



بررسی خواص مکانیکی، حرارتی و ریزساختار ترکیب پلی آمید ۶/آکریلونیتریل بوتادین تقویت شده با نانوذرات کاربید سیلیسیم

هادی سلیمانی^۱، محمدرضا نخعی^{۲*}

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه سمنان، سمنان، ایران

۲- استادیار، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه شهید بهشتی، تهران، ایران

* تهران، صندوق پستی ۱۶۸۴۶-۵۲۵۷۱، m_nakhaei@sbu.ac.ir

چکیده

اطلاعات مقاله

مقاله پژوهشی

دریافت: ۹ فروردین ۱۴۰۲

داوری اولیه: ۲۸ اردیبهشت ۱۴۰۲

پذیرش: ۲۴ خرداد ۱۴۰۲

کلیدواژگان:

پلی آمید ۶

آکریلونیتریل بوتادین

کاربید سیلیسیم

فرآیند اصطکاکی اغتشاشی

روش سطح پاسخ

در این مقاله، از فرآیند اصطکاکی اغتشاشی (FSP) برای افزودن درصد‌های وزنی متنوع از نانوذرات کاربید سیلیسیم (SiC) به فاز پایه PA6/NBR استفاده شد. همچنین به کمک روش سطح پاسخ (RSM) براساس طرح باکس-بنکن، تأثیر سه متغیر سرعت چرخش ابزار دورانی (ω)، سرعت خطی ابزار (V) و درصد وزنی نانوذره کاربید سیلیسیم (S) بر خواص مکانیکی (مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای) مورد بررسی قرار گرفت. به منظور چگونگی پراکندگی نانوذرات در فاز پایه و اثر افزودن آن‌ها بر ریزساختار ترموپلاستیک الاستومر PA6/NBR، از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) بهره گرفته شد. علاوه بر این، با استفاده از آزمون‌های گرماسنجی تفاضلی روبشی (DSC) و آنالیز حرارتی (TGA)، خواص حرارتی نمونه‌های PA6/NBR/SiC با درصد‌های مختلف وزنی از نانوذرات کاربید سیلیسیم بررسی شد. مقادیر به دست آمده از معادلات رگرسیون نشان داد در شرایطی که سرعت چرخش ابزار دورانی ۱۲۰۰ دور بر دقیقه، سرعت خطی ابزار ۲۰ میلی‌متر بر دقیقه و مقدار درصد وزنی نانوذره استفاده شده ۳/۸ باشد، حداکثر مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای به ترتیب ۶۶۵/۱۸ مگاپاسکال و ۶۲/۲۶ ژول بر متر به دست خواهد آمد؛ همچنین دمای تبلور و دمای ذوب نیز به ترتیب تا مقادیر ۱۹۸ و ۲۲۲/۸ درجه سانتی‌گراد افزایش خواهد یافت.

Investigation of mechanical, thermal and microstructural properties of PA6/NBR nanocomposites reinforced with silicon carbide nanoparticles

Hadi Soleymani¹, Mohammad Reza Nakhaei^{2*}

1- Faculty of Mechanical Engineering, Semnan University, Semnan, Iran

2- Faculty of Mechanics and Energy, Shahid Beheshti University, Tehran, Iran

* P.O.B. 16846-53571 Tehran, Iran, m_nakhaei@sbu.ac.ir

Article Information

Original Research Paper

Received: 29 March 2023

First Decision: 18 May 2023

Accepted: 14 June 2023

Keywords:

Polyamide 6

Acrylonitrile Butadiene Rubber

Silicon Carbide

Friction Stir Process

Response Surface Methodology

Abstract

In this article, the friction stir process (FSP) was used to add various weight percentages of silicon carbide (SiC) nanoparticles to the base phase of PA6/NBR. Also, the effect of three variables of the rotation speed tool (ω), traverse speed (V) and the weight percentage of silicon carbide nanoparticle (S) on the mechanical properties (young's modulus and impact strength) were investigated by response surface methodology (RSM) based on the Box-Behnken design. Scanning electron microscope (SEM) was used to determine the dispersion of nanoparticles in the base phase and the effect of their addition on the microstructure of PA6/NBR thermoplastic elastomer. Moreover, the thermal properties of PA6/NBR/SiC samples with different weight percentages of silicon carbide nanoparticles were investigated by differential scanning calorimetry (DSC) and thermo gravimetric analysis (TGA). The values obtained from the regression equations showed that, under optimal conditions of the rotational speed of 1200 rpm, traverse speed of 20 mm/min and the weight percentage of nanoparticles of 3.8 wt. %, the maximum young's modulus and impact strength 665.18 MPa and 62.26 J/m, respectively could be obtained. Also the crystallization and melting temperature increased to 198 and 222.8 °C, respectively.

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

H. Soleymani, M.R. Nakhaei, Investigation of mechanical, thermal and microstructural properties of PA6/NBR nanocomposites reinforced with silicon carbide nanoparticles, Iranian Journal of Manufacturing Engineering, Vol. 9, No. 10, pp. 42- 54, 2022 (in Persian). <https://www.doi.org/10.22034/IJME.2023.391059.1764>

۱- مقدمه

امروزه بشر شاهد پیشرفت سریع نانوکامپوزیت‌های پایه پلیمری است که یکی از شاخص‌ترین آن‌ها بحث تجاری‌سازی و توسعه نانوکامپوزیت‌های پلیمری در صنعت است. در همین راستا، از جمله کاربردهای مهمی که می‌توان برای نانوکامپوزیت‌های پایه پلیمری نام برد عبارت‌اند از صنایع هوافضا، صنایع خودروسازی، تولید تجهیزات پزشکی و بیمارستانی و صنعت ساختمان‌سازی [۱]. این مواد بر اساس الاستومرهای تحت گرما به‌وسیله فشار دستگاه پرس ساخته و قالب‌گیری می‌شوند. به‌علاوه، از تقویت‌کننده‌های معدنی و غیرمعدنی نیز در هنگام ساخت آن‌ها استفاده شد تا خواص مکانیکی، حرارتی و ریزساختاری این ترکیبات را بهبود ببخشند [۲].

یکی از پلی آمیدهای پرکاربرد در مهندسی، پلی آمید ۶ (PA6) می‌باشد که دارای خواص مکانیکی (استحکام ضربه‌ای، استحکام کششی، چقرمگی شکست و مقاومت سایشی) و خواص فیزیکی و شیمیایی بالا در برابر اسیدها و بازها است [۳]. این پلیمر بیشترین کاربرد و استفاده را در صنایع بسته‌بندی، پزشکی و تولیدی دارد اما استفاده از این ماده در دماهای پایین مقاومت کمی را در برابر ضربه از خود نشان می‌دهد. همچنین پلی آمید ۶ از انعطاف‌پذیری بالا و مناسبی برخوردار نیست که این امر سبب محدودیت‌هایی در به‌کارگیری از آن شده است؛ به‌طوری‌که اختلاط پلی آمید ۶ با لاستیک‌های مختلفی نظیر الاستومر آکریلونیتریل بوتادین (NBR) باعث افزایش انعطاف‌پذیری و در نهایت بیشتر شدن مقدار چقرمگی شکست این پلیمر می‌شود [۴]. همان‌طور که ذکر شد ترکیب ماده پلیمری با سایر لاستیک‌ها موجب بهبود و بالا رفتن برخی از خواص این ماده مانند انعطاف‌پذیری می‌شود اما در مقابل، برخی از خواص مکانیکی ترکیب حاصل شده مانند سختی و مدول الاستیسیته کاهش می‌یابد. از این رو، برای حل این نواقص پس از آمیخته شدن ذرات پلیمری با لاستیک مد نظر، از پرکننده‌هایی همچون خاک رس، نانولوله‌های کربنی، پرلیت و گرافن استفاده شده است تا خصوصیات حرارتی و مکانیکی نمونه نانوکامپوزیتی ساخته شده به‌طور قابل توجهی افزایش پیدا کند.

در همین راستا، پژوهش‌های بسیاری در ارتباط با ترکیب ترموپلاستیک الاستومر PA6/NBR صورت گرفته است. نخعی و همکاران [۵]، نتایج تحقیقات خود را در اثر افزودن نانوذرات گرافن به فاز بستر ترکیب پایه PA6/NBR تهیه شده در دستگاه

مخلوط‌کن داخلی، نشان دادند. آن‌ها با استفاده از آزمون‌های متنوع مانند تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)^۳، پراش اشعه ایکس (XRD)^۴ و آزمون حرارتی (DSC)^۵ دریافتند، اختلاف ناچیزی بین داده‌های به دست آمده از نتایج پیش‌بینی‌شده و تجربی وجود دارد. علاوه بر این، با بالا بردن درصد وزنی نانوذرات گرافن در طی فرایند اختلاط و نیز کاهش مقدار فاز الاستومری، استحکام کششی نمونه‌ها افزایش می‌یابد. همچنین، بیشینه مقدار استحکام کششی در شرایطی حاصل شد که درصد‌های وزنی الاستومر و نانوذره گرافن به ترتیب ۲۰ و ۱/۵ درصد بود. نتایج نشان داد، بهینه دمای ذوب و دمای تبلور بر اثر افزوده شدن ۱/۵ درصد وزنی از نانوذرات گرافن به فاز پایه به دست آمده است. همچنین در پژوهشی دیگر، شمشادی و همکاران [۶]، مطالعاتی را بر روی ترکیب کامپوزیتی پایه پلیمری PA6/NBR تقویت‌شده با نانوذرات خاک رس انجام دادند. نتایج حاصل از تصاویر SEM نشان داد که فاز الاستومری در نمونه‌های دارای نانو رس نسبت به نمونه‌های بدون نانو رس به نصف کاهش پیدا کرده است. نمونه تهیه شده از ۷ درصد وزنی نانو رس بیان‌گر این بود که مدول ذخیره به دلیل ایجاد شبکه فیزیکی در ماتریس، رفتار مستقل از فرکانس دارد. قربانخان و همکاران [۷]، به بررسی و مدل‌سازی ریاضی خواص مکانیکی نانوکامپوزیت PA6/NBR/Clay، ساخته شده با فرایند اصطکاکی اغتشاشی (FSP)^۶ پرداختند. با توجه به نتایج گزارش شده برای کار ضروری و غیرضروری شکست، بالاترین مقدار استحکام کششی برای نمونه تولیدی با ۵ درصد وزنی از نانوذرات خاک رس ثبت شد. این بررسی برای شرایط بهینه به دست آمده از روش سطح پاسخ (RSM)^۷ با سرعت چرخشی ۱۲۰۰ دور در دقیقه، سرعت پیشروی ۲۵ میلی‌متر بر دقیقه و دمای فرایند ۱۴۶ درجه سانتی‌گراد نشان داد که حداکثر مدول یانگ ۶۵۸ مگاپاسکال است. در پژوهشی دیگر از نخعی و همکاران [۸]، اثر نانوذرات خاک رس بر خواص مکانیکی، سازوکار شکست و رشد ترک کامپوزیت PA6/NBR، با استفاده از دو روش ساخت مخلوط‌کن داخلی و فرایند اصطکاکی اغتشاشی همراه با نظریه کار ضروری شکست مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصل شده بیان‌گر این بود که استحکام کششی نمونه‌های PA6/NBR ساخته شده در مخلوط‌کن داخلی با افزودن ۵ درصد وزنی از نانوذرات خاک رس افزایش یافته است؛ درصورتی‌که استحکام

³ Scanning Electron Microscopy⁴ X-Ray Diffraction⁵ Differential Scan Calorimetry⁶ Friction Stir Process⁷ Response Surface Methodology¹ Polyamide 6² Acrylonitrile Butadiene Rubber

وزنی نانوذرات کاربرد سیلیسیم بر خواص مکانیکی (مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای) نمونه‌های PA6/NBR/SiC و در نهایت تعیین مقادیر اصلاح شده متغیرهای ورودی بهره گرفته شد. به منظور بررسی چگونگی پراکندگی نانوذرات در فاز پایه و تأثیر آن بر ریزساختار ترکیب، از آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و از آزمون‌های گرماسنجی تفاضلی روبشی (DSC) و آنالیز حرارتی (TGA) برای بررسی خواص حرارتی نمونه‌های ترموپلاستیک الاستومر PA6/NBR تقویت شده با نانوذرات کاربرد سیلیسیم کمک گرفته شد.

۲- فعالیت‌های تجربی

۲-۱- مواد اولیه و آماده‌سازی نمونه‌ها

مواد اولیه به کار رفته برای ساخت نمونه‌های نانوکامپوزیتی PA6/NBR/SiC به ترتیب شامل پلی آمید ۶ با نام تجاری کویا کن ۱۳۶ (محصول شرکت کولون پلاستیک کره جنوبی)، الاستومر آکریلونیتریل بوتادین NBR (گرید ۳۵ ال تولید شده در شرکت کومهو کره جنوبی) و نانوذره کاربرد سیلیسیم (محصول شرکت تحقیقاتی نانومواد ایالات متحده) با خلوص ۹۹ درصد و متوسط اندازه ذرات ۴۵ الی ۶۵ نانومتر است. همچنین، از نسبت وزنی ۷۰/۳۰ برای ترکیب پایه استفاده شده است؛ به طوری که به ازای افزوده شدن ۲، ۴ و ۶ درصد وزنی از نانوذرات کاربرد سیلیسیم به ترکیب PA6/NBR، از مقدار درصد وزنی پلی آمید ۶ در طراحی آزمایش کاسته شده است. در جدول ۱، به طور مختصر خصوصیات فیزیکی و شیمیایی مواد مورد استفاده در این پژوهش گزارش شده است.

جدول ۱ خصوصیات مواد اولیه [۱۱، ۱۲]

Table 1 Characterizations of raw materials

مقدار	خصوصیات	مواد
1.14 g/cm ³ 3.4 g/10min(230°C. 2.16Kg)	چگالی شاخص جریان مذاب	پلی آمید ۶
0.98 g/cm ³ 41, ML (1+4 min) (100°C)	چگالی ویسکوزیته	آکریلونیتریل بوتادین
3.21 g/cm ³ 9-10 Mohs	چگالی شاخص سختی	کاربرد سیلیسیم

ابتدا برای ساخت ترموپلاستیک الاستومر PA6/NBR، ذرات پلی آمید ۶ و کاربرد سیلیسیم در آن به مدت ۲۴ ساعت و تحت دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد جهت حذف رطوبت احتمالی قرار داده شدند. با توجه به درصد وزنی پلی آمید ۶ و الاستومر

کششی نمونه‌های PA6/NBR ساخته شده در فرایند اصطکاکی اغتشاشی با افزودن ۷ درصد وزنی از نانوذرات خاک رس افزایش بیشتری را به اندازه ۳۵/۴ مگاپاسکال نشان می‌دهد. همچنین کار کلی شکست در نمونه‌های تولید شده با روش مخلوط‌کن داخلی به مقدار ۵ درصد کاهش یافت؛ در حالی که این متغیر در نمونه‌های تولید شده با فرایند اصطکاکی اغتشاشی ۵۶ درصد افزایش پیدا کرده است. تقی‌زاده و همکاران [۹] پژوهش‌های خود را با آمیخته کردن درصد وزنی مشخصی از نانوذرات خاک رس با کامپوزیت پایه PA6/ECO انجام دادند و تأثیر افزودن نانوذره رس را بر روی خواص مکانیکی و ریزساختار ماده پایه بررسی کردند. آن‌ها دریافتند که با افزایش مقدار درصد وزنی نانوذرات خاک رس به ترکیب ابتدایی PA6/ECO، مقادیر خواص مکانیکی مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای نسبت به نمونه پایه پلیمری PA6/ECO ۵ درصد افزایش می‌یابد. علاوه بر این، نحوه پراکندگی نانوذرات خاک رس در ماتریس پایه با مقدار لاستیک موجود در ماده رابطه مستقیم دارند، به نحوی که افزایش مقدار لاستیک استفاده شده در حین ساخت، سبب بهبود پراکندگی نانوذره در فاز الاستومری ترکیب نانوکامپوزیتی شده است.

کاربرد سیلیسیم (SiC) یکی از نانوذرات مهم و پرکاربرد است که به دلیل وجود اتم‌های سیلیکون و کربن، ماده‌ای نیمه‌رسانا می‌باشد. تشکیل کاربرد سیلیسیم مستلزم استفاده از فرایند تفجوشی است که سبب چسبندگی دانه‌های کاربرد سیلیسیم می‌شود. نتیجه این فرایند، تشکیل ماده سرامیکی بادوام و پایداری بسیار بالا می‌باشد [۱۰]. استفاده از این ماده به طور گسترده در صنایع مختلف و برای کاربردهای گوناگون رواج دارد. به همین جهت، از جمله زمینه‌های متنوع و کاربردی کاربرد سیلیسیم می‌توان به ابزارهای صنعتی نظیر برش و سایش، قطعات خودرو، قطعات دارای مقاومت حرارتی بالا، قطعات گوناگون الکتریکی با خاصیت نیمه رسانایی و پایداری حرارتی مناسب و مواد مهندسی دارای استحکام بالا اشاره کرد. به همین دلیل، با توجه به نکات ذکر شده در رابطه با نانوذرات کاربرد سیلیسیم و نیاز ترکیبات PA6/NBR به بهبود خواص مکانیکی و حرارتی، در این پژوهش از درصدهای وزنی مختلف از نانوذرات کاربرد سیلیسیم در ماده پایه PA6/NBR استفاده شده است؛ به نحوی که برای نخستین بار از فرایند اصطکاکی اغتشاشی جهت افزودن نانوذرات کاربرد سیلیسیم به فاز بستر ماده پایه PA6/NBR استفاده شد. همچنین، از روش سطح پاسخ (RSM) بر اساس طرح باکس-بنکن برای بررسی تأثیر سه متغیر ورودی سرعت چرخش ابزار دورانی (ω)، سرعت خطی ابزار (V) و درصد

در نهایت، فرایند ساخت ورق‌های نانوکامپوزیت PA6/NBR/SiC نیز به واسطه حرکت چرخشی ابزار دورانی در طول شیار و دما بالای گرم کن تکمیل شد.

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

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

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

عرض سطح مقطع شیار زده شده با مؤلفه A_s ، عرض سطح مقطع ناحیه اعمال اغتشاش با مؤلفه A_p و مقدار درصد وزنی نانوذره با $wt\%$ نشان داده شده است. همچنین در روابط ۲ و ۳، مقدار عمق شکاف ایجاد شده و ضخامت آن به ترتیب با h_s و t_s مشخص شده‌اند. علاوه بر این D_r نسبت چگالی نانوذره به ماده پایه و h_n مقدار ارتفاع نانوذره اضافه شده به شیار است. طبق محاسبات انجام شده، برای افزودن ۲، ۴ و ۶ درصد وزنی از نانوذرات، به ترتیب شیارهایی به عمق ۱/۸، ۳/۶ و ۵/۴ میلی‌متر ایجاد شد که ارتفاع نانوذرات در شیارها نیز به ترتیب ۰/۶۱۵، ۱/۳ و ۱/۸۵ میلی‌متر است [۳].

۳-۲- تهیه نمونه‌های آزمون‌های کشش و ضربه

پس از ساخت نمونه‌های PA6/NBR/SiC به کمک فرایند اصطکاکی اغتشاشی، از دستگاه لیزر CO₂ (شرکت بویار ابزار^۲ استرالیا) برای ایجاد نمونه‌های آزمون‌های کشش و ضربه استفاده شد؛ به طوری که برای بررسی استحکام نمونه‌های تولید شده در برابر کشیدگی و ضربه، از دو استاندارد ASTM D638 برای آزمون کشش و استاندارد ASTM D256 برای آزمون ضربه استفاده شد (شکل ۱). نمونه‌های دمبلی شکل در دمای اتاق توسط دو فک دستگاه با سرعت ۱ میلی‌متر بر دقیقه تحت دستگاه کشش زوکر^۳ ساخت شرکت زویک^۴ آلمان قرار گرفتند.

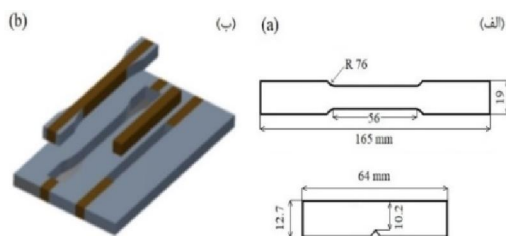


Fig. 1 a) Dimensions of flat tensile and impact specimens in mm and b) Schematic of tensile and impact specimens

شکل ۱ الف) ابعاد نمونه کشش تخت و نمونه ضربه در میلی‌متر و ب) شماتیک نمونه آزمون کشش و ضربه

(NBR) که در جدول طراحی آزمایش مشخص شده است، مواد مذکور ۶ دقیقه در دستگاه مخلوط‌کن داخلی محصول شرکت برابندر آلمان با سرعت چرخش ۸۰ دور بر دقیقه و دمای اختلاط ۲۳۰ درجه سانتی‌گراد با یکدیگر ترکیب شدند. در نهایت برای ساخت ورقه‌های PA6/NBR و قالب‌گیری آن‌ها از دستگاه پرس هیدرولیکی ساخته شده در شرکت داوونپورت انگلستان استفاده شد و مواد به مدت ۳۰ ثانیه تحت فشار نهایی ۱۳۰ بار و حرارت ۲۳۰ درجه سانتی‌گراد قرار گرفتند؛ سپس ورقه‌های PA6/NBR به دست آمده پس از سرد شدن و پیش از آنکه نانوذرات کاربید سیلیسیم به سطح بسترشان اضافه شده باشد، برش داده شدند. ورقه‌هایی با ابعاد ۲۰۰×۶۵×۱۰ میلی‌متر تهیه شد تا نمونه‌های PA6/NBR تولید شده با نسبت‌های وزنی مختلف برای افزودن نانوذرات به کمک فرایند اصطکاکی اغتشاشی آماده شوند.

۲-۲- افزودن نانوذرات با فرایند اصطکاکی اغتشاشی

در این پژوهش، عمل افزودن نانوذرات کاربید سیلیسیم به فاز پایه نمونه‌های ترموپلاستیک الاستومر PA6/NBR، توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی و دستگاه فرز مدل FP4M محصول شرکت ماشین‌سازی تبریز انجام شد. طراحی اولیه این ابزار نخستین بار توسط شخصی بنام جانز^۱ ارائه گردید [۱۳]. در این تحقیق مطابق مطالعات گذشته [۱۴] ابزار از دو عملکرد اساسی شامل سرعت حرکت (دورانی و خطی) و گرمایش موضعی ایجاد شده توسط گرم‌کن برقی به جهت اختلاط مذاب تشکیل شده است. این مدل در چهار قسمت مختلف (ابزار دورانی، گرم‌کن برقی، شولدر با روکش تفلون و پین رزوه‌ای استوانه‌ای) توسعه یافته است. همچنین از شکل رزوه استوانه‌ای برای انواع پین‌ها استفاده می‌شود. برای توزیع بهتر نانوذرات در فاز بستر ترکیب پایه و در پی آن تولید ورق‌های نانوکامپوزیتی، سطوح نمونه‌های آزمایش در امتداد طول قطعه کار توسط تیغه فرز اره‌ای به ضخامت ۱ میلی‌متر برش داده شدند. در مرحله بعد با افزودن مقادیر مختلفی از درصد وزنی نانوذرات به شیار زده شده، ساخت ورق‌هایی با درصدهای وزنی متفاوت، طبق ماتریس طراحی آزمایش انجام شد. ضمن آنکه ارتفاع نانوذرات در شکاف ایجاد شده با توجه به متفاوت بودن درصدهای وزنی استفاده شده در ترکیب، یکسان نیست. مقدار عمق شیار زده شده با ضخامت مشخص به همراه محاسبه مقدار ارتفاع مناسب نانوذره جهت افزوده شدن به شیار به ترتیب از روابط ۱ تا ۳ به دست می‌آید.

² Boyar Tool Co.

³ Zuker

⁴ Zwick Co. Germany

¹ Johns

۲-۶- طراحی آزمایش

مراحل آزمایش‌ها بر اساس طرح باکس-بنکن سه سطحی زیر مجموعه‌ای از روش سطح پاسخ، با حدود متغیرهای مشخص شده که در جدول ۲ آمده است، در نرم‌افزار طراحی آزمایش دیزاین اکسپرت انجام شد. در این مطالعه از سه متغیر شامل سرعت چرخشی ابزار دورانی (ω) و سرعت خطی ابزار (V) به‌عنوان متغیرهای فرایندی و متغیر درصد وزنی کاربید سیلیسیم در حین اغتشاش، به‌عنوان متغیر موادی در انجام کار استفاده شد. حدود پارامترهای فرایند با استفاده از آزمایش‌های اولیه مشخص شد به‌طوری‌که نمونه‌های ساخته شده از لحاظ سطح ظاهری و کیفیت بررسی شدند تا ایراد و نقصی بعد از فرایند بر روی سطح بسترشان وجود نداشته باشد. حالت‌های مختلف آزمایش‌ها، برای هر یک از متغیرهای فرایندی و موادی در جدول ۳ ارائه شده است.

جدول ۲ متغیرهای فرایندی و موادی به همراه محدوده عملکرد آن‌ها بر اساس مدل سه سطحی باکس-بنکن

Table 2 Process and material variables with their limited based on Box-Behnken design

متغیرها	علائم	واحد	سطح		
			-1	0	+1
سرعت دورانی	ω	rpm	800	1000	1200
سرعت خطی	V	mm/min	20	35	50
مقدار نانوذره	S	wt. %	2	4	6

جدول ۳ ماتریس طراحی نمونه‌ها

Table 3 Design matrix of samples

شماره آزمایش	نمونه	S (wt.%)	V ($\frac{mm}{min}$)	ω (rpm)
۱	P ₁	2	20	1000
۲	P ₂	4	20	800
۳	P ₃	6	35	800
۴	P ₄	4	50	1200
۵	P ₅	2	50	1000
۶	P ₆	4	20	1200
۷	P ₇	4	35	1000
۸	P ₈	6	50	1000
۹	P ₉	4	35	1000
۱۰	P ₁₀	4	35	1000
۱۱	P ₁₁	6	20	1000
۱۲	P ₁₂	6	35	1200
۱۳	P ₁₃	4	50	800
۱۴	P ₁₄	2	35	800
۱۵	P ₁₅	2	35	1200

در ادامه نمونه‌های مستطیلی ساخته شده برای انجام آزمون ضربه تحت اثر ۱ ژول بارگذاری در دستگاه آزمون ضربه ساخت شرکت زویک آلمان قرار داده شدند. داده‌های نهایی به دست آمده از این دو آزمون برای دو خاصیت مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای، نتیجه حداقل سه مرتبه تکرار برای هر نمونه بوده است.

۲-۴- آماده‌سازی نمونه‌ها برای بررسی ریزساختار

برای مطالعه سطح شکست نانوکامپوزیت PA6/NBR/SiC از میکروسکوپ الکترونی روبشی (دستگاه تسکن- ویج^۱ کشور جمهوری چک) در محیطی با دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد استفاده شد. در ابتدا از نیتروژن مایع برای شکستن نمونه‌ها استفاده گردید؛ سپس نمونه‌های خارج شده از نیتروژن مایع به مدت یک روز در خلالی از تولوئن قرار گرفت تا فاز الاستومری NBR در آن حل شود. با قرار دادن روکش نازکی از طلا بر روی سطح شکست نمونه‌ها، تصاویر الکترونی روبشی گرفته شد. این امر به واسطه رسانایی بالا طلا اتفاق می‌افتد که موجب جذب هر چه بهتر الکترون‌های آزاد بر روی سطح نمونه‌های شکسته شده می‌شود.

۲-۵- آزمون‌های خواص حرارتی TGA و DSC

به‌منظور دستیابی به مقدار تغییرات به وجود آمده در خصوصیات حرارتی نمونه‌های PA6/NBR/SiC، خواص حرارتی این نمونه‌ها با آزمون گرماسنجی تفاضلی روبشی (DSC) و آنالیز حرارتی (TGA)^۲ مورد بررسی قرار گرفت؛ به‌نحوی‌که از دستگاه مایا (محصول شرکت Netzsch، ایالات متحده آمریکا) برای بررسی و ارزیابی رفتار تبلور مولکولی در نمونه‌های نانوکامپوزیت PA6/NBR/SiC در شرایطی که گرماسنجی تفاضلی روبشی در اتمسفر نیتروژن بود، کمک گرفته شد. بدین منظور، نمونه‌ها توسط دستگاه مذکور تا دمای ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد با سرعت گرمایش ۱۰ درجه سانتی‌گراد در دقیقه تحت حرارت قرار گرفتند و به مدت ۵ دقیقه در این دما نگهداری شدند. پس از آن، نمونه‌ها با سرعت ۱۰ درجه سانتی‌گراد در دقیقه تا ۲۵ درجه سانتی‌گراد سرد شدند. همچنین، برای جلوگیری از هرگونه تخریب احتمالی، تمام آزمایش‌های حرارتی تحت جریان ثابت نیتروژن انجام گرفت.

¹ Tescan- Vage

² Thermogravimetric Analysis

۳-۲- آنالیز واریانس (ANOVA) ۳

آنالیز واریانس یک روش کلیدی در طراحی و تحلیل موفق سیستم، جهت تعیین متغیرهای اساسی به عنوان ورودی در طراحی سازه‌های کامپوزیتی و مدل‌های ریاضی است. این روش بر اساس آزمون فیشر (F) استوار است؛ به گونه‌ای که با محاسبه مقادیر P و F برای هر یک از متغیرها و اندرکنش‌های بین آن‌ها با یکدیگر، می‌توان بیشترین مقدار تأثیر هر کدام از این متغیرها در روابط ریاضی ۴ تا ۷ مشخص کرد. این تأثیر با انتخاب متغیرهای ورودی با مقدار F بیشتر و مقدار P کمتر از ۰/۰۵، مورد بحث و بررسی قرار می‌گیرد. جدول ۵ نتایج آنالیز واریانس برای مدول یانگ را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود، متغیرهای تأثیرگذار بر روابط اصلاح شده ۴ و ۶ که به ترتیب بیان‌گر روابط واقعی و برآورد شده به دست آمده از نرم‌افزار طراحی آزمایش هستند، عبارت‌اند از:

$\omega, V, S, \omega \times V, \omega \times S, \omega^2, V^2, S^2$
با بررسی داده‌های این جدول مشاهده شد متغیر $V \times S$ که نشان دهنده اندرکنش بین دو مؤلفه‌ی متغیر فرایندی (سرعت خطی ابزار) و متغیر موادی (درصد نانوذره) است، به دلیل ضریب P بیشتر از ۰/۰۵، کمترین میزان تأثیر را بر روی مقدار مدول یانگ در روابط واقعی و برآورد شده دارد. از این رو، می‌توان از این مؤلفه در روابط ۴ و ۶ که مختص به خاصیت مدول یانگ است، صرف‌نظر کرد. به همین ترتیب، نتایج آنالیز واریانس برای استحکام ضربه‌ای در جدول ۶ ارائه شده است. با توجه به نتایج مقادیر حاصل شده از آزمون F و P گزارش شده در این جدول می‌توان دریافت که متغیرهای مؤثر (با مقدار P کمتر از ۰/۰۵ و ضریب F بیشتر) در ایجاد روابط اصلاح شده ۵ و ۷ عبارت‌اند از:

$\omega, V, S, \omega \times S, V \times S$
در صورتی که مؤلفه‌های $\omega \times V, \omega^2, V^2, S^2$ دارای مقادیر P بزرگ‌تر از ۰/۰۵ هستند؛ بنابراین، این مؤلفه‌ها در نگارش روابط ریاضی اصلاح شده واقعی و برآورد شده استخراج شده از نرم‌افزار به واسطه تأثیر ناچیزشان بر مقدار استحکام ضربه‌ای نمونه‌ها حذف شده‌اند. در نهایت با اشاره به جداول ۵ و ۶، نحوه نگارش مدل‌های ریاضی به دست آمده برای مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای به دو صورت الف) واقعی و ب) برآورد شده قابل ارائه است:

الف) روابط عددی نهایی بر اساس نتایج واقعی:

$$YM \text{ (MPa)} = 959.078 - 1.331 \times \omega + 8.990 \times V + 38.645 \times S - 4.583 \times 10^{-3} \times \omega \times V + 4.125 \times 10^{-2} \times \omega \times S + 7.15 \times 10^{-4} \times \omega^2 - 6.296 \times 10^{-2} \times V^2 - \quad (4)$$

آنالیز نتایج واقعی به همراه داده‌های برآورد شده از جداول آنالیز واریانس که توسط نرم‌افزار محاسبه شده است، مورد بحث و بررسی قرار گرفتند تا میزان دقت مدل‌سازی صورت گرفته، مشخص شود؛ ضمن آنکه به جهت صحت بخشی بیشتر به نتایج واقعی حاصل شده، میانگینی از سه مرتبه تکرار برای هر آزمون انجام شد تا نتایج از استناد قوی‌تری برخوردار باشند. از آنجایی که هدف از این پژوهش بهینه‌سازی خصوصیات مکانیکی (مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای) نمونه‌های ساخته شده با فرایند اصطکاکی اغتشاشی است، به تخمین مقدار عددی این خصوصیات با استفاده از معادله رگرسیون پرداخته شد.

۳. بحث و نتیجه‌گیری

۳-۱- نتایج آزمون کشش و ضربه

پس از انجام مراحل ساخت و تشکیل نمونه‌های نانوکامپوزیتی PA6/NBR/SiC با نسبت‌های وزنی مختلف، به کمک جدول طراحی آزمایش منتج شده از نرم‌افزار دیزاین اکسپرت و آزمون‌های کشش و ضربه گرفته شده، مقادیر دو خواص مدول یانگ (YM)^۱ و استحکام ضربه‌ای (IS)^۲ تعیین شدند که در جدول ۴ گزارش شده است. این امر ثابت کرد که مقدارهای تعیین شده برای مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای تحت متغیرهای سرعت چرخشی ω ، سرعت خطی V و درصد وزنی نانوذرات کاربید سیلیسیم S دچار تغییر می‌شوند.

جدول ۴ مقادیر مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای

Table 4 Values of young's modulus and impact strength

شماره آزمایش	نمونه	YM (MPa)	IS (J/m)
۱	P ₁	525±2.1	72.8±0.6
۲	P ₂	608±2.8	61±0.9
۳	P ₃	630±1.8	42.5±0.2
۴	P ₄	610±2.3	60.1±0.5
۵	P ₅	521±2.6	64±1.1
۶	P ₆	683±3.0	61±0.5
۷	P ₇	607±3.4	58±0.8
۸	P ₈	601±1.1	53.1±0.1
۹	P ₉	610±2.0	58.2±0.7
۱۰	P ₁₀	608±1.5	58.9±0.6
۱۱	P ₁₁	638±0.9	48±1.0
۱۲	P ₁₂	697±1.7	54.3±0.8
۱۳	P ₁₃	590±1.3	52.8±0.4
۱۴	P ₁₄	564±1.0	68.3±0.6
۱۵	P ₁₅	565±2.4	70.1±0.2

³ Analysis of Variance¹ Young's Modulus² Impact Strength

۳-۳- بررسی صحت مدل‌های ریاضی

در شکل ۲، مقایسه‌ای بین نحوه پراکندگی داده‌های مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای محاسبه شده در روابط ریاضی بر اساس دو حالت مقادیر واقعی و برآورد شده با خط 45° ارائه شده است. در این مقایسه مشاهده شد که هر چه این داده‌ها به خط مورب 45° نزدیک‌تر شوند، اختلاف کمی میان داده‌های برآورد شده با داده‌های واقعی وجود دارد. طبق این بررسی، اثبات شد که روابط اصلاح شده برآورد شده از روش آنالیز واریانس از تطابق مناسبی با نتایج واقعی برخوردارند. به همین دلیل، استفاده از این روابط به جهت کاهش تعداد متغیرهای تأثیرگذار در روند محاسبه مقادیر خواص مکانیکی (مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای)، می‌تواند هزینه‌های متحمل شده برای تهیه مواد و بهینه‌سازی متغیرهای ورودی را برای هر آزمایش تا حد قابل توجهی کاهش دهد.

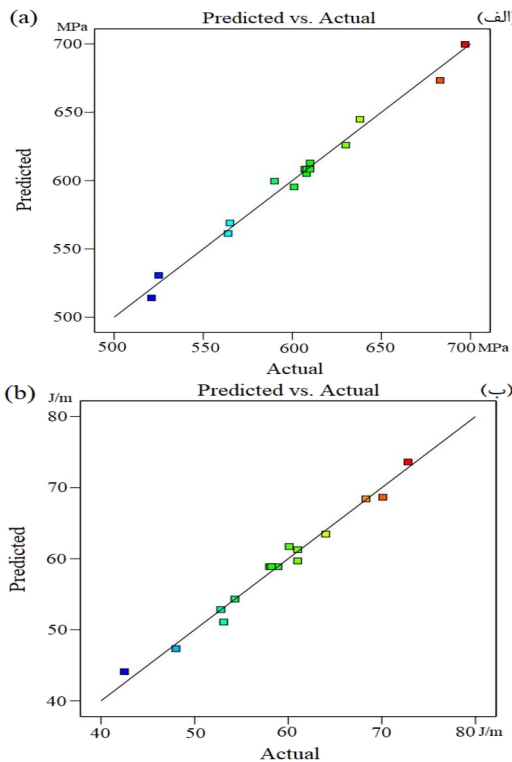


Fig. 2 Plot of actual values versus predicted values for a) young's modulus and b) impact strength

شکل ۲ نمودار مقادیر واقعی به مقادیر برآورد شده برای الف) مدول یانگ و ب) استحکام ضربه‌ای

۴-۳- تأثیر متغیرهای فرایندی و موادی بر خواص مکانیکی

در این پژوهش، اثر متغیرهای ورودی بر خواص مکانیکی مورد بررسی قرار گرفت. بر این اساس با استفاده از جداول ۵ و ۶ آنالیز واریانس که برای هر یک از خصوصیات مدول یانگ و استحکام

$$5.729 \times S^2$$

$$IS (J/m) = 132.092 - 2.531 \times 10^{-2} \times \omega - 1.339 \times V - 16.318 \times S + 6.250 \times 10^{-3} \times \omega \times S + 0.115 \times V \times S \quad (5)$$

ب) روابط عددی نهایی بر اساس نتایج برآورد شده در محدوده مقادیر متغیرها:

$$YM (MPa) = 608.33 + 20.37 \times \omega - 16.50 \times V + 48.88 \times S - 13.75 \times \omega \times V + 16.50 \times \omega \times S + 28.58 \times \omega^2 - 14.17 \times V^2 - 22.92 \times S^2 \quad (6)$$

$$IS (J/m) = 58.37 + 2.61 \times \omega - 1.60 \times V - 9.66 \times S + 2.50 \times \omega \times S + 3.47 \times V \times S \quad (7)$$

در روابط ۴ تا ۷ مؤلفه‌های ω ، V و S به ترتیب بیان‌کننده متغیرهای ورودی سرعت چرخشی ابزار دورانی، سرعت خطی ابزار و درصد وزنی نانوذرات کاربید سیلیسیم هستند.

جدول ۵ نتایج آنالیز واریانس بر اساس مدول یانگ

Table 5 Analysis of variance based of young's modulus

متغیرها	مجموع مربعات	درجه آزادی	مربعات اصلی	آزمون F	ضریب P
نمونه	32878.98	9	3653.22	44.40	0.0003
سرعت دورانی (ω)	3321.12	1	3321.12	40.36	0.0014
سرعت خطی (V)	2178.00	1	2178.00	26.47	0.0036
مقدار نانوذره (S)	19110.13	1	19110.13	232.25	<0.0001
$\omega \times V$	756.25	1	756.25	9.19	0.0290
$\omega \times S$	1089.00	1	1089.00	13.23	0.0149
$V \times S$	272.25	1	272.25	3.31	0.1286
ω^2	3016.64	1	3016.64	36.66	0.0018
V^2	741.03	1	741.03	9.01	0.0301
S^2	1939.10	1	1939.10	23.57	0.0047
باقی‌مانده	411.42	5	82.28	---	---
عدم تناسب	406.75	3	135.58	58.11	0.0170
ضریب هم‌بستگی تعدیل یافته	0.9654		ضریب هم‌بستگی		0.9876
ضریب هم‌بستگی برآورد شده	0.8042		نسبت سیگنال به نویز		25.0626

جدول ۶ نتایج آنالیز واریانس بر اساس استحکام ضربه

Table 6 Analysis of variance based of impact strength

متغیرها	مجموع مربعات	درجه آزادی	مربعات اصلی	آزمون F	ضریب P
نمونه	910.95	9	101.22	37.76	0.0005
سرعت دورانی (ω)	54.60	1	54.60	20.37	0.0063
سرعت خطی (V)	20.48	1	20.48	7.64	0.0396
مقدار نانوذره (S)	746.91	1	746.91	278.61	<0.0001
$\omega \times V$	13.32	1	13.32	4.97	0.0762
$\omega \times S$	25.00	1	25.00	9.33	0.0283
$V \times S$	48.30	1	48.30	18.02	0.0081
ω^2	0.0926	1	0.0926	0.0345	0.8599
V^2	0.9856	1	0.9856	0.3677	0.5708
S^2	1.29	1	1.29	0.4822	0.5184
باقی‌مانده	13.40	5	2.68	---	---
عدم تناسب	12.96	3	4.32	19.34	0.0496
ضریب هم‌بستگی تعدیل یافته	0.9594		ضریب هم‌بستگی		0.9855
ضریب هم‌بستگی برآورد شده	0.7746		نسبت سیگنال به نویز		22.5807

۸۰۰ تا ۱۲۰۰ دور بر دقیقه، می‌توان مدول یانگ نمونه‌های نانوکامپوزیتی PA6/NBR/SiC را تا حد قابل ملاحظه‌ای افزایش داد؛ به طوری که بهبود ایجاد شده در خواص مکانیکی نمونه، نتیجه اختلاط و توزیع مناسب‌تر نانوذرات در فاز بستر پلیمری و عدم کلوخه شدن آن‌هاست [۱۷، ۱۸]. از این رو، مدول یانگ بیشینه در سرعت چرخشی ۱۲۰۰ دور بر دقیقه و ۶ درصد وزنی از نانوذرات کاربرد سیلیسیم ۶۹۹/۷۵ مگاپاسکال به دست آمد (شکل ۴ الف)؛ درحالی‌که با ثابت نگه داشتن مقدار سرعت چرخشی ابزار دورانی در ۸۰۰ دور بر دقیقه و افزایش درصد وزنی نانوذرات افزوده شده در عمل اغتشاش، مشاهده شد که مقدار استحکام ضربه‌ای نمونه‌ها کاهش چشمگیری در حدود ۴۴/۰۲ ژول بر متر پیدا می‌کند. علت این امر توزیع نامناسب و از هم بازشدگی ناقص نانوذرات کاربرد سیلیسیم در سطح بستر فاز الاستومری است که در پی آن، کلوخه شدن و کاهش استحکام ضربه‌ای نمونه‌های ساخته شده را به همراه دارد [۱۷]. همان‌طور که در شکل ۴ ب مشخص است، بیشترین استحکام ضربه‌ای را نمونه‌هایی با مقدار درصد وزنی ۲ و سرعت چرخشی ۱۰۷۰ دور بر دقیقه دارند که این مقدار برابر ۶۸/۶۴ ژول بر متر است.

نتایج استنباط شده از شکل ۵ الف، بیان می‌کند که با افزایش سرعت خطی و ثابت باقی ماندن مقدار درصد وزنی نانوذرات کاربرد سیلیسیم مثلاً به ازای ۲ درصد وزنی، مدول یانگ روند کاهشی دارد؛ زیرا در این حین، عمل اغتشاش به سرعت طی می‌شود و پخش نانوذرات در ماتریس پایه به خوبی انجام نمی‌گیرد و موجب کاهش مقدار مدول یانگ از ۵۳۰/۶۲ مگاپاسکال تا ۵۱۴/۱۲ مگاپاسکال می‌شود. همچنین، در سرعت خطی ۲۲ میلی‌متر بر دقیقه حداکثر مقدار مدول یانگ به دست آمده برای ساخت نانوکامپوزیت PA6/NBR/SiC با ۶ درصد وزنی از نانوذرات کاربرد سیلیسیم، ۶۴۵/۱۰ مگاپاسکال گزارش شده است. از طرفی، اگر درصد وزنی نانوذرات به کار رفته در ترکیب دارای مقدار حداکثری و ثابت باشد، با کم شدن سرعت خطی ابزار، مدول یانگ از ۵۹۵/۳۷ مگاپاسکال تا ۶۴۴/۸۷ مگاپاسکال افزایش می‌یابد؛ اما در شکل ۵ ب مشاهده می‌شود برای شرایطی که هر دو متغیر سرعت خطی ابزار و درصد وزنی نانوذره به کار رفته در تشکیل نمونه‌های نانوکامپوزیتی کاهشی باشد، می‌توان بیان کرد که استحکام ضربه‌ای روند افزایشی چشمگیری دارد و مقدار بیشینه آن ۷۴/۲۱۲ ژول بر متر اندازه‌گیری شد. این مطلب دلیلی بر افزایش ویسکوزیته فاز PA6 در اثر افزودن مقادیر زیاد نانوذره کاربرد سیلیسیم و مقادیر

ضربه‌ای آمده است، به مطالعه داده‌های به دست آمده در این جداول و نحوه تأثیر آن‌ها بر روی خواص مکانیکی پرداخته شد. برای درک بهتر این اثرگذاری و برآورد پاسخ‌ها تحت متغیرهای ورودی، از نمودارهای سه‌بعدی در شکل‌های ۳، ۴ و ۵ بهره گرفته شد. شکل ۳ نشان دهنده افزایش مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای در اثر ثابت ماندن مقدار سرعت خطی ابزار و بیشتر شدن مقدار سرعت چرخشی ابزار دورانی می‌باشد [۱۵، ۱۶]؛ به عبارت دیگر با افزایش سرعت چرخشی، اختلاط نانوذرات کاربرد سیلیسیم با ماده پایه PA6/NBR بهتر صورت می‌گیرد که در نتیجه سبب بهبود و افزایش مقادیر خواص مکانیکی نمونه تولید شده می‌شود. با توجه به نمودارهای رسم شده در شکل ۳، حداکثر مقادیر مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای به ترتیب ۶۷۳/۳۷ مگاپاسکال و ۶۱/۵۶ ژول بر متر تعیین شد.

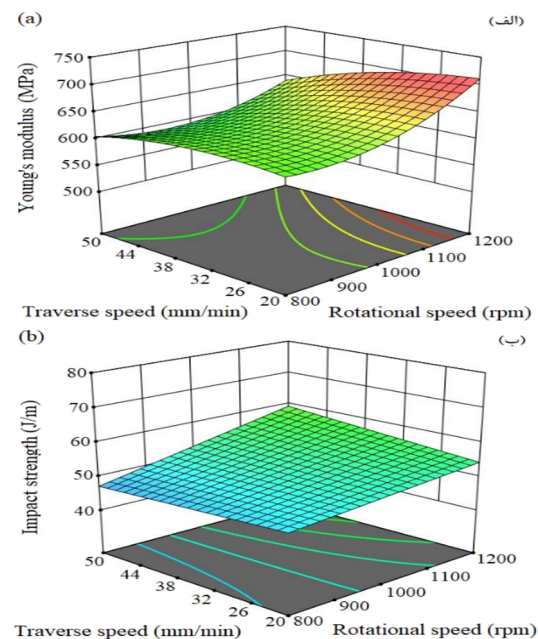


Fig. 3 3D Plots of effect of interaction between variables of rotational speed and traverse speed on mechanical properties a) young's modulus and b) impact strength

شکل ۳ نمودارهای سه‌بعدی تأثیر برهمکنش متغیرهای سرعت چرخشی و سرعت خطی بر خواص مکانیکی الف) مدول یانگ و ب) استحکام ضربه‌ای

مقایسه هم‌زمان داده‌های سرعت چرخشی ابزار دورانی و درصد وزنی نانوذرات در شکل ۴ آمده است. در این مقایسه به اثربخشی هر کدام از این دو متغیر ورودی بر روند تغییرات مقادیر مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای، بر اساس محدوده مشخصی پرداخته شد. برای مثال در شرایطی که مقدار نانوذرات استفاده شده در ساخت نمونه‌های نانوکامپوزیتی ۶ درصد وزنی باشد، با بالا بردن سرعت چرخشی ابزار دورانی در هنگام اغتشاش از

۳-۵- بهینه‌سازی همزمان متغیرهای ورودی

با توجه به اینکه افزایش کارایی و طول عمر سازه کامپوزیتی ساخته شده از اهمیت بالایی در توسعه و بهره‌برداری از آن در کاربردهای مختلف برخوردار است، سبب شد تا بهینه‌سازی و اصلاح متغیرهای ورودی یک امر ضروری به‌شمار رود. از این رو، استفاده از نتایج اصلاح شده جداول آنالیز واریانس ۵ و ۶، جهت مطالعه ارتباط آن‌ها با متغیرهای ورودی و نحوه اثرگذاری این متغیرها در پراکندگی پاسخ‌های به دست آمده در دستور کار قرار گرفته است؛ به طوری که دستیابی به بهترین مقدار بهینه که حداکثر خصوصیات مکانیکی، حرارتی و ریزساختاری را به دنبال داشته باشد، تنها در یک نقطه از نمودارهای مشخص شده بر اساس سه متغیر (سرعت چرخشی، سرعت خطی و درصد وزنی نانوذرات) که در شکل ۶ آمده است، اتفاق می‌افتد. در این بررسی، نقطه اصلاح شده به دست آمده از روابط ریاضی برای بیشترین مقدار مدول یانگ (۶۶۵/۱۸ مگاپاسکال) و استحکام ضربه‌ای (۶۲/۲۶ ژول بر متر)، همان‌گونه که در جدول ۷ نیز ارائه شده است، به ترتیب دارای مقادیر سرعت چرخشی ۱۲۰۰ دور بر دقیقه، سرعت خطی ۲۰ میلی‌متر بر دقیقه و درصد وزنی نانوذره ۳/۸ است. برای اعتبارسنجی داده‌های به دست آمده از مدل اصلاح شده، دو آزمایش در شرایط نمونه‌های P16 و P17 انجام شد که مقایسه نتایج نشان می‌دهد که درصد خطای مدل اصلاح شده کمتر از ۵ درصد است.

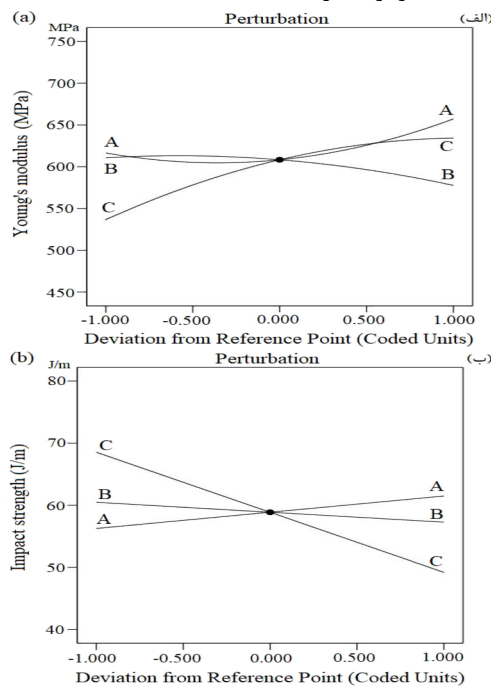


Fig. 6 Effects of process and material variables on mechanical properties a) young's modulus b) impact strength

شکل ۶ تأثیرات متغیرهای فرایندی و موادی بر خواص مکانیکی الف) مدول یانگ ب) استحکام ضربه

پایین سرعت خطی است که این موضوع منجر به حرکت آسان زنجیره‌های پلیمری بر روی یکدیگر شده است [۱۹-۲۱].

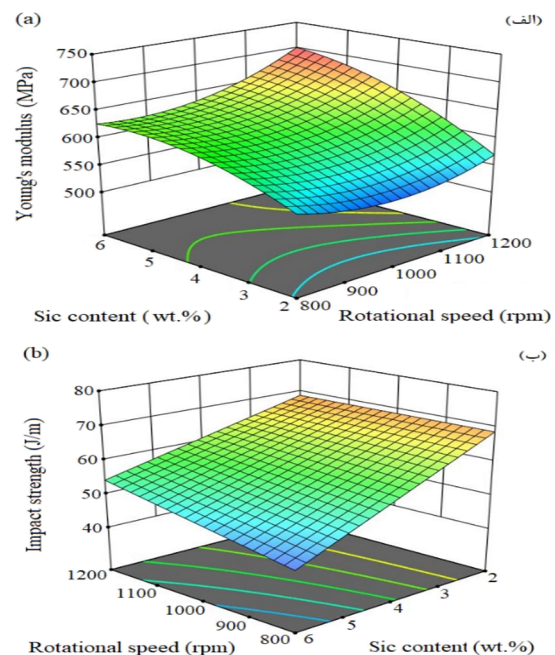


Fig. 4 The effect of interaction between variables of rotational speed and SiC nanoparticle contents on mechanical properties a) young's modulus and b) impact strength

شکل ۴ تأثیر برهم‌کنش متغیرهای سرعت چرخشی و مقادیر نانوذرات کاربرد سیلیسیم بر خواص مکانیکی الف) مدول یانگ و ب) استحکام ضربه‌ای

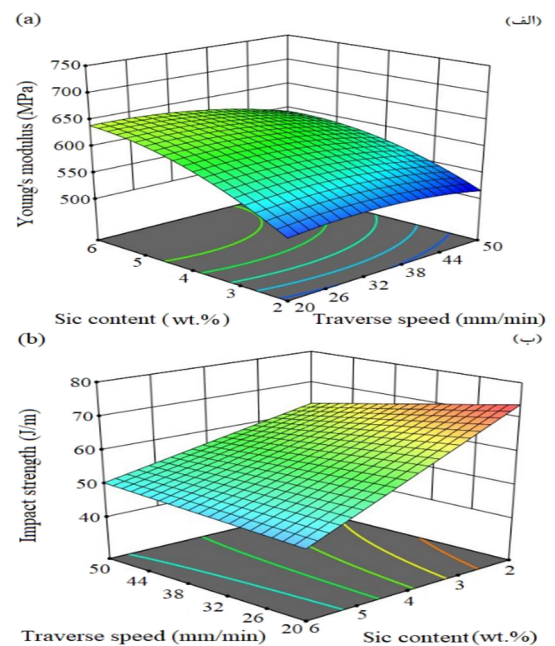


Fig. 5 The effect of interaction between variables of traverse speed and SiC nanoparticle contents on mechanical properties a) young's modulus and b) impact strength

شکل ۵ تأثیر برهم‌کنش متغیرهای سرعت خطی و مقادیر نانوذرات کاربرد سیلیسیم بر خواص مکانیکی الف) مدول یانگ و ب) استحکام ضربه‌ای

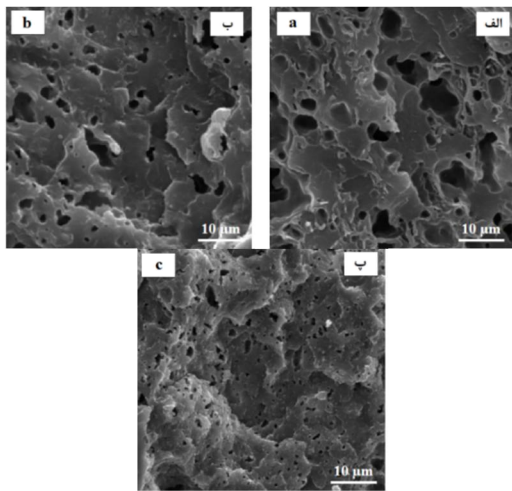


Fig. 7 SEM images of samples for a) PA6/NBR weight ratio 70/30, b) P₂ and c) P₁₆

شکل ۷ تصاویر SEM برای نمونه‌های الف) PA6/NBR با نسبت وزنی ۷۰/۳۰، ب) P₂ و پ) P₁₆

توزیع و پخش بهتر نانوذرات کاربرد سیلیسیم در فاز بستر پلیمر پایه PA6 منجر به کاهش چگالی یا کاهش نسبت حجم به سطح فاز ترموپلاستیکی و فاز الاستومری و در پی آن ایجاد حفره‌هایی با اندازه کوچک‌تر می‌شود؛ به همین دلیل، از تصاویر EDAX گرفته شده (تصاویر ۸ الف و ب) برای مقایسه و بررسی توزیع نانوذرات در دو نمونه P₂ و P₁₆ استفاده شد. نتایج تصویر ۸ الف نشان داد که افزودن حدود ۴ درصد وزنی از نانوذرات به ماده پایه باعث افزایش استحکام کششی و مدول یانگ نسبت به نمونه اولیه PA6/NBR می‌شود و زنجیره‌های پلیمری در این نمونه‌ها به دلیل سفتی بیشتر، لغزش کمتر و مدول بالاتری دارند. به علاوه، تصویر ۸ ب (نمونه P₁₆) از مدول یانگ و استحکام بیشتری نسبت به نمونه P₂ برخوردار است که این نتیجه به واسطه پخش بهتر نانوذرات کاربرد سیلیسیم در فاز پایه است. در صورتی که تصویر EDAX گرفته شده از نمونه P₂، نمایانگر کلوخه شدن و چسبندگی نانوذرات به یکدیگر است و موجب تشکیل ناحیه تمرکز تنش در نقاط مختلفی از این نمونه شده است؛ به عبارت دیگر، کلوخه شدن نانوذرات در این نمونه ناشی از کاهش سرعت دورانی و اغتشاش نامناسب در حین فرایند اصطکاکی اغتشاشی می‌باشد [۷، ۱۴].

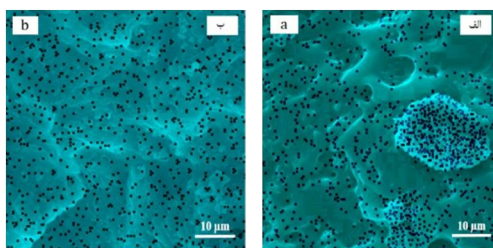


Fig. 8 EDAX images of samples for a) P₂ and b) P₁₆

شکل ۸ تصاویر EDAX برای نمونه‌های الف) P₂ و ب) P₁₆

جدول ۷ مقادیر متغیرها برای بیشینه کردن همزمان خواص مکانیکی

نمونه	سرعت دورانی	سرعت خطی	درصد وزنی نانوذره	مدول یانگ
P ₁₆	1200 rpm	20 mm/min	3.8 wt.%	665.18 MPa
				62.26 J/m

۳-۶- نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)

جهت راستی آزمایشی نتایج حاصل شده و مشاهده چگونگی پخش و نحوه قرارگیری نانوذرات در ریزساختار نمونه‌های PA6/NBR/SiC، از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) استفاده شد؛ به نحوی که عکس‌برداری از نمونه‌های نانوکامپوزیتی برای سه نمونه ترموپلاستیکی الاستومر بدون نانوذره با نسبت وزنی ۷۰/۳۰، P₂ و P₁₆ انجام گرفت تا مقایسه بهتری صورت گیرد. خواص مکانیکی مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای برای ورق‌های PA6/NBR بدون نانوذره با نسبت وزنی ۷۰/۳۰ به ترتیب ۵۴۸ مگاپاسکال و ۷۴ ژول بر متر گزارش شده است. همچنین، مقادیر خواص مکانیکی به دست آمده برای نمونه‌های P₂ و P₁₆ به همراه متغیرهای فرایندی به کار رفته در ساخت آن‌ها در جدول ۸ آورده شده است. در تصاویر ۷ الف تا پ، اندازه حفره‌های تاریک نشان دهنده فاز الاستومری خارج شده به سبب قرارگیری نمونه‌ها در تولوئن مایع است. این حفره‌ها در نمونه‌هایی که نانوذرات کاربرد سیلیسیم به ترکیب PA6/NBR اضافه شده است، کوچک‌تر هستند؛ همچنین با مشاهده تصویر پ (نمونه P₁₆)، دریافت شد که بر اثر افزایش سرعت چرخشی ابزار دورانی، تعداد فازهای الاستومری افزایش اندازه آن‌ها کاهش می‌یابد که موجب کاهش اندازه حفره‌های ایجاد شده می‌شود؛ به طوری که دلیل این امر اغتشاش بیشتر و توزیع بهتر نانوذرات در نمونه اصلاح شده بر اثر افزایش سرعت چرخشی و پخش بهتر نانوذرات در فاز پایه است [۲۲، ۲۳].

جدول ۸ مقادیر خواص مکانیکی و متغیرهای فرایندی برای نمونه‌های الف) P₂ و ب) P₁₆

نمونه	سرعت دورانی		سرعت خطی		درصد وزنی نانوذره		خواص مکانیکی	
	rpm	mm/min	wt.%	مدول یانگ (MPa)	استحکام ضربه (J/m)	سرعت دورانی	سرعت خطی	درصد وزنی نانوذره
P ₂	800	20	4	605.12	59.53			
				608.48	61.89			
P ₁₆	1200	20	3.8	665.18	62.26			
				660.80	60.73			

۷-۳- نتایج آزمون گرماسنجی تفاضلی روبشی و آنالیز حرارتی مطابق نتایج جدول ۹، به منظور تعیین هر یک از داده‌های حرارتی نظیر آنتالپی (ΔH)، درصد بلورینگی (X_c)، دمای تبلور و دمای ذوب T_m و T_c برای نمونه‌های PA6/NBR بدون نانوذره با نسبت وزنی ۷۰/۳۰، P_{16} ، P_{17} و P_{18} از آزمون گرماسنجی استفاده شد. بررسی نتایج به دست آمده نشان می‌دهد که با افزودن نانوذرات کاربید سیلیسیم به ترکیب پایه PA6/NBR، مقادیر آنتالپی کاهش یافته است. مقادیر آنتالپی از طریق نمودار آزمون DSC برای نمونه‌های ترموپلاستیک الاستومر بدون نانوذره با نسبت وزنی ۷۰/۳۰، P_{16} ، P_{17} و P_{18} حاصل شده است و مقادیر آن به ترتیب ۴۷/۹، ۴۷/۲، ۴۶ و ۴۴/۶ ژول بر گرم تعیین شدند. پخش نانوذرات کاربید سیلیسیم در ماتریس پایه همچون سپری مقاوم از بلورهای پلیمری در برابر گرما محافظت کرده و مانع از عبور گرما می‌شود؛ به همین جهت، می‌توان دریافت که افزودن نانوذرات دلیلی بر افزایش دمای تبلور و در پی آن افزایش دمای ذوب در سایر نمونه‌ها نسبت به نمونه PA6/NBR بدون نانوذره است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، روند افزایشی دمای تبلور و دمای ذوب در نمونه‌های ذکر شده به واسطه توزیع بهتر نانوذرات در ماتریس، افزایش تعداد مکان‌ها برای هسته‌زایی و بهبود مشارکت ذرات در امر هسته‌زایی می‌باشد [۴، ۲۴، ۲۵].

جدول ۱۰ نتایج آزمون آنالیز حرارتی (TGA)

Table 10 Thermo gravimetric analysis results (TGA)

نمونه	T_p (°C)	T_{10} (°C)	T_5 (°C)
PA6/NBR (70/30)	425/8	347/5	319/7
P_{17} : 1200/20/2	426/5	362/8	331/3
P_{16} : 1200/20/3.8	427/1	372/7	337/6
P_{18} : 1200/40/6	427/6	376/2	348/1

۴- جمع‌بندی و نتیجه‌گیری

در این مطالعه، ابتدا ساخت ورقه‌های نانوکامپوزیتی بر پایه پلی آمید ۶ (PA6)/آکریلونیتریل بوتادین (NBR) با روش اختلاط مذاب و در دستگاه مخلوط‌کن داخلی انجام شد؛ سپس از فرایند اصطکاکی اغتشاشی (FSP) برای افزودن ۲، ۴ و ۶ درصد وزنی از نانوذرات کاربید سیلیسیم (SiC) به ورقه‌های ترموپلاستیک الاستومری استفاده گردید. از طرفی به منظور پیش‌بینی خواص مکانیکی بهینه (مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای)، از روش سطح پاسخ با متغیرهای سرعت چرخشی، سرعت خطی و درصد وزنی نانوذره برای به دست آوردن مدل‌های ریاضی استفاده شد. همچنین ریزساختار نمونه‌های تهیه شده با نسبت‌های وزنی مختلف نانوذرات با استفاده از آزمون SEM مورد بررسی قرار گرفت؛ علاوه بر این رفتار تبلور نمونه‌ها برای ارزیابی میزان پایداری حرارتی در پراکندگی یکنواخت و غیریکنواخت نانوذرات کاربید سیلیسیم در ترکیب PA6/NBR به کمک آزمون‌های خواص حرارتی DSC و TGA مورد مطالعه قرار گرفت. نتایج به دست آمده را می‌توان به صورت زیر طبقه‌بندی کرد:

۱- در حین فرایند اغتشاش، زمانی که سرعت چرخشی ابزار دورانی روی ۱۲۰۰ دور بر دقیقه ثابت است اما محتوای کاربید سیلیسیم از ۲ درصد وزنی به ۶ درصد وزنی افزایش می‌یابد، مقدار مدول یانگ از ۵۶۹ مگاپاسکال تا ۶۹۹/۷۵ مگاپاسکال افزایش یافت.

۹- نتایج آزمون گرماسنجی تفاضلی روبشی (DSC)

جدول ۹ نتایج آزمون گرماسنجی تفاضلی روبشی (DSC)

Table 9 Differential scanning calorimetry results (DSC)

نمونه	ΔH (J/g)	T_m (°C)	T_c (°C)	X_c (%)
PA6/NBR (70/30)	47/9	221/9	196/3	24/9
P_{17} : 1200/20/2	47/2	222/3	196/9	24/5
P_{16} : 1200/20/3.8	46	222/8	198	23/9
P_{18} : 1200/40/6	44/6	223/2	199/3	23

وضعیت پراکندگی نانوذرات در ماتریس پلیمری ممکن است بینش مفید و متفاوتی را در مورد رفتار تخریب حرارتی ترکیب نانوکامپوزیتی ارائه دهد. به همین جهت، چنین تأثیری با تجزیه و تحلیل‌های گرماسنجی شناسایی شد؛ از این رو، وابستگی تخریب حرارتی نانوکامپوزیت‌های PA6/NBR/SiC به پراکندگی نانوذرات کاربید سیلیسیم آشکار شد. با توجه به آنالیز حرارتی انجام گرفته، نتایج مشخص شده در جدول ۱۰ نشان داد که افزودن نانوذرات کاربید سیلیسیم منجر به تشکیل صفحات مقاوم می‌شود که از بلورهای پلیمری در برابر گرما محافظت می‌کنند؛ به نحوی که پایداری حرارتی ترکیب پلیمری از طریق ارتقای سطحی بین فازهای PA6 و NBR افزایش می‌یابد. با افزایش محتوای نانوذرات در هنگام اختلاط، پایداری حرارتی

- 18, No. 3, pp. 327-341, 2021. (in Persian). <https://doi.org/10.48301/KSSA.2021.275252.1405>
- [2] B. Asadi Borojeni, L. Mozafari Vanani, The effect of tool geometry on the tensile strength of polypropylene components welded by friction Stir welding method, *Karafan Quarterly Scientific Journal*, Vol. 17, No. 1, pp. 133-145, 2020. (in Persian). <https://doi.org/10.48301/KSSA.2020.112761>
- [3] M. R. Nakhaei, G. Naderi, A. Ebrahimpour, Mathematical modeling of mechanical properties of PA6/NBR/Clay nanocomposites fabrication using the thermal friction stirs processing, *Journal of Science and Technology of Composites*, Vol. 7, No. 2, pp. 833-842, 2020. (in Persian). <https://doi.org/10.22068/jstc.2020.112864.1582>
- [4] E. Esmizadeh, A. Irani, G. Naderi, M. H. R. Ghoreishy, C. Dobious, 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. <https://doi.org/10.1002/app.45977>
- [5] M. R. Nakhaei, S. Mohammadi, G. Naderi, M. H. Ghoreishy, Experimental study of microstructure, thermal and mechanical properties of PA6/NBR nanocomposites reinforced with graphene nanoparticle, *Journal of Science and Technology of Composites*, Vol. 6, No. 3, pp. 419-426, 2019. (in Persian). <https://doi.org/10.22068/jstc.2019.97568.1491>
- [6] W. Poon, E. Ching, C Cheng, R. Li, Measurement of plane stress essential work of fracture (EWF) for polymer films: effects of gripping and notching methodology, *Polymer Testing*, Vol. 20, No. 4, pp. 395-401, 2001. [https://doi.org/10.1016/S0142-9418\(00\)00049-0](https://doi.org/10.1016/S0142-9418(00)00049-0)
- [7] A. Ghorbankhan, M. R. Nakhaei, P. Safarpour, 2021. Modeling and optimization of mechanical properties of PA6/NBR nanocomposite reinforced with perlite nanoparticle, *Journal of Science and Technology of Composites*, Vol. 8, No. 1, pp. 1421-1430, 2021. (in Persian). <https://doi.org/10.22068/JSTC.2021.527365.1714>
- [8] M. R. Nakhaei, G. Naderi, M. H. R. Ghoreishy, Fracture mechanisms and failure analysis of PA6/NBR/graphene nanocomposites by essential work of fracture, *Iranian Polymer Journal*, Vol. 30, No. 9, pp. 975-987, 2021. <https://doi.org/10.1007/s13726-021-00950-9>
- [9] E. Taghizadeh, G. Naderi, M. Razavi-Nouri, Effects of organoclay on the mechanical properties and microstructure of PA6/ECO blend, *Polymer Testing*, Vol. 30, No. 3, pp. 327-334, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2011.01.007>
- [10] R. Wu, K. Zhou, C. Y. Yue, J. Wei, Y. Pan, Recent progress in synthesis, properties and potential applications of SiC nanomaterials, *Progress in Materials Science*, Vol. 72, pp. 1-60, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.01.003>
- [11] M. Naeimirad, A. Zadhoush, R. E. Neisiany, Fabrication and characterization of silicon carbide/epoxy nanocomposite using silicon carbide nanowhisker and

۲- در هنگام افزوده شدن نانوذرات کاربید سیلیسیم به ورقه‌های ترموپلاستیک الاستومری، مشاهده شد مقدار استحکام ضربه‌ای از ۴۷/۹۳ ژول بر متر تا ۷۴/۲۱ ژول بر متر تحت شرایط سرعت خطی ثابت ۲۰ میلی‌متر بر دقیقه با کاهش درصد وزنی نانوذرات از ۶ به ۲، افزایش پیدا کرده است.

۳- در شرایطی که مقدار سرعت چرخشی ابزار دورانی از ۸۰۰ تا ۱۲۰۰ دور بر دقیقه افزایش پیدا کند و سرعت خطی ابزار در مقدار ۲۰ میلی‌متر بر دقیقه ثابت باشد، مقدار مدول یانگ از ۶۰۵/۱۲ تا ۶۷۳/۳۷ مگاپاسکال و استحکام ضربه‌ای از ۵۹/۵۳ تا ۶۱/۱۱ ژول بر متر افزایش یافته است.

۴- دمای تبلور نمونه بدون نانوذره ۷۰/۳۰ تهیه شده با دستگاه مخلوطکن داخلی پس از افزودن ۶ درصد وزنی از نانوذرات کاربید سیلیسیم به ماتریس پایه PA6/NBR، از ۱۹۶/۳ به ۱۹۹/۳ درجه سانتی‌گراد افزایش یافت؛ زیرا کاربید سیلیسیم به‌عنوان یک مانع حرارتی خوب عمل می‌کند و در پی آن موجب افزایش دمای ذوب به مقدار ۱/۳ درجه سانتی‌گراد می‌شود.

۵- نتایج تصاویر SEM تأیید کرد که سازگاری بهبود یافته بین فازها در نمونه P16 احتمالاً به دلیل اندازه ریزتر فاز الاستومری NBR است که این امر از سرعت دورانی بالاتر و پخش مناسب نانوذرات در فاز بستر پایه نشأت می‌گیرد.

۶- نتایج EDAX نشان داد که در حضور ۴ درصد وزنی از کاربید سیلیسیم، نانوذرات می‌توانند به‌طور یکنواخت در فاز سطح بستر PA6/NBR توزیع شوند؛ علاوه بر این استفاده از متغیرهای اصلاح شده ورودی برای تهیه و ساخت نانوکامپوزیت‌های PA6/NBR/SiC، نشان داد که مقادیر مدول یانگ و استحکام ضربه‌ای به ترتیب ۶۶۵/۱۸ مگاپاسکال و ۶۲/۲۶ ژول بر متر به دست می‌آید.

۵- تقدیر و تشکر

بدین‌وسیله نویسندگان مقاله مراتب تشکر خود را از دانشگاه شهید بهشتی و مسؤلین آزمایشگاه پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران به جهت کمک در انجام این پژوهش، اعلام می‌دارند.

۶- مراجع

- [1] M. R. Nakhaei, A. Ghorbankhan, Experimental investigation on mechanical properties of PA6/NBR/Graphene nanocomposite by response surface methodology, *Karafan Quarterly Scientific Journal*, Vol.

- vulcanized and dynamically vulcanized polypropylene/ethylene propylene diene monomer/graphene nanocomposites, *Composites Science and Technology*, Vol. 141, pp. 83-98, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2017.01.015>
- [20] F. A. Ghasemi, M. N. Niyaraki, I. Ghasemi, S. Daneshpayeh, Predicting the tensile strength and elongation at break of PP/graphene/glass fiber/EPDM nanocomposites using response surface methodology, *Mechanics of Advanced Materials and Structures*, Vol. 28, No. 10, pp. 981-989, 2021. <https://doi.org/10.1080/15376494.2019.1614702>
- [21] T. Azdast, R. Hasanzadeh, Tensile and morphological properties of microcellular polymeric nanocomposite foams reinforced with multi-walled carbon nanotubes, *International Journal of Engineering*, Vol. 31, No. 3, pp. 504-510, 2018. <https://doi.org/10.5829/ije.2018.31.03c.14>
- [22] A. S. Bhurke, E. E. Shin, L. T. Drzal, Fracture morphology and fracture toughness measurement of polymer-modified asphalt concrete, *Transportation Research Record*, Vol. 1590, No. 1, pp. 23-33, 1997. <https://doi.org/10.3141/1590-04>
- [23] F. Ashenai Ghasemi, S. Daneshpayeh, I. Ghasemi, M. Ayaz, An investigation on the young's modulus and impact strength of nanocomposites based on polypropylene/linear low-density polyethylene/titan dioxide (PP/LLDPE/TiO₂) using response surface methodology, *Polymer Bulletin*, Vol. 73, pp. 1741-1760, 2016. <https://doi.org/10.1007/s00289-015-1574-2>
- [24] P. Mahallati, A. Arefazar, G. Naderi, Thermal and morphological properties of thermoplastic elastomer nanocomposites based on PA6/NBR, *Iranian Journal of Chemical Engineering*, Vol. 8, No. 1, pp. 56-65, 2011. <https://doi.org/10.3139/217.2311>
- [25] R. Sahraeian, M. Esfandeh, S. Hashemi, Rheological, thermal and dynamic mechanical studies of the LDPE/perlite nanocomposites, *Polymers and Polymer Composites*, Vol. 21, No. 4, pp. 243-250, 2013. <https://doi.org/10.1177/096739111302100406>
- [26] S. Gomari, I. Ghasemi, M. Karrabi, H. Azizi, An investigation on non-isothermal crystallization behavior and morphology of polyamide 6/ poly(ethyleneco-1-butene)-graft-maleic anhydride/organoclay nanocomposites, *Polyolefins Journal*, Vol. 2, No. 2, pp. 99-108, 2015. <https://doi.org/10.22063/POJ.2015.1164>
- nanoparticle reinforcements, *Journal of composite materials*, Vol. 50, No. 4, pp. 435-446, 2016. <https://doi.org/10.1177/002199831557637>
- [12] M. R. Nakhaei, G. Naderi, M. H. R. Ghoreishy, Experimental investigation of mechanical properties, fracture mechanism and crack propagation of PA6/NBR/Clay nanocomposites, *Iranian Journal of Polymer Science and Technology*, Vol. 33, No. 2, pp. 159-172, 2020. (in Persian). <https://doi.org/10.1732.2020.JIPST/22063.1>
- [13] R. F. Zinati, M. Razfar, H. Nazockdast, Numerical and experimental investigation of FSP of PA6/MWCNT composite, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 214, No. 11, pp. 2300-2315, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.04.026>
- [14] M. R. Nakhaei, A. Mostafapour, G. Naderi, 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. 421-432, 2017. <https://doi.org/10.1002/pc.23942>
- [15] A. Ghorbankhan, M. R. Nakhaei, Microstructure and mechanical properties of PA6/NBR nanocomposites fabricated by friction stir processing, *International Journal of Engineering*, Vol. 34, No. 10, pp. 2371-2378, 2021. <https://doi.org/10.5829/IJE.2021.34.10A.18>
- [16] A. Ghorbankhan, M. R. Nakhaei, G. Naderi, Prediction and optimization of mechanical properties of PA6/NBR/graphene nanocomposites fabricated by friction stir processing, *Journal of Elastomers & Plastics*, Vol. 54, No. 1, pp. 67-85, 2022. <https://doi.org/10.1177/00952443211020049>
- [17] A. A. Shokri, S. Talebi, M. Salami-Kalajahi, Optimization of 1, 3-butadiene monomer coordination polymerization using response surface methodology (RSM), *Polyolefins Journal*, Vol. 8, No. 2, pp. 63-72, 2021. <https://doi.org/10.22063/POJ.2021.2767.1166>
- [18] A. Asgari Aghdam, Y. Dadgar Asl, M. Sheikhi, Investigation of the effect of process variables on the mechanical properties of printed parts made of polyoxymethylene using a 3D printer by Fused Deposition Modeling (FDM), *Karafan Quarterly Scientific Journal*, Vol. 18, No. 1, pp. 169-188, 2021. (in Persian). <https://doi.org/10.48301/KSSA.2021.131056>
- [19] M. Haghnegahdar, G. Naderi, M. Ghoreishy, Fracture toughness and deformation mechanism of un-