جلد 7، شماره 2، تابستان 1399، ص‌ص 833-842

نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامپوزیـــت**

http://jstc.iust.ac.ir

مدلسازی ریاضی خواص مکانیکی نانو کامپوزیت PA6/NBR/Clay تولید شده با فرایند اصطکاکی و اغتشاشی حرارتی

محمدرضا نخعی[1*]، قاسم نادری[2]، علی ابراهیم پور[3]

1-استادیار، دانشکده مکانیک و انرژی، دانشگاه شهید بهشتی ، تهران
2- استاد مهندسی پلیمر، پژوهشگاه پتروشیمی و پلیمر ایران ، تهران
3- استادیار، دانشکده فنی و مهندسی میانه، دانشگاه تبریز، تبریز
* تهران، صندوق پستي 16589-53571، m_nakhaei@sbu.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 98/06/02
پذیرش: 99/06/22.

کلیدواژگان:
نانوکامپوزیت دوفازی
پلی آمید 6 / لاستیک
روش پاسخ سطح
استحکام کششی
استحکام ضربه

چکیده

نانو کامپوزیت های دوفازی پایه پلی آمید 6 / لاستیک آکریلونیتریل بوتادین تقویت شده با نانو ذرات خاک رس کاربردهای وسیعی در صنایع مختلف پیدا نموده اند. نظر به اینکه فرایند اصطکاکی و اغتشاشی یکی از روش‌های تولید نانو کامپوزیت ها می باشد، در این مقاله با استفاده از روش پاسخ سطح تاثیر پارامترهای سرعت دورانی، سرعت پیشروی و دمای شولدر بر استحکام کششی و ضربه این مواد بررسی گردید. ابتدا با چند آزمایش محدوده پارامترها مشخص شد و با استفاده از جدول آنالیز واریانس، تاثیر پارامترها و مدل‌های ریاضی مورد بررسی قرار گرفت. مقایسه نتایج روش سطح پاسخ با نتایج تجربی نشان داد که نتایج بدست آمده از درصد خطای کمی برخوردار است. سپس با استفاده از مدل ریاضی تاثیر پارامترهای مذکور بر استحکام کششی و ضربه بررسی شد تا شرایط بهینه بدست آورده شود. نتایج نشان داد با افزایش سرعت دورانی استحکام کششی و استحکام ضربه افزایش می‌یابد. با افزایش سرعت پیشروی استحکام کششی و استحکام ضربه کاهش می یابد. همچنین بهینه هم زمان پارامترهای ورودی جهت بیشینه نمودن پاسخ های خروجی منجر به استحکام کششی 31.3 مگا پاسکال و استحکام ضربه 70.7 ژول بر متر شد که در سرعت دورانی 1200 دور بر دقیقه، سرعت پیشروی 20 میلی متر بر دقیقه ، دمای شولدر 125 درجه سانتی گراد بدست آمد.

Mathematical modeling of mechanical properties of PA6/NBR/Clay Nanocomposites Fabrication using the Thermal Friction Stirs Processing

Mohammad Reza Nakhaei [1*], Ghasem Naderi[2], Ali Ebrahimpour[3]

1- Facility of Mechanics and Energy, Shahid Beheshti University, Tehran, Iran
2- Department of Polymer Engineering. Polymer and Petrochemical Institute, Tehran, Iran
3- Mianeh Technical and engineering Faculty, University of Tabriz, Tabriz, Iran
* P.O.B. 16589-53571, Tehran, Iran, m_nakhaei@sbu.ac.ir

Keywords

Two phase nanocomposite
Polyamide 6/Elastomer
Response surface methodology
Tensile strength
Impact strength

Abstract

Two phase nanocomposite base polyamide 6/nitrile butadiene rubber reinforced by nanoclay have gained wide application in various industries. Since friction stir processing is one of the fabricating methods for nanocomposites, in this paper, the response surface methodology (RSM) was used to investigate the effect of rotational speed, traverse speed and shoulder temperature on the tensile and impact strength. At first, a number of trail runs were performed in order to determine the limits of the process parameters. Analysis of variance was used to investigate the process parameters and mathematical models. Comparison of the results of these methods with experimental results indicated that RSM results had a lower percentage of error. Using mathematical model, the effect of the mentioned parameters on tensile and impact strength was investigated to obtain optimum conditions. Results indicated that with increase in rotational speed tensile strength and impact strength increased. With increase in traverse speed tensile strength and impact strength decreased. Simultaneous optimization of the input parameters for maximization of the output responses led to a tensile strength of 31.3MPa and impact strength of 70.3 j/m was achieved at rotational speed of 1200 rpm, traverse speed of 20 mm/min and shoulder temperature of 125 °C.

.

۱-مقدمه

پلی امید جز ۶ مواردی است که به طور قابل توجهی در صنایع تولدی پزشکی و بسته بندی استفاده می‌شود[1, 2]. نانو کامپوزیت های 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

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Please cite this article using:

Nakhaei. M, Naderi. M., and Ebrahimpour. A, "Mathematical modeling of mechanical properties of PA6/NBR/Clay Nanocomposites Fabrication using the Thermal Friction Stirs Processing", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 2, No.7, pp. 833-842, 2020.

قرار گرفته اند[3, 4]. این مواد با اضافه کردن درصد وزنی بسیار کم ذرات خاک رس (حداکثر 5 درصد) در ماده پایه تولید می شوند[5]. 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[6, 7]. محلاتی و همکارانش [8] تاثیر درصد نانو ذرات خاک رس و فاز لاستیک بر روی خواص مکانیکی نانو کامپوزیت های دو فازی پلی آمید 6 / لاستیک آکریلونیتریل بوتادین[1] را مورد بررسی قرار دادند و به این نتیجه رسیدند که با افزایش نانو ذرات خاک رس از 0 تا 7 ٪ مدول کششی[2] افزایش و استحکام ضربه[3] کاهش می‌یابد. بطوریکه برای نانو کامپوزیت7 ٪ خاک رس افزایش مدول بیشتر از 40٪ می باشد و کاهش استحکام ضربه برابر 30٪ است. لی و همکارانش [9] تاثیر ذرات خاک رس را بر روی اندازه ذرات الاستومر را مورد بررسی قرار دادند. نتایج نشان داد که با افزایش درصد ذرات خاک رس اندازه فاز الاستومر کوچکتر می شود به طوری که در 7٪ خاک رس، اندازه الاستومر در حد چند نانو متر خواهد شد. با کاهش اندازه فاز الاستومر چقرمگی بهبود می یابد. خسرو خاور و همکارانش [10] اثر پارامترهای فرایند ساخت نانو کامپوزیت های دو فازی پلی پروپیلن / پلی اتیلن پلی پروپیلن دی ان مونومر با 5 درصد خاک رس را بر روی مرفولوژی و خواص مکانیکی مورد مطالعه قرار داد. نتایج نشان داد که با تغییر پارامترها نحوه پخش شوندگی ذرات درون فاز پایه متفاوت است و خواص تغییر می کند. با افزایش دمای اکسترودر مدول کششی کاهش پیدا می کند و این برای نرخ های تغذیه متفاوت و سرعت دورانی متفاوت ثابت است. فرایند اصطکاکی اغتشاشی[4] که جدیدا ابداع شده است یک روش برای اغتشاش ماده می باشد که بر اصول فرایند جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی[5] استوار است [11 ,12]. از فرایند اصطکاکی اغتشاشی برای بهبود خواص در قطعات فلزی و غیر فلزی مثل همگن سازی ساختار قطعات ریخته گری و متالورژی پودر، عملیات سطحی و ساخت کامپوزیت و نانوکامپوزیت ها استفاده می شود. در ساخت نانو کامپوزیت ها ابتدا شیاری در قطعه اولیه ایجاد می شود و بعد از آن مواد و ذرات تقویت کننده داخل شیار قرار می گیرند و بعد از آن با استفاده از یک ابزار دورانی این ذرات درون ماده پایه پخش می شوند و نانوکامپوزیت ایجاد می شود. در ابتدا فرایند اصطکاکی اغتشاشی در ساخت نانو کامپوزیت های فلزی مورد استفاده قرار می گرفت که در سال های اخیر این روش برای کامپوزیت ها و نانو کامپوزیت های پایه پلیمری استفاده می شود[12, 13]. آذرسا و همکارانش [14] تاثیر پارامترهای فرایند اصطکاکی اغتشاشی را برروی خواص مکانیکی کامپوزیت پلی اتیلن با چگالی بالا[6] و پودر مس مورد بررسی قرار دادند و به این نتیجه رسیدند که بیشترین مدول الاستیک و استحکام کششی در سرعت پیشروی 60 میلی متر بر دقیقه و به ترتیب در دمای شولدر 150 و 120 درجه سانتی گرا د بدست می آید. برموز و همکارانش [15] ساخت نانو کامپوزیت پلی اتیلن با چگالی بالا با نانو ذرات خاک رس را با فرایند اصطکاکی اغتشاشی در شرایط مختلف فرایند مورد بررسی قرار دادند و نتایج نشان داد که نانو ذرات به خوبی و بدون کلوخه شدن در ماده پایه پخش شده اند و سختی نانو کامپوزیت تولید شده با فرایند اصطکاکی اغتشاشی نسبت به نمونه های اولیه و نمونه های ساخته شده با اکسترودر به ترتیب 63 و 32٪ افزایش یافته است. فرش باف و همکارانش [16] تاثیر دو پارامتر سرعت دورانی و خطی را بر سختی نانو کامپوزیت پلی آمید 6[7] با نانو تیوپ های کربنی[8] را مورد بررسی قرار دادند. نتایج نشان داد که بهترن پخش شوندگی نانو تیوپ ها در سرعت دورانی 2000 دور بر دقیقه و بیشترین سختی در سرعت دورانی و خطی 2000 دور بر دقیقه و 125 میلی متر بر دقیقه بدست می آید. مصطفی پور و همکارانش [11, 17] تاثیر پارامترهای فرایند اصطکاکی اغتشاشی بر روی خواص مکانیکی و چقرمگی شکست نانو کامپوزیت های PP/EPDM/Clay را مورد بررسی قرار دادند. بهینه سازی چند متغیره برای ماکزیمم شدن تمامی‌خواص مکانیکی نشان داد که در صورت انتخاب پارامترهای سرعت دورانی 1200 دور بر دقیقه، سرعت خطی 50 میلی متر بر دقیقه، دمای شولدر 132 درجه سانتی گراد و تعداد ۳ پاس مقادیر پیش بینی شده برای استحکام کششی، مقاومت ضربه، مدول کششی، افزایش در هنگام شکست و کار کلی شکست به ترتیب 17/1 مگاپاسگال، 52/5 ژول بر دقیقه، 639 مگا پاسگال، 48 ٪ و 55 نیوتن بر متر خواهد بود. در ساخت نانو کامپوزیت های پلیمری، بالا بودن همزمان استحکام کششی و ضربه یکی از خصوصیات مورد نظر می باشد که برای داشتن استحکام بالا نیاز به بهینه کردن پارامترهای فرایند می باشد. با توجه به مرور ادبیات گذشته در رابطه با فرایند اصطکاکی اغتشاشی ، در این تحقیق از روش پاسخ سطح[9] استفاده شده است تا پارامترهای بهینه فرایند برای داشتن استحکام بیشتر مشخص شود. در ابتدا از روش طراحی آزمایشات استفاده شده است تا تعداد آزمایشات مشخص شود و بعد از بدست آوردن نتایج این آزمایشات، مدل های مناسب برای پیش بینی استحکام کششی و ضربه بدست آورده شد تا تاثیر پارامترهای ورودی بر متغیرهای خروجی مورد بررسی قرار گیرد.

2- طراحی آزمایش

طراحی آزمایشات بر اساس 3 فاکتور و در نظر گرفتن هر فاکتور در 3 سطح با استفاده از روش سطح پاسخ نرم افزار دیزاین اکسپرت[10] 8 انجام شد. مطابق تحقیقات گذشته هر آزمایش نیز 3 بار تکرار گردید [17, 18]. محدوده پارامترهای فرایند قبل از انجام آزمایشات نهایی مشخص شده است به طوریکه چند آزمایش اولیه انجام شد و در این محدوده پارامترها، نمونه های تولید شده از نظر سطح ظاهری بدون عیب بودند. فاکتورها ی انتخاب شده که عبارتند از: سرعت دورانی (ω)، سرعت پیشروی (S) و دمای شولدر (T) همراه با مشخصات آنها درجدول 1 داده شده اند. بعد از انجام آزمایشات، آنالیز داده ها با استفاده از نرم افزار انجام شد و معادله رگرسیون برای تخمین استحکام کشش و ضربه بدست آورده شد. با استفاده از جدول آنالیز واریانس[11] و نتایج آزمایشات انجام شده صحت مدل مورد بررسی قرار گرفت.

3-کار تجربی

3- 1- ساخت ماده اولیه

برای ساخت ماده از پلی آمید 6 با نام تجاری کوپا کن 136، محصول شرکت کولون پلاستیک کره جنوبی[12] ، آکریلونیتریل بوتادین با نام تجاری 35 ال،

1. Acrylonitrile-Butadiene Rubber (NBR)
2 Tensile modulus
3. Impact strength (IS)
5. Friction stir processing (FSP)
5. Friction stir processing (FSW)
6. High density polyethylene (HDPE)
7. Polyamide 6
8. Carbon nanotube
9. Response surface methodology
10. Design Expert
11. Analysis of variance (ANOVA
12. Kolon Plastics Co, Korea

محصول شرکت کومهو کره جنوبی کره[1] و خاک رس با نشان تجاری کلوزیت 30B، محصول شرکت سوترن[2] آمریکا استفاده شده است که خصوصیات مکانیکی و فیزیکی آنها در جدول 2 آورده شده است. کامپوزیت پلی آمید 6/ آکریلونیتریل بوتادین با نسبت وزنی (30/70) با استفاده از دستگاه میکسر داخلی با دمای 230 درجه سانتی گراد، 80 دور بر دقیقه و به مدت 8 دقیقه با هم مخلوط شدند و سپس با استفاده از دستگاه پرس داغ با دمای 230 درجه سانتی گراد، فشار نهایی 130 مگا پاسکال و زمان پخت 30 ثانیه ساخت ورق ها با ابعاد 10×200×200 میلی متر انجام شد. نمونه هائی با ابعاد 10×65×200 میلی متر برای انجام فرایند اصطکاکی اغتشاشی از ماده خام اولیه بریده شدند. برای ساخت نانو کامپوزیت ها مطابق شکل 1 از ابزاری شامل پین دورانی، هیتر الکتریکی، بلبرینگ و شولدر از جنس آلومینیم A7075 استفاده شده است. پین دورانی از جنس فولاد گرم کار H13 با قطر 10 میلی متر می باشد که در هنگام فرایند 9 میلی متر درون ماده پایه نفوذ می کند. برای کنترل دمای شولدر نیز از یک ترموکوپل استفاده می‌شود. با استفاده از تیغه فرز اره ای با ضخامت 2 میلی متر، شیاری در وسط قطعات ایجاد شد تا نانو ذرات خاک رس درون آن قرار گیرد. عمق شیار ایجاد شده برای تولید نانو کامپوزیت های پلی آمید 6/ آکریلونیتریل بوتادین با 5٪ خاک رس با استفاده از فرمول های (1) و (2) بدست می‌آید.

جدول 1 محدوده پارامترهای فرایند

Table 1. The range of process parameters

پارامتر	واحد	علامت اختصاری	سطح -1	0	1
سرعت دورانی	دور بر دقیقه	ω	800	1000	1200
سرعت پیشروی	میلیمتر بر دقیقه	S	20	30	40
دمای شولدر	درجه سانتی گراد	T	125	150	175

جدول 2 خصوصیات مکانیکی و فیزیکی مواد

Table 2. Mechanical and physical characteristics of material

ماده	وزن مخصوص (gr/cm^3)	استحکام کششی (MPa)	استحکام ضربه (J/m)
پلی آمید ۶	1.14	42	38
آکریلونیتریل بوتادین	0.98	---	----
کامپوزیت PA6/NBR	1.1	26.5	74
خاک رس ۳۰B	1.98	---	---

که Wt (%) نشان دهنده درصد وزنی نانو ذرات، As نشان دهنده مقطع عرضی تیغه فرز اره ای، Ap نشان دهنده مقطع عرضی ناحیه فرایند است که از حاصضرب قطر پین در عمق نفوذ پین در ماده پایه در حین فرایند بدست می‌آید. t_s و h_s به ترتیب برابر ضخامت تیغه فرز اره ای و عمق شیار است. همچنین مقدار ارتفاعی از نانو ذرات خاک رس (h_n) که باید درون شیار قرار بگیرد تا نانو کامپوزیتی با 5٪ وزنی خاک رس ساخته شود با استفاده از فرمول (3) بدست می‌آید

1 Kumho Petrochemical Co, Korea
2. Southern clay Co, USA

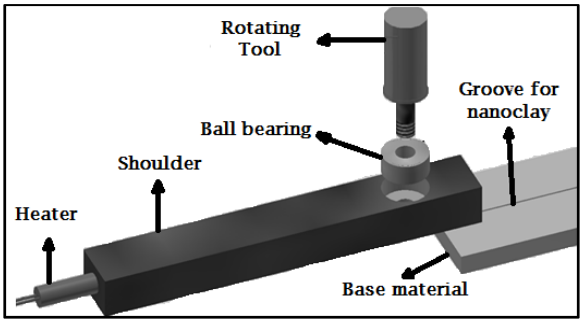

Fig. 1 Schematics of friction stir process tolls

شکل 1 شماتیک ابزار فرایند اصطکاکی اغتشاشی

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

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

$$h_n = \frac{h_s}{D_r} \quad (۳)$$

D_r نشان دهنده نسبت چگالی خاک رس به چگالی کامپوزیت پلی آمید 6/ آکریلونیتریل بوتادین است. برای تولید نانو کامپوزیت پلی آمید 6/ آکریلونیتریل بوتادین / خاک رس از دستگاه فرز دکل ساخت شرکت ماشین سازی تبریز استفاده شد. در ابتدا قطعات اولیه پلی آمید 6/ آکریلونیتریل بوتادین را بر روی فیکسچر ثابت کرده و با استفاده از تیغه فرز اره ای شیاری به عمق 2.25 میلی متر در وسط قطعات ایجاد می شود. نانو ذرات خاک رس را درون شیار قرار داده و تا ارتفاع 1.25 میلی متر فشرده می‌کنیم. ابزار دورانی را با شیار ایجاد شده هم مرکز کرده و به درون قطعه نفوذ و در طول شیار حرکت می‌کند تا نانو ذرات خاک رس را در ماده پایه پخش کند (شکل 2).

2-3- اندازه گیری استحکام کشش و ضربه

تست کشش با دستگاه کشش زوکر[3] ساخت شرکت زویک[4] آلمان در دمای اتاق و با سرعت فک 1 میلی متر بر دقیقه انجام شد. اندازه گیری استحکام ضربه با استفاده از دستگاه تست ضربه زویک ساخت کشور آلمان و در دمای اتاق و با انرژی ۱ ژول انجام شده است. نتایج حاصل از تست کشش و ضربه برای پارامترهای مختلف در جدول 3 نشان داده شده که هر کدام از نتایج، میانگین سه بار تکرار هر آزمایش با یک شرایط می‌باشد.

3-3- آزمایش تفرق اشعه ایکس[5]

به منظور بررسی ساختار نانوکامپوزیت تهیه شده و مشخص کردن فاصله بین صفحات خاک رس، از دستگاه تفرق اشعه ایکس از شرکت فیلیپس مدل ایکس'پرت- واکس[6] استفاده شد. این آزمون برای مشخص کردن نحوه پخش لایه های خاک رس در زمینه پایه است. وضعیت حضور قله ها در شکل نشان دهنده فاصله بین لایه ها است.

3. Zuker
4. Zwick Co, Germany
5. X-ray Diffraction
6. X' Pert- Waxs

4- نتایج و بحث

4-1- نتایج آزمایش کشش و ضربه

افزودن ۵ درصد ذرات خاک رس با فرایند اصطکاکی اغتشاشی به ماده پایه بر اساس پارامترهای مختلف طبق جدول 3، انجام می‌شود. بعد از آن نمونه های تست کشش و ضربه به ترتیب طبق استاندارد D638 و D256 آماده می شود. میانگین نتایج حاصل از تست کشش و ضربه قطعات در جدول 3 ارائه شده است.

4-2- نتایج آزمایش تفرق اشعه ایکس

نتایج حاصل از آزمایش تفرق اشعه ایکس نانو کامپوزیت های با کلوزیت 30B در شکل ۳ نشان داده شده است. نانو خاک رس خالص 30B در زاویه $2\theta=4.8^{\circ}$ داری قله می‌باشد که با نفوذ زنجیره پلیمری به داخل فاصله بین صفحات رس این فاصله زیاد می‌شود و طبق رابطه براگ، $d = \lambda/(2\sin\theta)$ این افزایش فاصله بین صفحات باعث جا به جایی قله در شکل تفرق اشعه ایکس به سمت زوایای پایین تر می‌شود[19]. همانطور که در شکل 3 دیده می شود برای نمونه های ساخته شده در شرایط آزمایش 8 ، این قله به زاویه حدود $2\theta=4.7^{\circ}$ انتقال یافته است. این نشان می دهد که زنجیره های پلیمر بین صفحات نانو رس نفوذ کرده ولی باز شدن صفحات نانو ذرات به طور کامل انجام نشده است در حالی که در نمونه 14، قله مربوط به نانو ذرات کامل از بین رفته است که این نشان دهنده بازشوندگی کامل نانو ذرات از هم می باشد. نتایج استحکام کششی در نمونه ها نیز نشان می‌دهد که پخش شوندگی ذرات در فاز پایه در نمونه 14 مناسب بوده و باعث افزایش 12٪ در استحکام کششی شده است. در نمونه 8 نتایج استحکام کشش 2٪ کاهش را نشان می دهد که این به دلیل باز نشدن کامل صفحات نانو ذرات است[20].

4-3- آنالیز استحکام کشش و ضربه

از نرم افزار دیزاین اکسپرت 8 برای آنالیز داده ها و به دست آوردن روابط با بهترین تطابق و هم خوانی استفاده شده است. با استفاده از جدول آنالیز واریانس و تست فیشر، مناسب بودن روابط مورد بررسی قرار گرفت. از جداول 4 و 5 مشاهده می‌شود که روابط بدست آمده به دلیل داشتن ضریب پی کمتر از 0.05 قابل قبول می باشند. ضریب همبستگی یا ضریب همبستگی تعدیل یافته برای استحکام کششی برابر 99 و 98 درصد و برای استحکام ضربه به ترتیب 98 و 96 درصد می باشند. این مقادیر نشان می‌دهد که روابط بدست آمده تطابق زیادی با نقاط آزمایش دارند[21]. از جدول آنالیز واریانس بدست آمده برای استحکام کششی مشاهده می‌شود که تمامی پارامترها و توان دوم B و C و همچنین ضرب پارامترهای ω×S ، S×T و ω×T دارای ضریب پی کمتر از 0.05 می باشند. بنابراین می توان نتیجه گرفت که همگی آنها بر روی متغیر خروجی موثر بوده و در رابطه ریاضی وجود خواهد داشت. از جدول آنالیز واریانس برای استحکام ضربه نیز می توان نتیجه گرفت که همه پارامترها و توان دوم A و B و همچنین ضرب همه پارامترهای در هم دارای ضریب پی کمتر از 0.05 می باشند که نشانگر موثر بودن همگی آنها بر استحکام ضربه می‌باشد.

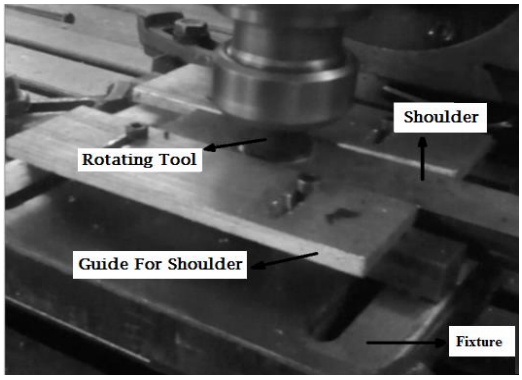

Fig. 2 Fixture and milling machine for friction stir process

شکل 2 فیکسچر و دستگاه فرز برای فرایند اصطکاکی اغتشاشی

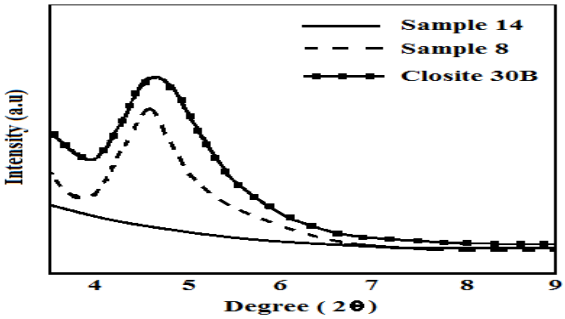

Fig. 3 XRD Spectra of Closite 30B and PA6/NBR/Clay nanocomposites

شکل ۳ تفرق اشعه ایکس در نانو خاک رس 30B و نانوکامپوزیت های PA6/NBR/Clay

جدول 3 خواص مکانیکی نمونه های فرایند اصطکاکی اغتشاشی

Table.3 Mechanical properties of friction stir process samples

شماره آزمایش	ω (rpm)	S (mm/min)	T (°C)	استحکام کششی (MPa)	استحکام ضربه (J/m)
1	1200	30	175	30.6	66.1
2	1000	40	۱۷۵	28.2	67.5
3	1000	30	150	30.3	67.3
4	800	20	150	29.5	66.7
5	1000	20	175	29.8	68.5
6	1000	40	125	28.3	65.3
7	800	30	125	28.7	63.6
8	800	40	150	26.8	65.6
9	1000	30	150	30.1	67.8
10	1000	20	125	30.5	69.5
11	1200	40	150	29.7	65.3
12	1200	20	150	30.9	69.5
13	800	30	175	28.9	67.4
14	1200	30	125	31.3	67.2
15	1000	30	150	30.0	67.7

بنابراین روابط تجربی نهایی که می توان از آن برای پیش بینی استحکام کشش و ضربه در محدوده پارامترها استفاده نمود مطابق فرمول (4) و (5) عبارتند از:

رابطه تجربی استحکام کششی:

$$TS = 14.67 + 0.012 \times \omega + 0.107 \times S + 0.095 \times T - 0.0078 \times S^2 - 0.0025 \times T^2 + 0.00017 \times \omega \times S - 0.000045 \times \omega \times T + 0.0006 \times S \times T \quad (4)$$

رابطه تجربی استحکام ضربه:

$$IS = -6.18 + 0.113 \times \omega - 0.463 \times S + 0.312 \times T - 0.00003 \times \omega^2 + 0.004 \times S^2 - 0.00039 \times \omega \times S - 0.00024 \times \omega \times T + 0.0032 \times S \times T \quad (5)$$

4-4- اعتبار سنجی روابط تجربی

شکل های 4 و 5 نمودارهای مقایسه ای بین مقادیر واقعی و مقادیر پیش بینی شده استحکام کشش و ضربه را نشان می‌دهند. همانطور که مشاهده می‌شود روابط مذکور در محدوده مورد نظر رفتار خوبی را از خود نشان می دهند. همچنین برای مشخص کردن اعتبار این روابط سه آزمایش در حالت های به غیر از آزمایش های جدول 3 انجام شد که مقایسه مقادیر واقعی بدست آمده با پیش بینی شده توسط روابط 4 و 5 نشان داد که خطا زیر 7 درصد می‌باشد (جدول 6).

جدول 4 آنالیز واریانس برای استحکام کششی

Table. 4 Analysis of variance for tensile strength

پارامترها	مجموع مربعات	درجه آزادی	مربعات اصلی	تست فیشر	ضریب پی
رابطه	19.52	9	2.17	183.33	<0.0001
ω	9.03	1	9.03	763.20	<0.0001
S	7.22	1	7.22	610.14	<0.0001
T	0.21	1	0.21	17.85	0.0083
ω×S	0.49	1	0.49	41.41	0.0013
ω×T	0.20	1	0.20	17.11	0.009
S×T	0.09	1	0.09	7.61	0.0319
ω^2	0.04	1	0.04	3.39	0.1251
S^2	2.24	1	2.24	189.43	<0.0001
T^2	0.09	1	0.09	7.42	0.0416
باقیمانده[1]	0.06	5	0.012		
عدم تناسب[2]	0.013	3	0.004	0.18	0.9029

ضریب همبستگی تعدیل یافته = 0.9896 ضریب همبستگی = 0.9960

ضریب همبستگی پیش بینی = 0.9840

جدول 5 آنالیز واریانس برای استحکام ضربه

Table. 5 Analysis of variance for impact strength

پارامترها	مجموع مربعات	درجه آزادی	مربعات اصلی	تست فیشر	ضریب پی
رابطه	36.19	9	4.02	47.03	0.0003
ω	2.88	1	2.88	33.68	0.0021
S	13.78	1	13.78	161.18	<0.0001
T	1.90	1	1.90	22.24	0.0053
ω×S	2.40	1	2.40	28.10	0.0032
ω×T	6.00	1	6.00	70.20	0.0004
S×T	2.56	1	2.56	29.94	0.0028
ω^2	5.54	1	5.54	64.80	0.0005
S^2	0.59	1	0.59	6.91	0.0466
T^2	0.33	1	0.33	3.89	0.1057
باقیمانده	0.43	5	0.085		
عدم تناسب	0.29	3	0.096	1.37	0.4485

1. Residual
2. Lack of Fit

ضریب همبستگی تعدیل یافته[4] =0.9673 ضریب همبستگی[3] =0.9883

ضریب همبستگی پیش بینی[5] =0.8679

جدول 6 اعتبار سنجی نتایج

Table. 6 Validation of results

ω (rpm)	S (mm/min)	T (°C)	استحکام کششی: استحکام ضربه	استحکام کششی: مقدار پیش بینی	|خطا ٪|
1000	30	175	28.30	29.81	5.3
			65.20	67.78	3.9
800	40	175	28.60	26.94	6.1
			70.90	67.85	4.3
1200	20	125	31.90	31.29	1.9
			73.50	70.80	4.3

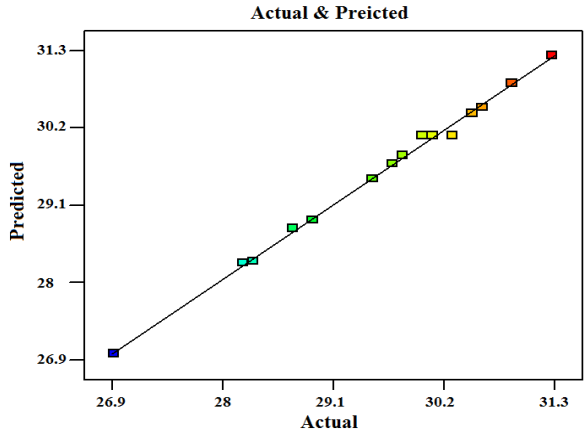

Fig. 4 Plot of actual versus predicted tensile strength

شکل ۴ نمودار مقدار واقعی به مقدار پیش بینی برای استحکام کششی

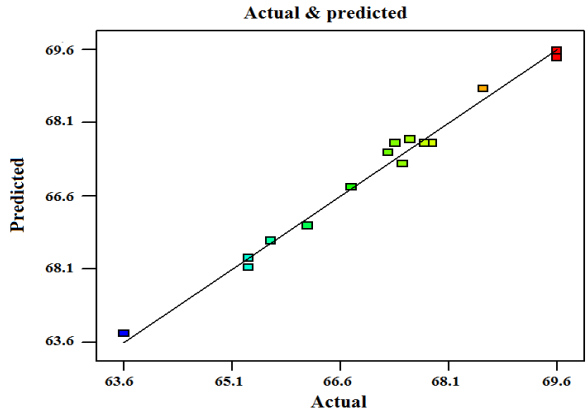

Fig.5 Plot of actual versus predicted impact strength

شکل ۵ نمودار مقدار واقعی به مقدار پیش بینی برای استحکام ضربه

5-4- تاثیر پارامترهای فرایند بر روی استحکام کشش و ضربه

با توجه به اینکه مدل ریاضی پیش بینی دقیقی از رفتار پارامترها می دهد پس از این مدل برای پیش بینی تاثیر پارامترها استفاده می‌شود. با توجه

3. R^2
4. Adj R^2
5. Pred R^2

به جدول آنالیز واریانس، تاثیر متقابل پارامترهای که رابطه ریاضی موثر بوده اند نیز مورد بررسی قرار گرفته است.

4-5-1- تاثیر پارامترهای فرایند بر روی استحکام کششی

شکل 6 تاثیر پارامترها بر روی استحکام کششی را در نشان می دهد در حالتی که یکی از پارامترها بین 1- تا 1 تغییر می کند و پارامترهای دیگر در حالت 0 قرار دارند.

با افزایش سرعت دورانی مقدار تنش برشی اعمال شده به ماده در ناحیه فرایند بیشتر می‌شود که این باعث نفوذ بیشتر زنجیره های پلیمری درون لایه های خاک رس می‌کند و پخش شوندگی نانو ذرات درون ماده پایه بیشتر شده و منجر به افزایش استحکام کششی می‌شود[22].

با افزایش سرعت دورانی زمان اختلاط کمتر و مقدار حرارت ایجاد شده کمتر خواهد شد که در زمان اختلاط کمتر پخش یکنواخت نانو ذرات درون ماده پایه کمتر و استحکام کششی کاهش می‌یابد[11].

افزایش دمای شولدر باعث افزایش گرمای ورودی به ماده می شود که در این محدوده دمای تاثیر زیادی بر روی استحکام کششی نخواهد داشت. مقایسه بین نانوکامپوزیت ساخته شده (نمونه ۱۴) با کامپوزیت پایه PA6/NBR، افزایش 18 ٪ استحکام کششی را نشان می دهد در حالی که محلاتی و همکارانش [8] نشان دادند که افزودن 5٪ نانو ذرات خاک رس به ماده پایه PA6/NBR با استفاده از میکسر داخلی، استحکام کششی را 28 ٪ کاهش می دهد.

شکل 7 تاثیر متقابل دو پارامتر سرعت دورانی و سرعت پیشروی بر روی استحکام کششی را نشان می‌دهد.

در سرعت پیشروی 40 میلی متر بر دقیقه با افزایش سرعت دورانی استحکام کششی به شدت افزایش می‌یابد در حالی که در سرعت پیشروی پایین، مقدار افزایش سرعت دورانی کمتر خواهد بود. بیشترین استحکام کششی در سرعت دورانی 1200 دور بر دقیقه و سرعت خطی بین 20 تا 35 میلی متر بر دقیقه بدست می‌آید.

تاثیر متقابل سرعت دورانی و دمای شولدر بر روی استحکام کششی در شکل 8 نشان داده شده است. با افزایش سرعت دورانی از 800 دور بر دقیقه تا 1200 دور بر دقیقه در دماهای مختلف استحکام کششی به طور مداوم افزایش. بیشترین استحکام کششی در سرعت دورانی 1200 دور بر دقیقه و دمای شولدر بین 125 تا 160 درجه سانتی گراد بدست می‌آید.

در سرعت های پیشروی پایین و بالا، با افزایش دمای شولدر، استحکام کششی تقریبا ثابت و به ترتیب در حدود 30.5 و 28.2 مگا پاسکال می باشد. با افزایش دمای شولدر در سرعت های مختلف پیشروی تا 25 میلی متر بر دقیقه، استحکام کششی ابتدا تا 31 مگا پاسکال افزایش می یابد و بعد از آن با افزایش سرعت پیشروی تا 40 میلی متر بر دقیقه، استحکام کششی به طور مداوم تا 28.2 مگاپاسکال کاهش یافت.

بیشترین استحکام کششی در سرعت های پیشروی کمتر از 30 میلی متر بر دقیقه و دمای شولدر بین 125 تا 160 سانتی گراد بدست می‌آید (شکل 9).

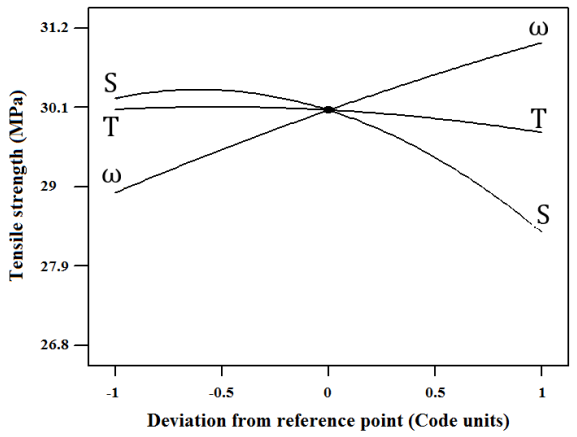

Fig. 6 Effect of process parameters on tensile strength

شکل 6 تاثیر پارامترهای فرایند بر روی استحکام کششی

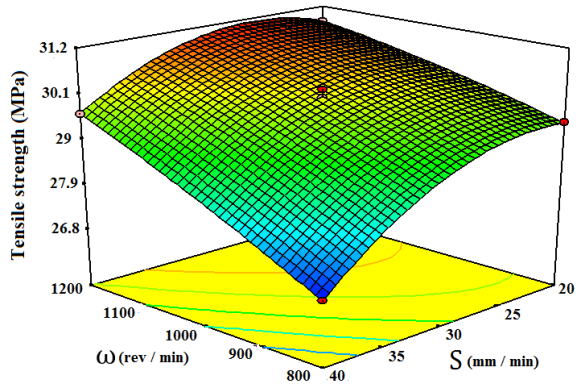

Fig. 7 3D diagram the effect of ω and S on the tensile strength

شکل 7 نمودار سه بعدی تاثیر متقابل ω و S بر روی استحکام کششی

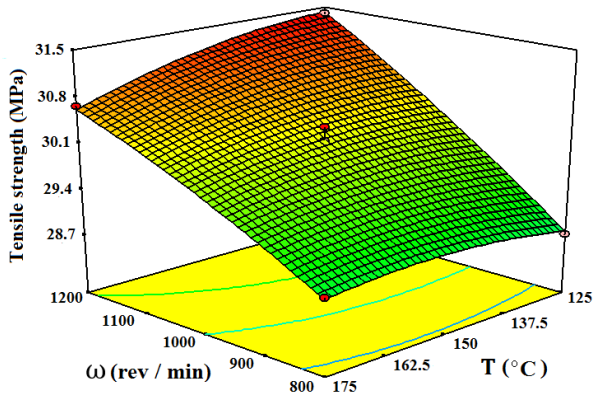

Fig. 8 3D diagram the effect of ω and T on the tensile strength

شکل 8 نمودار سه بعدی تاثیر متقابل ω و T بر روی استحکام کششی

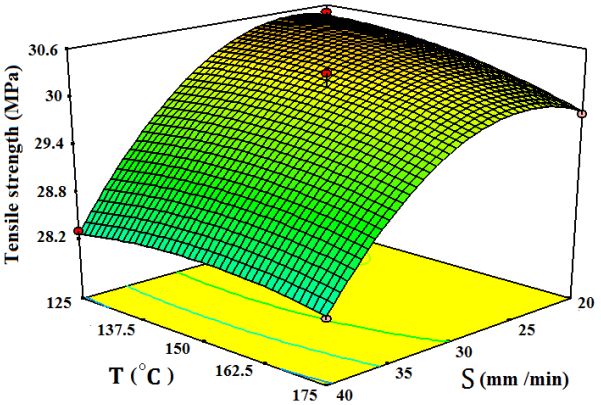

Fig. 9 3D diagram the effect of S and T on the tensile strength

شکل 9 نمودار سه بعدی تاثیر متقابل S و T بر روی استحکام کششی

4-5- 2- تاثیر پارامترهای فرایند بر روی استحکام ضربه

با افزودن نانو ذرات به فاز پایه و کوچکتر شدن فاز لاستیک از یک مقدار بهینه استحکام ضربه نانو کامپوزیت تولید شده کاهش می‌یابد . باتوجه به شکل 10، افزیش سرعت دورانی از سطح 1- تا 0 باعث افزایش استحکام ضربه از 65.5 ژول بر متر تا 67.8 ژول بر متر می شود و بعد از آن استحکام ضربه کاهش می یابد. افزایش سرعت دورانی باعث افزایش نیروی برشی اعمالی به ماده می شود. اعمال نیروی برشی بالاتر، باعث کوچکتر شدن فاز لاستیک می شود که منجر به افزایش استحکام ضربه خواهد شد در حالی که اگر اندازه ذرات لاستیک از یک مقدار بهینه کوچکتر شود استحکام ضربه کاهش می یابد. افزایش دمای شولدر از 125 تا 175 درجه سانتی گراد باعث افزایش استحکام ضربه از 66.6 ژول بر متر تا 67.4 ژول بر متر می شود. مطابق شکل 10، با افزایش سرعت پیشروی استحکام ضربه کاهش می یابد که کاهش استحکام ضربه به دلیل زمان کمتر برای اختلاط و پخش نشدن مناسب ذرات درون فاز پایه است. مقایسه نتایج حاصل از افزودن 5 ٪ نانو ذرات خاک رس به ماده پایه PA6/NBR با روش اصطکاکی اغتشاشی، باعث کاهش 6 درصدی استحکام ضربه شده است. در حالی که محلاتی و همکارانش [8] نشان دادند که در نمونه های ساخته شده با میکسر داخلی، با افزودن 5٪ نانو ذرات خاک رس به ترموپلاستیک الاستومر PA6/NBR، استحکام ضربه 40٪ کاهش خواهد یافت. مطابق شکل 11 با افزایش سرعت پیشروی در تمام سرعت های دورانی استحکام ضربه کاهش می یابد. در سرعت دورانی 800 و 1200 دور بر دقیقه، بیشترین استحکام ضربه به ترتیب 66.75 و 69.6 ژول بر متر است که در سرعت پیشروی 20 میلی متر بر دقیقه بدست می‌آید. کمترین استحکام ضربه نیز در سرعت پیشروی 40 میلی متر بر دقیقه و سرعت دورانی 800 و 1200 دور بر دقیقه بدست آمده که مقدار آن 65.2 ژول بر متر می باشد. بیشترین استحکام ضربه زمانی که دو پارامتر سرعت دورانی و دمای شولدر به طوری باشند که در دمای 125 درجه سانتی گراد سرعت دورانی بین 1050 تا 1200 دور بر دقیقه باشد در حالی که در دمای شولدر 175 سانتی گراد باید سرعت دورانی بین 800 تا 1110 دور بر دقیقه باشد تا استحکام ضربه 67.2 ژول بر متر بدست آید. همانطور که در شکل 12 نشان داده شده در کمترین سرعت دورانی و دمای شولدر، کمترین استحکام ضربه (63.3 ژول بر متر) بدست می آید. با توجه شکل 13 در دمای شولدر پایین با افزایش سرعت پیشروی استحکام ضربه به طور مداوم و با شدت تا 64.8 ژول بر متر کاهش می‌یابد در حالی که با افزایش سرعت پیشروی از 20 تا 40 میل متر بر دقیقه در دمای شولدر 175 درجه سانتی گراد، استحکام ضربه با شدت کمتری و از 68.4 تا 67.5 کاهش می‌یابد. در سرعت های پیشروی پایین تغییر دمای شولدر فرایند تاثیر زیادی در استحکام ضربه ندارد و بیشترین مقدار استحکام ضربه به مقدار 69.3 ژول بر متر بدست می‌آید.

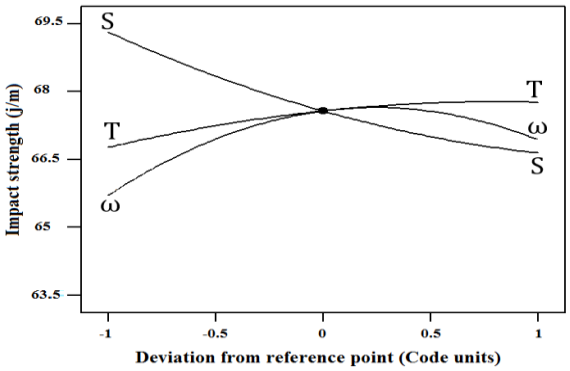

Fig. 10 Effect of process parameters on impact strength

شکل 10 تاثیر پارامترهای فرایند بر روی استحکام ضربه

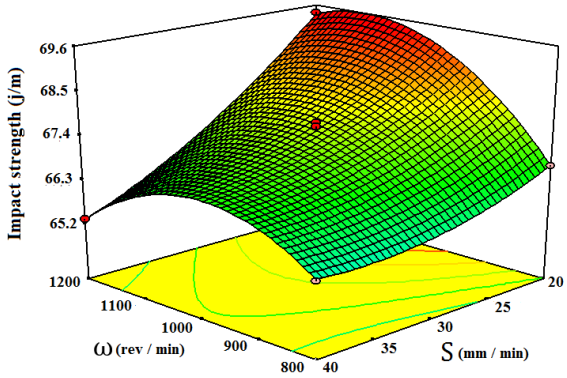

Fig. 11 3D diagram the effect of ω and S on the impact strength

شکل 11 نمودار سه بعدی تاثیر متقابل ω و S بر روی استحکام ضربه

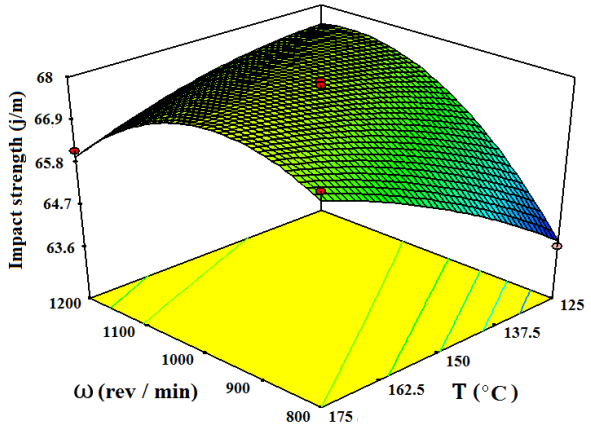

Fig. 12 3D diagram the effect of ω and T on the tensile strength

شکل 12 نمودار سه بعدی تاثیر متقابل ω و T بر روی استحکام ضربه

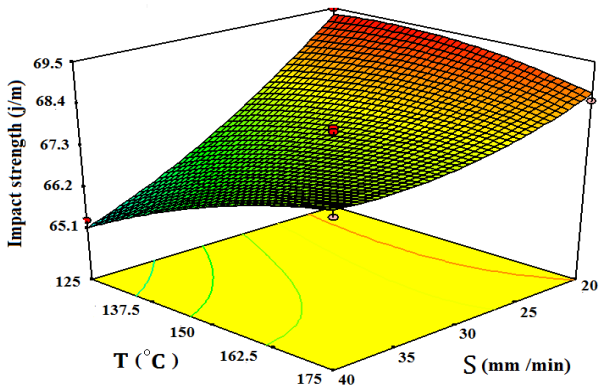

Fig. 13 3D diagram the effect of S and T on the tensile strength

شکل 13 نمودار سه بعدی تاثیر متقابل S و T بر روی استحکام ضربه

4-5- 3- بهینه سازی چند متغیره

همانطور که در نمودار مربوط به تاثیر پارامترهای فرایند اصطکاکی اغتشاشی بر روی استحکام کششی و ضربه (شکل 6 و 10) مشاهده می شود، افزایش دمای شولدر باعث کاهش استحکام کششی و افزایش استحکام ضربه می شود و دیگر پارامترها نیز بر روی خواص مکانیکی اثر یکسانی نخواهند داشت. لذا در این حالت مواردی پیش خواهد آمد که در آن با ماکزیمم شدن مقاومت به ضربه ماده، استحکام کششی در کمترین مقدار خود قرار می‌گیرند. بنابراین در بهینه سازی چند متغیره مقادیر پارامترهای فرایند طوری انتخاب شوند که بطور هم زمان همگی مقادیر خواص مکانیکی (استحکام کششی و استحکام ضربه)، تا حد امکان در حداکثر مقدار ممکن خود باشند و یا به عبارتی تابع هدف ماکزیمم شدن همزمان خواص مکانیکی و تعادل بین آنها می باشد. برای حداکثر شدن هم زمان خواص مکانیکی از مدل ریاضی بدست آمده از مرحله آنالیز داده‌ها استفاده می‌شود. مطابق جدول ۷ مقادیر پارامترهای فرایند به گونه‌ای انتخاب شدند تا بطور همزمان بتوان استحکام کششی و استحکام ضربه را به حداکثر رساند. نتایج نشان می‌دهد که در صورت انتخاب پارامترهای سرعت دورانی 1200 دور بر دقیقه، سرعت خطی 25 میلی متر بر دقیقه و دمای شولدر 125 درجه سانتی گراد خواهد بود که در این شرایط استحکام استحکام کششی و استحکام ضربه به ترتیب 31.5 مگا پاسکال و 69 ژول بر متر خواهد بود.

جدول 7. پارامترهای فرایند برای ماکزیمم شدن همزمان استحکام کششی و ضربه

Table 7. Process parameters to simultaneously maximize the tensile and impact strength

سرعت دورانی (rpm)	سرعت خطی (mm/min)	دما (°C)	استحکام کششی (MPa) / استحکام ضربه (J/m)
1200	25	125	31.5
			69

5- نتیجه گیری

در این تحقیق امکان سنجی و بهینه سازی پارامترهای فرایند اصطکاکی اغتشاشی برای ساخت نانو کامپوزیت دو فازی پلی آمید 6 / لاستیک آکریلونیتریل بوتادین / خاک رس بررسی شد. در ابتدا محدوده پارامترها برای ساخت این مواد مشخص گردید و سپس از روش سطح پاسخ جهت پیش بینی استحکام کششی و ضربه استفاده شد. تاثیر 3 پارامتر درصد سرعت دورانی، سرعت خطی و دمای شولدر فرایند بررسی شد که نتایج بدست آمده عبارتند از:

- روابط بدست آمده با روش سطح پاسخ برای پیش بینی استحکام کشش و ضربه به ترتیب دارای ضریب همبستگی 99 و 98٪ و همچنین ضریب همبستگی تعدیل یافته 98 و 96٪ می‌باشند.
- همه پارامترها و توان دوم سرعت پیشروی و دمای شولدر و همچنین ضرب پارامترهای ω×S، ω× T و S×T بر استحکام کشش موثر می باشند.
- همچنین همه پارامترها و توان دوم سرعت دورانی و سرعت پیشروی و ضرب متقابل همه پارامترها بر روی استحکام ضربه تاثیر گذار هستند.
- با افزایش سرعت رورانی، دمای شولدر و تعداد پاس بین سطح 1- تا 1 استحکام کششی تقریبا از 15 به 18.5 مگا پاسگال افزایش پیدا می‌کند ولی برای سرعت پیشروی با افزایش این سرعت از 30 تا 38 میلی متر بر دقیقه استحکام افزایش می‌یابد ولی برای سرعت پیشروی های بالاتر از 38 میلی متر بر دقیقه استحکام کششی کاهش خواهد یافت.
- با افزیش سرعت دورانی، دمای شولدر و تعداد پاس فرایند استحکام ضربه کاهش می یابد. با افزایش سرعت پیشروی از 30 تا 40 میلی متر بر دقیقه استحکام ضربه ثابت و به اندازه 30 ژول بر متر می‌باشد ولی با افزایش آن از 40 تا 50 میلی متر بر دقیقه به دلیل زمان کمتر برای اختلاط و پخش نشدن ذرات درون فاز پایه در نتیجه استحکام ضربه افزایش می‌یابد

5- مراجع

[1] Nakhaei, M.R. Mohammadi, Sh. Naderi, Gh. and Ghoreishy, M.H.R., Kh., "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, In press.

[2] 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.

[3] Lim, S.-H., Dasari, A., Yu, Z.-Z., Mai, Y.-W., Liu, S. and Yong, M. S., "Fracture Toughness of Nylon 6/Organoclay/Elastomer Nanocomposites" Composites Science and Technology, Vol. 67, No. 14, pp. 2914-2923, 2007.

[4] Esmizadeh, E. Sahraeian, R. Mosalmani, R. Naderi, Gh and Esfandeh, M., "Mechanical behavior of nanoperlite/nanoclay hybrid

nanocomposites based on polyethylene: Experimental and numerical validation of hyperelastic models", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites.

[5] Attari, M., Arefazar, A. and Bakhshandeh, G., "Mechanical and Thermal Properties of Toughened PA6/HDPE/SEBs‐G‐Ma/Clay Nanocomposite" Polymer Engineering & Science, Vol. 55, No. 1, pp. 29-33, 2015.

[6] 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.

[7] Fakirov, S., "Handbook of Condensation Thermoplastic Elastomers", John Wiley & Sons, 2006.

[8] Mahallati, P., Arefazar, A. and Naderi, G., "Thermal and Morphological Properties of Thermoplastic Elastomer Nanocomposites Based on PA6/NBR " International Polymer Processing. Vol. 25, No.2, pp.132-8, 2011.

[9] Lee, H.-s., Fasulo, P. D., Rodgers, W. R. and Paul, D., "TPO Based Nanocomposites. Part 1. Morphology and Mechanical Properties" Polymer, Vol. 46, No. 25, pp. 11673-11689, 2005.

[10] Khosrokhavar, R., Naderi, G., Bakhshandeh, G. R. and Ghoreishy, M. H. R., "Effect of Processing Parameters on PP/EPDM/Organoclay Nanocomposites Using Taguchi Analysis Method" Iran Polym J, Vol. 20, pp. 41-53, 2011.

[11] Mostafapour, A., Naderi, G. and Nakhaei, M. R., "Theoretical Models for Prediction of Mechanical Behaviour of the PP/EPDM Nanocomposites Fabricated by Friction Stir Process" Polyolefins Journal, Vol. 4, No. 1, pp. 99-109, 2016.

[12] Mishra, R. S., Ma, Z. and Charit, I., "Friction Stir Processing: A Novel Technique for Fabrication of Surface Composite" Materials Science and Engineering: A, Vol. 341, No. 1-2, pp. 307-310, 2003.

[13] Sharma, S. R., Ma, Z. and Mishra, R. S., "Effect of Friction Stir Processing on Fatigue Behavior of A356 Alloy" Scripta Materialia, Vol. 51, No. 3, pp. 237-241, 2004.

[14] Azarsa, E. and Mostafapour, A., "On the Feasibility of Producing Polymer–Metal Composites Via Novel Variant of Friction Stir Processing" Journal of Manufacturing Processes, Vol. 15, No. 4, pp. 682-688, 2013.

[15] Barmouz, M., Seyfi, J., Givi, M. K. B., Hejazi, I. and Davachi, S. M., "A Novel Approach for Producing Polymer Nanocomposites by in-Situ Dispersion of Clay Particles Via Friction Stir Processing" Materials Science and Engineering: A, Vol. 528, No. 6, pp. 3003-3006, 2011.

[16] Zinati, R. F., "Experimental Evaluation of Ultrasonic-Assisted Friction Stir Process Effect on in Situ Dispersion of Multi-Walled Carbon Nanotubes Throughout Polyamide 6" The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, Vol. 81, No. 9-12, pp. 2087-2098, 2015.

[17] 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.

[18] Mostafapour, A., Akbari, A. and Nakhaei, M., "Application of Response Surface Methodology for Optimization of Pulsating Blank Holder Parameters in Deep Drawing Process of Al 1050 Rectangular Parts" The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, Vol. 91, No. 1-4, pp. 731-737, 2017.

[19] Zhang, L., Wan, C. and Zhang, Y., "Investigation on Morphology and Mechanical Properties of Polyamide 6/Maleated Ethylene‐Propylene‐Diene Rubber/Organoclay Composites" Polymer Engineering & Science, Vol. 49, No. 2, pp. 209-216, 2009.

[20] Nakhaei, M. R., Mostafapour, A. and Naderi, G., "Optimization of Mechanical Properties of PP/EPDM/Clay Nanocomposite Fabricated by Friction Stir Processing with Response Surface Methodology and Neural Networks" Polymer Composites, Vol. 38, pp. E421-E432, 2017.

[21] 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.

[22] Huang, Y., Meng, X., Xie, Y., Wan, L., Lv, Z., Cao, J. and Feng, J., "Friction Stir Welding/Processing of Polymers and Polymer Matrix Composites" Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 105, pp. 235-257, 2018.