمای ذوب مس) صورت گرفت تا موجب شکل‌گیری پیوند سطحی بین ذرات مجاور گردد. ابتدا دمای کوره با نرخ 5°C/min تا 400°C افزایش یافت. سپس قطعات به مدت 30 دقیقه برای تبخیر استارات روی که در روان‌کاری قالب استفاده شده بود در این دما باقی ماندند. پس از آن دما با همان نرخ افزایش یافت تا به 1000°C برسد. قطعات به مدت 1 ساعت در این دما تف‌جوشی شدند و سپس کوره خاموش شده و قطعات به آرامی درون کوره سرد گردیدند. شکل‌های 3 و 4 به ترتیب کوره لوله‌ای خلأ و نمودار چرخه تف‌جوشی قطعات را نمایش می‌دهند.

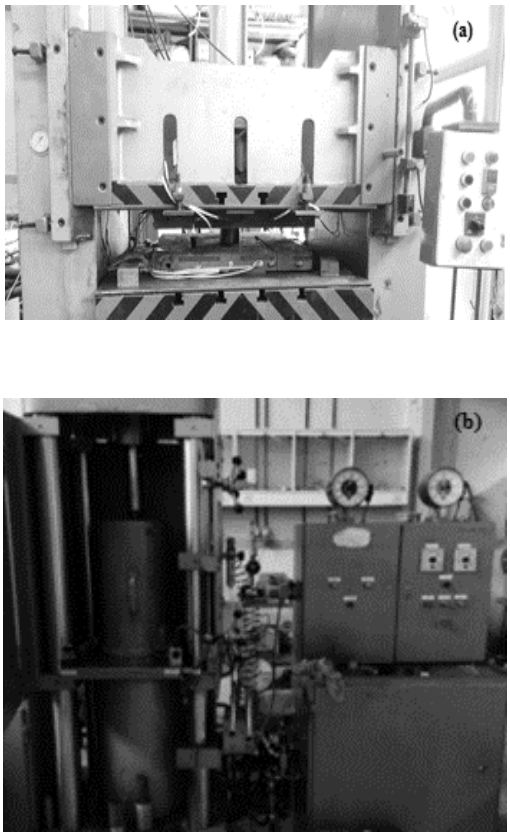


Fig. 2 (a) Uniaxial press, (b) Cold iso-static press equipment

شکل 2 دستگاه (a) پرس تک محوره، (b) پرس ایزواستاتیک سرد

Fig. 3 Tubular vacuum furnace used in sintering process of specimens
شکل3 کوره لوله‌ای خلأ مورد استفاده در فرآیند تف‌جوشی قطعات

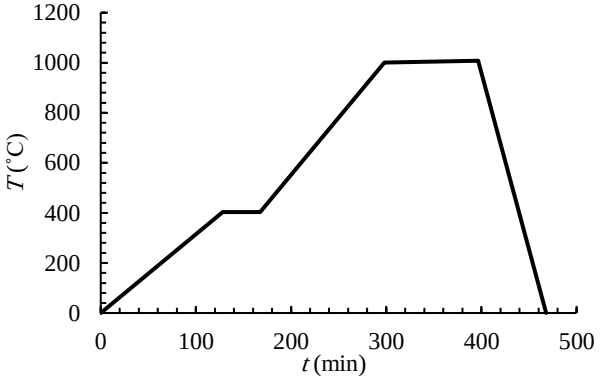


Fig. 4 Sintering cycle diagram of specimens in vacuum furnace
شکل 4 نمودار چرخه تف‌جوشی قطعات در کوره خلأ

قطعات تف‌جوشی شده با استفاده از سیستم برش سیم[1] در ابعاد استاندارد آزمایش‌های مکانیکی برش یافتند. در این پژوهش از استاندارد قطعات ساخته شده به وسیله روش متالورژی پودر (ASTM B925) استفاده شد.

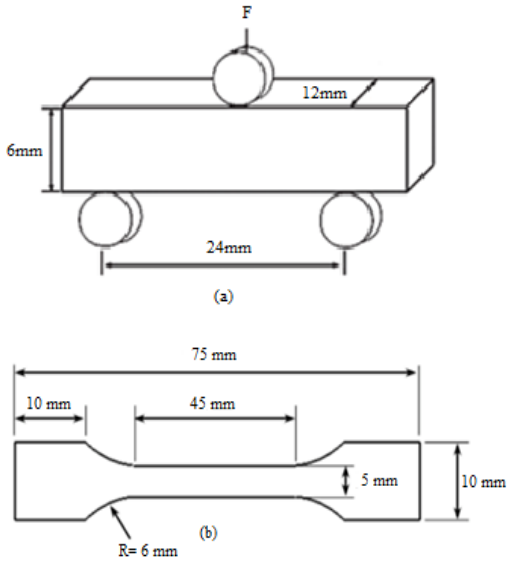


Fig. 5 Standard specimens for tests, (a) bending, (b) tension [16]
شکل 5 قطعات استاندارد آزمایش‌های، (a) خمش، (b) کشش [16]

این استاندارد شامل الزامات نمونه‌های ساخته شده به روش متالورژی پودر برای تعیین خواص مکانیکی آن‌ها همچون استحکام خمشی، کششی، انعطاف پذیری، مقاومت به ضربه و غیره می‌باشد. در شکل 5 ابعاد مورد استفاده قطعات برای آزمایش‌های خمش و کشش آورده شده است [18].

نمونه‌های ماده هدفمند ساخته شده در این تحقیق به وسیله میکروسکوپ نوری Night Sky BP51 با قابلیت بزرگنمایی 500 برابر، تحت بررسی ریزساختاری قرار گرفتند. آزمون‌های خمش سه نقطه‌ای و کشش نیز روی نمونه‌های ماده هدفمند توسط دستگاه آزمایش یونیورسال Hounsfield با سرعت 0.5 mm/min انجام شد.

3- نتایج و بحث

3-1- چگالی

به کمک روش ارشمیدس، چگالی ماده هدفمند ساخته شده به وسیله هر دو نوع پرس حاصل گردید. نسبت چگالی ماده هدفمند ساخته شده به چگالی تئوری برای قطعات فشرده شده با پرس محوری 74% و برای قطعات فشرده شده با پرس ایزواستاتیک سرد 92% به دست آمد. بنابراین پرس تک محوره به دلیل تک جهته بودن فشار و کمتر بودن مقدار آن نسبت به پرس ایزواستاتیک، قطعه هدفمندی با چگالی کمتر ایجاد نمود.

3-2-نتایج ریزساختاری

تصاویری که به وسیله میکروسکوپ نوری از سطح مقطع ماده هدفمند مس-آهن تهیه شده، در شکل‌های 6 و 7 آمده است. شکل 6، ماده هدفمند پنج لایه پرس شده توسط پرس ایزواستاتیک و چگونگی تغییر لایه‌ها از مس به آهن را نمایش می‌دهد. مرز بین لایه‌ها به وضوح در این تصویر مشهود است. تصاویر ریزساختاری لایه‌های این ماده هدفمند نیز در شکل 7 دیده می‌شود. شکل 8 نیز نمایش دهنده ریزساختار لایه های ماده هدفمند پنج لایه فشرده شده با پرس تک محوره می‌باشد. همان‌طور که از این تصاویر مشخص است ترکیب ماده هدفمند طی 5 لایه از 100% مس به 100% آهن تغییر می‌کند.

در ریزساختار ماده هدفمند فشرده شده با پرس ایزواستاتیک، با وجود اختلاف چشمگیر ضرایب انبساط حرارتی دو ماده مس و آهن، انتظار ایجاد ترک و جدایش در حین تف‌جوشی وجود دارد، اما هیچ گونه ترک و جدایشی مشاهده نمی‌شود. این امر می‌تواند به واسطه دو نکته زیر در حین مراحل ساخت توجیه گردد:

1- اعمال فشار ایزواستاتیک بسیار بالا

2- نرخ کم و کنترل شده گرمایش و سرمایش در چرخه تف‌جوشی.

همان‌طورکه در شکل 7 دیده می‌شود، اتصال خوبی بین ذرات هر لایه ایجاد شده است. تعداد اندکی حفره در لایه‌ها وجود دارد. به‌طور کلی تصاویر میکروسکوپ نوری نشان می‌دهند که بین ذرات مس و آهن اتصال سطحی خوبی در حین ساخت برقرار گردیده و ریزساختار قابل قبولی ایجاد شده است. اما در شکل 8 میزان بالای فضاهای خالی در ماده هدفمند فشرده شده با پرس تک محوره مشاهده می‌شود. از تصاویر ریزساختاری مشخص می‌گردد که در ماده هدفمند فشرده شده با پرس تک‌محوره با دارا بودن حجم بالایی از حفره ها، ریزساختار قابل قبولی ایجاد نشده است. علت این امر این است که ساز و کار ساخت ماده هدفمند با پرس تک‌محوره به‌طور کلی با پرس ایزواستاتیک متفاوت است. در پرس تک‌محوره فشاری یک جهته با مقداری حدود نصف

[1] Wire cut

پرس ایزواستاتیک به لایه‌های پودر وارد شده است و این نوع پرس اتصال خوبی بین ذرات مس و آهن ایجاد نکرده است.

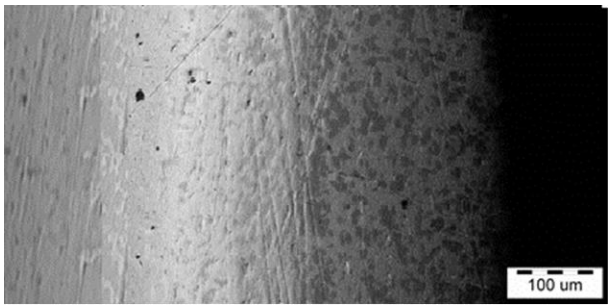
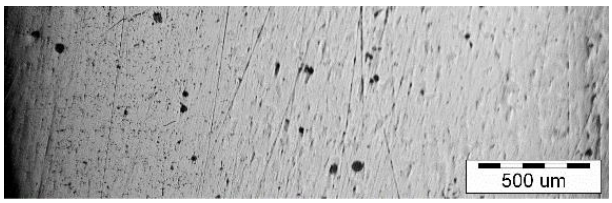
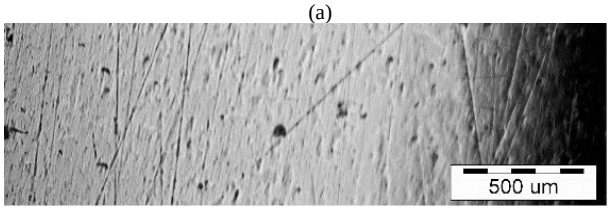


Fig. 6 Optical microscope image of Cu-Fe FGM cross section

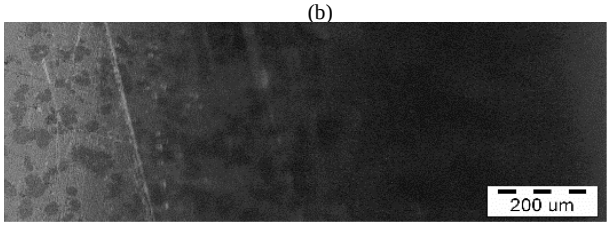
شکل 6 تصویر میکروسکوپی در راستای ضخامت ماده هدفمند مس- آهن



(a)



(b)



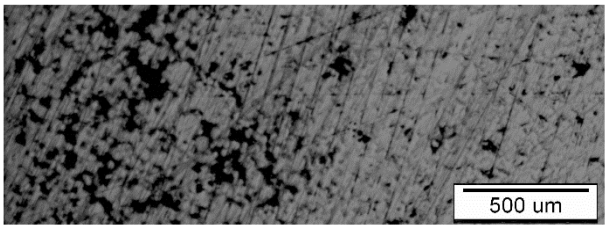
(c)

Fig. 7 Microstructure of FGM layers pressed by cold iso-static press, (a) 100% Fe and 75% Fe- 25% Cu, (b) 25% Cu-75% Fe and 50% Cu- 50% Fe, (c) 75% Cu- 25% Fe, and 100% Cu

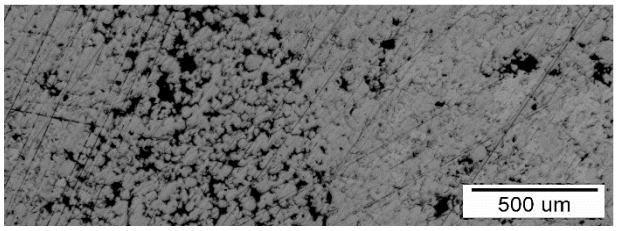
شکل 7 ریزساختار لایه‌های ماده هدفمند فشرده شده با پرس ایزواستاتیک سرد، (a) 100% آهن و 75% آهن-25% مس(b) 25% مس- 75% آهن و 50% مس- 50% آهن ، (c) 75% مس- 25% آهن و 100% مس

3-3 استحکام خمشی

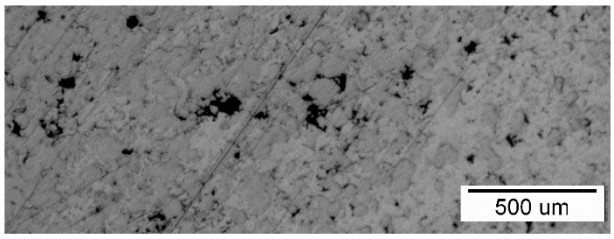
در شکل 9، تصویر نمونه‌های خمش و کشش پس از برش در ابعاد استاندارد آمده است. همچنین شکل 10 نمونه را در حین انجام آزمایش خمش نمایش می‌دهد. شکل 11 نیز نمایانگر نمودار نیرو- جابجایی بدست آمده از آزمایش خمش نمونه‌های حاصل از هر دو نوع پرس تا لحظه شکست می‌باشد. از مقایسه نمودارهای شکل 11 مشخص می‌شود که استحکام خمشی نمونه‌های پرس شده توسط پرس محوری دارای کاهش مقدار حدود 90% نسبت به نمونه‌های پرس شده توسط پرس ایزواستاتیک سرد هستند. در ساخت ماده هدفمند با پرس تک محوره، به‌دلیل اعمال فشار در یک جهت، کمتر بودن مقدار فشار پرس (حدودا نصف فشار ایزواستاتیک) و نوع اعمال پرس (نسبت به فشار هیدرواستاتیک ایجاد شده توسط پرس ایزواستاتیک) میزان حفره‌های داخلی ایجاد شده در ماده هدفمند بیشتر بوده و این تخلخل‌ها موجب کاهش بسیار زیاد استحکام خمشی این نوع ماده گردیده است. لذا این نتیجه حاصل می‌گردد که پرس تک محوره جهت ساخت قطعات با استحکام و کرنش بالا مناسب نیست و پرس ایزواستاتیک سرد به عنوان روش پرس مناسب پیشنهاد می‌شود.



(a)



(b)



(c)

Fig. 8 Microstructure of FGM layers pressed by uniaxial press, (a) 100% Fe and 75% Fe- 25% Cu, (b) 25% Cu-75% Fe and 50% Cu- 50% Fe, (c) 75% Cu- 25% Fe, and 100% Cu

شکل 8 ریزساختار لایه‌های ماده هدفمند فشرده شده با پرس تک محوره (a) 100% آهن و 75% آهن-25% مس، (b) 25% مس- 75% آهن و 50% مس- 50% آهن ، (c) 75% مس- 25% آهن و 100% مس

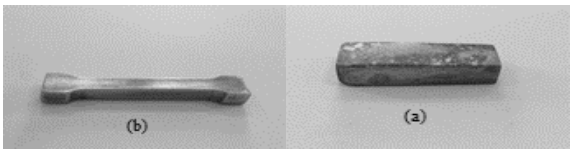


Fig. 9 FGM specimens, (a) bending test, (b) tension test

شکل 9 قطعات ماده هدفمند، (a) نمونه آزمایش خمش، (b) نمونه آزمایش کشش

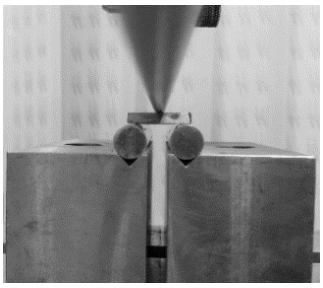


Fig. 10 Bending specimen during three- point bending test

شکل 10 قطعه آزمایش خمش در حین آزمایش خمش سه نقطه‌ای

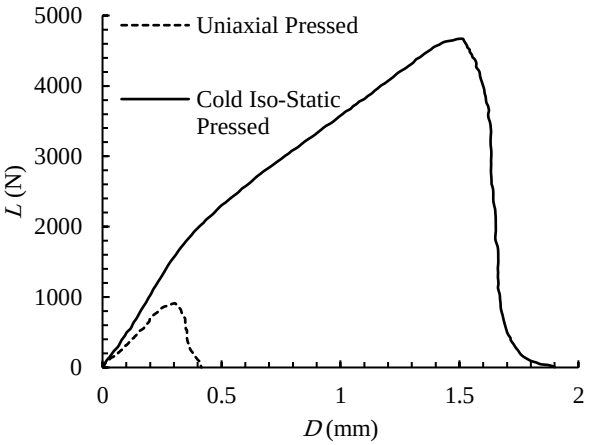


Fig. 11 Load- displacement diagram of Cu- Fe FGM in bending test

شکل 11نمودار نیرو- جابجایی ماده هدفمند مس- آهن در آزمایش خمش

شکل 12 مقایسه‌ای از نمودار تنش- کرنش حاصل از آزمایش خمش ماده هدفمند مس- آهن ساخته شده در این پژوهش به وسیله پرس ایزواستاتیک سرد را با نمودارهای آزمایش خمش قطعات متالورژی پودر مس و آهن خالص (که در مراجع موجود است)، نشان می‌دهد [17]. جهت مقایسه بهتر نیز در جدول 2، مقادیر استحکام و کرنش مشخص شده در نمودار شکل 12 آمده است.

مطابق نمودار شکل 12 و مقادیر جدول 2، استحکام خمشی نهایی ماده هدفمند مس- آهن نسبت به مس 34% افزایش و نسبت به آهن 3% کاهش یافته است. این در حالی است که به طور کلی در کرنش‌های برابر، میزان استحکام خمشی آهن خالص از ماده هدفمند بیشتر است. همچنین میزان کرنش ماده هدفمند 21% کمتر از مس و 23% بیشتر از آهن است. بنابر پژوهش‌های پیشین، ماده هدفمند مس- تنگستن ساخته شده به روش ریخته‌گری گریز از مرکز دارای استحکامی حدود دو برابر استحکام خمشی مس خالص است [19].

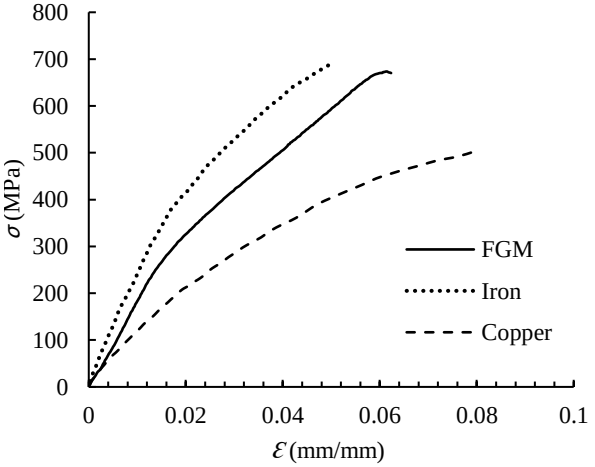


Fig. 12 Stress- strain curves comparison of fabricated Cu- Fe FGM (cold iso-static press) with pure copper and iron in bending test

شکل 12 مقایسه منحنی‌های تنش- کرنش ماده هدفمند مس- آهن ساخته شده (پرس ایزواستاتیک سرد) با مس و آهن خالص در آزمایش خمش

بنابراین ماده هدفمند مس- تنگستن در افزایش استحکام خمشی موفقیت بیشتری نسبت به مس- آهن هدفمند دارد. اما در کاربردهایی که هدف، افزایش استحکام و کرنش‌ها به صورت هم‌زمان می‌باشد، ترکیب هدفمند مس- آهن می‌تواند بسیار موثر واقع گردد. این بدان معناست که چقرمگی این ماده هدفمند و جذب انرژی آن نسبت به فلزات خالص مس و آهن بیشتر است.

جدول 2 مقادیر استحکام خمشی و کرنش در منحنی‌های شکل 12

Table 2 Bending strength and strain values in figure 12 curve

ماده	استحکام خمشی نهایی(MPa)	کرنش نهایی(mm/mm)
مس- آهن هدفمند	670	0.0623
مس [17]	500	0.0793
آهن [17]	693	0.0503
مس-تنگستن هدفمند [19]	982	0.0278

3-4 استحکام کششی

شکل 13 تصویری از ماده هدفمند در حین انجام آزمون کشش به وسیله دستگاه آزمایش یونیورسال را نشان می‌دهد. شکل 14 نمایانگر نمودار نیرو- جابجایی به دست آمده از آزمایش کشش نمونه‌های حاصل از هر دو نوع پرس تا لحظه شکست می‌باشد. شکل 15 نیز مقایسه‌ای بین منحنی‌های تنش-کرنش آزمایش کشش ماده هدفمند (فشرده شده با پرس ایزواستاتیک) با قطعات متالورژی پودر مس و آهن را به تفکیک نمایش می‌دهد.

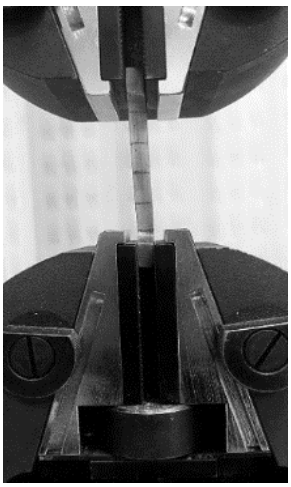


Fig. 13 Tension specimen during test

شکل 13 قطعه آزمایش کشش در حین آزمایش

در آزمون کشش نیز استحکام کششی ماده هدفمند ساخته شده با پرس تک محوره، 92% نسبت به ماده هدفمند فشرده شده با پرس ایزواستاتیک سرد کاهش مقدار دارد. این امر به همان دلایلی که در آزمون خمش ذکر گردید اتفاق می‌افتد. بدین معنا که تک جهته بودن اعمال فشار، نصف بودن مقدار فشار و نوع پرس تک محوره (نسبت به فشار هیدرواستاتیک ایجاد شده توسط پرس ایزواستاتیک) منجر به کاهش قابل ملاحظه استحکام کششی ماده هدفمند می‌گردد. در نتیجه، پرس تک محوره برای ساخت نمونه‌های هدفمند با استحکام بالای کششی نیز مناسب نیست و این نمونه‌ها در بارگذاری‌های کم دچار شکست می‌شوند. بنابراین پرس ایزواستاتیک سرد در ساخت این نمونه‌ها روش بهتری است. مقادیر استحکام و کرنش نمودارهای شکل 15 جهت مقایسه بهتر در جدول 3 آمده اند.

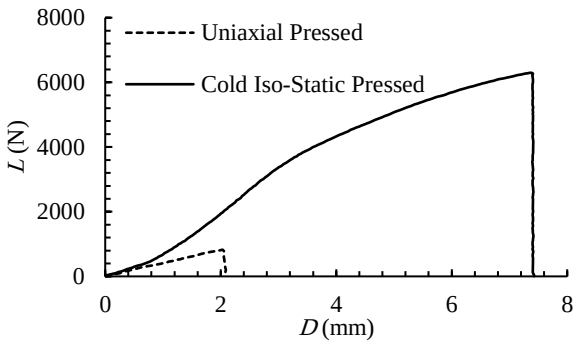


Fig. 14 Load- displacement diagram of Cu- Fe FGM in tension test

شکل 14 نمودار نیرو- جابجایی ماده هدفمند مس- آهن در آزمایش کشش

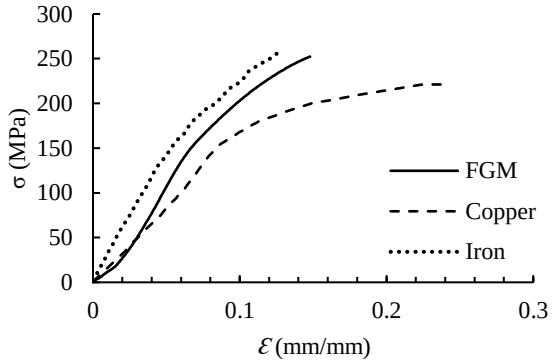


Fig. 15 Stress- strain curves comparison of fabricated Cu- Fe FGM (cold iso-static press) with pure copper and iron in tension test

شکل 15 مقایسه منحنی‌های تنش- کرنش ماده هدفمند مس- آهن ساخته شده (پرس ایزواستاتیک سرد) با مس و آهن خالص در آزمایش کشش

از منحنی‌های شکل 15 و جدول 3 نتیجه می‌شود که استحکام کششی نهایی مس- آهن هدفمند نسبت به مس، 14.5% افزایش و نسبت به آهن، 3% کاهش یافته است. همچنین کرنش ترکیب هدفمند نسبت به آهن، 16% افزایش و نسبت به مس خالص، 40% کاهش یافته است. این در حالی است که ماده هدفمند مس- نیکل که در پژوهش‌های پیشین ساخته شده بود، نسبت به مس خالص 52% استحکام کمتری داشت [20]. با مقایسه نتایج این پژوهش با ماده هدفمند مس- نیکل این نتیجه استنباط می‌شود که ترکیب هدفمند مس- آهن ساخته شده در این پژوهش نقش بسیار موثرتری در افزایش استحکام مواد هدفمند بر پایه مس دارد. بنابراین می‌توان گفت با ساخت این ماده هدفمند می‌توان به استحکام نهایی و کرنش‌های بالاتری نسبت به فلزات خالص تشکیل‌دهنده آن‌ها دست یافت.

4- نتیجه‌گیری

در این پژوهش ساخت ماده هدفمند مس- آهن 5 لایه با تابع ترکیب پله‌ای و به روش متالورژی پودر انجام پذیرفت. این روش ساخت، نسبت به سایر روش‌ها دارای سهولت و ضریب اطمینان بالاتری می‌باشد و از لحاظ امکانات ساخت، دسترسی بیشتری در آن وجود دارد. با استفاده از این فناوری، امکان تولید قطعات هدفمند مس- آهن با چگالی بالا فراهم شد. همچنین با کنترل بسیار خوب ریزساختارها، بستر ساخت ماده هدفمندی با کیفیت بالا و خواص مناسب ایجاد شد. عوامل زیادی در ساخت موفقیت‌آمیز این ماده هدفمند دخیل هستند که مهم‌ترین آن‌ها خلوص پودرهای مورد استفاده، نوع و میزان فشار در مرحله پرس، چرخه عملیات حرارتی تف‌جوشی و اتمسفر مورد استفاده در کوره می‌باشند. به دلیل تفاوت در خواص فیزیکی و مکانیکی این دو فلز، محدودیت‌هایی در ساخت این ماده هدفمند وجود دارد که اگر به آن‌ها توجه نشود، موجب جدایش لایه‌ها، ایجاد ترک و یا شکست قطعات در حین مراحل ساخت می‌گردد. بنابراین با کنترل همه عوامل، قطعاتی که پس از تف‌جوشی حالت جامد در دمای بالا به دست آمدند عاری از ترک و شکست‌های مورد انتظار بودند. چنان‌چه مشاهده گردید، قطعات هدفمند پرس شده با استفاده از پرس تک محوره، در بارگذاری‌های کم دچار شکست گردیدند، در حالی که با استفاده از پرس ایزواستاتیک سرد (که فشار 450MPa را در همه جهات به نمونه‌ها وارد می‌کند)، قطعاتی به دست می‌آید که بارهای کششی و خمشی نسبتا بالایی را تحمل می کنند. تفاوت زیاد خواص حاصل از قطعات هدفمند ساخته شده به کمک این دو نوع پرس به علل مختلفی همچون تفاوت جهت فشار اعمالی، میزان فشار وارد به ماده و تفاوت در شرایط دمایی اعمال فشار مربوط است که منجر به تفاوت قابل ملاحظه در کیفیت ریزساختار، چگالی و در نهایت خواص مکانیکی دو نوع ماده هدفمند ساخته شده به این روش‌ها گردیده است. ساخت ترکیب مس و آهن به صورت هدفمند با نسبت چگالی 92% چگالی تئوری، می‌تواند در کاربردهای بسیاری موجب بهبود خواص مکانیکی ماده خالص گردد. به طور کلی قطعات ماده هدفمند مس و آهن دارای افزایش استحکام به مقدار 34% در خمش و 14.5% در کشش نسبت به قطعات مس خالص ساخته شده به روش متالورژی پودر هستند. همچنین با استفاده از این ترکیب هدفمند، ماده می‌تواند تحت بارگذاری‌های خمشی، مقدار 23% و تحت بارگذاری‌های کششی، مقدار 16% جابجایی‌های بزرگ‌تری را تحمل کند.

جدول 3 مقادیر استحکام کششی و کرنش در منحنی‌های شکل 15

Table 3 Tensile strength and strain values in figure 15 curves

ماده	استحکام کششی نهایی(MPa)	کرنش نهایی (mm/mm)
مس- آهن هدفمند	252	0.148
مس [17]	220	0.250
آهن [17]	260	0.127
مس-نیکل هدفمند [20]	120	0.412

5- مراجع

[1] Kieback, B. Neubrand, A. and Riedel, H., "Processing Techniques For Functionally Graded Materials" Materials Science and Engineering, Vol. 362, No. 1, pp. 81-106, 2003.

[2] Sobczak, J. and Ludmil, D., "Metallic Functionally Graded Materials: A Specific Class of Advanced Composites" Journal of Materials Science & Technology, Vol. 29, No. 4, pp. 297-316, 2013.

[3] Di Maggio, R. et al., "The Microstructure and Mechanical Properties of Fe–Cu Materials Fabricated by Pressure-Less-Shaping of Nanocrystalline Powders" Journal of Materials Science, Vol. 42, No. 22, pp. 9284-9292, 2007.

[4] Watanabe, Y. et al., "Fabrication of Fiber-Reinforced Functionally Graded Materials by a Centrifugal in Situ Method from Al–Cu–Fe Ternary Alloy" Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol 37, No .12, pp. 2186-2193, 2006.

[5] Yadroitsev, I. et al., "Application of Laser Assisted Technologies for Fabrication of Functionally Graded Coatings and Objects for the International Thermonuclear Experimental Reactor components" Journal of Nuclear Materials, Vol. 362, No. 2, pp. 189-196, 2007.

[6] Kawasaki, A. and Ryuzo, W., "Concept and P/M Fabrication of Functionally Gradient Materials", Ceramics International Journal, Vol. 23, No. 1, pp. 73-83, 1997.

[7] Ogel, B. and R. Gurbuz., "Microstructural Characterization and Tensile properties of Hot Pressed Al–SiC Composites Prepared from Pure Al and Cu Powders" Materials Science and Engineering, Vol. 301, No. 2, pp. 213-220, 2001.
[8] Zhu, J. et al., "Fabrication of ZrO 2–NiCr Functionally Graded Material by Powder Metallurgy" Materials Chemistry and Physics, Vol. 68, No. 1, pp. 130-135, 2001.
[9] Jin, G. et al., "Properties of Multilayered Mullite/Mo Functionally Graded Materials Fabricated by Powder Metallurgy Processing" Materials Chemistry and Physics, Vol. 89, No. 2, pp. 238-243, 2005.
[10] Syed, W. et al., "Single-step Laser Deposition of Functionally Graded Coating by Dual 'wire–powder'or 'powder–powder'feeding—A Comparative Study", Applied Surface Science Vol. 253, No. 19, pp. 7926-7931, 2007.
[11] Gelbstein, Y. Dashevsky, Z. and Dariel, M. P., "Powder Metallurgical Processing of Functionally Graded p-Pb 1− xSnxTe Materials for Thermoelectric Applications" Physica B: Condensed Matter, Vol. 391, No. 2, pp. 256-265, 2007.
[12] Nemat-Alla, M. M. et al., "Powder Metallurgical Fabrication and Microstructural Investigations of Aluminum/Steel Functionally Graded Material" Materials Sciences and Applications, Vol. 2, No. 12, pp. 1708, 2011.
[13] Cavdar, U. et al., "Effect of the Copper Amount in Iron-based Powder-metal Compacts." Materiali in tehnologije, Vol. 48, No. 6, pp. 977-982, 2014.
[14] Jeong, J. S. and Ki-Hoon, Sh., "Property Estimation of Functionally Graded Materials Between M2 Tool Steel and Cu Fabricated by Powder Metallurgy" Transactions of the Korean Society of Mechanical Engineers, Vol. 38, No. 9, pp. 953-958, 2014.
[15] Dandan, Q. et al., "Characterization of W/Fe Functionally Graded Materials Manufactured by Resistance Sintering Under Ultra-High Pressure" Fusion Engineering and Design, Vol. 91, pp. 21-24, 2015.
[16] Erdemir, F. A. Canakci, and T. Varol., "Microstructural Characterization and Mechanical Properties of Functionally Graded Al2024/SiC Composites Prepared by Powder Metallurgy Techniques" Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Vol 25, No. 11, pp. 3569-3577, 2015.
[17] Eisen, W. B. et al., "ASM Handbook Volume 07: Powder Metal Technologies and Applications" ASM International, USA, Vol. 82, pp. 111-122, 1998.
[18] ASTM Standard B925- 03, "Standard Practices for Production and Preparation of Powder Metallurgy (PM) Test Specimens ", ASTM International, West Conshohocken, PA, DOI: 10.1520/B0925-15, 2015.
[19] Zhao, P. et al., "Fabrication of W–Cu Functionally Graded Material with Improved Mechanical Strength" Journal of Alloys and Compounds. Vol. 601, pp. 289-292, 2014.
[20] Delfosse, D. Cherradi, N. and Ilschner, B., "Influence of Residual Stresses on the Tensile Behavior of a Cu-Ni FGM" International Symposium of Structure Functinally Graded Materaterials, Vol. 3, 1995.

جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 343-350

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیت**

http://jstc.iust.ac.ir

بهبود استحکام برشی بین لایه‌ای و خواص خمشی کامپوزیت اپوکسی/الیاف کربن از طریق افزودن نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح سطحی شده

ثریا شه‌بخش[1]، حامد خسروی*[2]، اسماعیل توحیدلو[2]

1- دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی شهید نیکبخت، دانشگاه سیستان و بلوچستان، زاهدان

2- استادیار، گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی شهید نیکبخت، دانشگاه سیستان و بلوچستان، زاهدان

*زاهدان، صندوق پستی 9816745845، hkhosravi@eng.usb.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/5/28

پذیرش: 97/7/30

کلیدواژگان:

کامپوزیت الیافی

نانوکربنات کلسیم

اصلاح سطحی

استحکام برشی بین لایه‌ای

خواص خمشی.

چکیده

در تحقیق حاضر، به بررسی تأثیر درصد وزنی کربنات کلسیم و همچنین اصلاح سطحی آن بر استحکام برشی بین لایه‌ای و خواص خمشی کامپوزیت اپوکسی/الیاف کربن پرداخته شده است. در گام نخست، سطح نانوذرات کربنات کلسیم با استفاده از ترکیب تری گلیسیداکسی پروپیل تری متوکسی سیلان اصلاح شد که در ادامه با استفاده از آنالیز طیف‌سنج مادون قرمز روند اصلاح سطحی مورد تأیید قرار گرفت. نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح شده در مقادیر مختلف (0.5، 1، 3 و 5 درصد وزنی زمینه) با استفاده از روش‌های همزدن و آلتراسونیک وارد ساختار کامپوزیت شدند. نتایج آزمون‌های مکانیکی نشان داد که افزودن 3 درصد وزنی نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح شده باعث بهبود به ترتیب 25، 36 و 27 درصدی استحکام برشی بین لایه‌ای، استحکام خمشی و مدول خمشی می‌شود. آنالیز سطح شکست نمونه‌ها موید بهبود استحکام فصل‌مشترک الیاف کربن و زمینه در حضور نانوذرات بود. استحکام برشی بین لایه‌ای، استحکام خمشی و مدول خمشی نمونه حاوی نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح سطحی شده مقادیر بالاتری را در مقایسه با نمونه حاوی نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح نشده از خود نشان دادند. نتایج حاصله نشان داد که اختلاط نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح شده سیلانی در زمینه کامپوزیت الیافی نقش کلیدی را در دستیابی به کامپوزیت با کارایی بالا دارد.

Improvement in interlaminar shear strength and flexural properties of carbon fiber/epoxy composite using surface-modified carbonate calcium

Soraya Shahbakhsh, Hamed Khosravi*, Esmaeil Tohidlou

Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, University of Sistan and Baluchestan, Zahedan, Iran

* P.O.B. 9816745845, Zahedan, Iran, hkhosravi@eng.usb.ac.ir

Keywords

Fiber-reinforced composite,
Nano-carbonate calcium,
Surface modification,
Interlaminar shear strength,
Flexural properties

Abstract

In the presen study, the effect of carbonate calcium ($CaCO_3$) loading and $CaCO_3$ modification on the interlaminar shear strength (ILSS) and flexural properties of carbon fiber/epoxy composite was investigated. Firstly, $CaCO_3$ was functionalized with 3-glycidoxypropyltrimetoxysilane (3-GPTMS), which was confirmed by Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. The $CaCO_3$ nanoparticles were infused into carbon fiber/epoxy composite at various contents (0.5, 1, 3, and 5 wt.% with respect to the matrix) using ultrasonication and standard mixing routes. The results of mechanical tests showed that adding 3 wt.% silanized-$CaCO_3$ improved the ILSS, flexural modulus, and flexural strength of the carbon fiber/epoxy composite by 25%, 36%, and 27%, respectively. Micrographs of fracture surface analysis confirmed that the carbon fiber/matrix interfacial bonding can be improved significantly by incorporating the silanized $CaCO_3$ nanoparticles. The ILSS, flexural modulus, and flexural strength of the silanized $CaCO_3$/carbon fiber/epoxy composite were greater than that of unmodified $CaCO_3$/carbon fiber/epoxy composite. These results indicated that the silane-modified $CaCO_3$ dispersion within the matrix of fibrous composites plays a key role to achieve high performance composites.

1-مقدمه

کامپوزیت‌های زمینه پلیمری تقویت‌شده با الیاف (FRPs[1]) در صنایع مختلف مانند صنایع هوا و فضا، اتومبیل‌سازی، دریایی، تجهیزات تفریحی و همچنین کاربردهای سازه‌ای به علت نسبت سفتی به وزن و استحکام به وزن بسیار بالا توجه زیادی را به خود جلب کرده‌اند [1]. از سوی دیگر، نانوکامپوزیت‌ها دسته‌ای دیگر از مواد مهندسی هستند که دارای کاربردهای بسیار زیادی هستند. با توجه ویژگی‌های منحصر به فرد این گروه از مواد، آن‌ها قابلیت جایگزینی مواد معمولی را دارند. نانوکامپوزیت‌های پلیمری به تازگی به عنوان یک نوع جدید از مواد مورد توجه قرار گرفته‌اند که ذرات پراکنده شده در زمینه

[1] Fiber-reinforced polymers

پلیمری دارای حداقل یک بعد در محدوده نانومتری هستند. نانوذرات اغلب به ابعاد زیر 100 نانومتر شناخته می‌شوند [2,3].

از جمله پرکاربردترین زمینه‌های مورد استفاده در ساخت کامپوزیت‌های زمینه پلیمری، رزین‌های گرماسخت هستند. در این میان، رزین اپوکسی به علت دارابودن خواص مکانیکی عالی، چسبندگی مناسب، مقاومت مناسب در برابر عوامل شیمیایی به صورت گسترده در ساخت کامپوزیت‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد [4,5].

برخی از انواع پرکننده‌های رایج در مقیاس نانو شامل نانوصفحات گرافن [6]، مونتموریلونیت [7]، نانوسیلیکا [8]، نانولوله‌های کربنی [9]، نانوالیاف [10]، کربنات کلسیم [11] و نانوآلومینا [12] هستند که خواص مکانیکی و حرارتی کامپوزیت‌ها را افزایش می‌دهند. نانوذرات نسبت به ذرات میکرونی خواص بهتری دارند. افزودن ذرات میکرونی به زمینه‌های پلیمری باعث بهبود سختی، خواص سایشی و خواص مکانیکی مانند استحکام کششی، مدول کششی و مقاومت خزش می شود که می‌توان با افزودن نانوذرات این خواص را بیشتر بهبود داد.

از میان نانوذرات مختلف، نانوذرات کربنات کلسیم ($CaCO_3$) به دلیل این که شاید کمترین هزینه تجاری را در بین نانوذرات دیگر دارند به طور گسترده مورد استفاده قرار می‌گیرند. همچنین به علت ارزان‌بودن، در دسترس بودن، سبکی، تولید آسان و قابلیت تحمل بار بالای آن‌ها از جمله عواملی هستند که باعث کاربرد وسیع این ماده به عنوان تقویت‌کننده در کامپوزیت‌ها شده است. تاکنون تحقیقات مختلفی در ارتباط با تاثیر این دسته از نانوذرات بر خواص مکانیکی کامپوزیت‌های زمینه پلیمری صورت گرفته است که در ادامه به طور خلاصه به برخی از مهمترین نتایج حاصله در آن تحقیقات اشاره خواهد شد.

هی و همکارانش [13]، به بررسی خواص فشاری نانوکامپوزیت کربنات کلسیم/اپوکسی پرداختند. آن‌ها در ابتدا سطح نانوذرات را به کمک ترکیب سیلانی KH550 اصلاح کردند و مشاهده کردند که با افزودن 4 درصد وزنی نانوذرات اصلاح سطحی شده استحکام فشاری، مدول الاستیک، جابه‌جایی و کار مورد نیاز برای شکست اپوکسی به ترتیب به اندازه 13.5، 6.1، 42.5 و 106.3 درصد بهبود یافتند. همچنین مشاهده شد که با افزودن 4 درصد وزنی نانوذره اصلاح شده، استحکام فشاری اپوکسی و کامپوزیت اپوکسی/الیاف کربن به ترتیب به اندازه 13.5 و 14.1 درصد افزایش یافتند، در حالی که با افزودن 4 درصد نانوذره اصلاح نشده، استحکام فشاری اپوکسی به اندازه 8.4 درصد کاهش و استحکام فشاری کامپوزیت اپوکسی/الیاف کربن تنها به اندازه 2.7 درصد افزایش یافت.

عبدی و همکاران [14] به بررسی اثر افزودن نانوذرات $CaCO_3$ که تحت عملیات سطحی با استفاده از ترکیبات سیلانی قرار گرفته بودند بر خواص کششی و خمشی کامپوزیت اپوکسی/الیاف بازالت پرداختند و نشان دادند که افزودن نانوذرات $CaCO_3$ اصلاح سطحی شده تا 3 درصد وزنی منجر به افزایش استحکام خمشی، مدول خمشی، استحکام کششی و مدول کششی به ترتیب تا 28، 35، 20 و 30 درصد می‌شود که دلیل بهبود خواص مکانیکی کامپوزیت‌های الیافی با حضور نانوذرات اصلاح‌شده را به افزایش قابلیت انتقال بار بین زمینه نانوکامپوزیتی و الیاف بازالت و همچنین افزایش خواص مکانیکی بخش زمینه نسبت دادند.

در تحقیق انجام شده توسط باسکاران و همکارانش [15] خواص مکانیکی و حرارتی نانوکامپوزیت پلی‌استر/کربنات کلسیم مورد بررسی قرار گرفت. مطابق نتایج حاصله از این تحقیق، مشاهده شد که با افزودن بیش از 5 درصد وزنی نانوذرات $CaCO_3$ در زمینه پلی‌استر، این نانوذرات تمایل به آگلومره شدن پیدا می‌کنند و بنابراین استحکام‌های کششی، خمشی و ضربه پلی‌استر اندکی بهبود می‌یابد، ولی مدول با افزایش مقدار نانوذرات افزایش می‌یابد. همچنین آن‌ها نشان دادند که با افزودن نانوذرات $CaCO_3$ تا 5 درصد وزنی به رزین پلی‌استر، دمای انتقال شیشه‌ای افزایش می‌یابد.

شیمپی و همکارانش [16]، تاثیر پراکندگی نانوذرات $CaCO_3$ در زمینه پلی‌وینیل کلراید را بر خواص مکانیکی کامپوزیت حاصله مورد بررسی قرار دادند. در این تحقیق، بهترین خواص مکانیکی در کامپوزیت حاوی نانوذرات با اندازه 9 نانومتر مشاهده شد و استحکام و مدول کششی به طور قابل توجهی حتی در مقادیر کم نانوذرات بهبود یافتند.

در تحقیق لی و همکارانش [17]، خواص مکانیکی کامپوزیت اپوکسی تقویت‌شده با نانوذرات کربنات کلسیم مورد بررسی قرار گرفت و نتایج تجربی نشان داد که استحکام ضربه کامپوزیت با افزایش مقدار نانوذرات $CaCO_3$ در محدوده کمتر از 6 درصد وزنی افزایش یافت، در حالی که بیش از 6 درصد وزنی نانوذرات استحکام ضربه کاهش روند کاهشی از خود نشان داد. این نتایج نشان‌دهنده آن بود که مقدار زیاد نانوذرات منجر به آگلومره‌شدن آن‌ها در زمینه شده و چقرمگی کامپوزیت کاهش می‌یابد.

در کامپوزیت‌های الیافی، خواص برشی بین لایه‌ای بسیار حائز اهمیت می‌باشد. این خواص بیشتر تحت تأثیر خواص زمینه قرار دارند و بنابراین تقویت زمینه با نانوذرات می‌تواند کمک شایانی در این ارتباط داشته باشد. محققان مختلفی برای بهبود خواص برشی بین لایه‌ای کامپوزیت‌های الیافی تلاش‌هایی را انجام داده‌اند.

برای مثال، حسین و همکاران [18] تأثیر افزودن نانوالیاف کربنی را بر خواص برشی بین لایه‌ای کامپوزیت پلی‌استر/الیاف شیشه E مورد مطالعه قرار دادند و نشان دادند نانوکامپوزیت‌های حاوی نانوالیاف کربنی دارای استحکام برشی بالاتری در مقایسه با نمونه فاقد نانوالیاف هستند. در تحقیقی دیگر، لیو و همکاران [19] خواص برشی کامپوزیت‌های اپوکسی/الیاف شیشه حاوی نانولوله‌های کربنی را مورد مطالعه قرار دادند و به نقش مثبت این نانوذرات در بهبود خواص برشی کامپوزیت‌های الیافی دست یافتند.

پارک و همکاران [20] به بررسی تأثیر عملیات اصلاح سطحی با ترکیب سیلان بر خواص برشی نانوکامپوزیت اپوکسی/مونتموریلونیت پرداختند و نشان دادند که اصلاح سطحی می‌تواند باعث بهبود قابل توجه استحکام برشی کامپوزیت شود.

رویکرد اصلی در تحقیق حاضر، بررسی تاثیر افزودن مقادیر مختلف نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح سطحی‌شده با ترکیب سیلانی بر استحکام برشی بین لایه‌ای و خواص خمشی کامپوزیت‌های پلیمری حاوی الیاف کربن و در ادامه تعیین مکانیزم اثربخشی این نانوذرات در کامپوزیت‌های الیافی است.

2-بخش تجربی

2-1- مواد مورد استفاده

در این تحقیق، رزین اپوکسی اپون 828 که از بیسفونل A و اپی‌کلروهیدرین تولید می‌شود (محصول شرکت کوم هو[1] کره) به عنوان فاز زمینه استفاده شد که در جدول 1 مهمترین مشخصات آن آورده شده است.

[1] Kumho P&B Chemicals, Inc

جدول 1 برخی از مشخصه‌های رزین اپوکسی اپون 828

Table 1 Some specifications of Epon 828 epoxy resin

مشخصه	مقدار
میزان گروه اپوکسید	5260-5420 mmol/kg
ویسکوزیته دینامیکی در 25 °C	12-14 Pa.s
دانسیته	1160 Kg/m^3

تقویت‌کننده الیافی مورد استفاده در این تحقیق، پارچه الیاف کربن تک‌جهته با دانسیته سطحی 300 g/m^2 از محصولات شرکت تریکای[1] ژاپن بود. از نانوذرات کربنات کلسیم محصول شرکت تحقیقات نانومواد آمریکا[2] به عنوان فاز تقویت‌کننده ذره‌ای در زمینه استفاده شد که در جدول 2 به برخی از مشخصات آن اشاره شده است. همچنین در شکل 1 تصاویر میکروسکوپی الکترونی و عبوری از نانوذرات کربنات کلسیم نشان داده شده است. به منظور توزیع مناسب نانوذرات و همچنین بهبود برهمکنش آن‌ها با زمینه از عامل کوپلینگ تری-گلیسیداکسی پروپیل تری متوکسی سیلان (3-GTMS[3]) با ساختار شیمیایی نشان داده شده در شکل 2 محصول شرکت مرک آلمان استفاده شد. علت انتخاب این ترکیب سیلانی حضور گروه‌های اپوکسید در انتهای آن است که قادر است با گروه‌های اپوکسید زمینه در حضور هاردنر آمینی واکنش دهد.

جدول 2 برخی از مشخصات نانوکربنات کلسیم مورد استفاده

Table 2 Some specifications of used nano-carbonate calcium

مشخصه	مقدار
وزن مولکولی	100.09
دانسیته حقیقی	2.93 g/cm^3
میانگین اندازه ذرات	45 nm
نقطه ذوب	825 °C
شکل ذرات	کروی

2-2- روند اصلاح سطحی نانوذرات کربنات کلسیم

جهت اصلاح سطحی نانوذرات کربنات کلسیم، 5 گرم از نانوذرات در محلولی شامل 95 mL اتانول و 5 mL آب مقطر با استفاده از امواج فراصوت به مدت 10 min توزیع شدند. در ادامه، 5 گرم عامل 3-GPTS به داخل مخلوط فوق اضافه شد و ترکیب حاصل تحت عملیات رفلاکس به مدت 7 ساعت تحت دمای 70 °C و سرعت همزدن 100 rpm قرار گرفت. pH ترکیب در حین فرایند با استفاده از اسید کلریدریک (HCl, 37%) در حدود 4 تنظیم شد. دلایل انتخاب محیط اسیدی در این شرایط شامل افزایش میزان تشکیل عامل سیلانول (SiOH) و همچنین کاهش واکنش‌های خودتراکمی گروه‌های SiOH هیدرولیزشده به علت دارابودن تمایل شدید به این نوع واکنش بود. پس از اتمام فرایند رفلاکس و به منظور جداسازی نانوذرات اصلاح شده، مخلوط حاصله به مدت 30 min تحت عملیات با سانتریفوژ با دور 4000 rpm قرار گرفت. پودرهای حاصله سه مرتبه با اتانول و به منظور خارج ساختن عوامل کوپلینگ اضافی شستشو داده شدند و در ادامه به مدت 24 ساعت درون آون خشک شدند [3,8,9].

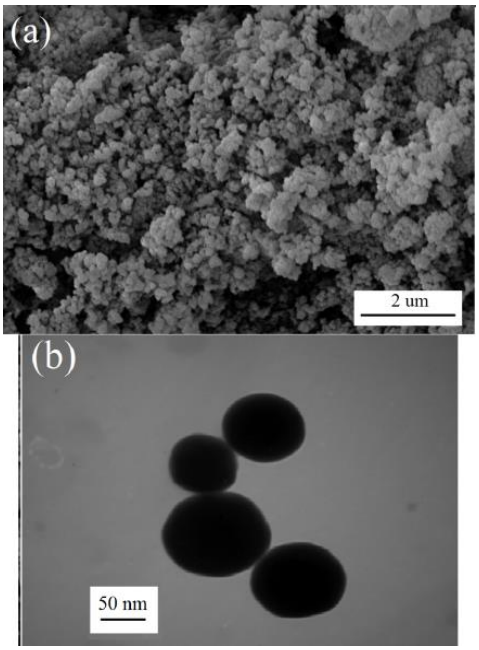


Fig. 1 a) SEM and b) TEM images of as-received nano-carbonate calcium.

شکل 1 تصاویر a) SEM و b) TEM از نانوذرات کربنات کلسیم.

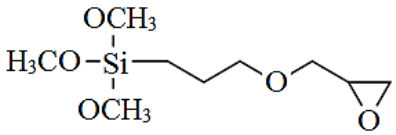


Fig. 2 The chemical structure of silane coupling compound.

شکل 2 ساختار شیمیایی ترکیب جفت‌کننده سیلانی.

2-3- ساخت نمونه‌ها

به منظور ساخت نمونه‌های کامپوزیتی چندمقیاسی اپوکسی- الیاف کربن تقویت‌شده با نانوذرات کربنات کلسیم در گام نخست باید مخلوط اپوکسی-نانوذرات کربنات کلسیم آماده شود. بدین منظور روند اشاره شده در ذیل به کار گرفته شد. در ابتدا، نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح سطحی شده به نسبت‌های وزنی مختلف 0.5، 1، 3 و 5 درصد به رزین اپوکسی اضافه شده و با استفاده از یک همزن مکانیکی دور بالا به مدت 20 min همزده شد تا توزیع اولیه نانوذرات در زمینه اپوکسی حاصل شود. در ادامه و به منظور شکستن آگلومره‌های موجود و دست‌یابی به پخش مناسبی از نانوذرات، مخلوط مورد نظر به مدت 60 min تحت امواج آلتراسونیک با استفاده هموژنایزر پروبی با فرکانس 24 KHz و توان 120 W قرار گرفت. در حین عملیات آلتراسونیک و به منظور جلوگیری از ایجاد گرمای اضافی، مخلوط مورد نظر در حمام آب و یخ قرار گرفت. محصول به دست آمده به عنوان ماده اولیه مورد نیاز برای ساخت کامپوزیت‌های الیافی به روش لایه‌گذاری دستی مورد استفاده قرار گرفت. مطابق کاتالوگ شرکت سازنده، نسبت وزنی رزین به هاردنر 10 به 1 در نظر گرفته شد. همچنین جهت مقایسه نتایج، نمونه‌های کامپوزیتی بدون افزودن نانوذرات یا نانوذرات اصلاح نشده نیز ساخته شدند.

[1] Torayka
[2] US-Research Nanomaterials Inc.
[3] Glycidoxypropyltrimethoxysilane

2-4- آزمون‌های مکانیکی

برای اندازه‌گیری استحکام برشی بین لایه‌ای نمونه‌ها از استاندارد ASTM D2344 [21] استفاده شد. نمونه‌ها با ابعاد 5 mm×10×50 در دمای اتاق با سرعت 2 mm/min تحت آزمون قرار گرفتند. مقادیر استحکام برشی بین لایه‌ای (ILSS) با استفاده از رابطه 1 محاسبه شدند که در این رابطه P، b و d به ترتیب نشان‌دهنده ماکزیمم نیروی تحملی (N)، پهنا و ضخامت نمونه‌ها می‌باشند.

$$ILSS = \frac{3P}{4bd} \tag{1}$$

خواص خمشی نمونه‌ها با ابعاد 2 mm×25×150 شامل استحکام خمشی (σ_f) و مدول خمشی (E_f) مطابق استاندارد ASTM D790 [22] تحت سرعت بارگذاری 4.3 mm/min طبق روابط 2 و 3 محاسبه شدند.

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bd^2} \tag{2}$$

$$E_f = \frac{L^3 m}{4bd^3} \tag{3}$$

در این روابط P، L، b، d و m به ترتیب معرف نیروی ماکزیمم، فاصله دو تکیه‌گاه، پهنای نمونه، ضخامت نمونه و شیب ناحیه خطی اولیه منحنی نیرو-جابجایی می‌باشند. برای اطمینان از نتایج حاصله، آزمون‌های مکانیکی برای هر نمونه سه مرتبه تکرار و میانگین داده‌ها گزارش شد. در شکل 3 نحوه انجام این آزمون‌ها نشان داده شده است.

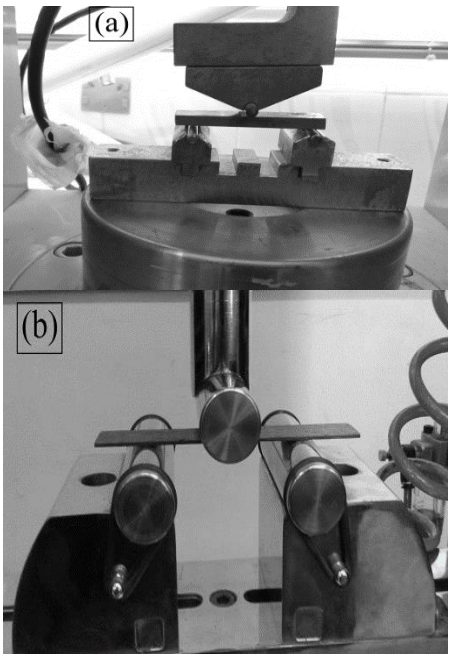


Fig. 3 Experimental setup for a) interlaminiar shear test, and b) three-point flexural test.

شکل 3 تجهیزات آزمایشگاهی برای انجام آزمون‌های a) برش بین لایه‌ای و b) خمش سه‌نقطه‌ای.

2-5- آزمون FTIR

به منظور تایید اصلاح سطحی انجام‌شده بر روی نانوذرات کربنات کلسیم یا به عبارت دیگر به منظور بررسی تشکیل گروه‌های عاملی بر روی سطح نانوذرات و همچنین بررسی واکنش‌های احتمالی انجام‌شده، از دستگاه طیف‌سنج مادون قرمز (FTIR[1]) مدل جکسو 460-plus در محدوده 400-4000 cm^{-1} با حساسیت 4 cm^{-1} استفاده شد.

2-6- بررسی سطح شکست

برای بررسی سطح شکست و همچنین مکانیزم‌های تاثیرگذار بر خواص مکانیکی نمونه‌ها از میکروسکوپ الکترونی SEM[2] مدل KYKY 3900 EM تحت ولتاژ شتابی 25 kV استفاده شد. لازم به ذکر است که برای بهبود رسانایی نمونه‌ها، بر روی آن‌ها پوششی از جنس طلا در محفظه‌ای تحت خلاء اعمال شد.

3-نتایج و بحث

3-1- نتایج FTIR

شکل 4 نتایج طیف‌سنجی FTIR مربوط به نانوذرات کربنات کلسیم قبل (شکل 4a) و بعد از اصلاح سطحی به وسیله ترکیب سیلانی (شکل 4b) را نشان می‌دهد. مطابق شکل 4a، پیک‌های مشخصه قابل مشاهده در اعداد موج 1470 cm^{-1}، 880 cm^{-1} و 712 cm^{-1} مربوط به پیوندهای کلسیت (کربنات معدنی) هستند [14]. پیک حاصله در عدد موج 3422 cm^{-1} مربوط به ارتعاشات کششی گروه‌های هیدروکسیل است و پیک‌های قابل مشاهده در اعداد موج 2913 cm^{-1} و 2849 cm^{-1} ناشی از کشش نامتقارن CH_3 و کشش CH_2 می‌باشند [23]. همچنین، پیک مربوط به عدد موج 1749 cm^{-1} به دلیل ارتعاش گروه C=O در یون‌های کربنات است [14]. پیک‌های فوق در ارتباط با نمونه اصلاح سطحی‌شده نیز وجود دارند که بدین معناست که ساختار اولیه کربنات کلسیم پس از اصلاح سطحی حفظ شده است. پیک‌های مشاهده‌شده در طیف مربوط به نانوذرات اصلاح‌شده در اعداد موج 684 cm^{-1} و 904 cm^{-1} ناشی از ارتعاش گروه‌های اپوکسید روی سطح آن‌هاست [8]. همچنین پیک مشاهده‌شده در عدد موج 1117 cm^{-1} مربوط به پیوند Si-O است [24]. تمامی این مشاهدات موید آن است که اصلاح سطحی نانوذرات کربنات کلسیم با استفاده از ترکیب سیلانی انجام پذیرفته است.

3-2- نتایج آزمون‌های مکانیکی

در شکل 5 نحوه تغییرات استحکام برشی بین لایه‌ای نمونه‌های کامپوزیتی حاوی مقادیر مختلف نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح سطحی شده نشان داده شده است. همان‌طور که در این نمودار مشاهده می‌شود بیشترین میزان بهبود استحکام برشی مربوط به نمونه حاوی 3 درصد وزنی نانوذرات کربنات کلسیم است، به طوری که با افزودن این مقدار نانو، حدود 25 درصد بهبود در استحکام نمونه کامپوزیتی فاقد نانوذرات مشاهده شد.

[1] Fourier-transform infrared spectroscopy

[2] Scanning electron microscopy

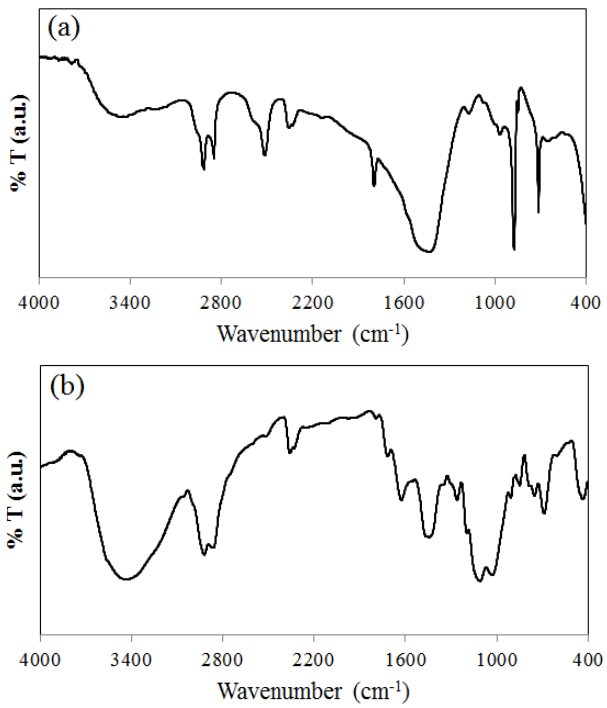


Fig. 4 FTIR spectra of a) as-received nano-carbonate calcium, and b) silane-modified nano-carbonate calcium.

شکل 4 الگوهای FTIR از a) نانوکربنات کلسیم اولیه و b) نانوکربنات کلسیم اصلاح شده سیلانی.

لازم به ذکر است که در این آزمون، شکست ناشی از ترکیب مکانیزم‌های مختلف همچون پارگی الیاف، میکروکمانش و ترک برشی بین‌لایه‌ای صورت می‌گیرد. علت افزایش مشاهده شده را می‌توان به بهبود استحکام زمینه و همچنین فصل‌مشترک الیاف کربن و زمینه در حضور نانوذرات کربنات کلسیم در زمینه نسبت داد. تغییر در تنش‌های باقیمانده در زمینه به علت حضور نانوذرات باعث ایجاد فشار در سطح الیاف شده که در ادامه باعث ایجاد چسبندگی قوی بین الیاف و زمینه می‌شود [25]. از سوی دیگر، نانوذرات کربنات کلسیم می‌توانند به عنوان عامل کوپلینگ بین الیاف و زمینه عمل کنند و از این طریق به بهبود استحکام چسبندگی الیاف و زمینه کمک کنند. همچنین، حضور نانوذرات در زمینه می‌تواند به جلوگیری از رشد و ایجاد ترک منجر شود و از این طریق به بهبود خواص برشی کامپوزیت نهایی منجر شود. در درصدهای وزنی بالاتر نانوذرات کربنات کلسیم (5 درصد وزنی)، به علت تشکیل آگلومره‌های نانوذرات، افت استحکام برشی بین لایه‌ای قابل ملاحظه است که در بخش 3-1 تصویر SEM موید آن است. آگلومره‌ها باعث ایجاد مناطق تمرکز تنش شده که در ادامه می‌توانند به عنوان نواحی شروع ترک عمل کنند. علاوه بر این، وجود آگلومره‌ها در فصل‌مشترک الیاف و زمینه به جدایش آن‌ها در حین بارگذاری کمک می‌کند و در نتیجه خواص مکانیکی کامپوزیت افت پیدا می‌کند.

در شکل 6 تأثیر افزودن مقادیر مختلف نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح سطحی شده بر استحکام خمشی کامپوزیت اپوکسی- الیاف کربن نشان داده شده است. همان‌طور که در این شکل مشاهده می‌شود بیشترین میزان بهبود در استحکام خمشی با افزودن 3 درصد وزنی نانوذرات حاصل شده است، به طوری که با افزودن این مقدار نانوذرات، استحکام خمشی به میزان 36 درصد افزایش پیدا کرده است.

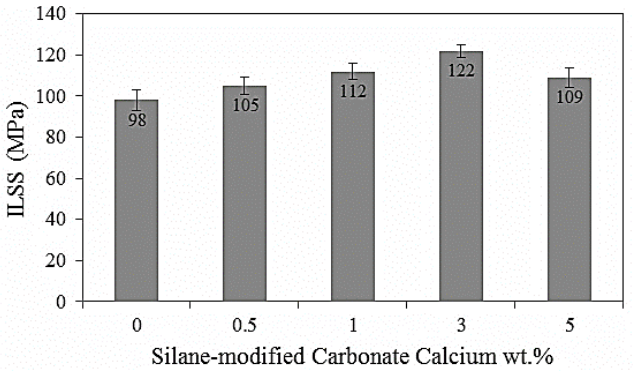


Fig. 5 The variation of the interlaminar shear strength of the specimens as a function of nano-carbonate calcium loading in the matrix.

شکل 5 تغییرات استحکام برشی بین لایه‌ای نمونه‌ها به صورت تابعی از درصد وزنی نانوکربنات کلسیم در زمینه.

علت بهبود استحکام خمشی کامپوزیت‌های الیافی در حضور نانوذرات کربنات کلسیم را می‌توان به علت دلایل زیر دانست: اولاً حضور نانوذرات در زمینه می‌تواند به عنوان عامل پین‌کننده در فصل‌مشترک الیاف و زمینه عمل کند و از این طریق باعث بهبود فصل‌مشترک شده و در نتیجه انتقال بار از زمینه به الیاف راحت‌تر صورت گیرد. این ادعا در تصاویر SEM بخش بعدی (شکل 8) به خوبی مشهود است. ثانیاً، استحکام خمشی از جمله خواص مکانیکی است که بیشتر تحت تأثیر خواص زمینه قرار داد [26] و بنابراین تقویت زمینه با استفاده از نانوذرات کربنات کلسیم می‌تواند نقش بسزایی را در بهبود آن داشته باشد. از سوی دیگر، مطابق شکل 6، استحکام خمشی نمونه حاوی 5 درصد نانوذرات در مقایسه با نمونه حاوی 3 درصد نانوذرات افت نشان می‌دهد که دلیل آن را می‌توان به تشکیل آگلومره‌های نانوذرات در درصدهای وزنی بالاتر نسبت داد که در این حالت به علت تماس ذره-ذره به جای تماس ذره-زمینه احتمال شروع ترک از این مناطق تمرکز تنش افزایش یافته و در نتیجه باعث افت استحکام کششی می‌شود. همچنین، همان‌طور که پیشتر بدان اشاره شد حضور آگلومره‌ها در فصل‌مشترک می‌تواند به جدایش راحت‌تر الیاف از زمینه منجر شده و از این طریق باعث افت استحکام و شکست زودرس نمونه شود.

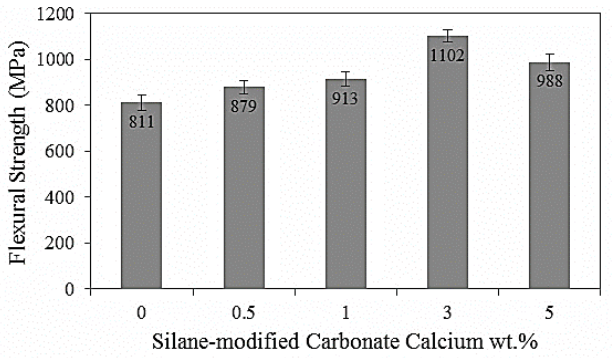


Fig. 6 The variation of the flexural strength of the specimens as a function of nano-carbonate calcium loading in the matrix.

شکل 6 تغییرات استحکام خمشی نمونه‌ها به صورت تابعی از درصد وزنی نانوکربنات کلسیم در زمینه.

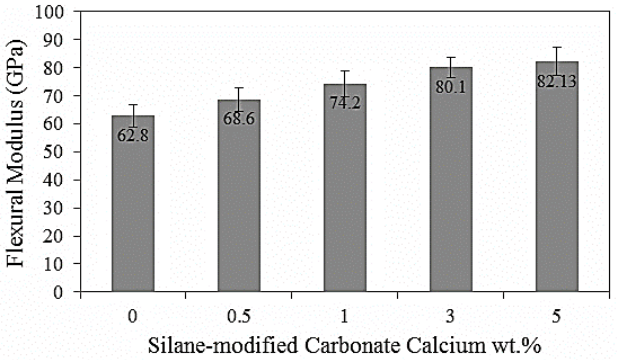


Fig. 7 The variation of the flexural modulus of the specimens as a function of nano-carbonate calcium loading in the matrix.

شکل 7 تغییرات مدول خمشی نمونه‌ها به صورت تابعی از درصد وزنی نانوکربنات کلسیم در زمینه.

نحوه تغییرات مدول خمشی با افزودن نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح‌شده در شکل 7 نشان داده شده است. همان‌طور که در این شکل مشاهده می‌شود روند افزایشی برای مدول خمشی با افزودن نانوذرات وجود دارد. با افزودن 5 درصد وزنی از این نانوذرات، مدول خمشی در مقایسه با نمونه شاهد به میزان 27 درصد بهبود پیدا کرده است که این افزایش را می‌توان به مدول بالاتر نانوذرات در مقایسه با زمینه پلیمری و همچنین برهمکنش خوب نانوذرات اصلاح‌شده با زنجیره‌های پلیمری در حین بارگذاری نسبت داد.

در جدول 3، خواص مکانیکی کامپوزیت‌های چندمقیاسی حاوی 3 درصد وزنی نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح‌شده یا اصلاح‌نشده با یکدیگر مقایسه شده‌اند. همان‌طور که در این جدول مشاهده می‌شود کامپوزیت حاوی نانوذرات اصلاح-شده خواص مکانیکی بهتری را در مقایسه با کامپوزیت مشابه حاوی نانوذرات اصلاح‌نشده از خود نشان می‌دهد. در اثر اصلاح سطحی نانوذرات، استحکام برشی بین لایه‌ای به میزان 14 درصد، استحکام خمشی به میزان 24 درصد و مدول خمشی به میزان 16 درصد بهبود یافته‌اند که موید تأثیر مثبت اصلاح سطحی در بهبود خواص مکانیکی است. علت افزایش مشاهده شده را می‌توان به علت برهمکنش بهتر نانوذرات اصلاح شده با زمینه دانست. زمانی‌که نانوذرات اصلاح شده در زمینه قرار می‌گیرند یک برهمکنش قوی بین گروه‌های اپوکسید روی سطح نانوذرات ناشی از حضور ترکیب سیلانی با گروه‌های اپوکسید موجود در زمینه در حضور گروه‌های آمینی هاردنر صورت می‌گیرد و در نتیجه ایجاد پیوند کووالانسی قوی بین آن‌ها صورت می‌گیرد.

جدول 3 خواص مکانیکی کامپوزیت‌های چندمقیاسی حاوی 3 درصد وزنی نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح شده یا نشده

Table 3 Mechanical properties of multiscale composites having 3 wt.% untreated or silane-modified carbonate calcium nanoparticles

	نمونه حاوی 3 درصد وزنی نانوذرات اصلاح نشده	نمونه حاوی 3 درصد وزنی نانوذرات اصلاح شده
استحکام برشی بین لایه‌ای (MPa)	107	122
استحکام خمشی (MPa)	885	1102
مدول خمشی (GPa)	69.2	80.1

3-3- بررسی سطح شکست

به منظور بررسی و تشخیص مکانیزم‌های حاکم بر رفتار مکانیکی نمونه‌های مورد مطالعه در این تحقیق، سطح شکست آن‌ها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد مطالعه قرار گرفت. شکل 8 تصاویر SEM از سطح شکست نمونه شاهد (فاقد نانوذرات کربنات کلسیم) و همچنین نمونه‌های چندمقیاسی حاوی 3 درصد وزنی نانوذرات اصلاح‌شده و یا اصلاح نشده را نشان می‌دهد.

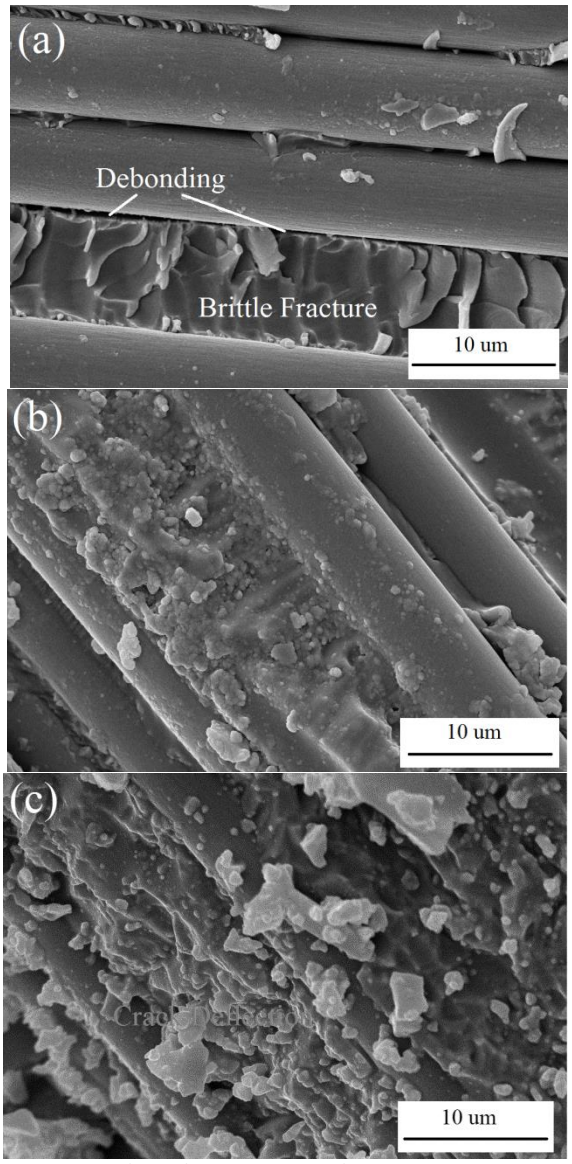


Fig. 8 Fracture surface of a) neat carbon fiber/epoxy composite, b) specimen containing 3 wt.% un-modified nano-carbonate calcium, and c) specimen containing 3 wt.% silane-modified nano-carbonate calcium.

شکل 8 سطح شکست a) نمونه اپوکسی/الیاف کربن، b) نمونه حاوی 3 درصد وزنی کربنات کلسیم اصلاح سطحی نشده، c) نمونه حاوی 3 درصد وزنی کربنات کلسیم اصلاح شده سیلانی.

همان‌طور که در سطح شکست نمونه شاهد (شکل 8a) مشاهده می‌شود سطح الیاف صاف بوده و زمینه از الیاف در فصل‌مشترک جدا شده است. این مشاهدات نشان‌دهنده آن است که در ارتباط با نمونه شاهد، جدایش زمینه از الیاف مکانیزم غالب شکست است. از سوی دیگر، صاف‌بودن سطح شکست بخش

زمینه، موید تردبودن نوع شکست زمینه در ارتباط با نمونه فاقد نانوذرات است. اما در ارتباط با نمونه‌های چندمقیاسی حاوی نانوذرات، چسبندگی خوبی بین الیاف و زمینه قابل مشاهده است (اشکال 8b و 8c) و ترک به جای رشد در امتداد فصل‌مشترک، در داخل زمینه اشاعه پیدا کرده است. این بدان معناست که در ارتباط با نمونه‌های چندمقیاسی، اشاعه ترک در زمینه مکانیزم غالب شکست است. حضور نانوذرات کربنات کلسیم باعث انحراف مسیر رشد ترک در زمینه می‌شود و به همین دلیل سطح شکست بخش زمینه نمونه‌های چندمقیاسی بر خلاف نمونه شاهد ناهموار است [3,9]. مقایسه اشکال 8b و 8c تأثیر مثبت اصلاح سطحی نانوذرات کربنات کلسیم را بر روی سطح شکست نمونه‌ها به خوبی نشان می‌دهد. در ارتباط با نمونه حاوی نانوذرات اصلاح سطحی شده، چسبندگی قابل توجهی بین الیاف کربن و زمینه نانوکامپوزیتی قابل مشاهده است. در شکل 9 حضور آگلومره‌های نانوذرات در نمونه حاوی 5 درصد وزنی نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح‌شده مشهود است که این آگلومره‌ها به عنوان نواحی تمرکز تنش در زمینه عمل کرده و به ایجاد و اشاعه ترک و افت خواص مکانیکی کمک شایانی می‌کند [3]. این مشاهدات در تطابق با نتایج آزمون‌های مکانیکی گزارش شده در بخش قبلی می‌باشند.

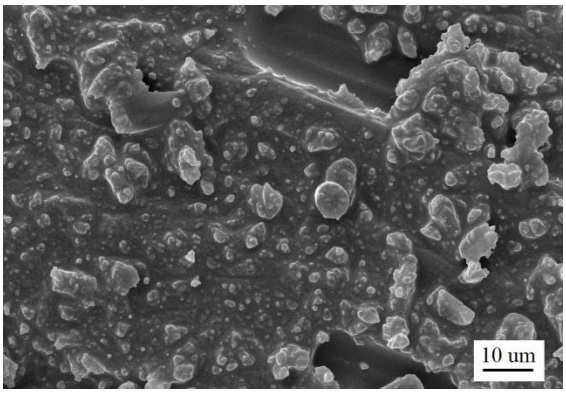


Fig. 9 The presence of some nano-filler agglomerates on the fracture surface of specimen containing 5 wt.% silane-modified nano-carbonate calcium.

شکل 9 حضور آگلومره‌های نانوذرات روی سطح شکست نمونه حاوی 5 درصد وزنی کربنات کلسیم اصلاح شده سیلانی.

4-نتیجه‌گیری

در تحقیق حاضر، به بررسی رفتار مکانیکی کامپوزیت‌های چندمقیاسی اپوکسی/الیاف کربن/نانوکربنات کلسیم اصلاح‌شده حاوی مقادیر مختلف نانوذرات پرداخته شد. نتایج این تحقیق را می‌توان در موارد زیر خلاصه نمود:

1. طیف‌سنجی FTIR موید برهمکنش موفق بین ترکیب سیلانی با گروه‌های عاملی موجود بر روی سطح نانوذرات کربنات کلسیم بود.

2. بالاترین میزان بهبود در خواص مکانیکی برای نمونه حاوی 3 درصد وزنی نانوذرات اصلاح شده مشاهده شد که در این ارتباط، استحکام برشی بین لایه‌ای و استحکام خمشی به ترتیب به میزان 25 و 36 درصد نسبت به نمونه شاهد بهبود پیدا کردند.

3. افزودن نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح‌شده باعث بهبود مدول خمشی شد به طوری که با افزودن 5 درصد وزنی نانوذرات، مدول خمشی حدود 30 درصد نسبت به نمونه شاهد افزایش از خود نشان داد.

4. در ارتباط با نمونه حاوی 5 درصد وزنی نانوذرات اصلاح شده، به علت آگلومره شدن نانوذرات، افت خواص مکانیکی در مقایسه با نمونه حاوی 3 درصد وزنی نانوذرات مشاهده شد.

5. اصلاح سطحی نانوذرات کربنات کلسیم نقش بسزایی را در بهبود خواص مکانیکی کامپوزیت‌های چندمقیاسی حاوی این نانوذرات ایفا کرد.

6. در ارتباط با نمونه شاهد (فاقد نانوذرات کربنات کلسیم) و نمونه‌های چندمقیاسی حاوی نانوذرات کربنات کلسیم در زمینه، جدایش الیاف از زمینه در فصل‌مشترک و رشد ترک در زمینه به ترتیب مکانیزم‌های غالب شکست هستند.

7. نتایج این تحقیق موید آن است که افزودن نانوذرات کربنات کلسیم اصلاح سطحی شده نقش چشمگیری را در بهبود استحکام برشی بین لایه‌ای و خواص خمشی کامپوزیت‌های الیافی دارد.

5-مراجع

[1] Barbero, E.J., “Introduction to Composite Materials Design”, Third Edition, CRC Press, Taylor & Francis Group, 2017.

[2] Gantayat, S. Rout, D. and Swain, S.K. “Carbon Nanomaterial Reinforced Epoxy Composites: a Review”, Polymer Plastics Technology and Engineering, Vol. 57, No. 1, pp. 1-16, 2018.

[3] Jamali, N. Rezvani, A. Khosravi, H. and Tohidlou, E., “On the Mechanical Behavior of Basalt Fiber/Epoxy Composites filled with silanized graphene oxide nanoplatelets”, Polymer Composites, 2018, DOI 10.1002/pc.24766.

[4] Eslami-Farsani, R. Mohabbati, F. and Khosravi, H., “Experimental Study of Tensile Behavior of Self-Healing Fiber-Metal Laminates Composites with Chopped Hollow Glass Fibers”, In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 4, No. 4, pp. 399-404, 2018.

[5] Eslami-Farsani, R. Sari, A. and Khosravi, H., “Mechanical Properties of Carbon Fibers/Epoxy Composite Containing anhydride self-healing material under transverse Loading”, In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 3, No. 3, pp. 285-290, 2016.

[6] Lee, M.W. Wang, T.Y. and Tsai, J.L., “Mechanical Properties of Nanocomposites with Functionalized Graphene”, Journal of Composite Materials, Vol. 50, No. 27, pp. 3779-3789, 2016.

[7] Shokrieh, M.M. Kefayati, A.R. and Chitsazzadeh M., “Fabrication and Mechanical Properties of Clay/Epoxy Nanocomposite and its Polymer Concrete”, Materials and Design, Vol. 40, pp. 443-452, 2012.

[8] Khosravi, H. and Eslami-Farsani, R., “An Experimental Investigation into the Effect of Surface-Modified Silica Nanoparticles on the Mechanical Behavior of E-Glass/Epoxy Grid Composite Panels under Transverse Loading”, In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 3, No. 1, pp. 11-20, 2016.

[9] Khosravi, H. Eslami-Farsani, R. and Ebrahimnezhad-Khaljiri, H., “An Experimental Study on Mechanical Properties of Epoxy/Basalt/Carbon Nanotube Composites under Tensile and Flexural Loadings”, In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 3, No. 2, pp. 187-194, 2016.

[10] Palmeri, M.J. Putz, K.W. Ramanathan, T. and Brinson L.C., “Multi-Scale Reinforcement of CFRPs using Carbon Nanofibers”, Composites Science and Technology, Vol. 71, pp. 79-86, 2011.

[11] Mohsenzadeh, R. and Shelesh-Nezhad, K., “Experimental Studies on the Durability of PA6-PP-$CaCO_3$ Nanocomposite

Gears", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 3, No. 2, pp. 147-156, 2016.

[12] Mohanty, A. and Srivastava V. K., "Effect of Alumina Nanoparticles on the Enhancement of Impact and Flexural Properties of the Short Glass/Carbon Fiber Reinforced Epoxy Based Composites", Fibers and Polymers, Vol. 16, No. 1, pp. 188-195, 2015.

[13] He, H. Zhang, Z. Wang, J. and Li, K., "Compressive Properties of Nano-Calcium Carbonate/Epoxy and its Fibre Composites", Composites Part B: Engineering, Vol. 45, No. 1, pp. 919-924, 2013.

[14] Abdi, A. Eslami-Farsani, R. and Khosravi, H., "Evaluating the Mechanical Behavior of Basalt Fibers/Epoxy Composites Containing Surface-Modified $CaCO_3$ Nanoparticles", Fibers and Polymers, Vol.19, No.3, pp. 635-640, 2018.

[15] Baskaran, R. Sarojadevi, M. and Vijayakumar, C.T., "Mechanical and Thermal Properties of Unsaturated Polyester/Calcium Carbonate Nanocomposites," Journal of Reinforced Plastics and Composites, Vol. 30, No. 18, pp. 1549-1556, 2011.

[16] Shimpi, N.G. Verma, J. and Mishra, S., "Dispersion of Nano $CaCO_3$ on PVC and its Influence on Mechanical and Thermal Properties" , Journal of Composite Materials, Vol. 44, No. 2, pp. 211-219, 2010.

[17] Li, L. Zou, H. Shao, L. Wang, G. and Chen, J., "Study on Mechanical Property of Epoxy Composite Filled with Nano-Sized Calcium Carbonate Particles", Journal of Materials Science, Vol. 40, No. 5, pp. 1297-1299, 2005.

[18] Hossain, M. K. Hossain, M. E. Dewan, M. W. Hosur, M. and Jeelani, S. "Effects of Carbon Nanofibers (CNFs) on Thermal and Interlaminar Shear Responses of E-Glass/Polyester Composites", Composites: Part B, Vol. 44, pp. 313-320, 2013.

[19] Liu, Y. Yang, J. P. Xiao, H. M. Qu, C. B. Feng, Q. P. Fu, S. Y. and Shindo, Y., "Role of matrix modification on interlaminar shear strength of glass fibre/epoxy composites", Composites: Part B Vol. 43, pp. 95-98, 2012.

[20] Park, S. J. Kim, B. J. Seo, D. I. Rhee, K. Y. and Lyu, Y. Y., "Effects of a Silane Treatment on the Mechanical Interfacial Properties of Montmorillonite/Epoxy Nanocomposites", Materials Science and Engineering A, Vol. 526, pp. 74–78, 2009.

[21] ASTM D2344/D2344M: Standard Test Method for Short-Beam Strength of Polymer Matrix Composite Materials and Their Laminates.

[22] ASTM 790–10: Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials.

[23] Khosravi, H. and Eslami-Farsani, R., "Enhanced Mechanical Properties of Unidirectional Basalt Fiber/Epoxy Composites using Silane-Modified Na^+-Montmorillonite Nanoclay", Polymer Testing, Vol. 55, 135-142, 2016.

[24] Kathi, J. and Rhee, K.Y., "Surface Modification of Multi-Walled Carbon Nanotubes using 3-Aminopropyltriethoxysilane", Journal of Materials Science, Vol. 43, pp. 33-37, 2008.

[25] Sanchez, M. Campo, M. and Jimenez-Suarez, A., "Effect of the Carbon Nanotube Functionalization on Flexural Properties of Multiscale Carbon Fiber/Epoxy Composites Manufactured by VARIM", Composite Part B Engineering, Vol. 45, pp. 1613-1619, 2013.

[26] He, H. and Gao, F., "Resin modification on Interlaminar Shear Property of Carbon Fiber/Epoxy/Nano-$CaCO_3$ Hybrid Composites", Polymer Composites, Vol. 38, No. 90, pp. 2035-2042, 2017.

جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 351-362

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیـــت**

http://jstc.iust.ac.ir

بررسی تجربی و عددی اثر شکل هندسی تقویت کننده‌ها بر رفتار خمشی پنل ساندویچی کامپوزیتی انحنادار با هسته مشبک

سروش معصومی اصل[1]، غلامحسین رحیمی[2*]

1- دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه تربیت مدرس، تهران

2- استاد، مهندسی مکانیک، دانشگاه تربیت مدرس، تهران

* تهران، صندوق پستی 111-14115 ، rahimi_gh@modares.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت:

پذیرش:

کلیدواژگان:

پنل ساندویچی کامپوزیتی انحنادار

خمش سه نقطه‌ای

سفتی خمشی

چکیده

سازه‌های مشبک کامپوزیتی به عنوان سازه‌هایی سبک که استحکام و سفتی بالایی نسبت به وزنشان دارند، در صنایع مختلفی همچون هوافضا، خودروسازی و کشتی‌سازی رایج شده‌اند. از آنجا که بسیاری از موارد استفاده از سازه‌های کامپوزیتی در صنایع، به صورت انحنادار می‌باشد، نیاز است تا رفتار خمشی سازه‌های کامپوزیتی انحنادار تحت بررسی قرار گیرند. پنل‌های ساندویچی کامپوزیتی، از دو پوسته کامپوزیتی نازک متصل به طرفین شبکه ریب‌های تقویت‌کننده‌کامپوزیتی تشکیل شده است. در این پژوهش، به بررسی تجربی و عددی رفتار خمشی پنل‌های ساندویچی کامپوزیتی انحنادار با هسته مشبک تحت بارگذاری خمش سه نقطه پرداخته شده‌است. بدین منظور، دو نوع پنل ساندویچی با هسته تقویت‌کننده مربعی و مثلثی در نظر گرفته شده است. سازه‌ها به روش لایه‌چینی دستی و رشته‌پیچی الیاف ساخته شده‌اند. نمونه‌های ساخته شده، تحت آزمایش خمش سه نقطه‌ای قرار گرفتند. تمامی نمونه‌ها در نرم‌افزار اباکوس مدل‌سازی عددی شده‌اند. برای بدست آوردن خواص مکانیکی ریب‌ها و پوسته‌ها، تست کشش مطابق استاندارد صورت گرفته‌است. همچنین پیش‌بینی تخریب سازه‌ها، برای شبیه‌سازی عددی صورت گرفته است. همبستگی خوبی بین نتایج عددی و تجربی مشاهده شد. نتایج نشان دادند که پنل‌ساندویچی با هسته ریب مثلثی 7 درصد سفتی خمشی بیشتری نسبت به هسته مربعی از دارند. بار بیشینه قابل تحمل توسط پنل‌های ساندویچی با هسته ریب مثلثی تا لحظه واماندگی نیز نسبت به نمونه مربعی 7.5 درصد بیشتر می‌باشد.

Experimental and numerical investigation of effect of shape of ribs on flexural behavior of curved composite sandwich panels with lattice core

Soroush Masoumiasl[1], Gholam Hossein Rahimi[1*]

1- Department of Mechanical Engineering, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran
* P.O.B. 14115- 111, Tehran, Iran, rahimi_gh@modares.ac.ir

Keywords

Curved composite sandwich panel

Three point bending

Bending stiffness

Abstract

Sandwich panels have become popular in various industries like aerospace, marine and automotive as a lightweight structure that has high stiffness and strength to weight ratio. Since many of composite structures that been used in these industries has curvature, there is a desire to investigate the effect of curvature on flexural behavior of these structures. Composite Sandwich panel with lattice core are made from thin composite shell connected to both sides of a series of composite ribs. In this research, the flexural behavior of curved composite sandwich panels under three point bending, has been investigated experimentally and numerically. For this purpose, two types of sandwich panels with core of square and isogrid ribs were considered. Grids are fabricated by filament winding method. Samples were subjected to three point bending test. The test has been numerically simulated by FEM in Abaqus. Tension tests are conducted on grids and shells in order to obtain mechanical property of them. Also, structure failure were predicted for numerical simulations. Good correlation between experimental and FEM analysis was obtained. Results show that sandwich panel with isogrid shape of core has 7% more bending stiffness compared to square-shaped core sandwich panel. Results also indicate that the ultimate strength of sandwich panel with isogrid core is 7.5% higher than the sandwich panel with square shape of core.

1-مقدمه

سازه‌های مشبک کامپوزیتی و پنل‌های ساندویچی[1] کامپوزیتی به عنوان سازه-هایی سبک که استحکام و سفتی بالایی نسبت به وزنشان دارند، در صنایع مختلفی همچون هوافضا، خودروسازی و کشتی‌سازی رایج شده‌اند. بسیاری از موارد استفاده از سازه‌های کامپوزیتی در صنایع، به صورت انحنادار می‌باشد؛

[1] Sandwich panel

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Masoumiasl, S. and Rahimi, G.H., "Experimental and numerical investigation of effect of shape of ribs on flexural behavior of curved composite sandwich panels with lattice core", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 3, pp. 351-362, 2019.

برای مثال، بدنه هواپیماها، موشک های ارسال ماهواره و بدنه توربو فن جنگنده-ها همگی انحنادار می‌باشند. از آنجاکه که شکل هندسی سازه بر رفتار مکانیکی سازه تاثیر دارد؛ لذا این نیاز احساس می‌شود تا رفتار مکانیکی سازه‌های مشبک کامپوزیتی دارای انحنا، تحت بررسی قرار گیرند.

پنل‌های ساندویچی کامپوزیتی با هسته ریب‌های تقویت کننده، از دو پوسته کامپوزیتی نازک متصل به طرفین یک سری ریب‌های تقویت‌کننده کامپوزیتی تشکیل شده است؛ به طوری که که ریب‌های تقویت‌کننده نقش هسته، و پوسته‌های کامپوزیتی نقش رویه را دارند. در شکل 1 شماتیک پنل‌های ساندویچی کامپوزیتی انحنادار با هسته ریب‌های تقویت‌کننده نشان داده شده-اند

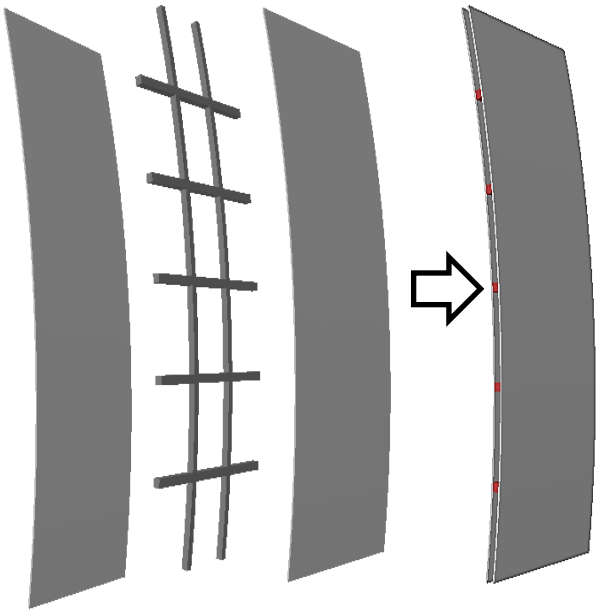


Fig. 1 schematic of Sandwich Panel with lattice core

شکل 1 شماتیک پنل ساندویچی با هسته ریب‌های تقویت‌کننده

تحقیقات گوناگونی بر تحلیل‌های مختلف سازه‌های مشیک کامپوزیتی انجام شده است. لازم به ذکر است که اغلب تحقیقات گذشته بر روی سازه‌های تخت صورت گرفته است و پژوهش‌های بسیار محدودی بر روی سازه‌های انحنادار صورت پذیرفته است. چن و تسای به تحلیل و طراحی بهینه ساختارهای مشبک کامپوزیتی پرداختند. بدین منظور آنها یک مدل سختی معادل، به منظور توصیف ساختار مشبک با و بدون پوسته‌های چند لایه ارائه کردند، تا بارگذاری‌های مختلف و مکانیزم‌های مختلف شکست این سازه‌ها را بررسی کنند. آنها با استفاده از این مدل توانستند عملکرد ساختارهای مشبک کامپوزیتی را با چندلایه‌های سنتی ساندویچی و ساختارهای مشبک فلزی مقایسه کنند [1]. گان به روش تجربی و عددی به بررسی مدهای شکست صفحات کامپوزیتی مشبک تحت بار جانبی پرداخت. وی همچنین پاسخ بار-جابجایی صفحات کامپوزیتی مشبک را نیز مورد بررسی قرار داد [2]. جادهاو و همکاران مشخصات جذب انرژی پنل‌های کامپوزیتی ایزوگرید[1] تحت بارگذاری جانبی شبه استاتیکی را بررسی کردند. آن ها تست‌ها و شبیه سازی-های المان محدود را بر روی پنل‌های ایزوگرید تحت بار خمش سه نقطه‌ای انجام دادند [3]. فرولونی و همکاران به بررسی تجربی و تحلیل المان محدود از ناپایداری الاستیک سازه‌های مشبک کامپوزیتی به کار رفته در صنایع هوافضا، پرداختند. سازه مورد نظر یک استوانه مشبک توخالی است که در معرض فشار هیدرواستاتیکی خارجی قرار گرفته است و رفتار واماندگی آن به وسیله ابزار المان محدود مدل‌سازی می‌شود [4]. ژانگ و همکاران یک روش شکست پیشرفته به منظور شبیه‌سازی و پیشرفت مدهای شکست چندگانه صفحات و پوسته‌های کامپوزیتی تقویت شده را بر اساس یک مدل المان تقویت شده مثلثی توسعه دادند. هم شکست پوسته و هم شکست ریب بررسی شد که شامل ترک در ماتریس، شکست الیاف، شکست برشی الیاف-ماتریس، لایه لایه شدن پوسته و شکست الیاف در ریب بود [5]. بهینه‌سازی پوسته‌های شبکه‌ای توسط توتارو و گوردا بر مبنای پارامترهای موثری نظیر عرض سطح مقطع ریب، عرض سطح مقطع تقویت‌کننده محیطی و فاصله ریب‌ها بر مبنای روش‌های عددی روی یک شبکه‌بندی شش‌ضلعی با ابعاد خاص انجام شد و نقاط طراحی مناسب به دست آمد [6]. یزدانی و همکاران اثرات تغییر شکل شبکه را در نمونه‌هایی از پوسته‌های استوانه‌ای تقویت‌شده‌ای که ضخامت پوسته آنها بسیار کم بود، بررسی نمودند [7]. همچنین یزدانی و رحیمی اثرات تغییرات شکل شبکه و تعداد ریب‌های تقویت‌کننده مارپیچ را بر باربری پوسته‌های استوانه‌ای تقویت-شده تمام کامپوزیتی به روش تجربی بررسی نمودند [8]. واسیلیف و همکاران مطالعاتی بر روی سازه‌های مشبک کامپوزیتی نامتقارن انجام دادند. درتحقیق آنها روش‌های طراحی موجود و ساخت سازه‌های مشبک به طور خلاصه مورد بحث قرار گرفت و همچنین کاربرد این گونه سازه‌ها در سازه‌های هوافضایی شرح داده شد[9]. رحیمی و همکاران اثر پروفیل ریب‌ها را روی مقاومت کمانشی پوسته‌های کامپوزیتی شبکه‌ای تقویت‌شده تحت بار محوری بررسی نمودند. آنها در تحقیق خود مدل‌های مختلف از هندسه‌های متنوع از پوسته و با تعداد ریب‌های مختلف استفاده کردند [10]. ژیانگ و همکاران با استفاده از مدل تحلیلی، آزمایش خمش و سه نقطه و المان محدود به عملکرد پنل های کامپوزیتی انحنا دار با هسته خرپای هرمی فلزی تحت خمش پرداختند. آنها روابطی را برای پیش‌بینی بار شکست برای هر یک از مودهای گسیختگی بدست آوردند [11]. ملک زاده فرد و همکاران برای اولین بار آنالیز خمش پنل‌های ساندویچی دو انحنایی[2] را تحت بار نقطه‌ای، توزیع یکنواخت و توزیع هارمونیک بر اساس تئوری پنل‌های ساندویچی اصلاح شده درجات بالا انجام دادند [12]. هالدر و همکاران به تحقیق درباره رفتار خمشی سازه‌های کامپوزیتی ساندویچی انحنادار با هسته ایکس-کور[3] پرداختند [13].

ملک زاده فرد و حسن آبادی به تحلیل خمش استاتیکی و ارتعاشات آزاد ورق ساندویچی انحنادار با وجود لایه روغن هوشمند مغناطیسی در رویه‌ها با استفاده از تئوری مرتبه بالای بهبود یافته‌ی ورق‌های ساندویچی پرداختند [14]. طحانی و همکاران به بررسی تجربی و عددی اثر شکل تقویت کننده‌ها بر رفتار خمشی ورق‌های کامپوزیتی مشبک پرداختند [15].

دونگی‌یون جه و همکاران، فیکسچری برای ایجاد برش خالص و خمش داخل صفحه‌ای پنل‌های انحنادار ساختند. پنل‌های انحنادار مورد بررسی آنها از نوع تقویت شده بود. همچنین، آنها رفتار کمانشی و پساکمانشی کامپوزیت-های تقویت شده انحنادار را مطالعه کردند [16].

[1] Isogrid
[2] double curved
[3] X-Cor®

شاهقلیان و همکاران به بررسی تجربی و عددی اثر تقویت کننده‌های طولی و عرضی بر رفتار خمشی ورق‌های کامپوزیتی مشبک پرداختند. نتایج آنان نشان داد که تقویت کننده‌های طولی اثر بسیار زیادی بر بار بیشینه مخصوص قابل تحمل توسط سازه دارند [17].

زارعی و رحیمی به تحلیل ارتعاشات آزاد پوسته‌های مخروطی کامپوزیتی مشبک پرداختند. آنها اثر تغییر پارامترهای هندسی و تغییر در زاویه بین تقویت کننده‌ها را روی فرکانس ارتعاشات بررسی کردند [18]. شاهقلیان و همکاران به بررسی تجربی و عددی ارتعاشات آزاد ورق‌های کامپوزیتی ساندویچی با هسته مشبک پرداختند [19].

آذرافزا و همکاران رفتار ورق ساندویچی فلزی و کامپوزیتی با هسته مشبک تحت خمش سه نقطه‌ای را مورد بررسی قرار دادند. نتایج آنها نشان داد که حتی بعد از واماندگی رویه‌ها، هسته مشبک به تحمل بار ادامه می‌دهد [20].

در این پژوهش، به بررسی تجربی و عددی رفتار خمشی پنل‌های ساندویچی کامپوزیتی انحنادار با هسته مشبک تحت بارگذاری خمش سه - نقطه‌ای پرداخته شده است. برای این منظور، دو نوع پنل ساندویچی با هسته تقویت کننده مربعی و مثلثی در نظر گرفته شده است. سازه ها به وسیله قالب سیلیکونی و به روش لایه چینی دستی و رشته پیچی الیاف ساخته شده‌اند. نمونه‌های ساخته شده، مطابق استاندارد، تحت آزمایش خمش سه نقطه‌ای قرار گرفتند. به منظور اعتبار سنجی نتایج بدست آمده از تست خمش سه‌نقطه‌ای، تمامی نمونه‌ها در نرم‌افزار اباکوس مدل‌سازی عددی شده‌اند. بدین منظور، تست کشش برای بدست آوردن خواص مکانیکی ریب‌ها و پوسته‌های کامپوزیتی، مطابق استاندارد، صورت گرفته است. همچنین به منظور پیش‌بینی تخریب سازه‌ها و مقایسه آن با نتایج تجربی، از معیار هشین-پاک[1] [21] سه بعدی، به وسیله کد وی-یومت[2] نوشته شده در نرم‌افزار فورترن[3]، استفاده شده است.

2-مشخصات هندسی سازه‌ها

پنل های ساندویچی کامپوزیتی با هسته ریب‌های تقویت کننده از دو پوسته نازک کامپوزیتی، متصل به طرفین یک سری ریب‌های تقویت‌کننده کامپوزیتی تشکیل شده‌است که شبکه ریب‌های تقویت‌کننده نقش هسته را در آن ایفا می‌کنند. در این پژوهش، دو نوع پنل ساندویچی با هسته تقویت کننده مربعی و مثلثی در شکل 2 شکل شماتیک تقویت کننده‌های مربعی و مثلثی نشان داده شده است. ابعاد مقطع ریب‌های تقویت‌کننده در تمامی نمونه‌ها 4.8 در 4.5 میلیمتر می‌باشد که اولی عرض مقطع و دومی ارتفاع (ضخامت در راستای شعاع منحنی) مقطع می‌باشد. در ریب‌های مربعی، فاصله ریب‌های عرضی از یکدیگر، 51 میلیمتر و فاصله ریب‌های طولی از یکدیگر برابر با 43.3 میلیمتر می‌باشد. برای مدل‌سازی شبکه مثلثی‌شکل، زاویه تقریبی 60 درجه برای ریب-ها در نظر گرفته شده است، به گونه‌ای که سلول‌ها به شکل مثلث متساوی-الاضلاع در بیایند. طول و عرض تمامی نمونه‌های مدل شده، یکسان و مطابق استاندارد ای‌اس‌تی‌ام دی[4] 7264 برابر با 30 سانتی‌متر طول و 12.5 سانتی‌متر عرض می‌باشد. همچنین ضخامت پوسته‌های نازک کامپوزیتی 1.2 میلیمتر می‌باشد. تمامی نمونه‌ها دارای شعاع انحنای 75 سانتی‌متر می‌باشند.

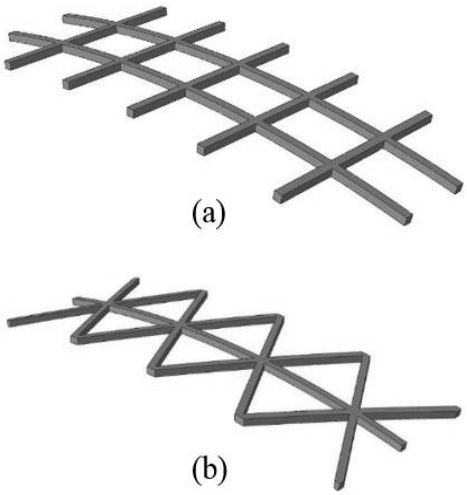


Fig. 2 Types of Grid shapes considered in this research (a) Square Grid (b) Triangular Grid (Isogrid)

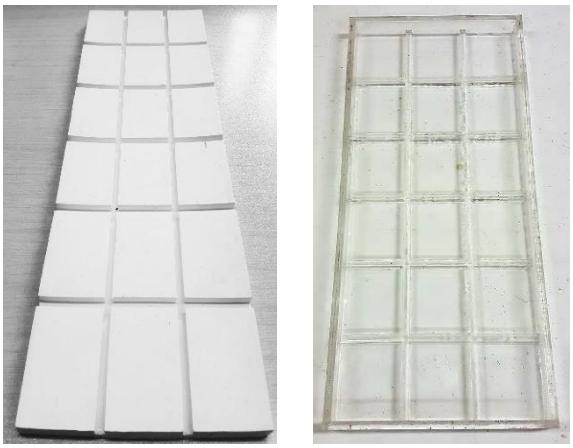
شکل 2 شکل هندسی ریب‌ها (a) ریب مربعی و (b) ریب مثلثی (ایزوگرید)

3-ساخت نمونه‌های آزمایشگاهی

در این پژوهش، برای ساخت شبکه ریب‌های تقویت کننده از روش رشته پیچی[5] الیاف درون شیارهای سیلیکونی استفاده شده‌است. برای ساخت قالب‌های سیلیکونی از سینی‌های مخصوصی از جنس پلکسی‌گلس[6] استفاده می‌شود. برای هر نوع شکل ریب، یک سینی می‌بایست ساخته شود که طرح ریب ها در کف آنها به صورت برجسته وجود داشته باشد؛ سیلیکون مایع به داخل این سینی‌ها ریخته می‌شود. هنگامی که پس از سفت شدن سیلیکون، آن را از سینی جدا می کنیم طرح ریب‌ها به صورت شیارهایی در داخل سیلیکون وجود دارد. شبکه ریب‌ها درون این شیارها شکل می‌گیرد. در شکل 3 سینی‌های پلکسی‌گلس و قالب‌های سیلیکونی و نشان داده شده است. برای ساخت کامپوزیت تقویت شده انحنادار نیاز به یک پلتفرم انحنادار داریم تا قالب سیلیکونی را روی آن پهن کنیم سپس با پیچش الیاف داخل شیار های قالب سیلیکونی، ریب های انحنادار تولید کنیم. بدیهی است که شعاع انحنای پلتفرم، تعیین کننده شعاع انحنای پنل‌های ساندویچی کامپوزیتی خواهد بود. بدین منظور، یک بلوک چوبی تهیه گردید، سپس توسط دستگاه فرز سی‌ان‌سی[7] شعاع انحنا مدنظر روی سطح آن تراشیده شد. علاوه بر این، برای پِرس کردن نمونه تا لحظه پخت، نیاز به یک پرس انحنادار نیز می‌باشد. پِرس نیز از جنس چوب تهیه گردید و شعاع انحنا مطلوب توسط فرز سی‌ان‌سی در آن ایجاد گردید. در شکل 4 تصویر پلتفرم انحنادار قابل مشاهده می‌باشد. برای هدایت الیاف به داخل شیارهای قالب سیلیکونی از میخ‌های راهنما[8] استفاده شده است؛ به این صورت که الیاف بعد از قرار گرفتن درون شیار قالب سیلیکونی، با پیچیده شدن دور میخ‌های راهنما، به سمت شیار بعدی هدایت می‌شوند. الیاف بعد از پیچیده شدن به رزین آغشته می‌شوند. این پروسه تا جایی ادامه می‌کند که شیارها کاملا از الیاف و رزین پر شوند (شکل 5). پوسته‌ها نیز به روش لایه‌چینی دستی[9] ، بلافاصله بعد از مرحله رشته پیچی صورت می‌پذیرد. مزیت این روش ساخت همزمان تقویت کننده و پوسته می‌باشد که احتمال جدایش پوسته از

[1] Hashin-Puck
[2] Vumat
[3] Fortran
[4] ASTM D7264
[5] Filament winding
[6] Plexiglass
[7] CNC
[8] Guide
[9] Hand lay-up

ریب را به شدت کاهش می دهد. در انتها پرس چوبی انحنادار بر روی نمونه قرار می‌گیرد. برای ساخت پنل ساندویچی، یک پوسته دیگر، به صورت جداگانه ساخته می‌شود، سپس پنل کامپوزیتی مشبک که قبلا مطابق مراحل ساخته شده است را روی پوسته طوری قرار داده می‌شود که ریب‌های تقویت‌کننده بین دو پوسته قرار بگیرد. در شکل 6 نحوه ساخت پنل‌های ساندویچی به صورت شماتیک نشان داده شده‌است. به منظور ایجاد فاز زمینه[1] کامپوزیت، در ریب‌ها و پوسته‌ها (رویه‌ها) از رزین ام‌ال506 (ML-506) و هاردنر اچ‌ای11 (HA-11) استفاده شده است. جهت ساخت ریب‌های شبکه‌ای، از الیاف رووینگ[2] شیشه از نوع ای-گلس[3] با چگالی طولیِ 2400 گرم بر کیلومتر[4] به عنوان تقویت کننده استفاده شده است.. جهت ساخت پوسته‌های کامپوزیتی از الیاف پارچه شیشه-ای بافته شده[5] ای-گلس 200 گرمی استفاده شده است. در شکل 7 پنل‌های ساخته شده نشان داده شده‌اند.



(a) (b)

Fig. 3 (a) Silicon mold (b) Plexiglass mold

شکل 3 (a) قالب سیلیکونی (b) سینی پلکسی گلس

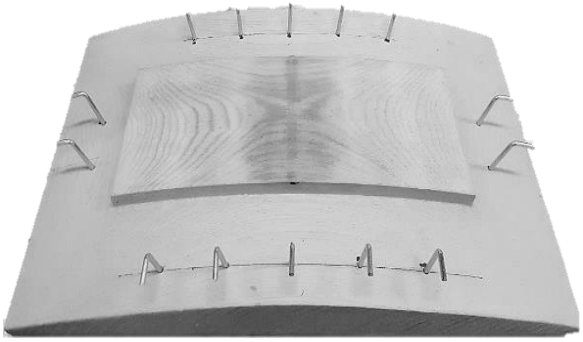


Fig. 4 Curved Platform

شکل 4 پلتفرم انحنادار

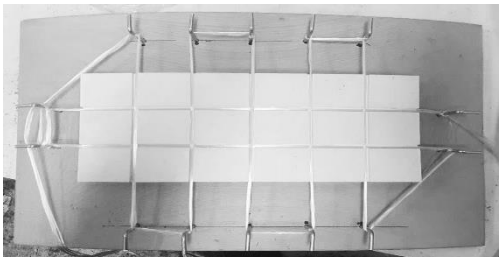
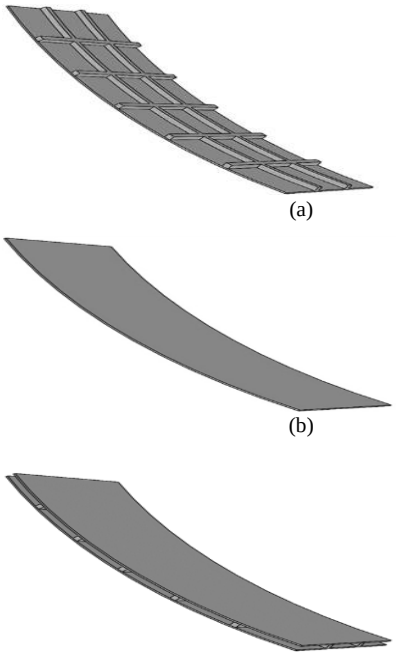


Fig. 5 Wraped Filaments in Silicon mold

شکل 5 الیاف پیچیده شده درون قالب سیلیکونی



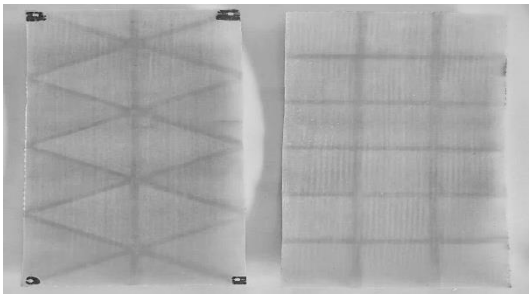
(a)

(b)

(c)

Fig 6 Sandwich panel (c) is composed by attaching Grid-Stiffened composite (a) to composite shell (b)

شکل 6 نحوه ساخت پنل ساندویچی: با به هم چسباندن پنل کامپوزیتی تقویت شده (a) و پوسته کامپوزیتی (b) به یکدیگر، پنل ساندویچی (c) ساخته می‌شود.



(a) (b)

Fig. 7 Built panels (a) sandwich panel with triangular rib core (b) sandwich panel with square rib core

شکل 7 پنل‌های ساخته شده (a) پنل ساندویچی با هسته ریب مثلثی (b) پنل ساندویچی با هسته مربعی

[1] Matrix
[2] Roving
[3] E-Glass
[4] TEX 2400
[5] Woven

4-آزمایش‌های تجربی

به منظور بررسی رفتار خمشی نمونه‌ها تست خمش سه نقطه‌ای انجام شد. این تست بر اساس استاندارد ای‌اس‌تی‌ام دی7264 صورت گرفته است. برای اعمال بارگذاری و شرایط مرزی مطلوب، از فیکسچری مطابق استاندارد استفاده شده است. فاصله تکیه‌گاه از یکدیگر مطابق استاندادر 25 سانتی‌متر می‌باشد. سرعت سنبه اعمال نیرو 6 میلیمتر بر دقیقه می‌باشد. دو سنسور نیرو[1] نیز با دقت 5 نیوتن که به صورت موازی با یکدیگر بر روی فک بالایی دستگاه نصب شده‌اند، نیروی وارد شده را اندازه‌گیری می‌کنند؛ نیرو وارد شده به نمونه برابر با مجموع نیروهای اندازه گیری شده توسط دو سنسور نیرو می‌باشد (سنسورها موازی با یکدیگرند). تست خمش سه نقطه‌ای توسط دستگاه سنتام[2] موجود در آزمایشگاه عمران سازه دانشگاه تربیت مدرس صورت گرفته‌است. در شکل 8 نمونه‌ای از تست خمش سه نقطه‌ای نشان داده شده‌است.

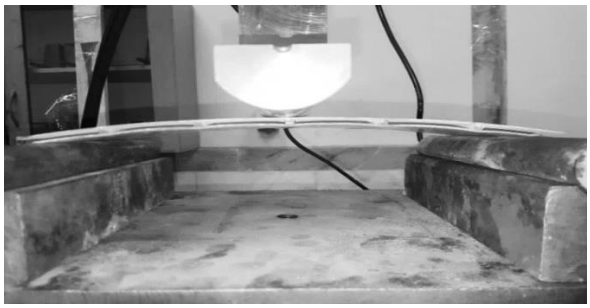


Fig. 8 Three-point bending test

شکل 8 تست خمش سه نقطه‌ای

5-شبیه‌سازی المان محدود

به منظور بررسی صحت نتایج تجربی، شبیه‌سازی المان محدود توسط نرم‌افزار آباکوس صورت گرفته است که در ادامه مراحل مختلف آن به اختصار توضیح داده خواهد شد.

5-1- مدل‌سازی

برای مدل‌سازی پنل‌های ساندویچی، پوسته(رویه)های کامپوزیتی و ریب‌ها به صورت جداگانه مدل شدند، سپس روی هم مونتاژ گردیدند. همانطور که قبلا ذکر شد، دو نوع پنل جهت بررسی ساخته شده که شامل: پنل ساندویچی با هسته ریب مربعی و پنل ساندویچی با هسته ریب مثلثی می‌باشد. هر دو نوع پنل جهت شبیه سازی عددی در نرم‌افزار مدل گردیده‌است.

5-2- خواص مواد

به منظور مدل کردن نمونه‌ها در نرم‌افزار المان محدود، نیاز است که خواص مکانیکی پوسته و ریب‌هایی که در ساخت نمونه‌ها استفاده شده‌اند، مشخص باشد. بدین منظور چهار نمونه تست کشش پوسته کامپوزیتی با الیاف پارچه بافته شده در راستای تار پارچه و چهار نمونه تست کشش با زاویه 45 درجه الیاف تار پارچه نسب به راستای کشش و همچنین سه نمونه تست کشش ریب مطابق با استاندارد ای‌اس‌تی‌ام دی3039ام[3] ساخته شدند و توسط دستگاه تست کشش سنتام[4] موجود در دانشکده مکانیک دانشگاه تربیت مدرس تحت آزمون کشش قرار گرفتند. جنس نمونه‌ها از همان جنس کامپوزیت شیشه-اپوکسی است که در نمونه‌های خمش مورد استفاده قرار گرفته است، و جهت ساخت آنها از رزین و هاردنر مورد استفاده در ساخت نمونه‌های اصلی استفاده شد. طول و عرض نمونه‌های کشش پوسته به ترتیب 25 و 2.5 سانتی‌متر و ضخامت آنها 1.7 میلیمتر می‌باشد. در مورد ریب‌ها نیز، طول آنها 25 سانتی-متر و مقطعشان مربعی به ضلع 4.5 سانتی‌متر است. در شکل 9 نمونه‌های ساخته شده قابل مشاهده هستند. سرعت جابجایی فک بالایی دستگاه در حین انجام آزمون کشش، 2mm/min بوده است.

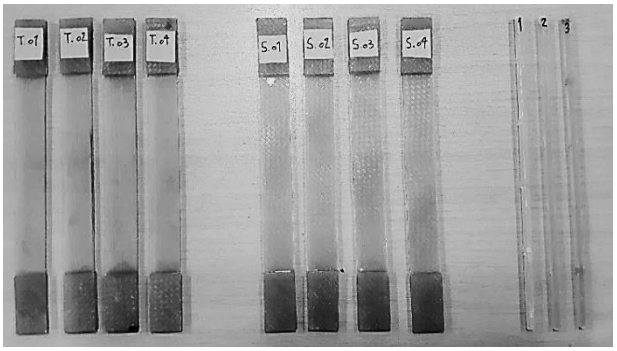


Fig. 9 Samples for tensile test

شکل 9 نمونه‌های تست کشش

تست کشش نمونه‌های با الیاف 45 درجه نسبت به راستای کشش، به منظور بدست آوردن مدول برشی و استحکام نهایی برشی پوسته کامپوزیتی صورت گرفته است. برای بدست آوردن مدول برشی کامپوزیت، ابتدا مدول الاستیسیته نمونه با الیاف 45 درجه مانند نمونه‌های دیگر بدست آورده شده است؛ سپس در رابطه (1) قرار داده شده تا مدول برشی بدست آید[22].

$$G_{12} = \frac{1}{\frac{4}{E_x} - \frac{1}{E_1} - \frac{1}{E_2} + \frac{2\nu_{12}}{E_1}}$$ رابطه (1)

در رابطه (1)، E_x مدول الاستیسیته بدست آمده از نمودار تنش-کرنش نمونه‌ی با الیاف 45 درجه نسبت به محور کشش است. E_1 و E_2 مدول الاستیسیته در راستاهای اصلی می‌باشند و ν_{12} ضریب پواسون می‌باشد.

در جدول 1 و 2 به ترتیب خواص مکانیکی پوسته و ریب آورده شده است. لازم به ذکر است که سایر خواص مکانیکی نیز با بررسی مقالات مرتبط بدست آورده شده است[17،15]

جدول1 خواص مکانیکی پوسته کامپوزیتی

Table 1 Mechanical properties of composite shell

خواص مکانیکی	مقدار	خواص مکانیکی	مقدار
$E_1(GPa)$	16.9	$S_{12}(MPa)$	52.5
$E_2(GPa)$	16.9	$S_{13}(MPa)$	52.5
$E_3(GPa)$	4	$S_{23}(MPa)$	52.5
$G_{12}(GPa)$	2.55	$X_t(MPa)$	206
$G_{13}(GPa)$	1.86	$X_c(MPa)$	120
$G_{23}(GPa)$	1.86	$Y_t(MPa)$	206
ν_{12}	0.25	$Y_c(MPa)$	120
ν_{13}	0.21	$Z_t(MPa)$	75
ν_{23}	0.21	$Z_c(MPa)$	95

[1] Load Cell
[2] Santam Servo Electromechanical Universal Test Machine STM-1000
[3] ASTM-D3039M
[4] Santam Servo Electromechanical Universal Test Machine STM-1000

جدول2 خواص مکانیکی ریب

Table 2 Mechanical properties of Rib

خواص مکانیکی	مقدار	خواص مکانیکی	مقدار
$E_1(GPa)$	22.3	$S_{12}(MPa)$	52.5
$E_2(GPa)$	4	$S_{13}(MPa)$	52.5
$E_3(GPa)$	4	$S_{23}(MPa)$	52.5
$G_{12}(GPa)$	1.9	$X_t(MPa)$	661
$G_{13}(GPa)$	1.9	$X_c(MPa)$	350
$G_{23}(GPa)$	1.45	$Y_t(MPa)$	75
ν_{12}	0.275	$Y_c(MPa)$	95
ν_{13}	0.08	$Z_t(MPa)$	75
ν_{23}	0.08	$Z_c(MPa)$	95

5-3- شرایط مرزی، نوع تماس و بارگذاری

شرایط مرزی برای سنبه اعمال نیرو طوری تعریف شده است که فقط در یک راستا (راستای عمودی) حرکت می‌کند و در سایر جهات محدود می‌شود. همچنین تکیه‌گاه‌ها در تمامی راستاهای جابجایی و دوران مقید شده‌اند. به منظور جلوگیری از جابجایی صلب نمونه بر روی تکیه‌گاه‌ها و همچنین ایجاد تقارن در حل مساله، دو قید اعمال شده است. در قید اول، حرکت صفحه مرکزی سازه که در امتداد طول سازه است، در راستای عرضی محدود شده است. در قید دوم، حرکت صفحه مرکزی سازه که در امتداد عرض سازه است، در راستای طولی محدود شده است. تماس بین سازه کامپوزیتی با سنبه و تکیه‌گاه فیکسچر از نوع اصطکاکی در نظر گرفته شده است. ضریب اصطکاک نیز، 0.1 لحاظ شده است [15]. برای اتصال رویه بالایی به شبکه ریب‌های تقویت کننده از "اتصال کامل[1]" استفاده شده است. در اتصال کامل، دو جسمی که به این طریق به هم اتصال پیدا کرده‌اند، به منزله یک جسم یکپارچه در نظر گرفته می‌شوند. علت اینکه برای تماس پوسته بالایی به ریب‌ها از این نوع اتصال استفاده شده، اینست که ساخت ریب‌ها و پوسته کامپوزیتی به صورت یکپارچه و همزمان صورت گرفته است. اما در مورد اتصال پوسته(رویه) ثانویه به ریب‌ها، از آنجاکه به صورت یکپارچه ساخته نشده‌اند و بعدا به هم چسبانده شده‌اند، برای تعریف تماس بین ریب و پوسته(رویه) ثانویه، از اتصال چسبناک[2] استفاده شده است. در جدول 3 خواص مکانیکی اتصال چسبناک ارائه شده است.

5-4- المان بندی

برای مش‌بندی کامپوزیت‌های دارای ریب مربعی شکل از المان هشت-وجهی C3D8R[3] استفاده شده است. برای ساندویچ پنل با هسته مشبک ایزوگرید، از المان گوِه‌ای C3D6[4] استفاده شده است. علت انتخاب المان گوه-ای برای ساختارهای شامل ریب ایزوگرید، متعامد نبودن شبکه ریب ها بر یکدیگر می‌باشد. مشاهده گردید که در صورت استفاده از المان هشت وجهی برای مش‌بندی ریب‌های ایزوگرید، مش بندی مناسب و یکنواختی برای ساختار ایزوگرید حاصل نمی‌شود؛ اما مش بندی بدست آمده از المان بندی گوه‌ای بسیار مناسب‌تر مشاهده شد. برای اطمینان پیدا کردن از سایز مناسب مش برای تحلیل، آنالیز همگرایی حل صورت گرفته است. تعداد بهینه المان‌ها برای ریب‌های مربعی و ایزوگرید به ترتیب 32500 و 11500 می‌باشد. تعداد المان-ها برای پوسته‌های کامپوزیتی المان‌بندی شده از نوع هشت وجهی و گوه‌ای به ترتیب، 16700 و 34400 می‌باشد و لازم به ذکر است که به منظور بهینه-سازی زمان حل و دقت محاسبه، المان‌های پوسته در محل اتصال به ریب‌ها ریزتر شده اند. نمونه‌ای از المان بندی انجام شده در شکل 10 نشان داده شده است.

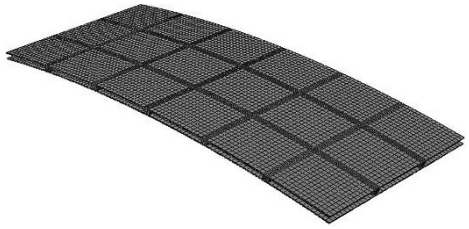


Fig. 10 An Example of meshing

شکل 10 نمونه‌ای از مش‌بندی

5-5- نوع تحلیل و معیار شکست کامپوزیت

در این پژوهش برای تحلیل عددی رفتار خمشی نمونه‌ها از تحلیلگر "صریح دینامیکی" استفاده شده است. تحلیلگر صریح برخلاف تحلیلگر ضمنی، پس وقوع آسیب که خواص ماده تنزل پیدا می‌کنند هرگز دچار مشکل عدم همگرایی حل نمی‌شود. آسیب کامپوزیت در نمونه تحت خمش با استفاده از سابروتین ویومت[5]، به وسیله کدنویسی، شبیه‌سازی شده است.

به منظور پیش‌بینی آغاز آسیب و مود متناظر با آن در کامپوزیت از روش مکانیک آسیب پیوسته استفاده شده است. برای استفاده از روش مکانیک آسیب برای پیش‌بینی شروع آسیب و نحوه انتشار آن در ماده، توابع شروع آسیب، نحوه رشد متغیرهای آسیب و ارتباط بین تنش‌ها و کرنش‌ها پس از آغاز آسیب باید مشخص شود. توابع شروع آسیب بر اساس معیارهای هشین و پاک در نظر گرفته شده‌اند. معیار تخریب هشین-پاک ضمن داشتن دقت محاسباتی بالا، قابلیت تشخیص شکل مد تخریب را نیز در بارگذاری استاتیکی دارد. توابع شروع گسیختگی کشش الیاف، فشار الیاف، کشش ماتریس بر اساس معیار هشین و تابع شروع آسیب فشار ماتریس بر اساس معیار پاک در نظر گرفته شده است. علت این انتخاب عدم دقت تابع شروع آسیب فشار ماتریس در معیار هشین است. پارامترهای موجود در تابع شروع آسیب فشار ماتریس به ترتیب در رابطه (2) تعریف شده است[21].

جدول 3 خواص مکانیکی اتصال چسبناک [23]

Table 3 Cohesive mechanical property [23]

استحکام کششی (MPA)	استحکام برشی (MPA)	انرژی شکست I (J) مود	انرژی شکست مود (J) III&II	توان معیار رشد آسیب	ضریب ویسکوزیته
30	30	280	500	1.45	0.0001

$$\sigma_n^n = \sigma_{22}\cos^2\theta + \sigma_{33}\sin^2\theta + 2\tau_{23}\sin\theta\cos\theta \quad \text{(2-الف)}$$

$$\sigma_t^n = (\sigma_{33} - \sigma_{22})\sin\theta\cos\theta + 2\tau_{23}(2\cos^2\theta - 1) \quad \text{(2-ب)}$$

$$\sigma_l^n = \tau_{12}\cos\theta + \tau_{13}\sin\theta \quad \text{(2-پ)}$$

[1] Tie
[2] Cohesive
[3] Hexahedral C3D8R
[4] Wedge C3D6
[5] VUMAT

$$S_{23}^{A} = \frac{Y_c}{2}\left(\frac{1-\sin(2\theta-90)}{\cos(2\theta-90)}\right) \quad (2\text{-ت})$$

$$\mu_t^n = \tan(2\theta-90) \quad (2\text{-ث})$$

$$\frac{\mu_t^n}{S_{23}^{A}} = \frac{\mu_l^n}{S_{12}} \quad (2\text{-ج})$$

σ_n^n، σ_t^n و σ_l^n تنش‌های عمل کننده روی صفحه شکست مطابق با شکل 11است. θ زاویه صفحه شکست با راستای ضخامت بوده که با مشاهده نمونه‌های پس از تست فشار برابر با 53° در نظر گرفته شده است. S_{23}^{A} استحکام برشی در صفحه شکست مطابق با رابطه (2-ت) محاسبه می‌شود. μ_l^n و μ_t^n ضرایب اصطکاک بر اساس تئوری واماندگی مور- کلومب[1] [21] است.

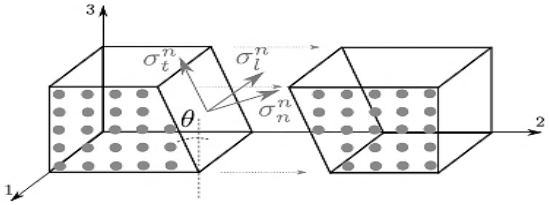


Fig. 11 Stress comp. on fractured plane due to failure of matrix [21]

شکل 11وضعیت تنش روی صفحه شکست کامپوزیت تحت آسیب فشار ماتریس[21]

پس از ارضا شدن هر یک از توابع شروع آسیب بر اساس وضعیت تنشی موجود، متغیر آسیب متناظر بر اساس معیار تخریب هشین-پاک از مقدار صفر شروع به افزایش می‌کند. قانون رشد متغیرهای آسیب به صورت نمایی و بر اساس پیشنهاد ماتزنمیلر[2] و همکاران[24] در نظر گرفته شده است. قانون رشد آسیب مطابق با رابطه (3) است.

$$d_i = 1-\exp\left(\frac{1}{me}(1-F_i)^m\right) \quad i \in [ft, fc, mt, mc] \quad (3)$$

در رابطه (3) m پارامتر کنترل کننده افت خواص ماده، e ثابت نپر[3] و F_i تابع آغاز آسیب است. مقدار پارامتر m به استحکام، کرنش تسلیم، مدول یانگ و انرژی شکست وابسته است ولی به صورت کلی هر چقدر مقدار آن بیشتر باشد رفتار ماده تردتر و بالعکس هر چقدر مقدار آن کمتر باشد رفتار ماده تغییر شکل‌پذیرتر خواهد بود. با توجه به سایز المان انتخاب شده و خواص به دست آمده از تست‌های خواص کامپوزیت مقدار پارامتر m برای کشش الیاف برابر با 5، برای فشار الیاف برابر با 1، برای کشش ماتریس برابر با 11 و برای فشار ماتریس برابر با 61 در نظر گرفته شده است [24]. لازم است به این نکته اشاره شود که با بررسی‌های صورت گرفته به صورت شهودی مشخص شد که کم و زیاد کردن m در بازه 1 تا 100 تاثیر چندانی بر نتایج ندارد؛ همچنین m باید حتما عددی فرد انتخاب شود. پس از شروع آسیب، تنش‌ها با استفاده از ماتریس سفتی آسیب که در رابطه (4) مطرح شده باید به روز رسانی شوند [24].

$$\begin{Bmatrix}\sigma_{11}\\ \sigma_{22}\\ \sigma_{33}\\ \sigma_{12}\\ \sigma_{23}\\ \sigma_{31}\end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0\\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0\\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & 0 & 0 & 0\\ 0 & 0 & 0 & 2G_{12} & 0 & 0\\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2G_{23} & 0\\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2G_{31}\end{bmatrix}\begin{Bmatrix}\varepsilon_{11}\\ \varepsilon_{22}\\ \varepsilon_{33}\\ \varepsilon_{12}\\ \varepsilon_{23}\\ \varepsilon_{31}\end{Bmatrix} \quad (4)$$

درایه‌های ماتریس الاستیک آسیب در رابطه (4) مطابق با رابطه (5)، رابطه (6) و رابطه (7) تعریف می‌شوند[21].

$$C_{11} = (1-d_f)C_{11}^0 \quad (5\text{-الف})$$

$$C_{22} = (1-d_f)(1-d_m)C_{22}^0 \quad (5\text{-ب})$$

$$C_{33} = (1-d_f)(1-d_m)C_{33}^0 \quad (5\text{-پ})$$

$$C_{12} = (1-d_f)(1-d_m)C_{12}^0 \quad (5\text{-ت})$$

$$C_{23} = (1-d_f)(1-d_m)C_{23}^0 \quad (5\text{-ث})$$

$$C_{13} = (1-d_f)(1-d_m)C_{13}^0 \quad (5\text{-ج})$$

$$G_{12} = (1-d_f)(1-s_{mt}d_{mt})(1-s_{mc}d_{mc})G_{12}^0 \quad (5\text{-چ})$$

$$G_{23} = (1-d_f)(1-s_{mt}d_{mt})(1-s_{mc}d_{mc})G_{23}^0 \quad (5\text{-ح})$$

$$G_{31} = (1-d_f)(1-s_{mt}d_{mt})(1-s_{mc}d_{mc})G_{31}^0 \quad (5\text{-خ})$$

$$d_f = 1-(1-d_{ft})(1-d_{fc}) \quad (6\text{-الف})$$

$$d_m = 1-(1-d_{mt})(1-d_{mc}) \quad (6\text{-ب})$$

$$C_{11}^0 = E_{11}(1-\upsilon_{23}\upsilon_{32})\Delta \quad (7\text{-الف})$$

$$C_{22}^0 = E_{22}(1-\upsilon_{13}\upsilon_{31})\Delta \quad (7\text{-ب})$$

$$C_{33}^0 = E_{33}(1-\upsilon_{12}\upsilon_{21})\Delta \quad (7\text{-پ})$$

$$C_{12}^0 = E_{11}(\upsilon_{21}+\upsilon_{23}\upsilon_{31})\Delta \quad (7\text{-ت})$$

$$C_{23}^0 = E_{22}(\upsilon_{32}+\upsilon_{12}\upsilon_{31})\Delta \quad (7\text{-ث})$$

$$C_{13}^0 = E_{11}(\upsilon_{31}+\upsilon_{32}\upsilon_{21})\Delta \quad (7\text{-ج})$$

$$\Delta = \frac{1}{(1-\upsilon_{12}\upsilon_{21}-\upsilon_{23}\upsilon_{32}-\upsilon_{13}\upsilon_{31}-2\upsilon_{21}\upsilon_{32}\upsilon_{13})} \quad (7\text{-چ})$$

در روابط (5) تا (7) C_{ij} و C_{ij}^0 به ترتیب تانسورهای سفتی ماده آسیب دیده و اولیه هستند. پارامترهای s_{mt} و s_{mc} به ترتیب ضرایب کنترل کاهش برای سفتی برشی بر اثر واماندگی کششی و فشاری ماتریس هستند که برابر با مقدار 0.9 و 0.5 در نظر گرفته می‌شوند.

الگوریتم رشد آسیب نمائی ارائه شده توسط ماتزنمیلر که در این نوشتار به کار گرفته شده است، به صورت فلوچارت در شکل 12 نشان داده شده است. مدل ارائه شده در این بخش برای پیش‌بینی گسیختگی کامپوزیت در قالب یک سابروتین وی‌یومت نوشته شده‌است.

[1] Mohr-Coloumb
[2] Matzenmiller
[3] Napier

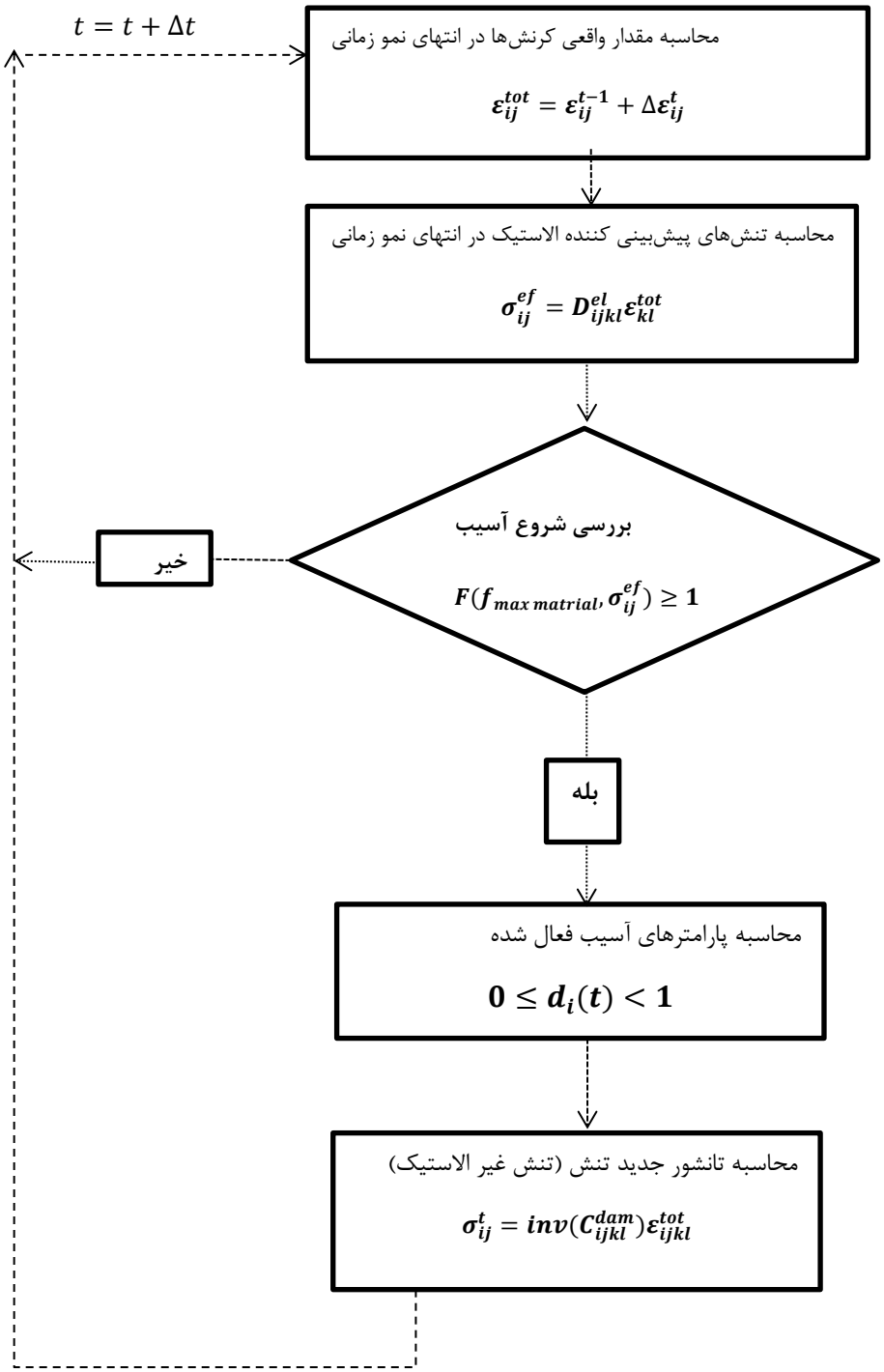


Fig. 12 Damage Propagation Flowchar

شکل 12 فلوچارت الگوریتم رشد آسیب

6-نتایج تجربی و عددی

در این بخش نتایج بدست آمده از تست‌های تجربی و شبیه‌سازی عددی هر دو نمونه که شامل پنل ساندویچی با هسته ریب مربعی و پنل ساندویچی با هسته ریب ایزوگرید می‌باشد ارائه خواهد شد که منظور مقایسه بهتر و دقیق‌تر نتایج دو پارامتر بار بیشینه مخصوص و سفتی خمشی مخصوص به صورت زیر تعریف می گردد:

-سفتی خمشی مخصوص: میزان تمایل سازه برای مقاومت در برابر خم شدن می‌باشد که در واقع شیب ناحیه خطی نمودار نیرو-جابجایی تقسیم بر جرم سازه می‌باشد.

-بار بیشینه مخصوص: بیشترین نیرویی که سازه تا قبل از اولین مود واماندگی (اولین افت نیرو) می‌تواند تحمل کند تقسیم بر وزن سازه.

با مقایسه مقادیر مخصوص این پارامترها می‌توان درباره رفتار خمشی هریک از نمونه‌ها نظر داد و آنها را با یکدیگر مقایسه نمود. بدیهی است که هرچه مقدار پارامترهای ذکر شده بیشتر باشد،سازه دارای رفتار خمشی بهتری است.

6-1-1- نتایج تجربی و عددی پنل ساندویچی انحنادار با هسته ریب مربعی

نتایج حاصل از آزمون خمش سه نقطه‌ای و تحلیل المان محدود برای ساندویچ پنل انحنادار با هسته مشبک مربعی شکل، در جدول 4 آورده شده است. همچنین، در شکل 13، نمودار نیرو-جابجایی نمونه‌های ساخته شده و نمونه عددی ارائه شده است. همانطور که در نمودار شکل 13 مشاهده می‌شود، نتایج بدست آمده از دو نمونه اول ، از انطباق بسیار خوبی با یکدیگر برخوردارند، لذا جهت صرفه‌جویی در هزینه، از انجام تست خمش سه نقطه‌ای بر روی نمونه‌های دیگر، خودداری شده است. بر اساس نمودارهای نیرو-جابجایی حاصل از تست خمش تجربی و مدل‌سازی عددی ارائه شده در شکل 13، در لحظه شروع حرکتِ سنبه اعمال نیرو، نمودارها شیب متفاوتی دارند علت می‌تواند در خطای دستگاه اندازه‌گیری در لحظه شروع آزمایش باشد؛ با این حال، در ادامه آزمایش، شیب نمودارها تقریبا یکسان می‌شود؛ اختلاف سفتی خمشی میانگین دو نمونه تجربی و نمونه مدل‌سازی شده، حدودا 23 درصد می‌باشد. طبق نمودار شکل 13، جابجایی سنبه اعمال نیرو تا لحظه شکست در نمونه شبیه‌سازی شده به طور قابل توجهی بیشتر از نمونه ساخته شده است؛ با این حال، بار بیشینه قابل تحمل در هردو نمونه ساخته شده و شبیه‌سازی شده، اختلاف زیادی ندارند. این اختلاف بار بیشینه در حدود 10 درصد می‌باشد.

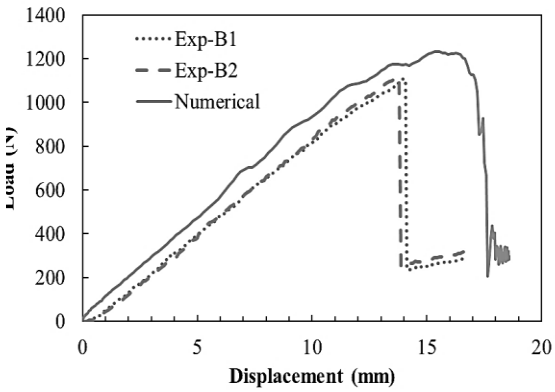


Fig. 13 Numerical and experimental result of sandwich panel with square rib core

شکل 13 نتایج تجربی و عددی نمونه پنل ساندویچی با هسته ریب مربعی

[1] Wrinkling

مشاهده شد که شکست نمونه‌ها در آزمون خمش در اثر جدایش رویه کامپوزیتی بالایی از هسته مشبک رخ داده است. سطح انفصال رویه از ریب هموار نیست؛ بدین معنا که پس از جدایش، قسمتی از ماتریس رویه بر روی ریب، و قسمتی از ماتریس ریب بر روی رویه برجای مانده بود. علت این امر می‌تواند در یکپارچه ساخته شدن علت جدایش رویه بالایی از ریب‌ها، چین-خوردگی[1] رویه بالایی مشاهده شد.

بعد از جابجایی سنبه اعمال نیرو، رویه بالایی از طرفین سنبه اعمال نیرو، شروع به چین‌خوردگی می‌کند. تنشی که در اثر این چین‌خوردگی در محل اتصال رویه به ریب ایجاد شده، نهایتا باعث ایجاد جدایش بین رویه و ریب در محل چین‌خوردگی می‌شود. در شکل 14 چین خوردگی در مدل واقعی و مدل عددی نشان داده شده است. لازم به ذکر است که این جدایش به صورت ناگهانی و با گسترش ناپایدار[2] تا انتهای نمونه رخ داد که منجر به افت شدید میزان بار قابل تحمل توسط سازه ساندویچی شد. بر اساس خروجی‌های بدست آمده از تحلیل عددی نیز، چین‌خوردگی، باعث ایجاد تنش فشاری و برشی بیش از حد در ماتریس رویه بالایی شده و نهایتا باعث واماندگی ساندویچ پنل می‌شود.

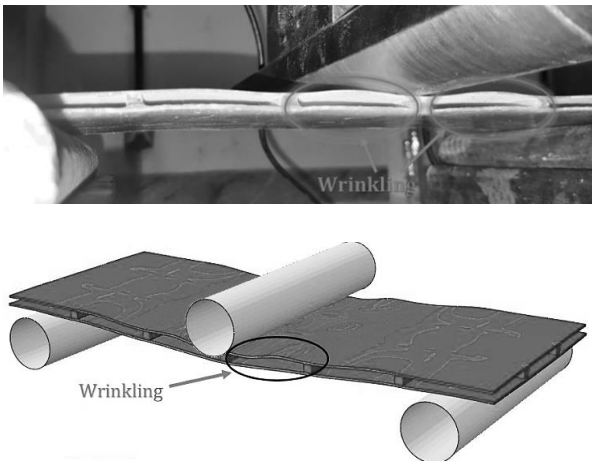


Fig. 14 Wrinkling of upper shell in experimental and simulated test

شکل 14 چین خوردگی رویه بالایی در نمونه پنل ساندویچی با هسته ریب مربعی در (a)تست تجربی و (b) شبیه‌سازی شده

6-1-2- نتایج تجربی و عددی پنل ساندویچی انحنادار با هسته ریب مثلثی

نتایج بدست آمده از آزمون خمش سه نقطه‌ای و تحلیل عددی برای پنل ساندویچی انحنادار با هسته مشبک ایزوگرید در جدول 5 ارائه شده‌است. در شکل 15، نمودار نیرو-جابجایی نمونه‌های ساخته شده و همچنین نمونه شبیه-سازی شده، ارائه گردیده است. طبق نمودار بدست آمده از آزمون تجربی و مدل‌سازی عددیِ نشان داده‌شده در شکل 15، نمودارها در ناحیه الاستیک از انطباق خوبی برخوردارند. اختلاف سفتی خمشی میانگین دو نمونه تجربی و نمونه مدل‌سازی شده، حدودا 14 درصد می‌باشد. همانطور که در نمودار شکل 15 مشاهده می‌شود، جابجایی سنبه اعمال نیرو تا لحظه واماندگی سازه در نمونه C2 تقریبا با مدل شبیه‌سازی شده برابری می‌کند؛ اما در نمونه C1، این اتفاق کمی دیرتر رخ می‌دهد. اختلاف بار بیشینه قابل تحمل بین نمونه عددی

[2] Unstable Crack Growth

و میانگین نمونه‌های تجربی نیز حدود 5 درصد می‌باشد. نحوه واماندگی این نمونه نیز همانند نمونه با هسته ریب مربعی، جدایش رویه کامپوزیتی بالایی از هسته مشبک در اثر چین‌خوردگی رویت شد (شکل 16).

جدول 5 نتایج تجربی و عددی نمونه پنل ساندویچی با هسته ریب مثلثی

Table 5 Numerical and experimental result of sandwich panel with Triangular rib core

	تجربی (میانگین)	عددی (FEM)	اختلاف نتایج عددی و تجربی
سفتی خمشی (N/mm)	89.8	103	7%
بار بیشینه (N)	1285	1356	5%
وزن نمونه (g)	203	-	-
سفتی مخصوص (N/mm.g)	0.442	0.507	7%
بار بیشینه مخصوص (N/g)	6.33	6.68	5%

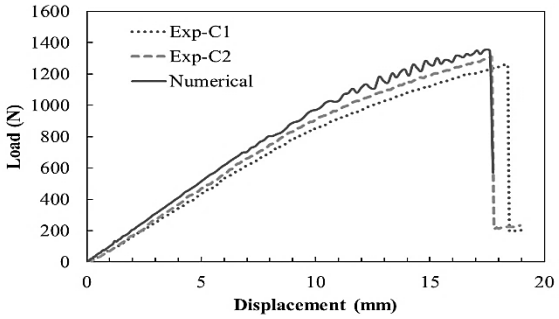


Fig. 15 Numerical and experimental result of sandwich panel with Triangular rib core

شکل 15 نتایج تجربی و عددی نمونه پنل ساندویچی با هسته ریب مثلثی

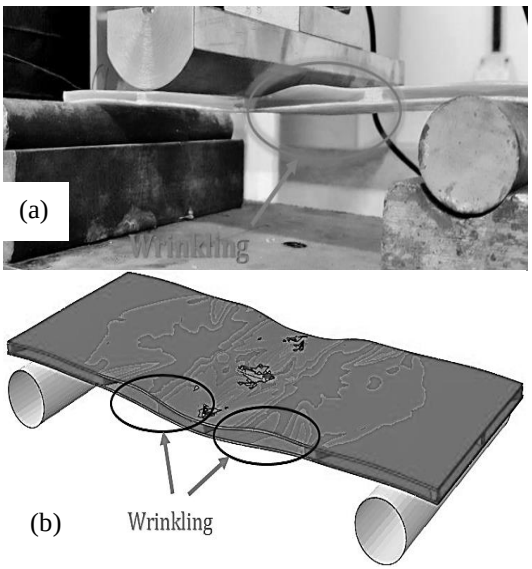


Fig. 16 Wrinkling of upper shell of sandwich panel with Triangular rib core in experimental and simulated test

شکل 16 چین خوردگی رویه بالایی در نمونه پنل ساندویچی با هسته ریب مثلثی در (a) تست تجربی و (b) شبیه‌سازی شده

6-2- بررسی اثر شکل هسته بر رفتار خمشی پنل‌های ساندویچی

به منظور بررسی اثر شکل هندسی هسته ساندویچ پنل‌ها بر رفتار خمشی سازه، نتایج تجربی و عددی حاصل شده از تست خمش و مدل‌سازی عددی برای دو نوع ساندویچ پنل با اشکال هسته گوناگون با یکدیگر مقایسه می‌شوند. ساندویچ پنل‌ها از هر لحاظ، به غیر از شکل هندسی هسته، مشابه یکدیگر می‌باشند. به منظور مقایسه اثر شکل تقویت کننده‌ها بر رفتار خمشی پنل‌ها، سفتی خمشی مخصوص و بار بیشینه مخصوص هر دو نمونه در شکل 17 و 18 ترسیم شده‌اند.

از نتایج تست تجربی ارائه شده در نمودار شکل 17و 187، می‌توان اینطور برداشت کرد که ساندویچ پنل با هسته ایزوگرید در مقایسه با ساندویچ پنل با هسته مربعی، سفتی خمشی مخصوص بیشتری دارد؛ این اختلاف در حدود 12 درصد می‌باشد. در مورد بار بیشینه مخصوص قابل تحمل توسط نمونه‌ها تا لحظه شکست نیز، ساندویچ پنل با هسته ایزوگرید مشخصا نسبت به نمونه با هسته مربعی، بهتر عمل کرده است و افزایش استحکام 10درصدی را نشان می‌دهد. نتایج عددی ارائه شده در شکل 17 و 18 نیز نشان دهنده اینست که ساندویچ پنل با هسته ایزوگرید، از لحاظ سفتی خمشی مخصوص، نسبت به نمونه‌ی با هسته مربعی برتری جزئی (در حدود 2درصد) دارد. از لحاظ بار بیشینه مخصوص سازه‌ها نیز، ساندویچ پنل با هسته ایزوگرید نسبت به نمونه مشابه با هسته مربعی 5 درصد استحکام بالاتری دارد.

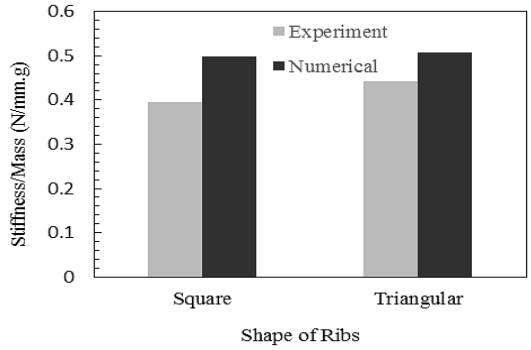


Fig. 17 Comparison of experimental and numerical of specific stiffness of sandwich panel with square and Triangular rib core

شکل 17 مقایسه تجربی و عددی سفتی خمشی مخصوص پنل ساندویچی با هسته ریب مثلثی و مربعی

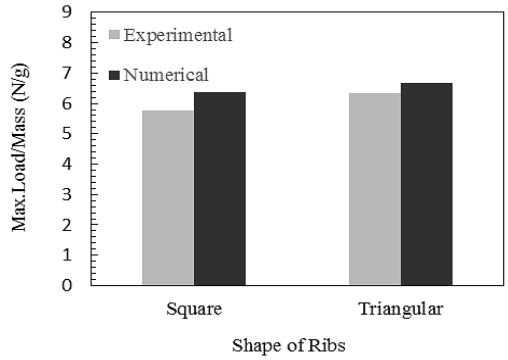


Fig. 18 Comparison of experimental and numerical of specific maximum load of sandwich panel with square and Triangular rib core

شکل 18 مقایسه تجربی و عددی بار بیشینه مخصوص پنل ساندویچی با هسته ریب مثلثی و مربعی

7-نتیجه‌گیری

در این پژوهش، به بررسی تجربی و عددی رفتار خمشی پنل‌های ساندویچی کامپوزیتی انحنادار با هسته مشبک تحت بارگذاری خمش سه نقطه‌ای پرداخته شد. بدین منظور، دو نوع پنل ساندویچی با هسته ریب‌های تقویت‌کننده مربعی و مثلثی در نظر گرفته شد. سازه‌ها به روش لایه‌چینی دستی و رشته‌پیچی الیاف ساخته شدند. نمونه‌های ساخته شده، تحت آزمایش خمش سه نقطه‌ای قرار گرفتند. تمامی نمونه‌ها در نرم‌افزار اباکوس مدل‌سازی عددی شدند. برای بدست آوردن خواص مکانیکی ریب‌ها و پوسته‌ها، تست کشش مطابق استاندارد صورت گرفت. همچنین به منظور پیش‌بینی تخریب سازه‌ها، از معیار هشین-پاک سه‌بعدی، به وسیله کد نوشته شده در نرم‌افزار فورترن، استفاده شد. برای بررسی رفتار خمشی سازه‌ها سفتی خمشی مخصوص و بیشینه بار مخصوص نمونه‌ها با یکدیگر مقایسه گردید. در نهایت با بررسی اطلاعات بدست آمده نتایج زیر حاصل گردید:

مشاهده شد که ساندویچ پنل با هسته ایزوگرید، از لحاظ سفتی خمشی مخصوص، نسبت به نمونه‌ی با هسته مربعی برتری دارد. نمونه با هسته ایزوگرید، بر اساس نتایج تجربی 12 درصد و بر اساس نتایج عددی، 2درصد سفتی خمشی مخصوص بیشتری نسبت به نمونه مشابه با هسته مربعی دارد.

بار بیشینه مخصوص قابل تحمل تا لحظه اولین مود واماندگی توسط ساندویچ پنل با هسته ایزوگرید نسبت به نمونه با هسته مربعی، طبق نتایج تجربی 10 درصد و بر اساس نتایج تحلیل المان محدود، 5 درصد بیشتر است. بنابراین می‌توان اینطور جمع‌بندی کرد که ساندویچ پنل با هسته ایزوگرید چه از لحاظ سفتی خمشی مخصوص و چه از لحاظ بار بیشینه مخصوص، نسبت به ساندویچ پنل با هسته مربعی رفتار خمشی بهتری دارد.

8-مراجع

[1] Chen, H. J. And Tsai, S. W., "Analysis and Optimum Design of Composite Grid Structures," Journal of Composite Materials, Vol. 30, No. 4 Pp. 503-534, 1996.

[2] Gan, C. Gibson, R. F. Newaz, G. M., "Analytical/Experimental Investigation Of Energy Absorption In Grid-Stiffened Composite Structures Under Transverse Loading," Society For Experimental Mechanics, Vol. 44, No. 2, 2004.

[3] Jadhav, P. Mantena, P. R. Gibson, R. F., "Energy Absorption and Damage Evaluation of Grid Stiffened Composite Panels under Transverse Loading," Composites: Part B, Vol. 37, Pp. 191-199, 2006.

[4] Frulloni, E. Kenny, J. M. Conti, Torre, P. L., "Experimental Study and Finite Element Analysis of the Elastic Instability of Composite Lattice Structures for Aeronautic Applications," Composite Structures, Vol. 78, Pp.519–528, 2007.

[5] Zhang, Z. Chen, H. Ye, L., "Progressive Failure Analysis for Advanced Grid Stiffened Composite Plates/Shells," Composite Structures, Vol. 86, Pp. 45-54, 2008.

[6] Totaro, G. Gurda, Z., "Optimal Design of Composite Lattice Shell Structures For Aerospace Applications," Aerospace Science and Technology, Vol. 13, Pp. 157–164, 2009.

[7] Yazdani, M. Rahimi, G. H. Khatibi, A. A. Hamzeh, S., "An Experimental Investigation Into The Buckling of GFRP Stiffened Shells under Axial Loading," Scientific Research And Essays, Vol. 4 No. 9, Pp. 914–920, 2009.

[8] Yazdani, M. Rahimi, G. H., "The Effects of Helical Ribs' Number and Grid Types on The Buckling of Thin-Walled GFRP Stiffened Shells under Axial Loading," Journal of Reinforced Plastics and Composite, 2009.

[9] Vasiliev, V. V. Barynin, V. A. Razin, A. F., "Anisogrid Composite Lattice Structures – Development and Aerospace Applications," Composite Structures, Vol. 94, Pp. 1117–1127, 2012.

[10] Rahimi, G. H. Zandi, M. Rasouli, S. F., "Analysis of The Effect of Stiffener Profile on Buckling Strength In Composite Isogrid Stiffened Shell under Axial Loading," Aerospace Science And Technology, Vol. 24, Pp. 198–203, 2013.

[11] Xiong, J. Ghosh, R. Ma, L. Ebrahimi, H. Hamouda, A.M.S. Vaziri A. and Wu, L., "Bending Behavior of Lightweight Sandwich-Walled Shells With Pyramidal Truss Cores," Composite Structures Vol. 116, Pp. 793–804, 2014.

[12] Malekzadeh Fard, K. Livani, M. Veisi, A. Gholami, M., "Improved High - Order Bending Analysis of Double Curved Sandwich Panels Subjected to Multiple Loading Conditions," Latin American Journal of Solids and Structures, Vol. 11, Pp. 1591- 1614, 2014.

[13] Haldar, S. Caputo, D. Buesking, K. Bruck, H. A., "Flexural Behavior of Singly Curved X-Cor Sandwich Composite Structures: Experiment and Finite Element Modeling," Composite Structures, Vol. 129, Pp. 70-79, 2015.

[14] Malekzadeh Fard, K. and Rezaei Hassanabadi, M., "Free Vibration and Static Bending Analysis of Curved Sandwich Panel With Magneto-Rheological Fluid Layer In Sheets Using Improved High Order Sandwich Panel Theory" In Persian, Journal of Science and Technology of Composite, Vol. 1, No. 2, Pp. 49-62, 2015.

[15] Tahani, V. Shahgholian Ghahfarokhi, D. Rahimi, Gh. H. "Experimental And Numerical Investigation of Effect of Shape of Ribs on Flexural Behavior of Grid Composite Plates," In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol. 16, No. 6, Pp. 303-311, 2016.

[16] Ge, D. Mo, Y. He, B. Wu, Y. Du, X., "Experimental and Numerical Investigation of Stiffened Composite Curved Panel under Shear and In-Plane Bending," Composite Structures Vol. 137, Pp. 185–195, 2016.

[17] Shahgholian Ghahfarokhi, D. Tahani, V. And Rahimi, G. H., "Experimental and Numerical Investigation of The Effect of Longitudinal and Horizontal Ribs on Flexural Behavior of Grid Stiffened Composite Plates", In Persian, Journal of Science And Technology Of Composites, Vol. 3, No. 4, Pp. 333-342, 2017.

[18] Zarei, M. And Rahimi, G. H., "Free Vibration Analysis of Grid Stiffened Composite Conical Shells", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 4, No.1, Pp. 1-8, 2017.

[19] Shahgholian Ghahfarokhi, D. Ghanadi, A. Rahimi, Gh. H., "Experimental and Numerical Investigation of The Free Vibration of Composite Sandwich Plates With Lattice Cores," In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol. 17, No. 01, Pp. 0-8, 2017.

[20] Azarafza, R. Davar, A. And Mahmoodi, A., "Three-Point Bending Test of Metal and Composite Sandwich Panels With Grid Stiffened Core", In Persian, Journal of Science And Technology of Composites, Vol. 3, No. 4, Pp. 377-388, 2017.

[21] Singh, H. Mahajan, P., "Modeling Damage Induced Plasticity for Low Velocity Impact Simulation of Three Dimensional Fiber Reinforced Composite," Composite Structures, Vol. 131, Pp. 290–303, 2015.

[22] Jones, R. M., "Mechanics of Composite Materials," Second Edition, Taylor & Francis, Virginia, Pp. 97, 1999.

[23] Kim, E. H. Rim, M. S. Lee, I. Hwang, T. K., "Composite Damage Model Based On Continuum Damage Mechanics and Low Velocity Impact Analysis of Composite Plates," Composite Structures, Vol. 95, Pp. 123–134, 2013.

[24] Lee, C. S., Kim, J. H. Kim, S. K. Ryu, D. M. Lee, J. M., "Initial and Progressive Failure Analyses for Composite Laminates Using Puck Failure Criterion and Damage-Coupled Finite Element Method," Composite Structures, Vol. 121, Pp. 406–419, 2015.

جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 363-372

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیـــت**

http://jstc.iust.ac.ir

تاثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار و رفتار سایشی کامپوزیت درجای Al 3003/Al_3Zr + Al_3Ti تولید شده توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی

مجتبی زادعلی محمدکوتیانی[1]، خلیل رنجبر[2*]

1- کارشناس ارشد، مهندسی مواد، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز

2- استاد، مهندسی مواد، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز

* اهواز، صندوق پستی 61357-14879, k_ranjbar@scu.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/8/3

پذیرش: 97/10/3

کلیدواژگان:

فرآیند اصطکاکی اغتشاشی

کامپوزیت هیبریدی درجای

آنیل

آلومینایدهای Al_3Zr و Al_3Ti

آلیاژ Al 3003

چکیده

در این مقاله، کامپوزیت هیبریدی سطحی Al 3003/Al_3Zr + Al_3Ti توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی (FSP) به‌صورت درجای تولید شد. از ورق کارشده‌ی آلیاژ آلومینیم Al 3003-H14 به‌عنوان زیرلایه و از ذرات فلزی زیرکنیم و تیتانیم به‌عنوان تقویت‌کننده استفاده شد و تعداد شش پاس FSP اعمال گردید. سپس، بر روی نمونه‌های FSP شده یک مرحله عملیات حرارتی آنیل در دمای 500 ℃ و به‌مدت زمان 4 ساعت انجام شد. سختی و رفتار سایشی فلز پایه و نمونه‌های FSP شده در شرایط قبل و بعد از عملیات حرارتی آنیل مورد ارزیابی قرار گرفت. بررسی‌های ریزساختاری با استفاده از روش میکروسکوپی نوری (OM) و الکترونی روبشی (SEM) و هم‌چنین آنالیز فازی توسط پراش پرتو ایکس (XRD) انجام شد. بررسی‌های ریزساختاری نشان داد که اعمال فرآیند FSP منجر به ریز و هم‌محور شدن دانه‌ها با توزیع یکنواخت ذرات تقویت‌کننده می‌گردد. هم‌چنین مشاهده شد که واکنش شیمیایی در فصل مشترک بین زمینه آلومینیم با ذرات فلزی افزوده شده اتفاق افتاده و ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti تشکیل می‌شوند. انجام عملیات حرارتی آنیل باعث بهبود واکنش‌های شیمیایی حالت جامد شده و به تشکیل بیش‌تر ترکیبات آلومینایدی کمک می‌کند. هم‌چنین مشاهده شد که بیش‌ترین سختی و مقاومت به سایش در کامپوزیت هیبریدی و بعد از عملیات حرارتی آنیل حاصل می‌گردد.

Effect of heat treatment on microstructure and wear behavior of in-situ formed Al 3003/Al_3Zr + Al_3Ti composite fabricated via friction stir processing

Mojtaba Zadali Mohammad kotiyani, Khalil Ranjbar*

Materials Science and Engineering Department, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran.
* P.O.B. 61357-14879, Ahvaz, Iran, k_ranjbar@scu.ac.ir

Keywords

Friction stir processing (FSP)
In-situ hybrid composite
Annealing
Al_3Zr and Al_3Ti Aluminides
Al 3003 alloy

Abstract

In this article, in-situ formed hybrid surface composite of Al 3003/Al_3Zr + Al_3Ti was fabricated by friction stir processing (FSP). A rolled Al 3003-H14 aluminum alloy sheet and zirconium and titanium metal powders were used as reinforcements and six passes of FSP were applied. Then, FSPed samples were subjected to annealing heat treatment at 500 ºC for 4 hours. Wear behavior and the hardness of the base metal as well as FSPed samples before and after annealing was measured. Microstructural observation was performed using optical (OM) and scanning electron microscope (SEM), and phase formation was identified with X-Ray diffraction (XRD). Microstructural examination revealed that applying the FSP, resulted in fine and equiaxed grains with more uniform distribution of reinforcing particles. It was also observed that chemical reaction occurred at the interface between the aluminum matrix and the metallic powders, to form aluminides of Al_3Zr and Al_3Ti. The post annealing heat treatment activated these solid state reactions and more aluminides were formed. It was also found that, the maximum hardness and wear resistance were obtained by the FSPed and annealed hybrid composite sample.

1-مقدمه

کامپوزیت‌های زمینه آلومینیمی تقویت‌شده با ذرات به‌دلیل سبک بودن در عین داشتن استحکام کششی و مقاومت به سایش مطلوب به مرور زمان در صنعت جایگزین فولاد شده و به‌طور گسترده در صنایع هوافضا و خودرو مورد استفاده قرار می‌گیرند[2,1]. حضور ذرات تقویت‌کننده سرامیکی در کامپوزیت‌ها اگرچه باعث بهبود استحکام و مقاومت سایشی می‌شوند ولی تردی و داکتیلیته‌ی پایین از مهم‌ترین معایب در این کامپوزیت‌ها به شمار می‌رود. جهت رفع چنین مشکلی می‌توان به‌جای کامپوزیت‌سازی تمام حجم ماده این عملیات را فقط در یک لایه‌ی سطحی انجام داد که در اصطلاح به آن‌ها کامپوزیت‌های سطحی گفته می‌شود [4,3]. با این وجود می‌توان گفت که کامپوزیت‌های سطحی دارای لایه‌ای سطحی با خواص سایشی مطلوب و بخش‌های داخلی با خواص داکتیلیته‌ی بالا می‌باشند.

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Please cite this article using:

Zadali, M. Khosravi, and Ranjbar, Kh., "Effect of heat treatment on microstructure and wear behavior of in-situ formed Al 3003/Al_3Zr + Al_3Ti composite fabricated via friction stir processing", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No.3, pp. 363-372, 2019.

فرآیند اصطکاکی اغتشاشی[1] (FSP) به‌عنوان یک تکنیک حالت جامد جدید و برگرفته از فرآیند جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی[2] (FSW) به‌تازگی جهت تولید کامپوزیت‌های سطحی زمینه آلومینیمی مورد استفاده قرار می‌گیرد. در این فرآیند ابزار در حال چرخش که حاوی شانه و پین می‌باشد به یک‌طرف قطعه وارد شده به‌گونه‌ای که اصطکاک حاصل از چرخش پین و شانه با قطعه‌کار باعث نرم شدگی موضعی قطعه می‌شود سپس با حرکت ابزار در جهت مشخص و به‌واسطه‌ی عمل اغتشاشی پین تمام ذرات تقویت‌کننده در زمینه توزیع می‌شوند و ریزدانگی قابل توجهی ایجاد می‌گردد [5]. در روشی از این فرآیند ذرات تقویت‌کننده به‌صورت درجای و در اثر واکنش شیمیایی بین زمینه و ذرات فلزی افزوده شده به فلز پایه تشکیل می‌شوند که منجر به ایجاد پیوند قوی‌تر بین ذرات و زمینه، توزیع یکنواخت‌تر ذرات و در نتیجه بهبود خواص مکانیکی کامپوزیت‌ها می‌گردد [7,6]. تاکنون کامپوزیت‌های درجای زمینه آلومینیمی تقویت‌شده با ذرات آلومینایدی مختلفی هم‌چون Al_3Ti [8]، [9] Al_3Ni، Al_3Nb [10] به‌ترتیب با استفاده از پودر خالص فلزات Ti، Ni و Nb توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی تولید شده است. پژوهش‌های انجام شده در این زمینه نشان می‌دهند که واکنش شیمیایی بین ذرات فلزی افزوده شده با زمینه آلومینیم جهت تشکیل درجای ترکیبات آلومینایدی انجام می‌شود ولی بخش عمده‌ای از این ذرات به‌دلیل کافی نبودن حرارت به‌صورت واکنش نداده در ریزساختار باقی می‌مانند [8-10]. انجام عملیات حرارتی آنیل بر روی کامپوزیت‌های تولید شده می‌تواند باعث واکنش مجدد ذرات واکنش نداده با زمینه آلومینیم شود [11-13]. خدابخشی و همکاران [11] تاثیر عملیات حرارتی آنیل بر ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت درجای Al 5052-TiO_2/Al_3Ti تولید شده توسط فرآیند FSP را مورد مطالعه قرار دادند. آن‌ها گزارش کردند که عملیات حرارتی آنیل باعث کامل شدن واکنش حالت جامد بین نانوذرات TiO_2 با زمینه آلومینیم شده و منجر به بهبود خواص مکانیکی کامپوزیت می‌شود. در پژوهش مشابه دیگری کی و همکاران [12]تاثیر عملیات حرارتی آنیل بر ریزساختار کامپوزیت درجای Al 1100-Ni/Al_3Ni تولید شده توسط فرآیند FSP را بررسی کردند. گزارش‌های آن‌ها حاکی از تشکیل ترکیب جدید Al_3Ni_2 در فصل مشترک بین Ni و Al_3Ni پس از انجام عملیات حرارتی آنیل می‌باشد. در میان ترکیبات آلومینایدی مختلف به‌عنوان تقویت‌کننده در زمینه آلومینیم ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti به‌دلیل داشتن خواص منحصر به فردی هم‌چون چگالی پایین، نقطه ذوب و مدول الاستیک بالا و هم‌چنین مقاومت به اکسیداسیون عالی به‌عنوان یک ترکیب جذاب شناخته می‌شوند [14].

تا آن‌جایی که دانش نویسندگان یاری می‌کند تولید کامپوزیت سطحی درجای Al /Al_3Zr + Al_3Ti توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی و سپس عملیات حرارتی پس از آن انجام نشده است. لذا هدف مقاله حاضر تولید درجای کامپوزیت هیبریدی سطحی با استفاده از افزودن ذرات فلزی زیرکنیم و تیتانیم به شیار ایجاد شده در سطح آلیاژ Al 3003 توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی و هم‌چنین بررسی تاثیر عملیات حرارتی آنیل بر تشدید آلومیناید شدن ذرات فلزی موجود در ریزساختار می‌باشد. در واقع این مقاله به چگونگی تشکیل آلومینایدهای زیرکنیم و تیتانیم تحت شرایط اولیه فرآیند اصطکاکی اغتشاشی و سپس تحت شرایط ثانویه عملیات حرارتی می‌پردازد که در هر دو مرحله، شرایط لازم چه از لحاظ ترمودینامیکی و چه از لحاظ انرژی سیستم برای تشکیل آن‌ها به‌وجود می‌آید. در نهایت، ریزساختار و رفتار سایشی کامپوزیت‌های تولید شده در شرایط قبل و بعد از عملیات حرارتی بررسی شده و با فلز پایه مقایسه می‌شوند.

2-مواد و روش‌ها

در این مقاله از ورق نورد شده‌ی آلیاژ Al 3003-H14 (Al-Mn) به ابعاد mm^3 9 × 100 × 170 به‌عنوان فلز پایه استفاده شد. ترکیب شیمیایی ورق مذکور که توسط آنالیز کوانتومتری صورت گرفت در جدول 1 آورده شده است.

جدول 1 ترکیب شیمیایی فلز پایه Al 3003-H14 (بر حسب درصد وزنی)

Table 1 Chemical composition of the base alloy Al 3003-H14 (wt. %).

عنصر	Cr	Zn	Mg	Cu	Si	Fe	Mn	Al
درصد وزنی	0.011	0.016	0.021	0.157	0.164	0.485	1.09	97.9

از پودر فلز خالص زیرکنیم و تیتانیم (شکل 1) با خلوص 99.99 ٪ و اندازه‌ی ذرات کوچک‌تر از 20 میکرومتر به‌عنوان ذرات تقویت‌کننده استفاده شد. یک شیار طولی با عرض 1.4 و عمق 4 mm در سطح ورق ماشین‌کاری شد. بعد از تمیزکاری داخل شیار توسط استون، ذرات تقویت‌کننده با نسبت حجمی مساوی به آن افزوده شده و به‌خوبی فشرده شدند.

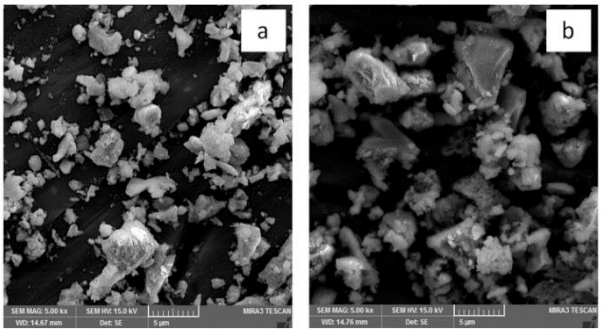


Fig.1 SEM images show the morphology of (a) the Zr particles, and (b) Ti particles

شکل 1 تصاویر SEM از مورفولوژی a) ذرات زیرکنیم و b) ذرات تیتانیم

از یک ابزار استوانه‌ای شکل با قطر شانه 12 mm جهت بستن سطح شیار و به‌منظور جلوگیری از بیرون ریختن پودرها در حین فرآیند FSP استفاده شد. ابزار استوانه‌ای شکل از جنس فولاد گرم کار H13 عملیات حرارتی شده با سختی 55 HRC و با قطر شانه 18 mm، قطر پین 6 mm، طول پین 5 mm و زاویه 3 درجه رو به جلو جهت انجام 6 پاس فرآیند FSP انتخاب شد. برای این مرحله با استفاده از روش سعی و خطا، سرعت چرخشی و پیشروی بهینه ابزار به ترتیب 1000 rpm و 56 mm/min انتخاب شد. عملیات حرارتی آنیل در دمای 500 ℃ به مدت زمان 4 ساعت نیز بر روی کامپوزیت تولید شده جهت بهبود واکنش‌های درجای انجام شد. فرآیند اصطکاکی اغتشاشی روی فلز پایه با همان پارامترهای ذکر شده این بار بدون افزودن ذرات تقویت‌کننده نیز صورت گرفت. جهت تهیه سیکل حرارتی در حین فرآیند FSP از یک کابل ترموکوپل نوع K با قطر 1.6 mm و دستگاه دیتالاگر استفاده شد. کابل ترموکوپل در ضخامت ورق به‌گونه‌ای قرار داده شد تا نوک کابل با ناحیه‌ی تحت

[1] - Friction stir processing

[2] - Friction stir welding

اغتشاش در تماس باشد. شماتیک فرآیند اصطکاکی اغتشاشی و نیز موقعیت ترموکوپل در شکل 2-a نشان داده شده است.

رفتار سایشی نمونه‌ها توسط دستگاه سایش پین روی دیسک WAZAU TRIBO مدل TRM250 در دمای محیط انجام شد. دیسک سایشی از فولاد پولیش شده (100Cr6) E52100 با سختی 65-62 HRC انتخاب شد. نمونه‌های تست سایش به‌شکل استوانه‌ای و با قطر 8 mm از مرکز ناحیه‌ی اغتشاشی تهیه شدند. تست سایش برای تمامی نمونه‌ها تحت یک سرعت لغزشی ثابت 0.24 m/s، نیروی عمودی 24 N و مسافت لغزشی 1000 m انجام شد.

بررسی‌های ریزساختاری توسط روش میکروسکوپی نوری (OM) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) (TE-SCAN مدل MIRA3) و هم‌چنین به‌منظور شناسایی فازهای موجود در ریزساختار از آنالیز XRD (مدل Philips Xpert-MPD) استفاده شد. ریزسختی نمونه‌ها توسط دستگاه میکروسختی سنج ویکرز تحت بار 100 gf و زمان 15 ثانیه انجام شد. شماتیک چگونگی استخراج نمونه‌های متالوگرافی جهت بررسی ریزساختاری – ریزسختی و نیز نمونه‌های سایش در شکل 2-b آورده شده است.

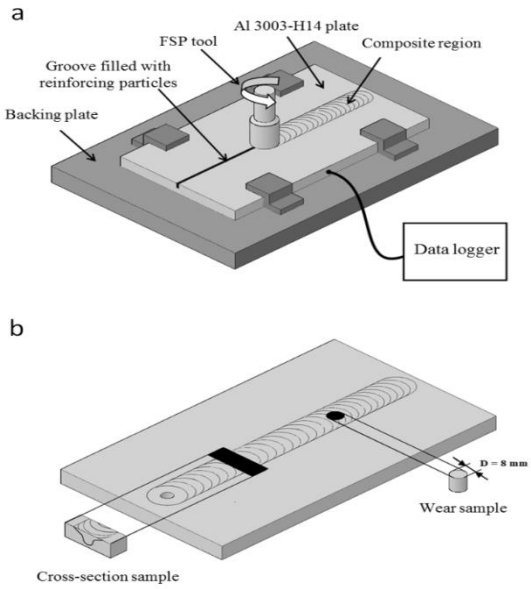


Fig.2 (a) Schematic view of the friction stir process and the thermocouple position placed in the work sheet to record the temperature, and (b) test samples prepared from the stir zone

شکل 2 a) شماتیک فرآیند اصطکاکی اغتشاشی و موقعیت قرارگیری ترموکوپل در ورق جهت ثبت دما و b) نحوه‌ی استخراج نمونه‌های تست از ناحیه‌ی تحت اغتشاش

3-نتایج و بحث

3-1- بررسی‌های ریزساختاری

تصاویر میکروسکوپی نوری از ریزساختار فلز پایه، فلز پایه‌ی FSP شده و نیز کامپوزیت هیبریدی در شکل 3 نشان داده شده است. تصویر 3-a نشان می‌دهد ریزساختار فلز پایه دارای دانه‌های بزرگ و کشیده شده در جهت نورد با اندازه طول متوسط 150 میکرومتر و نسبت طول به عرض حدود 12 می‌باشد در حالی که اعمال فرآیند اصطکاکی اغتشاشی (شکل 3-b) منجر به ریز و هم‌محور شدن دانه‌ها با متوسط اندازه دانه حدود 48 میکرومتر می‌شود. چنین تغییرات ریزساختاری می‌تواند به وقوع مکانیزم تبلور مجدد دینامیکی در حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی نسبت داده شود [15]. با مقایسه‌ی اندازه‌ی دانه‌ی فلز پایه‌ی FSP شده نسبت به دیگر پژوهش‌های مشابه انجام شده بر روی آلیاژ Al 3003 [16]به‌نظر می‌رسد با وجود این‌که ریزشدن دانه‌ها نسبت به فلز پایه اتفاق افتاده است ولی حرارت ورودی حاصل از 6 پاس فرآیند اصطکاکی اغتشاشی منجر به رشد دانه‌ها و در نتیجه درشت شدن دانه‌ها شده است. این در حالی است که مطابق با شکل 3-c مشاهده می‌شود که شدت ریزدانگی در نمونه‌ی کامپوزیتی (حدود 5 میکرومتر) به‌مراتب بیش‌تر از فلز پایه‌ی FSP شده می‌باشد. دلیل چنین ریزدانگی می‌تواند به حضور ذرات تقویت‌کننده نسبت داده شود چرا که این ذرات می‌توانند به‌عنوان محل‌هایی مناسب جهت افزایش جوانه‌زنی دانه‌های جدید در حین تبلور مجدد دینامیکی و نیز به‌عنوان محل‌هایی جهت جلوگیری از رشد دانه‌ها عمل نمایند [17]. در اثر علمی منتشر شده از نویسندگان این مقاله [18] نیز رفتار ریزدانه شدن این آلیاژ (فلز پایه استفاده شده در این مقاله) در حضور فاز تقویت‌کننده زیرکنیم مشاهده گردید.

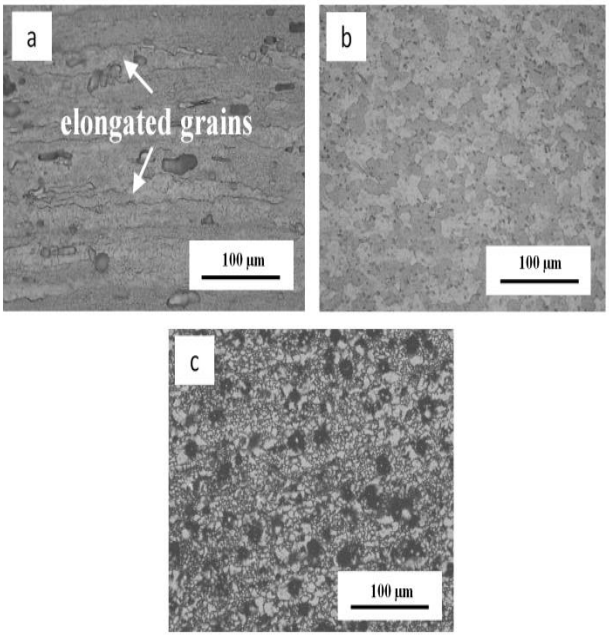


Fig.3 Optical images of the (a) base metal, (b) FSPed base metal, and (c) FSPed hybrid composite

شکل 3 تصاویر میکروسکوپ نوری از a) فلز پایه، b) فلز پایه FSP شده و c) کامپوزیت هیبریدی اغتشاش یافته

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) از ریزساختار کامپوزیت هیبریدی تولید شده در شرایط قبل و بعد از عملیات حرارتی آنیل در شکل 4 نشان داده شده است. مطابق با این تصاویر مشاهده می‌شود که ذرات تقویت‌کننده در سرتاسر زمینه به‌خوبی توزیع شده و منطقه آگلومره شده‌ای دیده نمی‌شود. چنین رفتاری می‌تواند به کافی بودن تعداد پاس و در نتیجه اغتشاش و سیلان کافی ماده در هنگام فرآیند اصطکاکی اغتشاشی نسبت داده شود [19]. از تصویر 4-a ملاحظه می‌شود که ذرات تقویت‌کننده توزیع شده در زمینه کامپوزیت هیبریدی به‌شکل ذراتی سفید رنگ می‌باشند در حالی که اکثر این ذرات بعد از عملیات حرارتی آنیل (شکل 4-b) به شکل ذراتی خاکستری رنگ تغییر می‌یابند.

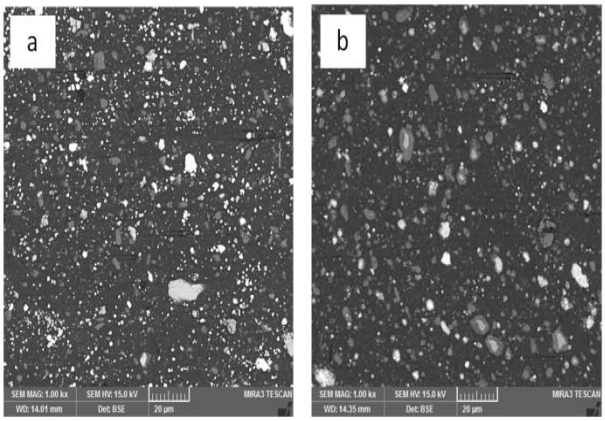


Fig.4 SEM images show the distribution of reinforcing particles in (a) the FSPed hybrid composite, and (b) FSPed and annealed hybrid composite

شکل 4 تصاویر SEM از نحوه‌ی توزیع ذرات تقویت‌کننده در a) کامپوزیت هیبریدی اغتشاش یافته و b) کامپوزیت هیبریدی اغتشاش یافته و آنیل شده

به‌منظور بررسی جزییات و مطالعه فصل مشترک ذرات زیرکنیم و تیتانیم افزوده شده با زمینه آلومینیم در کامپوزیت هیبریدی تصاویر SEM با بزرگنمایی بالا و هم‌چنین آنالیز EDS تهیه شده و در شکل 5 آورده شده است. همان‌طور که دیده می‌شود ذرات سفید رنگ زیرکنیم و تیتانیم توسط یک نوار خاکستری رنگ احاطه شده‌اند. آنالیز EDS از این لایه‌ی خاکستری نشان می‌دهد که این مناطق ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti می‌باشند که به‌صورت درجای و در اثر واکنش شیمیایی بین ذرات زیرکنیم و تیتانیم با زمینه آلومینیم تشکیل شده‌اند. از آن‌جایی که این ترکیبات ماهیت ترد و شکننده‌ای دارند لذا در حین فرآیند FSP توسط چرخش ابزار شکسته شده و به‌صورت نانوذرات در سرتاسر زمینه توزیع می‌شوند (مناطق مشخص شده با بیضی در شکل 5-a,c). در هنگام فرآیند FSP، گرمای حاصل از اصطکاک ابزار با قطعه‌کار و هم‌چنین تغییرشکل پلاستیکی شدید می‌تواند باعث بالا رفتن دما تا حدود 410 ℃ (بیش‌ترین دمای ثبت شده در این مقاله) گردد به‌گونه‌ای که شرایط را برای وقوع واکنش شیمیایی گرمازا مطابق با روابط (1)[20] و (2) [21] در فصل مشترک ذرات با زمینه فراهم نماید:

ΔG: تغییرات انرژی آزاد گیبس و ΔH: تغییرات آنتالپی (انرژی تشکیل)

$$3Al + Zr = Al_3Zr \quad \text{at } 410\ ℃ \quad \Delta H^{\circ}_{Al_3Zr} = 48.5\ KJ/mol \quad \Delta G^{\circ}_{Al_3Zr} = -46.7\ KJ/mol \qquad (1)$$

$$3Al + Ti = Al_3Ti \quad \text{at } 410\ ℃ \quad \Delta H^{\circ}_{Al_3Ti} = 40.3\ KJ/mol \quad \Delta G^{\circ}_{Al_3Ti} = -33.3\ KJ/mol \qquad (2)$$

$$Al\ (s) = Al\ (l) \quad \text{at } 660\ ℃ \quad \Delta H^{\circ}_{s \rightarrow l} = -10.7\ KJ/mol \qquad (3)$$

در این مقاله مدت زمانی که ماده تحت شرایط ترمومکانیکی قرار می‌گیرد با توجه به قطر پین و سرعت پیشروی ابزار حدود 40 ثانیه در نظر گرفته شد لذا تشکیل سریع چنین ترکیبات آلومینایدی به شرایط ترمومکانیکی فعال کننده یعنی تغییرشکل پلاستیکی شدید، بالارفتن دما به‌خاطر گرمای اصطکاکی، اغتشاش شدید حاصل از چرخش ابزار، افزایش چگالی نابه‌جایی‌ها، ریزدانگی و افزایش مساحت و انرژی مرزدانه‌ها که شرایط را برای نفوذ آلومینیم به‌داخل ذرات زیرکنیم و تیتانیم در حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی به‌وجود می‌آورد می‌توان نسبت داد.

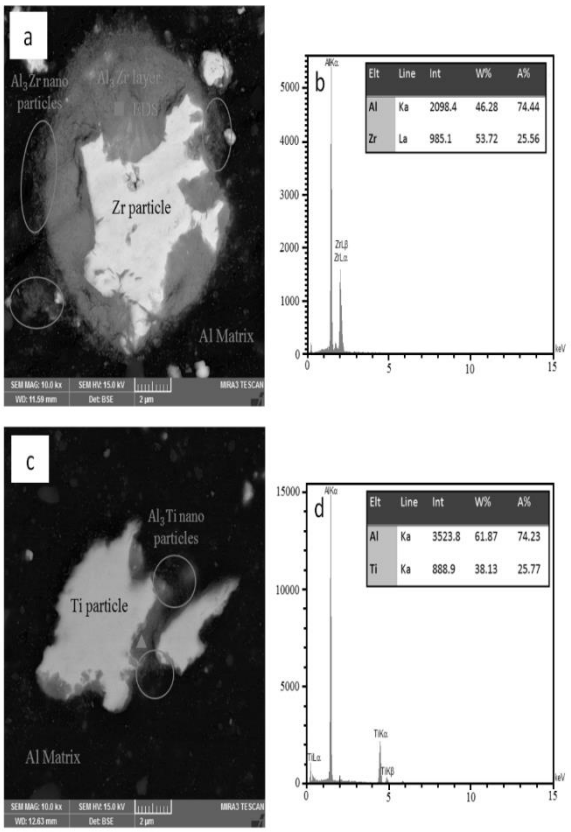


Fig.5 SEM images from the interface between (a) the Zirconium and (c) the Titanium particles with Al matrix in the microstructure of the FSPed hybrid composite, and the corresponding EDS analyses (b) and (d) marked by rectangle and triangle, respectively

شکل 5 تصاویر SEM از فصل مشترک بین a) ذرات زیرکنیم و c) ذرات تیتانیم با زمینه آلومینیم در ریزساختار کامپوزیت هیبریدی اغتشاش یافته، و آنالیزهای EDS b) و d) به‌ترتیب از مناطق مشخص شده با علامت مربع و مثلث

گرمای آزاد شده‌ی ناشی از واکنش مطابق با رابطه (1) و (2) به‌مراتب بیش‌تر از گرمای لازم برای ذوب زمینه آلومینیم مطابق با رابطه (3) [22] می‌باشد، این می‌تواند منجر به ذوب موضعی زمینه آلومینیم در فصل مشترک ذرات زیرکنیم و تیتانیم و شتاب‌دهی سرعت واکنش تشکیل ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti گردد. ذوب موضعی زمینه آلومینیم در فصل مشترک آن با ذرات توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی در پژوهش‌های پیشین نیز گزارش شده است [22, 23]. با مقایسه ضخامت لایه‌ی آلومینایدی در اطراف ذرات زیرکنیم و تیتانیم (بعد از فرآیند اغتشاشی و قبل از عملیات حرارتی) مشاهده می‌شود که ضخامت این لایه برای ذرات زیرکنیم به‌مراتب بیش‌تر از ذرات تیتانیم می‌باشد. از جمله مهم‌ترین دلایلی که می‌تواند برای توجیه چنین رفتاری در نظر گرفته شود در زیر آورده شده است:

1) واکنش‌پذیری بالاتر زیرکنیم نسبت به تیتانیم مطابق با جدول تناوبی

2) تغییرات انرژی آزاد گیبس (ΔG) منفی‌تر برای تشکیل Al_3Zr نسبت به Al_3Ti که بیان‌گر وجود یک نیروی محرکه‌ی ترمودینامیکی قوی‌تر جهت واکنش ذرات زیرکنیم با آلومینیم نسبت به تیتانیم می‌باشد

3) گرمای آزاد شده‌ی (ΔH) به‌مراتب بالاتر تشکیل Al_3Zr نسبت به Al_3Ti که می‌تواند باعث تسهیل نفوذ آلومینیم در زیرکنیم گردد

4) سینتیک جوانه‌زنی بالاتر تشکیل ترکیب Al_3Zr نسبت به Al_3Ti، از آن‌جایی که حد حلالیت محلول جامد زیرکنیم در آلومینیم (0.06 ٪) کم‌تر از نصف حد حلالیت تیتانیم در آلومینیم (0.14 ٪) می‌باشد لذا سرعت اشباع شدن محلول جامد زیرکنیم در آلومینیم بیش‌تر بوده و در نتیجه جوانه‌زنی و رشد ترکیب آلومینایدی Al_3Zr با سرعت بیش‌تری انجام خواهد گرفت.

همان‌طور که از تصاویر 5-a,c مشاهده می‌شود می‌توان دید که واکنش شیمیایی جهت تشکیل ترکیبات آلومینایدی در ابتدا در فصل مشترک بین ذرات زیرکنیم / تیتانیم با زمینه آلومینیم اتفاق افتاده و سپس به‌طرف مراکز داخلی ذرات پیشرفت کرده است. با این وجود می‌توان دید که بخش‌های مرکزی ذرات موفق به واکنش با آلومینیم نشده است که دلیل چنین رفتاری می‌تواند بیان‌گر کافی نبودن حرارت و شرایط ترمومکانیکی جهت پیشرفت واکنش تا رسیدن به بخش‌های مرکزی ذرات باشد.

تصاویر و آنالیزهای تهیه شده از فصل مشترک ذرات با زمینه برای کامپوزیت هیبریدی عملیات حرارتی شده مطابق با شکل 6 نشان می‌دهد که عملیات حرارتی آنیل به‌واسطه‌ی مهیا نمودن شرایط نفوذ باعث ضخیم‌تر شدن لایه‌ی آلومینایدی Al_3Ti شده است در حالی که کوتاه بودن فاصله‌ی نفوذ برای ذرات ریزتر تیتانیم باعث پیشرفت واکنش تا بخش‌های مرکزی این ذرات شده است.

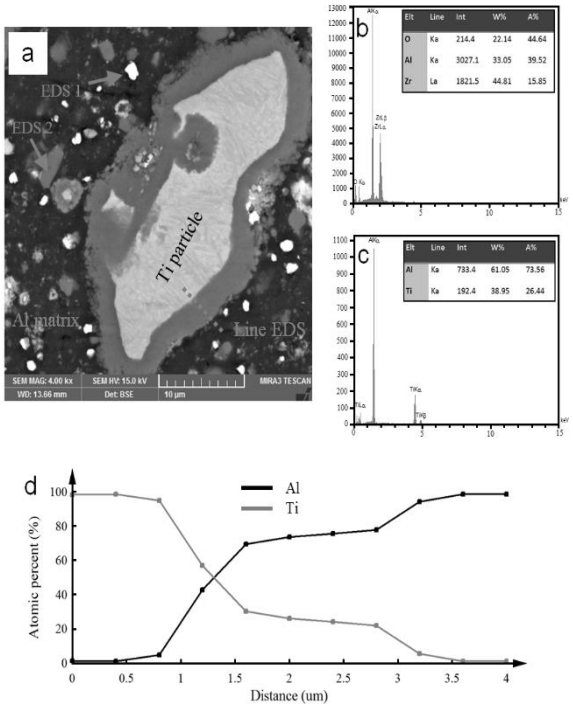


Fig.6 SEM image of the annealed hybrid composite (a), and the corresponding EDS analyses for the Zr- aluminide (b) and Ti-aluminide (c) identified as EDS 1 and EDS 2, respectively. A line scan EDS analysis (d) taken at the interface between the Ti particles and the aluminum matrix

شکل 6 a) تصویر SEM از ریزساختار کامپوزیت هیبریدی آنیل شده، b و c) به‌ترتیب آنالیزهای EDS از مناطق مشخص شده با EDS 1 و EDS 2 برای آلومینایدهای زیرکنیم و تیتانیم، d) آنالیز EDS خطی از فصل مشترک بین ذرات تیتانیم با زمینه آلومینیم

آنالیز EDS خطی از لایه‌ی آلومینایدی در فصل مشترک ذرات با زمینه نشان می‌دهد که این لایه فقط ترکیب آلومینایدی Al_3Ti بوده و هیچ ترکیب جدیدی در فصل مشترک تشکیل نشده است. مطابق با شکل 4-b و 6-a می‌توان مشاهده کرد که مقادیر قابل ملاحظه‌ای از ذرات درشت و ریز به رنگ سفید در ریزساختار حضور دارند. آنالیز EDS نشان می‌دهد که این ذرات عمدتا ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr می‌باشند که به‌واسطه‌ی انجام فرآیند آنیل مقدار زیادی از اتم‌های اکسیژن به‌درون آن‌ها نفوذ کرده است. واکنش‌پذیری بالاتر زیرکنیم نسبت به تیتانیم از نظر شیمیایی و تمایل شدید این فلز به واکنش با اکسیژن می‌تواند مهم‌ترین دلیل برای توجیه چنین رفتاری در نظر گرفته شود.

الگوی XRD از ریزساختار فلز پایه و کامپوزیت‌های هیبریدی در شکل 7 آورده شده است. مطابق با الگوی کامپوزیت هیبریدی چهار دسته پیک پراش شامل: 1) زمینه آلومینیم 2) ترکیبات اینترمتالیک $Al_6(Mn,Fe)$ موجود در ریزساختار فلز پایه 3) ذرات زیرکنیم و تیتانیم و 4) ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti در الگو قابل مشاهده است. پیک‌های پراش متعدد مربوط به ترکیبات آلومینایدی می‌تواند تاییدی بر واکنش درجای بین ذرات زیرکنیم و تیتانیم افزوده شده با زمینه آلومینیم در حین فرآیند FSP باشد. این در حالی است که پیک‌های پراش مربوط به ذرات زیرکنیم و تیتانیم در الگو می‌تواند به‌خاطر حضور ذرات زیرکنیم و تیتانیم موجود در ریزساختار نسبت داده شوند که در حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی موفق به واکنش با آلومینیم نشده و به‌صورت ذرات واکنش نداده در ریزساختار باقی می‌مانند (مطابق با شکل‌های 5-a,c). انجام عملیات حرارتی آنیل بر روی کامپوزیت هیبریدی منجر به واکنش ذرات واکنش نداده شده و افزایش تعداد و شدت پیک‌های پراش ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti به‌وضوح قابل مشاهده است. مطابق با این الگو دیده می‌شود که تمامی پیک‌های مربوط به ذرات زیرکنیم ناپدید شده در حالی که از شدت و تعداد پیک‌های مربوط به تیتانیم کاسته شده است که مطابق با بررسی‌های ریزساختاری (شکل‌های 4، 5 و 6) می‌باشد.

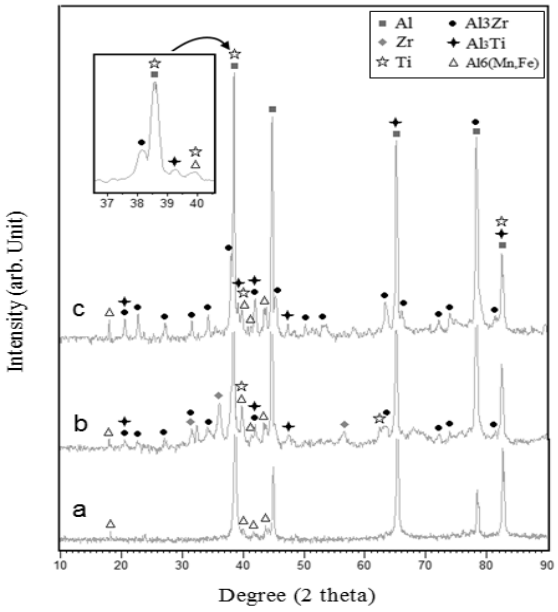


Fig. 7 XRD patterns of (a) the base metal, (b) FSPed hybrid composite, and (c) FSPed and annealed hybrid composite

شکل 7 الگوهای XRD از a) فلز پایه، b) کامپوزیت هیبریدی اغتشاش یافته و c) کامپوزیت هیبریدی اغتشاش یافته و آنیل شده

3 -2-ریزسختی

مقادیر متوسط ریزسختی اندازه‌گیری شده برای فلز پایه، فلز پایه‌ی FSP شده و کامپوزیت‌های هیبریدی در شکل 8 آورده شده است. همان‌طور که دیده می‌شود فلز پایه دارای ریزسختی حدود 42 ویکرز می‌باشد در حالی که اعمال فرآیند FSP بر روی آن منجر به افت ریزسختی تا 36 ویکرز (حدود 15 % کاهش) می‌شود. آبنار و همکاران [16] در پژوهشی مشابه دلیل چنین رفتاری را به‌خاطر آنیل شدن ریزساختار و کاهش چگالی نابه‌جایی‌ها در ناحیه‌ی اغتشاش یافته گزارش کرده‌اند. در فلز پایه‌ی FSP شده با وجود ریزدانه شدن ریزساختار نسبت به فلز پایه به‌نظر می‌رسد که نرمی حاصل از آنیل شدن ریزساختار بر سخت شدگی حاصل از ریزدانگی غالب شده است.

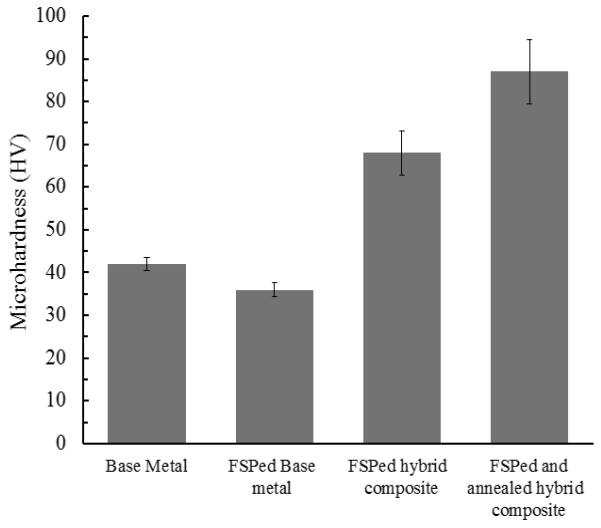


Fig. 8 Average Microhardness of the base metal and the FSPed samples

شکل 8 متوسط ریزسختی نمونه‌ی فلز پایه و نمونه‌های تحت اغتشاش

این در حالی است که کامپوزیت‌های هیبریدی در شرایط قبل و بعد از عملیات حرارتی ریزسختی به‌مراتب بالاتری را نسبت به فلز پایه به‌ترتیب حدود 68 و 87 ویکرز را ارایه می‌دهند. بهبود ریزسختی در کامپوزیت‌های هیبریدی تولید شده می‌تواند توسط عوامل زیر نسبت داده شود:

1) ریزدانگی قابل توجه ریزساختار با توجه به رابطه هال- پچ [24]، از آن‌جایی که آلیاژ Al 3003 یک آلیاژ غیر قابل عملیات حرارتی است لذا سختی این آلیاژ وابسته به اندازه دانه می‌باشد.

2) حضور ذرات تقویت‌کننده سخت با توجه به قاعده‌ی ترکیب[1] در کامپوزیت‌ها [25]، ذرات زیرکنیم و تیتانیم دارای سختی به‌ترتیب حدود 150 و 100 ویکرز و هم‌چنین ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti با سختی به ترتیب حدود 600 و 560 ویکرز می‌باشند.

3) فعال شدن مکانیزم استحکام‌دهی اوراوان به‌واسطه‌ی حضور نانوذرات آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti، از آن‌جایی که این ذرات به‌طور یکنواخت در سرتاسر زمینه توزیع یافته‌اند می‌توانند به‌عنوان مانعی در برابر حرکت نابه‌جایی‌ها و هم‌چنین رشد دانه‌ها عمل نمایند [26].

افزایش قابل ملاحظه ریزسختی برای نمونه‌ی کامپوزیت عملیات حرارتی شده نسبت به کامپوزیت هیبریدی می‌تواند به واکنش مجدد ذرات زیرکنیم و تیتانیم واکنش نداده با زمینه آلومینیم و تشکیل بیش‌تر ترکیبات آلومینایدی سخت Al_3Zr و Al_3Ti نسبت داده شود.

3-3-ارزیابی رفتار سایشی

متوسط مقادیر ضریب اصطکاک برای فلز پایه، فلز پایه‌ی FSP شده و نیز نمونه‌های کامپوزیت هیبریدی در شکل 9 آورده شده است. با مقایسه‌ی مقادیر ضریب اصطکاک نمونه‌ها مشاهده می‌شود که فرآیند اصطکاکی اغتشاشی باعث افزایش ضریب اصطکاک فلز پایه شده است که دلیل چنین رفتاری همان‌گونه که گفته شد می‌تواند نرم‌شدگی حاصل از آنیل شدن در هنگام فرآیند اصطکاکی اغتشاشی باشد. این در حالی است که نمونه‌های کامپوزیت هیبریدی دارای ضریب اصطکاکی به‌مراتب کم‌تر از فلز پایه تقویت‌نشده می‌باشند و کم‌ترین ضریب اصطکاک بعد از عملیات حرارتی آنیل حاصل می‌شود. کاهش قابل ملاحظه ضریب اصطکاک در نمونه‌های کامپوزیتی می‌تواند به حضور ذرات تقویت‌کننده سخت و توزیع یکنواخت آن‌ها در زمینه و در نتیجه سختی بالاتر کامپوزیت نسبت داده شود که باعث کاهش سطوح تماس زمینه‌ی نرم آلومینیم با دیسک ساینده می‌شود [27].

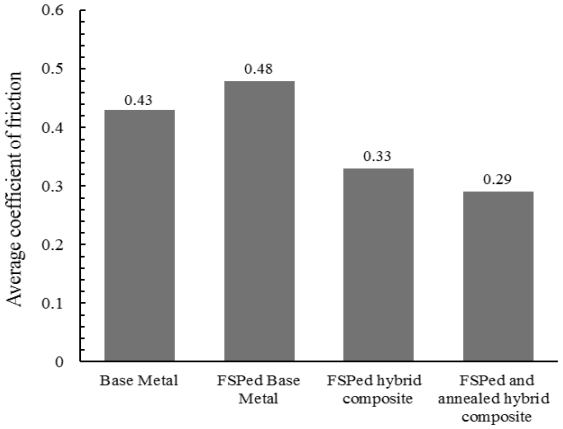


Fig.9 Average coefficient of friction for the different wear samples

شکل 9 متوسط ضرایب اصطکاک نمونه‌های مختلف سایش

نمودارهای کاهش حجم سایشی و نیز نمودارهای نرخ سایش بر حسب مسافت لغزشی برای فلز پایه، فلز پایه‌ی FSP شده و نیز کامپوزیت‌های هیبریدی در شکل 10 نشان داده شده است. مطابق با این نمودارها مشاهده می‌شود که انجام فرآیند اصطکاکی اغتشاشی بر روی فلز پایه بدون افزودن هیچ‌گونه ذره‌ی تقویت‌کننده‌ای منجر به کاهش مقاومت به سایش می‌گردد چرا که این نمونه در حین سایش حجم از دست رفته‌ی بیش‌تر و در نتیجه نرخ سایش بالاتری را از خود نشان می‌دهد. همان‌گونه که در بخش قبل گفته شد دلیل چنین رفتاری می‌تواند آنیل و نرم‌شدگی ورق کار شده بعد از فرآیند FSP باشد. این در حالی است که حضور ذرات تقویت‌کننده در زمینه باعث تغییر رفتار سایشی فلز پایه و در نتیجه باعث بهبود مقاومت سایشی می‌گردد.

[1] . Role of mixture

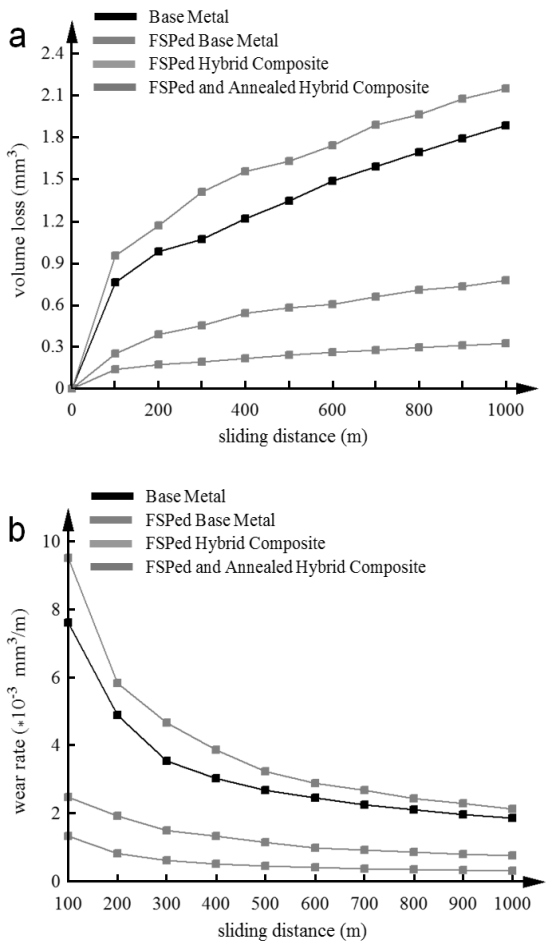


Fig.10 Wear behavior of different wear samples (a) volume loss, and (b) wear rate

شکل 10 رفتار سایشی نمونه‌های مختلف بر حسب a) کاهش حجم و b) نرخ سایش

همان‌گونه که از نمودارها دیده می‌شود بیش‌ترین مقاومت سایشی را کامپوزیت هیبریدی بعد از عملیات حرارتی نشان می‌دهد به‌گونه‌ای که از همان ابتدای فرآیند سایش نرخ سایشی پایداری را ارایه می‌دهد. بهبود مقاومت سایشی کامپوزیت‌های هیبریدی نسبت به زمینه تقویت‌نشده را می‌توان به سختی بالاتر کامپوزیت‌ها نسبت داد. مطابق با رابطه‌ی آرچارد [27] (4) که در زیر آورده شده است ملاحظه می‌شود که نرخ سایش با سختی رابطه‌ی معکوسی دارد لذا با افزایش سختی یک ماده مقاومت به سایش آن بهبود می‌یابد.

$$Q = \frac{W \cdot K}{H} \qquad (4)$$

که در رابطه‌ی فوق: Q = نرخ سایش بر واحد مسافت لغزشی، W = نیروی اعمالی، K = ضریب اصطکاک و H سختی سطح می‌باشد.

حضور ذرات تقویت‌کننده در نمونه‌ی کامپوزیتی به‌دلیل تحمل بار بیش‌تر و جلوگیری از تماس مستقیم بین زمینه‌ی نرم آلومینیم با دیسک ساینده باعث جلوگیری از تغییرشکل پلاستیکی و در نتیجه بهبود مقاومت سایشی می‌شود. پیوند قوی بین ذرات تقویت‌کننده با زمینه آلومینیم به‌واسطه‌ی تشکیل درجای می‌تواند به‌عنوان عامل دیگری در بهبود مقاومت سایشی در نظر گرفته شود که قبلا نیز گزارش شده است [28].

تصاویر SEM از سطوح سایش برای نمونه‌ی فلز پایه، فلز پایه‌ی FSP شده و نیز کامپوزیت‌های هیبریدی در شکل 11 آورده شده است.

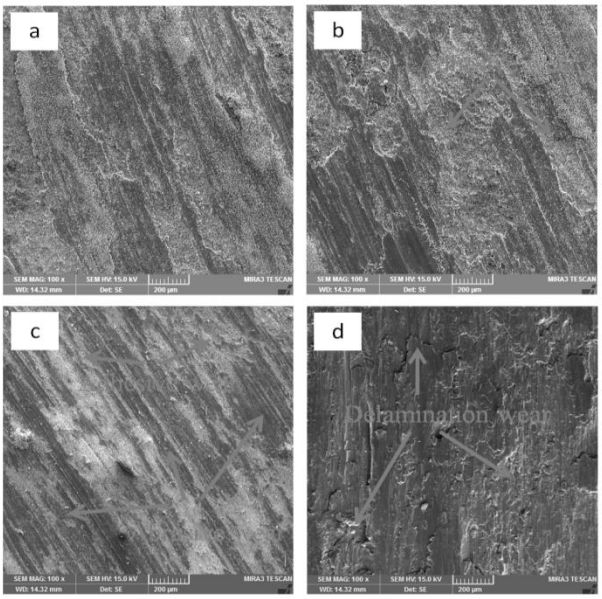


Fig.11 SEM images of worn surfaces for (a) the base metal, (b) FSPed base metal, (c) FSPed hybrid composite, and (d) FSPed and annealed hybrid composite

شکل 11 تصاویر SEM از سطوح سایش برای a) فلز پایه، b) فلز پایه FSP شده، c) کامپوزیت هیبریدی اغتشاش یافته و d) کامپوزیت هیبریدی اغتشاش یافته و آنیل شده

بررسی مورفولوژی سطوح سایش برای نمونه‌ی فلز پایه و فلز پایه‌ی FSP شده که به‌ترتیب در شکل‌های 11-a و 11-b آورده شده است نشان می‌دهد که سطوح سایش یافته خشن بوده و کندگی‌های موجود در سطوح سایش به‌صورت تکه‌هایی بزرگ و عمیق می‌باشد. این رفتار می‌تواند بیان‌گر سایش چسبان شدید در این نمونه‌ها باشد. دلیل چنین رفتاری می‌تواند به نرم بودن آلیاژ آلومینیم و چسبیده شدن آن به دیسک ساینده‌ی فولادی نسبت داده شود. این سطوح در حین سایش دچار کرنش سختی و در ادامه دچار پارگی شده به‌گونه‌ای که جداشدن تکه‌های چسبیده شده از بخش‌های عمیق نمونه اتفاق می‌افتد و سایش چسبان شدید را در سطوح سایش به‌وجود می‌آورند. چنین مشاهداتی توسط قنبری و همکاران [29] نیز در سطوح سایش یافته‌ی آلیاژ Al 2024 به‌عنوان مکانیزم سایش چسبان شدید گزارش شده است. بررسی سطوح سایش برای کامپوزیت هیبریدی در شرایط قبل و بعد از عملیات حرارتی آنیل که به‌ترتیب در شکل‌های 11-c و 11-d آورده شده است نشان می‌دهد که سطوح سایش حاوی کندگی‌هایی کوچک و کم عمق و هم‌چنین شیارهای سطحی موازی با جهت سایش می‌باشد که خود بیان‌گر مقاومت بیش‌تر ماده در برابر تغییرشکل پلاستیک و در نتیجه بهبود مقاومت سایشی می‌باشد. دیناهاران و همکاران [30] نیز گزارش کردند که حضور ذرات تقویت‌کننده Al_3Zr و Al_3Ti در زمینه آلیاژ آلومینیم AA 6061 منجر به بهبود مقاومت سایشی می‌شود.

تصاویر SEM از مورفولوژی ذرات سایشی برای فلز پایه‌ی FSP شده و نیز کامپوزیت هیبریدی در شرایط قبل و بعد از عملیات حرارتی آنیل در شکل 12 آورده شده است.

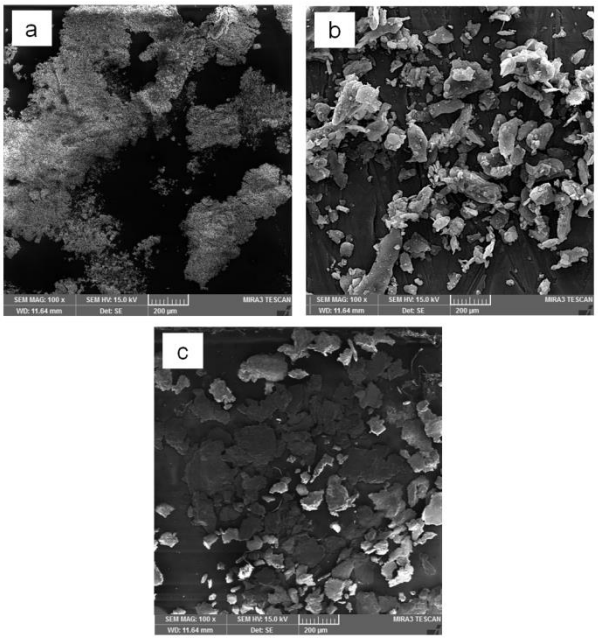


Fig.12 SEM images of wear debris for (a) FSPed base metal, (b) FSPed hybrid composite, and (c) FSPed and annealed hybrid composite

شکل 12 تصاویر SEM از ذرات سایشی برای a) فلز پایه FSP شده، b) کامپوزیت هیبریدی اغتشاش یافته و c) کامپوزیت هیبریدی اغتشاش یافته و آنیل شده

همان‌طور که مشاهده می‌شود ذرات سایشی برای فلز پایه‌ی FSP شده (شکل 12-a) به‌صورت تکه‌هایی بزرگ و ضخیم می‌باشند. مورفولوژی ذرات سایشی برای نمونه‌ی کامپوزیت هیبریدی در شرایط قبل از عملیات حرارتی (شکل 12-b) نشان می‌دهد که ذرات سایشی برای این نمونه به‌صورت ذراتی ریزتر و یکنواخت‌تر می‌باشند در حالی که برای نمونه‌ی عملیات حرارتی شده (شکل 12-c) به‌صورت ورقه ورقه‌ای شکل تغییر می‌یابد. با توجه به مورفولوژی ذرات سایشی و سطوح سایش یافته کامپوزیت هیبریدی در شرایط قبل از عملیات حرارتی می‌توان مکانیزم غالب سایشی چسبان/خراشان و برای کامپوزیت هیبریدی عملیات حرارتی شده مکانیزم سایشی ورقه‌ای را در نظر گرفت. سختی بالای سطح کامپوزیت هیبریدی عملیات حرارتی شده می‌تواند مقاومت به تغییرشکل را افزایش دهد و از سایش سطح جلوگیری نماید ولی از آن‌جایی که در این نمونه مقادیر زیادی از ترکیبات آلومینایدی ترد حضور دارد لذا این ترکیبات می‌توانند در حین سایش به‌عنوان محل‌هایی جهت تمرکز تنش و شروع ترک عمل نمایند به‌گونه‌ای که به‌هم پیوستن این ترک‌ها در لایه‌های زیرین باعث جداشدن ماده به‌صورت ورقه ورقه‌ای می‌گردد. انوری و همکاران [28] نیز تغییر مکانیزم سایشی از حالت خراشان به ورقه‌ای را در کامپوزیت Al 6061/ $Al_{13}Cr_2$ + $Al_{11}Cr_2$ تولید شده توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی را گزارش کردند.

4-نتیجه‌گیری

در این مقاله، با استفاده از پودر فلزی زیرکنیم و تیتانیم و فرآیند اصطکاکی اغتشاشی کامپوزیت هیبریدی سطحی تقویت‌شده با نانوذرات درجای Al_3Zr و Al_3Ti بر روی زیرلایه آلیاژ آلومینیم AA 3003-H14 تولید شد. سپس، به‌منظور بهبود واکنش‌های درجای یک مرحله عملیات حرارتی آنیل در دمای 500 °C به مدت زمان 4 ساعت بر روی کامپوزیت نیز انجام شد. تحولات ریزساختاری، ریزسختی و رفتار سایشی نمونه‌ها مورد بررسی و مطالعه قرار گرفت. اهم نتایج حاصله به‌قرار زیر است:

1) فرآیند اصطکاکی اغتشاشی باعث تغییر ریزساختار فلز پایه از دانه‌های بزرگ و کشیده شده به دانه‌های ریز و هم‌محور شد. حضور ذرات تقویت‌کننده در کامپوزیت‌های هیبریدی منجر به افزایش شدت ریزدانگی شد.

2) مشاهده شد که در عملیات اغتشاشی، ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti به‌صورت یک لایه در فصل مشترک ذرات زیرکنیم و تیتانیم با زمینه آلومینیم تشکیل می‌شوند به‌طوری که بخش‌های مرکزی ذرات به‌صورت واکنش نداده باقی می‌مانند. انجام عملیات حرارتی آنیل بعدی، باعث بهبود واکنش‌های درجای شد به‌گونه‌ای که تقریبا تمامی ذرات زیرکنیم و بخش عمده‌ای از ذرات تیتانیم واکنش نداده موجود در ریزساختار به‌ترتیب با ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti جایگزین شدند.

3) نمونه‌های کامپوزیت هیبریدی به‌دلیل حضور ترکیبات آلومینایدی سخت Al_3Zr و Al_3Ti ریزسختی و مقاومت به سایش به‌مراتب بالاتری نسبت به زمینه تقویت‌نشده از خود نشان دادند.

4) مکانیزم سایشی غالب برای فلز پایه تقویت‌نشده سایش چسبان شدید و برای نمونه‌های کامپوزیت هیبریدی در شرایط قبل و بعد از عملیات حرارتی آنیل به‌ترتیب مکانیزم سایش چسبان/خراشان و ورقه‌ای تعیین شد.

5-مراجع

[1] Gupta, N. Dinh Luong, D. and Cho, K., "Magnesium Matrix Composite Foams-Density, Mechanical Properties, and Applications," Metals, Vol. 2, No. 4, pp. 238-252, 2012.

[2] Maxwell Rejil, C. Dinaharan, I. Vijay, S. J. and Murugan, N., "Microstructure and Sliding Wear Behavior of AA6360/(TiC + B4C) Hybrid Surface Composite Layer Synthesized By Friction Stir Processing on Aluminum Substrate", Materials Science and Engineering A, Vol. 552, No. 1, pp. 336-344, 2012.

[3] Mahmoud, E. R. I. Takahashi, M. Shibayanagi, T. and Ikeuchi, K., "Wear Characteristics of Surface-Hybrid-MMCs Layer Fabricated on Aluminum Plate by Friction Stir Processing", Wear, Vol. 268, No. 9-10, pp. 1111–1121, 2010.

[4] Soleymani, S. Abdollah-zadeh, A. and Alidokht, S. A., "Microstructural and Tribological Properties of Al5083 Based Surface Hybrid Composite Produced By Friction Stir Processing", Wear, Vol. 278– 279, No.1, pp. 41– 47, 2012.

[5] Hossieni, S. A. Ranjbar, K. Dehmolaei, R. and Amirani, A. R., "Fabrication of Al5083 Surface Composites Reinforced by CNTs and Cerium Oxide Nano Particles via Friction Stir Processing", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 622, No. 1, pp. 725–733, 2015.

[6] Sarkari Khorrami, M. Samadi, S. Janghorban, Z. and Movahedi, M., "In-situ Aluminum Matrix Composite Produced by Friction Stir Processing Using Fe Particles", Materials Science & Engineering A, Vol. 641, No. 1, pp. 380–390, 2015.

[7] Tjong, S. C. and Ma, Z. Y., "Microstructural and Mechanical Characteristics of In Situ Metal Matrix Composites", Materials Science and Engineering: R:Reports, Vol. 29, No. 3-4, pp. 49-113, 2000.

[8] Khodabakhshi, F. Simchi, A. Kokabi, A. H. and Gerlich, A. P., "Friction Stir Processing of Aluminum Matrix Nanocomposites by Pre-Placing Elemental Titanium Powder: In-Situ Formation of Al3Ti Nanoparticles and Metallurgical Characteristics", Materials Characterization, Vol. 108, No. 1, pp. 102-114, 2015.

[9] Qian, J. Li, J. Xiong, J. Zhang, F. and Lin, X., "In Situ Synthesizing Al3Ni for Fabrication of Intermetallic-Reinforced Aluminum Alloy Composites by Friction Stir Processing", Materials Science and Engineering A, Vol. 550, No. 1, pp. 279-285, 2012.

[10] Hosseini Zeidabadi, S. R. and Daneshmanesh, H., "Fabrication and Characterization of In-Situ Al/Nb Metal/Intermetallic Surface

Composite by Friction Stir Processing", Materials Science and Engineering A, Vol. 702, No. 1, pp. 189-195, 2015.

[11] Khodabakhshi, F. Simchi, A. Kokabi, A. H. Gerlich, A. P. and Nosko, M., "Effects of Post Annealing on the Microstructure and Mechanical Properties of Friction Stir Processed Al-Mg-TiO2 Nanocomposites", Materials & Design, Vol. 63, No. 1, pp. 30-41, 2014.

[12] Ke, L. Huang, C. Xing, L. and Huang, K., "Al–Ni Intermetallic Composites Produced in Situ by Friction Stir Processing", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 503, No. 2, pp. 494–499, 2010.

[13] Lee, I.S. Kao, P. W. Chang, C. P. and Ho, N. J., "Formation of Al-Mo Intermetallic Particle-Strengthened Aluminum Alloys by Friction Stir Processing", Intermetallics, Vol. 35, No. 1, pp. 9-14, 2013.

[14] Varin, R. A., "Intermetallic-Reinforced Light-Metal Matrix In-Situ Composites", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 33, No. 1, pp. 193–201, 2002.

[15] Khodabakhshi, E. Kazemi, Sh. and Ahmadifard, S, "Investigation the Mechanical and Microstructural Propreties of Copper Surface Composite Cu/SiO2 Fabricated by Friction Stir Processing", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 4, No. 4, pp. 426-433, 2018.

[16] Abnar, B. Kazeminezhad, M. and Kokabi, A. H., "Effects of Heat Input in Friction Stir Welding on Microstructure and Mechanical Properties of AA3003-H18 Plates", Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Vol. 25, No. 7, pp. 2147- 2155, 2015.

[17] Ahmadifard, S. Shahin, N. Kazemi, S. Heidarpour, A. and Shirazi, A., "Fabrication of A5083/SiC Surface Composite by Friction Stir Processing and its Characterization", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 2, No. 4, pp. 31-36, 2016.

[18] Zadali Mohammad Kotiyani, M. Ranjbar, K. and Dehmolaei, R., "In- Situ Fabrication of Al3Zr Aluminide Reinforced AA3003 Alloy Composite by Friction Stir Processing", Materials Characterization, Vol. 131, No. 1, pp. 78-90, 2017.

[19] Yousefpour, H. and Akbari Mousavi, S. A. A., "Investigations on Microstructure, Wear Behavior and Corrosion Resistance of Brass/Graphite Composite Produced by Friction Stir Processing", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 3, No. 3, pp. 253-260, 2016.

[20] Wang, T. Jin, Z. and Zhao, J. C., "Thermodynamic Assessment of the Al-Zr Binary System", Journal of Phase Equilibria, Vol. 22, No. 5, pp 544-551. 2001.

[21] Kattner, U. R. Lin, J. C. and Chang, Y. A., "Thermodynamic Assessment and Calculation of the Ti-Al System", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 23, No. 8, pp. 2081-2090, 1992.

[22] Lee, I. S. Kao, P. W. and Ho, N. J., "Microstructure and Mechanical Properties of Al–Fe in Situ Nanocomposite Produced by Friction Stir Processing", Intermetallics, Vol. 16, No. 9, pp. 1104–1108, 2008.

[23] Hsu, C. J. Chang, C. Y. Kao, P. W. Ho, N. J. and Chang, C. P., "Al–Al3Ti Nanocomposites Produced in Situ by Friction Stir Processing", Acta Materialia, Vol. 54, No. 19, pp. 5241–5249, 2006.

[24] Daneshgar, A. Mosallaee, M. Syfodini, A. and Moshrefifar, M., "Effects of Friction Stir Processing Number Pass on Reinforcement Particles Distribution and Mechanical Properties of Al/SiC+BNh Composite", In Persian, surface science & technology, Vol. 14, No. 36 ,pp. 17-27, 2018.

[25] Dinaharan, I. Saravanakumar, S. Kalaiselvan, K. and Gopalakrishnan, S., "Microstructure and Sliding Wear Characterization of Cu/TiB2 Copper Matrix Composites Fabricated Via Friction Stir Processing", Journal of Asian Ceramic Societies, Vol. 5, No. 3, pp. 295-303, 2017.

[26] Ahmadifard, S. Kazemi, S. and Heidarpour, A., "Fabrication of Al5083/TiO2 Surface Composite by Friction Stir Process and Investigating its Microstructural", Mechanical and Wear Properties, In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol. 15, No. 12, pp. 55-62, 2015.

[27] Hosseini, N. Karimzadeh, F. Abbasi, M. H. and Enayati, M. H., "Tribological Properties of Al6061–Al2O3 Nanocomposite Prepared by Milling and Hot Pressing", Materials and Design, Vol. 31, No. 10, pp. 4777–4785, 2010.

[28] Anvari, S. R. Karimzadeh, F. and Enayati, M. H., "Wear Characteristics of Al-Cr-O Surface Nano-composite Layer Fabricated on Al6061 Plate by Friction Stir Processing", Wear, Vol. 304, No. 1-2, pp. 144–151, 2013.

[29] Ghanbari, D. Kasiri Asgarani, M. Amini, K. and Gharavi, F., "Influence of Heat Treatment on Mechanical Properties and Microstructure of the Al2024/SiC Composite Produced by Multi–Pass Friction Stir Processing", Measurement, Vol. 104, No. 1, pp. 151-158, 2017.

[30] Dinaharan, I. Ashok kumar, G. Vijay, S.J. and Murugan, N., "Development of Al3Ti and Al3Zr Intermetallic Particulate Reinforced Aluminum Alloy AA6061 In Situ Composites Using Friction Stir Processing", Materials & Design, Vol. 63, No. 1, pp. 213-222, 2014.

جلد 6، شماره 3، 98، ص‌ص 373-384

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیـــت**

http://jstc.iust.ac.ir

تشخیص عیوب مختلف در کامپوزیت لایه‌ای پایه پلیمری تقویت شده با الیاف کربن تحت کشش با تحلیل ارتعاش

محمد آزادی[1*]، نظام‌الدین رئیسی[2]، سید اشکان موسویان[3]، میثم شکوری[4]

1-استادیار، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه سمنان، سمنان

2- کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی هوافضا، دانشگاه سمنان، سمنان

3- کارشناس، شرکت تحقیق، طراحی و تولید موتور ایران‌خودرو (ایپکو)، تهران

4- استادیار، دانشکده مهندسی هوافضا، دانشگاه سمنان، سمنان

* سمنان، صندوق پستی 35131-19111، m_azadi@semnan.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/8/20

پذیرش: 97/10/2

کلیدواژگان:

تشخیص عیوب

کامپوزیت لایه‌ای الیاف کربنی

بارگذاری کششی

تحلیل ارتعاش

تبدیل موجک

میکروسکوپ الکترونی روبشی

چکیده

در این مقاله، عیوب مختلف در کامپوزیت لایه‌ای پایه پلیمری تقویت شده با الیاف کربن تحت بارگذاری کششی، با استفاده از تحلیل ارتعاش، تشخیص داده شده است. لذا از آزمون کشش بر روی نمونه‌های استاندارد کامپوزیتی سوراخ‌دار، براساس استاندارد ASTM-D5766، استفاده شده است. حسگرهای شتاب‌سنج، بر روی نمونه‌های فوق، نصب شده و سیگنال‌های ارتعاشی، داده‌برداری شده‌اند. داده‌های تجربی مربوطه به نمونه‌های رزین خالص و الیاف خالص از روش تبدیل فوریه سریع و سیگنال‌های مربوط به نمونه‌های استاندارد کامپوزیتی سوراخ‌دار، از روش تبدیل بسته موجک تحلیل گردید. در انتها نشان داده شد که تحلیل ارتعاش می‌تواند ابزار مناسبی برای تشخیص سه نوع عیب مانند شکست الیاف، ترک ماتریسی و سایر خرابی‌ها در کامپوزیت‌ها باشد. بر این اساس، بیشترین درصد مکانیزم خرابی در نمونه های استاندارد کامپوزیتی، مربوط به خرابی‌های جدایش الیاف از ماتریس، تورق و بیرون زدگی الیاف از ماتریس شد. این نتایج، مطابقت مناسبی با تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نیز داشت.

Detection of different defects in carbon fiber reinforced polymer matrix laminated composite under tension by vibration analysis

Mohammad Azadi [1*], Nezamoddin Raeisi [2], Seyed Ashkan Moosavian [3], Meysam Shakouri [2]

1- Faculty of Mechanical Engineering, Semnan University, Semnan, Iran
2- Faculty of Aerospace Engineering, Semnan University, Semnan, Iran
3- Engine Tests and Validation Department, Irankhodro Powertrain Company, Tehran, Iran
* P.O.B. 35131-19111, Semnan, Iran, m_azadi@semnan.ac.ir

Keywords

Defects detection
Carbon fiber laminated composite
Tensile loading
Vibration analysis
Wavelet transform
Scanning electron microscopy

Abstract

Nowadays, polymer matrix composites have been widely utilized in aerospace industries. Then, failures are so important for designers to prevent during the service lifetime of the mechanical structure. Therefore, engineers tend to use different methods, in order to detect defects, before any sudden ruptures. Such these non-destructive approaches can be mentioned as the acoustic emission method, the vibration analysis, etc. To find a proper method with low costs and facilities are also important for engineers. In this article, different defects in the carbon fiber reinforced polymer matrix laminated composite under tensile loading have been detected by the vibration analysis. For this objective, the tensile test on open-hole composite standard specimens was performed based on the ASTM-D5766 standard. The tensile loading was considered as 2 mm/min, based on the mentioned standard. Acceleration sensors was installed on standard specimens and vibration signals were acquired during tensile loading. In order to detect different defects, in addition to composite standard samples, pure resin and pure fiber specimens were also tested under tensile loading. Signals for pure resin and pure fiber samples were analyzed by the Fourier transform method and signals for open-hole composite standard specimens were analyzed by the wavelet transform approach. Obtained results from the signal analysis showed that the vibration analysis could be a proper method to detect three types of defects in the carbon fiber reinforced polymer matrix laminated composite, including the fiber breakage, matrix cracking and other failures. These other failures were debonding, the delamination and the pull-out. Then also, the maximum percentage of failure mechanisms in the open-hole composite standard samples was due to debonding of fibers from the matrix, the delamination and the pull-out failure. Such these results had an agreement with images from the scanning electron microscopy, which obtained from the fracture surface of standard specimens, after tensile testing.

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Azadi, M. Raeisi, N. Moosavian, S.A. and Shakouri, M., "Detection of Different Defects in Carbon Fiber Reinforced Polymer Matrix Laminated Composite under Tension by Vibration Analysis", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 3, pp. 373-384, 2019.

1-مقدمه

در سال‌های اخیر استفاده از مواد کامپوزیتی پلیمری در سازه‌های هوافضایی روند افزایشی چشمگیری داشته است؛ بطوری‌که در اکثر هواپیماهای تجاری و نظامی و دیگر سازه‌های هوافضایی، از این مواد استفاده می‌شود. این مواد در صنایع هوافضا، به دلیل داشتن نسبت استحکام به وزن بالا بسیار پرکاربرد هستند. پایش سلامت سازه‌ها همواره بخشی مهم از فرآیند تعمیر و نگهداری سازه‌های هوایی است. روش‌ها و ابزارهای مختلفی برای پایش سازه‌های کامپوزیتی وجود دارد. برای تمامی سازه‌ها و ماشین‌آلات اعم از استاتیکی و دوار، از روش آزمون‌های غیرمخرب و پایش وضعیت، به منظور تشخیص عیوب آنها استفاده می‌شود. از جمله این روش‌ها، تحلیل ارتعاش، انتشار صوت و غیره می‌باشد [2,1]. ساز و کارهای کلی خرابی در کامپوزیت‌ها به چهار دسته ترک ماتریسی، شکست الیاف، جدایی الیاف از ماتریس و جدایش بین لایه‌ای تقسیم می‌شود [3].

تحقیقاتی در زمینه پایش سلامت کامپوزیت‌ها با روش تحلیل ارتعاش صورت پذیرفته است که در ادامه، به برخی از آنها پرداخته می‌شود. معدولیت و همکاران [4]، پاسخ غیرخطی نانوکامپوزیت‌های گرافنی نسبت به تشدید هارمونیک را بررسی کردند. آنها روابط دینامیکی مواد نانوکامپوزیتی که در آن اثرات هم‌زمان غیرخطی‌های هندسی و میرایی انرژی ناشی از محیط ویسکوالاستیک خارجی و میرایی داخلی در نظر گرفته شده است را ارائه کردند. آشوری و همکاران [5]، افزایش پایداری به نویز در شناسایی پارامترهای عیب تورق در صفحات کامپوزیتی با استفاده از روش هیبریدی را بررسی کردند. آنها در این فعالیت به مقایسه پایداری نسبت به نویز در دو روش بروزرسانی کلاسیک و روش هیبریدی مبتنی بر ویولت و بروزرسانی پرداختند. نمونه مورد بررسی آنها مدل المان محدود صفحه کامپوزیتی چند لایه با عیب تورق بود.

تقی‌پور و همکاران [6]، نتایج تجربی، عددی و تحلیلی جذب انرژی در پدیده نفوذ با سرعت بالا روی اهداف کامپوزیتی را مورد بررسی قرار دادند. آنها با رائه مدلی مکانیزم‌های جذب انرژی و مقایسه آن با انرژی کل گلوله در هنگام برخورد، توانایی یا عدم توانایی خروج گلوله از هدف را بررسی نموده، و انرژی باقیمانده در هنگام خروج گلوله از هدف را پیش بینی کردند. آنها در نهایت نتایج این مدل با نتایج تحلیل المان محدود انجام گرفته با نرم افزار انسیس ماژول ال اس داینا را مقایسه کردند. اکبری شاه خسروی و همکاران [7]، در پژوهشی، با استفاده از روش‌های انتشار صوت و المان محدود، مکانیزم‌های مختلف خرابی در نمونه‌های سوراخ‌دار شیشه/ اپوکسی تحت بارگذاری کششی را بررسی کردند. آنها به کمک تبدیل موجک، مکانیزم‌های مختلف خرابی در نمونه‌های سوراخ‌دار شیشه/اپوکسی تحت بارگذاری کششی را شناسایی و مقدار کمی آنها را تعیین نمودند و رد انتها از روش المان محدود به منظور صحت‌سنجی نتایج تبدیل موجک استفاده کردند.

کاولی و آدامز[1] [8]، به ارزیابی سلامت سازه‌های کامپوزیتی پایه پلیمری با استفاده از روش تحلیل ارتعاش پرداختند. روش آنها شامل اندازه‌گیری تغییرات در فرکانس‌های طبیعی می‌شد که می‌توانست به وسیله ایجاد نقص در یک نقطه از سازه، برای کشف، تعیین مکان و بطور کلی برای معین کردن آسیب انجام شود. سالزانو[2] و همکاران [9]، توسعه حسگرهای کرنشی جاسازی شده برای سازه‌های کامپوزیتی را بررسی کردند. حسگرهای مورد بررسی آنها بصورت همیشگی در سازه نصب شده و می‌توانند در طول زمان سرویس‌دهی، سازه را بصورت دائم و همزمان که بارگذاری و ارتعاش زیاد می‌شود و زمانی که آسیب اتفاق می‌افتد، پایش کنند. یان و یام[3] [10]، کشف ترک در ورق‌های کامپوزیتی با استفاده از حسگرهای پیزوالکتریک نصب شده در داخل قطعات با استفاده از تحلیل موجک را بررسی کردند. تحلیل آنها براساس تغییرات انرژی حاصل از تجزیه و تحلیل سیگنال‌های دریافتی با تبدیل موجک بود. آنها بیان کردند که این روش بسیار بیشتر از سایر روش‌ها تاثیرگذار است و می تواند ترک‌های به شدت کوچک را در ورق‌های کامپوزیتی بیابد. نتایج آنها نشان داد کوچکترین اندازه ترک قابل کشف، ممکن است به عرض0.1 میلیمتر و طول 2.3 میلیمتر برسد و ناحیه‌ای که شامل این ترک می‌شود، فقط 0.06 درصد از مساحت کلی ورق را دربرمی‌گیرد.

وایت[4] و همکاران [11]، به بررسی کامپوزیت‌های سرامیک- پلیمر برای حسگرهای ارتعاشی پرداختند. این حسگرها می‌توانند به عنوان یک لایه نازک حسگر کرنشی برای پایش ارتعاشی سازه‌ها استفاده شوند. کس[5] و همکاران [12]، به تعیین آسیب ضربه در کامپوزیت شیشه S2 پوسته موشک با استفاده از روش‌های مکمل ارتعاش و رشد موج پرداختند. آنها با روش ترکیبی برپایه ارتعاش و برپایه رشد موج، شناسایی، مکان‌یابی و تعیین آسیب محفظه‌های کامپوزیتی ساخته شده با روش رشته پیچی الیاف را بررسی کردند. روی و چاکرابورتی[6] [13]، با استفاده از حسگرها و محرک‌های پیزوالکتریک بر پایه الگوریتم ژنتیک و تجزیه و تحلیل اجزای محدود، طراحی بهینه برای کنترل ارتعاشی پوسته‌های کامپوزیتی را بررسی کردند. تاکور[7] و همکاران [14]، از حسگرهای قطبی فیبر نوری جاسازی شده برای بررسی سلامت سازه کامپوزیتی استفاده کردند. آنها بیان کردند که این یک روش جدید و جذاب است زیرا امکان طراحی حسگر ارتعاشی که خیلی حساس به ارتعاش و در عین حال غیرحساس به دما است، را فراهم می‌کند.

لاخدار[8] و همکاران [15]، با استفاده از تحلیل ارتعاش، آسیب در سازه کامپوزیتی را کشف کردند. آنها هدف اصلی از تحقیق خود را بهره‌برداری از پاسخ دینامیکی سازه برای شناسایی آسیب بیان کردند. ضمنا آنها برای نشان دادن اثربخشی این روش، نتایج تجربی خود را با نتایجی که از مدل‌های عددی بدست آمده بود، مقایسه کردند. هوانگ[9] و همکاران [16]، چندلایه‌های کامپوزیتی با استفاده از کنترل فعال ارتعاشی درحالی‌که قسمتی از محرک حسگر جدا شده بود، را بررسی کردند. آنها بیان کردند جدا شدن محرک، قابلیت انتقال صدا، خصوصیات دینامیکی و مشخصات کنترل ارتعاش آن را کم می‌کند. آنها آزمون خود را روی یک کامپوزیت 16 لایه با محرک سالم و یک محرک که بصورت جزئی جدا شده بود، انجام دادند. نتایج آنها نشان داد با افزایش جدایش محرک، قدرت کنترل کامپوزیت با استفاده از حسگرهای ارتعاشی کاهش می‌یابد. از آنجایی‌که جدایش محرک از سازه کامپوزیتی در حین کارکرد آن ممکن است اتفاق بیفتد، بنابراین نتایج نشان می‌دهد که جدایش باید به عنوان یک مولفه عدم قطعیت، در طراحی کنترل کننده‌های فعال، در نظر گرفته شود. سانتوس[10] و همکاران [17]، آسیب در پره‌های کامپوزیتی ملخ بالگرد را با استفاده از روشی که براساس تحلیل ارتعاش استوار بود، کشف کردند. آنها برای آزمون خود از یک پره کامپوزیتی بالگرد در مقیاس اصلی استفاده کردند. روش‌های کشف آسیبی که آنها استفاده کردند شامل روش معیار

[1] Cawley and Adams
[2] Salzano
[3] Yan and Yam
[4] White
[5] Kess
[6] Roy and Chakraborty
[7] Thakur
[8] Lakhdar
[9] Huang
[10] Santos

تضمین مودال و روش انرژی کرنش مودال بود. این روش‌ها به ترتیب براساس مقایسه مودهای ارتعاش و مقایسه انرژی کرنشی مودال یک تیر است.

آرانی و همکاران [18]، نانو و میکرو ساندویچ‌های کامپوزیتی را با استفاده از تحلیل ارتعاش ویسکوالاستیک با حسگر و محرک انجام دادند. هسته ورق ساندویچی میکروسکوپی آنها یک ویسکوالاستیک پلیمری سه لایه کامپوزیتی تقویت شده با نانوالیاف بود. ساپرا[1] و همکاران [19]، تیر یکسر گیردار را با استفاده از حسگرهای کرنشی نانو لوله کربن اپوکسی و محرک پیزوالکتریک تحت کنترل ارتعاشی قرار دادند. آنها بیان کردند که بخاطر ضرایب مختلف انبساط حرارتی حسگرهای نانولوله کربن و اپوکسی، مقاومت حسگر کرنشی برپایه نانولوله کربن اپوکسی بصورت غیرخطی با تغییر دما تغییر می‌کند. ژو[2] و همکاران [20]، کشف آسیب در مواد کامپوزیتی تحت بارهای فرکانس پایین را با استفاده از حسگرهای فیبر نوری، بصورت تجربی بررسی کردند. آنها به مقایسه تحلیل ارتعاش دو نوع مختلف تیر آسیب دیده و آسیب ندیده که حسگرهای ارتعاشی در آنها جاسازی شده بود، پرداختند. حسگرهای آنها مولفه‌هایی را که می‌توانستند محل آسیب و درجه آن را بازتاب دهند، اندازه‌گیری کردند. آنها سپس در مقایسه با نتایج تئوری و نتایج تحلیل با نرم‌افزار انسیس و با استفاده از تحلیل انحراف کرنش، امکان سنجی و طیف وسیعی از روش‌ها با استفاده از حسگرهای فیبر نوری برای پایش آسیب در نمونه‌های کامپوزیتی را صحه‌گذاری کردند. لوتاس و بوریکاس[3] [21]، پایش سلامت سازه‌های کامپوزیتی براساس تحلیل ارتعاش را با استفاده از جانمایی بهینه حسگرهای کرنشی بررسی کردند. آنها برای تحلیل خود از معیار همگرایی ماتریس اطلاعات فیشر استفاده کردند. آشوری و همکاران [22]، با استفاده از انتخاب معیار بهینه موجک، آسیب در ورق‌های کامپوزیتی را شناسایی کردند. آنها در تحقیق خود یک روش مناسب برای افزایش حساسیت تبدیل موجک برای تشخیص آسیب پیشنهاد دادند.

در مقایسه با پیشینه تحقیق، نوآوری‌های این تحقیق را می‌توان به چند مورد تقسیم‌بندی کرد که شامل، استفاده از الیاف کربن (در اکثر مقالات الیاف شیشه بررسی شده است.)، لایه‌چینی متفاوت نسبت به سایر پژوهش‌ها و در انتها، استفاده از روش تحلیل ارتعاش در تشخیص مکانیزم‌های خرابی می‌باشد. لذا در این مقاله، به مطالعه تشخیص مکانیزم‌های خرابی در کامپوزیت‌های لایه‌ای تقویت شده با الیاف کربن، با استفاده از تحلیل ارتعاش پرداخته شده است و سپس، درصد هر یک از انواع خرابی‌ها، با استفاده از تبدیل بسته موجک بدست آمده و با مشاهدات میکروسکوپی مقایسه شده است.

2-روش تحقیق

2-1- مواد مورد مطالعه

همه نمونه‌های استاندارد آزمون سوراخ‌دار کامپوزیتی، مطابق با استاندارد ASTM-D5766 [23]، از پارچه با الیاف کربن تک‌جهته[4] تولیدی توسط شرکت سیکا (Sika-Wrap-230C)، با چگالی 1.76 گرم بر سانتیمتر مکعب و رزین اپوکسی تولیدی شرکت سیکا (CR-80) ساخته شده است. جهت سفت شدن رزین از سفت‌کننده نوع CH-80-2 استفاده شده است که با نسبت وزنی 30 درصد، با رزین ترکیب می‌شود.

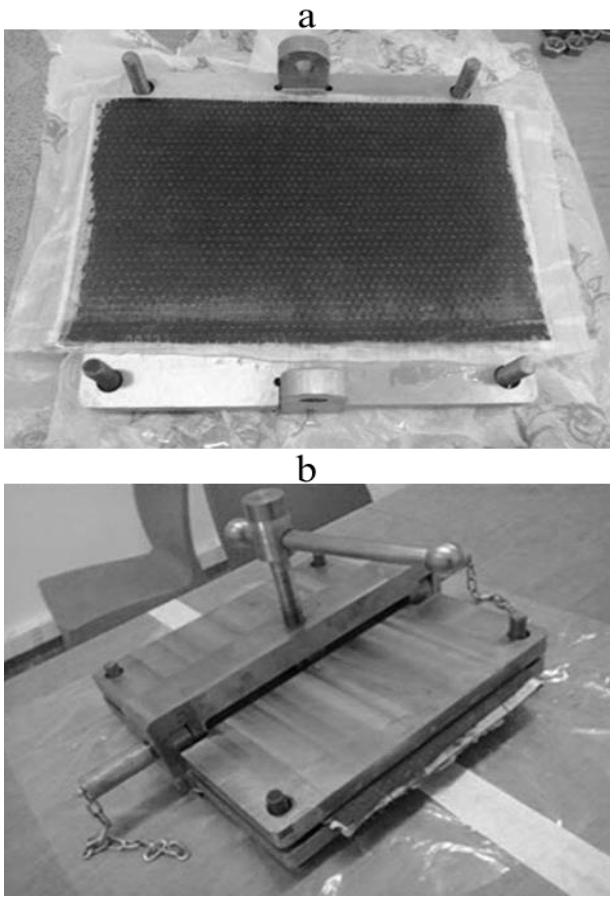


Fig. 1 The composite, (a) laminated from carbon and epoxy, (b) under the pressure in the mold

شکل 1 (الف) کامپوزیت لایه‌چینی شده از کربن و اپوکسی و (ب) کامپوزیت تحت فشار در قالب

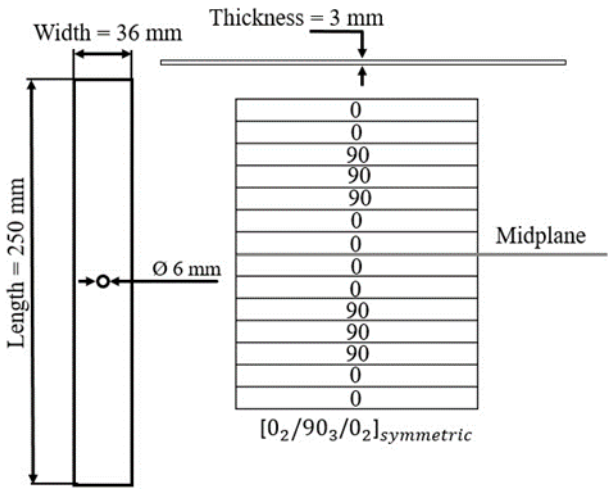


Fig. 2 The schematic of layers and dimensions of the composite standard test specimen

شکل 2 شماتیک لایه‌چینی و ابعاد نمونه‌های کامپوزیتی استاندارد آزمون

[1] Sapra
[2] Zhu
[3] Loutas and Bourikas
[4] Unidirectional woven carbon fibers

ضخامت هر لایه از پارچه‌های تک‌جهته برابر 0.13 میلیمتر می‌باشد که پس از ساخت نمونه‌ها و ترکیب با رزین، ضخامت هر لایه برابر حدودا 0.22 میلیمتر می‌شود. پس از لایه‌گذاری، به منظور بهبود کیفیت قطعات تولیدی و کنترل درصد حجمی رزین و الیاف و همچنین کنترل ضخامت نهایی، لایه‌ها توسط دو صفحه فولادی صیقل داده شده، که در شکل 1 آمده است، پرس شده و در دمای اتاق برای مدتی نگه داشته شده‌اند. صفحات کامپوزیتی تولید شده پس از 24 ساعت، از قالب خارج شده و به مدت یک هفته در هوای آزاد قرار گرفت. شایان ذکر است که در ابتدا، این صفحات کامپوزیتی با ابعاد 250 سانتیمتر عرض و 350 سانتیمتر طول، بصورت متقارن و با استفاده از روش لایه‌چینی دستی $[02/903/02]_s$ ساخته شده است. طول، عرض و ضخامت نمونه‌های کامپوزیتی سوراخ‌دار به ترتیب برابر 250، 36 و 3 میلیمتر شد. این سوراخ مطابق با استاندارد ASTM-D5766 [18]، روی نمونه استاندارد تعبیه شده است. شکل 2، شماتیک لایه‌چینی و ابعاد نمونه‌های استاندارد آزمون را نمایش می‌دهد. شایان ذکر است که در ساخت کامپوزیت‌ها، از الیاف با زوایای صفر و 90 درجه استفاده شده است و از الیاف با زوایای دیگر همچون 45 درجه استفاده نشده است. دلیل این امر آن است که در صورت وجود الیاف با چنین زوایایی، پدیده تورق مطرح می‌شود و لذا تشخیص چنین عیبی و جدا کردن فرکانس آن، کار دشواری است [24]. ضمنا مطابق با استاندارد ASTM-D5766 [23]، حداقل دو زاویه برای ساخت نمونه استاندارد توصیه شده است که در این مقاله، زوایای صفر و نود درجه انتخاب گردیده است.

در ادامه با استفاده از فرایند واترجت، هرکدام از نمونه‌ها از صفحه ساخته شده طبق استانداردASTM-D5766 [23]، با اندازه مشخص، برش داده شده و سپس سوراخی به قطر 6 میلیمتر در مرکز نمونه‌ها ایجاد شده است. شکل 3، عملیات برش‌کاری و سوراخ‌کاری با فرایند واترجت را نمایش می‌دهد. استفاده از فرایند واترجت با توجه به پژوهش‌های پیشین استفاده شد [1,2, 24].

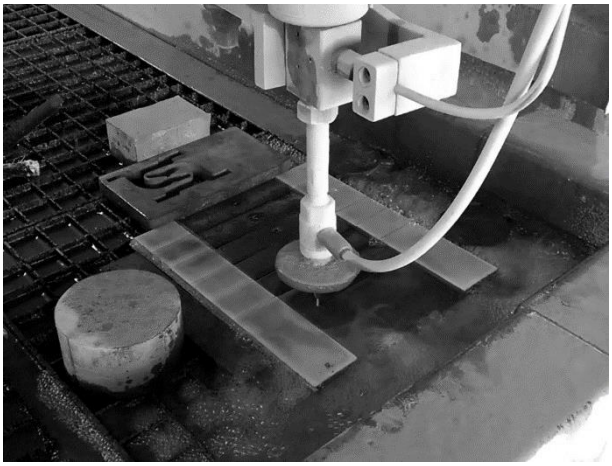


Fig. 3 Cutting the composite panel using the water-jet process

شکل 3 برش‌کاری پنل کامپوزیتی با استفاده از فرایند واترجت

طبق استانداردASTM-D5766 [23]، طول نمونه باید در بازه 200 تا 300 میلیمتر و عرض نمونه، 36 میلیمتر باشد. سوراخ نیز باید در مرکز قطعه و با نسبت عرض به قطر 6 قرار گیرد. شکل 4، نمونه‌های کامپوزیتی سوراخ‌دار را پس از برش با فرایند واترجت، در ابعاد استاندارد نشان می‌دهد.

ذکر این نکته حائز اهمیت است که دلیل استفاده از سوراخ در نمونه‌های استاندارد کامپوزیتی، کاربرد قطعات سورراخدار کامپوزیتی در صنایع هوافضا است و دلیل دیگر، کنترل محل ایجاد شکست است. به عبارت دیگر، رخداد خرابی‌ها باید به گونه‌ای باشد که حسگرها در نزدیکترین مکان نسبت به رخداد خرابی‌ها باشند.

برای بررسی خرابی‌های ایجاد شده در نمونه‌های استاندارد با روش تحلیل ارتعاش، ابتدا باید مشخصات سیگنال‌های ارتعاشی مربوط به هر یک از انواع خرابی‌ها مشخص شود. برای این منظور نمونه‌هایی از رزین خالص و الیاف خالص ساخته شد. برای ساخت نمونه‌های رزین خالص، بعد از اضافه کردن سفت‌کننده به رزین، مخلوط هر دو، درون قالب ریخته شده و پس از یک هفته از قالب خارج شدند. برای ساخت نمونه‌های الیاف خالص نیز، از یک لایه پارچه الیاف کربن که ضخامت آن همانگونه که گفته شد، برابر 0.13 میلیمتر می‌باشد، به عرض 20 میلیمتر و طول 150 میلیمتر بریده شده و به تب‌های آلومینیومی چسبانده شد. روش ساخت نمونه‌های الیاف خالص بدین صورت بود که در دو طرف پارچه‌ها، از دو صفحه آلومینیومی نازک، به دلیل آنکه بتوان حسگر را چسباند و سیگنال دریافت کرد، استفاده شد. این دو صفحه با استفاده از چسب ENDFEST-300 که دارای استقامت بالایی است، به نمونه‌های الیاف خالص چسبانده شد. شکل 5، نمایی از نمونه‌های رزین خالص و الیاف خالص را نشان می‌دهد.

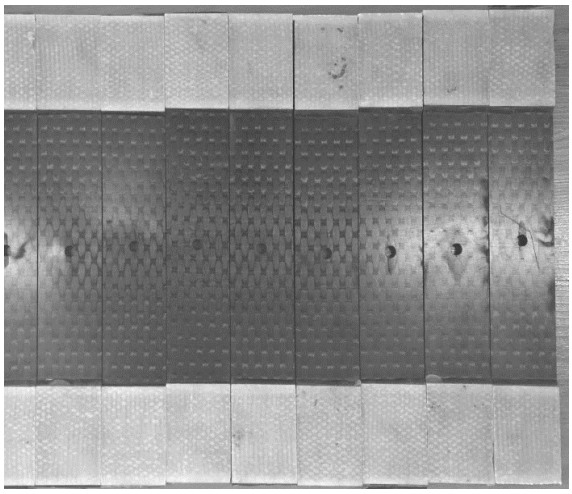


Fig. 4 Composite test specimens after the water-jet process

شکل 4 نمونه‌های استاندارد کامپوزیتی پس از فرایند واترجت

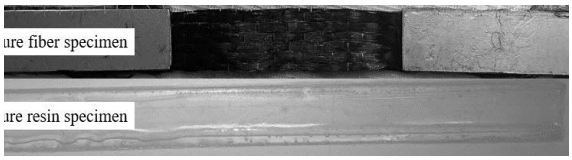


Fig. 5 Specimens of the pure resin and the pure fiber

شکل 5 نمونه‌های رزین خالص و الیاف خالص

2-2- آزمون‌ها و تجهیزات

برای بارگذاری کششی نمونه‌های استاندارد، از دستگاه کشش مدل STM-150، ساخت شرکت سنتام، با ظرفیت 15 تن و با قابلیت تنظیم بارگذاری در محدوده 0.1 تا 500 میلیمتر بر دقیقه استفاده شد. ابتدا جهت استخراج فرکانس شکست غالب نمونه‌های خالص، نمونه‌های رزین خالص و الیاف خالص،

تحت بارگذاری کششی قرار گرفت. این فرکانس‌ها در تخمین میزان هر خرابی، در نمونه کامپوزیتی کاربرد دارند. نمونه‌های رزین خالص و الیاف خالص، تحت بارگذاری کششی با نرخ بارگذاری 2 میلیمتر بر دقیقه، طبق استاندارد ASTM-D5766، قرار گرفت. برای تکرارپذیری آزمون از این نمونه‌ها، 2 بار آزمون انجام شد. در ادامه، نمونه‌های کامپوزیتی سوراخ‌دار تحت بارگذاری کششی با نرخ بارگذاری 2 میلیمتر بر دقیقه، مطابق با استاندارد ASTM-D5766، با 2 تکرار، قرار گرفت. ضمنا در همه بارگذاری‌ها، یک عدد حسگر شتاب سنج روی نمونه نصب شده بود که در ادامه، توضیحات بیشتری ذکر خواهد شد.

برای تصویربرداری از مکانیزم‌های خرابی نیز، از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی، مدل XL30 ساخت شرکت فیلیپس، استفاده شد. اساس کار این دستگاه برای تصویربرداری، رسانا بودن سطح مورد نظر برای تصویربرداری است. لذا برای رسانا کردن سطح شکست نمونه‌های استاندارد کامپوزیتی، سطح آنها در مقیاس نانومتری، با نقره پوشش‌دهی و سپس نمونه‌های فوق، در محفظه میکروسکوپ، تحت خلا قرار گرفته و تصویربرداری انجام شد.

برای ثبت داده‌های ارتعاشی حاصل از بارگذاری نمونه‌های استاندارد آزمون، از یک حسگر شتاب‌سنج مدل 357B11 ساخت شرکت PCB استفاده شد. حسگر با استفاده از گریس نسوز و چسب نواری روی سطح نمونه‌های استاندارد آزمون چسبانده شد. بدین ترتیب، حسگرها در حین اجرای آزمون، از نمونه استاندارد جدا نخواهند شد. نرخ داده‌برداری برابر 50 کیلوهرتز و با حساسیت تقویت‌کننده برای رزین خالص برابر با 31.6 mV/ms^{-2} و برای نمونه‌های الیاف خالص و نمونه‌های سوراخ‌دار کامپوزیتی برابر با 100 mV/ms^{-2} در نظر گرفته شد. شایان ذکر است که برای تقویت سیگنال‌های ورودی از حسگرهای ارتعاشی، از یک دستگاه تقویت‌کننده شارژ مدل C-2692 ساخت شرکت B&K استفاده شد. شکل 6، حسگر شتاب‌سنج و تقویت‌کننده را نشان می‌دهد. مشخصات کامل از کارت داده‌برداری، حسگر و تقویت‌کننده در مرجع [24] آمده است.

مدت زمان آزمون کشش (معادل با مدت زمان داده‌برداری با حسگرهای ارتعاشی) برای الیاف خالص و رزین خالص، در حدود 2 دقیقه بوده است. همین مدت زمان برای آزمون کشش نمونه استاندارد کامپوزیتی، برابر با حدود 8 تا 9 دقیقه می‌باشد.

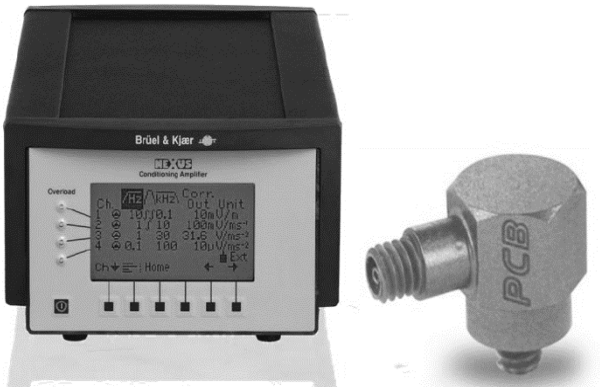


Fig. 6 The accelerator sensor and the amplifier

شکل 6 حسگر شتاب سنج و تقویت کننده

همچنین در شکل 7، تصویر نمونه سوراخدار در دستگاه کشش و موقعیت حسگر نشان داده شده است. به واسطه کشش نمونه‌ها توسط دستگاه، شکست الیاف و رزین اتفاق افتاده و باعث جابجایی‌هایی شده است که توسط حسگر ثبت شده‌اند. شایان ذکر است که در تحلیل‌ها، از اثر وزن حسگر که حدود 5 درصد وزن نمونه‌های استاندارد است، بر نتایج بدست آمده، صرف نظر شده است.

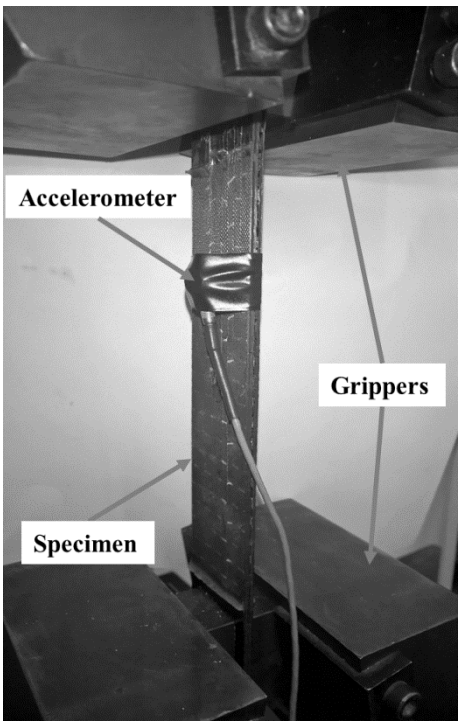


Fig. 7 Equipments of tensile testing on composite open-hole specimens

شکل 7 تجهیزات مربوط به آزمون کشش نمونه‌های کامپوزیتی سوراخ‌دار

3-2- پردازش سیگنال

برای پردازش سیگنال‌های ارتعاشی در شناسایی و تشخیص مکانیزم‌های خرابی در نمونه‌های استاندارد آزمون، از روش‌های گوناگونی استفاده می‌شود که در این مقاله از روش تبدیل فوریه سریع برای تحلیل سیگنال‌های رزین خالص و الیاف خالص و از روش تبدیل بسته موجک برای تحلیل و جداسازی سیگنال-های نمونه‌های کامپوزیتی استفاده شده است. دلیل این امر آن است که در نمونه‌های رزین خالص و الیاف خالص، فقط یک نوع خرابی رخ می‌دهد و روش تبدیل فوریه، برای محاسبه فرکانس خرابی، کافی است. اما در نمونه‌های کامپوزیتی، چون چندین نوع خرابی ممکن است رخ بدهد، از روش تبدیل بسته موجک استفاده شده تا بتوان محدوده فرکانسی هر یک از خرابی را از یکدیگر جدا نمود.

تبدیل فوریه گسسته [25]، سیگنال مورد نظر را زمانی می‌تواند از فضای زمانی به فضای فرکانسی انتقال دهد که تابع آنها دارای نمونه‌برداری در فضای زمانی انجام شده باشد و فواصل زمانی آن نیز یکسان باشد. تابع g_b را زمانی می‌توان یک سری، بصورت رابطه (1) نوشت که بتوان مقادیر نمونه‌ها را با g_b و تعداد این نمونه‌ها را با N و شماره آنها را که از صفر تا $N-1$ تغییر می‌کند، با b، نشان داد.

$$g_b = \sum_{n=0}^{N-1} c_n e^{\frac{2\pi i b n}{N}} \quad (1)$$

ضرایب c_n نیز در رابطه (1)، بصورت رابطه (2) مشخص شده است.

$$c_n = \frac{1}{N}\sum_{n=0}^{N-1} g_b e^{\frac{-2\pi i b n}{N}} \quad (2)$$

رابطه (3) که تبدیل فوریه گسسته g_b را نشان می‌دهد، با مقایسه روابط تبدیل فوریه معمولی با رابطه (1) حاصل شده است.

$$h_a = DFT(g_b) = \sum_{n=0}^{N-1} g_b e^{\frac{-2\pi i b n}{N}} \;\; ; \;\; 0 \le a < N \quad (3)$$

$$h_a = \sum_{n=0}^{N-1} g_b W_N^{ab} \;\; ; \;\; W_N = e^{\frac{-2\pi i}{N}} \quad (4)$$

شایان ذکر است که می‌توان از تبدیل فوریه سریع، برای کم کردن مقدار محاسبات استفاده کرد که در این صورت، محاسبات برای تعداد نمونه‌ها با توجه به رابطه (4)، از مرتبه N^2 می‌باشد. در ادامه محاسبات، به جای محاسبه برای کل داده‌ها می‌توان آنها را در هر مرحله، به دسته‌های زوج و فرد تقسیم کرد. در این صورت برای رسیدن به تبدیل فوریه اولیه می‌توان تبدیل‌های فوریه دوتایی، بصورت بازگشتی را ترکیب کرد. رابطه‌های (5) و (6) از تقسیم داده‌های g_b به دو دسته زوج و فرد g_{ev} و g_{odd} حاصل می‌شود.

$$h_a = \sum_{b=0}^{N/2-1} g_{2b} W_N^{ab} + \sum_{b=0}^{N/2-1} g_{2b+1} W_N^{a(2b+1)} \quad (5)$$

$$h_a = \sum_{b=0}^{N/2-1} g_{2b} W_{N/2}^{ab} + W_N^{a} \sum_{b=0}^{N/2-1} g_{2b+1} W_{N/2}^{ab} \quad (6)$$

در رابطه (6)، بخش اول، تبدیل فوریه گسسته عناصر زوج و بخش دوم، تبدیل فوریه گسسته عناصر فرد، ضرب در W_N^a را نشان می‌دهد. در مجموع، می‌توان به رابطه (7) دست یافت.

$$h_a = DFT(g_{ev}) + W_N^a (g_{odd}) \quad (7)$$

کاهش مرتبه محاسبات به $Nlog_2^N$، از رابطه (7) و ادامه دسته‌بندی داده‌ها بصورت دوتایی استفاده می‌شود. دلیل استفاده از این تبدیل نیز این است که در نمونه‌های الیاف خالص و رزین خالص فقط یک نوع خرابی بررسی می‌شود. در تبدیل موجک [26]، موجی که با دوره تناوب محدود و مقدار میانگین صفر می‌باشد، را موجک[1] می‌نامند. یک موجک یا موجک مادر تعریف می‌شود، اگر تابع ψ دارای دو شرط انتگرال تابع در بازه منفی و مثبت بینهایت، برابر صفر و تابع، دارای انرژی محدود باشد. این شرایط در رابطه‌های (8) و (9) ذکر شده است.

$$\int_{-\infty}^{+\infty} |\psi(t)|^2 dt < \infty \quad (8)$$

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \psi(t) dt = 0 \quad (9)$$

طبق رابطه (10)، $\psi_{a,b}(t)$ را تعریف می‌کند که در آن تابع ψ، قابلیت مقیاس کردن به اندازه a در حوزه فرکانس و انتقال به اندازه b در حوزه زمان را داراست و در هر دو حوزه فرکانس و زمان محدود شده است.

$$\psi_{a,b}(t) = \frac{1}{\sqrt{a}}\psi\left(\frac{t-b}{a}\right) \;\; , \;\; a > b \in \Re \quad (10)$$

تبدیل موجک گسسته[2] و معکوس آن، در رابطه‌های (11) و (12) نشان داده شده است.

$$f(t) = c\sum_i \sum_k DWT\,(i,k) 2^{\frac{-i}{2}} \psi(2^{-i}t - k) \quad (11)$$

$$DWT\,(i,k) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(t)\, 2^{\frac{i}{2}} \psi^*(2^i t - k) dt \quad (12)$$

که $f(t)$ سیگنال پردازش شده، $DWT\,(i,k)$ ضرایب تبدیل موجک، i سطح تجزیه، k پرامتر انتقال و ψ موجک مادر است.

نکته قابل توجه این است؛ برخلاف تبدیل موجک که سیگنال در بازه‌های زمانی متفاوت (موجک) و به اجزایی با محدوده فرکانسی مختلف تجزیه می‌شود، سیگنال مورد نظر در تبدیل فوریه، تنها در دامنه فرکانسی تجزیه و به اجزای سازنده سینوسی خود شکسته می‌شود. در تبدیل موجک گسسته، سیگنال به دو بخش بنام کلیات و جزئیات تجزیه می‌شود. بخش فرکانس پایین سیگنال مربوط به کلیات و بخش فرکانس بالای سیگنال به جزییات مربوط می‌شود. در این تجزیه، کلیات دوباره به دو بخش کلیات و جزئیات در سطح دوم شکسته شده و این تجزیه تا هر سطح دلخواه ادامه پیدا می‌کند. درنتیجه، رابطه (13) حاصل می‌شود که سیگنال را به یک ساختار درختی شکل، شامل کلیات و جزئیات در چندین سطح تجزیه می‌کند.

$$f(t) = \sum_{i=1}^{i=j} D_i(t) + A_j(t) \quad (13)$$

در سطح j ام سیگنال، $A_j(t)$ به عنوان کلیات موجک و $D_i(t)$ به عنوان جزئیات موجک تعریف می‌شود. شماتیکی از این تجزیه سیگنال با استفاده از تبدیل موجک گسسته، در مراجع قبلی [2,1] نشان داده شده است.

چون در تبدیل موجک گسسته فقط اجزای کلی که شامل بخش‌های فرکانس پایین سیگنال هستند، در هر سطح تجزیه می‌شوند، ممکن است اطلاعاتی که در اجزای جزئی که شامل بخش‌های فرکانس بالای سیگنال هستند، از دست بروند و نتوان آنها را شناسایی کرد، لذا از تبدیل بسته موجک استفاده می‌شود. در این تبدیل، علاوه بر اجزای کلی، اجزای جزئی نیز به اجزای دیگری در سطوح بعد تجزیه می‌گردند. تعداد اجزا در این تبدیل، در سطح j برابر با 2^j خواهد بود [2,1].

تبدیل بسته موجک با $\psi_{j,k}^i$، پارامتر تلفیق با i، پارامتر مقیاس با j و پارامتر انتقال با k در رابطه (14) نشان داده شده است که در آن، $i = 1,2,\dots,j^n$ و n سطح تجزیه موجک می‌باشد.

$$\psi_{j,k}^i(t) = 2^{-j/2}\psi^i(2^{-j}t - k) \quad (14)$$

ψ^i نشان دهنده موجک مادر است و $h(k)$ و $g(k)$ فیلترهایی گسسته هستند که در ارتباط با تابع موجک و تابع مقیاس تعریف شده‌اند و از طریق رابطه‌های (15) و (16) محاسبه می‌شوند.

$$\psi^{2i}(t) = \frac{1}{\sqrt{2}}\sum_{k=-\infty}^{\infty} h(k)\psi^i(\frac{t}{2} - k) \quad (15)$$

$$\psi^{2i+1}(t) = \frac{1}{\sqrt{2}}\sum_{k=-\infty}^{\infty} g(k)\psi^i(\frac{t}{2} - k) \quad (16)$$

$C_{j,k}^i$، ضرایب موجک بسته‌ای سیگنال $f(t)$ را در رابطه (17) نشان می‌دهد.

$$C_{j,k}^i = \int_{-\infty}^{+\infty} f(t)\psi_{j,k}^i(t) dt \quad (17)$$

رابطه (18) اجزاء موجک بسته‌ای سیگنال در یک سطح خاص را محاسبه کرده است.

[1] Wavelet

[2] Discrete Wavelet Transform (DWT)

$$f_j^i(t) = \sum_{k=-\infty}^{\infty} C_{j,k}^i \psi_{j,k}^i(t)\Delta t \tag{18}$$

سیگنال اصلی نیز، طبق رابطه (19) و از مجموع تمامی اجزاء موجک بسته‌ای در سطح j ام بدست می‌آید.

$$f(t) = \sum_{i=1}^{2^j} f_j^i(t) \tag{19}$$

در نهایت، محدوده فرکانسی اجزاء کلی در سطح j ام از رابطه (20) و محدوده فرکانسی اجزاء جزئی در سطح j ام از رابطه (21) قابل محاسبه است [27].

$$\left[0, \frac{1}{2} f_s 2^{-j}\right] \tag{20}$$

$$\left[\frac{1}{2} f_s 2^{-j}, \frac{1}{2} f_s 2^{-(j-1)}\right] \tag{21}$$

معادله (22)، نشان دهنده تجزیه اجزاء موجک بسته‌ای در سطح j ام بصورت $f_j^1, \dots, f_j^{2^j}$ و انرژی اجزاء در سطح j ام بصورت $E_j^1, \dots, E_j^{2^j}$ است [27].

$$E_j^i(t) = \sum_{\tau=t_0}^{t} \left(f_j^i(\tau)\right)^2 \qquad i = 1, \dots, 2^j \tag{22}$$

ر

ابطه (23)، انرژی کل سیگنال را نشان داده است [22].

$$E_{Total}(t) = \sum_j E_j^i(t) \qquad i = 1, \dots, 2^j \tag{23}$$

رابطه (24)، توزیع انرژی در هر کدام از اجزاء تجزیه شده که با $P_j^i(t)$ مشخص می‌شود و بیان کننده نسبت انرژی‌های هر جزء به انرژی کل سیگنال است، نشان می‌دهد [27].

$$P_j^i(t) = \frac{E_j^i(t)}{E_{Total}(t)} \qquad i = 1, \dots, 2^j \tag{24}$$

در انتها، به عنوان محدودیت این روش نیز، می‌توان به انتخاب درست موجک مادر و سطح تجزیه اشاره کرد. در ادامه، در شکل 8، خلاصه‌ای از روند تعیین درصد هر یک از مکانیزم‌های خرابی در نمونه‌های استاندارد کامپوزیتی سوراخ‌دار، نمایش داده شده است. همان‌طور که مشخص است، ابتدا سیگنال‌های ارتعاشی دریافت شده از نمونه‌های رزین خالص و الیاف خالص، مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفته است. سپس، بازه فرکانسی این سیگنال‌ها با استفاده از تبدیل فوریه سریع بدست آمده است. در ادامه، سیگنال‌های دریافتی از نمونه‌های استاندارد کامپوزیتی، با استفاده از روش تبدیل بسته موجک تحلیل شده است. سپس، توزیع انرژی مربوط به هر جزء تعیین گردیده است. در انتها نیز، نتایج تبدیل فوریه سریع و نتایج تبدیل بسته موجک با یکدیگر مقایسه شده و درصد خرابی هر یک از مکانیزم‌های خرابی نمونه‌های کامپوزیتی محاسبه گردیده است. شایان ذکر است که سه نوع مکانیزم خرابی در این مقاله، مورد بررسی واقع شده است که شامل خرابی شکست الیاف، خرابی ترک ماتریسی و سایر خرابی‌ها (جدایش الیاف از ماتریس، تورق و بیرون زدگی الیاف از ماتریس) می‌باشد.

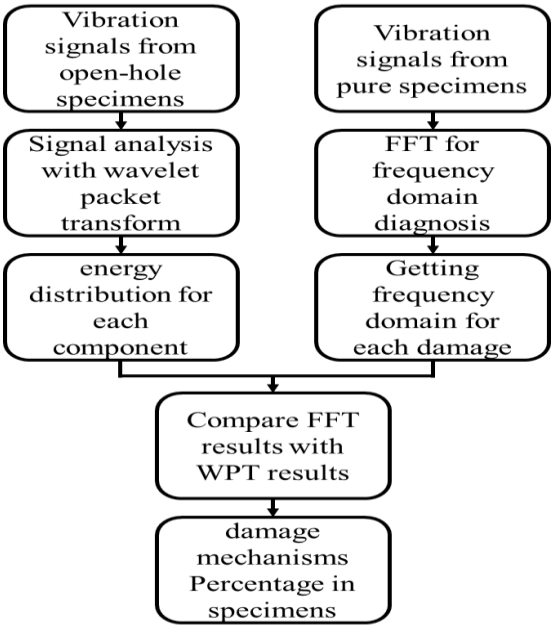


Fig. 8 The process of the determination of the failure mechanisms percentage in composite open-hole standard specimens

شکل 8 روند تعیین درصد مکانیزم‌های خرابی در نمونه‌های استاندارد کامپوزیتی سوراخ‌دار

3-نتایج و بحث

در بخش نتایج، به ترتیب، به استخراج فرکانس‌های خرابی رزین خالص و الیاف خالص و سپس به جداسازی و تعیین درصد انواع مکانیزم‌های خرابی در نمونه-های کامپوزیتی سوراخ‌دار پرداخته می‌شود. در ابتدا داده‌های مربوط به شکست در آزمون رزین خالص که از حسگرهای ارتعاش‌سنج بدست آمده، تحلیل فرکانسی انجام شده است. برای این منظور، داده‌های ارتعاشی حاصل از آزمون کشش رزین خالص، به کمک روش تبدیل فوریه سریع، از حوزه زمان به محدوده فرکانسی برده شد تا بر این اساس، فرکانس ارتعاشی غالب شکست، مربوط به رزین خالص، بدست آید. شکل موج مربوط به شکست رزین خالص، در شکل 9 نشان داده شده است. همان‌گونه که از این شکل مشخص است، بیشترین دامنه موج مربوط به شکست رزین خالص، 10.03 ولت و کمترین دامنه مربوط به آن 9.27- ولت می‌باشد.

حداکثر فرکانس ثبت شده در این آزمون، 25000 هرتز می‌باشد که دلیل آن نرخ داده‌برداری 50000 هرتز است. با بکارگیری تبدیل فوریه سریع برای این سیگنال‌های ارتعاشی، بازه فرکانسی ارتعاشات ناشی از شکست رزین خالص، مربوط به شکل موج در کادر مستطیلی در شکل 9، صفر تا 7500 هرتز بدست آمد که در شکل 10 نشان داده شده است. همان گونه که در این شکل مشخص است، سه فرکانس غالب، به ترتیب برابر با 2776، 3718 و 4512 هرتز است. همچنین، برای اثبات تکرارپذیر بودن آزمون کشش برای رزین خالص، می‌توان گفت که فرکانس شکست در دو آزمون مشابه، تغییر نکرده است.

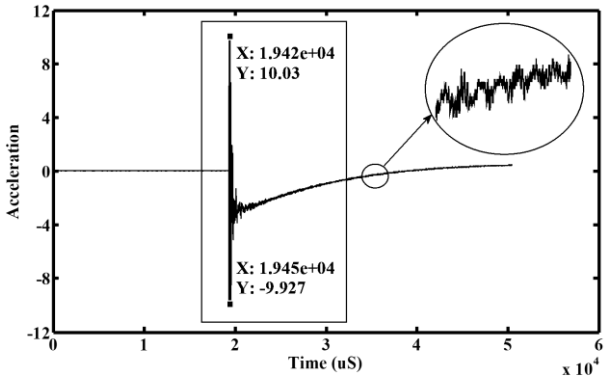


Fig. 9 The vibration wave shape for the failure of the pure resin under tensile loading

شکل 9 شکل موج ارتعاشی مربوط به شکست رزین خالص تحت کشش

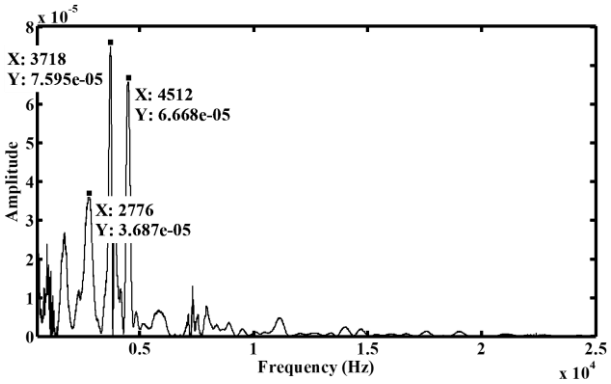


Fig. 10 The frequency domain for the failure of the pure resin under tensile loading

شکل 10 حوزه فرکانسی مربوط به شکست رزین خالص تحت کشش

شکل 11، شکل موج ارتعاشات ثبت شده به وسیله حسگرهای ارتعاش‌سنج در طول آزمون کشش الیاف خالص را نشان می‌دهد که فرکانس غالب شکست، از قسمت مشخص شده با کادر مستطیلی، استخراج شده است. قسمتی که در شکل 12 بزرگنمایی شده، موج‌های ریز ارتعاشی را نشان می‌دهد که در بدست آوردن فرکانس، باعث ایجاد نویز می‌شوند و لذا شکل فرکانسی موج، بصورت خطوطی صاف ترسیم نمی‌شوند. بیشترین و کمترین دامنه موج مربوط به شکست الیاف خالص، به ترتیب 10.03 ولت و 9.97- ولت می‌باشند. همانند آزمون کشش رزین خالص، با روش تبدیل فوریه سریع، داده‌های مربوط به سیگنال ارتعاشی تحلیل شده و حوزه فرکانسی در ارتباط با شکست الیاف خالص برابر با 7500 تا 15000 هرتز مشخص گردید. نتایج بدست آمده از 2 آزمون کشش تکرار شده برای الیاف خالص، شامل فرکانس شکست، تغییری نداشته است و لذا تکرارپذیری آزمون‌ها تایید می‌شود.

حوزه فرکانسی مربوط به آزمون کشش الیاف خالص در شکل 12 نشان داده شده است. سه فرکانس غالب در این محدوده، به ترتیب 9795، 10310 و 11730 هرتز می‌باشند. شایان ذکر است که محدوده فرکانسی 15000 تا 25000 هرتز که تنها بازه باقیمانده می‌باشد نیز، به سایر مودهای خرابی (همچون جدایش الیاف از ماتریس، تورق و بیرون زدگی الیاف از ماتریس) مربوط می‌شود.

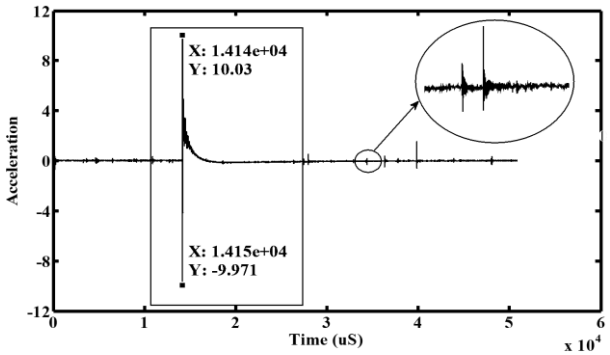


Fig. 11 The vibration wave shape for the failure of the pure fiber under tensile loading

شکل 11 شکل موج ارتعاشی مربوط به شکست الیاف خالص تحت کشش

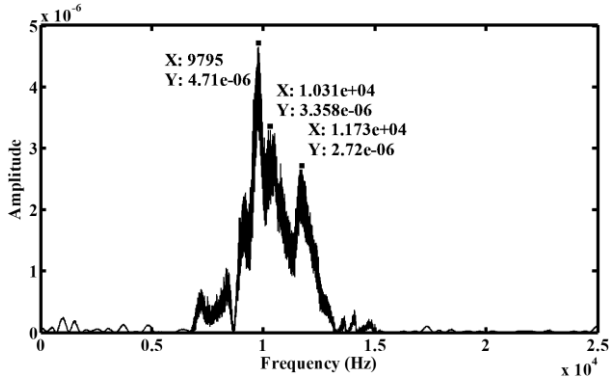


Fig. 12 The frequency domain for the failure of the pure fiber under tensile loading

شکل 12 حوزه فرکانسی مربوط به شکست الیاف خالص تحت کشش

همانطور که بیان شد حسگرهای ارتعاش‌سنج، داده‌های ارتعاشی مربوط به هر آزمون را به ثبت رساندند که این داده‌ها، توسط تبدیل بسته موجک، به منظور تعیین درصد مکانیزم‌های خرابی در هر آزمون، مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفتند. با توجه به مطالب و روابط حاکم در تبدیل بسته موجک که در بخش قبل، بطور کامل بیان شدند، سیگنال‌های ارتعاشی با استفاده از یک کد نوشته شده در نرم‌افزار متلب، تا سه سطح تحلیل شدند. با توجه به سطح تجزیه، سیگنال به هشت جزء تجزیه می‌شوند که هر یک از این اجزا برای سیگنال‌های ارتعاشی مربوط به آزمون کشش نمونه‌های استاندارد کامپوزیتی سوراخ‌دار، در شکل 13 نشان داده شده است. هر کدام از اجزا، با توجه به سطح تجزیه‌ای که قرار دارد، دارای بازه فرکانسی مختص به خود است. بازه فرکانسی هریک از اجزای مربوط به سیگنال‌های ارتعاشی در آزمون کشش نمونه‌های کامپوزیتی سوراخ‌دار شکل 14 آمده است. همانگونه که در بخش قبلی بیان شد، با استفاده از روابط مربوط به توزیع انرژی، درصد انرژی هر یک از اجزای تجزیه شده مربوط به سیگنال‌های ارتعاشی، محاسبه می‌گردد. این روابط، درصد توزیع انرژی مربوط به هر یک از اجزای سیگنال‌های ارتعاشی ثبت شده را محاسبه می‌کند. شکل 15 درصد توزیع انرژی در هر یک از اجزای تجزیه شده مربوط به سیگنال‌های ارتعاشی در آزمون کشش نمونه‌های کامپوزیتی سوراخ‌دار را نشان می‌دهد.

همچنین، در هشت بخش موجود در شکل 13 تا 15، اجزای مشخص شده با A4 تا A7 مربوط به اجزای کلی و اجزای مشخص شده با D4 تا D7 مربوط به اجزای جزئی، در سطح سوم تجزیه در روش تبدیل بسته موجک می‌باشند. هر سطر از تحلیل تبدیل بسته موجک به تعداد 2^n مشخص می‌شود که n نشان دهنده سطر مورد نظر می‌باشد. یعنی در سطر سوم 8 جزء وجود دارد که شامل 4 جزء به عنوان کلیات[1] و 4 جزء به عنوان جزییات[2] می‌شود. در اشکال 12-14 کلیات با حرف A و جزییات با حرف D نشان داده شده‌اند [29,28].

شایان ذکر است که درصد توزیع انرژی براساس روابط (22) تا (24) محاسبه می‌شود. به عبارت دیگر، درصد توزیع انرژی برای هر یک از انواع خرابی، شامل نسبت انرژی مربوط به همان خرابی به انرژی کل حاصل از همه خرابی‌ها می‌باشد.

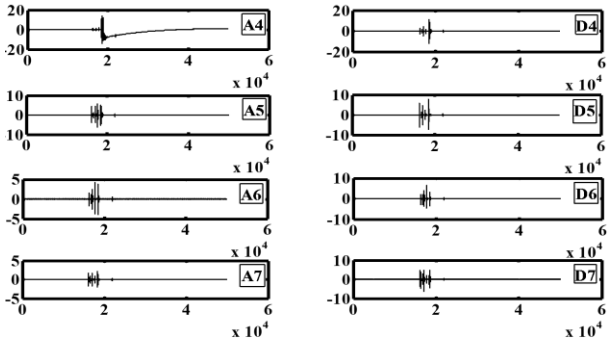


Fig. 13 The wavelet of vibration signals for the composite open-hole standard specimen, including the amplitude (V) versus the data point (A: Overall, D: Details in the third row of the wavelet analysis)

شکل 13 موجک هر یک از اجزای تجزیه شده سیگنال‌های ارتعاشی برای نمونه استاندارد کامپوزیتی سوراخ‌دار شامل دامنه (V) برحسب نقطه داده (A: کلیات و D: جزئیات در سطر سوم تحلیل تبدیل بسته موجک)

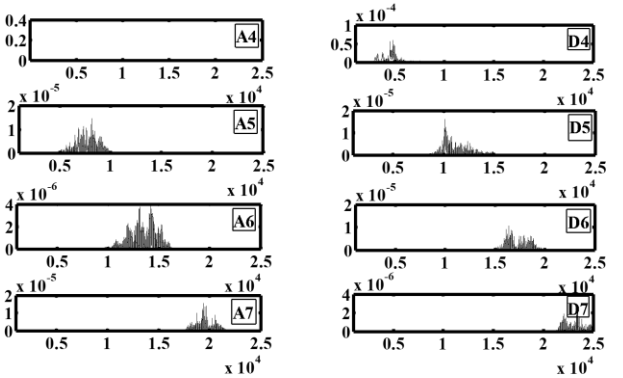


Fig. 14 The frequency domain of vibration signals for the composite open-hole standard specimen, including the amplitude (V^2/Hz) versus the frequency (kHz) (A: Overall, D: Details in the third row of the wavelet analysis)

شکل 14 بازه فرکانسی هر یک از اجزای تجزیه شده سیگنال‌های ارتعاشی برای نمونه استاندارد کامپوزیتی سوراخ‌دار شامل دامنه (V^2/Hz) برحسب فرکانس (kHz) (A: کلیات و D: جزئیات در سطر سوم تحلیل تبدیل بسته موجک)

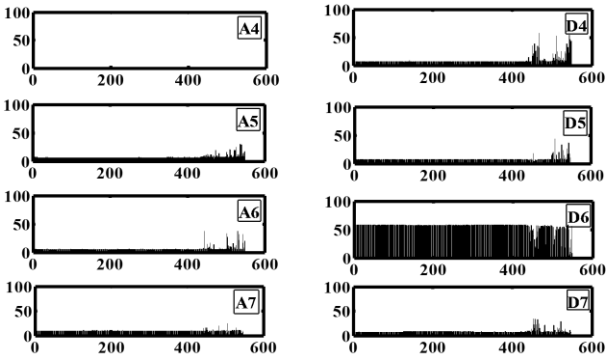


Fig. 15 The energy distribution percentage of vibration signals for the composite open-hole standard specimen, including the energy (%) versus the data point (A: Overall, D: Details in the third row of the wavelet analysis)

شکل 15 درصد توزیع انرژی هر یک از اجزای تجزیه شده سیگنال‌های ارتعاشی برای نمونه استاندارد کامپوزیتی سوراخ‌دار شامل انرژی (٪) برحسب تعداد سیگنال (A: کلیات و D: جزئیات در سطر سوم تحلیل تبدیل بسته موجک)

با مقایسه هر هشت جزء تجزیه شده در نمونه‌های استاندارد کامپوزیتی سوراخ‌دار با روش تبدیل بسته موجک و مقایسه با فرکانس شکست در نمونه-های رزین خالص و الیاف خالص، بازه فرکانسی هر کدام از آنها مشخص می‌شود. لذا می‌توان این‌گونه بیان کرد که در شکل 13 تا 15، اجزای مشخص شده با رنگ سبز مربوط به شکست ماتریس، اجزای مشخص شده با رنگ قرمز مربوط به شکست الیاف و اجزای مشخص شده با رنگ آبی مربوط به سایر خرابی‌ها (جدایش الیاف از ماتریس، تورق و بیرون زدگی الیاف از ماتریس) می‌باشند.

به دلیل اینکه کامپوزیت استفاده شده دارای دو جنس متفاوت شامل رزین اپوکسی (با فرکانس شکست صفر تا 7500 هرتز) و الیاف کربن (با فرکانس شکست 7500 تا 1500 هرتز) می باشد، با توجه به متفاوت بودن خواص دینامیکی هر یک از این اجزای کامپوزیت، انتظار می‌رفت که تحریک ارتعاشی ناشی از شکست آن‌ها، منحصر به فرد باشد که طبق نتایج آزمون تجربی و تحلیل داده‌های ارتعاشی، این تفاوت در بازه فرکانسی ارتعاشات تحریک شده، به خوبی نمایان شده است.

بر این اساس، درصد هر یک از خرابی‌ها شامل ترک ماتریسی، شکست الیاف و سایر خرابی‌ها، به ترتیب برابر با 19.43، 15.84 و 64.73 درصد می‌باشد. با توجه به این مقادیر می‌توان تشخیص داد که سایر خرابی‌ها، در حدود بیش از 50 درصد مکانیزم‌های خرابی در کامپوزیت تحت کشش را شامل شده است و شکست ماتریس، در جایگاه دوم قرار می‌گیرد.

مکانیزم خرابی شکست الیاف نیز، با کمترین درصد مکانیزم خرابی، در جایگاه آخر قرار می‌گیرد. تاکنون برخی از تحقیقات [2, 30, 31] اثبات کرده‌اند که خرابی‌ها در کامپوزیت با استفاده از روش انتشار صوت، قابل تشخیص هستند. در این مقاله، بیان شد که با استفاده از تحلیل ارتعاش نیز، انواع خرابی‌ها در کامپوزیت قابل تشخیص هستند. بعلاوه، می‌توان درصد هر یک از مکانیزم‌های خرابی را تا حد مناسبی، در مقایسه با روش انتشار صوت، درست پیش‌بینی کرد.

شایان ذکر است که هزینه‌های مربوط به روش ارتعاشی بسیار کمتر از روش انتشار صوت است و نقطه قوت این پژوهش خواهد بود. البته برای استفاده

[1] Approximates

[2] Details

صنعتی از نتایج روش ارائه شده مقاله، نیازمند تحقیقات تکمیلی دیگری (همچون تشخیص همه انواع مکانیزم‌های خرابی) است که در بخش آخر مقاله آمده است.شایان ذکر است که روش تحلیل ارتعاش نمی‌تواند محل خرابی ایجاد شده در لایه‌های سازه کامپوزیتی را تخمین بزند. اما می‌توان محل کلی خرابی را با دو حسگر تشخیص داد. البته در این پژوهش، به دلیل استفاده از نمونه‌های استاندارد سوراخ‌دار، از همان ابتدا، محل شروع خرابی مشخص است. نکته مهم دیگر این است که نوع بافت الیاف، اثری بر تشخیص شکست ندارد. چراکه هنگام ترکیب الیاف با رزین، ماده حالت ترد و شکننده می‌گیرد و نوع بافت الیاف (تک جهته یا بافته شده) در پژوهش‌های پیشین [30-28 ,32]، طبق نتایج آنها، تاثیری در تشخیص شکست ندارد. شایان ذکر است که مراجع فوق براساس تحلیل داده‌های انتشار صوت بیان شده‌اند.

به منظور صحه‌گذاری بر نتایج بدست آمده، می‌توان از تصاویر کیفی میکروسکوپ الکترونی روبشی، در شکل 16 و 17 استفاده نمود. این تصاویر از ناحیه‌ای نزدیک به سوراخ در نمونه‌های استاندارد کامپوزیتی، تهیه شده است. همان‌گونه که از شکل 16 و همچنین از نتایج مطالعات گذشته [33] مشخص است، انواع عیوب خرابی که توسط سیگنال‌های ارتعاشی تشخیص داده شده‌اند، در آزمون مورد مطالعه، وجود دارند. به عبارتی، بیشترین عیوب مشاهده شده در تصاویر، مربوط به جدایش الیاف از ماتریس است که جزئی از سایر خرابی‌ها می‌باشد و بیشترین درصد خرابی را در روش تحلیل ارتعاش، به خود اختصاص داده است.

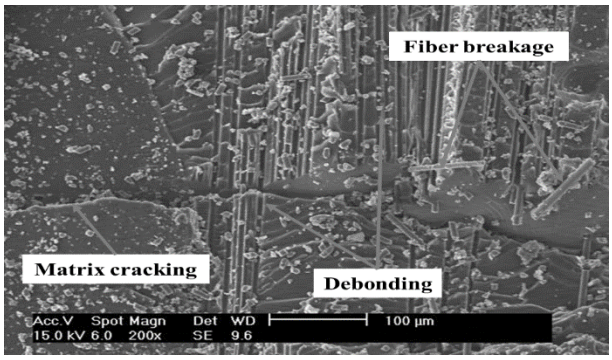


Fig. 16 The image of the scanning electron microscopy from the composite open-hole standard specimen

شکل 16 تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه استاندارد کامپوزیتی سوراخ‌دار

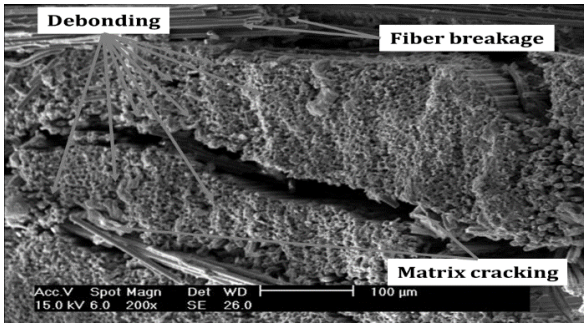


Fig. 17 The image of the scanning electron microscopy from the composite open-hole standard specimen for dominant defect of debonding

شکل 17 تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه استاندارد کامپوزیتی سوراخ‌دار برای خرابی غالب جدایش الیاف از ماتریس

این خرابی زمانی اتفاق می‌افتد که در چندلایه کامپوزیتی، تغییر شکل جزئی الیاف یا ماتریس، باعث ایجاد ترک در فصل مشترک می‌شود که این ترک موجب تمرکز تنش گردیده و لذا تنش برشی افزایش می‌باید و در لحظه‌ای که از استحکام برشی فصل مشترک تجاوز کند، جدایش اتفاق می‌افتد [34,32]. شایان ذکر است که خرابی غالب شامل جدایش الیاف از ماتریس برای نمونه استاندارد کامپوزیتی سوراخدار تحت بارگذاری کشش، در شکل 17 نمایش داده شده است.

4-نتیجه‌گیری

در این مقاله، مکانیزم‌های خرابی در نمونه‌های کامپوزیتی پایه پلیمری تقویت شده با الیاف کربن، با استفاده از روش تحلیل ارتعاش، بدست آمده است. برای این منظور، نمونه‌های استاندارد کامپوزیتی سوراخ‌دار، تحت کشش با نرخ بارگذاری 2 میلیمتر بر دقیقه، مطابق با استاندارد ASTM-D5766، قرار گرفته است و نتایج زیر حاصل گردیده است:

- نشان داده شد که تحلیل ارتعاش با استفاده از روش‌های تبدیل فوریه سریع و تبدیل بسته موجک، می‌تواند ابزار مناسبی برای تشخیص عیوب، با یک دقت مناسب، در نمونه‌های کامپوزیتی پایه پلیمری باشد.
- بازه فرکانسی ارتعاشات ناشی از شکست رزین خالص، صفر تا 7500 هرتز بدست آمد. همچنین، حوزه فرکانسی در ارتباط با شکست الیاف خالص برابر با 7500 تا 15000 هرتز مشخص گردید. محدوده فرکانسی 15000 تا 25000 هرتز نیز مربوط به مودهای خرابی شامل جدایش الیاف از ماتریس، تورق و بیرون زدگی الیاف از ماتریس، مربوط می‌شود.
- درصد هر یک از مکانیزم‌های خرابی در نمونه‌های استاندارد کامپوزیتی سوراخ‌دار تحت بارگذاری کششی، شامل ترک ماتریسی، شکست الیاف و سایر خرابی‌ها، به ترتیب برابر با 19.43، 15.84 و 64.73 درصد محاسبه گردید. این نتایج، با تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، بخصوص در عیب جدایش الیاف از ماتریس، مطابقت مناسبی داشت.

بطور کلی، براساس نتایج بدست آمده در این پژوهش، می‌توان ادعا نمود که با توجه به کاربرد تحلیل ارتعاش به عنوان یکی از روش‌های آزمون‌های غیرمخرب و گستردگی استفاده از این روش، می‌توان آن را در اکثر سازه‌های کامپوزیتی که شکل پیچیده‌ای نداشته باشند، استفاده نمود.

همچنین، به منظور اجرای پژوهش‌های آتی، می‌توان استفاده از نمونه‌های استاندارد کامپوزیتی بدون نقص (یا سوراخ) و استفاده از الیاف شیشه یا کولار (بجای کربن) را مطرح نمود. همچنین، محل نصب حسگرها در سازه‌های بدون نقص اولیه، می‌تواند موضوع پیشنهادی بعدی باشد. ضمنا اثر هندسه و ضخامت نمونه آزمون را می‌توان بصورت تجربی، بررسی نمود. تحلیل دقیق‌تر با اعمال تعداد سطرهای بیشتر در تبدیل موجک بسته‌ای نیز، می‌تواند دقت تخمین درصدهای انواع خرابی‌ها در کامپوزیت، به منظور جلوگیری از همپوشانی فرکانس‌های شکست، را بهبود بخشد.

5-تشکر و قدردانی

نویسندگان این مقاله، از شرکت تحقیق، طراحی و تولید موتور ایران خودرو (ایپکو)، بابت حمایت‌های مالی و امکان استفاده از تجهیزات آزمایشگاهی، تشکر

می‌نمایند. همچنین، از آقای مهندس حسن سیار، بابت کمک‌ها و راهنمایی‌های ارزنده‌شان، قدردانی می‌گردد.

6-مراجع

[1] Alizadeh, M. Azadi, M. Farrokhabadi, A. and Jafari, S. M., "Investigation of Displacement Amplitude Effect on Failure Mechanisms in Open-hole Laminated Composites under Low-cycle Fatigue Loading Using Acoustic Emission," In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol. 17, No. 3, pp. 435-445, 2018.

[2] Ghasemi-Ghalebahman, A. Sayar, H. Azadi, M. and Jafari, S. M., "Failure Mechanisms in Open-hole Laminated Composites Under Tensile Loading Using Acoustic Emission," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 5, No. 1, pp. 143-152, 2018.

[3] Mohammadi, B. Asl Kamkar, S. and Farrokhabadi, A., "Matrix Cracking and Induced Delamination in Symmetrically Laminated Composites Subjected to Static Loading by Using Multi Scale Damage Mechanics," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 4, No. 1, pp.9-24, 2017.

[4] Madoliat, R. Ghasemi-Ghalebahman, A. and Mohammad-Hanifeh, G., "Effect of Damping on Nonlinear Forced Vibration Response of Graphene-based Nanocomposites," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 4, No. 2, pp.141-150, 2017.

[5] Ashory, M. R. Ghasemi-Ghalebahman, A. and Kokabi, M. J., "Increasing Robustness of Rolution Versus Noise for Identifying Delamination Damage in Composite Plates Using a Hybrid Method," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 4, No. 2, pp.125-134, 2017.

[6] Ashory, M. R. Ghasemi-Ghalebahman, A. and Kokabi, M. J., "Experimental, Numerical and Analytical Study of Energy Absorption in High Velocity Penetration Phenomena on Composite Targets," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 5, No. 1, pp.11-24, 2018.

[7] Akbari Shah Khosravi, N. Gholizade, A. Mohammadi, R. Saeedifar, M. and Ahmadi Najafabadi, M., "Quantification of Damage Mechanisms in Holed Composite Laminates by Acoustic Emission and Finite Element Methods," In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol. 16, No. 6, pp. 345-352, 2016.

[8] Cawley, P. and Adams, R. D., "A Vibration Technique for Non-destructive Testing of Fiber Composite Structures," Journal of Composite Materials, Vol. 13, No. 2, pp. 161-175, 1979.

[9] Salzano, T.B. Calder, C.A. and DeHart, D. W., "Embedded-strain-sensor Development for Composite Smart Structures," Experimental Mechanics, Vol. 32, No. 3, pp. 225-229, 1992.

[10] Yan, Y. J. and Yam, L. H., "Online Detection of Crack Damage in Composite Plates Using Embedded Piezoelectric Actuators/sensors and Wavelet Analysis," Composite Structures, Vol. 58 No. 1, pp. 29-38, 2002.

[11] White, J. R. de Poumeyrol, B. Hale, J. M. and Stephenson, R., "Piezoelectric Paint: Ceramic-polymer Composites for Vibration Sensors," Journal of Materials Science, Vol. 39 No. 9, pp. 3105-3114, 2004.

[12] Kess, H. R. Sundararaman, S. Shah, C. D. Adams, D. E. Walsh, S. M. Pergantis, C. and Triplett, M., "Identification of Impact Damage in S-2 Glass Composite Missile Casings Using Complementary Vibration and Wave Propagation Approaches," Experimental Mechanics, Vol. 47, No. 4, pp. 497-509, 2007.

[13] Roy, T. and Chakraborty, D., "Genetic Algorithm Based Optimal Design for Vibration Control of Composite Shell Structures Using Piezoelectric Sensors and Actuators," International Journal of Mechanics and Materials in Design, Vol. 5, No. 1, pp. 45-60, 2009.

[14] Thakur, H. V. Nalawade, S. M. Saxena, Y. and Grattan, K. T. V., "All-fiber Embedded PM-PCF Vibration Sensor for Structural Health Monitoring of Composite," Sensors and Actuators A: Physical, Vol. 167, No. 2, pp. 204-212, 2011.

[15] Lakhdar, M. Mohammed, D. Boudjema, L. Rabia, A. and Bachir, M., "Damages Detection in a Composite Structure by Vibration Analysis," Energy Procedia, Vol. 36, pp. 888-897, 2013.

[16] Huang, B. Kim, H. S. and Youn, B. D., "Active Vibration Control of Smart Composite Laminates with Partial Debonding of Actuator," International Journal of Precision Engineering and Manufacturing, Vol. 16, No. 4, pp. 831-840, 2015.

[17] Dos Santos, F. L. M. Peeters, B. Van der Auweraer, H. Goes, L. C. S. and Desmet, W., "Vibration-based Damage Detection for A Composite Helicopter Main Rotor Blade," Case Studies Mechanical Systems and Signal Processing, Vol. 3, pp. 22-27, 2016.

[18] Arani, A. G. Jafari, G. S. and Kolahchi, R., "Nonlinear Vibration Analysis of Viscoelastic Micro Nano-composite Sandwich Plates Integrated with Sensor and Actuator," Microsystem Technologies, Vol. 23, NO. 5, pp. 1509-1535, 2017.

[19] Sapra, G. Sharma, M. and Vig, R., "Active Vibration Control of A Beam Instrumented with MWCNT/epoxy Nano-composite Sensor and PZT-5H Actuator, Robust to Variations in Temperature," Microsystem Technologies, Vol. 24, No. 3, pp. 1683-1694, 2017.

[20] Zhu, Q. Xu, C. and Yang, G., "Experimental Research on Damage Detecting in Composite Materials with FBG Sensors Under Low Frequency Cycling," International Journal of Fatigue, Vol. 101, pp. 61-66, 2017.

[21] Loutas, T. H. and Bourikas, A., "Strain Sensors Optimal Placement for Vibration-based Structural Health Monitoring. The effect of Damage on The Initially Optimal Configuration," Journal of Sound and Vibration, Vol. 410, pp. 217-230, 2017.

[22] Ashory, M. R. Ghasemi-Ghalebahman, A. and Kokabi, M. J., "Damage Detection in Laminated Composite Plates via an Optimal Wavelet Selection Criterion," Journal of Reinforced Plastics and Composites, Vol. 35, No. 24, pp. 1761-1775, 2016.

[23] ASTM-D5766, "Standard Test Method for Open-Hole Tensile Strength of Polymer Matrix Composite Laminates," ASTM, 2017.

[24] Raeisi, N., "Crack Detection in Composites under Tensile Loading Based on Vibration Analysis," MSc Thesis, Semnan University, Semnan, Iran, 2018.

[25] Rao, K. R. Kiml, D. N. and Hwang, J. J., "Fast Fourier Transform Algorithms and Applications," Springer, London, 2010.

[26] Rao, R. M. and Bopardikar, A. S., "Wavelet Transforms: Introduction to Theory and Applications," Addison Wesley Publishing Company, pp. 1-26, 1998.

[27] Saeedifar, M. Fotouhi, M. Mohammadi, R. Ahmadinajafabadi, M. and Hajikhani, M., "Classification of Damage Mechanisms During Delamination Growth in Sandwich Composites, by Acoustic Emission," In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol. 14, No. 6, pp. 144-152, 2014.

[28] Sayar, H. Azadi, M. Ghasemi-Ghalebahman, A. and Jafari, S. M., "Clustering Effect on Damage Mechanisms in Open-hole Laminated Carbon/epoxy Composite Under Constant Tensile Loading Rate, Using Acoustic Emission," Composite Structures, Vol. 204, pp. 1-11, 2018.

[29] Azadi, M. Sayar, H. Ghasemi-Ghalebahman, A. and Jafari, S. M., "Tensile Loading Rate Effect on Mechanical Properties and Failure Mechanisms in Open-hole Carbon Fiber Reinforced Polymer Composite by Acoustic Emission Approach," Composite Part B, Vol. 158, pp. 448-458, 2019.

[30] Mohammadi, R. Najfabadi, M.A. Saeedifar, M. Yousefi, J. and Minak, G., "Correlation of Acoustic Emission with Finite Element Predicted Damages in Open-hole Tensile Laminated Composites," Composites Part B: Engineering, Vol. 108, pp. 144-152, 2017.

[31] Refahi Oskouei, A. Heidary, H. Ahmadi, M. and Farajpur, M., "Unsupervised Acoustic Emission Data Clustering for The Analysis of Damage Mechanisms in Glass/polyester Composites," Materials and Design, Vol. 37, pp. 416-422, 2012.

[32] Mohammadi, R., "Identification Damage Mechanisms in Composites Using Acoustic Emission and Finite Element Methods", MSc Thesis, Amirkabir University of Technology, Tehran, Iran, 2015.

[33] Fotouhi, M. Sadeghi, S. Jalalvand, M. and Ahmadi, M., "Analysis of the Damage Mechanisms in Mixed-mode Delamination of Laminated Composites Using Acoustic Emission Data Clustering," Journal of Thermoplastic Composite Materials, Vol. 30, No. 3, pp. 318-340, 2017.

[34] Talreja, R. and Singh, C. V., "Damage and Failure of Composite Materials," first edition, New York: Cambridge University press, 2012.

جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 385-392

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیـــت**

http://jstc.iust.ac.ir

اثر افزودن ذرات SiC بر ریزساختار و سختی پوشش کامپوزیتی Al-SiC حاصل از پاشش سرد

زهرا عیوضی[1]، امیر عبداله‌زاده*[2]، حمید ضیائی[1]، رجب‌علی سراج[3]، فیروز کارگر[4]

1- دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی مواد، دانشگاه تربیت مدرس، تهران

2- استاد، مهندسی متالورژی، دانشگاه تربیت مدرس، تهران

3- دانشجوی دکترا، مهندسی مواد، دانشگاه تربیت مدرس، تهران

4- کارشناس ارشد، مهندسی مواد، دانشگاه تربیت مدرس، تهران

* تهران، صندوق پستی 111-14115، zadeh@modares.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/8/22

پذیرش: 97/9/29

کلیدواژگان:

پاشش سرد

کامپوزیت Al-SiC

سختی

تخلخل

منیزیم AZ31B

چکیده

با توسعه کاربرد قطعات منیزیمی در صنایع مختلف، ضرورت ایجاد لایه محافظ در برابر خوردگی و سایش روی این قطعات بیشتر احساس می‌شود. در این پژوهش پوشش کامپوزیتی Al-SiC با استفاده از فرایند پاشش سرد روی زیرلایه آلیاژ منیزیم AZ31B ایجاد شد. برای این منظور پودر آلومینیم خالص و پودرهای کامپوزیتی با درصد وزنی 25، 50 و 75 از ذرات تقویت کننده SiC آماده‌سازی شد. پوشش‌دهی با استفاده از گاز نیتروژن در دمای $300\ ^{\circ}C$ ، فشار 30 بار و فاصله‌ی پاشش 20 mm انجام شد. اثر افزودن درصدهای مختلف پودر SiC برکیفیت و خواص پوشش‌های حاصل بررسی شد. مشخصات ریزساختاری سطح مقطع پوشش‌ها با میکروسکوپ الکترونی روبشی، آزمون ریزسختی‌سنجی و نرم افزار تحلیل تصویر مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که با افزایش درصد ذرات تقویت‌کننده، به دلیل شکستن و خرد شدن ذرات بزرگ‌تر و هم‌چنین عدم اتصال مناسب ذرات سخت تقویت کننده با زمینه، مقدار تخلخل پوشش افزایش می‌یابد. از طرف دیگر، با افزایش درصد وزنی پودر SiC در مخلوط پودر اولیه، توزیع این ذرات در پوشش یکنواخت‌تر شده و سختی پوشش افزایش می‌یابد. سختی پوشش حاصل از پودر کامپوزیتی Al-75wt%SiC حدود 90 HV است که در مقایسه با پوشش آلومینیم خالص بیش از 80 درصد افزایش را نشان می‌دهد.

The effects of SiC particles on the microstructure and hardness of cold sprayed Al-SiC composite coating

Zahra Eyvazi, Amir Abdollah-zadeh*, Hamid Ziaei, RajabAli Seraj, Firooz Kargar

Department of Material Engineering, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran.
* P.O.B. 14115-111, Tehran, Iran, zadeh@modares.ac.ir

Keywords

Cold spray
Al-SiC Composite
Hardness
Porosity
Magnesium AZ31B

Abstract

With the development of the applications of magnesium components in many industries, relatively low corrosion and wear resistance of this alloy leads to the development of different protective layers. In this paper, the effect of SiC reinforcement on the cold spraying behavior of Al-SiC powder on a magnesium alloy substrate is addressed. The pure Al powder is blended with different amount of SiC powder including 25, 50 and 75 wt.%. The feedstock is sprayed on sand blasted AZ31B substrate. The process is carried out with 30bar pressure and 300°C temperature of process gas (Nitrogen). A 20mm standoff distance is used for spraying. The effect of different values of SiC on the deposition behavior of the Al-SiC powders are investigated. The coatings cross-section is evaluated by scanning electron microscopy, image analysis software and microhardness test. The results showed that the high velocity reinforcement particles leads to the SiC particle breaking during the process. This phenomenon increases the porosity of the coating. Furthermore, the higher value of reinforcement in initial powder leads to the homogenous distribution of them and the higher coating hardness. The hardness of the Al-75wt% SiC coating is about 90 HV, which is increased by 80% compared to pure Al coating microhardness.

1-مقدمه

آلیاژهای منیزیم به دلیل چگالی پایین و استحکام ویژه بالا، پتانسیل زیادی برای کاربرد در صنایع هوایی و اتومبیل سازی دارند [1]. علیرغم تمام مزایای این آلیاژها، مقاومت به خوردگی و سایش ضعیف آن‌ها مهمترین مانع برای استفاده از آن‌ها در صنایع مختلف است [2،3]. یکی از راه‌های موثر برای جلوگیری از خوردگی و سایش این آلیاژها ایجاد لایه مقاوم به سایش و خوردگی روی آن‌ها است. ایجاد لایه‌ای نازک برای جلوگیری از نفوذ مواد خورنده در افزایش مقاومت به خوردگی این قطعات بسیار موثر است. در بیشتر موارد خوردگی و سایش همزمان در قطعات آلیاژ منیزیم رخ می‌دهد. بنابراین ضروری است که لایه محافظ به طور همزمان، مقاوم به سایش و خوردگی باشد.

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Please cite this article using:

Eyvazi, Z., Abdollah-zadeh, A., Ziaei, H. Seraj, R.A., and Kargar, F. "The effects of SiC particles on the microstructure and hardness of cold sprayed Al-SiC composite coating", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 3, pp. 385-392, 2019.

روش‌های مختلف اصلاح سطح برای بهبود خواص سطحی آلیاژهای منیزیم به کار گرفته شده است [3]. از طرفی روش‌های مختلفی برای ساخت کامپوزیت‌های سطحی پایه فلزی وجود دارد. از جمله پاشش حرارتی، لایه‌نشانی و آلیاژسازی سطحی با لیزر و جوشکاری. در مورد پوشش‌های ایجاد شده به روش پاشش حرارتی، قوش و همکاران [4] مقادیر و اندازه متفاوت ذرات تقویت‌کننده SiC در پاشش پلاسمایی پودر کامپوزیتی Al/SiC را روی زیرلایه‌هایی از جنس آلومینیوم و فولاد ساده کربنی بررسی کردند. آن‌ها دریافتند که با افزایش مقادیر ذرات SiC در پوشش و کاهش اندازه آن‌ها، استحکام چسبندگی پوشش کاهش و مقاومت پوشش در برابر سایش و فرسایش بهبود می‌یابد. در کاری دیگر یزدی و کاشانی‌بزرگ [5] فرایند آلیاژسازی را با استفاده از تکنیک TIG و پودر BN بر روی سطح تیتانیم خالص انجام داده و به بررسی ریزساختار، ریزسختی و خواص سایشی سطح تولید شده پرداختند. نتایج این آزمایش حاکی از بهبود خواص سطحی بود. در کاری مشابه، کامپوزیت Al/SiC_p با استفاده از فرایند TIG روی سطح آلومینیوم A380 ایجاد شد و خواص سطحی پس از ایجاد لایه کامپوزیتی مورد مطالعه قرار گرفت [6]. بررسی ریزساختار و رفتار تریبولوژیکی لایه‌ی کامپوزیتی ایجاد شده حاوی ذرات SiC به روش جوشکاری قوسی تنگستن-گاز انجام شد، مطابق نتایج بدست آمده، ریزسختی و خواص سایشی بهبود قابل توجهی یافت [7]. کاظمی و همکاران [8] به منظور کامپوزیت‌سازی سطح فولاد ابزار گرمکار H13، از ذرات کاربید تیتانیم پیش‌نشانی شده و فرایند کامپوزیت‌سازی لیزر پالسی Nd:YAG استفاده کردند. نتایج کار آن‌ها نشان داد که مشارکت مناسب و توزیع یکنواخت ذرات TiC در مناطق کامپوزیتی، سبب ایجاد سطوح عاری از ترک و تخلخل شده و همچنین مشارکت ذرات TiC با سختی و استحکام بالا از یک‌سو سبب کاهش ضریب اصطکاک و از سوی دیگر با جلوگیری از تغییرشکل پلاستیک و ترک سطحی، سبب بهبود مقاومت سایشی نمونه‌های کامپوزیتی نسبت به سطح غیرکامپوزیتی، شد. به‌کارگیری روش‌های ذوبی در کامپوزیت‌سازی سطحی به دلیل معایبی چون ایجاد فاز مذاب، عدم کنترل فرایند، عدم توزیع یکنواخت ذرات تقویت‌کننده در زمینه، اکسیداسیون، تشکیل فاز نامطلوب بین ذرات تقویت‌کننده و فلز پایه، تشکیل تخلخل و ایجاد ریزساختار غیرهمگن و دندریتی محدود شده است [10،9]. برای به حداقل رساندن این معایب، روش‌های کامپوزیت‌سازی سطحی حالت جامد گسترش یافته‌اند.

فرایند همزن اصطکاکی روشی برای ساخت کامپوزیت سطحی در حالت جامد است. در این زمینه، احمدی‌فرد و همکاران [11] کامپوزیت سطحی پایه آلومینیوم 5083 تقویت‌شده با ذرات SiC را با استفاده از فرایند همزن اصطکاکی تولید نمودند. نتایج نشان‌دهنده‌ی افزایش ریزسختی و استحکام کششی نسبت به فلز پایه بود. علیدخت و همکاران [12] به بررسی رفتار سایش در کامپوزیت پایه آلومینیومی تولید شده به روش همزن اصطکاکی پرداختند، در این مطالعه از آلیاژ A356 به عنوان فلز پایه و از ذرات SiC و MoS_2 به عنوان ذرات تقویت‌کننده استفاده شد. بررسی رفتار سایش در کامپوزیت تولیدشده نشان‌دهنده‌ی افزایش قابل توجه خواص سایشی بود. در کامپوزیت‌های ایجاد شده توسط فرایند همزن اصطکاکی، به علت وجود مناطق متاثر از حرارت، خواص مکانیکی و خوردگی کاهش می‌یابد. پاشش سرد یکی از فرایندهای نوین زیرمجموعه فناوری پاشش حرارتی است که به دلیل پوشش‌دهی در حالت جامد و نرخ رسوب‌دهی بالا توجه بسیاری از صنایع و محققان را برای ایجاد پوشش‌های مقاوم به خوردگی و سایش به خود جلب کرده است.

فرایند پاشش سرد روش پوشش‌دهی حالت جامد است که دمای جریان گاز همیشه زیر دمای ذوب ذرات است. بنابراین ذرات پودر پیش از برخورد به سطح زیرلایه ذوب نمی‌شوند. در فرایند پاشش سرد، ذرات پودر جامد به جریان گاز پرفشار تزریق شده و با عبور از یک نازل همگرا-واگرا به سمت زیرلایه شتاب داده می‌شوند. درصورتی که سرعت ذرات پودر بیش از سرعت بحرانی باشد به دلیل وقوع پدیده ناپایداری برشی آدیاباتیک تغییرشکل پلاستیک شدیدی در ذرات پودر رخ می‌دهد. این امر باعث تشکیل جت فلزی در سطح می‌شود. تشکیل جت فلزی باعث تماس فلز با فلز شده و در نهایت اتصال متالورژیکی بین ذرات پودر و زیرلایه ایجاد می‌شود. این فرایند قابلیت ایجاد پوشش‌های با تراکم و ضخامت بالا، مقدار اکسیژن بسیار کم، عاری از تنش پسماند کششی و عدم تبدیل فازی را دارد که با سایر روش‌های پوشش‌دهی قابل دست‌یابی نیست [13].

کارایی پایین پوشش‌های ایجاد شده با مواد فلزی ضرورت استفاده از پوشش‌های کامپوزیتی را افزایش داده است. افزودن ذرات سخت سرامیکی به پوشش‌های حاصل از پاشش سرد نه تنها باعث بهبود سختی و مقاومت به سایش پوشش می‌شود بلکه به افزایش چگالی پوشش نیز کمک می‌کند. از طرفی پوشش‌های دارای چگالی بالا به دلیل کم بودن تخلخل در آن‌ها از مقاومت به خوردگی مناسبی برخوردار خواهند بود [14]. به علت استحکام ویژه بالا، مقاومت به خوردگی خوب و قیمت پایین آلومینیوم و همچنین استحکام بالا، سختی بالا و چگالی پایین کاربیدسلیسیم، آلومینیوم مستحکم شده با ذرات سرامیکی کاربید سیلیسیم به عنوان گروه مهمی از مواد با کارایی بالا مورد توجه قرار گرفته‌اند. کامپوزیت Al-SiC یک کامپوزیت زمینه آلومینیومی به همراه ذرات سخت کاربید سیلیسیم به عنوان فاز تقویت کننده است. حضور ذرات سرامیکی در پودر اولیه منجر به تشکیل ساختار کامپوزیتی، متراکم کردن پوشش، افزایش سختی و افزایش بازده پوشش‌دهی می‌شود [15]. پژوهش‌های متعددی در زمینه پاشش سرد پودرهای کامپوزیتی انجام شده است [16-18]. کاهش درصد وزنی ذرات پودر تقویت‌کننده در پوشش نسبت به درصد وزنی اولیه پودر ، فرسایش نازل و وجود تخلخل و ترک از معایب این پوشش‌ها است. هدف این پژوهش بررسی تاثیر افزودن درصدهای مختلف از ذرات سخت SiC در پودر کامپوزیتی بر سختی و ریزساختار پوشش کامپوزیتی Al-SiC است. بنابراین پوشش‌دهی پودر آلومینیوم خالص و مخلوط پودرهای Al با درصدهای وزنی 25، 50 و 75 از پودر SiC انجام شد. پوشش‌های حاصل از لحاظ ریزساختاری، میزان سختی و درصد تخلخل مورد ارزیابی قرار گرفتند.

2-مواد و روش تحقیق

در این پژوهش پودر آلومینیوم خالص تجاری با خلوص 99.60 درصد و اندازه دانه کوچکتر از 45 میکرومتر، ساخته شده به روش افشانش گازی و پودر سرامیکی SiC با اندازه دانه‌ی کوچکتر از 30 میکرومتر برای پوشش‌دهی استفاده شد. مورفولوژی ذرات پودر با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی شد. توزیع اندازه ذرات نیز با استفاده از دستگاه آنالیز لیزری اندازه ذرات (LPSA)[1] موجود در دانشگاه تربیت مدرس اندازه‌گیری شد. ورق منیزیم AZ31B به عنوان زیرلایه برای پوشش‌دهی انتخاب شد. ترکیب شیمیایی زیرلایه در جدول 1 نشان داده شده است. ورق‌ها با ضخامت 3 میلی‌متر تهیه و

[1] Laser Particle Size Analyzer

در ابعاد 50×20 میلی‌متر برش داده شدند. به منظور حذف لایه‌ی اکسیدی، سطح نمونه‌ها با سنباده شماره 60 تا 400 سنباده‌زنی شد. پیش از پوشش‌دهی، به منظور افزایش زبری سطح و بهبود چسبندگی پوشش، سطح زیرلایه‌ها ماسه پاشی[1] شدند. سطح زیرلایه با ذرات آلومینا با اندازه مش 36، فشار هوای 8 بار و زاویه 45 درجه ماسه‌پاشی و سپس به مدت 30 ثانیه در حمام اولتراسونیک استون قرار گرفته و تمیز شدند. عملیات پوشش‌دهی با استفاده از دستگاه پاشش سرد موجود در دانشگاه تربیت مدرس انجام شد. در شکل 1 تصویر شمایی از این دستگاه نشان داده شده است. قسمت‌های مختلف دستگاه شامل نازل همگرا-واگرا، گرمکن، منبع گاز، محفظه پیش‌گرم و منبع تغذیه پودر نشان داده شده است.

در این دستگاه، نازل ثابت بوده و زیرلایه نسبت به نازل حرکت می‌کند. پودرهای کامپوزیتی Al-SiC با سه ترکیب 25، 50 و 75 درصد وزنی از ذرات SiC به‌طور مکانیکی مخلوط شدند. پوشش‌دهی با استفاده از گاز نیتروژن در فشار 30 بار و دمای گاز 300 درجه سانتیگراد و فاصله 20 میلی‌متر انجام شد. سرعت حرکت زیرلایه 10 میلی‌متر بر ثانیه و فاصله گام بین خطوط پاشش، 1.5 میلی‌متر انتخاب شد و برای هر نمونه سه لایه پوشش‌دهی انجام گرفت تا ضخامت مناسبی از پوشش روی سطح ایجاد شود.

به منظور بررسی ریزساختاری سطح مقطع پوشش‌ها، مقطع زنی و مانت سرد نمونه‌ها انجام شد. سپس سنباده‌زنی و پرداخت‌کاری نمونه‌ها با روش استاندارد متالوگرافی صورت گرفت. ساختار پوشش‌های حاصل با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گرفت. برای ارزیابی مقدار تخلخل پوشش‌ها، پنج تصویر از قسمت‌های مختلف سطح مقطع پرداخت‌کاری شده هر پوشش در بزرگنمایی 500 برابر تهیه و اندازه‌گیری تخلخل پوشش با استفاده از نرم افزار آنالیز تصویری Clemex ورژن 3.5.025 انجام شد. ریزسختی پوشش‌ها از 5 ناحیه، با نیروی 100 grf و زمان تاخیر 15ثانیه اندازه‌گیری شد.

جدول 1 ترکیب شیمیایی ورق منیزیم AZ31B برحسب درصد وزنی

Table 1 Chemical composition of AZ31B magnesium plate (in wt%)

other	Mn	Zn	Al	Mg
< 0.2	0.2-1	0.6-1.4	2.5-3.5	bal

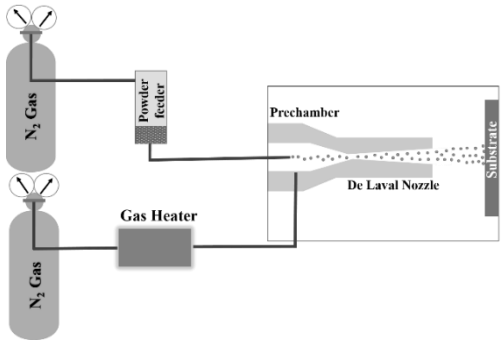


Fig.1 Schematic of cold spray process

شکل1 تصویر شمایی از فرایند پاشش سرد

[1] Sandblast

3-نتایج و بحث

3-1- مشخصه یابی پودر

شکل 2 تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و منحنی توزیع اندازه ذرات از پودر آلومینیوم خالص و پودر SiC اولیه را نشان می‌دهد. ذرات پودر آلومینیوم دارای مورفولوژی کروی و ذرات SiC به صورت گوشه‌دار هستند. متوسط اندازه ذرات پودر آلومینیوم خالص و کاربید سیلیسیم به ترتیب 18.1 و 11.8 μm اندازه‌گیری شد. مورفولوژی و توزیع اندازه ذرات پودر از جمله عوامل موثر بر کیفیت، درصد تخلخل نهایی و میزان تغییرشکل ذرات پودر هستند. استفاده از ذرات با توزیع اندازه عمدتاً یکسان باعث توزیع سرعت یکنواخت آن‌ها می‌شود. هرچه توزیع اندازه ذرات پودر باریک‌تر باشد، کیفیت پوشش حاصل بالاتر خواهد بود. در فرایند پاشش سرد سرعت ذرات رابطه مستقیم با وزن ذرات پودر دارد. با توجه به اینکه ذرات با اندازه یکسان دارای سرعت یکسانی هستند، بنابراین بهتر است اختلاف اندازه ذرات پودر کم باشد تا اختلاف سرعت ذرات پودر کمتر شود. اندازه مناسب ذرات تقویت‌کننده نیز باعث پراکندگی یکنواخت آن‌ها در پوشش می‌شود. از طرفی مورفولوژی گوشه‌دار ذرات سرامیکی باعث گیرافتادن و اتصال مکانیکی این ذرات در پوشش می‌شود.

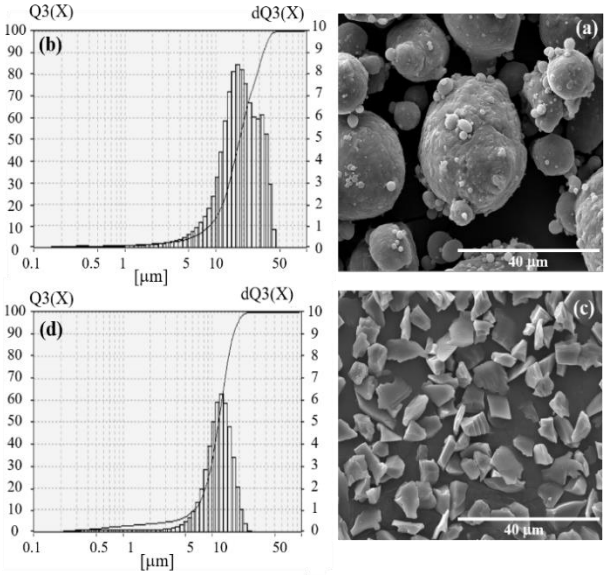


Fig. 2 (a) SEM image and (b) particle size distribution of pure Al powder, (c) SEM image and (d) particle size distribution of SiC powder

شکل2 (a) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و (b) نمودار توزیع اندازه ذرات پودر آلومینیوم خالص، (c) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و (d) نمودار توزیع اندازه ذرات پودر کاربید سیلیسیم

3-2 -بررسی ریز ساختاری

تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از سطح مقطع پوشش‌های حاصل از پاشش سرد پودر آلومینیوم خالص و پودر کامپوزیتی Al-SiC در شکل 3 نشان داده شده است. مطابق با تصاویر، ریزترک‌هایی در پوشش آلومینیوم خالص مشاهده می‌شود. پوشش‌های کامپوزیتی، ریزساختار متراکمی را نشان می‌دهند که شامل ذرات سخت SiC است که در بین ذرات نرم آلومینیوم

تغییرشکل یافته حضور دارند. حضور ذرات SiC در پوشش‌های کامپوزیتی باعث اعمال تغییرشکل پلاستیک بیشتر به زمینه نرم آلومینیومی و کوبش پوشش می‌شود. بنابراین اتصال ذرات آلومینیومی به یکدیگر بهبود می‌یابد و پوشش‌هایی با حداقل ترک حاصل می‌شود.

در شکل 3، ذرات سخت SiC با رنگ تیره‌تر در پوشش قابل مشاهده است. توزیع تصادفی و پراکندگی نسبتاً یکنواخت ذرات تقویت‌کننده در زمینه آلومینیومی در تمام پوشش‌ها قابل مشاهده است. ذرات SiC، مورفولوژی گوشه‌دار خود را بعد از پوشش‌دهی حفظ کرده‌اند. درواقع ذرات مذکور در اثر برخورد به زیرلایه دچار تغییرشکل پلاستیک نشده اما در میان ذرات آلومینیومی قرار گرفته و به‌دلیل مورفولوژی گوشه‌دار به صورت مکانیکی در زمینه نرم آلومینیومی قفل شده‌اند. این ذرات درشت SiC با مورفولوژی اولیه در پوشش کامپوزیتی Al-25wt% SiC با فلش نشان داده شده‌اند.

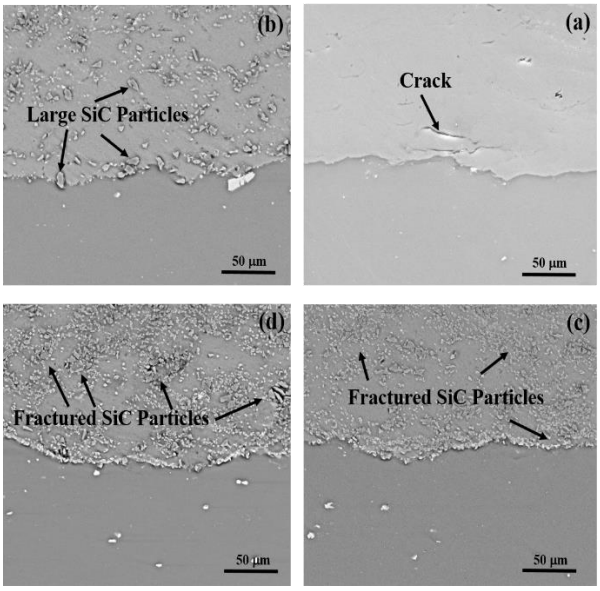


Fig.3 SEM cross-sections of deposited coatings with the feedstock powders for (a) Pure Al, (b) Al-(25wt.%)SiC, (c) Al-(50wt.%)SiC and (d) Al-(75wt.%)SiC

شکل3 تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع پوشش‌های حاصل از پودرهای (a) آلومینیم خالص، (b) Al-(25wt.%)SiC، (c) Al-(50wt.%)SiC و (d) Al-(75wt.%)SiC

شکل 4 میانگین اندازه ذرات SiC داخل پوشش‌های کامپوزیتی را نشان می‌دهد. با افزایش درصد وزنی ذرات تقویت‌کننده، اندازه آن‌ها در پوشش کاهش می‌یابد. شکسته شدن ذرات تقویت‌کننده در حین فرایند پاشش سرد پدیده معمولی است که به علت برخورد این ذرات به یکدیگر در طول مسیر پاشش و هم‌چنین برخورد آن‌ها به سطح زیرلایه اتفاق می‌افتد. با افزایش درصد ذرات SiC احتمال برخورد آن‌ها با یکدیگر افزایش پیدا کرده و باعث افزایش میزان ترک در آن‌ها می‌شود. برخورد ذرات بعدی منجر به شکست و ریز شدن اندازه آن‌ها می‌شود. بنابراین، با افزایش درصد ذرات SiC در پودر کامپوزیتی، اندازه آن‌ها در پوشش کوچک‌تر می‌شود. از طرف دیگر با شکسته‌شدن ذرات SiC، ابعاد آن‌ها کوچک‌تر شده و توزیع یکنواختی از این ذرات در زمینه آلومینیومی حاصل می‌شود. کاهش اندازه ذرات تقویت‌کننده در نمونه Al-50SiC و نمونهAl-75SiC کاملا مشهود است. در مقادیر کمتر ذرات تقویت‌کننده، به دلیل کاهش احتمال برخورد این ذرات به یکدیگر و برخورد آن‌ها با زمینه نرم آلومینیومی انرژی جنبشی این ذرات توسط زمینه جذب و از شکسته شدن آن‌ها جلوگیری می‌شود. به همین خاطر در پوشش ایجاد شده با استفاده از پودر Al-25wt% SiC در مقایسه با پوشش‌های حاصل از پودرهای کامپوزیتی با درصد ذرات تقویت کننده بیشتر، میزان شکسته شدن ذرات سرامیکی بسیار کم است. در حالی‌که با افزایش کسر ذرات تقویت کننده در پودر اولیه، احتمال برخورد و برهمکنش آن‌ها با یکدیگر بیشتر شده که منجر به ترک خوردن، شکستن و خرد شدن ذرات و توزیع یکنواخت‌تر آن‌ها در پوشش نهایی می‌شود.

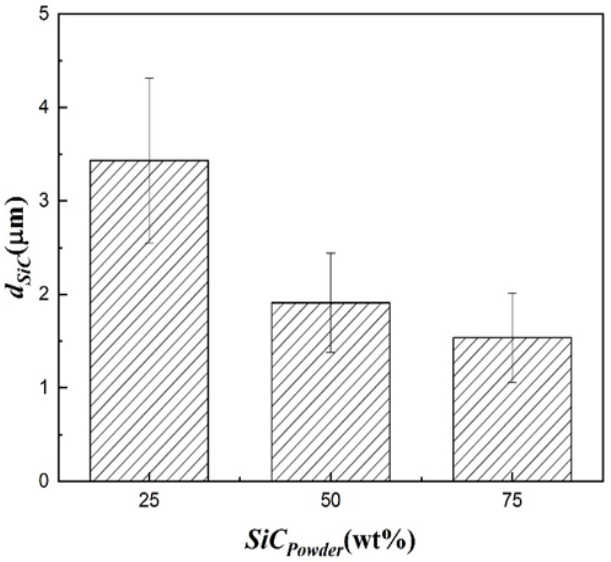


Fig. 4 Average size of SiC particles in the coatings

شکل4 میانگین اندازه ذرات SiC در پوشش‌های کامپوزیتی

مطابق با شکل 5، بررسی فصل‌مشترک اتصال، نشان‌دهنده آشفتگی و قفل مکانیکی پوشش در زیرلایه است. حضور ذرات SiC باعث تغییر شکل پلاستیک مضاعف ذرات نرم آلومینیومی و زیرلایه می‌شود. در این شرایط به دلیل فروروی ذرات سرامیکی در زیرلایه، استحکام اتصال پوشش به زیرلایه افزایش می‌یابد.

شکل6 درصد ذرات SiC باقی‌مانده در پوشش را نسبت به درصد وزنی پودر اولیه نشان می‌دهد. درصد ذرات SiC موجود در پوشش‌های حاصل از پودرهای کامپوزیتی با ترکیب 25، 50 و 75 درصد وزنی، به ترتیب برابر با 16.08، 27.96 و 38.32 درصد محاسبه شد. نتایج نشان می‌دهد که درصد ذرات SiC باقی‌مانده در پوشش کمتر از مقدار آن در پودر اولیه است. در زمان پوشش‌دهی، ذرات SiC به علت سختی بالا دچار تغییرشکل پلاستیک نمی‌شوند و بخش زیادی از ذرات از سطح جدا می‌شوند. علاوه بر این، برخورد و برهم‌کنش ذرات SiC با یکدیگر در طول مسیر پاشش نیز ممکن است باعث کاهش درصد آن در پوشش شود [19].

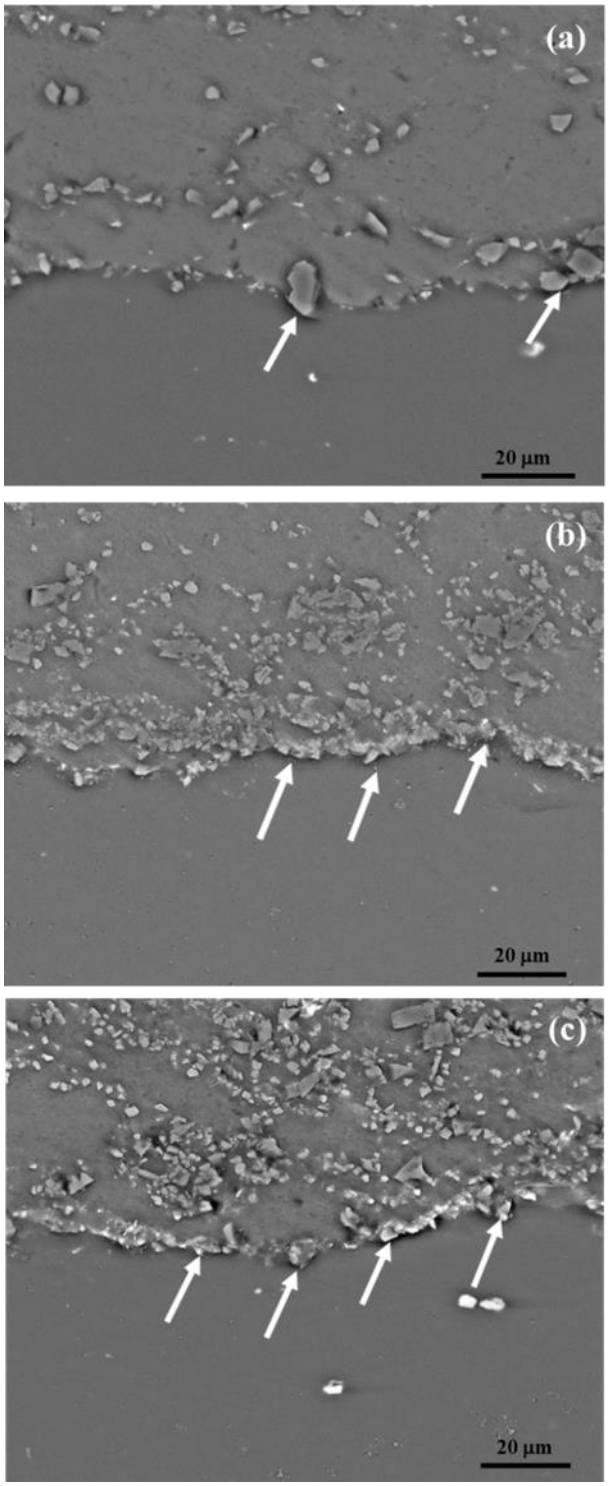


Fig. 5 SEM images of the composite coating interface; (a) Al-(25wt.%)SiC, (b) Al-(50wt.%)SiC and (c) Al-(75wt.%)SiC. Arrows show embedded SiC particles in substrate and mechanical locking

شکل5 تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از فصل مشترک پوشش‌های کامپوزیتی؛ (a) Al-(25wt.%)SiC، (b) Al-(50wt.%)SiC و (c) Al-(75wt.%)SiC. فلش‌ها نشان‌دهنده‌ی قفل مکانیکی ذرات تقویت کننده در زیرلایه هستند

از آنجایی‌که شتاب‌گیری ذرات، با اندازه آن‌ها نسبت عکس دارد، ذرات کوچک‌تر در مقایسه با ذرات بزرگ‌تر به راحتی تحت تاثیر جریان گاز قرار گرفته و به سرعت‌های بالاتری دست می‌یابند. بنابراین، ذرات ریز SiC که دارای انرژی جنبشی بیشتری هستند، زمینه آلومینیومی را تحت تغییرشکل پلاستیک قرار داده و خود را درون پوشش جای می‌دهند. در صورتی که ذرات درشت SiC به خاطر سرعت کم‌تر و ابعاد بزرگتری که دارند غالباً اتصال ضعیفی با زمینه تشکیل می‌دهند و در اثر برخورد ذرات بعدی از پوشش جدا می‌شوند. در نتیجه درصد ذرات تقویت‌کننده در پوشش نسبت به پودر اولیه کاهش می‌یابد [20]. نتایج نشان می‌دهد که با افزایش درصد فاز تقویت‌کننده، میزان حضور این ذرات در پوشش نهایی نسبت به پودر اولیه، کاهش بیشتری می‌یابد.

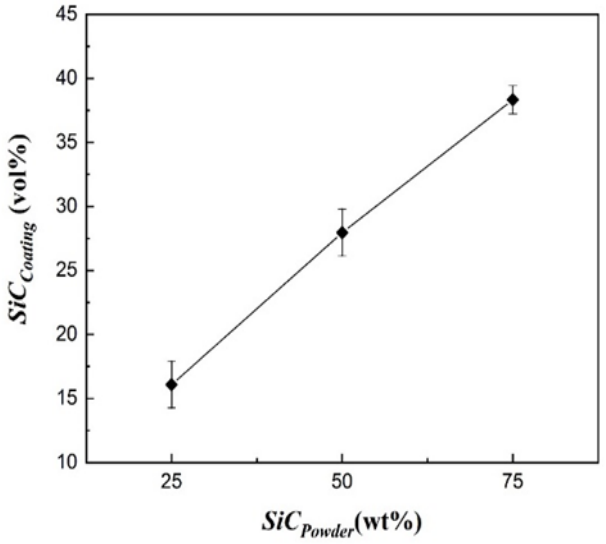


Fig. 6 Volume fraction of SiC in the coating as a function of SiC in the feedstock

شکل6 درصد حجمی فاز تقویت‌کننده پوشش‌ها برای مقادیر مختلف ذرات SiC در مخلوط پودر اولیه

3-3-درصد تخلخل پوشش

نتایج حاصل از محاسبه درصد تخلخل پوشش‌های کامپوزیتی و خالص در شکل 7 نشان داده شده است. تخلخل پوشش آلومینیوم خالص و پوشش‌های کامپوزیتی ایجاد شده با ترکیب پودر 25، 50 و 75 درصد وزنی به ترتیب برابر با 0.35، 0.68 ، 0.84 و 1.32 درصد محاسبه شد. با افزایش درصد ذرات SiC و به‌دلیل اثر چکش‌کاری[1] بیشتر آن‌ها، میزان تخلخل در زمینه نرم آلومینیومی پوشش کاهش پیدا می‌کند. اما در پوشش نهایی روند افزایشی درصد تخلخل مشاهده می‌شود. برهمکنش ذرات SiC باعث ترک خوردن و خرد شدن برخی از این ذرات و ایجاد فضای خالی در بین این ذرات می‌شود. همچنین ایجاد اتصال ضعیف بین ذرات SiC و آلومینیوم، احتمال تشکیل ترک و حفره در اطراف ذرات SiC را بیشتر می‌کند. تاثیر عوامل بیان شده با افزایش درصد ذرات SiC، افزایش می‌یابد. در نتیجه درصد تخلخل نهایی پوشش‌ها، بیشتر می‌شود.

شکل 8 فاصله بین ذرات تقویت‌کننده درون پوشش را نشان می‌دهد. با افزایش درصد وزنی ذرات تقویت‌کننده در پودر اولیه، فاصله آن‌ها از یکدیگر در

[1]- Peening Effect

پوشش نهایی کمتر می‌شود. میانگین فاصله بین ذرات تقویت کننده در پوشش کامپوزیتی 50،25 و 75 درصد، به ترتیب برابر با 8.02، 4.31 و 2.63 میکرومتر است. افزایش درصد وزنی ذرات تقویت‌کننده منجر به خرد شدن و توزیع یکنواخت‌تر و در نهایت کاهش فاصله بین آن‌ها در پوشش می‌شود [22,21].

3-4- سختی پوشش ها

شکل 9 اثر ذرات تقویت کننده بر سختی پوشش را نشان می‌دهد. مقدار سختی پوشش آلومینیوم خالص برابر با 47.2 ویکرز اندازه‌گیری شد. با افزایش درصد ذرات SiC از 25 تا 75 درصد، متوسط سختی پوشش‌های کامپوزیتی از 66.7 به 89.7 ویکرز افزایش می‌یابد. افزایش سختی پوشش‌های کامپوزیتی با افزایش درصد ذرات تقویت‌کننده، ناشی از حضور مقادیر بیشتر ذرات تقویت‌کننده در پوشش است [23]. از سوی دیگر تغییرشکل پلاستیک ذرات آلومینیومی در لحظه برخورد باعث کرنش‌سختی و افزایش چگالی نابجایی‌ها در آن‌ها می‌شود که به افزایش سختی پوشش کمک می‌کند [24]. هم‌چنین اثر چکش‌کاری زمینه نرم آلومینیومی با ذرات سخت SiC، باعث اعمال تغییر شکل پلاستیک مضاعف و افزایش کارسختی پوشش می‌شود. بنابراین با افزایش درصد ذرات تقویت کننده، سختی پوشش بیشتر می‌شود.

4-نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر، پوشش‌های کامپوزیتی Al-SiC با سه درصد وزنی 25، 50 و 75 به روش پاشش سرد روی ورق AZ31B ایجاد شدند. خلاصه نتایج به شرح زیر است.

- حضور ذرات SiC در فصل‌مشترک پوشش و زیرلایه باعث ایجاد قفل مکانیکی بیشتر و بهبود اتصال آن به زیرلایه در مقایسه با پوشش آلومینیوم خالص می‌شود. از سوی دیگر افزودن ذرات SiC باعث اعمال تغییرشکل پلاستیک مضاعف به ذرات نرم آلومینیومی شده و کیفیت پوشش‌های کامپوزیتی را بهبود می‌بخشد.
- در هر سه پوشش کامپوزیتی، ذرات SiC به صورت یکنواخت درون پوشش پراکنده می‌شوند. با افزایش درصد وزنی ذرات تقویت کننده در مخلوط اولیه، اندازه این ذرات و فاصله بین آن‌ها در پوشش کامپوزیتی نهایی کاهش می‌یابد.
- درصد ذرات SiC باقی‌مانده در پوشش کمتر از مقدار آن‌ها در مخلوط اولیه است. ذرات سخت SiC در اثر برخورد به سطح زیرلایه، دچار تغییر شکل پلاستیک نشده و تنها بخشی از آن‌ها داخل پوشش به دام می‌افتند. علاوه بر این، برخورد ذرات SiC با یکدیگر در سطح پوشش، باعث خرد شدن و جدا شدن برخی از آن‌ها می‌شود. این امر کسر باقی‌مانده ذرات تقویت‌کننده در پوشش نهایی را کاهش می‌دهد.
- با افزایش درصد ذرات SiC، میزان تخلخل پوشش افزایش می‌یابد. این ذرات در اثر برخورد به زیرلایه دچار تغییرشکل پلاستیک نشده و اتصال خوبی با زمینه برقرار نمی‌کنند. علاوه بر این در اثر برهمکنش این ذرات با یکدیگر، ترک در آن‌ها ایجاد می‌شود. در برخی موارد نیز تخلخل در فضای بین این ذرات تشکیل می‌شود که تخلخل نهایی را افزایش می‌دهد.

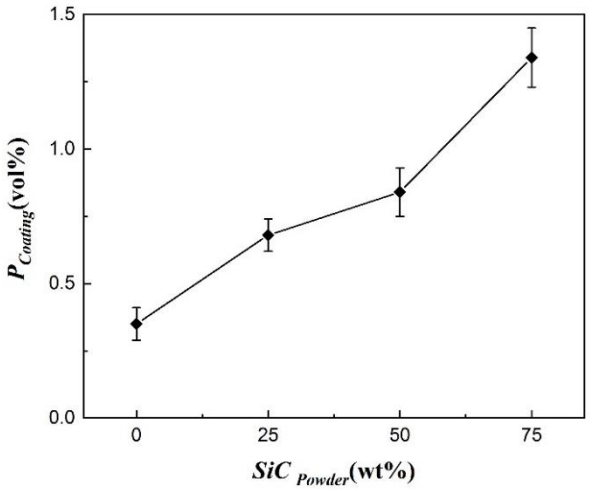


Fig. 7 Volume fraction of porosity in the coatings

شکل 7 درصد تخلخل پوشش‌های خالص و کامپوزیتی

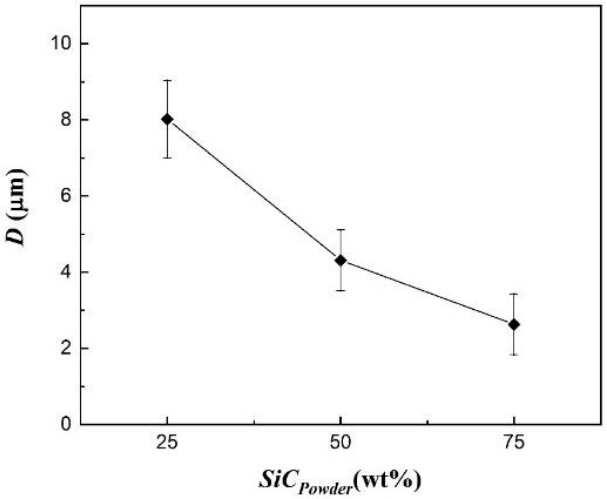


Fig. 8 SiC inter-particle distance in the composite coatings

شکل 8 فاصله بین ذرات SiC در پوشش‌های کامپوزیتی

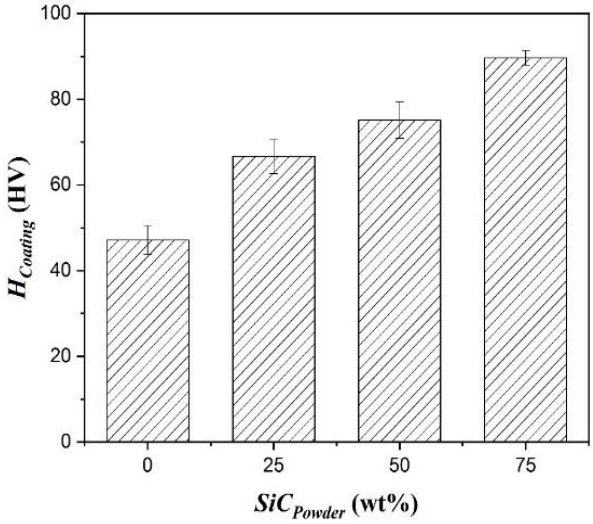


Fig. 9 Effect of SiC content on coatings microhardness

شکل 9 اثر مقادیر مختلف فاز تقویت‌کننده SiC بر ریزسختی پوشش‌ها

- سختی پوشش حاصل از پودر کامپوزیتیAl-75wt%SiC حدود 90 HV است که در مقایسه با پوشش آلومینیم خالص بیش از 80 درصد افزایش را نشان می‌دهد.

5-مراجع

[1] Alderman, M. Manual, M. V. Hort, N. and Neelameggham, N. R., "Magnesium Technology 2014", John Wiley & Sons, Hoboken New Jersey, 2014.

[2] Villafuerte, J. and Zheng W., "Corrosion Protection of Magnesium Alloys by Cold Spray", Advance Material Process, Vol. 165, No. 9, pp. 53–54, 2007.

[3] Gray, J. E. and Luan, B., "Protective Coatings on Magnesium and its Alloys: A Critical Review," Journal of Alloys and Compounds, Vol. 336, No. 1–2, pp. 88–113, 2002.

[4] Ghosh, K. Troczynski, T. and Chaklader, A.C.D., "Aluminum-Silicon Carbide Coatings by Plasma Spraying", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 7, No.1, pp. 78-86, 1998.

[5] Yazdi, R. and Kashani Bozorg, F., "Pure Titanium Surface Alloying with BN Powder by Using TIG Method", In Persian, 7th national seminar of surface engineering and heat treatment, 2006.

[6] Lotfi, B., Rostami, M. and Sadeghian, Z., "Effect of Silicon Content on Microstructure of Al-Si/SiCp Composite Layer Cladded on A380 Al Alloy by TIG Welding Process", Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Vol. 24, No. 9, pp. 2824-2830, 2014.

[7] Mazaheri, H. Najafabadi, M. F. and Alaei, A., "Study of Microstructure and Tribological Behavior of the Composit Layer Produced of Silicon Carbide Particles on a Steel ASTM A106 GTAW Welding Method", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 2, No. 1, pp. 65−72, 2015.

[8] Kazemi, M. Saghafan, H. Kheirandish, Sh. and Soleimani Gilakjan, R., "The Effect of Laser Surface Compositing Using Nd:YAG Pulsed Laser with TiC Particles on Tribological Behavior of H13 Tool Steel", In Persian, Metallurgical Engineering, Vol. 20, No. 3, pp. 4-14, 2017.

[9] Farghdani, F. Karimzadeh, F. A. and Enayati, M. H., "Formation of Surface Metal Matrix Composite AZ91/Mg_xCu_y and its Wear Behavior after T6 Heat Treatment", In Persian, Science and Surface Engineering, Vol. 12, No. 28, pp. 1-14, 2016.

[10] Carboneras, M. López, M. D. Rodrigo, P. Campo, M. Torres, B. Otero, E. and Rams, J., "Corrosion Behaviour of Thermally Sprayed Al and Al/SiCp Composite Coatings on ZE41 Magnesium Alloy in Chloride Medium", Corrosion Science, Vol. 52, No. 3, pp. 761–768, 2010.

[11] Ahmadifard, S. Roknian, M. Khodaee, F. and Heidarpour, A., "Fabrication and Investigation of Microstructutr and Mechanical Properties of A356-TiO2-Gr Surface Hybrid Nanocomposite by Friction Stir Processing", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 5, No. 1, pp. 61-68, 2018.

[12] Ahmadalidokht, S., Abdolahzadeh, A., Soleymani, S. and Asadi, H., "Investigating the Wear Behaviour of Hybrid Aluminum Based Composite Produced by FSP", In Persian, 5th conference of metallurgy engineering of Iran, 2012.

[13] Champagne, V. K., "The Cold Spray Materials Deposition Process. Fundamental an Application", Woodhead Publishing Limited, Cambridge, 2007.

[14] Ceschini, L. Dahle, A. Gupta, M. Jarfors, A. E. W. Jayalakshmi, S. Morri, A. Rotundo, F. Toschi, S. and Singh, R. A., "Aluminum and Magnesium Metal Matrix Nanocomposites", Springer, Singapore, 2017.

[15] Suo, X. K. Suo, Q. L. W. Li, Y. Planche, M. P. and Liao, H. L., "Effects of SiC Volume Fraction and Particle Size on the Deposition Behavior and Mechanical Properties of Cold-Sprayed AZ91D/SiCp Composite Coatings", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 23, No. 1–2, pp. 91–97, 2014.

[16] Spencer, K. Fabijanic, D. and M. Zhang, "Cold Spray of AI-MMC Coatings on Magnesium Alloys for Improved Corrosion and Wear Resistance", Materials Science Forum, Vol. 618 619, pp. 377–380, 2009.

[17] Spencer, K. Fabijanic, D. M. 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.

[18] Rolland, G. Sallamand, P. Guipont, V. Jeandin, M. Boller, E. and Bourda, C. "Damage Study of Cold-Sprayed Composite Materials for Application to Electrical Contacts", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 21, No. 5, pp. 758–772, 2012.

[19] Yu, M. Li, W. Y. Chen, H. Suo, X. K. and Liao, H. L., "Effect of Matrix/Reinforcement Combination on Cold Sprayed Coating Deposition Behaviour", Surface Engineering, Vol. 30, No. 11, pp. 796–800, 2014.

[20] Sansoucy, E. Marcoux, P. Ajdelsztajn, L. and Jodoin, B. "Properties of SiC-Reinforced Aluminum Alloy Coatings Produced by the Cold Gas Dynamic Spraying Process", Surface & Coatings Technology, Vol. 202, No. 16, pp. 3988–3996, 2008.

[21] Gyansah, L. Tariq, N. H. Tang, J.R. Qiu, X. Feng, B. Huang, J. Du, H. Wang, J.Q. and Xiong. T.Y., "Cold Spraying SiC /Al Metal Matrix Composites: Effects of SiC Contents and Heat Treatment on Microstructure, Thermophysical and Flexural Properties", Materials Research Express, Vol. 5, No. 2, pp. 0–48, 2018.

[22] 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.

[23] Ahmadifard, S. Shahin, N. Kazemi, S. Heidarpour, A. and Shirazi, A., "Fabrication of A5083/SiC Surface Composite by Friction Stir Processing and its Characterization", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 2, No. 4, pp. 31-36, 2016.

[24] Ziaei, H. Abdollah-zadeh, A. Eyvazi, Z. Seraj, R. A. and Kargar, F., "Investigation of the Effect of Al2O3 Reinforcement on the Hardness and Microstructure of Al-Al2O3 Cold Spray Coatings on the Al-7075 Substrate", In Persian, The 7th International Engineering Materials & Metallurgy Conference, Tehran, 9-11 October, 2018.

جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 393-400

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیت**

http://jstc.iust.ac.ir

بهبود استحکام اتصال لبه‌ای کامپوزیت-فولاد با درجه‌بندی ناحیه اتصال به‌وسیله الیاف کربن و شیشه و همچنین ایجاد درگیری مکانیکی به‌روش پله معکوس

علیرضا دادیان[1*]، سعید رهنما[2]، عباس ذوالفقاری[3]

1- دانشجوی دکترا، مهندسی مکانیک، دانشگاه بیرجند، بیرجند

2- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه بیرجند، بیرجند

3- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه صنعتی نوشیروانی، بابل

* بیرجند، صندوق پستی 615-97175، dadian.alireza@birjand.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/7/7

پذیرش: 97/10/14

کلیدواژگان:

اتصال مدرج هدفمند

روش پخت و اتصال همزمان

اتصال لبه‌ای

درگیری مکانیکی

پله معکوس

چکیده

با توجه به ترکیبات فیزیکی و خواص مکانیکی متفاوت فلزات و کامپوزیت‌ها، اتصال کارآمد آن‌ها یکی از چالش‌های مهم در صنایع مختلف به‌شمار می‌رود. شکست در اتصالات چسبی معمولاً نتیجه‌ی توزیع غیریکنواخت تنش و کرنش است که با مقادیر بیشینه نزدیک دو انتهای هم‌پوشانی مشاهده می‌شود. در این مطالعه از الیاف کربن به‌عنوان المان تقویتی در لایه چسب استفاده شده و جهت بهبود توزیع تنش از درجه‌بندی خواص در طول هم‌پوشانی به‌صورت متقارن و به‌وسیله الیاف کربن و شیشه استفاده می‌شود. همچنین با استفاده از یک روش جدید، تاثیر وجود پله معکوس در استحکام اتصال بررسی شده است. علاوه بر این، مدل‌سازی المان محدود برای بیان نحوه توزیع تنش برشی و پوسته‌کنی در لایه چسب و همچنین تحلیل دلایل افزایش استحکام اتصال در نمونه‌های پله‌دار به‌کار گرفته می‌شود. استفاده از کربن در سطح مشترک اتصال، درجه‌بندی ناحیه پیوند با استفاده از کربن و همچنین ایجاد درگیری مکانیکی به‌وسیله‌ی پله معکوس، تاثیرات مثبتی بر استحکام اتصال دارند. به‌طوریکه با درجه‌بندی ناحیه هم‌پوشانی به‌وسیله کربن و شیشه، توزیع تنش برشی و پوسته‌کنی یکنواخت‌تر شده و بار و جابجایی شکست نسبت به نمونه مرجع که دارای استحکام برشی 1.92 کیلونیوتن است، 34% افزایش یافته است. ایجاد پله معکوس در چسبنده‌ها موجب تغییر مود شکست می‌شود. به‌طوریکه وجود یک پله، 40% و قرارگیری کربن در فصل مشترک آن، 112% استحکام را افزایش داده است. اما بیشترین افزایش استحکام و جابجایی شکست با استفاده از دو پله معکوس و همچنین الیاف کربن در فصل مشترک دو چسبنده، به میزان قابل توجه 172% به‌دست آمده است.

Strength improvement of composite-steel lap joint by grading the joint area with carbon and glass fiber and also mechanical interference by reverse step

Alireza Dadian[1*], Saeed Rahnama[1], Abbas Zolfaghari[2]

1- Department of Mechanical Engineering, Birjand University, Birjand, Iran

2- Department of Mechanical Engineering, Noshirvani University of technology, Babol, Iran

* P.O.B. 615-97175, Birjand, Iran, dadian.alireza@birjand.ac.ir

Keywords

Functionally graded joint

Co-cured method

Lap joint

Mechanical interference

Reverse step

Abstract

Effectively joining metals and composites in an efficient manner is challenging due to their dissimilar physical compositions and mechanical properties. Failure of bonded joints is generally strongly influenced by the non-uniform distribution of stresses and strains that usually with the maximum value, commonly located near the ends of the overlaps. In this study, carbon is used as a reinforcing element in the adhesive layer and to improve the distribution of stress, properties are graded by fibers along the overlap. Also, using a new method, the effect of the reverse step on joint strength has been investigated. In addition, finite element modeling is used to express the distribution of shear and peel stresses in the adhesive layer and also to analyze the reasons for increasing joint strength in stepped specimens. Use of carbon at the joint surface, grading of the joint area and mechanical interference through reverse steps, have positive effects on strength. By grading the overlap by carbon and glass, the distribution of shear and peel stress have become more uniform and load and displacement of failure compared to the base specimen, which has a shear strength of 1.92 kN, increased by 34%. Creating the reverse step changes the failure mode. The presence of one step 40%, and the placement of carbon at the joint interface of that, has increased 112% of strength. But the greatest increase in strength and displacement failure is achieved using two reverse steps and carbon in the joint surface, by a significant amount of 172%.

1- مقدمه

طراحی اتصالات با درجه اطمینان بالا، یکی از چالش‌های مهم در استفاده از کامپوزیت‌ها و توسعه سازه‌های کارآمد در صنایع مختلف مانند صنایع هوایی، دریایی، نظامی، خودروسازی و حمل و نقل است. روش‌های اتصال قطعات به دو گروه کلی اتصالات مکانیکی و اتصالات چسبی، تقسیم می‌شوند. قابلیت اصلی چسب، انتقال بار میان زیرلایه‌ها است که به‌طور عمده به‌سبب بار برشی به‌وجود می‌آید [1].

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Please cite this article using:

Dadian, A.R. Rahnama, S. and Zolfaghari, A., “Strength improvement of composite-steel lap joint by grading the joint area with carbon and glass fiber and also mechanical interference by reverse step”, In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No.3, pp. 393-400, 2019.

یکی از چالش‌های بسیار مهم در اتصالات چسبی، وجود تمرکز تنش در لایه چسب و در دو انتهای اتصال است که منجر به شکست ناگهانی و زودرس در انتهای هم‌پوشانی می‌شود. اگر چسب شکننده باشد و یا از کامپوزیت با استحکام عرض ی کم و یا از چسبنده‌هایی با استحکام پایین استفاده شود، احتمال شکست بیشتر خواهد بود. به‌همین دلیل یکی از زمینه‌های اصلی تحقیق در زمینه اتصالات چسبی، ارائه راه‌کارهایی برای کاهش تمرکز تنش جهت افزایش استحکام اتصال است [2].

روش‌های بسیاری جهت کاهش تمرکز تنش و افزایش در استحکام اتصال وجود دارد. اصلاح هندسه انتهای اتصال مانند گرد کردن لبه‌ها[1]، استفاده از شکل‌های مختلفی از گرد کردن لبه‌های چسب[2] و استفاده از دمای‌های پخت مختلف در طول هم‌پوشانی، می‌تواند استحکام اتصال را افزایش دهد. گرد کردن لبه‌های چسب باعث کاهش تمرکز تنش در چسب شده و موجب می‌شود تا انتقال بار به‌صورت یکنواخت‌تر صورت گیرد [3-7]. همچنین، گرد کردن گوشه‌های چسبنده، تنش‌های تکین[3] را حذف کرده و به‌طور قابل توجهی باعث کاهش تمرکز تنش‌های برشی و پوسته‌کنی می‌شود [8-11]. شکل‌دهی چسبنده[4] یکی دیگر از راه‌های موثر برای کاهش تمرکز تنش در انتهای هم‌پوشانی است. در اتصالاتی که لبه‌های چسبنده، شیبدار یا مخروطی شده‌اند، انتقال بار در انتهای هم‌پوشانی یکنواخت‌تر توزیع می‌شود، زیرا سفتی موضعی اتصال کاهش می‌یابد [12-14].

جانسِن و همکارانش [15]، از ذرات اپوکسی لاستیکی ترموسِت[5] در داخل چسب اپوکسی برای بهبود چقرمگی اتصال استفاده کردند. آن‌ها نشان دادند که با افزودن این ذرات به اپوکسی، علاوه بر افزایش چقرمگی، رشد ترک نیز کاهش می‌یابد.

کاجی و همکارانش [16]، به بررسی اثر تعداد و قطر سیم بر استحکام اتصالات چسبی تقویت شده در کامپوزیت‌ها پرداختند. نتایج حاصل نشان داد که استفاده از 20 سیم به‌عنوان المان تقویتی در چسب می‌تواند 32 تا 90 درصد سبب بهبود استحکام شود. همچنین افزایش تعداد، قطر و مدول یانگ سیم می‌تواند استحکام اتصال را افزایش دهد.

خلیلی و همکارانش [17]، به مطالعه تجربی تأثیر افزودن المان‌های تقویتی بر خواص مکانیکی اتصال تک لبه‌ای چسبنده‌های کامپوزیتی پرداختند. آن‌ها از الیاف شیشه، خرده‌های کوچک شیشه و پودر میکرو شیشه با درصد حجمی متفاوت به‌عنوان المان تقویتی استفاده کردند. نتایج آن‌ها نشان داد که استفاده از المان‌های تقویتی شیشه سبب بهبود خواص مکانیکی می‌شود. استفاده از المان تقویتی پودر میکرو شیشه تا 30% کسر حجمی اتصال، بهترین نتایج را به‌همراه داشت. در این حالت عمر خستگی 125% افزایش داشته، استحکام برشی اتصال 72% بهبود یافته، استحکام نهایی خمشی 112% و مقاومت به ضربه تا 63% افزایش یافته بود.

پارکر و بوتلر [18]، در محل اتصال کامپوزیت‌های زمینه فلزی از المان‌های تقویتی پینی شکل استفاده نمودند. آن‌ها به این نتیجه رسیدند که وجود پین‌ها در محل اتصال، سبب تأخیر در رشد ترک‌ها شده، استحکام اتصال را تا 6.5 برابر نسبت به حالت بدون پین افزایش داده و همچنین انرژی جذب شده را 80% بهبود می‌بخشد.

برخی مطالعات نظری و تجربی از اتصالات دو چسبه[6] نشان داده است که چسب با مدول متغیر در طول هم‌پوشانی، باعث کاهش تمرکز تنش و افزایش استحکام اتصال می‌شود.

شاهرخی‌نسب و همکارانش [19]، به ارزیابی چسب‌های ترکیبی در اتصالات تک لبه برشی و پوسته‌کنی پرداختند. در این مطالعه، پنج نوع چسب شامل چسب اپوکسی تنها، چسب سیلیکون، اپوکسی حاوی لاستیک مایع CTBN[7]، چسب ترکیبی اپوکسی-سیلیکون و چسب ترکیبی اپوکسی-اپوکسی حاوی لاستیک مایع CTBN، جهت اتصال چسبنده‌ها استفاده شد. نتایج حاکی از استحکام برشی بالاتر در اتصال چسبی حاوی چسب ترکیبی اپوکسی-سیلیکون نسبت به دیگر چسب‌ها است و در مرتبه پایین‌تری اتصال با چسب اپوکسی تنها و چسب اپوکسی حاوی لاستیک مایع قرار دارد. همچنین استحکام پوسته‌کنی در نمونه با چسب ترکیبی اپوکسی-اپوکسی حاوی لاستیک مایع، از بقیه نمونه‌ها بیشتر بود.

مارکوس و همکاران [20]، به مطالعه اتصالات دو چسبه اپوکسی-سیلیکون برای دماهای بالا در کاربردهای هوافضا پرداختند. آن‌ها به این نتیجه رسیدند که استفاده از چسب ترکیبی موجب افزایش استحکام و جذب انرژی بیشتر در اتصالات فلز-فلز می‌شود.

نتایج مشابهی در مطالعه‌هایی که توسط داسیلوا و همکارانش [21] که از یک چسب ترد در وسط ناحیه اتصال و سه چسب نرم مختلف در لبه‌های اتصال تک لبه‌ای فلز-فلز استفاده کردند، به‌دست آمده است.

همچنین در تحقیقی، کومار و پاندی [22] نشان دادند که استفاده از چسب با مدول کمتر در دو انتهای اتصال موجب توزیع یکنواخت‌تر تنش شده و بار شکست را در اتصالات لبه‌ای فلز-کامپوزیت بهبود می‌دهد.

در این مقاله، از الیاف کربن به‌عنوان المان تقویتی در لایه چسب استفاده شده و جهت بهبود توزیع تنش، از درجه‌بندی خواص در طول هم‌پوشانی به‌صورت متقارن و به‌وسیله الیاف کربن و شیشه استفاده می‌شود. زیرا اتصالات مدرج هدفمند[8]، قابلیت بیشتری برای کاهش تمرکز تنش و یکنواختی توزیع آن دارند. همچنین با استفاده از یک روش جدید، تاثیر وجود پله معکوس در افزایش استحکام اتصال بررسی شده است.

1-1- هندسه اتصال

اتصالات لبه‌ای به‌دلیل آنکه چسب‌ها معمولاً در بارگذاری برشی مورد استفاده قرار می‌گیرند، از دیگر انواع اتصالات بیشتر مورد توجه هستند. این اتصالات به‌خاطر سادگی، کارآمدی و همچنین وجود استانداردهای آزمایشگاهی، در مقالات و آزمایش‌ها بیشتر مورد استفاده قرار گرفته‌اند [23]. شکل 1 هندسه نمونه‌های اتصال تک لبه‌ای ساده مورد استفاده در این تحقیق را نشان می‌دهد.

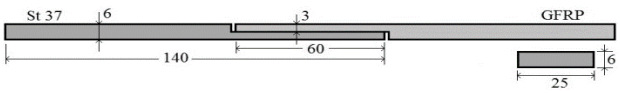


Fig. 1 Schematic of simple single lap specimens geometry (dimensions in millimeters)

شکل 1 شماتیک هندسه نمونه‌های تک لبه‌ای ساده (ابعاد به میلی‌متر)

[1] Rounding edges
[2] Different shapes of adhesive fillet
[3] Singular stress
[4] Adherend shaping
[5] Thermoset rubbery epoxy particles
[6] Bi-adhesive
[7] Carboxyl-Terminated Butadiene-Acrylonitrile
[8] Functionally Graded Adhesive Joint (FGAJ)

در این آزمایش، استحکام کششی دو نمونه‌ی اتصال همگن و اتصال مدرج کامپوزیت-فولاد مقایسه می‌شود. جهت اتصال چسبنده‌ها، از روشی که در آن، فرآیند پخت کامپوزیت و اتصال چسبنده‌ها به‌طور هم‌زمان[1] انجام می‌شود، استفاده شده است. به‌همین دلیل رزین به‌کار رفته جهت ساخت چسبنده کامپوزیتی، به‌عنوان چسب نیز عمل می‌کند.

در این تحقیق، محدودیت‌های زیر برای مطالعه تجربی وجود دارد: آزمایش‌ها بر روی نمونه‌ها با اندازه محدود طبق استاندارد صورت می‌گیرند، آزمایش‌ها در شرایط رطوبتی و دمایی اتاق انجام می‌شوند و همچنین مطالعه حاضر شامل پارامترهای محیطی نخواهد بود.

2-1- مواد

چسبنده کامپوزیتی با استفاده از الیاف شیشه [24]، الیاف کربن تک جهته [25] و رزین اپوکسی Epon 828 [26] به‌صورت لایه‌چینی دستی (سه لایه الیاف در هر یک میلیمتر و در جهت راستای طولی نمونه) و همچنین چسبنده فولادی با ماشین‌کاری مطابق استاندارد ASTM D 5868-01 [27] ساخته شده‌اند.

قبل از لایه‌چینی و اتصال، چسبنده‌های فلزی تحت عملیات سطحی قرار می‌گیرند تا چسبندگی سطوح آن‌ها به چسب بهبود یابد. برای این منظور چسبنده‌ها سندبلاست[2] شده و به‌وسیله استون[3] چربی‌زدایی شده‌اند [28]. همچنین چون اتصال چسبنده‌ها، همزمان با لایه‌چینی چسبنده کامپوزیتی انجام می‌شود، آماده‌سازی سطح کامپوزیت در محل اتصال امکان‌پذیر نیست. در واقع بعد از ساخت نمونه‌ها، چسب و چسبنده کامپوزیتی به‌صورت یکپارچه می‌باشند. جدول 1، مواد به‌کار رفته در ساخت و شبیه‌سازی نمونه‌ها و خواص مربوط به هر یک را نشان می‌دهد.

جدول 1 خواص مربوط به مواد مورد استفاده در نمونه‌ها جهت انجام آزمایش

Table 1 Properties of the materials used in the specimens for testing

ماده	نوع	ضخامت (mm)	چگالی (g/cm^3)	مدول (GPa)
الیاف شیشه	E Glass	%0.2±15	2.12	80
الیاف کربن	UD 300	0.17	1.77	230
رزین اپوکسی	Epon 828	-	1.16	2.75
ورق فولادی	St 37	6	7.85	210

2- روش آزمایش

این آزمون شامل 8 نمونه متفاوت است که از هرکدام از آن‌ها 3 نمونه یکسان مورد آزمایش قرار گرفته است. در 4 نمونه اول که هندسه این نمونه‌ها در شکل 1 نشان داده شد، از اتصال تک لبه‌ای ساده استفاده شده و در 4 نمونه بعدی با تغییراتی در چسبنده فلزی، تاثیر وجود پله معکوس در استحکام اتصال بررسی شده و با نمونه‌های ساده مقایسه می‌شود. شماتیک هندسه نمونه‌های پله‌دار در شکل 2 نشان داده شده است.

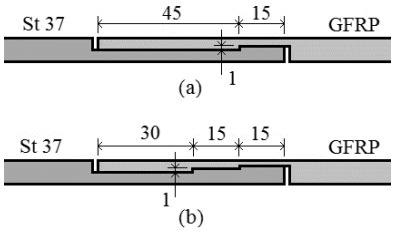


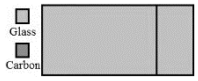
Fig. 2 Schematic of the stepped specimens geometry, a) with one reverse step, b) with two reverse steps (dimensions in millimeters)

شکل 2 شماتیک هندسه نمونه‌های پله‌دار، الف) با یک پله معکوس، ب) با دو پله معکوس (ابعاد به میلیمتر)

در جدول 2، 8 نمونه مختلف مورد آزمایش شرح داده شده و سطح مشترک بین کامپوزیت و فلز به‌صورت شماتیک نشان داده شده است. همچنین شکل‌های 3 و 4 نمونه‌های نهایی جهت آزمون برش را نشان می‌دهند.

جدول 2 توضیح نمونه های مورد آزمایش و شماتیک سطح مشترک دو چسبنده

Table 2 Explanation of the test specimens and schematic of the two adherents joint surface

نمونه	توضیح	شماتیک سطح مشترک چسبنده‌ها
1	لایه‌چینی یکنواخت الیاف شیشه در ناحیه هم‌پوشانی	
2	لایه‌چینی مدرج با 20 میلیمتر الیاف کربن در وسط هم‌پوشانی و شیشه در لبه‌ها	
3	لایه‌چینی مدرج با 20 میلیمتر الیاف کربن در لبه‌های هم‌پوشانی و شیشه در وسط	
4	لایه‌چینی یکنواخت الیاف کربن در تمام ناحیه هم‌پوشانی	
5	یک پله معکوس و لایه‌چینی یکنواخت الیاف شیشه در ناحیه هم‌پوشانی	
6	یک پله معکوس و لایه‌چینی یکنواخت الیاف کربن در ناحیه هم‌پوشانی	
7	دو پله معکوس و لایه‌چینی یکنواخت الیاف شیشه در ناحیه هم‌پوشانی	
8	دو پله معکوس و لایه‌چینی یکنواخت الیاف کربن در ناحیه هم‌پوشانی	

نمونه 1 به‌عنوان نمونه مرجع در نظر گرفته شده که دارای هندسه تک لبه‌ای ساده می‌باشد و در ناحیه اتصال آن الیاف شیشه به‌صورت یکنواخت قرار گرفته است. در جدول 2، نواحی روشن نشان‌دهنده الیاف شیشه در سطح مشترک چسبنده‌ها می‌باشد و الیاف کربن به‌وسیله نواحی تیره مشخص شده است. در کلیه نمونه‌هایی که الیاف کربن در سطح مشترک دو چسبنده وجود دارد، از دو لایه الیاف کربن استفاده شده است.

[1] Co-cured method
[2] Sandblast
[3] Acetone

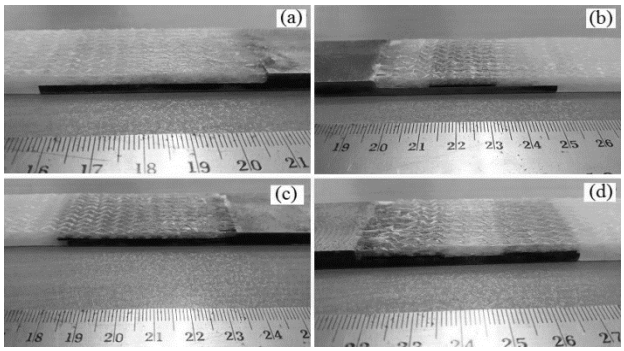


Fig. 3 Simple single lap specimens, a) specimen 1, b) specimen 2, c) specimen 3, d) specimen 4

شکل 3 نمونه‌های لبه‌ای ساده، a) نمونه 1، b) نمونه 2، c) نمونه 3، d) نمونه 4

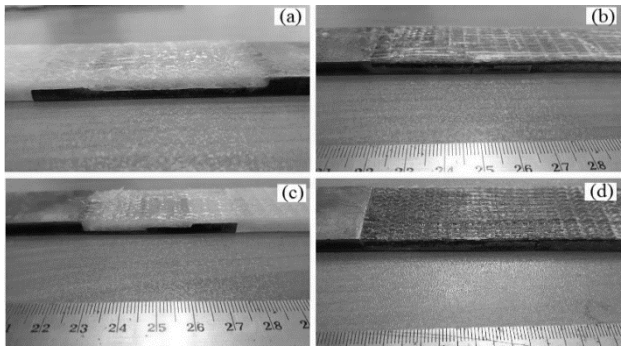


Fig. 4 Stepped specimens, a) specimen 5, b) specimen 6, c) specimen 7, d) specimen 8

شکل 4 نمونه‌های پله‌دار، a) نمونه 5، b) نمونه 6، c) نمونه 7، d) نمونه 8

3- نتایج

این 8×3 نمونه تحت آزمون برشی با دستگاه سنتام[1] با حسگر 15 تُنی و سرعت جابجایی 1 mm/min قرار گرفتند [29]. نتایج مربوط به میانگین مقادیر هر سه نمونه به‌صورت نمودار نیرو-جابجایی و نمودار ستونی در شکل‌های 5 و 6 ارائه شده است.

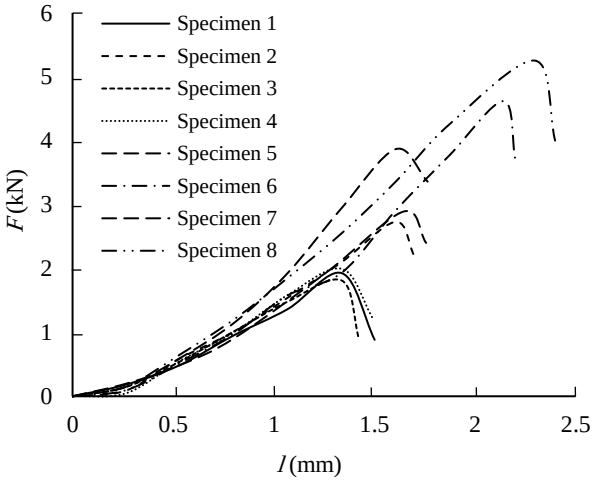


Fig. 5 Load-displacement diagram of specimens (average of three specimens)

شکل 5 نمودار نیرو-جابجایی نمونه‌ها (میانگین سه نمونه)

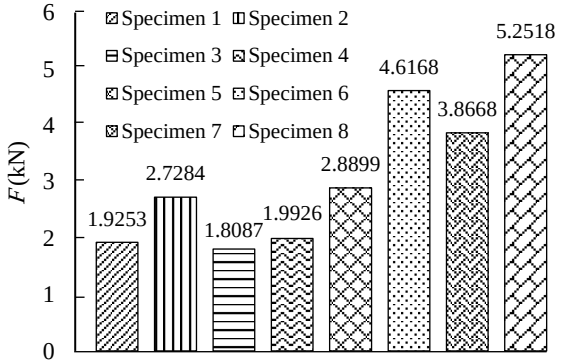


Fig. 6 Shear strength of the specimens (average of three specimens)

شکل 6 نمودار ستونی استحکام برشی نمونه‌ها (میانگین سه نمونه)

همان‌طور که در شکل‌های 5 و 6 دیده می‌شود، بار و جابجایی شکست در نمونه مرجع (نمونه 1) به‌ترتیب 1.925 kN و 1.338 mm می‌باشد. با استفاده از کربن به‌عنوان المان تقویتی و همچنین درجه‌بندی ناحیه هم‌پوشانی (قرارگیری کربن در وسط ناحیه اتصال) مطابق نمونه 2، 34% افزایش در بار و جابجایی شکست نسبت به نمونه مرجع به‌وجود آمده است.

افزایش مدول در لبه‌های اتصال با الیاف کربن (نمونه 3)، همان‌طور که انتظار می‌رود مخالف مفهوم درجه‌بندی است و تاثیر مثبتی در استحکام اتصال ندارد. اما استفاده یکنواخت الیاف کربن در تمام طول اتصال طبق نمونه 4، 9% افزایش استحکام در بار شکست نسبت به نمونه مرجع ایجاد کرده است.

در نمونه 5، با وجود یک پله معکوس بدون استفاده از الیاف کربن، 40% افزایش استحکام نسبت به نمونه 1 حاصل شده است. استفاده هم‌زمان از کربن به‌عنوان المان تقویتی در فصل مشترک دو چسبنده و یک پله معکوس (نمونه 6)، باعث افزایش استحکام به اندازه 112% و ایجاد پله اضافی طبق نمونه 7 (دو پله معکوس) نیز استحکام اتصال را به میزان 85% افزایش داده است. اما بیشترین افزایش استحکام و جابجایی شکست مربوط به نمونه 8 می‌باشد که در آن از دو پله معکوس و همچنین کربن به‌عنوان المان تقویتی در فصل مشترک دو چسبنده استفاده شده است. این افزایش به میزان قابل توجه 172% می‌باشد.

4- شبیه‌سازی

با توجه به آن‌که در هر یک میلیمتر از ضخامت کامپوزیت، 3 لایه وجود دارد و چسب به‌عنوان یک کامپوزیت با دو لایه الیاف در نظر گرفته شده است، ضخامت چسب در شبیه‌سازی 0.66 mm می‌باشد. بعد از جداسازی الیاف و ماتریس از 1 gr کامپوزیت، مشخص شد که این کامپوزیت از 40% الیاف و 60% رزین تشکیل شده است. جدول 3 خواص مربوط به اجزای نمونه‌ها را نشان می‌دهد که با استفاده از روابط زیر و داده‌های جدول 1 به‌دست آمده و در مدل‌سازی به‌کار رفته است.

$$V_c' = V_f' + V_m' \quad (1)$$

$$V_f' = W_f'/\rho_f \quad (2)$$

$$V_m' = W_m'/\rho_m \quad (3)$$

[1] Santam

$$V_f = V_f' / V_c' \quad (4)$$

$$V_m = 1 - V_f \quad (5)$$

$$\rho_c = W_c' / V_c' \quad (6)$$

$$E_c = E_m + (E_f - E_m)\ V_f \quad (7)$$

متغیرهای V'، W'، ρ و E به‌ترتیب حجم، وزن، چگالی و مدول الاستیسیته اجزاء کامپوزیت را نشان می‌دهند و اندیس‌های f، m و c مربوط به الیاف، ماتریس و کامپوزیت می‌باشند. همچنین V_f و V_m به‌ترتیب کسر حجمی الیاف و ماتریس را نشان می‌دهند.

جدول 3 خواص مربوط به اجزای نمونه‌های مورد استفاده در شبیه‌سازی

Table 3 Properties for the components of the used specimens for simulation

	چگالی (g/cm^3)	مدول الاستیسیته (GPa)
چسبنده فلزی	7.7	210
چسبنده کامپوزیتی با الیاف شیشه	1.49	20.24
چسب با الیاف شیشه	1.49	20.24
چسب با الیاف کربن	0.67	115.92

شبیه‌سازی المان محدود دو بعدی به‌وسیله نرم افزار آباکوس برای مشاهده توزیع تنش برشی و پوسته‌کنی در ناحیه هم‌پوشانی به‌کار گرفته می‌شود. در این مدل، کل نمونه به‌صورت یک پوسته دو بعدی یکپارچه و تغییرشکل‌پذیر مطابق شکل 7 مدل شده است. سپس چسبنده‌های فولادی، کامپوزیتی و همچنین چسب، از طریق پارتیشن‌بندی از یکدیگر مجزا شده و خواص هریک به آن‌ها اختصاص یافته است. همچنین چسب مورد نظر مطابق ابعاد نمونه آزمایشگاهی پارتیشن‌بندی شده و خواص هر قسمت مطابق محل قرارگیری الیاف کربن و شیشه درنظر گرفته شده‌اند. شکل‌های 8 و 9، توزیع تنش برشی و پوسته‌کنی در لایه چسب را نشان می‌دهند.

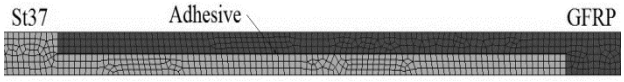


Fig. 7 Finite element simulation of simple single lap specimens

شکل 7 شبیه‌سازی المان محدود نمونه‌های تک لبه‌ای ساده

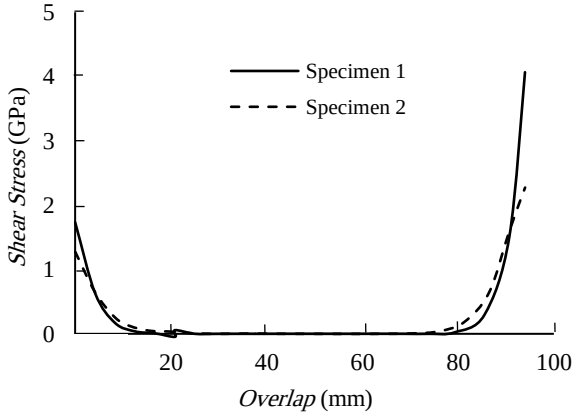


Fig. 8 Shear stress distribution diagram along the overlap

شکل 8 نمودار توزیع تنش برشی در طول هم‌پوشانی

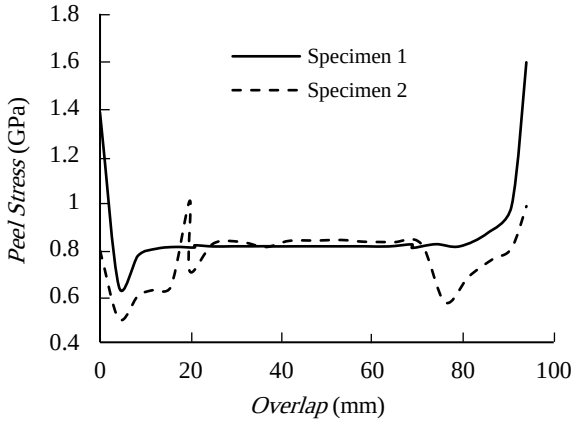


Fig. 9 Peel stress distribution diagram along the overlap

شکل 9 نمودار توزیع تنش پوسته‌کنی در طول هم‌پوشانی

در کلیه شبیه‌سازی‌ها سرعت اعمال بار به دو انتهای نمونه مطابق آزمایش، 1 mm/min است. همان‌طور که انتظار می‌رود مطابق شکل‌های 8 و 9، برای چسبنده‌های ناهمسان (در این آزمون اتصال فولاد-کامپوزیت)، میدان‌های تنش نیز تحت تاثیر عدم تقارن مواد قرار می‌گیرند. به‌همین دلیل این توزیع تنش‌ها متقارن نیستند. تمرکز تنش در سمت چسبنده با مدول کمتر (چسبنده کامپوزیتی) بیشتر است. در حالیکه برای دو چسبنده مشابه، میدان‌های تنش کاملاً متقارن خواهند بود.

در منحنی‌های پیوسته که مربوط به نمونه 1 است، تمرکز تنش برشی و پوسته‌کنی در هر دو انتهای هم‌پوشانی دیده می‌شود. ولی با درجه‌بندی ناحیه اتصال مطابق منحنی‌های خط‌چین (نمونه 2)، توزیع تنش یکنواخت‌تری به‌دست می‌آید که نتیجه‌ی آن افزایش در استحکام اتصال است.

شکل 10، شبیه‌سازی المان محدود مربوط به درگیری مکانیکی نمونه‌های پله‌دار و شکل 11، توزیع تنش این نمونه‌ها را با اعمال جابجایی یکسان نشان می‌دهد.

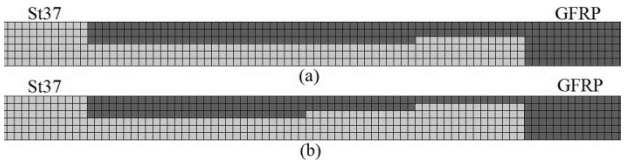


Fig. 10 Finite element simulation of specimens with step, a) one step, b) two steps

شکل 10 شبیه‌سازی المان محدود نمونه‌های پله‌دار، الف) یک پله، ب) دو پله

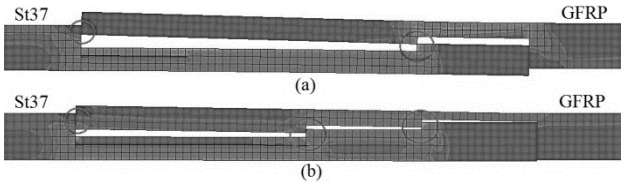


Fig. 11 The stress in the adherents and the main points of the mechanical interference, a) one step, b) two steps

شکل 11 تنش‌های موجود در چسبنده‌ها و نقاط اصلی درگیری مکانیکی، الف) یک پله، ب) دو پله

در نمونه با دو پله معکوس، سه ناحیه درگیر وجود دارد و در مقایسه با نمونه با یک پله که دارای نواحی درگیر کمتری است، با اعمال جابجایی یکسان به دو انتهای نمونه، چسبنده کامپوزیتی کمتر دچار انحنا و در نتیجه خروج از نواحی درگیر شده و منجر به تحمل بار بیشتری می‌شود. همچنین افزایش پله سبب می‌شود تا تنش‌های کوچکتری به نواحی کم ضخامت چسبنده کامپوزیتی اعمال شود. در شکل 12 سطوح شکست نمونه‌ها نشان داده شده است.

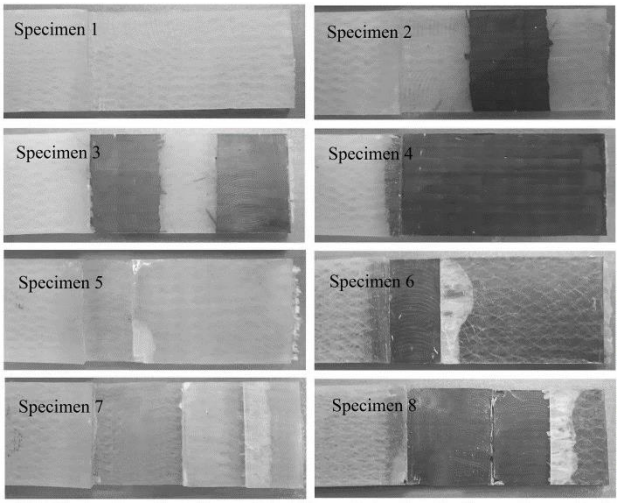


Fig. 12 Failure surfaces of specimens

شکل 12 سطوح شکست نمونه‌ها

همانطور که در شکل 12 مشاهده می‌شود، در نمونه‌های 1 تا 4 مود شکست به‌طور کلی مود شکست چسب[1] است و چسبنده‌های فلزی کاملاً از سطح چسب جدا می‌شوند [30]. به‌همین دلیل این نمونه‌ها دارای استحکام برشی پایین‌تری نسبت به نمونه‌های پله‌دار هستند.

در نمونه‌های 5 تا 8 به‌دلیل ایجاد درگیری مکانیکی، علاوه بر مود شکست چسب، شکست در چسبنده کامپوزیتی[2] (نواحی روشن‌تر در لبه‌های پله‌ها) نیز دیده می‌شود [30]. در واقع، تداخل لبه‌های پله‌های دو چسبنده، مانع شکست زود هنگام شده و استحکام برشی را به‌طور قابل ملاحظه‌ای افزایش می‌دهد.

5- نتیجه‌گیری

همان‌طور که مشاهده شد، استفاده از المان تقویتی کربن در سطح مشترک اتصال، درجه‌بندی ناحیه پیوند با استفاده از الیاف کربن (استفاده از کربن در وسط ناحیه اتصال و شیشه در لبه‌ها) و همچنین ایجاد درگیری مکانیکی به‌وسیله‌ی پله معکوس، تاثیرات مثبتی بر روی استحکام اتصال دارند.

درجه‌بندی اتصال موجب یکنواخت‌تر شدن توزیع تنش برشی و پوسته‌کنی و کاهش تمرکز تنش در دو انتهای اتصال شده و شکست را به تاخیر می‌اندازد. به‌این ترتیب نواحی میانی اتصال بخوبی عمل می‌کنند و استحکام بهبود می‌یابد.

در نمونه‌های تک لبه‌ای ساده (نمونه‌های 1 تا 4)، بعد از شکست چسب، نمونه کاملاً گسیخته می‌شود. اما در نمونه‌های پله‌دار 5 تا 8 بعد از شکست چسب، درگیری مکانیکی که به‌سبب پله معکوس ایجاد شده، سبب تداخل لبه‌های پله‌های دو چسبنده شده و مود شکست را تغییر می‌دهد. در واقع وجود پله‌ها سبب می‌شود تا علاوه بر چسب، نیروی مکانیکی موجود نیز در مقابل بار مقاومت کند. مطابق شکل‌های 11 و 12، این مقاومت تا جایی ادامه پیدا می‌کند که چسبنده کامپوزیتی دچار انحنا شده و از ناحیه اتصال خارج شود و یا خود دچار شکست شود.

با توجه به ناهمسان بودن چسبنده‌ها و در نتیجه عدم تقارن توزیع تنش برشی و پوسته‌کنی، درجه‌بندی بهینه ناحیه اتصال، متقارن نخواهد بود. بنابراین با درجه‌بندی بهینه ناحیه هم‌پوشانی استحکام اتصال افزایش می‌یابد. اینکار با نزدیک کردن الیاف کربن به چسبنده فولادی (چسبنده با مدول بیشتر) امکان‌پذیر خواهد بود.

در این مطالعه، در تمام نمونه‌های دارای پله معکوس از توزیع یکنواخت الیاف استفاده شده است. بنابراین با درجه‌بندی هر پله در این نمونه‌ها، استحکام اتصال افزایش بیشتری خواهد داشت. علاوه بر این، با ایجاد پله‌های اضافی می‌توان بار شکست را بهبود داد.

از آنجایی‌که در نمونه‌های پله‌دار با اعمال جابجایی بیشتر، دو چسبنده در نقاط درگیر جدا می‌شوند، با استفاده از پیچ که مانع انحنای کامپوزیت و خارج شدن آن از ناحیه درگیر خواهد شد، می‌توان نیروی شکست را به‌طور قابل توجهی نسبت به نمونه‌های ساده پیچ‌دار افزایش داد.

6- مراجع

[1] Cruz, P. L., "Experimental and Numerical Study on Bolted/Bonded Composite Joints for Aircraft," Ph.D. Thesis, Carleton University, Canada, 2016.

[2] Da Silva, L. F. M., Ochsner, A. and Adams, R. D., "Handbook of Adhesion Technology," Heidelberg, Springer, 2011.

[3] Lang, T. P. and Mallick, P. K., "Effect of Spew Geometry on Stresses in Single Lap Adhesive Joints," International Journal of Adhesion & Adhesives, Vol. 18, pp. 167–177, 1998.

[4] Frostig, Y., Thomsen, O. T. and Mortensen, F., "Analysis of Adhesive-Bonded Joints Squareend and Spew-Fillet-High-Order Theory Approach," Journal of Engineering Mechanics, Vol. 125, pp. 1289–1307, 1999.

[5] Belingardi, G., Goglio, L. and Tarditi, A., "Investigating the Effect of Spew and Chamfer Size on the Stresses in Metal/Plastics Adhesive Joints," International Journal of Adhesion & Adhesives, Vol. 22, pp. 273–282, 2002.

[6] Da Silva, L. F. M. and Adams, R. D., "Adhesive Joints at High and Low Temperatures Using Similar and Dissimilar Adherends and Dual Adhesives," International Journal of Adhesion & Adhesives, Vol. 27, pp. 216–226, 2007.

[7] Da Silva, L. F. M. and Adams, R. D., "Joint Strength Predictions for Adhesive Joints to be Used Over a Wide Temperature Range," International Journal of Adhesion & Adhesives, Vol. 27, pp. 362–379, 2007.

[8] Adams, R. D. and Harris, J. A., "The Influence of Local Geometry on the Strength of Adhesive Joints," International Journal of Adhesion & Adhesives, Vol. 7, pp. 69–80, 1987.

[9] Adams, R. D., Comyn, J. and Wake, W. C., "Strucutural Adhesive Joints in Engineering," Chapman & Hall, London, 2nd edition, 1997.

[1] Adhesive Failure (ADH)

[2] Fiber-Tear Failure (FT)

[10] Zhao, X., Adams, R. D. and Da Silva, L. F. M., "Single Lap Joints with Rounded Adherend Corners: Experimental Results and Strength Predictions," Journal of Adhesion Science and Technology, Vol. 25, pp. 837–856, 2011.

[11] Zhao, X., Adams, R. D. and Da Silva, L. F. M., "Single Lap Joints with Rounded Adherend Corners: Stress and Strain Analysis," Journal of Adhesion Science and Technology, Vol. 25, pp. 819–836, 2011

[12] Rispler, A. R., Tong, L., Steven, G. P. and Wisnom, M. R., "Shape Optimisation of Adhesive Fillets," International Journal of Adhesion & Adhesives, Vol. 20, pp. 221–231, 2000.

[13] Da Silva, L. F. M. and Adams, R. D., "Techniques to Reduce the Peel Stresses in Adhesive Joints with Composites," International Journal of Adhesion & Adhesives, Vol. 27, pp. 227–35, 2000.

[14] Marques, E. A. S. and Da Silva, L. F. M., "Joint Strength Optimization of Adhesively Bonded Patches," The Journal of Adhesion, Vol. 84, pp. 917–936, 2008.

[15] Jansen, B. J. P., Tamminga, K.Y., Meijer, H.E.H. and Lemstra, P.J., "Preparation of Thermoset Rubbery Epoxy Particles as Novel Toughening Modifiers for Glassy Epoxy Resins," Polymer, Vol. 40, pp. 5601-5607, 1999.

[16] Kaji, M. R., Farahani, M. R. and Ansari, M., "Investigation on the Effects of the Number and Diameter of the Wires on the Strength of the Reinforced Adhesive Joint of Composites," In Persian, Iranian Journal of Manufacturing Engineering, Vol. 2, No, 4, pp. 28-35, 2015.

[17] Khalili, S. M. R., Shokuhfar, A., Hoseini, S. D., Bidkhori, M. and Mittal, R. K., "Experimental Study of the Influence of Adhesive Reinforcement in Lap Joints for Composite Structures Subjected to Mechanical Loads," International Journal of Adhesion & Adhesives, Vol. 28, pp. 436-444, 2008.

[18] Parkes, P. N., Butler, R., Meyer, J. and De Oliveira, A., "Static Strength of Metal-Composite Joints with Penetrative Reinforcement," Composite Structures, Vol. 118, pp. 250-256, 2014.

[19] Shahrohkinasab, S., Sahraeeyan, R. and Sabet, A., "Assessment of Mixed Adhesive in Single lap and Peel Joint with Composite Substrate," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 4, No. 2, pp. 189-194, 2014.

[20] Marques, E. A. S., Magalhães D. N. M. and Da Silva, L. F. M., "Experimental Study of Silicone Epoxy Dual Adhesive Joints for High Temperature Aerospace Applications," Mater-Wiss Werkstofftech, Vol. 42, pp. 471–477, 2011.

[21] Da Silva, L. F. M. and Lopes, M. J. C. Q., "Joint Strength Optimization by the Mixed-Adhesive Technique," International Journal of Adhesion & Adhesion, Vol. 29, pp. 509–514, 2009.

[22] Kumar, S. and Pandey, P.C., "Behaviour of Bi-Adhesive Joints," Journal of Adhesion Science and Technology, Vol. 24, pp. 1251–1281, 2010.

[23] Carbas, R. J. C., Da Silva, L. F. M. and Andrés, L. F. S., "Functionally Graded Adhesive Joints by Graded Mixing of Nanoparticles", International Journal of Adhesion & Adhesives, Vol. 76, pp. 30–37, 2017.

[24] E Glass Woven Roving 200, Technical Data Sheet, AMP Composites, 2009.

[25] CWU™ 300, Carbon Wrap Unidirectional, Technical Data Sheet, AFZIR Composites, 2008.

[26] EPON™ Resin 828, Technical Data Sheet, Hexion, 2005.

[27] Standard Test Method for Lap Shear Adhesion for Fiber Reinforced Plastic (FRP) Bonding, Annual Book of ASTM Standard, D 5868 – 01, 2001.

[28] R. J. C. Carbas, L. F. M. Da Silva, and L. F. S. Andrés, "Functionally Ggraded Adhesive Joints by Graded Mixing of Nanoparticles", *International Journal of Adhesion & Adhesives*, Vol. 76, pp. 30–37, 2017.

[29] R. Breto, A. Chiminelli, E. Duvivier, M. Lizaranzu, and M. A. Jimenez, "Finite Element Analysis of Functionally Graded Bond-Lines for Metal/Composite Joints", *The Journal of Adhesion*, Vol. 91, pp. 920–936, 2015.

[30] Standard Practice for Classifying Failure Modes in Fiber-Reinforced-Plastic (FRP) Joints, Annual Book of ASTM Standard, D 5573 – 99, 2005.

جلد6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 401- 410

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیـــت**

http://jstc.iust.ac.ir

تأثیر تقویت کننده اکسید گرافن بر خواص بالستیک نانوکامپوزیت Al6061-GO

مهدی هدایتیان[1]، خداداد واحدی[2]، علیرضا نظام آبادی[1*]، امیر مومنی[3]

1- گروه مکانیک، واحد اراک، دانشگاه آزاد اسلامی، اراک

2- استاد، مهندسی مکانیک، دانشگاه امام حسین، تهران

3- دانشیار، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی همدان، همدان

* اراک، صندوق پستی 17849-36812، a-nezamabadi@iau-arak.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/8/8

پذیرش: 97/11/5

کلیدواژگان:

اکسید گرافن

نانو کامپوزیت

آلومینیوم 6061

حد بالستیک

جذب انرژی

چکیده

در این مقاله تأثیر افزودن نانو صفحات اکسید گرافن بر خواص بالستیکی و جذب انرژی کامپوزیت زمینه آلومینیومی Al6061 تولید شده به روش ریخته گری گردابی و نورد گرم بررسی شده است. برای ساخت نمونه ها، از اختلاط نانو صفحات اکسید گرافن به عنوان تقویت کننده در درصدهای وزنی 0.0، 0.2، 0.5 و 0.8 در مذاب آلیاژ آلومینیوم استفاده شد. سپس عملیات نورد گرم در دمای 530 درجه سانتی گراد روی قطعات ریختگی انجام گرفت. رفتار مکانیکی نانوکامپوزیت با انجام آزمون کشش شبه استاتیکی بررسی شد. به علاوه آزمون نفوذ بر روی نمونه‌های Al6061-GO با ابعاد 60 میلی‌متر و ضخامت 4.2 میلی‌متر با استفاده از پرتابه‌های سر تخت، در سـرعت‌های 300-100 متر بر ثانیه صورت گرفت. در 24 آزمایش، سرعت اولیه و باقیمانده پرتابه‌ها اندازه‌گیری شد و سرعت حد بالستیک برای نمونه‌های کامپوزیتی تعیین گردید. چقرمگی در آزمون کشش و همچنین مد شکست و میزان جذب انرژی نمونه‌ها در آزمون نفوذ مورد بحث قرار گرفتند. نتایج نشان داد که با افزودن درصد وزنی نانو صفحات اکسید گرافن، سرعت حد بالستیک نمونه‌های کامپوزیتی تا 24 درصد نسبت به آلیاژ پایه بهبود یافته است. همچنین میزان جذب انرژی نمونه‌های کامپوزیتی در بارگذاری شبه استاتیکی و ضربه‌ای به ترتیب 116 و 107 درصد نسبت به آلیاژ آلومینیومی 6061 افزایش داشته است. این مشاهدات نشان از نقش بسیار خوب نانو صفحات اکسید گرافن بر روی جذب انرژی آلیاژ آلومینیومی دارد.

Effect of graphene oxide reinforcement on the ballistic properties of Al6061-GO nanocomposites

Mahdi Hedayatian[1], Khodadad Vahedi[2], Alireza Nezamabadi[1*], Amir Momeni[3]

1- Department of Mechanical Engineering, Arak Branch, Islamic Azad University, Arak, Iran
2- Department of Mechanical Engineering, Imam Hossein University, Tehran, Iran
3- Department of Materials Science and Engineering, Hamedan University of Technology, Hamedan, Iran
* P.O.B. 17849-36812, Arak, Iran, a-nezamabadi@iau-arak.ac.ir

Keywords

Graphene oxide (GO)
Nanocomposites
Al 6061
Ballistic limit
Energy absorption

Abstract

In this paper, the effect of graphene oxide (GO) nanoplates on the ballistic properties and energy absorption of Al6061 aluminum matrix composites produced by stir casting and hot rolling was investigated. The Al6061-GO nanocomposites were fabricated by mixing GO nanoplates with weight percentages of 0.0, 0.2, 0.5 and 0.8, in the molten aluminum. Then, hot rolling was carried out at 530 °C on the cast samples. Mechanical behavior of nanocomposites was investigated by performing quasi-static tensile tests. The perforation tests on the Al6061-GO plates of 60×60×4.2 mm, was carried out using flat head projectiles, at the speeds of 100-300 m/s. The initial and residual velocity of projectiles measured through 24 experiments, and the ballistic limit velocity was calculated for the fabricated nanocomposites. The toughness, fracture mode and energy absorption of the samples, were evaluated through the tensile and perforation tests, respectively. The results showed that by adding GO nanoplates, the ballistic limit velocity of the composites specimens improves by 24 % with respect to the base alloy. Also, the energy absorption of composites specimens in quasi static and impact loading was ameliorated by 116 % and 107 % respectively. These results indicated that GO nanoplates are very effective on the energy absorption of 6061 aluminum alloy.

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Please cite this article using:

Hedayatian, M. Vahedi, Kh. Nezamabadi, A.R. and Momeni, A., “Effect of graphene oxide reinforcement on the ballistic properties of Al6061-GO nanocomposites”, In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No.3, pp. 401-410, 2019.

1- مقدمه

در صنایع هوا و فضا، دفاعی و حمل و نقل، جذب انرژی و ایمنی سازه نکات کلیدی در فرایند طراحی وسایل نقلیه، کشتی ها و هواپیماها هستند. توسعه سازه های حفاظتی در برابر بارهای ضربه‌ای، مستلزم حفظ یکپارچگی ساختاری است که یکی از چالش های مهم در صنعت مدرن محسوب می شود. راه حل صحیح برای افزایش جذب انرژی در طراحی و ساخت سازه ها، انتخاب مواد مناسب است. در این چارچوب تلاش های زیادی در صنایع خودرو سازی، حمل و نقل و هواپیما به منظور توسعه آلیاژهای سبک (آلومینیوم، منیزیم و تیتانیوم) برای کاربردهای دینامیکی انجام شده است. به طور خاص، در بخش خودرو، آلیاژهای آلومینیومی در حال حاضر به طور گسترده ای در تولید قطعات ساختاری که وظیفه جذب انرژی در تصادف را دارند، استفاده می شوند [2,1]. هدف از افزایش ایمنی در وسایل نقلیه، ساخت سازه های مقاوم با استفاده از موادی مناسب با بیشترین نسبت استحکام به وزن است. بخش وسیعی از منابع علمی در این زمینه به مطالعه رفتار مکانیکی آلیاژهای مختلف آلومینیوم اختصاص یافته اند. در بررسی جذب انرژی ورق آلومینیومی در فرآیند نفوذ دینامیکی، تعیین پارامتر های تاثیر گذار بر ظرفیت بالستیکی نمونه هدف، مهم می‌باشد. متغیرهای حاکم بر ساز و کار نفوذ عبارتند از: ویژگی‌های هندسی و مکانیکی هدف و پرتابه، و شرایط واقعی ضربه که مربوط به سرعت پرتابه است [3]. مطالعات زیادی در رابطه با اثر بارهای ضربه‌ای بوسیله پرتابه ها بر روی نفوذ کامل در سازه‌های آلومینیومی در محدوده سرعت های مختلف انجام گرفته است [4-8]. تحقیقات گسترده ای به وسیله بورویک و همکاران [9-11] و گوپتا و همکاران [13,12]، بر روی متغیرهای مکانیکی گوناگونی از جمله جنس ماده هدف، ابعاد هدف و پرتابه، شکل هندسی پرتابه و سرعت اولیه پرتابه در حین فرآیند نفوذ، انجام شده است. در حین فرآیند نفوذ پرتابه در هدف، مطالعه سیستمی اثر تغییر شکل کلی[1] مانند خیز ورق، تغییر شکل های خمشی[2] و کشیدگی غشایی[3] و همچنین تغییر شکل‌های محلی[4] مانند شکل گیری حفره نرم[5]، پتالینگ[6]، پلاگینگ[7]، بالجینگ پشتی[8]، دیشینگ[9]، پاره شدن کششی[10]، نازک شدگی[11]، باند برشی[12] و گلویی شدن[13] لازم است [14]. با توجه به نوع هدف کامپوزیتی که مورد اصابت پرتابه قرار گرفته، ممکن است تمامی مکانیزم‌های موجود یا برخی از آن‌ها در حین فرآیند نفوذ موثر باشد [15]. همچنین مطالعه ظرفیت جذب انرژی صفحات فلزی می‌تواند اطلاعات مفیدی را از تاثیر ضربه موضعی بر پاسخ و تغییر شکل کلی سازه فلزی مهیا کند.

یکی از روش های بهبود خواص مکانیکی فلزات در سرعت های بارگذاری بالا استفاده از مواد کامپوزیتی زمینه فلزی با تقویت کننده های سرامیکی است. کامپوزیت های زمینه فلزی را می‌توان به عنوان دسته‌ای از مواد پیشرفته در نظر گرفت که دارای قابلیت های اساسی از جمله چگالی کم، استحکام بالا، مدول الاستیسیته زیاد، ضریب انبساط حرارتی پایین و مقاومت سایشی خوب می‌باشند [16]. معمولاً مجموعه این خواص در یک ماده غیر کامپوزیتی یافت نمی‌شود. افزودن ذرات مستحکم با مدول الاستیسیته بالا به زمینه فلزی منعطف، منجر به تولید موادی می‌شود که دارای خواص بینابین ذرات تقویت کننده و زمینه آلیاژی هستند [17]. کامپوزیت های زمینه آلومینیومی در سال های اخیر به علت وزن کم، استحکام و سفتی زیاد، مدول ویژه بالا و مقاومت سایشی بسیار عالی توسعه بسیار زیادی یافته‌اند [19,18].

از جمله کاربردهای نانو کامپوزیت‌های مقاوم در برابر ضربه و دارای حد بالستیک بالا، زره‌ها هستند. اندازه بسیار کوچک و مقادیر کم نانو ذرات این امر را ممکن کرده است [20]. بر اساس پژوهش‌های انجام شده، استفاده از نانو تقویت‌کننده‌ها برای افزایش جذب انرژی ضربه بسیار مناسب می‌باشد [21]. به منظور طراحی بهینه این مواد باید ترکیبی از خواص چون مقاومت بالا به ضربه و نفوذ، دانسیته پایین، مدول الاستیسیته بالا، چقرمگی بالا، مقاومت به خوردگی بالا و مقاومت در مقابل خستگی را دارا باشند [22]. در حوزهٔ نانو کامپوزیت‌ها مشاهده شده است که نانو کامپوزیت‌های منیزیم - آلومینا و آلومینیوم - کاربید بور، در نرخ‌های بالای کرنش، خواص مکانیکی قابل‌توجهی از خود نشان داده‌اند که این امر با کاهش چشم‌گیر وزن در مقایسه با فولادهای زرهی همراه بوده است. همچنین نتایج مطالعات تجربی نشان داده است که مواد مدرج تابعی[14] محتوی ذرات فلزی (تیتانیوم) و نانو ذرات سرامیکی (تیتانیوم دی بورید) استحکام بالایی دارند که به افزایش مقاومت در برابر نفوذ گلوله می‌انجامد [23].

نانوصفحه اکسید گرافن یک ساختار دو بعدی از یک لایه منفرد شبکه لانه زنبوری از جنس کربن است که به علت داشتن خواص فوق‌العاده در رسانایی الکتریکی و گرمایی، چگالی بالا و تحریک پذیری حامل های بار، خواص نوری و خواص مکانیکی به ماده‌ای منحصر به فرد تبدیل شده است [25,24]. بسیاری از محققان تأثیر حضور گرافن را بر روی پلیمرها بررسی کرده‌اند و دریافته‌اند که گرافن منجر به بهبود قابل توجه خواص مکانیکی کامپوزیت های پلیمری می‌شود. به عنوان مثال، کاتالیتزیدو و همکاران [26]، خواص مکانیکی نانوکامپوزیت های پلیمری پلی پروپیلن/ نانوصفحات گرافن را مورد بررسی قرار دادند و مشاهده کردند که افزودن تا 3 درصد حجمی نانو صفحات گرافن به پلی پروپیلن موجب افزایش چشم‌گیر در مدول الاستیک، استحکام ضربه و استحکام خمشی می‌شود. شکریه و همکارانش [27]، به ساخت و مشخصه یابی آزمایشی نانوکامپوزیت های پلی پروپیلن/ نانوصفحات گرافن پرداختند. آن‌ها دریافتند که با اضافه کردن 0.5 درصد وزنی گرافن به پلی پروپیلن، 30 درصد افزایش در استحکام ضربه آن به وجود می‌آید.

زارعی و همکاران [28] رفتار مکانیکی نانو کامپوزیت اکسید گرافن/ اپوکسی در نرخ کرنش‌های مختلف را با دستگاه هاپکینسون فشاری مورد مطالعه قرار دادند. مشاهده شد که افزودن اکسید گرافن به زمینه، باعث بالا رفتن سفتی و استحکام نانو کامپوزیت می‌شود. از مقایسه سطح شکست نمونه‌های ساده و نانو کامپوزیت با استفاده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، مشاهده شد که سطح شکست نانو کامپوزیت دارای زبری بیشتری نسبت به اپوکسی است. این افزایش زبری دلیلی برجذب انرژی بیشتر برای نانوکامپوزیت به هنگام شکست است. به عبارت دیگر به دلیل ایجاد میکرو ترک‌های بیشتر، ناشی از وجود نانو صفحات اکسید گرافن در کامپوزیت تولیدی، میزان جذب انرژی در نانو کامپوزیت بیشتر از اپوکسی خالص است. خوانساری و همکاران، پاسخ پنل‌های هیبرید آلومینیوم سری 2024-T3 و نانولوله های کربنی را در آزمون ضربه بالستیک مورد بررسی قرار دادند. چهار

[1] Global deformations
[2] Bending deformations
[3] Membrane stretching
[4] Local deformations
[5] Ductile hole formation
[6] Petalling
[7] Plugging
[8] Rear bulging
[9] Discing
[10] Tensile tearing
[11] Thinning
[12] Shear banding
[13] Necking
[14] Functionally Graded Material (FGM)

گروه از پنل‌ها با درصدهای وزنی 0، 0.5، 1 و 1.5 ساخته شدند. آزمون‌های ضربه بالستیک با استفاده از پرتاب گلوله مخروطی 7.6 گرمی و با دو سرعت میانگین 220 و 275 متر بر ثانیه توسط تفنگ گازی انجام شد. نتایج تحقیق نشان داد، پنل حاوی 1 درصد وزنی نانولوله کربنی بیشترین جذب انرژی و مقاومت بالستیکی را دارا است [29].

توجه به منابع موجود نشان می‌دهد اکثر پژوهش‌های انجام شده بر روی تاثیر تقویت کننده‌های گرافنی بر روی زمینه پلیمری و همچنین رفتار مکانیکی این کامپوزیت‌ها تحت بارگذاری استاتیکی متمرکز شده است و تحقیقات محدودی در خصوص نقش این تقویت کننده‌ها بر مقاومت ضربه‌ای کامپوزیت زمینه فلزی صورت گرفته است. همچنین به دلیل بالا بودن مساحت سطح ویژه اکسید گرافن (تقریباً 12.8 برابر بزرگ‌تر از نانولوله‌های کربنی [30]) این ایده وجود دارد که تاثیر این نانوصفحات بر خواص مکانیکی کامپوزیت‌های زمینه فلزی بیش از ذرات دیگر مانند نانو لوله‌های کربنی باشد. بر این مبنا، رویکرد اصلی تحقیق حاضر، بررسی نقش نانو صفحات اکسید گرافن بر روی خواص مکانیکی و جذب انرژی آلیاژ آلومینیوم 6061 در پدیده نفوذ می‌باشد.

2- روش تحقیق

2-1- مواد

در این پژوهش از آلیاژ آلومینیومی Al6061 و نانو پودر اکسید گرافن با خلوص بالای 99 درصد (ساخت شرکت یو اس ریسرچ نانومتریال[1]) استفاده شده است. ترکیب شیمیایی شمش آلیاژ Al6061 مطابق استاندارد ASTM-E1259 در جدول 1 و خواص فیزیکی نانو صفحات اکسید گرافن در جدول 2 ارائه شده است. در شکل 1، تصویر میکروسکوپی و نتیجه پراش پرتو ایکس[2] نانو صفحات اکسید گرافن نشان داده شده است. از شکل 1 مشخص است که نانو صفحات گرافن با ظاهری چروکیده[3] و به هم پیچ خورده[4]، به صورت توده چند لایه بر روی هم همپوشانی دارند.

2-2- نحوه آماده سازی نمونه ها

نحوه آماده سازی ذرات تقویت کننده بدین صورت بود که نانو صفحات اکسید گرافن ابتدا در مایع استون به مدت 10 دقیقه و به کمک پراب التراسونیک هم زده شد تا نانو ذرات از یکدیگر جدا و پخش شوند (شکل 2-a) و سپس مخلوط تهیه شده بر روی فویل آلومینیومی اسپری شد (شکل 2-b). پس از گذشت چند دقیقه استون از سطح فویل تبخیر شد. جهت سهولت افزودن نانو ذرات به مذاب، تقویت کننده‌ها در داخل فویل آلومینیومی به صورت کپسول‌های کوچکی با درصد وزنی مختلف آماده شدند. در مرحله بعد قطعات کوچکی از ورق آلومینیومی Al6061 به وزن 1500 گرم در داخل بوته گرافیتی حرارت داده شدند. به منظور افزایش ترشوندگی پودر اکسید گرافن با آلومینیوم، یک درصد وزنی منیزیم به مذاب افزوده شد [31]. عملیات ذوب سازی آلیاژ آلومینیوم در دمای ثابت 700 درجه سانتی‌گراد صورت گرفت.

جدول 1 ترکیب شیمیایی شمش آلیاژ Al6061 (wt. %)

Table 1 Chemical composition of Al6061 ingot (wt. %)

Al	Mg	Si	Fe	Cu	Cr	Ti	Mn	Zn
Rem.	0.79	0.51	0.39	0.19	0.09	0.04	0.01	0.01

[1] US research nanomaterials company
[2] XRD
[3] Wrinkled

جدول 2 خواص فیزیکی نانو صفحات اکسید گرافن

Table 2 Physical properties of graphene oxide nanoplates

Parameter	Value
Thickness	3.4 (nm)
Layers	6-8
Ph	7.7
Volume Resistivity	4×10^{-4} (ohm.cm)
Diameter	1-8 (micron)
Specific Surface Area	750 (m^2/g)
Density	1 (gr/cm^3)

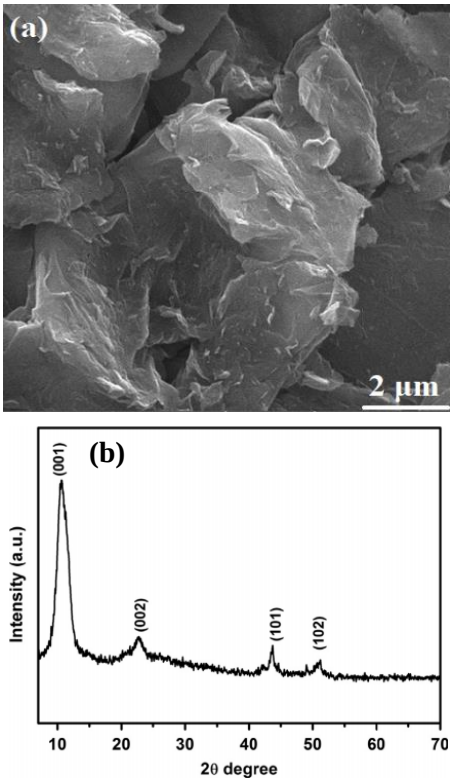


Fig. 1 (a) SEM micrograph and (b) XRD pattern of the graphene oxide nanoplates used in this research.

شکل 1 (a) تصویر میکروسکوپ SEM و (b) الگوی XRD نانو صفحات اکسید گرافن استفاده شده در این تحقیق

پس از تهیه ذوب، سطح آن با فلاکس کاورال به منظور عدم نفوذ اکسیژن به داخل مذاب، پوشش داده می‌شود. همچنین به منظور گاززدایی از قرص هگزاکلرواتان[5] به مقدار 0.5 درصد وزنی استفاده شد. به موازات آماده سازی مذاب آلیاژ 6061، به منظور دفع رطوبت از ذرات تقویت کننده کپسول های حاوی نانو ذرات در دمای 600 درجه سانتی‌گراد به مدت 30 دقیقه پیش گرم می‌شوند. پس از آن کپسول‌های پیش گرم شده، حاوی 0.2، 0.5 و 0.8 درصد وزنی به مذاب افزوده شدند و عملیات هم زدن مذاب به مدت 10 دقیقه با سرعت 400 دور بر دقیقه انجام شد. سپس مذاب حاصل به درون یک قالب دو تکه فولادی مکعب شکل به ابعاد 33×150×100 mm که از قبل پیش گرم شده بود، ریخته‌گری شد. به منظور همگن سازی، شمش های ریخته گری شده

[4] Twisted
[5] C_2Cl_6

در کوره الکتریکی به مدت 2 ساعت در دمای 580 درجه سانتی‌گراد قرار داده می‌شود و سپس در آب 25 درجه سانتی‌گراد سریع سرد شدند [32].

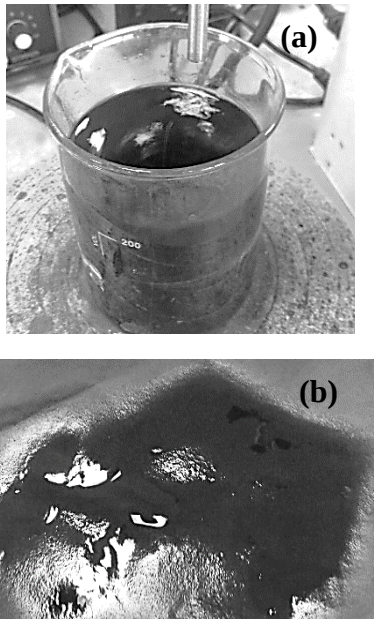


Fig. 2 preparation steps of graphene oxide powder: a) sonication of GO in aceton with ultrasonic probe and b) mixture sprayed on aluminum foil

شکل 2 مراحل آماده سازی پودر اکسید گرافن، الف) هم زدن مخلوط GO و استون به کمک پراب التراسونیک و ب) اسپری مخلوط بر روی فویل آلومینیومی

به منظور حذف تمامی عیوب ساختاری نظیر تخلخل‌های حاصل از عملیات ریخته‌گری گردابی و همچنین ناهمگنی‌های ترکیب شیمیایی، شمش‌های ریخته‌گری تحت عملیات نورد گرم قرار گرفته است. بدین منظور، پس از پیش گرم شمش‌های کامپوزیتی تا دمای 550 درجه سانتی‌گراد، عملیات نورد گرم از ضخامت 33 میلی‌متر به صورت پیوسته تا ضخامت نهایی 4.2 میلی‌متر (87% کاهش ضخامت) در طی 8 پاس نورد گرم به انجام می‌رسد.

3- آزمایش های تجربی

3-1- آزمایش کشش تک محوری

برای تعیین استحکام کششی مطابق استاندارد ASTM-B557، نمونه‌های کامپوزیتی به طول 100 mm و عرض 10 mm و طول موثر 25 mm در راستای نورد با دستگاه وایرکات بریده شده و پس از پرداخت سطح، آزمون کشش تک محوری با استفاده از دستگاه سنتام SANTAM STM-150 با سرعت بارگذاری 1 میلی‌متر بر دقیقه انجام شد. قابل ذکر است که در هر درصد وزنی 3 نمونه و در کل 12 نمونه مورد آزمایش قرار گرفتند و میانگین آن ها به صورت نمودارهای تنش-کرنش مهندسی گزارش شد. در شکل 3 تصویر نمونه آزمون کشش نشان داده شده است.

3-2- آزمایش بالستیک

آزمایش‌های بالستیک با استفاده از تفنگ گازی که در شکل 4 نشان داده شده است انجام شدند. هنگام آزمایش هر یک از صفحات هدف که دارای ابعاد 60×60 میلی‌متر و ضخامت 4.2 میلی‌متر بود بین دو صفحه نگهدارنده فولادی با ضخامت 6 میلی‌متر به طور ثابت قرار گرفتند، به طوری که شرایط مرزی کاملا گیردار برای نمونه‌ها تامین گردد. برای ثبت سرعت اولیه و باقیمانده پرتابه در جلوی لوله تفنگ گازی از یک جفت منبع نور لیزر که متصل به یک شمارنده زمان است استفاده شد. در آزمایش‌ها، از پرتابه عملیات حرارتی شده از جنس فولاد VCN200، با سر تخت به طول 20 میلی‌متر، قطر 6 میلی‌متر، جرم 4.5 گرم، سختی راکول 50 HRC و استحکام تسلیم 1700 مگاپاسکال استفاده شد.

برای پر کردن فضای خالی مابین پرتابه و لوله تفنگ گازی و به منظور جلوگیری از تماس پرتابه و لوله با یکدیگر از تفلون جنس پلی اورتان که به اصطلاح سابوت[1] گفته می‌شود استفاده شده است. با توجه به اینکه قطر داخلی لوله شلیک حدود 11 میلی‌متر بوده سابوت با طول 14 و قطر خارجی 10 میلی‌متر تراشکاری شده و در مرکز آن سوراخی به قطر 6 میلی‌متر ایجاد شد به طوری که پرتابه در داخل آن با عمق 8 میلی‌متر قرار گیرد (شکل 5).

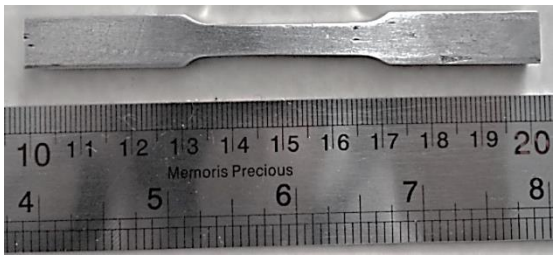


Fig. 3 Tensile test sample

شکل 3 نمونه آزمون کشش

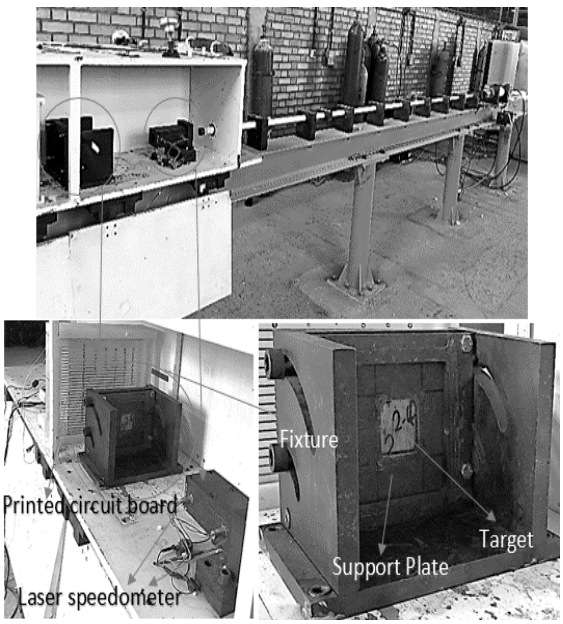


Fig. 4 Gas gun machine used for ballistic testing

شکل 4 دستگاه تفنگ گازی استفاده شده جهت آزمون بالستیک

[1] Sabot

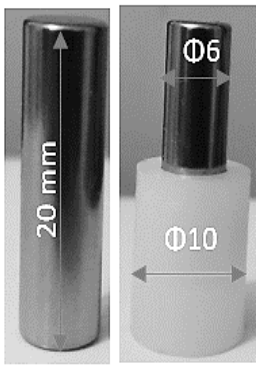


Fig. 5 Geometry of the projectile and the sabot used in the ballistic tests

شکل 5 شکل هندسی پرتابه و سابوت استفاده شده در آزمون های بالستیک

جهت بدست آوردن سرعت اولیه شلیک یا همان سرعت خروجی پرتابه، از روش واسنجی[1] فشار مخزن-سرعت خروجی استفاده شده است. در این روش با تنظیم فشار هوا بر روی فشار مشخص و انجام چند پرتاب، سرعت هر پرتاب اندازه گیری می‌شود و سرعت متناظر با فشار مذکور محاسبه می‌شود. منحنی عملکردی دستگاه تفنگ بادی برای دستیابی به سرعت اولیه مورد نیاز با انجام 10 شلیک در غیاب هدف، در شکل 6 نشان داده شده است. منحنی توانی برازش شده بر روی اطلاعات تجربی، این امکان را برای اپراتور فراهم می‌کند که برای رسیدن به سرعت اولیه مطلوب، با چه فشاری دستگاه را استارت کند.

در نتیجه 6 آزمون ضربه برای هر نمونه در محدوده سرعت 300-100 متر بر ثانیه صورت گرفت. در 24 آزمایش انجام شده، سرعت اولیه و باقیمانده پرتابه ها به‌وسیله سرعت‌سنج لیزری اندازه‌گیری شد و سرعت حد بالستیک برای نمونه‌های نانو کامپوزیتی محاسبه شد.

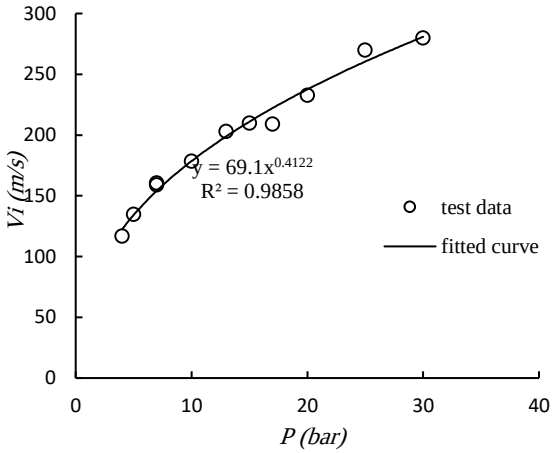


Fig. 6 Functional diagram of the initial velocity of projectile versus the air pressure of gas gun

شکل 6 نمودار عملکردی سرعت اولیه پرتابه بر حسب فشار هوای اسلحه گازی

4- نتایج و بحث

نتایج آزمون کشش شبه استاتیکی در قالب منحنی های تنش-کرنش مهندسی در شکل 7 ارائه شده‌اند. افزایش در سطح استحکام تسلیم و کششی آلیاژ با افزودن ذرات GO مشهود است. نکته قابل توجه در این نمودارها بهبود همزمان استحکام و انعطاف پذیری نمونه‌های کامپوزیتی با افزایش مقدار GO است.

خلاصه نتایج آزمون کشش در جدول 3 گویای آن است که استحکام تسلیم و نهایی نانوکامپوزیت آلومینیومی با 0.8 درصد اکسید گرافن، به ترتیب 43 و 38 درصد نسبت به نمونه پایه افزایش داشته است. انعطاف پذیری نمونه کامپوزیتی با 0.8 درصد وزنی اکسید گرافن نیز نسبت به نمونه پایه 58 درصد افزایش را نشان می‌دهد.

از مقایسه انرژی تغییرشکل مکانیکی در واحد حجم نانوکامپوزیت تا نقطه شکست که به عنوان چقرمگی کششی ماده در نظر گرفته می‌شود، می‌توان نتیجه گرفت که با افزایش درصد وزنی اکسید گرافن از 0.0 به 0.8، میزان چقرمگی از 17.87 به 38.6 می‌رسد که نشان دهنده افزایش چشمگیر 116 درصدی چقرمگی شکست در نانوکامپوزیت Al6061-0.8 wt. %GO می‌باشد. به نظر می‌رسد نانو صفحات اکسید گرافن به دلیل مساحت سطح ویژه بالا به صورت مانع در برابر رشد ترک عمل کرده و سبب انحراف مسیر رشد ترک شده است. این عامل منجر به جذب انرژی بالا در هنگام شکست می‌شود. چسبندگی خوب بین تقویت کننده با زمینه فلزی و توزیع مناسب تقویت کننده ها به دلیل انجام عملیات نورد گرم، در عین حال که باعث افزایش استحکام مکانیکی آلیاژ شده، شکل پذیری کامپوزیت‌ها را هم تقویت کرده است.

در جدول 4 اطلاعات تجربی آزمون ضربه برای نمونه‌های آلومینیومی ساده و کامپوزیتی نشان داده شده است. در بررسی نفوذ پرتابه در ورقه های نانو کامپوزیت Al-GO دو کمیت حد بالستیک و میزان جذب انرژی جذب شده اهمیت زیادی دارند. سرعت حد بالستیک، حداقل سرعتی است که پرتابه می‌تواند صفحه هدف را سوراخ کند و با سرعت صفر از آن خارج شود. بالاتر بودن سرعت حد بالستیک بیانگر مقاوم بودن آلیاژ نسبت به نفوذ پرتابه است. همچنین انرژی جذب شده توسط کامپوزیت آلومینیومی، برای مقایسه عملکرد ساختار می‌تواند استفاده شود.

در فرآیند انجام آزمایش مشخص شد که پرتابه فولادی دچار هیچ گونه فرسایشی نشده است. در نتیجه رفتار آن را در حین نفوذ می‌توان صلب در نظر گرفت.

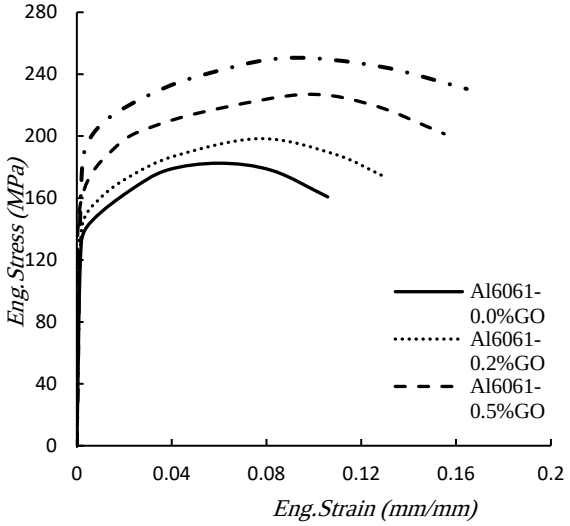


Fig. 7 Engineering stress-strain curves of the fabricated samples

شکل 7 منحنی های تنش-کرنش مهندسی نمونه های ساخته شده

[1] Calibration

جدول 3 نتایج استحکام تسلیم، استحکام کشش نهایی، کرنش شکست و چقرمگی کششی نانوکامپوزیت های آلومینیومی

Table 3 Yield strength, ultimate tensile strength, breaking strain and tensile toughness of aluminum nanocomposites

Sample	S_y (MPa)	S_{ut} (MPa)	$\varepsilon_{f\,(\%)}$	Toughness ($MJ.m^{-3}$)
Al6061-0.0%GO	129	182	10.6	17.87
Al6061-0.2%GO	140	198	13.0	23.61
Al6061-0.5%GO	159	227	15.6	26.4
Al6061-0.8%GO	185	251	16.7	38.6

با توجه به اصل بقاء مومنتوم برای پرتابه صلب با سرعت اولیه V، جرم M_p، که با سرعت باقیمانده V_r، هدف را به‌طور کامل سوراخ می‌کند و باعث تشگیل پلاگ برشی از هدف به جرم m_p، می‌شود، خواهیم داشت:

جدول 4 اطلاعات تجربی آزمون ضربه برای نمونه های آلومینیومی

Table 4 Impact test experimental data for Al alloys

Sample	V_i (m/s)	V_r (m/s)	Sample	V_i (m/s)	V_r (m/s)
Al6061-0.0wt%GO	249	230	Al6061-0.5wt%GO	261	221
	205	179		215	163
	175	138		185	15
	161	112		161	82
	138	67		151	32
	132	31		140	-
Al6061-0.2wt%GO	265	231	Al6061-0.8wt%GO	283	225
	209	172		265	210
	203	167		226	151
	159	93		193	117
	144	56		162	47
	130	-		151	-

$$M_pV = (M_p + m_p)V_r \qquad (1)$$

با نوشتن اصل بقاء انرژی در فرآیند نفوذ:

$$\frac{1}{2}M_pV^2 = \frac{1}{2}(M_p + m_p)V_r^2 + W_s + E_d \qquad (2)$$

که در این رابطه، W_s انرژی لازم برای شکل گیری پلاگ برشی و E_d، انرژی لازم برای تغییر شکل پلاستیک (کار پلاستیک) در هدف می‌باشد. میزان کار پلاستیک، اختلاف بین انرژی جنبشی اولیه و نهایی پرتابه است. با بکار بردن معادله (1) خواهیم داشت:

$$E_d = \frac{1}{2}\left(\frac{m_p}{M_p + m_p}\right)M_pV^2 \qquad (3)$$

میزان اتلاف انرژی بخاطر پلاگ های برشی از رابطه (2) با پیدا کردن حداقل سرعتی که باعث ایجاد سرعت باقی مانده صفر می‌شود، پیدا می‌شود. این سرعت حداقل را سرعت حد بالستیک V_{bl}، می‌نامند. با قرار دادن $V_r=0$، و جایگزینی رابطه (3) در رابطه (2)، انرژی شکل گیری پلاگ برشی برابر است با:

$$W_s = \frac{1}{2}\left(\frac{M_p}{M_p + m_p}\right)M_pV_{bl}^2 \qquad (4)$$

با جایگزینی روابط (3 و 4) در رابطه (2)، مقدار سرعت باقی مانده پرتابه عبارت است از:

$$V_r = \left(\frac{M_p}{M_p + m_p}\right)\left(V^2 - V_{bl}^2\right)^{1/2} \qquad (5)$$

در فرآیند نفوذ پرتابه در اهداف ضخیم، در صورتی که هیچ گونه پلاگ برشی تولید نشود، رابطه بالا به شکل زیر ساده می‌شود:

$$V_r = \left(V^2 - V_{bl}^2\right)^{1/2} \qquad (6)$$

روابط تحلیلی-تجربی دیگری نیز برای پیش بینی سرعت باقی‌مانده پرتابه در اهداف فلزی وجود دارد که از مهم‌ترین آن‌ها می‌توان به رابطه لامبرت-جوناس [33] اشاره کرد که سرعت باقی مانده را تابعی از سرعت اولیه پرتابه به شکل زیر بیان می‌کند:

$$V_r = a(V^p - V_{bl}^p)^{1/p} \qquad (7)$$

که ضرایب a و p با تحلیل رگرسیون حداقل مربعات منحنی بالستیک به دست می‌آیند. همچنین می‌توان رابطه (7) را به صورت بی‌بعد به شکل زیر نوشت:

$$\frac{V_r}{V_{bl}} = a[(\frac{V}{V_{bl}})^p - 1]^{1/p} \qquad (8)$$

در اهداف نازک مقدار a با استفاده از اطلاعات آزمایشگاهی و به صورت زیر تعیین می شود [34]:

$$a = \frac{M_p}{M_p + m_p} \qquad (9)$$

با توجه به داده‌های آزمایشگاهی در جدول 3 و حل تحلیلی در رابطه (7)، منحنی سرعت باقیمانده بر حسب سرعت اولیه پرتابه در حین نفوذ کامل در کامپوزیت های آلومینیومی، تعیین و نتایج در شکل 8 نشان داده شده است. با انجام برازش، منحنی بالستیک برای هر نمونه فلزی ترسیم شده است و ضرایب رابطه (7) در جدول 5 ثبت شده است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود با افزایش میزان GO افت چشم‌گیری در سرعت باقی مانده ایجاد می‌گردد؛ که این امر گویای افزایش قدرت جذب انرژی در کامپوزیت های آلومینیوم با افزایش میزان GO است.

با اندازه گیری جرم پلاگ های برشی جدا شده از اهداف مختلف مشخص شد که وزن آنها 0.3 گرم می‌باشد و با استفاده از رابطه (9) مقدار فاکتور a، برابر 0.94 بدست می‌آید که با مقدار آن از روش برازش که در جدول 5 آمده مطابقت خوبی دارد.

جدول 5 ضرایب V_{bl}، a و p در رابطه (7)

Table 5 Coefficients V_{bl}, a and p in equation (7)

wt. %	a	p	V_{bl} (m/s)
0.0	0.95	2.85	127
0.2		2.60	138
0.5		2.32	145
0.8		2.13	158

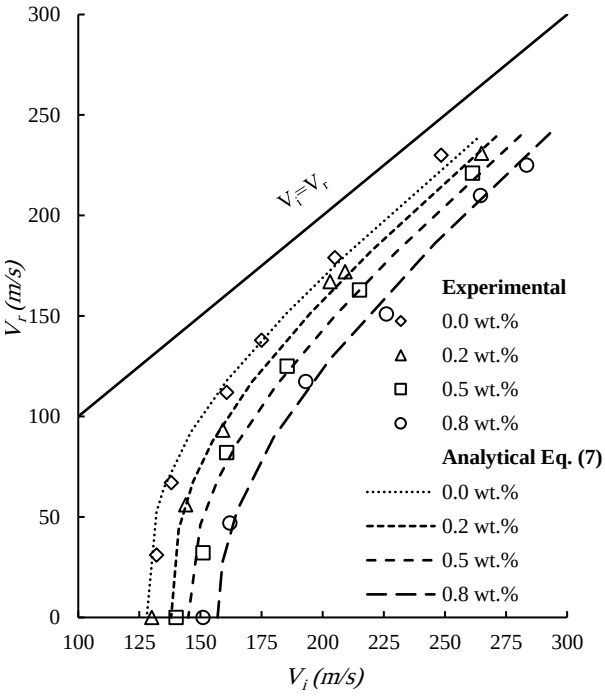


Fig. 8 Residual velocity (V_r) versus the initial velocity (V_i) of the projectile for different aluminum samples

شکل 8 نمودار سرعت باقیمانده بر حسب سرعت اولیه پرتابه برای نمونه های مختلف آلومینیومی

شکل 9 میزان جذب انرژی اهداف کامپوزیتی بر حسب سرعت اولیه پرتابه را ارائه می کند. مقدار جذب انرژی ورق آلومینیومی حین فرآیند نفوذ با رابطه زیر بیان می‌شود:

$$E_a = \frac{1}{2} M_p \left(V_i^2 - V_r^2 \right) \qquad (10)$$

با توجه به شکل 9، میزان جذب انرژی نمونه آلیاژ آلومینیوم پایه با افزایش سرعت اولیه پرتابه روند کاهشی را نشان می‌دهد. در حالی که با افزایش درصد وزنی نانو صفحات اکسید گرافن در زمینه، میزان جذب انرژی نانو کامپوزیت ساخته شده روند افزایشی را نشان می‌دهد. به طوری که در حدود سرعت 160 متر بر ثانیه که با ناحیه بیضی مشخص شده، میزان جذب انرژی نمونه آلیاژ آلومینیومی پایه 19.88 ژول و برای نمونه های کامپوزیتی با درصد های وزنی 0.2، 0.5 و 0.8 از نانو صفحات اکسید گرافن در زمینه آلومینیوم، به ترتیب برابر با 37.41، 42.97 و 54.08 ژول می‌باشد. این نتایج حاکی از افزایش بسیار عالی 172 درصدی جذب انرژی نانو کامپوزیت Al6061-0.8wt%GO نسبت به آلیاژ آلومینیومی Al6061-0.0wt%GO است. به طور میانگین، در سرعت های اولیه مختلف جذب انرژی نمونه های حاوی 0.8 درصد وزنی اکسید گرافن در مقایسه با نمونه آلیاژ پایه، افزایش 107 درصدی را نشان می‌دهد.

این طور می‌توان استنباط کرد که در نمونه آلومینیومی پایه در محدوده سرعت‌های بیشتر از حد بالستیک، انرژی لازم برای شکست باندهای برشی[1] روند کاهشی دارد. در حالی که با افزودن نانو صفحات اکسید گرافن به آلیاژ آلومینیومی در موضع ضربه، مقاومت شکست باندهای برشی در سرعت‌های بالاتری اتفاق می‌افتد. در نتیجه انرژی بیشتری می‌بایست صرف تغییر شکل نمونه‌های کامپوزیتی شود.

در نانوکامپوزیت Al6061-0.8 wt.% GO با افزایش سرعت نفوذ از 151 به 283 متر بر ثانیه، جذب انرژی نمونه کامپوزیتی افزایشی به میزان 30% را نشان می‌دهد. این افزایش را می‌توان ناشی از بهبود مقاومت تسلیم نمونه فلزی در نرخ کرنش‌های بالاتر دانست. ضربه سرعت بالا به دلیل ماهیت دینامیکی که دارد منجر به ایجاد نرخ کرنش بالا در هنگام نفوذ پرتابه در هدف می‌گردد [35]. با افزایش نرخ کرنش با توجه به ماهیت رفتار دینامیکی مواد، سرعت بارگذاری زودتر از عکس العمل رفتاری مواد رخ می‌دهد در نتیجه تسلیم به تاخیر می‌افتد و استحکام تسلیم دینامیکی نیز بیشتر می‌شود.

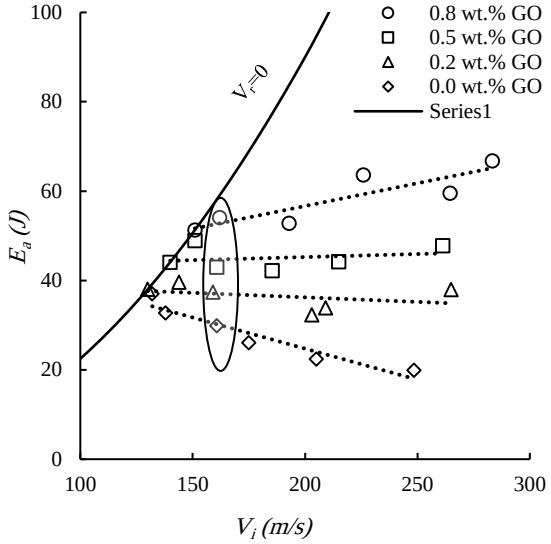


Fig. 9 Energy absorption of aluminum alloy targets versus the initial velocity of the projectile

شکل 9 میزان جذب انرژی اهداف آلیاژ آلومینیومی بر حسب سرعت اولیه پرتابه

در شکل 10 نمای پشتی و جلویی هدف آلومینیومی و تصویر بزرگنمایی شده حفره حاصل از عبور پرتابه در دو سمت هدف نشان داده شده است. میزان تغییر در ظرفیت جذب انرژی صفحه فلزی بستگی به شکل گیری حفره ایجاد شده و مد شکست نمونه پس از پدیده نفوذ کامل دارد. با استفاده از پرتابه سر تخت در محدوده سرعت 300-100 متر بر ثانیه شکل شکست در لبه سوراخ ایجاد شده در دو سمت هدف، به صورت بازشدگی حفره نرم[2] است؛ به طوری که ماده هدف در جبهه جلوی پرتابه به سمت ضخامت هدف فشرده می‌شود. البته یک برآمدگی موضعی پشتی[3] نیز همراه با ترک‌های شعاعی کوچک مشاهده می‌شود. همچنین پلاگ دایره‌ای خارج شده، قطر مشابه پرتابه دارد.

در شکل 11 خیز ایجاد شده در نمونه های آلیاژ آلومینیومی 6061 با درصد وزنی های مختلف به ترتیب از چپ به راست پس از انجام آزمون بالستیک از نمای جانبی نشان داده شده است.

[1] Shear bands
[2] Ductile hole enlargement
[3] Localised rear bulging

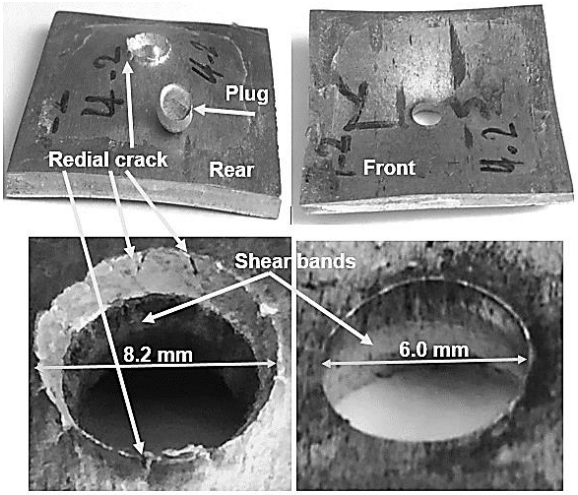


Fig. 10 Front and rear view of the aluminum target and the enlarged view of the hole

شکل 10 نمای پشتی و جلویی هدف آلومینیومی و شکل بزرگنمایی شده حفره

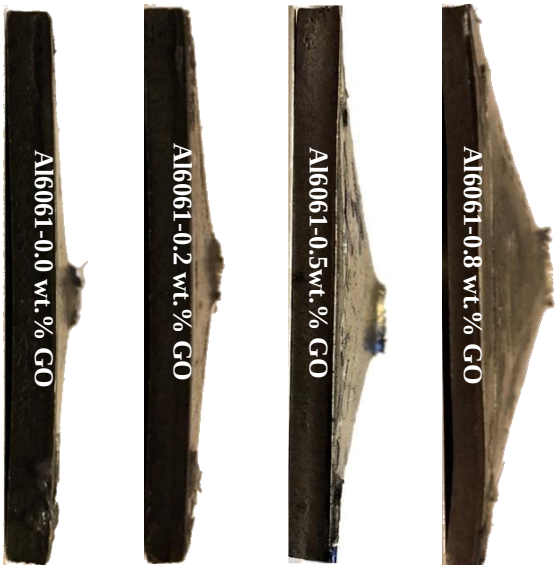


Fig. 11 Global deformation of aluminum alloy samples from the side view of the impact test

شکل 11 تغییر شکل کلی نمونه های آلیاژ آلومینیومی از نمای جانبی در آزمون ضربه

مشخص است که با افزایش درصد وزنی نانو صفحات اکسید گرافن در زمینه آلومینیومی، خیز ایجاد شده که در اثر تغییر شکل خمشی و تغییر شکل کششی غشایی به وجود آمده به ترتیب از چپ به راست بیشتر شده است. این موضوع بیانگر افزایش ظرفیت جذب انرژی در نمونه‌های نانوکامپوزیت Al-GO نسبت به آلیاژ پایه آلومینیومی 6061 می‌باشد. به نظر می‌رسد بالا بودن مساحت سطح ویژه نانو صفحات اکسید گرافن ($750\ m^2/g$) باعث انتقال بهتر بار، از زمینه به تقویت کننده باعث شده است. این انتقال موثر اثر مستقیمی بر خواص مکانیکی نانوکامپوزیت‌ها دارد [30,36,37]. در نمونه آلیاژ آلومینیوم پایه تغییر شکل موضعی در محل اصابت پرتابه به هدف مشاهده می‌شود در حالی که در نانو کامپوزیت آلومینیومی با افزایش درصد وزنی تقویت کننده، تغییر شکل عمومی و نه موضعی در نمونه ها مشاهده می‌شود. به بیان دیگر و در تایید نتایج آزمون‌های کشش در شکل 4 ذرات GO باعث افزایش انعطاف پذیری یکنواخت در زمینه آلومینیومی شده‌اند.

در شکل 12، مقایسه بین میزان درصد افزایش چقرمگی و جذب انرژی نمونه های کامپوزیتی نسبت به آلیاژ آلومینیوم پایه صورت گرفته است. مشخص است که با افزودن درصد وزنی نانو صفحات اکسید گرافن به آلیاژ آلومینیومی 6061، مقادیر جذب انرژی نمونه ها در هر دو حالت استاتیکی و دینامیکی بهبود می‌یابد که نشان از عملکرد عالی تقویت کننده های اکسید گرافن در نانوکامپوزیت Al6061-GO است؛ به عبارت دیگر نانو کامپوزیت تولیدی به علت استحکام و همچنین انعطاف پذیری بالا، می‌تواند در بارگذاری های ضربه-ای نیز مفید واقع شود و جذب انرژی بالایی داشته باشد.

5- نتیجه گیری

در این تحقیق خواص مکانیکی نانو کامپوزیت Al6061-GO با درصد های وزنی 0.0، 0.2، 0.5 و 0.8 از نانو صفحات اکسید گرافن در زمینه آلومینیومی بررسی شد. نمونه ها تحت بارگذاری کشش شبه استاتیکی و بارگذاری ضربه ای در سرعت 100 الی 300 متر بر ثانیه قرار گرفتند. میزان چقرمگی آزمون کشش و همچنین مد شکست و میزان جذب انرژی نمونه‌ها در آزمون نفوذ تعیین و مورد بحث قرار گرفتند. نتایج نشان داد که ظرفیت جذب انرژی ورق های آلومینیومی تابعی از رفتار ماده هدف در حین نفوذ است.

مشاهده شد که با افزودن درصد وزنی نانو صفحات اکسید گرافن، تغییر شکل موضعی جای خود را به تغییر شکل کلی در هدف می‌دهد.

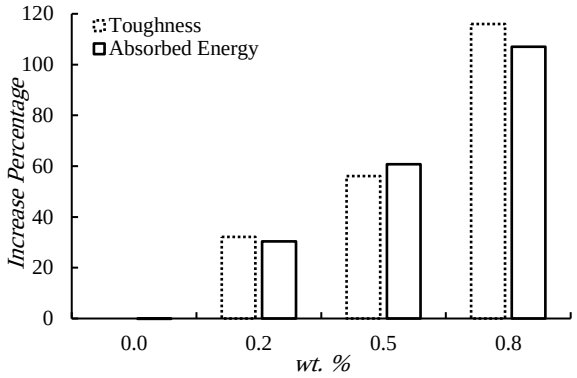


Fig. 12 Comparison of toughness and absorbed energy between the composite and the base samples

شکل 12 مقایسه بین میزان درصد افزایش چقرمگی و جذب انرژی نمونه های کامپوزیتی نسبت به آلیاژ آلومینیوم پایه

همچنین سرعت حد بالستیک نمونه‌های کامپوزیتی تا 24 درصد نسبت به آلیاژ پایه بهبود می‌یابد. میزان جذب انرژی نمونه های کامپوزیتی در بارگذاری شبه استاتیکی و ضربه‌ای به ترتیب 116 و 107 درصد نسبت به آلیاژ آلومینیومی 6061 افزایش داشته است که نشان از نقش بسیار خوب نانو صفحات اکسید گرافن بر روی جذب انرژی آلیاژ آلومینیومی دارد.

6- مراجع

[1] Miller, W. S., Zhuang, L., Bottema, J., Wittebrood, A. J., Smet, P. D., Haszler, A., "Recent Development in Aluminium Alloys for the Automotive Industry," Mater Sci Eng A, Vol. 280, pp. 37–49, 2000.

[2] Smerd, R., Winkler, S., Salisbury, C., Worswick, M., Lloyd, D., Finn, M., "High Strain Rate Tensile Testing of Automotive Aluminum Alloy Sheet," Int J Impact Eng, Vol. 32, pp. 541–560, 2005.
[3] Rodr´ıguez-Mill´an, M., Vaz-Romero, A., Rusinek, A., Rodríguez-Martínez, J. A., Arias, A., "Experimental Study on the Perforation Process of 5754-H111 and 6082-T6 Aluminium Plates Subjected to Normal Impact by Conical, Hemispherical and Blunt Projectiles," Exp. Mech., Vol. 54, No. 1, pp. 729–742, 2014.
[4] Corran, R. S. J., Shadbolt, P. J., Ruiz, C., "Impact Loading of Plates –an Experimental Investigation," Int J lmpact Eng, Vol. 1, pp. 13–22, 2009.
[5] Fagerholt, E., Grytten, F., Gihleengen, B. E., Langseth, M., Børvik, T., "Continuous Out-of-Plane Deformation Measurements of AA5083-H116 Plates Subjected to Low-Velocity Impact Loading," Int J Mech Sci, Vol. 52, pp. 689–705, 2010.
[6] Mohotti, D., Ngo, T., Mendis, P., Raman, S. N., "Polyurea Coated Composite Aluminium Plates Subjected to High Velocity Projectile Impact," Int J Mater Des, Vol. 52, pp. 1–16, 2013.
[7] Iqbal, M. A., Khan, S. H., Ansari, R., Gupta, N. K., "Experimental and Numerical Studies of Double Nosed Projectile Impact on Aluminum Plates," Int J lmpact Eng, Vol. 54, pp. 232–45, 2013.
[8] Antoinat, L., Kubler, R., Barou, J. L., Viot, P., Barrallier, L., "Perforation of Aluminium Alloy Thin Plates," Int J Impact Eng, Vol. 75, pp. 255–67, 2015.
[9] Børvik, T., Langseth, M., Hopperstad, O. S. S., Malo, K. A., Berstad, T., "Perforation of 12 mm Tthick Steel Plates by 20 mm Diameter Projectiles with Flat, Hemispherical and Conical Noses Part II: Numerical Simulations," Int. J. Impact Eng, Vol. 27, pp. 37–64, 2002.
[10] Børvik, T., Hopperstad, O. S., Langseth, M., Malo, K. A., "Effect of Target Thickness in Blunt Projectile Penetration of Weldox 460 E Steel Plates," Int. J. Impact Eng, Vol. 28 (4), pp. 413–464, 2003.
[11] Børvik, T., Clausen, A. H., Hopperstad, O. S., Langseth, M., "Perforation of AA5083-H116 Aluminium Plates with Conical-Nose Steel Projectiles—Experimental Study," Int. J. Impact Eng, Vol. 30 (4), pp. 367–384, 2004.
[12] Gupta, N. K., Madhu, V., "Normal and Oblique Impact of Kinetic Energy Projectile on Mild Steel Plates," Int. J. Impact Eng, Vol. 12 (3), pp. 333–343, 1992.
[13] Gupta, N. K., Iqbal, M. A., Sekhon, G. S., "Experimental and Numerical Studies on the Behavior of Thin Aluminum Plates Subjected to Impact by Blunt- and Hemispherical-Nosed Projectiles," Int. J. Impact Eng, Vol. 32 (12), pp. 1921–1944, 2006.
[14] Rodriguez-Millan, M., Garcia-Gonzalez, D., Rusinek, A., Abed, F., Arias, A., "Perforation Mechanics of 2024 Aluminum Protective Plates Subjected to Impact by Different Nose Shapes of Projectiles," Thin-Walled Struct, Vol. 123, pp. 1–10, 2018.
[15] Taghipoor, H., Malekzade Fard, K., Bigdeli, A., "Experimental, Numerical and Analytical Study of Energy Absorption in High Velocity Penetration Phenomena on Composite Targets", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 5, No. 1, pp. 12-24, 2018.
[16] Alemi Ardakani, E., Kalantar, M., Mosallaee Pour, M., Ghasemi Banad Kouki, S. S., "Production and Characterization of in-situ Al-Mn-Al2O3 Composite Produced in Al-MnO2 System", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 3, No. 3, pp. 277-284, 2016.
[17] Khademian, M., Saeedi Heydari, M., Alizadeh, A., Baharvandi, H. R., "Investigation the Effect of Hot Rolling Process on Properties and Microstructure of Al-B_4C Composite by Vorte," In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol. 14, pp. 140-146, 2014.
[18] Onoro, J., Salvador, M., Cambronero, L., "High-Temperature Mechanical Properties of Aluminium Alloys Reinforced with Boron Carbide Particles," Mater. Sci. Eng. A, Vol. 499, pp. 421-426, 2009.
[19] Yazdani, A., Salahinejad, E., "Evolution of Reinforcement Distribution in Al–B_4C Composites During Accumulative Roll Bonding," Materials & Design, Vol. 32, No. 6, pp. 3137-3142, 2011.
[20] Lee, Y. S., Wetzel, E. D., Egres, R. G., Wagner, N. J., "Advanced Body Armor Utilizing Shear Thickening Fluids," 23rd Army Science Conference, Orlando, pp. 29-40, 2002.
[21] Sun, L., Gibson, R. F., Gordaninejad, F., Suhr, J., "Energy Absorption Capability of Nanocomposites: A Review," Compos. Sci. Technol., Vol. 69, pp. 2392–2409, 2009.
[22] Sinmazçelik, T., Avcu, E., Bora, M. Ö., Çoban, O., "A Review: Fibre Metal Laminates, Background, Bonding Types and Applied Test Methods," Materials & Design, Vol. 32, No. 7, pp. 3671-3685, 2011.
[23] Parhizkar, M., Vaziri, A., "Study of Mechanical and Ballistic Properties of Nano Armor", In Persian, Iranian Journal of Mechanical Engineering, Vol. 23, No. 99, pp. 62-73, 2014.
[24] Geim, A. K., Novoselov, K. S., "The Rise of Graphene", Nature Materials, Vol. 6, No. 3, pp. 183-191, 2007.
[25] Kim, H., Abdala, A. A., Macosko, C. W., "Graphene/Polymer Nanocomposites", Macromolecules, Vol. 43, No. 6, pp. 6515-6530, 2010.
[26] Kalaitzidou, K., Fukushima, H., Drzal, L. T., "Mechanical Properties and Morphological Characterization of Exfoliated Graphite–Polypropylene Nanocomposites", Compos. Part A Appl. Sci. Manuf., Vol. 38, No. 7, pp. 1675-1682, 2007.
[27] Shokrieh, M. M., Ahmadi Joneidi, V., "Manufacturing and Experimental Characterization of Graphene/Polypropylene Nanocomposites", In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol. 13, No. 11, pp. 55-63, 2014.
[28] Zarei Darani, S., Naghdabadi, R., Jokar, E., Irajizad, A., "Experimental Study on Mechanical Properties of Graphene Oxide/Epoxy Nanocomposites in Different Strain rates," In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol. 16, No. 12, pp. 61-66, 2016.
[29] Khansari, M., Khodarahmi, H., Vaziri, A., "Experimental Study of Ballistic Properties of Hybrid Aluminum and Epoxy Matrix Composite Reinforced with Carbon Nanotube," In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol. 17, No. 8, pp. 126-132, 2017.
[30] Shin, S. E., Choi, H. J., Shin, J. H., Bae, D. H., "Strengthening Behavior of Few-Layered Graphene/Aluminum Composites," Carbon, Vol. 82, pp. 143-151, 2015.
[31] Milliere, C., Suery, M., "Fabrication and Properties of Metal Matrix Composites Based on SiC Reinforcement Reinforced Aluminum Alloys," Mater. Sci. Technol. Vol. 4, pp. 41-51, 2013.
[32] Tabesh, A. Ebrahimi, Gh.and Ezatpour, H.R., "The Investigation and Comparison of Mechanical Properties and Microstructure Al/CNT and Al/CNT/Al2O3 Composites Produced by Mixed Accumulative Roll Bounding ", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 4, No. 4, pp. 464-470, 2018.
[33] Zukas, J. A., Nicholas, R., Swift, H. F., Greszczuk, L. B., Curran, D. R., "Impact Dynamics," John Wiley & Sons, New York, chapter 5, 1982.
[34] Raguramana, M., Debb, A., Gupta, N. K., "Semi-Empirical Procedures for Estimation of Residual Velocity and Ballistic Limit for Impact on Mild Steel Plates by Projectiles," Lat. Am. J. Solids Struct., Vol. 7, pp. 63–76, 2010.
[35] Khoramishad, H., Khodaei, M. and Bagheri Tofighi, M., "Sensitivity of the Impact Behavior of Multi-layered Metal Laminates to the Position of Material Parameters Variations", in Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 1, No. 1, pp. 23-34, 2014.
[36] Nouri Niyaraki, M., Ashenai Ghasemi, F., Ghasemi, I., and Daneshpayeh, S., "Experimental Analysis of Graphene Nanoparticles and Glass Fibers Effect on Mechanical and Thermal Properties of Polypropylene/EPDM Based Nanocomposites", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 5, No. 2, pp. 169-176, 2018.
[37] Kazemi khasrag, E. Siadati, M.H. and Eslami-Farsani, R., "Effect of Surface Modification of Graphene Nanoplatelets on the High Velocity Impact Behavior of Basalt Fibers Reinforced Polymer-Based Composites", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 5, No. 1, pp. 109-116, 2018.

جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 411-418

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیـــت**

http://jstc.iust.ac.ir

مطالعه تجربی اثر افزودن نانو لوله کربنی و صفحات گرافن بر استحکام ضربه کامپوزیت اپوکسی/الیاف بازالت

حسین بشیری گودرزی [1]، مهدی یارمحمدتوسکی [2*]

1-کارشناسی ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد جنوب، تهران

2- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد جنوب، تهران

* تهران، صندوق پستی 13114-16846، m_yarmohammad@azad.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/8/29

پذیرش: 97/12/25

کلیدواژگان:

نانوکامپوزیت

نانو گرافن

نانو لوله کربنی

شارپی

میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی

چکیده

با افزایش روز افزون کارایی مواد نانو و نانوکامپوزیت‌ها در زندگی روزمره و صنعت، تحقیقات گسترده‌ای در این زمینه آغاز شده است. به همین دلیل در راستای تحقیقات گذشته و تکمیل آن‌ها مواد نانولوله کربنی و نانو گرافن به طور جداگانه با درصد وزنی های0.1، 0.3 و 0.5در فاز زمینه کامپوزیت متشکل از رزین اپوکسی و الیاف بازالت اضافه گردید و به روش لایه‌گذاری دستی نانو کامپوزیت‌های شش لایه الیاف بازالت ساخته شد. نمونه‌های کامپوزیتی و نانو کامپوزیتی برای تعیین میزان تغییرات انرژی جذب شده شکست، تحت آزمون ضربه شارپی قرار گرفت و سطح شکست نمونه‌ها پس از انجام آزمون ضربه شارپی برای مطالعه دقیق و کامل، تحت عکس برداری الکترونی قرار گرفت. افزایش میزان انرژی ضربه جذب شده درحضور مواد نانو با تمامی درصد وزنی های متفاوت نسبت به نمونه کامپوزیتی مشاهده گردید. بیشترین میزان افزایش انرژی ضربه جذب شده در نمونه‌های نانو کامپوزیت نسبت به نمونه‌های کامپوزیت، در نمونه های استفاده شده از ذرات گرافن به میزان 0.1 درصد وزنی مشاهده گردید. بیشترین میزان افزایش انرژی ضربه جذب شده در نمونه‌های کامپوزیت های نانولوله کربنی، مربوط به استفاده از 0.3 درصد وزنی از نانو لوله کربنی در فاز زمینه می‌باشد.

An experimental study of the effects of carbon nanotube and graphene addition on the impact strength of Epoxy/Basalt fiber composite

Hossein Bashiri Goodarzi , Mehdi Yarmohammad Tooski *

Department of Mechanical Engineering, South Tehran Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.
* P.O.B. 16846-13114, Tehran, Iran, m_yarmohammad@azad.ac.ir

Keywords

Nano composite
Nano Graphene
Carbon Nano tubes
Charpy
Field-emission scanning electron microscopy (FE-SEM)

Abstract

As the nanoscale materials and nano-composites are increasingly used in everyday life and industrial applications, extensive research has begun into this field. For this reason, in the course of previous research, carbon nanotubes and nano-graphene materials were added separately with weight percentages of 0.1, 0.3 and 0.5 in the composite phase consisting of epoxy resin and basalt fiber, and nano-composites laminates with 6 layers of basalt fiber were made through hand layup. In order to determine the amount of energy absorbed during impact, composite and nanocomposite samples were subjected to Charpy impact test, and the specimen deformations were studied under electron microscopy. An increase in the energy absorbed by samples containing nanoscale materials with all weight percentages was observed in comparison with conventional composite specimens. The highest increase in absorbed energy in nanocomposite samples with regard to the composite specimens was observed in samples containing 0.1% graphene particles by weight. The highest increase in absorbed energy in carbon nanotubes composites was detected in samples consisting of 0.3% carbon nanotubes in the matrix.

1-مقدمه

طی دهه‌های اخیر، کامپوزیت‌ها به‌خاطر نسبت سفتی و استحکام به وزن بالا در مقایسه با مواد رایج مانند فلزها به‌طور گسترده در کاربردهای گوناگون در صنایع هوا فضا، حمل و نقل، دریایی، کالاهای ورزشی و خودرویی استفاده می‌شوند. هر چند قابلیت مقاومت به ضربه کامپوزیت‌ها ضعیف می‌باشد و به منظور تحمل عملکرد سازه در طی سرویس می‌بایستی بهبود یابد. یکی از شیوه‌ها برای بهبود عملکرد مکانیکی کامپوزیت‌ها تقویت ماتریس می‌باشد[1]. استفاده از ذرات نانو می‌تواند سبب بهبود خواص زمینه یا ماتریس گردد. افزودن ذرات نانو در کامپوزیت‌ها سبب ایجاد سازه جدیدی بنام نانوکامپوزیت‌ها می‌شود.

نانوکامپوزیت‌ها همان کامپوزیت‌ها می‌باشند که یک یا چند جزء از آن، ابعاد کمتر از 100نانومتر دارد. نانوکامپوزیتها از دو فاز تشکیل شده اند. فاز اول

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Bashiri Goodarzi, H. and Yarmohammad Tooski, M., "An experimental study of the effects of carbon nanotube and graphene addition on the impact strength of Epoxy/Basalt fiber composite ", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No.3, pp. 411-418, 2019.

یک ساختار بلوری است که در واقع پایه یا زمینه نانوکامپوزیت محسوب می‌شود که از جنس پلیمر، فلز و یا سرامیک می‌باشد. فاز دوم نیز ذراتی در مقیاس نانومتر است که به عنوان تقویت کننده یا مواد پرکننده در درون فاز اول ماده زمینه توزیع می‌شوند. نانوکامپوزیتها بر اساس نوع تقویت کننده به سه نوع تقویت‌شده با نانو ذرات، نانوالیاف و نانوصفحات تقسیم‌بندی می‌شوند. حضور ذرات و الیاف در ساختار نانوکامپوزیتها معمولاسبب ایجاد استحکام در ماده پایه می‌شود. اجزاء نانوکامپوزیتها بر اثر برهمکنش سطحی بین ماده پایه و مواد پرکننده، از خواص بهتری برخوردار می‌شوند. اجزای مواد نانوکامپوزیتی می‌توانند بر اثر تعامل بین سطح ماتریس و ذرات پُرکن، ترکیبی از خواص هر دو جزء را داشته باشند و بهتر عمل کنند[2]. ذرات نانولوله های کربنی به دلیل داشتن خواص مکانیکی منحصر به فرد مانند مدول الاستیک بالاتر از 1000گیگاپاسکال و استحکام کششی بالاتر از 100 گیگاپاسکال [4,3] به عنوان تقویت کننده‌ی مناسب در تولید کامپوزیتها مطرح می‌باشند. صفحات نانو گرافن از مجموعه اتمهای کربن سازمان یافته در شبکه‌های شش ضلعی با هیبریداسیون sp^2 تشکیل شده است[5]. آزمایش‌های انجام گرفته بر روی گرافن مشخص شد گرافن مدول یانگ 1 تراپاسکال را داراست. گرافن دارای ضرایب انتقال حرارت و الکتریسیته بالایی در راستای درون صفحه می‌باشد. این ویژگی سبب شده است گرافن به‌عنوان رسانای الکتریکی برای محیط‌های با حرارت بالا مناسب باشد [7,6].

اثر افزودن نانو ذرات در کامپوزیت پایه پلیمری توسط محققین زیادی مورد بررسی قرار گرفته است. آشنا قاسمی و همکاران [8] نشان دادند برای کامپوزیتهای تقویت‌شده با رزین اپوکسی و لاستیک XNBR، افزودن 0.75 درصد وزنی نانو صفحات گرافن در زمینه اپوکسی باعث افزایش 23 درصدی استحکام ضربه شده و حضور 1.5 درصد وزنی این نانو ذرات افزایش 20 درصدی مدول کششی را به دنبال دارد. استفاده از نانو ذرات اکسید تیتانیوم با درصد کم در نانوکامپوزیتها شامل ماتریسی از دو فاز پلیمری پلی پروپیلن/ پلی اتیلن، تقریباً 7 درصد استحکام ضربه نانوکامپوزیت را افزایش می‌دهد[9]. نانو کامپوزیت پلی‌پروپیلن/ نانوسیلیکا توسط گارسیکا و همکاران [10] مورد بررسی قرار گرفت. با افزودن نانو ذرات سیلیکا به پلی‌پروپیلن، افزایش 30 درصدی مدول یانگ و 68 درصدی استحکام ضربه گزارش شد. رفیعی و همکارانش [11] مدول الاستیسیته، مقاومت نهایی و چقرمگی شکست کامپوزیت با لحاظ گرافن و نانولوله های کربنی را بر روی رزین اپوکسی در کسر وزنی0.1 ± 0.002 بررسی کردند. نتایج نشان داد مدول الاستیسیته نانوکامپوزیت با نانوگرافن و نانولوله کربنی نسبت به کامپوزیت پلیمری بترتیب 31% و 3% افزایش یافت. همچنین مقاومت نهایی و چقرمگی شکست نانوکامپوزیت با نانوگرافن نسبت به نانولوله کربنی افزایش بیشتری دارد و بهبود خواص مکانیکی پلیمر تقویت شده با نانوگرافن از پلیمر تقویت شده با نانولوله کربنی بهتر است. با افزودن نانولوله کربنی به کامپوزیت هیبریدی [12] در آزمون ضربه شارپی مشخص شد که انرژی جذب‌شده تا شکست نمونه با نانو نسبت به نمونه کامپوزیت بدون نانو 21 درصد افزایش یافت. همچنین افزودن ذرات نانوسیلیکا و کربن به کامپوزیت هیبریدی پایه پلیمری نشان داد که افزودن ذرات نانو سبب بهبود استحکام ضربه می‌شود بطوری‌که برای درصد وزنی 1% نانو کربن استحکام ضربه 28% افزایش یافت[13]. واچارویچانت و همکارانش [14] با افزودن نانو ذرات اکسید تیتانیوم با درصدهای وزنی 1، 2 و 3 به پلی‌پروپیلن، افزایش مدول یانگ، استحکام کششی و استحکام ضربه پلی‌پروپیلن را مورد بررسی قرار دادند. نتایج نشان داد بیشترین افزایش مدول یانگ، استحکام کششی و استحکام ضربه مربوط به نانو ذرات اکسید تیتانیوم با 1% درصد وزنی می‌باشد. اثر نانوگرافن بر رفتار کششی و ضربه شارپی نانوکامپوزیتهای پلی‌پروپیلن توسط شکریه و احمدی جنیدی [15] مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که افزایش مطلوب خواص مکانیکی نظیر کرنش شکست، مدول یانگ و انرژی ضربه با افزودن 0.5، 1 و 2 درصد وزنی نانوگرافن حاصل می‌شود. کاظمی خسرق و همکاران [16]، اثر اصلاح سطحی نانو صفحات گرافن با درصدهای وزنی 0، 0.3 و 0.5 درصد وزنی بر خواص ضربه سرعت بالای کامپوزیت‌های پلیمری تقویت-شده با الیاف بازالت را مورد بررسی قرار دادند. نتایج نشان داد در نمونه حاوی 0.3 وزنی نانو، سرعت حد بالستیک و انرژی جذب‌شده بترتیب به میزان 11 و 23 درصد در مقایسه با نمونه بدون نانوگرافن بهبود یافت و نمونه حاوی 0.5 درصد وزنی نانوگرافن در مقایسه با نمونه 0.3 درصد وزنی عملکرد مناسبی نداشت.

با افزایش روز افزون کارایی مواد نانو و نانوکامپوزیت‌ها در زندگی روزمره و صنعت، تحقیقات گسترده‌ای در این زمینه آغاز شده است. همچنین رزین اپوکسی به طور گسترده به عنوان چسب، پوشش و زمینه کامپوزیت پلیمری مورد استفاده قرار می‌گیرد. این ماده به‌طور ذاتی ترد هست و اشاعه آسان میکروترک در آن سبب محدودشدن کاربرد آن می‌شود. لذا با توجه به نیاز صنایع مختلف از جمله هوافضا، افزایش چقرمگی رزین بایستی مورد ملاحظه قرار گیرد. بیشتر تحقیقات انجام شده در رابطه با تاثیر نانو بر کامپوزیت پایه پلیمری با الیاف شیشه، کربن و کولار می‌باشد. به همین دلیل در راستای تحقیقات گذشته و گسترش آنها، استفاده از الیاف طبیعی مانند بازالت در کامپوزیت‌های پایه پلیمری تقویت‌شده با نانو، مورد مطالعه قرار می‌گیرد. از نانولوله کربنی و نانوگرافن با درصد وزنی‌های 0.1 ، 0.3 و 0.5 جهت تقویت کامپوزیت با الیاف بازالت استفاده می‌شود. نمونه‌های نانوکامپوزیت تحت آزمون ضربه شارپی قرار گرفته و براساس انرژی جذب‌شده آنها مقدار استحکام ضربه محاسبه می‌شود و با استفاده از عکس برداری الکترونی FESEM سطح شکست نمونه‌ها مورد ملاحظه قرار می‌گیرد.

2- مواد و ساخت

نمونه‌های مختلفی از نانوکامپوزیت‌ها شامل ترکیب رزین اپوکسی و الیاف بازالت همراه با نانولوله‌های کربنی و یا نانوگرافن ساخته شده است. الیاف بازالت از محصولات شرکت بازالتکس که دارای دانسیته سطحی 300 گرم بر سانتیمترمربع و ضخامت 0.3 میلیمتر می‌باشد. در ساخت کامپوزیت از رزین اپوکسی اپوکیت KER 828 استفاده شده که نانولوله یا نانوگرافن در آن به‌طور یکنواخت پخش می‌شود. بدین منظور ابتدا رزین اپوکسی به نسبت وزنی 100 به 15 به وسیله استون رقیق شد تا از طریق کاهش ویسکوزیته رزین، بستر مناسبی برای توزیع نانولوله های کربنی در زمینه ایجاد شود. سپس نانو لوله‌های کربنی اصلاح سطحی شده به نسبت های وزنی 0.1 ، 0.3 و 0.5 درصد به رزین اپوکسی اضافه شده و با استفاده از یک همزن مکانیکی دور بالا به مدت 20 دقیقه با سرعت 2000 دور بر دقیقه همزده شد تا توزیع اولیه نانولوله‌ها در زمینه اپوکسی حاصل گردد. در ادامه و به منظور شکستن آگلومرهای موجود و دست‌یابی به پخش مناسبی از نانولوله های کربنی، مخلوط مورد نظر به مدت 90 دقیقه تحت امواج آلتراسونیک با استفاده هموژنایزر پروبی با فرکانس 24کیلوهرتز و توان 120 وات قرار گرفت.

در حین عملیات آلتراسونیک و به منظور جلوگیری از ایجاد گرمای اضافی، مخلوط مورد نظر در حمام آب و یخ قرار گرفت. در مرحله آخر به منظور حذف حباب های هوا، مخلوط حاصل به مدت 20 دقیقه توسط پمپ خلاء هواگیری

شد. چرخش مخلوط به کمک همزن مغناطیسی باعث شده تا حباب های هوا به سطح رسیده و خروج آنها راحت‌تر باشد. درمرحله آخر هاردنر با نسبت وزنی 100 به 10 به مخلوط اضافه گردید و به مدت 5 دقیقه عملیات اختلاط رزین تقویت شده و هاردنر بصورت دستی صورت پذیرفت. برای ساخت نمونه‌های نانو کامپوزیت از روش لایه‌گذاری دستی استفاده شده است. پس از ریختن رزین حاصل بر روی هر لایه بازالت، کامپوزیت چند لایه‌ای تحت فشار قرار گرفته و در دمای اتاق فرایند پخت صورت گرفته است. مطابق شکل 1 کامپوزیت‌ها به صورت صفحه‌های مربع شکل به ابعاد 25×25 سانتیمتر ساخته شدند. در ساخت کامپوزیت از نانولوله و نانو گرافن استفاده شد که درصد وزنی نانو 0.1 ، 0.3 و 0.5 درصد می‌باشد. نمونه‌ها مطابق استاندارد برش داده شده و برای آزمون ضربه شارپی آماده شدند.

Fig. 1 Composite plate before cutting

شکل 1 صفحه کامپوزیتی قبل از برش

نمونه‌های نانوکامپوزیت مطابق استاندارد ASTM D256 به طول 64 میلیمتر و عرض 10 میلیمتر برش داده شد. در هر نمونه با دستگاه CNC ناچ مطابق استاندارد ایجاد گردید و تعداد پنج نمونه برای هر درصد نانو در آزمون ضربه شارپی انتخاب گردید.

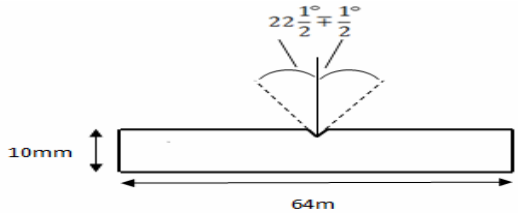


Fig. 2 Dimension of specimen according to standard

شکل 2 ابعاد نمونه مطابق استاندارد

پس از مرحله برش و جداسازی قطعات به منظور شفاف‌سازی و مشخص بودن قطعات در تمام مراحل کار، کدگذاری بر روی نمونه‌ها انجام شد. شکل 3-6، نمونه‌های کدگذاری شده را نشان می‌دهد. به طور مثال در قطعه (C 0.3 1)، منظور از C نانو لوله کربنی (CNT) و منظور از 0/3، نانولوله کربنی با 0.3 درصد وزنی و منظور از 1، نمونه شماره یک می باشد و به همین ترتیب منظور از کدگذاری در قطعه (G 0.5 2)، نمونه شماره 2 نانو گرافن با 0.5 درصد وزنی می‌باشد.

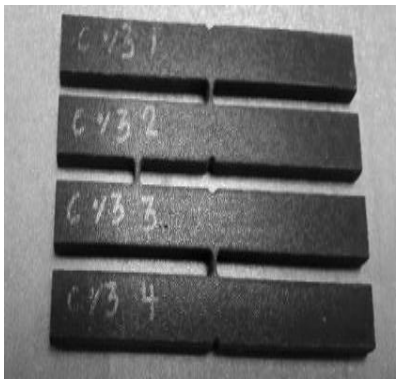


Fig. 3 Coded specimens

شکل3 نمونه‌های کدگذاری‌شده

آزمون ضربه شارپی با دستگاه پاندولی شکل انجام می‌شود. نمونه به صورت افقی بین دو تکیه گاه بسته می‌شود. آنگاه پاندول از ارتفاع مشخص رها می‌شود. مسیر حرکت پاندول در وسط دو تکیه‌گاه است. نمونه به گونه‌ای قرار داده شده است که پاندول دقیقا به پشت شیار برخورد کند. مقداری از انرژی جنبشی پاندول در اثر اصابت به نمونه و شکستن آن کاسته می‌شود. به دلیل کاهش انرژی جنبشی، پاندول به ارتفاع اولیه خود بر نمی‌گردد. دستگاه با محاسبه این اختلاف ارتفاع انرژی لازم جهت شکستن قطعه کامپوزیت و به عبارتی میزان انرژی ضربه‌ای جذب شده توسط هر نمونه را محاسبه می‌نماید.

3- بررسی استحکام ضربه نانولوله کربنی

در این قسمت نتایج حاصل از آزمایش ضربه شارپی بر روی کامپوزیت تقویت-شده با الیاف بازالت و نانولوله کربنی و نانوگرافن ارائه می‌شود. در ابتدا پاسخ نمونه‌ها با نانولوله کربنی با درصدهای وزنی متفاوت نانو مورد بررسی قرار می-گیرد.

در آزمایش شارپی، انرژی جذب شده بر سطح مقطع نمونه به عنوان استحکام ضربه محاسبه می‌گردد[17]. استحکام ضربه کامپوزیت با نانولوله کربنی و کامپوزیت بدون نانولوله در شکل 4 نشان داده شده است. با افزودن نانولوله کربنی به فاز زمینه کامپوزیت، استحکام ضربه افزایش می‌یابد. استحکام ضربه مربوط به نمونه نانولوله کربنی با 0.3 درصد وزنی نانو نسبت به نمونه بدون نانو لوله 36.5 درصد افزایش داشته درحالی‌که استحکام ضربه نمونه‌ها با نانو لوله کربنی 0.1 و 0.5 درصد وزنی نانو نسبت به نمونه بدون نانو لوله بترتیب 8.8و 18.5 درصد افزایش می‌یابد. با توجه به نتایج حاصل از تست ضربه شارپی نمونه‌های نانو کامپوزیتی، مقدار درصد وزنی نانولوله کربنی در فاز زمینه نانوکامپوزیت در میزان تغییرات استحکام ضربه نمونه‌ها نقش بسزا و قابل ملاحظه‌ای دارد، که این تغییرات می‌تواند ناشی از نحوه پخش نانو لوله‌ها در فاز زمینه و همچنین ایجاد استحکام متفاوت مابین فاز زمینه و الیاف با توجه تغییر درصد وزنی مواد نانو باشد. افزودن نانو لوله کربنی تا 0.1 درصد وزنی سبب افزایش استحکام ضربه تا 8.8 درصد می‌شود. با افزودن این میزان تا 0.3 درصد وزنی، استحکام ضربه تا 36.5 درصد به دلیل هم افزایشی تقویت ماتریس توسط نانو لوله با پل زنی افزایش می‌یابد. استفاده از 0.5 درصد وزنی نانو لوله کربنی به دلیل کلوخه‌شدن احتمالی ذرات موجب افت خواص استحکام ضربه می‌شود.

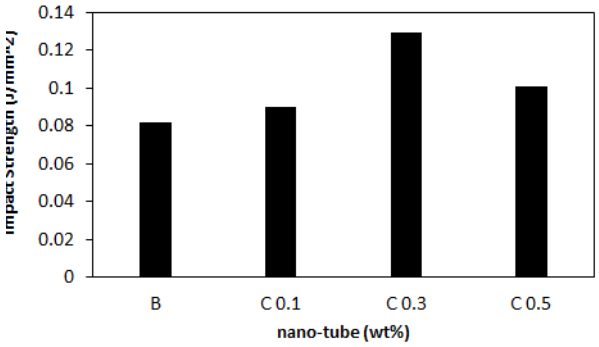


Fig. 4 Impact strength of nano-tube samples with different content and composite without nano-tube

شکل 4 استحکام ضربه نمونه‌های نانولوله با محتوی مختلف و کامپوزیت بدون نانولوله

3-1- بررسی میکروسکوپی سطح شکست نمونه های حاوی نانولوله کربنی

بررسی دقیق و کامل سطح شکست نمونه‌های نانوکامپوزیتی به علت وجود مواد نانو و پیوندهای میکروسکوپی میان فاز زمینه و الیاف و هچمنین نحوه پخش مواد نانو در فاز زمینه نیازمند مطالعه با دستگاه‌های میکروسکوپی الکترونی پیشرفته می‌باشد. بدین منظور بررسی سطح شکست نمونه‌ها و مکانیزم اثرگذاری نانو لوله‌های کربنی در فاز زمینه و نقش آنها در ایجاد و اشاعه ترک میکروسکوپی با استفاده از میکروسکوپ FESEM مورد مطالعه قرار گرفت.

یکی از موارد مهم در ایجاد ترک اولیه و میزان انرژی جذب شده شکست، پیوند میان فاز زمینه و الیاف می‌باشد. بدین منظور سطح الیاف در ناحیه شکست نمونه کامپوزیت بدون نانولوله در شکل 5 و سطح شکست نمونه نانو کامپوزیت با 0.3 درصد وزنی نانولوله کربنی در شکل 6 نشان داده شده است. از مقایسه دو شکل 5 و 6 می‌توان دریافت سطح الیاف در نمونه کامپوزیتی، سطحی صاف‌تر است و مواد زمینه کمتری در سطح الیاف وجود دارد که این نشان‌دهنده پیوند و چسبندگی ضعیف‌تر مابین الیاف و زمینه می‌باشد در صورتی‌که برای نمونه نانوکامپوزیتی سطح الیاف آکنده از ذرات مواد زمینه می‌باشد.

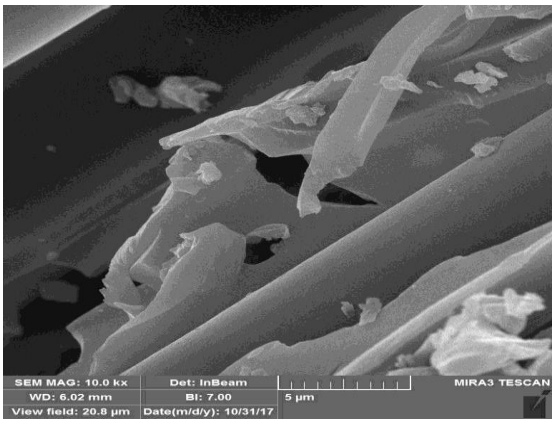


Fig. 5 Fiber surface without nanotube

شکل 5 سطح الیاف بدون نانو لوله

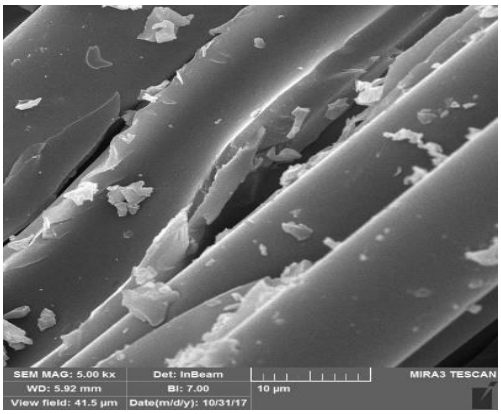


Fig. 6 Fiber surface with nanotube

شکل 6 سطح الیاف با نانو لوله

همچنین بیرون‌زدگی الیاف از سطح زمینه در ناحیه شکست نمونه کامپوزیت بدون نانو لوله در شکل 7 و سطح شکست نمونه نانو کامپوزیت با 0.3 درصد وزنی نانو لوله کربنی در شکل 8 نشان داده شده است.

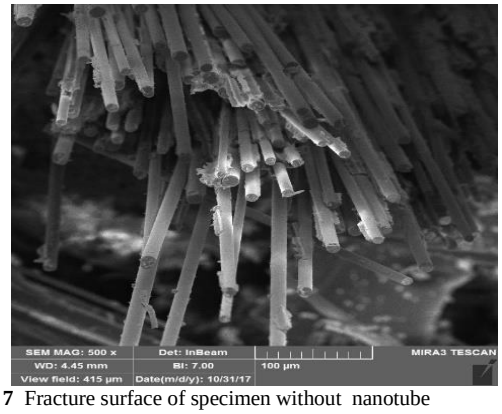


Fig. 7 Fracture surface of specimen without nanotube

شکل 7 سطح شکست نمونه بدون نانو لوله کربنی

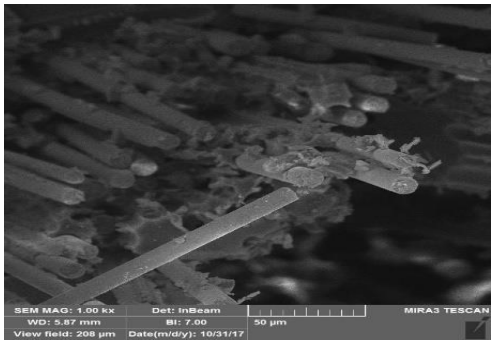


Fig. 8 Fracture surface of specimen with nanotube(0.3% wt)

شکل 8 سطح شکست نمونه با نانو لوله کربنی (0.3 درصد وزنی)

با مقایسه دو شکل 7 و 8 می‌توان مشاهده نمود که الیاف در نمونه کامپوزیتی به طور مجزا از سطح شکست جدا شده اما درحضور نانو لوله بیرون-زدگی الیاف از زمینه در سطح شکست به‌طور یکنواخت و چسبنده می‌باشد که مواد زمینه در سطح شکست الیاف را احاطه کرده که علت آن تقویت چسبندگی مابین فاز زمینه و الیاف توسط نانو لوله‌های کربنی می‌باشد. یکی از دلایل افزایش این استحکام و افزایش قابل ملاحظه انرژی جذب‌شده شکست در

نانوکامپوزیت با 0.3 درصد وزنی نانولوله، رخ دادن مکانیزم پل‌زنی ترک توسط نانو لوله‌های کربنی می‌باشد. بیرون‌زدگی نانو لوله‌ها از سطح زمینه در شکل 9، نمایانگر وقوع این پدیده در نانوکامپوزیت با 0.3درصد وزنی نانولوله کربنی می‌باشد. همانطور که مشاهده می‌شود نانولوله‌ها همانند یک پل بر روی ترک قرار گرفته‌اند.

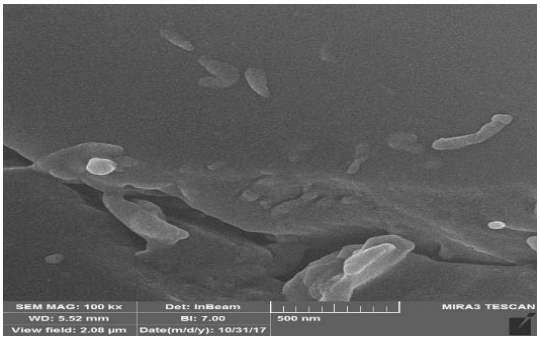


Fig. 9 Crack bridging effect of nanocomposite with 0.3% wt nanotube

شکل 9 اثر پل زنی ترک نانو کامپوزیت با 0/3 درصد وزنی نانو

یکی از مسائلی که می‌تواند باعث کاهش میزان انرژی شکست نمونه‌های حاوی 0.5درصد وزنی نانو لوله نسبت به 0.3 درصد وزنی نانولوله شود، پدیده کلوخه‌شدن نانو لوله‌های کربنی به علت افزایش نانولوله‌ها و پخش ناهمگن در فاز زمینه می‌باشد. شکل 10، سطح شکست نانو کامپوزیت حاوی 0.5 درصد وزنی نانولوله کربنی با بزرگنمایی 500 نانو متر را نشان می‌دهد که در آن پدیده کلوخه‌شدن و وجود آگلومره‌ها در زمینه که باعث به وجود آمدن مراکز تمرکز تنش و سهولت در اشاعه ترک شده قابل مشاهده است.

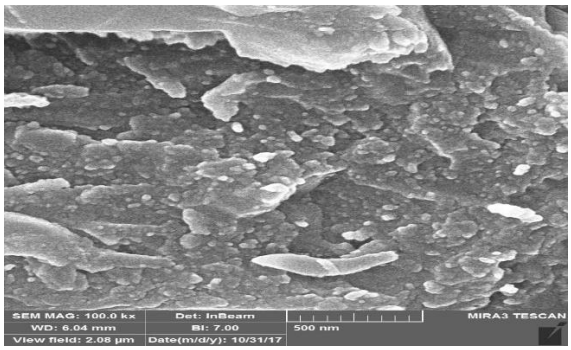


Fig. 10 Agglomeraion of nano particle in sample with 0.5 %wt carbon nanotube

شکل 10کلوخه شدن نانوذرات در نمونه نانو با 0/5 درصد وزنی نانو لوله کربنی

همانطور که در شکل‌های 4 تا 10 نشان داده شده است استحکام ضربه با افزایش مقادیر نانولوله کربنی بیشتر می‌شود و این بدان علت است که انرژی لازم برای شکست نمونه‌ها به شدت تحت تاثیر نحوه پخش نانولوله‌های کربنی در زمینه یا ماتریس است. نخستین مد تخریب در کامپوزیت‌های لایه‌ای، تشکیل میکروترک در زمینه یا ماتریس است. زمینه به عنوان ضعیف‌ترین ناحیه در کامپوزیت‌ها محسوب می‌شود. ترک‌های ایجاد شده، در اثر بار اعمال شده به نمونه بخاطر ضربه شارپی در زمینه رشد کرده تا به فصل مشترک الیاف و زمینه برسند. اگر پیوند بین زمینه و الیاف به اندازه کافی مستحکم نباشد ترک به راحتی در طول فصل مشترک رشد پیدا می‌کند. افزودن نانولوله‌های کربنی به میزان 0.1 درصد وزنی استحکام فصل مشترک بین زمینه و الیاف را تا حد کمی بهبود می‌بخشد، اما این درصد وزنی نانو در حدی نمی‌باشد که نانولوله کربنی به‌طور همگن و یکنواخت در تمامی زمینه پخش شود. با افزایش نانولوله کربنی به میزان 0.3 درصد وزنی و پخش مطلوب نانولوله های کربنی درون زمینه اپوکسی باعث می‌شود، که آنها به علت دارا بودن نسبت طول به قطر بالا به عنوان پلی مانع از باز شدن دهانه ترک در حال رشد شوند. بنابراین دراین حالت انرژی بیشتری برای اشاعه ترک نیاز است که باعث می‌شود میزان جذب انرژی نمونه افزایش پیدا کند. این مکانیزم تحت عنوان مکانیزم پل زنی ترک اطلاق می‌شود. با افزودن 0.5 درصد وزنی نانولوله کربنی و مقادیر بالای نانولوله کربنی تا حدی پیوند مابین زمینه و الیاف قوی‌تر می‌شود اما به دلیل توزیع نامطلوب درون زمینه اپوکسی منجر به پدیده کلوخه‌شدن و ایجاد اگلومره‌های متشکل از نانولوله های کربنی می‌شود. مناطق کلوخه شده به عنوان محل تمرکز تنش عمل کرده و منجر به کاهش انرژی مورد نیاز اشاعه ترک می‌شوند. همچنین کلوخه‌ها باعث همگرایی ترک‌ها و همچنین به عنوان مناطق اولیه ایجاد ترک عمل می‌کنند که در نتیجه باعث افت نسبی انرژی شکست کامپوزیت می‌شوند.

4- بررسی استحکام ضربه نانوگرافن

در این قسمت اثر افزودن نانو گرافن بر کامپوزیت تقویت شده با بازالت مورد بررسی قرار می‌گیرد. با تغییر درصد وزنی مواد نانو در میزان انرژی دینامیکی شکست نانو کامپوزیت‌های حاوی نانوگرافن همانند نانو کامپوزیت‌های حاوی نانولوله تغییرات قابل ملاحظه‌ای مشاهده می‌شود؛ به طوری که با افزایش مقدار درصد وزنی نانوگرافن، میزان انرژی جذب شده شکست کاهش می یابد. شکل 11 نمودار انرژی شکست کامپوزیت با نانوگرافن با درصدهای وزنی متفاوت را نشان می‌دهد. با توجه به شکل 11 با افزودن 0.1 درصد وزنی نانوگرافن به سطح زمینه، انرژِی جذب شده سطح شکست نسبت به حالت کامپوزیت بدون ذرات نانو، 50.7 درصد افزایش می‌یابد و با افزودن 0.3درصد وزنی نانوگرافن، افزایش انرژی شکست به میزان 12.4 درصد و 0.5 درصد وزنی نانوگرافن، به میزان 38.4 درصد افزایش می‌یابد.

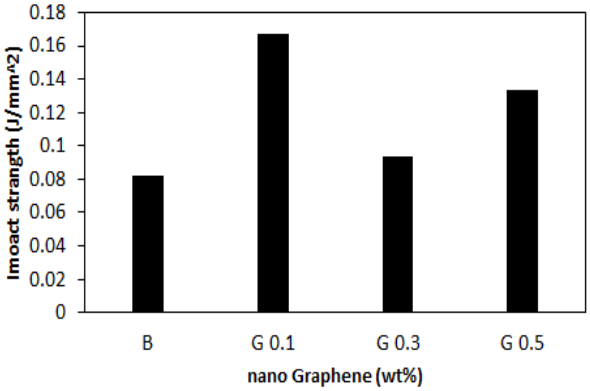


Fig. 11 Impact strength of composite with different content of nano Graphene

شکل 11 استحکام ضربه نانو کامپوزیت های با محتوی مختلف نانوگرافن

همان‌گونه که از شکل 11 مشاهده می‌گردد افزودن 0.1 درصد وزنی نانوگرافن بالاترین تغییر در افزایش انرژی سطحی شکست را دارا می باشد و با افزایش درصد وزنی انرژی دینامیکی شکست کاهش می یابد. درکل افزودن نانوگرافن به سطح زمینه اگر به طور مناسب پراکنده شده و بر هم کنش قوی در سطح مشترک گرافن و پلیمر وجود داشته باشد باعث افزایش انرژی سطحی شکست و بهبود خواص ضربه پذیری کامپوزیت می‌گردد. افزودن 0.1 درصد وزنی نانوگرافن به کامپوزیت سبب ایجاد سطح ویژه زیاد صفحات گرافن شده و چسبندگی بین سطح مشترک فازها افزایش می یابد.

یکی از دلایل کاهش میزان انرژی سطحی شکست با افزایش درصد وزنی گرافن به میزان 0.3 درصد وزنی، افزایش لغزش صفحات گرافن بر روی هم می باشد که با افزایش درصد وزنی نانوگرافن به میزان 0.5 درصد وزنی نسبت به 0.3 درصد وزنی نانوگرافن، انرژی جذب شده 23 درصد افزایش می‌یابد که می‌تواند به علت افزایش چگالی و کاهش لغزندگی سطحی ذرات گرافن در فاز زمینه باشد[8].

4-1- بررسی میکروسکوپی سطح شکست نانو کامپوزیت های گرافن

به منظور بررسی دقیق سطح شکست نمونه‌ها و بررسی میزان و نحوه بیرون-زدگی الیاف از سطح شکست و همچنین تاثیر ذرات گرافن در پیوند میان الیاف و فاز زمینه نمونه های نانو کامپوزیت با درصد وزنی متفاوت تحت عکس برداری FESEM قرار داده، که در ادامه به مطالعه عکس‌های بدست آمده و بررسی و تحلیل نتایج پرداخته می‌شود.

سطح شکست نانوکامپوزیت با 0.1 درصد وزنی نانوگرافن در شکل 12 نمایش داده شده است. الیاف در سطح شکست کاملا توسط زمینه احاطه شده-اند و بیرون‌زدگی الیاف در سطح شکست وجود ندارد که این موضوع موید چسبندگی قوی الیاف و زمینه بواسطه وجود نانوگرافن در زمینه می‌باشد.

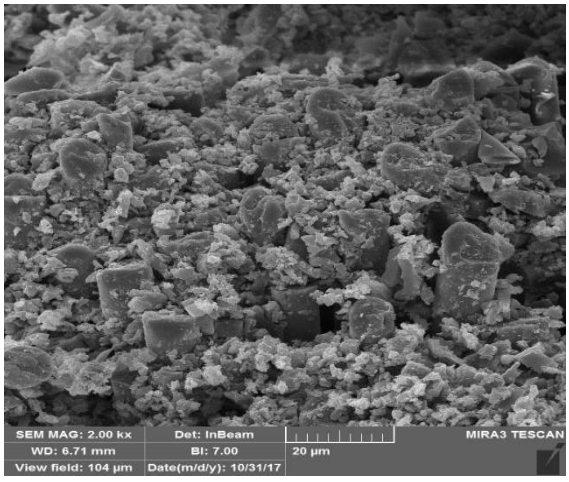


Fig. 12 Fracture surface of nanocomposite with 0.1 %wt graphene
شکل12 سطح شکست نانوکامپوزیت با 0.1 درصد وزنی گرافن

در شکل 13، سطح شکست نانو کامپوزیت با 0.3 درصد وزنی نانوگرافن و در شکل14 سطح شکست نانو کامپوزیت با 0.5 درصد وزنی نشان داده است. همان‌گونه که مشاهده می‌گردد در شکل 13، بیرون زدگی الیاف نسبت به شکل 14 بیشتر می‌باشد که این موضوع حاکی از آن است که افزایش درصد وزنی نانوگرافن سبب بیشتر نمودن چسبندگی میان فاز زمینه با الیاف شده و تا حدی لغزش سطحی نانوگرافن بر روی هم را در فاز زمینه بهبود بخشیده است[8]. بدلیل ماهیت غیر قطبی نانوگرافن، الیاف و ماتریس نتایج نشان می-دهد افزودن نانوگرافن تا 0.1 درصد تمایل به تقویت الیاف دارد، افزایش این میزان تا 0.3 نانو گرافن به بهبود و سازگاری الیاف و ماتریس تمایل دارد در صورتیکه با افزودن نانوگرافن به 0.5 درصد، نانوگرافن علاوه بر تمایل نانو گرافن به الیاف و ماتریس احتمالا میتواند فصل مشترک الیاف و ماتریس را نیز تقویت نماید که منجر به استحکام بیشتر کامپوزیت می‌گردد.

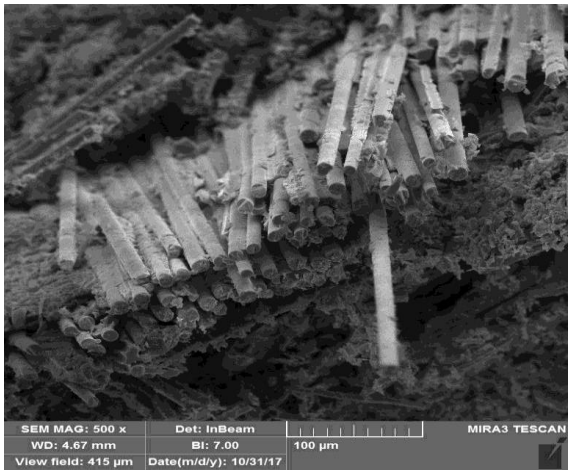


Fig. 13 Fracture surface of nanocomposite with 0.3 %wt graphene
شکل 13 سطح شکست نانوکامپوزیت با 0.3 درصد وزنی گرافن

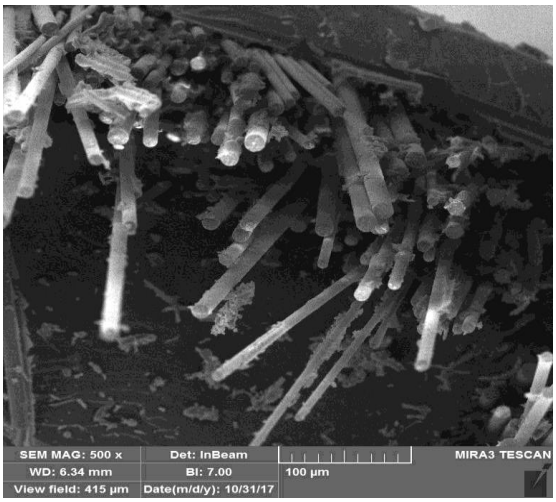


Fig. 14 Fracture surface of nanocomposite with 0.5 %wt graphene
شکل 14 سطح شکست نانوکامپوزیت با 0.5 درصد وزنی گرافن

در جدول 1 انرژی جذب‌شده تا شکست نمونه‌ها برای نمونه‌های کامپوزیت بدون نانو که در جدول با B نشان داده شده است و کامپوزیت با لحاظ نانولوله کربنی و نانوگرافن آورده شده است. بیشترین انرژی جذب‌شده و استحکام ضربه مربوط به کامپوزیت حاوی 0.1 درصد نانوگرافن می‌باشد. در نانوکامپوزیت با 0.1 درصد نانوگرافن، انرژی جذب‌شده میانگین 7.23 ژول و استحکام ضربه میانگین 0.1668 ژول بر میلیمتر مربع می‌باشد. کامپوزیت با نانولوله کربنی

دارای روند متفاوتی بوده و کمترین انرژی جذب‌شده و استحکام ضربه در بین نانوکامپوزیت‌ها مربوط به نانوکامپوزیت حاوی 0.1 درصد نانولوله کربنی می‌باشد بطوریکه برای نانوکامپوزیت حاوی 0.1 درصد نانولوله کربنی، انرژی جذب‌شده میانگین 3.8 ژول و استحکام ضربه 0.0901 ژول بر میلیمتر می‌باشد. با افزودن نانولوله کربنی تا 0.3 درصد وزنی استحکام ضربه تا 36.5 درصد افزایش می‌یابد و استحکام ضربه برای نانوکامپوزیت با 0.3 وزنی نانولوله کربنی بیشترین مقدار می‌باشد. در این حالت هم افزایشی تقویت ماتریس توسط نانو لوله با پل زنی سبب افزایش استحکام ضربه شده است.

در شکل 15 تغییرات انرژی شکست درصدهای وزنی متفاوت نمونه‌های نانوکامپوزیت گرافن و نانولوله کربنی و همچنین کامپوزیت بدون حضور مواد نانو در زمینه مقایسه گردیده است. بهبود خواص نانو کامپوزیت‌های تقویت شده با نانوگرافن بیشتر از نانولوله های کربن است. یکی از دلایل این نتایج مساحت سطح تماس بیشتر صفحات گرافن و نسبت زیاد طول به عرض صفحات گرافن در مقایسه با نانولوله های کربنی می‌باشد.

افزودن 0.1 درصد وزنی نانوگرافن به سطح زمینه نسبت به درصدهای وزنی دیگر، بالاترین استحکام ضربه را دارا می‌باشد اما با افزودن 0.1 درصد وزنی نانو لوله تغییر چندانی در استحکام ضربه مشاهده نمی‌گردد. نانوکامپوزیت با 0.3درصد وزنی نانو لوله و 0.5درصد وزنی نانوگرافن استحکام ضربه یکسانی دارند. نکته قابل توجه درنمودار اختلاف 23 درصدی مابین 0.5 درصد وزنی نانولوله کربنی و 0.5 درصد وزنی نانوگرافن می‌باشد که خود نشان دهنده این موضوع می‌باشد که پدیده کلوخه‌شدن در نانولوله کربنی و ایجاد تمرکزتنش در مناطق کلوخه شده تاثیر بیشتری بر روی اشاعه ترک و کاهش انرژی شکست نسبت لغزندگی سطحی مابین صفحات گرافن می‌گذارد.

جدول 1 انرژی جذب‌شده و استحکام ضربه نمونه‌های کامپوزیت و نانوکامپوزیت

Table 1 Absorbed energy and impact strength of composite and nanocomposite specimens

نمونه	مساحت (mm^2)	انرژی ضربه (J)	نسبت انرژی به مساحت (J/mm^2)
B1	43.99	3.7	0.0858
B2	43.38	3.9	0.0899
B3	42.90	3.2	0.0746
C 0.1 1	42.55	3.6	0.0846
C 0.1 2	42.41	3.9	0.0919
C 0.1 3	41.49	3.9	0.0939
C 0.3 1	45.48	6.3	0.1385
C 0.3 2	44.74	6.3	0.1408
C 0.3 3	47.44	6.5	0.1370
C 0.5 1	37.81	4.1	0.1084
C 0.5 2	37.98	3.5	0.0921
C 0.5 3	37.12	3.8	0.1024
G 0.1 1	43.40	7	0.1613
G 0.1 2	43.59	7.7	0.1766
G 0.1 3	43.04	7	0.1626
G 0.3 1	41.678	4.1	0.0983
G 0.3 2	41.82	4.1	0.098
G 0.3 3	41.13	3.5	0.0851
G 0.5 1	42.90	5.7	0.1329
G 0.5 2	43.01	5.6	0.1302
G 0.5 3	42.22	5.8	0.1374

در کل می‌توان علت بهبود خواص ضربه‌پذیری نانو کامپوزیت‌های گرافن نسبت نانو کامپوزیت‌های نانولوله کربنی را در هم تنیدگی و چسبندگی مکانیکی به دلیل سطح چروک‌خورده گرافیت اکسید لایه لایه شده به روش گرمایی و وجود پیوند هیدروژنی بین زنجیره‌های پلیمری و گروه‌های اکسیژنی موجود روی سطح صفحات گرافن بیان نمود.

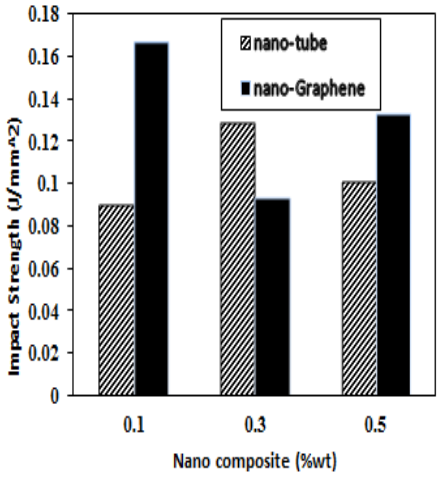


Fig. 15 Comparing the impact strength of nano tube and graphene

شکل 15 مقایسه استحکام ضربه نانو لوله و گرافن

5-نتیجه گیری

در این مقاله نانوکامپوزیت تقویت‌شده با بازالت و نانو لوله و نانو گرافن تحت ضربه شارپی مورد بررسی قرار گرفت. میزان تغییر انرژی ضربه جذب شده توسط دستگاه ضربه شارپی تحت تأثیرافزودن مواد نانو لوله کربنی و گرافن با درصد وزنی های0.1 ، 0.3 و 0.5 به عنوان ذرات نانو بر روی کامپوزیت متشکل از رزین اپوکسی و الیاف بازالت بررسی شده است که نتایج حاصل به شرح ذیل می باشد:

شکست ایجاد شده در اثر ضربه شارپی در همه نمونه های کامپوزیت و نانو کامپوزیت از نوع ترد است.

در سطح مقطع همه نمونه‌های آزمایش شده، پاره شدن الیاف همراه با خروج آنها از زمینه و جدا شدن لایه‌های کامپوزیت اتفاق افتاده است.

میزان پاره شدن الیاف هچنین خروج آنها از زمینه و جدا شدن لایه‌ها با توجه حضور مواد نانو همچنین نوع مواد نانو و میزان درصد وزنی مواد نانو استفاده شده متفاوت است.

میزان انرژی ضربه جذب شده درحضور مواد نانو با تمامی درصد وزنی‌های متفاوت نسبت به نمونه کامپوزیتی افزایش یافته است.

بیشترین میزان افزایش انرژی ضربه جذب‌شده در نمونه‌های نانوکامپوزیت تقویت‌شده با نانولوله و نانو گرافن برای نمونه‌های نانوکامپوزیت حاوی 0.1 درصد وزنی نانوگرافن می‌باشد.

بیشترین میزان افزایش انرژی ضربه جذب شده در نمونه‌های کامپوزیت نانو لوله کربنی، مربوط به نمونه‌های حاوی 0.3 درصد وزنی از نانو لوله کربنی می‌باشد.

استحکام ضربه نانولوله کربنی 0.3 درصد وزنی نسبت به 0.1 درصد وزنی افزایش یافت که این میزان با افزایش نانولوله کربنی به مقدار 0.5 درصد وزنی، 23% کاهش یافت.

در تمامی نمونه‌های نانوکامپوزیت گرافن پیوند قوی تری میان مواد زمینه و الیاف و بیرون‌زدگی کمتر الیاف نسبت به سایر نمونه‌ها مشاهده گردید. با افزایش مقدار درصد وزنی نانوگرافن نسبت به 0.1 درصد وزنی نانوگرافن، کاهش میزان انرژی ضربه جذب شده مشاهده گردید.

با افزایش نانوگرافن به مقدار 0.3 درصد وزنی نسبت به 0.1 درصد وزنی پدیده لغزندگی سطحی میان نانوگرافن افزایش یافته اما با افزایش مقدار نانوگرافن به میزان 0.5 درصد وزنی این پدیده به علت چین‌خوردگی میان صفحات گرافن کاهش می‌یابد.

با توجه به چسبندگی بالاتر ذرات گرافن و اختلاط راحت‌تر آن ها در مواد زمینه و قیمت پایین تر ذرات گرافن نسبت مواد نانو لوله، استفاده از مواد نانو گرافن مقرون به صرفه تر از مواد نانو لوله کربنی می‌باشد.

6- مراجع

[1] Stevanovic, M. M. and Stecenko T. B., "Mechanical Behaviour of Carbon and Glass Hybrid Fibre Reinforced Polyester Composites" Journal of Material Science, Vol. 27, pp. 941–946, 1992.

[2] Fischer, H., "Polymer nanocomposites: From Fundamental Research to Specific Applications," Materials Science and Engineering: C, Vol. 23, pp. 763-772, 2003.

[3] Treacy, M. M. J., Ebbesen, T. W. and Gibson, J. M., "Exceptionally high Young's Modulus Observed for Individual Carbon Nanotubes," Nature, Vol. 381, No. 6584, pp. 678–680, 1996.

[4] Wong, E. W., Sheehan, P. E. and Lieber, C. M., "Nanobeam mechanics: Elasticity, Strength, and Toughness of Nanorods and Nanotubes," Science, Vol. 277, No. 5334, pp. 1971–1974, 1997.

[5] Stankovich, S., Dikin, D. A., Dommett, G. H. B., Kohlhaas, K. M., Zimney, E. J., Stach, E. A., Piner, R. D., Nguyen, S. T. and Ruoff, R. S., "Graphene-Based Composite Materials, "Nature, Vol. 442, No. 7100, pp. 282-286.2006.

[6] Androulidakis, C., Tsoukleri, G., Koutroumanis, N., Gkikas, G., Pappas, P., Parthenios, J., Papagelis, K. and Galiotis, C. "Experimentally Derived Axial Stress–Strain Relations for Two-Dimensional Materials such as Monolayer Graphene, Carbon" Vol. 81, No. 1, pp. 322-328, 2015.

[7] Sadeghzadeh, S. and Liu, L., "Resistance and Rupture Analysis of Singleand Few-Layer Graphene Nanosheets Impacted by Various Projectiles," Superlattices and Microstructures, Vol. 97, No. 1, pp. 617-629, 2016.

[8] Ashenai Ghasemi, F., Saberian, M.H., Ghasemi, I. and Daneshpayeh, S., "Experimental Investigation on Mechanical Properties of Hybrid Nano-Compositebased on Epoxy/ Graphene Nano-Platelets/ Carboxylated Acrylonitrile Butadiene Rubber," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, in press.

[9] Ashenai Ghasemi, F., Ghasemi, I. and Daneshpayeh, S., "An Investigation of Titanium Dioxide Nanoparticles Effect on the Impact Strength, Tensile Strength and Elastic Modulus of Polypropylene/Linear Low Density Polyethylene (PP/LLDPE) Blends," In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol.4, No. 4, pp. 386-390, 2017.

[10] Garcia, M., Vilet, G.V. and Jain,S., "Polypropylene/SiO2 Nanocomposites with Improved Mechanical Properties," Journal reviews on advanced materials science. Vol. 6, No. 2, pp. 169-175, 2004.

[11] Rafiee, M. A., Rafiee, J., Wang, Z., Song, H. and Koratkar, N., "Enhanced Mechanical Properties of Nanocomposites at Low Graphene Content," ACS NANO, Vol. 3, No. 12, pp. 3884-3890, 2009.

[12] Sharma S.P. and Lakkad S.C., "Impact Behavior and Fractographic Study of Carbon Nanotubes Grafted Carbon Fiber-Reinforced Epoxy Matrix Multi-Scale Hybrid Composites," Composite Part A: Applied science and manufacturing, Vol. 69, pp. 124–131, 2015.

[13] Megahed, M., Megahed AA and Agwa, MA., "The Influence of Incorporation of Silica and Carbon Nanoparticles on the Mechanical Properties of Hybrid Glass Fiber Reinforced Epoxy," Journal of industrial of textiles, In press.

[14] Wacharawichananat, S., Thongyai, S. and Tipsri, T.,"Effect of Mixing Conditions and Particle Sizes of Titanium Dioxide on Mechanical and Morphological Properties of Polypropylene/Titanium Dioxide Composites", Iranian Polymer Journal, Vol. 18, No. 8, pp. 607-616, 2009.

[15] Shokrieh, M. M. Zeinedini, A. Ghoreishi, S. M., "Effects of Adding Multiwall Carbon Nanotubes on Mechanical Properties of Epoxy Resin and Glass/Epoxy Laminated Composites", In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol. 15, No 9, pp. 125-133, 2015.

[16] Kazemi khasrag, E. Siadati, M. H. and Eslami-Farsani, R., "Effect of Surface Modification of Graphene Nanoplatelets on the High Velocity Impact Behavior of Basalt Fibers Reinforced Polymer-Based Composites", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 5, No. 1, pp. 109-116, 2018.

[17] Zabihi, O., Ahmadi, M., Nikafsha S. Preyeswary K.C. and Naebe, M.,A Technical Review on Epoxy-Clay Nanocomposites: Structure, Properties, and Their Applications in Fiber Reinforced Cmposites, Composite Part B: Engineering , V. 135,pp 1-24, 2018.

جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 419-426

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیـــت**

http://jstc.iust.ac.ir

مطالعه تجربی ریز ساختار، خواص حرارتی و مکانیکی نانو کامپوزیت‌های PA6/NBR تقویت شده با نانو ذرات گرافن

محمد رضا نخعی[1*]، شهره محمدی[2] ، قاسم نادری[3]، میر حمید رضا قریشی[3]

1- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه شهید بهشتی، تهران

2- دانشجو، مهندسی پلیمر، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران جنوب، تهران

3- استاد، مهندسی پلیمر، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران، تهران

* تهران، صندوق پستی 16589-53571، m_nakhaei@sbu.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/8/28

پذیرش: 97/11/24

کلیدواژگان:

پلی آمید 6

لاستیک آکریلونیتریل بوتادین

نانو صفحات گرافن

نانو کامپوزیت

خواص مکانیکی

چکیده

در این تحقیق، ترموپلاستیک الاستومر بر پایه پلی آمید 6 (PA6) و لاستیک آکریلونیتریل بوتادین (NBR) تقویت شده با نانو صفحات گرافن (GNP) با مخلوط کن داخلی تولید شد. تاثیر درصد GNP (0.5، 1 و 2 درصد وزنی) بر روی خواص حرارتی، مکانیکی و ریزساختار سه ترکیب درصد نانوکامپوزیت PA6/NBR (90/10، 70/30 و 50/50) مورد بررسی قرار گرفت. آزمون پراش پرتو ایکس (XRD)، گرماسنجی تفاضلی روبشی (DSC)، آنالیز دینامیکی مکانیکی حرارتی (DMTA)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و تست های مکانیکی انجام شد تا ریز ساختار، خواص حرارتی و مکانیکی این نانو کامپوزیت ها مورد بررسی قرار گیرد. نتایج نشان می دهد که خواص مکانیکی نانو کامپوزیت های PA6/NBR/GNP مثل استحکام و مدول کششی با افزایش GNP در مخلوط PA6/NBR افزایش می یابد، در حالی که با افزایش مقدار NBR این خواص کاهش می یابد. بررسی تاثیر درصد GNP و NBR بر روی رفتار بلورینگی نانوکامپوزیت های PA6/NBR/GNP نشان می دهد که دمای بلورینگی PA6 در حضور GNP افزایش می یابد درحالی که افزایش NBR باعث کاهش دمای بلورینگی می شود. مدول ذخیره PA6، در حضور GNP به مقادیر بالاتر تغییر می کند. بهبود مدول ذخیره در حضور نانو ذرات به دلیل سختی فوق العاده GPN و کاهش حرکت زنجیره های پلیمری است.

Experimental study of microstructure, thermal and mechanical properties of PA6/NBR nanocomposites reinforced with graphene nanoparticle

Mohammad Reza Nakhaei[1*], Shohreh Mohammadi[2], Ghasem Naderi[3], Mir Hamid Reza Ghoreishy[3]

1-Faculty of Mechanic and Energy, Shahid Beheshti University, Tehran, Iran.
2-- Department of Polymer Engineering, Islamic Azad University, South-Tehran Branch, Tehran, Iran.
3- - Faculty of Processing, Iran Polymer and Petrochemical Institute, Tehran, Iran
* P.O.B. 16589-53571, Tehran, Iran, m_nakhaei@sbu.ac.ir

Keywords

Polyamide 6
Acrylonitrile butadiene rubber
Graphene nano-platelets
Nanocomposite
Mechanical properties

Abstract

In this study, thermoplastic elastomer (TPE) nanocomposites based on polyamide-6 (PA6) and acrylonitrile butadiene rubber (NBR) reinforced by Graphene nanoparticle (GNP) were prepared via a Haake internal mixer. The effects of GNP content (0.5, 1 and 2 wt. %) on the thermal, mechanical, and microstructure properties of three composition ratios of PA6/NBR (90/10, 70/30 and 50/50) nanocomposites were investigated. X-ray diffraction (XRD), differential scanning calorimetry (DSC), dynamic mechanical thermal analysis (DMTA), scanning electron microscopy (SEM) and mechanical (tensile and impact) test were performed to determine the morphology and mechanical and thermal properties of this nanocomposite. The results showed that the mechanical characteristics of the PA6/NBR/GNP nanocomposites such as the tensile and modulus strength increased with increasing of GNP content in PA6/NBR blends, while these properties decreased when NBR content increased. Investigating the effect of GNP and NBR content on the crystallization behavior of PA6/NBR/GNP nanocomposites show that the crystallization temperature of PA6 increased with the presence of GNP whereas the increase in NBR phase content leads to reduction of crystallization temperature. The storage modulus of PA6 shifts to higher value with the presence of GNP. The improvement of the storage modulus, with the introduction of nanoparticles was the result of the extraordinary stiffness of GNPs and the restricted mobility of the polymer chains.

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Nakhaei, M.R. Mohammadi, Sh. Naderi, Gh. and Ghoreishy, M.H.R. "Experimental study of microstructure, thermal and mechanical properties of PA6/NBR nanocomposites reinforced with graphene nanoparticle", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No.3, pp. 419-426, 2019.

1-مقدمه

پلی آمید جزء پلیمرهای پرکاربردی است که بطور قابل توجه ای در صنایع تولیدی، پزشکی و بسته بندی استفاده می‌شود[2,1]. استفاده از پلی آمید به دلیل خواص مکانیکی، حرارتی و سایشی نسبتا مناسب تر آن نسبت به دیگر پلیمرها است. نانو کامپوزیت نایلون 6 تقویت شده با خاک رس ابتدا توسط محققان شرکت تویوتا مورد بررسی قرار گرفتند و در سال های اخیر نیز این مواد توسط صنایع و موسسات تحقیقاتی مورد توجه قرار گرفته اند[4,3]. تولید و تجاری سازی نانو کامپوزیت های پلیمری با حضور نانو ذراتی مثل سیلیکات های لایه ای و لوله ای مثل خاک رس و هالوسیت، نانو ذرات فلزی، نانوتیوپ های کربنی و نانو گرافن به سرعت پیشرفت کرده است[6,5]. این مواد با اضافه کردن درصد وزنی بسیار کم نانو ذرات (حداکثر 5% برای خاک رس و حدود 2% برای گرافن) در ماده پایه تولید می شوند. این درصد بسیار کم باعث بهبود قابل توجه در خواص مکانیکی (مدول و استحکام) و خواص حرارتی (مقاوت حرارتی و اشتعال پذیری) می شود در حالی که باعث کاهش استحکام ضربه می شود که برای از بین بردن این عیب از یک الاستومر در کنار ماده پایه استفاده می شود و بعد به آن ذرات تقویت کننده را اضافه می کنند[9-7].

نانوصفحات گرافن دارای ساختار دوبعدی لانه زنبوری می باشد که اتم های تشکیل دهنده آن از کربن می باشد. گرافن به علت داشتن خواص فوق العاده مکانیکی، چگالی بالا، رسانایی الکتریکی و گرمایی و خواص نوری به ماده ای منحصر به فرد تبدیل شده است. ساختار گرافن به صورت لایه ای می باشد که لایه‌های گرافنی از 3 تا 10 لایه را به نام گرافن کم لایه و بین 10 تا 30 لایه را به نام گرافن چند لایه می‌نامند[10,11].

پلی آمید 6 یک پلیمر نیمه بلورین با دو نوع ساختار α و γ است. تشکیل این دو نوع ساختار به شرایط کریستالزاسیون و حضور ذرات فیلر بستگی دارد. افزایش نانو ذرات خاک رس با مواد آلی باعث ایجاد ساختار α در پلی آمید 6 خواهد شد در حالی که حضور ذرات الاستومر موجب ایجاد ساختار γ خواهد شد. محققان گزارش کردند که ساختار α مقاومت به ضربه بالاتری خواهد داشت. به همین دلیل افزودن ذرات فاز الاستومر باعث تقویت مقاومت به ضربه پلی آمید 6 خواهد شد[13,12].

تحقیقات زیادی در مورد ترموپلاستیک الاستومر های PA6/NBR شده است. محلاتی و همکاران [14] روی تاثیر درصد نانو ذرات خاک رس و غلظت فاز لاستیک روی خواص مکانیکی و مورفولوژی نانو کامپوزیت های PA6/NBR انجام دادند. نتایج نشان داد که افزایش غلظت فاز لاستیک از 10 تا 30% باعث افزایش تنش برشی در فرایند شده که این باعث پخش بهتر نانوذرات در فاز پلاستیک می شود. با افزایش نانو ذرات خاک رس اندازه فاز لاستیک کوچکتر می شود به طوری که با افزایش نانو ذرات از 0 تا 5% وزنی، اندازه متوسط فاز لاستیک از 4μm به 1μm خواهد رسید. فوگاندس و همکارانش [15] تاثیر غلظت فاز لاستیک را بر روی خواص مکانیکی ترموپلاستیک الاستومر های PA6/NBR را مورد بررسی قرار دادند. نتایج نشان داد که خواص مکانیکی وابسته به ریزساختار مواد و سیستم پخت خواهد بود. نادری و همکارانش [16] اثر درصد خاک رس را بر روی نانو کامپوزیت های دو فازی PA6/ECO را بر روی مورفولوژی و خواص مکانیکی مورد مطالعه قرار داند. نتایج نشان داد که خواص مکانیکی این نانوکامپوزیت مثل استحکام و مدول کششی با افزایش نانو ذرات خاک رس تا 5 درصد افزایش می یابد و همچنین پخش شدن نانو ذرات در فاز پایه با افزایش مقدار لاستیک بهبود خواهد یافت. نتایج تحقیقات محراب زاده و همکاران [17] بر روی PA6/NBR نشان داد که پخت دینامیکی باعث افزایش گشتاور و بهتر شدن خواص مکانیکی مثل استحکام کششی و سختی خواهد شد.

با توجه به کاربرد صنعتی ترموپلاستیک الاستومرهای PA6/NBR، خواص منحصر به فرد نانو ذرات گرافن و اینکه گزارشی درباره ساخت و بررسی خواص نانو کامپوزیت های PA6/NBR/Graphene منتشر نشده است، هدف اصلی این تحقیق ساخت این نانوکامپوزیت ها با مخلوط کن داخلی است. در این راستا تاثیر پارامترهای درصد فاز لاستیک (50,30,10) و نانو ذرات گرافن (2,1,0.5) و همچنین برهم کنش متقابل آنها بر روی خواص مکانیکی، رئولوژی و ریز ساختار نانوکامپوزیت PA6/NBR/Graphene با استفاده از آزمون پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و تست های مکانیکی مورد بررسی قرار می گیرد.

2- تجربی

2-1- ساخت ماده اولیه

برای ساخت ماده از پلی آمید 6 با کد تجاری کوپا کن 136، محصول شرکت کولون پلاستیک کره جنوبی، آکریلونیتریل بوتادین با نام تجاری 35 ال، محصول شرکت کومهو کره جنوبی و گرافن با نشان تجاری ایکس جی ان پی 750، محصول شرکت ایرانی همپار استفاده شده است که خصوصیات آنها در جدول 1 آورده شده است.

2-2- دستگاه ها و روش ها

برای ساخت نمونه ها، رطوبت گیری PA6 و نانو ذرات گرافن به مدت 24h و در دمای 80 °C در کوره انجام شد. اختلاط مواد با استفاده از دستگاه مخلوط کن داخلی برابندر- مدل 50w ساخت آلمان در سرعت 80rpm، 230 °C و به مدت 6 min انجام شد .آماده سازی نمونه ها برای آزمون های کشش و ضربه توسط دستگاه قالب گیری فشاری نوع mini test press ساخت Toyo-seikiژاپن مدل WCH در دمای 240 °C، و به مدت 5 min انجام شد.

آمیزه های PA6/NBR/GNP بر اساس ترکیب درصدهای نشان داده شده در جدول 2 تهیه شدند. ترکیب درصدهای انتخاب شده برای اختلاط بر اساس تحقیقات گذشته بوده است که درصد فاز لاستیک از 10 تا 50 درصد و درصد گرافن از 0.5 تا 2 درصد تغییر کرده است [18,19] . ابتدا PA6 با نانو ذرات گرافن به صورت خشک در کیسه نایلونی با هم مخلوط و محتویات کیسه درون مخلوط کن داخلی با دمای 230 °C و دور پیچ 80 rpm ریخته شد تا ذوب شود. لاستیک NBR، 1 دقیقه پس ثابت شدن گشتاور دستگاه برحسب زمان درون مخلوط کن داخلی ریخته شد. سپس اختلاط تا 2 دقیقه پس از زمان پایدار شدن منحنی گشتاور بر حسب زمان اختلاط ادامه یافت.

بررسی خواص مکانیکی کشش و ضربه به ترتیب مطابق با استاندارد 638 ASTM D و ASTM D256 در دمای محیط انجام شد. تست کشش با دستگاه کشش زوکر[1] ساخت شرکت زویک[2] آلمان در دمای اتاق و با سرعت فک 1 mm/min انجام شد. برای اندازه گیری استحکام ضربه از دستگاه تست ضربه زویک ساخت کشور آلمان با انرژی 1j استفاده شده است.

بعد از ساخت نمونه ها، برای مطالعه سطح شکست و اندازه فاز لاستیک درون نانو کامپوزیت ها، نمونه ها بعد از شکست در نیتروژن مایع، به مدت 24

[1] Zuker

[2] Zwick Co, Germany

ساعت در محلول استون قرار گرفت تا NBR در آن حل شود. بعد از آن سطح شکست با لایه نازکی از طلا به ضخامت 500-100 آنگستروم پوشش داده شده و با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل Texcan VEGA-II ساخت کشور چک مورد مطالعه قرار گرفت. قطر متوسط عددی (D_n)، وزنی (D_w) و حجمی (D_v) ذرات فاز NBR با استفاده از روابط زیر محاسبه گردید[18-20].

$$D_n = \frac{\sum N_i D_i}{\sum N_i} \quad (1)$$

$$D_w = \frac{\sum N_i {D_i}^2}{\sum N_i D_i} \quad (2)$$

جدول 1 خصوصیات مواد

Table 1. Material characteristics.

ماده	ویژگی	مقدار	واحد
پلی آمید 6	چگالی	1.14	gr/cm^3
	شاخص جریان مذاب	3.14	gr/10min
	دمای ذوب	220	°C
	درصد اکریلو نیتریل	34	wt.%
NBR	چگالی	0.98	gr/cm^3
	گرانروی مولی	41	ML(1+4),100°C
گرافن	چگالی	2.2	gr/cm^3
	مساحت سطح ویژه	750	m^2/gr
	ضخامت	2-15	nm

$$D_v = \frac{\sum N_i {D_i}^3}{\sum N_i} \quad (3)$$

در این روابط N_i تعداد ذرات است که دارای قطر معادل D_i هستند. شاخص پراکندگی (PDI) و مساحت فصل مشترک ذرات در واحد حجم (A_t) از روابط 4 و 5 محاسبه می گردد.

$$PDI = \frac{D_w}{D_n} \quad (4)$$

$$A_t = \frac{6\varphi}{D_n} \quad (5)$$

که در این روابط (φ) کسر حجمی فاز لاستیک در ماتریس پلی آمید است. فاصله بحرانی بین ذرات[1] (IPDC) با استفاده از رابطه 6 قابل محاسبه است.

$$IPDC = D_n\left[\left(\frac{\pi}{6\varphi}\right)^{\frac{1}{3}} - 1\right] \quad (6)$$

آزمون پراش اشعه ایکس برای مشخص کردن فاصله صفحات گرافن در فاز پایه و نفوذ پلیمر در بین این صفحات و باز شدن آنها استفاده می شود. این آزمون با دستگاه Philips -X'Pert و در دمای اتاق انجام شد که سرعت آزمون 1 °/min و در محدوده 24 تا 31 درجه انجام شده است. برای آزمون پراش اشعه ایکس از پرتو CuKα با طول موج 1.504598 آنگستروم و ولتاژ 50 kV و جریان 40 mA استفاده شده است.

از دستگاه Maia-200F3 برای آزمون گرماسنجی پویشی تفاضلی (Differential Scanning Callorimetry) یا DSC و بررسی رفتار ذوب و بلورینگی نانو کامپوزیت ها استفاده شده است که در این آزمون نمونه های با وزن تقریبی 10 mgr آماده شد و با نرخ گرمایش 10 C/min تا دمای 250 درجه سانتی گراد گرم شدند و به مدت 5 min در این دما نگه داشته شدند. بعد از طی زمان مشخص شده از دمای 250 درجه سانتی گراد با همان نرخ گرمایش قبلی سرد شدند.

برای بررسی خواص دینامیکی – مکانیکی نمونه های با ابعاد 8×5×1 mm آماده و از دستگاه DMA-Triton-Tritec 2000 استفاده شد که آزمون بر اساس استاندارد ASTM 4056 و درحالت خمش 2 نقطه است. نمونه ها در محدوده دمای 100- تا 100 درجه سانتی گراد و با نرخ 3 C/min تحت بار خمشی قرار گرفت که داری فرکانس 1 Hz نیز بود.

جدول 2 نامگذاری و ترکیب درصد نمونه های تهیه شده.

Table 2. Nomenclature and compositions.

کد نمونه	درصد پلی آمید 6 wt.%	درصد NBR wt%	درصد گرافن wt%
PN10	90	10	0
PN10G0.5	90	10	0.5
PN10G1	90	10	1
PN10G2	90	10	2
PN30	70	30	0
PN30G0.5	70	30	0.5
PN30G1	70	30	1
PN30G2	70	30	2
PN50	50	50	0
PN50G0.5	50	50	0.5
PN50G1	50	50	1
PN50G2	50	50	2

3- نتایج و بحث

3-1- استحکام و مدول کششی

خواص استحکام کششی نانو کامپوزیت های حاوی گرافن و NBR در شکل 1 نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می شود در هر نمونه با افزایش غلظت NBR، از میزان استحکام کششی کاسته می شود. این پدیده به دلیل استحکام کششی پایین‌تر لاستیک NBR نسبت به ماتریس پایه PA6 است در حالی که با افزایش غلظت گرافن در نانوکامپوزیت میزان استحکام کششی بسته به مقدار نانو ذرات گرافن بین 25 تا 40 درصد افزایش یافته است.

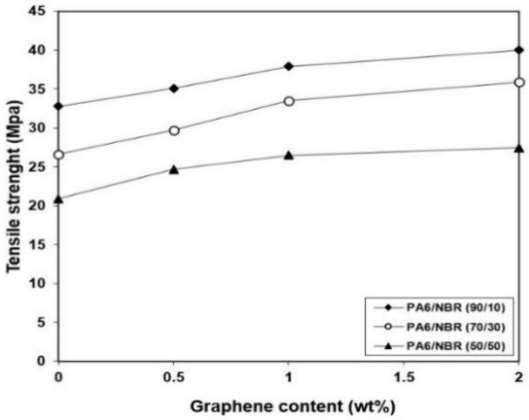


Fig. 1 The effect of NBR and Graphene content on tensile strength

شکل1 تأثیر درصد آکریلونیتریل بوتادین و گرافن بر استحکام کششی.

[1] Critical Inter Particle Distance

شکل 2 نمودار تأثیر حضور نانوصفحات گرافن و لاستیک NBR بر مدول الاستیک را نشان می دهد. ملاحظه می شود، به طورکلی افزودن نانوذرات گرافن به ترکیبات، افزایش مدول الاستیک را بدنبال دارد .این افزایش مدول را می توان به مدول بالای این مواد و در توزیع خوب نانوصفحات گرافن ربط داد [20,21]. با افزایش درصد فاز لاستیک مدول کششی نمونه های نانوکامپوزیت کاهش یافته است که این روند هم مربوط به کمتر بودن مدول NBR نسبت به PA6 است. این روند افزایش و کاهش مدول و استحکام کششی نانوکامپوزیت ها با افرودن فاز لاستیک و نانو ذرات در مطالعات متعددی گزارش شده است[22,21].

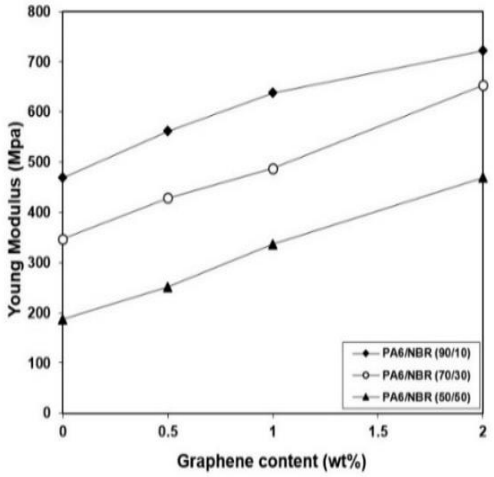


Fig. 2 The effect of NBR and Graphene content on Young modulus

شکل 2 تأثیر درصد آکریلونیتریل بوتادین و گرافن بر مدول کششی.

3-2- استحکام ضربه

شکل 3 تاثیر پارامترها بر روی استحکام ضربه را نشان می دهد. نتایج نشان می‌دهد که افزایش غلظت فاز لاستیک تاثیر قابل ملاحظه ای در افزایش استحکام ضربه نانو کامپوزیت ها دارد به طوری که با افزایش غلظت NBR از 10 تا 50 درصد، استحکام ضربه از 51 j/m تا 143 j/m افزایش یافته است. از طرفی افزودن مقادیر مختلف نانو گرافن تاثیر قابل ملاحظه‌ای بر استحکام ضربه نخواهد داشت. افزایش درصد نانوگرافن باعث کاهش قابلیت تحرک زنجیرهای پلیمری در بستر نانوکامپوزیت شده که این باعث کاهش مقاومت ضربه و ازدیاد طول در نقطه شکست می شود. وجود نانو ذرات در فاز پیوسته پلیمری باعث ممانعت فضایی وکاهش قابلیت حرکت، چرخش و تغییر طول می گردد [24,23]. میکروگراف حاصل از آنالیز SEM برای نانوکامپوزیت‌های حاوی 30 درصد وزنی لاستیک و 2 درصد نانو ذرات گرافن در شکل 4 آورده شده است. ذرات لاستیک که با استفاده از حلال استون از فاز پایه پلی آمید خارج شده است بصورت نقاط تیره مشاهده می شود. همانطور که در شکل 4 مشاهده می شود اندازه ذرات لاستیک در نمونه PN30 نسبت به نمونه PN30G2 بزرگتر است. بر اساس تحقیقات قبلی صورت گرفته توسط دکتر نادری و همکاران [25,16]، اضافه نمودن نانوذرات به طور چشمگیری ویسکوزیته‌ی زمینه را افزایش می دهد و متعاقباً تفاوت بین ویسکوزیته‌ی زمینه و فاز پراکنده یا لاستیک(که ویسکوزیته ی بالاتری دارد)، کاهش یافته و اختلاط دو فاز بهتر صورت می پذیرد. به عبارتی، کاهش نسبت ویسکوزیته‌ی لاستیک NBR به زمینه PA6 باعث تعامل بهتر لاستیک و پلاستیک و پراکندگی یکنواخت تر و با سایز ذرات کوچکتر، می شود.

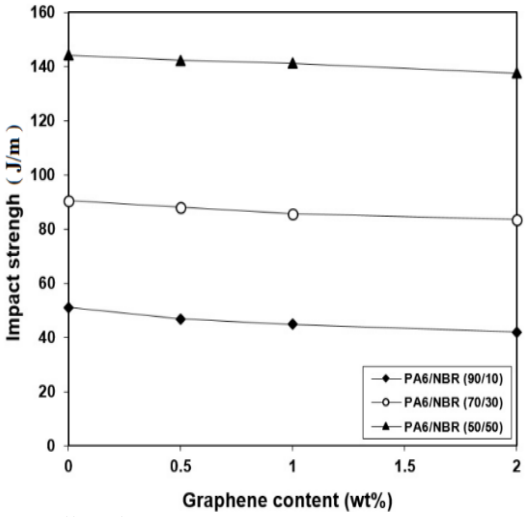


Fig. 3 The effect of NBR and Graphene content on Impact strength

شکل 3 تأثیر درصد آکریلونیتریل بوتادین و گرافن بر استحکام ضربه.

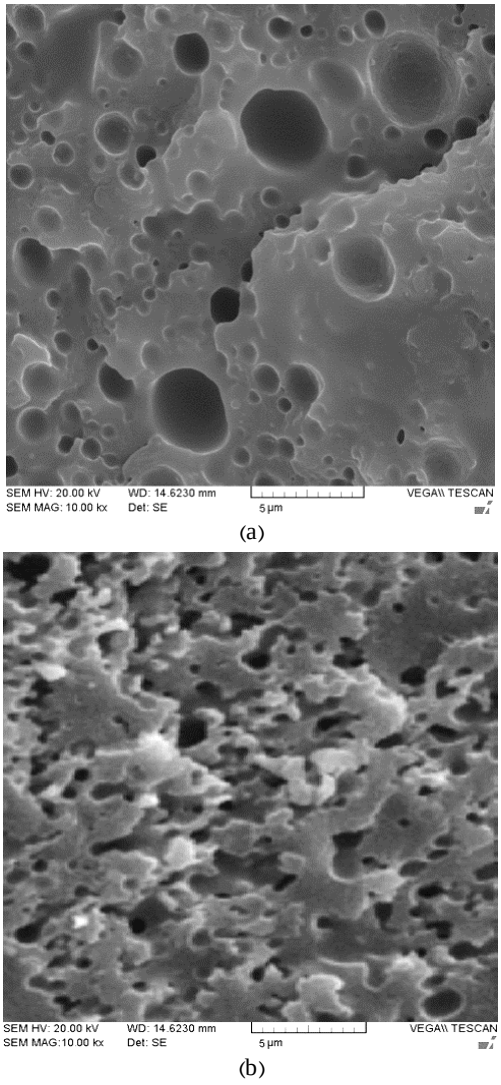


Fig 4. SEM micrographs of PA6/NBR (70/30) nanocomposites containing (a) 0 and (b) 2% GNP (5μm).

شکل 4 تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نانوکامپوزیت های PA6 / NBR (30/70) با (a) 0 و (b) 2 درصد نانو گرافن با بزرگنمایی 5 میکرومتر.

قطرهای متوسط عددی و وزنی، شاخص توزیع اندازه ذرات و فاصله بحرانی بین ذرات محاسبه شده برای نمونه های مختلف با درصدهای مختلف نانو ذرات گرافن و NBR در جدول 3 آمده است. همانطور که مشاهده می‌شود افزایش غلظت فاز لاستیک در نانوکامپوزیت موجب افزایش قطر ذرات NBR شده ، در حالیکه افزایش درصد نانو ذرات گرافن موجب کاهش اندازه ذرات لاستیک می‌شود که هر دو این پدیده با نتایج تحقیقات گذشته مطابقت دارد. بالاتر بودن ویسکوزیته‌ی زمینه در حضور نانو ذرات سبب اختلاف کمتر با ویسکوزیته فاز لاستیک می‌شود که این باعث پخش بهتر و اندازه کوچکتر فاز لاستیک خواهد شد و همچنین از طرفی حضور نانوذرات از به هم چسبیدن ذرات الاستومر ممانعت به عمل می آورد. این کاهش اندازه ذرات باعث بهبود خواص ضربه پذیری نانو کامپوزیت ها خواهد شد[26,19].

بررسی تاثیرات متفاوت نانو ذرات گرافن بر روی خواص ضربه پذیری نانو کامپوزیت ها نشان می دهد از طرفی با افزایش درصد نانو ذرات، مقدار انعطاف پذیری و حرکت زنجیره های پلیمری کم می شود ولی از طرفی باعث کاهش اندازه فاز لاستیک متفرق می شود که این باعث بهبود خواص ضربه پذیری می شود. همچنین حضور نانو ذرات باعث تغییرات متعدد مسیرهای رشد ترک با برخورد به لایه های نانوذرات گرافن می شود که این می تواند اثر مثبتی بر مقاومت ماده در برابر رشد ترک داشته باشد[27]. مجموع این اثرات مثبت و منفی باعث می شود که افزایش نانو ذرات گرافن در نانوکامپوزیت های با درصدهای مختلف غلظت لاستیک تاثیر قابل ملاحظه ای بر روی استحکام ضربه ندارد.

جدول 3 اندازه قطر ذرات و فاصله بین ذرات در نانوکامپوزیت های PA6/NBR/GPN

Table 3. Various Diameter particle sizes and interparticle distance of PA6/NBR/GPN nanocomposites.

کد نمونه	D_n (μm)	D_w (μm)	D_v (μm)	PDI (μm)	A_i (μm)	IPDC (μm)
PN10	0.20	0.29	0.37	1.45	3.0	0.147
PN10G0.5	0.18	0.22	0.25	1.22	3.3	0.132
PN10G1	0.16	0.19	0.22	1.18	3.75	0.117
PN10G2	0.14	0.16	0.18	1.14	4.2	0.103
PN30	0.34	0.43	0.55	1.26	5.2	0.069
PN30G0.5	0.31	0.35	0.37	1.12	5.8	0.063
PN30G1	0.28	0.31	0.34	1.10	6.4	0.057
PN30G2	0.26	0.28	0.31	1.07	6.9	0.052
PN50	0.62	0.87	1.08	1.40	4.8	0.0094
PN50G0.5	0.59	0.74	0.91	1.25	5.1	0.009
PN50G1	0.56	0.62	0.68	1.10	5.4	0.0085
PN50G2	0.50	0.55	0.63	1.10	6.0	0.0076

3-3- پراش پرتو ایکس

شکل5 طیف بازتابش اشعه ایکس مربوط به گرافن و نانو کامپوزیت های PA6/NBR/GPN حاوی 0.5 و 2 درصد نانوگرافن را به عنوان نمونه نشان میدهد. همانطور که در نمودار XRD مشاهده می‌شود زاویه مربوط به پیک ذرات گرافن در $26.4°$ می‌باشد که مربوط به صفحه (2 0 0) گرافیت است. بر اساس رابطه براگ (7) فاصله صفحات برابر 3.37 انگسترمخواهد بود.

$$d = \left(\frac{\lambda}{2sin\theta}\right) \qquad (7)$$

که λ نشان دهنده طول موج و مقدار آن برابر 1.54059 A است. در نمونه تهیه شده با 0.5 و 2 درصد نانو ذرات گرافن، زاویه مربوط به پیک ذرات گرافن به ترتیب به زاویه $25.2°$ و $25.8°$ انتقال پیدا کرده است که با توجه به تحقیقات گذشته به این موضوع اشاره شده است که افزایش فاصله صفحات نانو ذراتی مثل نانو ذرات خاک رس و نانو ذرات گرافن می تواند به این دلیل باشد که زنجیره‌های پلیمری بر اثر اعمال تنش‌های برشی در هنگام اختلاط به فضای بین نانو ذرات نفوذ کرده که باعث افزایش فاصله صفحات شده است[29,28]. اما با توجه به افزایش اندک مشاهده شده در فاصله بین لایه ای نانوگرافن، این احتمال وجود درادکه این افزایش به دلیل شوک حرارتی نانوذرات در دمای اختلاط و تبخیر سریع آب و دی اکسید کربن موجود در میان لایه ها نسبت داد.

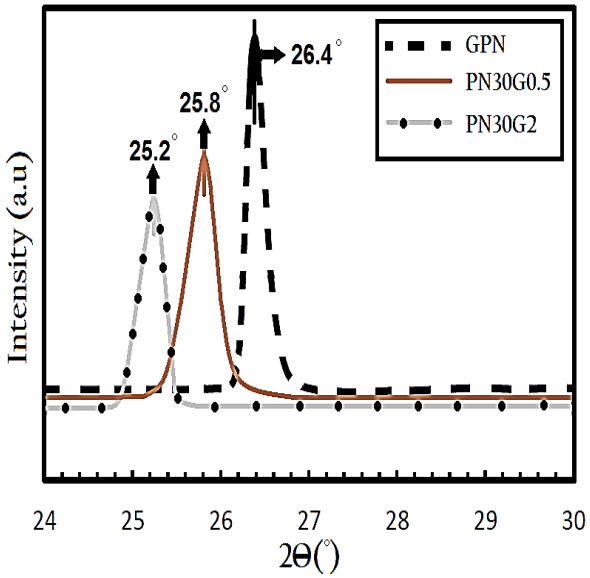


Fig 5. XRD Spectra of PA6/NBR (70/30) containing 0.5and 2% GNP.

شکل 5 پراش پرتو ایکس نمونه های PA6/NBR (70/30) با 0.5 و 2 درصد نانوگرافن.

3-4- نتایج آزمون گرماسنجی تفاضلی روبشی

مقادیر آنتالپی مذاب (ΔH_m) با استفاده از نمودار آزمون DSC بدست آمده است که این نتایج در جدول 4 نشان می‌دهد که با افزودن ذرات گرافن، مقدار ΔH_m کاهش پیدا می‌کند بطوریکه ΔH_m در نمونه‌های کامپوزیت PA6/NBR تا نانوکامپوزیت‌های با 2 درصد نانو ذرات گرافن حدودا 10% کاهش یافته است.

با استفاده از داده‌های آنتالپی مذاب بدست آمده برای نمونه ها، درصد بلورینگی را با استفاده از رابطه 8 بدست می‌آوریم.

$$\chi = \frac{\Delta H_m}{(1-\emptyset)\Delta H_0} \times 100 \qquad (8)$$

که در آن ΔH_m برابر آنتالپی مذاب نمونه، ΔH_o برابر آنتالپی مذاب پلی آمید و برابر 240 J/g است و Ø نشان دهند درصد وزنی اجزای غیر پلی آمید خواهد بود. داده‌های مربوط به درصد بلورینگی، دمای ذوب، آنتالپی مذاب و دمای بلورینگی در جدول 4 آورده شده است.

افزودن نانو ذرات گرافن به پلی آمید باعث افزایش دمای بلورینگی و دمای ذوب می‌شود. افزایش دمای ذوب نانوکامپوزیت‌ها نسبت به کامپوزیت PA6/NBR فاقد ذرات گرافن به این دلیل است که صفحات پخش شده نانو ذرات در بستر پلیمری مانند یک سپر عمل کرده و از رسیدن حرارت به

کریستال‌ها جلوگیری می‌کنند و در نتیجه کریستال‌ها تحت دمای بالاتری ذوب می‌شوند [3,8].

افزایش دمای بلورینگی در نمونه‌های کامپوزیت PA6/NBR و نانوکامپوزیت ها نسبت به پلی آمید، به دلیل وجود ماده ثانویه (ذرات لاستیک و نانو ذرات گرافن) در فاز PA6 بوده که این ذرات محل‌های مناسبی برای هسته زایی می‌باشند. پخش بهتر نانو ذرات باعث مشارکت بیشتر ذرات در امر هسته زایی و افزایش محل‌های هسته زا شده است که در نتیجه این عوامل منجر به افزایش دمای بلورینگی خواهد شد. در اثر افزودن فاز NBR به PA6 درصد بلورینگی نیز کاهش خواهد یافت که این به دلیل گیر افتادن ذرات لاستیک NBR بین گویچه‌های PA6 می‌باشد که باعث جلوگیری از رشد بلورها شده و درصد بلورینگی را کاهش می‌دهد[30,31]. با افزودن نانو ذرات به PA6/NBR اندازه فاز لاستیک کوچکتر خواهد شد. با کوچکتر شدن فاز لاستیک، احتمال گیر افتادن NBR بین گویچه‌های PA6 بیشتر می‌شود که این باعث کاهش بیشتر درصد بلورینگی خواهد شد.

جدول 4 داده‌های مربوط به آزمون DSC برای نانوکامپوزیت های PA6/NBR/GPN

Table 4. DSC heating data for the PA6/NBR /GPN

کد نمونه	ΔH_m (J/g)	X_c %	T_c (°C)	T_o (°C)	T_m (°C)
PN10	48.2	22.3	197.1	192.1	222.2
PN10G0.5	47.3	21.1	198.5	193.3	222.6
PN10G1	46.4	20.4	199.8	194.5	223.0
PN10G2	44.6	19.8	201.7	195.9	223.2
PN30	47.7	21.4	195.3	189.9	221.7
PN30G0.5	46.8	20.8	195.9	190.3	222.1
PN30G1	44.9	20.1	197.2	191.6	222.4
PN30G2	43.1	19.4	198.4	192.5	222.6
PN50	46.4	20.8	191.3	185.3	221.1
PN50G0.5	46.2	19.7	192.6	186.8	221.6
PN50G1	44.8	18.9	194.1	187.8	222.0
PN50G2	42.3	17.5	195.2	189.4	222.2

شکل 6 وابستگی مدول ذخیره در محدوده دمایی 100- تا 100 °C را نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود افزودن نانو ذرات گرافن به ماده پایه PA6/NBR باعث افزایش مدول ذخیره در همه بازه دمای شده است که این افزایش مدول ذخیره به دلیل اثر نانو ذرات روی کاهش تحرک زنجیره‌های PA6 و NBR می‌باشد. سختی بالای نانو ذرات و اثر تقویت کنندگی این نانو ذرات نسبت به ماده پایه، باعث افزایش مدول ذخیره می‌شود. نمونه تهیه شده با درصدهای بیشتر نانو ذرات، مدول ذخیره بالاتری را دارد. شکل 7 نشان دهنده تغییرات tan δ نسبت به دما می‌باشد که دارای 2 پیک می‌باشد که پیک بزرگ در دمای 20 ° C- مربوط به دمای شیشه‌ای شدن فاز NBR خواهد بود و پیک دوم مربوط به PA6 است. با افزودن نانو ذرات گرافن به کامپوزیت PA6/NBR دمای انتقال شیشه‌ای (T_g) مربوط به فاز PA6 و NBR کمی به دماهای بالاتر انتقال پیدا کرده است که این افزایش دما به دلیل بر هم کنش نانو ذرات خاک‌رس با فاز پایه می‌باشد. در همه نمونه‌ها با افزودن نانو ذرات به PA6/NBR شدت پیک tanδ کاهش پیدا کرده است که این نشان دهنده کاهش خواص اتلاف[1] در این نمونه‌ها است. پیک‌های ظاهر شده در دو نمودار tanδ و مدول ذخیره بر حسب دما با هم مطابقت دارند[22,31].

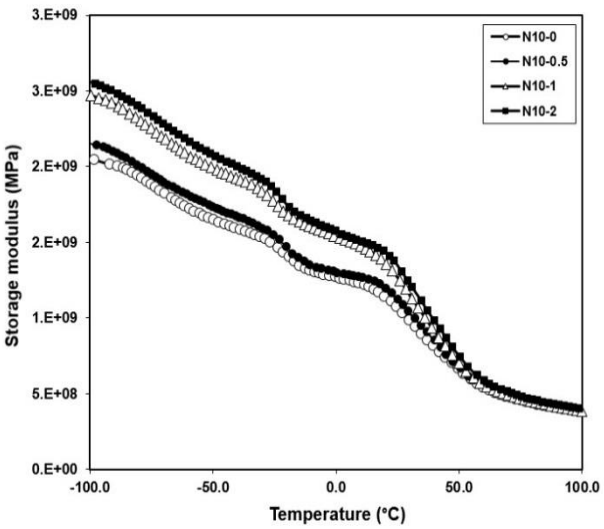


Fig 6. Storage modulus of PA6/NBR/ GPN nanocomposites.

شکل 6. مدول ذخیره نانوکامپوزیت های PA6/NBR/GPN

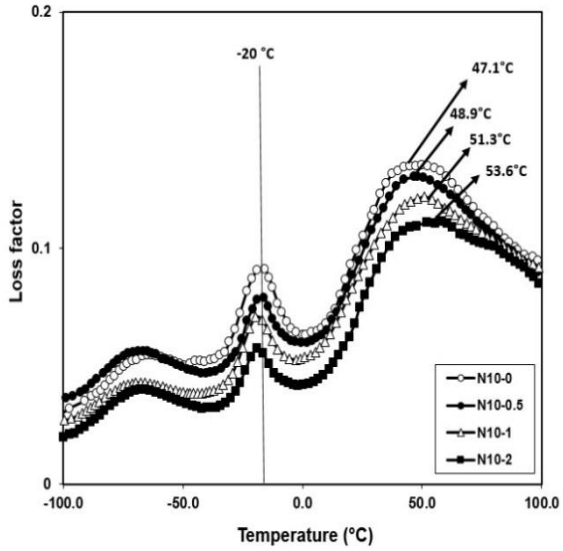


Fig 7. Loss factor (ten δ) of PA6/NBR/ GPN nanocomposites.

شکل 7 ضریب اتلاف (tanδ) نانوکامپوزیت های PA6/NBR/GPN

4- نتیجه گیری

در این تحقیق، ترموپلاستیک الاستومر PA6/NBR تقویت شده با نانو صفحات گرافن (GNP) تولید شد که تاثیر درصد GNP (0.5، 1 و 2 درصد وزنی) و درصد NBR (10، 30 و 50 درصد) بر روی خواص حرارتی، مکانیکی و ریز ساختار مورد بررسی قرار گرفت و نتایج زیر بدست آمد.

- با افزایش درصد نانو صفحات گرافن استحکام و مدول کششی افزایش می یابد که با افزودن 2 درصد GPN به ترموپلاستیک الاستومر PA6/NBR با 30% لاستیک استحکام تقریبا از 26MPa به 36MPa و مدول از 350MPa به 620 MPa می رسد. ولی با افزایش مقدار NBR در نانو کامپوزیت، استحکام و مدول کششی کاهش می یابد به طوریکه در نانو کامپوزیت PA6/NBR با 1% نانو صفحات گرافن، با افزایش NBR از

[1] Damping properties

10تا % 50 مقدار استحکام و مدول کششی به ترتیب 35 و % 50 کاهش می یابد.

- با افزودن درصدهای مختلف نانو صفحات گرافن تا 2%، استحکام ضربه تغییر چندانی ندارد در حالی که با افزایش مقدار NBR از 10 تا 50% مقدار استحکام ضربه از 52 J/m به 143 J/m می رسد.
- با افزودن 0.5 و 2% نانو صفحات گرافن به ماده پایه PA6/NBR، مقدار زاویه پراش اشعه ایکس مربوط به GNP، از زاویه °26.4 مربوط به GNP به ترتیب به مقادیر °25.2 و °25.8 کاهش می یابد.
- افزودن نانو ذرات گرافن به پلی آمید باعث افزایش دمای بلورینگی و دمای ذوب می‌شود و از طرفی آنتالپی مذاب و درصد بلورینگی کاهش می یابد.
- افزودن نانو ذرات گرافن از 0 تا 2% به ماده پایه PA6/NBR باعث افزایش مدول ذخیره از 2.1×10^9 MPa به 3.15×10^9 MPa می شود و از طرفی افزودن GNP باعث کاهش شدت پیک tanδ و خواص اتلاف می شود.

5- منابع

[1] Mohsenzadeh, R. and Shelesh-Nezhad, K., "Experimental Studies on the Durability of PA6-PP-CaCO3 Nanocomposite Gears", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 3, No. 2, pp. 147-156, 2016.

[2] Shokrieh, M.M. and Ahmadi Joneidi, V., "Manufacturing and Experimental Characterization of Graphene/ Polypropylene Nanocomposites", In persian. Modares Mechanical Engineering, Vol. 13, No. 11, pp. 55-63, 2014.

[3] Nakhaei, M., Naderi, G. and Mostafapour, A., "Effect of Processing Parameters on Morphology and Tensile Properties of PP/EPDM/Organoclay Nanocomposites Fabricated by Friction Stir Processing" Iranian Polymer Journal, Vol. 25, No. 2, pp. 179-191, 2016.

[4] Menbari, S. and Ashenai Ghasemi, F. and Ghasemi, I., "Comparison of Mechanical Properties of Hybrid Nanocomposites of Polypropylene/Talc/Graphene with Polypropylene/Graphene", In Persian. Modares Mechanical Engineering, Vol. 15, No. 7, pp. 329-335, 2015.

[5] Kazemi khasrag, E. Siadati, M.H. and Eslami-Farsani, R., "Effect of Surface Modification of Graphene Nanoplatelets on the High Velocity Impact Behavior of Basalt Fibers Reinforced Polymer-Based Composites", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 5, No. 1, pp. 109-116, 2018.

[6] Esmizadeh, E., Irani, A., Naderi, G., Ghoreishy, M .H. R. and Dobious, C., "Effect of Carbon Nanotube on PA6/ECO Composites: Morphology Development, Rheological, and Thermal Properties" Journal of Applied Polymer Science, Vol. 135, No. 12, pp. 45977, 2018.

[7] Nouri-Niyaraki, M. Ashenai-Ghasemi, F. Ghasemi, I. and Daneshpayeh, S., "Experimental Analysis of Graphene Nanoparticles and Glass fibers Effect on Mechanical and Thermal Properties of Polypropylene/EPDM Based Nanocomposites", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 05, No. 02, pp. 169-176, 2018.

[8] Paran, S. R., Naderi, G. and Ghoreishy, M .R., "Effect of Halloysite Nanotube on Microstructure, Rheological and Mechanical Properties of Dynamically Vulcanized PA6/NBR Thermoplastic Vulcanizates" Soft Materials, Vol. 14, No. 3, pp. 127-139, 2016.

[9] Shen, Z., Bateman, S., Wu, D. Y., McMahon, P ,.Dell'Olio, M. and Gotama, J., "The Effects of Carbon Nanotubes on Mechanical and Thermal Properties of Woven Glass Fibre Reinforced Polyamide-6 Nanocomposites" Composites Science and Technology, Vol. 69, No. 2, pp. 239-244, 2009.

[10] Hosseini Abbandanak, S. N. Siadati, S. M. H. and Eslami-Farsani, R., "Effects of Functionalized Graphene Nanoplatelets on the Flexural Behaviors of Basalt Fibers/Epoxy Composites", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, in press.

[11] Ashenai-Ghasemi, F. Saberian, M. H. Ghasemi, I. and Daneshpayeh, S., "Experimental Investigation on Mechanical Properties of Hybrid Nano-Composite Based on Epoxy/ Graphene Nano-Platelets/ Carboxylated Acrylonitrile Butadiene Rubber", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites,

[12] McKeen, L. W., "Plastics Used in Medical Devices" in: Handbook of Polymer Applications in Medicine and Medical Devices, Eds., pp. 21-53: Elsevier, 2014.

[13] Kear, K. E., "Developments in Thermoplastic Elastomers", iSmithers Rapra Publishing, 2003 .

[14] Mahallati, P., Arefazar, A. and Naderi, G., "Thermoplastic Elastomer Nanocomposites Based on PA6/NBR" International Polymer Processing, Vol. 25, No. 2, pp. 132-138, 2010.

[15] Fagundes, E. and Jacobi, M. A., "Pa/Nbr Tpvs: Crosslink System and Properties" Polímeros, Vol. 22, No. 2, pp. 206-212, 2012.

[16] Naderi, G., Razavi-Nouri, M., Taghizadeh, E., Lafleur, P. G. and Dubois, C., "Preparation of Thermoplastic Elastomer Nanocomposites Based on Polyamide-6/Polyepichlorohydrin-Co-Ethylene Oxide" Polymer Engineering & Science, Vol. 51, No. 2, pp. 278-284, 2011.

[17] Mehrabzadeh, M. and Delfan, N., "Thermoplastic Elastomers of Butadiene-Acrylonitrile Copolymer and Polyamide. Vi. Dynamic Crosslinking by Different Systems" Journal of applied polymer science, Vol. 77, No. 9, pp. 2057-2066, 2000.

[18] Paran, S., Naderi, G., Ghoreishy, M. and Dubois, C., "Essential Work of Fracture and Failure Mechanisms in Dynamically Vulcanized Thermoplastic Elastomer Nanocomposites Based on PA6/NBR/XNBR-Grafted HNTs" Engineering Fracture Mechanics, Vol. 200, pp. 251-262, 2018.

[19] Haghnegahdar, M., Naderi, G. and Ghoreishy, M., "Fracture Toughness and Deformation Mechanism of Un-Vulcanized and Dynamically Vulcanized Polypropylene/Ethylene Propylene Diene Monomer/Graphene Nanocomposites" Composites Science and Technology, Vol. 141, pp. 83-98, 2017.

[20] Mostafapour, A., Naderi, G. and Nakhaei, M. R., "Effect of Process Parameters on Fracture Toughness of Pp/Epdm/Nanoclay Nanocomposite Fabricated by Novel Method of Heat Assisted Friction Stir Processing" Polymer Composites, Vol. 39, No. 7, pp. 2336-2346, 2018.

[21] Kim, H., Miura, Y. and Macosko, C. W., "Graphene/Polyurethane Nanocomposites for Improved Gas Barrier and Electrical Conductivity" Chemistry of Materials, Vol. 22, No. 11, pp. 3441-3450, 2010.

[22] Taghizadeh, E., Naderi, G. and Dubois, C., "Rheological and Morphological Properties of PA6/ECO Nanocomposites "Rheologica acta, Vol. 49, No. 10, pp. 1015-1027, 2010.

[23] Khodabandelou, M., Aghjeh, M. K. R. and Mazidi, M. M., "Fracture Toughness and Failure Mechanisms in Un-Vulcanized and Dynamically Vulcanized PP/EPDM/MWCNT Blend-Nanocomposites" RSC Advances, Vol. 5, No. 87, pp. 70817-70831, 2015.

[24] Qiu, Y., Wang, J., Wu, D., Wang, Z., Zhang, M., Yao, Y. and Wei, N., "Thermoplastic Polyester Elastomer Nanocomposites Filled with Graphene: Mechanical and Viscoelastic Properties" Composites Science and Technology, Vol. 132, pp. 108-115, 2016.

[25] Taghizadeh, E., Naderi, G. and Razavi-Nouri, M., "Effects of Organoclay on the Mechanical Properties and Microstructure of PA6/ECO Blend" Polymer Testing, Vol. 30, No. 3, pp. 327-334, 2011.

[26] Paran, S., Naderi, G. and Ghoreishy, M., "Microstructure and Mechanical Properties of Thermoplastic Elastomer Nanocomposites Based on PA6/NBR/HNT" Polymer Composites, Vol. 38, pp. E451-E461, 2017.

[27] Khodabandelou, M., Aghjeh, M. K. R., Khonakdar, H. A. and Mazidi, M. M., "Effect of Localization of Carbon Nanotubes on Fracture Behavior of Un-Vulcanized and Dynamically Vulcanized PP/EPDM/MWCNT Blend-Nanocomposites" Composites Science and Technology, Vol. 149, pp. 134-148, 2017.

[28] Jalilian, H. Naderi, G. and Shokoohi, S., "Investigation on the Microstructure and Properties of PVC Toughened with DOP/PMMA/Nano-Graphene", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 5, No. 3, pp. 451-456, 2018.
[29] Ashenai-Ghasemi, F. Saberian, M. H. Ghasemi, I. and Daneshpayeh, S., "Experimental Iinvestigation on Mechanical Properties of Hybrid Nano-Composite Based on Epoxy/ Graphene Nano-Platelets/ Carboxylated Acrylonitrile Butadiene Rubber", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 5, No. 3, pp. 395-402, 2018.
[30] Gholami, H. Shakeri, A. and Moosavi, S. H., "Preparation and Properties Investigation of Conductive Polyaniline/Zinc Oxide Nanocomposites" Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 2, No. 1, pp. 7-12, 2015.
[31] Naderi, G., Lafleur, P. G. and Dubois, C., "Microstructure-Properties Correlations in Dynamically Vulcanized Nanocomposite Thermoplastic Elastomers Based on Pp/Epdm" Polymer Engineering & Science, Vol. 47, No. 3, pp . 217, 2007.

جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 427-434

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیت**

http://jstc.iust.ac.ir

بررسی تجربی و تحلیلی رفتار فشاری نانوکامپوزیت پلی‌کربنات تقویت شده با نانو رس و گرافن اکسید در نرخ کرنش پائین

حسین ملک محمدی[1]، غلامحسین مجذوبی[2*]، جواد پاینده پیمان[3]

1-دانشجوی دکترا، مهندسی مکانیک، دانشگاه بوعلی سینا، همدان

2- استاد، مهندسی مکانیک، دانشگاه بوعلی سینا، همدان

3- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه صنعتی همدان، همدان

* همدان، صندوق پستی 651754161، gh_majzoobi@basu.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/9/11

پذیرش: 97/10/16

کلیدواژگان:

پلی‌کربنات

گرافن اکسید

رس

تنش تسلیم فشاری

منحنی تنش-کرنش

چکیده

در این پژوهش، اثرات نانو رس اصلاح شده کلوزیت 20A و گرافن اکسید بر رفتار فشاری نانوکامپوزیت پلی‌کربنات مورد بررسی قرار گرفته است. نمونه‌ها با روش تزریق تهیه گردیده و از روش مستربچ برای توزیع بهتر نانو در فاز زمینه استفاده شده است. مستربچ نانو رس از روش مستقیم به کمک دستگاه اکسترودر و مستربچ گرافن اکسید به کمک روش حلال ساخته شده است. نمونه‌های نانوکامپوزیت رس و گرافن اکسید به ترتیب در سه درصد وزنی 0.5%، 1% 3% و 0.3%، 0.6%، 0.9% ساخته شده‌اند. آزمون فشار در سه نرخ کرنش $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}, 10^{-2}, 10^{-1} s^{-1}$ در دمای محیط به کمک دستگاه یونیورسال سنتام انجام گرفته است. نتایج نشان داد که با افزایش نرخ کرنش، تنش تسلیم افزایش می‌یابد. همچنین، بهترین درصد وزنی رس و گرافن اکسید 1% و 0.6% بود که به ترتیب باعث بهبود 7.6% و6.2% در تنش تسلیم فشاری گردید. در ادامه، مدلی به منظور پیش‌بینی منحنی تنش-کرنش فشاری در نرخ‌های مختلف بر اساس اصلاح مدل جی‌سل-جوناس ارائه گردید. مدل ارائه شده به خوبی منحنی تنش-کرنش را در نرخ‌های مختلف پیش‌بینی نمود. در پایان، بر اساس ترکیب مدل ارینگ و مدل میکرومکانیکی تورسانی و همکاران مدلی برای توصیف تنش تسلیم نانوکامپوزیت بر اساس درصد وزنی فیلر و نرخ کرنش ارائه شده است.

Experimental and analytical study of the compression behavior of graphene oxide and nano-clay reinforced polycarbonate nanocomposites at low strain rates

Hossein Malek-Mohammadi[1], Gholamhossein Majzoobi[1]*, Javad Payandehpeyman[2]

1- Department of Mechanical Engineering, Bu-Ali Sina University, Hamedan, Iran.
2- Department of Mechanical Engineering, Hamedan University of Technology, Hamedan, Iran
* P.O.B. 651754161, Hamedan, Iran, gh_majzoobi@basu.ac.ir

Keywords

Polycarbonate
Graphene oxide
Nanoclay
Compressive yield stress
Diagram Stress-Strain

Abstract

In this study, the effects of Cloisite 20A modified nanoclay and graphene oxide on the compression behavior of polycarbonate nanocomposite were examined by experiment. Samples were prepared based on injection and the masterbatch method was used for a better dispersion of nano particles in the matrix phase. The masterbatch of nanoclay was prepared through the direct method using an extruder, and the masterbatch of graphene oxide was prepared using the solvent method. The clay reinforced nanocomposite were prepared for three weight percentages of 0.5%, 1%, 3%, and samples of graphene oxide nanocomposites were produced for 0.3%, 0.6%, 0.9%. The compression test was performed at three strain rates of $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}, 10^{-2}, 10^{-1} s^{-1}$ at ambient temperature using the universal testing machine, Santam. The results showed that, by increasing the strain rate, the yield stress is increased. Moreover, the best weight percentage of clay and graphene oxide was 1% and 0.6%, respectively, which made improvement of 7.6% and 6.2% in the compression yield stress, respectively. Additionally, a model was proposed for predicting the compressive stress-strain curve at various strain rates based on a modified G'sell-Jonas model. The proposed model could reasonably predict the stress-strain curves at the applied strain rates. Finally, based on the combination of Eyring model and the micromechanical model of Turcsanyi et al., a model was proposed for describing the yield stress of the nanocomposite based on volume percentage of filler and strain rate.

1- مقدمه

پلیمرها در مقایسه با فلزات به دلیل استحکام به وزن بالا، مقاومت در برابر خوردگی، چگالی کمتر، اغلب نسبت به قیمت آن‌ها دارای عملکرد بهتری هستند [1]. از طرفی، پلی‌کربنات یکی از پلیمرهای مهندسی آمورف ترموپلاستیک است که به دلیل خواص ویژه آن از قبیل مقاومت در برابر ضربه، خواص شیمیایی، مقاومت در برابر خمش و کشش، عایق حرارتی، به عنوان یک

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Malek-Mohammadi, H. Majzoobi, G.H. and Payandehpeyman, J., "Experimental and analytical study of the compression behavior of graphene oxide and nano-clay reinforced polycarbonate nanocomposites at low strain rates ", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 3, pp. 427-434, 2019.

زمینه پلیمری متداول در مواد کامپوزیت، کاربردهای وسیعی در صنایع گوناگون به خصوص اتومبیل‌سازی، صنایع هوایی و الکتریکی پیدا کرده است [2]. این ماده عموما تحت بارگذاری‌های مختلف می‌باشد. بنابراین، پاسخ مکانیکی پلی-کربنات در سرعت‌های مختلف تغییر شکل باید دقیقا مشخص شود، که در این رابطه پژوهش‌های مختلفی انجام گرفته است. به عنوان مثال، بلومنتال و همکاران [3] به بررسی اثرات نرخ کرنش و دما بر پلی‌کربنات و پلکسی‌گلس پرداختند. آن‌ها نشان دادند که پلکسی‌گلس وابستگی شدیدی به دما و نرخ کرنش دارد در حالی که، وابستگی پلی‌کربنات به نرخ کرنش نسبت به پلکسی-گلس کمتر است. اثرات نرخ کرنش و دما بر تنش تسلیم فشاری پلی‌کربنات و پلی‌ونیلین‌دی‌فلوراید نیز توسط شیویور و همکاران [4] بررسی گردید. مطابق نتایج تحقیق آن‌ها، خواص فشاری وابسته به نرخ کرنش و دما می‌باشد و با آن‌ها تغییر می‌کند. اومار و همکاران [5] اثرات نرخ کرنش را بر روی سه پلیمر پلی‌کربنات، پلی‌پروپیلن، پلی‌اتیلن بررسی نمودند و به این نتیجه رسیدند که تنش تسلیم، مدول فشاری و مقاومت فشاری متناسب با افزایش نرخ کرنش افزایش می‌یابد. ناکای و یوکویاما [6] به وسیله هاپکینسون فشاری و اینسترون به بررسی اثرات نرخ کرنش در دمای محیط بر چهار پلیمر صنعتی از جمله پلی‌کربنات پرداختند و گزارش کردند که استفاده از مدل رامبرگ-اسکوت در پلی‌کربنات، ای‌بی‌اس و پی‌وی‌سی توانایی قابل قبولی در پیش‌بینی منحنی تنش-کرنش فشاری دارد.

کامپوزیت‌های پلیمری تقویت‌شده با نانو رس به واسطه نسبت ابعادی بالا و فصل مشترک بزرگ خواص فوق‌العاده‌ای از جمله فیزیکی، حرارتی و مکانیکی حتی در درصدهای وزنی پائین با توجه به پلیمرهای خالص نشان می‌دهند [7-10]. همچنین، گرافن‌اکسید یک ساختار دوبعدی از یک لایه منفرد شبکه لانه زنبوری کربنی می‌باشد که با توجه به ویژگی‌های منحصر به فرد و عالی آن از قبیل؛ رسانایی، استحکام در سال‌های اخیر توجه زیادی را درتحقیقات به خود جلب کرده است[11]. به عنوان مثال، موی و همکاران [12]، به‌صورت تجربی اثرات نرخ کرنش فشاری و درصد وزنی نانو کامپوزیت پلی‌کربنات تقویت شده با نانو رس اصلاح شده کلوسایت 25A را پیش‌بینی نمودند. آن‌ها نشان دادند که با افزایش درصد وزنی و نرخ کرنش، تنش تسلیم افزایش یافته است. اثرات نانو رس اصلاح شده کلوسایت 25A بر خواص مکانیکی توسط الکس و همکاران بررسی گردید. درصد وزنی نانو رس‌ها در این پژوهش 1.5٪، 2.5٪، 3.5٪ و 5٪ بود. آن‌ها نشان دادند که نانو رس منجر به بهبود تنش تسلیم کششی می-گردد[13]. کاتجا و همکاران [14] نشان دادند که نانو رس‌های اصلاح شده با مونتموریلونیت منجر به بهبود رفتار کششی و ضربه شارپی پلی‌کربنات می-گردد.کینگ و همکاران [15] اثرات نانو گرافیت با درصد وزنی بالا بر خواص الکتریکی، حرارتی، مدول خمشی و کششی نانو کامپوزیت پلی‌کربنات را به صورت تجربی مورد بررسی قرار دادند. آن‌ها نشان دادند که با افزایش درصد وزنی گرافیت، مدول کششی و خمشی افزایش می‌یابد. آل-لافی و سانگ [16] به بررسی تأثیرات نرخ‌های کرنش پائین و بالا بر نانو کامپوزیت پلی‌کربنات تقویت‌شده با نانو لوله‌های کربنی چند دیواره پرداخته‌اند. آن‌ها نشان دادند که نانو لوله‌های کربنی باعث افزایش مقاومت به ضربه، انرژی شکست ضربه و چقرمگی شکست ضربه می‌گردد، به‌گونه‌ای که 1% وزنی نانو لوله‌های کربنی باعث افزایش 320% و 350% در حداکثر بار و انرژی شکست ضربه شده است. شکریه و جنیدی [17] خواص کششی و ضربه‌ای نانو کامپوزیت‌های پلی‌پروپیلن تقویت شده با نانو گرافن را مورد بررسی قرار داده‌اند. آن‌ها برای توزیع بهتر گرافن در زمینه از روش پوشش‌دهی استفاده نمودند و همچنین، نشان دادند که بهترین درصد وزنی گرافن 0.5% است و با افزایش درصد وزنی به دلیل تشکیل پدیده کلوخه‌ای خواص مکانیکی کاهش می‌یابد. اثرات هیبریدی نانو صفحات گرافن و نانو رس بر استحکام ضربه‌ای نانو کامپوزیت‌های پلی‌پروپیلن با استفاده از روش طراحی رویه پاسخ توسط پایگانه و همکاران [18] بررسی گردید. آن‌ها نشان دادند که با افزایش درصد نانو ذرات، خواص ضربه‌ای به دلیل تشکیل پدیده کلوخه‌ای و ایجاد تمرکز تنش کاهش می‌یابد. میکروسختی نانو کامپوزیت‌های پلی‌پروپیلن تقویت شده با دو نوع فیلر شامل، نانو رس و کلسیم‌کربنات توسط پاینده پیمان و همکاران [19] بررسی گردید. آن‌ها از مدل دراگر-پراگر برای شبیه‌سازی آزمون ویکرز در آباکوس استفاده نمودند و همچنین، نشان دادند که استفاده از مدل دراگر-پراگر با انتخاب زاویه اتساع مناسب نتایج دقیق‌تری نسبت به مدل‌های ماکرومکانیکی و میکرومکانیکی دارد.

تاکنون مدل‌های زیادی برای پیش‌بینی منحنی‌های تنش-کرنش پلیمرهای ترموست و ترموپلاستیک وابسته به نرخ کرنش و دما ارائه گردیده است. برخی از این مدل‌های ارائه شده، از مدل جانسون-کوک الهام گرفته شده‌اند [20-25] و برخی دیگر براساس مدل‌های ویسکوالاستیک-پلاستیک [26-28] می‌باشد. محاسبه ضرایب برخی از این مدل‌ها نیازمند انجام آزمایش-هایی مانند آنالیز مکانیکی دینامیکی است، که بر پیچیدگی آن می‌افزاید.

باتوجه به پیشینه مطالعات، بیشتر کارهای انجام شده در زمینه نانوکامپوزیت‌های پلی‌کربنات به بررسی خواص شیمیایی، مورفلوژی و خواص کششی و یا خمشی پرداخته‌اند. بنابرین، در این پژوهش، به بررسی اثرات نرخ کرنش بر رفتار فشاری نانوکامپوزیت‌های پلی‌کربنات تقویت شده با نانو رس اصلاح شده کلوزیت 20A و گرافن‌اکسید پرداخته شده است. به‌منظور توزیع بهتر فیلر در ماتریس از روش مستربچ استفاده گردید. مستربچ نانو رس از روش مستقیم و مستربچ گرافن اکسید از روش حلال تهیه شد. نمونه‌های فشاری براساس تزریق تهیه می‌شوند. در ادامه، آزمون فشار به کمک دستگاه سنتام در سه نرخ مختلف در دمای محیط انجام گرفت. در بخش تحلیلی، بر اساس مدل جی‌سل-جوناس [20-22]، مدلی برای پیش‌بینی منحنی تنش-کرنش فشاری نانوکامپوزیت در نرخ‌های مختلف در دمای محیط ارائه گردید. مدل ارائه شده به خوبی توانایی پیش‌بینی کرنش نرمی و کرنش سختی را دارا می‌باشد. همچنین، در پایان، براساس ترکیب مدل ارینگ [29] و مدل میکرومکانیک تورسانی و همکاران [30] مدلی وابسته به نرخ کرنش و درصد فیلر برای پیش-بینی تنش تسلیم فشاری نانوکامپوزیت‌ها ارائه می‌شود.

2- مواد، ساخت و روش آزمایش

2-1- مواد

در این تحقیق، پلی کربنات با نام تجاری ماکرولون 2807 تهیه شده از شرکت بایر آلمان دارای شاخص مذاب 10 گرم بر 10 دقیقه و چگالی 1200 کیلوگرم بر متر مکعب به عنوان ماتریس انتخاب شده است. برای تقویت این ماده، نانوصفحات گرافن اکسید تهیه شده از شرکت نانوتک کشور هند با ضخامت متوسط 4.5 نانومتر، قطر متوسط 7.5 میکرومتر، مساحت سطح متوسط $120\ m^2/g$ و چگالی بالک $0.42\ g/cc$ مورد استفاده قرار گرفته است. همچنین، نانو رس اصلاح شده با نام تجاری کلوزیت 20A، محصول شرکت بی‌واکی با چگالی $1.77 g/cm^3$ است. کلروفرم استفاده شده نیز از شرکت سیگما آلدریچ خریداری شده است.

2-2- روش ساخت

به منظور توزیع همگن‌تر نانو ذرات رس در زمینه پلیمری، ابتدا یک مستربچ 10% وزنی نانو رس به وسیله اکسترودر دو مارپیچه تهیه (شکل 1الف) و سپس با استفاده از پلی‌کربنات خالص به درصدهای دلخواه رقیق گردید. مستربچ 5% نانو گرافن اکسید به روش محلولی تهیه شده است. شکل 1ب شماتیک ساخت مستربچ پلی‌کربنات-گرافن اکسید را نشان می‌دهد. به طور خلاصه، ابتدا مقداری پلی‌کربنات مورد نیاز برای ساخت مستربچ به یک ظرف حاوی کلروفرم اضافه می‌شود و تحت همزن مغناطیسی و دمای 60°C قرار می‌گیرد تا به طور کامل گرانول‌های پلی‌کربنات حل شوند. در مرحله بعد، گرافن اکسید به مدت 30 دقیقه توسط یک دستگاه مافوق صوت با توان خروجی 180 وات و فرکانس 20 کیلوهرتز در حضور کلروفرم انرژی داده می‌شود تا لایه‌های گرافن اکسید از هم باز شوند. سپس، این لایه‌های باز شده به محلول کلروفرم/پلی‌کربنات اضافه می‌گردد و به مدت 3 ساعت تحت همزن مغناطیسی و دمای 50°C قرار می‌گیرد تا محلول یکنواختی از پلی‌کربنات و گرافن اکسید تهیه گردد.

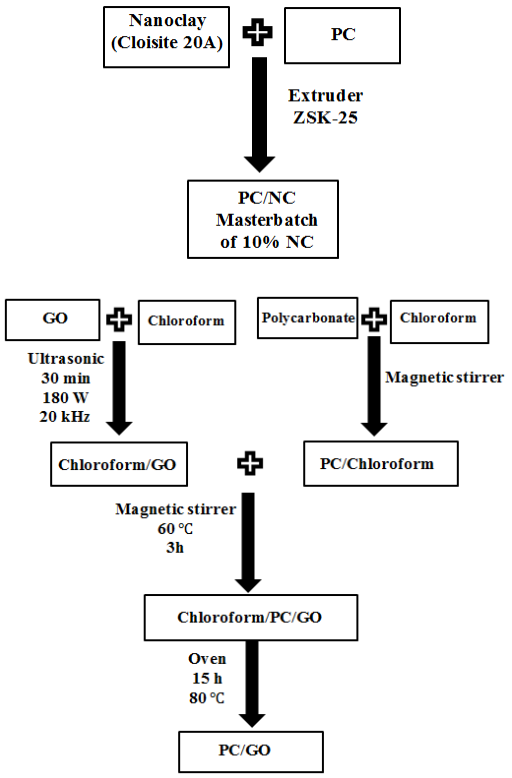


Fig. 1 schematic of fabrication process for making masterbatch a) Clay b) Graphene oxide

شکل 1 شماتیک ساخت فرآیند مستربچ الف) رس ب) گرافن اکسید

محلول حاصل شده به مدت 15 ساعت در آون خلا در دمای 80°C حرارت داده شده تا کاملا خشک شود و عاری از حلال گردد. بعد از تهیه مستربچ گرافن اکسید با استفاده از پلی‌کربنات خالص به درصدهای دلخواه توسط اکسترودر رقیق می‌شود. اکسترود کردن کامپوزیت‌ها با استفاده از دستگاه اکسترودر دوپیچه ZSK-25، ساخت شرکت کوپرین آلمان با قطر پیچ 25 میلی‌متر و نسبت طول به قطر 40، انجام شده است. به منظور خروج رطوبت از میان گرانول‌ها، به مدت 24 ساعت در دمای 80 درجه سلسیوس در خشک کن نگهداری می‌شوند. بعد از اطمینان از خشک شدن کامل گرانول‌ها، نمونه‌های آزمایش (شکل 2) با استفاده از دستگاه تزریق تولید می‌شوند. درصدهای مختلف کامپوزیت‌های تولیدی و کدبندی آن‌ها در جدول 1 نشان داده شده است.

جدول 1 جزئیات ترکیب نمونه‌ها

Table 1. The composition details of samples

کد نمونه	نوع فیلر	درصد وزنی
PC	-	0
PC03GO	گرافن اکسید	0.3
PC06GO	گرافن اکسید	0.6
PC09GO	گرافن اکسید	0.9
PC05NC	رس	0.5
PC1NC	رس	1
PC3NC	رس	3

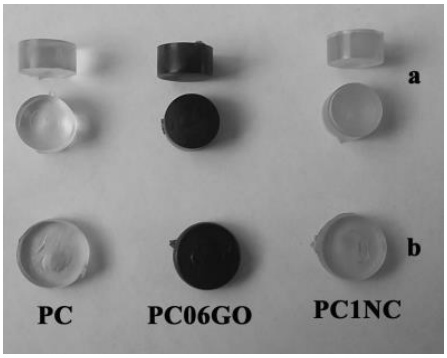


Fig. 2 The shape of specimens after injection a) before b) after compressive test

شکل 2 نمونه‌های تولیدی بعد از تزریق الف) قبل از تست فشار ب) بعد از تست فشار

2-3- آزمایش فشار

آزمون فشار روی نمونه‌های نانو کامپوزیت تهیه شده با قطر 10 و طول 5 میلیمتر با استفاده از دستگاه یونیورسال سنتام در سه نرخ $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}, 10^{-2}, 10^{-1} s^{-1}$ و در دمای محیط انجام شد. به منظور کاهش اثر اصطکاک در آزمون فشار، از گریس در سطح تماس نمونه و فک دستگاه استفاده گردید. هر آزمایش حداقل پنج بار تکرار شده و میانگین نتایج گزارش گردید.

3- مدل سازی رفتار الاستیک-پلاستیک فشاری کامپوزیت

در این بخش، یک مدل ساختاری جدیدی بر اساس اصلاح مدل جی‌سل-جوناس [22-20] ارائه شده است. مدل جی‌سل-جوناس با رابطه زیر بیان می‌گردد:

$$\sigma = C_1\{e^{C_2\varepsilon^2}\}\{1 - e^{-C_3\varepsilon}\}\{\dot{\varepsilon}^{C_4}\}\{e^{C_5 T}\} \quad (1)$$

در این مدل، σ، ε، $\dot{\varepsilon}$، T به ترتیب بیانگر تنش، کرنش، نرخ کرنش و دما و $C_i (i = 1 \dots 5)$ ضرایب مجهول این مدل ماده می‌باشند. در رابطه (1)، عبارت‌های $\{1 - e^{-C_3\varepsilon}\}$ و $\{e^{C_2\varepsilon^2}\}$ بیانگر کرنش سختی و قسمت الاستیک غیرخطی می‌باشند. این مدل توانایی پیش‌بینی کرنش نرمی را ندارد.

مدل جی‌سل-جوناس برای پیش‌بینی کرنش نرمی و اصلاح کرنش سختی به صورت رابطه (2) اصلاح می‌گردد.

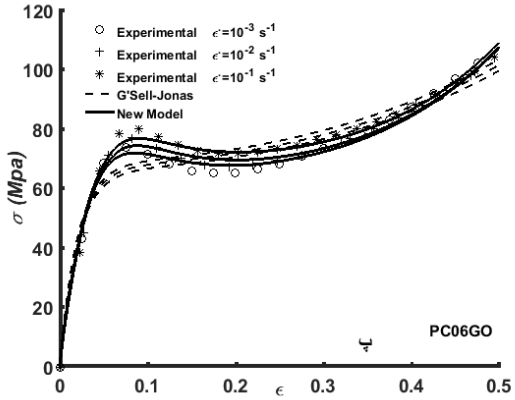
$$\sigma = C_1\{1 - e^{-C_2\varepsilon}\}\{e^{-C_3\varepsilon} + \varepsilon^{C_4}\}\{e^{C_5\varepsilon^2+\varepsilon^{C_6}-C_7}\}\{\dot{\varepsilon}^{C_8}\}\{e^{C_9T}\} \quad (2)$$

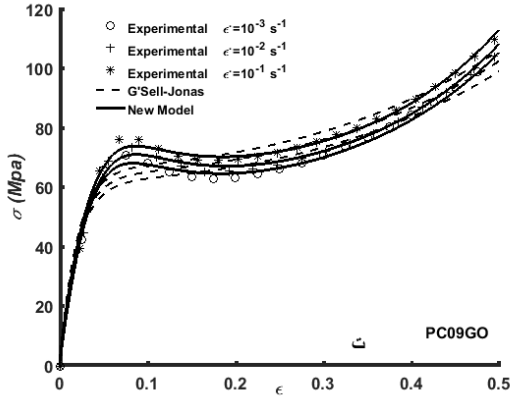
در این رابطه، $C_i(i = 1 \dots 9)$ ضرایب مجهول مدل ماده هستند که با استفاده از تکنیک برازش منحنی بر نمودارهای تنش-کرنش در نرخ‌های مختلف تعیین می‌شوند.

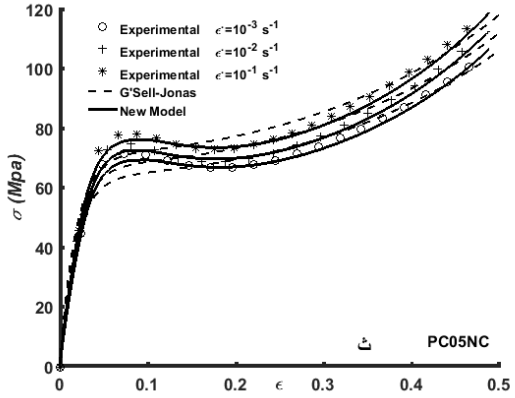
منحنی‌های تنش-کرنش به دست آمده از آزمایش در نرخ کرنش‌های مختلف برای نانوکامپوزیت پلی‌کربنات با درصدهای مختلف فیلر در شکل 3 نشان داده شده‌اند. در این شکل، منحنی‌های به دست آمده از روابط 1 و 2 نیز نشان داده شده‌اند.

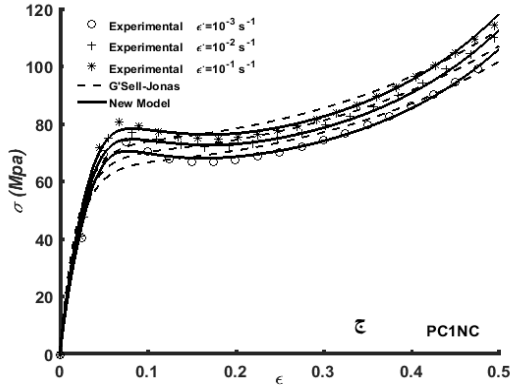
همان‌گونه که در شکل 3 مشاهده می‌شود، برای تمام نرخ کرنش‌ها، نمونه-های کامپوزیتی پلی‌کربنات ابتدا رفتار ارتجاعی را تجربه می‌کنند و سپس به نقطه تسلیم می‌رسند. بعد از تسلیم، به علت شکل‌گیری باندهای موضعی ماده دچار رفتار کرنش نرمی می‌شود و به دنبال آن به علت جهت‌گیری زنجیره‌های پلیمری، ماده دچار رفتار کرنش سختی می‌گردد [31]. همان گونه که ملاحظه می‌گردد، مدول الاستیسیته و تنش تسلیم به نرخ کرنش و درصد فیلر حساس می‌باشند، به‌گونه‌ای که با افزایش نرخ کرنش و درصد فیلر خواص افزایش می-یابند.

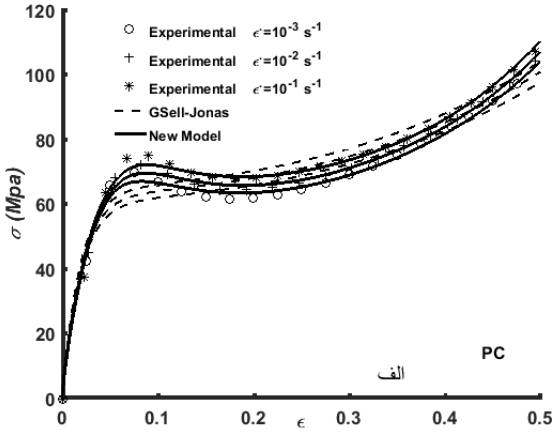
همان‌گونه که از شکل 3 مشخص است، هر دو مدل جی‌سل-جوناس و جی‌سل-جوناس اصلاح شده (معادلات 1 و 2) رفتار ماده را در حالت الاستیک به خوبی پیش بینی می کنند و دقت مدل حاضر به دلیل در نظر گرفتن کرنش نرمی ماده، در حالت پلاستیک بهتر می باشد.

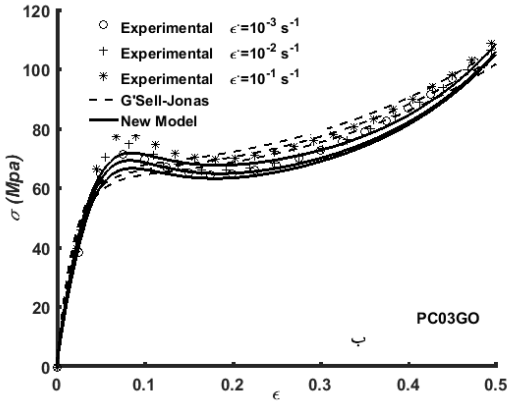












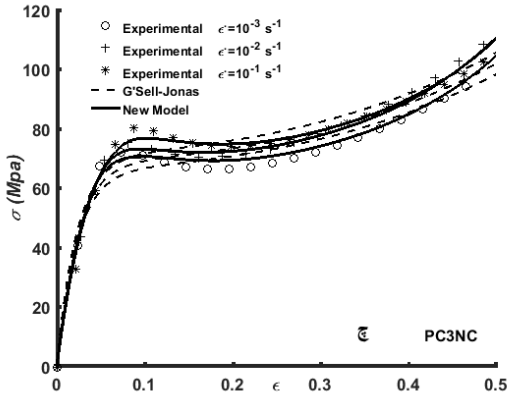


Fig. 3 A comparison between the predicted and the experimental stress-strain curves of polycarbonate nanocomposites at the different strain rates for a) PC b) PC03GO c) PC06GO d) PC09GO e) PC05NC f) PC1NC g) PC3NC

شکل 3 مقایسه بین منحنی‌های تنش-کرنش پیش‌بینی شده و آزمایشی در نرخ کرنش‌های مختلف برای نانوکامپوزیت پلی‌کربنات الف) PC ب) PC03GO پ) PC06GO ت) PC09GO ث) PC05NC ج) PC1NC چ) PC3NC

4- مدل سازی رفتار تنش تسلیم فشاری

در این بخش، با ترکیب مدل ارینگ [29] و مدل میکرومکانیک تورسانی و همکاران [30] مدلی به منظور پیش‌بینی تنش تسلیم نانوکامپوزیت‌ها برحسب نرخ کرنش و درصد فیلر ارائه می‌گردد. مدل ارینگ با رابطه زیر بیان می‌شود:

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{kT}{V_0}\exp\left(\sqrt{\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_c}}\right) \tag{3}$$

که در آن، σ_y، k، T و $\dot{\varepsilon}$ به ترتیب، تنش تسلیم، ثابت بولتزمن، دمای آزمایش و نرخ کرنش می‌باشند. مدل فوق دارای سه ثابت σ_0، V_0 و $\dot{\varepsilon}_c$ است.

مدل میکرومکانیک تورسانی و همکاران به صورت رابطه زیر تعریف می‌گردد:

$$\sigma_{y,c} = \sigma_{y,M}\left[\frac{1-V_p}{1+2.5V_p}\right]\exp\left(BV_p\right) \tag{4}$$

در رابطه فوق، $\sigma_{y,c}$ و $\sigma_{y,M}$ تنش تسلیم کامپوزیت و ماتریس، V_p کسر حجمی فیلر و B ثابت مدل ماده می‌باشد که باید تعیین گردد.

رفتار تنش تسلیم پلی‌کربنات خالص توسط رابطه (3) بیان می‌گردد. بنابرین، تنش تسلیم نانو کامپوزیت پلی‌کربنات را می‌توان با ترکیب روابط (3) و (4) به صورت رابطه زیر بیان نمود:

$$\sigma_{y,c} = \left(\sigma_0 + \frac{kT}{V_0}\exp\left(\sqrt{\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_c}}\right)\right)\left[\frac{1-V_p}{1+2.5V_p}\right]\exp\left(BV_p\right) \tag{5}$$

برای پیش‌بینی تنش تسلیم نانوکامپوزیت‌ها، ابتدا ضرایب مجهول مدل ارینگ (رابطه 3) برای پلی‌کربنات خالص استخراج و سپس ضریب مجهول B در رابطه (5) برای نانو رس و گرافن اکسید براساس تکنیک برازش منحنی محاسبه گردیده است.

اثر نرخ کرنش بر تنش تسلیم نانوکامپوزیت‌ها در شکل 4 ترسیم شده است. همان‌گونه که ملاحظه می‌گردد، با افزایش نرخ کرنش از 10^{-3} تا 10^{-1}، تنش تسلیم پلی‌کربنات خالص به علت کاهش حرکت زنجیره‌های پلیمری، حدود 8.3% افزایش یافته است. همچنین، اضافه نمودن فیلرها با استحکام بخشی نابه‌جایی‌ها منجر به کاهش حرکت‌پذیری زنجیره‌های پلیمری، افزایش سختی و درنتیجه بهبود تنش تسلیم فشاری می‌گردد به گونه‌ای که بهترین درصد وزنی گرافن اکسید و رس به ترتیب 0.6% و 1% و درصد بهبود آن به ترتیب 6.2% و 7.6% است.

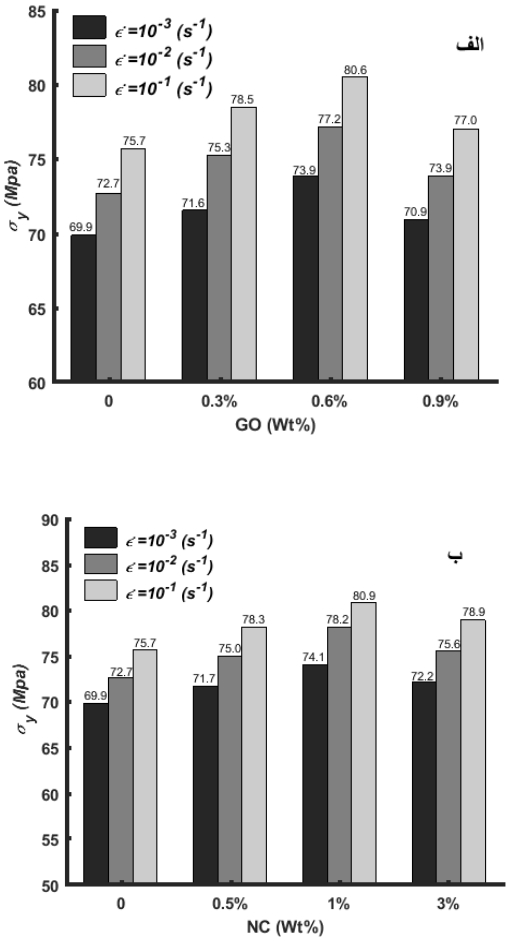


Fig. 4 Effects of strain rate on the yield stress a) PC/GO b) PC/NC

شکل 4 اثر نرخ کرنش بر تنش تسلیم الف) پلی‌کربنات/ گرافن اکسید ب) پلی‌کربنات/ رس

پیش‌بینی تنش تسلیم پلی‌کربنات خالص طبق مدل ارینگ (رابطه 3) در شکل 5 ترسیم شده است. همچنین، تنش تسلیم نانوکامپوزیت‌ها (رابطه 5) با نتایج آزمایشگاهی برحسب درصدهای مختلف نانو در نرخ کرنش‌های مختلف در شکل 6 آورده شده است.

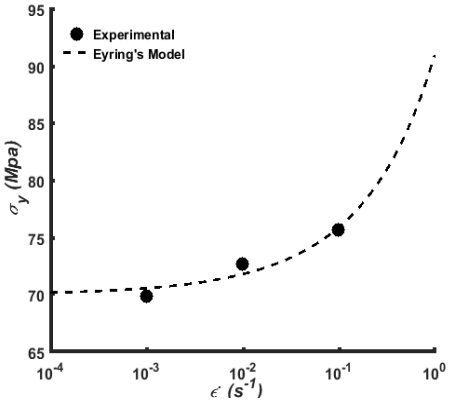


Fig. 5 A comparison between the experimental yield stress and the results predicted by the Eyring's model for pure polycarbonate

شکل 5 مقایسه تنش تسلیم آزمایشی با نتایج مدل ارینگ برای پلی‌کربنات خالص

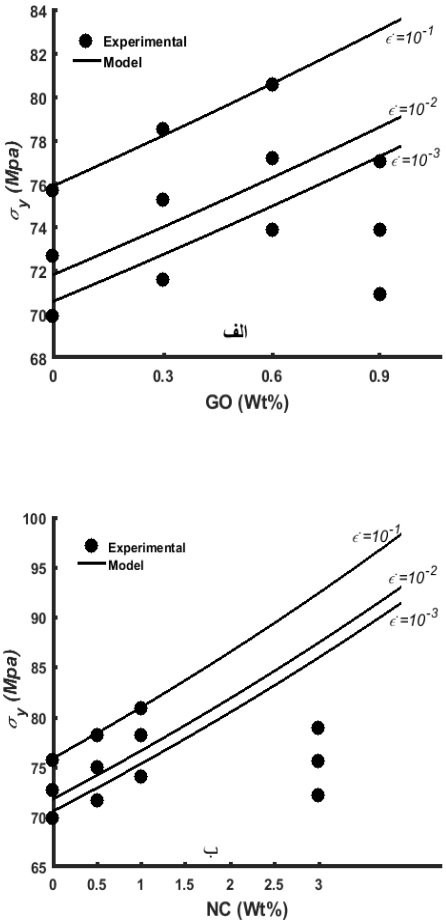


Fig. 6 Comparison of experimental yield stress obtained at the different strains rate with the results provided by the proposed model

شکل 6 مقایسه تنش تسلیم به دست آمده از آزمایش و مدل ارائه شده در نرخ کرنش‌های مختلف الف) پلی‌کربنات/ نانو رس ب) پلی‌کربنات/ گرافن اکسید

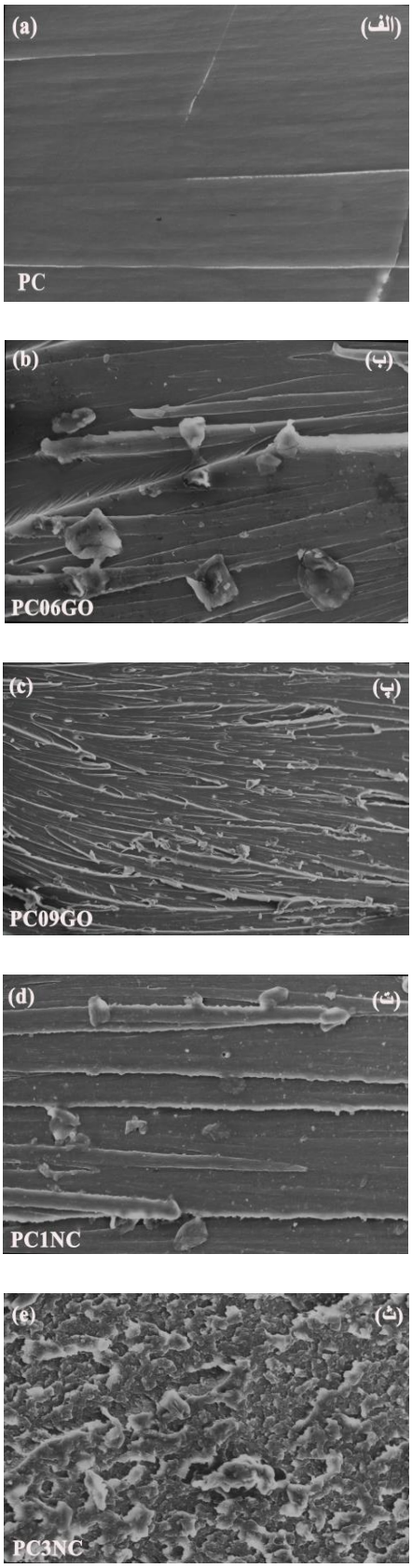


Fig. 7 SEM images from surface of composites' sample a) PC b) PC06GO c) PC09GO d) PC1NC e) PC3NC

شکل 7 تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح نمونه‌های کامپوزیتی الف) PC ب) PC06GO پ) PC09GO ت) PC1NC ث) PC3NC

همان‌گونه که مشاهده می‌شود مدل فوق دارای دقت قابل قبولی برای پیش‌بینی تنش تسلیم می‌باشد، اما با افزایش درصد وزنی فیلرها، فاصله بین صفحات کم و احتمال برهم‌کنش بین سطح فیلرها و تاثیر نیروهای واندروالسی ذاتی موجود در بین صفحات افزایش می‌یابد که منجر به چسبندگی ذرات و تشکیل پدیده کلوخه‌ای خواهد شد[33,32]. در این حالت، تنش تسلیم کاهش می‌یابد به گونه‌ای که مدل فوق در درصدهای بالا قابلیت پیش‌بینی خود را به کلی از دست می‌دهد. شکل 7 تصاویر میکروسکوپی از سطح نمونه‌ها را نشان می‌دهد. شکل 7-الف مربوط به نمونه بدون فیلر می‌باشد. مشاهده می‌شود که پلی-کربنات خالص دارای سطحی هموار است اما با افزایش درصد وزنی تقویت کننده‌ها، به علت مقاومت فیلرها در برابر رشد ترک دارای باندهای برشی زیادی خواهد شد.

5- نتیجه‌گیری

در این پژوهش، از روش مستربچ جهت ساخت نانو کامپوزیت پلی‌کربنات/ گرافن اکسید و پلی‌کربنات/ رس (کلوزیت 20A) استفاده شده است. نمونه‌های کامپوزیتی با استفاده از تزریق تولید و خواص فشاری در دمای محیط در سه نرخ کرنش مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نهایی حاصل از این پژوهش را می-توان به‌صورت زیر خلاصه کرد:

1- منحنی تنش-کرنش فشاری نانوکامپوزیت‌ها از قسمت غیرخطی الاستیک، تسلیم، کرنش نرمی و کرنش سختی تشکیل شده است.

2- افزایش نرخ کرنش و اضافه نمودن فیلرها باعث محدود شدن حرکت زنجیره‌های پلیمری و در نتیجه منجر به بهود خواص مکانیکی می‌گردد.

3- بیشترین میزان اثربخشی نانو رس و گرافن اکسید به ترتیب در کامپوزیت‌های حاوی 1% و 0.6% وزنی می‌باشد. نانو رس و گرافن اکسید به ترتیب باعث بهبود 6.2% و 7.6% در تنش تسلیم می‌شود.

4- با افزایش درصد فیلرها به دلیل تشکیل پدیده کلوخه‌ای خواص مکانیکی کاهش می‌یابد.

5- مدل اصلاحی جی‌سل-جوناس به خوبی منحنی تنش-کرنش فشاری را در نرخ‌های مختلف توصیف می‌کند.

6- ترکیب مدل ارینگ و مدل میکرومکانیکی تورسانی و همکاران می-تواند تنش تسلیم نانوکامپوزیت پلی‌کربنات را بر اساس تابعی از نرخ کرنش و درصد حجمی فیلر پیش‌بینی کند. اما این مدل قابلیت پیش‌بینی افت تنش تسلیم، ناشی از پدیده کلوخه‌ای را ندارد.

6- مراجع

[1] Mazumdar, S., "Composites Manufacturing: Materials, Product, and Process Engineering", First ed., CRC Press, United States, pp. 25-28, 2001.

[2] Harper, C. A., "Handbook of Plastics, Elastomers, and Composites", Fourth ed., McGraw-Hill, New York, pp.30-32, 2002.

[3] Blumenthal, W. R., "Influence of Temperature and Strain Rate on the Compressive Behavior of PMMA and Polycarbonate Polymers, " AIP Conference Proceedings, Vol. 620, pp. 665–668, 2002.

[4] Siviour, C. R., Walley, S. M., Proud, W. G., Field, J. E., "The High Strain Rate Compressive Behaviour of Polycarbonate and Polyvinylidene Difluoride," Polymer, Vol. 46, No. 26, pp. 12546–12555, 2005.

[5] Omar, M. F., Akil, H. M., Ahmad, Z. A., "Measurement and Prediction of Compressive Properties of Polymers at High Strain Rate Loading," Material and Design., Vol. 32, No. 8–9, pp. 4207–4215, 2011.

[6] Nakai, K., Yokoyama, T., "Uniaxial Compressive Response and Constitutive Modeling of Selected Polymers Over a Wide Range of Strain Rates," Journal of Dynamic Behavior of Materials, Vol. 1, No. 1, pp. 15–27, 2015.

[7] Fareed, M. A., Stamboulis, A., "Effect of Nanoclay Dispersion on the Properties of a Commercial Glass Ionomer Cement," International Journal of Biomaterials, 2014.

[8] Najafi, A., Kord, B., Abdi, A., Ranaee, S., "The Impact of the Nature of Nanoclay on Physical and Mechanical Properties of Polypropylene/reed Flour Nanocomposites," Journal of Thermoplastic Composite Materials, Vol. 25, No. 6, pp. 717–727, 2012.

[9] Hossen, M. F., Hamdan, S., Rahman, M. R., Rahman, M. M., Liew, F. K., Lai, J. C., "Effect of Fiber Treatment and Nanoclay on the Tensile Properties of Jute Fiber Reinforced Polyethylene/clay Nanocomposites," Fibers and Polymers., Vol. 16, No. 2, pp. 479–485, 2015.

[10]Babaei, I., Madanipour, M., Farsi, M., Farajpoor, A., "Physical and Mechanical Properties of Foamed HDPE/Wheat Straw Flour/Nanoclay Hybrid Composite," Composites Part B: Engineering, Vol. 56, pp. 163–170, 2014.

[11] Zhu, Y., Murali, S., Cai, W., Li, X., Suk, J.W., Potts, J.R., Ruoff, R.S., "Graphene and Graphene Oxide: Synthesis, Properties, and Applications," Advanced Materials, Vol. 22, No. 35, pp. 3906–3924, 2010.

[12]Al-Lafi, W., Jin, J., Song, M., "Mechanical Response of Polycarbonate Nanocomposites to High Velocity Impact," European Polymer Journal, Vol. 85, No. Supplement C, pp. 354–362, 2016.

[13]Hsieh, A.J., Moy, P., Beyer, F.L., Madison, P., Napadensky, E., Ren, J., Krishnamoorti, R., "Mechanical Response and Rheological Properties of Polycarbonate Layered-Silicate Nanocomposites," Polymer Engineering And Science, Vol. 44, No. 5, pp. 825–837, 2004.

[14] Katja, N., Vuorinen,J., Villman, V., Suihkonen, R., Ja¨rvela¨, P., Sundelin, J., Lepisto, T., "Characterization of Twin-Screw-Extruder Compounded Polycarbonate Nanoclay Composites," Polymer Engineering And Science, Vol. 49, No. 4, pp.631-640, 2009.

[15] King, J.A., Via, M.D., Morrison, F.A., Wiese, K.R., Bearch, E.A., Cieslinski, M.J., Bogucki, G.R, "Characterization of Exfoliated Graphite Nanoplatelets/Polycarbonate Composites: Electrical and Thermal Conductivity, and Tensile, Flexural, and Rheological Properties," Journal of Composite Materials., Vol. 46, No. 9, pp. 1029–1039, 2012.

[16]Moy, P., Weerasooriya, T., Chen, W., "Mechanical Response of Polycarbonate Nano-Composites as a Function of Strain Rate and Weight Percent of Nano-Silicate Clay Loading," Dynamic Behavior of Materials, Volume 1: Proceedings of the 2012 Annual Conference on Experimental and Applied Mechanics, Conference Proceedings of the Society for Experimental Mechanics Series., Vol. 1, pp. 17–20, 2018.

[17]Shokrieh, M.M., Joneidi, V.A., "Manufacturing and Experimental Charact Terization of Graphene / Polypropylene Nanocomposites." In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol. 13, No. 11, pp. 55–63, 2014.

[18] Payganeh, G., Ghasemi, I., Rahmani, M., Kazemnejad, A., "An Investigation on the Impact properties of Nanocomposite Based on Polypropylene / Graphene Nanosheets / Nano Clay Using Response Surface Methodology," In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol. 15, No. 9, pp. 271–279, 2015.

[19]Payandehpeyman, J. Majzoobi, Gh. and Bagheri, R., "Experimental, Analytical and Numerical Investigation of

Polypropylene Nanocomposites Microhardness", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 3, No. 2, pp. 165-176, 2016.

[20]Duffo, P., Monasse, B., Haudin, J. M., G'Sell, C., Dahoun, A., "Rheology of Polypropylene in the Solid State," Journal of Materials Science, Vol. 30, No. 3, pp. 701–711, 1995.

[21]G'sell, C., and Jonas, J. J., "Determination of the Plastic Behaviour of Solid Polymers at Constant True Strain Rate," Journal of Materials Science, Vol. 14, No. 3, pp. 583–591, 1979.

[22]Schang, O., Billon, N., Muracciole, J., Fernagut, F., "Mechanical behavior of a ductile polyamide 12 during impact," Polymer Engineering and Science, Vol. 36, No. 1374, pp. 541–550, 1996.

[23] Shokrieh, M. M., Shamaei Kashani, A. R., Mosalmani, R., "A Dynamic-Micromechanical Constitutive Model to Predict the Strain Rate Dependent Shear Behavior of Neat and Reinforced Polymers with Carbon Nanofibers," Modares Mechanical Engineering, Vol. 15, No. 7, pp. 13-21, 2015

[24] Shokrieh, M. M., Shamaei Kashani, A. R., Mosalmani, R., "A Dynamic Constitutive-Micromechanical Model to Predict the Strain Rate-Dependent Mechanical Behavior of Carbon Nanofber/ Epoxy Nanocomposites," Iranian Polymer Journal, Vol. 25, No. 6, pp. 487-501, 2016

[25] Shokrieh, M.M., Joneidi, V.A., "Characterization and Simulation of Impact Behavior of Graphene/ Polypropylene Nanocomposites Using a Novel Strain Rate–Dependent Micromechanics Model,"Journal of Composite Materials, Vol. 49, No. 19, pp. 2317-2328, 2015

[26]Mulliken, AD., Boyce, MC., "Mechanics of the Rate-Dependent Elastic-plastic Deformation of Glassy Polymers from Low to High Strain Rates". International Journal of Solids and Structures, Vol. 43, No. 5, pp. 1331–1356, 2006.

[27]Buckley, CP., Dooling, PJ., Harding, J., Ruiz, C., "Deformation of Thermosetting Resins at Impact Rates of Strain. Part 2: constitutive model with rejuvenation". Journal of the Mechanics and Physics of Solids. Vol. 52, No. 10, pp. 2355–2377, 2004.

[28]Porter, D., Gould, PJ., "Predictive Nonlinear Constitutive Relations in Polymers Through Loss History". International Journal of Solids and Structures. Vol. 46, No. 9, pp. 1981–1993, 2009.

[29]Eyring, H., "Viscosity, Plasticity, and Diffusion as Examples of Absolute Reaction Rates," The Journal of Chemical Physics, Vol. 4, No. 4, pp. 283–291, 1936.

[30]Turcsányi, B., Pukánszky, B., Tüdõs, F., "Composition Dependence of Tensile Yield Stress in Filled Polymers," Journal of Materials Science Letters, Vol. 7, No. 2, pp. 160–162, 1988.

[31] Miehe, C., Goektepe, S., Mendez Diez, J., "Finite Viscoplasticity of Amorphous Glassy Polymers in the Logarithmic Strain Space", International Journal of Solids and Structures,Vol.46, No.1, pp. 181-202, 2004.

[32] Lei, S.G., Hoa, S.V., Ton-That, M.-T., "Effect of Clay Types on the Processing and Properties of Polypropylene Nanocomposites", Composites Science and Technology,Vol. 66, No. 10, pp. 1274-1279, 2006.

[33] Kiss, A., Fekete,E., Puka´nszky, B., "Aggregation of CaCO3 Particles in PP Composites: Effect of Surface Coating", Composites Science and Technology,Vol. 67, No.7-8, pp. 1574-1583, 2007.

جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 435-450

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیـــت**

http://jstc.iust.ac.ir

مروری بر آخرین یافته‌ها در زمینه کامپوزیت‌های هوشمند خودترمیم‌شونده با کاربرد در دندانپزشکی

فاطمه آهنگران[1]، امیرحسین نوارچیان[2*]

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

2- استاد، گروه مهندسی شیمی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه اصفهان، اصفهان

* اصفهان، صندوق پستی 73441-81746، navarchian@eng.ui.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/9/29

پذیرش: 97/12/18

کلیدواژگان:

کامپوزیت دندانی

ریزترک

پوسیدگی دندان

پلیمر خودترمیم‌شونده

چقرمگی شکست

چکیده

کامپوزیت‌های دندانی به دلیل داشتن ویژگی‌هایی نظیر حفظ زیبایی دندان، ماهیت غیر مهاجم و محافظه کارانه، خواص فیزیکی و مکانیکی بهبود یافته، به طور گسترده برای ترمیم دندان مورد استفاده قرار می‌گیرند. کامپوزیت‌های دندانی مستعد آسیب‌هایی نظیر ریزترک‌های ناشی از تنش‌های حرارتی و مکانیکی می‌باشند که این آسیب‌ها می‌توانند موجب تضعیف خواص این مواد شوند. تشخیص ریزترک‌ها در کامپوزیت‌های دندانی دشوار و در بسیاری از موارد غیر ممکن می‌باشد. همچنین در صورت تشخیص نمی‌توان این آسیب‌ها را به صورت درجا و با به کارگیری مواد و روش‌های مرسوم ترمیم نمود، از این رو ایجاد خاصیت خودترمیمی در کامپوزیت‌های دندانی ضرورت می‌یابد. در سال‌های اخیر ترمیم خودبخود آسیب‌هایی نظیر ترک‌خوردگی در مواد کامپوزیت دندانی بدون نیاز به مداخله بشر و جایگزینی قطعات جدید، توسعه یافته است. رایج‌ترین روش تهیه کامپوزیت‌های خودترمیم‌شونده دندانی، میکروکپسوله کردن عامل ترمیم در پوسته پلیمری و جاسازی میکروکپسول‌های تهیه شده در ماتریس آکریلاتی کامپوزیت دندانی می‌باشد. بررسی خاصیت خودترمیمی در این کامپوزیت‌های هوشمند دندانی با تعیین چقرمگی شکست کامپوزیت‌ها قبل و بعد از عمل ترمیم از طریق آزمون خمش شکاف تک لبه انجام می‌گیرد. در این پژوهش، مطالعاتی که تا کنون در زمینه کامپوزیت‌های دندانی هوشمند خودترمیم‌شونده انجام شده‌اند، مرور خواهد شد.

A review of recent studies on self-healing smart composites for application in dentistry

Fatemeh Ahangaran and Amir H. Navarchian*

Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, University of Isfahan, Isfahan, Iran.

* P.O.B. 81746-73441, Isfahan, Iran, navarchian@eng.ui.ac.ir

Keywords

Dental composite

Micro-crack

Dental caries

Self-healing polymer

Fracture toughness

Abstract

Dental composites are widely used for dental restorations due to features such as maintaining the beauty of the teeth, non-invasive and conservative nature, and improving the physical and mechanical properties. Dental composites are susceptible to damages such as micro-cracking caused by thermal and mechanical stresses, which can weaken the properties of these materials. In dental composites, the detection of micro-cracks is very difficult and in some cases impossible. In addition, it is not possible to repair these damages *in situ* by using conventional materials and methods. Therefore, the self-healing ability in dental composites is necessary. In recent years, the spontaneous repair of damages such as micro-cracking in dental composite materials has been developed without any type of human intervention and the replacement of new components. The most common method for the preparation of self-healing dental composites is microencapsulation of healing agent in polymeric shell and dispersion of the prepared microcapsules in the acrylate matrix of dental composite. The self-healing properties of dental composites can be investigated by determining the fracture toughness of composites before and after healing performance using single edge V-notch beam test. In the present study, the studies on self-healing smart dental composites will be reviewed.

1- مقدمه

یکی از مشکلات اصلی دهان و دندان، پوسیدگی دندان[1] می‌باشد، به طوری که بیش از 50 درصد کودکان 8-6 سال و 80 درصد نوجوانان بالای 17 سال در معرض این بیماری هستند [1]. همچنین پوسیدگی دندان در بزرگسالان به عنوان یک بیماری در دندان‌های سالم و درمان شده، دیده می‌شود. اگر چه پیشرفت در زمینه تشخیص و درمان پوسیدگی دندان منجر به ایجاد روش‌هایی برای درمان شده است، هم چنان روش حذف مکانیکی بافت سخت[2]، ترمیم و جایگزینی مینای دندان به طور گسترده برای درمان پوسیدگی و بازگردانی عملکرد دندان به کار می‌روند. آمارها نشان می‌دهد حدود 50 درصد بخش‌های شکسته شده دندان با مواد ترمیم‌کننده جایگزین می‌شوند [2]. مواد ترمیم‌کننده یک عنصر کلیدی برای درمان پوسیدگی دندان می‌باشند و انتخاب آن‌ها بسیار حائز اهمیت است. اگر چه آمالگام

[1] Dental caries

[2] Hard tissue

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Ahangaran, F. and Navarchian, A.H., "A review of recent studies on self-healing smart composites for application in dentistry", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No.6, pp. 435-450, 2019.

دندانی[1] به عنوان یک ماده مقرون به صرفه برای ترمیم دندان محسوب می‌شود، اما به دلیل سمیت جیوه موجود در ترکیب آن و نیز اهمیت حفظ زیبایی دندان، تقاضاهای روزافزونی برای جایگزینی این ماده با جایگزین‌های هم‌رنگ با رنگ طبیعی دندان که همان طول عمر بیولوژیکی را فراهم کنند، وجود دارد. از این رو استفاده از کامپوزیت‌های پلیمری به طور گسترده در سراسر جهان به عنوان یک ماده ترمیم‌کننده برای جایگزینی آمالگام برای ترمیم آسیب‌های دندانی مورد توجه قرار گرفته است [3].

کامپوزیت‌های دندانی پلیمری متداول شامل یک فاز پراکنده یا تقویت‌کننده با مقاومت بالا و یک بستر آلی (ماتریس)[2] با مقاومت پایین‌تر می‌باشند. بستر آلی شامل یک رزین گرماسخت از نوع دی‌متاکریلات‌های آلیفاتیک و یا آروماتیک، آغازگر[3] پلیمریزاسیون، شتابدهنده[4]، بازدارنده[5] و غیره می‌باشد [4]. متداول‌ترین مونومرهای دی‌آکریلاتی مورد استفاده در کامپوزیت‌های دندانی تجاری، بیس‌فنل‌آ-گلیسیدیل‌دی‌متاکریلات[6] (Bis-GMA) و یورتان‌دی‌متاکریلات (UDMA)[7] می‌باشند. ماتریس آلی پرنشده به دلیل داشتن خواص مکانیکی ضعیف، قابلیت ترمیم دندان را ندارد. به منظور بهبود خواص مکانیکی نظیر افزایش استحکام و مدول الاستیک، کاهش انقباض ناشی از پلیمر شدن، کاهش ضریب انبساط حرارتی و جذب آب توسط بافت کامپوزیت دندانی، به کارگیری فاز پراکنده یا تقویت کننده (پرکننده معدنی) همانند کوارتز، سیلیکا کلوئیدی، سیلیکا شیشه‌ایی حاوی باریم، استرانسیم و زیرکونیوم نظیر شیشه باریوم بوروآلومینوسیلیکات[8] بسیار موثر می‌باشد.

کامپوزیت‌های دندانی مدرن با وجود مزایایی که دارند اما خواص مکانیکی ضعیف‌تر و در نتیجه مدت زمان سرویس‌دهی کوتاه‌تری نسبت به آمالگام دندانی دارند. محققان تلاش‌های زیادی جهت بهبود خواص مکانیکی و مقاومت کامپوزیت‌های دندانی در برابر شکست انجام داده‌اند [6,5]. از سوی دیگر، کامپوزیت‌های رزینی مورد استفاده به عنوان ماده پرکننده دندان مستعد آسیب‌هایی نظیر ریزترک‌های ناشی از تنش‌های حرارتی و مکانیکی (نیروهای جویدن و خرد کردن) می‌باشند که این تنش‌ها می‌توانند موجب تضعیف خواص مکانیکی آن‌ها شود.

قابلیت خودترمیمی آسیب‌ها توسط کامپوزیت، یک راه حل نوین برای ترمیم ریزترک‌ها و سایر شکستگی‌های کامپوزیت‌های دندانی می‌باشد. در سال‌های اخیر ترمیم خودبخود آسیب‌ها (ریزترک‌ها) بدون نیاز به مداخله بشر از طریق پلیمرها و کامپوزیت‌های هوشمند خودترمیم‌شونده[9]، توسعه یافته است [7]. الهام‌گیری از طبیعت و سامانه‌های بیولوژیکی، سرلوحه پژوهش در زمینه تهیه کامپوزیت‌های خودترمیم‌شونده، قرار گرفته است. از نظر مفهومی، مواد خودترمیم‌شونده قابلیت ترمیم خود را به گونه‌ایی دارند که خواص آن‌ها پس از اعمال نیرو و ایجاد آسیب بازیابی می‌شود. فرآیند ترمیم می‌تواند به صورت خودکار و یا با اعمال یک نیرو محرکه خارجی انجام شود. در برخی موارد، محرک خارجی نظیر تغییر دما [8]، تابش [9]، تغییرات pH [10]، تغییر فشار [11]، یا محرک مکانیکی (ریزترک) [12]، برای آغاز و انجام فرآیند خودترمیمی به کار گرفته می‌شود. نکته قابل توجه این است که مواد خودترمیم‌شونده قابلیت ترمیم آسیب‌های داخلی و خارجی کامپوزیت را به طور هم زمان دارند [7]. خاصیت خودترمیمی موجب افزایش طول عمر مواد تولیدی می‌گردد، بدون آنکه خللی در خواص اولیه آن‌ها به وجود آید [13].

نکته مهمی که بر ضرورت انجام پژوهش در زمینه‌ی کامپوزیت‌های دندانی هوشمند خودترمیم‌شونده می‌افزاید این است که این مواد جزء محصولات دانش بنیان مورد نیاز برای کاربردهای دندانپزشکی می‌باشند. از آنجا که علم دندانپزشکی در کشور ما در مسیر رشد قرار دارد، استفاده از روش‌های نوین می تواند گامی هر چند کوچک در مسیر اجرای اهداف طرح تحول نظام سلامت بردارد. مقاله حاضر، با مرور مبانی علمی و مطالعه مقالات متعدد، به بررسی انواع کامپوزیت‌های دندانی هوشمند خودترمیم‌شونده می‌پردازد. در ادامه به اختصار مواد خودترمیم‌شونده و سازوکارخودترمیمی تشریح شده است.

2- مواد خودترمیم‌شونده

مواد خودترمیم‌شونده از نقطه نظر رویکرد در سه گروه دسته‌بندی می‌شوند: مواد خودترمیم‌شونده بر پایه جاسازی کپسول[10]، مواد خودترمیم‌شونده بر پایه جاسازی لوله‌های توخالی[11] یا شبکه آوندی[12] و مواد خودترمیم‌شونده ذاتی[13](شکل 1). ترمیم‌شوندگی بر پایه جاسازی کپسول و لوله‌های توخالی حاوی عوامل ترمیم از طریق رهاسازی عوامل ترمیم[14] انجام می‌گیرد، در حالی که ترمیم‌شوندگی نوع سوم به صورت ذاتی انجام می‌گیرد. پلیمرهای خودترمیم‌شونده ذاتی شامل پلیمرهای دارای پیوندهای کوالانسی برگشت‌پذیر و پیوندهای غیرکوالانسی برگشت‌پذیر می‌باشند. در ترمیم‌شوندگی ذاتی همواره از یک محرک خارجی جهت فعال سازی فرآیند ترمیم استفاده می‌شود، غیرخود به‌خودی بودن این نوع ترمیم باعث می‌شود تا این روش چندان مورد علاقه پژوهشگران نباشد [13].

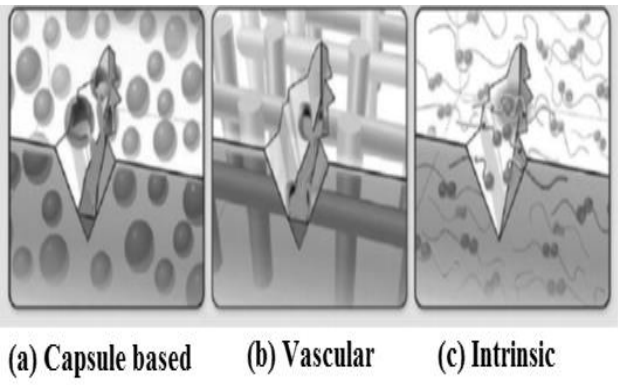


Fig. 1 Approaches to self-healing include (a) capsule-based, (b) vascular, and (c) intrinsic methods [13].

شکل 1 روش‌های خود ترمیم‌شوندگی بر پایه a) جاسازی کپسول، b) لوله‌های توخالی یا آوندی، c) ذاتی [13].

[1] Dental amalgam
[2] Matrix
[3] Initiator
[4] Accelerator
[5] Inhibitor
[6] Bis phenol-A-glycidyl dimethacrylate (Bis-GMA)
[7] Urethane dimethacrylate (UDMA)
[8] Barium boroaluminosilicate glass
[9] Self-healing composite
[10] Capsule based
[11] Hollow fibers
[12] Vascular
[13] Intrinsic
[14] Healing agents

در روش رهاسازی عامل ترمیم، عامل‌های فعال مایع مانند مونومرها، کاتالیست‌ها و سخت‌کننده‌ها[1] درون میکروکپسول‌ها 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[2] به درون ترک‌ها رها می‌شوند و در حضور عامل‌های فعال‌ساز (کاتالیست یا سخت‌کننده)، پلیمر می‌شوند و باعث ترمیم ترک می‌گردند. نیرو 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) موجب انجام عمل ترمیم می‌شود، این نوع ترمیم را ترمیم خودبخودی می‌نامند. لازم به ذکر است پس از رها شدن عوامل ترمیم، ریزترک‌های ایجاد شده ترمیم می‌شوند و اجازه رشد و ایجاد ترک های بزرگ (که می‌تواند موجب شکست قطعه گردد) از آنها گرفته می‌شود [7]. در ادامه انواع سامانه‌های خودترمیم‌شونده بر پایه روش‌های کپسوله کردن عوامل ترمیم، به اختصار تشریح می‌گردند.

2-1- مواد خودترمیم‌شونده بر پایه کپسوله کردن عوامل ترمیم

میکروکپسوله کردن[3]، فرآیند محصور کردن ذراتی با اندازه میکرون از جامدات، قطرات مایعات یا گازها در یک پوسته بی‌اثر می‌باشد، به طوری که مواد از محیط‌های خارجی جدا می‌شوند [13]. محصول نهایی فرآیند میکروکپسوله‌کردن، میکروکپسول نامیده می‌شود. میکروکپسول‌ها شامل دو بخش هسته و پوسته می‌باشند که ممکن است اشکال کروی یا نامنظم داشته باشند. میکروکپسول‌های حاوی عوامل ترمیم یا کاتالیست، برای تهیه کامپوزیت‌ها یا پوشش‌های پلیمری خودترمیم‌شونده به کار می‌روند [15,14]. عمل ترمیم با روش جاسازی عوامل ترمیم کپسوله‌شده به سه روش الف) سامانه کپسول-کاتالیست[4]، ب) سامانه دو کپسولی[5] و ج) سامانه تک کپسولی[6] انجام می‌شود [16]. در تمام روش‌های ذکر شده عامل ترمیم به صورت جداگانه درون کپسول‌ها ذخیره می‌شود و هنگامی که ریزترک به درون میکروکپسول می‌رسد عامل ترمیم از درون کپسول رها شده و عمل ترمیم انجام می‌شود. در شکل 2، شمایی از سه روش خودترمیمی بر اساس سامانه‌های کپسولی نمایش داده شده است [17].

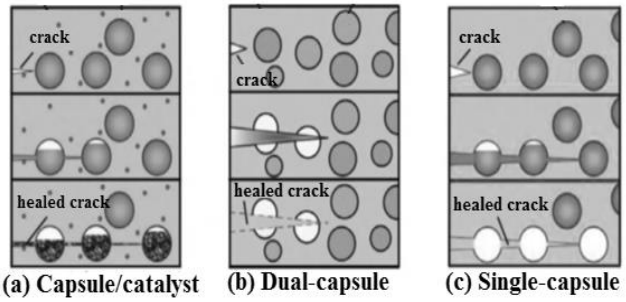


Fig. 2 Self-healing methods based on a) capsule-catalyst, (b) dual-capsule, (c) single-capsule [17].

شکل 2 شمایی از سه روش ترمیم بر اساس رها سازی عامل ترمیم محفوظ شده در کپسول a) روش کپسول-کاتالیست b) روش دو کپسولی c) روش تک کپسولی [17].

[1] Hardener
[2] Capillary
[3] Microencapsulation
[4] Capsule/catalyst

2-2- مواد خودترمیم‌شونده بر پایه الیاف توخالی و شبکه‌های آوندی

درای[7] و همکاران پیشگامان رویکرد مواد خودترمیم‌شونده با روش جاسازی الیاف پرشده با عوامل ترمیم، می‌باشند [18]. در روش جاسازی الیاف توخالی، پر کردن الیاف با عوامل ترمیم به روش موئینگی صورت می‌گیرد. ایجاد ترک در زمینه پلیمر موجب شکسته شدن الیاف و رهایش عوامل ترمیم به محیط آسیب‌دیده می‌شود. سپس، فرآیند پلیمر شدن عوامل ترمیم در سطح ترک منجر به بسته شدن ترک می‌گردد. به منظور غلبه بر مشکل محدودیت مقدار عامل ترمیم در روش خودترمیمی بر پایه میکروکپسول، روش شبکه‌های آوندی پرشده با عوامل ترمیم به کار می‌رود [19-21]. این روش متکی بر شبکه متمرکز سه بعدی (شبکه آوندی) برای ذخیره و توزیع عوامل ترمیم در سامانه‌های پلیمری به صورت پیوسته می‌باشد. استفاده از الیاف توخالی نسبت به کپسول‌ها دارای برتری می‌باشد؛ زیرا بعد از خالی شدن عامل ترمیم (در اثر شکستگی) الیاف می‌تواند به عنوان تقویت کننده در زمینه پلیمر عمل کند [7]. تهیه مواد خودترمیم‌شونده با روش جاسازی الیاف پرشده با عوامل ترمیم در شکل 3 نشان داده شده است [22].

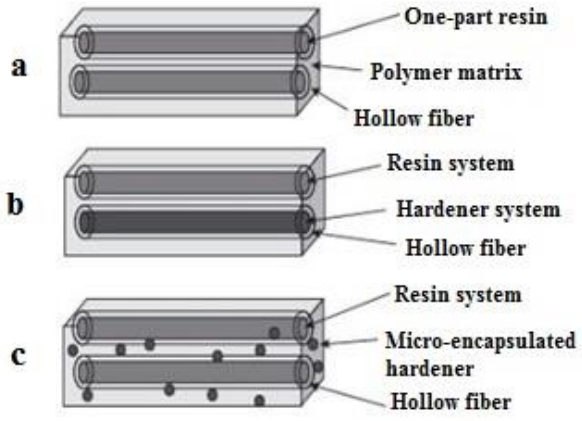


Fig. 3 Self-healing methods using hollow fibers: a) Hollow fibers containing single healing agent, b) Hollow fibers containing dual healing agents, c) Hollow fibers containing healing agent and dispersed catalyst in polymer matrix [22].

شکل 3 روش‌های خودترمیمی با استفاده از الیاف توخالی a) الیاف توخالی حاوی عامل ترمیم تک جزئی، b) الیاف توخالی حاوی عوامل ترمیم دوجزئی، c) الیاف توخالی حاوی عامل ترمیم و کاتالیست پراکنده شده در بافت پلیمری [22].

2-3- مواد خودترمیم‌شونده ذاتی

سامانه‌های خودترمیم‌شونده ذاتی یا برگشت‌پذیر، سامانه‌های پلیمری هستند که می‌توانند به فرم اولیه مونومری، الیگومری و یا وضعیت قبل از ایجاد اتصالات عرضی درآیند. به طوری که این فرآیند تحت محرک خارجی (حرارت، الکتریسیته یا نور) صورت می‌گیرد [23]. در این پلیمرها عمل ترمیم از طریق بازیابی مجدد پیوندهای شیمیایی یا فیزیکی، انجام می‌شود. بنابراین، این سامانه‌ها قابلیت ترمیم خودبخودی را نشان نمی‌دهند. ترکیبات پلیمری دارای قابلیت خودترمیمی ذاتی شامل پلیمرهای دارای پیوندهای کوالانسی برگشت‌پذیر و پیوندهای غیرکوالانسی برگشت‌پذیر (یونومرها، پلیمرهای ابرمولکولی) می‌باشند.

[5] Dual-capsule
[6] Single-capsule
[7] Dry

پلیمرهای خودترمیم‌شونده ذاتی دارای پیوندهای کوالانسی برگشت‌پذیر سازوکار ترمیم را بر اساس واکنش‌های دیلز-آلدر[1] و برگشت آن [2] انجام می‌دهند. در این پلیمرها میکروترک‌ها از طریق حرارت دادن رزین و افزایش تحرک و نفوذ زنجیر پلیمر در امتداد سطح ترک قابل ترمیم می‌باشند، به طوری که حرارت دادن تحرک کافی را در ساختارهای پلیمری برای کنارهم قرار دادن گروه‌های فوران و مالیمید قطع‌شده، فراهم می‌کند (شکل 4- الف). بنابراین فراهم کردن حرارت خارجی سرعت ترمیم را در این سامانه‌ها افزایش می‌دهد. پس از خنک نمودن، پلیمر تمامیت ساختاری خود را دوباره به دست می‌آورد و پیوندهای DA دوباره تشکیل می‌شوند و زنجیرها دوباره اتصال عرضی می‌یابند (شکل 4-ب) [24].

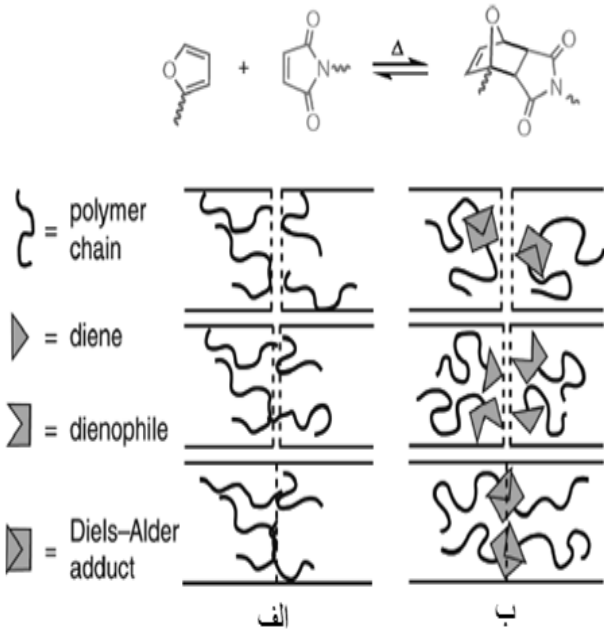


Fig. 4 Thermal and chemical healing in polymer [24].

شکل 4 (الف) ترمیم حرارتی و (ب) ترمیم شیمیایی در پلیمر [24].

یونومرها گروه ویژه‌ای از مواد پلیمری با بخش‌های یونی هستند که می‌توانند خوشه‌های یونی را به عنوان اتصالات برگشت‌پذیر غیرکوالانسی تشکیل دهند. این خوشه‌ها می‌توانند توسط محرک‌های خارجی مانند دما یا امواج ماوراء بنفش فعال شوند. تشکیل خوشه‌های یونی برگشت‌پذیر موجب فراهم شدن نواحی ترمیم‌کننده چندگانه می‌شود. محتوی یون در پلیمرهای یونومری یا یونومرها در گستره وسیعی متغیر است، اما در حالت کلی محتوی یون حداکثر 15 درصد می‌باشد. شکل 5، یک نوع سامانه خودترمی‌شونده یونومری را نشان می‌دهد [25].

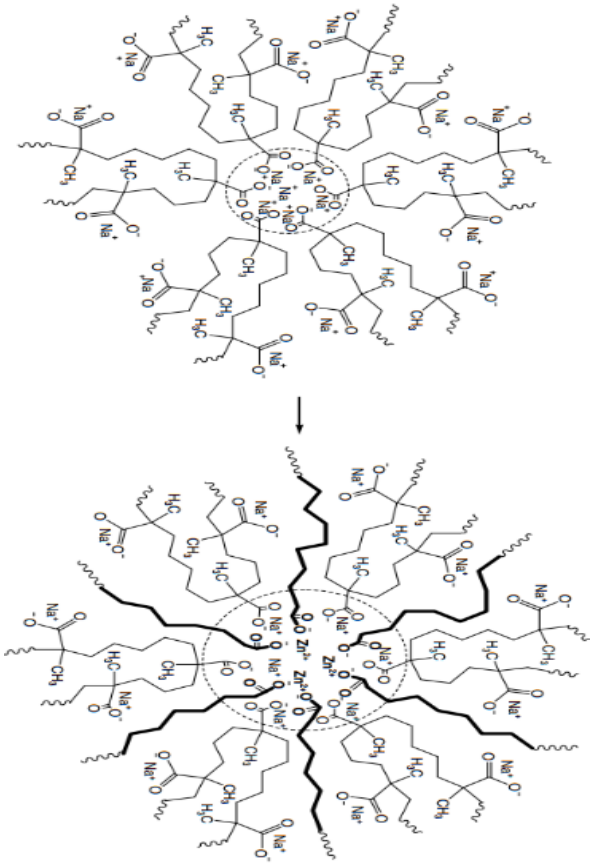


Fig. 5 Self-healing process in Ionomer system [25].

شکل 5 فرآیند خودترمیمی در سامانه‌های یونومری [25].

همچنین در برخی ترکیبات خودترمیم‌شونده برهم‌کنش‌های غیرکوالانسی می‌توانند به طور برگشت‌پذیر شکسته و مجدداً تحت تعادل ترمودینامیکی تشکیل شوند، این طبقه خاص از مواد ابرمولکول نامیده می‌شوند. انواع مختلفی از نیروهای تجمعی مانند برهم‌کنش‌های فلز-لیگاند [26]، برهمکنش π-π [27]، برهمکنش‌های الکترواستاتیک و پیوند هیدروژن [28]، برای طراحی پلیمرهای ابرمولکولی مورد استفاده می‌گیرند.

2-4- عوامل موثر بر فرآیند خودترمیمی با روش کپسوله کردن عوامل ترمیم

در روش خودترمیمی بر اساس جاسازی کپسول‌های حاوی عوامل ترمیم در زمینه پلیمری، عامل ترمیم‌کننده بایستی مایعی با گرانروی پایین و دارای پایداری حرارتی مناسب، فعالیت شیمیایی بالا، خواص فیزیکی مناسب و طول عمر کافی باشد تا بتواند در زمان مناسب در محیط ترک با کاتالیزور (عامل پخت) به سرعت واکنش دهد و فرآیند ترمیم به خوبی انجام گیرد. عوامل ترمیم‌کننده مختلفی را می‌توان جهت ترمیم آسیب‌های پلیمری، کپسوله نمود. ترکیباتی نظیر دی‌سیکلوپنتادی‌ان، رزین‌های اپوکسی، پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان و حلال‌های آپروتیک قطبی مانند دی‌متیل‌سولفوکساید، دی‌متیل‌فرمامید، دی‌متیل‌استامید و... به عنوان عامل ترمیم، کپسوله می‌شوند [29-33]. همچنین پوسته کپسول‌های مورد استفاده معمولاً از جنس اوره-فرمالدهید، ملامین-فرمالدهید، ملامین-اوره-فرمالدهید، پلی‌اورتان‌ها و آکریلات‌ها می‌باشند [34-36]. به منظور تسهیل شکست طی

[1] Diels-Alder (DA)

[2] Retro Diels-Alder (RDA)

فرآیند ترمیم، پوسته کپسول‌ها باید از پایداری گرمایی بالا و خواص مکانیکی مناسب برخوردار باشند. علاوه بر این، کاتالیزور یا عامل پخت باید از پایداری گرمایی بالا و انحلال پذیری مناسبی در عامل ترمیم برخوردار باشد [13]. در جدول 1، عوامل مهم و موثر در ساخت و بهبود عملکرد خودترمیمی مواد پلیمری تهیه شده بر پایه میکروکپسول‌ها، ارائه شده است [7].

Table 1 Important factors for developing microencapsule-based self-healing materials [7].

جدول 1 عوامل مهم جهت تولید بهینه مواد خودترمیم‌شونده با استفاده از میکروکپسول‌ها [7].

عامل موثر	ویژگی‌ها
میکروکپسول	• عدم واکنش شیمیایی بین پوسته و عامل ترمیم • سازگاری پوسته کپسول با زمینه کامپوزیت • استحکام مکانیکی مناسب پوسته • توزیع مناسب میکروکپسول جهت مجاورت بهتر عامل ترمیم با عامل پخت • چسبندگی قوی بین ماتریس پلیمری و دیواره پوسته کپسول جهت بهبود شکست پوسته
مونومر	• گرانروی پایین: جهت تسهیل جریان‌پذیری عامل ترمیم درون ترک در اثر موئینگی • فراریت پایین: جهت تامین زمان کافی پلیمر شدن
پلیمر شدن	• سریع بودن واکنش • جمع شدگی[1] پایین پس از پلیمری شدن و یا پخت • پلیمر شدن در دمای محیط
کاتالیست	• قابلیت حل در بافت پلیمری • عدم کلوخه‌ای شدن در بافت پلیمر
ترمیم‌شوندگی	• سریع • چندمرتبه‌ایی

3- خاصیت خودترمیمی در کامپوزیت‌های دندانی

کامپوزیت‌ها و مواد ترمیم‌کننده دندانی کاربردهای مهم و متنوعی از جمله مواد ترمیم‌کننده، سیمان پروتزهای تک یا چند دندان، سیمان تجهیزات ارتودنسی، پوشش‌دهی دندان، هسته‌ها و ساختارها، کانال ریشه و ترمیم‌های موقت دندان، دارند [4]. کامپوزیت‌ها دندانی دارای دوام و پایداری محدودی می‌باشند و نیمی از این مواد در کمتر از 10 سال پس از کاربرد دچار آسیب‌هایی نظیر ترک‌خوردگی و شکست می‌شوند. ریزترک‌های ناشی از خستگی حرارتی و مکانیکی یک مشکل دیرینه برای کامپوزیت رزینی دندان می‌باشد. تشخیص ریزترک‌ها در کامپوزیت‌های دندانی و ترمیم دستی آن‌ها، بسیار دشوار و در بسیاری از موارد تقریباً غیرممکن می‌باشد. همچنین در صورتی که ریزترک‌ها ترمیم نشوند، این آسیب‌دیدگی منجر به شکست فاجعه آمیز کامپوزیت دندانی می‌شود و به همین دلیل طول عمر خدمات‌دهی آن‌ها ـبه طور قلبل توجهی کاهش می‌یلبد [37]. از سوی دیگر، مواد ترمیم‌کننده دیگر نظیر آمالگام به دلیل دارا بودن فلز سمی جیوه و فراهم نکردن زیبایی ظاهری دندان پس از عمل ترمیم، تمایل مصرف‌کنندگان را برای کارگیری این مواد بسیار کاهش داده است. همچنین از دیگر معایب استفاده از آمالگام عدم چسبندگی این ماده به دندان آسیب‌دیده می‌باشد. از این رو به کارگیری این ماده جهت پر کردن دندان نیازمند تراشیدن بیش از حد دندان جهت ایجاد گیره‌هایی برای نگه داشتن آمالگام می‌باشد. آمارها نشان می‌دهند 70-50 درصد فرآیند ترمیم مربوط به جایگزینی کامپوزیت‌های دندانی شکسته شده می‌باشد، از این رو جایگزینی کامپوزیت دندانی بار مالی فراوانی در دندانپزشکی به همراه دارد [54]. در پژوهش‌های گذشته تلاش‌های فراوانی به منظور بهبود مقاومت کامپوزیت‌های دندانی در برابر شکست انجام شده است. پژوهش‌های انجام شـ ده شامل بهینه کردن مقدار پرکننده معدنی، کاهش مقیاس اندازه ذرات پرکننده به نانومتر، افزودن پرکننده‌های مختلف نظیر ویسکر و نانولوله‌ها، و بهینه کردن واکنش پلیمر شدن بافت کامپوزیت می‌باشند [38-41]. در نتیجه پژوهش‌های انجام شده کامپوزیت‌های دندانی با عملکرد مکانیکی بهتر و طول عمر بیشتر به ارمغان آوردند. با این حال، کامپوزیت‌های دندانی به ویژه در موقعیت‌هایی که متحمل نیروهای بالا می‌شوند، شکننده و مستعد شکستگی می‌باشند. از این رو یافتن راه‌حلی به منظور ترمیم خودکار ترک‌ها بلافاصله بعد از ایجاد آن‌ها در کامپوزیت‌های دندانی، بسیار مورد نیاز و حائز اهمیت می‌باشد. به دنبال پژوهش‌ها و تلاش‌های زیادی که در این زمینه انجام شده است، این مهم با ساخت کامپوزیت‌های دندانی هوشمند خودترمیم‌شونده عملی می‌گردد. نکته مهم دیگری که بر ضرورت انجام پژوهش در زمینه‌ی کامپوزیت‌های دندانی هوشمند خودترمیم‌شونده می‌افزاید این است که این مواد جزء محصولات دانش بنیان مورد نیاز برای کاربردهای دندانپزشکی می‌باشند. همچنین در کشور ما یکی از مهمترین اهداف اجرای طرح تحول نظام سلامت، ارائه خدمات دندانپزشکی از طریق طرح سلامت دهان و دندان می‌باشد. مهم‌ترین مبنای طرح سلامت دهان و دندان، پیشگیری از پوسیدگی و ترمیم پوسیدگی دندان‌ها می‌باشد زیرا هزینه مرحله پیشگیری بسیار کمتر از درمان می‌باشد. تهیه کامپوزیت‌های دندانی هوشمند خودترمیم‌شونده با افزایش طول عمر و کاهش هزینه‌های ترمیم (درمان) کامپوزیت‌های دندانی آسیب‌دیده، می‌تواند گامی هر چند کوچک در مسیر توسعه و انجام طرح سلامت دهان و دندان بردارد.

3-1- سازوکار خودترمیمی[2] در کامپوزیت هوشمند دندانی خودترمیم‌شونده

سازوکار خودترمیمی در کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده در پژوهش‌های انجام شده بر اساس روش کپسول-کاتالیست گزارش شده است [43,42,2]. در این سازوکار عامل ترمیم‌کننده نظیر تری‌اتیلن‌گلیکول‌دی-متاکریلات (TEGDMA)[3] و دی‌سیکلوپنتادی‌ان (DCPD)[4] درون پوسته پلیمری (پلی‌اوره‌فرمالدهید، PUF[5]) یا معدنی (سیلیکا) کپسوله می‌شوند و سپس در بستر کامپوزیت آکریلاتی پراکنده می‌گردند. همچنین عوامل فعال‌کننده نظیر آغازگر یا کاتالیست جهت انجام واکنش پلیمر شدن عامل ترمیم در بستر کامپوزیت پراکنده می‌گردد. وقوع ترک در بستر کامپوزیت

[1] Shrinkage
[2] Self-healing mechanism
[3] Triethylene glycol dimethacrylate (TEGDMA)
[4] Dicyclopentadiene (DCPD)
[5] Poly(urea formaldehyde) (PUF)

باعث شکسته شدن کپسول‌های حاوی عامل ترمیم و رهایش مونومرها در داخل ترک می‌گردد. پس از تماس مونومر با آغازگر یا کلتالیست موجود در بستر کامپوزیت، فرآیند پلیمر شدن به سرعت آغاز می‌گردد و ترک‌های به وجود آمده توسط عامل ترمیم پلیمر شده پر می‌شوند و به این ترتیب بستر کامپوزیت پلیمری دندانی ترمیم می‌گردد (شکل 6) [44].

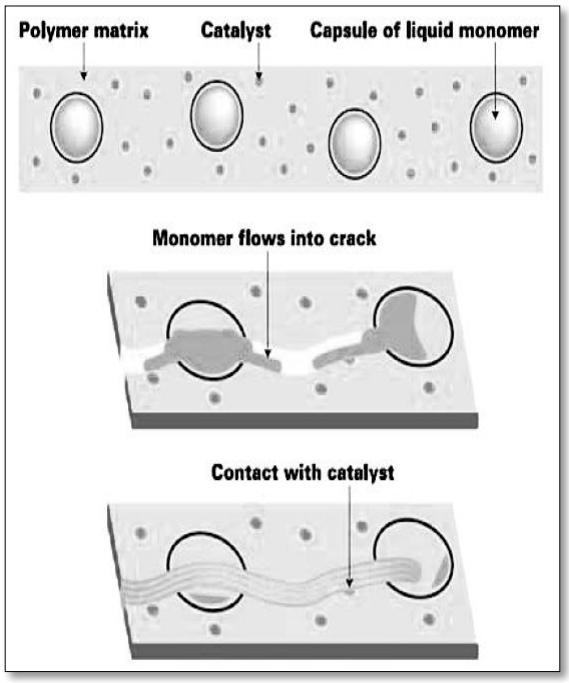


Fig. 6 Mechanism of healing in self-healing dental composites using capsule-catalyst method [42].

شکل 6 سازوکار ترمیم به روش کپسول-کلتالیست در کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده[42].

3-2- سازوکار واکنش پلیمر شدن عامل ترمیم

در روش خودترمیمی از طریق جاسازی کپسول‌های حاوی عامل ترمیم در بستر کامپوزیت، عامل ترمیم‌کننده بایستی مایع با گرانروی پایین باشد تا بتواند در زمان مناسب در داخل ترک با آغازگر (یا کاتالیست) به سرعت واکنش دهد. عامل ترمیم TEGDMA به دلیل داشتن ویژگی‌هایی نظیر ویسکوزیته پایین (10 mPa.s)، سمیت کم و سازگاری زیستی[1] مناسب با محیط دهان و دندان به طور چشم‌گیری در تهیه کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده مورد توجه قرار گرفته است. مونومر TEGDMA در حضور کاتالیست بنزوئیل پراکسید[2] (BPO) در حضور شتابدهنده آمین نوع سوم بر اساس سازوکار پلیمرشدن رادیکال آزاد[3]، آسیب (ترک) موجود در بستر کامپوزیت دندانی را ترمیم می‌کند. این سازوکار شامل سه مرحله اصلی آغاز[4]، انتشار[5] و پایان[6] می‌باشد، شکل 7، سازوکار پلیمرشدن رادیکال آزاد را نشان می‌دهد [45]. در مرحله آغاز، علائم A، I، A* و I* به ترتیب بیانگر شتابدهنده آمینی و کاتالیست بنزوئیل پراکسید و رادیکال‌های حاصل برهمکنش این دو گونه می‌باشند. M و P_n^* به ترتیب بیانگر مونومر TEGDMA و ماکروادیکال بدست آمده از n واحد مونومر می‌باشند. در مرحله پایان نیز پلیمر حاصل شده با علامت D_n نشان داده شده است.

مطالعات نشان می‌دهند واکنش هموپلیمر شدن مونومرهای دی‌آکریلاتی نظیر TEGDMA نسبت به مونومرهای آکریلاتی نظیر متیل‌متاکریلات، پلیمرهای پیوند عرضی‌شده[7] محکم و با دوام‌تری ایجاد می‌کنند [46]. همچنین واکنش هموپلیمر شدن مونومر TEGDMA (درصد تبدیل واکنش هموپلیمر شدن: 70 درصد) نسبت به واکنش هموپلیمرشدن مونومرهای دی‌آکریلاتی دیگر نظیر BiS-GMA (درصد تبدیل واکنش هموپلیمر شدن: 27 درصد) و UDMA (درصد تبدیل واکنش هموپلیمر شدن: 40 درصد)، دارای سرعت و درصد تبدیل بسیار بالاتری در دمای 37℃ می‌باشد [47,44]. از این رو، علاوه بر ویسکوزیته و سمیت بسیار پایین این مونومر (TEGDMA)، سرعت و درصد تبدیل بالای آن در ایجاد پلیمر پیوند عرضی شده را می‌توان از دیگر مزایای این ترکیب در فرآیند ترمیم کامپوزیت‌های دندانی بیان نمود.

initiation: $A + I \xrightarrow{k_d} I^\bullet + A^\bullet$ + inert products

$$I^\bullet + M \xrightarrow{k_{i1}} P_1^\bullet$$

$$A^\bullet + M \xrightarrow{k_{i2}} P_1^\bullet$$

propagation: $P_n^\bullet + M \xrightarrow{k_p} P_{n+1}^\bullet$

termination by combination/disproportionation:

$$P_n^\bullet + P_m^\bullet \xrightarrow{k_t} D_{n+m}/D_n + D_m$$

radical trapping: $P_n^\bullet \xrightarrow{k_b} P_{n,b}^\bullet$

primary radical termination: $I^\bullet + P_n^\bullet \xrightarrow{k_{tp}} D_n$

$$A^\bullet + P_n^\bullet \xrightarrow{k_{tp}} D_n$$

chain transfer to amine: $P_n^\bullet + A \xrightarrow{k_{tA}} D_n + A^\bullet$

inhibition: $P_n^\bullet + Z \xrightarrow{k_z} D_n$

benzoyl peroxide side reaction:

$$I^\bullet + I \xrightarrow{k_I} I^\bullet + \text{inert products}$$

Fig. 7 Free radical polymerization mechanism of TEGDMA in healing process of dental composites [43].

شکل 7 سازوکار پلیمر شدن رادیکال آزاد مونومر TEGDMA در فرآیند ترمیم کامپوزیت دندانی [43].

3-3-بازده خودترمیمی در کامپوزیت‌های دندانی هوشمند خودترمیم‌شونده

در طراحی پلیمرهای خودترمیم‌شونده، تلاش‌های بسیاری جهت ارائه یک هندسه مناسب برای ارزیابی خاصیت ترمیم‌شوندگی نمونه‌های آزمایشگاهی در شرایط شکست شبه استاتیک و دینامیک، انجام شده است. به منظور ارزیابی عملکرد ترمیم یا بازده ترمیم شوندگی[8] محققان روابط متفاوتی پیشنهاد کرده‌اند. به طور کلی بازده ترمیم‌شوندگی بر حسب هر مشخصه‌ایی

[1] Biocompatibility
[2] Benzoyl peroxide (BPO)
[3] Free radical polymerization
[4] Initiation
[5] Propagation
[6] Termination
[7] Cross-linked polymers
[8] Healing efficiency

از کامپوزیت قبل و پس از عمل ترمیم، به صورت رابطه (1) تعریف می‌شود [48].

$$\text{بازده ترمیم شوندگی}\ \% = \frac{\text{مقدار خاصیت پس از عمل ترمیم}}{\text{مقدار خاصیت اولیه}} \times 100 \qquad (1)$$

در شرایط شبه استاتیک، بازده ترمیم به صورت تابعی از بازیابی چقرمگی شکست کامپوزیت تعریف شده است [50,49]. چقرمگی شکست، مقاومت یک ماده دارای ترک در مقابل رشد ترک و در نهایت شکست، را نشان می‌دهد. بر اساس رابطه (2)، چقرمگی شکست تابعی از بیشترین نیروی لازم برای شکست نمونه (P_c) می‌باشد. α، ضریب هندسه برای ترک با طولی در گستره 20-40 mm می‌باشد که به طور تجربی در پژوهشی توسط براون و همکاران محاسبه شده است [48].

$$K_{IC} = \alpha \times P_C \ , \ \alpha = 11.2 \times 10^3\, m^{-3/2} \qquad (2)$$

$$\eta = \frac{K_{IC_{Healed}}}{K_{IC_{Virgin}}} \times 100 = \frac{P_{C_{Healed}}}{P_{C_{Virgin}}} \times 100 \qquad (3)$$

از این رو ارزیابی بازده ترمیم‌شوندگی (η) به صورت نسبت چقرمگی شکست نمونه‌های پلیمری قبل و بعد از عمل ترمیم‌شوندگی، طبق رابطه (3) بیان شده است [29]. در رابطه فوق $K_{IC_{Virgin}}$ و $K_{IC_{Healed}}$ به ترتیب چقرمگی شکست نمونه اولیه و نمونه ترمیم‌شده می‌باشند. همچنین $P_{C_{Virgin}}$ و $P_{C_{Healed}}$ به ترتیب بیشینه نیروی شکست در نمودار نیرو-جابجایی در تست شکست نمونه اولیه و نمونه ترمیم شده می‌باشند. در مطالعات گذشته گزارش شده است که نمونه‌های کامپوزیت خودترمیم‌شونده اپوکسی در آزمون شکست اولیه (قبل از عمل ترمیم) دارای رفتار شکست خطی (شکست ترد[1]) می‌باشند، اما نمونه ترمیم‌شده در آزمون شکست رفتار شکست چند مرحله‌ایی از خود نشان می‌دهد. بنابراین به دلیل نمایان شدن چند پیک در نمودار نیرو-جابجایی نمونه ترمیم شده، میانگین مقدار تمام پیک‌ها در محاسبه بازده ترمیم به کار می‌روند (رابطه (4)) [52,51].

$$\eta = \frac{P_{Average}^{Healed}}{P_{Average}^{Virgin}} \times 100 \qquad (4)$$

پژوهشگران چهارهندسه متداول نظیر هندسه پایه دوسر مخروطی (TDCB)[2]، کشش فشرده[3] (CT)، کشش شکاف تک لبه[4] (SENT) و خمش شکاف تک لبه[5] (SEVNB) را برای ارزیابی چقرمگی شکست و تعیین بازده ترمیم‌شوندگی کامپوزیت‌های خودترمیم‌شونده پیشنهاد کرده‌اند. در این میان هندسه SEVNB جهت ارزیابی چقرمگی شکست و بازده ترمیم‌شوندگی کامپوزیت دندانی خودترمیم‌شونده به کار می‌رود. شکل 8، هندسه SEVNB برای تهیه کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده را نشان می‌دهد [53].

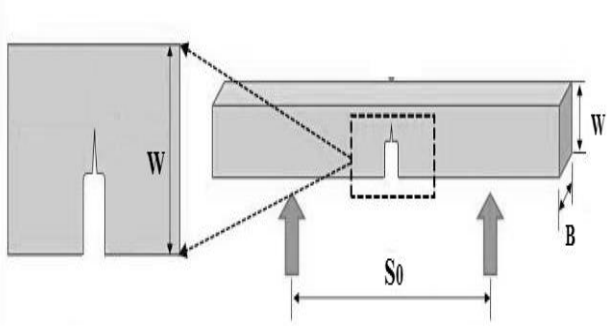


Fig. 8 SEVNB geometry for self-fixing dental composites (W=4mm, B=3mm, S_0=20m) [51].

شکل 8 هندسه SEVNB برای تهیه کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده (W=4 mm، B=3 mm، S_0=20 mm) [51].

4- مروری بر پژوهش‌های انجام شده در زمینه کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده

ورتزبرگر[6] و همکاران در سال 2010، کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده حاوی 5 درصد وزنی از میکروکپسول‌های پلی‌اوره فرمالدهید[7]/دی‌سیکلو پنتادی‌ان[8] (DCPD/PUF) و 2 درصد وزنی کاتالیست گراب[9]، را تهیه کردند. در این مطالعه بافت کامپوزیت دندانی با روش پخت نوری[10] و با استفاده از 45 درصد وزنی از مونومرهای TEGDMA: UDMA: Bis-GMA (1:1:1) و 55 درصد وزنی عامل پرکننده شیشه در حضور آغازگر نوری تهیه شد. ارزیابی بازده ترمیم‌شوندگی از طریق آزمون شکست و با تهیه نمونه‌های کامپوزیتی با هندسه شکاف تک لبه انجام شد و بازده ترمیم پس از 7 روز حدود 57 درصد گزارش شد. در این مطالعه مشاهده شد کاهش خواص مکانیکی کامپوزیت‌های دندانی در مقایسه با نمونه شاهد به دلیل عدم برهمکنش پوسته کپسول و بافت کامپوزیت دندانی می‌باشد [2].

دن[11] و همکاران در سال 2011، به منظور بهبود خواص مکانیکی میکروکپسول‌ها PUF از ملامین (5 درصد وزنی) برای اصلاح پوسته میکروکپسول‌های حاوی DCPD استفاده کردند. پلیمر اوره ملامین فرمالدهید به دلیل توانایی تشکیل پیوندهای عرضی دارای پیوندهایی با استحکام بالا می‌باشد. به منظور بهبود خواص میکروکپسول‌ها به ویژه چسبندگی آن‌ها به بافت کامپوزیت دندانی، میکروکپسول‌های پلی‌اوره ملامین‌فرمالدهید تهیه شدند. میکروکپسول‌های حاوی DCPD با متوسط اندازه 300 µm- 50 گزارش شدند. نتایج نشان داد زبری سطح میکروکپسول‌های تهیه شده موجب افزایش چسبندگی و برهمکنش بین پوسته کپسول و بافت آکریلاتی کامپوزیت دندانی می‌گردد (شکل 9). کامپوزیت‌های دندانی با بافت (3:7) Bis-GMA:TEGDMA حاوی 3 و 6 درصد وزنی میکروکپسول‌های حاوی DCPD با روش پخت نوری تهیه شدند [42].

[1] Brittle fracture
[2] Taper double cantilver beam (TDCB)
[3] Compact tension (CT)
[4] Single edge notch tension (SENT)
[5] Single edge V-notch beam (SEVNB)
[6] Wertzberger
[7] Poly(urea formaldehyde) (PUF)
[8] Dicyclopentadiene (DCPD)
[9] Grubbs' catalyst
[10] Photo-cured
[11] Then

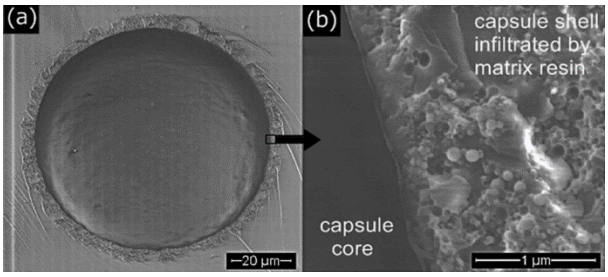


Fig. 9 SEM images of (a) melamine modified UF microcapsule, and (b) the interface of the microcapsule and the dental matrix [42].

شکل 9 تصاویر SEM، a) میکروکپسول اوره-فرمالدهید اصلاح شده با ملامین، b) چسبندگی (فصل مشترک) پوسته میکروکپسول و بافت کامپوزیت دندانی [42].

اویانگ[1] و همکاران در سال 2011، چسب‌های خودترمیم‌شونده دندانی (جنس آن‌ها گزارش نشده است) را با استفاده از نانوکپسول‌های TEGDMA/PU با درصد وزنی 0، 3، 6، 9، 12 تهیه کردند (شکل 10). بررسی خواص چسب‌های تهیه شده نشان داد استحکام اتصال[2] چسب دندانی حاوی 9 درصد وزنی نانوکپسول PU حاوی عامل ترمیم به طور چشم‌گیری بالاتر از سایر چسب‌ها می‌باشد (شکل 11). همچنین حضور نانوکپسول‌های عامل ترمیم بر خواص زیست‌سازگاری چسب دندانی اثری ندارد [43].

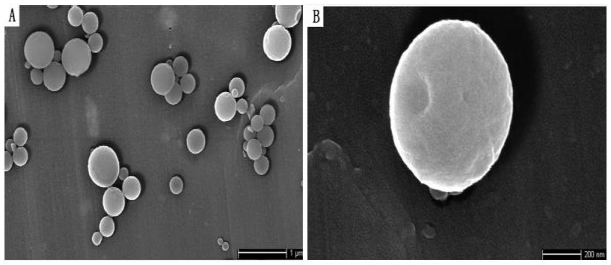


Fig. 10 SEM images of TEGDMA/PU nanocapsules [43].

شکل 10 تصاویر SEM نانوکپسول‌های TEGDMA/PU [43].

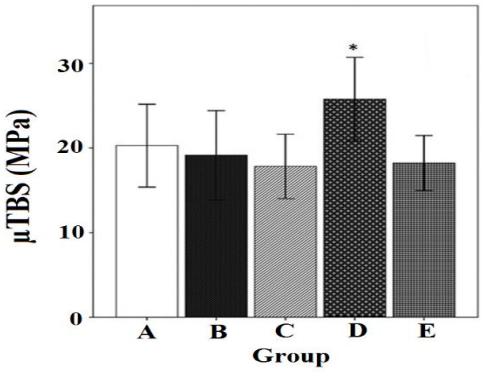


Fig. 11 Micro-tensile bond strength of self-healing dental adhesives containing a) 0%, b) 3%, c) 6%, d) 9%, e) 12% TEGDMA/PU nanocapsules [43].

شکل 11 استحکام کششی چسب‌های دندانی خودترمیم‌شونده حاوی a) ٪0، b) ٪3، c) ٪6، d) ٪9، e) ٪12 نانوکپسول‌های TEGDMA/PU [43].

ووو[3] و همکاران در سال 2015، کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده حاوی میکروکپسول‌های PUF حاوی عوامل ترمیم TEGDMA/DHEPT را تهیه کردند و خواص خودترمیمی، ضدباکتری[4] و تجدید مواد معدنی[5] در کامپوزیت‌های تهیه شده را مورد بررسی قرار دادند. کامپوزیت‌های خودترمیم‌شونده حاوی 2.5، 5، 7.5، 10 درصد وزنی میکروکپسول عامل ترمیم و 0.5 درصد آغازگر بنزیل پراکساید تهیه شدند و به منظور بررسی خواص خودترمیمی آزمون SEVNB جهت تعیین چقرمگی شکست مورد استفاده قرار گرفت. بازده خودترمیمی کامپوزیت‌های دندانی تهیه شده در گستره 81-65 درصد گزارش شد (شکل 12). بررسی خواص مکانیکی نظیر مدول الاستیک[6] و استحکام خمشی[7] نشان داد حضور میکروکپسول‌ها تا 7.5 درصد وزنی باعث تغییرات جزئی این خواص می‌شود. بررسی خاصیت ضد باکتری کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده نشان می‌دهد حضور DMAHDM[8] در این کامپوزیت‌ها موجب ایجاد خاصیت ضدباکتری می‌گردد (شکل 13). همانطور که در شکل 13-b مشاهده می‌گردد در کامپوزیت دندانی خودترمیم‌شونده بخش عمده تصویر قرمز رنگ می‌باشد، که خاصیت ضدباکتری قوی کامپوزیت تهیه شده را نشان می‌دهد. همچنین کامپوزیت‌های حاوی DMAHDM در مقایسه با کامپوزیت دندانی شاهد (فاقد DMAHDM و میکروکپسول‌های حاوی عامل ترمیم) دارای کمترین فعالیت متابولیکی و تولید لاکتیک اسید می‌باشد [54].

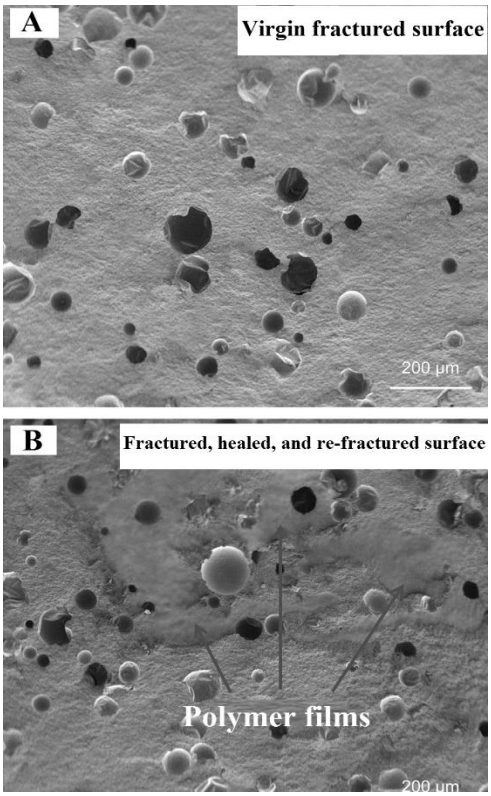


Fig. 12 SEM images of fracture surface of self-healing dental composite a) before healing, b) after healing [54].

شکل 12 تصاویر SEM مقطع شکست کامپوزیت دندانی خودترمیم‌شونده a) قبل از ترمیم ، b) پس از ترمیم [54].

[1] Ouyang
[2] Bond strength
[3] Wu
[4] Antibacterial
[5] Remineralizing
[6] Elastic modulus
[7] Flexural strength
[8] Dimethylaminododecy l methacrylate (DMAHDM)

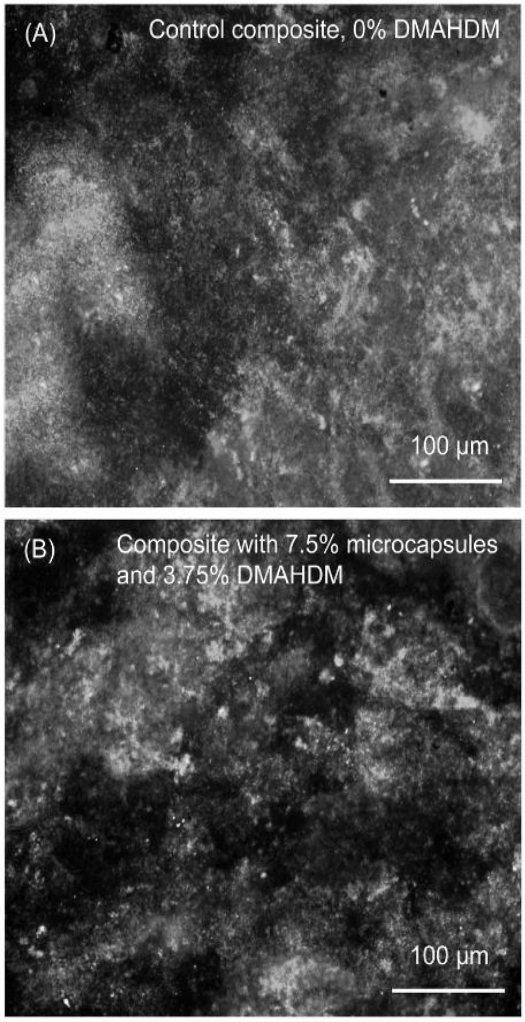


Fig. 13 (A) and (B) Representative live/dead images of dental plaque microcosm biofilms on control composite and that with DMAHDM, respectively [54].

شکل 13 رشد بیوفیلم میکروکوزم پلاک دندانی بر روی: a) کامپوزیت دندانی شاهد، b) کامپوزیت دندانی خودترمیم‌شونده حاوی DMAHDM [54].

هویانگ[1] و همکاران در سال 2016، کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده حاوی 2.5 ، 5 و 10 درصد وزنی میکروکپسول‌های سیلیکا حاوی محلول آبی پلی‌اسید را تهیه کردند. بافت کامپوزیت از 25 درصد وزنی مونومرهای (1:1) Bis-GMA:HEMA، 70 درصد وزنی پرکننده شیشه[2] و 5 درصد وزنی میکروکپسول تهیه شد. به منظور ایجاد اتصالات قوی بین سطح میکروکپسول‌های عامل ترمیم و بافت متاکریلاتی و اطمینان از شکست موفق میکروکپسول‌ها، اصلاح سطح میکروکپسول‌ها با عامل سیلان‌دار انجام شد (شکل 14). بررسی تصاویر SEM نشان داد 72 درصد از میکروکپسول‌های اصلاح سطحی شده شکسته شده‌اند، این در حالی بود که 15 درصد از میکروکپسول‌های اصلاح سطحی نشده شکسته شده بودند. همچنین بررسی خواص مکانیکی نشان داد که با افزایش درصد وزنی میکروکپسول‌ها مدول الاستیک کامپوزیت‌های خودترمیم‌شونده نسبت به کامپوزیت شاهد، کاهش یافت [51].

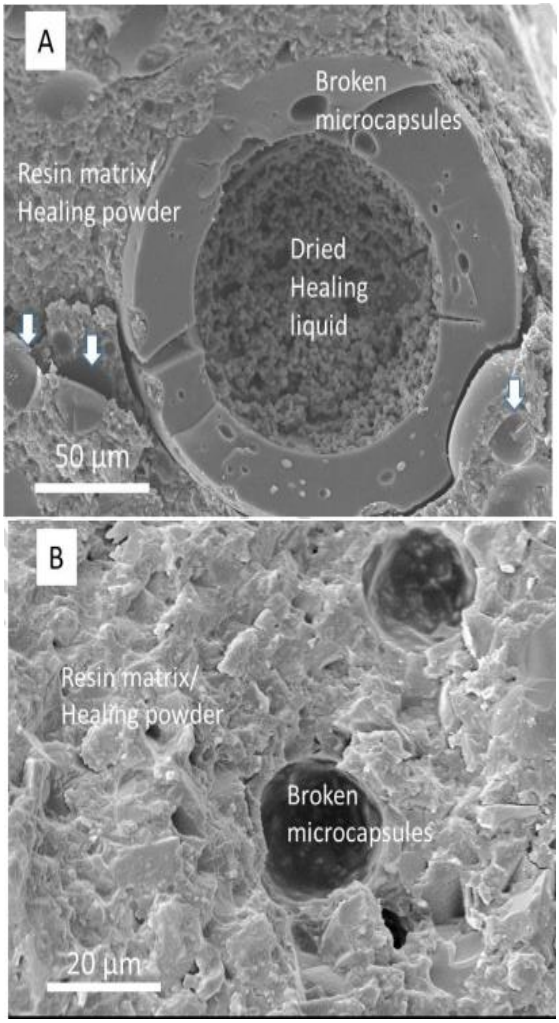


Fig. 14 SEM images of self-healing dental composite (SHDC) cross-sections. (A) SHDC with unsilanized microcapsules, (B) SHDC with silanized microcapsules [51].

شکل 14 تصاویر SEM از شکست مقطعی کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده حاوی: a) میکروکپسول‌های اصلاح سطحی نشده، b) میکروکپسول‌های اصلاح شده سطحی با عامل سیلان‌دار [51].

وو[3] و همکاران در سال 2016، کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده را با استفاده از میکروکپسول‌های PUF حاوی TEGDMA-DHEPT با درصد وزنی 0، 2.5، 5، 7.5، 10 تهیه کردند. بافت کامپوزیت دندانی از 30 درصد وزنی (1:1) Bis-GMA:HEMA و 70 درصد وزنی پرکننده شیشه تهیه شد. همچنین سطح ذرات پرکننده شیشه با گروههای عاملی سیلان‌دار اصلاح شد. در این پژوهش به منظور بررسی اثر غوطه‌ور شدن در آب بر خواص مکانیکی و عملکرد خودترمیمی کامپوزیت‌های دندانی، خواص این کامپوزیت‌ها پس از قرار گرفتن در معرض آب[4] به مدت 6 ماه، مورد بررسی قرار گرفت. مشاهده شد که افزودن حداکثر 7.5 درصد وزنی میکروکپسول‌های عامل ترمیم به بافت کامپوزیت دندانی باعث تغییر قابل ملاحظه خواص مکانیکی نظیر مدول الاستیک و استحکام خمشی در مقایسه با کامپوزیت شاهد، نمی‌گردد (شکل 15). همچنین قرار گرفتن کامپوزیت دندانی در محیط آبی به مدت 6 ماه موجب کاهش بازده ترمیم و خواص مکانیکی کامپوزیت در مقایسه با

[1] Huyang
[2] Strontium fluoroaluminasilicate glass powder

[3] Wu
[4] Water-aging

قرارگیری آن در معرض آب به مدت یک روز، نمی‌گردد. مشاهدات نشان داد میکروکپسول‌های حاوی عوامل ترمیم در معرض آب تخریب نمی‌شوند، همچنین واکنش ترمیم و بازده ترمیم مشابه حالتی است که کامپوزیت دندانی در معرض هوا می‌باشد (شکل 16) [55].

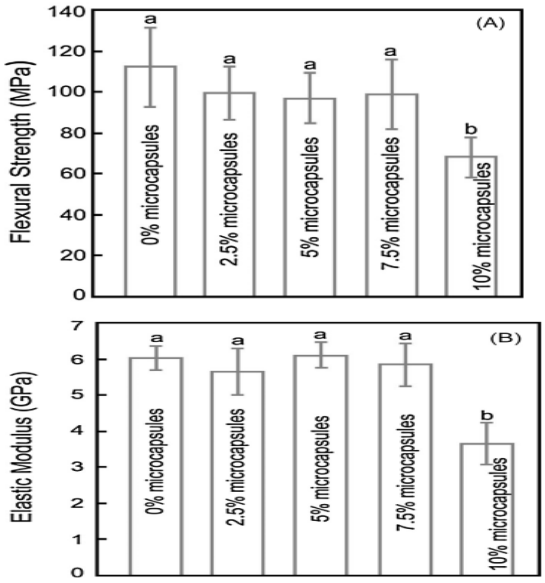


Fig. 15 (A) flexural strength and (B) elastic modulus of composite containing microcapsules at different mass fractions [55].

شکل 15 a) تغییرات استحکام خمشی، b) تغییرات مدول الاستیک در برابر جزء وزنی میکروکپسول‌های عامل ترمیم [55].

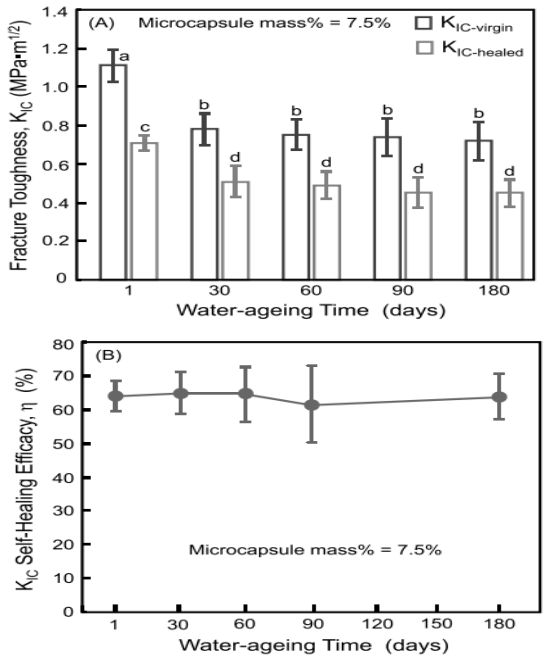


Fig. 16 (A) Virgin and healed fracture toughness, and (B) Self-healing efficiency as a function of microcapsule mass fraction [55].

شکل 16 a) تغییرات چقرمگی شکست، b) تغییرات بازده ترمیم در برابر زمان غوطه ور شدن کامپوزیت دندانی خودترمیم‌شونده حاوی 7.5 درصد وزنی میکروکپسول عامل ترمیم [55].

چن[1] و همکاران در سال 2017، کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده حاوی 10 درصد وزنی میکروکپسول PUF حاوی TEGDMA-DHEPT و 7.5 درصد وزنی عامل دفع‌کننده پروتئین[2] را تهیه کردند. نتایج نشان داد افزودن عامل دفع‌کننده پروتئین در کامپوزیت دندانی باعث کاهش معنادار جذب پروتئین می‌شود (شکل 17). بررسی خواص مکانیکی نظیر مدول الاستیک و استحکام خمشی نشان داد افزودن 10 درصد وزنی میکروکپسول‌های TEGDMA-DHEPT/PUF به بافت کامپوزیت دندانی موجب تغییرات معنادار خواص مکانیکی کامپوزیت نمی‌شود (شکل 18). بازده ترمیم حاصل از اندازه‌گیری چقرمگی شکست نمونه‌های کامپوزیتی حاوی میکروکپسول‌های عامل ترمیم پس از یک روز و در دمای 37 °C درجه در گستره 71-57 درصد گزارش شده است (شکل 19) [56].

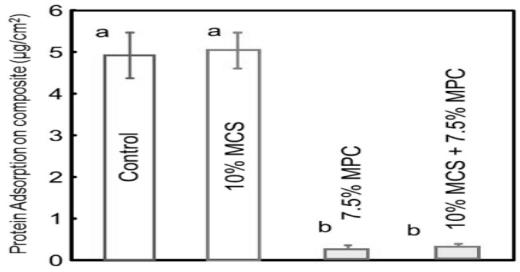


Fig. 17 Protein adsorption onto composite surfaces [56].

شکل 17 جذب پروتئین بر روی سطح کامپوزیت دندانی [56].

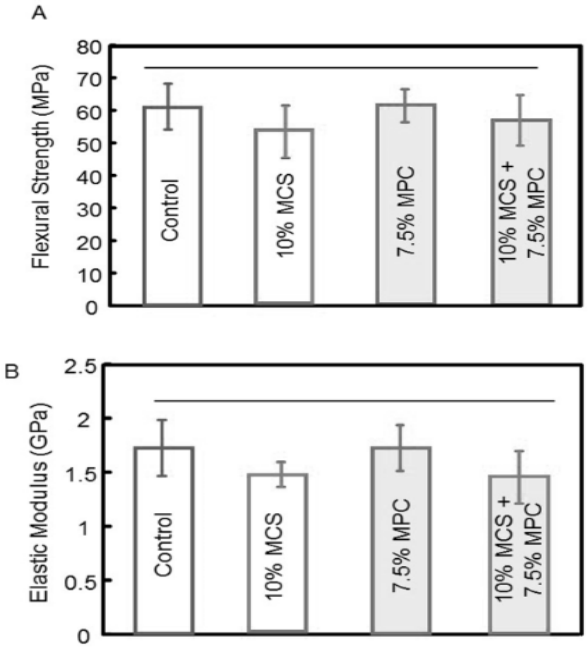


Fig. 18 (A) Flexural strength and (B) elastic modulus of self-healing dental composites [56].

شکل 18 a) تغییرات استحکام خمشی، b) مدول الاستیک کامپوزیت‌های دندانی [56].

[1] Chen

[2] Protein-resistant or protein-repellent

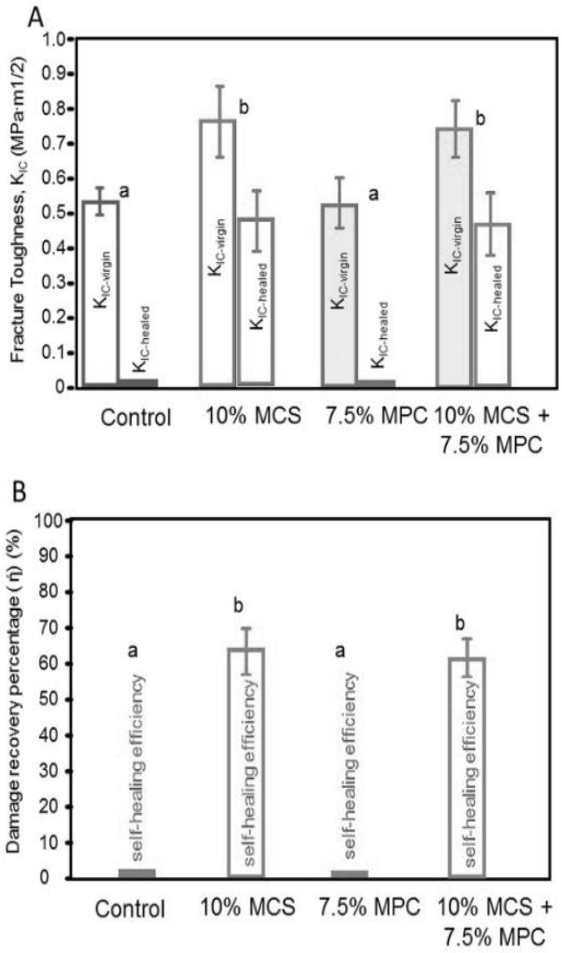


Fig. 19 (A) Fracture toughness, and (B) self-healing efficiency of control dental composite and composite containing 10% microcapsules containing MCS, composite containing protein-resistant agent MPC, and composite containing MCS microcapsule and MPC [56].

شکل 19 a) تغییرات چقرمگی شکست، b) بازده ترمیم، برای کامپوزیت دندانی کنترلی، کامپوزیت دندانی حاوی 10درصد میکروکپسول حاوی عامل ترمیم MCS، کامپوزیت دندانی حاوی عامل دفع‌کننده پروتئین MPC، و کامپوزیت دندانی حاوی میکروکپسول و عامل دفع‌کننده پروتئین [56].

یو[1] و همکاران در سال 2018، اولین چسب رزینی خودترمیم‌شونده دارای خواص ضدباکتری و تجدید مواد معدنی را تهیه کردند [57]. در این مطالعه اثر DMAHDM و نانوذرات آمورف کلسیم‌فسفات بر خواص چسب‌های خودترمیم‌شونده حاوی 7.5 درصد وزنی میکروکپسول‌های TEGDMA/PUF مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد چسب‌های خودترمیم‌شونده تهیه شده دارای سازگاری مناسبی با عاج دندان می‌باشند. همچنین این چسب‌ها قابلیت بازیابی 67 درصد چقرمگی شکست را از خود نشان دادند. شکل 20، مقطع شکست چسب پس از شکست اولیه (20A)، و مقطع شکست ثانویه پس از عمل ترمیم (20B) را نشان می‌دهد. لایه‌های پلیمر تشکیل شده پس از رهایش عامل ترمیم و انجام عمل پلیمرشدن این عامل در شکل 20B نشان داده شده‌اند. در ادامه خلاصه پژوهش‌های انجام شده در زمینه تهیه کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده در جدول 2، ارائه شده است.

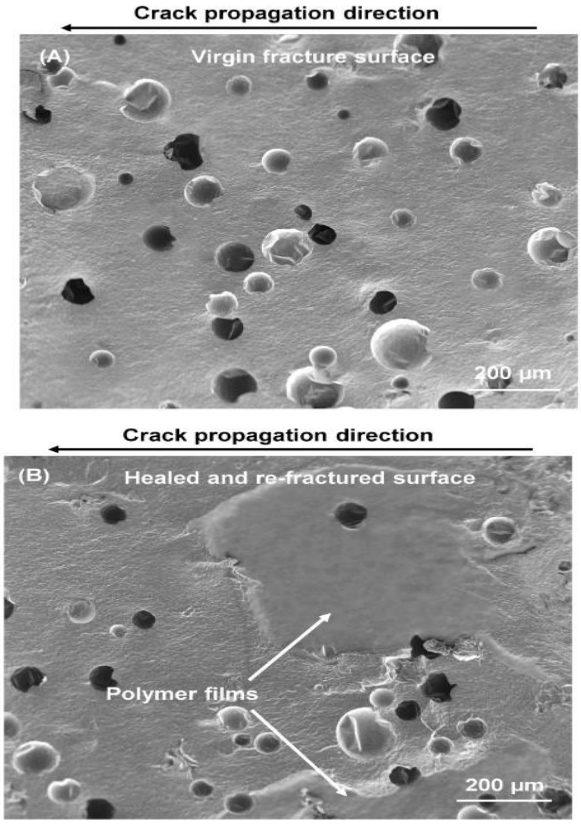


Fig. 20 (A) Virgin fracture surface of adhesive, and (B) the healed and re-fractured surface of adhesive [57].

شکل 20 مقطع شکست چسب خودترمیم‌شونده: A) مقطع شکست اولیه، B) مقطع شکست ثانویه پس از عمل ترمیم [57**Error! Bookmark not defined.**].

[1] Yue

جدول 2 خلاصه پژوهش‌های انجام شده در زمینه کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده.

Table 2 Summary of studies on self-healing dental composites.

محقق (سال)	جنس زمینه کامپوزیت	عامل ترمیم	جنس پوسته	بازده ترمیم (٪) بر اساس روش SEVNB	خلاصه نتایج به دست آمده
Wertzberger (2010) [2]	TEGDMA: UDMA: Bis-GMA (1 : 1 : 1) at 45% w/w + silane glass (as filer) at 55% w/w	DCPD + Grubbs' catalyst	PUF	57	• در این مطالعه تهیه کامپوزیت‌های خودترمیم‌شونده دندانی مورد امکان سنجی قرار گرفت. • کامپوزیت‌های دندانی حاوی 5 درصد وزنی میکروکپسول‌های DCPD/PUF (متوسط اندازه 50 µm) و 2 درصد وزنی کاتالیست گراب (متوسط اندازه 200-400 nm) تهیه شدند. • بازده ترمیم با روش اندازه‌گیری چقرمگی شکست پس از 7 روز 57 درصد گزارش شد. • حضور میکروکپسول‌های DCPD/PUF موجب کاهش خواص مکانیکی کامپوزیت‌ها در مقایسه با کامپوزیت شاهد شد.
Then (2011) [42]	Bis-GMA: TEGDMA (7:3)	DCPD + Grubbs' catalyst	PUMF	----	• پوسته میکروکپسول‌های DCPD/PUF با ملامین اصلاح شد و کامپوزیت‌های دندانی حاوی 6 و 3 درصد وزنی میکروکپسول‌های اصلاح شده، تهیه شدند. • حضور میکروکپسول‌های حاوی عامل ترمیم موجب کاهش استحکام خمشی کامپوزیت دندانی شد. • سختی کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده نسبت به کامپوزیت دندانی شاهد تغییر معناداری نکرد.
Ouyang (2011) [43]	----	TEGDMA	PU	----	• چسب‌های دندانی خودترمیم‌شونده حاوی نانوکپسول‌های TEGDMA/PU تهیه شد. • بررسی خواص مکانیکی و زیست‌سازگاری این نوع چسب، قابلیت کاربرد مناسب آن را در کاربردهای دندانپزشکی تایید نمود.
Wu (2015) [54]	Bis-GMA: TEGDMA (1:1) + DMAHPM (10 wt.%) + Boroaluminosilica (35 wt.%)	TEGDMA+DHEPT (BPO as initiator)	PUF	65-81	• کامپوزیت‌های خودترمیم‌شونده حاوی TEGDMA+DHEPT/PUF با جزء وزنی 2.5، 5، 7.5، 10 و آغازگر پلیمرشدن عامل ترمیم (BPO) در بافت کامپوزیت، تهیه کردند. • کامپوزیت‌های خودترمیم‌شونده حاوی DMAHDM خواص ضدباکتری بسیار خوبی از خود نشان دادند. • نانوذرات کلسیم کربنات به منظور احیاء مجدد مواد معدنی (مینا) کامپوزیت دندانی به کار گرفته شدند، رهایش یون‌های کلسیم و فسفر موجب احیای مواد معدنی کامپوزیت می‌گردد. • به منظور تقویت خواص مکانیکی کامپوزیت‌های دندانی، 35 درصد پرکننده شیشه (Boroaluminosilica) به کار گرفته شد.
Wu (2016) [58]	Bis-GMA: TEGDMA (1:1)	TEGDMA-DHEPT (99:1)	PUF	65	• عملکرد خودترمیمی کامپوزیت‌های دندانی بر پایه روش پلیمر شدن رادیکالی عامل ترمیم TEGDMA در حضور شتابدهنده آمین نوع سوم DHEPT و آغازگر BPO انجام شد. • با افزایش درصد وزنی میکروکپسول‌های عامل ترمیم، خواص مکانیکی نظیر مدول الاستیک و استحکام خمشی کامپوزیت کاهش یافت. • بررسی سمیت سلولی کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده نشان داد کامپوزیت‌ها در شرایط آزمایشگاهی شرایط خوبی دارند. • بازده ترمیم کامپوزیت‌های خودترمیم‌شونده در دمای 37 درجه و پس از 24 ساعت با اندازه‌گیری چقرمگی شکست بررسی شد.

ادامه جدول 2 خلاصه پژوهش‌های انجام شده در زمینه کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده.

Table 2 (continue) Summary of studies on self-healing dental composites.

محقق (سال)	جنس زمینه کامپوزیت	عامل ترمیم	جنس پوسته	بازده ترمیم (٪) بر اساس روش SEVNB	خلاصه نتایج به دست آمده
Huyang (2016) [51]	Bis-GMA+HEMA (1:1)	an aqueous solution of polyacid	Silica	35	• کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده حاوی 5 درصد وزنی میکروکپسول دارای مدول الاستیک و چقرمگی شکست بهینه می‌باشند. • اصلاح سطح میکروکپسول‌های حاوی عامل ترمیم با عامل سیلان‌دار جهت بهبود چسبندگی میکروکپسول‌ها به بافت کامپوزیت و شکست موفق آن‌ها، انجام شد. • بازده ترمیم برای کامپوزیت‌های دندانی حاوی 10 درصد وزنی میکروکپسول پس از 4 روز، 35 درصد گزارش شد.
Wu (2016) [55]	Bis-GMA: HEMA (1:1) (30 wt.%) + barium Boroaluminosilicate (as glass filer, 70 wt.%)	TEGDMA-DHEPT (99:1)		64-77	• در این مطالعه اثر مدت زمان قرارگیری کامپوزیت دندانی خودترمیم‌شونده بر بازده ترمیم، واکنش ترمیم و خواص مکانیکی کامپوزیت‌ها مورد بررسی قرار گرفت و مشاهده شد ویژگی‌های یاد شده با قرار گیری در محیط آبی به مدت 6 ماه در مقایسه با زمان یک روز و قرار گیری در معرض هوا تغییر قابل ملاحظه‌ایی نخواهند کرد.
Chen (2017) [56]	Bis-GMA: HEMA (1:1) + barium Boroaluminosilicate (as glass filer) + MPC (7.5%)	TEGDMA-DHEPT (99:1)	PUF	57-71	• افزودن عامل دفع‌کننده پروتئین (MPC) در کامپوزیت دندانی باعث کاهش معنادار جذب پروتئین می‌شود. • افزودن 10 درصد میکروکپسول‌های TEGDMA-DHEPT/PUF به بافت کامپوزیت دندانی موجب تغییرات معنادار خواص مکانیکی کامپوزیت نمی‌شود.
Wu (2017) [59]	Bis-GMA: HEMA (1:1) (30 wt.%) + Barium boroaluminosilicate (as glass filer, 70 wt.%)	TEGDMA-DHEPT (99:1)	PUF	68-77	• کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده حاوی 0، 2.5، 5، 7.5، 8.5، 9.5، 10 درصد وزنی میکروکپسول‌های TEGDMA-DHEPT/PUF تهیه شد. • نتایج نشان داد افزودن 7.5 درصد میکروکپسول‌های حاوی عامل ترمیم به بافت کامپوزیت دندانی، درصد وزنی بهینه میکروکپسول‌ها برای دستیابی به بازده ترمیم مناسب و بدون تغییرات چشم‌گیر خواص مکانیکی می‌باشد. • بررسی غوطه‌ور کردن کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده به مدت 6 ماه در آب نشان داد بازده ترمیم و واکنش ترمیم در مقایسه با یک روز غوطه‌ور کردن در آب تغییری نمی‌کند.
Yue (2018) [57]	Bis-GMA: TEGDMA (7:3) + DMAHPM (10 wt.%) + NACP (20 wt.%)	TEGDMA-DHEPT (99:1)	PUF	67	• نتایج نشان داد افزودن DMAHDM (10 درصد وزنی) و نانوذرات آمورف کلسیم‌فسفات (20 درصد وزنی) به چسب خودترمیم‌شونده حاوی 7.5 درصد میکروکپسول عامل ترمیم، موجب ایجاد خاصیت ضدباکتری و تجدید مواد معدنی می‌گردد.

5- جمع بندی و نتیجه‌گیری

در سال‌های اخیر نسل جدیدی از کامپوزیت‌های دندانی هوشمند به منظور ایجاد خاصیت ترمیم خودبخود آسیب‌هایی نظیر ریزترک‌ها در بستر کامپوزیت، توسعه یافته‌اند. کامپوزیت‌های هوشمند خودترمیم‌شونده دندانی علاوه بر فراهم نمودن زیبایی دندان ترمیم‌شده جایگزین بسیار مناسبی برای مواد پرکننده دندانی سمی نظیر آمالگام می‌باشند. مرور مقالات و پژوهش‌های انجام شده در زمینه تهیه کامپوزیت‌های دندانی خودترمیم‌شونده نشان می‌دهد میکروکپسوله کردن عوامل ترمیم نظیر عوامل آکریلاتی در پوسته‌های پلیمری و جاسازی این میکروکپسول‌ها در ماتریس کامپوزیت دندانی خاصیت خودترمیم را در این کامپوزیت‌ها ایجاد می‌کند. از این رو روش خودترمیمی بر پایه روش کپسول-کاتالیست در کامپوزیت‌های دندانی هوشمند خودترمیم‌شونده، مورد توجه قرار گرفته است. بررسی بازده خودترمیمی با تعیین چقرمگی شکست کامپوزیت‌های هوشمند دندانی از طریق آزمون خمش شکاف تک لبه (SEVNB) قبل و بعد از عمل ترمیم، انجام می‌گیرد، در این مطالعات بازده خودترمیمی در گستره 57-81 درصد گزارش شده است. به نظر می‌رسد توسعه کامپوزیت‌های دندانی هوشمند خودترمیم‌شونده از طریق افزایش طول عمر و کاهش هزینه‌های ترمیم دندان‌های آسیب‌دیده، می‌تواند گامی هرچند کوچک در مسیر توسعه سلامت دهان و دندان بردارد.

Abbreviation

Bisphenol-A-glycidyl dimethacrylate (Bis-GMA), Triethyleneglycol dimethacrylate (TEGDMA), Urethane dimethacrylate (UDMA), Silanated barium borosilicate Glass (silane glass), Poly(urea formaldehyde) modified with melamine (PUMF), N,N-dihydroxyethyl-p-toluidine (DHEPT), Nanoparticles of amorphous calcium phosphate (NACP), Benzoyl peroxide (BPO), Hydroxyethyl-methacrylate (HEMA), Polyurethane (PU), 2-methacryloyloxyethyl phosphorylcholine (MPC), Poly(urea formaldehyde) (PUF), Poly(melamine formaldehyde) (PMF), Single edge v-notched beam (SEVNB).

6- مراجع

[1] Of Health, U. D., & Human Services Oral Health Coordinating Committee, "US Department of Health and Human Services Oral Health Strategic Framework,'' Public Health Reports, Vol. 131, No. 2, pp. 242, 2016.

[2] Wertzberger, B. E., Steere, J. T., Pfeifer, R. M., Nensel, M. A., Latta, M. A., & Gross, S. M., "Physical Characterization of a Self-Healing Dental Restorative Material,'' Journal of Applied Polymer Science, Vol. 118, No. 1, pp. 428-434, 2010.

[3] Mjor, I. A., Shen, C., Eliasson, S. T., & Richter, S., "Placement and Replacement of Restorations in General DentalP in Iceland,'' Operative Dentistry, Vol. 27, No. 2, pp. 117-123, 2002.

[4] Ferracane, J. L., "Resin-Based Composite Performance: are there some things we can't predict?'' Dental materials, Vol. 29, No. 1, pp. 51-58, 2013.

[5] Vandewalle, K. S., Ferracane, J. L., Hilton, T. J., Erickson, R. L., & Sakaguchi, R. L., "Effect of Energy Density on Properties and Marginal Integrity of Posterior Resin Composite Restorations,'' Dental Materials, Vol. 20, No. 1, pp. 96-106, 2004.

[6] Luo, J., Lannutti, J. J., & Seghi, R. R., "Effect of Filler Porosity on the Abrasion Resistance of Nanoporous Silica Gel/Polymer Composites,'' Dental Materials, Vol. 14, No. 1, pp. 29-36, 1998.

[7] Ghosh, S. K., "Self-healing Materials: Fundamentals, Design Strategies, and Applications,'' John Wiley & Sons, 2009.

[8] 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.

[9] 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.

[10] 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.

[11] 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.

[12] 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.

[13] 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, 2010.

[14] Najafipoor, N., Navarchian, A.H., & Ahangaran, F., ''Surface-Modified Poly(methyl Methacrylate) Microcapsules Containing Linseed Oil for Application in Self-Healing Epoxy-Based Coatings,'' Progress in Organic Coatings, In press, 2019.

[15] 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, 2018.

[16] Binder, W. H., "Self-Healing Polymers: From Principles to Applications,'' John Wiley & Sons, 2013.

[17] Jin, H., Hart, K. R., Coppola, A. M., Gergely, R. C., Moore, J. S., Sottos, N. R., & White, S. R., "Self-Healing Polymers: From Principles to Applications,'' John Wiley & Sons, pp. 361-380, 2013.

[18] Carolyn, D., & Sottos, N. ''Passive Self-Repair in Polymer Matrix Composites Materials,'' Conference of Adaptive Materials, Albquerque, 1993.

[19] Sari, A., Eslami Farsani, R., & Zamani, M. R., "An Experimental Investigation on the Tensile Behavior of Epoxy/Carbon Fibers Composites Containing Anhydride Self-Healing Material,'' Modares Mechanical Engineering, Vol. 17 (3), pp. 336-342, 2017.

[20] Babolhavaeji, M., Eslami Farsani, R., & Khosravi, H., "Micro-Vascular Channel Based Self-Healing Fibrous Composites under Transverse Loading, '' Modares Mechanical Engineering, Vol. 17 (5), pp. 63-68, 2017.

[21] Eftekhari, H., Eslami Farsani, R., Khalili, S. M. R., & Ebrahimnezhad-Khaljiri, H., "Optimizing the Self- Healing Behavior of Hollow Glass Fibers Reinforced Epoxy Matrix Composite, '' Modares Mechanical Engineering, Vol. 17 (8), pp. 182-190, 2017.

[22] Zhang, M. Q., & Rong, M. Z., ''Basics of Self-Healing: State of the Art. Self-Healing Polymers and Polymer Composites,'' John Wiley & Sons, 2011.

[23] Bergman, S. D., & Wudl, F., ''Mendable Polymers,'' Journal of Materials Chemistry, Vol. 18(1), pp.41-62, 2008.

[24] Weizman, H., Nielsen, C., Weizman, O. S., & Nemat-Nasser, S., ''Synthesis of a Self-Healing Polymer Based on Reversible Diels–Alder Reaction: An Advanced Undergraduate Laboratory at the Interface of Organic Chemistry and Materials Science,''. Journal of Chemical Education, Vol. 88(8), pp. 1137-1140, 2011.

[25] Varley, R. J., & van der Zwaag, S., ''Towards an Understanding of Thermally Activated Self-Healing of an Ionomer System During Ballistic Penetration,'' Acta Materialia, Vol. 56(19), pp. 5737-5750, 2008.

[26] Schmatloch, S., González, M. F., & Schubert, U. S., ''Metallo-Supramolecular Diethylene Glycol: Water-Soluble Reversible Polymers. Macromolecular Rapid Communications,'' Vol. 23(16), pp. 957-961, 2002.

[27] Qiao, F., Yuan, Z., Lian, Z., Yan, C. Y., Zhuo, S., Zhou, Z. Y., & Xing, L. B., ''Supramolecular Hyperbranched Polymers with Aggregation-Induced Emission Based on Host-Enhanced π–π Interaction for Use as Aqueous Light-Harvesting Systems,'' Dyes and Pigments, Vol. 146, pp. 392-397, 2017.

[28] Roy, N., Tomović, Ž., Buhler, E., & Lehn, J. M., ''An Easily Accessible Self-Healing Transparent Film Based on a 2D Supramolecular Network of Hydrogen-Bonding Interactions Between Polymeric Chains,'' Chemistry-A European Journal, Vol. 22(38), pp. 13513-13520, 2016.

[29] White, S. R., Sottos, N. R., Geubelle, P. H., Moore, J. S., Kessler, M., Sriram, S. R., ... & Viswanathan, S., "Autonomic Healing of Polymer Composites,'' Nature, Vol. 409, No. 6822, pp. 794-797, 2001.

[30] Cho, S. H., White, S. R., & Braun, P. V., "Self-Healing Polymer Coatings,'' Advanced Materials, Vol. 21, Vol. 6, pp. 645-649, 2009.
[31] Ahangaran, F., Navarchian, A. H., Hayaty, M., & Esmailpour, K., "Effect of Mixing Mode and Emulsifying Agents on Micro/Nanoencapsulation of Low Viscosity Self-Healing Agents in Polymethyl Methacrylate Shell,'' Smart Materials and Structures, Vol. 25, No. 9, pp. 095035, 2016.
[32] Ahangaran, F., Hayaty, M., & Navarchian, A. H., "Morphological Study of Polymethyl Methacrylate Microcapsules Filled with Self-Healing Agents,'' Applied Surface Science, Vol. 399, pp. 721-731, 2017.
[33] Ahangaran, F., Navarchian, A. H., & Picchioni, F., ''Material encapsulation in poly (methyl methacrylate) shell: A review,'' Journal of Applied Polymer Science, Vol. 136, pp. 48039, 2019.
[34] Abdipour, H., Rezaei, M., & Abbasi, F., "Synthesis and Characterization of High Durable Linseed Oil-Urea Formaldehyde Micro/Nanocapsules and Their Self-Healing Behaviour in Epoxy Coating,'' Progress in Organic Coatings, Vol. 124, pp. 200-212, 2018.
[35] 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.
[36] Yang, J., Keller, M. W., Moore, J. S., White, S. R., & Sottos, N. R., "Microencapsulation of Isocyanates for Self-Healing Polymers,'' Macromolecules, Vol. 41, No. 24, pp. 9650-9655, 2008.
[37] Huyang, G., & Sun, J., "Clinically Applicable Self-Healing Dental Resin Composites,'' MRS Advances, Vol. 1, No.8, pp. 547-552, 2016.
[38] Venhoven, B. A. M., De Gee, A. J., Werner, A., & Davidson, C. L., "Influence of Filler Parameters on the Mechanical Coherence of Dental Restorative Resin Composites,'' Biomaterials, Vol. 17, No. 7, pp. 735-740, 1996.
[39] Ruddell, D. E., Maloney, M. M., & Thompson, J. Y., "Effect of Novel Filler Particles on the Mechanical and Wear Properties of Dental Composites,'' Dental Materials, Vol. 18, No. 1, pp. 72-80, 2002.
[40] Feilzer, A. J., De Gee, A. J., & Davidson, C. L., "Setting Stresses in Composites for Two Different Curing Modes,'' Dental Materials, Vol. 9, No. 1, pp. 2-5, 1993.
[41] Zhang, H., & Darvell, B. W., "Mechanical Properties of Hydroxyapatite Whisker-Reinforced Bis-GMA-Based Resin Composites,''Dental materials, Vol. 28, No. 8, pp. 824-830, 2012.
[42] Then, S., Neon, G. S., Kasim, A., & Hayaty, N., "Performance of Melamine Modified Urea–Formaldehyde Microcapsules in a Dental Host Material,'' Journal of Applied Polymer Science, Vol. 122, No. 4, pp. 2557-2562, 2011.
[43] Ouyang, X., Huang, X., Pan, Q., Zuo, C., Huang, C., Yang, X., & Zhao, Y., "Synthesis and Characterization of Triethylene Glycol Dimethacrylate Nanocapsules Used in a Self-Healing Bonding resin,'' Journal of dentistry, Vol. 39, No. 12, pp. 825-833, 2011.
[44] Kessler, M. R., Mauldin, T. C., Hondred, P. R., & Ding, R., ''Biorenewable Polymers and Composites with Self-Healing Functionality,'' 18th International conference on composite materials, 2011.
[45] Achilias, D. S., & Sideridou, I. D., "Kinetics of the Benzoyl Peroxide/Amine Initiated Free-Radical Polymerization of Dental Dimethacrylate Monomers: Experimental Studies and Mathematical Modeling for TEGDMA and Bis-EMA,'' Macromolecules, Vol. 37, No. 11, pp. 4254-4265, 2004.
[46] Sideridou, I. D., Achilias, D. S., & Karava, O., "Reactivity of Benzoyl Peroxide/Amine System as an Initiator for the free Radical Polymerization of Dental and Orthopaedic Dimethacrylate Monomers: Effect of the Amine and Monomer Chemical Structure,'' Macromolecules, Vol. 39, No. 6, pp. 2072-2080, 2006.
[47] Sideridou, I. D., Achilias, D. S., & Kostidou, N. C., "Copolymerization Kinetics of Dental Dimethacrylate Resins Initiated by a Benzoyl Peroxide/Amine Redox System,'' Journal of applied polymer science, Vol. 109, No.1, pp. 515-524, 2008.
[48] Wu, D. Y., Meure, S., & Solomon, D., "Self-Healing Polymeric Materials: A Review of Recent Developments,'' Progress in Polymer Science, Vol. 33, pp. 479–522, 2008.
[49] White, S. R., Sottos, N. R., Geubelle, P. H., & Moore, J. S., "Autonomic Healing of Polymer Composites,'' Nature, Vol. 409, No. 6822,pp. 794-797, 2001.
[50] Brown, E. N., Sottos, N. R., & White, S. R., "Fracture Testing of a Self-Healing Polymer Composite,'' Experimental Mechanics, Vol. 42, No. 4, pp. 372-379, 2002.
[51] Yuan, Y. C., Rong, M. Z., Zhang, M. Q., Chen, J., Yang, G. C., & Li, X. M., "Self-Healing Polymeric Materials Using Epoxy/Mercaptan as the Healant,'' Macromolecules, Vol. 41, No. 14, pp. 5197-5202, 2008.
[52] Zhang, H., & Yang, J., "Development of Self-Healing Polymers via Amine–Epoxy Chemistry: I. Properties of Healing Agent Carriers and the Modelling of a Two-Part Self-Healing System,'' Smart Materials and Structures, Vol. 23, No. 6, pp. 065003, 2014.
[53] Huyang, G., Debertin, A. E., & Sun, J., "Design and Development of Self-Healing Dental Composites,'' Materials & design, Vol. 94, pp. 295-302, 2016.
[54] Wu, J., Weir, M. D., Melo, M. A. S., & Xu, H. H, "Development of Novel Self-Healing and Antibacterial Dental Composite Containing Calcium Phosphate Nanoparticles,'' Journal of Dentistry, Vol. 43, No. 3, pp. 317-326, 2015.
[55] Wu, J., Weir, M. D., Melo, M. A. S., Strassler, H. E., & Xu, H. H., "Effects of Water-Aging on Self-Healing Dental Composite Containing Microcapsules,'' Journal of Dentistry, Vol. 47, pp. 86-93, 2016.
[56] Chen, C., Wu, J., Weir, M. D., Wang, L., Zhou, X., Xu, H. H., & Melo, M. A. S., "Dental Composite Formulation Design with Bioactivity on Protein Adsorption Combined with Crack-Healing Capability,'' Journal of Functional Biomaterials, Vol. 8, No.3, pp. 40, 2017.
[57] Yue, S., Wu, J., Zhang, Q., Zhang, K., Weir, M. D., Imazato, S., ... & Xu, H. H., "Novel Dental Adhesive Resin with Crack Self-Healing, Antimicrobial and Remineralization Properties,'' Journal of dentistry, 2018.
[58] Wu, J., Weir, M. D., Zhang, Q., Zhou, C., Melo, M. A. S., & Xu, H. H., "Novel self-healing Dental Resin with Microcapsules of Polymerizable Triethylene Glycol Dimethacrylate and N, N-Dihydroxyethyl-p-Toluidine,'' Dental Materials, Vol. 32, No. 2, pp. 294-304, 2018.
[59] Wu, J., Zhang, Q., Weir, M. D., Oates, T. W., Zhou, C., Chang, X., & Xu, H. H., "Novel Self-Healing Dental Luting Cements with Microcapsules for Indirect Restorations,'' Journal of Dentistry, Vol. 66, pp. 76-82, 2017.

جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 451-464

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیت**

http://jstc.iust.ac.ir

رهیافت هیبریدی جدید برای استخراج خواص پلاستیکی به کمک فروروی نانو، تحلیل المان‌های محدود و آنالیز ابعادی اصلاح‌شده

احسان بزّاز[1]، ابوالفضل درویزه[2*]، مجید علی‌طاولی[2]، مهدی یارمحمدتوسکی[3]

1- دانشجوی دکتری، مهندسی مکانیک، پردیس دانشگاهی، دانشگاه گیلان، رشت

2- استاد، مهندسی مکانیک، دانشگاه گیلان، رشت

3- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه آزاد اسلامی تهران جنوب، تهران

* رشت، صندوق پستی 41668-13949، adarvizeh@guilan.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/9/3

پذیرش: 97/11/5

کلیدواژگان:

روش هیبریدی

آنالیز ابعادی

آنالیز ابعادی اصلاح شده

مینیمم برآیند خطا

خواص تیتانیوم

چکیده

بدست آوردن خواص مکانیکی به کمک نتایج حاصل از آزمایش، به عنوان یکی از عمده‌ترین چالش‌ها در زمینه تست‌های فروروی نانو مطرح است. استفاده از روش هیبرید بوسیله ترکیب نتایج تجربی فروروی نانو با آنالیز المان‌های محدود، یکی از راه حل‌های مؤثر در این زمینه می‌باشد. لذا به منظور استخراج خواص مکانیکی مواد به کمک نتایج تست فروروی نانو، یک روش صریح مبتنی بر روش اصلاح شده آنالیز ابعادی در این مقاله توسعه داده شده است. مزیت عمده استفاده از این روش نسبت به روش های موجود در ارائه جواب‌های منحصر به فرد بدون نیاز به روش‌های تکرار و همچنین کاهش قابل توجه در حجم محاسبات می‌باشد. در این مقاله با اعمال این روش در مورد تیتانیوم خالص، خواص حالت پلاستیک (تنش تسلیم و مدول سخت شوندگی کرنشی) برای یک نمونه محاسبه شده است. برای اولین بار آنالیز ابعادی برای الگوی معادله ساختاری دو خطی (با دو پارامتر بی‌بعد) مورد استفاده قرار گرفت و در تحلیل المان محدود، فرم کلی معادله جانسون-کوک بکار رفت و مهمترین خاصیت حالت پلاستیک یعنی تنش تسلیم با تطابق بسیار خوبی با مقادیر مرجع استخراج گردید. در جریان حل، روش جدیدی در آنالیز خطا بر مبنای محاسبه برآیند خطای کلی و بدست آوردن اکسترمم خطاها در بازه تمام فضای پارامتری با موفقیت توسعه داده شده و به کار گرفته شد. همچنین برای کالیبره نمودن حل به تنظیم شرایط مهم مسئله مانند شعاع نوک فرورونده اقدام شده و نتیجه‌گیری شده است که استفاده از شعاع بالاتر از 200 نانومتر منجر به جواب منطبق‌تری با واقعیت می‌شود.

New hybrid approach in obtaining plastic properties by nanoindentation, finite element method and modified dimensional analysis

Ehsan Bazzaz[1], Abolfazl Darvizeh[2*], Majid AliTavoli[2], Mehdi Yarmohammad Tooski[3]

1- Department of Mechanical Engineering, University Campus, University of Guilan, Rasht, Iran.
2- Department of Mechanical Engineering, University of Guilan, Rasht, Iran
3- Department of Mechanical Engineering, Islamic Azad University south Tehran Branch, Tehran, Iran
* P.O.B. 41668-13949 Rasht, Iran, adarvizeh@guilan.ac.ir

Keywords

Hybrid method
Dimensional analysis
Modified dimensional analysis
Minimum resultant error
Titanium properties

Abstract

One of the main challenges in nanoindentation tests is to work-out a method in order to obtain the material properties through the test results. Using a hybrid method which combines the experimental results of nanoindentation tests with FEM analysis is considered as one of the main solutions for this problem. In order to calculate the mechanical properties, an explicit method was developed on the basis of modified dimensional analysis method. The main advantage of this method is to provide unique answers without any need for iteration so that it would minimize the calculations significantly. In this paper, the mechanical properties of Titanium sample in plastic phase (yield stress and strain hardening Module) are calculated by utilizing this method. For the first time, the dimensional analysis was used for the bilinear constitutive equation (with two dimensionless parameters), and in the finite element analysis, the general form of the Johnson-Cook equation was utilized. The most important property of plastic state, namely, the yield stress, was extracted in proper agreement with reference values. In the process of solving, a new method for error analysis based on calculating the resultant errors and determining the extremum error in the entire range of parameters was successfully developed and applied. Finally, in order to calibrate the solution, it was also proposed to set up the critical conditions of the problem, such as the indenter tip radius. It was concluded that the use of a radius more than 200 nm leads to a more consistent response to the experiment.

.

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Bazzaz, E. Darvizeh, A. AliTavoli, M and Yarmohammad Tooski, M., "New hybrid approach in obtaining plastic properties by nanoindentation, finite element method and modified dimensional analysis ", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 3, pp. 451-464, 2019.

1- مقدمه

روش‌های اندازه گیری بر مبنای فروروی در مقیاس نانو که منحنی پیوسته‌ای از تغییرات نیروی فروروی P به صورت تابعی از عمق فروروی h بدست می‌دهند، در سال‌های اخیر مورد توجه زیادی قرار گرفته اند. این توجه را می‌توان عمدتا به غیر مخرب بودن و کاربرد این روش برای لایه‌های پوشش میکرونی نسبت داد که باعث گسترش کاربردهای قابل ملاحظه آن در صنایع مختلف شده است [1]. از طرفی بسیاری از این کاربردها متاثر از محدودیت‌های ناشی از پیچیدگی روش و دشوار بودن ارائه تفسیر روشنی از نتایج تست می‌باشد [2]. یکی از مهمترین کاربردهای این روش در بدست آوردن خواص مکانیکی ماده مورد آزمایش نظیر: مدول الاستیسیته، تنش تسلیم، مدول سخت شوندگی کرنشی[1] [3] و توان سخت‌شوندگی کرنشی[2] و به همین ترتیب چقرمگی شکست[3] می‌باشد [4].

در این زمینه مطالعات جامع تحلیلی و محاسباتی زیادی برای توضیح مکانیک تماسی و نحوه تغییر شکل در حین فرآیند فروروی نانو[4] انجام شده که هدف از آن عمدتا استخراج خواص مکانیکی مواد از منحنی نیرو-عمق فروروی بوده است [5-10]. به عنوان مثال می‌توان سختی و مدول الاستیسیته را با استفاده از ماکزیمم بار و شیب منحنی باربرداری مطابق با روش پیشنهادی اولیور و فار[5](1992) [5] و دورنر و نیکس[6] (1986) [11] بدست آورد. این راهکارها بر اساس حل تحلیلی ارائه شده توسط اسندون برای مسئله تماس ارائه شده است [12]. پس از دوران اولیه توسعه فرایند فروروی نانو، روش‌های دیگری در طول دهه 90 و دهه اول قرن حاضر میلادی برای استخراج خواص حالت پلاستیک ابداع شده‌اند که مبنای همه آنها مقایسه نتایج شبیه سازی المان محدود با نتایج حاصل از تست‌های تجربی است. در این روش، پارامترهای مؤثر بر شکل منحنی بارگذاری و باربرداری حاصل از نتایج المان محدود را می‌توان بدست آورد. دائو و همکاران [8] موفق به ارائه مدلی تحلیلی شده اند که با استفاده از آن می توان ارتباط بین خواص مکانیکی و نتایج تست فروروی نانو را برقرار نمود لیکن این روش به هیچ وجه حالت عمومی نداشته و به سختی همگرا می شود. با استفاده از روش ارائه شده توسط جیاناکوپولوس و سورش[7] [9] می توان خواص الاستیک و پلاستیک و همچنین با استفاده از روش سورش و جیاناکوپولوس[8] [13] می توان تنش پسماند را محاسبه نمود. در ادامه این کار اشتاوس و همکاران [14] از روش آنالیز معکوس[9] برای بدست آوردن رفتار الاستیک-پلاستیک لایه های نازک، پوشش ها و وسایل میکروالکترومکانیکی استفاده نمودند. با مرتفع نشدن اشکالات ساختاری مربوط به حل این مسئله، تلاش‌ها در این زمینه توسط بسیاری از محققین در دهه اخیر نیز ادامه یافته است.

مطالعات گسترده در مورد روش‌های حل عددی نشان می‌دهد که منطبق ترین روشی که در این زمینه کارآئی خود را به اثبات رسانده است روش آنالیز ابعادی است. چنگ و چنگ [2, 6] جزو نخستین محققانی است که موفق به اعمال روش آنالیز ابعادی برای استخراج پارامترهای بی بعد فرآیند فروروی نانو شده اند. با وجود اینکه این روش از نظر تئوری قابلیت حل کامل و منحصر به فرد را داراست اما استخراج نتایج دقیق از آن در عمل با مشکل مواجه بوده است. یکی از مهمترین چالش‌ها در این زمینه از منطبق نبودن کامل حل المان محدود با نتایج تجربی به خصوص از نظر شکل منحنی نیرو-فروروی ناشی می‌شود. تعدادی از محققین با ایجاد تنوع در شرایط آزمایش مانند تغییر در نوع فرورونده سعی نموده اند این مشکل را مرتفع نمایند. همچنین برای حل این مشکل ناچار به حل مسائل پیچیده غیر خطی چند مجهولی بوده اند که مغایرت های مذکور را پدید می‌آورد. برای مثال هاینریش و همکاران [15] موفق به ارائه الگوریتمی به نام الگوریتم آنالیز معکوس برای ایجاد همگرائی در حل و بدست آوردن خواص مکانیکی شده اند و این کار توسط گروه سورش و جیاناکوپولوس نیز دنبال شده است. این الگوریتم توسط تعدادی از محققین مانند آنتونس و همکاران [16] بعدا به همین منظور به کار گرفته شده است. لازم به ذکر است که اکثر روش های گفته شده بر مبنای تکرار عمل می‌کنند و از تعداد زیادی پارامتر بی بعد برای رسیدن به جواب استفاده می کنند لذا در عین حال بایستی شرایط همگرائی را نیز ارضا نمایند.

در کل مشکل استخراج خواص مکانیکی از نتایج فروروی نانو تاکنون پا برجا مانده و راه حل قطعی برای این مسئله ارائه نشده است. در این مقاله با استفاده از رویکردی جدید در روش آنالیز ابعادی ابتدا روش را ساده سازی نموده و سپس با انجام حجم قابل قبولی از محاسبات به محاسبه مقادیر پارامترهای رفتار پلاستیک به کمک نتایج تجربی و تحلیل المان محدود پرداخته می‌شود. برای این منظور یک روش هیبرید که نتایج تجربی را با حل المان محدود پیوند می‌دهد توسعه داده شده است. در این روش با اعمال فرضیات جدید در آنالیز ابعادی و مینیمم نمودن تعدادی از خطاهای تعریف شده، جواب‌های قابل اعتماد و منحصر به فردی بدست می‌آید و بدین وسیله راه حلی برای یکی از چالش های عمده مکانیک مواد نانو ارائه می شود. علاوه بر این تمامی این نتایج بر اساس حداقل داده‌های لازم یعنی یک منحنی نیرو-عمق فروروی بدست آمده از یک نوع فرورونده حاصل خواهد شد.

2- روش آنالیز ابعادی اصلاح شده

روش آنالیز ابعادی متداول در دوران اولیه تحلیل فروروی نانو عمدتا بر مبنای استفاده از معادله ساختاری توانی پایه گذاری شده است [17]. این رویکرد به دلیل اعتقاد برخی از محققان مبنی بر اینکه این معادله ساختاری نتایج بهتری نسبت معادله دوخطی[10] بدست می‌دهد دنبال شده است [18]. با روش حاضر استفاده از هر دو نوع معادله ساختاری مورد آزمایش قرار گرفته و نشان داده شده است که استفاده از هر دو فرم معادله ساختاری منجر به نتایجی با دقت قابل قبول می‌گردد. با توجه به استفاده از معادله دوخطی برای بیان رفتار مواد خالص در تعداد زیادی از کارهای تحقیقی معتبر مانند کار لیچینچی [19]، پاتل و کالیدیندی [20]، پلتیه و همکاران [18] و کار بعدی پلتیه [21]، لذا در این مقاله، معادله دوخطی برای بیان مشخصه رفتاری ماده خالص مورد استفاده قرار گرفته‌است.

تعریف پارامترهای مجهول به عنوان کاندید برای بی بعدسازی، اساسی‌ترین مسئله در فرمولسازی روش آنالیز ابعادی است. تقریبا در تمامی کارهای قبلی از سه پارامتر، یکی در ناحیه الاستیک (مدول یانگ) و دو تای دیگر در ناحیه پلاستیک (ضریب سخت شوندگی کرنشی و توان سخت شوندگی کرنشی) استفاده شده است که اولی با استفاده از منحنی بارگذاری و دو پارامتر بعدی با استفاده از منحنی فاز باربرداری (یا هر دو منحنی) بدست می‌آیند [2, 10]. در شکل 1 نمونه‌ای از منحنی حاصل از فرآیند فروروی نانو نشان داده شده

[1] Strain hardening module
[2] Strain hardening exponent
[3] Fracture toughness
[4] Nanoindentation
[5] Oliver and Pharr
[6] Doerner and Nix
[7] Giannakopoulos and Suresh
[8] Suresh and Giannakopoulos
[9] Reverse Analysis
[10] Bilinear Constitutive Equation

است. با توجه به اینکه معمولا منحنی باربرداری و به خصوص نقطه انتهای این منحنی تفاوت زیادی با نتایج تجربی دارد لذا این مسئله یکی از منابع مهم واگرائی در حل خواهد شد.

در روش اصلاح شده آنالیز ابعادی، مدول الاستیسیته با استفاده از روش‌های متداول که دقت بالائی دارند بدست می‌آید زیرا قبلا ثابت شده است که این پارامتر را می‌توان با استفاده از شیب ابتدای منحنی باربرداری به طور مستقیم بدست آورد [6]. بنابراین مدول یانگ جزء پارامترهای معلوم مسئله در نظر گرفته می‌شود. بدین ترتیب از منحنی‌های بارگذاری و باربرداری برای بدست آوردن دو پارامتر حالت پلاستیک استفاده می‌گردد. منحنی اصلی در ناحیه نگهداری نیرو[1] دچار پدیده خزش می‌شود که این مقدار در محاسبات مربوط به انرژی نباید در نظر گرفته شود و باید از منحنی اصلاح شده با حذف مقدار خزش استفاده نمود.

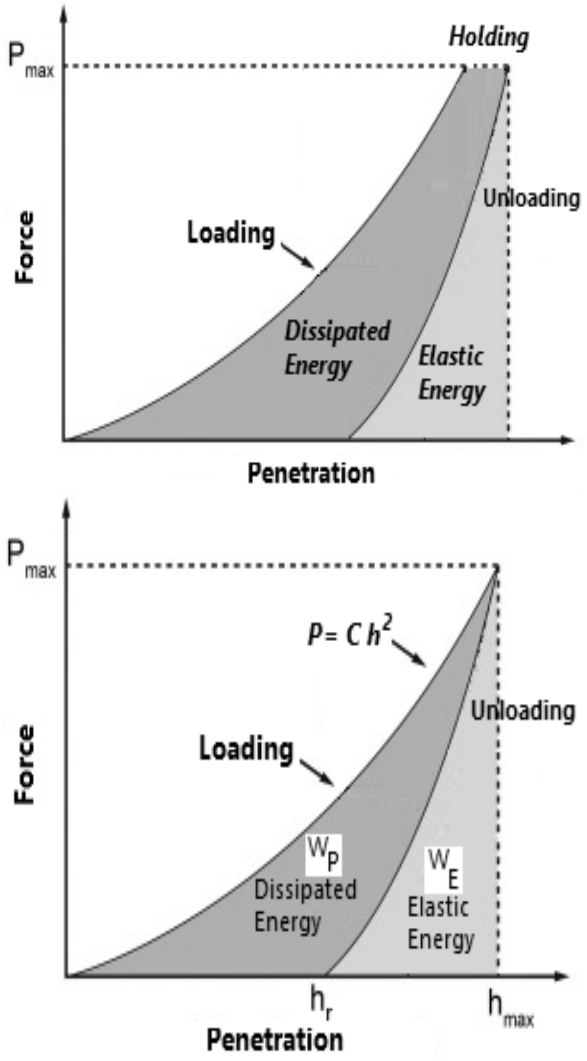


Fig. 1 Nanoindentation loading and unloading curves and energy of each course, with creep (top) and without creep (bottom)

شکل 1 منحنی‌های بارگذاری و باربرداری در فرآیند فروروی نانو و انرژی‌های فاز-های مختلف در حالت با خزش (منحنی بالا) و بدون خزش (منحنی پایین)

اصولا کار استخراج پارامترهای بی بعد به کمک تئوری باکینگهام-Π [2] از طریق آنالیز ابعادی انجام می‌شود که در این مقاله برای اولین بار، این تئوری برای معادله ساختاری دوخطی اعمال گردید. طبق قواعد این تئوری دو پارامتر بی‌بعد برای این منظور کافی خواهد بود که یکی از پارامترها وابسته به داده‌های فاز بارگذاری و دیگری وابسته به داده‌های هر دو فاز بارگذاری و باربرداری انتخاب می‌شود. برای انجام این کار ابتدا معادله ساختاری را به فرم کلی دو خطی ذیل می‌توان نشان داد:

$$\begin{cases} \sigma = E\varepsilon \quad For\ \sigma \le Y \\ \sigma = D + B\varepsilon \quad For\ \sigma \ge Y \end{cases} \tag{1}$$

که در آن σ و ε به ترتیب تنش و کرنش، E مدول الاستیسیته و D و B به ترتیب ضرایب معادله خطی ناحیه پلاستیک می‌باشد. استفاده از این فرم معادلات در نرم افزارهای المان محدود برای آنالیز فرآیند فروروی نانو منجر به تولید منحنی تغییرات نیرو بر حسب عمق فروروی خواهد شد که نشان دهنده تابعی با وابستگی‌های زیر می‌باشد:

$$P = f(D, B, E, h, \nu, \alpha) \tag{2}$$

که در آن P نیروی فروروی به عنوان تابع و f نشان‌دهنده رژیم وابستگی دیگر پارامترها به تابع می‌باشد. پارامترهای h، ν و α به ترتیب، عمق فروروی، ضریب پواسون و زاویه مخروط فرورونده را نشان می‌دهند. نظر به اینکه در تحلیل حاضر از یک ماده و یک نوع فرورونده استفاده خواهد شد لذا دو پارامتر اخیر مقادیری ثابت خواهند بود و تاثیری در تعیین پارامترهای بی‌بعد نخواهند داشت. بنابراین با استفاده از اصول آنالیز ابعادی و تئوری باکینگهام-Π می‌توان پارامترهای زیر را پیشنهاد نمود:

$$\begin{cases} \Pi_1 = E^a h^b P \\ \Pi_2 = E^c h^d D \\ \Pi_3 = E^e h^f B \end{cases} \tag{3}$$

توان‌های a، b، c، d، e و f را می‌توان با استفاده از قواعد آنالیز ابعادی به گونه‌ای بدست آورد که پارامترهای سه گانه فوق بی‌بعد شوند. پس از حل خواهیم داشت:

$$\begin{cases} \Pi_1 = \dfrac{P}{Eh^2} \\ \Pi_2 = \dfrac{D}{E} \\ \Pi_3 = \dfrac{B}{E} \end{cases} \tag{4}$$

و رابطه زیر را می‌توان بین این سه پارامتر نوشت:

$$\Pi_1 = f_1(\Pi_2, \Pi_3, \nu, \alpha) \tag{5}$$

لذا می‌توان یکی از روابط اصلی را بدین‌صورت بازنویسی کرد:

$$\Pi_\alpha\left(\frac{D}{E}, \frac{B}{E}, \nu, \theta\right) = \frac{P}{Eh^2} = \frac{C}{E} \tag{6}$$

پارامتر C به عنوان ضریب منحنی سهمی معادله منحنی بارگذاری به صورت $P = Ch^2$ می‌باشد. فرم معادله درجه دو در تطابق کامل با نتایج تجربی تعداد زیادی آزمایش قرار دارد و پارامتر C به عنوان یکی از اساسی‌ترین شاخصه‌های روش آنالیز ابعادی شناخته می‌شود [7, 9]. برای بدست آوردن این پارامتر می‌توان از داده‌های تجربی و آنالیز عددی استفاده نمود و برای این کار روش مینیمم مربعات خطا[3] نتایج خوبی به دست می‌دهد. مطابق با این روش وقتی داده‌های حاصله، با منحنی سهمی ایده آل مقایسه شود مقدار خطا در هر نقطه از رابطه $e_P = P_i - Ch_i^2$ بدست می‌آید و بنابراین جمع مربعات این مقدار خطا برای کلیه نقاط برابر خواهد بود با:

[1] Holding course
[2] Buckingham- Π Theorem
[3] Error Least square Method

$$S_r = \sum_{i=1}^{n} \left(P_i - Ch_i^2\right)^2 \tag{7}$$

با بهینه سازی مقدار جمع مربعات خطا (کمینه کردن)، رابطه زیر

$$\frac{dS_r}{dC} = \sum_{i=1}^{n} -2h_i^2(P_i - Ch_i^2) = 0 \tag{8}$$

حاصل می‌شود و در نتیجه می‌توان مقدار پارامتر C را با شرط مینیمم بودن مقدار خطا از رابطه زیر بدست آورد:

$$C = \frac{\sum_{i=1}^{n} P_i h_i^2}{\sum_{i=1}^{n} h_i^4} \tag{9}$$

پس از تعیین پارامتر بی بعد اول نوبت به محاسبه پارامتر بی بعد دوم می‌رسد که به جهت افزایش دقت در حل مسئله باید فاز باربرداری در فرآیند فروروی نانو را نیز در بر گیرد. به روشی مشابه قبل تابعی در نظر گرفته می‌شود که علاوه بر پارامترهای قبلی شامل پارامتر h_{max} به عنوان نقطه شروع منحنی سهمی باربرداری نیز باشد و خواهیم داشت:

$$P = f(D, B, E, h, h_{max}, \nu, \alpha) \tag{10}$$

اعمال روش آنالیز ابعادی در مورد این تابع ایجاب می‌کند که پارامتر جدیدی با وابستگی جدید به صورت زیر تعریف گردد:

$$\Pi_4 = E^g h^i h_{max} \tag{11}$$

که در آن g و i توان‌های لازم برای بی‌بعدسازی است. حل دستگاه معادلات مرتبط به جواب زیر منجر می‌شود و فرم کلی رابطه بی‌بعد جدید به صورت زیر در می‌آید:

$$\Pi_4 = \frac{h}{h_{max}} \tag{12}$$

$$\Pi_\beta\left(\frac{D}{E}, \frac{B}{E}, \frac{h}{h_{max}}, \nu, \theta\right) = \frac{P}{Eh^2} = \frac{C}{E} \tag{13}$$

بر طبق قواعد موجود در آنالیز ابعادی می‌توان رابطه فوق را معکوس نمود:

$$\Pi_\gamma\left(\frac{D}{E}, \frac{B}{E}, \frac{P}{Eh^2}, \nu, \theta\right) = \frac{h}{h_{max}} \tag{14}$$

با اعمال شرط مرزی $h = h_r$ در موقعی که $P = 0$ می‌باشد می‌توان به رابطه مفید زیر دست یافت:

$$\Pi_\delta\left(\frac{D}{E}, \frac{B}{E}, \nu, \theta\right) = \frac{h_r}{h_{max}} \tag{15}$$

با وجود دو پارامتر مجهول در مسئله یعنی D و B می‌توان با در نظر گرفتن دو تابع بی بعد Π_α و Π_δ آنها را بدست آورد. از طرفی با محاسبه مقادیر انرژی فازهای بارگذاری و باربرداری نتیجه می‌شود که تناسب خطی بین نسبت‌های h_r/h_{max} و W_P/W_T وجود دارد [17] و حتی در بعضی مواقع خاص می‌توان آنها را با هم برابر در نظر گرفت [8]. با این جایگزینی می‌توان رابطه اخیر را چنین بازنویسی کرد:

$$\Pi_\omega\left(\frac{D}{E}, \frac{B}{E}, \nu, \theta\right) = \frac{W_T - W_U}{W_T} = \frac{W_P}{W_T} \tag{16}$$

که در آن W_T انرژی حالت بارگذاری، W_U انرژی حالت باربرداری و W_P تفاضل این دو انرژی می‌باشد. لازم به ذکر است که نسبت W_P/W_T خود برابر با نسبت مساحت‌های محصور بین منحنی‌های رفت و برگشت به مساحت زیر منحنی رفت مطابق با شکل 1 می‌باشد. این مقادیر را می‌توان با انتگرال‌گیری از منحنی P-h به صورت: $W_T = \int_{Loading} Pdh$ و $W_U = \int_{Unloading} Pdh$ بدست آورد.

با توجه به اینکه حل همزمان معادلات غیر خطی و فاقد ضابطه مشخص فوق (یعنی معادلات عددی) با روش‌های کلاسیک مستلزم تعداد زیادی تکرار و حجم بسیار بالائی محاسبات می‌باشد لذا از روش آنالیز ابعادی اصلاح شده[1] MDAM برای این منظور استفاده می‌شود. برای این کار دو دسته معادلات زیر باید به طور همزمان حل شوند:

$$\begin{cases} \dfrac{C}{E} = \left(\dfrac{C}{E}\right)^{exp.} \\ \Pi_\alpha\left(\dfrac{D}{E}, \dfrac{B}{E}, \nu, \theta\right) = \dfrac{C}{E} \end{cases} \tag{17}$$

$$\begin{cases} {W_P}/{W_T} = \left({W_P}/{W_T}\right)^{exp.} \\ \Pi_\omega\left(\dfrac{D}{E}, \dfrac{B}{E}, \nu, \theta\right) = \dfrac{W_P}{W_T} \end{cases} \tag{18}$$

در این معادلات بالانویس .exp نشان‌دهنده داده‌های حاصل از نتایج آزمایش می‌باشد. حل هر یک از دستگاه معادلات فوق از نظر تئوری منجر به بینهایت جواب به صورت زوج‌های (D,B) خواهد شد که می‌توانند شرط برابر بودن Π_α یا Π_ω حاصل از تحلیل المان محدود را با مقادیر تجربی برآورده نمایند. بزرگترین چالش در این روش، انتخاب زوجی از پارامترهای معادله ساختاری خواهد بود که نشان‌دهنده خواص واقعی ماده می‌باشد. این زوج جواب، زوجی خواهد بود که به طور همزمان مقادیر Π_α و Π_ω برابر با مقادیر متناظر برگرفته از نتایج تجربی را دارا باشد. به عبارت دیگر این زوج ، جواب دستگاه معادلات زیر خواهد بود:

$$\begin{cases} \dfrac{C}{E} = \left(\dfrac{C}{E}\right)^{exp.}, \quad {W_P}/{W_T} = \left({W_P}/{W_T}\right)^{exp.} \\ \Pi_\alpha\left(\dfrac{D}{E}, \dfrac{B}{E}, \nu, \theta\right) = \dfrac{C}{E} \\ \Pi_\omega\left(\dfrac{D}{E}, \dfrac{B}{E}, \nu, \theta\right) = \dfrac{W_P}{W_T} \end{cases} \tag{19}$$

دستگاه معادلات فوق از نوع غیر خطی است که باید با استفاده از روش‌های مناسب محاسبات عددی حل شود. وجود جواب برای دستگاه معادلات فوق مستلزم اینست که حل المان محدود باید قادر باشد نتایجی ایجاد نماید که منحنی‌های بارگذاری و باربرداری آنها با نتایج تجربی کاملا منطبق باشد. از آنجایی که نتایج تعداد زیادی تحلیل و کارهای تحقیقاتی چنین انطباقی را نشان نمی‌دهد لذا دسته جواب‌های دستگاه‌های معادلات فوق غالبا نقطه

[1] Modified Dimensional Analysis Method

مشترکی بدست نمی‌دهد. لذا برای حل این مشکل و یافتن جواب برای مسئله می‌توان مقدار خطای موجود در نتایج را به کمترین مقدار ممکن محدود نمود. با وجود اینکه این راه حل به جواب قطعی برای مسئله منجر نمی‌شود ولی به بهترین جواب ممکن منتهی خواهد شد که روش‌های حل موجود به سهولت قادر به دستیابی به آن نمی‌باشند. با استفاده از الگوریتم مقدار مینیمم خطای برآیند، مقدار خطاهای دو پارامتر بی‌بعد Π_α و Π_δ در محدوده تغییرات پارامترهای مجهول محاسبه شده و نقطه جواب نقطه ای خواهد بود که دارای خطای ترکیبی حداقل نسبت به دیگر نقاط باشد. خطای مربوط به انحنای منحنی نسبت به حالت تجربی عبارت است از:

$$e(C/E) = \frac{C_{exp}/E - C_{num}/E}{C_{exp}/E} \tag{20}$$

که در آن $C_{exp.}$ و $C_{num.}$ نماینده ضریب انحناهای تجربی و عددی می‌باشند و به همین ترتیب خطای نسبت انرژی‌های مصرف شده برای حالت‌های الاستیک و پلاستیک را می‌توان چنین بدست آورد:

$$e(W_P/W_T) = \frac{\frac{W_P}{W_T}^{exp.} - \frac{W_P}{W_T}^{num.}}{\frac{W_P}{W_T}^{exp.}} \tag{21}$$

بالانویس .num نشاندهنده داده‌های حاصل از نتایج حل عددی می‌باشد. با توجه به اینکه اندازه هر یک از مقادیر خطای فوق ممکن است از نظر علامت متفاوت باشد لذا تجمیع اثرات خطاهای فوق باید با در نظر گرفتن مقدار قدر مطلق آنها صورت گیرد. در این راستا به عنوان معیاری قابل قبول برای تجمیع مقادیر خطا می‌توان برآیند کلی خطاها[1]، e_{rte} را با محاسبه ریشه جمع مربعات آنها در نظر گرفت:

$$e_{rte} = \sqrt{[e(C/E)]^2 + [e(W_P/W_T)]^2} \tag{22}$$

جواب نهائی از محاسبه مینیمم مینیمم‌های مقدار e_{rte} به ازای تمامی مقادیر (D,B) بدست می‌آید که همان اکسترمم مقدار برآیند نقطه‌ای خطا در تمامی فضا می باشد که منجر به رابطه (23) می‌شود.

$$\begin{aligned}&(D,B) = \{(D,B)|e_{rte} = Extrema(e_{rte}(D,B))\}\\&Extrema(e_{rte}(D,B))\\&= Min(Min(e_{ert}(B)|D = cte.))\end{aligned} \tag{23}$$

در این مقاله از این روش یا الگوریتم به نام "روش مینیمم برآیند خطا"[2] یا MREM نام برده خواهد شد.

3- تست فروروی نانو

برای بررسی عملکرد روش اصلاح شده آنالیز عددی، یک ماده خالص با خواصی مشخص قبلا مورد آزمایش قرار گرفته و نتایج آن برای استخراج خصوصیات مکانیکی استفاده شده‌است. ماده تیتانیوم خالص توسط یک دستگاه با مارک Nanoindenter XP با یک فرورونده برکوویچ[3] نوک الماسه‌ای مورد آزمایش قرار گرفته است. ابتدا نمونه تا حد آینه‌ای شدن بوسیله محلولی محتوی ذرات الماس تا سایز 3 میکرومتر صیقل داده شده است به طوری‌که صافی متوسط سطح به حد 30 نانومتر رسیده‌است.

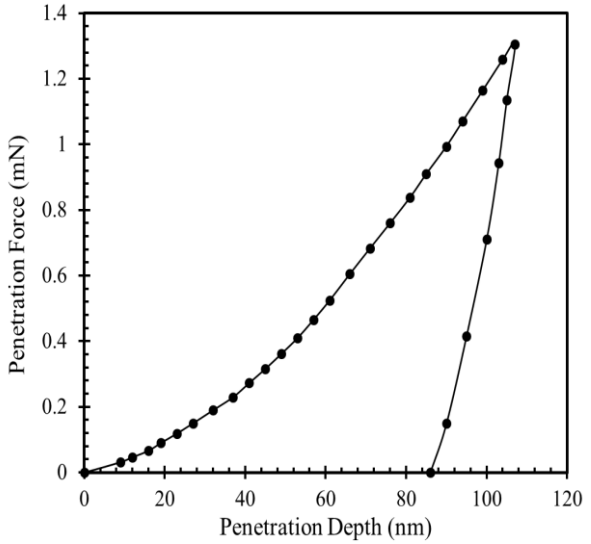


Fig. 2 P-h Diagram obtained from Nanoindentation testing results for a pure Titanium sample in maximum indentation depth of 107 nm based on the experimental data of Pelletier et al. [18]

شکل 2 منحنی نیرو-عمق فروروی حاصل از تست تجربی یک نمونه تیتانیوم خالص با استفاده از نتایج آزمایش فروروی نانو در ماکزیمم عمق فروروی 107 nm بر اساس داده‌های تجربی پلتیه و همکاران [18]

سپس نمونه با روش التراسونیک در استون شسته و تمیز شده است. آزمایش تا عمق 100 نانومتر اسمی انجام شده که در عمل، عمق نهائی در حدود 107 نانومتر بدست آمده است. دقت دستگاه از نظر نیرو در حد 0.3 µN و از نظر عمق در حد 0.16 nm بوده است. برای نمونه حد اقل 10 تست فروروی انجام شده و متوسط نتایج در ترسیم منحنی نیرو-عمق فروروی در نظر گرفته شده است. نتایج تست‌های انجام شده برای ماده تیتانیوم خالص در شکل 2 نشان داده شده است [18].

با توجه به اینکه معمولا در اندازه گیری فروروی نانو از تعداد 5 فروروی برای هر نمونه استفاده می‌شود لذا با انتخاب تعداد 10 فروروی اتفاقی می‌توان تا حدود زیادی نسبت به حصول نتایج منعکس کننده شرایط مختلف سطح شامل داخل و مرز دانه‌ها اطمینان حاصل نمود [22,21,18].

همچنین با استفاده از داده های تجربی منحنی P-h مقدار مدول الاستیسیته برابر 130 GPa بدست می آید که انطباق خوبی با نتایج حاصل از تست های کشش نشان می دهد. باید توجه داشت که در رسم منحنی شکل 2 از اثر خزش که در نقطه نوک منحنی در اثر ثابت نگهداشتن مقدار نیرو ایجاد می‌شود صرفنظر شده است. با توجه به داده‌های منحنی می‌توان پارامتر C را با روش مینیمم مربعات خطا برابر 123.5 GPa و پارامتر W_P/W_T را با انتگرال‌گیری سطوح زیر منحنی برابر 0.7863 بدست آورد. این مقادیر به عنوان مبنا برای حل دستگاه معادلات (19) به کار خواهند رفت.

4- آنالیز المان محدود

برای ایجاد مدل مناسب باید ماده نمونه و فرورونده با رعایت دقت‌های لازم مدلسازی شوند. بسیاری از مدلسازی‌ها در المان محدود با استفاده از فرض

[1] Resultant of Total Errors
[2] Minimum Resultant Error Method
[3] Berkovich

تقارن محوری و به صورت دو بعدی انجام می‌شوند [25-23,14]. با وجود این تعداد کمی از محققین از مدل‌های سه بعدی نیز استفاده نموده‌اند[26-29]. در کار لیچینچی[1] و همکاران (1998) و همچنین در اغلب کارهای تحقیقاتی بعدی ثابت شده است که تفاوت بسیار کمی بین نتایج این دو نوع تحلیل خصوصا برای فرورونده برکوویچ وجود دارد [19].

برای تحلیل المان محدود از نرم افزار ABAQUS استفاده شده است. با توجه به اینکه فرآیند فروروی نانو به صورت شبه استاتیکی انجام می شود لذا می توان مسئله را به صورت دینامیکی صریح یا ضمنی و نیز به صورت شبه استاتیکی با لحاظ پارامتر زمان حل نمود. لذا تحلیل حاضر در حالت استاتیکی نرم افزار ABAQUS انجام شده است که در آن برای لحاظ شدن تغییرات جابجائی فرورونده در طول فرآیند از تابع توزیع مثلثی[2] استفاده شده است. بدین ترتیب اثرات زمان به صورت شبه استاتیکی در نظر گرفته شده است. در مدلسازی متقارن محوری از ترکیبی از المان‌های چهارگوش و مثلثی که قابلیت فوق العاده‌ای در ریز نمودن شبکه المان‌ها دارد استفاده شده است تا بتوان همگرائی زودهنگام در حل را بوجود آورد. سایز المان‌ها در ایجاد همگرائی بهتر و کاهش خطای ناشی از حل عددی بسیار مؤثر است به خصوص اگر سایز المان‌ها با تغییرات شکل قابل مقایسه باشد. المان‌ها در مجاورت نوک فرورونده باید دارای سایز کوچک‌تر باشند تا بتوان گرادیان شدید تغییرات تنش و کرنش در این ناحیه را با دقت شبیه‌سازی نمود. در شکل 3 شبکه بندی المان‌ها برای بلوکی به ابعاد 1mm x 1mm متناسب با عمق فروروی تا حد نانو در مجاورت نوک فرورونده نشان داده شده است.

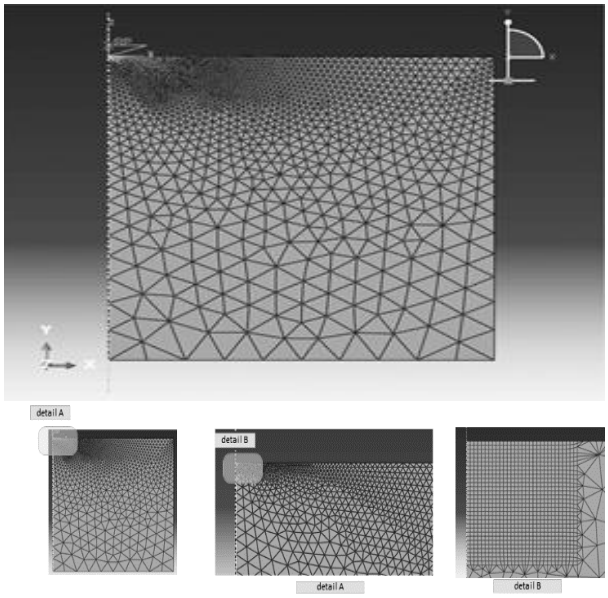


Fig. 3 Meshing of the pure bulk material and element arrangement in gradient variation so that the refinement of the mesh is maximum at the vicinity of indenter tip contact

شکل 3 نحوه مش بندی ماده خالص با تنظیم تراکم المان‌ها به صورت گرادیانی که در آن ریزی المان‌های واقع در محل تماس نوک فرورونده و اطراف آن به حد اکثر می رسد.

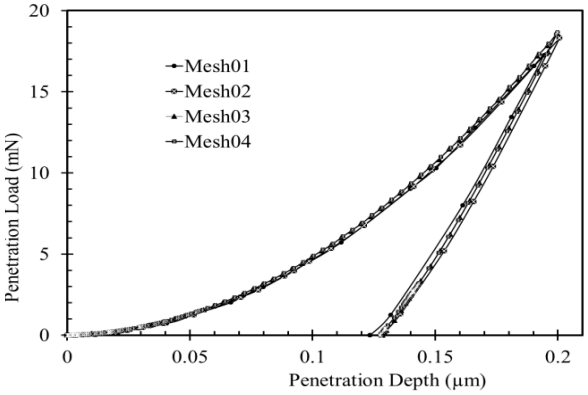


Fig. 4 The P-h curves produced by FEM for 4 different mesh refinements on the basis of Lichinchi et al. [19] analysis data

شکل 4 منحنی P-h تولید شده با روش المان محدود برای 4 نوع مش بندی با میزان ریزی مختلف المان‌ها بر اساس داده های تحلیلی لیچینچی و همکاران [19]

برای حل مسئله حاضر، چهار نوع مش بندی با ریز شدن تدریجی المان‌ها ایجاد شده است که شکل 4 نمونه‌ای از نتایج حاصل را به صورت منحنی P-h برای همه انواع مش بندی‌ها نشان می‌دهد. برای ارزیابی حل تحلیلی از نتایج تحلیل المان محدود در کار لیچینچی و همکاران [19] که در این زمینه کاملا شناخته شده و مورد ارجاع عموم محققین می باشد استفاده شده است.

با حل انجام شده بر اساس این داده ها، خطای مقدار نیروی ماکزیمم فروروی به عنوان معیاری برای بررسی همگرائی حل در نمودار شکل 5 رسم شده که نشان می‌دهد با شبکه‌بندی شماره 4 دارای خطائی در حدود 1.1% می‌باشد و بدین دلیل به عنوان مبنا برای محاسبات بعدی می‌تواند استفاده شود. همچنین نمودار های "نیرو-عمق فروروی" با همین 4 نوع مش بندی با داده های مسئله حاضر برای تیتانیوم خالص محاسبه شده و نتایج در شکل 6 نشان داده شده است. در این مدل تعداد المان‌ها 10342، تعداد گره‌ها 8362 و تعداد درجات آزادی 16405 می‌باشد.

همچنین سایز المان‌ها در مجاورت نوک فرورونده در حد 1nm ×1 nm انتخاب شده که در مقایسه با عمق فروروی، تغییرات هندسی و گرادیان کرنش نسبت بسیار خوبی را نشان می دهد. فرورونده برکوویچ در واقع دارای شکل یک هرم چهار وجهی با زاویه نیم رأسی برابر 65.27 درجه می‌باشد ولی در مدل متقارن محوری به صورت یک مخروط کامل با زاویه نیم رأس 70.3 درجه شبیه سازی می‌شود به گونه‌ای که تابع سطح تصویر شده به عمق آن برابر با فرورونده برکوویچ اصلی است [19]. فرورونده معمولا به صورت یک جسم کاملا صلب در نظر گرفته می‌شود بدین معنی که تغییر شکل آن در حین فرآیند قابل صرفنظر کردن است. اگرچه در بعضی از کارهای تحقیقاتی، فرورونده به صورت یک جسم تغییرشکل‌پذیر در نظر گرفته شده اما تفاوت ناچیزی از نظر جواب در مقایسه با شبیه سازی با فرورونده صلب مشاهده شده است [30, 31].

از نقطه نظر کار تحلیلی می‌توان نوک فرورونده را به صورت کاملا تیز در نظر گرفت ولی حساسیت جواب‌ها نسبت به تغییرات شعاع نوک فرورونده بسیار زیاد می‌باشد. نتایج محاسبات گسترده به کمک المان محدود نشان می‌دهد که در نظر گرفتن مقدار کمی شعاع برای نوک فرورونده منجر به نتایج واقعی‌تری می‌شود. یک فرورونده برکوویچ معمولا پس از مدتی کارکرد، حالت نوک تیز خود را از دست داده و دارای گردی در لبه خود خواهد شد.

[1] M. Lichinchi

[2] Ramp

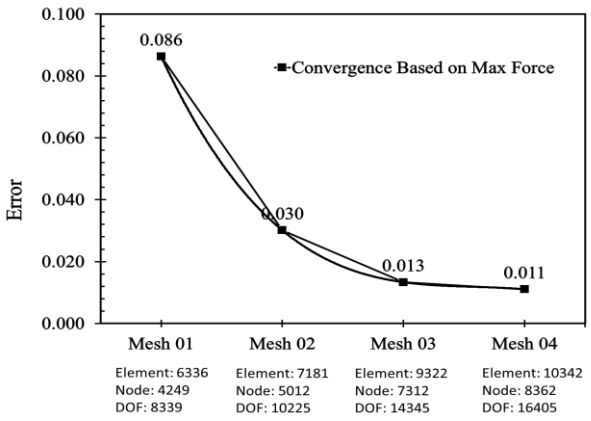


Fig. 5 Graph of maximum penetration force error versus the type of mesh refinement in order to assess the convergence of the model. Number of elements, nodes and DOF are mentioned for each mesh refinement type.

شکل 5 نمودار مقدار خطای نیروی ماکزیمم نسبت به نوع مش بندی به عنوان معیاری برای سنجش همگرائی مدل المان محدود که در آن تعداد المان، تعداد گره و تعداد درجات آزادی برای هر یک از انواع مش درج شده است.

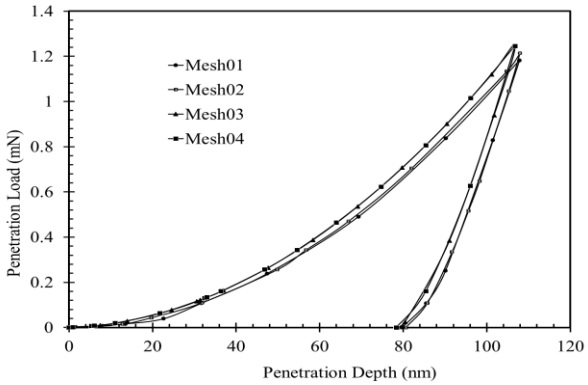


Fig. 6 The P-h curves produced by FEM for 4 different mesh refinements on the basis of Pelletier et al. [18] analysis data

شکل 6 منحنی P-h تولید شده با روش المان محدود برای 4 نوع مش بندی با میزان ریزی مختلف المان‌ها بر اساس داده های تحلیلی پلتیه و همکاران [18]

لیچینچی و همکاران (1998) به عنوان پیشگام تحلیل المان محدود فرآیند فروروی نانو، مقادیر انحنای مختلف را در تحلیل خود در نظر گرفتند [19]. گربریچ[1] و همکاران (1998) نشان داده‌اند که انحنائی به اندازه 200-100 نانومتر برای یک فرورونده برکوویچ با نیم زاویه راس 65 درجه واقع بینانه است در صورتی که برای فرورونده برکوویچ نرمال، شعاع نوک بین 400-100 نانومتر به واقعیت نزدیک‌تر است [32]. مطابق با استاندارد ISO 14577Part 2 & 3 عنوان شده که فرورونده برکوویچ می‌تواند انحنای استانداردی در محدوده 150- 200 nm داشته باشد [25, 33]. بنابراین برای جستجوی جواب بهینه میزان شعاع انحنا در محدوده 200-50 nm انتخاب مناسبی برای تحلیل حاضر خواهد بود.

در نظر گرفتن اصطکاک بین فرورونده و ماده مورد آزمایش در بسیاری از کارهای قبلی مرسوم بوده است [27,19]. گاهی مقدار ضریب اصطکاک برابر 0.2 [35] و گاهی برابر 0.6 [25] در نظر گرفته شده است. وجود اصطکاک در این ناحیه باعث جلوگیری از لغزش ماده در سطوح جانبی فرورونده شده و منجر به کاهش مقدار برجستگی[2] لبه‌های حفره فروروندگی می‌شود [36]. از طرفی از نقطه نظر محاسبه خواص مکانیکی ماده که وابستگی زیادی به منحنی نیرو-عمق فروروی دارد تاثیر ضریب اصطکاک بسیار محدود می‌باشد [37] لذا در بسیاری از کارهای قبلی و به خصوص برای مواد خیلی صلب مقدار آن صفر در نظر گرفته شده است [19, 38]. البته باید توجه داشت که استفاده از گزینه بدون اصطکاک[3] در نرم افزار ABAQUS باعث اعمال نوعی از شرایط قیدی می‌شود که از جدا شدن سطوح تماس فرورونده و جسم در مواقع ضروری جلوگیری می‌کند که این وضعیت نماینده رفتار واقعی نمی‌باشد. در شکل 7 نتایج تحلیل با مقادیر مختلف ضریب اصطکاک برای یک حالت نمونه نشان داده شده که در آن همه منحنی‌ها روی هم منطبق بوده و در بیشترین حالت دارای اختلافی کمتر از 0.4% می‌باشند. در کار حاضر با توجه به اینکه مقدار ضریب اصطکاک در نتایج عددی تاثیر زیادی ندارد ولی تاثیر مثبتی بر نحوه تغییر شکل پلاستیک می گذارد لذا از مقدار 0.6 در تحلیل عددی استفاده شده است.

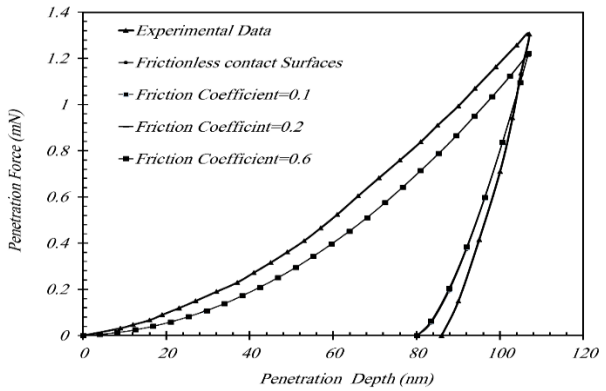


Fig. 7 P-h Graph for different friction coefficients as proposed by different research works which shows little difference via different values

شکل 7 نمودار نیرو بر حسب عمق فروروی برای ضرایب مختلف اصطکاک پیشنهاد شده در کارهای تحقیقاتی قبلی که تفاوت نامحسوسی برای مقادیر مختلف نشان می دهد.

سطوح خارجی اجسام در حال تماس به صورت سطوح لغزنده با المان‌های تماسی[4] در نرم افزار ABAQUS در نظر گرفته شده‌اند به نحوی که سطح خارجی فرورونده به عنوان سطح مرجع[5] و سطح روئی نمونه به عنوان سطح وابسته[6] تعریف شده است. این قابلیت در کنار الگوریتم‌های قدرتمند تحلیل با جابجائی‌های بزرگ[7]، مزیت فراوانی برای این نرم افزار نسبت به نرم افزارهای تحلیل المان محدود دیگر بوجود آورده است [19, 39]. جهت حرکت رویه تماس از سطح فرورونده به سمت نمونه تعریف شده که بازگوکننده این واقعیت است که فقط سطح مرجع قابلیت فرو رفتن در سطح وابسته را دارا می‌باشد (شرط صلب بودن فرورونده).

[1] Gerberich
[2] Pile up
[3] Frictionless
[4] Contact Element
[5] Master
[6] Slave
[7] Large Deformation

شرایط مرزی مفروض در این مدل عبارت است از: گره‌های جسم مورد آزمایش واقع در کف مدل معمولا به صورت کاملا مقید در امتدادهای موازی و عمود بر امتداد نیروی خارجی تعریف می‌شوند. این فرض به دلیل و جود تکیه گاه در کف نمونه و مقید بودن آن در نظر گرفته شده است. گره‌های واقع روی محور تقارن نیز به طور خودبخود در امتداد عمود بر نیروی فرورونده مقید می‌شوند. در شکل 8 نمای شماتیک مدل در حالت سه بعدی با شرایط تکیه-گاهی مربوطه نشان داده شده است.

فازهای بارگذاری و باربرداری را می‌توان با استفاده از دو روش کنترل نیرو و کنترل جابجائی ایجاد نمود. روش دوم به طور نسبی به جواب صریح‌تری منتهی می‌شود زیرا امکان اعمال کنترل بر مقیاس ابعادی فروروی (مثلا میکرو یا نانو) وجود خواهد داشت. عمق فروروی توسط نرم افزار ABAQUS به تعدادی گام تقسیم می‌شود که در هر یک از آنها، محاسبات با تعدادی تکرار انجام می‌گردد تا سطح یا نرخ قابل قبولی از همگرائی بدست آید [39]. همچنین به کمک قابلیت‌های نرم افزار می‌توان بر اندازه گام‌های حل و در نتیجه میزان دقت جواب کنترل‌های لازم را اعمال نمود.

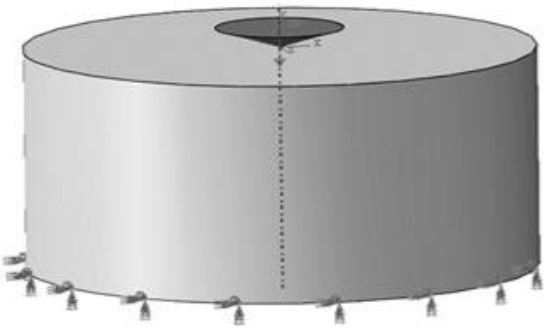


Fig. 8 Boundary conditions for nanoindentation model of bulk material under axisymmetric conditions

شکل 8 شرایط مرزی برای مدل جسم یکدست در فرآیند فروروی نانو با فرض حالت متقارن محوری

5- معادله ساختاری

ماده جسم تحت آزمایش به پیروی از شرایط واقعی به صورت کاملا همگن و ایزوتروپیک در نظر گرفته می‌شود. برای بیان خواص رفتاری ماده در مدل المان محدود معمولا از تعریف مواد الاستیک-پلاستیک استفاده می‌شود [37]. معادلات بکار رفته برای بیان سخت شوندگی کرنشی در بسیاری از کارهای تحقیقی و محاسباتی به فرم دوخطی یا توانی [37] می‌باشد که این دو فرم پر استفاده‌ترین فرم‌های موجود برای بیان رفتار پلاستیک در اکثر مواد و به خصوص مواد فلزی می‌باشند. لذا فرم کلی معادلات ساختاری را می‌توان به صورت دو ضابطه‌ای زیر نوشت:

$$\sigma = E\varepsilon \; for \; \sigma \le \sigma_y$$
$$\sigma = D + B\varepsilon^n \; for \; \sigma \ge \sigma_y \qquad (24)$$

که در آن مطابق شکل 9، E مدول الاستیسیته و D مقدار تنش به ازای کرنش صفر یا عرض از مبدأ معادله ناحیه پلاستیک است. B و n نیز خصوصیات سختی کرنشی به نام استحکام و توان سختی کرنشی می‌باشند. این فرم با مقداری تغییر در ضرایب، می تواند طیفی از معادلات ساختاری توانی مانند معادلات جانسون-کوک[1] و رامبرگ-اوزگود[2] را پوشش دهد. در ناحیه الاستیک، مهمترین خاصیت مدول الاستیسیته است که می‌توان آن را با استفاده از شیب منحنی باربرداری بدست آورد و عبارت است از:

$$E = (1-\nu^2)\left[\frac{E_i E_r}{E_r(1-\nu_i^2)-E_i}\right] \qquad (25)$$

که در آن E مدول الاستیسیته ماده مورد تست می‌باشد و E_r و E_i به ترتیب مدول‌های الاستیسیته مؤثر و فرورونده می‌باشند. همچنین ν_i و ν به ترتیب ضرایب پواسون مربوط به فرورونده و نمونه آزمایش می‌باشد. مدول الاستیسیه مؤثر را می‌توان از منحنی باربرداری بر اساس روش اولیویه و فار (1992) [5] و روش تحلیلی اسندون[3] [12] ازرابطه زیر محاسبه نمود:

$$E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A_c}} \qquad (26)$$

در این رابطه A_c سطح تماس تصویر شده و S عبارت است از شیب منحنی باربرداری در بخش آغازی این منحنی می‌باشد یعنی:

$$S = \frac{dP}{dh} \qquad (27)$$

هنگامی که فرورونده به صورت جسم صلب در نظر گرفته می‌شود مدول الاستیسیته آن به سمت بینهایت میل می‌کند و در نتیجه رابطه (25) به صورت زیر در خواهد آمد:

$$E = (1-\nu^2)E_r \qquad (28)$$

با توجه به رابطه فوق مقادیر مدول الاستیسیته برای حالاتی که فرورونده به صورت صلب یا تغییر شکل پذیر می‌باشد محاسبه شده و در جدول 1 درج شده است. مثلا برای ماده تیتانیوم خالص که E=130 GPa و ضریب پواسون برابر 0.34 باشد و فرورونده به صورت ماده‌ای ارتجاع‌پذیر از جنس الماس در نظر گرفته شود می‌توان مدول الاستیسیته معادل برای فرورونده صلب را برابر 115.23 GPa بدست آورد. در جدول 1 این محاسبات برای دو مقدار مدول الاستیسیته اولیه انجام شده است.

جدول 1 مقادیر مدول الاستیسیته معادل برای حالاتی که فرورونده به صورت تغییر شکل پذیر و صلب باشد.

Table 1 Modulus of elasticity for deformable and rigid indenters

نوع فرورونده	E_i	E_r	ν	ν_i	E
فرم پذیر	1141	130.29	0.34	0.07	130.00
صلب	بینهایت	130.29	0.34	0	115.23
فرم پذیر	1141	121.33	0.34	0.07	120.00
صلب	بینهایت	121.33	0.34	0	107.30

در ناحیه پلاستیک می‌توان رابطه تنش و کرنش را در فرم کلی با یک معادله خطی-توانی نمایش داد: $\sigma = D + B\varepsilon^n$ که این رفتار به طور ترسیمی در شکل 8 نشان داده شده است. اگر یکی از نقاط این منحنی مانند نقطه ای با کرنش مشخص (معمولا 0.29 یا 0.33 و ...) معلوم باشد مختصات این نقطه $\varepsilon_{0.29} = 0.29 + (\sigma_{0.29}/E)$ و $\sigma_{0.29}$ خواهد بود لذا با در نظر گرفتن نقطه تسلیم، دو نقطه از منحنی معلوم خواهد بود که منجر به روابط زیر می‌شود:

$$\sigma_{0.29} = D + B\left(0.29 + \frac{\sigma_{0.29}}{E}\right)^n$$
$$\sigma_y = D + B\left(\frac{\sigma_y}{E}\right)^n \qquad (29)$$

[1] Johnson-cook Constitutive Equation
[2] Ramberg-Osgood Relationship
[3] Sneddon

با حل همزمان این دو معادله پارامترهای ثابت معادله بدست می‌آید:

$$B = \frac{\sigma_{0.29} - \sigma_y}{\left[\left(0.29 + \frac{\sigma_{0.29}}{E}\right)^n - \left(\frac{\sigma_y}{E}\right)^n\right]}$$
$$D = \sigma_y - \frac{\sigma_{0.29} - \sigma_y}{\left[\left(0.29 + \frac{\sigma_{0.29}}{E}\right)^n - \left(\frac{\sigma_y}{E}\right)^n\right]}\left(\frac{\sigma_y}{E}\right)^n \quad (30)$$

برای معادله ساختاری دوخطی مقدار توان سخت شوندگی کرنشی: $n = 1$ می باشد لذا مقادیر فوق به صورت زیر در می‌آیند:

$$B = \frac{\sigma_{0.29} - \sigma_y}{0.29 + \frac{\sigma_{0.29-\sigma_y}}{E}}$$
$$D = \sigma_y - \frac{\sigma_{0.29} - \sigma_y}{0.29 + \frac{\sigma_{0.29-\sigma_y}}{E}}\left(\frac{\sigma_y}{E}\right) \quad (31)$$

که اگر بین آنها مقدار $\sigma_{0.29}$ حذف گردد مقدار تنش تسلیم بر حسب ثابت‌های معادله ساختاری بدین صورت بدست می‌آید:

$$\sigma_y = \frac{D}{\left(1 - \frac{B}{E}\right)} \quad (32)$$

وقتی در تحلیل المان محدود از فرم معادله ساختاری جانسون-کوک به صورت $\sigma = (A + B\varepsilon^n)(1 + Cln\dot{\varepsilon}^*)(1 - T^{*m})$ استفاده گردد [39] باید مقدار تنش تسلیم را به جای A در این معادله جایگزین کرد [40]. همچنین با توجه به نبود تغییرات دما و وارد شدن نیرو به صورت شبه استاتیکی (صفر بودن نرخ کرنش)، ثابت های معادله چنین خواهند بود:

$$A = \sigma_y, B \neq 0, n = 1, C = 0, T^* = 0 \quad (33)$$

لذا معادله نهائی به صورت زیر نوشته می‌شود.

$$\sigma = \frac{D}{\left(1 - \frac{B}{E}\right)} + B\varepsilon \quad (34)$$

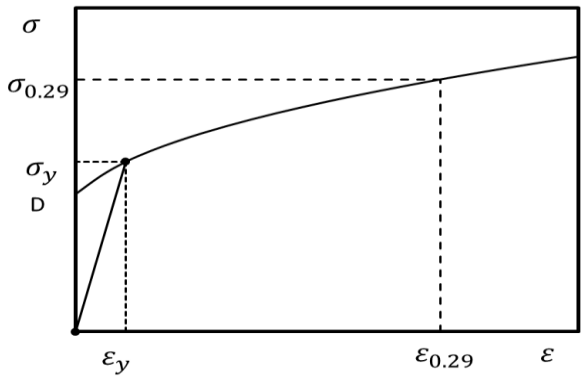


Fig. 9 Elastic-Plastic behavior diagram in the linear-power law general form of constitutive equation with intercept D

شکل 9 منحنی رفتار الاستیک-پلاستیک به صورت قانون خطی-توانی مطابق با حالت کلی معادله ساختاری که در آن عرض از مبدأ D می باشد.

6- نتایج و بررسی

مدل المان محدود با استفاده از فرض معادله ساختاری دوخطی و فرورونده صلب با شعاع نوک $R_t = 50\,nm$ و ضریب اصطکاک $\mu = 0.6$ ایجاد می‌گردد. با استفاده از روش اصلاح شده آنالیز ابعادی (MDAM) و سپس الگوریتم مینیمم خطای برآیند (MREM) ، خواص مکانیکی ماده تیتانیوم خالص به کمک نتایج تست تجربی فروروی نانو و المان محدود قابل محاسبه است. رویکرد اساسی در حل بر جستجوی مینیمم خطا به ازای تمامی ترکیبات ممکن از پارامترهای معادله ساختاری مبتنی است. برای این کار مقادیر مختلفی برای پارامتر D انتخاب می‌شود و به ازای هر یک از آنها پارامتر B به صورت پلکانی تغییر داده می‌شود. دامنه تغییرات دارای کران بالائی برابر مدول الاستیسیته است ولی مسلما مقدار جواب از این کران بسیار کوچک‌تر خواهد بود. مقدار پارامتر D دارای کران بالای مشخصی نمی‌باشد ولی می‌توان آن را با مقدار تنش تسلیم محدود نمود. برای تنش تسلیم می‌توان محدوده یک صدم مدول الاستیسیته یعنی $\sigma_y < 0.01E$ را به عنوان حد اکثر بازه تغییرات برای ماده تیتانیوم خالص (بر اساس داده‌های تجربی) در نظر گرفت. البته در حین حل عوامل محدود کننده دیگری بوجود خواهد آمد که این بازه را از این هم محدودتر می‌کند.

برای شروع حل پارامتر D در محدوده 100-700 MPa تغییر داده شده و به ازای هر گام تغییرات مقدار پارامتر B در مقیاس 100 برابر یعنی در فاصله 10000-70000 MPa انتخاب می‌گردد. به ازای هر جفت مقادیر (D,B) معادله ساختاری را تعیین نموده و تحلیل المان محدود انجام می‌شود در نتیجه در این مرحله 49 تحلیل برای این رویکرد مورد نیاز است. برای مثال نمونه‌ای از نتایج حل به ازاء گروه D=400 MPa در شکل 10 ارائه شده است. ملاحظه می‌شود که هیچیک از منحنی‌ها با منحنی تجربی انطباق کاملی ندارند ولی روند تغییرات مثبت و منفی آنها نشان می‌دهد که می‌توان یک منحنی پیدا کرد که نسبت به بقیه تطابق بهتری داشته باشد. از طرفی شکل انحنای منحنی ها و مقادیر آنها در محدوده الاستیک نشان می دهد که با دقت بسیار بالائی از فرم معادله درجه دو پیروی می کنند و همین موضوع تبعیت آنها را از معیار بی بعد C/E راحت تر و مؤثرتر می نماید. منحنی برگشت (باربرداری) نیز به جز در قسمت کوچکی از آن انطباق خوبی با منحنی تجربی دارد که این مسئله منجر به منطبق‌تر شدن پارامتر W_P/W_T می شود.

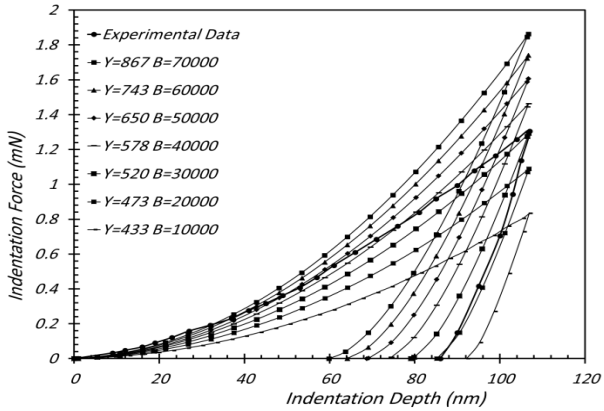


Fig. 10 Nanoindentation curves for D=400 MPa against B=10000-70000 MPa for pure Titanium obtained by FEM analysis for 50 nm tip radius

شکل 10 منحنی‌های نیرو-عمق فروروی برای تیتانیوم خالص با D=400 Mpa و مقادیر متغیر B=10000-70000 MPa بدست آمده از تحلیل المان محدود برای شعاع فرورونده 50 nm

نتایج حل نشان می‌دهد که الگوی توزیع تنش در ماده تیتانیوم بدین‌صورت است که ابتدا تنش ماکزیمم در نقطه‌ای در مجاورت نوک فرورونده اتفاق می‌افتد ولی با افزایش عمق فروروی، این نقطه ماکزیمم به داخل جسم منتقل می‌شود که این مسئله با نتایج اندازه گیری‌های تجربی تطابق کامل دارد (شکل 11) [41].

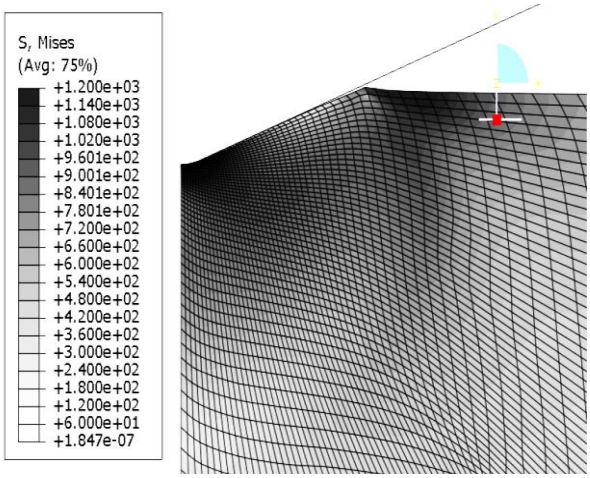


Fig. 11 Stress distribution for D=400 MPa against B=30000 MPa for pure Titanium at the end of loading course

شکل 11 توزیع تنش در شرایط D=400 Mpa و B=30000 MPa برای تیتانیوم خالص در انتهای فاز بارگذاری

مقادیر تنش‌های ماکزیمم حکایت از آن دارد که ناحیه قابل توجهی در اطراف فرورونده وارد محدوده پلاستیک می‌شود که پس از اتمام فرآیند فروروی باعث ایجاد حفره فروروی در جسم می‌شود. همچنین در این حالت با صرفنظر از مقدار ضریب اصطکاک مقداری برجستگی در انتهای سطح تماس مشاهده می شود. در انتهای این مرحله، عمق فروروی به اندازه ماکزیمم از پیش تعریف شده رسیده و توزیعی از کرنش (کرنش های پلاستیک معادل PEEQ[1]) مطابق شکل 12 ایجاد می‌نماید. در این وضعیت ماکزیمم عمق فروروی = h_{max} 107 nm خواهد بود.

در مرحله باربرداری، فروروی به تدریج کاهش یافته و با جدا شدن فرورونده از جسم مقداری تنش و کرنش پسماند در جسم باقی می‌ماند (شکل 13). توزیع کرنش های پسماند از نظر شکل از توزیع کرنش های ماکزیمم تبعیت نموده و از فرم کلی تئوری تحلیلی مکانیک تماس تبعیت می کند. لازم به ذکر است که پروفیل تغییر شکل به مقدار اصطکاک و نحوه نمایش خواص ماده وابستگی زیادی دارد. همچنین از نتایج تحلیل مقادیر جابجائی، پارامتر حائز اهمیت عمق فروروی پسماند، به ازای شرایط مختلف بدست می‌آید. به عنوان نمونه عمق فروروی پسماند $h_r = 94.8$ nm برای شرایط تحلیل D=425 Mpa و B=24000 MPa بدست آمده‌است.

بر اساس یافته‌های روش آنالیز ابعادی پارامترهای بی‌بعد مورد نیاز برای انطباق همان Π_α و Π_δ می‌باشند لذا باید این مقادیر را برای هریک از منحنی‌ها بدست آورده و آنها را با مقادیر متناظر تجربی مقایسه نمود. بر اساس روش مینیمم خطای برآیند، پس از محاسبه مقادیر پارامترهای مذکور و خطای آنها نمودار تغییرات برآیند کلی خطا نسبت به پارامترهای D و B در شکل 14 رسم شده است. در این منحنی تغییرات برآیند خطا به طور تجمعی نشان‌دهنده روند کاهشی معنی‌داری در ناحیه مشخصی از تغییرات پارامترهای D و B می‌باشد. در این ناحیه نقطه‌ای وجود دارد که حضیض این منحنی را تشکیل می‌دهد که بنا به روش آنالیز ابعادی اصلاح‌شده، بهترین ترکیب برای این پارامترها می‌باشد و معادله ساختاری را نتیجه می‌دهد که می‌تواند نشان‌دهنده رفتاری نزدیک به رفتار واقعی جسم باشد. برای پیدا کردن این نقطه می‌توان از روش‌های متداول محاسبات عددی به طور مؤثر استفاده نمود. برای این منظور می‌توان مسیر مینیمم خطا را با تعیین نقاط مینیمم به ازای هر مقدار D و رسم آنها در یک منحنی جداگانه، بدست آورد. نمودار شکل 15 تغییرات مقادیر مینیمم برآیند کلی خطا را نشان می‌دهد. همانگونه که در این شکل مشاهده می‌شود روند تغییرات مقدار هر یک از خطاهای Π_α و Π_δ دارای روند یکسانی نمی باشد. ولی افزایش مقادیر یکی توأم با کاهش مقدار دیگری خواهد بود لذا پیدا کردن نقطه بهینه پاسخ از روی هر یک از آنها به طور جداگانه بسیار دشوار است و همین مسئله استفاده از معیار ترکیبی برآیند خطاها را توجیه پذیر می‌سازد.

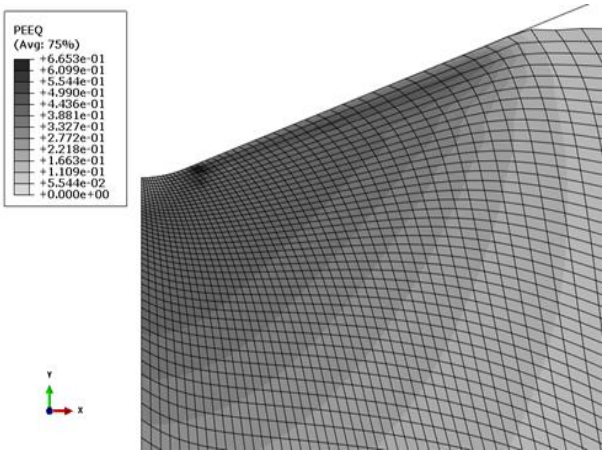


Fig. 12 PEEQ strain distribution for D=425 MPa against B=24000 MPa for pure Titanium at the end of the loading course

شکل 12 کرنش معادل PEEQ در شرایط D=425 Mpa و B=24000 MPa برای تیتانیوم خالص در پایان فاز بارگذاری

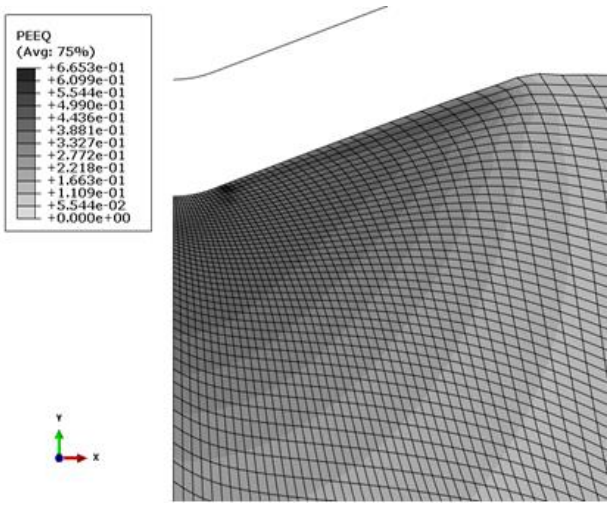


Fig. 13 PEEQ strain distribution for D=425 MPa against B=24000 MPa for pure Titanium at the end of the unloading course

شکل 13 کرنش معادل PEEQ در شرایط D=425 Mpa و B=24000 MPa برای تیتانیوم خالص در پایان فاز باربرداری

[1] Equivalent Plastic Strain

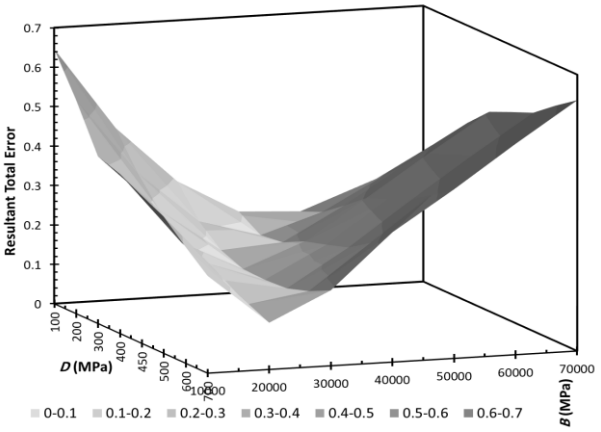


Fig. 14 Resultant Total Error versus variation of D and B parameters over full range domain for bulk Ti

شکل 14 منحنی تغییرات مقدار برآیند کلی خطا نسبت به تغییرات پارامترهای D و B در دامنه کامل مقادیر پارامترها برای ماده تیتانیوم خالص

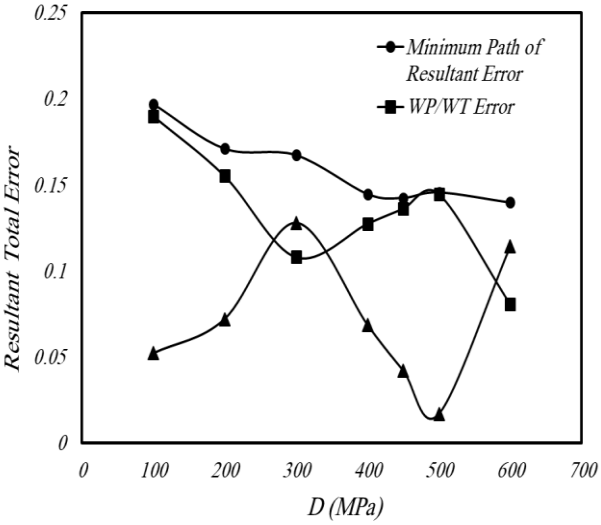


Fig. 15 Resultant Total Error, error of curvature coefficient parameter, error of plastic to total energy ratio versus variation of D for tip radius of 50 nm

شکل 15 نمودارهای تغییرات خطای برآیند کلی، خطای پارامتر ضریب انحنا و خطای نسبت انرژی پلاستیک به انرژی کل نسبت به تغییرات پارامتر D برای شعاع نوک فرورونده 50 nm

با بررسی منحنی شکل 15 جواب نهائی به ازای $D = 400$ MPa بدست می‌آید که تنش تسلیم متناظر با آن $\sigma_y = 520$ MPa و سخت شوندگی کرنشی آن $B = 30000$ MPa خواهد بود.

این جواب با خطای 6.8% برای پارامتر بی‌بعد ضریب انحنای منحنی (C/E)، 12.7% برای پارامتر نسبت انرژی پلاستیک به انرژی کلی (W_P/W_T) و خطای برآیند 14.47% بدست آمده است. این خواص حالت پلاستیک نسبت به یافته‌های بدست آمده از کارهای عددی قبلی کمتر و نزدیک‌تر به واقعیت شده ولی نسبت به مقادیر موجود در متون مرجع کمی بالاتر می‌باشند.

در جدول 2 مقایسه خواص مکانیکی در مراجع مختلف آمده است که نشان می‌دهد حل المان‌های محدود به مقادیری بیشتر از نتایج تست فشار منجر می‌شود و مقدار بدست آمده از ترکیب روش‌های اصلاح شده آنالیز ابعادی با مینیمم برآیند خطا به نتایجی بین حل عددی و تست تجربی منتهی می‌شود.

جدول 2 خواص مکانیکی تیتانیوم خالص طبق مراجع مختلف

Table 2 Mechanical properties of pure Titanium according to different references

مرجع	E (GPa)	ν	σ_y (MPa)	روش حصول
پلتیه و همکاران[18]	120	0.34	230-460	تست کشش
	130	0.34	600	حل عددی
ژائوهوئی و سورش [42]	120	0.34	200-400	تست کشش
	128	0.34	700	حل عددی
برسان و همکاران[41]	134	0.25	300	تست کشش
پرژینسکی و همکاران[43]	-	-	387	تست کشش
بویر و همکاران [44]	-	-	تا مقدار 655	تست کشش

با بررسی نتایج تحلیلی و داده های مرجع، به عنوان یک نکته اساسی ملاحظه می‌شود که خطاهای ایجاد شده عمدتا ناشی از عدم تطابق کامل منحنی‌های حاصل از حل المان محدود با منحنی‌های تجربی می‌باشد لذا تلاش برای نزدیک نمودن این نتایج به یکدیگر عاملی تعیین کننده در دقیق‌سازی حل به حساب می‌آید.

یکی از روش های پیشنهادی استفاده از مضرب میزان خطای کلی می‌باشد. در صورتی‌که میزان خطای تنش تسلیم با میزان خطای برآیند یکسان در نظر گرفته شود و این مقدار روی این نتیجه اعمال گردد، تنش تسلیم در محدوده $\sigma_y = 444 - 595$ MPa تغییر خواهد نمود که با محدوده بدست آمده از تست‌های تجربی همپوشانی دارد.

باید توجه داشت که شرایط حل و به تبع آن جواب‌های بدست آمده با وجود تعداد زیادی از عوامل مؤثر می‌تواند تغییرات قابل توجهی داشته باشد. یکی از راهکارهای مؤثر در نزدیک‌سازی نتایج، استفاده از شرایط واقعی‌تر می‌باشد که در این خصوص با توجه به یافته‌های محققین مختلف می‌توان به اندازه شعاع نوک فرورونده توجه نمود.

با استفاده از این پارامتر می توان حالت های ناپایداری و مشکلات واگرائی در حل المان محدود را به نحو چشمگیری کاهش داد [41]. به عنوان مثال برای مدل فعلی با ماده تیتانیوم نتایج تحلیل به صورت منحنی نیرو بر حسب عمق فروروی برای شعاع‌های نوک فرورونده 0, 50, 100, 200, 400 nm در شکل 16 نشان داده شده است.

اگرچه در کار پلتیه و همکاران (2000) برای ماده تیتانیوم خالص عنوان شده که نیاز به در نظر گرفتن شعاع فرورونده به اندازه 400 نانومتر می‌باشد تا نتایج تحلیل با نتایج تجربی منطبق شود [18] ولی در شکل 16 مشاهده می‌شود که تفاوت فاحشی در نتایج با در نظر گرفتن این فرض ایجاد می‌شود. لذا یکی از اقدامات مهم کالیبره کردن حل بر اساس این پارامتر برای حصول نتایج منطبق‌تر با واقعیت خواهد بود.

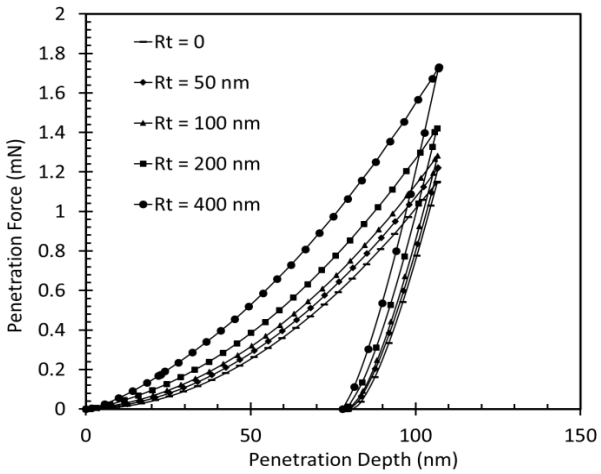


Fig. 16 Nanondentation curves obtained by FEM analysis for bulk Titanium via different tip radius of Berkovich indenter: Rt=0, 50, 100, 200, 400 nm

شکل 16 منحنی‌های فرورونده‌گی نانو بدست آمده به روش المان محدود برای تیتانیوم خالص بر حسب شعاع های مختلف نوک فرورونده برکوویچ: Rt=0, 50, 100, 200, 400 nm

برای کالیبره کردن حل همان روش قبلی مینیمم برآیند خطا با شعاع‌های انحناء نوک فرورونده 100 nm و 200 nm به کار برده می‌شود. در اینجا مراحل حل کمتر خواهد بود به دلیل اینکه محدوده جستجوی جواب از مرحله قبلی مشخص بوده و می‌توان مقادیر اولیه را با دقت بیشتری انتخاب نمود. با تغییر مقادیر پارامترهای تنش تسلیم و ضریب سخت‌شوندگی کرنشی مقادیر خطای برآیند محاسبه شده و اکسترمم آنها بدست می‌آید. در شکل 17 منحنی تغییرات مینیمم خطای برآیند یا مسیر مینیمم خطا بر حسب تنش تسلیم برای هر یک از شعاع‌های انحنا رسم شده است. در این شکل یافته اصلی اینست که با افزایش شعاع نوک فرورونده میزان کلی خطای برآیند به نحو چشمگیری کاهش می‌یابد (به ترتیب برای شعاع‌های 50 nm ، 100 nm و 200 nm میزان خطا در نقطه جواب برابر 14.47%، 11.4% و 5.9% می‌باشد) و این مسئله رسیدن به دقت‌های بالا را امکان پذیر می‌سازد. دلیل این موضوع را می‌توان به تاثیر افزایش انحنای نوک فرورونده در بالا بردن مقادیر نیرو در منحنی ها نسبت داد که منجر به جبران کاهش حاصل از اعمال روش المان محدود می‌شود.

مقدار تنش تسلیم به ازای شعاع 100 نانومتر تغییر محسوسی پیدا نکرده ولی مدول سخت‌شوندگی کرنشی به 27000 MPa رسیده است. به ازای شعاع 200 نانومتر مقدار تنش تسلیم محاسبه شده با طی روند بهبود محسوسی از 520 MPa به 487 MPa کاهش می‌یابد و به تبع آن ضریب سخت‌شوندگی کرنشی به 21000 MPa نیز تنزل پیدا می‌کند. با در نظر گرفتن مقدار خطا می‌توان محدوده‌های جواب را به صورت نمودار شکل 18 نشان داد. این نمودار نشان می دهد که با افزایش مقدار شعاع نوک فرورونده محدوده تغییرات جواب همزمان با کاهش خطا برای تنش تسلیم کوچک‌تر و نزدیک تر به واقعیت شده و به پاسخ دقیق‌تر نزدیک می‌شود. از شکل 18 ملاحظه می شود که محدوده تغییرات تنش تسلیم برای شعاع 200 نانومتر به صورت $\sigma_y = 456 - 514$ MPa بدست می‌آید که با محدوده تغییرات تنش تسلیم در برخی مراجع همپوشانی کامل دارد (جدول 2).

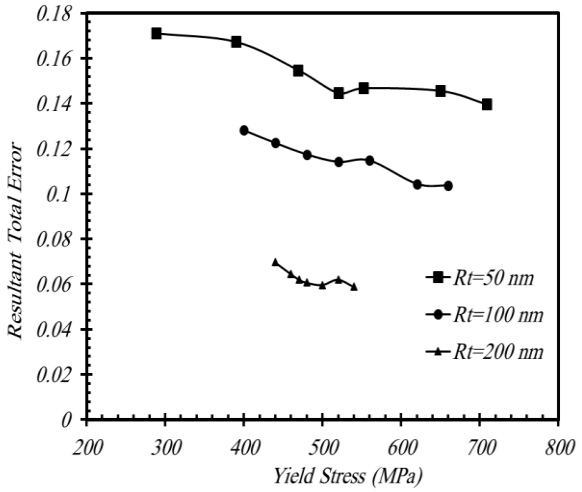


Fig. 17 Path of minimum resultant error versus Ti yield stress for different indenter tip radius: Rt= 50, 100, 200 nm

شکل 17 مسیر مینیمم خطای برآیند بر حسب مقدار تنش تسلیم تیتانیوم خالص به ازای اندازه‌های مختلف شعاع نوک فرورونده: Rt=50, 100, 200 nm

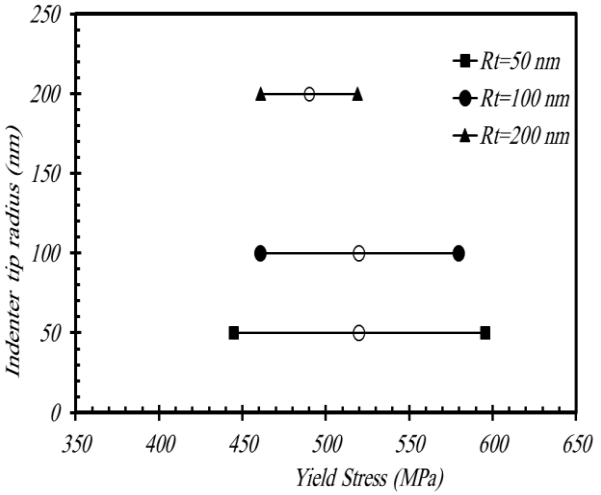


Fig. 18 Interval of pure Titanium yield stress variation for different indenter tip radius: Rt= 50, 100, 200 nm by considering the resultant error values

شکل 18 محدوده تغییرات تنش تسلیم تیتانیوم خالص برای اندازه‌های مختلف شعاع نوک فرورونده: Rt=50, 100, 200 nm با در نظر گرفتن میزان خطای برآیند

7- نتیجه گیری

در این مقاله با استفاده از روش هیبرید بوسیله ترکیب نتایج تجربی فروروی نانو با آنالیز المان‌های محدود، خواص مکانیکی نمونه ای با جنس تیتانیوم خالص محاسبه شد. نتیجه کلی برگرفته از متدولوژی ارائه شده و محاسبات گسترده مرتبط بر آن اینست که علیرغم کاستی‌های موجود در روش متداول آنالیز ابعادی می‌توان با اعمال تغییراتی بر این روش، از آن به عنوان روشی کارا برای بدست آوردن خواص مکانیکی حالت پلاستیک استفاده نمود. در اینجا با اعمال ساده‌سازی مناسب و ارائه معیار جدیدی برای پیدا کردن نقطه جواب، خواص مورد نظر استخراج شد. روش جدید به نام روش اصلاح شده آنالیز ابعادی (MDAM) با معلوم فرض نمودن خواص حالت الاستیک و انتخاب پارامترهای حالت پلاستیک به عنوان متغیرهای اصلی در فرآیند بی‌بعدسازی، ابتدا به ساده‌سازی فرمولاسیون حل می‌پردازد و سپس با انتخاب معیار خطای برآیند

و جستجوی اکسترمم موضعی آن در تمام بازه تغییرات متغیرهای اصلی، آن را به عنوان جواب معرفی می‌نماید. استفاده از تعریف خطای برآیند باعث دخالت دادن همزمان هر دو پارامتر بی بعد در انتخاب جواب شده و روش جدید را تکمیل می‌کند. اعمال این روش در خصوص تیتانیوم خالص منجر به حصول نتایج منطبق با نتایج تحلیل‌های قبلی و نزدیک به مقادیر مندرج در مراجع معتبر شده‌است.

بررسی مراحل حل نشان می‌دهد که استفاده از فرض‌های مدل دو بعدی متقارن محوری، فرورونده صلب، اصطکاک متناسب بین سطوح تماسی و سطح مخروطی ناقص برای فرورونده منجر به نتایج قابل قبولی می‌شود. معادله ساختاری دوخطی نیز به جهت سادگی و انطباق با رفتار واقعی، برای بیان رفتار حالت پلاستیک با موفقیت مورد استفاده قرار گرفته و مقدار تنش تسلیم با انطباق قابل قبولی با مقادیر مرجع بدست آمده است. اگرچه معیار قابل قبولی برای سنجش مقدار مدول سخت شوندگی در دست نمی‌باشد ولی مقدار بدست آمده با نتایج تحلیل‌های قبلی انطباق خوبی نشان می‌دهد.

در کنار این مطالب تغییر مقدار شعاع نوک فرورونده منجر به کاهش خطای حل عددی و نزدیک شدن منحنی نیرو-عمق فروروی به منحنی تجربی می‌شود به نحوی که دو برابر شدن این شعاع در هر بار به کاهش حدودی چهار درصدی در خطا می‌انجامد. با انتخاب شعاعی برابر 200 nm، سطح خطا به مقدار حدودی 5.9% نسبت به نتایج تجربی می‌رسد که نشاندهنده بهبود قابل توجهی در دقت می‌باشد. لذا انتخاب شعاع فرورونده برابر 200 nm یا عددی نزدیک به آن علاوه بر اینکه با استاندارد و کارهای قبلی هماهنگی کامل دارد منجر به نتایج بسیار خوبی در محاسبات عددی می‌شود. لازم به ذکر است که رسیدن به این میزان دقت در تحلیل المان محدود با مقیاس نانو بسیار دشوار بوده و نسبت به کارهای انجام شده قبلی، حاکی از سطح دقت بسیار خوبی می‌باشد.

8- مراجع

[1] Sanjabi, S., "Study of TiNi Thin Film Mechanical Properties by Nanoindentation Mehod ", In Persian, 7th Iranian Seminar on Surface Engineering ,Isfahan, IRAN, 2006 .

[2] Cheng, Y.T. and Cheng, C. M., "Can Stress–Strain Relationships be Obtained From Indentation Curves Using Conical and Pyramidal Indenter", J. MATERIALS RESEARCH, Vol. 14, pp. 9, 1999 .

[3] Ashrafi, H. and Shariyat, M., "Modeling of Viscoelastic Properties for Polymeric Thin Solid Layers using a Contact Nanoindentation Approach", In Persian ,Iranian Journal of Surface Science and Technology, Vol. 14, pp. 17-26, 2011 .

[4] Lawn, B.R., Fracture of Brittle Solids, 2nd edn., Cambridge, UK: Cambridge University Press, 1993 .

[5] Olivier, W.C. and Pharr, W.C., "An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments ",Journal of Materials Research, Vol. 7. pp. 1564–1583, 1992 .

[6] Cheng, Y. T. and Cheng, C. M., "Scaling, Dimensional Analysis, and Indentation Measurements. ", Materials Science and Engineering, Vol. 44. pp. 91–149, 2004 .

[7] Giannakopoulos, A. E., Larsson, P. L. and Vester, R., "Analysis of Vickers Indendation ", Int. j. Solids Structures, Vol. 31, No. 19, pp. 2679-2708, 1994 .

[8] Dao, M., Chollacoop, N., Van Vliet, K. J., Venkatesh, T.A. and Suresh, S., "Computational Modeling of the Forward and Reverse Problems in Instrumented Shrps Indentation ", Acta mater., Vol. 49, PP. 3899-3918, 2001 .

[9] Giannakopoulos, A. E. and Suresh, S., "Determination of Elastoplastic Properties by Instrumented sharp Indentation ", Scripta Materialia, Vol. 40, No. 10, pp. 1191–1198, 1999 .

[10] Suresh, S., Giannakopoulos, A. E. and Alcala, J., "Spherical Indentation of Compositionally Graded Materials: Theory and Experiments ",Acta materialia, Vol. 45, No. 4, pp. 1307-1321, 1997 .

[11] Doerner, M.F. and Nix, W.D., "A Method for Interpreting the Data From Depth-Sensing Indentation Instruments ", J. Mater. Res., Vol. 1, pp.601, 1986 .

[12] Sneddon, I.N., "The relation Between Load and Penetration in the Axisymmetric Bousinesq Problem for a Punch of Arbitrary Profile ", International Journal of Engineering Science, Vol. 3, pp. 47-57, 1965 .

[13] Suresh, S. and Giannakopoulos, A. E., "Report Inst-2/98 ", Massachusetts Institute of Technology, 1998 .

[14] Stauss, S., Schwaller, P., Bucaille, JL., Rabe, R. and Rohr, L., "Determining the Stress-Strain Behaviour of Small Devices by Nanoindentation in Combination with Inverse Methods ", Microelectron Eng., Vol. 67-68, pp. 818–825, 2003 .

[15] Heinrich, C., Waas, A.M. and Wineman, A.S., "Determination of Material Properties Using Nanoindentation and Multiple Indenter Tips ", International Journal of Solids and Structures, Vol. 46, pp. 364–376, 2009 .

[16] Antunes, J. M., Fernandes, J. V., Menezes, L. F. and Chaparro, B. M., "A New Approach for Reverse Analyses in Depth-Sensing Indentation Using Numerical Simulation ", Acta Materialia, Vol. 55, pp. 69–81, 2007 .

[17] Fischer-Cripps, A.C.,"Nanoindentation", Third ed., New York: Springer, 2011 .

[18] Pelletier, H., Krier, J., Cornet, A. and Mille, P., "Limits of Using Bilinear Stress strain Curve for Finite Element Modeling of Nanoindentation Response on Bulk Materials ", Thin Solid Films, Vol. 379, pp. 147-155, 2000 .

[19] Lichinchi, M., Lenardi, C., Haupt, J. and Vitali, R., "Simulation of Berkovich Nanoindentation Experiment on Thin Films Using the Finite Element Method ", Thin Solid Films, Vol. 312, pp. 240–248, 1998 .

[20] Patel, D.K. and Kalidindi, S.R., "Correlation of Spherical Nanoindentation Stress-Strain Curves to Simple Compression Stress-Strain Curves for Eelastic-Plastic Isotropic Materials Using Finite Element Models ", Acta Materialia, Vol. 112, pp. 295-302, 2016 .

[21] pelletier, H., "Predictive Model to Estimate the Stress–Strain Curves of Bulk Metals Using Nanoindentation ", Tribology International Vol. 39, pp.593–606, 2006 .

[22] Guillonneau, G., Kermouche, G., Bec, S. and Loubet, J., "Determination of Mechanical Properties by Nanoindentation Independently of Indentation Depth Measurement ", Journal of Materials Research, Cambridge University Press (CUP), Vol. 27, pp.2551-2560, 2012 .

[23] Su, C. and Anand, L., "Plane Strain Indentation of a Zr Based Metallic Glass: Experiments and Numerical Simulation ", Acta Mater., Vol. 54, pp. 179–189, 2006 .

[24] Misra, RDK., Venkatsurya, P., Wu, KM. and Karjalaine, LP., "Ultrahigh Strength Martensite-Austenite Dual-Phase Steels with Ultrafine Structure: the Response to Indentation Experiments ", Mater. Sci. Eng. A, Vol. 560, pp. 693–699, 2013 .

[25] Karimzadeh, A., Ayatollahi, M. R. and Alizadeh, M., "Finite Element Simulation of Nano-Indentation Experiment on Aluminum 1100 ", Computational Materials Science, Vol. 81, pp. 595–600, 2014 .

[26] Vaidyanathan, R., Dao, M., Ravichandran, G. and Suresh, S., "Study of Mechanical Deformation in Bulk Metallic Glass Through Instrumented Indentation ", Acta Mater., Vol. 49, pp. 3781–3789, 2001 .

[27] Kang, JJ., Becker, AA. and Sun, W., "Determining Elasticplastic Properties From Indentation Data Obtained From Finite Element Simulations and Experimental Results ", Int. J. Mech. Sci., Vol. 62, pp. 34-46, 2012 .

[28] Antunes, JM., Menezes, LF. and Fernandes, JV., "Three-Dimensional Numerical Simulation of Vickers Indentation Tests ", Int. J. Solids Struct., Vol. 43, pp. 784–806, 2006 .

[29] Ashrafi, H., Meraji, M. and Farid, M., "A Three Dimensional Finite Element Modeling of Nanoindentation for Solid Surfaces and Thin Films ", In Persian, 10th Iranian Seminar on Surface Engineering , Isfahan, IRAN, 2009 .

[30] J. Malzbender, "Indentation Load-displacement Plastic Deformation, and Energy ", J. Mater. Res., Vol. 17, pp. 502–511, 2002 .

[31] Sakharova, NA., Fernandes, JV., Antunes, JM. and Oliveira, M., "Comparison Between Berkovich, Vickers and Conical Indentation Tests: a Three-Dimensional Numerical Simulation Study ", Int. J. Solids Struct., Vol. 46, pp. 1095–1104, 2009 .

[32] Gerberich, W.W, Yu. W., Bahr, D., Nelson, J., Lilleodden, E., Kramer, D. and Strojny, A., "Elastic Loading and Elastoplastic Unloading from Nanometer Level Indentations for Modulus Determinations ", Journal of Materials Research, Vol. 13, No. 1, pp. 421-436, 1998 .

[33] ISO-14577, in: Part 2 & 3 ,Geneva, Switzerland, 2002 .

[34] Li, W., Huang, C., Yu, M. and Liao, H., "Investigation on Mechanical Property of Annealed Copper Particles and Cold Sprayed Copper Coating by a Micro-Indentation Testing ",. Mater. Des., Vol. 46, pp. 219–226, 2013 .

[35] Shariyat, M. and Ashrafi, H., "Numerical Analysis of Contact Problems with Friction on Nano-indentation by a Modified Augmented Lagrangian Optimization Approach, In Persian ", Mechanical Aerospace Journal, Vol. 8, No. 1, pp. 1-12, 2011 .

[36] Begley, MR., Evans, AG. and Hutchinson, JW., "Spherical Impression of Thin Elastic Films on Elastic–Plastic Substrates ", Int. J. Solids Struct., Vol. 36, pp. 2773–2788, 1999 .

[37] Wen, W., Beker, A.A. and Sun, W., "Determination of Material Properties of Thin Films and Coatings Using Indentation Tests: a review ", Faculty of Engineering, University of Nottingham, University Park, Nottingham NG7 2RD, UK, Springer ,2017 .

[38] Vlachos, D.E., Markopoulos, Y.P. and Kostopoulos, V., "3D Modelling of Nanoindentation Experiment on a Coating-Substrate System ", Computational Mechanics, Vol. 27, pp. 138-144, 2001 .

[39] "Analysis User's Guide, Dassault Systems, ABAQUS 6.14 ",2014 .

[40] Stopel, M. and Skibicki, D., "Determination of Johnson-Cook Model Constants by Measurement of Strain Rate by Optical Method ", AIP Conference Proceedings 1780, 060003 ,2016 .

[41] Bressan, J.D., Tramontin, A. and Rosa, C., "Modelling of Nanoindentation of Bulk and Thin Film by Finite Element Method ", Wear, Vol. 258, pp. 115-122, 2005 .

[42] Zhaohui, S. and Suresh, S., "Elastic–Plastic Characterization of Thin Films Using Nanoindentation Technique ", Thin Solid Films, Vol. 437, pp. 176–182, 2003 .

[43] PERZYNSKI, K., MAJOR, L., KOPERNIK, M. and MADEJ, L., "Analysis of the Stress Distribution in the Nanogrid Coatings Based on Digital Representation of the Structure ", In˙zynieria Materiałowa, Vol. 31, pp. 735, 2010 .

[44] Boyer, R., Welsch, G. and Codings, E.W., "Materials Properties Handbook: Titanium Alloys, Section II: Titanium Data Sheets, 4th printing," USA, ASM International, Materials park, p. 165., 2004

جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 465-472

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیـــت**

http://jstc.iust.ac.ir

ساخت و تحلیل صفحات دوقطبی کامپوزیتی با گرافیت انبساط یافته جهت افزایش هدایت الکتریکیِ پیل‌های سوختی

پوریا پوستان[1]، رسول عبداله میرزایی[2]، فرامرز آشنای قاسمی[3*]، القار عبداللهی[4]

1- دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه شیمی، علوم پایه، دانشگاه تربیت دبیر شهید رجائی، تهران

2- دانشیار، گروه شیمی، علوم پایه، دانشگاه تربیت دبیر شهید رجائی، تهران

3- دانشیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه تربیت دبیر شهید رجائی، تهران

4- کارشناس ارشد، مهندس مکانیک، دانشگاه تربیت دبیر شهید رجائی، تهران

* تهران، صندوق پستی 1678815811 ، f.a.ghasemi@sru.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/11/15

پذیرش: 97/12/18

کلیدواژگان:

صفحات دوقطبی

پیل سوختی

گرافیت انبساط یافته

کامپوزیت

هدایت الکتریکی

چکیده

صفحات دوقطبی از پرکاربردترین و اجزای اصلی یک پیل سوختی پلیمری است. در این مقاله ابتدا صفحات دوقطبی کامپوزیتی طبق استاندارد دپارتمان انرژی (DOE) ساخته شد و سپس میزان هدایت الکتریکی و رفتار مکانیکی آنها تعیین و بررسی شده است. صفحات دوقطبی کامپوزیتی به روش ریخته‌گری تحت‌فشار و حرارت ساخته شدند. برای ساخت این صفحات از رزین فنولیک به‌عنوان زمینه کامپوزیت، از گرافیت انبساط یافته جهت افزایش هدایت الکتریکی، از گرافیت به عنوان پرکننده و از پارچه کربنی جهت افزایش استحکام خمشی و بهینه کردن هدایت الکتریکی استفاده شد. آزمون‌های تجربی نیز مطابق معیار DOE انجام پذیرفت. میزان هدایت الکتریکی در بهترین حالت، نسبت به معیار استاندارد به میزان بیش از 40 درصد افزایش یافت. میزان استحکام خمشی و استحکام ضربه نمونه‌های اندازه‌گیری شده نسبت به معیار استاندارد، در بهترین حالت، به ترتیب تا 11 و 170 درصد افزایش یافت. با توجه به تصاویر SEM و نتایج آزمون‌ها مشخص شد که هدایت الکتریکی با استفاده از گرافیت انبساط یافته افزایش می‌یابد.

Fabrication and analysis of composite bipolar plates with expanded graphite to increase electrical conductivity of fuel cells

Poorya Poostan[1], Rasool Abdullah Mirzaie[1], Faramarz Ashenai Ghasemi[2*], Elghar Abdullahi[2]

1- Department of Chemistry, Faculty of Science, Shahid Rajaee Teacher Training University, Tehran, Iran
2- Faculty of Mechanical Engineering, Shahid Rajaee Teacher Training University, Tehran, Iran
* P.O.B. 1678815811, Tehran, Iran, f.a.ghasemi@sru.ac.ir

keywords

Bipolar plate
Fuel cell
Expanded graphite
Composite
Electrical conductivity

Abstract

Bipolar plates are one of the most important components in a PEM fuel cell. In this study, a bipolar plate made of stamping method is developed to increase electrical conductivity and mechanical behavior and manufacturing productivity of the fuel cell and to decrease electrical resistance according to DOE. For fabrication these plates, phenolic resins were used as matrix and expanded graphite to increase electrical conductivity and graphite to filler and carbon fiber to increase flexural strength and optimize electrical conductivity. The electrical conductivity increased up to 40 percent respect to the DOE. The flexural strength and impact strength of the measured specimens were improved respect to the DOE about 11 and 170 percent, respectively. The experimental results are in accordance with DOE. According to SEM images and test curves, electric conductivity increases with expanded graphite fillers.

1-مقدمه

پیل سوختی به دلیل ایجاد انقلاب گسترده در زمینه‌ی تولید انرژی در حال توسعه است و صفحات دوقطبی نیز بخش مهمی از پیل سوختی به شمار می‌آید. صفحات دوقطبی، دستگاهی الکتروشیمیایی هستند که حامل گاز بوده و انرژی حاصل از واکنش‌های شیمیایی را به انرژی الکتریکی تبدیل می‌کنند. در یک پیل سوختی، ورودی، سوخت هیدروژن و اکسیژن و خروجی، برق و آب است [1]. در حال حاضر صفحات دوقطبی زیادی با ویژگی‌های متفاوت ساخته‌شده است که جنس آن‌ها فلز، گرافیت و مواد مرکب است [2,1].

صفحات دوقطبی فلزی به دلیل وزن و هزینه کمتر در فرآیند ساخت، جایگزین مناسبی برای صفحات دو قطبی پلیمری است اما به دلیل خوردگی بالای صفحات فلزی ، استفاده از این صفحات محدود شده است[3].

افشاری و همکاران به بررسی عملکرد پیل سوختی برای کاربرد در خودرو پرداخته، متغیرهای اثرگذار بر عملکرد پیل از قبیل درصد رطوبت، نخ جریان، دما و فشار گاز را مورد بررسی قرار دادند. نتیجه این تحقیق درتمام ولتاژهای خروجی پیل این بود که، با افزایش دمای ورودی، عملکرد پیل افزایش یافت.

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Please cite this article using:

Poostan, P., Abdullah Mirzaie, R., Ashenai Ghasemi, F., and Abdullahi, E. “Fabrication and analysis of composite bipolar plates with expanded graphite to increase electrical conductivity of fuel cells ”, In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 3, pp. 465-472, 2019.

این امر ناشی از افزایش چگالی جریان تبادل، نرخ واکنش‌های الکتروشیمیایی، هدایت یونی و کم شدن تاثیر شناوری بود [4].

چانهوی و همکاران بر روی تأثیر اندازه پرکننده گرافیت و آلومینات به همراه پلی وینیل فلوئورید بر روی خواص هدایت الکتریکی و مکانیکی صفحات دوقطبی کامپوزیتی تحقیق کردند. درنتیجه این تحقیق مشخص شد که هرچه اندازه پرکننده‌ها بزرگتر باشد، هدایت الکتریکی صفحات بالاتر می‌رود اما استحکام خمشی آنها پایین می‌آید[5].

کانگ و همکاران، کامپوزیتی گرافیتی به روش ریخته‌گری تحت پرس حرارتی ساختند که در هدایت الکتریکی آن به 80 S/Cm رسید که البته طبق معیار DOE به حداقل میزان استاندارد، یعنی به 100 S/Cm نرسید اما استحکام خمشی خوبی داشت و مقدار آن 55 MPa که از معیار DOE (25 MPa) بیشتر بود[6].

طاهریان سعی در افزایش خواص مکانیکی و الکتریکی به‌صورت هم‌زمان داشت. او صفحات کامپوزیتی با درصد وزنی‌های مختلفی ساخت و مورد بررسی قرار داد. او با استفاده از پارچه کربنی در ساخت صفحات، خواص مکانیکی آنها را بهبود داد که آن مقدار از معیار استاندارد DOE نیز بیشتر بود[7].

بورل و همکاران، صفحات دوقطبی از جنس گرافیت، الیاف کربن و رزین‌های اپوکسی و فنولیک را به روش سینترینگ[1] و توسط لیزر، که یک روش حرارتی شکل‌دهی است، ساختند. آنها توانستند استحکام خمشی را تا 50 MPa افزایش دهند اما هدایت الکتریکی صفحات کاهش پیدا کرد[8].

کانگ و همکاران با استفاده از رزین اپوکسی[2] و پری‌پرگ[3] کربن، توانستند به روش پرس حرارتی، صفحات دوقطبی فوق سبکی با اندازه ذرات متفاوت و با حجم کم بسازند که نتایج آنها ازنظر معیار DOE قابل قبول بود. هدایت الکتریکی آن صفحات 172 S/Cm بود که بالاتر از 100 S/Cm مربوط به مقدار استاندارد است[9]. هان و همکاران با استفاده از رزین فنولیک و پولکهای گرافیتی، کامپوزیتی ساختند که استحکام خمشی آن 50 MPa و هدایت الکتریکی آن 250 S/Cm بود که این میزان طبق معیار DOE قابل‌قبول است[10].

لی و همکاران به بررسی رفتار رزین فنولیک در صفحات دوقطبی پرداختند. آنها بعد از ساخت این صفحات به روش پرس حرارتی، خواص مکانیکی‌شان را موردبررسی قراردادند. استحکام ضربه آن صفحات 33.2 MPa و استحکام خمشی‌شان 64.9 MPa بود که طبق معیار DOE قابل‌قبول بود[11].

هاکات و همکاران به کمک گرافیت انبساط یافته، و رزین فنولیک یک کامپوزیت ساختند که استحکام خمشی آن از مقدار DOE کمتر بوده و نتایج قابل قبولی نداشت[2]. لی و همکاران بر روی رفتار نوعی کامپوزیت کربن اپوکسی مطالعه کردند. روش ساخت آن‌ها با استفاده از قالب و توسط پرس حرارتی بود. آنها توانستند طبق معیار DOE به هدایت الکتریکی مطلوب و آزمون‌های مکانیکی خوب و همین‌طور مقاومت دمایی بالا در حدود 160 C دست یابند[12].

صادقی و همکاران کامپوزیتی از گرافن،گرافیت،پلی‌پروپیلن و نانو کربن بلک استفاده کرد که توانست به هدایت الکتریکی 104 S/Cm و استحکام خمشی 28.44 MPa برسد که از نظر DOE قابل‌قبول است[13].

بایران و همکاران صفحات دوقطبی را با استفاده از پلی‌پروپیلن، گرافیت، کربن بلک و نانو تیوب کربن، با درصدهای وزنی مختلف و با استفاده از پرس حرارتی ساختند. آنها از نانو تیوپ کربن با درصدهای 1 تا 10 درصد استفاده کردند. آنها مشاهده کردند که نانوتیوپ کربن در درصد وزنی 6٪ هدایت الکتریکی حدود 150 S/Cm دارد و استحکام خمشی آن نیز در حدود 30 MPa است، که هر دو طبق معیار DOE قابل‌قبول است[14].

بینگیان و همکاران با کمک رزین اپوکسی، نانو لوله کربنی، ولکان و پارچه کربنی صفحات دو قطبی کامپوزیتی طراحی کردند که میزان هدایت الکتریکی آن از استاندارد DOE کمتر و معادل 59 S/Cm بود. بیشینه میزان استحکام خمشی آن صفحات نیز 188.3 MPa بود که نسبت به استاندارد DOE قابل قبول است[15].

لی و همکاران با استفاده از گرافیت طبیعی، کربن سیاه و رزین اپوکسی صفحات دوقطبی کامپوزیتی ساختند که میزان استحکام مکانیکی آن به طور چشمگیری نسبت به معیار DOE بهتر بود[16].

ماهشواری و همکاران نیز با استفاده از گرافیت و کربن سیاه و الیاف کربن، صفحات دوقطبی کامپوزیتی طراحی کردند که استحکام مکانیکی خوبی نسبت به استاندارد DOE از خود نشان داد، اما از هدایت الکتریکی خوبی برخوردار نبود[17].

عبدالهی و همکاران از پودر گرافیت طبیعی به‌عنوان تقویت‌کننده هادی در ساخت نمونه استفاده کردند. گرافیت به‌تنهایی رسانای خوبی بود و هنگام ترکیب، قابلیت رسانایی بیشتری از خود نشان می‌داد. آنها از رزین فنولیک به‌عنوان زمینه برای آزمون مکانیکی نمونه‌ها استفاده کردند که نتایج قابل‌قبول طبق معیار DOE به دست داد[18].

هدف از این تحقیق، ارتقای هدایت الکتریکی و استحکام مکانیکی صفحات دوقطبی کامپوزیتی در پیل‌های سوختی پلیمری است. برای ساخت این صفحات از پودر گرافیت طبیعی به‌عنوان پرکننده هادی و گرافیت انبساط یافته که صفحات بزرگ‌تری، جهت افزایش هدایت الکتریکی، دارد؛ استفاده شد. از رزین فنولیک به‌عنوان زمینه این صفحات استفاده شد تا خواص مکانیکی قابل قبولی داشته باشد. پس از ساخت صفحات دو قطبی پیل‌های سوختی از نوع کامپوزیت پایه پلیمری، نتایج حاصل با معیار استاندارد DOE مقایسه شد.

2- مواد و روش‌ها

2-1 مواد

پودر رزین فنولیک با کد تجاری IP502 تهیه‌شده از شرکت رزیتان به‌عنوان زمینه و پودر گرافیت از شرکت مرک[4] با ابعاد کمتر از 50 µ به‌عنوان پرکننده در این تحقیق مورداستفاده قرار گرفت. از پارچه کربنی شرکت پیشرو مبتکر برای افزایش استحکام خمشی و ضربه‌ای، استفاده شد. گرافیت انبساط یافته تهیه‌شده از شرکت آزمون دانا پلاستیک و همچنین اتانول 96% شرکت مرک به‌عنوان حلال استفاده شد. در جدول 1، مشخصات نمونه‌های ساخته‌شده و نحوه کدگذاری‌شان، نشان داده شده است.

2-2- طراحی صفحات دوقطبی

برای ساخت صفحات دوقطبی از رزین فنولیک به‌عنوان زمینه کامپوزیت و از الیاف خرد شده کربن به عنوان استحکام دهنده، از گرافیت انبساط یافته به‌عنوان عامل اصلی افزایش دهنده هدایت الکتریکی و از گرافیت به‌عنوان پرکننده استفاده شد. همچنین برای افزایش استحکام مکانیکی این صفحات، لایه‌ای از جنس پارچه کربن در بین این صفحات قرار داده شد[18].

[1] Sintering
[2] Epoxy
[3] Prepreg
[4] Merck

2-3- ساخت نمونه‌ها

نمونه‌های آزمون طی سه مرحله زیر ساخته و مورد آزمایش قرار گرفتند:

در مرحله اول، پس از مشخص شدن درصد گرافیت، گرافیت انبساط یافته، رزین فنولیک و الیاف کربن؛ این مواد به همراه اتانول، با استفاده از هم‌زن مکانیکی به مدت 30 دقیقه مخلوط شدند. سپس خمیر حاصل، به مدت 15 دقیقه در آون در دمای 100 درجه سانتی‌گراد، قرار داده شد تا اتانول موجود در کامپوزیت تبخیر و پخت اولیه حاصل شود[18].

بعد از پخت اولیه خمیر به دست آمده، قالب‌گیری و برای پخت ثانویه در پرس حرارتی قرارداده شد. بعد از رسیدن دما به 100 درجه سانتی‌گراد در فشار 80 bar، به مدت 30 دقیقه این شرایط ثابت نگه‌داشته می‌شود. سپس فشار تا 140 bar و دما نیز تا 120 درجه سانتی‌گراد افزایش داده می‌شود. این شرایط به مدت 20 دقیقه ثابت نگه‌داشته می‌شود تا پخت نهایی حاصل شود[18].

در ساخت این نمونه‌ها مقدار 22 درصد وزنی رزین و 1 درصد وزنی الیاف کربن به‌صورت ثابت در نظر گرفته شد. میزان اتانول مصرفی در این نمونه 15 CC به ازای نمونه‌های 5gr است. در تمامی نمونه‌های ساخته‌شده درصد وزنی گرافیت و گرافیت انبساط یافته متغیر بوده و با افزایش درصد وزنی گرافیت انبساط یافته، درصد وزنی گرافیت کم می‌شود.

2-4- آزمون‌ها

آزمون خمش سه‌نقطه‌ای با استفاده از دستگاه زویک رئول[1] مدل 2100 مطابق با استاندارد ASTM D790_03 با سرعت فک 2 mm/min و با ابعاد 127×12.7×3.2 mm انجام شد. شکل 1 تصویر نمونه آزمون خمش را حین آزمایش نشان می‌دهد. آزمون ضربه از نوع چارپی در دمای اتاق و با استفاده از دستگاه سنتام[2] مدل SIT_20D مطابق با استاندارد ASTM D5045_99 و با ابعاد 55×10×5 mm انجام شد. دستگاه آزمون ضربه در شکل 2 نشان داده‌شده است. برای اندازه‌گیری میزان هدایت الکتریکی در راستای سطح نمونه‌ها، آزمون هدایت چهار نقطه‌ای با استفاده از دستگاه پراب چهار نقطه‌ای[3] ساخت شرکت صنعت نما جوان انجام شد. در شکل 3 دستگاه آزمون هدایت الکتریکی مشاهده می‌شود.

برای بررسی سطح شکسته شده در نمونه‌های خمش، تصاویر SEM گرفته شد. این تصاویر توسط دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی ساخت شرکت VEGA3 TESCAN انجام شد.

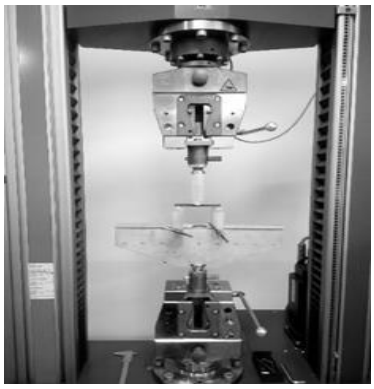


Fig. 1 Three-point bending test device.

شکل 1 دستگاه آزمون خمش سه‌نقطه‌ای

[1] Zwick/Roell
[2] Santam

جدول 1 مشخصات نمونه‌های ساخته‌شده و نحوه کدگذاری‌شان

Table 1 Specifications of Samples and Their Coding Method

کد نمونه	کد کامپوزیت بر اساس درصد وزنی مواد	درصد وزنی رزین	درصد وزنی گرافیت	درصد وزنی گرافیت انبساط یافته	درصد وزنی الیاف
S_1	R22/EG3/G74/CF1	22	74	3	1
S_2	R22/EG5/G72/CF1	22	72	5	1
S_3	R22/EG10/G67/CF1	22	67	10	1
S_4	R22/EG15/G62/CF1	22	62	15	1

Fig. 2 Charpie's Impact Test Device

شکل 2 دستگاه آزمون ضربه چارپی

Fig. 3 Four Probe Point Electrical Conductivity Test Device

شکل 3 دستگاه آزمون هدایت الکتریکی

3- نتایج و بحث

3-1- استحکام خمشی

آزمون خمش در هر درصد وزنی 4 بار تکرار و مقدار متوسط اعداد برای میزان استحکام خمشی گزارش شد. در شکل 4 میزان استحکام خمشی برای نمونه‌های S_1 تا S_4 نشان داده شده است. همان‌طور که مشهود است، نمونه S_1 در تنشی برابر با 26.4 MPa دچار شکستگی شده است. استحکام خمشی در این نمونه نیز به میزان 5.6 درصد از مقدار استاندارد DOE بالاتر است. وجود الیاف کربنی در این نمونه‌ها باعث افزایش مقاومت خمشی‌شان شده است.

[3] Four Point Probe

حداکثر استحکام خمشی در نمونه S_2 ، یعنی بهترین حالت، برابر با 27.75 MPa بوده که از مقدار استاندارد DOE به میزان 11 درصد بالاتر است.

قابل ذکر است که، در ساخت این نمونه‌ها نمی‌توان مقدار رزین را از 22٪ افزایش داد، زیرا این امر باعث افزایش مقاوم شدن نمونه برابر هدایت الکتریکی می شود.

استحکام خمشی در نمونه‌های S_3 و S_4 به ترتیب 25.25 MPa و 26.8 MPa به دست آمد که به ترتیب به مقدار 1 و 7.2 درصد بالاتر از مقدار استاندارد DOE است. در شکل 5 نمودار تنش-کرنش در آزمون خمش مشاهده می‌شود. همانطور که مشهود است به دلیل وجود الیاف و پارچه کربنی، گستره استحکام خمشی بیشتر شده و قطعه دیرتر به ناحیه پلاستیک میرسد. زمانی که نیروی خمشی به نمونه اعمال می‌شود، بخشی از انرژی توسط نمونه و بخش دیگر آن نیز توسط الیاف کربن و زمینه جذب می‌شود. پس از شکست نمونه، پدیده بیرون کشیدگی الیاف از زمینه اتفاق می افتد که باعث افت ناگهانی نمودار شده و آزمون به پایان می‌رسد.

با توجه به معیار DOE که استحکام خمشی در آن بالاتر از 25 MPa است، مشاهده می‌شود که در این تحقیق به این مهم دست‌یافته شد. البته برای افزایش هرچه بیشتر استحکام خمشی می‌توان میزان رزین را در ساختار نمونه‌ها افزایش داد، اما به دلیل اینکه این امر در میزان هدایت الکتریکی نمونه‌ها نتیجه معکوس دارد و منجر به کاهش آن می‌شود، از افزایش درصد وزنی بیش از حد رزین خودداری شد.

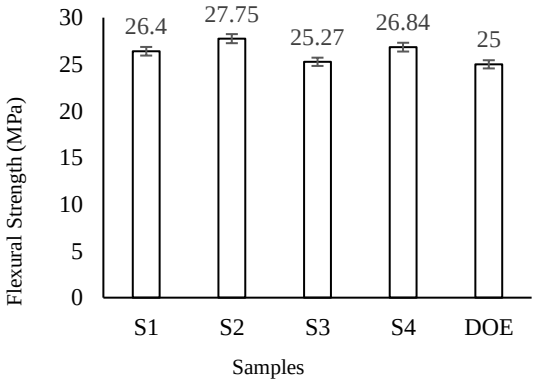


Fig. 4 Flexural Strength for Different Samples

شکل 4 استحکام خمشی برای نمونه‌های مختلف

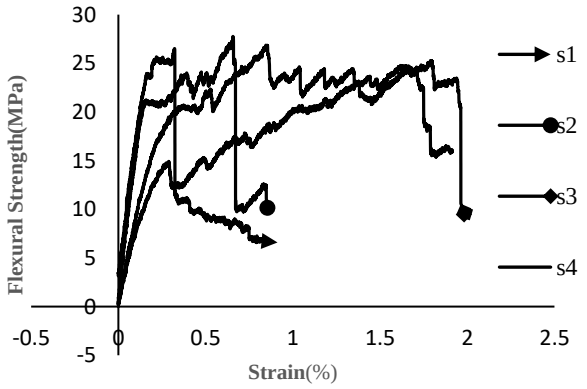


Fig. 5 Flexural **S**tress-Strain Diagram

شکل 5 نمودار تنش-کرنش استحکام خمشی

3-2- استحکام ضربه

نتایج آزمون ضربه در شکل 6 آمده است. نتایج بیانگر آن است که با درصدهای وزنی رزین موجود در جدول 1 و وجود الیاف کربن، میزان انرژی جذب‌شده بالاتر از مقدار استاندارد DOE است. ازآنجاکه رزین استفاده‌شده بعد از حرارت دیدن ترموست می‌شود، پس مقابل ضربه مقاوم‌تر می‌شود. مقدار مقاومت نمونه در برابر ضربه وارده طبق گزارش استاندارد DOE باید بالاتر از $40.5\ J/m^2$ باشد که در این تحقیق به میزان $109.5\ J/m^2$ رسیده است که 170 درصد بالاتر از مقدار استاندارد DOE است.

در این آزمون نیز برای هر درصد وزنی 4 بار تکرار شد. مقدار استحکام ضربه در نمونه‌های S_1، S_2، S_3 و S_4 ، با درصد وزنی‌های ارائه‌شده در جدول 1، به ترتیب برابر با 109.6، 109.25، 107.5، 106.25 (J/m^2) به دست آمد. شکل 6 نمودار جذب انرژی در نمونه‌های کامپوزیتی را پس از آزمون ضربه چارپی را نشان می‌دهد. مقادیر به دست آمده بیانگر آن است که صفحات آزمایش شده می‌توانند تحت بارگزاری بالاتری، تا پیش از تخریب‌شان قرار گیرند.

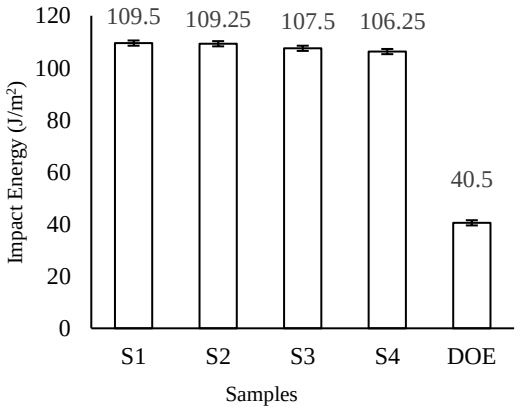


Fig.6 Impact Energy for Different Samples

شکل 6 استحکام ضربه برای نمونه‌های مختلف

3-3-آزمون رسانایی الکتریکی

در این آزمون نیز پس از ساخت نمونه‌ها با درصد وزنی‌های مشخص، نمونه‌ها هرکدام 4 بار مورد آزمایش قرار گرفتند. اندازه هدایت الکتریکی به میزان مواد موجود در کامپوزیت‌ها مانند گرافیت، گرافیت انبساط یافته، رزین، فیبر کربنی وهمینطور روش ساخت بستگی دارد. در شکل 7، میزان هدایت الکتریکی نمونه‌های آزمون، در مقایسه با معیار استاندارد DOE ارائه شده‌اند. مطابق شکل 7، نمونه S_4 بیشترین مقدار و S_1 کمترین مقدار هدایت الکتریکی را دارا بوده‌اند. این میزان افزایش در بهترین حالت، برابر با 42.4 درصد است.

همان‌طور که مشخص است، با افزایش درصد گرافیت انبساط یافته، میزان هدایت الکتریکی افزایش می‌یابد. علت این امر آن است که، گرافیت انبساط یافته دارای صفحات بزرگ‌تری نسبت به گرافیت است و همین امر سبب افزایش هدایت الکتریکی در کامپوزیت ساخته‌شده می‌شود[18]. زمانی که صفحات گرافیت انبساط یافته در کامپوزیت بزرگ‌تر باشد، سرعت انتقال الکترون‌ها از صفحه‌ای به صفحه دیگر افزایش می‌یابد و این امر باعث می‌شود رسانایی الکتریکی افزایش یابد[18] .

ازآنجایی‌که رزین فنولیک، در برابر رسانایی الکتریکی مقاومت دارد و زمینه اصلی نمونه‌های حاضر است، با اضافه کردن گرافیت انبساط یافته و الیاف کربن، انتقال الکترون‌ها سریع‌تر شده و هدایت الکتریکی افزایش می‌یابد. در ساخت این صفحات روش تولید کامپوزیت مهم است. به‌طوری‌که باید میزان حفره‌ها ایجادشده در نمونه‌ها، که خود عامل مقاومت در برابر رسانایی الکتریکی است، کاهش یابد تا هدایت الکتریکی به بالاترین میزان خود برسد[18,11].

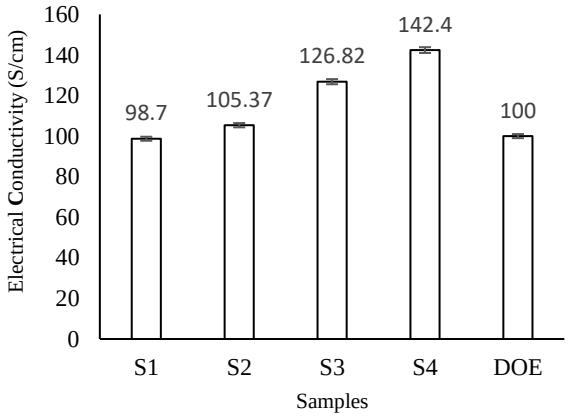


Fig.7 Electrical Conductivity for Different samples

شکل 7 هدایت الکتریکی برای نمونه‌های مختلف

3-4- مطالعات ریخت‌شناسی

در شکل 8 تصویر گرفته شده توسط میکروسکوپ الکترونی (SEM)[1] از نمونه S_2 پس از آزمون خمش مشاهده می‌شود که در آن در این تصویر الیاف پارچه کربن مشخص است. در اینجا گرافیت انبساط یافته موجب افزایش هدایت الکتریکی و الیاف کربن باعث ارتقای همزمان هدایت الکتریکی و مقاومت مکانیکی می‌شوند.

با افزایش گرافیت انبساط یافته هدایت الکتریکی بالا می‌رود، اما از طرفی، این افزایش، باعث افزایش هزینه و همچنین افزایش تخلخل می‌شود و نشت‌پذیری نیز افزایش می‌یابد[18]. بنابراین نمی‌توان بیش‌ازحد از گرافیت انبساط یافته استفاده کرد. در این تصویر شکسته شدن پارچه کربنی مشاهده می‌شود. در اینجا مشخص است که یک لایه پارچه کربن بین صفحات دوقطبی قرار دارد. به دلیل اینکه پارچه کربن در بین صفحات دوقطبی قرار دارد، هیچ‌گونه پرکننده‌ای در لایه پارچه مشاهده نمی‌شود. البته، پارچه کربنی نیز بعد از شکسته شدن لایه‌های بالایی و پایینی صفحات دوقطبی، شکسته شده است. پارچه کربنی علاوه بر مقاومت در برابر بارگذاری خمشی و افزایش استحکام خمشی باعث بهبود یافتن میزان نشت‌پذیری ماده نیز می‌شود.

در شکل 9 تصویر SEM از سطح مقطع شکسته شده نمونه S_2 مشخص است که الیاف خرد شده کربن (a) با زمینه کامپوزیت (b) شامل رزین،گرافیت و گرافیت انبساط یافته به‌خوبی مخلوط شده‌اند. هرچقدر الیاف با زمینه بهتر اختلاط یابد استحکام خمشی افزایش می‌یابد. الیاف علاوه برافزایش استحکام خمشی باعث بهینه‌تر شدن هدایت الکتریکی نیز می‌شود. در این تصویر مشاهده می‌شود که الیاف به‌خوبی در کامپوزیت با بقیه مواد مخلوط شده‌اند. زمانی که این الیاف به‌خوبی با زمینه مخلوط شود، باعث می‌شود که میزان استحکام خمشی سازه افزایش یابد[18]. در آزمون استحکام خمشی، ایجاد فشار، ابتدا باعث شکست زمینه و سپس باعث شکستگی الیاف و پارچه کربنی می‌شود و در نهایت باعث بیرون کشیده شدن الیاف از زمینه می‌شود (شکل 9).

در شکل 10 سطح مقطع شکسته شده نمونه S_3 مشاهده می‌شود. همانطور که مشاهده می‌شود، پارچه کربنی (b) در بین در فصل مشترک صفحات دوقطبی (a) قرار دارد. مشاهده می‌شود که الیاف پارچه کربنی بعد از اعمال فشار، از فصل مشترک صفحات دوقطبی بیرون زده است. این بدین معناست که الیاف پارچه کربنی با از دست دادن مقاومت خود، از داخل زمینه بیرون کشیده شده‌اند.

در شکل 11 سطح مقطع شکسته شده نمونه S_3 مشاهده می‌شود که الیاف کربنی از کامپوزیت به‌صورت ناهماهنگ بیرون زده‌شده، که این امر دارای مزایا و معایبی است. در صورت استفاده از الیاف کربن به صورت نامنظم، فرایند ساخت ماده پیچیده نشده و می‌توان آن را به‌صورت دستی و با استفاده از دستگاه‌های ارزانتر مخلوط کرد. البته از معایب این روش نیز می‌توان به عدم هدایت الکترون‌ها به طور منظم از یک نقطه به نقطه دیگر اشاره کرد. قابل ذکر است که، اگر بتوان الیاف کربن را به‌صورت جهت‌دار در کامپوزیت قرارداد، باعث افزایش هدایت الکتریکی و افزایش استحکام خمشی آن می‌شود[18].

در شکل 12 سطح مقطع نمونه S_4 مشاهده می‌شود که الیاف خرد شده کربن (a) داخل زمینه (c) صفحات دوقطبی قرار دارد و همین‌طور گرافیت انبساط یافته (b) مشاهده می‌شود که صفحات بزرگ‌تری نسبت به ذرات گرافیت دارد و به دلیل بزرگی صفحات گرافیت انبساط یافته، هدایت الکتریکی افزایش می‌یابد.

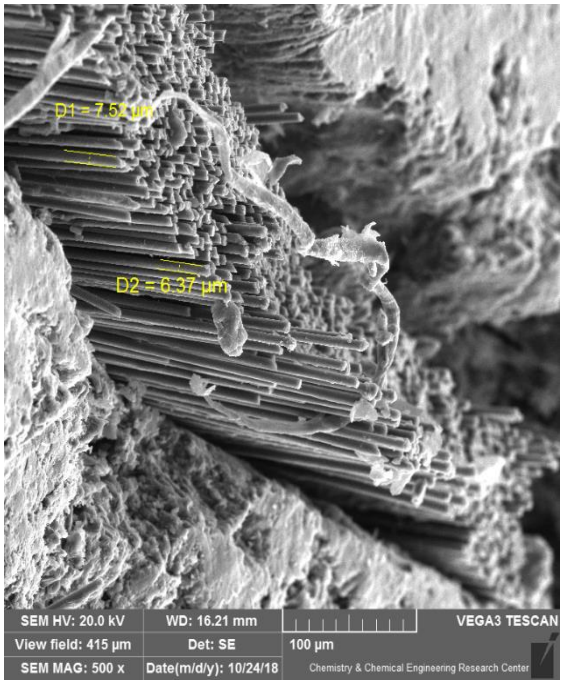


Fig.8 SEM image of broken cross-section of sample S_2 in bending test with a magnification of 500x

شکل 8 تصویر SEM از سطح مقطع شکسته شده نمونه S_2 در آزمون خمش با بزرگنمایی 500 برابر

[1] Scanning Electron Microscope (SEM)

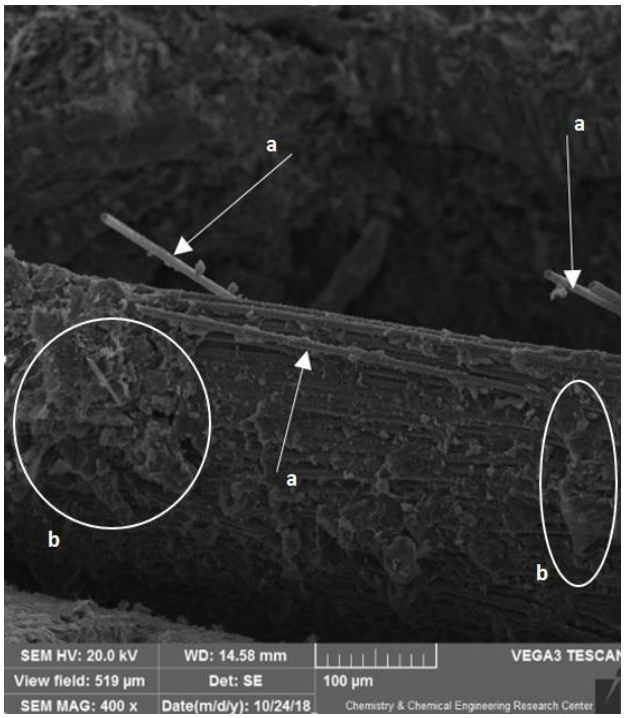


Fig.9 SEM image of broken cross-section of sample S_2 in bending test with a magnification of 400x (a) Crushed Carbon Fiber (b) Composite Field

شکل 9 تصویر SEM از سطح مقطع شکسته شده نمونه S_2 در آزمون خمش با بزرگنمایی 400 برابر (a) الیاف خرد شده کربن (b) زمینه کامپوزیت

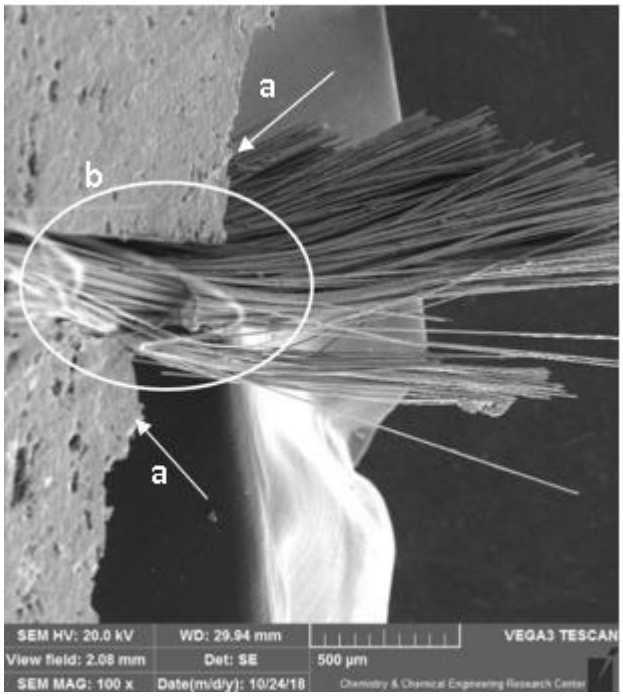


Fig.10 SEM image of broken cross-section of sample S_3 in bending test with a magnification of 400x (a) Bipolar Plate (b) Carbon Cloth

شکل 10 تصویر SEM از سطح مقطع شکسته شده نمونه S_3 در آزمون خمش با بزرگنمایی 100 برابر(a) صفحات دوقطبی (b) پارچه کربنی

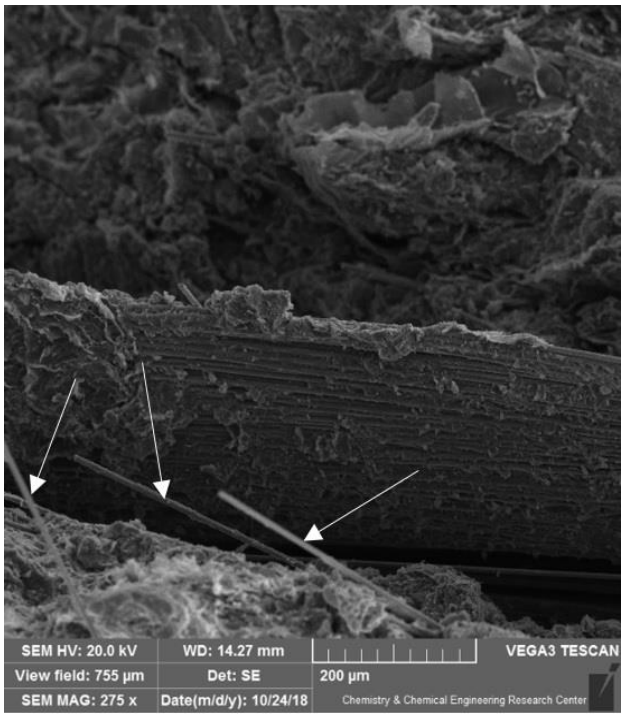


Fig.11 SEM image of broken cross-section of sample S_3 in bending test with a magnification of 275x

شکل 11 تصویر SEM از سطح مقطع شکسته شده نمونه S_3 در آزمون خمش با بزرگنمایی 275 برابر

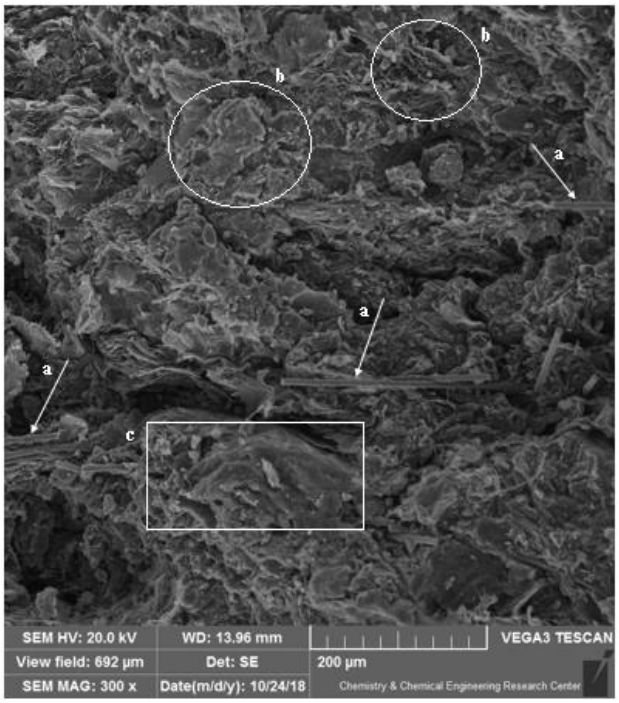


Fig.12 SEM image of broken cross-section of sample S_4 in bending test with a magnification of 300x (a) Crushed Carbon Fiber (b) Expanded Graphite (c) Composite Field

شکل 12 تصویر SEM از سطح مقطع شکسته شده نمونه S_4 در آزمون خمش با بزرگنمایی 300 برابر (a) الیاف خرد شده کربن (b) گرافیت انبساط یافته (c) زمینه کامپوزیت

4- نتیجه‌گیری

در این تحقیق صفحات دوقطبی پیل‌های سوختی، از جنس کامپوزیت زمینه پلیمری ساخته شد. برای ساخت این صفحات از رزین فنولیک به‌عنوان زمینه، از گرافیت انبساط یافته جهت افزایش هدایت الکتریکی، از گرافیت به عنوان پرکننده و از پارچه کربنی جهت افزایش دادن استحکام خمشی و بهینه کردن هدایت الکتریکی استفاده شد. در نهایت هدایت الکتریکی و خواص مکانیکی این صفحات بررسی شد و نتایج زیر به دست آمد:

1- میزان هدایت الکتریکی نمونه‌ها در بهترین حالت، نسبت به معیار استاندارد DOE به میزان بیش از 40 درصد افزایش یافت.

2- میزان استحکام خمشی نمونه‌ها در بهترین حالت، نسبت به معیار استاندارد DOE به میزان بیش از 11 درصد افزایش یافت.

3- میزان استحکام ضربه نمونه‌ها در بهترین حالت، نسبت به معیار استاندارد DOE به میزان بیش از 170 درصد افزایش یافت.

4- با توجه به این‌که میزان استحکام خمشی و ضربه‌ای نمونه‌های مطالعه شده در این تحقیق تقریباً با هم برابر اما میزان هدایت الکتریکی نمونه s4 از سایر نمونه‌ها، به مراتب بیشتر است، لذا می‌توان گفت که نمونه s4 در مجموع، بهترین نمونه آزمایش شده در این تحقیق می‌باشد.

5- استفاده از پارچه کربنی در بین دو لایه کامپوزیت باعث افزایش استحکام مکانیکی و بهبود هدایت الکتریکی شد.

6- وجود الیاف کربن باعث بهبود هدایت الکتریکی و خواص مکانیکی نمونه‌ها شد.

5-مراجع

[1] Hermann, A., T. Chaudhuri, and P. Spagnol," Bipolar Plates for PEM Fuel Cells A Review,". International Journal of Hydrogen Energy, **30**(12): p. 1297-1302, 2005.

[2] Dhakate, S.R., et al., "Expanded Graphite-Based Electrically Conductive Composites as Bipolar Plate for PEM Fuel Cell,". International Journal of Hydrogen Energy, **33**(23): p. 7146-7152,2008.

[3] Afshari, E, "Analysis of Function PEM Fuel Cell in Vehicle," In Persian, Journal of Engine Research, Vol. 5, No. 16, PP.3-15,2008.

[4] N. Mohammadtabar, M. Bakhshi-Jooybari, S.J. Hosseinipour, A.H. Gorji, "Study of Effective Parameters Inhydroforming of Fuel Cell Metallic Bipolar Plates with Parallelserpentine Flow Field," In Persian, Journal of *Modares MechanicalEngineering*, Vol. 14, No. 8, pp. 1727, 2014

[5] Chunhui, S., P. Mu, and Y. Runzhang, "The Effect of Particle Size Gradation of Conductive Fillers on the Conductivity and the Flexural Strength of Composite Bipolar Plate,". International Journal of Hydrogen Energy, **33**(3): p. 1035-1039,2008.

[6] Kang, S.-J., et al., "Solvent-Assisted Graphite Loading for Highly Conductive Phenolic Resin Bipolar Plates for Proton Exchange Membrane Fuel Cells,". Journal of Power Sources, **195**(12): p. 3794-3801, 2010

[7] Taherian, R., "A Review of Composite and Metallic Bipolar Plates in Proton Exchange Membrane Fuel Cell: Materials, Fabrication, and Material Selection,". Journal of Power Sources, **265**: p. 370-390, 2014

[8] Bourell, D.L ,et al., "Graphite-Based Indirect Laser Sintered Fuel Cell Bipolar Plates Containing Carbon Fiber Additions,". CIRP Annals, **60**(1): p. 275-278, 2011

[9] Kang, K., et al., "Development of Ultralight and Thin Bipolar Plates Using Epoxy-Carbon Fiber Prepregs and Graphite Composites," International Journal of Hydrogen Energy, **42**(3): p. 1691-1697, 2017

[10] Heo, S.I., et al., "Development of Preform Moulding Technique Using Expanded Graphite for Proton Exchange Membrane Fuel Cell Bipolar Plates,". Journal of Power Sources, **171**(2): p. 396-403, 2007.

[11] Lee, D. and D.G. Lee, "Carbon Composite Bipolar Plate for High-Temperature Proton Exchange Membrane Fuel Cells (HT-PEMFCs)," Journal of Power Sources, **327**: p. 119-126, 2016

[12] Lee, D., et al., "Development of Non-Woven Carbon Felt Composite Bipolar Plates Using the Soft Layer Method," Composite Structures, **160**: p. 976-982, 2017

[13] Adloo, A., et al., "High Performance Polymeric Bipolar Plate Based on Polypropylene/Graphite/Graphene/Nano-Carbon Black Composites for PEM Fuel Cells," Renewable Energy, **99**: p. 867-874, 2016

[14] Bairan, A., et al., "Effect of Carbon Nanotubes Loading in Multifiller Polymer Composite as Bipolar Plate for PEM Fuel Cell," Procedia Chemistry, **19**: p. 91-97, 2016.

[15] Jiang, B., et al., "Manufacturing and Characterization of Bipolar Fuel Cell Plate with Textile Reinforced Polymer Composites," Materials & Design (1980-2015), **65**: p. 1011-1020, 2015.

[16] Lim, J.W., M. Kim, and D.G. Lee, "Conductive Particles Embedded Carbon Composite Bipolar Plates for Proton Exchange Membrane Fuel Cells," Composite Structures, 2014. **108**: p. 757-766, 2014.

[17] Maheshwari, P. H., Mathur R. B., Dhami T. L., "Fabrication of High Strength and a Low Weight Composite Bipolar Plate for Fuel Cell Applications," Journal of Power Sources, Vol. 173, No.1, pp. 394-403, 11/8/, 2007.

[18] Abdolahi, E.,"Experimental Analysis of Mechanical Behaviorof the CompositeBipolar Plates in Proton Exchange Membrane Fuel Cell" In Persian,. journals of.tabriz, No. 80, p149-458,2017.

جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 473-480

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیت**

http://jstc.iust.ac.ir

اثر افزودن ذرات Al_2O_3 بر ریزساختار و سختی پوشش کامپوزیتی $Al\text{-}Al_2O_3$ حاصل از فرآیند پاشش سرد

حمید ضیائی[1]، امیر عبداله‌زاده[2*]، زهرا عیوضی[1]، رجب‌علی سراج[3]، فیروز کارگر[1]

1- کارشناس ارشد، مهندسی مواد، دانشگاه تربیت مدرس، تهران

2- استاد، مهندسی متالورژی ، دانشگاه تربیت مدرس، تهران

3- دانشجوی دکترا، مهندسی مواد، دانشگاه تربیت مدرس، تهران

* تهران، صندوق پستی 111-14115، zadeh@modares.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/12/8

پذیرش: 98/1/17

کلیدواژگان

پاشش سرد

کامپوزیت $Al\text{-}Al_2O_3$

سختی

تخلخل

آلیاژ Al-7075-T6

چکیده

در این پژوهش پوشش کامپوزیتی $Al\text{-}Al_2O_3$ با استفاده از فرایند پاشش سرد روی ورق آلیاژ Al-7075-T6 ایجاد شد. برای این منظور پودر آلومینیوم خالص و پودرهای Al_2O_3 با درصد وزنی 25، 50 و 75 مخلوط شدند. پوشش‌دهی با استفاده از گاز نیتروژن در دمای 300°C، فشار 30 بار و فاصله‌ی پاشش 20 mm انجام شد. اثر افزودن درصدهای مختلف پودر Al_2O_3 برکیفیت و خواص پوشش‌های حاصل بررسی شد. مشخصات ریزساختاری پوشش‌ها با میکروسکوپ الکترونی روبشی، ریزسختی‌سنجی، پراش سنجی پرتو ایکس و نرم افزار تحلیل تصویر مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که با افزایش درصد ذرات تقویت‌کننده، به دلیل شکستن و خرد شدن ذرات بزرگ‌تر و هم‌چنین عدم اتصال مناسب ذرات سخت تقویت‌کننده با زمینه، مقدار تخلخل پوشش افزایش می‌یابد. از طرف دیگر، با افزایش درصد وزنی پودر Al_2O_3 در مخلوط پودر اولیه، توزیع این ذرات در پوشش یکنواخت‌تر شده و سختی پوشش افزایش می‌یابد. سختی پوشش حاصل از پودر کامپوزیتی $Al\text{-}75wt.\%Al_2O_3$ برابر با 104 HV است که در مقایسه با پوشش آلومینیوم خالص بیش از 85 درصد افزایش را نشان می‌دهد. نتایج آزمون پراش پرتو ایکس نمایانگر ریزدانه شدن ساختار و عدم اکسیداسیون و تبدیل فازی در پوشش‌های خالص و کامپوزیتی است.

The effects of Al_2O_3 particles on the microstructure and hardness of cold sprayed $Al\text{-}Al_2O_3$ composite coating

Hamid Ziaei, Amir Abdollah-zadeh*, Zahra Eyvazi, RajabAli Seraj, Firooz Kargar

Department of Material Engineering, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran
* P.O.B. 14115-111, Tehran, Iran, zadeh@modares.ac.ir

Keywords

Cold spray
Al- Al_2O_3 Composite
Hardness
Porosity
Al-7075-T6

Abstract

In this study, $Al\text{-}Al_2O_3$ composite coating produced by cold spray method on Al-7075-T6 sheet. The pure Al powder is blended with different amount of Al_2O_3 powder including 25, 50 and 75 wt. %. The feedstock is sprayed on sand blasted substrate using nitrogen gas at a constant temperature of 300 °C, pressure of 30 bar and the stand-off distance of 20 mm. The effect of different values of Al_2O_3 on the deposition behavior of the $Al\text{-}Al_2O_3$ powders are investigated. Microstructural characteristics of the coatings are evaluated by scanning electron microscopy, image analysis software, microhardness and X-ray diffraction tests. The results showed that the high velocity of particles leads to the Al_2O_3 particle breaking during the process. This phenomenon increases the porosity of the coatings Furthermore, the higher value of reinforcement in the initial powder leads to the homogenous distribution of them and the higher coating hardness. The hardness of the $Al\text{-}75Al_2O_3$ coating is 104 HV, which is increased by 85% compared to pure Al coating. X-ray diffraction test indicated the fine-grained structure, no-oxidation and no phase transformation in the pure and composite coatings.

1- مقدمه

آلیاژهای آلومینیومی به طور گسترده در ساخت اجزای مختلف هواپیماها، خودروها و قالب‌های تزریق پلاستیک استفاده می‌شوند. با این حال این قطعات ممکن است دارای عیوب حاصل از ساخت مثل نقایص ریخته‌گری بوده و یا بر اثر قرارگرفتن در محیط‌های کاری سخت، دچار آسیب‌هایی مثل سایش و خوردگی شوند [1]. در عمل، جایگزینی این قطعات راه حلی کارآمد و اقتصادی

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Please cite this article using:

Ziaei, H. Abdullah-zadeh, A. Eyvazi, Z. Seraj, R and Kargar, F., "The effects of Al_2O_3 particles on the microstructure and hardness of cold sprayed $Al\text{-}Al_2O_3$ composite coating", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No.3, pp. 473-480, 2019.

نبوده و بنابراین باید تعمیر شوند [2]. روش‌های مختلفی برای تعمیر سطحی مورد استفاده قرار می‌گیرد. روش جوشکاری MIG [3] و لیزر [4] برای بازسازی قطعات صنعتی مورد استفاده قرار می‌گیرند، اما تنش باقی مانده حرارتی و انقباض ناشی از انجماد می‌تواند کیفیت بخش تعمیر شده را کاهش داده و باعث عمر کوتاه قطعه تعمیر شده شود [5]. فناوری‌های پاشش حرارتی به طور فزاینده‌ای برای پوشش‌دهی و تعمیر سازه‌های فولادی، تجهیزات برقی و خطوط لوله‌ای که در معرض آب دریا هستند، استفاده می‌شود [6]. با این حال، در این پوشش‌ها می‌توان تغییرات قابل توجهی در ترکیبات شیمیایی در مقایسه با پودر اولیه مشاهده کرد. به طور کلی، در روش‌های پاشش حرارتی همیشه شاهد درصد بالای اکسید یا تخلخل هستیم که کنترل آنها دشوار است و ممکن است به مقاومت در برابر خوردگی، استحکام و خواص ماشینکاری قطعه، آسیب برساند [7]. در مواد کامپوزیتی، ترشوندگی ضعیف و اختلاف ضریب انبساط حرارتی ذرات تقویت‌کننده و زمینه باعث توزیع غیریکنواخت و ایجاد ترک و تخلخل می‌شود و استحکام را کاهش می‌دهد [9,8].

پاشش سرد روش پوشش‌دهی حالت جامد بوده و به همین خاطر فرآیندی برتر نسبت به روش‌های معمول پاشش حرارتی محسوب می‌شود [10]. در این فرآیند، ذرات با اندازه‌های میکرونی توسط جریان گاز گرم و فشرده، پس از عبور از یک نازل همگرا-واگرا با سرعت مافوق صوت به سمت زیرلایه شتاب داده شده و به سطح آن برخورد می‌کنند و باعث ایجاد پوششی بسیار متراکم با تغییر شکل پلاستیک شدید ذرات و اتصال متالورژیکی موضعی می‌شوند. دمای ذرات پودری در این فرایند به مراتب پایین‌تر از نقطه ذوبشان است [7,11]. تشکیل پوشش در روش پاشش سرد به سرعت برخورد ذرات پودر بستگی دارد. هر ماده‌ای دارای یک سرعت بحرانی است و ذراتی که به بالاتر از آن می‌رسند موجب تشکیل پوشش می‌شوند. اتصال ذرات در حین فرایند در اثر تغییر شکل پلاستیک شدید و پدیده ناپایداری برشی آدیاباتیک[1] در فصل مشترک‌ها است. این پدیده هنگامی رخ می‌دهد که سرعت برخورد ذرات از سرعت اتصال بیشتر باشد. پوشش متراکم زمانی تشکیل می‌شود که سرعت برخورد ذرات به مقدار قابل توجهی بالاتر از سرعت بحرانی باشد. در حالی‌که در سرعت‌های پایین‌تر، فرسایش زیرلایه و جدایش ذرات رخ می‌دهد. مقدار سرعت بحرانی بستگی به خواص زیرلایه و ذرات پاشش شده، شرایط ذرات قبل از برخورد (درجه حرارت، اندازه و وضعیت اکسید سطحی) دارد [13,12].

در این روش به دلیل دمای نسبتاً پایین فرایند، مشکلات مربوط به فرایندهای دما بالا مانند اکسیداسیون، اعوجاج، تنش باقی‌مانده کششی، تغییرات متالورژیکی و تبدیل فاز نامطلوب کاهش می‌یابد. بنابراین فرایند پاشش سرد برای زیرلایه‌هایی که حساس به گرما یا اکسیداسیون هستند بهتر از فرایند پاشش حرارتی است [7]. این خواص باعث می‌شود که پاشش سرد نه تنها یک تکنولوژی 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 از لحاظ اقتصادی به‌صرفه بوده و می‌توان آن را در یک مرکز تعمیرات یا به عنوان بخشی از تولید گنجانید [14,1].

برای بهبود عملکرد پوشش‌های ایجاد شده به روش پاشش سرد، ذرات تقویت کننده مانند ذرات سرامیکی یا فلزی سخت به پودر اولیه افزوده شده و پوشش‌های کامپوزیتی ایجاد می‌شوند. افزودن ذرات سخت به پودر فلزی باعث افزایش بازده پوشش‌دهی، افزایش سختی و کاهش تخلخل پوشش می‌شود که مقاومت به خوردگی پوشش‌های فلزی تحت تاثیر قرار می‌دهد [7]. تحقیقات مختلفی در زمینه پاشش سرد پودر $Al-Al_2O_3$ برای پوشش‌دهی و تعمیر آلیاژ Al-7075 صورت گرفته است. ایریسو و همکاران [15] پودر $Al-Al_2O_3$ را روی آلیاژ آلومینیوم 7075 توسط سیستم پاشش سرد کم فشار، نشاندند. آن‌ها از پودر آلومینیوم با دو اندازه متفاوت استفاده کردند و متوجه شدند که کسر حجمی رسیده به سرعت بحرانی برای پودر آلومینیوم درشت، کمتر از آلومینیوم ریز بود در نتیجه راندمان رسوب پایینی داشت. افزودن 75% ذره سرامیکی به پودر باعث حضور 26% از آن در داخل پوشش شد. افزودن ذره سرامیکی باعث افزایش استحکام چسبندگی شد. اتصال ضعیف بین Al و Al_2O_3 بهبود احتمالی مقاومت سایشی پوشش را محدود می‌کند. در پژوهش دیگری [16]، یک قطعه مربوط به هلی‌کوپتر از جنس آلومینیوم 7075 توسط مخلوط پودری آلومینیوم-آلومینا-روی به روش پاشش سرد تحت تعمیر قرار گرفت. سختی این پوشش‌ها با افزودن آلومینا و روی افزایش می‌یابد. وقتی که روی به پوشش اضافه می‌شود موجب تشدید خوردگی گالوانیکی می‌شود. هایمن و همکاران [2] از پاشش سرد پرفشار برای ایجاد پوشش آلومینیوم-آلومینا روی آلومینیوم 7075 استفاده کردند. این پوشش‌ها دارای میکروترک و تخلخل بودند.

با توجه به نیاز روز افزون به تعمیر قطعات آلومینیومی و نبود اطلاعات کافی در مورد خواص پوشش‌های $Al-Al_2O_3$ از یک طرف و نبود اطلاعات کافی در مورد برهمکنش ذرات تقویت‌کننده با زمینه فلزی از طرف دیگر، هدف از این پژوهش، ایجاد پوشش کامپوزیتی آلومینیوم – آلومینا با فرایند پاشش سرد و بررسی تاثیر افزودن درصدهای مختلف از ذرات Al_2O_3 بر سختی، تخلخل و ترک‌های موجود در پوشش $Al-Al_2O_3$ و همچنین بررسی اندازه دانه و میکروکرنش پوشش‌ها است. در این راستا، پاشش پودر $Al-Al_2O_3$ در سه ترکیب مختلف انجام شد. پوشش‌های حاصل از لحاظ ریزساختاری، ریزسختی و درصد تخلخل و فازی مورد ارزیابی قرار گرفتند.

2- مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از پودر آلومینیوم خالص تجاری با خلوص 99.6 درصد و پودر Al_2O_3 با اندازه دانه 45- میکرومتر استفاده شد. مورفولوژی پودرها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گرفت. توزیع اندازه دانه ذرات توسط آزمون تفرق لیزر مشخص شد. پودر آلومینیوم خالص و Al_2O_3 در سه ترکیب 25، 50 و 75 درصد وزنی آماده و به صورت مکانیکی مخلوط شدند. ورق Al-7075-T6 در ابعاد 50×20×3 میلی متر تهیه شده و به عنوان زیرلایه استفاده شد. ترکیب شیمیایی زیرلایه در جدول 1 نشان داده شده است. سطح زیرلایه‌ها با استفاده از ورق سنباده با شماره‌های 80 تا 400 سنباده زنی و سپس ماسه پاشی[2] شدند. ماسه پاشی زیرلایه‌ها با استفاده از ذرات آلومینا با مش 36، فشار هوای 6 بار و زاویه 45 درجه انجام شد. زیرلایه‌ها بعد از ماسه پاشی، به مدت 30 ثانیه در حمام اولتراسونیک استون قرار گرفته و تمیز شدند.

برای پوشش‌دهی نمونه‌ها از دستگاه پاشش سرد موجود در دانشگاه تربیت مدرس استفاده شد. در شکل 1 طرحواره‌ای از این دستگاه آورده شده است. قسمت‌های مختلف دستگاه شامل نازل همگرا-واگرا، گرمکن، منبع گاز، محفظه پیش‌گرم و منبع تغذیه پودر است. عملیات پاشش با استفاده از گاز نیتروژن در فشار 30 بار، دمای 300 درجه سانتی‌گراد و فاصله 20 میلی‌متر انجام شد.

[1] Adiabatic Shear Instability
[2] Sand Blast

جدول 1 ترکیب شیمیایی ورق آلومینیوم 7075 برحسب درصد وزنی

Table 1 Chemical composition of Al-7075 plate (in wt. %)

other	Cu	Mg	Zn	Al
< 1	1.2-2.0	1.5-2.6	5.1-6.1	**Bal**

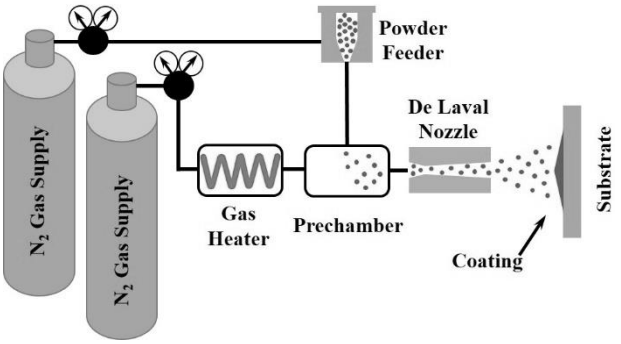


Fig. 1 Schematic of cold spray process

شکل 1 طرحواره‌ای از فرآیند پاشش سرد

در دستگاه مذکور نازل در حین فرایند ثابت است. با حرکت زیرلایه در مقابل نازل، پوشش یکنواخت روی سطح ایجاد شد. سرعت حرکت زیرلایه 10 میلی متر بر ثانیه انتخاب شد. فاصله گام بین خطوط پوشش‌دهی 1.5 میلی‌متر و پوشش‌دهی در سه لایه انجام شد. بعد از پوشش‌دهی نمونه‌ها، مقطع زنی و مانت سرد انجام شد. سنباده زنی و پرداخت‌کاری نمونه‌ها برای بررسی‌های متالوگرافی صورت گرفت. ساختار پوشش‌های حاصل با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گرفت. برای محاسبه مقدار تخلخل و همچنین مقدار ذرات تقویت‌کننده در پوشش‌های کامپوزیتی نیز 5 تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی در بزرگنمایی 500X گرفته شد و سپس اندازه-گیری تخلخل و فازهای موجود در پوشش‌ها با استفاده از نرم افزار آنالیز تصویری Clemex نسخه 3.5.025 انجام گرفت. با ضرب کردن درصد حجمی ذرات Al_2O_3 (محاسبه شده با استفاده از نرم افزار آنالیز تصویر) در چگالی آن ($3.99\ g/cm^3$)، مقادیر درصد وزنی ذرات محاسبه شد. سختی پوشش‌ها با استفاده از دستگاه ریزسختی‌سنجی و با نیروی 100 grf و زمان تاخیر 15 s اندازه‌گیری شد. پراش‌سنجی پرتو ایکس پودر آلومینیوم خالص، پودر Al_2O_3، پوشش آلومینیوم خالص و پوشش$Al\text{-}50Al_2O_3$ انجام شد. به همین منظور از دستگاه XRD مدل Rigaku Ultima IV با ولتاژ40 kV، جریان 40 mA، پرتو ایکس Cu kα و گام 0.02 درجه استفاده شد. الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌های مختلف توسط نرم افزارهایXpert High Score نسخه 3.0.5 و Origin نسخه 9.50.00 مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفت.

3- نتایج و بحث

3-1- مشخصه‌یابی پودر

شکل 2 نمودار توزیع اندزه ذرات و تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از پودر آلومینیوم خالص و Al_2O_3 مصرفی به اندازه زیر 45 میکرومتر را نشان می‌دهد. مطابق شکل 2 (a) ذرات پودر آلومینیوم دارای مورفولوژی کروی هستند. به دلیل برهمکنش بین ذرات پودر و جریان گاز، مورفولوژی ذرات پودر اثر قابل توجهی بر خواص نهایی پوشش دارد. به دلیل مساحت سطح یکنواخت ذرات پودر کروی، اثر جریان گاز روی این ذرات وابسته به جهت‌گیری آن‌ها نیست. در این شرایط ذرات با ابعاد یکسان تحت نیروی یکسانی قرار می‌گیرند، بنابراین سرعت نهایی آن‌ها یکسان خواهد بود. مورفولوژی کروی ذرات منجر به سرعت و تغییر شکل یکنواخت‌تر ذرات می‌شود. توزیع اندازه و اندازه ذرات پودر نیز تاثیر زیادی بر ویژگی‌های پوشش دارند. توزیع اندازه تعیین می‌کند که کدام بخش از ذرات پودر، توانایی رسیدن به سرعت بحرانی در حین پاشش را داشته و با سرعتی بالاتر از سرعت بحرانی به سطح زیرلایه برخورد کنند. این بخش از پودر در تشکیل پوشش شرکت خواهد کرد [17].

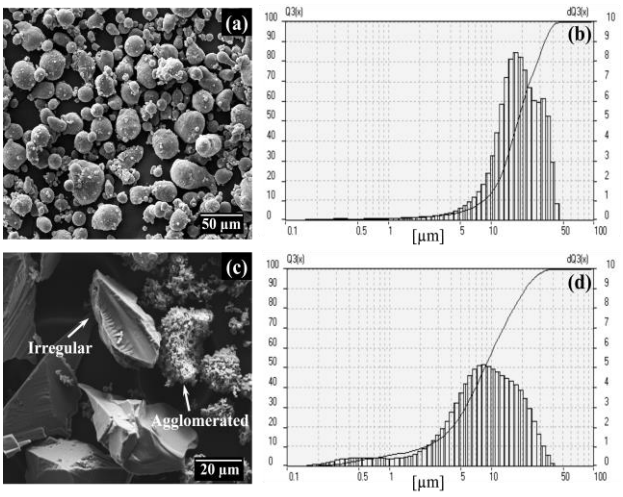


Fig. 2 (a) SEM image and (b) particle size distribution of pure Al powder, (c) SEM image and (d) particle size distribution of Al_2O_3 powder

شکل2 (a) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی و (b) نمودار توزیع اندازه ذرات پودر آلومینیوم خالص، (c) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی و (d) نمودار توزیع اندازه ذرات پودر اکسید آلومینیوم

همان‌طور که در شکل2 (c) مشاهده می‌شود مورفولوژی ذرات پودر Al_2O_3 به صورت گوشه‌دار هستند و برخی از آن‌ها حالت آگلومره‌ای از ذرات ریز دارند. در مورد ذرات سرامیکی، توزیع اندازه مناسب باعث توزیع یکنواخت آن در پوشش نهایی می‌شود و مورفولوژی آن نیز روی سرعت برخورد و همچنین مقدار پودر اتصال یافته به پوشش تاثیر می‌گذارد. همچنین به دلیل گیرافتادن ذرات گوشه‌دار در پوشش، درصد بالاتری از این ذرات در پوشش نهایی حفظ می‌شوند [18].

3-2- بررسی ریزساختار

شکل 3 تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از سطح مقطع پرداخت‌کاری شده پوشش‌های حاصل را نشان می‌دهد. به نظر می‌رسد همه پوشش‌های کامپوزیتی دارای اتصال خوبی در فصل مشترک با زیرلایه هستند اما ریزترکی در فصل مشترک پوشش آلومینیوم خالص با زیرلایه مشاهده می‌شود. افزودن ذرات Al_2O_3 باعث اعمال تغییر شکل پلاستیک مضاعف به ذرات نرم آلومینیومی شده و اتصال آن‌ها به یکدیگر و به زیرلایه را بهبود می‌بخشد. به همین خاطر افزودن ذرات Al_2O_3 باعث بهبود کیفیت اتصال پوشش به زیرلایه می‌شود. شکل 3 نشان می‌دهد که هر سه پوشش کامپوزیتی دارای توزیع نسبتاً همگنی از ذرات Al_2O_3 در زمینه آلومینیومی هستند. از طرف دیگر به نظر می‌رسد که با افزایش درصد ذرات Al_2O_3 ، اندازه آن‌ها ریزتر می‌شود. علت آن می‌تواند به خاطر برخورد ذرات سخت Al_2O_3 با یکدیگر و شکستن آن‌ها باشد [10]. با افزایش درصد ذرات Al_2O_3، احتمال برخورد آن‌ها با یکدیگر در طول

مسیر پاشش و هم‌چنین در حین برخورد به زیرلایه افزایش پیدا می‌کند و باعث ریزتر شدن اندازه ذرات آن می‌شود. از طرف دیگر شکستن ذرات Al_2O_3، ریزتر شدن و توزیع آن در زمینه آلومینیومی باعث توزیع یکنواخت‌تر این ذرات شده است. در پوشش ایجاد شده با استفاده از پودر Al-25wt.% Al_2O_3، میزان شکسته شدن ذرات Al_2O_3 به صورت جزئی است. این واقعیت به خاطر این است که کسر ذرات Al_2O_3 در پودر مذکور کمتر بوده و انرژی جنبشی ذرات Al_2O_3 برخوردی، باعث تغییر شکل پلاستیک ذرات نرم آلومینیومی می‌شود. اگرچه سرعت برخورد ذرات در هر سه پوشش کامپوزیتی یکسان است، اما با افزایش درصد ذرات Al_2O_3، برهمکنش بین آن‌ها افزایش پیداکرده و باعث شکستن، خرد شدن و کاهش اندازه آن‌ها می‌شود.

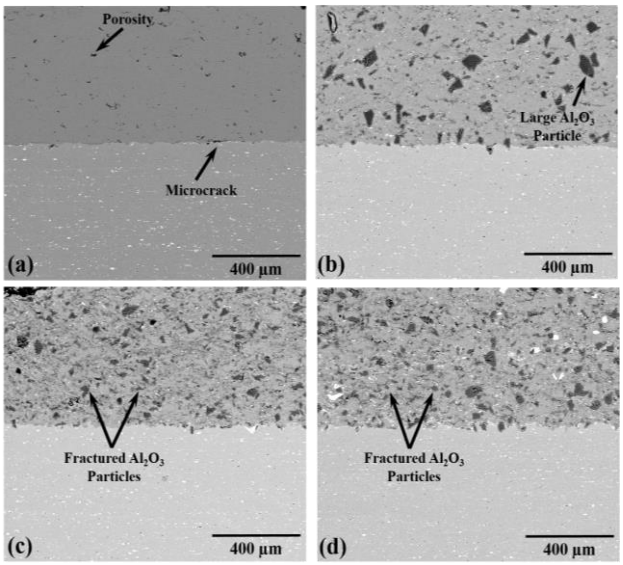


Fig.3 SEM micrographs of the coatings cross-sections: (a) Pure Al, (b) $Al\text{-}Al_2O_3$, (c) $Al\text{-}50Al_2O_3$ and (d) $Al\text{-}75Al_2O_3$.

شکل 3 تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از سطح مقطع پوشش‌های (a) آلومینیوم خالص، (b) $Al\text{-}25Al_2O_3$، (c) $Al\text{-}50Al_2O_3$ و (d) $Al\text{-}75Al_2O_3$

3-3 بررسی درصد تخلخل و ذرات تقویت‌کننده پوشش‌ها

نتایج حاصل از اندازه‌گیری درصد تخلخل پوشش‌ها و کسر ذرات Al_2O_3 موجود در پوشش در شکل 4 آورده شده است. کسر ذرات Al_2O_3 در پوشش‌های ایجاد شده از پودرهای با ترکیب 25، 50 و 75 درصد وزنی به ترتیب برابر با 18، 30 و 39 درصد وزنی محاسبه شد. نتایج نشان می‌دهد که درصد ذرات Al_2O_3 پوشش‌ها کمتر از مقدار آن در پودر اولیه است. ذرات Al_2O_3 به خاطر ماهیت سرامیکی خود در اثر برخورد روی زیرلایه دچار تغییر شکل پلاستیک نمی‌شوند و فقط برخی از آن‌ها به داخل زمینه نرم پوشش فرو می‌روند و ذراتی که اتصال مناسبی به سطح نداشته باشند، در ادامه فرایند از سطح جدا می‌شوند. بنابراین ذرات سخت Al_2O_3 داخل پوشش ممکن است کمتر از مقدار موجود در پودر اولیه باشد [10]. هم چنین برخورد ذرات Al_2O_3 با یکدیگر نیز ممکن است باعث جدایش و کاهش درصد آن در پوشش شود. در این شرایط ذرات سخت Al_2O_3 ممکن است به جای برخورد و فرو رفتن در زمینه نرم آلومینیومی، به ذرات سخت Al_2O_3 برخورد کرده و باعث خرد شدن و جدا شدن آن ذرات از پوشش شود. در نتیجه درصد ذرات تقویت‌کننده در پوشش نسبت به پودر اولیه کاهش می‌یابد.

تخلخل پوشش آلومینیوم خالص و پوشش‌های کامپوزیتی ایجاد شده با ترکیب پودر 25، 50 و 75 درصد وزنی به ترتیب برابر با 0.45، 0.70، 1.1 و 1.9 درصد محاسبه شد. افزایش درصد ذرات Al_2O_3 باعث افزایش تخلخل شده است. گزارش شده است که افزایش کسر ذرات سرامیکی و برخورد آن با زمینه نرم آلومینیومی باعث تغییر شکل پلاستیک مضاعف ذرات نرم پوشش شده و باعث افت تخلخل می‌شود [16]. به نظر می‌رسد که در پوشش‌های کامپوزیتی حاصل نیز این اتفاق رخ می‌دهد و با افزایش درصد ذرات Al_2O_3 و اثر چکش‌کاری ناشی از آن‌ها، تغییر شکل پلاستیک بیشتری به ذرات آلومینیومی اعمال شده و میزان تخلخل زمینه پوشش کاهش پیدا می‌کند. در عین حال افزایش تخلخل نشان داده شده در نمودار به علت وجود تخلخل در خود ذرات Al_2O_3 و شکستن و خرد شدن این ذرات است. هم چنین در بعضی مناطق عدم چسبندگی مناسب ذرات Al_2O_3 با زمینه نرم آلومینیومی باعث به وجود آمدن تخلخل در فصل مشترک تماس بین آن دو می‌شود. تاثیر عوامل بیان شده با افزایش درصد ذرات Al_2O_3 ، افزایش می‌یابد و بنابراین درصد تخلخل نهایی پوشش‌ها، بیشتر می‌شود.

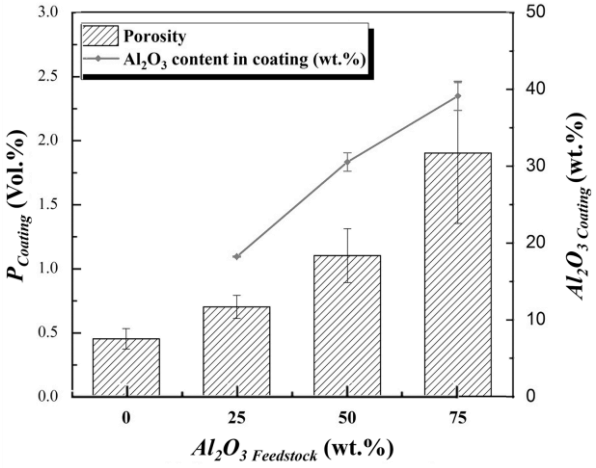


Fig. 4 coatings porosity and weight percent of Al_2O_3 in the coating as a function of Al_2O_3 in the feedstock

شکل 4 نمودار تخلخل و درصد وزنی فاز تقویت‌کننده پوشش‌ها برای مقادیر مختلف ذرات Al_2O_3 در مخلوط پودر اولیه

4-3 سختی پوشش‌ها

نتایج حاصل از ریزسختی پوشش‌های حاصل در شکل 5 آورده شده است. مقادیر سختی پوشش حاصل از آلومینیوم خالص برابر با 56 ویکرز به دست آمد. با افزایش درصد Al_2O_3 سختی پوشش‌ها به ترتیب به مقدار 66، 81 و 104 ویکرز رسید. با افزایش کسر ذرات Al_2O_3 در پودر اولیه سختی پوشش‌ها نیز افزایش یافت. این افزایش سختی به علت حضور ذرات سخت Al_2O_3 و ریزدانه شدن ساختار میکروسکوپی پوشش است [20,19]. از سوی دیگر برخورد ذرات آلومینیوم نرم به زیرلایه باعث تغییر شکل پلاستیک شدید، بالا رفتن تجمع نابجایی‌ها و کارسختی بالای این ذرات می‌شود. هم چنین برخورد ذرات سخت Al_2O_3 روی این ذرات تغییر شکل یافته، باعث اعمال تغییر شکل پلاستیک بیشتر و افزایش کارسختی در آن‌ها می‌شود [10].

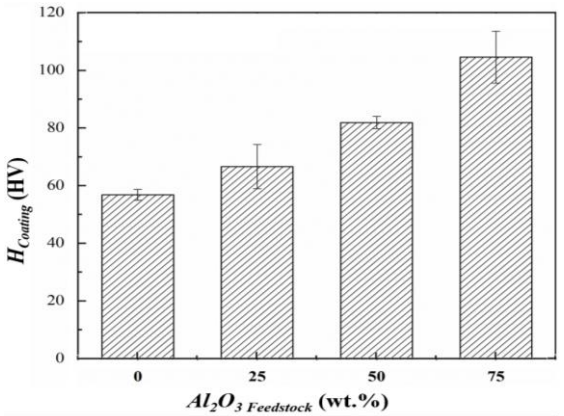


Fig. 5 The effect of Al_2O_3 content on the coatings microhardness

شکل 5 اثر مقادیر مختلف فاز تقویت‌کننده Al_2O_3 بر ریزسختی پوشش‌ها

این عوامل در مجموع باعث بالا رفتن سختی نهایی پوشش‌های کامپوزیتی می‌شود. برخورد ذرات پودر با سرعت بسیار بالا به سطح زیرلایه منجر به تغییر شکل پلاستیک قابل توجهی در آن ذرات می‌شود. این تغییر شکل پلاستیک بالا منجر به افزایش چگالی عیوب کریستالی از جمله نابجایی‌ها می‌شود. افزایش عیوب کریستالی منجر به افزایش انرژی سیستم می‌شود. بنابراین برای کاهش انرژی سیستم و رسیدن به تعادل، نابجایی‌ها آرایش مجدد یافته و دانه‌هایی با اندازه کوچکتر تشکیل می‌شوند [21]. این ریزدانه شدن ساختار نیز باعث افزایش سختی پوشش می‌شود.

5-3- شناسائی فازی

الگوهای حاصل از آزمون پراش پرتو ایکس نمونه‌های پودری آلومینیوم خالص و Al_2O_3 و همچنین پوشش آلومینیوم خالص بهینه و کامپوزیتی $Al\text{-}50Al_2O_3$ در شکل 6 آورده شده است. این الگوهای پراش با استفاده از نرم افزار X´Pert High Score مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفته و شناسایی فازی انجام شد. شکل 6 (a) الگوی پراش پودر آلومینیوم خالص را نشان می‌دهد که از تکفاز آلومینیوم تشکیل شده است و هیچ ناخالصی یا فاز دیگری ندارد. شکل6 (b) مربوط به الگوی پراش پودر Al_2O_3 است. فاز غالب شناسایی شده از این الگو فاز آلومینای کوراندوم با ساختار رومبوهدرال است. برای ساده سازی از شناسایی فازهای دیگر که پیک‌های ضعیفی داشتند، صرف نظر شد. شکل 6 (c) و (d) به ترتیب نشان‌دهنده الگوی مربوط به پراش پوشش آلومینیوم خالص و پوشش کامپوزیتی $Al\text{-}50Al_2O_3$ است. این الگوها نیز فقط پیک‌های مربوط به فازهای شناسایی شده در پودرهای اولیه را نشان می‌دهند که عدم اکسیداسیون و تبدیل فازی در فرآیند پاشش سرد را دلالت می‌کنند.

ذرات پودر آلومینیوم در اثر برخورد به سطح زیرلایه دچار کرنش پلاستیک شدیدی شده و ریزدانه می‌شوند. از طرف دیگر ذرات Al_2O_3 نیز در طول فرآیند پاشش به علت برهمکنش با یکدیگر و همچنین برخورد به سطح زیرلایه، ریزدانه می‌شوند. این عوامل در نهایت باعث پهن‌تر شدن پیک‌های مربوط به آلومینیوم و Al_2O_3 در الگوی پراش پوشش کامپوزیتی می‌شوند. مقایسه شدت پیک‌ها نشان می‌دهد که پوشش‌های حاصل از پاشش سرد، شدت پیک کمتری نسبت به پودرهای اولیه دارند که می‌تواند به دلیل اعوجاج شبکه بلوری ناشی از تغییر شکل پلاستیک شدید ذرات تشکیل دهنده پوشش و در نتیجه نامنظم شدن ساختار بلوری باشد. ساختارهای بلوری نامنظم دارای شدت پیک ضعیف‌تری هستند. کاهش ارتفاع و همچنین افزایش پهنای پیک در الگوی پراش به معنای افزایش عیوب کریستالی ماده است [23, 22].

برای کمی سازی میزان ریزدانه شدن و میکروکرنش ایجاد شده در ذرات آلومینیوم و Al_2O_3 در اثر فرآیند پاشش سرد از رابطه ویلیامسون-هال استفاده شد که به صورت رابطه 1 است.

$$\beta \mathrm{Cos}(\theta) = 2\varepsilon \mathrm{Sin}(\theta) + \frac{0.9\lambda}{D} \qquad (1)$$

در این رابطه، β پهنای پیک پراش در نیمه ارتفاع آن، θ نصف زاویه پراش (زاویه پراش برابر با 2θ است)، λ طول موج پرتو ایکس لامپ مسی مورد استفاده Cu kα برابر با 0.15406 nm، D اندازه کریستالیت و ε متوسط میکروکرنش موجود در شبکه بلوری ماده پراش داده است [25,24]. همان طورکه از معادله مشخص است اگر داده‌های مربوط به $\beta\mathrm{Cos}(\theta)$ بر حسب $2\mathrm{Sin}(\theta)$ برای چندین پیک پراش با زوایای مختلف رسم شود، بایستی بر روی یک خط راست واقع شوند. از روی شیب این خط می‌توان میکروکرنش و از روی عرض از مبداء آن می‌توان اندازه کریستالیت را تعیین کرد [25]. چنین خطی به نمودار ویلیامسون-هال موسوم است. نمودار ویلیامسون-هال برای نمونه‌های مختلف رسم شد (شکل 7).

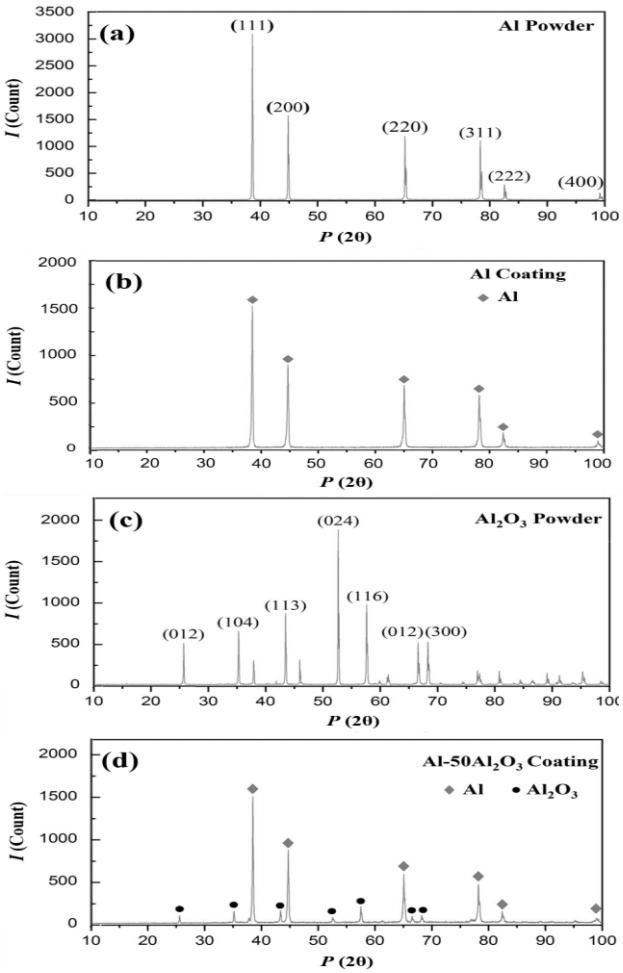


Fig. 6 The XRD patterns of (a) pure Al powder, (b) pure Al coating, (c) Al_2O_3 powder and (d) $Al\text{-}50Al_2O_3$ composite coating

شکل 6 الگوهای پراش پرتو ایکس از نمونه‌های (a) پودر آلومینیوم خالص، (b) پوشش آلومینیوم خالص ، (c) پودر Al_2O_3 خالص و (d) پوشش کامپوزیتی $Al\text{-}50Al_2O_3$

نتایج مربوط به میکرو کرنش و اندازه کریستالیت در نمونه‌های مختلف در جدول 2 گزارش شده است. مطابق جدول 2، اندازه کریستالیت آلومینیوم در

اثر پاشش سرد از 115 به 77 نانومتر کاهش و میکروکرنش از 0.04 به 0.19 درصد افزایش می‌یابد. علت این امر تغییر شکل پلاستیک شدید ذرات و افزایش چگالی نابجایی‌ها درون دانه‌های آلومینیوم است. افزودن ذرات Al_2O_3 به پوشش باعث کاهش بیشتری در اندازه کریستالیت و افزایش میکروکرنش آلومینیوم می‌شود. ذرات Al_2O_3 در اثر برخورد به سطح پوشش به خاطر سختی بالایی که دارند باعث اعمال تغییر شکل پلاستیک بیشتری به ذرات آلومینیوم شده و در نهایت موجب ریزدانه شدن آن می‌شوند. از طرف دیگر ذرات Al_2O_3 نیز در طول فرآیند پاشش به علت تعامل با یکدیگر و همچنین برخورد به سطح زیرلایه، ریزدانه شده و اندازه کریستالیت آن از 99 به 81 نانومتر کاهش می‌یابد و میکروکرنش آن از 0.05 به 0.09 درصد می‌رسد.

جدول 2 مقادیر میکروکرنش و اندازه کریستالیت نمونه‌های مختلف حاصل از نمودار ویلیامسون-هال

Table 2 The microstrain values and crystallite sizes of different samples obtained from Williamson-Hall plots

نمونه	میکروکرنش (٪)	اندازه کریستالیت (nm)
پودر آلومینیوم خالص	0.04	115
پودر Al_2O_3	0.05	99
پوشش آلومینوم خالص	0.19	77
آلومینیوم حاضر در پوشش $Al\text{-}50Al_2O_3$	0.23	69
Al_2O_3 حاضر در پوشش $Al\text{-}50Al_2O_3$	0.09	81

4- نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر، پوشش‌های کامپوزیتی $Al\text{-}Al_2O_3$ با استفاده از سه ترکیب پودری با درصد وزنی 25، 50 و 75 به روش پاشش سرد روی ورق Al-7075-T6 ایجاد شدند. خلاصه نتایج به شرح زیر است.

- همه پوشش‌های کامپوزیتی دارای اتصال خوبی در فصل مشترک با زیرلایه در مقایسه با پوشش آلومینیوم خالص هستند. افزودن ذرات Al_2O_3 باعث اعمال تغییر شکل پلاستیک مضاعف به ذرات نرم آلومینیومی شده و کیفیت اتصال در پوشش‌های کامپوزیتی را بهبود می‌بخشد.
- درصد ذرات Al_2O_3 در پوشش‌ها کمتر از مقدار آن در پودر اولیه است. ذرات Al_2O_3 دچار تغییر شکل پلاستیک نشده و فقط برخی از آن‌ها به داخل زمینه نرم پوشش فرو می‌روند. ذراتی که اتصال مناسبی با زیرلایه پیدا نکنند، در ادامه فرایند از سطح جدا می‌شوند. همچنین با افزایش درصد وزنی ذرات تقویت کننده در مخلوط اولیه، به علت برخورد آنها با یکدیگر، اندازه آن‌ها در پوشش کاهش می‌یابد.
- با افزایش درصد ذرات Al_2O_3 و افزایش اثر چکش‌کاری ناشی از آن‌ها، میزان تخلخل در زمینه آلومینیومی نرم پوشش کاهش پیدا می‌کند. در حالی که به علت تشکیل ترک در ذرات Al_2O_3 و شکستن و خرد شدن آن‌ها، تخلخل در نواحی اطراف و داخل این ذرات ایجاد می‌شود. حضور این تخلخل‌ها، درصد تخلخل نهایی پوشش را افزایش می‌دهد.

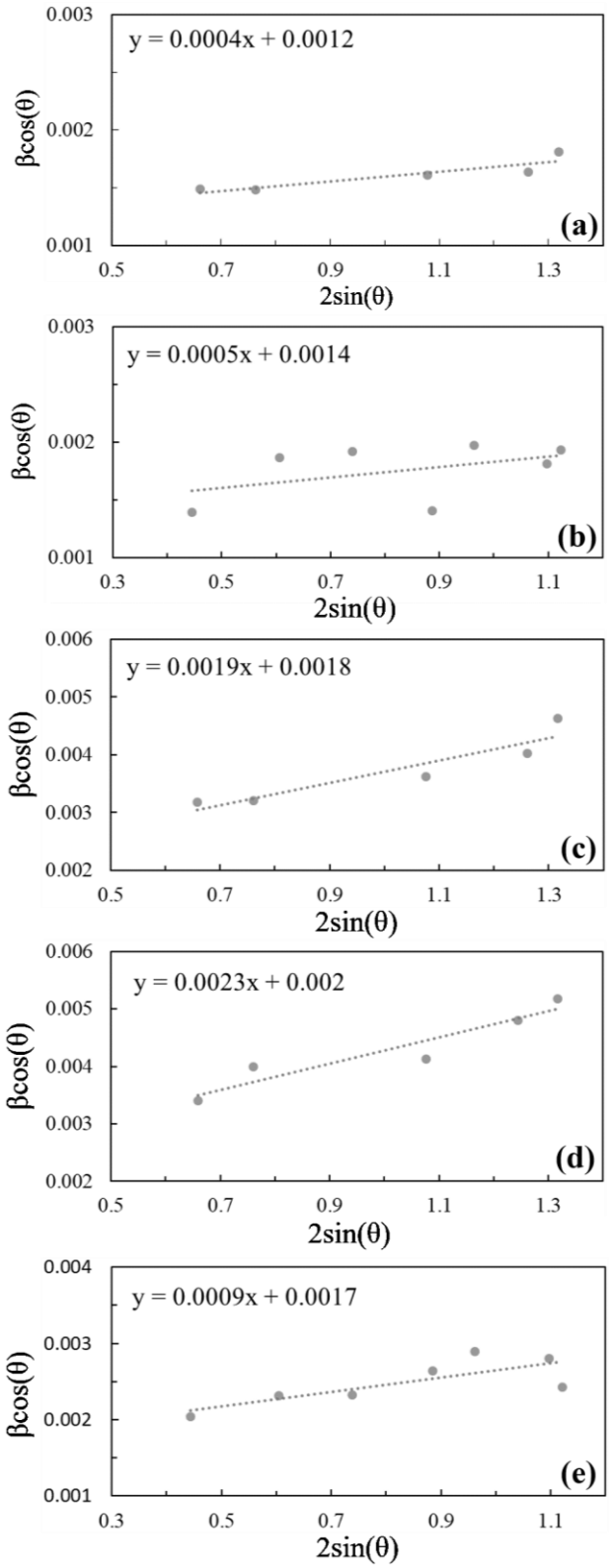


Fig. 7 Williamson–Hall plot for (a) pure Aluminum powder, (b) pure Al_2O_3 powder, (c) pure Aluminum coating, (d) Aluminum in $Al\text{-}50Al_2O_3$ coating and (e) Al_2O_3 in $Al\text{-}50Al_2O_3$ coating

شکل 7 نمودار ویلیامسون-هال برای نمونه‌های (a) پودر آلومینیوم خالص، (b) پودر Al_2O_3 ، (c) پوشش آلومینیوم خالص، (d) آلومینیوم حاضر در پوشش کامپوزیتی $Al\text{-}50Al_2O_3$ و (e) Al_2O_3 حاضر در پوشش کامپوزیتی $Al\text{-}50Al_2O_3$

- افزایش درصد ذرات Al_2O_3 در پودر اولیه باعث افزایش تعداد برخورد ذرات سخت به زمینه نرم آلومینیومی پوشش و بالا رفتن کارسختی آن می‌شود. همچنین حضور ذرات سخت Al_2O_3 و ریزدانه شدن ساختار پوشش باعث بالا رفتن سختی نهایی پوشش‌ها می‌شود.
- الگوهای حاصل از آزمون پراش پرتو ایکس نمونه‌های پودر و پوشش‌های حاصل از آن، فازهای یکسانی را نشان می‌دهند که بیانگر عدم اکسیداسیون و تغییر فاز در فرآیند پاشش سرد است. نمودار ویلیامسون-هال رسم شده از الگوی پراش نمونه‌ها نشان دهنده ریزدانه شدن مواد و افزایش میکروکرنش در ساختار بلوری آن‌ها در اثر پاشش سرد است.

5- مراجع

[1] 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.

[2] Heimann, R. B. Kleiman, J. I. Litovsky, E. Marx, S. Ng, R. petrov, S. Shagalov, M. Sodhi, R. N. S. and Tang, A., "High-Pressure Cold Gas Dynamic (CGD)-Sprayed Alumina-Reinforced Aluminum Coatings for Potential Application as Space Construction Material", Surface & Coatings Technology, Vol. 252, pp. 113–119, 2014.

[3] Katsas, S. Nikolaou, J. and Papadimitriou, G., "Microstructural Changes Accompanying Repair Welding in 5xxx Aluminium Alloys and Their Effect on the Mechanical Properties", Material and Design, Vol. 27, No. 10 pp. 968-975, 2006.

[4] Ignata, S. Sallamand, P. Greveyb, D. and Lambertina, M., "Magnesium Alloys Laser (Nd:YAG) Cladding and Alloying with Side Injection of Aluminium Powder", Applied Surface Science, Vol. 225, No. 1-4, pp. 124-134, 2004.

[5] Shankar, K. and Wu, W., "Effect of Welding and Weld Repair on Crack Propagation Behaviour in Aluminum Alloy 5083 Plates", Material and Design, Vol. 23, No. 2, pp. 201-208, 2002.

[6] Paul, S. Lu, Q. and Harvey, M. D. F., "Mitigating Localized Corrosion Using Thermally Sprayed Aluminum (TSA) Coatings on Welded 25% Cr Superduplex Stainless Steel", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 24 , No. 4, pp. 629–636, 2015.

[7] Cong, D. Li, He, Z. Q. Chen, H. Zhao, Z. Zhang, L. and Wu, H., "Wear Behavior of Corroded Al-Al2O3 Composite Coatings Prepared by Cold pray", Surface & Coatings Technology, Vol. 326, pp. 247-254, 2017.

[8] Sahranejad, N. Sarpoolaki, H. Rezaei, H. R and Kaviani, S., "Study Important Factors for Production and Properties of Al-Al2O3 Composite", In Persian, Journal of Iranian Ceramic Society, Vol. 18, pp. 35-43, 2009.

[9] Tayyebi, M. Rahmatabadi, D. and Hashemi, R., "Review of Mechanical and Microstructural Properties of Aluminum Matrix Composites Reinforced with Ceramic Particles Produced by SPD Processes", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 5, No. 4, pp. 583-594, 2019.

[10] 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 & Coatings Technology, Vol. 318, pp. 62-71, 2017.

[11] Winnicki1, M. Baszczuk, A. Jasiorski, M. and Małachowska1, A., "Corrosion Resistance of Copper Coatings Deposited by Cold Spraying", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 26, No. 8, pp. 1935–1946, 2017.

[12] Triantou, K. I. Pantelis, D. I. Guipont, V. I. and Jeandin, M., "Microstructure and Tribological Behavior of Copper and Composite Copper+Alumina Cold Sprayed Coatings for Various Alumina Contents", Wear, Vol. 336-337, pp. 96–107, 2015.

[13] Alishir, F. Nekoumanesh, H. and Assadi, H., "DSC Analysis of Cold-Sprayed Copper Coatings", In Persian, Iranian Journal of Surface Science and Engineering, Vol. 10, No. 22, pp. 35-40, 2014.

[14] 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.

[15] Irissou, E. Legoux, J.G. Arsenault, B. and Moreau, Ch., "Investigation of Al-Al_2O_3 Cold Spray Coating Formation and Properties", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 16, No. 5-6, pp. 661–668, 2007.

[16] Leyman, P. F. and Champagne, V. K., "Cold Spray Process Development for the Reclamation of the Apache Helicopter Mast Support", ARL–TR–4922, 2009.

[17] Sharma, M. M. Eden, T. J. and Golesich, B. T., "Effect of Surface Preparation on the Microstructure, Adhesion, and Tensile Properties of Cold-Sprayed Aluminum Coatings on AA2024 Substrates", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 24, No. 3, pp. 410–422, 2015.

[18] Leger, P. E. Sennour, M. Delloro, F. Borit, F. Debray, A. Gaslain, F. Jeandin, M. and Ducos, M., "Multiscale Experimental and Numerical Approach to the Powder Particle Shape Effect on Al-Al2O3 Coating Build-Up", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 26, No. 7, pp. 1445–1460, 2017.

[19] Ahmadifard, S. Shahin, N. Kazemi, S. Heidarpour, A. and Shirazi, A., "Fabrication of A5083/SiC Surface Composite by Friction Stir Processing and its Characterization", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 2, No. 4, pp. 31-36, 2016.

[20] Nikbakht, Sh. Eftekhari, M. Faraji, Gh., "Study of Microstructure and Mechanical Properties of Pure Commercial Titanium via Combination of Equal Channel Angular Pressing and Extrusion", In Persian, Modares Mechanical Engineering, Vol. 17, No. 1, pp. 453-461, 2017.

[21] Bemanifar, S. Rajabi, M. and Hoseinipoor, S. J., "Effect of Milling Time on Microstructural Characteristics of Mg-20 %vol SiC Composite Produced by Mechanical Milling", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 4, No. 2, pp. 135-140, 2017.

[22] Cullity, B. D., "Elements of X-Ray Diffraction", second Edition, Addison-Wesley Publishing Company Inc., Phillippines. 1978.

[23] Rezaei, M. R. Razavi, S. H. and Shabestari, S. G., "Study of Strengthening Mechanisms in an Al-Cu-Ti Metallic Glass Reinforced Al Matrix Composite Consolidated by ECAP Process", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 4, No. 2, pp. 171-178, 2017.

[24] Williamson G. K. and Hall, W. H., "X-Ray Line Broadening from Filed Aluminum and Wolfram", Acta Metallurgica, Vol. 1, No. 1, pp. 22–33, 1953.

[25] Tabesh, A. Ebrahimi, Gh. and Ezatpour, H.R., "The Investigation and Comparison of Mechanical Propertise and Microstructure Al/CNT and Al/CNT/Al2O3 Copmosites Produced yy Mixed Accumulative Roll Bounding", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 4, No. 4, pp. 464-470, 2018.

جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 481-490

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیـــت**

http://jstc.iust.ac.ir

ساخت، مشخصه‌یابی و ارزیابی زیستی داربست کامپوزیتی سدیم آلژینات- فلوئورهیدروکسی آپاتیت به منظور کاربرد در مهندسی بافت استخوان

محمد سلطانی[1]، مردعلی یوسف‌پور[2*]، زهرا طاهریان[3]

1- دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی مواد، دانشگاه سمنان، سمنان

2- دانشیار، مهندسی مواد، دانشگاه سمنان، سمنان

3- دکترا، مهندسی مواد، دانشگاه سمنان، سمنان

* سمنان، صندوق پستی 35131-19111، myousefpor@semnan.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/9/12

پذیرش: 97/12/23

کلیدواژگان:

کامپوزیت

هیدروکسی آپاتیت

فلوئورهیدروکسی آپاتیت

آلژینات

چکیده

هیدروکسی آپاتیت به دلیل زیست سازگاری و داشتن ترکیب شیمیایی مشابه ماتریس معدنی استخوان، به عنوان ماده جایگزین استخوان مورد توجه قرار گرفته است. علی‌رغم برخورداری هیدروکسی آپاتیت از خواص زیستی مناسب، این ماده از خواص مکانیکی ضعیفی برخوردار است. فلوئورهیدروکسی آپاتیت به علت دارا بودن پایداری حرارتی بالاتر نسبت به هیدروکسی آپاتیت، خواص مکانیکی بهتری دارد و ترکیب آن با آلژینات به صورت داربست کامپوزیتی، ضمن بهبود خواص بیولوژیکی می‌تواند آن را به جایگزینی مناسب برای هیدروکسی آپاتیت تبدیل کند. در این پژوهش فلوئورهیدروکسی آپاتیت با استفاده از روش هم رسوبی تهیه شد و سپس کامپوزیت‌های آلژینات- فلوئورهیدروکسی آپاتیت با 40، 50 و 60 درصد وزنی فلوئورهیدروکسی آپاتیت به روش خشکایش انجمادی ساخته شدند. به منظور مشخصه‌یابی داربست‌های ساخته شده آزمون‌های میزان سمیت سلولی با روش غیر مستقیم (MTT)، آلکالین فسفاتاز (ALP)، طیف‌سنجی فوریه فروسرخ (FTIR)، پراش پرتو ایکس (XRD)، طیف نگاری فلوئورسانس اشعه ایکس (XRF)، آنالیز حرارتی (DSC-TG) و آزمون‌های فشاری استفاده شدند. ریخت شناسی سطحی و همچنین نحوه اتصال و رشد سلول‌های استخوانی روی سطح داربست، با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) بررسی شد. تجزیه تحلیل داده‌ها با استفاده از آنوا یک طرفه انجام گرفت. نتایج نشان داد که داربست کامپوزیتی سدیم آلژینات- 60٪ فلوئورهیدروکسی آپاتیت در مقایسه با دو داربست دیگر از نظر خواص بیولوژیکی و مکانیکی دارای شرایط مناسب و بهینه می‌باشد.

Preparation, characterization and biological investigation of Sodium Alginate/ Flourohydroxyapatite composite scaffold for bone tissue engineering application

Mohammad Soltani, Mardali Yousefpour*, Zahra Taherian

Department of Material Engineering, Semnan University, Semnan, Iran
*P.O.B. 35131-19111, Semnan, Iran, myousefpor@semnan.ac.ir

Keywords

Composite
Hydroxyapatit
Flourohydroxyapatite
Alginate

Abstract

Hydroxyapatite has been studied intensively as an alternative to bone due to its biocompatibility and the chemical composition of the bone mineral matrix. Despite the good biological properties of hydroxyapatite, this material has poor mechanical properties. Flourhydroxyapatite due to its higher thermal stability than hydroxyapatite has better mechanical properties and its combination with with alginate as an composite scaffold, while improving its biological properties, can be used as a substitute for hydroxyapatite. In this study, flourohydroxyapatite was prepared using a co-precipitation method, and then Alginate- Flourohydroxyapatite composites with 40, 50 and 60 wt% flourohydroxyapatite were synthesized by freeze-drying technique. In order to characterize the scaffolds, MTT, ALP, FTIR, XRD, XRF, TG/DSC and compressive tests were used. Surface morphology, as well as the connection and growth of bone cells on the scaffold surface, were studied using SEM. Data analysis were performed using one-way ANOVA. The results showed that Alginate-60wt% flourhydroxyapatite composite scaffold has suitable and optimal conditions for bio-mechanical and biologiical properties in comparison with two other scaffolds that prepared in this study.

1-مقدمه

مهندسی بافت علمی میان رشته‌ای است که با بکارگیری قوانین مهندسی و علوم بیولوژی، رویکردی نوین جهت ترمیم بافت‌های طبیعی بدن، ارائه می‌دهد [2,1]. درمهندسی بافت وجود داربست زیست تقلیدی مناسب، برای بقای سلول‌ها ضروری است. داربست‌ها باید ریز محیط طبیعی اطراف سلول‌ها را محیا

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Soltani, M. Yousefpour, M. and Taherian, Z., "Preparation, characterization and biological investigation of Sodium Alginate/ Flourohydroxyapatite composite scaffold for bone tissue engineering application ", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 3, pp. 481-490, 2019.

کنند و از چسبندگی سلولی، لنگراندازی، تکثیر و مهاجرت سلول‌ها حمایت به عمل آورند [4,3].

به منظور بازسازی بافتی خاص، داربستی مخصوص با خواص بیومکانیکی، بیوشیمیایی و بیولوژیکی مناسب نیاز است، که این به علت تفاوت بین انواع مختلف سلولی در بافت‌های گوناگون و ریز محیط طبیعی آن‌ها در بدن است [5-7]. به علاوه داشتن یک ساختار متخلخل همراه با یک شبکه حفرات به هم پیوسته برای مهاجرت سلول‌ها و انتقال مواد غذایی و دفع متابولیکی مورد نیاز است [9,8].

روش‌های متداول ساخت داربست‌های مهندسی بافت شامل ریخته‌گری حلال- انحلال ذره، جدایش فازی، فوم سازی با گاز، خشکایش انجمادی، قالبگیری فشاری و غیره می‌باشد[10]. مزیت روش خشکایش انجمادی، کنترل درصد تخلخل و مستقل بودن اندازه و شکل حفرات از درصد تخلخل می‌باشد در حالی که در روش ریخته‌گری حلال نشت ذرات، ارتباط داخلی کم بین حفرات نسبت به دیگر روش‌ها، از محدودیت‌های این روش به حساب می‌آید[11,10].

خواص مکانیکی داربست باید متناسب با خواص مکانیکی بافت مورد نظر در محل لانه گزینی باشد. به گونه‌ای که سلول‌ها را در برابر نیروهای فشاری و کششی مخرب محافظت نماید تا سلول‌ها بتوانند تحت شرایط فیزیولوژیکی بدن زنده بمانند و عملکرد مناسبی داشته باشند [13,12]. تولید داربست با خواص مکانیکی کافی یکی از چالش‌های بزرگ در بازسازی انواع بافت‌ها به ویژه استخوان یا غضروف است. داربست کاشته شده باید یکپارچگی مکانیکی کافی برای عملکرد مناسب، از زمان کاشت تا تکمیل فرایند بازسازی را دارا باشد [19,18].

استفاده از هیدروکسی آپاتیت به عنوان یک ماده زیست فعال از خانواده سرامیک‌های فسفات کلسیم و به خاطر شباهت نزدیک ترکیب شیمیایی آن به جزء معدنی و اصلی تشکیل دهنده استخوان طبیعی و دندان، در سال‌های اخیر در ساخت کاشتنی‌های مورد استفاده در ارتوپدی یا دندانپزشکی کاربرد فراوان پیدا کرده است [20] با وجود این، استفاده از این ماده در داربست‌های مهندسی بافت استخوان به شکل مستقل محدود شده است زیرا این زیست سرامیک استحکام کششی ضعیفی دارد [21].

جایگزینی گروه هیدروکسیل در ساختار هیدروکسی آپاتیت با یون‌های مختلف مانند مس، منیزیوم، کبالت، روی و نقره انجام می‌گیرد [23 ,22]، که در این میان فلوئور منجربه شکل‌گیری و تشکیل زیست سرامیک جدید با عنوان فلوئورآپاتیت می‌شود که نسبت به پودر هیدروکسی آپاتیت خالص در محیط بیولوژیکی، مزایایی چون تشکیل سریع‌تر آپاتیت، جذب بهتر پروتئین و سلول‌های استخوان ساز بر روی سطح و نرخ انحلال کمتر دارد [24]. علاوه بر این، فلوئورآپاتیت پایداری شیمیایی وساختاری بیشتری نسبت به هیدروکسی آپاتیت دارد [25].

در برابر زیست سرامیک‌ها، زیست پلیمرها مطرح می‌شوند که انواع زیست سازگار آن‌ها انعطاف‌پذیر هستند و به آسانی تغییر شکل می‌دهند. از معروف‌ترین و پرکاربردترین پلیمرهای زیست تخریب پذیر و زیست سازگار در مهندسی بافت و سیستم‌های رهایش دارو کیتوسان، کلاژن، سدیم آلجینات و کوپلیمر پلی لاکتیک کو گلایکولیک اسید می‌باشند. در میان این مواد آلژینات که یک بیوپلیمر طبیعی است، به طور عمده از جلبک قهوه‌ای و به میزان کمتر از باکتری‌ها استخراج می‌شود [26]. آلژینات به دلیل برخورداری از توانایی ذاتی در ایجاد فیبرها، کامپوزیت‌ها و ژل‌های الاستیک مورد توجه قرار گرفته است. علاوه بر این، ژل‌های آلژیناتی قادر به ایجاد محیطی مناسب برای حفظ زنده‌مانی سلول‌های بنیادی مغز استخوان می‌باشند [28 ,27]. با این حال، از مهمترین عیوب مرتبط با آلژینات، عدم برهمکنش مناسب سلول‌ها بر روی آلژینات و خواص مکانیکی ضعیف می‌باشد که کاربرد آن را در ساخت داربست محدود می‌کند [29].

در این مطالعه داربست‌های کامپوزیتی پلیمر- سرامیکی، از سدیم آلژینات و ذرات فلوئورهیدروکسی آپاتیت با استفاده از روش خشکایش انجمادی آماده شدند. به این منظور ابتدا محلول سدیم آلژینات برای ایجاد تخلخل‌های مورد نیاز تهیه شد و سپس پودر فلوئورهیدروکسی آپاتیت (40، 50 و 60 درصد وزنی) به منظور بهبود خواص مکانیکی و زیست سازگاری به محلول پلیمری اضافه شد. سپس تاثیر نسبت‌های مختلف فلوئورهیدروکسی آپاتیت بر مورفولوژی و فعالیت بیولوژیکی داربست‌ها بررسی و مقایسه گردید. هدف از این تحقیق ساخت و توسعه داربستی زیست فعال و مناسب برای کاربردهای مهندسی بافت استخوان می‌باشد.

2- فعالیت‌های تجربی

2-1- مواد اولیه

برای تهیه پودر فلوئورهیدروکسی آپاتیت به روش هم‌رسوبی و ساخت داربست‌های کامپوزیتی سدیم آلژینات- فلوئورهیدروکسی آپاتیت به روش خشکایش انجمادی، مواد اولیه پنتا اکسید فسفر[1]، اسید هگزا فلوئور فسفریک[2]، کلسیم نیترات تتراهیدرات[3]، آمونیاک، کلرید کلسیم، فسفات بافر سالین[4] و سدیم آلژینات بیولوژیک از شرکت مرک[5] آلمان و مواد مورد نیاز برای کشت سلولی از شرکت سیگما[6] آمریکا خریداری شدند.

2-2- تهیه پودر فلوئورهیدروکسی آپاتیت

در این مطالعه به منظور تهیه پودر فلوئورهیدروکسی آپاتیت از روش هم‌رسوبی استفاده شد. به این صورت که ابتدا پودرهای پنتا اکسید فسفر و اسید هگزا فلوئور فسفریک با نسبت مولی 3 به 1 در 250 ml آب مقطر حل شدند. سپس میزان اسیدیته محلول فسفاتی با استفاده از آمونیاک به 12 رسید. در ادامه محلول فسفاتی به صورت قطره قطره به محلول کلسیم نیترات تتراهیدرات (نسبت کلسیم به فسفر 1.67 مول) اضافه گردید. محلول حاصل پس از 4 ساعت قرارگیری بر روی همزن مغناطیسی، از صافی عبور داده شد و رسوبات حاصل با آب مقطر شست و شو داده شدند و بعد از خشک شدن، در دمای 700 °C کلسینه شدند.

2-3- تهیه داربست کامپوزیتی آلژینات- فلوئورهیدروکسی آپاتیت

برای تهیه داربست‌های کامپوزیتی، پودر آلژینات بیولوژیک در آب مقطر به خوبی حل شد تا محلولی با غلظت 12.33 درصد وزنی- حجمی ایجاد شود. پس از انحلال کامل آلژینات، پودر فلوئورهیدروکسی آپاتیت سنتز شده به روش هم‌رسوبی، با درصدهای وزنی معین به محلول فوق اضافه گردید و به خوبی هم زده شد تا ذرات فلوئورهیدروکسی آپاتیت به طور کاملا یکنواخت در محلول آلجینات پراکنده شوند. با تغییر مقادیر فلوئورهیدروکسی آپاتیت افزوده شده،

[1] P_2O_5
[2] HPF_6
[3] $Ca(NO_3)_2\ 4H_2O$
[4] Phosphate buffered saline
[5] Merck
[6] Sigma

نسبت‌های وزنی مختلف 40، 50 و 60 درصد فلوئورهیدروکسی آپاتیت به ترتیب برای نمونه S1، S2 و S3 طبق جدول 1 بدست آمد.

جدول 1 ترکیب شیمیایی داربست‌های کامپوزیتی

Table. 1 Chemical composition of composite scaffolds

نمونه	درصد وزنی فلوئورهیدروکسی آپاتیت
S1	40
S2	50
S3	60

سپس هریک از مخلوط‌های آلژینات- فلوئورهیدروکسی آپاتیت به ظرف پتری جداگانه منتقل شدند و به داخل یخچال با دمای 4 ^{o}C انتقال یافتند و به مدت 10 دقیقه نگهداری گردیدند و سپس در دمای 57 ^{o}C- و به مدت 24 ساعت نمونه‌ها تحت عملیات خشکایش انجمادی قرار گرفتند. پس از انجماد بچ ریخته شده، لایه بدست آمده به ابعاد مطلوب بریده شد و در درجه حرارت اتاق به مدت 24 ساعت رها شد تا کاملا خشک گردد. سپس هریک از قطعات حاصله به مدت 24 ساعت در محلول کلسیم کلرید (عامل شبکه‌ای کننده) قرار داده شدند تا در این فاصله اتصالات عرضی لازم در شبکه آلژیناتی رخ دهد و آن را تبدیل به آلژینات نامحلول نماید. پس از شبکه‌ای شدن آلژینات، نمونه‌ها جهت شست و شو و حذف بقایای کلسیم کلرید، به مدت 1 ساعت در آب مقطر شست و شو داده شدند که در این مدت هر 20 دقیقه یکبار آب مقطر تعویض گردید. سپس نمونه‌ها به مدت 2 ساعت در درجه حرارت اتاق رها شدند تا رطوبت اولیه آن‌ها گرفته شود. نهایتا داربست‌های سدیم آلژینات-فلوئورهیدروکسی آپاتیت در محدوده دمایی 1000-1300 ^{o}C به مدت 2 ساعت زینتر شدند.

4-2- آماده سازی داربست‌ها برای کشت سلولی

داربست‌های کامپوزیتی آلژینات-فلوئورهیدروکسی آپاتیت با استفاده از اتانول ٪70 استریل شدند و سه بار درون ظرف کشت با محلول فسفات بافر سالین شست و شو داده شدند. سپس قبل از کشت سلولی زیر هود خشک شدند.

5-2- کشت سلولی

سلول استخوان ساز رده‌ی ام جی – 63 [1] با استفاده از محیط کشت دی ام ای ام[2] و افزودن 10% سرم جنین گوساله[3] به همراه آنتی بیوتیک به میزان 100 $\frac{IU}{ml}$ پنی سیلین و 100 $\frac{\mu g}{ml}$ استرپتومایسین[4] تکثیر گردید تا سلول برای دو نوع ارزیابی چسبندگی و رشد و تکثیر سلولی آماده گردد.

6-2- پراش پرتو ایکس (XRD)

به منظور تعیین ساختار کریستالی و ترکیب شیمیایی فلوئورهیدروکسی آپاتیت، آلژینات و داربست‌های کامپوزیتی، از روش پراش پرتو ایکس (XRD) استفاده شد. الگوهای پراش با سرعت روبش 0/0058 $\frac{rad}{s}$ در محدوده زاویه‌ای $^{\circ}$90– 10 تهیه شدند و شناسایی الگوها با استفاده از کارت‌های مرجع تشخیص فاز[5] انجام گرفت.

7-2- طیف سنجی پرتو فروسرخ (FTIR)

تجزیه و تحلیل شیمیایی با استفاده از طیف سنجی پرتو فروسرخ (FTIR) در محدوده عدد موج 500-4000 cm^{-1}، به منظور تکمیل و تایید نتیجه‌های بدست آمده از الگوی پراش پرتو ایکس، در دمای اتاق انجام شد.

8-2- فلوئورسنس پرتوایکس (XRF)

به منظور مشخصه‌یابی، ارزیابی ویژگی‌های فلوئورهیدروکسی آپاتیت تولید شده، به ویژه اثبات حضور یون فلوئور در ساختار فلوئورهیدروکسی آپاتیت از آزمون فلوئورسنس پرتوایکس (XRF) استفاده شد.

9-2- آزمون‌های حرارتی (TG و DSC)

ارزیابی رفتار گرمایی کامپوزیت‌های تهیه شده با استفاده از دستگاه آنالیز حرارتی صورت گرفت. حدود 15 mg از نمونه‌ها وزن و سپس درون بوته‌هایی از جنس آلومینیوم قرارگرفتند. نمونه‌ها با نرخ گرمایشی 25 $\frac{^{o}C}{min}$ تا دمای 1400 ^{o}C حرارت داده شدند و نمودارهای مربوطه ثبت گردید.

10-2- میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و آنالیز EDS

عامل‌هایی مانند شکل و اندازه تخلخل‌های ایجاد شده در داربست‌ها، برآورد کیفی راه به در بودن تخلخل‌ها در داربست‌های بدست آمده، ارزیابی دیواره‌های بین حفرات و توپر بودن آن‌ها و بسیاری از اطلاعات دیگر پیرامون ساختار داربست‌های متخلخل را می‌توان با استفاده از تصویرهای بدست آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد مطالعه و بررسی قرار داد. به منظور بررسی مورفولوژی سطح نمونه‌ها، تحلیل میکروسکوپ الکترونی روبشی با ولتاژ 20 Kv انجام گردید. علاوه بر این به کمک آنالیز EDS، فازهای تشکیل شده در نمونه-ها تعیین شد. علاوه بر این توسط نرم‌افزار ایمیج جی[6]، به طور تصادفی 20 تصویر انتخاب و میانگین قطر متوسط تخلخل‌های داربست‌های کامپوزیتی اندازه‌گیری شد.

11-2- ارزیابی دی متیل تیازول دی فنیل تترازولیوم بروماید (MTT)

برای بررسی میزان سمیت و تکثیر سلولی از آزمون دی متیل تیازول دی فنیل تترازولیوم بروماید (MTT) استفاده شد. بدین ترتیب که ابتدا 10^4 سلول درون پلیت کشت سلولی 96 چاهکی ریخته شد و سپس به مدت 24 ساعت در انکوباتور در دمای 37 ^{o}C قرار گرفت تا سلول ها به کف پلیت بچسبند. عصاره گرفته شده از هر نمونه به چاهک کشت افزوده شد و سلول-ها برای مدت 24 ساعت دیگر در مجاورت این عصاره‌ها قرار گرفتند. پس از آن محیط کشت خارج شد و 100 µl دی متیل تیازول دی فنیل تترازولیوم بروماید (MTT) با غلظت 0/5 $\frac{mg}{ml}$ به هر چاهک اضافه شد. پس از گذشت 4 ساعت محلول روی سلول‌ها خارج شد و ایزوپروپانول برای حل شدن کریستال-های فرامازن تشکیل شده درون سلول‌ها به هر چاهک وارد شد. پس از نیم ساعت شدت رنگ ایجاد شده در طول موج 545 nm محاسبه شد. چاهک دارای سلول‌های بیشتر، چگالی نوری بالاتری نسبت به چاهک با سلول کمتر نشان می‌دهد. بنابراین می‌توان از رابطه (1) چاهک دارای مقدار سلول بیشتر را مشخص کرد و با نمونه شاهد مقایسه نمود.

[1] MG-63
[2] Dulbecco's modification of Eagle medium
[3] Fetal Calf Serum
[4] Streptomycin
[5] JCPDS
[6] Image-j

$$\text{درصد زنده‌مانی} = \frac{ODs}{ODc} \quad (1)$$

در رابطه (1)، OD_S برابر میانگین چگالی نوری هر نمونه در زمان مورد نظر و OD_C برابر میانگین چگالی نوری گروه کنترل می‌باشد.

12-2- سنجش فعالیت آلکالین فسفاتازی (ALP)

در این پژوهش میزان آلکالین فسفاتاز ترشح شده از سلول‌های استئوبلاست قرار گرفته در مجاورت داربست‌ها پس از 7 روز ارزیابی شد. برای اندازه‌گیری ابتدا 10^4 سلول را بر روی هرکدام از داربست‌ها ریخته شد و 100 µl محیط کشت به هرکدام از داربست‌ها اضافه گردید و پس از 3 ساعت نیز 1 ml محیط کشت اضافه شد تا سلول‌ها بتوانند به داربست بچسبند و تکثیر شوند. پس از 24 ساعت، 1 ml از محیط کشت به نمونه‌ها اضافه گردید و با جمع آوری محیط کشت روی نمونه‌ها بعد از 7 روز، نهایتا میزان آلکالین فسفاتاز موجود در نمونه‌ها اندازه‌گیری شد.

13-2- بررسی استحکام فشاری

به منظور بررسی خواص مکانیکی داربست‌های تولید شده و تعیین تاثیر فلوئورهیدروکسی آپاتیت در بهبود ویژگی‌های مکانیکی داربست‌های کامپوزیتی آلژینات-فلوئورهیدروکسی آپاتیت، آزمایش فشار بر روی نمونه‌های استوانه‌ای شکل صورت گرفت. به همین منظور داربست‌های کامپوزیتی با سنباده مخصوص پرداخته شده و به صورت نمونه‌های استاندارد برای آزمون استحکام مکانیکی در آمدند. سه نمونه با درصدهای وزنی متفاوت و اندازه‌های مشخص (قطر 15 mm و ارتفاع 15 mm) از فلوئورهیدروکسی آپاتیت (40، 50 و 60 درصد وزنی) آماده شدند و نمودار مرتبط با استحکام فشار نمونه‌ها رسم شد. آزمایش‌ها برای هر نمونه 3 بار تکرار شد و در این تحقیق مقدار میانگین گزارش شده است.

14-2- آنالیز آماری داده‌ها

برای تحلیل نتایج حاصل از ارزیابی‌های زیستی از آزمون آنالیز واریانس یک طرفه استفاده شد. سطح معنی داری در آزمون‌ها 0/05 ≥ پی- مقدار[1]، درنظر گرفته شد.

3- نتایج و بحث

1-3- نتایج آزمون پراش پرتو ایکس (XRD)

نتایج پراش اشعه ایکس برای پودر فلوئورهیدروکسی آپاتیت، آلژینات و داربست‌های کامپوزیتی در شکل 1 نشان داده شده است. با توجه به الگوی پراش بدست آمده از سدیم آلژینات، سه پیک کریستالی در $2\theta = 13.7^\circ$، 23° و 40° قابل روئیت است. در حالی که با توجه به مطالعات دیگر [31, 30]، الگوی پراش آلجینات تنها نواحی کریستالی $2\theta = 13.7^\circ$ و 23° را شامل می‌شود. این تفاوت به دلیل مقادیر متفاوت گلورونیک و مانورونیک اسید موجود در نمونه-های مختف سدیم آلژینات می‌باشد. باتوجه به شکل 1 اغلب قله‌های اصلی مربوط به فاز آپاتیت از جمله قله‌های (112)، (002)، (300) و (211) (بین قله‌های (112) و (300)) به وضوح دیده می‌شوند. به دلیل تشابه زیاد ساختار بلوری و ابعاد واحد شبکه، همه قله‌های فلوئورآپاتیت و هیدروکسی‌آپاتیت به طور دقیق قابل تمایز از یکدیگر نیستند به همین دلیل در این پژوهش از آنالیز فلوئورسنس پرتو ایکس در کنار پراش پرتو ایکس استفاده شد. با توجه به الگوی استاندارد هیدروکسی آپاتیت با شماره کارت 009-0432 و نتایج بدست آمده، مشاهده شد که به جز فاز آپاتیت سایر فازهای ناخواسته در ترکیب پودر تهیه شده به روش هم‌رسوبی حضور ندارند. مشخص است که برخی پیک‌ها با ورود یون فلوئور به ساختار آپاتیتی، به سمت زوایای بالاتر شیفت پیدا می‌کنند. شیفت پیک‌های مشخصه آپاتیت در اثر حضور یون فلوئور در ساختار آپاتیت ناشی از کاهش پارامترشبکه a در اثر جایگزینی نسبی یون فلوئور به جای گروه‌های هیدروکسیل، که دارای شعاع یونی بزرگتری نسبت به یون فلوئور هستند، می‌باشد. با توجه به شکل 1 و الگوی پراش بدست آمده از داربست‌های کامپوزیتی، حضور سدیم آلژینات و فلوئورهیدروکسی آپاتیت در ترکیب داربست تایید می‌گردد. الگوی پراش بدست آمده از داربست‌های کامپوزیتی نشان دهنده تشکیل نوعی فاز بلوریست ولی از آنجا که فاز آپاتیتی آمیخته با سدیم آلژینات است شدت قله‌های بدست آمده نسبت به قله‌های فلوئورهیدروکسی آپاتیت پایین هستند. بررسی قله‌های ثبت شده در مقایسه با کارت‌های الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به ترکیبات کلسیم فسفاتی و استفاده از نرم‌افزار شناسایی فازها که قله‌های بدست آمده را با اطلاعات ثبت شده برای ترکیبات مختلف مقایسه کرده و تحلیل می‌کند، اثبات کرد که فاز آپاتیت تشکیل شده از نوع فلوئورهیدروکسی آپاتیت است و از طرفی به دلیل غالب بودن درصد وزنی فلوئورهیدروکسی آپاتیت به سدیم آلژینات در ترکیب داربست‌ها، قله‌های موجود در الگوی پراش اشعه ایکس داربست‌های کامپوزیتی که مربوط به فلوئورهیدروکسی آپاتیت می‌باشند، قابل روئیت هستند. نهایتا با بررسی و تحلیل نتایج حاصل از نمونه‌های تهیه شده، مشخص گردید که پودرهای فلوئورهیدروکسی آپاتیت و سدیم آلژینات عاری از هر گونه ناخالصی می‌باشند و پیک نامشخصی که بیانگر ترکیب اضافه در ترکیب داربست‌های کامپوزیتی باشد مشاهده نگردید.

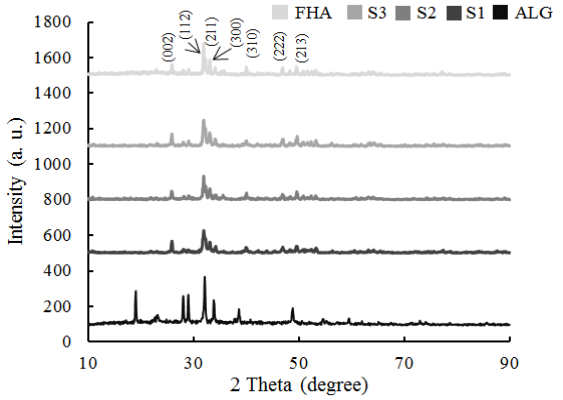


Fig. 1 X-ray diffraction patterns of alginate (ALG), composite scaffolds (S1, S2 and S3) and flourohydroxyapatite (FHA)

شکل 1 الگوهای پراش پرتو ایکس آلژینات (ALG)، داربست‌های کامپوزیتی (S1، S2 و S3) و فلوئورهیدروکسی آپاتیت (FHA)

2-3- نتایج آزمون FTIR

با توجه به طیف بدست آمده از سدیم آلژینات، باندهای جذبی در نواحی $1610\ cm^{-1}$، $1416\ cm^{-1}$ مربوط به ارتعاشات نامتقارن و متقارن گروه‌های

[1] P-Value

کربوکسیل می‌باشند. باند پهن ظاهر شده در $3430\ cm^{-1}$ مربوط به ارتعاشات گروه‌های هیدروکسیل می‌باشد. علاوه بر این به دلیل شبکه‌ای شدن آلژینات با کلرید کلسیم، کاتیون‌ها به صورت یونی با گروه‌های COO^- از اسید گلورونیک و اسید مانورونیک ارتباط برقرار می‌کنند تا بصورت پیوند متصل شوند. همچنین، شیفت باند جذبی ممکن است به دلیل شبکه‌ای شدن یونی گروه‌های COOH باشد، زیرا زنجیره‌های گلورونیک اسید بواسطه یون کلسیم با یکدیگر اتصال برقرار می‌کنند. با توجه به شکل 2 باندهای قابل مشاهده در cm^{-1} 2925، $1629\ cm^{-1}$، $1316\ cm^{-1}$، $820\ cm^{-1}$ و $3445\ cm^{-1}$، مربوط به سدیم آلژینات می‌باشند وحضور آلجینات در سه داربست کامپوزیتی تهیه شده با درصدهای متفاوتی از فلوئورهیدروکسی آپاتیت قابل استنباط است. با توجه به طیف بدست آمده از پودر فلوئورهیدروکسی آپاتیت، پیک اضافه‌ای که بیان کننده جایگزینی گروه‌های عاملی ناخواسته در ترکیب آپاتیت یا حضور ناخالصی‌ها باشد، وجود ندارد. در فلوئورهیدروکسی آپاتیت سنتز شده ساختار آپاتیت با طول موج‌های $560\text{-}610\ cm^{-1}$ و $950\text{-}1100\ cm^{-1}$ مشاهده می‌شود. همچنین یک باند کوچک در طول موج $963\ cm^{-1}$ که مربوط به باند فسفاتی ساختار آپاتیت است در ساختار فلوئورهیدروکسی آپاتیت دیده می‌شود. در واقع آنچه ساختار هیدروکسی آپاتیت را از فلوئورهیدروکسی آپاتیت متمایز می‌کند، باندهای مرتبط با گروه‌های هیدروکسیل شبکه‌ای در طول موج‌های $633\ cm^{-1}$ و $3570\ cm^{-1}$ می‌باشد. باند مشاهده شده در موقعیت cm^{-1} 745 مشخصه زنجیر هیدروکسیلی است که در ساختار آپاتیت، تاییدی بر جایگزین شدن کامل گروه‌های هیدروکسیل در ساختار آپاتیت با یون فلوئور که در نتایج سایر پژوهش‌ها نیز حضور این پیک گزارش شده است، می‌باشد. همچنین در شکل 2 با توجه به طیف‌های بدست آمده از داربست‌های کامپوزیتی، باندهای موجود در نواحی $874\ cm^{-1}$، و $1639\ cm^{-1}$، به ترتیب مربوط به گروه‌های هیدروکسیل و کربوکسیل می‌باشند که دلیل آن واکنش بین اتم‌های کلسیم از فلوئورهیدروکسی آپاتیت با اتم‌های اکسیژن آلجینات می‌باشد، همچنین باند موجود در $1032\ cm^{-1}$ و باندهای موجود در cm^{-1} 564 و $604\ cm^{-1}$ به ترتیب مربوط به کشش و ارتعاش پیوند فسفاتی می‌باشند. نهایتا نتایج بدست آمده از طیف‌های داربست‌های کامپوزیتی حاکی از حضور آلژینات، فلوئورهیدروکسی آپاتیت و تشکیل پیوند بین این دو ماده در ترکیب داربست‌های آلژینات-فلوئورهیدروکسی آپاتیت می‌باشد.

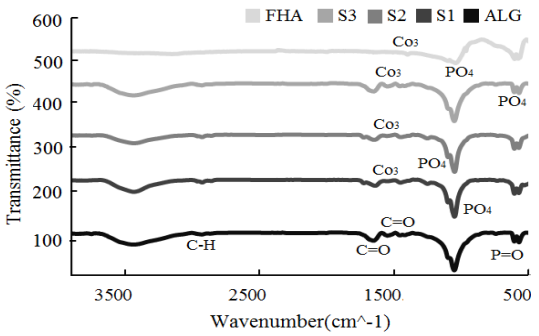


Fig. 2 FT-IR spectra of alginate (ALG), composite scaffolds (S1, S2 and S3) and flourohydroxyapatite (FHA)

شکل2 طیف FTIR آلژینات (ALG)، داربست‌های کامپوزیتی (S1، S2 و S3) و فلوئورهیدروکسی آپاتیت (FHA)

3-3- نتایج آزمون فلوئورسنس پرتو ایکس

آنالیز عنصری به روش فلورسانس پرتو ایکس بر روی پودر فلوئور هیدروکسی آپاتیت تهیه شده به روش هم‌رسوبی و به منظور تأیید حضور اکسیدها در ترکیب مطابق درصد وزنی مورد نظر، انجام گرفت. نتایج به دست آمده از جدول 2 با تقریب قابل قبولی مشابه درصدهای وزنی محاسبه شده در نمونه می‌باشد.

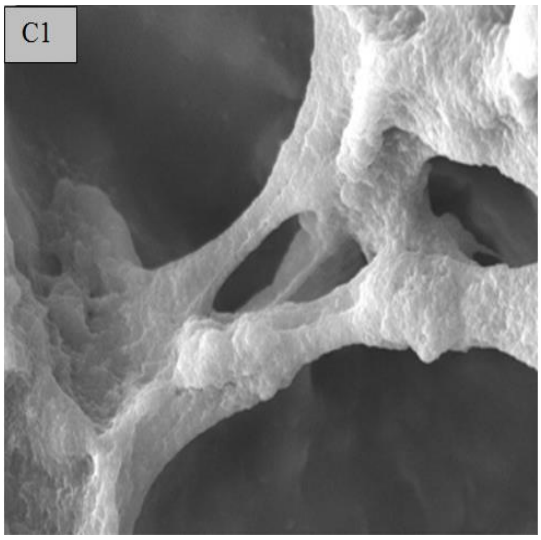
جدول 2 نتیجه آنالیز عنصری پرتو ایکس و درصد مولی اکسیدهای فلوئورهیدروکسی آپاتیت

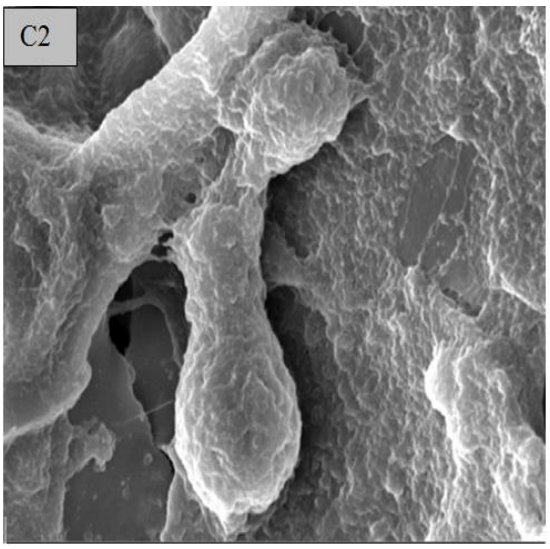
Table. 2 Results of XRF and mole percentage of oxides of flourohydroxy apatite

اکسید	درصد مولی
CaO	62.08
P_2O_5	33.09
F	4.20

4-3- نتایج آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی، توزیع قطر تخلخل‌ها و EDS

شکل 3 تصویرهای میکروسکوپ الکترونی روبشی از داربست‌های متخلخل آلژینات – فلوئورهیدروکسی آپاتیت را با درصدهای متفاوت از فلوئورهیدروکسی آپاتیت نمایش می‌دهد. با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی بدست آمده از داربست‌های کامپوزیتی آلژینات- فلوئورهیدروکسی آپاتیت در شکل 3 (S1، S2 و S3) و توزیع قطر تخلخل‌ها در شکل 4، مشاهده شد که قطر اغلب حفرات در محدوده 200-600 µm قرار دارد و تنها 15% حفرات دارای قطر بیشتر از 600 µm می‌باشند. همچنین شکل 3 و پراکندگی اندازه تخلخل‌ها روی نمودار شکل 4 نشان می‌دهند که با افزایش میزان فلوئورهیدروکسی آپاتیت در ساختار داربست‌ها، توزیع تخلخل‌ها به سمت تخلخل‌های با قطر کمتر می‌رود. با توجه به تصاویر بدست آمده از داربست‌های کامپوزیتی، ملاحضه شد که نمونه‌ها دارای ساختاری متخلخل هستند و همه آن‌ها دارای تخلخل‌هایی از نوع تخلخل‌های باز می‌باشند. شکل 3 به خوبی وجود ارتباط داخلی (به هم پیوستگی) بین خلل و فرج که نقش مهمی در تغذیه رسانی سلول، دفع پسماندهای حاصل از سلول و رشد و تکثیر سلول بازی می‌کند [32] را در هر سه داربست کامپوزیتی با درصدهای وزنی متفاوت از فلوئورهیدروکسی آپاتیت نشان می‌دهد. همچنین انتخاب و آماده سازی ماده مناسب برای کاربردهای مورد نیاز با توجه به نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی می‌تواند انجام گیرد. علاوه بر این مورفولوژی سلول‌ها پس از قرارگیری داربست‌ها به مدت 7 روز در محیط کشت در شکل 3 نشان داده شده است. با توجه به شکل 3 (C1 و C2) مشاهده می‌شود که سلول‌ها بوسیله پایک‌های کاذب به درون تخلخل‌ها نفوذ کرده‌اند و به سطح داربست چسبیده‌اند و تشکیل لایه‌ای سلولی را داده‌اند. همچنین ریخت شناسی سلول‌ها نیز نشانگر پهن شدن آن‌ها روی داربست‌ها است که تایید می‌کند سطح تخلخل‌ها هم از نظر اندازه و هم از نظر نوع مواد به کار رفته برای قرار گیری سلول‌ها مناسب است، همچنین نتایج حاصل از آنالیز EDS در شکل 3 (E) نیز حضور ترکیبات کلسیم، فسفات و سدیم را در ترکیب داربست‌های کامپوزیتی تایید می‌کند. در مجموع با توجه به نوع داربست‌ها، بازه اندازه تخلخل‌ها، ارتباط حفره‌ها به یکدیگر و میزان چسبندگی و نفوذ سلولی، می‌توان نتیجه گرفت داربست‌های کامپوزیتی بدست آمده از این نظر، تا حد زیادی خصوصیات یک داربست مطلوب و قابل قبول مورد استفاده در مهندسی بافت استخوان را دارا می‌باشند.





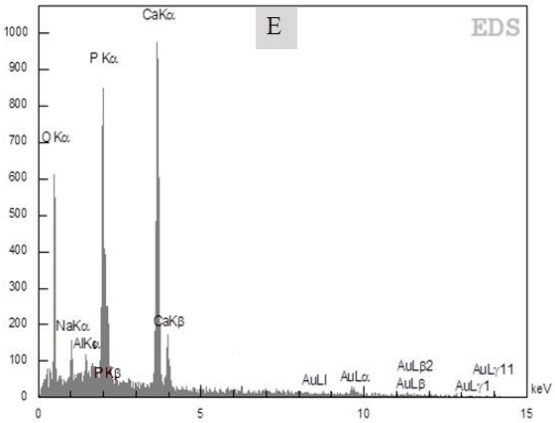
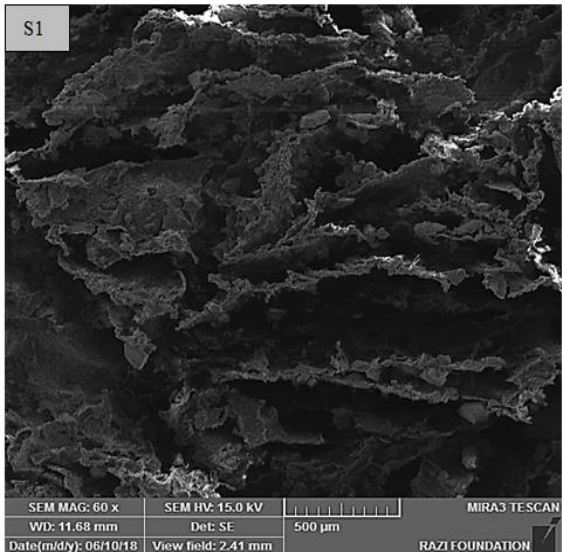
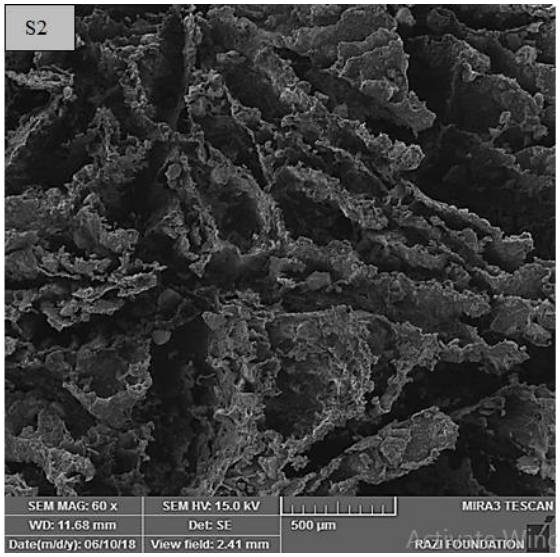
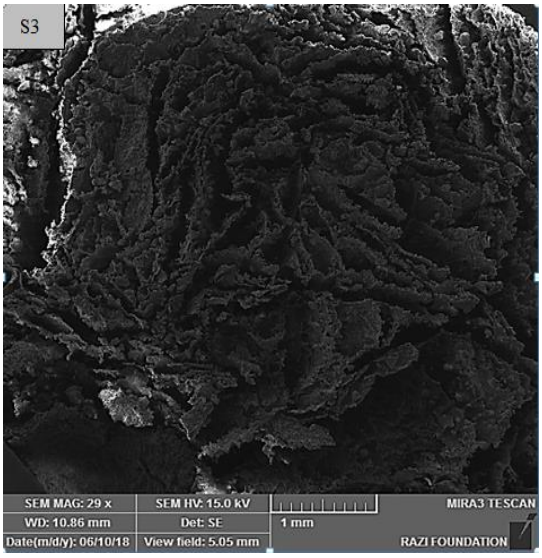


Fig. 3, SEM micrographs of composite scaffolds (S1, S2 and s3) and morphology of the cells cultured on the scaffolds (C1 and C2) and EDS analysis

شکل 3 تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی داربست‌های کامپوزیتی (S1، S2 و S3) و مورفولوژی سلول‌های کشت داده شده بر روی داربست‌ها (C1 و C2) و آنالیز EDS







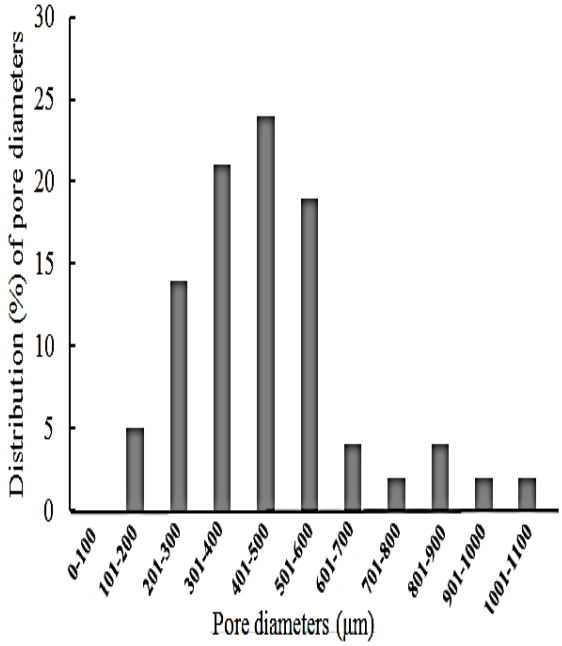


Fig. 4 Pore diameter distribution of composite scaffolds

شکل 4 نمودار توزیع قطر تخلخل داربست‌های کامپوزیتی

3-5- بررسی سمیت زایی (MTT) داربست‌های کامپوزیتی

شکل 5 نمودار میزان زنده‌مانی سلول‌های رده ام جی - 63 در مجاورت عصاره کامپوزیت‌ها به مدت 3 روز را نشان می‌دهد. همان‌گونه که در شکل 5 مشاهده می‌شود، حضور داربست‌های کامپوزیتی سبب رشد و تکثیر سلول‌های استئوبلاست نسبت به نمونه کنترل، شده است. در واقع مواد تشکیل دهنده‌ی داربست‌های کامپوزیتی، نه تنها اثر سمیت برای سلول‌ها نداشته‌اند، بلکه سبب بهبود عملکرد سلول‌ها، رشد و تکثیر بیشتر آن‌ها شده‌اند. حضور فاز کلسیم فسفاتی در ساختار داربست‌ها نیز به علت تشابه بسیار زیاد ساختار آن با استخوان طبیعی بدن و آزاد سازی مواد و یون‌های مشابه بدن، سبب رشد و تکثیر سلول‌های استخوانی می‌شود [33]، به طوری که داربست کامپوزیتی آلژینات-فلوئورهیدروکسی آپاتیت با بیشترین درصد وزنی فلوئورهیدروکسی آپاتیت (نمونه S3) در مقایسه با دو داربست دیگر، شرایط ایده‌آل‌تر برای کاربرد در مهندسی بافت استخوان و بیشترین زنده مانی برای سلول‌ها را نشان می‌دهد. علاوه بر این خلل و فرج‌های داربست برای کاشت سلول به اندازه کافی بزرگ هستند و سطحی به اندازه کافی وسیع برای چسبندگی سلول و نفوذ مواد غذایی و متابولیت‌ها فراهم می‌کنند. آزمون سمیت‌زایی به تنهایی برای بررسی رفتار سلولی در مجاورت نمونه‌ها کافی نیست اما بیانگر این موضوع است که داربست‌های کامپوزیتی برای رده سلولی ام جی - 63 سمیتی ندارند و وجود عصاره این کامپوزیت‌ها در محیط کشت باعث افزایش تکثیر سلول‌ها و افزایش فعالیت میتوکندری آن‌ها می‌شود. لازم به ذکر است که این آزمون برای هر نمونه 3 مرتبه تکرار شد و پی- مقدار برای مقادیر بدست آمده کمتر از 0.05 بود که نشان دهنده‌ی معنی‌دار بودن داده‌های بدست آمده است.

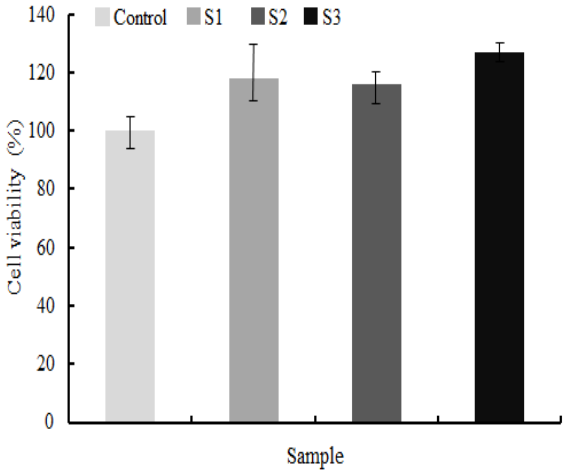


Fig. 5 MTT assay of various Alginate – Flourohydroxyapatite composite scaffolds (S1, S2 and S3) and control sample after 3 days

شکل 5 نمودار MTT داربست‌های مختلف کامپوزیتی آلژینات – فلوئورهیدروکسی آپاتیت (S1، S2 و S3) و نمونه شاهد بعد از مدت زمان 3 روز

3-6- بررسی فعالیت آلکالین فسفاتازی (ALP) داربست‌های کامپوزیتی

استفاده از آزمون آلکالین فسفاتاز جهت ارزیابی فعالیت استخوان سازی سلول‌ها بسیار رایج است. آنزیم آلکالین فسفاتاز در اکثر سلول‌ها از نوع آنزیم‌های غشاء سلولی بوده و تا کنون غلظت‌های بالای آن در سلول‌های کبدی، کلیوی، استخوانی (استئوبلاست) و جفت گزارش شده است. برخی معتقند که این آنزیم در تخریب پیروفسفات معدنی مشارکت می‌کند تا یک غلظت موضعی کافی از فسفات یا پیروفسفات معدنی، به منظور فرایند معدنی شدن فراهم نماید. در میان آزمون‌های بیولوژیکی مختلف برای تخمین میزان فعالیت استئوبلاست‌ها درون داربست‌ها، ترشح آلکالین فسفاتاز، آزمونی مهم است. میزان آلکالین فسفاتاز ترشح شده از سلول‌های استئوبلاست قرار گرفته در مجاورت داربست‌های کامپوزیتی ساخته شده از سدیم آلژینات و فلوئورهیدروکسی آپاتیت، با سه نسبت مختلف فلوئورهیدروکسی آپاتیت، پس از 7 روز در شکل 6 نشان داده شده است. این آزمون برای هر نمونه 3 مرتبه تکرار شد. همانطور که در شکل 6 نشان داده شده است. داربست کامپوزیتی آلژینات- فلوئورهیدروکسی آپاتیت با بیشترین درصد وزنی فلوئورهیدروکسی آپاتیت (نمونه S3)، نسبت به دو داربست کامپوزیتی دیگر (نمونه‌های S2 و S1) فعالیت آلکالین فسفاتاز قابل توجهی را نشان می‌دهد. این موضوع به دلیل تاثیر اندازه حفرات و درصدوزنی فلوئورهیدروکسی آپاتیت در هر کدام از داربست‌های کامپوزیتی، بر روی فعالیت آلکالین فسفاتاز می‌باشد. در واقع داربست های با درصدهای وزنی بیشتر از فلوئورهیدروکسی آپاتیت به دلیل ایجاد شرایط بهینه برای رشد، تکثیر و چسبندگی سلولی، می‌توانند فعالیت آلکالین فسفاتاز را ترویج نمایند. علاوه بر این، داربست با اندازه منافذ کوچک‌تر (نمونه S3) یک محیط مطلوب را برای فعالیت فراهم می‌آورد. نهایتا فعالیت آلکالین فسفاتازی سلول‌های استئوبلاست با توجه به نتایج آزمون سمیت‌زایی، مناسب بودن داربست‌های کامپوزیتی برای فعالیت سلول‌های استخوانی را نشان داد.

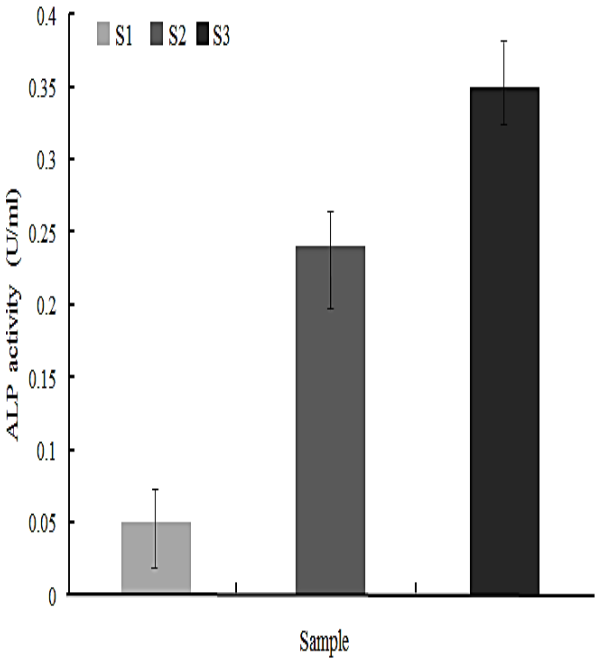


Fig. 6 ALP activity of cells, cultured on various alginate – flourohydroxyapatite composite scaffolds after 7 days

شکل 6 فعالیت ALP سلول‌های کشت داده شده بر روی داربست‌های مختلف کامپوزیتی آلژینات- فلوئورهیدروکسی آپاتیت بعد از 7 روز

3-7- نتایج آزمون حرارتی (TG-DSC)

به منظور مطالعه رفتار حرارتی داربست‌های کامپوزیتی آلژینات- فلوئورهیدروکسی آپاتیت، آزمون حرارتی انجام گرفت و نتایج آن در شکل 7 نشان داده شده است. با توجه به شکل 7، نمودار TG تا دمای 1300 °C در سه ناحیه کاهش وزن نشان می‌دهد و بعد از دمای 1300 °C تغییرات وزنی مشاهده نمی‌شود. اولین کاهش وزن (در حدود 6 درصد وزنی) در محدوده دمای اتاق تا 130 °C اتفاق می‌افتد که دلیل آن از دست رفتن آب موجود در داربست‌های کامپوزیتی آلژینات- فلوئورهیدروکسی آپاتیت می‌باشد. دومین کاهش وزن (در حدود 3 درصد وزنی) در محدوده دمایی 220-400 °C مشاهده می‌شود که دلیل آن پیرولیز کلسیم موجود در آلژینات می‌باشد و حضور پیک‌هایی در محدوده دمایی 300-400 °C موید این موضوع است. با توجه به مطالعات مرتبط صورت گرفته در این زمینه، کاهش وزن ایجاد شده در کامپوزیت تا حدودی مشابه با آلژینات خالص می‌باشد [34]. همانطور که در شکل 7 قابل مشاهده است، سومین کاهش وزن در محدوده دمایی 650-1300 °C به دلیل رفتار دی هیدروکسی لاسیون فلوئورهیدروکسی آپاتیت اتفاق می‌افتد. بنابراین با در نظر گرفتن فرمول فلوئورهیدروکسی آپاتیت [$Ca_{10}(PO_4)_6(OH,F)_2$]، پیک پهن در محدوده 650-1300 °C با توجه به رابطه (2) با رفتار دی هیدروکسی لاسیون فلوئورهیدروکسی آپاتیت سازگار است.

$$Ca_{10}(PO_4)_6(OH,F)_2 \rightarrow Ca_{10}(PO_4)_6O_x(OH,F)_{2(1-x)} + xH_2O \quad (2)$$

در این واکنش، با رسیدن درجه حرارت به محدوده مرتبط با دی هیدروکسی لاسیون (650-1300 °C)، آب به تدریج از فلوئورهیدروکسی آپاتیت آزاد می‌شود، فلوئورهیدروکسی آپاتیت با کاهش تدریجی در تعداد گروه‌های هیدروکسیل شکل می‌گیرد و یک فاز غیراستوکیومتری ایجاد می‌شود.

مطابق آنچه برای فلوئورهیدروکسی آپاتیت بیان شد، برای هیدروکسی آپاتیت نیز اتفاق می‌آید و رفتار دی هیدروکسی لاسیون باعث کاهش تعداد گروه‌های هیدوکسیل می‌شود اما این رفتار تاثیر زیادی بر ساختار کریستالی نمی‌گذارد [35].

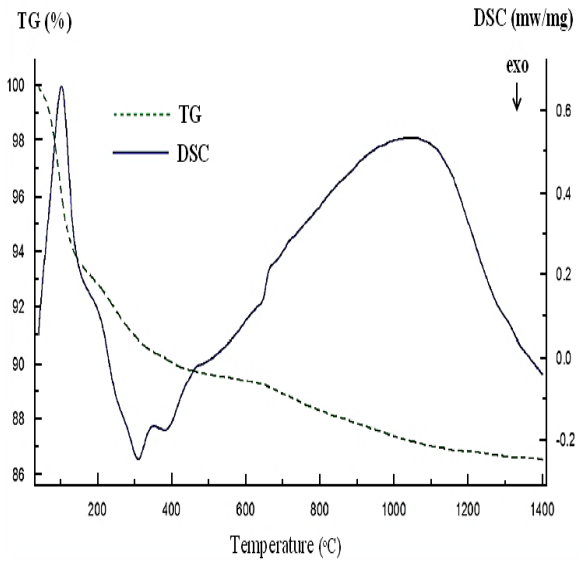


Fig. 7 TG–DSC curves of alginate - flourohydroxyapatite composite scaffolds

شکل 7 نمودار TG-DSC داربست‌های کامپوزیتی آلژینات- فلوئورهیدروکسی آپاتیت

3-8- بررسی خواص مکانیکی داربست‌ها

اندازه‌گیری خواص فشاری از دیگر فاکتورهای مهم در طراحی داربست برای مهندسی بافت استخوان است. نتایج استحکام فشاری داربست‌های کامپوزیتی آلژینات- فلوئورهیدروکسی آپاتیت در شکل 8 نشان داده شده است. میزان تغییرات استحکام فشاری نمونه‌ها با افزودن درصدهای مختلف فلوئورهیدروکسی آپاتیت به خوبی قابل مشاهده است. همانطور که در شکل 8 مشاهده می‌شود، با افزایش فلوئورهیدروکسی آپاتیت از 40 درصد وزنی به 60 درصد وزنی در ترکیب داربست‌های کامپوزیتی، استحکام فشاری نمونه به طور قابل توجهی از 1.1±0.2MPa به 2.3±0.5MPa افزایش یافته است. علاوه بر این، مطالعات انجام شده بر روی داربست فلوئورهیدروکسی آپاتیت-پلی یورتان [36]، حاکی از خواص ضعیف کامپوزیت مذکور در مقایسه با داربست کامپوزیتی سنتز شده در پژوهش حاضر می‌باشد و این افزایش استحکام به استفاده از فرایند خشکایش انجمادی برای ساخت داربست‌ها، کاهش تشکیل منافذ ریز در دیواره فلوئورهیدروکسی آپاتیت، پایداری بالای شبکه فلوئورهیدروکسی آپاتیت، کاهش تخلخل‌ها (به دلیل افزایش فلوئورهیدروکسی آپاتیت در ترکیب داربست) و سازگاری بسیار مناسب فلوئورهیدروکسی آپاتیت با آلژینات نسبت داده شده است. نهایتا با مقایسه این داده‌ها می‌توان دریافت که با افزایش میزان فلوئورهیدروکسی آپاتیت در نمونه علاوه بر بهبود فعالیت زیستی داربست‌ها، خواص مکانیکی آن‌ها نیز افزایش یافته است. بنابراین داربست‌های کامپوزیتی متشکل از سدیم آلژینات و فلوئورهیدروکسی آپاتیت دارای استحکام فشاری قابل قبول برای استفاده در مهندسی بافت استخوان می‌باشند.

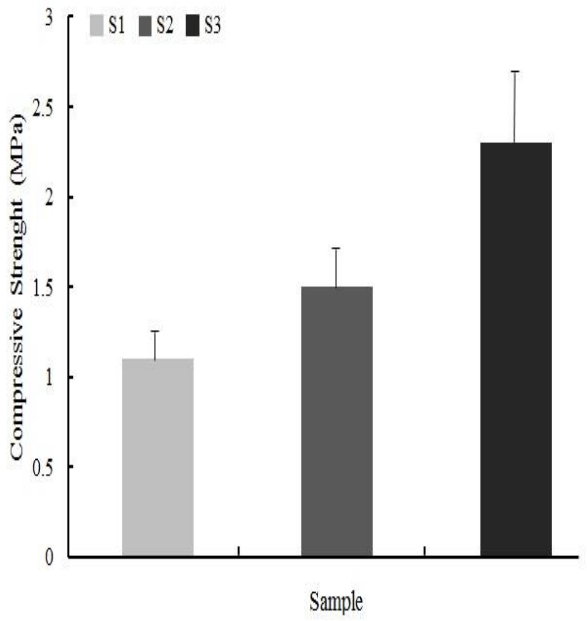


Fig. 8 Compressive strength of the alginate-flourohydroxyapatite composite scaffolds

شکل 8 استحکام فشاری داربست‌های کامپوزیتی آلژینات- فلوئورهیدروکسی آپاتیت

4- نتیجه گیری

در این پژوهش داربست کامپوزیتی سدیم آلژینات- فلوئورهیدروکسی آپاتیت به روش خشکایش انجمادی تهیه شد. تکنیک مورد استفاده در این تحقیق جهت ساخت داربست‌های کامپوزیتی، یک روش ساده و مقرون به صرفه چه از نظر اقتصادی و چه از نظر زمانی می‌باشد و نیاز به استفاده از حلال‌های سمی وجود ندارد. علاوه بر این، انحلال آلژینات در آب خود فرایندی است که تخلخل-های لازم را در داربست‌ها ایجاد می‌کند، بنابراین نیاز به استفاده از عوامل تخلخل ساز نیست. از فلوئورهیدروکسی آپاتیت در کنار سدیم آلژینات به منظور بهبود خواص بیولوژیکی و مکانیکی کامپوزیت بهره گرفته شد.

با توجه به الگوی پراش اشعه ایکس و منحنی تبدیل فوریه مادون قرمز پودرفلوئور هیدروکسی آپاتیت و داربست‌های کامپوزیتی، مشاهده می‌شود که در این پژوهش فلوئور هیدروکسی آپاتیت به صورت موفقیت آمیز با روش هم-رسوبی تهیه شده است و ارتباط مناسبی بین فلوئورهیدروکسی آپاتیت و سدیم آلژینات به عنوان اجزاء تشکیل دهنده‌ی داربست برقرار شده است. تصاویر میکروسکوپ الکترونی، حصول داربست کامپوزیتی با تخلخل قابل قبول را تایید نمود.

آزمایش میزان زنده‌مانی و فعالیت آلکالین فسفاتازی سلول‌های استخوانی در بازه‌های زمانی معین، نشان دادند که داربست‌های تولید شده بستر مناسبی برای رشد و تکثیر سلول‌های بافت استخوان هستند، بطوریکه تکثیر و زیستایی سلول‌های استخوانی رده ام جی - 63 در تماس با داربست محتوی 60 درصد وزنی فلوئورهیدروکسی آپاتیت بیشتر از دو داربست دیگر بود. به علاوه نشان داده شد که خصوصیات مکانیکی به دست آمده آزمون فشاری، بسیار برتر بوده و به استخوان اسفنجی بسیار نزدیک می‌باشد.

همچنین، رفتار دی هیدروکسی لاسیون در فلوئورهیدروکسی آپاتیت در محدوده دمایی ^{o}C 650-1300 که مرتبط با جاهای خالی ایجاد شده بواسطه یون هیدروکسیل در ساختار است، مورد بررسی قرار گرفت.

نتایج این پژوهش نشان داد که داربست کامپوزیتی آلژینات-فلوئورهیدروکسی آپاتیت می‌تواند ضمن تامین خواص مکانیکی و بیولوژیکی مناسب، بستر مناسب برای رشد سلولی را نیز فراهم کند و بطور بالقوه گزینه‌ای بسیار مناسب جهت استفاده در مهندسی بافت استخوان باشد.

5- مراجع

[1] Sachlos, E. Czernuszka, JT., "The Application of Solid Freeform Fabrication Technology to the Production of Tissue Engineering Scaffolds", European Cells and Materials, Vol. 05, No. -, pp. 29-39, 2003.

[2] Cima, L. Vacanti, JP. Vacanti, C. Ingber, D. Mooney, D. Langer, R., "Tissue Engineering by Cell Transplantation Using Degradable Polymer Substrates", Journal of Biomechanical Engineering, Vol. 113, No. 02, pp. 143-149, 1991.

[3] Takei, J., "Drug Screening, Tissue Engineering and Cancer Biology", Alternatives to Animal Testing and EXperimentation, Vol. 11, No. 03, pp. 170-176, 2006.

[4] Slaughter, BV. Khurshid, SS. Fisher, OZ. Khademhosseini, A. Peppas, NA., "Hydrogels in Regenerative Medicine", Advanced Materials, Vol. 21, pp. No. 32-33, pp. 3307-3329, 2009.

[5] Fang, Z. Starly, B. Sun, W., "Computer-Aided Characterization for Effective Mechanical Properties of Porous Tissue Scaffolds", Computer Aided Design, Vol. 37, No. 01, pp. 65-72, 2005.

[6] Yang, S. Leong, KF. Du, Z. Chua CK., "The Design of Scaffolds for Use in Tissue Engineering. Part I. Traditional Factors", Tissue Engineering, Vol. 07, No. 06, pp. 679-689, 2001.

[7] Niknejad, H. Periovi, H. Jorian, M. Ahmadiani, A. Ghanavi, J. Seifalian, AM., "Properties of the Amniotic Membrane for Potential use in Tissue Engineering", European Cells & Materials, Vol. 15, No. -, pp. 88-99, 2008.

[8] Hutamacher,W. Schantz,T. Zien, I. Ng, KW. Teoh, SH. Tan, KC., "Mechanical Properties and Cell Cultural Response of Polycaprolactone Scaffolds Designed and Fabricated via Fused Deposition Modeling", Journal of Biomedical Materials Research, Vol. 55, No. 02, pp. 203-216, 2001.

[9] Chen, Y. Mak, AFT. Wang, M. Li, J. Wong, MS., "PLLA Scaffolds with Biomimetic Apatite Coating and Biomimetic Apatite/Collagen Composite Coating to Enhance Osteoblaslike Cells Attachment and Activity", Surface and Coatings Technology, Vol. 201, No. 03-04, pp. 575-658, 2006.

[10] Ishaug, SL. Crane, GM. Miller, MG. Yasko, AW. Yaszemski,MJ. Mikos, AJ., "Bone Formation by Three Dimentional Stormal Osteoblast Culture in Biodegradable Polymer Scaffolds", Journal of Biomedical Materials Research, Vol. 36, No. 01, pp. 17-28,1997.

[11] Liu1,C. Z. Xia, J. T. Czernuszka., "Design and Development of Three-Dimentional Scaffolds for Tissue Engineering, " International Journal of Chemical Engineering research and design, Vol. 85, No. 07, pp. 1051-1064, 2007.

[12] Lyons, F. Partap, S. O'Brien, FJ., "Part 1: Scaffolds and Surfaces. Technology and Health Care", Journal of the European Society for Engineering and Medicine, Vol. 16, No. 04, pp. 305-17, 2008.

[13] Ramakrishna, S. Mayer, J. Wintermantel, E. Leong, KW., "Biomedical Applications of Polymercomposite Materials", Composites Science and Technology, Vol. 61, No. 09, pp. 1189-224, 2001.

[14] Zhou, H. Lee, J., "Nanoscale Hydroxyapatite Particles for Bone Tissue Engineering", Acta biomaterialia, Vol. 07, No. 07, pp. 2769-81, 2011.

[15] Kamali, S. Khavandi, A. Shemshad, S. and Malekmohammadi, E., "Effect of Nitinol Addition on the Mechanical Properties and the Microstructure of Natural Hydroxyapatite Obtained From Calf Femoral Bone", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 05, No. 02, pp. 238-244, 2018.

[16] Sattary, M. Rafienia, M. Khorasani, MT. Salehi-Rozve, H., "Study of Cell Behavior of the Electrospun Polycaprolactone/Gelatin Scaffold Containing Nanohydroxyapatite and Vitamin D3", In Persian, Journal of Isfahan Medical School, Vol. 35, No. 425, pp. 387-92, 2017.

[17] Nouri-Niyaraki, M. Ashenai-Ghasemi, F. Ghasemi, I. and Daneshpayeh, S., "Experimental Analysis of Graphene Nanoparticles and Glass Fibers Effect on Mechanical and Thermal Properties of Polypropylene/EPDM Based Nanocomposites", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 05, No. 02, pp. 169-176, 2018.

[18] Ehterami, A. Saraeian, P. Etemadi Haghighi, Sh. Azami, M., "Preparation and Characterization of Barium Titanate Scaffold for Bone Tissue Engineering", In Persian, Journal of Modares Mechanical Engineering, Vol. 17, No. 12, pp. 417-422, 2018.

[19] Azami, M. Moztarzadeh, F. Rabiee, M., "Preparation of Nanocomposite Gelatin/apatite Scaffold Through a Biomimetic Method", In Persian, Iranian journal of biomedical engineering, Vol. 03, No. 04, pp. 275-284, 2010.

[20] Hench, L. "Bioceramics: From Concept to Clinic," Journal of American Ceramic Society, Vol. 102, No. 01, pp. 1487-1510, 1991.

[21] Öner, M. Yetiz, E. Ay, E. Uysal, U., "Ibuprofen release From Porous Hydroxyapatite Tablets", Ceramics International, Vol. 37, No. 07, pp. 2117-25, 2011.

[22] Lima, I.R. Alves, G.G. Soriano, C.A. Campaneli, A.P. Gasparoto, T.H. Ramos, E.S. Sena, L.A. Rossi, A.M. Granjeir, J.M., "Understanding the Impact of Divalent Cationsubstitution on Hydroxyapatite: an in Vitro Multiparametric Study on Biocom-Patibility", J. Biomed Mater. Res. Part A, Vol. 98, No. 3, pp. 351-358, 2011.

[23] Yang, H. Xiao, B. Xu, K.W. "Synthesis and Characterization of Ag/ Cu/ HAP with Platelet Morphology", J. Mater. Sci. Mater. Med, Vol. 20, No. 3, pp. 785–792, 2009.

[24] Cheng, K. Shen, G. Weng, W. Han, G. Ferreira, M.F. Yang, Juan., "Synthesis of Hydroxyapatite/Fluoroapatite Solid Solution by Sol-Gel Method", Materials Letters, Vol. 51, No. 01 pp. 37-41, 2001.

[25] Burg, KJ. Porter, S. Kellam, JF., "Biomaterial Developments for Bone Tissue Engineering", Biomaterials, Vol. 21, No. 23, pp. 59-2347, 2000.

[26] Hutmacher, DW., "Scaffolds in Tissue Engineering Bone and Cartilage", Biomaterials, Vol. 21, No. 24, pp. 2529-43, 2000.

[27] Jarosz, S. Kamerling, J. Coimbra, M. Andrade, M.Christensen, B. Rudd, P.Videira, P. Pilar Rauter, A. Lindhorst, T., "Carbohydrate Chemistry", First ed., Royal Society of Chemistry, pp. 227-258, 2011.

[28] Wang, L. Shelton, RM. Cooper, PR. Lawson, M. Triffitt, JT. Barralet, JE., "Evaluation of Sodium Alginate for Bone Marrow Cell Tissue Engineering", Biomaterials, Vol. 24, No. 20, pp. 3475-3481, 2003.

[29] Nasri-Nasrabadi, B. Kaynak, A. Heidarian, P. Komeily-Nia, Z. Mehrasa, M. Salehi, H. Kouzani, A., "Sodium Alginate/Magnesium Oxide Nanocomposite Scaffolds for Bone Tissue Engineering", Polym Adv Technol, Vol. 29, No. 9, pp. 1–7, 2018.

[30] Wang, Q. Hu, X. Du, Y. and Kennedy, J. F., "Alginate/Starch Blend Fibers and Their Properties for Drug Controlled Release," Carbohydrate Polymers, Vol. 82, No. 03, pp. 842-847, 2010.

[31] Yang, G. Zhang, L. Peng, T. and Zhong. W., "Effects of Ca^{2+} Bridge Cross-Linking on Structure and Pervaporation of Cellulose/ Alginate Blend Membranes," Journal of Membrane Science, Vol. 175, No. 01, pp. 53-60, 2000.

[32] Murphy, CM. Haugh, MG. O'Brien, FJ., "The Effect of Mean Pore Size on Cell Attachment, Proliferation and Migration in Collagen-Glycosaminoglycan Scaffolds for Tissue Engineering", Biomaterials, Vol. 31, No. 3, pp. 461-6, 2010.

[33] Cowin, C., "Bone Mechanics Handbook", Second ed., Boca Raton, pp. 70-73, 2000.

[34] Parhi, P. Ramanan, A. Ray A. R., "Preparation and Characterization of Alginate and Hydroxyapatite-Based Biocomposite", Journal of Applied Polymer Science, Vol. 102, No. 6, pp. 5162-5165, 2006.

[35] Ruys, A.J. Wei, M. Sorrell, C.C. Dickson, M.R. Brandwood, A. Milthorpe, B.K., "Sintering Effects on the Strength of Hydroxyapatite", Biomaterials, Vol. 16, No. 5, pp. 409-415, 1995.

[36] Asefnejad, A. Behnamghader, A. Khorasani, M. Farsadzadeh, B., "Polyurethane/Fluor-Hydroxyapatite Nanocomposite Scaffolds for Bone Tissue Engineering. Part I: Morphological, physical, and Mechanical Characterization", International Journal of Nanomedicine, Vol. 6, No. 1, pp. 93-100, 2011.

جلد 6، شماره 3، پاییز 98، ص‌ص 491-494

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیـــت**

http://jstc.iust.ac.ir

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

نام و نام‌خانوادگی نگارنده اول[1]، نام و نام‌خانوادگی نگارنده دوم[2*]، نام و ... نگارنده سوم[3]، .... (استایل نویسندگان)

1- مرتبه علمی نگارنده، رشته تخصصی، نام سازمان، نام شهر (استایل مشخصات نویسندگان)

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

3- دانشجوی دکترا، مهندسی مکانیک، دانشگاه تربیت مدرس، تهران

* شهر، صندوق پستی 13114-16846، پست الکترونیکی نویسنده عهده‌دار مکاتبات (استایل مشخصات نویسندگان)

اطلاعات مقاله:

دریافت: .....

پذیرش: .....

کلیدواژگان (استایل عنوان کلید واژگان)

حداقل3، حداکثر 5 واژه، با جداکننده کاما (استایل کلیدواژگان)

بخش انگلیسی مقاله شامل عنوان تا انتهای کلید واژگان است و تمامی اجزای آن مانند بخش فارسی است. **قلم انگلیسی به‌کار رفته در سرتاسر مقاله فقط تایمز نیو رومن است.**

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 Surname[1], Fathollah Taheri-Behrooz[2*], Davoud Shahgholian[3], ... (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)

Keywords (Style: Keywords Title)

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

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**)

1- مقدمه (سبک عنوان سطح 1)

1- مقدمه (استایل عنوان سطح 1)

برای آماده‌سازی مقاله خود از همین قالب (تمپلیت[1]) 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 کپی و سپس چسباندن(پِیست[2]) متن خود در این فایل، سبک[3] 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] Template
[2] Paste
[3] Style

پاراگراف‌های دوم به بعد در هر عنوان با فرورفتگی به اندازه‌ی ۵ 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)

1-1- اشاره به مراجع (استایل عنوان سطح 2 و 3)

اشاره به مراجع با علامت [1] در متن مقاله شروع می‌شود و بقیه مراجع نیز به ترتیب ادامه می‌یابند. مراجع باید به ترتیب ارجاع در متن شماره‌گذاری شوند و نمی‌توان به مرجع شماره 4 زودتر از مرجع شماره 3 اشاره کرد. در اشاره به چند منبع پشت سر هم، به جای ذکر تک‌تک آن‌ها می‌توان یک‌جا اشاره کرد [3-6] و برای اشاره به دو یا چند منبع غیرمتوالی در داخل براکت از جداکننده کاما استفاده می‌شود [3،5،7].

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.

2-1-اعداد و کلمات انگلیسی (استایل عنوان سطح 2 و 3)

در مقاله‌ی فارسی استفاده از کلمات انگلیسی[1] مجاز نیست و حتماً باید معادل فارسی آن‌ها را در متن مقاله به‌کار برد. در صورت لزوم، اصل انگلیسی کلمات به‌صورت 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 ۱.۲ صحیح و ۱/۲ غلط می‌باشد.

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- شکل‌ها، 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 می‌شوند. (استایل متن اصلی)

1-2- شکل‌ها و نمودارها (استایل 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 می‌گیرند (عنوان شکل به صورت انگلیسی در زیر شکل و سپس عنوان فارسی در زیر عنوان انگلیسی قرار می‌گیرد).
- عنوان فارسی شکل بایستی به صورت راست‌چین و عنوان انگلیسی شکل بایستی به صورت چپ‌چین باشد.
- به همه‌ی شکل‌ها و نمودارها در مقاله باید اشاره کرد. اشاره به شکل‌ها 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 می‌شود.
- 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).
- نوع و اندازه قلم محور شکل‌ها تایمز نیو رومن[2] 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 (گریدلاین[3]) رسم می‌شود.
- مجله به‌صورت سیاه و سفید چاپ می‌شود. بنابراین اجزای شکل‌ها و نمودارها باید به‌گونه‌ای باشند که در چاپ سیاه و سفید قابل تفکیک باشند. به‌خصوص 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.

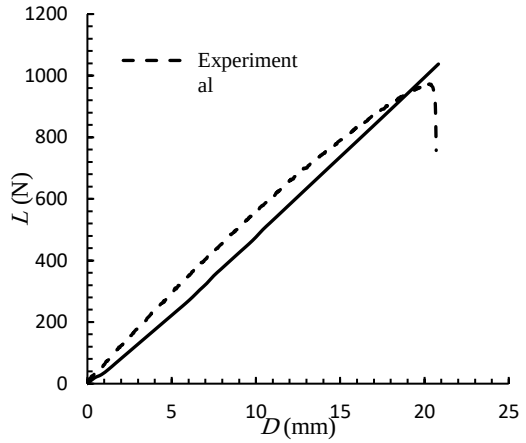


Fig. 1 Results of three- point bending test for composite plate

شکل 1 نتایج آزمون خمش سه نقطه ورق کامپوزیتی

2-2- جدول‌ها (استایل عنوان سطح 2 و 3)

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

[1] English (Style: Sub Title)
[2] Times New Roman
[3] Gridlines

- جدول‌ها باید دارای هر دو عنوان فارسی و انگلیسی باشند که در بالای جدول قرار می‌گیرند (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 حتی‌الامکان فقط با سه خط افقی اصلی و بدون خطوط عمودی تنظیم می‌شوند.
- 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 می‌شود.
- 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 نمی‌باشد.
- در صورتی‌که از جدول‌های 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 سرستون‌ها بلامانع است. اندازه قلم برای پارامترهای انگلیسی و لاتین، 7pt با نوع قلم تایمز نیو رومن می‌باشد.
- جدول‌ها را به صورت زمینه سفید تهیه نمایید. از زمینه‌های رنگی و خاکستری در تهیه جدول‌ها پرهیز نمایید.

جدول 1 نمونه صحیح جدول مورد تایید مجله را نشان می‌دهد.

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

جدول 1 اندازه فونت‌ها (استایل: عنوان جدول)

Table 1 Fonts sizes (Style: Table Title)

زبان متن		فارسی	لاتین
نوع قلم		بی‌نازنین	تایمز نیو رومن
اندازه قلم	عناوین بخش‌های سطح 1	10	9
	عناوین بخش‌های سطح 2	9	8
	متن اصلی مقاله	10	9
	عنوان شکل‌ها و جدول‌ها	9	8
	متن داخل شکل‌ها	---	8
	پاورقی و پی‌نوشت	8	7
	متن در جدول‌ها	9	8
	فرمول‌ها (*)	9	9
	شماره روابط	---	9
	مراجع	---	8

(*)فونت فرمول لاتین می‌تواند کامبریا مث نیز باشد.

3- روابط و فرمول‌های ریاضی (استایل عنوان سطح ۱)

روابط و فرمول‌های ریاضی با استفاده از ابزار معادله[1] موجود در نرم‌افزار آفیس با قلم کامبریا مث[2] 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 می‌شود. یادآور می‌شود در نسخه‌های 2007 به بعد نرم‌افزار آفیس، فونت کامبریا مث به‌طور پیش‌فرض برای نوشتن روابط و فرمول‌ها بکار رفته و کافی است اندازه آن در ابزار معادله تغییر کند. حتی‌المقدرو برای تایپ فرمول‌ها از نرم‌افزار مث‌تایپ[3] استفاده نشود.

در نوشتن فرمول‌ها رعایت نکات زیر الزامی است:

1- در فرمول‌نویسی پارامترها و متغیرها به صورت ایتالیک می‌آیند، ولی اعداد، کلمات، توابع مشخص و واحدها به صورت غیرایتالیک می‌آیند.

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 می‌شود، باید از سطر دوم به بعداز سمت چپ فرورفتگی داشته باشد.

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

5- دقت شود از نقطه ممیز یا همان نقطه پایان جمله ($a.b$) به جای نقطه ضرب ($a\cdot b$) استفاده نشود.

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

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

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

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 می‌شود.

در افعال حال و گذشته استمراری باید دقت شود که «می» از جزء بعدی فعل جدا نماند. برای این منظور از «فاصله‌ی 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 «می‌شود» 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 «اساتید» اشتباه و درست آن‌ها «پیشنهادها» و «استادان» است.

4-1- علایم، نشانه‌ها و ارقام (استایل عنوان سطح 2 و 3)

از علایم و نشانه‌های متداول در زبان فارسی و همچنین از علایم و نشانه‌های به‌کار رفته در متون مهندسی مکانیک می‌توان استفاده نمود. استفاده از ممیز 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.

[1] Insert -> Symbols -> Equation
[2] Cambria Math
[3] Math Type

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)

E مدول یانگ (Nm^{-2})

P نیرو(Nm^{-2})

T دما (K)

علایم یونانی

σ تنش (Nm^{-2})

ε کرنش

بالانویس‌ها

k تعداد لایه

زیرنویس‌ها

cr بحرانی

Ave مقدار متوسط

6- تقدیر و تشکر و پیوست‌ها(استایل عنوان سطح ۱)

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 ۱)

تمامی مراجع با قلم تایمز نیو رومن 8 نوشته می‌شوند. شماره مرجع داخل کروشه و با ایجاد بیرون‌زدگی 5 میلی‌متر از خط دوم هر مرجع، نوشته می‌شود. نکات زیر را در مرجع‌نویسی 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 می‌شود 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 نادرست است و کمکی به خواننده در درک مطلب نخواهد داشت.
- ✓ از ارجاع به پایان‌نامه‌های کارشناسی خودداری نمایید.
- ✓ نام مجله‌ها و نظایر آن به‌طور کامل و بدون اختصار آورده شود.

تذکر: برای نوشتن مراجع می‌توانید از فایل استایل مخصوص نشریه علوم و فناوری کامپوزیت[1] در نرم‌افزار اِندنُت[2] استفاده کنید. این فایل از طریق وب-سایت مجله در دسترس است و برای استفاده از آن کافی است به پوشه استایل، 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 زبان[3] مرجع، عبارت (In Persian) درج شود.

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)

مثال:

[1] 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.

کتاب‌ها در بخش مراجع به ترتیب زیر آورده می شوند:

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)

[2] EndNote

[3] Language