

Fabrication of Composites and Nanocomposites Based on Polymer by Friction Stir Process: A Review

Mohammad Reza Nakhai^{1*}, Amir Mostafapour², and Ghasem Naderi³

1. Mechanics and Energy Faculty, Shahid Beheshti University, P.O. Box 16765-1719, Tehran, Iran
2. Faculty of Mechanical Engineering, University of Tabriz, P.O. Box 5166616471, Tabriz, Iran
3. Iran Polymer and Petrochemical Institute, P.O. Box 14975-112, Tehran, Iran

Received: 27 January 2019, Accepted: 21 June 2019

Abstract

Due to the low weight and chemical resistance of polymers, compared to metals, the use of these materials in various industries has increased. On the other hand, due to the low strength in polymers, their reinforcement with micron/nanoparticles is necessary. In recent years, one of the advances in plastics and composite industries has been the development and commodification of polymer-based nanocomposites. The use of polymer blend nanocomposites based on thermoplastic polyolefin have been developed in engineering application such as automotive, airplane, household appliances and medical apparatus. There are different processes such as extruder and internal mixer to fabricate nanocomposites. The limitation of these processes is the high cost, the multi-stage process for sheet production and the amount of nano-sized reinforcement particles (at most 5 wt%). Recently, investigations have been done on friction stir processing for the fabrication of composites and nanocomposites. To produce polymer composites and nanocomposites with friction stir process, a groove with defined dimensions is machined in the base polymer sheet and nanoparticles are improvised into this groove. Subsequently, a rotating tool is plunged into the sheet and traversed along the groove to disperse particles to the base material.

Key Words

composite,
nanocomposite,
extruder,
internal mixer,
friction stir process

(*) To whom correspondence should be addressed.
E-mail: m_nakhai@sbu.ac.ir

مروری بر ساخت کامپوزیت‌ها و نانوکامپوزیت‌های پایه پلیمری با فرایند اصطکاکی اغتشاشی

محمد رضا نخعی^{۱*}، امیر مصطفی پور^۲، قاسم نادری^۳

۱- تهران، دانشگاه شهید بهشتی، دانشکده مکانیک و انرژی، صندوق پستی ۱۶۷۶۵-۱۷۱۹

۲- تبریز، دانشگاه تبریز، دانشکده مکانیک، صندوق پستی ۵۱۶۶۶۱۶۴۷۱

۳- تهران، پژوهشگاه پتروشیمی و پلیمر ایران، صندوق پستی ۱۴۹۷۵-۱۱۲

دریافت: ۱۳۹۷/۱۱/۷، پذیرش: ۱۳۹۸/۳/۱۳

با توجه به سبکی و مقاومت شیمیایی مناسب پلیمرها در مقایسه با فلزات، استفاده از این مواد در صنایع مختلف هر روز بیشتر شده است. تقویت پلیمرها با ذرات میکرو و نانومقیاس، به دلیل استحکام کم آن‌ها ضروری است. در سال‌های اخیر، یکی از پیشرفت‌های انجام‌گرفته در صنعت پلاستیک و کامپوزیت‌ها توسعه و تجاری‌سازی نانوکامپوزیت‌های پایه پلیمری است. نانوکامپوزیت‌های پلیمری بر پایه گرمانرم‌های پلی‌اولفینی در کاربردهای مهندسی از جمله صنایع خودروسازی، هوافضا، ساختمان و تجهیزات پزشکی مورد توجه قرار گرفته است. فرایندهای مختلفی مانند استفاده از اکسترودر و مخلوط‌کن داخلی برای ساخت نانوکامپوزیت‌های پلیمری به کار می‌روند. محدودیت این فرایندها هزینه زیاد، چندمرحله‌ای شدن فرایند تولید ورق‌ها و مقدار ذرات تقویت‌کننده با ابعاد نانو (حداکثر ۵٪) است. به‌تازگی ساخت کامپوزیت‌ها و نانوکامپوزیت‌های پلیمری با استفاده از روش اصطکاکی اغتشاشی بررسی شده است. در این فرایند، شیار در قطعه اولیه ایجاد می‌شود و پس از آن مواد و ذرات تقویت‌کننده داخل شیار قرار می‌گیرند. این ذرات با استفاده از ابزار دورانی درون ماده پایه پخش می‌شوند و نانوکامپوزیت ایجاد می‌شود. برای تولید کامپوزیت و نانوکامپوزیت‌های پلیمری با فرایند اصطکاکی اغتشاشی، شیار با ابعاد مشخص درون صفحه ماده پایه ماشین‌کاری شده و نانوذرات درون این شیار فشرده می‌شوند. پس از آن ابزار چرخشی به داخل ورق نفوذ و در طول شیار حرکت می‌کند تا ذرات را درون مواد پایه پراکنده سازد.

بسیار ش

فصلنامه علمی

سال نهم، شماره ۳

صفحه ۱۴-۱۳۹۸

ISSN: 2252-0449

چکیده



محمد رضا نخعی



امیر مصطفی پور



قاسم نادری

واژگان کلیدی

کامپوزیت،
نانوکامپوزیت،
اکسترودر،
مخلوط‌کن داخلی،
فرایند اصطکاکی هم‌زدنی

دسته از پلیمرها، در فرایند ولکانش و ایجاد اتصالات عرضی بوده که در صنایع لاستیک ضروری است، اما در صنعت پلاستیک نیازی بدان نیست. در نتیجه با ترکیب گرمانرمها با لاستیکها، خواصی مانند مدول کششی و سختی کاهش می‌یابد. با توجه به مطالب گفته شده درباره آثار ذرات تقویت کننده، ترکیب الاستومرهای گرمانرم تقویت شده با ذرات میکرونی و نانوذرات می‌تواند باعث ایجاد حالت بهینه‌ای از خواص مکانیکی در این مواد شود [۹،۱۰].

پارامترهای موثر بر خواص کامپوزیت‌ها و نانو کامپوزیت‌ها

به طور کلی، پارامترهای موثر بر خواص کامپوزیت‌ها و نانو کامپوزیت‌های پلیمری عبارت‌اند از:

- خواص افزودنی (خواص ذاتی، اندازه و شکل)،
- واکنش اجزای موجود در فاز مرز دانه. این واکنش به وجود میان لایه نازکی مربوط می‌شود که فاز میانی گفته می‌شود. البته فاز میانی در اغلب موارد به عنوان فاز مجزا در نظر گرفته می‌شود. این فاز کنترل کننده چسبندگی میان اجزای کامپوزیت است و - روش ساخت [۱۱،۱۲].

روش‌های مختلف ساخت کامپوزیت و نانو کامپوزیت‌های پلی‌اولفینی

به طور کلی سه روش برای تولید نانو کامپوزیت‌های ماتریس پلیمری وجود دارد. این روش‌ها شامل اختلاط مذاب، فراوری محلول و پلیمر شدن درجا هستند. استفاده از اکسترودر و مخلوط‌کن داخلی از روش‌های اختلاط مذاب است که استفاده از این دو روش در ساخت کامپوزیت‌ها و نانو کامپوزیت‌های پلی‌اولفینی مرسوم است [۱۳].

اکسترودر

اکسترودرها به عنوان مخلوط‌کن‌های پیوسته (continuse mixer) هستند که به طور گسترده برای پراکنش پرکننده‌ها، رنگ‌دانه‌ها و افزودنی‌ها در مواد گرمانرم استفاده می‌شوند. امروزه استفاده از اکسترودرهای پیچی بسیار رایج‌تر است. اکسترودرهای پیچی در دو نوع تک پیچی و دو پیچی هستند که اجزای مختلف آن در شکل ۱ نشان داده شده است [۱۴،۱۵]. اکسترودر دو پیچی نیز در دو نوع همسوگرد و ناهمسوگرد وجود دارد.

با استفاده از قالب مناسب می‌توان طیف وسیعی از محصولات را تهیه کرد. برخی از این روش‌های بسیار متداول عبارت‌اند از [۱۱،۱۵]:

- تولید دانه،

با توجه به مصرف روزافزون پلی‌اولفین‌ها، به ویژه پلی‌پروپیلن، در صنایع مختلف به دلیل سبکی و مقاومت شیمیایی آن‌ها، لزوم تقویت این مواد به سبب استحکام اندک آن‌ها، بیشتر احساس شده است [۱،۲]. اصلاح و تقویت پلی‌اولفین‌ها با اضافه کردن افزودنی به آن‌ها انجام می‌شود. کامپوزیت‌های پلیمری مخلوط‌هایی از پلیمرها به همراه افزودنی‌های آلی و غیر آلی هستند. در واقع این افزودنی‌ها دارای هندسه معین مانند الیاف، صفحه و ذره هستند [۳،۴]. هنگامی که الیاف، صفحه‌های کوچک یا ذرات به عنوان فاز پراکنشی دارای ابعادی در حد نانومتر باشند، کامپوزیت‌های به وجود آمده به عنوان نانو کامپوزیت شناخته می‌شوند. نانو کامپوزیت‌ها به دلیل برخورداری از خواص مکانیکی، الکتریکی و گرمایی مناسب نسبت به پلیمرهای معمولی، فلزات و سرامیک‌ها در سال‌های اخیر مورد توجه بسیاری از صنایع از جمله خودروسازی، کشتی‌سازی و هوافضا قرار گرفته‌اند [۵]. به طور کلی، نانو کامپوزیت‌های پلیمری دارای استحکام زیاد، وزن کم و نیز پایداری گرمایی، رسانایی الکتریکی و مقاومت شیمیایی زیاد هستند. با افزودن درصد کمی از نانوذرات به پلیمر خالص، استحکام کششی، استحکام تسلیم و مدول یانگ افزایش چشمگیری می‌یابد. به عنوان مثال، با افزودن تنها ۴٪ حجمی میکا (نوعی سیلیکات) با ابعاد ۵۰ nm به اپوکسی، مدول یانگ این ماده ۵۸٪ افزایش می‌یابد. از طرفی، افزودن ذرات تقویت کننده به پلی‌اولفین‌ها باعث کاهش مقاومت به ضربه و شکل پذیری این مواد در دماهای کم و سرعت کرنش‌های زیاد می‌شود که برای از بین بردن این عیب از ترکیب الاستومرهای گرمانرم استفاده می‌شود [۶،۷].

الاستومرهای گرمانرم آلیاژهای پلیمری هستند که از ترکیب پلیمر گرمانرم و یک الاستومر به وجود می‌آیند. این مواد دارای خواص لاستیکی هستند یا به عبارتی درجه متوسطی از کشسانی لاستیک‌ها را نشان می‌دهند. اما با وجود این، گرمانرم‌ها بدون نیاز به فرایند پخت و تشکیل اتصالات عرضی شیمیایی، با کمک فرایندهای ویژه شکل داده می‌شوند. به بیان دیگر، فرایند آن‌ها شبیه به گرمانرم‌هاست. این بدان معناست که مواد یاد شده با افزایش دما ذوب شده و با کاهش دما دوباره به حالت اولیه باز می‌گردند. خواص الاستومرهای گرمانرم از شکل‌شناسی و ساختار شیمیایی آن‌ها اثر می‌پذیرد [۱،۸].

لاستیک‌ها در مقایسه با پلاستیک‌ها، نرم‌تر بوده و مدول کششی آن‌ها تقریباً ۱۰۳ برابر کمتر است. لاستیک‌ها ازدیاد طول بیشتر و گاه برگشت پذیری کامل از خود نشان می‌دهند که نشانگر کشسانی بیشتر این دسته از مواد پلیمری است. تفاوت عمده دیگر این دو

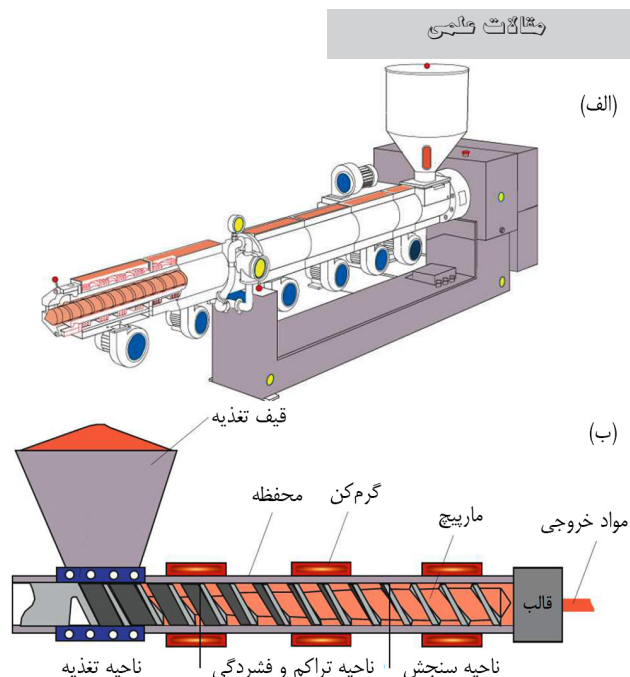
در حال چرخش هستند. یکی از چرخانه‌ها اندکی سریع‌تر حرکت می‌کند. روتورها به حالت مماسی یا درهم‌فرورونده (intermeshing) نزدیک به هم می‌چرخند. کاربرد مخلوط‌کن‌های داخلی در آمیزه‌سازی پلاستیک‌ها و لاستیک‌ها و کنترل فرمول‌بندی ترکیبات پلیمری است. از مزایای به‌کارگیری آن‌ها به‌حداقل رساندن گرد یا بخارهای خطرناک مواد در حین اختلاط است [۱۲، ۱۸]. شکل ۲ ساختار کلی مخلوط‌کن داخلی و اجزای آن را نشان می‌دهد.

در مخلوط‌کن داخلی سه پارامتر دما، سرعت دوران و زمان اختلاط بر خواص مکانیکی، رئولوژی، الکتریکی و ریزساختار کامپوزیت‌ها و نانوکامپوزیت‌ها اثرگذار است [۱۹].

از روش‌های جدید ساخت نانوکامپوزیت‌های مختلف، فرایند اصطکاکی اغتشاشی (friction stir process, FSP) است که به‌سبب استفاده از سرعت‌های زیاد و ایجاد گرما در منطقه فرایند موجب پراکنش خوب نانوذرات در فاز پایه می‌شود.

فرایند اصطکاکی اغتشاشی

در ابتدا فرایند اصطکاکی اغتشاشی با عنوان جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی (friction stir welding, FSW) مطرح شد. این روش نوعی جوشکاری حالت جامد بوده و توسط موسسه جوشکاری TWI در سال ۱۹۹۱ ارائه شد. فرایند اصطکاکی اغتشاشی که به‌تازگی ابداع شده است، روشی برای اغتشاش ماده بوده که بر اصول فرایند جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی استوار است [۲۰]. در این روش، ابتدا شیاری روی سطح قطعه اولیه ایجاد می‌شود (شکل ۳-الف). سپس، مواد و ذرات تقویت‌کننده داخل شیار قرار می‌گیرند (شکل ۳-ب). در مرحله اول فرایند، با استفاده از ابزار دورانی بدون پین که به عمق ۱ mm درون قطعه اولیه نفوذ می‌کند، سطح شیار با ذرات تقویت‌کننده، پوشانده می‌شود (شکل ۳-پ). در ادامه ابزار دورانی با پین دارای هندسه و ابعاد مشخص به درون قطعه کار نفوذ کرده و در امتداد شیار ایجاد شده حرکت می‌کند. با



شکل ۱- نمایی از: (الف) ساختار اکسترودر و (ب) قسمت‌های مختلف آن [۱۴].

- تولید پروفیل،

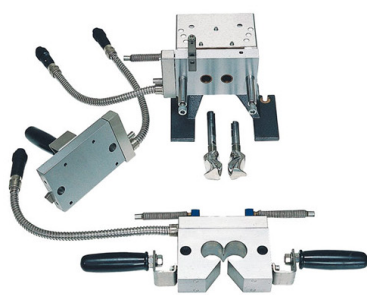
- تولید ورقه‌های بسیار نازک به‌روش دمش فیلم و

- قالب‌گیری دمشی.

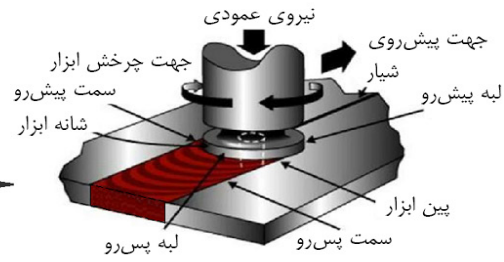
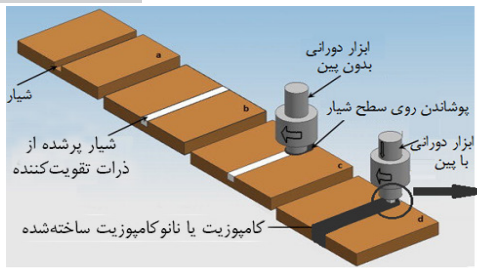
در اکسترودر سرعت دوران ماریپیچ، سرعت تغذیه و دمای محفظه از پارامترهای مهم هستند که بر ساختارهای ایجاد شده در نانوکامپوزیت‌ها و پراکنش نانوذرات در ماده پایه اثرگذارند [۱۶، ۱۷].

مخلوط‌کن داخلی

مخلوط‌کن‌های داخلی که در آماده‌سازی و تقویت پلاستیک‌ها و لاستیک‌ها بسیار کاربرد دارند، از دو سیلندر به هم مرتبط ساخته شده‌اند که درون آن‌ها از دو ماریپیچ حلزونی با نام چرخانه (rotor) تشکیل یافته است. این چرخانه‌ها در کنار هم درون این سیلندرها قرار گرفته‌اند و در جهت عکس یکدیگر با سرعت‌های متفاوت،



شکل ۲- ساختار و اجزای مخلوط‌کن داخلی [۱۹].



شکل ۳- مراحل فرایند و اصطلاحات موجود در فرایند اصطکاکی اغتشاشی [۲۴].

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

که wt% نشانگر درصد وزنی نانوذرات، A_s مقطع عرضی شیار و A_p مقطع عرضی ناحیه فرایند است که از حاصل ضرب قطر بین در عمق نفوذ بین در ماده پایه در حین فرایند به دست می آید. h_s و t_s به ترتیب برابر ضخامت تیغه فرز اره ای و عمق شیار است. همچنین، مقدار ارتفاعی از نانوذرات (h_n) که باید درون شیار قرار گیرد تا نانوکامپوزیت PP/EPDM با درصدهای وزنی مختلف ساخته شود، با استفاده از معادله (۳) به دست می آید:

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

D_f نسبت چگالی نانوذرات به چگالی کامپوزیت PP/EPDM است. از طرفی، برای محاسبه درصد حجمی ذرات تقویت کننده، از معادله (۴) استفاده می شود که در این حالت کل شیار پر از ذرات تقویت کننده می شود. در حالی که برای درصد وزنی مطابق معادله (۳)، فقط مقدار ارتفاع مشخصی از شیار از نانوذرات پر می شود.

$$\%Vol = \frac{A_s}{A_p} \times 100 \quad (4)$$

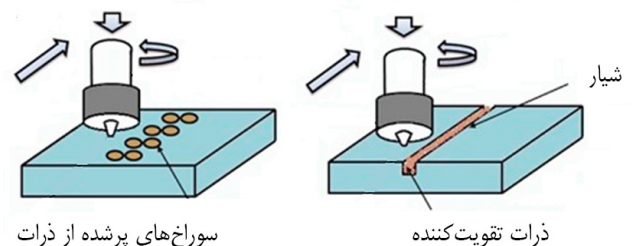
به عنوان مثال، برای تهیه نانوکامپوزیت‌های $PMMA/Al_2O_3$ با ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰٪ حجمی نانوذرات، از ابزار مخروطی با ابعاد بین (قطر بزرگ ۶ mm، قطر کوچک ۴ mm و ارتفاع ۴ mm) استفاده می شود که شیاری با عمق ۲ mm و پهنای ۰/۵، ۱، ۱/۵ و ۲ mm را در قطعه اولیه ایجاد می کند [۲۵].

فرایند اصطکاکی اغتشاشی با استفاده از دستگاه خاص مثل دستگاه فرز انجام می شود. به دلیل نیروی زیادی که در حین فرایند به صفحات وارد می شود، ضروری است که ورق‌ها کاملاً ثابت باشند و در حین عملیات تغییر موقعیت ندهند. بدین منظور نگه‌دارنده‌ای طراحی شد تا افزون بر خاصیت ریلی بودن، از جابه‌جایی صفحات

حرکت ابزار دورانی به تعداد دفعات مشخص، ذرات تقویت کننده درون ماده پایه پخش شده و کامپوزیت ایجاد می شود (شکل ۳-ت) [۲۱، ۲۲]. در شکل ۳ مراحل فرایند، مناطق مختلف در ناحیه اغتشاش و اصطلاحات مرسوم در این فرایند نشان داده شده است. در سال‌های اخیر، از پژوهش‌های در زمینه جوش اصطکاکی اغتشاشی پلیمرها، کامپوزیت و نانوکامپوزیت‌ها به شدت استقبال شده و گزارش‌های زیادی در این زمینه موجود است. با وجود این، ساخت نانوکامپوزیت‌های پلیمری با روش اصطکاکی اغتشاشی بسیار محدود است که در ادامه بدان‌ها اشاره می شود [۲۳].

در فرایند اصطکاکی اغتشاشی از صفحات پلیمری با ابعاد مشخص استفاده می شود. برای تولید کامپوزیت‌ها یا نانوکامپوزیت‌ها، مطابق شکل ۴ ابتدا شیاری با استفاده از تیغ فرز اره ای یا سوراخ‌های متناوبی با استفاده از مته در قطعات اولیه ایجاد می شود و ذرات میکرونی یا نانوذرات درون شیار یا سوراخ‌ها قرار می گیرند [۲۴]. برای مشخص شدن ابعاد شیار مورد نیاز در قطعه اولیه، باید این موضوع را در نظر گرفت که مقدار ذرات تقویت کننده بر اساس درصد وزنی یا حجمی است. به عنوان مثال، عمق شیار ایجاد شده برای تولید نانوکامپوزیت‌های PP/EPDM با درصدهای مختلف وزنی نانوذرات با استفاده از معادله‌های (۱) و (۲) به دست می آید [۲۲، ۲۴]:

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



شکل ۴- ایجاد شیار و سوراخ برای ذرات تقویت کننده در فرایند اصطکاکی اغتشاشی [۲۵].

شانه گرمایی دارای گرم‌کن برقی است که برای افزایش دما و تنظیم دمای شانه استفاده می‌شود. این کار برای جلوگیری از اشکال‌های پیش‌گفته در ابزارهای بدون شانه گرمایی است.

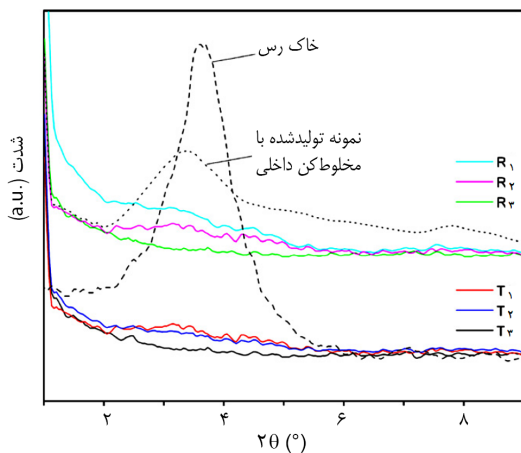
کاربرد فرایند اصطکاکی اغتشاشی

از فرایند اصطکاکی اغتشاشی برای بهبود خواص مواد و فلزات با استفاده از فلزات و سایر مواد استفاده می‌شود. از کاربردهای این فرایند به صنایع خودروسازی و هوافضا می‌توان اشاره کرد که به‌طور روزافزون نیاز به مواد مقاوم در برابر خستگی و خزش در آن‌ها احساس می‌شود. FSP برای فلزاتی مانند آلومینیم و آلیاژهای آن، نیکل، منیزیم و آلیاژهای آن، مس، فولاد و نیز پلیمرها استفاده می‌شود. از کاربردهای مهم این فرایند تولید کامپوزیت‌ها و نانوکامپوزیت‌های سطحی است [۲۷].

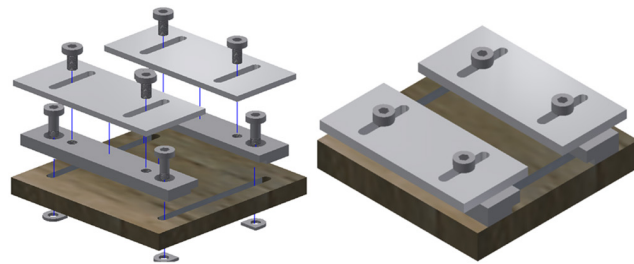
پارامترهای FSP

سرعت دورانی

سرعت دورانی یا سرعت دوران ابزار، باعث افزایش دما و اختلاط مواد در منطقه فرایند می‌شود. محدوده سرعت دورانی برای پلیمرهای مختلف براساس اینکه از فرایندهای اصطکاکی اغتشاشی معمولی یا گرمایی استفاده شده باشد، متفاوت است. Barmouz و همکاران [۲۸] با استفاده از روش فرایند اصطکاکی اغتشاشی معمولی، نانوکامپوزیت پلی‌اتیلن پرچگال-نانوذرات خاک رس را در شرایط مختلف سرعت‌های دورانی و پیش‌روی بررسی کردند. شکل ۷ نتایج XRD را نشان می‌دهد که اختلاط مواد با روش اصطکاکی اغتشاشی در همه نمونه‌ها، باعث از بین رفتن پیک نمودار XRD برای ذرات خاک رس شده است. در حالی که نمونه



شکل ۷- اثر سرعت دورانی و سرعت پیش‌روی بر زاویه 2θ نمودار XRD [۲۸].



شکل ۵- نگه‌دارنده طراحی شده برای فرایند اصطکاکی اغتشاشی [۲۴].

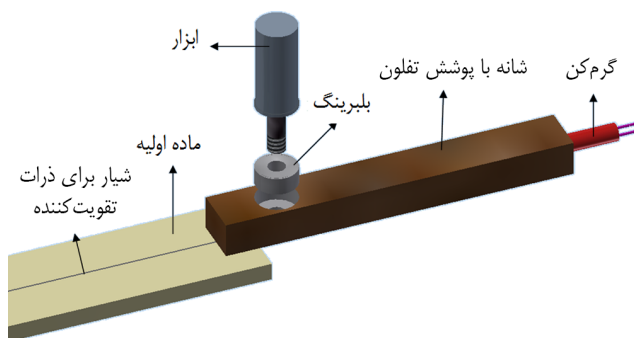
حین فرایند جلوگیری کند و شانه‌های گرمایی فرایند اصطکاکی اغتشاشی گرمایی درون آن حرکت کرده و از دوران آن نیز جلوگیری کند. شکل ۵ نگه‌دارنده طراحی شده برای فرایند اصطکاکی اغتشاشی را نشان می‌دهد. نگه‌دارنده ریلی طراحی شده است تا قابلیت بستن صفحات در ابعاد مختلف را داشته و تنظیم‌پذیر باشد [۱۹،۲۵].

ابزارهای گرمایی

گاهی در فرایند اصطکاکی اغتشاشی، دمای فرایند به حدی نمی‌رسد که پلیمرها به‌طور کامل ذوب شوند. همچنین پس از ذوب، در ناحیه پیش‌روی مواد به‌خوبی به هم متصل نمی‌شوند. به‌دلیل ایجاد عیوب، شکست در این ناحیه اتفاق می‌افتد که برای جلوگیری از این مشکلات از گرم‌کن خارجی برای گرم کردن شانه استفاده می‌شود.

ابزارهای دارای شانه گرمایی که برای فرایند اصطکاکی اغتشاشی استفاده می‌شوند، به‌غیر از ابزار اصلی، از اجزای دیگری نیز تشکیل شده‌اند. در شکل ۶ نمایی از ابزار و قسمت‌های مختلف آن نشان داده شده است [۲۶].

شانه نشان داده شده در شکل ۶، از نوع گرمایی و از جنس آلومینیم است که پوششی از پلی‌تترافلورواتیلن (تفلون) دارد. پوشش تفلون برای جلوگیری از چسبیدن شانه به ماده اولیه در هنگام فرایند است. همان‌طور که در این شکل مشاهده می‌شود،

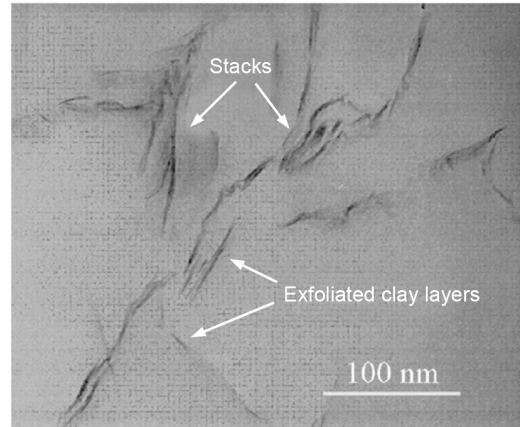


شکل ۶- نمایی از ابزار فرایند اصطکاکی اغتشاشی [۲۴].

نسبت به نمونه مخلوطکن داخلی به دلیل استفاده از سرعت‌های دورانی بیشتر و پخش بهتر نانوذرات درون فاز پایه بوده است. در شکل ۸ تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) نمونه فرایند اصطکاکی اغتشاشی نشان داده شده است.

Alyali و همکاران [۲۹] اثر نانوذرات Al_2O_3 را بر خواص پلی پروپیلن با استفاده از روش اصطکاکی اغتشاشی گرمایی بررسی کردند. در این پژوهش، از درصدهای مختلف نانوذرات از ۵٪ تا ۱۵٪ استفاده شد. نتایج نشان داد، با استفاده از این روش پراکنش نانوذرات درون فاز پایه به خوبی انجام یافت. بیشترین استحکام کششی برای نانوکامپوزیتی بود که بیشترین درصد Al_2O_3 را داشت. حداکثر سختی در ۱۰٪ حجمی نانوذرات به دست می‌آید. همچنین، با افزایش درصد نانوذرات تا ۱۰٪، سختی تا ۵۴٪ افزایش و پس از آن سختی کاهش می‌یابد. عامل کاهش سختی نمونه با ۱۵٪ ذرات آلومینیم اکسید به دلیل بهم چسبیدن نانوذرات و کلوخه شدن آنهاست که در شکل ۹ نشان داده شده است.

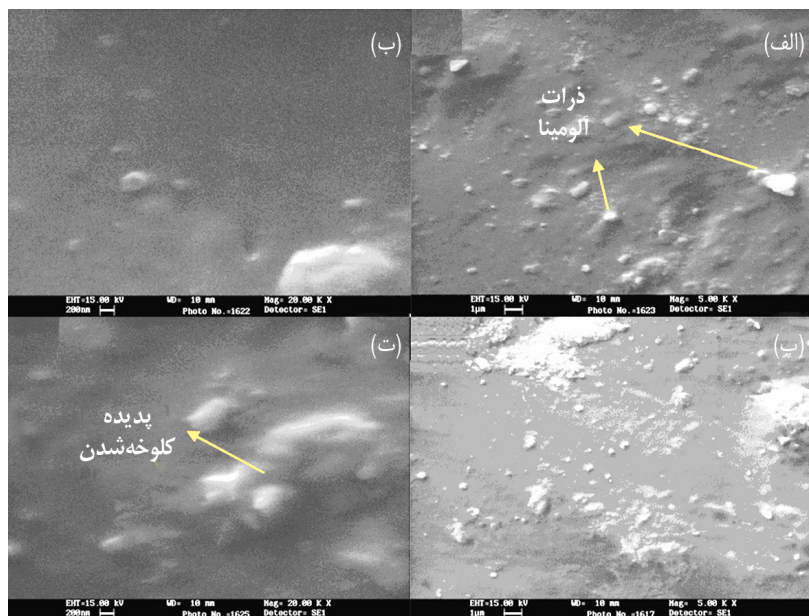
نخعی و همکاران [۲۶] بهینه‌سازی پارامترهای فرایند اصطکاکی اغتشاشی گرمایی مانند سرعت دورانی، سرعت پیش روی، دمای شانه و تعداد پاس را در ساخت نانوکامپوزیت‌های PP/EPDM/Clay بررسی کردند. نتایج نشان داد، پیدا کردن محدوده پارامترها برای فرایند مهم است. زیرا، انجام فرایند خارج از محدوده باعث ایجاد عیوب در قطعات می‌شود. پارامترهای انتخاب شده، محدوده پارامترها، واحدها و علامت‌های اختصاری این فرایند برای ساخت



شکل ۸- تصویر میکروسکوپ الکترونی از نمونه تولیدشده با روش اصطکاکی اغتشاشی و با سرعت پیش‌روی ۱۲۰ mm/min [۲۸].

تولیدشده با دستگاه مخلوطکن داخلی دارای پیک ۲θ در زاویه ۳/۴° بوده که به اندازه جزئی نسبت به خاک رس (۳/۶°) کاهش یافته است.

همچنین، نتایج حاصل از اندازه‌گیری ریزسختی به روش ویکرز روی نمونه‌های تولیدشده نشان می‌دهد، سختی نمونه اولیه ۴۴ MPa است. زمانی که نمونه‌ها با استفاده از فرایند اصطکاکی اغتشاشی تولید شوند، این مقدار حداقل به ۶۲ MPa می‌رسد که نشانگر ۶۲٪ افزایش است. در حالی که نمونه تولیدشده با مخلوطکن داخلی ۲۲٪ افزایش را نسبت به نمونه اولیه نشان می‌دهد. افزایش بیشتر عدد سختی و خواص مکانیکی در نمونه‌های اصطکاکی اغتشاشی



شکل ۹- تصویر میکروسکوپ الکترونی پویشی از نانوکامپوزیت‌های تولیدشده با نانوذرات به مقدار: (الف) ۱۰٪ در مقیاس ۱ μm، (ب) ۱۰٪ در مقیاس ۲۰۰ nm، (پ) ۱۵٪ در مقیاس ۱ μm و (ت) ۱۵٪ در مقیاس ۲۰۰ nm [۲۹].

جدول ۱- محدوده پارامترهای فرایند اصطکاکی اغتشاشی گرمایی [۲۶].

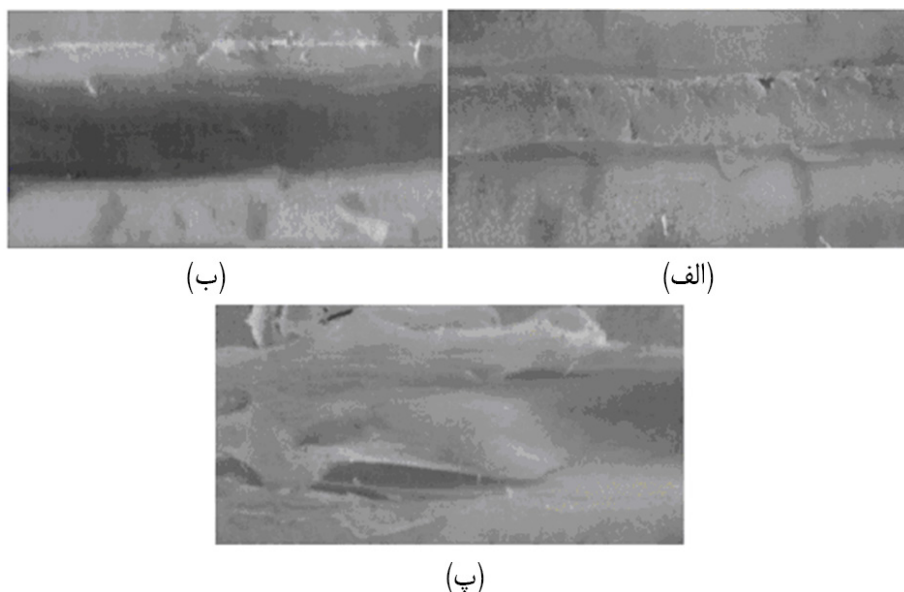
پارامترها	واحد	علامت اختصاری	محدوده		
			۱	۰	-۱
سرعت دورانی	rpm	ω	۱۲۰۰	۱۰۰۰	۸۰۰
سرعت خطی	mm/min	V	۵۰	۴۰	۳۰
دما	$^{\circ}\text{C}$	T	۱۵۰	۱۲۵	۱۰۰
تعداد پاس	---	N	۳	۲	۱

شکل ۱۰-ب گرمای زیاد تولیدشده در حین فرایند به دلیل سرعت دورانی یا دمای زیاد شانه باعث تخریب پلیمر و تغییر رنگ آن شده است. در نمونه شکل ۱۰-پ، مواد به دلیل سرعت خطی زیاد پس از اختلاط روی سطح کشیده می‌شوند که باعث ایجاد سطح ناصافی روی نمونه می‌شود [۲۴،۲۶].

سرعت پیش‌روی

سرعت پیش‌روی، حرکت ابزار را در طول شیار مشخص می‌کند. با افزایش این سرعت، زمان انجام فرایند کاهش می‌یابد و هر چه این زمان کمتر باشد، زمان فرایند و اختلاط افزایش می‌یابد. آذرسا و همکاران [۳۰] تولید کامپوزیت پلی‌اتیلن پرچگال و پودر مس را بررسی کردند. در این روش از ابزار گرمایی برای تولید کامپوزیت استفاده شده است. این پژوهشگران، اثر پارامترهایی مثل سرعت

نانوکامپوزیت‌های PP/EPDM/Clay در جدول ۱ آورده شده است. اگر ساخت نانوکامپوزیت در خارج از محدوده مشخص شده برای سرعت دورانی (۸۰۰-۱۲۰۰ rpm) انجام گیرد، ۲ حالت مختلف ایجاد می‌شود. در سرعت‌های کمتر از ۸۰۰ rpm به دلیل گرمای اندک، اختلاط به خوبی انجام نمی‌شود یا اینکه به دلیل گرمای زیاد در سرعت‌های بیش از ۱۲۰۰ rpm تخریب زنجیرهای پلیمری انجام می‌گیرد و در ناحیه فرایند پلیمر تیره‌رنگ می‌شود. همچنین، با افزایش بیش از حد سرعت دورانی، مواد ذوب‌شده از اطراف شانه به بیرون حرکت می‌کنند و اختلاط به درستی انجام نمی‌پذیرد. شکل ۱۰ سه عیب ظاهری در نمونه‌های ساخته‌شده در خارج از محدوده جدول ۱ را نشان می‌دهد. در شکل ۱۰-الف به دلیل کم‌بودن گرمای تولیدشده در حین فرایند، مواد به خوبی با هم ترکیب نشده‌اند و عیب‌های بسیاری روی سطح نمونه مشاهده می‌شود. در



(الف)

(ب)

(پ)

شکل ۱۰- عیوب ایجادشده در نمونه‌های ساخته‌شده با: (الف) سرعت دورانی کم، (ب) سرعت دورانی و دمای شانه زیاد و (پ) سرعت خطی زیاد [۲۴].

طراحی و جنس ابزار

طراحی ابزار از عوامل اساسی است، به طوری که ابزار خوب می‌تواند باعث بهبود کیفیت قطعات و استفاده از سرعت‌های بیشتر شود. این فرایند معمولاً شامل طراحی شکل ابزار و انتخاب مناسب جنس آن است. مصطفی پور و همکاران [۲۷] اثر ۴ نوع پروفیل پین ابزار را در روش اصطکاکی اغتشاشی بر خواص مکانیکی و ریزساختار نانوکامپوزیت PP/EPDM با ۵٪ خاک رس بررسی کردند. در این پژوهش، از چهار نوع ابزار با پروفیل مختلف برای آزمایش‌ها استفاده شده است. در جدول ۲ نمایی از سه ابزار شیاردار به همراه مشخصات این ابزارها نشان داده شده است. ابزار دیگر از نوع پروفیل استوانه‌ای بدون شیار بوده است.

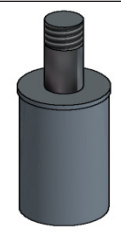
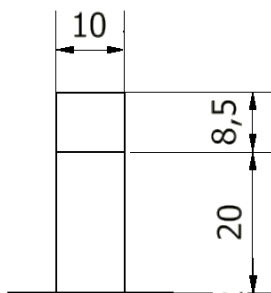
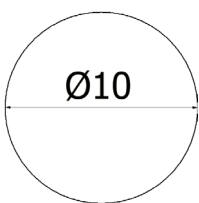

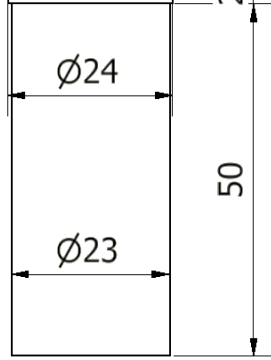
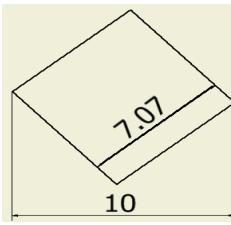

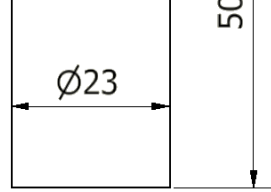
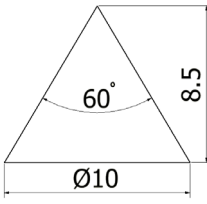
نتایج حاصل از خواص مکانیکی برای ماده پایه (PP/EPDM) و نانوکامپوزیت‌های ساخته شده با ۳ ابزار مختلف در جدول ۳ آورده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، کمترین استحکام و مدول کششی به ابزار استوانه بدون شیار (T_4) مربوط است. وجود شیار روی پروفیل ابزار باعث ایجاد اغتشاش بیشتر در ناحیه فرایند می‌شود و نیز تنش برشی بیشتری به ماده وارد می‌شود. در نتیجه، نانوذرات خاک رس درون ماده پایه بهتر پراکنش می‌یابند. این موضوع، باعث بهبود خواص مکانیکی نانوکامپوزیت‌های تولید شده می‌شود.

پیش‌روی و دمای شانه را بر خواص مکانیکی نمونه‌های تولید شده نشان دادند. نتایج نشان داد، انتخاب صحیح محدوده پارامترها می‌تواند بر کیفیت سطح نمونه‌ها اثرگذار باشد. بیشترین مدول کشسانی و تنش کششی در سرعت خطی ۶۰ mm/min و دمای شانه ۱۵۰ °C به دست آمد.

دمای شانه

دمای شانه از پارامترهای اثرگذار بر فرایند اصطکاکی اغتشاشی گرمایی است. نخعی و همکاران نشان دادند، در تولید نانوکامپوزیت‌های PP/EPDM/Clay با روش اصطکاکی اغتشاشی گرمایی، با افزایش دمای شانه گرمای ورودی به ماده بیشتر و اختلاط بهتر انجام می‌گیرد و استحکام کششی افزایش می‌یابد. افزایش استحکام کششی در دمای شانه بیشتر ممکن است بدین سبب باشد که در دماهای بیشتر کشش بین سطحی کمتری وجود دارد. براساس این قانون بیشترین چسبندگی بین دو فاز در کمترین کشش بین سطحی حاصل می‌شود. بدین دلیل، در دماهای بیشتر شانه چسبندگی بین سطحی بهتری بین اجزای آلیاژ ایجاد می‌شود. همچنین با افزایش دما، که به کاهش کشش بین سطحی منجر می‌شود، به هم پیوستن ذرات لاستیک کمتر شده و اندازه آن‌ها در فاز ماتریس PP کوچک‌تر می‌شود. در نتیجه استحکام کششی افزایش می‌یابد [۲۶، ۲۷، ۳۰].

جدول ۲- مشخصات ابزارها با پروفیل‌های مختلف برای ساخت نانوکامپوزیت‌ها [۲۷].

شکل ابزار	ابعاد ابزار	ابعاد پین	نام ابزار	ردیف
			استوانه‌ای رزوه‌دار	۱
			مربعی شیاردار	۲
			مخروطی شیاردار	۳

جدول ۳- خواص مکانیکی نانوکامپوزیت‌های تولیدشده با ابزارهای مختلف [۲۷].

نام	نام‌گذاری	استحکام کششی (MPa)	مدول کششی (MPa)	استحکام ضربه‌ای (J/m)	ازدیاد طول تا شکست (%)
ماده پایه	PP/EPDM	۱۵/۸	۵۶۸/۴	۴۷	۱۴۶
ابزار استوانه‌ای رزوه‌دار	T ₁	۲۱/۰۶	۷۰۹/۹	۴۱	۴۸
ابزار مربعی شیاردار	T ₂	۱۹/۲۳	۶۷۳/۱	۴۴	۵۸
ابزار مخروطی شیاردار	T ₃	۱۸/۷۹	۶۴۰/۶	۴۰	۵۶
ابزار استوانه‌ای بدون رزوه	T ₄	۱۶/۴	۶۰۵/۷	۴۵	۵۱

این خواص در نمونه تهیه‌شده با فرایند اصطکاکی اغتشاشی بهتر از نمونه اکسترودشده بوده که در ادامه به بررسی دلایل این موضوع پرداخته شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، استحکام کششی نمونه تهیه‌شده با اکسترودر نسبت به کامپوزیت PP/EPDM، ۱۲٪ افزایش یافته است. در حالی که این افزایش برای نمونه فرایند اصطکاکی اغتشاشی برابر ۲۳٪ است. در نمونه فرایند اصطکاکی اغتشاشی مدول کششی و کار شکست کل به ترتیب ۱۳٪ و ۴۴٪ افزایش یافته است. در حالی که برای نمونه اکسترودر افزایش مدول ۵٪ و کار شکست کل ۶٪ است. مقدار مقاومت به ضربه و ازدیاد طول تا شکست هر دو نمونه نسبت به کامپوزیت PP/EPDM کاهش پیدا کرده و این مقدار تقریباً با هم برابر است.

نتایج حاصل از آزمون XRD مربوط به دو نمونه فرایند اصطکاکی اغتشاشی و اکسترودشده به همراه ذرات خاک رس Closite 15A در شکل ۱۱ آورده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، در نمونه فرایند اصطکاکی اغتشاشی مقدار زاویه ۲θ به زوایای کمتر از زاویه مربوط به ذرات خاک رس انتقال پیدا کرده است. به طوری که زاویه ۲θ برای ذرات خاک رس برابر ۲/۹۹° بوده و در نمونه فرایند اصطکاکی اغتشاشی به ۲/۵۸° رسیده است. کاهش زاویه پرتو x

مقایسه بین ابزارهای شیاردار نشان داد، نانوکامپوزیت تهیه‌شده با استفاده از ابزار استوانه‌ای رزوه‌دار بیشترین استحکام کششی و مدول کششی را دارد، به گونه‌ای که نسبت به ماده پایه از ۳۳٪ افزایش استحکام کششی و ۲۵٪ افزایش مدول کششی برخوردار است. مقایسه بین سطح تماس ابزارهای شیاردار نشان می‌دهد، ابزار استوانه‌ای رزوه‌دار سطح تماس بیشتری با ماده در ناحیه فرایند دارد. این موضوع باعث می‌شود، اغتشاش ایجادشده در ناحیه فرایند بیشتر باشد و تنش بیشتری به ماده وارد شود. در نتیجه می‌توان پخش بهتر نانوذرات را شاهد بود.

مقایسه نانوکامپوزیت‌های ساخته‌شده با فرایند اصطکاکی اغتشاشی و اکسترودر

نخعی و همکاران [۲۵] اثر شرایط اختلاط فرایند اصطکاکی اغتشاشی و اکسترودر را بر خواص مکانیکی نانوکامپوزیت‌های برپایه PP/EPDM تقویت‌شده با نانوذرات خاک رس بررسی کردند. برای ساخت نانوکامپوزیت‌ها از شرایط بهینه پارامترهای فرایندهای روش اصطکاکی اغتشاشی گرمایی و اکسترودر استفاده شده است. با توجه به جدول ۴، نتایج آزمون‌های خواص مکانیکی نشان داد،

جدول ۴- خواص مکانیکی به‌دست آمده از نمونه‌های تولیدشده با فرایند اصطکاکی اغتشاشی و اکسترودر [۲۵].

نمونه	استحکام کششی (MPa)	مقاومت به ضربه (J/m)	کار شکست کل (N/mm)	مدول کششی (MPa)	ازدیاد طول تا شکست (%)
PP/EPDM	۱۵/۸	۸۶	۳۹/۹	۵۶۸	۱۴۶
فرایند اصطکاکی اغتشاشی	۱۹/۳۵	۶۶/۱	۴۲/۳	۶۴۳	۱۰۷
اکسترودر	۱۷/۷	۶۸/۷	۵۷/۵	۵۹۸	۱۰۹

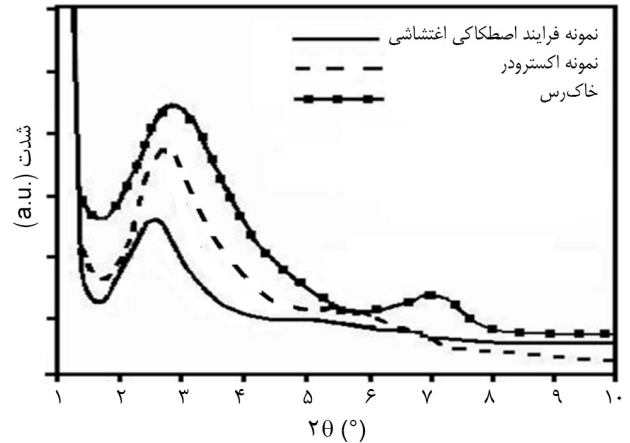
این تنش برشی بیشتر به نفوذ بیشتر زنجیرهای پلیمری بین صفحات خاک رس و پخش بهتر نانوذرات در فاز پایه منجر می‌شود.

نتیجه‌گیری

فرایند اصطکاکی اغتشاشی به‌عنوان روش جدید ساخت کامپوزیت‌ها و نانوکامپوزیت‌های پلیمری و فلزی است که در سال‌های اخیر مورد توجه بسیاری از پژوهشگران و صنایع قرار گرفته است. در این روش، به‌دلیل استفاده از سرعت‌های دورانی بیشتر در اختلاط نسبت به روش‌های مرسوم مثل اکسترودر کردن و مخلوط‌کن داخلی، ریزساختار و خواص مکانیکی قطعات تولیدشده بهبود بیشتری می‌یابند. مقایسه خواص مکانیکی نانوکامپوزیت‌های (۵٪ PP/EPDM/Clay تولیدشده با روش اصطکاکی اغتشاشی و اکسترودر نشان می‌دهد، استحکام کششی، مدول کششی و کار شکست کل نمونه تهیه‌شده با اکسترودر نسبت به ماده پایه به‌ترتیب ۱۲، ۵ و ۶٪ افزایش یافته است. در حالی که این افزایش برای نمونه فرایند اصطکاکی اغتشاشی برابر ۲۳، ۱۳ و ۴۴٪ است. همچنین، نفوذ زنجیرهای پلیمری درون صفحات خاک رس در نمونه‌های اصطکاکی اغتشاشی بیشتر بوده که باعث پراکنش بهتر نانوذرات درون ماده پایه نسبت به نمونه اکسترودر می‌شود.

مراجع

- Jiri G., *Handbook of Thermoplastic Elastomer*, William Andrew, New York, 184-200, 2007.
- Nakhaei M., Arab N.M., and Naderi G., Application of Response Surface Methodology for Weld Strength Prediction in Laser Welding of Polypropylene/Clay Nanocomposite, *Iran. Polym. J.*, **22**, 351-360, 2013.
- Nakhaei M., Arab N.M., Naderi G., and Gollo M.H., Experimental Study on Optimization of CO₂ Laser Welding Parameters for Polypropylene-clay Nanocomposite Welds, *J. Mech. Sci. Technol.*, **27**, 843-848, 2013.
- Tarawneh M.A., Yu L., Tarawni M.A., Ahmad S.H., Al-Banawi O., and Batiha M.A., High Performance Thermoplastic Elastomer (TPE) Nanocomposite Based on Graphene Nanoplates (GNPs), *World J. Eng.*, **12**, 437-442, 2015.
- Mehrabzadeh M. and Delfan N., Thermoplastic Elastomers of Butadiene-Acrylonitrile Copolymer and Polyamide. VI. Dynamic Crosslinking by Different Systems, *J. Appl. Polym. Sci.*, **77**, 2057-2066, 2000.
- Duleba B., Spišák E., and Greškovič F., Mechanical Properties of PA6/MMT Polymer Nanocomposites and Prediction Based on Content of Nanofiller, *Procedia Eng.*, **96**, 75-80, 2014.
- Bhattacharya M., Polymer Nanocomposites-A Comparison Between Carbon Nanotubes, Graphene, and Clay as Nanofillers, *Materials*, **9**, 262-268, 2016.
- Marić M. and Macosko C.W., Improving Polymer Blend Dispersion in Mini-Mixers, *Polym. Eng. Sci.*, **41**, 118-130, 2001.
- Rosato D.V., Rosato D.V., and Rosato M., *Plastic Product Material and Process Selection Handbook*, Elsevier, 1st ed., UK, 121-145, 2004.
- Spontak R.J. and Patel N.P., Thermoplastic Elastomers: Fun-



شکل ۱۱- نتایج آزمون XRD ذرات خاک رس Closite 15A و نمونه‌های تهیه‌شده با اکسترودر و فرایند اصطکاکی اغتشاشی [۲۵].

به‌دلیل افزایش فاصله صفحات خاک رس است که این افزایش فاصله صفحات به‌دلیل نفوذ زنجیرهای پلیمری بین صفحات رس است. مقدار زاویه ۲θ برای نمونه اکسترودر شده در اکسترودر دوپیچی (TSE) برابر ۲/۸۷° است که نشانگر نفوذ کمتر زنجیرهای پلیمری درون صفحات رس در این نمونه نسبت به نمونه فرایند اصطکاکی اغتشاشی است. علت کاهش بیشتر زاویه ۲θ در نمونه فرایند اصطکاکی اغتشاشی به‌دلیل سرعت‌های دورانی بیشتر است. زیرا، سرعت دورانی بیشتر باعث اعمال تنش برشی بیشتر به ماده می‌شود.

- damentals and Applications, *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.*, **5**, 333-340, 2000.
11. Koo J.H., *Polymer Nanocomposites*, McGraw-Hill Education, 1st ed., New York, 79-122, 2006.
 12. Paul D. and Robeson L.M., Polymer Nanotechnology: Nanocomposites, *Polymer*, **49**, 204-231, 2008.
 13. Kim H., Abdala A.A., and Macosko C.W., Graphene/Polymer Nanocomposites, *Macromolecules*, **43**, 6515-6530, 2010.
 14. Cho J. and Paul D., Nylon 6 Nanocomposites by Melt Compounding, *Polymer*, **42**, 1083-1094, 2001.
 15. Sanchez-Solis A., Garcia-Rejon A., and Manero O., Production of Nanocomposites of PET-Montmorillonite Clay by An Extrusion Process, *Macromol. Symp.*, **192**, 281-292, 2003.
 16. Naderi G., Khosrokhavar R., Shokoohi S., Bakhshandeh G.R., and Ghoreishy M.H.R., Dynamically Vulcanized Polypropylene/Ethylene-Propylene Diene Monomer/Organoclay Nanocomposites: Effect of Mixing Sequence on Structural, Rheological, and Mechanical Properties, *J. Vinyl Add. Tech.*, **22**, 320-325, 2016.
 17. Zou W., Chen R-y., Wu C., and Qu J-p., Influence of Process Parameters on Property of PP/EPDM Blends Prepared by A Novel Vane Extruder, *J. Polym. Eng.*, **36**, 899-908, 2016.
 18. Rosato D.V., Rosato D.V., and Rosato M.G., *Injection Molding Handbook*, Springer Science and Business Media, 3rd ed., USA, 28-139, 2012.
 19. Haghnegahdar M., Naderi G., and Ghoreishy M.H.R., Fracture Toughness and Deformation Mechanism of un-Vulcanized and Dynamically Vulcanized Polypropylene/Ethylene Propylene Diene Monomer/Graphene Nanocomposites, *Compos. Sci. Technol.*, **141**, 83-98, 2017.
 20. Manisegaran L.V., Ahmad N.A., Nazri N., Noor A.S.M., Ramachandran V., and Ismail M.T., Optimizing Friction Stir Weld Parameters of Aluminum and Copper Using Conventional Milling Machine, *AIP Conf. Proc.: AIP Publishing*, **1958**, 214-221, 2018. doi: 10.1063/1.5034544
 21. Nakhaei M.R., Mostafapour A., Dubois C., Naderi G., and Ghoreishy M.H.R., Study of Morphology and Mechanical Properties of PP/EPDM/Clay Nanocomposites Prepared Using Twin-Screw Extruder and Friction Stir Process, *Polym. Compos.*, 2018. doi: 10.1002/pc.25188
 22. 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, *Polym. Compos.*, **39**, 2336-2346, 2018.
 23. Shishavan S.M., Azdast T., Aghdam K.M., Hasanzadeh R., Moradian M., and Daryadel M., Effect of Different Nanoparticles and Friction Stir Process Parameters on Surface Hardness and Morphology of Acrylonitrile Butadiene Styrene, *Int. J. Eng. Trans A*, **31**, 1117-1122, 2018.
 24. 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, *Iran. Polym. J.*, **25**, 179-191, 2016.
 25. Derazkola H.A. and Simchi A., Effects of Alumina Nanoparticles on The Microstructure, Strength and Wear Resistance of Poly(methyl methacrylate)-Based Nanocomposites Prepared by Friction Stir Processing, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, **79**, 246-253, 2018.
 26. 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, *Polym. Compos.*, **38**, 421-432, 2017.
 27. 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 J.*, **4**, 99-109, 2016.
 28. 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, *Mater. Sci. Eng. A*, **528**, 3003-3006, 2011.
 29. Alyali S., Mostafapour A., and Azarsa E., Fabrication of PP/Al₂O₃ Surface Nanocomposite via Novel Friction Stir Processing Approach, *Int. J. Adv. Sci. Eng. Technol.*, **3**, 598-608, 2012.
 30. Azarsa E. and Mostafapour A., On the Feasibility of Producing Polymer-Metal Composites via Novel Variant of Friction Stir Processing, *J. Manuf. Processes*, **15**, 682-688, 2013.