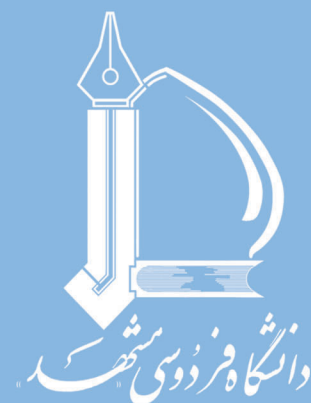




نشریه مهندسی

متالورژی و مواد

فصلنامه

شماره پیاپی: ۳۸

سال ۳۶، شماره ۲

تابستان، ۱۴۰۴

- ۱ **بررسی تأثیر مکانیزم خردایش و ترکیب کنسانتره گل
گهر روی ریزساختار و خواص مکانیکی گندله**
ابوذر اسکندی نسب - کاظم طهماسبی - غلامحسین اکبری
- ۱۷ **ارزیابی دو کاتالیست گل قرمز و اسپینل Mg-Fe در
تبدیل اسید چرب آزاد به بیودیزل**
الهه کوثری پور - بهگام رحمانی وحید - حامد نایب‌زاده
- ۳۱ **بررسی رفتار سایشی و مکانیکی نانوکامپوزیت
هیبریدی آلومینیوم A380 تقویت شده با نانوصفحات
گرافن و نانوذرات SiC**
محمد علی پور
- ۴۵ **بررسی ریزساختار و خواص مکانیکی نانوکامپوزیت
Al5083-ZrB₂ ساخته شده به روش ریخته‌گری
گردابی**
مسعود معتمدی یگانه - علی علیزاده
- ۵۷ **اثر هم‌افزایی دیدید بر فعالیت بازدارندگی آگارز
نسبت به خوردگی آهن**
زهره مرادی - زهرا یآوری - سلامه نعمتیان
- ۷۳ **بهینه‌یابی پارامترهای جوشکاری مقاومتی سربه‌سر
میلگردهای فولادی: مطالعه خواص مکانیکی و
ریزساختار**
هدی میرسیفی - حامد قوهانی‌عرب - محمود شریفی تبار
- ۹۳ **بررسی عملکرد ربات نرم سیلیکون-اتانول با تمرکز بر
شرایط توزیع حرارت**
محبوبه قاسم‌زاده نامقی - حجت زامیاد - محسن حداد سبزواری
سمانه صاحبیان سقی



نشریه مهندسی متالورژی و مواد

ISSN: 2008-7462

سر دبیر: جلیل وحدتی خاکی

مدیر مسئول: علی حائریان اردکانی

صاحب امتیاز: دانشگاه فردوسی مشهد

شماره نامه مجوز: ۱۴۸۴۲۳

هیئت تحریریه:

دکتر رسول آذری خسروشاهی	استاد	دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند تبریز
دکتر غلامرضا ابراهیمی	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر رضا باقری	استاد	دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف
دکتر قاسم براتی دربند	استادیار	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر جعفر جوادپور	استاد	دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران
دکتر علی حائریان اردکانی	استاد	مشهد، دانشگاه صنعتی سجاد
دکتر محسن حداد سبزواری	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر ابوالفضل رضائی بزاز	دانشیار	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر سید مجتبی زبرد	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز
دکتر سید عبدالکریم سجادی	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر مهدی صالحی	استاد	دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان
دکتر محمدرضا طرقي نژاد	استاد	دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان
دکتر حسین عربی	استاد	دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران
دکتر علیرضا کیانی رشید	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر جلیل وحدتی خاکی	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر جین یانگ لی	دانشیار	شیمی کاربردی، دانشگاه علم و فناوری، ووهان، چین
دکتر یونلا پونیتا بیرلو آگا	دانشیار	دانشگاه لواکوئیل، ایتالیا
دکتر مسعود سکاکی	پسا دکتری	دانشگاه دویسبورگ-اسن، آلمان
دکتر حسین شالچیان	پسا دکتری	دانشگاه لواکوئیل، ایتالیا
دکتر فرهاد صبا	پسا دکتری	دانشکده علوم و مهندسی مواد، دانشگاه شانگهای جیانو تونگ، شانگهای، چین

مسئول دفتر نشریه: تکتیم هوشمند

ویراستار متن: دکتر سحر ملازاده بیدختی - الهام دهقان

ویرایش و صفحه آرایی: عاطفه نوعی باغبان-تکتیم هوشمند

این نشریه در کتابخانه منطقه‌ای علوم و تکنولوژی شیراز (ISC) نمایه می‌شود. <http://www.srlst.com>

نشانی: مشهد - دانشگاه فردوسی مشهد - دانشکده مهندسی - دفتر نشریه - صندوق پستی: ۹۱۷۷۵-۱۱۱۱

تلفن: ۳۸۸۰۶۰۲۴ پست الکترونیکی: jmme@um.ac.ir وب سایت: <http://jmme.um.ac.ir>

فهرست مطالب

- ۱ **بررسی تأثیر مکانیزم خردایش و ترکیب کنسانتره گل گهر روی ریزساختار و خواص مکانیکی گندله**
ابوذر اسکندی نسب - کاظم طهماسبی - غلامحسین اکبری
- ۱۷ **ارزیابی دو کاتالیست گل قرمز و اسپینل Mg-Fe در تبدیل اسید چرب آزاد به بیودیزل**
الهه کوثری پور - بهگام رحمانی وحید - حامد نایب زاده
- ۳۱ **بررسی رفتار سایشی و مکانیکی نانوکامپوزیت هیبریدی آلومینیوم A380 تقویت شده با نانوصفحات گرافن و نانوذرات SiC**
محمد علی پور
- ۴۵ **بررسی ریزساختار و خواص مکانیکی نانوکامپوزیت Al5083-ZrB₂ ساخته شده به روش ریخته گری گردابی**
مسعود معتمدی یگانه - علی علیزاده
- ۵۷ **اثر هم افزایی یدید بر فعالیت بازدارندگی آگارز نسبت به خوردگی آهن**
زهره مرادی - زهرا یآوری - سلامه نعمتیان
- ۷۳ **بهینه یابی پارامترهای جوشکاری مقاومتی سربه سر میلگردهای فولادی: مطالعه خواص مکانیکی و ریزساختار**
هدی میرسیفی - حامد قوهانی عرب - محمود شریفی تبار
- ۹۳ **بررسی عملکرد ربات نرم سیلیکون-اتانول با تمرکز بر شرایط توزیع حرارت**
محبوبه قاسم زاده نامقی - حجت زامیاد - محسن حداد سبزواری - سمانه صاحبیان سقی



Ferdowsi University
of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

<https://jmme.um.ac.ir>



Iron & Steel
Society of Iran

Studying the Effect of Grinding Mechanism and Composition of Golgohar Concentrate on the Microstructure and Mechanical Properties of Containing Pellets

Research Article

Abouzar Eskandarinassab¹, Kazem Tahmasebi² , Gholam Hossein Akbari³

DOI: [10.22067/jmme.2025.90387.1162](https://doi.org/10.22067/jmme.2025.90387.1162)

1- Introduction

Pelletizing is an intermediate process of producing direct reduction or blast furnace raw materials during the steel production cycle. Iron ore fines, adhesive, and water, are converted into agglomerates of a certain size by rolling, during pelletizing process. Factors affecting the quality of pellets include particle size distribution, specific surface area, particle shape, wettability of particles, adhesive content, and dough moisture content. The crystalline composition of particles is also effective in pellet production if it includes clay components of adhesive materials. The purpose of this study is to compare the input feed grinding mechanism and its effect on the strength of the produced pellets. By examining the quality of the raw pellet produced in the two grinding methods of ball mill and HPGR and examining the microstructural changes caused by these two types of grinding on the cooked pellet, the effect of each of these factors on the final strength and properties of the cooked pellet has been evaluated.

2- Materials and Methods

To investigate the effect of the grinding process type on the properties of pellets produced in two different factories of No. 1 and 2, which use ball mill and HPGR, respectively, tests were conducted at different stages of the production line to measure the mechanical, physical, chemical, surface adsorption, and microstructural properties of the materials.

3- Results and Discussion

The results of the chemical analysis of the feed entering plants 1 and 2 indicate the presence of a higher percentage of FeO, sulfur, and magnesium oxide in the feed entering the pelletizing plant 1. Ball milling process results in a finer grain size and consequently a much higher percentage of grain sizes below 45 microns compared to HPGR milling, which can lead to increased water absorption and higher pellet recovery rates. This can also

be seen in the higher distribution of finer particles in the feed of plant 1 shown in Figure 1.

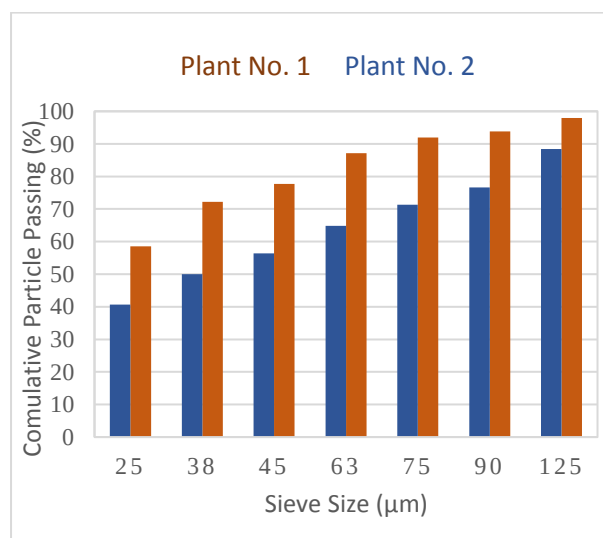


Figure 1: Particle size distribution of feed entering the mixer based on the particle flow rates

Figure 2 (a, b) shows the results of SEM analysis of raw pellet samples. The distribution of different phases of magnetite (Mag), calcium oxide (Cal) and bentonite clay (Cly), pyrite (Py) and quartz (Qtz) is seen in the raw pellets. The distribution of smaller magnetite particles in plant 1 (Figure 2a) which was ground by ball milling is evident, which is in accordance with the statistical results of particle sieving in Figure 1. Also, the morphology of the particles produced in both plants has sharp edges and the particles are not spherical. According to specific surface area results, the particles produced in plant 1 using the ball mill have a much higher specific surface area (1988 g/cm³). Although the difference in specific surface area in the BET results is only 3%, if we compare the results with

*Manuscript received October 21, 2024, Revised January 13, 2025, Accepted, May 10, 2025.

¹ M.Sc. Department of Materials Science and Engineering, Shahid Bahonar University of Kerman, Kerman, Iran.

² Corresponding author: Associate Professor, Department of Materials Science and Engineering, Shahid Bahonar University of Kerman, Kerman, Iran. Email: tahmasebi@uk.ac.ir

³ Associate Professor, Department of Materials Science and Engineering, Shahid Bahonar University of Kerman, Kerman, Iran.

the particle size distribution analysis in Figure 1, it is observed that the finer particle size distribution in the ball mill grinding method led to the formation of finer particles, which is more in accordance with the Blaine analysis.

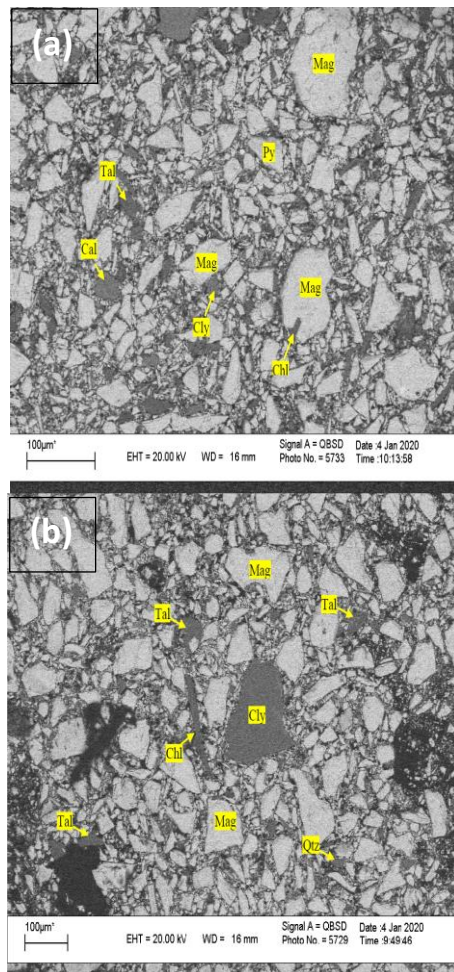


Figure 2: SEM image of the cross-section of raw pellets from a) Plant No. 1 and b) Plant No. 2

The average moisture content of the pellets in plant 1 is 7.3% and in plant 2 is 7.8%. The drop number of the raw pellets in the pelletizer 1 is 3.7 ± 1.4 and in the pelletizer 2, the drop number is higher and is 5 ± 1.9 . The higher moisture content in plant 2 means more water removal during drying, a higher void fraction, and a lower density after drying, which can lead to a decrease in raw strength. The average compressive strength of raw pellets in the wet state in plant 1 is 0.98 ± 0.41 kg/pellet and in plant 2 is 0.76 ± 0.38 kg/pellet, and the dry strength of raw pellets in plant 1 is 3.5 ± 1.09 kg/pellet and in plant 2 is 3.7 ± 1.96 kg/pellet. Based on the strength measurement results, the pellets produced in Plant 1 have higher wet strength (WCS), while the dry strength (DCS) and fired strength (CCS) of the pellets produced in Plant 2 are higher. The higher wet strength can be attributed to the finer grain size, higher specific surface area, and higher plasticity of the feed particles entering Plant 1, because according to SEM results, the particles have similar morphology and the shape of the particles did not have a significant effect on their strength or compressibility. The higher dry strength

in Plant 2 can also be attributed to a better distribution of the cohesive clays with higher moisture content. The higher average fired strength of the samples produced in Plant 2 can also be attributed to the lower sulfur fraction in the chemical composition of the feed entering Plant 2. Based on the results of the abrasion and sphericity tests shown in Table 4, the pellets produced in Plant 1 had higher abrasion resistance and the percentage of intact pellets remaining after abrasion was higher in this plant, which is consistent with microscopic observations of finer particles and more uniform porosity distribution in the pellets from Plant 1. In addition, the products from Plant 1 also had better sphericity, indicating less deformation of the pellets due to a more uniform distribution of the molten glass phases formed.

4- Conclusions

The particles produced by the ball mill method are finer and have a higher specific surface area (1988 g/cm^3). In addition, a more uniform distribution of fine particles is seen in the products of this type of grinding, which is also evident in the results of electron microscope analysis of the pellets before the firing process. It can be argued that this better distribution leads to a better distribution of the molten phases in the firing process, and as a result, the formed molten glass phase is uniform and the amount of particle deformation has decreased, so that the abrasion resistance and sphericity of the pellets produced by the ball mill method are higher with the average of 0.824.



بررسی تأثیر مکانیزم خردایش و ترکیب کنسانتره گل گهر روی ریزساختار و خواص مکانیکی گندله

مقاله پژوهشی

غلامحسین اکبری^(۳)



کاظم طهماسبی^(۲)

ابوذر اسکندی نسب^(۱)

DOI: 10.22067/jmme.2025.90387.1162

چکیده در این تحقیق تأثیر ترکیب مواد اولیه و فرایند خردایش در مجتمع گل گهر روی خواص گندله نهایی بررسی شده است. آنالیز ترکیب مواد اولیه، دانه بندی، میزان رطوبت و اندازه گیری سطح ویژه به دو روش بلین و BET انجام شد. همچنین اندازه گیری استحکام و آنالیزهای ریزساختاری به کمک SEM از گندله های خام و پخته شده انجام شد و مقاومت سایشی و میزان کرویت گندله ها بررسی گردید. نتایج آزمایش ها نشان داد که دانه بندی ذرات تولید شده توسط آسیای گلوله ای ریزتر است و سطح ویژه بلین بالاتر ($1988 \text{ cm}^2/\text{g}$) دارند، اما بر اساس آزمون BET سطح ویژه ذرات تولید شده با هر دو روش خردایش به هم نزدیک است. مورفولوژی ذرات تولید شده توسط دو روش آسیاکاری به شکل نامنظم و غیر کرویت بوده است. خوراک ورودی کارخانه گندله سازی شماره یک، دارای درصد بالاتری از FeO، گوگرد و اکسید منیزیم است. همچنین بررسی های ریزساختاری گندله نشان از توزیع بهتری از ذرات ریزدانه و فازهای غیر مگنتیتی در گندله های تولید شده در کارخانه شماره یک دارد. گندله تولید شده در کارخانه شماره ۱ استحکام بالاتر در حالت گندله مرطوب (WCS) دارد، در حالی که استحکام خشک (DCS) و استحکام پخت (CCS) گندله در کارخانه شماره ۲ بالاتر است. علاوه بر این ۹۶/۳ درصد گندله های کارخانه شماره یک تست سایش دامپلر را بدون خرد شدن گذرانده اند و میزان کرویت آن ها ۰/۸۲۴ بوده که نسبت به گندله های تولید شده به روش سایش HPGR بالاتر است.

واژه های کلیدی گندله، احیای آهن، HPGR، مگنتیت، دانه بندی.

Studying the Effect of Grinding Mechanism and Composition of Golgohar Concentrate on the Microstructure and Mechanical Properties of Pellets

Abouzar Eskandary Nasab

Kazem Tahmasebi

Gholam Hossein Akbari

Abstract The effect of the raw material composition and the grinding process (using ball mill and HPGR) in the Golgohar Complex on the properties of the final pellet was investigated. Tests were performed on the mixer input feed, including raw material composition analysis, granulation, moisture content, and specific surface area measurement (using two methods: Blaine and BET). Additionally, strength measurement and microstructural analysis (conducted using SEM) were performed on both raw and fired pellets. Furthermore, the abrasion resistance and sphericity of the pellets were evaluated. The test results showed that the particle size produced by the ball mill was finer and had a higher specific surface area ($1988 \text{ cm}^2/\text{g}$). The morphology of the particles produced by the two milling methods was irregular and non-spherical, with no significant difference between them. The input feed of Pelletizing Plant No. 1 had a higher percentage of FeO, sulfur, and magnesium oxide. Microstructural studies of the pellets indicated a better distribution of fine particles and non-magnetic phases in those produced in Plant No. 1. Additionally, the pellets from Plant No. 1 exhibited higher wet compressive strength (WCS), while those from Plant No. 2 had higher dry compressive strength (DCS) and fired compressive strength (CCS). Moreover, 96.3% of the pellets from Plant No. 1 passed the Drum Abrasion Test without crushing, and their sphericity (0.824) was higher than that of the pellets produced by the HPGR method.

Key words Pellets, Iron recovery, HPGR, Magnetite, Granulation

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۳/۷/۳۰ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۲/۲۱ می باشد.

(۱) کارشناس ارشد، بخش مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه شهید باهنر کرمان، کرمان، ایران.

(۲) نویسنده مسئول، بخش مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه شهید باهنر کرمان، کرمان، ایران.

(۳) استاد، بخش مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه شهید باهنر کرمان، کرمان، ایران.

مقدمه

گندله سازی فرایندی واسطه برای تولید مواد اولیه احیای مستقیم یا کوره بلند در چرخه تولید فولاد است. نرمه های سنگ آهن به همراه چسب و آب در اثر غلتاندن، به آگلومره هایی با اندازه مشخص تبدیل می شوند که گندله نام دارد. خاصیت اصلی و لازم ذرات مواد برای گندله سازی، قابلیت آن ها برای تولید گندله هایی با استحکام فشاری مناسب است که از تمایل آن ها به کروی شدن ناشی می شود. قابلیت کروی شدن ذرات هم نتیجه خواصی چون کاهش انرژی سطحی ذرات در اثر تمایل به کاهش انرژی است [1]. برای تولید گندله خام، نرمه سنگ آهن شامل مواد افزودنی که اندازه درصد بالایی از آن کوچک تر از ۴۴ میکرومتر است با محلول های ترکننده مانند آب، جهت دستیابی به شکل کروی در دستگاه های گندله ساز به چرخش درآورده می شود تا گندله خام تولید گردد [2]. در حین تولید گندله خام ممکن است مواد افزودنی و چسبنده برای بهبود کیفیت و خواص متالورژیکی - مکانیکی گندله به آن اضافه شود. در مرحله بعد گندله خام تحت حرارت قرار می گیرد تا ابتدا خشک و سپس پخته شود به طوری که بدون کاهش میزان تخلخل آن و برقراری پیوند بین ذرات سنگ آهن و مواد سرباره ساز، استحکامش افزایش یابد. با سرد شدن گندله، به طوری که در آن ترک ایجاد نشود، گندله آماده احیاست [3]. طی فرایند تولید گندله های سنگ آهن اکسیداسیون مگنتیت بین ذرات کنسانتره، پیوندی قوی ایجاد می کند و موجب استحکام گندله می شود که در نتیجه تولید غبار کم تر در کوره احیای مستقیم را به همراه دارد [4]. همچنین، فرایند گندله سازی منجر به ایجاد سطح متخلخل درون گندله ها برای نفوذ گازهای اکسیدی در کوره گندله سازی و گازهای احیایی در کوره احیای مستقیم می شود. تهیه خوراک مناسب برای کوره های احیا با خواص فیزیکی، شیمیایی و مکانیکی یکسان، کاهش سرباره سازی و بالا بردن راندمان تولید در فرایند فولادسازی با حذف عناصر مذاب در طی گندله سازی و حمل و نقل و جابه جایی راحت تر گندله در مخازن و کوره احیای مستقیم از دیگر مزایای گندله سازی است [5].

از عوامل تأثیرگذار بر گندله شونندگی می توان به توزیع دانه بندی ذرات، سطح ویژه، شکل ذرات، قابلیت تر شدن ذرات، میزان چسب و درصد رطوبت خمیر اشاره کرد. ترکیب

بلوری ذرات نیز اگر شامل اجزای رسی مواد چسبنده باشد، در تولید گندله مؤثر است [6]. خواص شیمیایی خوراک ورودی، شامل ترکیب عیار آهن به همراه ناخالصی ها است که نمی توانند از حد معینی بیشتر یا کمتر شوند، مثلاً گوگرد باید کمتر از ۰/۳ باشد تا کیفیت گندله تولیدی بالا رود. همچنین میزان عیار آهن در خوراک ورودی اگر خیلی زیاد و مواد سرباره ساز بسیار کم باشند، تشکیل سرباره و یا برقراری پیوند بین اجزای مواد اولیه برای ایجاد استحکام گندله پخته و استحکام حین احیای گندله برقرار نمی شود و در این صورت باید از چسب زیاد استفاده کرد [1,3]. هر چه سطح ویژه پودر بیشتر شود، سطح تر شونندگی ذرات بیشتر می شود. اگر گندله خام استحکام کافی را نداشته باشد یا رطوبت زیادی داشته باشد، در حین نقل و انتقال ترک و شکاف هایی بر روی آن به وجود خواهد آمد و ترک در گندله خام باعث کاهش استحکام گندله پخته می شود [7].

در کوره گندله سازی، سرعت نفوذ هوای داغ و اکسایش، به غلظت اکسیژن در گاز خشک کننده بستگی دارد. هر چه محیط اکسیدی تر باشد، مگنتیت باقی مانده کمتر خواهد بود. افزایش دمای گاز خشک کننده نیز با افزایش سرعت عبور گاز از حفره ها، اکسایش را بهبود می دهد. زمان نیز در نفوذ اکسیژن و اکسایش مگنتیت عامل مهمی است؛ با طولانی تر شدن زمان پخت، نفوذ اکسیژن عمیق تر و اکسایش مگنتیت کامل تر خواهد شد. در نهایت سرعت اکسیداسیون به سطح ویژه ذرات گندله نیز بستگی دارد. هر چه ابعاد دانه های مگنتیتی ریزتر باشد، به علت داشتن سطح واکنش بیشتر، سرعت اکسایش بیشتر خواهد بود؛ بنابراین معمولاً برای تولید گندله از کانه مگنتیتی، مواد اولیه تحت خردایش بیشتری قرار می گیرند [3].

در مجتمع گل گهر خردایش خوراک ورودی به کارخانه گندله سازی شماره ۱ با آسیای گلوله ای و خردایش خوراک ورودی به کارخانه گندله سازی شماره ۲ به وسیله آسیای غلتکی فشار بالا صورت می گیرد. مکانیزم کاهش اندازه ذرات در آسیای گلوله ای، سایش است که در اثر سایش ذرات روی یکدیگر و یا سایش ذرات روی گلوله ها به وجود می آید. به طور کلی این مکانیزم در آسیاهای گلوله ای در حرکت آبشاری اتفاق می افتد که موجب تولید ذرات با ابعاد بسیار ریز می گردد [8]. مناسب ترین اندازه ذرات برای ساخت گندله ناشی از

سختی و آسیاپذیری اصلی‌ترین عوامل تعیین کننده در خردایش کانی‌های آهن ذکر شده‌اند، که به طور عمده توسط اندیس کار بوند (BWI) تعیین می‌شوند [13]. تحقیقات زیادی روی شرایط بهینه آسیاهای گلوله‌ای برای رسیدن به توزیع اندازه دانه مناسب در کمترین زمان و صرف کمترین انرژی آسیا کاری برای رهاسازی بیشینه هماتیت صورت گرفته است و عوامل متعددی همچون نسبت گلوله به کنستاتره، میزان شارژ، سرعت گردش آسیا و میزان رطوبت در تحقیقات مختلف برای ترکیب کانی‌های متعدد بررسی و بهینه شده‌اند [14]. مک ناب و همکارانش آنالیزی اقتصادی از روش‌های مختلف خردایش کانی‌های آهن مگنتیتی ارائه کرده‌اند که با توجه به کاهش حجم معادن هماتیتی در آینده اهمیت بالایی خواهد داشت. بر اساس ارزیابی‌های آن‌ها، با در نظر گرفتن افزایش قیمت‌های انرژی و همچنین اعمال مالیات بر کربن بیشتر در آینده، ترکیب کار آسیای HPGR و سایشی که در فشار محیط کار می‌کنند همراه با جداسازی ناخالصی‌ها در چند مرحله می‌تواند هزینه‌ها را تا ۲۵٪ نسبت به روش خردایش با آسیاهای گلوله‌ای تر کاهش دهند [15]. همچنین متیس و همکارانش آسیای غلتکی عمودی (VRM) را به عنوان یک روش پیشنهادی برای کاهش میزان مصرف انرژی و بهره‌وری بالاتر در خردایش کانی‌های مگنتیتی ارائه کرده‌اند [16]. اباذرپور و همکارانش نیز روش خردایش بال میل را با روش خردایش HPGR در فرایند تولید گندله مقایسه کردند. نتایج تحقیقات آن‌ها نشان داد که کیفیت گندله با افزایش سطح ویژه بهبود می‌یابد. در تحقیق صورت گرفته توسط این گروه محققان فرایند خردایش توسط آسیای غلتکی منجر به سطح ویژه بالاتر و متعاقب آن استحکام خام بالاتر شده است. همچنین شکل غیر کروی ذرات تولید شده در آسیای غلتکی منجر به فشردگی بالاتر گندله‌ها شده است [12].

با توجه به مطالب ارائه شده روش خردایش تأثیر قابل ملاحظه‌ای روی شکل، توزیع اندازه ذرات و هزینه‌های تولید دارد و در کنار ترکیب کنستاتره جزو عوامل تعیین کننده و مهم در کیفیت گندله نهایی است. از این رو هدف مد نظر در این پژوهش، مقایسه مکانیزم خردایش خوراک ورودی و تأثیر آن بر استحکام گندله محصول است. با بررسی کیفیت گندله خام

خردایش توسط آسیای گلوله‌ای، برابر با ۸۰٪ کوچک‌تر از ۴۵ میکرون ($K80=45\mu m$) با سطح ویژه برابر با $\frac{cm^2}{g}$ ۱۸۰۰ است [6]. شکل ذرات در محصول آسیای گلوله‌ای نزدیک به دایره و با برجستگی‌های کم روی ذرات در بلین‌های بالا است؛ زیرا در آسیای گلوله‌ای در اثر تماس ذرات با یکدیگر یا در اثر ضربه گلوله‌ها، گوشه‌های تیز ذرات از بین می‌رود و برجستگی‌های آن‌ها کم می‌شود. افزایش سطح ویژه پودر در آسیای گلوله‌ای فقط منوط به کاهش اندازه ذرات در اثر ضربه گلوله‌ها و سایش است. سطح ویژه پودر را با دو روش شار هوایی یا تراوایی گاز (بلین) یا روش نفوذ گاز خنثی بر روی سطوح، BET، مشخص می‌نمایند. این دو روش اندازه‌گیری اعداد متفاوتی را از سطح ویژه ارائه می‌دهند، به طور مثال در بررسی صورت گرفته در خط ۵ مجتمع گل گهر که بلین آسیای گلوله‌ای $\frac{cm^2}{g}$ ۱۸۰۰ می‌باشد، سطح ویژه اندازه‌گیری شده با روش BET برابر با $\frac{cm^2}{g}$ ۸۵۰۰ می‌باشد [9].

تغییر ترکیب شیمیایی خوراک ورودی مجتمع‌های فراوری سنگ آهن کار بسیار دشوار و پرهزینه‌ای هست چرا که تولید آهن در مقیاس بسیار وسیع صورت می‌گیرد و آهن جزو فلزات نادر با ارزش افزوده بالا نیست و ارزش افزوده فولاد عمدتاً ناشی از تولید انبوه آن است. به همین واسطه بسیاری از محققان در تلاش برای بهبود کیفیت گندله و نرخ احیاءپذیری آن از طریق تغییر پارامترهای فیزیکی هستند؛ به طور مثال پال و همکارانش [10]، بدون تغییر ترکیب شیمیایی و صرفاً با تغییر اندازه ذرات افزودنی‌هایی مثل آهک و ذغال سنگ آنتراسیتی و حفظ دمای پخت در محدوده $1250^{\circ}C$ تا $1275^{\circ}C$ موفق به افزایش ۷ درصدی نرخ احیاء گندله‌ها شدند. ایلجانا و همکارانش [11]، تأثیر اندازه گندله‌ها روی خواص متالورژیکی آن را بررسی کرده‌اند، نتایج تحقیق آن‌ها نشان داد که افزایش اندازه ذرات گندله منجر به کاهش احیاءپذیری و افزایش میزان استحکام فشاری سرد گندله‌ها شده است. اباذرپور و همکارانش [12]، اثر اندازه ذرات مواد اولیه و روش آسیاکاری را بررسی کرده‌اند و بر اساس یافته‌های آن‌ها اندازه ذرات کوچک‌تر با سطح ویژه بالا منجر به استحکام فشاری خام بالاتر و عدد افتادن بزرگ‌تری شده است.

خردایش آسیای گلوله‌ای و آسیای غلتکی فشار بالا استفاده می‌کنند، در مقاطع مختلف خط تولید آزمون‌های اندازه‌گیری خواص فیزیکی، شیمیایی، جذب سطحی و ریزساختاری مواد صورت گرفت. در ابتدا آنالیز شیمیایی، اندازه‌گیری سطح ویژه و درصد ذرات کمتر از ۴۵ میکرون روی خوراک ورودی کارخانه‌های شماره ۱ و ۲ کارخانه‌های گندله‌سازی مجتمع معدنی گل گهر انجام شد، که خلاصه نتایج آن بر اساس نتایج سه ماه اردیبهشت، خرداد و تیر در سال ۱۳۹۸ در جداول ۱ و ۲ آورده شده است. در این جدول آنالیز میزان آهن و FeO با روش شیمی تر (تیتراسیون) انجام شده است. آنالیز گوگرد با دستگاه Leco CS744 و سطح ویژه به روش بلین و درصد ذرات کمتر از ۴۵ میکرون به کمک غربال تر انجام گرفته است.

تولید شده در دو روش خردایش بال میل و HPGR و بررسی تغییرات ریزساختاری ناشی از این دو نوع خردایش بر گندله پخت شده، تأثیر هر یک از این عوامل روی استحکام نهایی و خواص گندله پخت شده ارزیابی شده است.

مواد و روش‌ها

شرکت معدنی صنعتی گل گهر سیرجان دارای شش آنومالی (رگه معدنی) با درصد گانگ‌های متفاوت است. خوراک ورودی به کارخانه شماره ۱ از آنومالی شماره ۱ و خوراک ورودی به کارخانه شماره ۲ از آنومالی شماره ۳ تأمین می‌شود. برای بررسی تأثیر فرایند نوع خردایش روی خواص گندله‌های تولید شده در دو کارخانه شماره ۱ و ۲ که به ترتیب از سیستم

جدول ۱ آنالیز خوراک ورودی به کارخانه شماره ۱

آنالیز فیزیکی گندله ۱		آنالیز شیمیایی گندله ۱				
درصد ذرات کمتر از ۴۵ میکرون	سطح ویژه ($\frac{cm^2}{g}$)	درصد MgO	درصد S	درصد FeO	درصد Fe کل	تاریخ
۸۴/۵	۲۲۱۷	۲/۳	۱/۰۲	۲۵/۵	۶۶/۶	۹۸/۰۲
۸۴	۲۱۶۹	۲/۳	۱/۰۲	۲۵/۵	۶۶/۶	۹۸/۰۳
۸۲/۱	۲۱۵۰	۲/۱	۰/۹۷	۲۵/۹	۶۶/۷	۹۸/۰۴
۸۳/۵	۲۱۷۹	۲/۲	۱/۰۰	۲۵/۶	۶۶/۶	میانگین

جدول ۲ آنالیز خوراک ورودی به کارخانه شماره ۲

آنالیز فیزیکی گندله ۲		آنالیز شیمیایی گندله ۲				
درصد ذرات کمتر از ۴۵ میکرون	سطح ویژه آسیای فشار قوی ($\frac{cm^2}{g}$)	درصد MgO	درصد S	درصد FeO	درصد Fe کل	تاریخ
۴۶/۷	۱۳۷۰	۱/۷۰	۰/۲۹	۲۲/۷	۶۷/۷	۹۸/۰۲
۴۶/۹	۱۳۶۲	۱/۷۶	۰/۳۰	۲۲/۶	۶۷/۷	۹۸/۰۳
۴۷/۱	۱۳۳۶	۱/۵۷	۰/۲۸	۲۲/۳	۶۷/۵	۹۸/۰۴
۴۶/۹	۱۳۳۵	۱/۶۸	۰/۲۹	۲۲/۵	۶۷/۷	میانگین

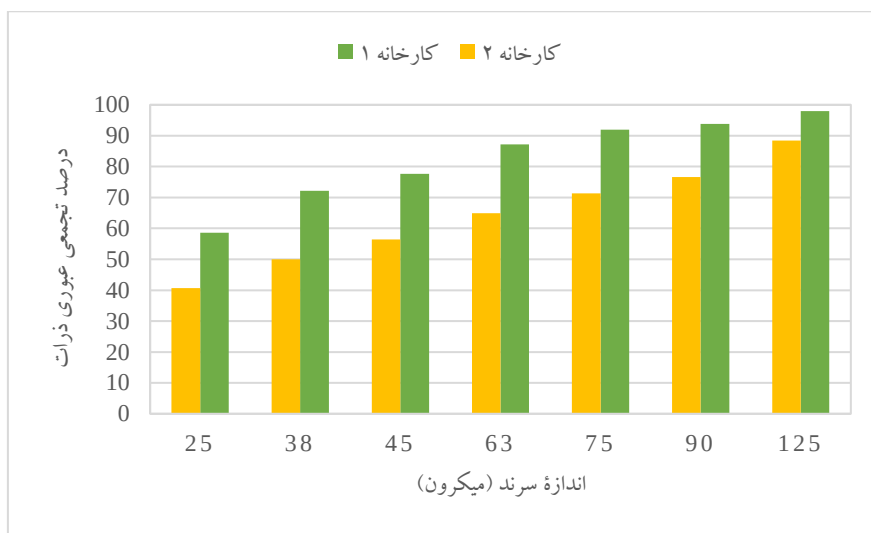
مواد اولیه است اما حین خروج از ساختار منجر به ایجاد حفرات بیشتر در گندله می‌شود و به فرایند احیا کمک می‌کند. علاوه بر این میزان اختلاف در میزان گوگرد در این مورد بسیار کم و در حد ۰/۷ درصد است. در رابطه با اکسید منیزیم نیز میزان اختلاف دو ترکیب دو کارخانه ناچیز و در حد ۰/۵ درصد است و اکسید منیزیم اگر چه به عنوان یک ناخالصی دیده می‌شود اما در مقادیر کم می‌تواند علاوه بر بالا بردن بازیسته به بهبود احیاءپذیری گندله کمک کند و به مقدار قابل ملاحظه از تمایل به دفرمه شدن گندله‌ها حین فرایند بکاهد [18]. بر خلاف موارد ذکر شده در تحقیق آباذرپور و همکارانش [12]، بر اساس آنالیز جدول‌های (۱) و (۲) در شرکت گل گهر، آسیای بال میل در مقایسه با آسیای غلتکی فشار بالا منجر به اندازه دانه‌ریزتر و متعاقب آن درصد اندازه دانه کمتر از ۴۵ میکرون بسیار بالاتری شده است، که می‌تواند به افزایش قابلیت جذب آب و نرخ احیاءپذیری بالاتر گندله منجر شود. این موارد را می‌توان به شکل توزیع بالاتری از ذرات با دانه‌های ریز در خوراک ورودی کارخانه شماره یک که در شکل (۱) آمده است نیز دید.

آنالیز SEM ذرات تولید شده با دو آسیای بال میل و غلتکی در شکل (۲) نمایش داده شده است. سایز ذرات در بازه ۲۵ تا ۳۸ میکرون (روی الک ۲۵ میکرون و زیر الک ۳۸ میکرون) انتخاب شدند. به دلیل استفاده از چسب برای نگهداری ذرات روی سطح نگهدارنده نمونه در میکروسکوپ SEM، استفاده از ذرات کوچک‌تر منجر به آگلومراسیون و عدم امکان تصویربرداری دقیق می‌شد. لذا این بازه از ذرات انتخاب شدند تا هم از آگلومراسیون آن‌ها جلوگیری شود و هم امکان مقایسه مورفوزی در دو کارخانه فراهم شود. از لحاظ مورفولوژی ذرات حاصل از دو فرایند آسیاکاری تفاوت فاحشی ندارند. همچنین مورفولوژی ذرات به شکل شکسته و با لبه‌های تیز می‌باشد و ذرات حالت کروی شکل ندارند.

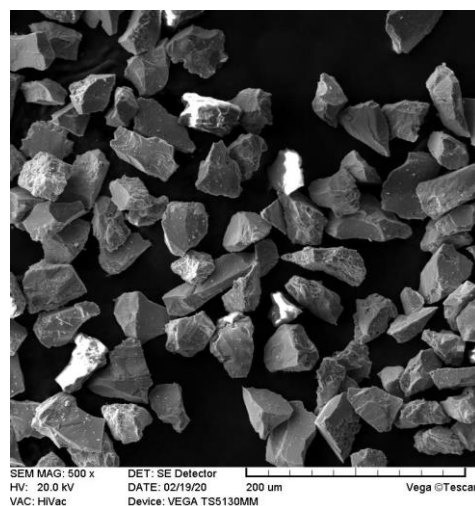
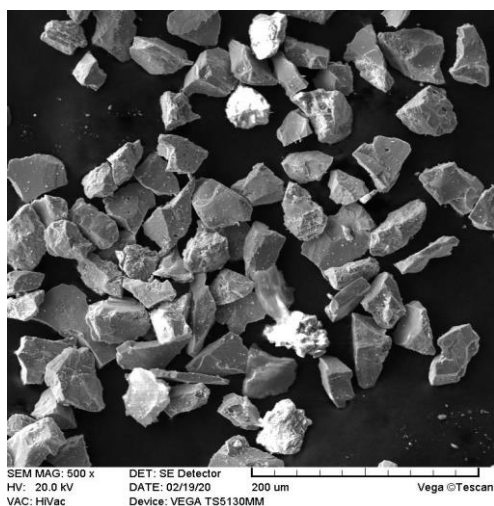
بررسی‌های ریزساختاری و مورفولوژیکی از ذرات مواد اولیه و ساختار گندله‌های تولید شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی Tescan Vega TS5130 انجام شد و از نرم‌افزار پردازش تصویر MIP برای آنالیز گندله‌ها بهره گرفته شد. سطح ویژه خوراک ورودی به میکسرها به دو روش بلین و BET انجام شد. همچنین میزان رطوبت به کمک رطوبت‌سنج لیزری اندازه‌گیری شد، در این روش میزان کاهش وزن نمونه در اثر تابش پرتو لیزر ثبت می‌شود و به کمک آن درصد رطوبت نمونه سنجیده می‌شود. به منظور بررسی مقاومت به ضربه گندله‌تر، آزمون عدد افتادن گندله‌تر انجام گرفت. در این آزمون تعداد دفعاتی که گندله در حالت مرطوب بدون شکستن از ارتفاع معینی رها می‌شود محاسبه می‌شود. روی گندله‌های پخته شده تست اندازه‌گیری میزان کرویت و تست سایش به کمک دستگاه تامبلر نیز صورت گرفت. علاوه بر این تست اندازه‌گیری استحکام فشاری در سه حالت گندله مرطوب (WCS)، خشک شده (DCS) و پخت شده (CCS) انجام شد. آنالیز استحکام فشاری توسط دستگاه‌های اتوماتیکا (برزیلی) و دستگاه سستم (ساخت داخل) انجام شده است. آنالیز استحکام فشاری گندله پخت شده در سه مرحله صورت گرفت. در مرحله اول با انتخاب ۳۰ عدد گندله با بهترین اشکال از نظر کروی بودن و بدون ترک و شکستگی، به عنوان نمونه انتخابی انجام شد. در دو مرحله دیگر، آزمون با انتخاب نمونه به صورت اتفاقی، یعنی بدون جدا کردن گندله‌های شکسته و غیر کروی صورت گرفت.

نتایج و بحث

نتایج آنالیز شیمیایی خوراک ورودی به کارخانه‌های شماره ۱ و ۲ که به ترتیب در جداول شماره ۱ و ۲ آمده است، نشانگر وجود درصد بالاتر از FeO، گوگرد و اکسید منیزیم در خوراک ورودی کارخانه گندله‌سازی شماره یک است. مقدار بالاتر اکسید آهن به شکل ووستیت (FeO) می‌تواند به معنی سخت‌تر احیا شدن گندله باشد، چون آهن دو ظرفیتی از پایداری بالاتری نسبت به مگنتیت و هماتیت برخوردار است [17]. از طرفی بالاتر بودن میزان گوگرد اگر چه به معنی ناخالصی بیشتر در



شکل ۱ توزیع اندازه ذرات خوراک ورودی به میکسر بر اساس تجمعی عبوری ذرات



شکل ۲ تصویر SEM ذرات با اندازه بین ۲۵ - ۳۸ میکرومتر، راست) آسیای فشار بالا، چپ) آسیای گلوله‌ای

جدول ۳ نتایج آنالیز بلین (میانگین شش روزه) و آنالیز BET از خوراک ورودی به دوکارخانه

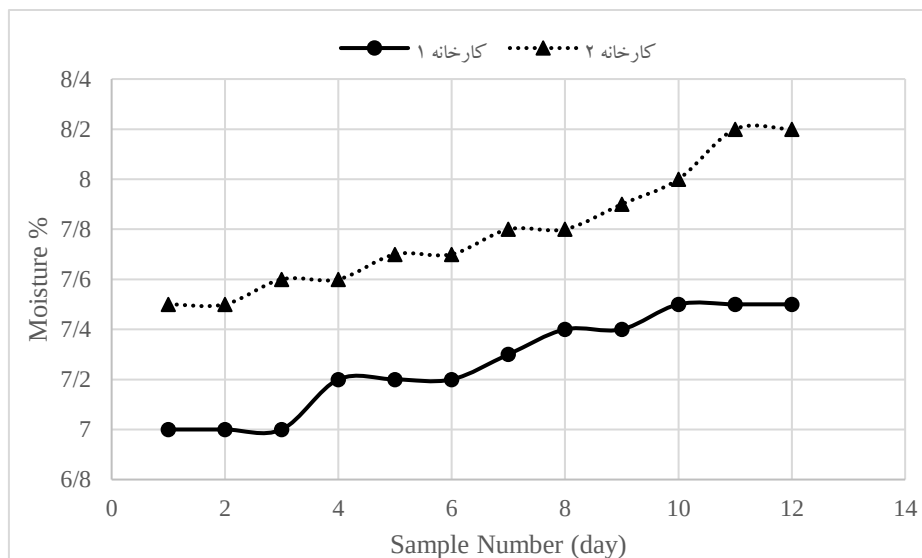
آزمون سطح ویژه	واحد	کارخانه شماره ۱ (آسیای گلوله‌ای)	کارخانه شماره ۲ (آسیای فشار بالا)	درصد اختلاف
Blaine	$\frac{cm^2}{g}$	۱۹۸۸	۱۳۵۵	۳۱
BET	$\frac{cm^2}{g}$	۲۰۲۶۴	۱۹۷۳۳	۳

ویژه بالاتری هستند، هر چند که در مورد آنالیز BET میزان اختلاف سطح ویژه به میزان جزیی ۳٪ است، اما اگر نتایج را با آنالیز توزیع اندازه ذرات در شکل (۱) مقایسه کنیم، مشاهده می‌شود که توزیع اندازه ذرات در روش خردایش آسیای گلوله‌ای به طور قابل ملاحظه‌ای به شکل‌گیری ذرات ریزتر

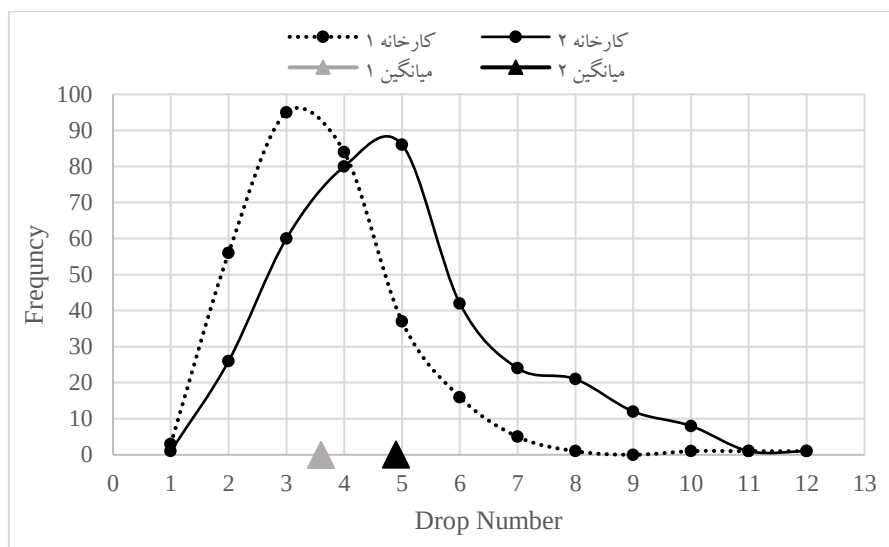
جدول (۳) نتایج آنالیز سطح ویژه ذرات به دو روش بلین و BET از خوراک دو کارخانه را خلاصه کرده است. بر اساس آنالیز بلین ذرات تولید شده در کارخانه شماره ۱ به کمک آسیای گلوله‌ای دارای سطح ویژه بسیار بالاتری هستند و طبق آنالیز BET نیز ذرات تولید شده در آسیای گلوله‌ای دارای سطح

آنالیز درصد رطوبت از گندله خام در دو کارخانه در شکل (۳) آورده شده است. نمونه‌برداری به شکل تصادفی طی ۱۲ روز انجام شده است و به صورت اتفاقی روند افزایشی ناچیزی در مقادیر رطوبت ثبت شده دیده می‌شود. میانگین رطوبت در کارخانه شماره ۱ برابر با $7/3$ درصد و در کارخانه شماره ۲ برابر با $7/8$ درصد نشان داده می‌شود. همچنین نتایج تست عدد افتادن روی گندله‌ها در شکل (۴) مشاهده می‌شود. عدد افتادن گندله خام در گندله‌سازی شماره ۱ برابر با $1,4 \pm 3/7$ و در گندله‌سازی شماره ۲، عدد افتادن بالاتر و به میزان $1,9 \pm 5$ است. عدد افتادن بالاتر به معنی تعداد دفعاتی است که گندله خام از ارتفاع معینی رها می‌شود بدون آنکه دچار شکست شود و بالاتر بودن آن در کارخانه ۲ را می‌توان به میزان بالاتر رطوبت و متعاقب آن خاصیت پلاستیسیته بهتر در گندله کارخانه ۲ نسبت داد. رطوبت بالاتر در کارخانه ۲ به معنی حذف آب بیشتر حین خشک شدن و کسر حفرات بیشتر و چگالی کمتر پس از خشک شدن است که این می‌تواند منجر به افت استحکام خام شود. افزودن رطوبت به منظور حفظ پلاستیسیته و فرم‌پذیری کافی صورت می‌گیرد اما رطوبت زیاد همزمان می‌تواند منجر به کاهش استحکام خام نیز شود. در این تحقیق اختلاف میزان رطوبت در دو کارخانه مقدار ناچیز $0/5$ درصد است که تأثیر قابل توجهی را روی استحکام نخواهد داشت.

منجر شده است، که بیشتر در تطابق با روش آنالیز بلین است. میزان اختلاف سطح ویژه اندازه‌گیری شده در روش بلین بسیار بالاتر است که این اختلاف در اندازه سطح ویژه اندازه‌گیری شده را می‌توان به ماهیت روش‌های اندازه‌گیری نسبت داد. روش بلین سطح ویژه را بر اساس مقاوت ذرات در برابر عبور هوا اندازه‌گیری می‌کند و عملاً در این روش سطح ویژه اندازه‌گیری شده وابسته به سایز ذرات است، در حالی که روش BET بر مبنای میزان جذب و واجذب گازی خنثی مانند نیتروژن است و علاوه بر سایز ذرات در این روش نقش میکروترک‌ها و حفره‌ها نیز در اندازه‌گیری سطح ویژه دیده می‌شود. بنابراین جای تعجبی ندارد که سطح ویژه اندازه‌گیری شده توسط روش BET برای هر دو نمونه در مقایسه با روش بلین بسیار بزرگ‌تر است. همچنین سطح ویژه بلین بالاتر در کارخانه شماره ۱ در تطابق با نتایج توزیع اندازه ذرات در شکل (۱) است، که ذرات تولید شده به روش آسیای گلوله‌ای در کارخانه شماره ۱ را ریزتر نشان می‌دهد. در روش آسیای غلتکی به دلیل ماهیت روش خردایش بر اساس فشار غلتک‌ها احتمال بروز میکروترک‌ها بیشتر است و سهم میکروترک‌ها در افزایش سطح ویژه بالاتر است که در تطابق با نتایج آورده شده در جدول (۳) است. با اینکه بر اساس شکل (۱) ذرات تولید شده در کارخانه ۱ ریزتر هستند، اما از لحاظ سطح ویژه BET (جدول ۳) اختلاف چندانی ندارند.



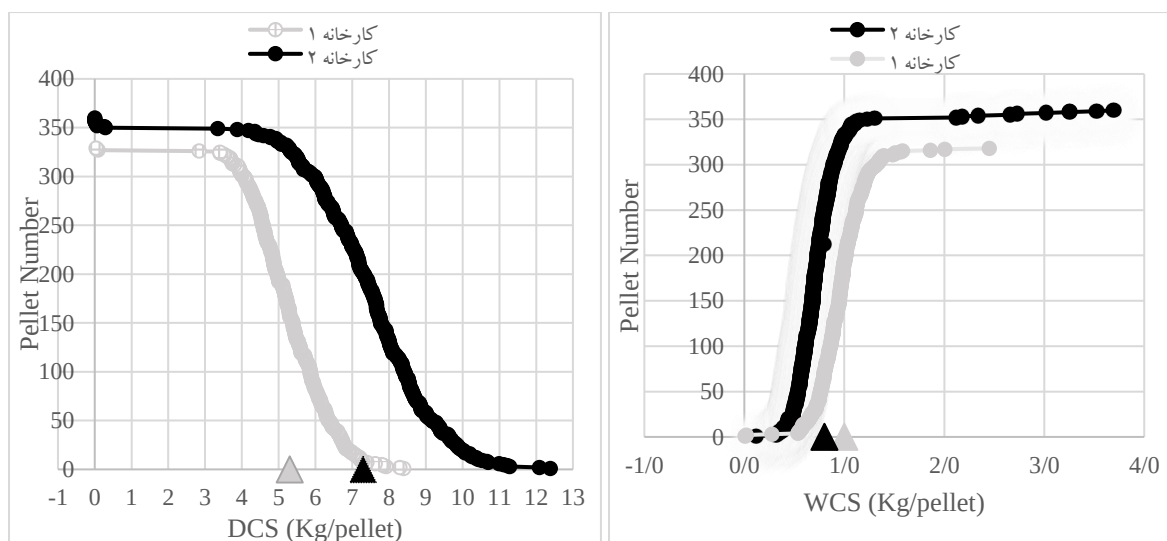
شکل ۳ نمودار رطوبت گندله خام به صورت مقایسه‌ای در دو کارخانه



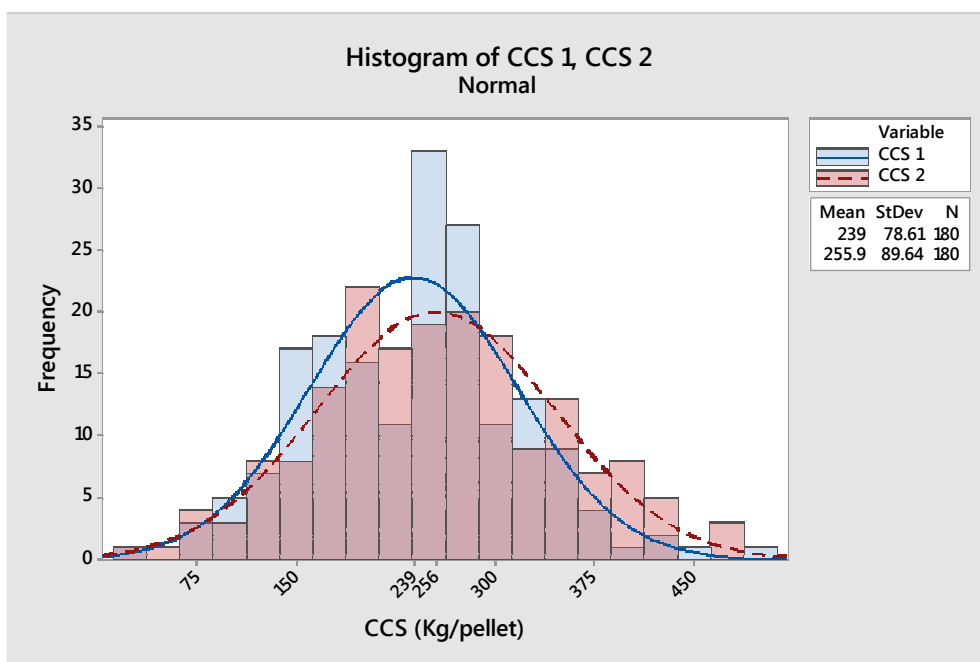
شکل ۴ نمودار مقایسه‌ای عدد افتادن در دو کارخانه

ویژه بالاتر ذرات خوراک ورودی کارخانه ۱ نسبت داد، چون بر اساس آنالیز SEM ذرات مورفولوژی مشابهی دارند و شکل ذرات تأثیر زیادی روی استحکام یا تراکم‌پذیری آن‌ها نداشته است. بالاتر بودن استحکام خشک در کارخانه ۲ را هم می‌توان به توزیع بهتر موارد رسی چسبنده با رطوبت بالاتر نسبت داد. همچنین بالاتر بودن میانگین استحکام پخت نمونه‌های تولید شده در کارخانه ۲ را می‌توان به کسر کمتر گوگرد در ترکیب شیمیایی خوراک ورودی به کارخانه شماره ۲ نسبت داد. کسر کمتر گوگرد به معنی خروج کمتر گازهای فرار سولفیدی و میکروترک‌های کمتر در گندله نهایی است که منجر به استحکام بالاتر می‌شود. به دلیل پایین‌تر بودن سطح ویژه مواد تولید شده توسط آسیای غلتکی در این کارخانه، بر خلاف تحقیق صورت گرفته توسط اباذرپور و همکارانش، نمی‌توان بالا بودن استحکام در روش خردایش HPGR را به سطح ویژه بالاتر ذرات نسبت داد. در فرایند پخت مرحله‌ای بحرانی وجود دارد که در دماهای بالاتر از 300°C درجه تا شروع زیت‌رینگ در حدود 900°C رخ می‌دهد. در این محدوده دمایی ذرات استحکام اولیه ناشی از خاصیت پلاستیک رس‌ها را از دست داده‌اند و هنوز به نقطه‌ای نرسیده‌اند که ذوب مواد فلاکس باعث به هم پیوستن ذرات و به دست آمدن استحکام پخت شود [۱۹]، علاوه بر این در این محدوده دمایی خروج گازهای فرار عمدتاً سولفیدی منجر به ایجاد حفرات و تغییرات ترکیب اکسید آهن از هماتیت به مگنتیت نیز منجر به تغییرات ابعادی و احیاناً ایجاد ترک‌های ریز در گندله می‌شود.

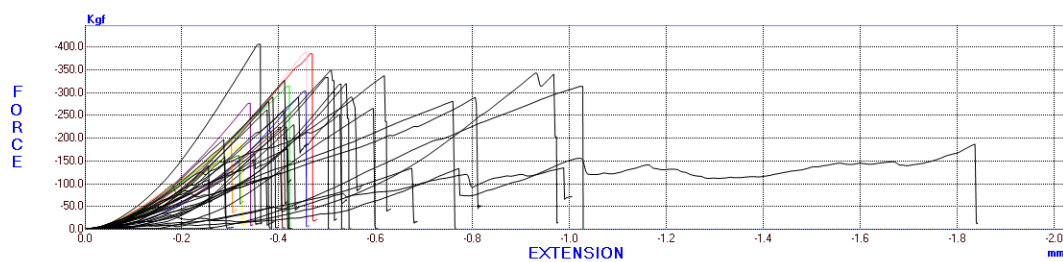
شکل (۵) نتایج آزمون استحکام گندله تر (WSC) و خشک (DSC) را روی نمونه‌های گندله نشان می‌دهد. میانگین استحکام فشاری گندله خام در حالت تر در کارخانه گندله‌سازی شماره ۱ برابر با 0.41 ± 0.98 کیلوگرم بر گندله و در کارخانه گندله‌سازی شماره ۲ به مقدار 0.38 ± 0.76 کیلوگرم بر گندله می‌باشد و استحکام گندله خام در حالت خشک در کارخانه شماره ۱ برابر با 1.09 ± 0.53 کیلوگرم بر گندله و در کارخانه شماره ۲ برابر با 1.96 ± 0.73 کیلوگرم بر گندله می‌باشد. همچنین نتایج استحکام پخت (CCS) نمونه‌ها که روی تعداد ۳۰ عدد گندله پخته در هر روز با اندازه ۱۰ تا ۱۲ میلی‌متر طی شش روز نمونه‌برداری انجام شده است، در شکل (۶) با نمودار مقایسه‌ای و توزیع نرمال بر روی تعداد ۱۸۰ عدد گندله پخته از هر کارخانه آورده شده است. علاوه بر این منحنی نیرو - جابه‌جایی و نقطه شکست گندله با میانگین استحکام ۲۴۸ کیلوگرم بر گندله در کارخانه شماره ۱ و منحنی نیرو - جابه‌جایی و نقطه شکست گندله با میانگین استحکام ۲۵۹ کیلوگرم بر گندله در کارخانه شماره ۲ را به ترتیب در شکل‌های شماره (۷) و (۸) مشاهده می‌کنید. آزمون‌های آورده شده در شکل (۷) و (۸) به صورت نمونه آورده شده‌اند و معیاری از میانگین استحکام در نمونه‌های تولید شده در کارخانه ۱ و ۲ نیستند. بر اساس نتایج اندازه‌گیری استحکام، گندله تولید شده در کارخانه شماره ۱ استحکام بالاتر در حالت گندله مرطوب (WCS) دارند، در حالی که استحکام خشک (DSC) و استحکام پخت (CCS) گندله در کارخانه شماره ۲ بالاتر است. بالاتر بودن استحکام تر را می‌توان به ریزدانه‌تر بودن و سطح



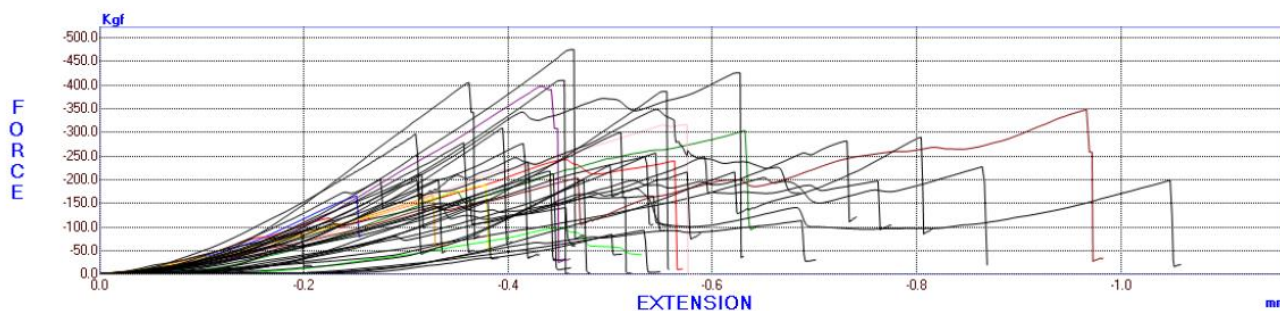
شکل ۵ نتایج آزمون استحکام تر (WSC) و خشک (DSC) روی نمونه های گندله



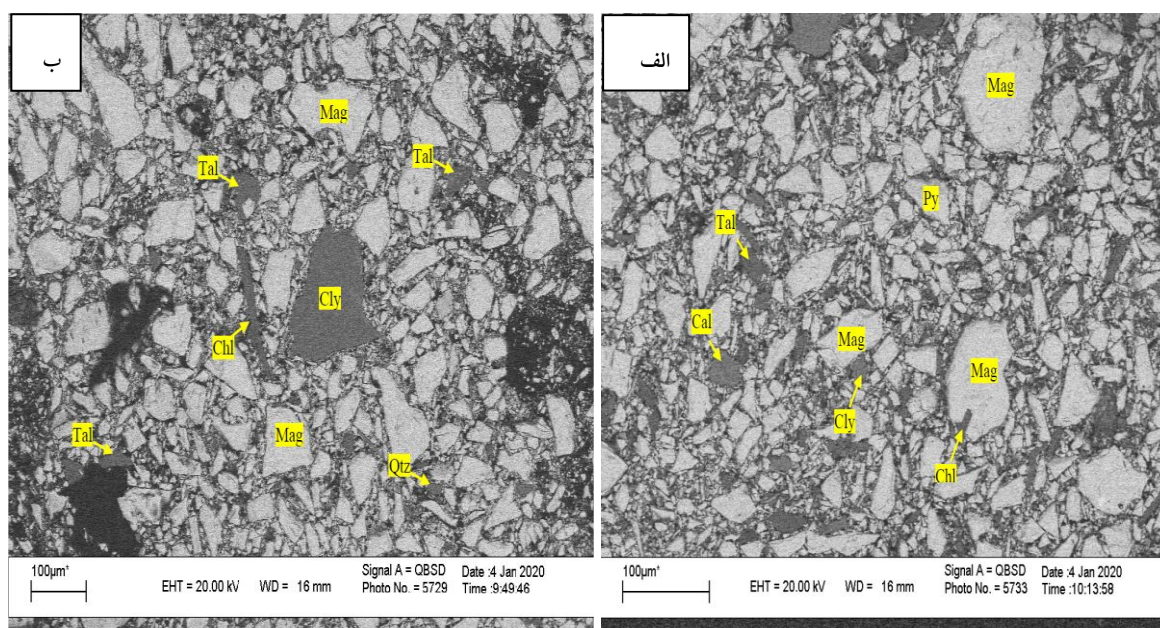
شکل ۶ نمودار مقایسه‌ای نتایج تست CCS، خط آبی کارخانه شماره ۱ و قرمز کارخانه شماره ۲



شکل ۷: منحنی نیرو - جابه‌جایی و نقطه شکست گندله با میانگین استحکام ۲۴۸ کیلوگرم بر گندله در کارخانه شماره ۱



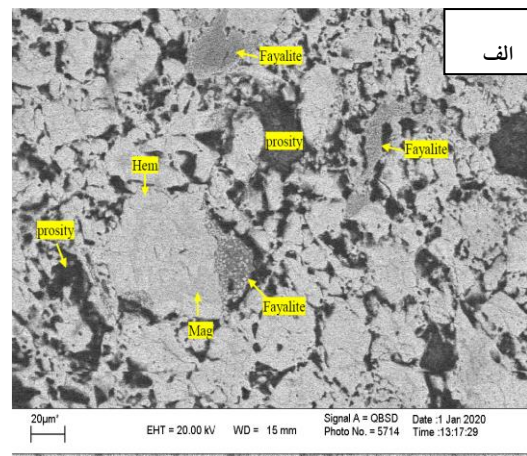
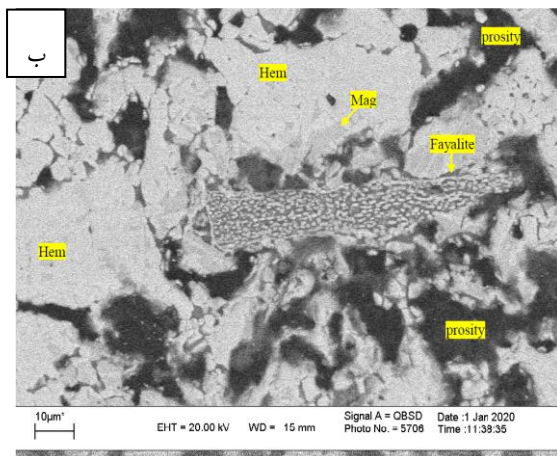
شکل ۸ منحنی نیرو - جابه‌جایی و نقطه شکست گندله با میانگین استحکام ۲۵۹ کیلوگرم بر گندله در کارخانه شماره ۲



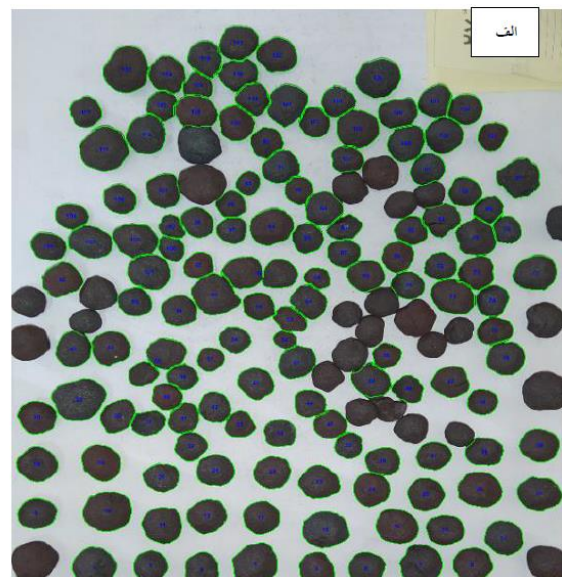
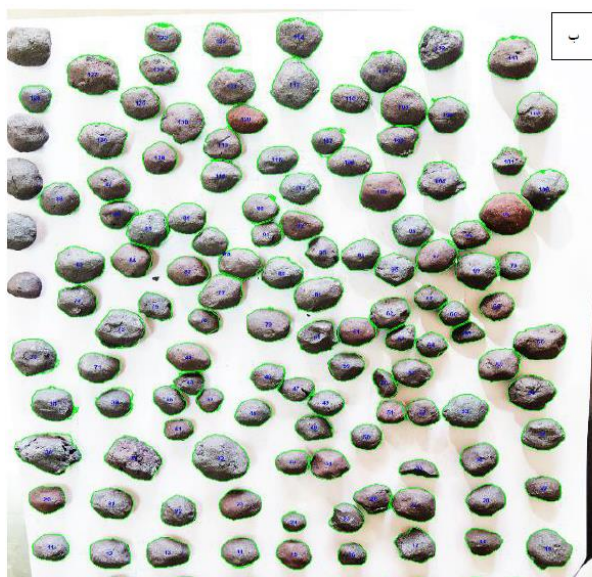
شکل ۹ تصویر SEM از سطح مقطع گندله خام: الف) کارخانه شماره ۱ و ب) کارخانه شماره ۲

شکل شماره ۹ (الف - ۹) و (ب - ۹) نتایج آنالیز میکروسکوپ الکترونی SEM از نمونه‌های گندله خام را نشان می‌دهد. و توزیع فازهای مختلف مگنتیت (Mag)، اکسید کلسیم (Cal) و رس بنتونیت (Cly)، پیریت (Py) و کوارتز (Qtz) در آن دیده می‌شود. بر اساس این تصاویر توزیع ذرات کوچک‌تر مگنتیت در کارخانه شماره ۱ (شکل ۹ - الف) که خردایش به روش آسیای گلوله‌ای بوده مشهود است، که در تطابق با نتایج آماری غربال ذرات در شکل (۱) است.

در شکل (۱۰) توزیع فازهای مختلف به کمک میکروسکوپ الکترونی عبوری در کارخانه شماره (۱) و (۲) آورده شده است. بر اساس این تصاویر ریزساختار نهایی گندله‌های پس از پخت دارای مقادیری فایالیت، هماتیت



شکل ۱۰ تصویر SEM از سطح مقطع گندله پخته شده: الف) کارخانه شماره ۱ و ب) کارخانه شماره ۲



شکل ۱۱ تصاویر مربوط به بررسی درصد کرویت گندله‌های کارخانه شماره ۱ (الف) و کارخانه شماره ۲ (ب)

بالاتری برخوردار است. بر اساس نتایج تست سایش و کرویت که در جدول (۴) دیده می‌شود، گندله‌های تولید شده در کارخانه شماره ۱ دارای مقاومت به سایش بالاتر بوده و درصد گندله‌های سالم مانده پس از سایش در این کارخانه بالاتر است که این نتایج در تطابق با مشاهدات میکروسکوپی مبنی بر ذرات ریزتر و توزیع تخلخل یکنواخت‌تر در گندله‌های کارخانه شماره ۱ می‌باشد. علاوه بر این، محصولات کارخانه شماره ۱ کرویت بهتری نیز دارند که نشان دهنده کمتر دفرمه شدن گندله‌ها در اثر توزیع یکنواخت‌تر فازهای مذاب شیشه‌ای تشکیل شده می‌باشد. مقاومت به سایش بالاتر گندله‌ها علاوه بر تأثیر مثبت بر بهبود

میزان سایش گندله‌ها در اثر چرخش دستگاه تاملر در جدول (۴) آورده شده است. AI شاخص سایش یا استحکام سایش گندله پخته و TI درصد گندله‌هایی که در اثر چرخش دستگاه تاملر سالم مانده‌اند را نشان می‌دهد. همچنین در جدول (۴) بررسی درصد کرویت گندله پخته با پردازش تصویر توسط نرم‌افزار MIP بر روی ۱۳۰ عدد گندله پخته از محصول هر کارخانه و از تمامی اندازه‌ها آورده شده است که این نتایج بر اساس تحلیل فرم گندله‌های آورده شده در شکل (۱۱) انجام شده است. عدد ۱ بیانگر کرویت کامل می‌باشد و هر چه میانگین کرویت گندله‌ها به عدد ۱ نزدیک‌تر شود، از کرویت

به میزان میانگین ۰/۸۲۴ است. همچنین بالاتر بودن میانگین استحکام پخت نمونه‌های تولید شده در کارخانه ۲ را می‌توان به کسر کمتر گوگرد در ترکیب شیمیایی خوراک ورودی به کارخانه شماره ۲ نسبت داد. کسر کمتر گوگرد به معنی خروج کمتر گازهای فرار سولفیدی و میکروتترک‌های کمتر در گندله نهایی است که منجر به استحکام بالاتر می‌شود.

واژه نامه

Wet crushing strength (WCS)	استحکام فشاری نمونه مرطوب
Dried crushing strength (DCS)	استحکام فشاری نمونه خشک
Cold crushing strength (CCS)	استحکام فشاری نمونه پخت شده
Vertical roll mill (VRM)	آسیای غلتکی عمودی
High pressure grinding rolls (HPGR)	آسیای غلتکی فشار بالا
Ball mill	آسیای گلوله‌ای
Anomaly	آنومالی (رگه معدنی)
Bond work index (BWI)	اندیس کار بوند
Blaine	بلین
Dompler	دامپلر
Concentrate	کنسانتره
Gangue	گانگ (ناخالصی‌های سنگ معدن)
Pellet	گندله
Magnetite	مگنتیت
Scanning electron microscope (SEM)	میکروسکوپ الکترونی روبشی
Hematite	هماتیت

تقدیر و تشکر

کیفیت آهن اسفنجی نهایی تولید شده، منجر به کاهش حجم غبار تولید شده حین فرایند و کاهش آلودگی‌های ناشی از غبار می‌شود [20,21].

جدول ۴ میزان سایش گندله‌ها در اثر چرخش دستگاه تاملر و درصد

کرویت آن‌ها

نوع تست	کارخانه شماره ۱	کارخانه شماره ۲
AI	۲/۹	۳/۹
TI	۹۶/۳	۹۵/۴
درصد کرویت	۰/۸۲۴	۰/۷۵۸

نتیجه‌گیری

در بخش‌های مختلف کارخانه‌های گندله‌سازی شماره ۱ و ۲ مجتمع گل گهر، آنالیزهای شیمیایی، فیزیکی، مکانیکی و بررسی ریزساختاری روی محصولات انجام شد. بر اساس آنالیزهای انجام شده تفاوت ترکیب شیمیایی مواد اولیه ورودی و مورفولوژی ذرات حاصل از خردایش در دو کارخانه فاحش نیست و ذرات مورفولوژی غیر کرویت با اشکال نامنظم دارند. ذرات تولید شده به روش آسیای گلوله‌ای ریزتر بوده و دارای سطح ویژه بلین بالاتری (1988 g/cm^3) هستند. اندازه‌گیری سطح ویژه به روش BET نشان داد ذرات تولید شده با هر دو روش خردایش بال میل و آسیای غلتکی مقادیری نزدیک به هم دارند. نزدیک بودن سطح ویژه BET ذرات تولید شده در دو کارخانه علی‌رغم ریزتر بودن ذرات تولید شده با آسیای غلتکی را می‌توان به وجود میکروتترک‌ها و حفره‌های بیشتر در ذرات تولید شده به روش آسیای غلتکی نسبت داد. علاوه بر این توزیع یکنواخت‌تری نیز از ذرات ریزدانه در محصولات این نوع خردایش دیده می‌شود، که در نتایج آنالیز میکروسکوپ الکترونی در گندله‌ها قبل از فرایند پخت نیز مشهود است. می‌توان استدلال کرد که این توزیع بهتر منجر به توزیع بهتر فازهای مذاب در فرایند پخت شده و در نتیجه فاز مذاب شیشه‌ای تشکیل شده یکنواخت بوده و میزان دفرمه شدن ذرات کاهش پیدا کرده است به گونه‌ای که مقاومت به سایش و میزان کرویت گندله‌های تولید شده با روش آسیای گلوله‌ای بالاتر و

مراجع

[1] N. Tohidi, R. Vaghar, Load of iron and steel production furnaces. Tehran University Publication, 2021. (In Persian)

- [2] K. Motamedi, S. Zandvakili, A. Hajizadeh, "A review on the effect of concentrate characteristics and the effective crushing method on pellet quality," Iran National Conference on Materials Engineering, Metallurgy and Mining, 2018, pp. 1-17. (In Persian) <https://civilica.com/doc/769023>
- [3] K. Meyer, Pelletizing of Iron Ores. Germany, Springer-Verlag, 1980.
- [4] F. Przemysław, J. Mróz, "Ability for self-pelletization of iron ores and magnetite concentrates," *Journal of Iron and Steel Research International*, vol. 18, no. 6, pp. 1-7, 2011. [https://doi.org/10.1016/S1006-706X\(11\)60069-1](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(11)60069-1)
- [5] P. Karimi, A. Noori Kuhbanani, S. M. Mousavi, "Investigating the effectiveness of HPGR and pelletizer combined circuits in the preparation of iron pellet factory feed, case study: factories of line 4 and lines 5, 6 and 7 of iron concentrate production of Gol Gohar Mining and Industrial Company," First international conference on materials engineering, metallurgy and mining, 2021, pp. 1-11. (In Persian). <https://civilica.com/doc/1250616>
- [6] S. Niksirat, M. H. Shahid Kalombari, M. R. Abutalebi, M. Adeli, "Investigation of the properties of raw pellets produced from iron ore concentrate of Chagharat mine by disk pelletizing method," Seventh joint conference of Iran Metallurgical Engineering Association and Scientific Association Casting Iran, 2013, pp. 1-5. (In Persian) <https://civilica.com/doc/224307>
- [7] S.K. Kawatra, V. Claremboux, "Iron ore pelletization: Part II. Inorganic binders," *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, vol. 43, no. 7, pp. 813-832, 2022. <https://doi.org/10.1080/08827508.2021.1947269>
- [8] K. Motamedi, S. Zandvakili, A. Hajizadeh, "The effect of softening mechanism of iron concentrate of Gol Gohar mine on quality indicators of raw pellets produced," *Journal of Mineral Resources Engineering*, vol. 1, no. 5, pp. 143-160, 2020 (In Persain). <https://doi.org/10.22067/jmme.2025.90387.1162>
- [9] A. Abazarpour, M. Halali, "Investigation on the particle size and shape of iron ore pellet feed using ball mill and HPGR grinding methods," *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, vol. 53, no. 2, pp. 908-919, 2017. <http://dx.doi.org/10.5277/ppmp170219>
- [10] J.A. Pal, S. Ghouri, A. Ammasi, S.K. Hota, V.M. Koranne, T. Venugopalan, "Improving reducibility of iron ore pellets by optimization of physical parameters," *Journal of Mining and Metallurgy, Section B: Metallurgy*, vol. 53, no. 1, pp. 37-46, 2017. <https://doi.org/10.2298/JMMB151206014P>
- [11] M. Iljana, T. Paananen, O. Mattila, M. Kondrakov, T. Fabritius, "Effect of iron ore pellet size on metallurgical properties," *Metals*, vol. 12, no. 2, pp. 302, 2022. <https://doi.org/10.3390/met12020302>
- [12] A. Abazarpour, M. Halali, R. Hejazi, M. Saghaeian, V.S. Zadeh, "Investigation of iron ore particle size and shape on green pellet quality," *The Canadian Journal of Metallurgy and Materials Science*, vol. 59, no. 2, pp. 242-250, 2020. <https://doi.org/10.1080/00084433.2020.1730116>
- [13] H. Hanumanthappa, H. Vardhan, G.R. Mandela, M. Kaza, R. Sah, B.K. Shanmugam, S. Pandiri, "Investigation on iron ore grinding based on particle size distribution and liberation," *Transactions of the Indian Institute of Metals*, vol. 73, pp. 1853-1866, 2020. <https://doi.org/10.1007/s12666-020-01999-5>
- [14] W. Guo, Y. Han, Y. Li, Z. Tang, "Impact of ball filling rate and stirrer tip speed on milling iron ore by wet stirred mill: Analysis and prediction of the particle size distribution," *Powder Technology*, vol. 22, no. 378, pp. 12-18, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.09.052>

- [15] B. McNab , A. Jankovic , D. David, P. Payne, "Processing of Magnetite Iron Ores – Comparing Grinding Options," *In Proceedings of the AusIMM Iron Ore Conference*, 2009, pp. 1-12.
- [16] M. Reichert, C. Gerold, A. Fredriksson, G. Adolfsson, H. Lieberwirth, "Research of iron ore grinding in a vertical-roller-mill," *Minerals Engineering*, vol. 15, no. 73, pp. 109-15, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2014.07.021>
- [17] Z. Zhang, B. Kumar, "The Characteristics and Reduction of Wustite," *Iron Ores and Iron Oxides - New Perspectives*, chapter 4, IntechOpen publication, 2023. <https://doi.org/10.5772/intechopen.1001051>
- [18] S. Dwarapudi, T. K. Ghosh, A. Shankar, V. Tathavadkar, D. Bhattacharjee, R. Venugopal, "Effect of pellet basicity and MgO content on the quality and microstructure of hematite pellets," *International Journal of Mineral Processing*, vol. 99, no. 1-4, pp. 43-53, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2011.03.004>
- [19] C. Scharm, F. Küster, M. Laabs, et. al, "Direct reduction of iron ore pellets by H₂ and CO: In-situ investigation of the structural transformation and reduction progression caused by atmosphere and temperature," *Minerals Engineering*, vol. 180, p. 107459, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107459>
- [20] A.H.M. Najafabadi, A. Masoumi, S.M.V. Allaei, "Analysis of abrasive damage of iron ore pellets," *Powder technology*, vol. 331, pp. 20-27, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.02.030>
- [21] J.A. Halt, M.C. Nitz, S.K. Kawatra, M. Dubé, "Iron ore pellet dustiness part I: factors affecting dust generation," *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, vol. 36, no. 4, pp. 258-266, 2015. <https://doi.org/10.1080/08827508.2014.928876>



Ferdowsi University
of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

<https://jmme.um.ac.ir>



Iron&Steel
Society of Iran

Evaluation of Red Mud and Mg-Fe Spinel as Catalysts in the Conversion of Free Fatty Acids to Biodiesel*

Research Article

Elaheh Kosaripour¹, Behgam Rahmanivahid² , Hamed Nayeibzadeh³

DOI: [10.22067/jmme.2025.92609.1197](https://doi.org/10.22067/jmme.2025.92609.1197)

1- Introduction

Biodiesel, as a renewable fuel with numerous advantages over fossil fuels, has garnered significant attention in response to the diminishing reserves and limitations of fossil fuels. With fossil fuels providing about 80% of primary energy and the environmental concerns arising from greenhouse gas emissions, replacing them with biodiesel—which is non-toxic, possesses good lubricity, a higher cetane number, and an elevated flash point—can contribute to environmental protection and sustainable economic growth.

Since vegetable oils are not directly suitable for diesel engines due to their high viscosity, low oxidation stability, and reduced volatility, chemical modification through esterification has been proposed. In this process, triglycerides are converted into fatty acid alkyl esters in the presence of short-chain alcohols such as methanol or ethanol and a catalyst, because the fatty acid composition directly affects the physical and chemical properties of biodiesel.

In the present study, to address the challenges of conventional biodiesel production technologies—namely high costs and moisture sensitivity—novel catalytic methods and technologies have been examined. Among these innovative approaches is the utilization of industrial by-products such as red mud—a material containing iron, silica, calcium, and aluminum—as a cost-effective catalyst, as well as the use of magnetic catalysts based on MgFe_2O_4 spinel, which are preferred over heterogeneous catalysts due to their high efficiency and ease of separation. Furthermore, novel synthesis methods, such as solution combustion synthesis that harnesses the heat from chemical reactions, have been proposed for obtaining catalysts with enhanced mechanical, chemical, and thermal stability. Finally, the paper details the synthesis procedures, characterization (using XRD, BET-

BJH, FTIR, and FESEM analyses), and evaluation of the catalysts' performance in biodiesel production.

2- Experimental

In this study, the catalysts of interest were prepared using two methods. In the first method, red mud (a waste product from the Iran Alumina Company-Jajarm) was dried for one day at 110°C without any pretreatment (sample one). For the second sample, an initial solution was prepared by combining iron and magnesium nitrates as oxidizing precursors with glycine as the reducing agent. To this end, the metallic nitrates and glycine were mixed in 60 cc of water and stirred until completely dissolved, then heated to 60°C to form a gel. The gel-like mixture was subsequently placed in a vertical furnace at 400°C; within 1 to 2 minutes, as water was expelled and white smoke was produced, a foam catalyst (MgFe_2O_4 spinel) was obtained.

Subsequently, the synthesized catalysts (red mud and MgFe_2O_4 spinel) were employed in the esterification reaction for biodiesel production. The reaction was carried out in a 100-cc autoclave reactor at 120°C, with a molar ratio of alcohol to oleic acid of 1:4, using 6 wt.% catalyst for 4 hours. The biodiesel conversion percentage was determined by titration and acid value measurement according to the following equation:

Conversion % = ((Acid Value (oleic acid) – Acid Value (methyl ester)) / Acid Value (oleic acid)) × 100.

3- Results and Discussion

The XRD analysis results of the synthesized samples showed that red mud is a complex mineral compound containing various metal oxides such as Al_2O_3 , SiO_2 , and Fe_2O_3 . Additionally, the analysis confirmed that the MgFe_2O_4 spinel was successfully synthesized, indicating that magnesium and iron oxides were not formed separately within the spinel structure, likely due to

*Manuscript received March 12, 2025, Revised April 6, 2025, Accepted, May 10, 2025.

¹ Researcher, Chemical and Material Engineering Faculty, Esfarayen University of Technology, Esfarayen, North Khorasan, Iran.

² Corresponding author: Associate professor, Chemical and Material Engineering Faculty, Esfarayen University of Technology, Esfarayen, North Khorasan, Iran. **Email:** behgam@esfarayen.ac.ir

³ Associate professor, Chemical and Material Engineering Faculty, Esfarayen University of Technology, Esfarayen, North Khorasan, Iran.

the high temperature involved in the solution combustion synthesis process.

FTIR analysis corroborated the XRD findings, revealing that the structure of red mud is highly complex with numerous metal-oxygen bonds, while the characteristic bonds in the spinel were also verified. FESEM analysis (with images shown in Figure 1) demonstrated that red mud exhibits very low porosity, essentially being non-porous, whereas the MgFe_2O_4 spinel sample is composed of numerous pores, indicating its porous nature, despite some slight particle agglomeration.

BET-BJH analysis results were in good agreement with the FESEM findings. They showed that the red mud sample had a specific surface area of approximately $8.003 \text{ m}^2/\text{g}$ and a pore diameter of 67.017 nm , whereas the sample produced via solution combustion synthesis exhibited a specific surface area of about $62.568 \text{ m}^2/\text{g}$ and a pore diameter of 2.205 nm . The esterification reaction (conducted at 120°C , with an alcohol-to-oil ratio of 14, 6 wt.% catalyst, and a 4-hour reaction time) indicated that the MgFe_2O_4 spinel achieved a higher conversion rate compared to red mud (Figure 2, up). In repeated utilization, an initial decrease in spinel performance was observed, which later stabilized (Figure 2, down). The high specific surface area and porous structure clearly justify its superior performance.

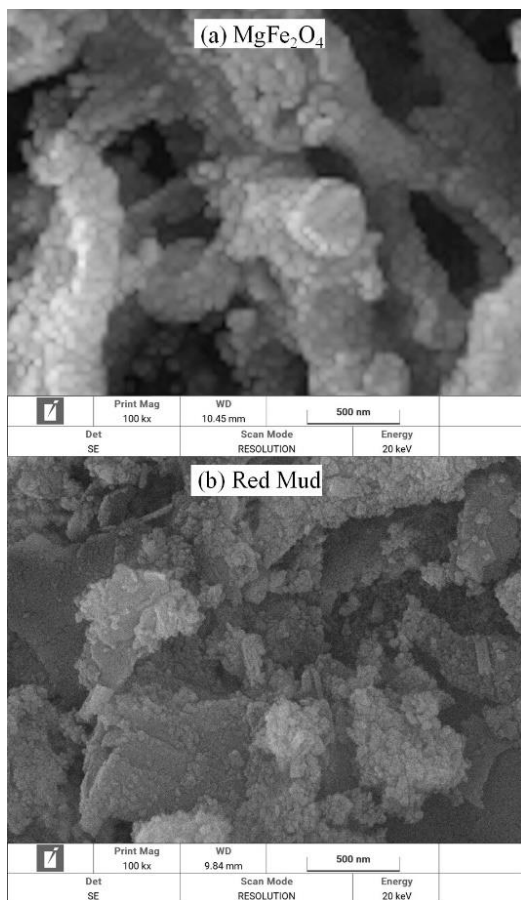


Figure 1. The FESEM analyses of synthesized samples.

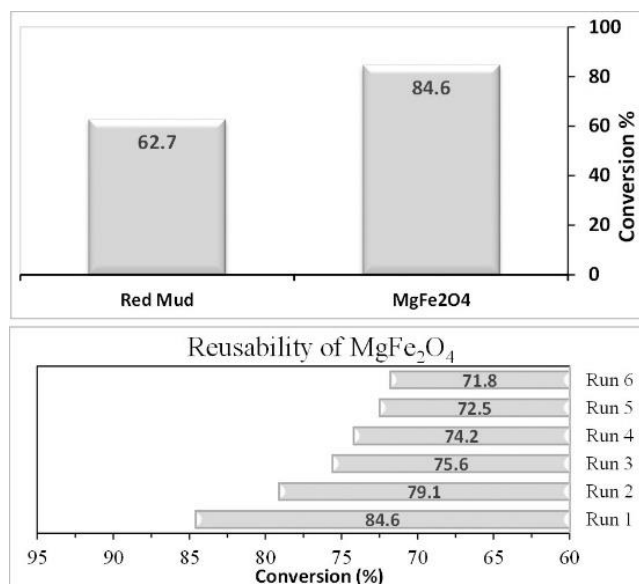


Figure 2. Synthesized samples performance in biodiesel production

4- Conclusion

The magnetic MgFe_2O_4 spinel catalyst was designed, synthesized, and studied to evaluate its improvement in biodiesel conversion compared to the red mud catalyst. The primary goal of this research was not only to observe its positive impact on the final biodiesel conversion rate but also to determine the most suitable catalyst for biodiesel production through the esterification reaction. The findings indicate that the MgFe_2O_4 spinel catalyst achieves significantly higher conversion efficiency (approximately 22% more) than the red mud catalyst due to its porous structure and higher specific surface area. However, the lower cost and abundance of red mud (a byproduct of aluminum production) make it an economically favorable alternative. Ultimately, if conversion efficiency is considered the primary factor, the MgFe_2O_4 spinel catalyst is a strong candidate for biodiesel production via esterification. Nonetheless, industrial catalyst selection must also take economic considerations into account.



ارزیابی دو کاتالیست گل قرمز و اسپینل Mg-Fe در تبدیل اسید چرب آزاد به بیودیزل*

مقاله پژوهشی

الهه کوثری پور^(۱) بهگام رحمانی وحید^(۲) حامد نایب زاده^(۳)

DOI: 10.22067/jmme.2025.92609.1197

چکیده در مقاله حاضر اسپینل $MgFe_2O_4$ سنتز شده به روش احتراقی با سوخت گلیسین و گل قرمز گرفته شده از کارخانه آلومینای جاجرم به عنوان دو کاتالیست بر مبنای Fe در فرایند استریفیکاسیون به منظور تولید بیودیزل مورد ارزیابی قرار گرفتند. جهت بررسی مشخصات فیزیکی، شیمیایی و ساختاری، برای هر دو نمونه از آنالیزهای BET ، $FTIR$ ، XRD و $FESEM$ استفاده شد و سپس هر دو نمونه به عنوان کاتالیست در واکنش استریفیکاسیون مورد استفاده قرار گرفتند. نتایج حاصل از آنالیزهای انجام گرفته و همچنین تست راکتوری نشان داد که نانوکاتالیست سنتز شده به روش احتراقی با سوخت گلیسین، به لحاظ مشخصات فیزیکی - شیمیایی - ساختاری و همچنین عملکرد کاتالیستی در واکنش تولید بیودیزل بسیار مطلوب می باشد به طوری که در شرایط یکسان واکنش، مقدار تبدیل کاتالیست اسپینلی برابر ۸۴/۶ درصد است، در حالی که در همین شرایط مقدار تبدیل برای گل قرمز ۶۲/۷٪ می باشد. به این ترتیب کاتالیست های گل قرمز و اسپینل منیزیم فریت سنتز شده به روش احتراقی با سوخت گلیسین، با یکدیگر در دایره رقابت قرار گرفتند که در این بررسی کاتالیست اسپینلی $Mg-Fe$ بسیار مؤثرتر عمل کرد و نتایج بهتری نسبت به کاتالیست گل قرمز برای واکنش استریفیکاسیون اسیداولئیک ارائه کرد. نتایج حاصل نشان داد که با وجود ارزان تر بودن کاتالیست گل قرمز (ضایعات فرایند تولید آلومینیوم)، درصد تبدیل اسپینل $MgFe_2O_4$ برای واکنش تولید سوخت ارزشمند بیودیزل بالاتر می باشد ولی به نظر می رسد برای مقایسه اقتصادی این دو کاتالیست نیاز به پژوهش های بیشتری باشد.

واژه های کلیدی کاتالیست نانوساختار، بیودیزل، گل قرمز، واکنش استریفیکاسیون، اسپینل $MgFe_2O_4$ ، سنتز احتراقی.

Evaluation of Red Mud and Mg-Fe spinel as Catalysts in the Conversion of Free Fatty Acids to Biodiesel

Elaheh Kosaripour

Behgam Rahmanivahid

Hamed Nayebezhadeh

Abstract: In the present study, $MgFe_2O_4$ spinel synthesized by the combustion method using glycine fuel and red mud obtained from the Jajarm alumina plant were evaluated as two Fe-based catalysts in the esterification process for biodiesel production. To investigate the physico-chemical, and structural characteristics, XRD, FTIR, BET, and FESEM analyses were performed for both samples, and then both samples were used as catalysts in the esterification reaction. The results of the analyses and reactor tests showed that the nano-catalyst synthesized by the combustion method with glycine fuel was very favorable in terms of physical-chemical-structural properties and catalytic performance in the biodiesel production reaction. Under the same reaction conditions, the conversion of the spinel catalyst was 84.6%, while under the same conditions, the conversion rate for red mud was 62.7%. Thus, the red mud and magnesium ferrite spinel (synthesized by the combustion method with glycine fuel) catalysts competed with each other, with the Mg-Fe spinel catalyst performing much more effectively and showing better results compared to the red mud catalyst for the esterification reaction of oleic acid. The results indicated that despite the red mud catalyst being cheaper (a waste product from the aluminum production process), the $MgFe_2O_4$ spinel conversion for producing valuable biodiesel fuel was higher. However, it seems that further research is needed for an economic comparison of these two catalysts.

Key Words Nanostructured catalyst, biodiesel, red mud, ester exchange reaction, $MgFe_2O_4$ acetylene, combustion synthesis.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۳/۱۲/۲۲ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۲/۲۱ می باشد.

(۱) محقق، دانشکده مهندسی شیمی و مواد، مجتمع آموزش عالی اسفراین، اسفراین، خراسان شمالی، ایران.

(۲) نویسنده مسئول، دانشیار، دانشکده مهندسی شیمی و مواد، مجتمع آموزش عالی اسفراین، اسفراین، خراسان شمالی، ایران.

Email: behgam@esfarayen.ac.ir

(۳) دانشیار، دانشکده مهندسی شیمی و مواد، مجتمع آموزش عالی اسفراین، اسفراین، خراسان شمالی، ایران.

مقدمه

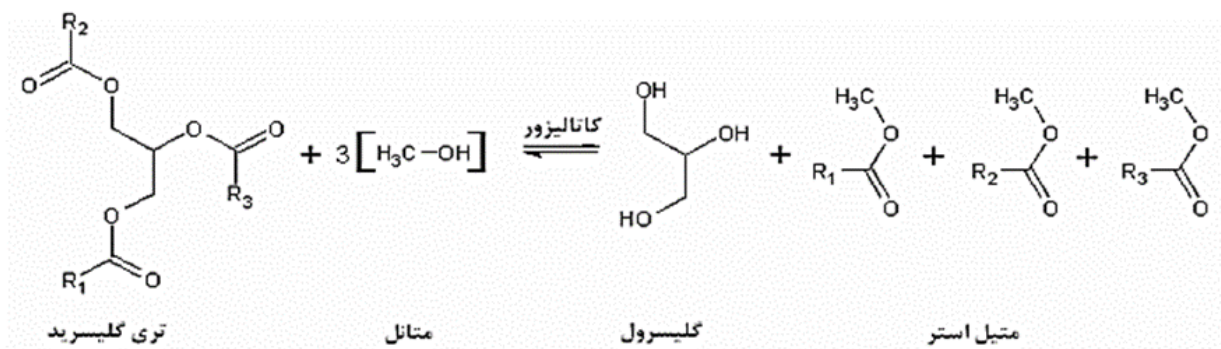
در حدود ۸۰٪ از انرژی‌های اولیه مصرفی، سوخت‌های فسیلی هستند. با توجه به کاهش روزانه منابع فسیلی و محدود بودن این منابع، نیاز به منابع جایگزین به شدت احساس می‌شود به طوری که این موضوع در سال‌های اخیر بسیار مورد توجه بوده است [1-2]. همچنین توسعه انرژی‌های جایگزین به عنوان انتخابی برای داشتن رشد اقتصادی پایدار در میان جوامع بشری مطرح است. در این میان بیشترین توجه به سوخت‌های بیولوژیکی و به ویژه بیودیزل بوده است [3-4]. از جمله مزیت‌های بیودیزل نسبت به سوخت‌های فسیلی می‌توان به تجدیدپذیری، غیر سمی بودن، روان‌کنندگی (که باعث طول عمر بیشتر قطعات می‌شود)، عدد ستان بیشتر و نقطه اشتعال بالاتر اشاره کرد [5-6].

استفاده مستقیم از روغن‌های گیاهی در موتورهای دیزلی به دلایلی که در ادامه اشاره می‌شود از نظر فنی ممکن نیست: (۱) گرانروی بالا و (۲) پایداری پایین در برابر اکسایش (و متعاقبا واکنش پلیمری شدن) و (۳) فراریت پایین. علاوه بر این استفاده طولانی‌مدت از روغن‌های گیاهی موجب مشکلات جدی از قبیل تخریب و چسبندگی رینگ در موتور می‌شود. بنابراین این روغن‌ها باید تحت یک واکنش شیمیایی مانند تبادل استری (Transesterification) قرار گیرند تا گرانروی کاهش یابد. در این واکنش تری‌گلیسریدها به آلکیل استر اسید چرب تبدیل می‌شوند. این واکنش در حضور الکل‌های با زنجیره کوتاه مانند متانول یا اتانول و یک کاتالیست مانند یک باز یا یک اسید انجام می‌گیرد [7].

نمایی از واکنش تبادل استری در شکل (۱) نشان داده شده است. در واقع بیودیزل یک سوخت جانبی مشتق شده از روغن‌های گیاهی یا چربی‌های حیوانی است. معمولا تری‌گلیسریدهای روغن گیاهی یا چربی‌های حیوانی شامل چندین اسید چرب مختلف هستند که هر کدام از این اسیدهای چرب خواص فیزیکی و شیمیایی متفاوتی دارند که ترکیب آن‌ها بر خواص بیودیزل تأثیر به‌سزایی دارد [8].

همان طور که اشاره شد، کمبود سوخت‌های فسیلی،

افزایش قیمت نفت، تقاضای جهانی برای انرژی‌های تجدیدپذیر و انتشار گازهای گلخانه‌ای به دلیل فعالیت‌های انسانی، علاقه به تولید سوخت‌های زیستی جایگزین مانند بیودیزل را افزایش داده است. بیودیزل، یک منبع انرژی جایگزین و سبز را می‌توان از انواع منابع بیولوژیکی تولید کرد. افزایش قیمت انرژی، توسعه مصرف انرژی و دلایل زیست‌محیطی، همگی از عوامل حیاتی برای پیشرفت تولید بیودیزل هستند [10]. در این پژوهش، روش‌ها، نحوه سنتز و ارزیابی دو کاتالیست سنتز شده در فناوری تولید بیودیزل مورد بحث قرار می‌گیرند، در حالی که محدودیت‌ها و چالش‌های آن‌ها به طور انتقادی توضیح داده می‌شوند. مطالعه حاضر بر فناوری‌های کاتالیزوری و همچنین پتانسیل این فناوری نوظهور در بازده نهایی و چشم‌انداز آینده آن‌ها تمرکز دارد. چالش‌های کنونی فناوری‌های مرسوم (هزینه‌های بالا، حساسیت به وجود آب در خوراک و درصد اسید چرب آزاد (Free Fatty Acid (FFA)) همپوشانی با مصرف مواد غذایی، و اثرات نامطلوب زیست‌محیطی) رشد تولید بیودیزل را با پتانسیل کامل آن منع می‌کند [11]. از این رو، روش جایگزین مورد بحث در این مطالعه بر این تنگناها غلبه کرده است (استفاده از واکنش استری شدن (Esterification) به جای تبادل استری) و فرصت‌هایی را برای افزایش مقیاس صنعتی و رشد بیودیزل معرفی می‌کند. استفاده از این کاتالیست‌های سنتز شده در جهت تولید بیودیزل و ارزیابی ویژگی‌ها و درصد تبدیل هر یک، از هدف‌های اصلی این پژوهش است. این فناوری‌های جایگزین، جدای از تأثیرشان بر محیط زیست و کاهش انتشار گازهای گلخانه‌ای، می‌توانند راه‌حلی برای کمبود سوخت‌های فسیلی و تقاضای بالای آن در نظر گرفته شوند. برای این منظور، تحقیقات بیشتر در مورد مقیاس تولید صنعتی فناوری‌های نوظهور ضروری است [12].



شکل ۱ واکنش تولید بیودیزل (متیل استر) از واکنش تری گلیسرید و متانول در حضور کاتالیزور [۹]

در جهت سلامت محیط زیست و تولید این سوخت سبز برداشت.

در کنار مزایای ذکر شده برای گل قرمز، کاتالیست مغناطیسی با پایه اسپینلی Mg-Fe به دلیل بازدهی بالاتر در درصد تبدیل نهایی نیز در فرایند استریفیکاسیون پیشنهاد می شود. این کاتالیست می تواند بسیار مفیدتر و کاربردی تر باشد و راندمان تولید بیودیزل با استفاده از این کاتالیست بالا خواهد بود.

فرمول کلی اسپینل ها AB_2O_4 است، که در آن یون چهار وجهی (فلز دو ظرفیتی) موقعیت A را و یک یون هشت وجهی (فلز سه ظرفیتی) موقعیت B را اشغال می کند. در حفره های هشت ضلعی، اسپینل های فریت با فرمول MFe_2O_4 (Co, Fe), $M = Ni, Cu$ ، و غیره) دارای یک مکعب FCC (ساختار FCC): ساختار هشت مولکول در یک سلول واحد از شبکه اسپینل است که از چهار اکسیژن، دو فلز سه ظرفیتی و یک فلز دو ظرفیتی تشکیل شده است. بنابراین، یک سلول واحد دارای ۳۲ یون اکسیژن و ۲۴ فلز است [18, 19].

اسپینل های فلزی دارای ساختار مطلوبی هستند، و همچنین پایداری الکتروشیمیایی بالا و فراوانی در طبیعت از خواص اصلی اسپینل منیزیم - فریت است [20, 21]. همچنین این اسپینل ها فعالیت کاتالیستی قابل توجهی نیز دارند که سبب افزایش بازده خواهند شد. علاوه بر این، حضور اسپینل های فلزی مغناطیسی به عنوان کاتالیست، سبب تقویت ویژگی مغناطیسی بودن کاتالیست خواهد شد و جداسازی کاتالیست از مخلوط واکنش راحت تر خواهد بود. از این رو به ارزیابی این دو کاتالیست مؤثر در فرایند تولید بیودیزل می پردازیم.

گل قرمز (Red Mud (RM)) محصول جانبی صنعت

آلومینیوم است که حاوی عناصری مانند آهن، سیلیس، کلسیم و آلومینیوم است و معمولاً به عنوان ضایعات شناخته می شود. استفاده از این ضایعات به عنوان یک کاتالیزور مقرون به صرفه در تولید بیودیزل می تواند اقتصاد و محیط زیست را در این فرایند بهبود بخشد. برای تحقق بخشیدن به موضوع تولید بیودیزل با بالاترین کیفیت، هزینه کاتالیست کمتر و تولید کاتالیزور با راندمان نسبتاً بالا، در حال حاضر مطالعات بسیاری در راستای تولید کاتالیست هایی مبتنی بر گل قرمز انجام شده است [13]. از یافته های این مطالعات مشخص شد که استفاده از گل قرمز به عنوان کاتالیزور نه تنها باعث افزایش نسبی خواص سوخت می شود، بلکه آسیب وارده بر محیط زیست را در قالب کاهش انتشار گازهای آلوده و کاهش مصرف سوخت در پی دارد. از آن جایی که گل قرمز یک زباله بلااستفاده از صنعت آلومینیوم است، استفاده از آن برای تولید بیودیزل می تواند از نظر اقتصادی یک گزینه مقرون به صرفه باشد [14]. به عنوان مثال لیو و همکاران تأثیر دمای کلسینه کردن گل قرمز به عنوان یک کاتالیست ارزان قیمت را، قبل از استفاده برای واکنش تولید بیودیزل، مورد بررسی قرار دادند [15]. در کار دیگری سنتیل و همکاران به مقایسه گل قرمز و KOH به عنوان دو کاتالیست مختلف در تولید بیودیزل از روغن ماهوا پرداختند و به این نتیجه رسیدند که گل قرمز علاوه بر فعالیت بهتر در واکنش، سوختی با خواص بهتر نیز تولید می کند [16]. دوان و همکاران هم از گل قرمز به عنوان پایه کاتالیست (با فاز فعال نیکل) برای تبدیل پالمیتیک اسید به بیودیزل استفاده کردند [17]. همچنین از طریق بازیابی و استفاده این زباله با ارزش می توان قدمی مثبت

جالب توجهی نسبت به روش‌های سنتی و روش‌های مرسوم دارند. برجسته‌ترین این مزیت‌ها، گرمای حاصل از یک واکنش شیمیایی (به جای یک منبع خارجی) است که به تنهایی انرژی سنتز را تأمین می‌کند [26]. همچنین، تجهیزات ساده به جای کوره‌های دما بالا یا تجهیزات با صرف انرژی زیاد، کافی است. علاوه بر این، یک جنبه جالب توجه از فرایند احتراق توانایی آن برای تولید مواد با خلوص بالا است؛ زیرا در دماهای بالا ناخالصی‌های فرار جذب شده یا موجود در واکنش‌دهنده‌ها پاک‌سازی می‌شوند. در شیب‌های دمایی بالا همراه با سرعت‌های بالای سرد کردن در موج احتراق، ممکن است ریزساختارهای یگانه‌ای را که به روش‌های مرسوم قابل دستیابی نیستند به وجود آورد. همچنین ویژگی‌های دیگری از قبیل مصرف ناچیز انرژی، سرعت بالا، صرفه‌جویی در هزینه‌ها و راندمان بالا باعث شده که با وجود گذر مدت زمان کوتاه از معرفی آن، بسیار مورد توجه واقع شود [27].

در ادامه این پژوهش به شرح مراحل سنتز و تعیین خصوصیات کاتالیست‌های مورد بررسی و مقایسه آن‌ها و سامانه مورد استفاده برای تست راکتوری نمونه‌های سنتزی پرداخته خواهد شد. کاتالیست اسپینل منیزیم - فریت سنتز شده در این مقاله به روش سنتز احتراقی با کوره معمولی تهیه شده است. برای ارزیابی خصوصیات فیزیکی و شیمیایی از آنالیزهایی نظیر طیف‌سنجی پراش اشعه ایکس (X-ray (XRD Diffraction، جذب و دفع گاز نیتروژن-brunauer-emmett-teller (BET-BJH)، اسپکتروسکوپی تبدیل فوریه مادون قرمز (FOURIER TRANSFORM INFRARED (FTIR) SPECTROMETER) و میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی (Field Effect Scanning Electron Microscopy) (FESEM) استفاده شده است که نتایج آن در ادامه توضیح داده شده است. همچنین در این پژوهش برای بررسی کاتالیست‌ها در فرایند تولید بیودیزل نیاز به سامانه ارزیابی عملکرد کاتالیست است که جزئیات آن نیز در ادامه بیان خواهد شد.

مواد و روش‌ها

در این بخش به شرح و بررسی مراحل سنتز و روش‌های تعیین خصوصیات کاتالیست‌های سنتزی و سامانه مورد استفاده برای

تولید بیودیزل از طریق کاتالیست‌های همگن و ناهمگن انجام‌پذیر می‌باشد. اگر چه کاتالیست‌های همگن در فرایند تولید بیودیزل دارای مزایایی همچون فعالیت بالا و شرایط عملیاتی پایین و... هستند، اما دارای چالش‌هایی همچون تشکیل صابون، جداسازی دشوار و تکرارپذیری پایین می‌باشند [22]. اما کاتالیست‌های ناهمگن از مزایایی همچون جداسازی بهتر، تکرارپذیری بیشتر نسبت به کاتالیست‌های همگن و حذف تولید صابون برخوردار می‌باشند؛ بر همین اساس در این پژوهش برای تولید بیودیزل از کاتالیست‌های ناهمگن استفاده می‌شود. از نکاتی که در عملکرد کاتالیست‌های ناهمگن باید مورد توجه قرار بگیرد طراحی نوع کاتالیست و روش سنتز متناسب با نوع فرایند، سنتز آسان و سریع و مقرون به صرفه بودن به لحاظ اقتصادی می‌باشد [23]. اسپینل‌ها شامل مهم‌ترین دسته از اکسید فلزات می‌باشند که در تولید کاتالیست‌های ناهمگن کاربردهای فراوانی دارند. به طوری که از آن‌ها به عنوان کاتالیست یا پایه کاتالیست در فرایندهای شیمیایی استفاده می‌شود. برای دستیابی به کاتالیستی با مقاومت مکانیکی، شیمیایی و حرارتی بالا و همچنین سطوح متخلخل می‌توان از این دسته از کاتالیست‌ها یا پایه‌ها (اسپینل‌ها) استفاده کرد [24]. در این پژوهش گل قرمز و اسپینل $MgFe_2O_4$ در ساختار کاتالیست مورد استفاده قرار گرفته است. اسپینل‌ها به روش‌های مختلفی مانند هم‌رسوبی، سل‌ژل هیدروترمال و... سنتز می‌شوند. در واقع با انتخاب روش سنتز صحیح می‌توان به قابلیت‌های محبوب کاتالیست دست یافت. اما با توجه به بزرگ بودن مولکول‌های تری‌گلیسیرید در واکنش تبادل استری علاوه بر واکنش سطحی برای نفوذ این مولکول‌ها به داخل کاتالیست و انجام واکنش، به ایجاد حفره‌های بزرگ در سطح کاتالیست احتیاج است که به نظر می‌رسد سنتز کاتالیست به روش احتراقی با انتخاب بهترین شرایط و روش حرارت‌دهی بهینه، این شرایط را نسبت به روش‌های دیگر بهتر فراهم خواهد کرد [25]. روش‌های سنتی و روش‌های مرسوم که برخی از آن‌ها در قسمت‌های قبل توضیح داده شد ارضاکنده محققان برای تولید کاتالیست‌ها نمی‌باشند. زیرا مشکلات عدیده‌ای همانند هزینه‌های زیاد، صرف انرژی و زمان زیاد، نیازمندی به تجهیزات پیچیده و غیره را دارند. از این رو محققان به دنبال روش‌های نوینی برای سنتز کاتالیست‌ها می‌باشند که سنتز احتراقی یکی از این روش‌ها است. روش‌های احتراقی مزایای

دمای محلول بر روی هات پلیت به 60°C رسانیده شد. بعد از تبخیر آخرین قطرات مایع، ترکیب ژل ماندی باقی ماند. آن گاه بشر داخل یک کوره عمودی در دمای 400°C قرار گرفت. بعد از مدت زمانی حدود ۱ تا ۲ دقیقه و خروج کامل آب باقی مانده، دود سفید بسیار زیادی از محلول خارج گردید و محلول مشتعل شد. در نهایت کاتالیست فومی شکلی حاصل شد. نمایی از کاتالیست سنتزی در شکل (۲) نشان داده شده است.



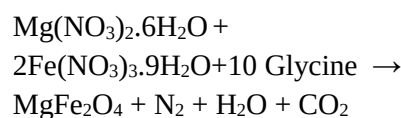
شکل ۲ کاتالیست MgFe_2O_4 سنتز شده به روش احتراقی با سوخت گلايسين

روش تولید بیودیزل. عملکرد کاتالیست های گل قرمز و اسپینل مغناطیسی MgFe_2O_4 سنتز شده توسط سنتز احتراقی برای واکنش استریفیکاسیون در راکتور اتوکلاو کاتالیستی به حجم ۱۰۰ cc در دمای 120°C ، نسبت مولی الکل به روغن (اولئیک اسید) ۱۴ و با ۶ درصد وزنی کاتالیست نسبت به خوراک و در زمان ۴ ساعت مورد بررسی قرار گرفت که برای هر دو نمونه شرایط یکسان در نظر گرفته شد. درصد تبدیل بیودیزل تولید شده در واکنش ها با کمک محاسبات تیتراسیون به دست آورده شد. برای محاسبه شاخص عدد اسیدی، 0.3°C گرم نمونه در ۵۰ میلی لیتر اتانول حل شد، سپس چند قطره محلول فنول فتالین الکلی ۱٪ به آن افزوده شد و به سرعت با محلول پتاسیم در اتانول تیتراژ شد تا معرف تغییر رنگ دهد. حجم محلول پتاس الکلی استفاده شده به همراه دیگر مقادیر ذکر شده در معادلات زیر قرار گرفت تا مقدار شاخص اسیدی به دست آید. در نهایت با استفاده از شاخص اسیدی و فرمول ارائه شده در زیر درصد تبدیل به دست آمد.

تست راکتوری نمونه های سنتزی پرداخته خواهد شد.

مواد. مواد اولیه مورد استفاده در مرحله آماده سازی تأثیر فراوانی در خصوصیات نانوکاتالیست های نهایی سنتز شده دارند. کاتالیست اسپینلی به روش سنتز احتراقی با کوره معمولی سنتز گردید و گل قرمز (RM) از کارخانه آلومینای جاجرم تهیه شد. برای سنتز نانوکاتالیست اسپینلی سرامیکی به روش احتراقی با سوخت گلايسين، از نیترات منیزیم شش آب $(\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}, \text{Merck}, 99\%)$ ، نیترات آهن نه آب $(\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}, \text{Merck}, 99\%)$ ، گلايسين $(\text{NH}_2\text{CONH}_2; \text{Merck}, 99\%)$ بدون هیچ گونه خالص سازی و همچنین آب دی یونایز شده استفاده گردید. در واکنش استری شدن اولئیک اسید $(\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2, \text{Merck}, 99.5\%)$ و متانول $(\text{CH}_3\text{OH}; \text{Merck})$ ۹۹٪ استفاده شده است.

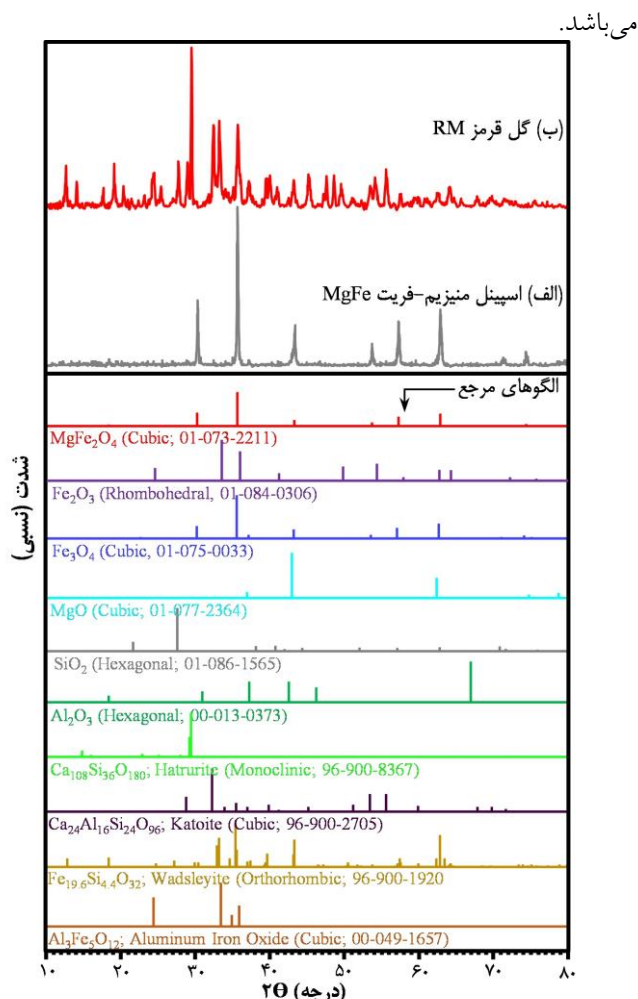
روش آماده سازی کاتالیست ها. گل قرمز استفاده شده در این پژوهش بعد از تحویل از شرکت آلومینای جاجرم بدون هیچ پیش فراوری دیگری فقط دمای 110°C به مدت یک شبانه روز قرار گرفت تا خشک شود. سنتز MgFe_2O_4 با مخلوط کردن نمک یون های فلزی به عنوان پیش سازهای اکسید کننده (نیترات های آهن و منیزیم) و گلايسين به عنوان یک عامل احیا کننده برای تشکیل محلول اکسیداسیون و کاهش شروع شد. ترکیب اولیه محلول بر اساس ظرفیت کل واکنش دهنده های اکسید کننده و احیا کننده، با استفاده از پیش سازها و مفاهیم شیمیایی بر اساس استوکیومتری واکنش زیر محاسبه شد. سپس مخلوط حاصل شده در معرض حرارت مستقیم در دمای 400°C قرار گرفت.



کاتالیست اسپینلی با روش سنتز احتراقی در محلول بر اساس مراحل زیر سنتز شد:

ابتدا مواد اولیه که شامل نیترات فلزی از جمله نیترات های منیزیم و آهن است به همراه سوخت گلايسين به بشر حاوی ۶۰ cc آب اضافه شد. مخلوط بر روی هات پلیت با ۳۰۰ دور در دقیقه و دمای محیط هم زده شد تا انحلال کامل گردد. سپس

(JCPDS No. 96-900-1920, Orthorhombic) $\text{Fe}_{19.6}\text{Si}_{44}\text{O}_{32}$



شکل ۳ آنالیز XRD نمونه‌های سنتز شده: الف) اسپینل منیزیم - فریت و ب) گل قرمز

آنالیز FTIR. برای تشخیص گروه‌های عاملی موجود در نانوکاتالیست‌های سنتزی از طیف‌سنج مادون قرمز تبدیل فوریه (FTIR) استفاده شده است. نتایج این آنالیز در بازه عدد موج $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ در شکل (۴) آمده است. این آنالیز معمولاً برای شناسایی مواد روی سطح، که شناسایی آن‌ها با تکنیک‌های دیگر سخت است به کار می‌رود. در این آنالیز، پیک‌های در محدوده عدد موجی $800-400 \text{ cm}^{-1}$ پیوندهای فلزی ظاهر می‌شوند که می‌تواند به صورت پیوند ترکیبی دو کاتیون فلزی و یک اتم اکسیژن در مرکز نیز باشد که در ساختارهای اکتاهدرال و یا تتراهدرال جای گرفته است [28]. همان‌طور که در شکل مشخص است، هر دو نمونه دارای پیک‌های ارتعاشی مشابه با

$$AV = \frac{N \times M_W \times V}{W} \quad (1)$$

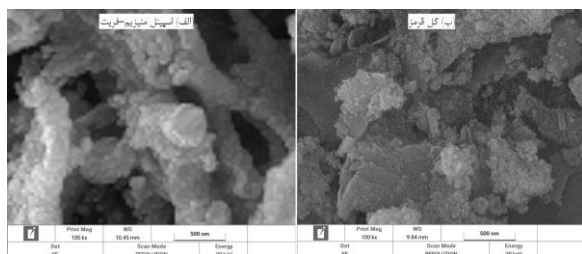
$$\text{درصد تبدیل} = \frac{AV_{\text{oleic acid}} - AV_{\text{methyl ester}}}{AV_{\text{oleic acid}}} \times 100 \quad (2)$$

که AV عدد اسیدی، N نرمالیه (۰/۰۱ نرمال) محلول پتاس اتانوله، M_W وزن مولکولی پتاس، V حجم محلول پتاس - اتانول به کار برده شده برای تیتراسیون و W وزن نمونه می‌باشد. هر آزمایش سه مرتبه انجام می‌شود و میانگین آن‌ها به عنوان بازده در نظر گرفته می‌شود.

بحث و نتایج

آنالیز XRD. در شکل (۳) نتایج مربوط به آنالیز XRD دو نمونه مورد بررسی در این مقاله آورده شده است. با مقایسه نتایج حاصل و پیک‌های ایجاد شده در شکل ۳-الف) با کارت استاندارد (JCPDS No. 01-073-2211) می‌توان بیان کرد که حضور پیک‌های شاخص ایجاد شده در 2θ های $36/5$ ، $30/5$ ، 43 ، 53 ، 57 ، $62/8$ مربوط به فاز مکعبی ساختار بلوری اسپینل منیزیم فریت است. همچنین با مقایسه این پیک‌ها با کارت‌های استاندارد Fe_2O_3 ، MgO و Fe_3O_4 می‌توان گفت که اکسیدهای منیزیم و آهن به صورت مجزا در ساختار اسپینل ایجاد نشده‌اند که دلیل این موضوع می‌تواند به خاطر دمای بالای فرایند سنتز احتراقی باشد. شکل ۳-ب) مربوط به آنالیز XRD نمونه گل قرمز می‌باشد. گل قرمز یک ترکیب معدنی پیچیده است و اکسیدهای فلزی مختلفی مانند Al_2O_3 ، SiO_2 و Fe_2O_3 در آن وجود دارد. با بررسی پیک‌های ایجاد شده در آنالیز گل قرمز با کارت‌های استاندارد، می‌توان از وجود ساختارهای بلوری تک فلزی Fe_2O_3 (JCPDS No. 01-084-0306, Rhombohedral)، Al_2O_3 (JCPDS No. 00-013-0373, Hexagonal)، Fe_3O_4 (JCPDS No. 01-075-0033, Cubic)، SiO_2 (JCPDS No. 01-077-2364, Cubic)، MgO (JCPDS No. 01-086-1565, Hexagonal) چند فلزی $\text{Ca}_{24}\text{Al}_{16}\text{Si}_{24}\text{O}_{96}$ (JCPDS No. 96-900-2705, Katoite)، $\text{Al}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ (JCPDS No. 00-049-1657, Cubic)، $\text{Ca}_{108}\text{Si}_{36}\text{O}_{180}$ (JCPDS No. 96-900-8367, Monoclinic) و

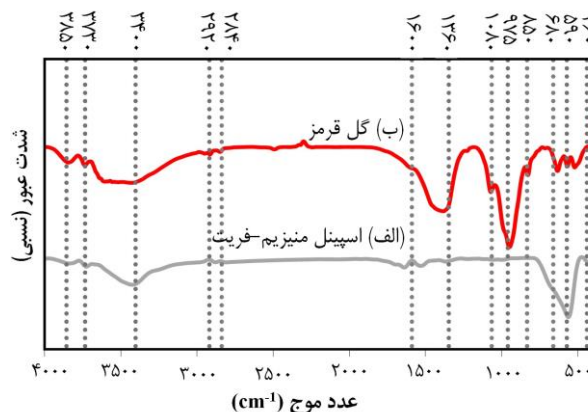
نمونه اسپینلی می تواند به خاطر سنتز احتراقی باشد، زیرا در حین سنتز به این روش، گازهای حاصل از احتراق برای خارج شدن از نمونه حفرات زیادی ایجاد می کنند. با توجه به استفاده از نمونه ها برای تولید بیودیزل از اسید اولئیک که هر دو دارای مولکول های بزرگی هستند، می توان پیش بینی کرد که نمونه اسپینلی به دلیل تخلخل زیاد احتمالا نتیجه بهتری در فرایند تولید بیودیزل داشته باشد.



شکل ۵ آنالیز FESEM نمونه های سنتز شده: (الف) اسپینل منیزیم - فریت (MgFe، ب) گل قرمز RM

آنالیز BET-BJH. با توجه به اینکه واکنش شیمیایی استریفیکاسیون در فاز مایع با مولکول های درشت انجام می شود (مولکول های اسید چرب آزاد و بیودیزل)، در کاتالیست های غیرهمگن باید قطر حفرات کاتالیست به اندازه کافی بزرگ باشد که واکنش شیمیایی فقط در سطح کاتالیست انجام نشود بلکه مولکول های فاز مایع بتوانند به خوبی به داخل حفرات نفوذ کنند. لذا سطح فعال، حجم حفرات و قطر متوسط کاتالیست پارامترهای مهمی در این کاتالیست ها هستند. به این منظور از آنالیز BET-BJH بر پایه جذب و دفع نیتروژن سطح نمونه استفاده شد تا این مشخصات به دست آورده شود که نتایج حاصله در جدول (۱) آورده شده است. نتایج حاصل از این آنالیز مطابقت خوبی با نتایج آنالیز FESEM دارد و نشان می دهد که اندازه سطح فعال و قطر حفرات نمونه گل قرمز به ترتیب $8/0.03 \text{ (m}^2/\text{g)}$ و $67/0.17 \text{ nm}$ می باشد اما نمونه ای که توسط سنتز احتراقی تولید شده است به ترتیب دارای سطح فعال و قطر حفرات $62/568 \text{ (m}^2/\text{g)}$ و $2/205 \text{ nm}$ می باشد که می توان این امر را به دلیل ریزتر شدن ذرات در مرحله سنتز احتراقی دانست که در نهایت باعث سنتز کاتالیستی مطلوب

شدت های متفاوت هستند و ساختارها تفاوت زیادی با یکدیگر دارند و شدت پیک ها با هم متفاوت است. ساختار پیک ها نشان دهنده این امر می باشد که هر چه شدت پیک ها بیشتر باشد احتمالا میزان پیوندهای بیشتری متصل بوده و پیوندها شدیدتر بوده است. با توجه به نمودارهای ارائه شده کاملاً مشخص است که نمونه کاتالیست اسپینلی منیزیم - فریت پیک شدیدی در حدود 590 cm^{-1} دارد که مربوط به پیوند فلزی قوی منیزیم - آهن می باشد که این پیک در ساختار گل قرمز مشاهده نمی شود. همچنین برخی از پیک های ریز در محدوده 1000 تا 3500 cm^{-1} نیز مشاهده می شود که به H_2O و CO_2 جذب شده توسط سطح از محیط پیرامون H_2O موجود در ساختار نمونه ارتباط دارد. پیک های زیادی که در محدوده کمتر از 1000 cm^{-1} در نمونه گل قرمز مشاهده می شود مربوط به پیوندهای فلز - اکسیژن می باشد که نشان می دهد اکسیدهای فلزی زیادی در ساختار این نمونه وجود دارد.



شکل ۴ آنالیز FTIR نمونه های سنتز شده: (الف) اسپینل منیزیم - فریت و (ب) گل قرمز

آنالیز FESEM. شکل (۵) مورفولوژی سطحی کاتالیست های مورد بررسی در این مقاله که توسط آنالیز FESEM حاصل شده است را نشان می دهد.

با مقایسه دو شکل ۵-الف و ۵-ب به راحتی می توان مشاهده کرد که گل قرمز دارای خلل و فرج های بسیار پایینی است و به عبارتی نمونه متخلخل نمی باشد. اما نمونه اسپینل منیزیم - فریت از خلل و فرج زیادی تشکیل شده است، به طوری که می توان گفت این نمونه متخلخل است ولی اندکی آگلومره شدن ذرات نیز در آن مشاهده می شود. تخلخل زیاد در

کاتالیست اسپینلی منیزیم فریت (% ۸۴/۶) اختلاف چشمگیری با محصول بیودیزل حاصل شده توسط کاتالیست گل قرمز (% ۶۲/۷) دارد. علاوه بر این نمونه اسپینلی که فرایند تولید بیودیزل بازدهی بالاتری نشان داد، برای بررسی قابلیت استفاده مجدد انتخاب گردید که نتایج این ارزیابی در شکل ۶- ب آورده شده است. این نمونه در استفاده دوم و سوم بیشترین کاهش در تبدیل را نشان داد (به ترتیب ۵/۵ و ۳/۵ درصد کاهش). اما در استفاده‌های بعدی (چهارم تا ششم) درصد تبدیل کاهش چشمگیری نداشت (کمتر از ۲ درصد). دلیل این کاهش‌ها در مقدار درصد تبدیل را میتوان به پر شدن برخی از حفرات کاتالیست در استفاده‌های متوالی ارتباط داد که موجب شده است تا این حفرات در استفاده‌های بعدی در واکنش تأثیری نداشته باشند و درصد تبدیل کاهش یابد. با مقایسه نمونه اسپینلی در این پژوهش با نمونه‌های گل قرمز در سایر پژوهش‌ها هم مشخص می‌شود که نمونه مورد بررسی از کارایی بهتری برخوردار است. به عنوان مثال لیو و همکاران از گل قرمز فراوری شده برای تولید بیودیزل استفاده کردند که با وجود درصد تبدیل مطلوب (۹۴٪)، قابلیت استفاده مجدد مناسبی نداشت (در دومین استفاده بازده به کمتر از ۲۰٪ رسید) [۱۵] یا در کار دیگری از کاتالیست پتاسیم بر پایه گل قرمز برای واکنش تولید بیودیزل استفاده شد و تبدیل به ۹۴/۵۲ درصد رسید، اما در اولین استفاده مجدد (بدون هیچ فراوری دیگری) مقدار تبدیل به ۱۴/۳۹ درصد کاهش یافت [۱۳]. به نظر می‌رسد که سطح ویژه بالا در کنار ساختار متخلخل نمونه اسپینلی باعث شده تا این نمونه بسیار مطلوب‌تر و تأثیرگذارتر از کاتالیزور گل قرمز عمل کند. این مقایسه‌ها نشان می‌دهد که اسپینل بررسی شده در این پژوهش می‌تواند کارایی بهتری نسبت به گل قرمز داشته باشد، اما از دیدگاه اقتصادی مشخصاً گل قرمز می‌تواند به عنوان یک جایگزین بسیار مناسب در نظر گرفته شود. به طور کلی می‌توان برای این واکنش خاص با مولکول‌های بزرگ نمونه اسپینل منیزیم - آهن را به عنوان یک کاتالیست قوی معرفی کرد.

شده است. با توجه به کوچک‌تر بودن اندازه مولکول‌های اولئیک اسید (حدود ۰/۸ nm) نسبت به قطر حفرات هر دو نمونه می‌توان گفت که هر دو کاتالیست شرایط مناسبی از نظر قطر حفرات برای ورود مولکول‌های مواد واکنش دهنده دارا هستند. یکی از اهداف سنتز اسپینل مغناطیسی منیزیم - فریت به روش سنتز احتراقی، بهبود مشخصات از جمله افزایش مساحت سطح، حجم و اندازه حفرات می‌باشد. مساحت سطح، طی فرایند سنتز احتراقی افزایش یافته است و قطر حفرات نیز برای این واکنش مناسب است. از طرفی با توجه به آنالیز FESEM نمونه گل قرمز و غیر متخلخل بودن آن می‌توان گفت که قطر حفرات حاصل شده از آنالیز BET-BJH مربوط به حفرات نمی‌باشد و احتمالاً به فاصله بین ذرات ارتباط پیدا می‌کند. با این توضیحات و با توجه قطر حفرات و اندازه سطح فعال نمونه‌ها می‌توان پیش‌بینی کرد که نمونه اسپینلی از شرایط بهتری برای انجام واکنش تولید بیودیزل برخوردار است.

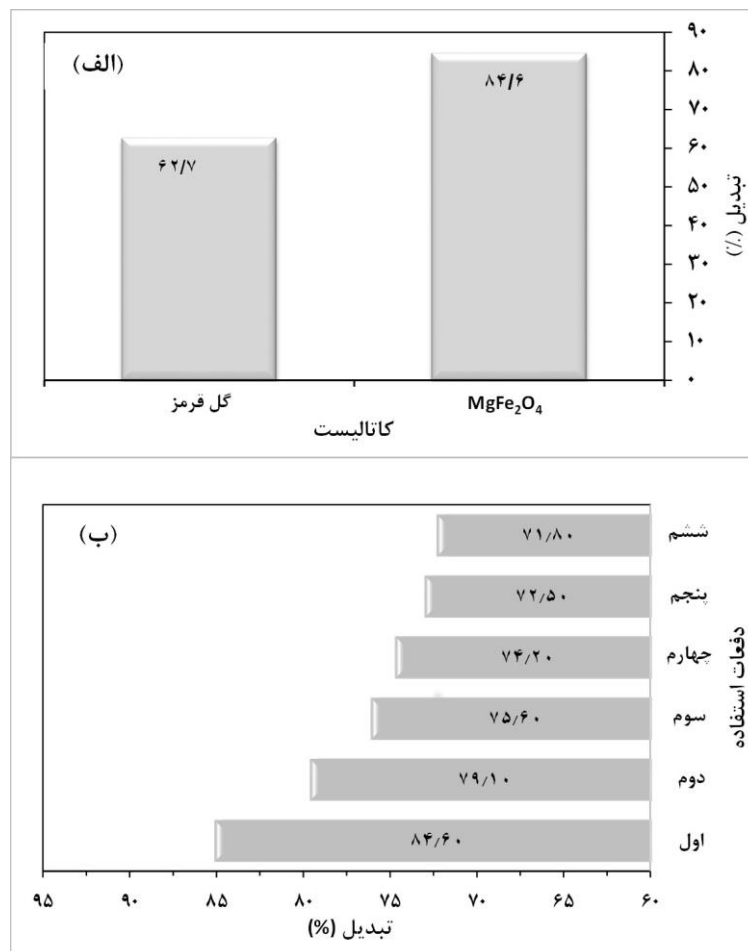
جدول ۱ مشخصات فیزیکی - شیمیایی نمونه‌های سنتز شده: الف)

اسپینل منیزیم - فریت (MgFe، ب) گل قرمز RM

نانوکاتالیست	مساحت سطح (m ² /g)	حجم حفرات (cm ³ /g)	قطر حفرات (nm)
اسپینل منیزیم - فریت	۶۲/۵۶۸	۰/۲۶۲	۲/۲۰۵
گل قرمز	۸/۰۰۳	۰/۱۳۴۱	۶۷/۰۱۷

عملکرد کاتالیست‌ها در تولید بیودیزل. عملکرد

نانوکاتالیست‌های سنتز شده برای واکنش تبادل استری در شرایط کاملاً یکسان (در دمای ۱۲۰°C، نسبت مولی الکل به روغن برابر با ۱۴، درصد وزنی کاتالیست نسبت به خوراک برابر ۶ و زمان واکنش ۴ ساعت) مورد بررسی قرار گرفت که نتایج این بررسی در شکل ۶- الف ارائه شده است. واکنش استری شدن با اولئیک اسید توسط دو نمونه اسپینل و گل قرمز با روش حرارت‌دهی معمولی انجام شد. درصد تبدیل محصول اصلی تولید شده (متیل استر اسیدهای چرب) که توسط تیتراسیون حاصل شد، مقدار تبدیل در واکنش با استفاده از



شکل ۶ الف) درصد تبدیل کاتالیست‌های سنتز شده در واکنش تولید بیودیزل،
ب) قابلیت استفاده مجدد نمونه اسپینلی (MgFe₂O₄)

ضایعات کارخانه‌های تولید آلومینوم) نسبت به کاتالیست اسپینلی را می‌توان مهم‌ترین نقطه قوت گل قرمز دانست. در هر حال اگر فقط مقدار تبدیل واکنش به عنوان عامل نهایی در نظر گرفته شود، کاتالیست اسپینل منیزیم - فریت می‌تواند انتخاب مناسبی در تولید بیودیزل توسط واکنش استریفیکاسیون باشد. هر چند که برای انتخاب یک کاتالیست صنعتی باید بررسی‌های اقتصادی نیز در نظر گرفته شود.

تقدیر و تشکر

با تشکر از «دانشکده مهندسی شیمی و مواد» و همچنین «آزمایشگاه تحقیقاتی کاتالیست و محیط زیست» مجتمع

نتیجه‌گیری

کاتالیست اسپینل مغناطیسی منیزیم - فریت به منظور مشاهده بهبود در درصد تبدیل بیودیزل تولیدی در مقایسه با کاتالیست گل قرمز طراحی، سنتز و نتایج آن مطالعه شد. هدف اصلی این پژوهش علاوه بر مشاهده تأثیر مثبت بر درصد تبدیل نهایی بیودیزل تولیدی، انتخاب کاتالیست مناسب برای تولید بیودیزل در واکنش استری شدن نیز بوده است. بررسی‌ها نشان داد که کاتالیست اسپینل منیزیم - فریت در فرایند تولید بیودیزل، به سبب ساختار متخلخل و سطح ویژه بالاتر آن دارای درصد تبدیل بسیار بالاتر (اختلاف حدود ۲۲٪) نسبت به کاتالیست گل قرمز است. با این وجود مزیت ارزان بودن و وفور گل قرمز

آموزش عالی و فنی مهندسی اسفراین که در انجام این پژوهش
نهایت همکاری را داشتند.

مراجع

- [1] K. Ghavami, F. Akhlaghian, and F. Rahmani, "Potassium compounds- Al_2O_3 catalyst synthesized by using the sol-gel urea combustion method for transesterification of sunflower and waste cooking oils," *Biomass Conversion and Biorefinery*, vol. 12, no. 4, pp. 1139-1152, 2022. <https://doi.org/10.1007/s13399-020-00731-z>
- [2] S. Ghavami, F. Akhlaghian, S. Mohammadiazar, and F. Rahmani, "Biodiesel production from sunflower and waste cooking oils using KO/RGO catalyst," *Environmental Progress & Sustainable Energy*, vol. 43, no. 1, p. e14235, 2024. <https://doi.org/10.1002/ep.14235>
- [3] A. Godarzi, P. Vaziri, F. Akhlaghian, F. Rahmani, and M. and Khaledian, "Innovative magnetic catalyst facilitates biodiesel production via transesterification of sunflower and waste cooking oils," *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, vol. 45, no. 4, pp. 12277-12294, 2023. <https://doi.org/10.1080/15567036.2023.2272671>
- [4] K. Ghavami, F. Rahmani, and F. Akhlaghian, "Production of Green Fuel Biodiesel from Sunflower Oil Using K_2O Nanoparticles Sonochemically Immobilized over Bentonite," *Fuel and Combustion*, vol. 13, no. 2, pp. 89-101, 2020.
- [5] F. Akram, H. Aslam, M. Suhail, T. Fatima, and I. ul Haq, "Divulging the future of sustainable energy: Innovations and challenges in algal biodiesel production for green energy," *Sustainable Energy Technologies and Assessments*, vol. 75, p. 104266, 2025. <https://doi.org/10.1016/j.seta.2025.104266>
- [6] M. Hassan Pranta and H. Muk Cho, "A comprehensive review of the evolution of biodiesel production technologies," *Energy Conversion and Management*, vol. 328, p. 119623, 2025. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2025.119623>
- [7] V. Mandari and S. K. Devarai, "Biodiesel production using homogeneous, heterogeneous, and enzyme catalysts via transesterification and esterification reactions: A critical review," *BioEnergy Research*, vol. 15, no. 2, pp. 935-961, 2022. <https://doi.org/10.1007/s12155-021-10333-w>
- [8] I. Riaz *et al.*, "A review on catalysts of biodiesel (methyl esters) production," *Catalysis Reviews*, vol. 66, no. 4, pp. 1084-1136, 2024. <https://doi.org/10.1080/01614940.2022.2108197>
- [9] H. Jabbari, "Production of methyl ester biofuel from sunflower oil via transesterification reaction," *Asian Journal of Nanosciences and Materials*, vol. 1, no. 2, pp. 52-55, 2018.
- [10] N. Anil *et al.*, "Advancements in sustainable biodiesel production: A comprehensive review of bio-waste derived catalysts," *Energy Conversion and Management*, vol. 318, p. 118884, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2024.118884>
- [11] I. S. Abd Manaf *et al.*, "A review for key challenges of the development of biodiesel industry," *Energy Conversion and Management*, vol. 185, pp. 508-517, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2019.02.019>
- [12] A. A. Babadi *et al.*, "Emerging technologies for biodiesel production: processes, challenges, and opportunities,"

- Biomass and Bioenergy*, vol. 163, p. 106521, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2022.106521>
- [13] K. Liu, G. Wei, Y. Zhu, L. Zhang, and Z. He, "A clean route of biodiesel production using red mud-based potassium catalyst," *Journal of Environmental Chemical Engineering*, vol. 11, no. 5, p. 111015, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2023.111015>
- [14] J. I. Orege *et al.*, "Recent advances in heterogeneous catalysis for green biodiesel production by transesterification," *Energy Conversion and Management*, vol. 258, p. 115406, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2022.115406>
- [15] Q. Liu, R. Xin, C. Li, C. Xu, and J. Yang, "Application of red mud as a basic catalyst for biodiesel production," *Journal of Environmental Sciences*, vol. 25, no. 4, pp. 823-829, 2013. [https://doi.org/10.1016/S1001-0742\(12\)60067-9](https://doi.org/10.1016/S1001-0742(12)60067-9)
- [16] M. Senthil, K. Visagavel, C. G. Saravanan, and K. Rajendran, "Investigations of red mud as a catalyst in Mahua oil biodiesel production and its engine performance," *Fuel Processing Technology*, vol. 149, pp. 7-14, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2016.03.027>
- [17] J. Duan *et al.*, "Tailoring nickel precursors on red mud supports for catalytic hydrodeoxygenation of palmitic acid towards green diesel production," *Renewable Energy*, vol. 241, p. 122279, 2025. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2024.122279>
- [18] M. Almessiere *et al.*, "Electronic, magnetic, and microwave properties of hard/soft nanocomposites based on hexaferrite $\text{SrNi}_0.02\text{Zr}_0.02\text{Fe}_{11.96}\text{O}_{19}$ with variable spinel phase MFe_2O_4 (M= Mn, Co, Cu, and Zn)," *Ceramics International*, vol. 47, no. 24, pp. 35209-35223, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.09.064>
- [19] P. Tancredi, P. C. Rivas-Rojas, O. Moscoso-Londoño, D. Muraca, M. Knobel, and L. M. Socolovsky, "Size and doping effects on the improvement of the low-temperature magnetic properties of magnetically aligned cobalt ferrite nanoparticles," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 894, p. 162432, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.162432>
- [20] B. Karmakar and G. Halder, "Accelerated conversion of waste cooking oil into biodiesel by injecting 2-propanol and methanol under superheated conditions: A novel approach," *Energy Conversion and Management*, vol. 247, p. 114733, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2021.114733>
- [21] M. T. Grosmann *et al.*, "Hydrated metal salt pretreatment and alkali catalyzed reactive distillation: A two-step production of waste cooking oil biodiesel," *Chemical Engineering and Processing-Process Intensification*, vol. 176, p. 108980, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2022.108980>
- [22] I. Rizwanul Fattah *et al.*, "State of the art of catalysts for biodiesel production," *Frontiers in Energy Research*, vol. 8, p. 101, 2020. <https://doi.org/10.3389/fenrg.2020.00101>
- [23] B. Changmai, C. Vanlalveni, A. P. Ingle, R. Bhagat, and S. L. Rokhum, "Widely used catalysts in biodiesel production: a review," *RSC advances*, vol. 10, no. 68, pp. 41625-41679, 2020. <https://doi.org/10.1039/D0RA07931F>
- [24] H. Nayebyzadeh, F. Naderi, and B. Rahmanivahid, "Assessment the synthesis conditions of separable magnetic spinel nanocatalyst for green fuel production: optimization of transesterification reaction conditions using response

- surface methodology," *Fuel*, vol. 271, p. 117595, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.117595>
- [25] T. Amani, M. Haghighi, and B. Rahmanivahid, "Microwave-assisted combustion design of magnetic Mg-Fe spinel for MgO-based nanocatalyst used in biodiesel production: Influence of heating-approach and fuel ratio," *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 80, pp. 43-52, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2019.07.029>
- [26] B. Rahmanivahid, M. Pinilla-de Dios, M. Haghighi, and R. Luque, "Mechanochemical synthesis of CuO/MgAl₂O₄ and MgFe₂O₄ spinels for vanillin production from isoeugenol and vanillyl alcohol," *Molecules*, vol. 24, no. 14, p. 2597, 2019. <https://doi.org/10.3390/molecules24142597>
- [27] B. Rahmanivahid, H. Ajamein, T. Zakizadeh, and H. Nayeibzadeh, "Fabrication of super basic BaxMg (1-x) Fe₂O₄ magnetic spinel nanocatalyst toward biodiesel production," *Materials Research Bulletin*, vol. 165, p. 112321, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2023.112321>
- [28] H. Nayeibzadeh and M. Hojjat, "Fabrication of SO₄²⁻/MO-Al₂O₃-ZrO₂ (M= Ca, Mg, Sr, Ba) as Solid Acid-Base Nanocatalyst Used in Trans/Esterification Reaction," *Waste and Biomass Valorization*, vol. 11, no. 5, pp. 2027-2037, 2020. <https://doi.org/10.1007/s12649-018-0526-0>



Ferdowsi University
of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

<https://jmme.um.ac.ir>



Iron&Steel
Society of Iran

Investigating Wear and Mechanical Behavior of A380 Aluminum Hybrid Nanocomposite Reinforced with Graphene Nanosheets and SiC Nanoparticles*

Research Article

Mohammad Alipour¹

DOI: [10.22067/jmme.2025.86140.1138](https://doi.org/10.22067/jmme.2025.86140.1138)

1- Introduction

There is a huge number of published results and researches on the mechanical properties and wear behavior of aluminum-based nanocomposites. According to these researches, the wear behavior and mechanical properties of the nanocomposite are improved by adding a reinforcing phase. The aim of the current study is to produce hybrid nanocomposites with AlA380 matrix reinforced with graphene nanosheets (0, 0.25, 0.5, 0.75 and 1 wt.%) and silicon carbide nanoparticles (0.5 wt.%). AlA380 alloy is chosen as the matrix material due to its hardness and good wear properties. In addition, it is a lightweight alloy compared to brass, copper and steel alloys. AlA380-GNPs-SiCnp nanocomposites were produced by a combination of powder metallurgy and spark plasma sintering (SPS) furnace. AlA380 with and without graphene nanosheets and silicon carbide nanoparticles will be subjected to wear tests to evaluate the wear resistance.

2- Experimental

AlA380 aluminum powder with an average particle size of 20 μm was used as raw materials. Different percentages of graphene nanosheets (0.00, 0.25, 0.50, 0.75, 1.00%) and a fixed percentage of SiC nanoparticles (0.5 wt.%) were added to the A380 aluminum alloy powder. The AlA380 and GNPs-SiC np mixture was then milled in a high-energy ball mill for 10 h at 250 rpm with a ball-to-powder mass ratio of 1:10 under argon atmosphere. Stearic acid flakes (2 wt.%) were added as a process control agent. To prevent overheating and sticking of the powder mixture, ball milling was continued for 30 min with a 15 min rest period in each milling cycle. The samples were subjected to SPS process at 540°C with a heating rate of 50°C/min and a pressure of 40 MPa for a holding time of 10 min and then cooled by a water circulation system in the furnace. The mold size used for sintering the samples was 15 mm $\times$ 10 mm. Three samples for each percentage were prepared using the process described above. Scanning electron microscope (SEM) was used to perform SEM images and EDS analysis of the nanocomposite powders and samples

(model: TE Scan Mira 3- Czech). Hardness test according to ASTM E10 standard was used to investigate the resistance of the nanocomposite to plastic deformation (ESEWAY 7500, force 30 kg and indentation diameter 2.5 mm). Dry sliding wear tests according to ASTM G99 standard were performed using a pin on a disc adjusted at room temperature. The counter plate used was a 100Cr6 steel disc with a hardness of 62 Rockwell C. Pins with a diameter of 5 mm and a length of 10 mm were in contact with a steel disk. All samples were tested at a rotational speed of 250 rpm, which corresponds to a speed of 0.5 m/s, under nominal loads of 10 N. A constant sliding distance of 1000 m was chosen to test all samples. The mass of all samples before and after the wear test was recorded using an electronic balance (Make: GR200-AND) with an accuracy of 0.1 mg.

3- Results and Discussion

Table 1 shows the hardness results of unmodified and nanocomposite samples. The slight improvement in hardness of nanocomposite samples can be the result of effective dispersion of graphene nanosheets and SiC nanoparticles in the matrix. As expected, the hardness values of nanocomposite samples are higher than those of unmodified samples.

Table 1. Hardness results of different nanocomposite samples.

Sample	Hardness (Hv)
A380	105
Al A380-0.5%SiC-0.25% GNPs	141
Al A380-0.5%SiC-0.5% GNPs	175
Al A380-0.5%SiC-0.75% GNPs	121
Al A380-0.5%SiC-1% GNPs	115

The coefficients of friction (COF) under 10 N loading conditions for different nanocomposites with different weight percentages of graphene nanosheets and a fixed percentage of silicon carbide nanoparticles are shown in Table 2. It is observed that at a given applied load, the friction coefficients are the highest for the unreinforced

*Manuscript received December 30, 2023, Revised January 24, 2024, Accepted May 10, 2025.

¹ Corresponding author: Faculty of Mechanical engineering, Department of Materials Engineering, University of Tabriz, Iran

Email: alipourmo@tabrizu.ac.ir

nanocomposites. The friction coefficients decrease with increasing weight percentage of GNP. This is due to the presence of reinforced nanoparticles in the nanocomposite. The highest amount of damage to the sample is for the case where no reinforcement is used. Hence, the amount of residual wear products should be the main reason for the large COF. The reinforcement of graphene nanosheets has reduced the COF due to its self-lubricating property. During wear, the graphene nanosheets separate from the nanocomposite and create a lubricating layer on the surface between the two materials, which reduces the friction coefficient. The more graphene nanosheets are uniformly dispersed within the matrix, the more it improves the stiffness of the nanocomposite, reducing the coefficient of friction and reducing the amount of wear. In addition, for nanocomposites, due to their higher mechanical properties, it is easier to maintain the stability of the surface oxide layer, thus resulting in relatively less fluctuation.

The wear results for A380 aluminum alloy for unmodified and nanocomposites are shown in Table 5. Table 5 shows the weight loss. These results were obtained at a constant load (10 N) and a constant disk rotation speed (250 rpm). It is observed that the weight loss decreased with increasing graphene content. From Table 5, it is clear that the addition of graphene nanosheets and SiC nanoparticles to A380 aluminum alloy reduced the weight loss compared to the unmodified aluminum alloy. This can

be attributed to the uniform distribution and dispersion of graphene nanosheets and SiC nanoparticles in the nanocomposites modified with 0.5 wt. % graphene.

Table 2. Coefficient of friction for AlA380 alloy and nanocomposites for different weight percentages of graphene

Sample	Coefficient of friction
A380	0.689
Al A380-0.5%SiC-0.25% GNPs	0.521
Al A380-0.5%SiC-0.5% GNPs	0.455
Al A380-0.5%SiC-0.75% GNPs	0.561
Al A380-0.5%SiC-1% GNPs	0.571

Table 3. Weight loss as a function of GNPs content for unrefined and refined nanocomposites

Sample	Weight loss(mg)
A380	6
Al A380-0.5%SiC-0.25% GNPs	2.4
Al A380-0.5%SiC-0.5% GNPs	2
Al A380-0.5%SiC-0.75% GNPs	2.1
Al A380-0.5%SiC-1% GNPs	2.3

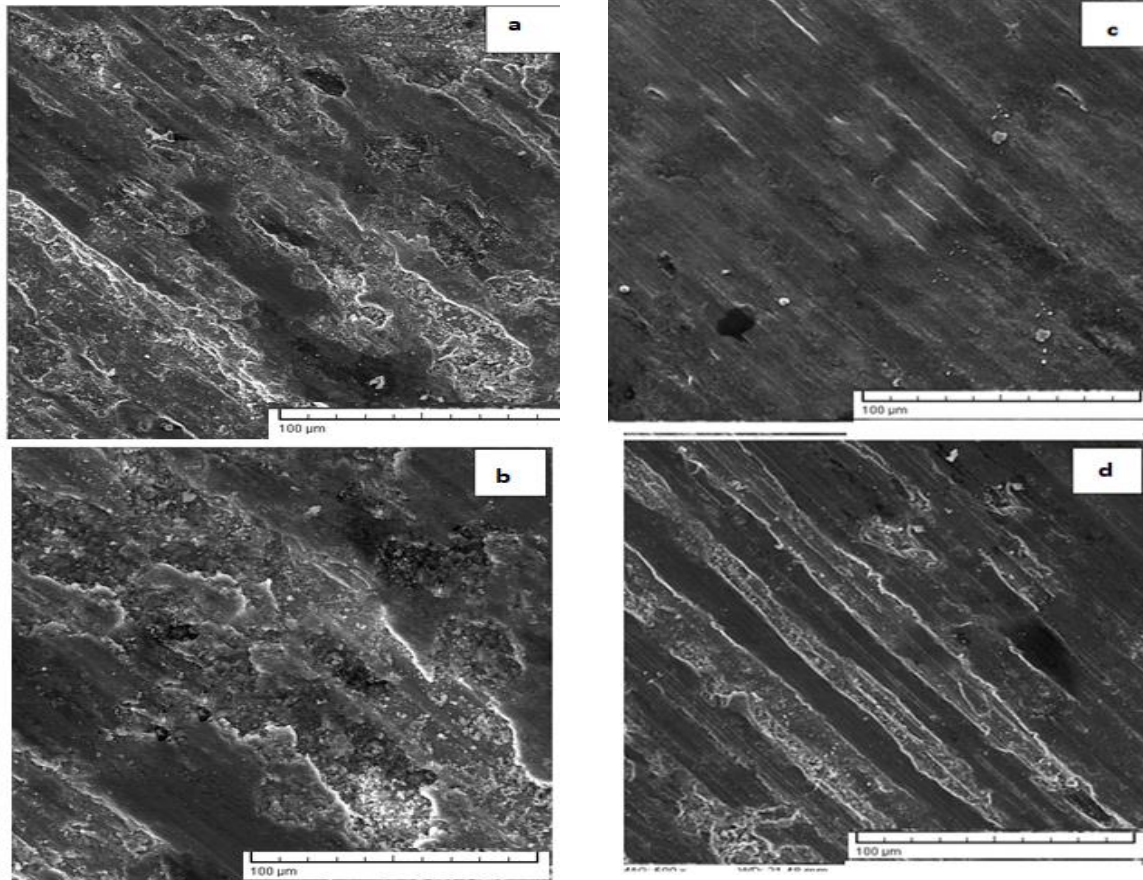


Fig. 1 SEM images of worn surfaces of (a) pure AlA380, (b) 0.25 wt. %GNP, (c) 0.5 wt.% GNP and (d) 1.0 wt.% GNP tested under 10 N applied load.

4- Conclusions

Figure 1 shows the wear morphology of the investigated nanocomposite under 10 N loading conditions. The degree of surface damage of the graphene/Al A380 composite decreases with increasing the reinforcement content up to 0.5 wt. %. In this case, the graphene layers come to the surface and act as a lubricant during wear, reducing the wear rate and friction coefficient. According to these results, the more graphene content is greater than 0.5 wt. % of graphene, the greater the wear rate due to the reduction in hardness and the separation of agglomerated particles that have weak bonding energy with the surface, so lubrication is not performed well.

In this study, A380 aluminum matrix nanocomposites reinforced with GNPs-SiC np were produced and the microstructural, mechanical and tribological behavior of these nanocomposites were investigated. The experimental findings are summarized as follows:

- 1- The optimal amount of nanoparticles is 0.5 wt% GNP.
- 2- When the weight percentage of the nanocomposite reaches more than 0.5 wt%. The aggregation of GNPs at the grain boundary causes brittleness, porosity, less surface bonding and consequently a decrease in mechanical properties.
- 3- The addition of nano-reinforcement significantly improved the wear resistance of the nanocomposites.
- 4- However, excessive increase in the amount of graphene causes aggregation and agglomeration, thus increasing the COF and wear rate.
- 5- The wear resistance of the produced nanocomposites is higher than that of the base sample and the weight reduction of the base sample is 3 times compared to the optimal sample. The friction coefficient due to the self-lubricating nature of graphene for the base sample and the nanocomposite containing 0.5 wt.% graphene is 0.689 and 0.455, respectively, which indicates a decrease in the friction coefficient. Also, the hardness of the samples increases from 105 Vickers for the base sample to 175 Vickers for the sample containing 0.5 wt.% graphene.
- 6- There was a transition of the wear mechanism from a combination of lamellar wear, adhesive wear and abrasive wear to mild abrasive wear with an increase in the reinforcing content of graphene nanosheets up to 0.5 wt.%.
- 7- Increasing the graphene content was beneficial for the formation of MML during the dry sliding process, which can not only protect the worn surface but also reduce the COF of the nanocomposites.



بررسی رفتار سایشی و مکانیکی نانوکامپوزیت هیبریدی آلومینیوم A380 تقویت شده با نانوصفحات گرافن و نانوذرات SiC*

مقاله پژوهشی

محمد علی پور^(۱)

DOI: 10.22067/jmme.2025.86140.1138

چکیده هدف از این تحقیق بررسی ریزساختار و رفتار سایشی نانوکامپوزیت آلایژ آلومینیوم A380 تقویت شده با نانوصفحات گرافن (GNPs) و نانوذرات SiC تولید شده به روش آسیاب گلوله‌ای و کوره تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای (SPS) است. درصد نانوذرات SiC ثابت و درصد نانوصفحات گرافن متغیر در نظر گرفته شد. نانوصفحات گرافن با درصدهای ۰.۲۵، ۰.۵، ۰.۷۵ و ۱ درصد وزنی و نانوذرات SiC در ۰.۵ درصد وزنی به نانوکامپوزیت اضافه شدند. وجود GNP های پراکنده با سطح ویژه بالا به طور قابل توجهی استحکام و سختی کامپوزیت‌ها را افزایش می‌دهد. مطالعات ریزساختاری آلایژ نشان داد که افزودن GNPs تا ۰.۵ درصد وزنی اندازه دانه را کاهش می‌دهد، اما افزودن مقدار GNP بیشتر (۱ درصد وزنی GNPs) اندازه دانه را به طور قابل توجهی تغییر نمی‌دهد. در مقادیر بالاتر GNP، وجود آگلومره گرافن در مرزهای دانه‌ها مسیر مطلوبی برای رشد ترک است. مقدار بهینه نانوصفحات ۰.۵ درصد وزنی به دست آمد. مقاومت در برابر سایش نانوکامپوزیت‌های تولید شده نسبت به نمونه پایه بیشتر بوده و کاهش وزن نمونه پایه نسبت به نمونه بهینه ۳ برابر می‌باشد. ضریب اصطکاک به دلیل ماهیت خودروان‌کننده گرافن برای نمونه پایه و نانوکامپوزیت حاوی ۰.۵ درصد وزنی گرافن به ترتیب برابر است با ۰.۶۸۹ و ۰.۴۵۵، که نشان دهنده کاهش ضریب اصطکاک می‌باشد. همچنین سختی نمونه‌ها از ۱۰۵ ویکرز برای نمونه پایه به ۱۷۵ ویکرز برای نمونه حاوی ۰.۵ درصد وزنی گرافن افزایش می‌یابد.

واژه‌های کلیدی نانوکامپوزیت زمینه آلومینیوم، رفتار سایشی، خواص مکانیکی، ریزساختار، گرافن، کاربید سیلیسیم.

Investigating Wear and Mechanical Behavior of A380 Aluminum Hybrid Nanocomposite Reinforced with Graphene Nanosheets and SiC Nanoparticles

Mohammad Alipour

Abstract The purpose of this research is to investigate the microstructure and wear behavior of A380 alloy nanocomposite reinforced with graphene nanoplates (GNPs) and SiC nanoparticles produced by ball milling and spark plasma sintering furnace (SPS). The percentage of SiC nanoparticles was fixed and the percentage of graphene nanosheets was considered variable. Graphene nanosheets with percentages of 0.25, 0.5, 0.75 and 1% by weight and SiC nanoparticles at 0.5% by weight were added to the nanocomposite. The presence of dispersed GNPs with high specific surface area significantly increases the strength and hardness of composites. Microstructural studies of the alloy showed that the addition of GNPs up to 0.5 wt% reduced the grain size, but the addition of a higher amount of GNPs (1 wt%) did not significantly change the grain size. At higher GNP values, the presence of graphene agglomerates at the grain boundaries is a favorable path for crack growth. The optimal amount of nanosheets was 0.5% by weight. The wear resistance of the produced nanocomposites is higher than the base sample and the weight reduction of the base sample is 3 times compared to the optimal sample. Due to the self-lubricating nature of graphene, the friction coefficient for the base sample and the nanocomposite containing 0.5% by weight of graphene is 0.689 and 0.455, respectively, which indicates a reduction in the friction coefficient. Also, the hardness of the samples increases from 105 Vickers for the base sample to 175 Vickers for the sample containing 0.5% by weight of graphene.

Keywords Aluminum-based nanocomposite, Wear behavior, Mechanical properties, Microstructure, Graphene, Silicon carbide.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۲/۱۰/۹ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۲/۲۱ می‌باشد.

Email: alipourmo@tabrizu.ac.ir

(۱) استادیار، مهندسی مواد، دانشکده مکانیک، گروه مهندسی مواد، دانشگاه تبریز.

درصد وزنی) می‌باشد. آلیاژ AIA380 به دلیل سختی و خواص سایش خوب به عنوان ماده زمینه انتخاب می‌شود. علاوه بر این، این یک آلیاژ سبک در مقایسه با آلیاژ برنج، مس و فولاد است. نانوکامپوزیت‌های AIA380-GNPs-SiCnp با ترکیبی از متالورژی پودر و کوره تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای (SPS) تولید شدند. AIA380 با و بدون نانوصفحات گرافن و نانوذرات کاربید سیلیسیم تحت آزمایش سایش برای ارزیابی مقاومت به سایش قرار خواهند گرفتند.

پودر آلومینیوم AIA380 با اندازه ذرات متوسط ۲۰ میکرومتر به دست آمد. شکل پودر آلومینیوم خام AIA380 کروی است. جدول (۱) ترکیبات شیمیایی AIA380 را فهرست می‌کند. GNP با خلوص ۹۹٫۹ درصد در ۵-۱۲ لایه و صفحات با قطر ۱-۲۰ میکرون تهیه شد. نانوذرات SiC با خلوص ۹۹٫۹ درصد با قطر ۷۰ نانومتر تهیه شد.

Substance	Al	Si	Cu	Fe	Zn	Mn
Wt. %	Bal	8.5	3.5	1.3	3.0	0.5

درصد‌های مختلف نانوصفحات گرافن (۰،۰۰، ۰،۲۵، ۰،۵۰، ۰،۷۵، ۱،۰۰ درصد) و درصد ثابت نانوذرات SiC (۰،۵) درصد (وزنی) به پودر آلباژ آلومینیوم A380 اضافه شد. مخلوط Al A380 و GNPs-SiCnp سپس در یک آسیاب گلوله‌ای پر انرژی به مدت ۱۰ ساعت در ۲۵۰ دور در دقیقه با نسبت جرم توپ به پودر ۱:۱۰ در اتمسفر آرگون آسیاب شد. تکه‌های اسید استئاریک (۲ درصد وزنی) به عنوان یک عامل کنترل فرایند اضافه شد. برای جلوگیری از گرم شدن بیش از حد و چسبیدن مخلوط پودر، هر ۳۰ دقیقه آسیاب گلوله‌ای با ۱۵ دقیقه استراحت در هر چرخه آسیاب ادامه پیدا کرد. نمونه‌ها در دمای ۵۴۰ درجه سانتی‌گراد با سرعت حرارت ۵۰ درجه سانتی‌گراد در دقیقه و فشار ۴۰ مگاپاسکال برای مدت زمان نگهداری ۱۰ دقیقه تحت فرایند SPS قرار گرفتند. سپس، توسط سیستم گردش آب در کوره خنک شدند.

تقاضا برای کاهش هزینه در حوزه حمل و نقل مانند صنایع خودرو یا هوافضا، کاهش مصرف سوخت را می‌طلبد که به نوبه خود با کاهش وزن قابل دستیابی است. از این نظر آلومینیوم و آلیاژهای آن به دلیل چگالی کم، استحکام بالا و شکل‌پذیری خوب کاندیدای اصلی برای این نوع کاربردها هستند. گرافن به عنوان یک کلاس نوظهور از نانوساختارهای کربنی به دلیل ویژگی‌های مکانیکی برجسته‌اش مورد توجه زیادی قرار گرفته است [1,2]. به دلیل نانوساختار دو بعدی و سطح ویژه بالاتر، نانوصفات گرافن (GNPs) از نظر استحکام بهتر از نانولوله‌های کربنی (CNTs) عمل می‌کنند [3-6]. در نتیجه، GNPها به عنوان یک گزینه نانو تقویت کننده مؤثر برای کامپوزیت‌های سبک قوی، به ویژه در صنایع هوانوردی و فضاوردی ظاهر شده‌اند [7]. آلومینیوم و آلیاژهای آن به عنوان پرمصرف‌ترین فلز ساختاری سبک وزن، دارای ویژگی‌هایی مانند استحکام ویژه بالا، قابلیت بازیافت خوب، ماشین‌کاری عالی و هزینه کم هستند. با این حال، سختی پایین‌تر و مقاومت ضعیف در برابر سایش Al و آلیاژهای آن به شدت کاربرد آتی آن را در شرایط خدمات غیر قابل پیش‌بینی و تقاضا در زمینه فناوری پیشرفته با مشکل مواجه کرده است [8,9]. اگر چه روش‌های مقاوم‌سازی سنتی مانند عملیات حرارتی و کار سرد می‌توانند خواص مکانیکی Al و آلیاژهای آن را تا حدی افزایش دهند، اما برای افزایش مقاومت سایشی مناسب نیستند [10]. در نتیجه، به منظور دستیابی به هدف بهبود قابل توجه خواص مکانیکی و سایشی Al و آلیاژهای آن، چندین محقق مطالعه خود را بر روی کامپوزیت‌های زمینه Al (AMCs) متمرکز کرده‌اند [9,11-13]. بارتولوچی و همکاران [14] جزو اولین کسانی بودند که در سال ۲۰۱۱ از آسیاب گلوله‌ای برای ترکیب گرافن در نانوکامپوزیت‌های زمینه آلومینیوم استفاده کردند.

تحقیقات زیادی در مورد خواص مکانیکی و رفتار سایش نانوکامپوزیت‌های مبتنی بر آلومینیوم انجام شده است. بر اساس این تحقیق، با افزودن فاز تقویت کننده، رفتار سایشی و خواص مکانیکی نانوکامپوزیت بهبود می‌یابد [15-22].

در این تحقیق هدف تولید نانو کامپوزیت های هیبریدی با زمینه AIA380 تقویت شده با نانوصفحات گرافن (۰، ۲۵، ۵۰، ۷۵، ۰ درصد و ۱ درصد وزنی) و نانوذرات کربید سیلیسیم (۰، ۵)

نانوصفحات می‌شود. دلیل توزیع یکنواخت استفاده از روش آسیاب گلوله‌ای برای پخش نانوصفحات گرافن در زمینه آلیاژ آلومینیوم است.

در شکل (۳) ریزساختار نانوکامپوزیت در درصد‌های مختلف گرافن نشان داده شده است. در این شکل فاز خاکستری آلومینیوم است. تخلخل‌ها و تراکم فاز تقویتی در مرزهای دانه Al به صورت مناطق سیاه‌رنگ دیده می‌شوند، همان طور که در شکل (۳-د) و (۳-ه) نشان داده شده است. در آلومینیوم تقویت شده با گرافن که می‌توان آن را در تصاویر SEM به عنوان مناطق تاریک تشخیص داد که در امتداد مرزهای دانه Al نفوذ کرده و باعث تراکم قابل توجهی می‌شود.

جدول (۲) تأثیر مقادیر مختلف نانوصفحات گرافن را بر میانگین اندازه دانه نمونه‌ها بعد از تف‌جوشی نشان می‌دهد. مطالعه نمونه‌ها وجود ویژگی‌های ریزساختاری متفاوتی را نشان داد که ممکن است منجر به خواص مکانیکی متفاوتی شود. از جدول (۲) مقادیر بهینه نانوصفحات گرافن ۰٫۵ درصد وزنی تعیین شد. چندین مکانیسم برای فرایند اصلاح دانه پیشنهاد شده است. در برخی مکانیسم‌ها وجود مقداری ذره به عنوان مؤثر در فرایند اصلاح دانه شناخته شده است.

جدول ۲ اندازه دانه در درصد‌های مختلف نانوصفحات گرافن

Sample	Grain size (micron)
A380	150±30
Al A380-0.5%SiC-0.5% GNPs	70±15
Al A380-0.5%SiC-0.75% GNPs	72±13
Al A380-0.5%SiC-1% GNPs	83±15

سختی

جدول (۳) نتایج سختی نمونه‌های اصلاح نشده و نمونه‌های نانوکامپوزیت را نشان می‌دهد. بهبود جزئی در سختی نمونه‌های نانوکامپوزیت می‌تواند نتیجه پراکندگی مؤثر نانو صفحات گرافن و نانوذرات SiC در زمینه باشد. همان طور که انتظار می‌رفت، مقادیر سختی نمونه‌های نانوکامپوزیت بالاتر از نمونه‌های اصلاح نشده است.

اندازه قالب استفاده شده برای تف‌جوشی نمونه‌ها 15 میلی‌متر $\times$ ۱۰ میلی‌متر بود. سه نمونه برای هر درصد با استفاده از فرایند توضیح داده شده در بالا تهیه شد.

مشخصه‌یابی

میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) برای انجام تصاویر SEM و آنالیز EDS از پودرها و نمونه‌های نانوکامپوزیت (مدل TEScan Mira 3- Czech) استفاده شد. آزمون سختی بر اساس استاندارد ASTM E10 برای بررسی مقاومت نانوکامپوزیت در برابر تغییر شکل پلاستیک (ESEWAY 7500، نیروی ۳۰ کیلوگرم و فرورفتگی قطر ۲٫۵ میلی‌متر) استفاده شد. آزمون‌های سایش لغزشی خشک مطابق با استاندارد ASTM G99 با استفاده از یک پین روی دیسک تنظیم شده در دمای اتاق انجام شد. صفحه مقابل استفاده شده، دیسک فولادی 100Cr6 با سختی ۶۲ راکول سی بود. پین‌ها به قطر ۵ میلی‌متر و طول ۱۰ میلی‌متر در تماس با دیسک فولادی بودند. همه نمونه‌ها با سرعت چرخشی ۲۵۰ دور در دقیقه، که مربوط به سرعت ۰٫۵ متر بر ثانیه است، تحت بارهای اسمی ۱۰ نیوتن مورد آزمایش قرار گرفتند. فاصله لغزشی ثابت ۱۰۰۰ متر برای آزمایش همه نمونه‌ها انتخاب شد. جرم تمام نمونه‌ها قبل و بعد از آزمون سایش با استفاده از ترازوی الکترونیکی (Make: GR200-AND) با دقت ۰٫۱ میلی گرم ثبت شد.

نتایج و بحث

مطالعات ریزساختاری

ذرات آلومینیوم آلیاژی A380 اولیه، که در شکل (۱-الف) نشان داده شده‌اند، کروی شکل هستند و قطری در حدود ۴۰ میکرومتر دارند و ذرات آلومینیوم در شکل (۱-ب) پس از ۱۰ ساعت آسیاب گلوله‌ای به صورت ورقه‌ای صاف درآمده‌اند. شکل (۱-ج) و (۱-د) نیز نانوذرات کاربید سیلیسیم و نانوصفحات گرافن را به روی پودر آلومینیوم بعد از ۱۰ ساعت آسیاب نشان می‌دهد. توزیع فاز تقویت کننده در نمونه‌ها با استفاده از نقشه‌برداری اشعه ایکس تعیین شد. شکل (۲) توزیع عناصر C و Si در نمونه‌ها را که به صورت توزیع یکنواخت در زمینه آلومینیوم A380 پس از تف‌جوشی است نشان می‌دهد. در حالی که افزایش درصد وزنی به بیش از ۰٫۵ درصد نانوصفحات گرافن باعث آگلومره شدن

جدول ۳ نتایج سختی نمونه‌های مختلف نانوکامپوزیت

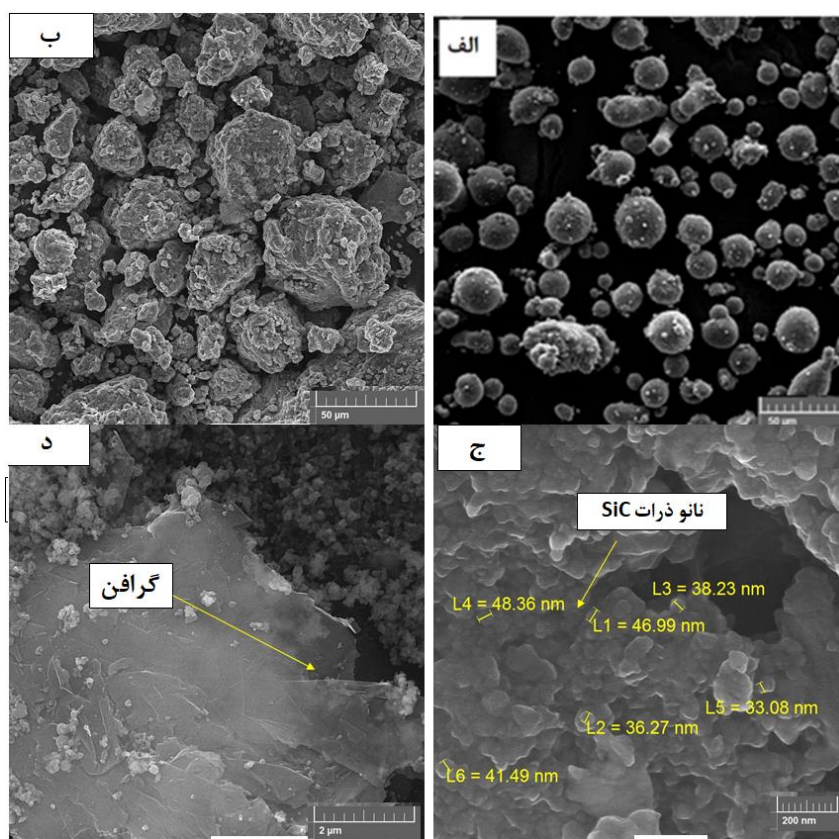
Sample	Hardness (Hv)
A380	105
Al A380-0.5%SiC-0.25% GNPs	141
Al A380-0.5%SiC-0.5% GNPs	175
Al A380-0.5%SiC-0.75% GNPs	121
Al A380-0.5%SiC-1% GNPs	115

رفتار سایشی

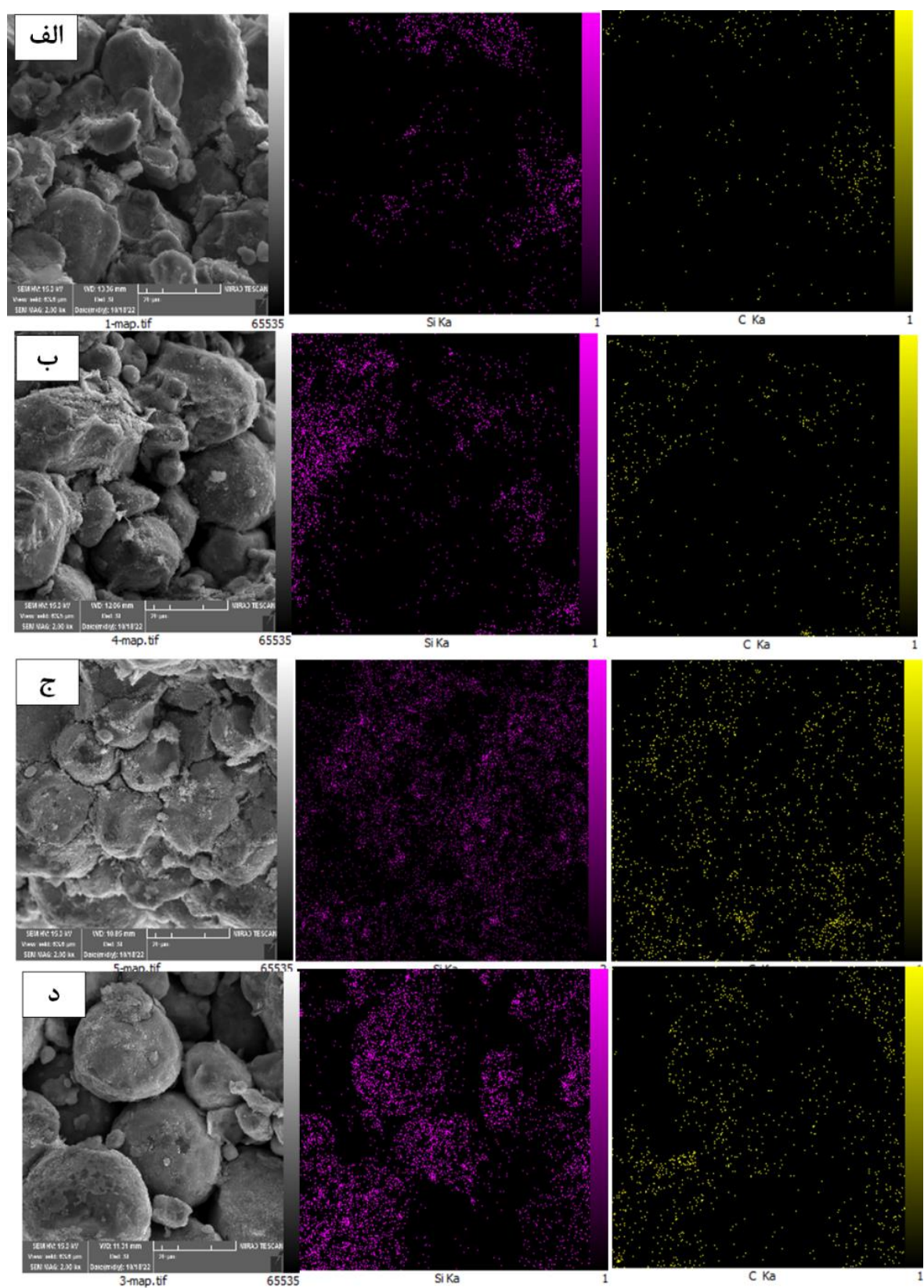
ضرایب اصطکاک (COF) تحت شرایط بارگذاری ۱۰ نیوتن برای نانوکامپوزیت‌های مختلف با درصد‌های وزنی مختلف نانوصفحات گرافن و درصد ثابت نانوذرات کاربید سیلیسیم در جدول (۴) نشان داده شده است. مشاهده شده است که در یک بار اعمال شده معین، ضرایب اصطکاک برای نانوکامپوزیت‌های تقویت نشده بیشترین مقدار است. ضرایب اصطکاک با افزایش

درصد وزنی GNP کاهش می‌یابد. این به دلیل وجود نانوذرات تقویت شده در نانوکامپوزیت است. بیشترین مقدار آسیب نمونه برای حالتی می‌باشد که هیچ تقویت کننده‌ای استفاده نشده است. از این رو، مقدار محصولات سایش باقی مانده باید دلیل اصلی بزرگ بودن COF باشد. تقویت کننده نانوصفحات گرافن به دلیل خاصیت خودروان کاری COF را کاهش داده است.

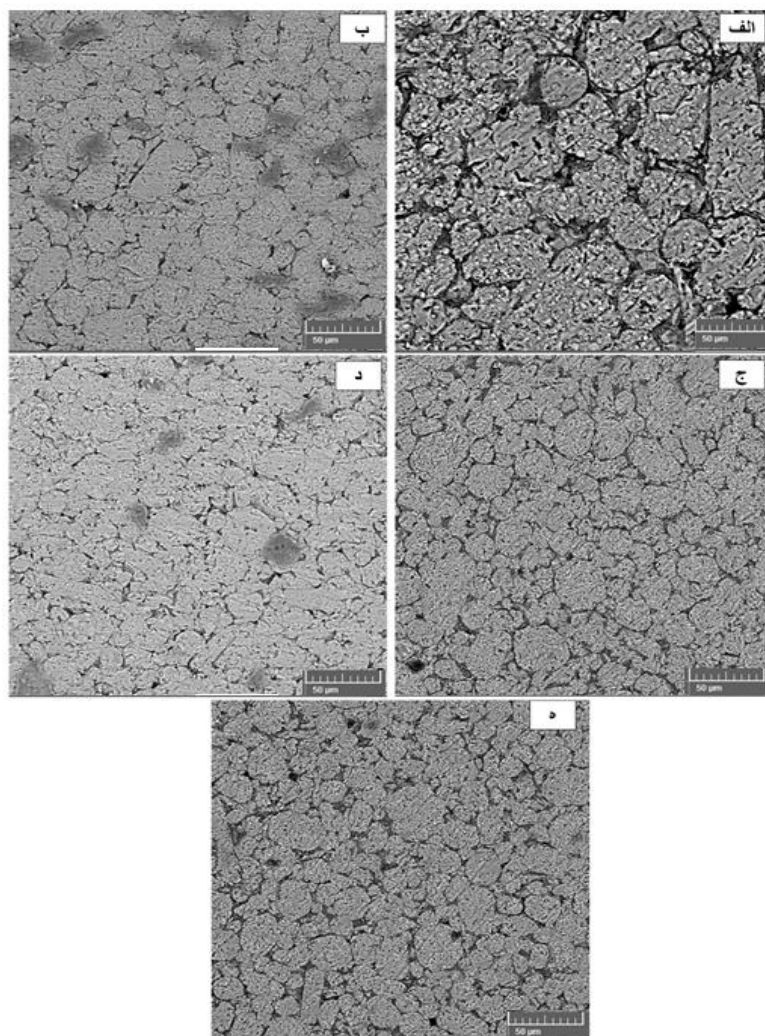
در حین سایش، نانوصفحات گرافن از نانوکامپوزیت جدا می‌شود و یک لایه روان‌کننده روی سطح بین دو ماده ایجاد می‌کند که ضریب اصطکاک را کاهش می‌دهد. هر چه نانوصفحات گرافن به طور یکنواخت در داخل زمینه پخش شوند، سختی نانوکامپوزیت را بیشتر بهبود می‌بخشد و ضریب اصطکاک را کاهش می‌دهد و مقدار سایش را کاهش می‌دهد. علاوه بر این، برای نانوکامپوزیت‌ها، به دلیل خواص مکانیکی بالاتر آن‌ها، حفظ پایداری لایه اکسید سطحی آسان‌تر است و بنابراین منجر به نوسان نسبتاً کمتری می‌شود [23].



شکل ۱ مورفولوژی SEM: (الف) پودر آلومینیوم اولیه، (ب) پودرهای آلیاژ گلوله‌ای آسیاب شده در ۱۰ ساعت به همراه نانوذرات SiC و نانوصفحات گرافن، (ج) نانوذرات SiC و (د) نانوصفحات گرافن



شکل ۲ تصاویر SEM از نانوکامپوزیت تولید شده از: (الف) ۰.۲۵ وزنی، (ب) ۰.۵ وزنی، (ج) ۰.۷۵ وزنی، (د) ۱ درصد وزنی نانوصفحات گرافن (۰.۵ درصد وزنی SiC برای همه نمونه‌ها)



شکل ۳ تصاویر SEM الکترون برگشتی از سطوح: (الف) آلیاژ آلومینیوم خالص و نانوکامپوزیت‌ها برای درصد‌های وزنی مختلف گرافن، (ب) ۰,۲۵ وزنی، (ج) ۰,۵ وزنی، (د) ۰,۷۵ وزنی و (ه) ۱ درصد وزنی

گرافن باشد. GNPهایی که در داخل زمینه تجمع می‌یابند به عنوان مراکز تنش در هنگام سایش عمل می‌کنند و باعث می‌شوند که قطعه از آن نقطه شکسته شود. این امر باعث کاهش مقاومت به سایش و افزایش نرخ سایش در نمونه‌های حاوی ۰,۷۵٪ و ۱٪ نانوصفحات گرافن می‌شود.

شکل (۴) مورفولوژی سایش نانوکامپوزیت بررسی شده در شرایط بارگذاری ۱۰ نیوتن را نشان می‌دهد. درجه آسیب سطحی کامپوزیت گرافن/A380 Al با افزایش محتوای تقویت کننده تا ۰,۵ درصد وزنی کاهش می‌یابد. در این حالت، لایه‌های گرافن به سطح می‌آیند و در هنگام سایش به عنوان روان کننده عمل می‌کنند و نرخ سایش و ضریب اصطکاک را کاهش می‌دهند. بر اساس این نتایج، هر چه میزان گرافن بیشتر از ۰,۵ درصد وزنی گرافن باشد، میزان سایش ناشی از کاهش سختی و جدا شدن

مقادیر میانگین COF برای نانوکامپوزیت‌ها و آلیاژ زمینه A380 در جدول (۴) نشان داده شده است، کاهش اندازه ذرات زمینه در مقایسه با تقویت کننده‌ها همچنین COF و نرخ سایش کامپوزیت را کاهش می‌دهد [24]. در این تحقیق، کاهش اندازه ذرات زمینه از طریق آسیاب گلوله‌ای منجر به توزیع همگن تقویت کننده‌ها در زمینه می‌شود و در نتیجه مقاومت به سایش نانوکامپوزیت‌ها را افزایش می‌دهد.

علاوه بر این، نانوکامپوزیت‌های توسعه یافته توسط فرایند آسیاب گلوله‌ای و به دنبال آن SPS با ۰,۵ درصد وزنی نانوصفحات گرافن و ۰,۵ درصد وزنی نانوذرات کاربید سیلسیم، حداکثر مقاومت در برابر سایش را ایجاد می‌کنند. در حالی که ضریب اصطکاک در مورد ۰,۷۵ درصد وزنی و ۱,۰ درصد وزنی محتوای گرافن نسبتاً بالا است. این ممکن است به دلیل تجمع

از سطح ایفا می‌کند و منجر به آسیب سایش نسبتاً خفیف می‌شود. علاوه بر این، وجود آهن نشان دهنده انتقال مواد از دیسک فولادی به نمونه نانوکامپوزیت است. بر اساس بررسی میکروسکوپی لایه سطحی و محصولات سایش در سیستم سایش لغزشی آلیاژ Al-Si در برابر فولاد M2، [25] Li et al. خاطر نشان کرد که انتقال مواد از سطح دیسک به سطح سایش کامپوزیت و تشکیل یک لایه مخلوط مکانیکی (MML) در سایش لغزشی خشک اتفاق می‌افتد. یک لایه MML در هنگام سایش لغزشی تشکیل می‌شود و از تقویت کننده‌ها، زمینه و اکسیدهای آن تشکیل شده است.

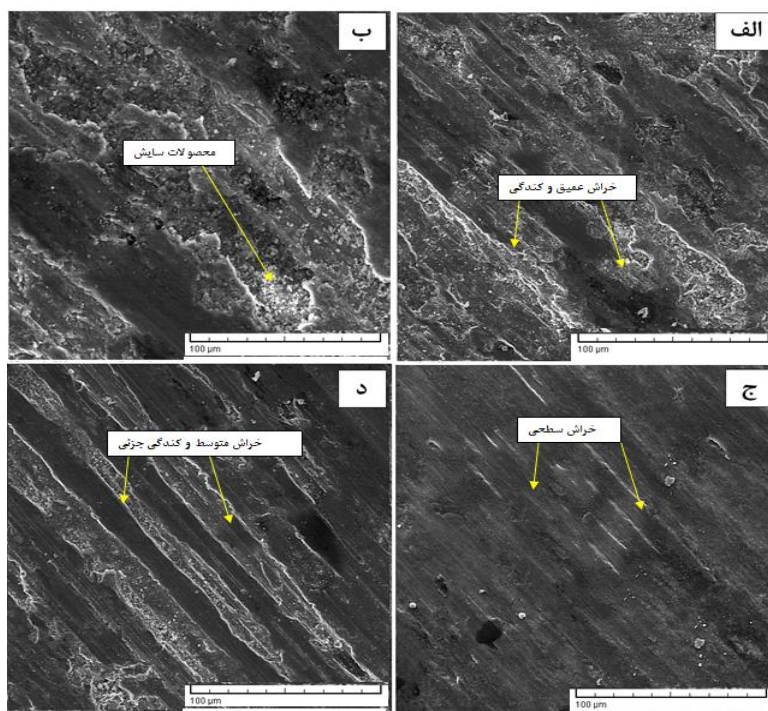
جدول ۴ ضریب اصطکاک برای آلیاژ A1A380 و نانوکامپوزیت‌ها برای درصدهای وزنی مختلف گرافن

Sample	Coefficient of friction
A380	0.689
Al A380-0.5%SiC-0.25% GNPs	0.521
Al A380-0.5%SiC-0.5% GNPs	0.455
Al A380-0.5%SiC-0.75% GNPs	0.561
Al A380-0.5%SiC-1% GNPs	0.571

ذرات آگلومره شده که انرژی پیوند ضعیفی با سطح دارند، بیشتر می‌شود، بنابراین روان‌کاری به خوبی انجام نمی‌شود.

به وضوح می‌توان مشاهده کرد که در نمونه‌های حاوی گرافن بیشتر از ۰.۵ درصد وزنی سایش شدیدتر می‌شود. مانند لایه‌برداری، شیارهای عمیق و تغییر شکل پلاستیک در A1A380 خالص انجام می‌شود. همچنین در مقایسه با نانوکامپوزیت آلومینیوم/گرافن، شیارهای سایش به طور قابل توجهی وسیع‌تر هستند. در مقایسه، تمام سطوح سایش یافته نانوکامپوزیت‌ها شیارهای کم‌عمق، لایه‌برداری کمتر و مسیر سایش باریک‌تر را نشان می‌دهند. برای نانوکامپوزیت‌های آلومینیوم - گرافن با ۰.۵ درصد وزنی، سطح سایش نسبتاً صاف و فشرده است که با تغییر شکل جزئی و شیارهای کم عمق همراه است، که در آن سایش چسبان تقریباً وجود ندارد (شکل ۴-ج). با این وجود، مقداری خیلی کمی محصولات سایش را می‌توان به وضوح در شکل (۴-ج) یافت که وقوع سایش ساییده را در نانوکامپوزیت‌های تقویت شده با ۰.۵ درصد وزنی گرافن نشان می‌دهد.

با توجه به سطوح سائیده شده نسبتاً سالم و صاف در نانوکامپوزیت حاوی ۰.۵ درصد وزنی نانوصفحات گرافن، می‌توان استنباط کرد که اکسیداسیون سطح می‌تواند منجر به یک لایه اکسیداسیون متراکم و پایدار شود که نقش مثبتی در محافظت



شکل ۴ تصاویر SEM از سطوح سائیده شده: (الف) A1A380 خالص، (ب) ۰.۲۵ درصد وزنی GNP، (ج) ۰.۵ درصد وزنی GNP و (د) ۱.۰ درصد وزنی GNP تحت بار اعمال شده ۱۰ نیوتن

وزنی برسد. تجمع GNPs در مرز دانه باعث تردی، تخلخل، پیوند سطحی کمتر و در نتیجه کاهش خواص مکانیکی می‌شود.

۳. افزودن تقویت کننده نانویی مقاومت به سایش نانوکامپوزیت‌ها را به میزان قابل توجهی بهبود بخشید.

۴. با این حال، افزایش بیش از حد مقدار گرافن باعث تجمع و آگلومره شدن می‌شود، بنابراین COF و نرخ سایش افزایش می‌یابد.

۵. مقاومت در برابر سایش نانوکامپوزیت‌های تولید شده نسبت به نمونه پایه بیشتر بوده و کاهش وزن نمونه پایه نسبت به نمونه بهینه ۳ برابر می‌باشد. ضریب اصطکاک به دلیل ماهیت خودروان کننده گرافن برای نمونه پایه و نانوکامپوزیت حاوی ۰٫۵ درصد وزنی گرافن به ترتیب برابر است با ۰٫۶۸۹ و ۰٫۴۵۵، که نشان دهنده کاهش ضریب اصطکاک می‌باشد. همچنین سختی نمونه‌ها از ۱۰۵ ویکرز برای نمونه پایه به ۱۷۵ ویکرز برای نمونه حاوی ۰٫۵ درصد وزنی گرافن افزایش می‌یابد.

۶. انتقال مکانیزم سایش از ترکیب سایش لایه لایه، سایش چسبان و سایش ساییده به سایش خفیف ساییده با افزایش محتوای تقویت کننده نانوصفحات گرافن تا ۰٫۵ درصد وزنی وجود داشت.

۷. افزایش محتوای گرافن برای تشکیل MML در طول فرایند لغزش خشک مفید بود که نه تنها می‌تواند از سطح ساییده محافظت کند بلکه COF نانوکامپوزیت‌ها را نیز کاهش می‌دهد.

تقدیر و تشکر

نتایج سایش برای آلیاژ آلومینیوم A380 برای نمونه‌های اصلاح نشده و نانوکامپوزیت‌ها در جدول (۵) نشان داده شده است. جدول (۵) میزان کاهش وزن را نشان می‌دهد. این نتایج در بار ثابت (۱۰ نیوتن) و سرعت چرخش ثابت دیسک (۲۵۰ دور در دقیقه) به دست آمد. مشاهده می‌شود که با افزایش میزان گرافن میزان کاهش وزن کاهش یافته است. از جدول (۵) مشخص است که افزودن نانوصفحات گرافن و نانوذرات SiC به آلیاژ آلومینیوم A380 کاهش وزن را در مقایسه با آلیاژ آلومینیوم اصلاح نشده کاهش داده است. این را می‌توان به توزیع یکنواخت و پراکندگی نانوصفحات گرافن و نانوذرات SiC در نانوکامپوزیت‌های اصلاح شده با ۰٫۵ درصد وزنی گرافن توصیف کرد.

جدول ۵ کاهش وزن به عنوان تابعی از مقدار GNP برای انواع مختلف نانوکامپوزیت‌ها

Sample	Weight loss(mg)
A380	6
Al A380-0.5%SiC-0.25% GNPs	2.4
Al A380-0.5%SiC-0.5% GNPs	2
Al A380-0.5%SiC-0.75% GNPs	2.1
Al A380-0.5%SiC-1% GNPs	2.3

نتیجه‌گیری

در این مطالعه، نانوکامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی A380 تقویت شده توسط GNPs-SiCnp تولید شدند و رفتار ریزساختاری، مکانیکی و تریبولوژیکی این نانوکامپوزیت‌ها بررسی شد. یافته‌های تجربی به شرح زیر خلاصه می‌شود:

۱. مقدار بهینه نانوذرات ۰٫۵ درصد وزنی GNP است.
۲. هنگامی که درصد وزنی نانوکامپوزیت به بیش از ۰٫۵ درصد

مراجع

- [1] S. Stankovich, D. A. Dikin, G. H. B. Dommett, K. M. Kohlhaas, E. J. Zimney, E. A. Stach, R. D. Piner, S. T. Nguyen, R. S. Ruoff, "Graphene-based composite materials," *Nature*, vol. 442, pp. 282–286, 2006.
<https://doi.org/10.1038/nature04969>
- [2] R. J. Young, I. A. Kinloch, L. Gong, K. S. Novoselov, "The mechanics of graphene nanocomposites: A review," *Composites Science and Technology*, vol. 72, no. 12, pp. 1459–1476, 2012.
<https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2012.05.005>

- [3] F. Y. Chen, J. M. Ying, Y. F. Wang, S. Y. Du, Z. P. Liu, Q. Huang, "Effects of graphene content on the microstructure and properties of copper matrix composites," *Carbon*, vol. 96, pp. 836-842, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2015.10.023>
- [4] L. Y. Chen, H. Konishi, A. Fehrenbacher, C. Ma, J. Q. Xu, H. Choi, H. F. Xu, F. E. Pfefferkorn, X. C. Li, "Novel nanoprocessing route for bulk graphene nanoplatelets reinforced metal matrix nanocomposites," *Scripta Materialia*, vol. 67, no. 1, pp. 29-32, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.03.013>
- [5] A. D. Moghadam, E. Omrani, P. L. Menezes, P. K. Rohatgi, "Mechanical and tribological properties of self-lubricating metal matrix nanocomposites reinforced by carbon nanotubes and graphene -A review," *Composites Part B: Engineering*, vol. 77, pp. 402-420, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.03.014>
- [6] P. K. Dinesh Kumar, S. Darius Gnanaraj, "Studies on Al-Si based hybrid aluminium metal matrix nanocomposites," *Materials Today Communications*, vol. 38, p. 108132, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2024.108132>
- [7] S. Kiani, S. E. Mirsalehi, "Friction stir additive manufacturing of B4C and graphene reinforced aluminum matrix hybrid nanocomposites using consumable pins," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 28, pp. 1094-1110, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.12.065>
- [8] S. S. Mirian Mehrian, F. Khodabakhshi, M. Rahsepar, M. Mohammadi, A. P. Gerlich, "Electrochemical corrosion characteristics of friction stir-reacted aluminum matrix hybrid nanocomposites," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 28, pp. 1924-1940, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.12.112>
- [9] P. Raj, P. L. Biju, B. Deepanraj, N. Menachery, "A systematic review on characterization of hybrid aluminium nanocomposites," *Materials Today: Proceedings*, vol. 72, no. 4, pp. 2139-2150, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.08.236>
- [10] X. Li, Y. Yang, "Theoretical and experimental study on ultrasonic dispersion of nanoparticles for strengthening cast Aluminum Alloy A356," *Metals science and technology-JOM*, vol. 26, no. 2, pp. 12-20, 2008.
- [11] R. Abedinzadeh, E. Norouzi, D. Toghraie, "Study on machining characteristics of SiC-Al₂O₃ reinforced aluminum hybrid nanocomposite in conventional and laser-assisted turning," *Ceramics International*, vol. 48, no. 19, pp. 29205-29216, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.05.196>
- [12] M. M. H. Bastwros, A. M. K. Esawi, A. Wifi, "Friction and wear behavior of Al-CNT composites," *Wear*, vol. 307, no. 1-2, pp. 164-173, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2013.08.021>
- [13] A. Nieto, H. Yang, L. Jiang, J. M. Schoenung, "Reinforcement size effects on the abrasive wear of boron carbide reinforced aluminum composites," *Wear*, vol. 390-391, pp. 228-235, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2017.08.002>
- [14] S. F. Bartolucci, J. Paras, M. A. Rafiee, J. Rafiee, S. Lee, D. Kapoor, N. Koratkar, "Graphene/aluminum nanocomposites," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 27, pp. 7933-7937, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.07.043>
- [15] A. El-Ghazaly, G. Anis, H. G. Salem, "Effect of graphene addition on the mechanical and tribological behavior of nanostructured AA2124 self-lubricating metal matrix composite," *Composites - Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 95, pp. 325-336, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.02.006>

- [16] G. Anil Kumar, J. Satheesh, K. V. Shivananda Murthy, H. M. Mallikarjuna, N. Puneeth, Praveennath G. Koppad, "Optimization of Wear Properties of B4C Nanoparticle-Reinforced Al7075 Nanocomposites Using Taguchi Approach," *Journal of The Institution of Engineers (India): Series D*, vol. 22, pp. 385-93, 2022. <https://doi.org/10.1007/s40033-022-00385-3>
- [17] H. R. M. Naik, L. H. Manjunath, V. Koti, A. Lakshmikanthan, G. P. Koppad, P. Kumaran., "Al/Graphene/CNT Hybrid Composites: Hardness and Sliding Wear Studies," *FME Transactions*, vol. 49, no. 2, pp. 414-421, 2021. <https://doi.org/10.5937/fme2102414N>
- [18] D. Sethurama, R. Keshavamurthy, S. Paljor, P. E. Rohit, P. G. Koppad, "Effect of multiple reinforcements (CNT/Si3N4) on hardness, electrical conductivity and friction coefficient of aluminium hybrid composites," *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 1455, no. 1, pp. 12-21, 2020. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1455/1/012011>
- [19] N. Puneeth, J. Satheesh, V. Koti, P. G. Koppad, M. R. Akbarpour, G. J. Naveen, "Application of Taguchi's method to study the effect of processing parameters of Al6082/B4C/Al2SiO5 hybrid composites on mechanical properties," *Materials Research Express*, vol. 6, no. 10, pp. 10-15, 2019. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab3c16>
- [20] S. J. Niteesh Kumar, R. Keshavamurthy, M. R. Haseebuddin, P. G. Koppad, "Mechanical Properties of Aluminium-Graphene Composite Synthesized by Powder Metallurgy and Hot Extrusion," *Transactions of the Indian Institute of Metals*, vol. 70, pp. 605–613, 2017. <https://doi.org/10.1007/s12666-017-1070-5>
- [21] A. C. Gowda, P. G. Koppad, D. Sethuram, R. Keshavamurthy, "Morphology Studies on Mechanically Milled Aluminium Reinforced with B4C and CNTs," *Silicon*, vol. 11, pp. 1089–1098, 2019. <https://doi.org/10.1007/s12633-018-9905-1>
- [22] V. Koti, Mahesh, K. V. S. Murthy, P. G. Koppad, D. Sethuram, "Hardness and electrical conductivity of uncoated and silver coated carbon nanotubes reinforced copper nanocomposites," *Sadhana-Academy Proceedings in Engineering Sciences*, vol. 47, no. 3, pp. 179-187, 2022. <https://doi.org/10.1007/s12046-022-01949-5>
- [23] A. O. Adegbenjo, B. A. Obadele, P. A. Olubambi, "Densification, hardness and tribological characteristics of MWCNTs reinforced Ti6Al4V compacts consolidated by spark plasma sintering", *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 749, pp. 818-833, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.03.373>
- [24] E. A. Diler , R. Ipek, "Main and interaction effects of matrix particle size, reinforcement particle size and volume fraction on wear characteristics of Al–SiCp composites using central composite design," *Composites Part B: Engineering*, vol. 50, pp. 371-380, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.02.001>
- [25] X. Y. Li, K. N. Tandon, "Mechanical mixing induced by sliding wear of an Al–Si alloy against M2 steel," *Wear*, vol. 225, pp. 640-648, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(99\)00021-6](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(99)00021-6)



Ferdowsi University
of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

<https://jmme.um.ac.ir>



Iron&Steel
Society of Iran

Investigation of the Microstructure and Mechanical Properties of Al5083-ZrB₂ Nanocomposite Fabricated by Stire Casting*

Research Article

Masoud.Motamedi yegane¹  Ali.Alizadeh²

DOI: [10.22067/jmme.2025.89865.1160](https://doi.org/10.22067/jmme.2025.89865.1160)

1- Introduction

Zirconium diboride is one of the reinforcing materials in which its mechanical and abrasion properties have attracted the attention of industries and researchers. The effect of addition of zirconium diboride (ZrB₂) nanoparticles on the microstructure and tensile properties of Al5083 aluminum matrix composite was evaluated in the current research. Al5083-5 wt.% ZrB₂ and Al5083-10 wt.% ZrB₂ nanocomposites were produced at 1000°C using in situ-stir casting method. The casted samples were subjected to hot extrusion process to homogenize the distribution of the reinforcement particles in the matrix. Besides, the ZrB₂ nanoparticles synthesized using zirconium oxide (ZrO₂), potassium tetrafluoro boride (KBF₄), and molten aluminum. X-ray diffraction (XRD), optical microscopy (OM) and field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) were used to investigate the microstructure, surfaces and fracture mechanism of the prepared composites. The mechanical properties results showed that addition of 10% by weight of ZrB₂ particles, increased the ultimate tensile strength by 18.2% and reduced the strain by 19.5%. The additional extrusion process reduced the porosity and increased density, as well.

2- Research Method

In this research, industrial 5083 aluminum alloy (produced by Iran Aluminum Company), industrial cryolite powder (Na₃AlF₆) with dimensions less than 80 microns, industrial zirconium oxide (ZrO₂) powder with a purity of 98% and dimensions less than 60 microns, and potassium tetrafluoroborate salt (KBF₄) with a purity of 98% and a dimension of less than 80 microns were used as raw materials. During the composite manufacturing stage, ZrO₂, Na₃AlF₆ and KBF₄ powders were first mixed and ball-milled in the 2:1:1 ratio, respectively, at a speed of 80 rpm. Aluminum 5083 was melted at a temperature of 1000 °C. After adding the mixed powders, stirring was

continued for 10 minutes with a mechanical stirrer at a speed of 70 rpm. Table 1 shows the coding of manufactured samples. After the melt was prepared, it was poured into a mold as an ingot. The cast samples were cut to a length of approximately 45 mm and subjected to hot extrusion in a 1:9 extrusion die made of w360 hot-work tool steel at a temperature of 500 °C. By applying a pressure of 700 bar, the length of the sample reached approximately 270 mm. The extruded samples were subjected to tensile testing according to ASTM E8M standard.

Table 1: Fabricated samples

Sample	Sample name
Al5083	S ₁
Al5083-5%ZrB ₂	S ₂
Al5083-10% ZrB ₂	S ₃

3- Results and Discussion

The in-situ formation of titanium diboride reinforcing particles in the 5083-aluminum matrix was evaluated by EDS results of Fig 2. Figure 3 shows the field emission scanning electron microscope image of the nano-sized particles of the zirconium diboride. Figure 4 shows the stress-strain diagram of Al5083 as a control sample and Al5083-10wt% ZrB₂ nanocomposite after hot extrusion process. As can be seen, the strength and elongation percentage of Al5083-10wt% ZrB₂ nanocomposite have increased.

*Manuscript received September 17, 2024, Revised December 14, 2024, Accepted May 16, 2025.

¹ Corresponding author: Master's degree in Nanotechnology, Nanomaterials, University Complex of Materials and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology (MUT), Tehran, Tehran, Iran. **Email:** maseodyegane@gmail.com

² Associate Professor, University Complex of Materials and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology (MUT), Tehran, Tehran, Iran.

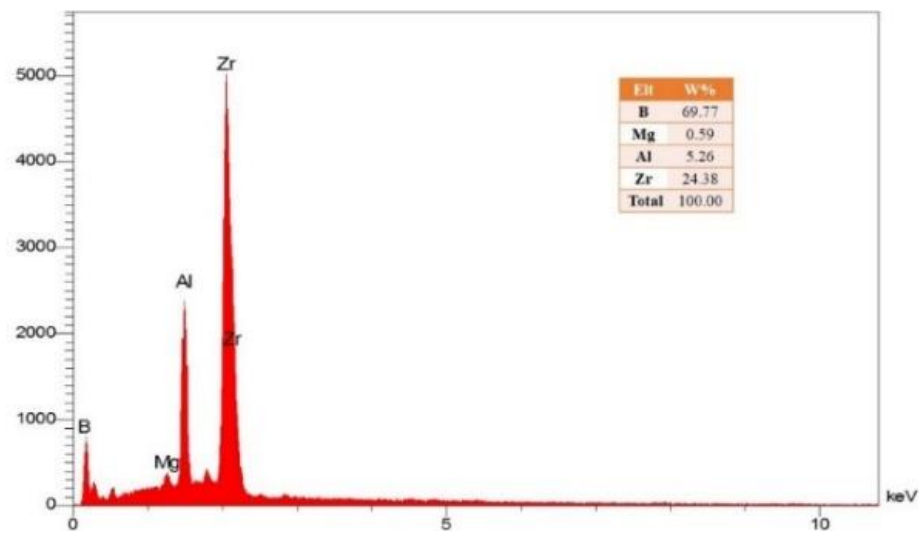


Figure 2: EDS analysis

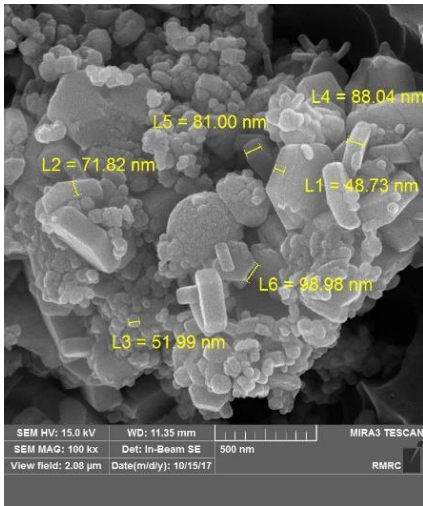


Figure 3: Size of zirconium diboride nanoparticles.

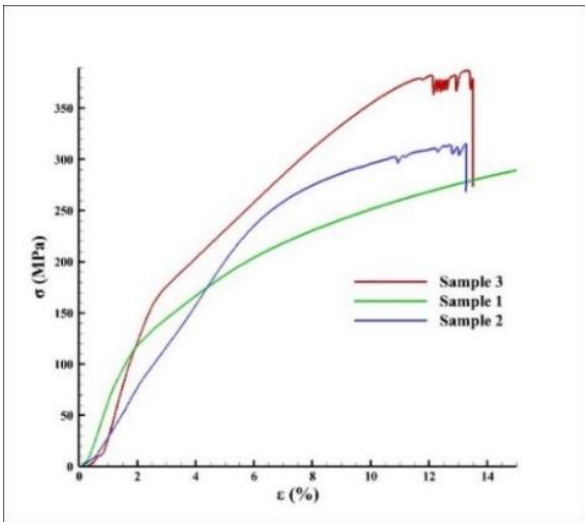


Figure 4: Stress-strain diagram



بررسی ریزساختار و خواص مکانیکی نانو کامپوزیت Al5083-ZrB_2 ساخته شده به روش ریخته‌گری گردابی*

مقاله پژوهشی

علی علیزاده^(۲)

مسعود معتمدی یگانه^(۱) 

DOI: 10.22067/jmme.2025.89865.1160

چکیده در پژوهش حاضر، تأثیر افزودن نانوذرات دی بوراید زیرکونیم (ZrB_2) بر ریزساختار و خواص کششی کامپوزیت زمینه آلومینیوم ۵۰۸۳ مطالعه و بررسی شد. نانوکامپوزیت‌های $\text{Al5083-5wt\% ZrB}_2$ و $\text{Al5083-10wt\% ZrB}_2$ به روش ریخته‌گری گردابی در دمای ۱۰۰۰ درجه سلسیوس با فرایند سنتز درجا تولید شدند. سپس نمونه‌ها به منظور توزیع یکنواخت تقویت کننده‌ها در زمینه تحت عملیات تکمیلی اکستروژن گرم قرار گرفتند. نانوذرات ZrB_2 مورد استفاده در این پژوهش با روش درجا به وسیله کریولیت (Na_3AlF_6)، اکسید زیرکونیم (ZrO_2) و پتاسیم تترافلوربوراید (KBF_4) در مذاب آلومینیوم فراوری شد. به منظور بررسی ریزساختار، سطوح و سازگار شکست نمونه‌ها از آنالیز پراش اشعه ایکس (XRD)، میکروسکوپ نوری (OM) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (FE-SEM) و برای ارزیابی خواص مکانیکی از آزمون کشش استفاده شد. نتایج آزمون کشش نشان داد که افزودن ۱۰ درصد وزنی ذرات ZrB_2 در مقایسه با نمونه بدون تقویت کننده، باعث افزایش ۱۸٫۲ درصدی استحکام کششی نهایی و کاهش ۱۹٫۵ درصدی کرنش می‌شود. همچنین عملیات تکمیلی اکستروژن سبب کاهش تخلخل شده در نتیجه چگالی افزایش یافته است.

واژه‌های کلیدی سنتز درجا، آلومینیوم ۵۰۸۳، ریخته‌گری گردابی، نانوذرات دی بوراید زیرکونیم.

Investigation of the Microstructure and Mechanical Properties of Al5083-ZrB_2 Nanocomposite Fabricated by Stire Casting

Masoud Motamedi yegane

Ali Alizadeh

Abstract This study, the effect of adding zirconium diboride (ZrB_2) nanoparticles on the microstructure and tensile properties of Al5083 aluminum matrix composite was studied. $\text{Al5083-5wt\% ZrB}_2$ and $\text{Al5083-10wt\% ZrB}_2$ nanocomposites were produced by situ-stir casting at 1000°C using in-situ synthesis. Then, the samples were subjected to hot extrusion for uniform distribution of the reinforcements in the matrix. The ZrB_2 nanoparticles used in this study were processed in situ using cryolite (Na_3AlF_6), zirconium oxide (ZrO_2) and potassium tetrafluoroborate (KBF_4) in molten aluminum. X-ray diffraction (XRD), optical microscopy (OM) and field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) were used to investigate the microstructure, surfaces and fracture mechanism of the samples, and tensile testing was used to evaluate the mechanical properties. The tensile test results showed that the addition of 10% by weight of ZrB_2 particles, compared to the sample without reinforcement, increased the ultimate tensile strength by 18.2% and reduced the strain by 19.5%. Also, the additional extrusion process reduced the porosity resulting in increased density.

Keywords In situ synthesis, Aluminum 5083, stire casting, Zirconium diboride nanoparticle.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۳/۶/۲۷ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۲/۲۷ می‌باشد.

(۱) نویسنده مسئول؛ کارشناس ارشد نانو فناوری، نانو مواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر تهران، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، تهران.

Email: maseodyegane@gmail.com

(۲) دانشیار مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران.

مقدمه

نانوکامپوزیت‌ها در سال‌های اخیر چه در زمینه علمی و چه در زمینه مهندسی مورد توجه زیادی قرار گرفته‌اند. این بحث‌ها از فرضیه‌های ساده‌ای نتیجه می‌شوند که از ذرات سازنده دارای ابعادی در حد نانومتر استفاده می‌کنند و این امکان را فراهم می‌کنند تا موادی جدید با انعطاف‌پذیری بی‌نظیر و خواص فیزیکی پیشرفته، طراحی و ساخته شوند. این قابلیت کامپوزیت‌ها با به کار بردن ذرات سازنده در حد نانو از نوع شیمیایی غیر هموزن، در رشته‌ها و زمینه‌های علمی متعددی به کار گرفته می‌شود. از آنجایی که اجزای یک نانوکامپوزیت ساختار، ترکیب و ویژگی‌های متفاوتی دارد، کاربردهای بسیار مختلفی نیز خواهند داشت. بنابراین، موادی که از آن‌ها ساخته می‌شوند، می‌توانند دارای کاربردهای چندگانه باشند. به طور کلی، مواد نانوکامپوزیت می‌توانند خواص مکانیکی، الکتریکی، نوری، الکتروشیمیایی و ساختار متفاوتی نسبت به اجزای تشکیل دهنده خود، نشان دهند [1-8].

دی‌بورید زیرکونیوم نیز از جمله مواد تقویت‌کننده‌ای است که خواص مکانیکی و سایشی آن، توجه صنایع و پژوهشگران را به خود معطوف کرده است. مقادیر بالای مدول الاستیک، مدول برشی، سختی، پایداری حرارتی و چقرمگی شکست این ماده، نشانگر توانایی‌های آن برای تقویت کردن زمینه‌های فلزی برای مصارف مختلف صنعتی است [2].

روش ریخته‌گری گردابی روشی خاص، قابل قبول و کارا در بین انواع روش‌های تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی است. مطابق بررسی‌های انجام شده توسط محققان، هزینه‌های تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی به روش ریخته‌گری گردابی تقریباً ۳۰ تا ۵۰ درصد نسبت به سایر روش‌های تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی کمتر است. این روش یکی از اساسی‌ترین روش‌های تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی در حالت مایع می‌باشد. در این روش در ابتدا فلز مورد نظر در بوت‌ه ریخته شده و تا دمای ذوب گرم می‌شود تا به صورت مذاب درآید. دمای مذاب در ابتدا به بالاتر از دمای ذوب رسانده می‌شود. پس از این مرحله پروانه‌های که در تماس با شفت موتوردار است پیش گرم می‌شود. جنس این پروانه می‌تواند از گرافیت باشد. سرعت پروانه قبل از اینکه داخل مذاب شود تنظیم می‌شود [9-14].

با توجه به کاربردهای فراوان کامپوزیت‌های زمینه فلزی

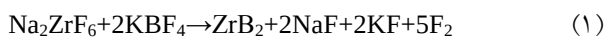
پژوهش‌های قابل توجهی در جهت توسعه نانوکامپوزیت‌ها صورت گرفته است که در آن‌ها تقویت‌کننده‌ها از طریق واکنش‌های گرمازا بین عناصر یا بین عناصر و ذرات موجود در قطعه تشکیل می‌شوند. به خاطر تشکیل تقویت‌کننده‌های سرامیکی باید از (بوراید‌ها، کاربید‌ها، نیتريد‌ها و اکسید‌ها) در اندازه‌های نانو در این روش، قطعه دارای ویژگی‌های مکانیکی عالی است. این مواد دارای ویژگی‌های مطلوب فلزات (انعطاف‌پذیری و سفتی) و سرامیک‌ها (استحکام و مدول بالا) هستند [15-18].

علاوه بر خواص تک‌تک اجزا در یک نانوکامپوزیت، فصل مشترک (Interface)‌ها نیز نقش مهمی در افزایش یا محدود کردن خواص کلی سیستم ایفا می‌کنند. با توجه به انرژی سطحی بالا در نانو ساختارها، نانوکامپوزیت‌ها فصول مشترک بسیاری بین فازهای ترکیب شده اجزا نشان می‌دهند. گاهی اوقات ویژگی‌های مخصوص مواد نانوکامپوزیتی، از برخورد فازهای آن در فصل مشترک‌ها ناشی می‌شود. یک فصل مشترک بدون فعل و انفعال، تنها می‌تواند مناطق ضعیفی را در کامپوزیت ایجاد کند، که باعث می‌شود خواص مکانیکی آن افزایش نیابد [19,20].

ذرات سرامیکی با ابعاد نانو از آن جهت که بدون کاهش چشمگیر درصد ازدیاد طول (Elongation) باعث افزایش استحکام ماده می‌شوند در ساخت کامپوزیت‌ها بسیار مورد توجه قرار گرفته‌اند. از طرف دیگر در مقایسه با ذرات با ابعاد در حد میکرومتر، مساحت سطح نانوذرات بسیار بیشتر است و بنابراین یک نانوکامپوزیت می‌تواند خواص منحصر به فردی داشته باشد [5]. نانوذرات دی‌بوراید تیتانیوم برای بهبود خواص مکانیکی و حرارتی نانوکامپوزیت‌ها به ویژه کامپوزیت‌های زمینه فلزی با زمینه آلومینیوم بسیار پر کاربرد هستند [14].

روش درجا یکی از روش‌های جدید ساخت کامپوزیت‌ها است که در آن فاز تقویت‌کننده داخل زمینه تشکیل می‌شود، در حقیقت فاز تقویت‌کننده از طریق انجام واکنش‌های شیمیایی بین عناصر، یا بین عناصر و ترکیب‌های دیگر درون فاز زمینه ایجاد می‌شود. بنابراین، فاز تقویت‌کننده با ابعاد ریز و توزیع یکنواختی در زمینه پراکنده می‌شود. مزیت عمده روش درجا، ترشوندگی مناسب ذرات تقویت‌کننده توسط مذاب است. کامپوزیت‌های تولید شده به روش درجا، پایداری ترموشیمیایی بالایی دارند [19]. اختلاط مکانیکی الیاف، ذرات، ویسکرها با زمینه‌های

Na_2ZrF_6 تشکیل شده که مانند نمک K_2ZrF_6 عمل می‌کند. از واکنش نمک Na_2ZrF_6 با KBF_4 در مذاب آلومینوم ذرات دی بوراید زیرکونیوم تشکیل می‌شود (واکنش ۱) [8].



در این پژوهش هدف اصلی، تشکیل ذرات دی بوراید زیرکونیوم با اندازه ذرات نانومتری می‌باشد که با فرایند درجا با مخلوط پودرهای KBF_4 ، ZrO_2 ، Na_3AlF_6 در آلومینوم ۵۰۸۳ مورد بررسی قرار گرفت. از جمله عواملی که به صورت درجا بر روی نحوه شکل‌گیری ذرات دی بوراید زیرکونیوم تأثیر دارد می‌تواند به زمان واکنش، ترکیب شیمیایی مواد اشاره کرد.

روش تحقیق

مواد اولیه مورد استفاده

در این پژوهش از آلیاژ آلومینوم ۵۰۸۳ صنعتی (تولید شده توسط شرکت آلومینوم ایران)، پودر کریولیت (Na_3AlF_6) صنعتی با ابعاد کمتر از ۸۰ میکرون، پودر اکسید زیرکونیوم (ZrO_2) صنعتی با خلوص ۹۸ درصد و با ابعاد ۶۰ میکرون، نمک پتاسیم تترافلورو بورات (KBF_4) با خلوص ۹۸ درصد با ابعاد کمتر از ۸۰ میکرون مورد استفاده قرار گرفت.

ساخت نانوکامپوزیت

در مرحله ساخت ابتدا پودرهای ZrO_2 ، Na_3AlF_6 و KBF_4 با نسبت $۲:۱:۱$ در بال میل با محفظه پلیمری و با سرعت ۸۰ دور در دقیقه مخلوط شدند. از آنجایی که پودرهای مخلوط شده در اتمسفر محیط نگهداری می‌شوند لذا دارای کمی رطوبت محیطی هستند که با ورود به مذاب سبب ایجاد سرباره و ایجاد حباب‌های گازی و تخلخل در نمونه می‌شود و برای جلوگیری از ایجاد عیوب در نمونه پودرهای مخلوط شده را در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد [13] پیش گرم کرده تا رطوبت از بین برود.

در مرحله ساخت نانوکامپوزیت از کوره مقاومتی برای ذوب نمودن آلومینوم ۵۰۸۳ و واکنش بین پودرهای مخلوط شده استفاده شد. آلومینوم ۵۰۸۳ در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد برای اضافه نمودن پودرهای مخلوط شده و واکنش بین آن‌ها و سنتز درجا دی بوراید زیرکونیوم در مذاب آلومینوم ۵۰۸۳ ذوب گردید. همزن مکانیکی با هدف تلاطم و پخش کردن پودرها در مذاب برای سنتز درجا دی بوراید زیرکونیوم و توزیع یکنواخت

مختلف که به صورت متداول و سنتی انجام گرفته است، اکثراً از نظر شیمیایی ناپایدارند. فرایندهای درجا، سیستم‌های فلزات آهنی یا مواد بین فلزی، ناسازگاری بین زمینه‌ها و تقویت کننده‌ها را با ایجاد فاز دوم توسط جوانه‌زنی و رشد از فاز زمینه مادر با پایداری ترمودینامیکی بالا از بین می‌برند [20]. یکی از مزایای اصلی فرایندهای درجا این است که انجام واکنش، مشکلات ترشوندگی ذرات را حذف می‌کند و در نتیجه فصل مشترکی نسبتاً تمیز و مستحکم ایجاد می‌شود [16].

وجود تقویت کننده‌های ایجاد شده به روش درجا درون یک محیط (سیستم آلیاژی دما بالا) باعث افزایش استحکام شده، در حالی که کسر حجمی نسبتاً پایین ذرات تقویت کننده، چگونگی شکست و ازدیاد طول نسبی را ثابت نگه می‌دارند و همچنین کارایی در دمای بالا افزایش می‌یابد [18]. اکسیدها، کاربیدها، نیتريد‌ها، سیلیکات‌ها و بوراید‌ها برای اجرای نقش فاز تقویت کننده مواد کامپوزیتی مناسب می‌باشند. سرعت تشکیل و سازگاری این ترکیبات با آلیاژهای مختلف زمینه متفاوت است. ذرات تقویت کننده شامل ZrB_2 ، B_4C ، TiB_2 و SiC درون آلیاژهای متداولی به عنوان زمینه مثل Al ، Ni و Cu یا سیستم‌های با زمینه بین فلزی مقاوم به حرارت، کامپوزیت‌های معمول تولید شده به روش درجا هستند [3-5].

یکی از فرایندهای تولید کامپوزیت Al-ZrB_2 فرایند XDTM شرکت Martin Marietta می‌باشد. در این فرایند تشکیل ذرات دی بوراید تیتانیوم در زمینه آلومینیوم و آلیاژهای آن به صورت مخلوط پودرهای حاوی بور و تیتانیوم در مذاب آلومینیوم انجام می‌گیرد [15].

فرایند دیگری برای تولید کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی با ذرات سخت دی بوراید تیتانیوم به صورت مخلوط نمک‌های K_2ZrF_6 و KBF_4 می‌باشد. در این روش نمک K_2ZrF_6 حاوی زیرکونیوم و KBF_4 حاوی بور است. مهم‌ترین مزیت این روش ریز بودن ذرات دی بوراید تیتانیوم است که اگر پارامترهای سینتیک واکنش رعایت شود ذرات نانومتری با پایداری مطلوب در آلومینیوم تشکیل خواهد شد [12].

از فرایندهای دیگر برای تشکیل ذرات دی بوراید زیرکونیوم به پودرهای ZrO_2 ، Na_3AlF_6 و KBF_4 می‌توان اشاره کرد. این فرایند شباهت بسیار نزدیکی با روش K_2TiF_6 و KBF_4 داشته با این تفاوت که از مخلوط پودرهای Na_3AlF_6 و ZrO_2 نمک سدیم

گرفته شده و مذاب تهیه شده به صورت شمش درون قالب ریخته شد.

نمونه‌های ریختگی، به طول تقریبی ۴۵ میلی‌متر بریده شد و تحت عملیات اکستروژن گرم، در یک قالب اکستروژن با نسبت ۱:۹ از فولاد ابزار گرم‌کار w360 ساخته شده توسط شرکت بوهلر با دمای ۵۰۰ درجه سلسیوس قرار گرفت که با اعمال فشار ۷۰۰ بار، طول نمونه به حدود ۲۷۰ میلی‌متر رسید. به منظور جلوگیری از اصطکاک بین قالب و نمونه کامپوزیتی، از روان‌ساز مولیکوت (خریداری شده از شرکت داوکورنینگ-مولیکوت کشور آلمان) استفاده شد. نمونه‌های اکستروژن شده با استاندارد ASTM E8M تحت آزمون کشش قرار گرفت. در ادامه نمونه‌ها تحت بررسی‌های ریزساختاری توسط میکروسکوپ نوری (OM)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FE-SEM)، آنالیز پراش اشعه ایکس (XRD)، تست چگالی استفاده شد.

نتایج و بحث

بررسی پراش اشعه ایکس (XRD)

در این پژوهش، به منظور شناسایی فاز تقویت کننده، از دستگاه پراش پرتو ایکس (XRD) ساخت شرکت فیلیپس مدل D6792 کشور هلند استفاده شد. نمونه‌ها در مرحله آماده‌سازی نمونه، برای تشخیص فازهای تشکیل شده در حین فرایند درجا، در هیدروکلریک اسید (Hydrochloric Acid(HCl)) قرار داده شدند تا پس از حذف Al5083 فازهای تشکیل شده آنالیز شوند. در بررسی نمودارهای پراش اشعه ایکس که در شکل (۱) آورده شده‌اند، ملاحظه می‌شود که با بهینه‌سازی فاکتورهای دما و درصد وزنی فاز تقویت کننده نانوذرات دی بوراید زیرکونیوم که نقش اساسی را در این پروژه ایفا می‌کنند، به راحتی پیک‌های مربوطه آشکار می‌شوند و می‌توان از وجود تقویت کننده دی بوراید زیرکونیوم اطمینان حاصل کرد.

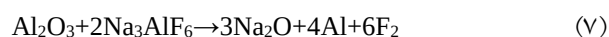
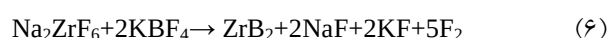
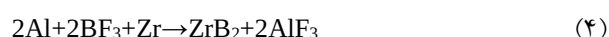
تقویت کننده در زمینه جهت ایجاد خواص مکانیکی مطلوب و ایجاد فصل مشترک و ترشوندگی بین ذرات تقویت کننده با زمینه آلومینیوم ۵۰۸۳ با سرعت ۷۰ دور در دقیقه استفاده شد. در همزن مکانیکی از پره گرافیکی به دلیل مقاومت دمایی بالا گرافیت استفاده شد. پودرهای مخلوط شده Na_3AlF_6 ، ZrO_2 و KBF_4 به صورت تدریجی به مذاب اضافه شد در حالی که همزن مکانیکی در حال ایجاد تلاطم در مذاب بود. پس از اضافه کردن پودرهای مخلوط شده، به مدت ۱۰ دقیقه همزدن ادامه یافت.

برای جلوگیری از اکسیداسیون آلومینیوم ۵۰۸۳ و ایجاد سرباره و واکنش بین پودرها، همزدن به مدت ۵ دقیقه متوقف شده و مذاب در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد نگهداری شد. چگالی دی بوراید زیرکونیوم ۶/۰۲ گرم بر سانتی‌متر مکعب و چگالی آلومینیوم ۵۰۸۳، ۲/۷ گرم بر سانتی‌متر مکعب می‌باشد. چگالی دی بوراید زیرکونیوم سنگین‌تر از آلومینیوم ۵۰۸۳ است که سبب رسوب در زمینه می‌شود و برای جلوگیری از عیوب ریختگی از قبیل آگلومره شدن ذرات تقویت کننده و عدم توزیع یکنواخت ذرات تقویت کننده دی بوراید زیرکونیوم همزدن ثانویه به مدت ۱۰ دقیقه به فرایند ساخت نانوکامپوزیت اضافه شد. جدول (۱) نمونه‌های ساخته شده را نشان می‌دهد.

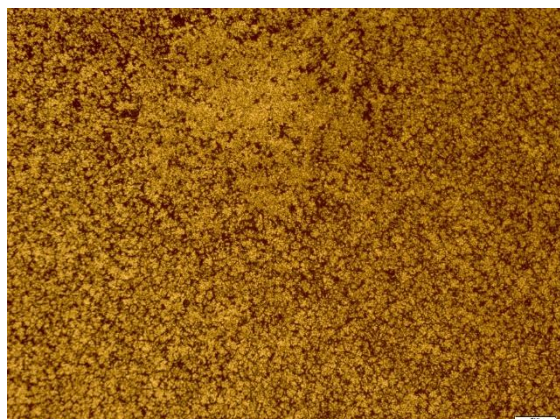
جدول ۱ نمونه‌های ساخته شده

نام نمونه	نمونه
S ₁	Al5083
S ₂	Al5083-5%ZrB ₂
S ₃	Al5083-10% ZrB ₂

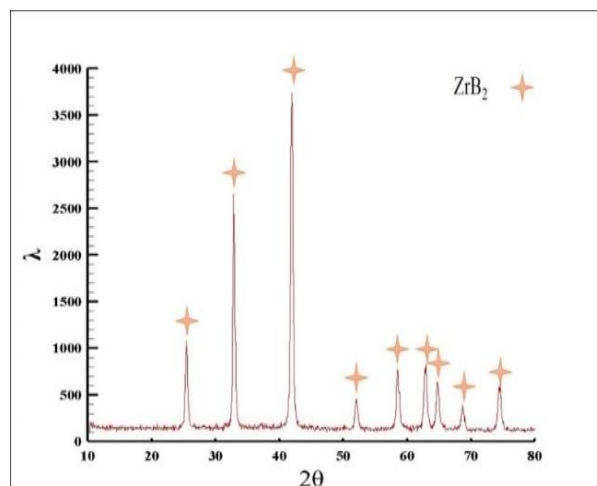
در طی فرایند ساخت نانوکامپوزیت Al5083-ZrB₂ واکنش‌های زیر بین پودرهای مخلوط شده و مذاب رخ می‌دهد [7].



پس از آماده شدن مذاب، سرباره تولید شده از روی مذاب



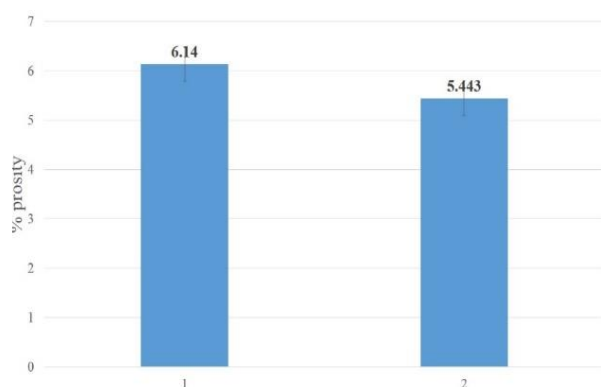
شکل ۳ تصویر میکروسکوپ نوری از نمونه اکستروود شده -Al5083
5wt%. ZrB₂



شکل ۱ الگوی پراش اشعه ایکس ذرات دی بوراید زیرکونیوم

بررسی نتایج تخلخل و چگالی

شکل (۴) تخلخل نمونه‌های ریخته‌گری و اکستروود شده را نشان می‌دهد. روش محاسبه تخلخل و دانسیته تئوری در روابط (۷) و (۹) آمده است. بدین ترتیب مقادیر تخلخل نمونه‌ها محاسبه شده و در شکل (۵) آورده شده است.



شکل ۴ تخلخل نمونه ریخته‌گری و اکستروود شده

برای اندازه‌گیری میزان تخلخل در نمونه‌های ریخته‌گری شده و همچنین اثر افزوده شدن ذرات تقویت‌کننده بر دانسیته نمونه، پس از محاسبه دانسیته تئوری هر نمونه، از دو روش سنجش دانسیته تئوری و دانسیته ارشمیدسی استفاده شد و شرح روش‌ها در ذیل آورده شده است. از مقایسه دانسیته تئوری و دانسیته ارشمیدسی نمونه‌ها میزان تخلخل دانسیته نسبی نمونه‌ها محاسبه می‌شود.

دانسیته تئوری نمونه‌ها را می‌توان با مشخص بودن دانسیته زمینه و دانسیته تقویت‌کننده از طریق رابطه (۸) محاسبه کرد.

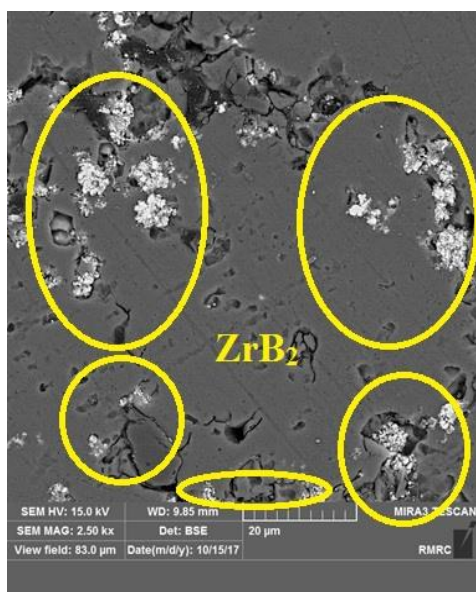
بررسی تصاویر میکروسکوپ نوری (OM)

نمونه‌ها پس از متالوگرافی و پولیش با آلومینای میکرونی با محلول کلر (Keller) ($9\text{H}_2\text{O}$ و 1HF ، $1/5\text{HCl}$ ، $2/5\text{HNO}_3$) اچ شدند و توسط میکروسکوپ نوری مورد بررسی قرار گرفتند. توزیع ذرات تقویت‌کننده و تغییر ساختار انجمادی، عیوب و تخلخل‌ها در زمینه آلومینیومی مشاهده شده و چون بین ریز ساختار و خواص مکانیکی رابطه مستقیمی وجود دارد، این نتایج با نتایج به دست آمده از آزمون‌های خواص مکانیکی مقایسه شد. فرایند اکستروژن گرم بر روی نمونه‌ها باعث کاهش تخلخل شده و خوشه‌های تقویت‌کننده از بین می‌روند و توزیع یکنواختی از ذرات در زمینه صورت می‌گیرد (شکل ۲ و ۳).

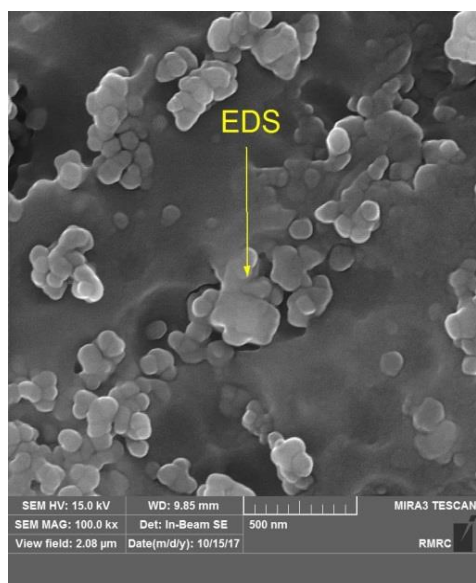


شکل ۲ تصویر میکروسکوپ نوری از نمونه ریخته‌گری شده -Al5083
5wt%. ZrB₂

شکل (۷) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی آنالیز نقطه‌ای از ذرات دی بوراید زیرکونیوم و شکل (۸) آنالیز EDS از ذرات تقویت کننده دی بوراید زیرکونیوم را نشان می‌دهد. همان طور که از نتایج EDS مشاهده می‌شود عناصر تیتانیوم و بور نشان دهنده تشکیل ذرات تقویت کننده دی بوراید تیتانیوم به صورت درجا در زمینه آلومینیوم ۵۰۸۳ می‌باشد.



شکل ۶ تشکیل ذرات دی بوراید زیرکونیوم در زمینه



شکل ۷ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی آنالیز نقطه‌ای

$$d_{th} = X_{rein} \cdot d_{rein} + X_M \cdot d_M \quad (8)$$

در رابطه فوق d دانسیته زمینه و تقویت کننده و X کسر حجمی زمینه و تقویت کننده می‌باشد. با توجه به رابطه (۹) درصد تخلخل موجود در حالت ریخته‌گری و اکستروود محاسبه شد.

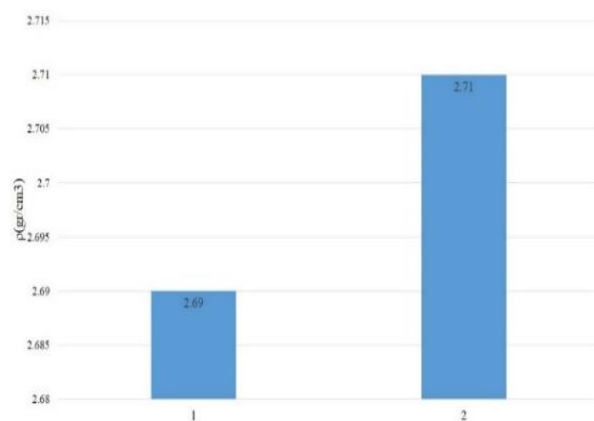
$$\%Prosity = (d_{th} - d_a) / d_{th} \times 100 \quad (9)$$

شکل (۸) چگالی نمونه ریخته‌گری و اکستروود شده را نشان می‌دهد. با توجه به شکل (۸) مشخص می‌شود که با افزودن پنج درصد دی بوراید زیرکونیوم به زمینه، چگالی افزایش می‌یابد. دلیل کاهش چگالی را می‌توان این طور توضیح داد که با افزایش ذرات تقویت کننده، سیالیت مذاب کاهش پیدا می‌کند و این کاهش سیالیت باعث افزایش حجم گازهای محبوس شده در مذاب می‌شود و باعث سخت شدن شرایط فرار گازها از داخل مذاب می‌گردد، در نتیجه چگالی کاهش می‌یابد [13].

قانون مخلوط‌ها در مورد چگالی، به صورت کلی طبق رابطه (۱۰) بیان می‌گردد.

$$\rho_T = \rho_{Al} \cdot V_{Al} + \rho_{TiB_2} \cdot V_{TiB_2} \quad (10)$$

در رابطه (۱۰) ρ_{Al} و ρ_{TiB_2} به ترتیب چگالی آلومینیوم ۵۰۸۳، دی بوراید زیرکونیوم و مخلوط می‌باشد. V_{Al} و V_{TiB_2} به ترتیب، درصد حجمی یا کسر حجمی دی بوراید زیرکونیوم و آلومینیوم ۵۰۸۳ است.



شکل ۵ چگالی نمونه‌های ریخته‌گری و اکستروود شده

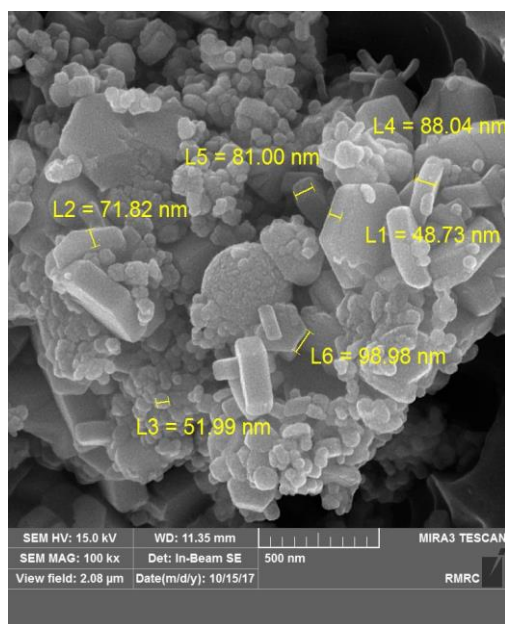
بررسی EDS ذرات تقویت کننده دی بوراید تیتانیوم

شکل (۶) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی از تشکیل ذرات دی بوراید زیرکونیوم در زمینه آلومینیوم ۵۰۸۳ و

پلاستیک زمینه ممانعت کرده و باعث افزایش کار سختی می‌شوند.

بررسی‌ها نشان می‌دهد که دلایل اصلی بهبود خواص مکانیکی پس از اکستروژن شامل موارد زیر است [17,18].

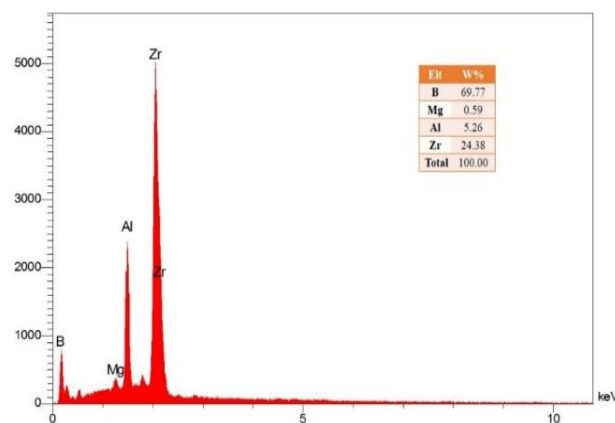
۱. بهبود توزیع تقویت کننده (یکنواخت شدن ساختار) به دلیل ایجاد تغییر شکل شدید پلاستیک در حین فرایند اکستروژن.
۲. افزایش استحکام (بهبود) فصل مشترک زمینه - تقویت کننده.
۳. کاهش تخلخل‌ها و حفرات شکل (۱۰) نمودار تنش - کرنش نمونه آلومینیوم ۵۰۸۳ به عنوان نمونه شاهد و نانوکامپوزیت $\text{Al5083-10wt\% ZrB}_2$ بعد از عملیات تکمیلی اکستروژن گرم را نشان می‌دهد. همان طور که مشاهده می‌شود استحکام و درصد ازدیاد طول نانوکامپوزیت $\text{Al5083-10wt\% ZrB}_2$ نسبت به آلیاژ آلومینیوم ۵۰۸۳ افزایش یافته است.



شکل ۹ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی اندازه نانوذرات دی بوراید زیرکونیوم

جدول ۲ استحکام تسلیم نهایی

نام نمونه	استحکام کششی نهایی	نمونه
S ₁	270 MPa	Al5083
S ₂	300 MPa	Al5083-5%ZrB ₂
S ₃	360 MPa	Al5083-10% ZrB ₂



شکل ۸ آنالیز EDS

بررسی ریزساختار ذرات تقویت کننده دی بوراید زیرکونیوم

شکل (۹) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی از اندازه ذرات نانوسایز تقویت کننده دی بوراید زیرکونیوم را نشان می‌دهد. شکل‌گیری ذرات تقویت کننده به صورت درجا در مذاب آلومینیوم وابسته به زمان شکل‌گیری است. زمان فرایند ریخته‌گری در سه مرحله است که در ابتدا همزدن اولیه به مدت ۱۰ دقیقه انجام شد. سپس برای انجام واکنش بین پودرها همزدن به مدت ۵ دقیقه متوقف شد و سپس برای جلوگیری از آگلومره شدن ذرات دی بوراید زیرکونیوم همزدن ثانویه به مدت ۱۰ دقیقه انجام شد.

بررسی نتایج خواص مکانیکی

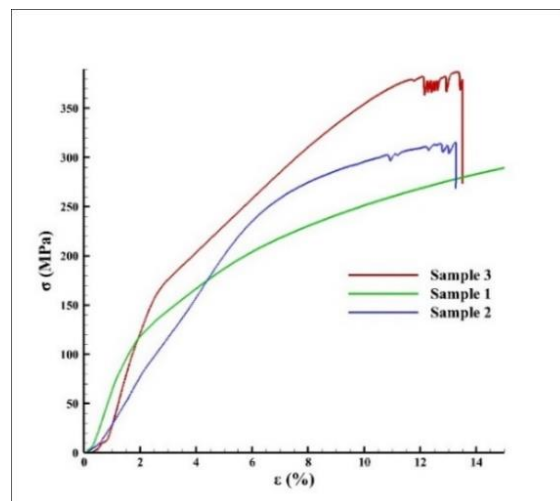
افزایش استحکام در کامپوزیت‌های زمینه فلزی اساساً به عوامل گوناگونی از جمله نحوه توزیع ذرات تقویت کننده، افزایش چگالی نابه‌جایی‌ها به دلیل عدم تطابق مدول یانگ و ضرایب انبساط حرارتی ذرات تقویت کننده و زمینه، ریزدانه شدن ساختار و مکانیزم‌های استحکام‌دهی هال - پیچ و اوران بستگی دارد [9,10,15].

افزایش کار سختی را می‌توان به تأثیر خواص الاستیک ذرات دی بوراید زیرکونیوم و ممانعت از تغییر شکل پلاستیک زمینه نسبت داد. چرا که ذرات تقویت کننده دی بوراید زیرکونیوم فقط قابلیت تغییر شکل الاستیک را دارا هستند. در حالی که زمینه می‌تواند تغییر شکل پلاستیک دهد. لذا با فرض یک فصل مشترک مستحکم، ذرات دی بوراید زیرکونیوم در مقابل تغییر شکل

واژه نامه

Nanocomposite	نانوکامپوزیت
in-situ synthesis	سنتز درجا
Extrusion	اکستروژن
X-ray diffraction analysis	آنالیز پراش اشعه ایکس
Optical microscope	میکروسکوپ نوری
	میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی
Field emission scanning electron microscope	
Ultimate tensile strength	استحکام کششی نهایی
Strain	کرنش
Porosity	تخلخل
Density	چگالی
Non-homogeneous	غیر هموزن
Toughness	چقرمگی
stir casting	ریخته‌گری گردابی
Surface energy	انرژی سطحی
Thermodynamic	ترمودینامیک
Oxide	اکسید
Carbide	کاربید
Nitride	نیتريد
Silicate	سیلیکات
Boride	بوراید
Alloys	آلیاژ
Hydrochloric acid	هیدروکلریک اسید
Metallography	متالوگرافی
Polishing	پولیش
Metallography	متالوگرافی

تقدیر و تشکر



شکل ۱۰ نمودار تنش - کرنش

نتیجه گیری

در پژوهش حاضر، تأثیر ۵ و ۱۰ درصد وزنی ذرات ZrB_2 و ریزساختار و خواص کششی نانوکامپوزیت زمینه $Al5083$ مطالعه شد. نتایج حاصل از این پژوهش به شرح زیر است:

۱. با افزایش ذرات تقویت کننده دی بوراید زیرکونیم در زمینه استحکام تا ۳۶۰ مگاپاسکال افزایش و درصد ازدیاد طول ۱۹ درصد کاهش یافت.
۲. عملیات تکمیلی اکستروژن گرم سبب کاهش عیوب ریخته‌گری مثل تخلخل‌ها شد و با کاهش تخلخل‌ها چگالی افزایش یافت.
۳. زمان شکل‌گیری برای تشکیل نانوذرات تقویت کننده دی بوراید تیتانیوم به صورت درجا در آلومینیوم ۵۰۸۳ در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد به صورت ۱۰ دقیقه همزدن اولیه و ۵ دقیقه نگهداری و ۱۰ دقیقه همزدن ثانویه است.
۴. همزدن ثانویه سبب توزیع یکنواخت ذرات تقویت کننده دی بوراید تیتانیوم در زمینه شده است و این امر سبب افزایش استحکام شده است.

مراجع

- [1] P.D.Khatibi, M.Saeidi, A.Latifi, *Nanostructure & Nanocomposites*. Danesh poyan javan, 2006.
- [2] N. Chawla and K. K. Chawla, "Microstructure-based modeling of the deformation behavior of particle reinforced metal matrix composites," *Journal of Materials Science*, vol. 41, pp. 913–925, 2006. <https://doi.org/10.1007/s10853->

006-6572-1

- [3] M. Singla, D. D. Dwivedi, L. Singh, and V. Chawla, "Development of aluminium based silicon carbide particulate metal matrix composite," *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*, vol. 8, no. 6, pp. 455–467, 2009. <http://dx.doi.org/10.4236/jmmce.2009.86040>
- [4] S. Kim, C. G. Lee, and S. J. Kim, "Fatigue crack propagation behavior of friction stir welded 5083-H32 and 6061-T651 aluminum alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 478, no. 1-2, pp. 56–64, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.06.008>
- [5] C. Raghunath, M. S. Bhat, and P. K. Rohatgi, "In situ technique for synthesizing Fe-TiC composites," *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 32, no. 4, pp. 577–582, 1995. [https://doi.org/10.1016/0956-716X\(95\)90840-G](https://doi.org/10.1016/0956-716X(95)90840-G)
- [6] R. M. German, *Powder metallurgy and particulate materials processing: the processes, materials, products, properties, and applications*. Randall M. German, 2005.
- [7] M. F. Najafabadi and M. A. Golozar, "Pilot in-Situ Production of AL-TiB₂ and AL-ZrB₂ Composites Using Reactive Slag," *Journal of Advanced Materials in Engineering (Esteghlal)*, vol. 23, no. 1, pp. 179–188, 2022. <https://dor.isc.ac/dor/20.1001.1.2251600.1383.23.1.11.7>
- [8] Y. Chen and D. D. L. Chung, "In situ Al-TiB composite obtained by stir casting," *Journal of Materials Science*, vol. 31, pp. 311–315, 1996. <https://doi.org/10.1007/BF01139145>
- [9] S. A. Sajjadi, H. R. Ezatpour, and M. Torabi Parizi, "Comparison of microstructure and mechanical properties of A356 aluminum alloy/Al₂ O₃ composites fabricated by stir and compo-casting process," *Materials and Design*, vol. 34, pp. 106–111, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.07.037>
- [10] S. A. Sajjadi, H. R. Ezatpour, and H. Beygi, "Microstructure and mechanical properties of Al-Al₂ O₃ micro and nano composites fabricated by stir casting," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 29-30, pp. 8765–8771, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.08.052>
- [11] A. Alizadeh and E. Taheri-Nassaj, "Mechanical properties and wear behavior of Al-2wt.%Cu alloy composites reinforced by B₄ C and fabricated by mechanical milling and hot extrusion," *Materials Characterization*, vol. 67, pp. 119–128, 2001. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2012.02.006>
- [12] S. Schamm, R. Fedou, J. P. Rocher, J. M. Quenisset, and R. Naslain, "The K₂ ZrF₆ Wetting Process: Effect of Surface Chemistry on the Ability of a SiC-Fiber Preform to be Impregnated by Aluminum," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 22, no. 9, pp. 2133–2139, 1991. <https://doi.org/10.1007/BF02669881>
- [13] A. R. Norouzi, "Investigation of the microstructure and mechanical properties of Al-TiB₂ nanocomposite made by vortex casting method for aerospace applications," *The Fourth International Conference on Nanotechnology Science and Development*, 2009. <https://civilica.com/doc/1196851>
- [14] M. Emami and E. Tahbazfar, "Mechanism of TiB₂ particle formation in Al-TiB₂ metal matrix composite by alloy-alloy method," *Journal of Tehran University of Technology*, vol. 36, pp. 223–230, 2002.
- [15] H. Mir Hosseini and V. A. Asadi, "Fabrication and investigation of heat treatment of Al356-Al₂ O₃ cast composite," *Fifth Annual Congress of the Iranian Society of Metallurgical Engineers*, Amirkabir University of Technology, 2001. <https://civilica.com/doc/101764>

- [16] N. Chawla and K. Chawla, *Metal Matrix Composites*. Isfahan University of Technology, First Edition, 2008. <https://www.gisoom.com/book/1506017/>
- [17] A. Abdollahi, "Investigation of mechanical properties of $Al2024-B_4C$ nanocomposite produced by mechanical alloying and hot extrusion," Malek Ashtar University of Technology, 2012. <https://civilica.com/doc/1908806>
- [18] M. C. Carroll, *Improvements to the strength and corrosion resistance of aluminum-magnesium-manganese alloys of near-AA5083 chemistry*. The Ohio State University, 2001.
- [19] Q. Xing, J. Zhao, H. Pan, L. Hou, and R. Li, "Effect of scandium and zirconium combination alloying on as-cast microstructure and mechanical properties of $Al-4Cu-1.5Mg$ alloy," School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Liaoning Province, China, 110870.
- [20] Y. L. Song, Y. H. Liu, S. H. Wang, S. R. Yu, and X. Y. Zhu, "Effect of cerium addition on microstructure and corrosion resistance of die cast AZ91 magnesium alloy," *Materials and Corrosion*, vol. 58, no. 3, pp. 189–192, 2007. <https://doi.org/10.1002/maco.200603988>



Ferdowsi University
of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

<https://jmme.um.ac.ir>



Iron & Steel
Society of Iran

The Synergistic Effect of Iodide on the Inhibitory Activity of Agarose towards Iron Corrosion

Research Article

Zohreh Moradi¹, Zahra Yavari² , Salameh Nematian³

DOI: [10.22067/jmme.2025.90558.1165](https://doi.org/10.22067/jmme.2025.90558.1165)

1- Introduction

In recent years, the polymers have been considered as effective inhibitors of the corrosion process of various metals. Natural polymers as economically affordable inhibitors recently have attracted lots of attentions. The agar gel composition, which can be extracted from seaweed, contains two polysaccharides called agarose and agarpectin. Agarose has high solubility in water due to its hydroxyl and ether groups. The presence of a significant number of oxygen heteroatoms in the structure of this neutral polymer increases the electron density around the molecule and hence, agarose can be a suitable inhibitor for preventing metal corrosion in aqueous environments. On the other side, the presence of halides in the polymer structure improves their inhibitory efficiency against metal corrosion. The large radius of the halide ion makes it easier to polarize and improves the adsorption of the inhibitor on the metal surface. The electron density of halides makes them a good electron donor. Among the different halides, iodide with a large radius and low electronegativity could be considered as a suitable choice for inhibitor production. Accordingly, in the current research the agarose was used as a polymeric inhibitor of iron corrosion in acidic media; and the improvement of its inhibitory activity in the presence of different ratios of iodide were investigated.

2. Experimental

Inhibitor samples were prepared by mixing agarose and potassium iodide in 0.5 M hydrochloric acid for 4 h with different mass ratios of agarose to KI as 0:4, 1:3, 2:2 and 3:1 and were named AG, AG-I, AG-2I and AG-3I, respectively. At the end of the mixing time, the obtained precipitates were filtered using a Buchner funnel and grade 1 Whatman filter paper and washed with double distilled water to remove excess acid concentrations. The precipitates were dried at 50°C for 12 h. Iron pieces with a thickness of 1 mm and an area of $1 \times 1 \text{ cm}^2$ were cut and were mechanically polished with 150 to 2000 grit sandpaper. Acetone was used to remove organic

contaminants from the iron surface. Gravimetric and microscopic studies were performed on these samples. A three-electrode system connected to a SAMA electroanalyzer was used for open circuit potential (OCP) and Tafel polarization analysis. An N302 Atuo lab PG STSTE instrument was used for electrochemical impedance spectroscopy. The morphology of the iron surface was examined using a scanning electron microscope (SEM). The topography of the iron samples in the presence of inhibitors was monitored using an atomic force microscope (AFM).

3. Result and Discussion

The results of polarization studies for iron samples with a unit surface area in 0.5 M sulfuric acid in the presence of inhibitors are given in Table 1.

Increasing the iodine to agarose ratio in the inhibitor structure increases the electron density and enhances the inhibitor performance. The presence of the inhibitor changes the slopes of the anodic and cathodic branches of the Tafel curve. According to Table 1, the simultaneous change in the anodic and cathodic slopes with increasing inhibitor concentration confirms the effect of the inhibitor on both half-reactions of corrosion. It is concluded that the introduced inhibitors are of mixed type. Electrochemical impedance spectroscopy was investigated for iron samples in 0.1 M sulfuric acid solution in the absence and presence of various inhibitors at open circuit potential and frequency range of 0.10-10 kHz. Based on the observed results, the circuit $[R_s(QR_{CT})]$ is proposed as the equivalent circuit; where R_s represents the solution resistance, R_{CT} is the charge transfer resistance, and Q is a non-ideal capacitor. The produced double layer planes between the electrolyte, non-parallel electrode surface and heterogeneous and rough electrode plane resulted in the unsymmetric and elliptical Nyquist semicircle; in other words, a non-ideal capacitor has been formed.

Gravimetric studies were performed for iron samples in the absence and presence of inhibitors at 20 °C for 2 h.

*Manuscript received September 17, 2024, Revised December 14, 2024, Accepted May 15, 2025.

¹ Graduated in applied chemistry, Department of Chemistry, University of Sistan and Baluchestan, Zahedan, Iran.

² Corresponding author: Assistant Professor, Department of Chemistry, University of Sistan and Baluchestan, Zahedan, Iran. Email: z_yavari@chem.usb.ac.ir

³ Graduated in Applied Chemistry, Department of Chemistry, University of Sistan and Baluchestan, Zahedan, Iran.

Table 1 - Tafel polarization parameters for iron corrosion in the absence and presence of 9 mg/l inhibitor in 0.5 M sulfuric acid solution

Inhibitor	OCP (V)	E_{cor} (v)	β_a (V/dec)	β_c (V/dec)	R_p (Ω)	I_{cor} (mA/cm ²)	C.R. (mpy)	%I.E.	θ
Blank	-0.600	-0.681	0.10	0.12	55.28	0.389	177.67	-	-
AG	-0.585	-0.687	0.08	0.10	78.40	0.235	107.43	39.59	0.36
AG-I	-0.603	-0.647	0.13	0.09	100.5	0.226	103.50	41.90	0.42
AG-2I	-0.605	-0.646	0.09	0.07	85.42	0.197	90.13	49.36	0.49
AG-3I	-0.595	-0.652	0.09	0.09	123.7	0.158	72.15	59.38	0.59

The mass loss in the presence of inhibitor was reduced compared to blank solution. The order of inhibitory efficiency was AG-3I>AG-2I>AG-I>AG. Adding KI increased inhibitory efficiency of AG.

4. Conclusion

Agarose-iodide samples with different ratios were prepared; and effect of iodide on agarose as iron corrosion inhibitor was investigated in acid. As a result, the inhibitory performance of agarose was significantly improved in the presence of higher proportions of potassium iodide. The results showed that the introduced inhibitors are mixed inhibitors with physical adsorption ability. EIS results showed that iodide-containing inhibitors increased the charge transfer resistance by changing the electrical double layer structure. EIS results showed that iodide-containing inhibitors increased the charge transfer resistance by changing the electrical double layer. Based on the results of Tafel polarization, the surface coverage for the four inhibitors AG, AG-I, AG-2I, and AG-3I had an increasing trend of 0.36, 0.42, 0.49, and 0.59, respectively, at a concentration of 9 mg/l of the inhibitor. It seems that the incorporation of iodide into the polymer structure improves the electron density of the polymer. Based on gravimetric studies at different temperatures and the values obtained for $\Delta S\#$, in the mechanism of the corrosion process in the presence of inhibitors, the rate-determining step is the metal dissolution step.



اثر هم‌افزایی یدید بر فعالیت بازدارندگی آگارز نسبت به خوردگی آهن*

مقاله پژوهشی

زهره مرادی^(۱) زهرا یاوری^(۲)  سلامه نعمتیان^(۳)

DOI: 10.22067/jmme.2025.90558.1165

چکیده در صنعت، پلیمرها به عنوان بازدارنده‌های خوردگی کارآمد شناخته می‌شوند. در این میان، پلیمرهای طبیعی با دسترسی آسان و قیمت اندک مورد توجه هستند. در کار حاضر، کارایی بازدارندگی خوردگی توسط آگارز به دلیل داشتن اتم‌های اکسیژن متعدد در ساختار، که قابلیت پروتونه شدن در اسید را دارند، بررسی شد. با افزودن یدید به ساختار آگارز، میزان قطبش‌پذیری و چگالی الکترونی آن تقویت گردید. از این رو، میزان خوردگی نمونه‌های آهن در سولفوریک اسید و مخلوط آگارز - یدید پتاسیم با نسبت جرمی مختلف (AG:I AG:2I AG:3I) به عنوان بازدارنده بررسی شد. کارایی چهار بازدارنده معرفی شده، با تکنیک‌های مختلفی از جمله پلاریزاسیون تافل، گراویمتری، طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی، میکروسکوپی نیروی اتمی و میکروسکوپی الکترونی روبشی مقایسه گردید. بر اساس نتایج گراویمتری در حضور ۰/۵ g/l بازدارنده، درصد بازدارندگی خوردگی از ۴۴/۱۴٪ برای AG به ۸۸/۶۸٪ برای AG:3I رسید. پلیمر یددار با بهبود پوشاندگی سطح، نقش یک بازدارنده مختلط را با جذب فیزیکی روی سطح و تأثیر بر نیم واکنش‌های آنودی و کاتدی خوردگی ایفا کرد. وجود یدید در ساختار آگارز چگالی الکترونی پلیمر بازدارنده را افزایش می‌دهد و عملکرد بازدارندگی آن را تقویت می‌کند.

واژه‌های کلیدی آگارز، منحنی تافل، بازدارنده مختلط، تست گراویمتری، پوشاندگی سطح.

The Synergistic Effect of Iodide on the Inhibitory Activity of Agarose towards Iron Corrosion

Zohreh Moradi Zahra Yavari Salameh Nematian

Abstract In industry, the polymers are known as efficient corrosion inhibitors. Among them, the natural polymers are of interest with easy access and low price. In the present work, the corrosion inhibition efficiency of agarose was investigated due to the presence of numerous oxygen atoms in the structure, which are capable of protonation in acid. The polarizability and electron density of agarose were enhanced by adding iodide to its structure. Therefore, the corrosion rate of iron samples was investigated in sulfuric acid and the agarose - potassium iodide mixture with different mass ratios (AG, AG:I, AG:2I and AG:3I) as inhibitors. The efficiency of four introduced inhibitors was compared with different techniques such as: Tafel polarization, gravimetry, electrochemical impedance spectroscopy, atomic force microscopy and scanning electron microscopy. Based on the gravimetric results in the presence of 0.5 g/l inhibitor, the percentage of corrosion inhibition increased from 44.14% for AG to 88.68% for AG:3I. Iodine-containing polymer to improve surface Coverage acted as a mixed inhibitor by physically adsorbing on the surface and affecting the anodic and cathodic half-reactions of corrosion. The presence of iodide in the structure of agarose increases the electron density of the inhibitory polymer and strengthens its inhibitory function.

Keywords Agarose, Tafel Curve, Mixed Inhibitor, Gravimetric Analysis, Surface Coverage.

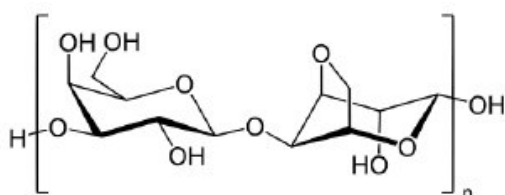
* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۳/۶/۲۷ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۲/۲۷ می‌باشد.

(۱) دانش آموخته کارشناسی ارشد شیمی کاربردی، گروه شیمی، دانشکده علوم پایه، دانشگاه سیستان و بلوچستان، زاهدان.

(۲) نویسنده مسئول، استادیار گروه شیمی، دانشکده علوم پایه، دانشگاه سیستان و بلوچستان، زاهدان. Email: z_yavari@chem.usb.ac.ir

(۳) دانش آموخته کارشناسی ارشد شیمی کاربردی، گروه شیمی، دانشکده علوم پایه، دانشگاه سیستان و بلوچستان، زاهدان.

تشکیل می‌دهد. ساختار آگارز در شماتیک (۱) آورده شده است [11].



شماتیک ۱ ساختار شیمیایی آگارز [11]

همان طور که در شماتیک (۱) نشان داده شده است، آگارز یک پلیمر خطی متشکل از واحدهای دی‌ساکارید آگاروبیوز می‌باشد. واحدهای گالاکتوز و گالاکتوپیرانوز متصل شده توسط پیوندهای گلیکوزیدی در ساختار مشخص می‌باشند. زنجیره‌های پلیمری آگارز الیاف مارپیچی را تشکیل می‌دهند. در هر زنجیره آگارز حدود ۸۰۰ مولکول گالاکتوز وجود دارد [12]. آگارز بسیار متخلخل، از نظر مکانیکی مقاوم، از نظر شیمیایی و فیزیکی بی‌اثر و به شدت آب‌دوست می‌باشد. در سال ۲۰۱۶ گروهی از پژوهشگران طیف گسترده‌ای از روش‌های مشتق‌سازی با اصلاح شیمیایی هیدروکسیل‌های پلیمری آگارز را، به منظور تثبیت آنزیم‌ها روی آگارز، مورد بررسی قرار دادند [13]. نتایج آن‌ها نشان داد که ویژگی‌های آگارز با ایجاد پیوند با دوپانت‌ها می‌تواند بهبود یابد. آگارز به دلیل داشتن گروه‌های هیدروکسیلی و اتری، انحلال‌پذیری بالایی در آب دارد [14]. حضور تعداد قابل توجهی هترواتم اکسیژن در ساختار این پلیمر خنثی، چگالی الکترونی اطراف مولکول را افزایش می‌دهد و از این رو، آگارز می‌تواند یک بازدارنده مناسب برای جلوگیری از خوردگی فلزات در محیط‌های آبی باشد [15]. در یک محیط خورنده اسیدی، اتم‌های اکسیژن موجود در ساختار آگارز می‌توانند پروتونه شوند و به عنوان دهنده الکترون عمل کنند؛ بنابراین، جذب سطحی بازدارنده بر سطح فلز، قوی‌تر خواهد بود.

حضور هالیدها در ساختار پلیمر، به منظور بهبود کارایی بازدارندگی آن در برابر خوردگی فلزات، قبلاً مورد بررسی پژوهشگرانی بوده است [16,17]. این در حالی است که هیچ گزارشی در مورد تأثیر هالیدها، بر مهار خوردگی فلزات در محیط‌های خورنده مانند محلول اسیدی وجود ندارد [18]. به نظر می‌رسد هم‌افزایی پلیمرها با یون‌های هالید، منجر به مصرف کمتر

مقدمه

اسیدها الکترولیت‌های پرکاربرد در فرایندهای مختلف صنعتی می‌باشند. آهن و آلیاژهای آن نیز به طور گسترده در صنعت استفاده می‌شوند. از این رو، خوردگی آهن در محیط‌های اسیدی مشکلات اقتصادی عمده‌ای را برای صنایع ایجاد می‌کند؛ که از جمله آن، کاهش ضخامت سازه‌های فلزی در اثر ایجاد محصولات خوردگی محلول، نظیر Fe^{2+} خواهد بود [1]. به منظور کاهش خوردگی آهن، می‌توان روش‌های مناسبی را به کار گرفت که یکی از آن‌ها استفاده از ترکیبات شیمیایی موسوم به بازدارنده است. این ترکیبات، روی سطح آهن جذب می‌شوند و از برهم‌کنش آهن با عوامل خورنده جلوگیری می‌کنند [2]. ترکیبات به کار رفته به عنوان بازدارنده خوردگی در صنعت، می‌توانند معدنی مانند سولفیت سدیم، کروم و فسفات، و یا آلی مانند آمین، آمید و ایمیدازول باشند. به دلیل سمیت و مشکلات زیست‌محیطی مواد معدنی، استفاده از ترکیبات آلی رو به گسترش است [3]. ویژگی‌های بازدارنده شامل حجم و جرم مولکول و پارامترهای هندسی و الکترونیکی آن بر جذب بازدارنده روی سطح فلز تأثیر می‌گذارد. وجود هترواتم‌هایی مانند نیتروژن و اکسیژن، و نیز پیوندهای دوگانه در ساختار ترکیب بازدارنده، چگالی الکترونی آن را افزایش می‌دهد [4-6]. یک برهم‌کنش بین بازدارنده با چگالی الکترونی بالا به عنوان دهنده الکترون، و فلز با اوربیتال خالی یا نیمه پر شده به عنوان گیرنده الکترون، رخ داده و برهم‌کنش ایجاد می‌شود.

در سال‌های اخیر، پلیمرها به عنوان بازدارنده‌هایی کارا، برای خوردگی فلزات مختلف در نظر گرفته شده‌اند [7,8]. پلیمرها به دلیل مراکز جذب زیاد در ساختارشان در مقایسه با مونومرشان، امکان جذب سطحی بیشتری روی فلز مورد محافظت، دارند. پلیمرها به صورت مصنوعی و طبیعی وجود دارند و در نتیجه پیوند شیمیایی بین واحدهای کوچک موسوم به مونومر ایجاد می‌شوند. یک عیب بازدارنده‌های آلی به ویژه پلیمرهای مصنوعی، سنتز گران و پیچیده آن‌ها می‌باشد [9]. پلیمرهای طبیعی دسترسی راحت داشته و از نظر اقتصادی مقرون به صرفه هستند. از این رو، می‌توانند جایگزینی مناسب برای بازدارنده‌های معدنی و یا پلیمرهای سنتزی باشند [10]. ترکیب ژله‌ای آگار که از جلبک‌های دریایی می‌توان آن را استخراج کرد، دارای دو پلی‌ساکارید به نام‌های آگارز و آگاروپکتین می‌باشد. بخش عمده آگار را آگارز

استفاده از هیدروکلریک اسید، پروتونه کردن ساختار پلیمر است که برهم‌کنش الکترواستاتیک آنیون هالید را با پلیمر تقویت می‌کند. در پایان زمان اختلاط، رسوبات به دست آمده توسط قیف بوختر و کاغذ صافی واتمن درجه ۱ صاف شدند و با آب دوبار تقطیر شسته شدند تا اسید اضافی حذف گردد. رسوبات در دمای 50°C به مدت ۱۲h خشک شدند، دمای خشک کردن باید پایین باشد، تا ساختار پلیمر تخریب نشود. به منظور سطح تماس بالاتر، رسوبات با استفاده از آسیاب گلوله‌ای پودر شدند.

آماده‌سازی نمونه‌ها

قطعات آهن با ضخامت ۱ mm و مساحت $1 \times 1 \text{ cm}^2$ بریده شدند. پس از سوهان کاری، با کاغذ سمباده ۱۵۰ تا ۲۰۰۰ مورد پولیش مکانیکی قرار گرفتند. از استون برای حذف آلودگی‌های آلی، در سطح آهن استفاده شد. مطالعات گراویمتری و میکروسکوپی روی این نمونه‌ها انجام شد. برای مطالعات الکتروشیمیایی از نمونه‌های آهن با مساحت سطح واحد استفاده شد.

روش آنالیز گراویمتری

تحلیل گراویمتری یا وزن‌سنجی بر اساس مقاله [19] انجام شد. به این منظور، در ابتدا نمونه‌ها توسط ترازو توزین شدند. آن‌گاه برای مدت ۲h در محلول سولفوریک اسید ۰/۵M با غلظت معین از بازدارنده، در چهار دمای مختلف ۲۰ تا 50°C غوطه‌ور گردیدند. سپس، نمونه‌ها بیرون آورده شدند و با آب و استون، آبکشی و خشک شدند. مجدد نمونه‌ها وزن شدند. در نهایت کاهش وزن محاسبه شد. غلظت‌ها به صورت جرم (g) بازدارنده افزوده شده به محیط، تقسیم بر حجم محلول خورنده (l) گزارش شده‌اند.

آماده‌سازی نمونه برای بررسی‌های میکروسکوپی

در مطالعات مورفولوژیک با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، نمونه‌های آهن به مدت ۱۶h در محلول سولفوریک اسید ۰/۱M دارای ۵g/l بازدارنده قرار داده شدند. نمونه شاهد (Blank) در محلول سولفوریک اسید فاقد بازدارنده قرار گرفت. سپس، نمونه با آب و استون آبکشی شد و در هوا خشک گردید و در بسته‌های پلاستیکی زیپ‌دار تحت گاز نیتروژن برای مطالعه میکروسکوپی به آزمایشگاه مربوطه ارسال گردید.

بازدارنده شود. شعاع بالای یون هالید، قطبش‌پذیری آن را آسان‌تر می‌کند و جذب سطحی بازدارنده روی سطح فلز را بهبود می‌بخشد. چگالی الکترونی هالیدها، باعث شده است آن‌ها یک دهنده الکترون خوب به حساب آیند. از میان هالیدهای مختلف، یدید با شعاع بالاتر و الکترونگاتیویته کمتر احتمالاً گزینه مناسبی خواهد بود. از این رو در مقاله حاضر، از آگارز به عنوان بازدارنده پلیمری برای خوردگی آهن در محیط اسیدی استفاده شده است و بهبود فعالیت بازدارندگی آگارز در حضور یون یدید مطالعه شده است. چهار نمونه آگارز - یدید با چهار نسبت جرمی مختلف، تهیه و بررسی شده است.

بخش تجربی

مواد شیمیایی

آگارز با جرم مولکولی ۱۲۰۰۰۰ Da و پتاسیم یدید از شرکت Merck خریداری شدند. در تهیه تمامی محلول‌ها از آب دو بار تقطیر استفاده شده است. محلول سولفوریک اسید با غلظت مشخص به عنوان محیط خورنده انتخاب گردید. خلص‌سازی بیشتر روی مواد شیمیایی انجام نشده است.

دستگاه‌ها

سیستم سه الکترودی متصل به الکتروآنالیزر SAMA ۵۰۰ ساخت اصفهان/ ایران برای آنالیز پتانسیل مدار باز (OCP) و پلاریزاسیون تافل (Tafel) مورد استفاده قرار گرفت. دستگاه Atuo lab ۳۰۲N PG STSTE از کمپانی Metrohm که به همراه نرم‌افزار NONA۲،۱ برای طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی به کار گرفته شد. مورفولوژی سطح آهن، به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل M۳۹۰۰ KYKYEM بررسی گردید. توپوگرافی نمونه‌های آهن در حضور بازدارنده‌ها، توسط میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) از شرکت آرا پژوهش مدل No.0101/A کنترل گردید.

تهیه بازدارنده‌ها

نمونه‌های بازدارنده با مخلوط کردن آگارز و یدید پتاسیم، در هیدروکلریک اسید ۰/۵ M به مدت ۴h با نسبت‌های جرمی مختلف آگارز به KI به صورت ۰:۴، ۱:۳، ۲:۲ و ۳:۱ تهیه و به ترتیب، AG، AG-I، AG-2I و AG-3I نام‌گذاری شدند. علت

که I'_{cor} دانسیته جریان خوردگی در غیاب بازدارنده و I_{cor} دانسیته جریان خوردگی در حضور غلظت معینی از بازدارنده است.

$$\theta = \frac{I.E.\%}{100} \quad (2)$$

افزایش درصد بازدارندگی بازدارنده و میزان پوشاندگی سطح در غلظت‌های بالاتر بازدارنده، بر کارایی ترکیبات پیشنهادی به عنوان بازدارنده خوردگی آهن در محیط اسیدی دلالت دارد. افزایش نسبت ید به آگارز در ساختار بازدارنده چگالی الکترونی را افزایش می‌دهد و باعث افزایش عملکرد بازدارنده می‌شود. حسب نتایج، شیف‌ت پتانسیل خوردگی (E_{cor}) به سوی مقادیر منفی در حضور بازدارنده‌ها، نشان از کند شدن نیم واکنش‌های آندی و کاتدی خوردگی می‌باشد [21]. واکنش خوردگی شامل ایجاد گونه‌های میانی، تشکیل شده حین جذب عامل خورنده توسط اتم‌های سطح فلز مانند FeOH است. تولید چنین گونه-های میانی می‌تواند تحت تأثیر حضور بازدارنده قرار گیرد. از این رو، حضور بازدارنده شیب شاخه‌های آندی و کاتدی منحنی تافل را تغییر می‌دهد. بر اساس جدول (۱) تغییر همزمان شیب‌های آندی و کاتدی با افزایش غلظت بازدارنده، اثر بازدارنده را بر هر دو نیم واکنش خوردگی تأیید می‌کند. نتیجه‌گیری می‌شود که بازدارنده‌های معرفی شده از نوع مختلط می‌باشند.

میزان جریان خوردگی در حضور بازدارنده‌ها، قابل مقایسه با مطالعات دیگر می‌باشد: در [22] از عصاره گل رز به عنوان بازدارنده خوردگی فولاد در محیط اسیدی استفاده شد. طبق نتایج این مقاله، در حضور ۸۰۰ ppm از بازدارنده مذکور، دانسیته جریان خوردگی برابر $44 \mu A/cm^2$ مشاهده شد. خوردگی آهن در محیط سولفوریک اسید با بازدارنده‌های مبتنی بر کیتوزان در [23]، مورد مطالعه قرار گرفته است. درصد بازدارندگی ۴۶/۷۹٪ در حضور ۲۰ mg/l از بازدارنده گزارش شده است. آنتی بیوتیک‌ها به عنوان بازدارنده خوردگی فولاد در محیط اسیدی در [24] مورد استفاده قرار گرفتند. در حضور ۰/۵۲ M از تتراسیکلین و استرپتومایسین در صد بازدارندگی به ترتیب ۳۰/۹۵٪ و ۴۰/۴۸٪ گزارش شده است.

برای مطالعه جذب سطحی بازدارنده روی آهن، نمونه‌ها برای ۱۲h در آب مقطر حاوی ۵g/l بازدارنده غوطه‌ور شدند. در ادامه، نمونه‌ها از محلول خارج شدند و بدون آنکه آبکشی شوند، در دمای اتاق خشک شدند و در بسته‌های پلاستیکی زیپ‌دار تحت گاز نیتروژن به آزمایشگاه مربوطه ارسال شدند.

روش آنالیزهای الکتروشیمیایی

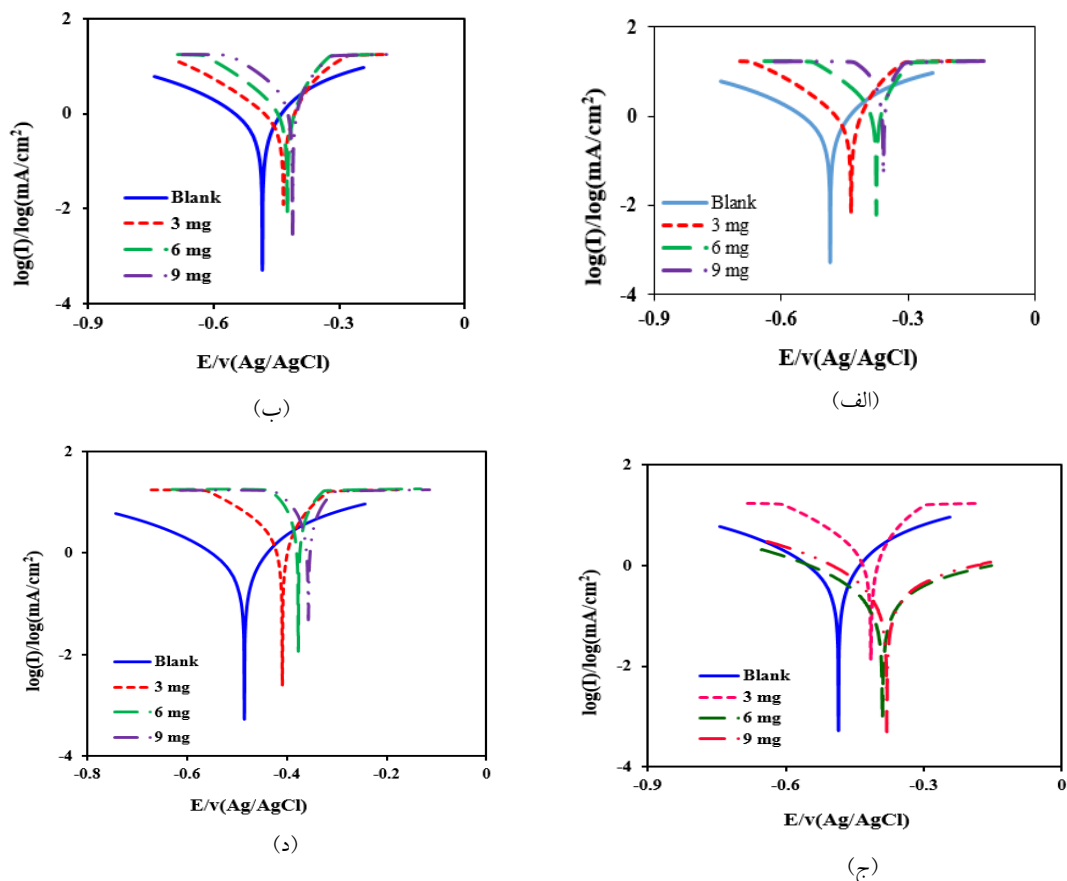
نمونه آهن آماده شده به عنوان الکتروکد کار استفاده شد. در سل سه‌الکترودی، یک سیم پلاتین به عنوان الکتروکد شمارنده انتخاب شد. برای مطالعات پتانسیل مدار باز و پلاریزاسیون تافل، الکتروکد کالومل اشباع (SCE) و برای طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی الکتروکد Ag/AgCl به عنوان الکتروکد مرجع، استفاده شدند. الکترولیت ۱۵ml محلول ۰/۵M سولفوریک اسید بدون هوادهی بود. جرم معینی از نمونه‌های پودری بازدارنده آماده شده، به الکترولیت داخل سل الکتروشیمیایی افزوده شد و غلظت بازدارنده در محیط با واحد $mg.L^{-1}$ یا همان ppm تعیین گردید. از روش ولتامتری حول OCP برای آنالیزهای پلاریزاسیون تافل استفاده شد [20]. در ابتدا OCP برای ۱۰۰۰s ثبت و محدوده پتانسیل برای بررسی پلاریزاسیون تافل به صورت $\pm 0/25V$ انتخاب شد. بررسی‌ها با سرعت روبش ۰/۱V/s انجام گردید.

نتیجه‌ها و بحث

پلاریزاسیون تافل

بررسی‌های پلاریزاسیون برای نمونه‌های آهن با سطح مقطع واحد، در سولفوریک اسید ۰/۵M در حضور بازدارنده‌ها انجام شد. شکل (۱) منحنی‌های تافل را در غلظت‌های مختلف بازدارنده‌ها نشان می‌دهد. نتایج استخراج شده از این مطالعه برای چهار بازدارنده در جدول (۱) گزارش شده است. مقایسه اجمالی نتایج در غیاب و حضور بازدارنده، تأثیر مثبت بازدارنده بر افزایش مقاومت پلاریزاسیون (R_p)، کاهش دانسیته جریان خوردگی (I_{cor}) و افت سرعت خوردگی (C.R.) را نشان می‌دهد. پارامترهای درصد بازدارندگی (I.E.%) و میزان پوشاندگی سطح توسط بازدارنده (θ) به کمک داده‌های الکتروشیمی به ترتیب با معادلات (۱) و (۲) محاسبه و گزارش گردید.

$$\%I.E. = \frac{I'_{cor} - I_{cor}}{I'_{cor}} \times 100 \quad (1)$$



شکل ۱ منحنی‌های تافل برای نمونه آهن در غلظت‌های مختلف بازدارنده: (الف) AG، (ب) AG-I، (ج) AG-2I و (د) AG-3I در محلول سولفوریک اسید ۰/۵ M در سرعت روبش ۰/۰۱ V/s و دمای اتاق

جدول ۱ پارامترهای پلاریزاسیون تافل برای خوردگی آهن در غیاب و حضور بازدارنده در محلول سولفوریک اسید ۰/۵ M

θ	%I.E.	C.R. (mpy)	I_{cor} (mA/cm ²)	R_p (Ω)	β_c (V/dec)	β_a (V/dec)	E_{cor} (v)	OCP (V)	غلظت mg/l	بازدارنده
-	-	177/6 7	0/389	55/28	0/12	0/10	-0/681	-0/600	0	Blank
0/32	31/62	121/5 3	0/266	82/77	0/11	0/09	-0/687	-0/625	3	AG
0/34	33/93	117/7 0	0/257	81/61	0/08	0/11	-0/656	-0/616	6	
0/36	39/59	107/4 3	0/235	78/40	0/10	0/08	-0/687	-0/585	9	
0/40	40/10	106/5 6	0/233	78/00	0/09	0/08	-0/686	-0/600	3	AG-I
0/41	40/87	104/9 7	0/230	88/71	0/08	0/11	-0/655	-0/602	6	
0/42	41/90	103/5 0	0/226	100/5	0/09	0/13	-0/647	-0/603	9	
0/43	43/44	100/8 1	0/220	102/5	0/12	0/09	-0/679	-0/606	3	AG-2I
0/48	47/81	92/96	0/203	108/3	0/11	0/09	-0/665	-0/604	6	
0/49	49/36	90/13	0/197	85/42	0/07	0/09	-0/646	-0/605	9	
0/53	52/70	84/24	0/184	98/72	0/09	0/08	-0/663	-0/598	3	AG-3I
0/60	59/64	81/14	0/157	111/6	0/08	0/10	-0/647	-0/604	6	
0/59	59/38	72/15	0/158	123/7	0/09	0/09	-0/652	-0/595	9	

بازدارنده می‌باشند. کمیت پوشانندگی سطح (θ) فلز توسط بازدارنده نیز با رابطه (۱۰) محاسبه گردید:

$$\theta = \frac{I.E.\%}{100} \quad (10)$$

با توجه به نتایج برآورد می‌شود که در حضور بازدارنده‌ها، مقدار اتلاف جرم و سرعت خوردگی نسبت به هنگامی که بازدارنده در محیط نیست، کاهش می‌یابد. به علاوه، بالا رفتن غلظت بازدارنده موجب افزایش درصد بازدارندگی و کمیت پوشانندگی، کاهش سرعت خوردگی و اتلاف جرم می‌شود. نتایج حاکی است که با افزودن یدید پتاسیم عملکرد بازدارنده افزایش می‌یابد. ترتیب کارایی بازدارندگی بر اساس نتایج گراویمتری به صورت $AG-3I > AG-2I > AG-I > AG$ می‌باشد.

جدول ۲ نتایج گراویمتری بازدارنده‌های مختلف در غلظت‌های متفاوت در دمای $20^\circ C$ و مدت تماس ۲h

بازدارنده	غلظت (g/l)	M (g)	(g/cm ² .h) C.R. $\times 10^{-3}$	I.E.%	θ
Blank	۰	۰/۲۲۸۱	۱۴/۲۵	-	-
AG	۰/۱	۰/۱۶۵۸	۱۰/۳۶	۲۶/۱۲	۰/۲۶۱۲
	۰/۳	۰/۱۴۵	۹/۰۶	۳۶/۴۳	۰/۳۶۴۳
	۰/۵	۰/۱۲۷۴	۷/۹۶	۴۴/۱۴	۰/۴۴۱۴
AG-I	۰/۱	۰/۱۰۷۴	۶/۷۱	۵۲/۹۱	۰/۵۲۹۱
	۰/۳	۰/۰۹۸۲	۶/۱۳	۵۶/۹۴	۰/۵۶۹۴
	۰/۵	۰/۰۷۹۵	۴/۹۶	۶۵/۱۴	۰/۶۵۱۴
AG-2I	۰/۱	۰/۰۳۳۷	۲/۱۰	۸۵/۲۲	۰/۸۵۲۲
	۰/۳	۰/۰۲۷۶	۱/۷۲	۸۷/۹۰	۰/۸۷۹۰
	۰/۵	۰/۰۲۶۸	۱/۶۷	۸۸/۲۵	۰/۸۸۲۵
AG-3I	۰/۱	۰/۰۲۶۱	۱/۶۳	۸۸/۵۵	۰/۸۸۵۵
	۰/۳	۰/۰۲۶۰	۱/۶۲	۸۸/۶۰	۰/۸۸۶۰
	۰/۵	۰/۰۲۵۸	۱/۶۱	۸۸/۶۸	۰/۸۸۶۸

برای مشخص کردن اثر دما بر خوردگی آهن، تست گراویمتری در دماهای مختلف و زمان یکسان انجام شد. نتایج آن در جدول (۳) ارزیابی شده است. نتایج جدول (۳) نشان می‌دهد که با افزایش دما، سرعت خوردگی همانند واکنش‌های شیمیایی دیگر، افزایش می‌یابد؛ از این رو پیش‌بینی می‌شود بازدارندگی کاهش یابد [25]. مقادیر توابع ترمودینامیکی برای

تست گراویمتری

در انحلال آهن درون محیط اسیدی، نیم واکنش اکسایش فلز، به صورت معادله (۳) می‌باشد:



نیم واکنش احیا رخ داده در محیط اسیدی شامل چند مرحله است. ابتدا، یون‌های H^+ از توده محلول اسیدی، جذب سطح فلز می‌شوند.



سپس، یون‌های جذب سطحی شده، یک الکترون از فلز دریافت کرده و به اتم هیدروژن تبدیل می‌شوند. الکترون مورد نظر از نیم واکنش ۳، یعنی انحلال فلز تأمین می‌گردد.



در ادامه، دو اتم هیدروژن جذب سطحی شده، در سطح فلز با یکدیگر ترکیب شده و مولکول هیدروژن در سطح فلز ایجاد می‌شود.



در نهایت، مولکول هیدروژن سطح فلز را ترک می‌کند و وارد توده محلول می‌شود. از تجمع مولکول‌های هیدروژن، حباب‌های گاز هیدروژن ایجاد می‌گردد.



حلالیت بالای محصولات پس از خوردگی آهن، منجر به کاهش جرم فلز در محلول اسیدی می‌شود. مطالعه گراویمتری برای نمونه‌های آهن در غیاب و حضور بازدارنده‌ها در دمای $20^\circ C$ به مدت ۲h انجام شد و نتایج مربوط به آن در جدول (۲) گزارش گردید. در مطالعه گراویمتری کاهش جرم رخ داده حین خوردگی محاسبه می‌شود. از این رو، سرعت خوردگی (C.R.) به کمک اختلاف جرم قبل و بعد از خوردگی (M) طبق رابطه (۸) محاسبه می‌شود.

$$C.R. = \frac{M}{A \times t} \quad (8)$$

که M جرم کاهش یافته، A مساحت سطح و t مدت زمان غوطه‌وری می‌باشد. درصد بازدارندگی نمونه‌ها به عنوان معیاری از عملکرد آن‌ها با رابطه (۹) تعیین گردید:

$$I.E.\% = \frac{M_0 - M}{M_0} \times 100 \quad (9)$$

M_0 و M به ترتیب مقدار کاهش جرم در غیاب و حضور

فرایند خوردگی آهن در اسید، به کمک معادله آرنیوس (رابطه ۱۱) محاسبه می‌شود [26]:

$$\ln(C.R.) = \frac{-E_a}{RT} + \ln A \quad (11)$$

که در آن E_a انرژی فعال‌سازی، R ثابت عمومی گازها و A ضریب ثابت می‌باشد. انرژی فعال‌سازی از رسم $\ln C.R.$ بر حسب $1/T$ به دست می‌آید. نمودارهای مربوط به آن در شکل (۲) آورده شده است. از رسم $\ln C.R./T$ بر حسب $1/T$ منحنی خطی معادله آیرینگ به کمک رابطه (۱۲) به دست می‌آید [24].

$$\ln\left(\frac{C.R.}{T}\right) = -\frac{\Delta H^\ddagger}{RT} + \frac{\Delta S^\ddagger}{R} + \ln \frac{k_B}{h} \quad (12)$$

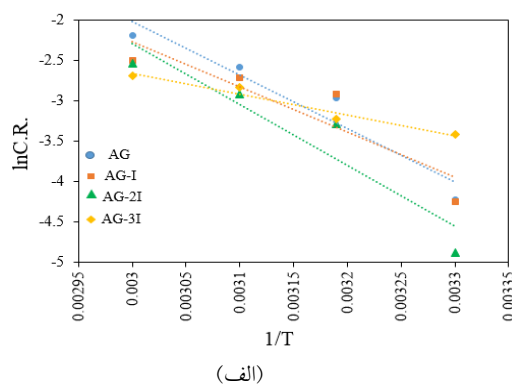
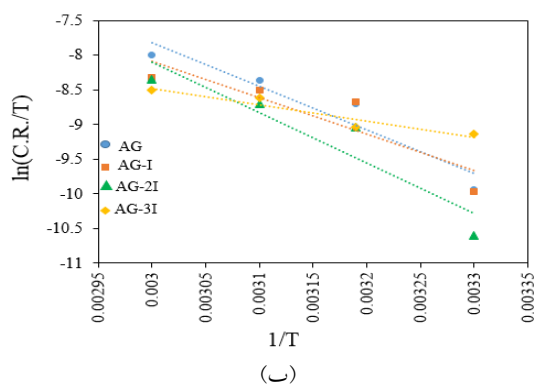
که h ثابت پلانک، k_B ثابت بولتزمن، $\Delta S^\ddagger$ آنتروپی فعال‌سازی و $\Delta H^\ddagger$ آنتالپی فعال‌سازی می‌باشند. پذیرفته شده است که اگر انرژی اکتیواسیون برای فرایند جذب سطحی ترکیب روی فلز

پایین باشد، جذب شیمیایی و قوی‌تر است و انرژی اکتیواسیون بالا نمایانگر جذب فیزیکی است [27]. مقادیر انرژی فعال‌سازی به دست آمده مطابق جدول (۴) نشان می‌دهد که تغییر نسبت دیدید در ساختار بازدارنده نوع برهم‌کنش بازدارنده با سطح فلز را دچار تغییر می‌کند. به عبارت دیگر، مکانیسم برهم‌کنش با تغییر نسبت دیدید یکسان نخواهد بود. مقادیر مثبت $\Delta H^\ddagger$ برای دو بازدارنده AG-2I و AG-3I دلالت بر آن دارد که فرایند در حضور این دو بازدارنده، بر خلاف بازدارنده‌های AG و Ag-I، گرماگیر است [28].

مقادیر منفی $\Delta S^\ddagger$ برای تمامی بازدارنده‌ها به علت آن است که کمپلکس فعال در مرحله تعیین کننده سرعت، به مرحله انحلال فلز ارتباط دارد. به طوری که مقادیر مثبت $\Delta S^\ddagger$ عدم وابستگی بین کمپلکس فعال مرحله تعیین کننده سرعت و مرحله انحلال فلز را نشان می‌دهد. برای ترکیبات، پیشنهادی مشاهده نشده است [29].

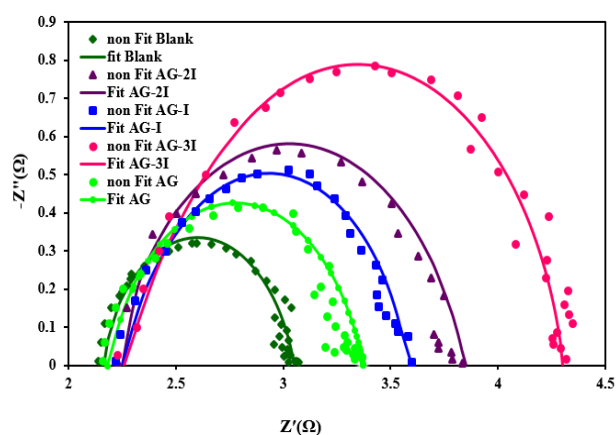
جدول ۳ تست گراویمتری در حضور ۰/۱۲۵ g/l بازدارنده در دماهای متفاوت و مدت تماس ۲h

بازدارنده	T(K)	M (g)	C.R. $\times 10^{-3}$ (g/cm ² .h)	ln C.R.	C.R./T $\times 10^{-5}$
AG	۲۹۳	۰/۰۷۹۵	۴/۹۶	-۵/۳۰	۱/۶۹
	۳۰۳	۰/۱۱۴۲	۷/۱۳	-۴/۹۴	۲/۳۵
	۳۱۳	۰/۴۱۸۳	۲۶/۱۴	-۳/۶۴	۸/۳۵
	۳۲۳	۰/۷۶۵۴	۴۷/۸۳	-۳/۰۴	۱۴/۸۰
AG-I	۲۹۳	۰/۰۲۶۱	۱/۶۳	-۶/۴۱	۰/۵۷
	۳۰۳	۰/۲۷۴۹	۱۷/۱۸	-۴/۰۶	۵/۶۶
	۳۱۳	۰/۴۹۰۷	۳۰/۶۶	-۳/۴۸	۹/۴۹
	۳۲۳	۰/۶۹۰۴	۴۳/۱۵	-۳/۱۴	۱۳/۷۸
AG-2I	۲۹۳	۰/۰۲۰۴	۱/۲۷	-۶/۶۶	۰/۴۳
	۳۰۳	۰/۰۶۷۱	۴/۱۹	-۵/۴۷	۱/۳۸
	۳۱۳	۰/۰۹۹۵	۶/۲۱	-۵/۰۸	۱/۹۸
	۳۲۳	۰/۲۰۰۶	۱۲/۵۳	-۴/۳۷	۳/۸۷
AG-3I	۲۹۳	۰/۱۹۴۱	۱۲/۱۳	-۴/۴۱	۴/۱۳
	۳۰۳	۰/۴۳۵۶	۲۷/۲۲	-۳/۶۰	۸/۹۸
	۳۱۳	۰/۵۳۲۸	۳۳/۳۰	-۳/۴۰	۱۰/۶۳
	۳۲۳	۱/۱۴۰۰	۷۱/۸۱	-۲/۶۳	۲۲/۲۲



شکل ۲ منحنی‌های (الف) آرنیوس و (ب) آیرینگ بر اساس نتایج گراویمتری آهن در حضور بازدارنده‌های مختلف با غلظت ۰/۱۲۵ g/l و دماهای گوناگون و مدت تماس ۲h

Y_0 آدمیتانس (برابر پارامتر ظرفیت در خازن ایدئال و عکس امپدانس) و n درجه خشن بودن سطح است که بین -۱ تا +۱ می‌باشد. همان گونه که مشاهده می‌شود، اختلاف فقط در توان n وجود دارد که مقدارش بین صفر و یک خواهد بود. امپدانس کل در منحنی از رابطه $(\frac{R_{ct}}{2})^2 = Z'^2 + (Z'' - (\frac{R_{ct}}{2} + R_s))^2$ تبعیت می‌کند که این رابطه معادله یک دایره به شعاع $\frac{R_{ct}}{2}$ و فاصله مرکز دایره از مبدأ برابر با $\frac{R_{ct}}{2} + R_s$ است. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که در نمودار نایکوئیست با بیشتر شدن قطر نیم‌دایره، میزان مقاومت انتقال بار (R_{ct}) در مقابل خوردگی افزایش یافته است [30].



شکل ۳ منحنی‌های نایکوئیست برای خوردگی آهن در محلول اسیدسولفوریک ۰/۱M و بازدارنده‌های مختلف طبق مدار معادل $[R_s(QR_{ct})]$ در پتانسیل مدار باز و محدوده فرکانس ۰/۱-۱۰ kHz

طبق شکل (۳)، افزودن بازدارنده سبب افزایش قطر نیم‌دایره

جدول ۴ داده‌های استخراج شده از تست گراویمتری آهن در حضور بازدارنده‌های مختلف با غلظت ۰/۱۲۵ g/l

بازدارنده	E_a (kJ/mol)	$\Delta H^\#$ (kJ/mol)	$\Delta S^\#$ (kJ/mol K)
AG	۳۱/۲۶	-۸/۹۳	-۳۰۷/۷۴
AG-I	۳۱/۲۶	-۸/۹۳	-۳۰۷/۷۴
AG-2I	۵۹/۱۹	۵۷/۳۹	-۹۷/۰۵
AG-3I	۴۱/۳۲	۳۹/۴۴	-۱۶۳/۸۵

طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی

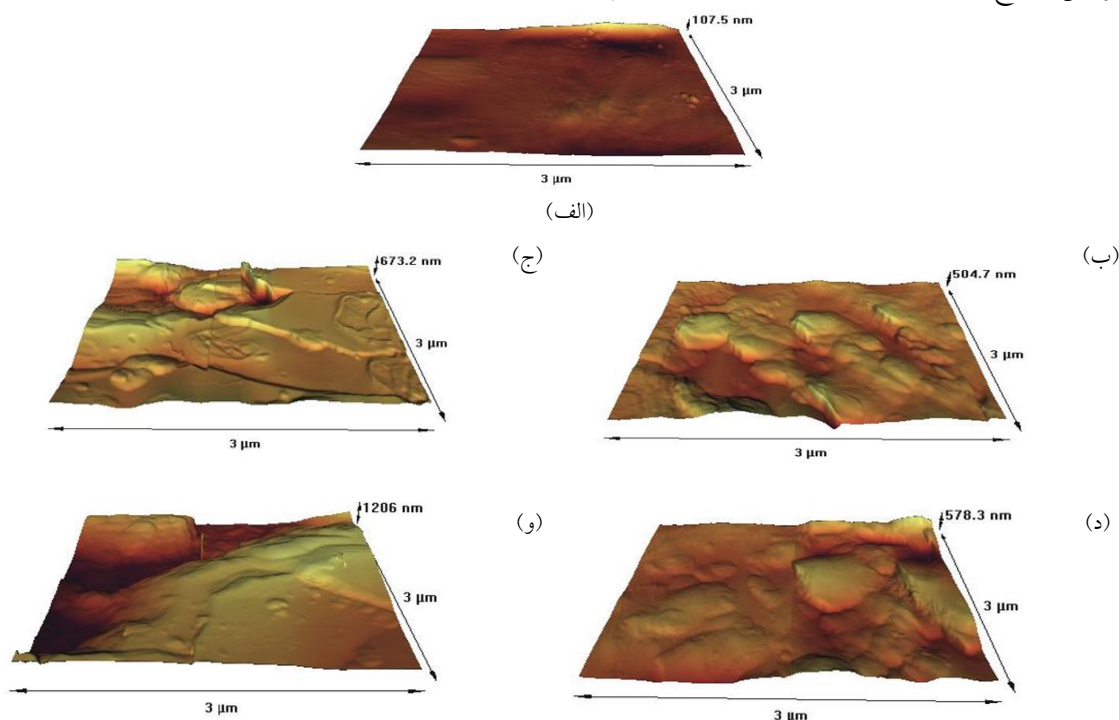
منحنی‌های نایکوئیست برای نمونه‌های آهن در محلول سولفوریک اسید ۰/۱M در شکل (۳) در غیاب و حضور بازدارنده‌های مختلف در پتانسیل مدار باز و محدوده فرکانس ۰/۱-۱۰ kHz نشان داده شده است. وجود نیم‌دایره رفتار خازنی و تشکیل لایه مضاعف در سطح فلز را نشان می‌دهد. بر اساس نتایج مشاهده شده مدار $[R_s(QR_{ct})]$ به عنوان مدار معادل پیشنهاد می‌گردد، که R_s نشان دهنده مقاومت محلول، R_{ct} مقاومت انتقال بار و Q یک خازن غیر ایدئال است. به دلیل آنکه صفحات لایه دوگانه ایجاد شده بین الکترولیت و سطح الکتروود، دقیقاً با هم موازی نیستند و صفحه الکتروود ناهمگون و زبر می‌باشد، نیم دایره نایکوئیست از تقارن خارج شده و به سمت بیضوی شدن میل کرده است؛ به عبارت دیگر، خازن غیر ایدئال شکل گرفته است. تفاوت خازن ایدئال و غیر ایدئال در فرمول امپدانس می‌باشد. امپدانس خازن ایدئال برابر است با $Z = \frac{1}{j\omega C}$ و در خازن غیر ایدئال برابر است با $Z = \frac{1}{(Y_0 j\omega)^n}$ که با توجه به این فرمول‌ها، j عبارت موهومی $\sqrt{-1}$ ، ω زاویه فاز، C ظرفیت خازن،

سطحی ترکیب است. بررسی‌های توپولوژی در آب مقطر انجام شده است؛ زیرا در محیط اسیدی به علت خوردگی سطح ناچیز شده و دستگاه در دسترس قادر به انجام بررسی نبوده است. شکل (۵) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) از سطح آهن، و نیز نمونه آهن خورده شده در غیاب و حضور بازدارنده را نشان می‌دهد. مقایسه شکل (۵-الف) و (۵-ب) یعنی نمونه آهن خورده نشده و خورده شده در اسید بدون بازدارنده، نشان می‌دهد تجمع رسوبات در سطح آهن بعد از خوردگی وجود ندارد. به عبارت دیگر، انحلال سطح فلز در اسید و محلول بودن محصولات خوردگی را نشان داده است و تأییدی بر روش کار در مطالعه گراویمتری می‌باشد (لازم به ذکر است در صورت ترسیب محصولات خوردگی، پولیش مکانیکی برای آنالیز گراویمتری ضروری خواهد بود). همچنین خوردگی سبب افزایش زبری سطح فلز آهن می‌شود و این موضوع می‌تواند معیاری برای مقایسه فعالیت بازدارنده باشد؛ به طوری که مقایسه شکل (۵-ب) با شکل‌های (۵-ج) تا (۵-ه) کاهش زبری در سطح آهن را نشان می‌دهد. این موضوع دلالت بر فعالیت بازدارندگی چهار ترکیب معرفی شده در این پژوهش دارد.

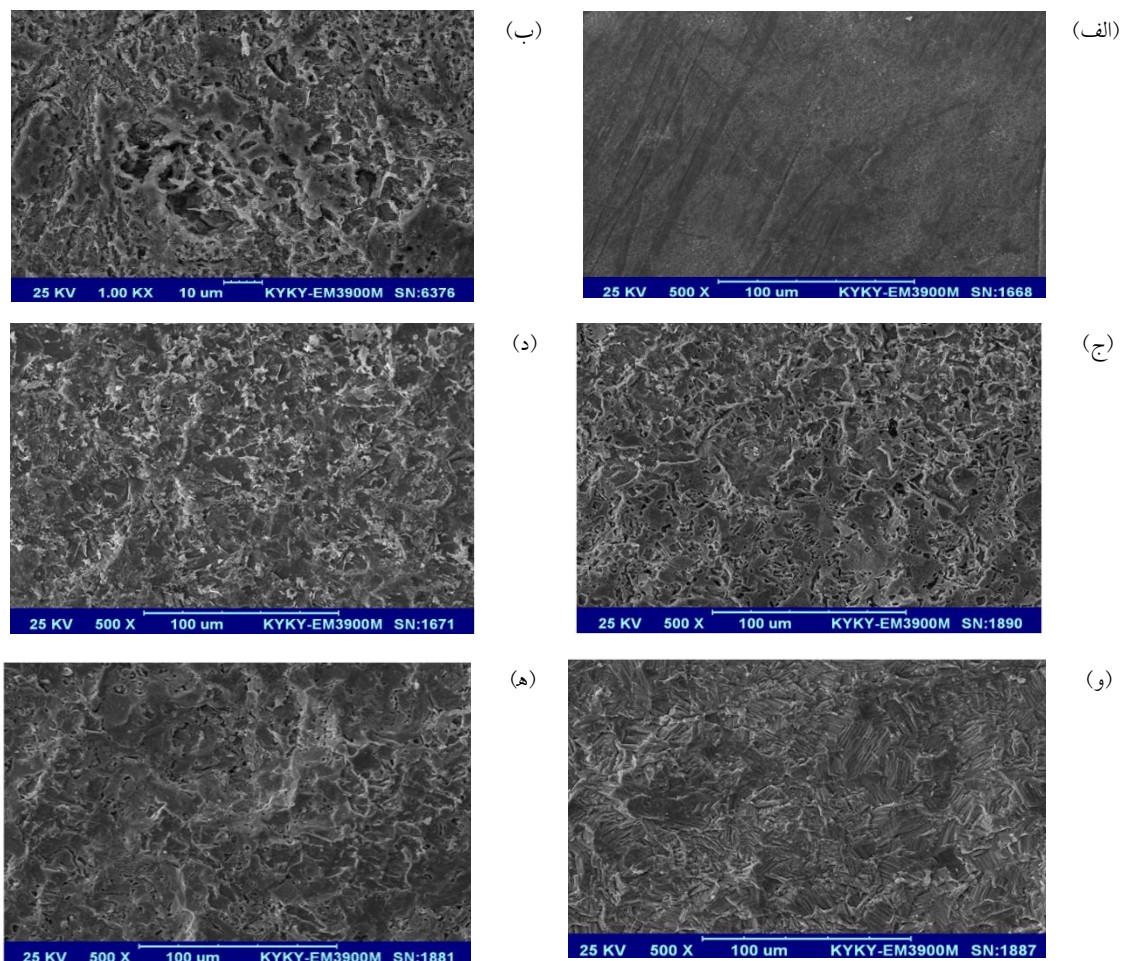
یعنی افزایش ظرفیت لایه دوگانه غیرایده‌آل (Q) و افزایش مقاومت انتقال بار (R_{ct}) می‌شود. پس جذب سطحی بازدارنده‌ها بر سطح آهن تأیید می‌شود. مقدار R_{ct} در غیاب بازدارنده برابر Ω و در حضور AG برابر $1/44 \Omega$ می‌باشد. مقدار n برای بازدارنده‌های معرفی شده برابر $0/8$ می‌باشد. در حضور ترکیبات پیشنهادی، بازدارنده در سطح فلز جذب سطحی شده و باعث تغییر در اختلاف پتانسیل بین فلز و محیط می‌شود. در سطح تماس فلز و الکترولیت یک لایه دوگانه تشکیل می‌شود [31]. حضور بازدارنده در لایه دوگانه الکتریکی موجب تغییر ساختار و ترکیب نسبی آن می‌شود. به این واسطه، ظرفیت لایه دوگانه قبل و بعد از افزودن بازدارنده تغییر خواهد داشت. حین جذب سطحی بازدارنده، مولکول‌های آب جذب شده از روی سطح فلز جدا شده و بازدارنده جایگزین آن‌ها می‌شود؛ به دلیل آنکه انرژی جذب سطحی بازدارنده و فلز، بهینه‌تر از انرژی جذب سطحی مولکول‌های آب و فلز می‌باشد [32].

بررسی‌های میکروسکوپی

شکل (۴) توپولوژی سطح آهن در شرایط مختلف بررسی شده توسط میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) را نشان می‌دهد. مقایسه شکل (۴-الف) با شکل‌های (۴-ب) تا (۴-و) نشان می‌دهد که افزایش ارتفاع در حضور بازدارنده نشان دهنده جذب



شکل ۴ تصاویر میکروسکوپ AFM سطح آهن در آب مقطر: (الف) در غیاب بازدارنده و در حضور ۵ g/l از بازدارنده، (ب) AG، (ج) AG-I، (د) AG-2، (و) AG-3I



شکل ۵. تصاویر SEM از سطح آهن: (الف) خورده نشده، (ب) خورده شده در غیاب بازدارنده و خورده شده در حضور بازدارنده، (ج) AG، (د) AG-I، (و) AG-2I و (ه) AG-3I

نتیجه گیری

چهار نمونه آگارز - یدید با نسبت‌های مختلف جرمی به عنوان بازدارنده خوردگی آهن در محیط اسیدی تهیه شد و اثر هم‌افزایی آگارز و یدید در این تحقیق، مورد بررسی قرار گرفت. عملکرد بازدارنده با افزایش غلظت آگارز افزایش یافت و در حضور یدید پتاسیم به طور قابل توجهی بهبود یافت. نتایج نشان داد که بازدارنده‌های معرفی شده از نوع بازدارنده مختلط با جذب فیزیکی می‌باشند. بر اساس نتایج پلاریزاسیون تافل، پوشاندگی سطح برای چهار بازدارنده AG، AG-I، AG-2I و AG-3I روند افزایشی به ترتیب برابر ۰/۳۶، ۰/۴۲، ۰/۴۹ و ۰/۵۹ در غلظت ۹mg/l بازدارنده داشته است. نتایج EIS نشان داد که بازدارنده‌های حاوی یدید، با تغییر لایه دوگانه الکتریکی، مقاومت انتقال بار را افزایش دادند. به نظر می‌رسد که ادغام یدید در ساختار

پلیمر، چگالی الکترونی پلیمر را بهبود می‌بخشد.

فهرست نمادها

AG	مخلوط آگارز - پتاسیم یدید با نسبت ۴ : ۰
AG-I	مخلوط آگارز - پتاسیم یدید با نسبت ۳ : ۱
AG-2I	مخلوط آگارز - پتاسیم یدید با نسبت ۲ : ۲
AG-3I	مخلوط آگارز - پتاسیم یدید با نسبت ۱ : ۳
R _p	مقاومت پلاریزاسیون
I _{cor}	دانسیته جریان خوردگی
C.R.	سرعت خوردگی
%I.E.	درصد بازدارندگی
θ	پوشاندگی سطح

تقدیر و تشکر

پژوهش حاضر در قالب بخشی از یک پروژه درون‌دانشگاهی و با استفاده از اعتبارات پژوهشی دانشگاه سیستان و بلوچستان انجام شده است. از این رو، نویسندگان بابت حمایت‌های مالی و معنوی دانشگاه سیستان و بلوچستان کمال تشکر را از آن مرکز دانشگاهی دارند.

OCP

 E_{cor} β

M

 M_0

A

t

T

پتانسیل مدار باز

پتانسیل خوردگی

شیب Tafel

کاهش جرم فلز در محیط خورنده در حضور بازدارنده

کاهش جرم فلز در محیط خورنده در غیاب بازدارنده

مساحت سطح فلز در معرض محیط خورنده

مدت زمان غوطه وری فلز در محیط خورنده

دمای محیط خورنده

مراجع

- [1] N. Jafari, S. A. Ahmadi and R. Razieh, "Experimental and computational study of Trachyspermum leaves extract as a green inhibitor for corrosion inhibition of mild steel in HCl," *Iranian Journal of Chemistry and Chemical Engineering*, vol. 42, no. 10, pp. 3324-3337, 2023. <https://doi.org/10.30492/ijcce.2023.1971031.5659>
- [2] S. Mahvidi, M. Gharagozlou, M. Mahdavian, and S. Naghibi, "Potency of $ZnFe_2O_4$ nanoparticles as corrosion inhibitor for stainless steel; the pigment extract study," *Materials Research*, vol. 20, pp. 1492-1502, 2017. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2016-0772>
- [3] S. Wilbur, H. Abadin et al, "Toxicological Profile for Chromium," Agency for Toxic Substances and Disease Registry (US), Atlanta (GA), 2012.
- [4] M.M. Kabanda L.C. Murulana et al, "Theoretical studies on phenazine and related compounds as corrosion inhibitors for mild steel in sulphuric acid medium," *International Journal of Electrochemical Science*, vol. 7, no. 8, pp. 7179-7205, 2012. [https://doi.org/10.1016/S1452-3981\(23\)15777-4](https://doi.org/10.1016/S1452-3981(23)15777-4)
- [5] H. Ju, Zh. P. Kai, and Y. Li, "Aminic nitrogen-bearing polydentate Schiff base compounds as corrosion inhibitors for iron in acidic media: a quantum chemical calculation," *Corrosion Science*, vol. 50, no. 3, pp. 865-871, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2007.10.009>
- [6] A. Abdel Nazeer, H. M. El-Abbasy, and A. S. Fouda, "Antibacterial drugs as environmentally-friendly corrosion inhibitors for carbon steel in acid medium," *Research on Chemical Intermediates*, vol. 39, pp. 921-939, 2013. <https://doi.org/10.1007/s11164-012-0605-y>
- [7] C. Verma, M. A. Quraishi, and K. Y. Rhee, "Aqueous phase polymeric corrosion inhibitors: Recent advancements and future opportunities," *Journal of Molecular Liquids*, vol. 348, p. 118387, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2021.118387>
- [8] N. A. Aljeaban, L. K. M. O. Goni, B. G. Alharbi, M. A. Jafar Mazumder, S. A. Ali, T. Chen, and H. A. Al-Muallem, "Polymers decorated with functional motifs for mitigation of steel corrosion: an overview," *International Journal of Polymer Science*, vol. 2020, no. 1, p. 9512680, 2020. <https://doi.org/10.1155/2020/9512680>
- [9] R. Sheikhpour, M. Edraqi, A. Musazadeh Moghadampour, "Use of environmentally friendly polymer corrosion inhibitors to protect metal structures in petrochemical industries," Fifth National Conference on Innovation and Technology in Life Sciences, Iranian Chemistry, Tehran, (1400). <https://civilica.com/doc/1426024>

- [10] S. A. Umoren and M. M. Solomon, "Recent developments on the use of polymers as corrosion inhibitors—a review," *Open Materials Science Journal*, vol. 8, no. 1, pp. 39–54, 2014. <https://doi.org/10.2174/1874088X01408010039>
- [11] S. V. Lee and A. R. Bahaman, "Discriminatory power of agarose gel electrophoresis in DNA fragments analysis," *Gel Electrophoresis—Principles and Basics*, pp. 41–56, 2012. <https://doi.org/10.5772/36891>
- [12] R. Armisen and F. Galatas, "Production, properties and uses of agar," *Production and Utilization of Products from Commercial Seaweeds*, FAO Fisheries Technical Paper, no. 288, pp. 1–57, 1987.
- [13] P. Zucca, R. Fernandez-Lafuente, and E. Sanjust, "Agarose and its derivatives as supports for enzyme immobilization," *Molecules*, vol. 21, no. 11, p. 1577, 2016. <https://doi.org/10.3390/molecules21111577>
- [14] W. A. Siddiqui, M. Ch. Vishwa et al, "Inhibition of acid corrosion on mild steel with Agar in hydrochloric acid medium at different temperatures," *Material Science Research India*, vol. 4, no. 1, pp. 175–182, 2007. <http://dx.doi.org/10.13005/msri/040124>
- [15] R.S. Nathiya, S. Perumal et al, "Agarose as an efficient inhibitor for aluminium corrosion in acidic medium: an experimental and theoretical study," *Journal of Bio-and Tribo-Corrosion*, vol. 3, pp. 1–17, 2017. <https://doi.org/10.1007/s40735-017-0103-2>
- [16] L. Larabi, Y. Harek et al, "Synergistic influence of poly(4-vinylpyridine) and potassium iodide on inhibition of corrosion of mild steel in 1M HCl," *Journal of Applied Electrochemistry*, vol. 34, pp. 833–839, 2004. <https://doi.org/10.1023/B:JACH.0000035609.09564.e6>
- [17] A. Chetouani, K. Medjahed et al, "Poly(4-vinylpyridine isopentyl bromide) as inhibitor for corrosion of pure iron in molar sulphuric acid," *Progress in Organic Coatings*, vol. 46, pp. 312–316, 2003. [https://doi.org/10.1016/S0300-9440\(03\)00019-5](https://doi.org/10.1016/S0300-9440(03)00019-5)
- [18] S.A. Umoren, Y. Li et al, "Electrochemical study of corrosion inhibition and adsorption behaviour for pure iron by polyacrylamide in H₂SO₄: Synergistic effect of iodide ions," *Corrosion Science*, vol. 52, pp. 1777–1786, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2010.01.026>
- [19] A.A. Abdel-Azim, R. Milad et al, "Corrosion inhibition efficiency of water soluble ethoxylated trimethylol propane by gravimetric analysis," *Egyptian Journal of Petroleum*, vol. 23, no. 1, pp. 15–20, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.ejpe.2014.02.003>
- [20] Ch. Rahal, M. Masmoudi et al, "Olive leaf extract as natural corrosion inhibitor for pure copper in 0.5 M NaCl solution: A study by voltammetry around OCP," *Journal of Electroanalytical Chemistry*, vol. 769, pp. 53–61, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2016.03.010>
- [21] R. Rosliza, H.B. Senin et al, "Electrochemical properties and corrosion inhibition of AA6061 in tropical seawater," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 312, no. 2–3, pp. 185–189, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2007.06.061>
- [22] Z. Sanaei, M. Ramezanzadeh et al, "Use of Rosa canina fruit extract as a green corrosion inhibitor for mild steel in 1 M HCl solution: A complementary experimental, molecular dynamics and quantum mechanics investigation," *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 69, pp. 18–31, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2018.09.013>

- [23] Z. Yavari, S. Nematiyan et al, "A simple strategy to increase inhibitory activity of chitosan towards iron corrosion in acidic media," *Indian Journal of Chemical Technology*, vol. 27, no. 3, pp. 227–234, 2020. <https://doi.org/10.56042/ijct.v27i3.28382>
- [24] M. Dehdab, Z. Yavari et al, "The inhibition of carbon-steel corrosion in seawater by streptomycin and tetracycline antibiotics: an experimental and theoretical study," *Desalination*, vol. 400, pp. 7–17, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2016.09.007>
- [25] Y. He, R. Shuai et al, "Temperature dependence of adsorption and effectiveness for a pyrimidinium-type corrosion inhibitor on mild steel," *Corrosion*, vol. 80, no. 2, pp. 177–186, 2024. <https://doi.org/10.5006/4346>
- [26] G. Ayyannan, K. Karthikeyan et al, "Chemical and electrochemical investigations of high carbon steel corrosion inhibition in 10% HCl medium by quinoline chalcones," *Ionics*, vol. 19, pp. 919–932, 2013. <https://doi.org/10.1007/s11581-012-0812-y>
- [27] I. R. Burrows, K. L. Dick, and J. A. Harrison, "A comparison of the rate of copper deposition at mercury, copper amalgam and copper metal," *Electrochimica Acta*, vol. 21, no. 2, pp. 81–84, 1976. [https://doi.org/10.1016/0013-4686\(76\)85041-4](https://doi.org/10.1016/0013-4686(76)85041-4)
- [28] Kh. U. Ilyas, E. Budiayati, N. Hidayati, and T. Widayatno, "Thermodynamic study of chitosan as a corrosion inhibitor for carbon steel in chloride solutions (NaCl and HCl) at various temperatures and concentrations," *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, vol. 27, no. 12, pp. 569–579, 2024. <https://doi.org/10.14710/jksa.27.12.569-579>
- [29] N. Setti, A. Barrahi et al, "Structural effect of bipyrazole derivatives on corrosion inhibition of carbon steel in 1 M HCl: weight loss, electrochemical measurements, XPS/SEM surface analysis, DFT and MC simulations," *Physical Chemistry Chemical Physics*, vol. 27, no. 10, pp. 5371–5394, 2025. <https://doi.org/10.1039/D4CP02946A>
- [30] J. R. Macdonald, "Impedance spectroscopy," *Annals of Biomedical Engineering*, vol. 20, no. 3, pp. 289–305, 1992. <https://doi.org/10.1007/BF02368532>
- [31] E. McCafferty, *Introduction to Corrosion Science*, Springer Science & Business Media, 2010. <https://doi.org/10.1007/978-1-4419-0455-3>
- [32] J. Wang, L. Cui et al, "Corrosion inhibition effect of sycamore leaf extract on copper in H₂SO₄ solution," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 26, pp. 6689–6702, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.09.067>



Ferdowsi
University of
Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

<https://jmme.um.ac.ir>



Iron&Steel
Society of Iran

Optimization of Resistance Upset Butt Welding Parameters for Steel Rebars: A Study on Mechanical Properties and Microstructure

Research Article

Hoda Mirseifi¹, Hamed Ghohani Arab² , Mahmood Sharifitabar³

DOI: [10.22067/jmme.2025.92300.1192](https://doi.org/10.22067/jmme.2025.92300.1192)

1. Introduction

Resistance Upset Butt Welding (RUBW) is a vital solid-state process for joining steel rebars, offering high efficiency and strong bonds. However, achieving optimal weld quality necessitates precise control over process parameters. This study addresses the gap in comprehensive parameter optimization by systematically investigating the effects of welding current, upset pressure, and rebar diameter on mechanical properties and microstructure. The primary objective was to determine optimal parameters for superior weld quality using statistical design (CCD) and advanced optimization (PSO), coupled with microstructural analysis and computational validation via JMatPro software.

2. Materials and Methods

Steel rebars (12mm, 14mm, and 18 mm diameters) were cut to a length of 100 mm, and their end surfaces were prepared using a flat sander to ensure uniform contact and reduce contact resistance. The welding of the specimens was performed using a TECHNO TAK BM12 resistance upset welding machine, which allows for adjustment of the welding current in the range of 2850 to 9000 amper. The input voltage of the machine was kept constant at 380 V for all experiments. The welding pressure was selected within the range of 0.99 to 2.79 N/mm². The main process parameters included rebar diameter, welding current, and applied pressure. To investigate the effects of these parameters, a central composite design (CCD) method was employed, resulting in 20 experimental combinations. For tensile testing of the samples, specimens were prepared according to ASTM E8M standard. The tensile tests were conducted at room temperature with a crosshead speed of 2 mm/min. Figure 1 also shows images of the fracture surfaces of the base metal and welded metal rebars after

tensile testing. After inputting the ultimate tensile strength values of the welded specimens into the design of experiments software, the CCD-based predicted results, as presented in Table 3, were obtained and compared with the experimental data. Microstructural analysis was performed using optical microscopy to characterize the weld interface and heat-affected zone (HAZ). JMatPro software was employed to predict phase transformations, complementing experimental observations. Optimization was driven by both CCD-derived regression models and the Particle Swarm Optimization (PSO) algorithm, with results compared for robustness.

3. Results and Discussion

The experimental findings demonstrated a significant impact of welding current, upset pressure, and rebar diameter on both UTS and elongation. ANOVA indicated a highly accurate quadratic model for UTS prediction and a suitable linear model for elongation. The optimization identified ideal parameters for 18 mm rebars as 8460 A current and 1.64 MPa pressure, yielding an impressive 628 MPa UTS and 25% elongation. The PSO algorithm effectively validated and reinforced the optimal parameter sets found through CCD, confirming their efficacy. Microstructural examination revealed fine acicular ferrite grains at the weld interface, contributing to enhanced properties. The HAZ displayed a coarser ferrite-pearlite structure, a typical response to the thermal cycle. JMatPro predictions of phase compositions closely aligned with the observed microstructures, validating the computational approach and enhancing the understanding of metallurgical transformations.

*Manuscript received February 24, 2025, Revised April 6, 2025, Accepted June 10, 2025.

¹ PhD Candidate, Civil Engineering Department, University of Sistan and Baluchestan, Zahedan, Iran.

² Corresponding author: Associate Professor, Civil Engineering Department, University of Sistan and Baluchestan, Zahedan, Iran. Email: ghohani@eng.usb.ac.ir

³ Associate Professor, Department of Materials Engineering, Hakim Sabzevari University, Sabzevar, Iran.

Table 1. Experimental ultimate strength and elongation values of welded samples compared with those predicted based on CCD method

Sampl es	Ultimate strength (experiment al) (MPa)	Ultimate strength (predicte d) (MPa)	Elongation (experiment al) %	Elongati on (predicte d) %
S1	574	573.53	20	19.91
S2	573	572.8	20	19.89
S3	572	5713.53	20	19.26
S4	574	573.38	20	19.93
S5	574	574.61	20	20.48
S6	601	601.52	22	21.97
S7	601	600.41	22	22.54
S8	602	602.4	23	22.61
S9	600	598.87	24	22.81
S10	601	601.48	22	22.24
S11	602	602.01	22	22.01
S12	603	603.8	20	21.71
S13	601	601.48	22	22.24
S14	602	601.81	22	22.24
S15	601	600.79	22	21.71
S16	619	618.48	23	23.83
S17	622	621.92	25	24.21
S18	622	622.87	24	23.31
S19	615	614.78	25	24.48
S20	620	620.53	24	24.64



Figure 1. Fracture surfaces of the rebars: (a) in the base metal, (b) in the weld

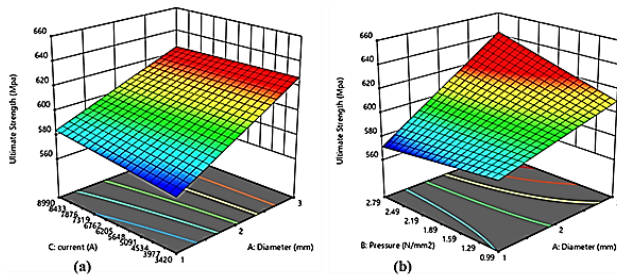


Figure 2. Effect of input parameters on the final strength of welded samples: (a) as a function of electrode diameter and

welding current; (b) as a function of electrode diameter and welding pressure.

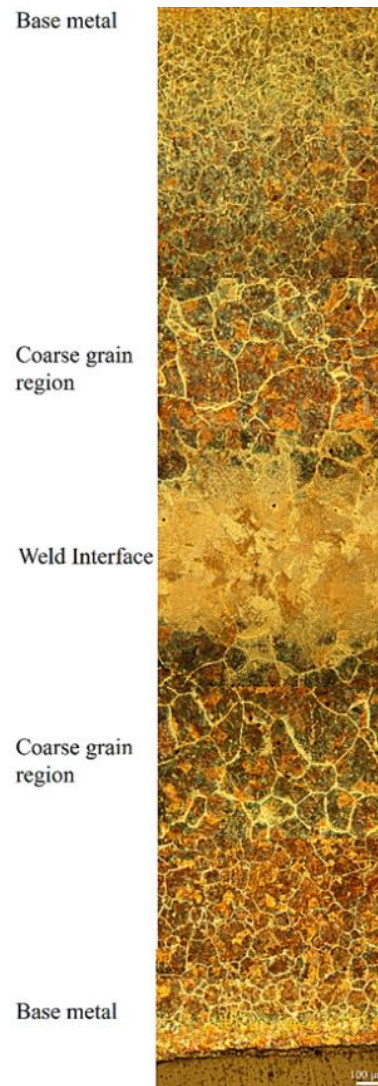


Figure 3. Optical micrograph showing the variation of microstructure in the RUBW joint interface of steel rebar with 12 in diameter.

4. Conclusion

This research successfully optimized Resistance Upset Butt Welding parameters for steel rebars, significantly improving joint mechanical properties. The integration of CCD and PSO proved highly effective in identifying optimal conditions, leading to maximum ultimate tensile strength and elongation. Microstructural analysis elucidated the formation of desirable phases (acicular ferrite) at the weld interface and provided insights into HAZ characteristics, corroborated by JMatPro. This study offers valuable practical guidelines for achieving high-quality steel rebar welds, with potential for further research into fatigue behavior and application to diverse steel grades.



بهینه‌یابی پارامترهای جوشکاری مقاومتی سربه‌سر میلگردهای فولادی: مطالعه خواص مکانیکی و ریزساختار*

مقاله پژوهشی

هدی میرسیفی^(۱) حامد قوهانی عرب^(۲) محمود شریفی تبار^(۳)

DOI: 10.22067/jmme.2025.92300.1192

چکیده پژوهش حاضر تأثیر پارامترهای فرایند جوشکاری مقاومتی سربه‌سر (RUBW) (Resistance upset butt welding) را بر اتصال میلگردهای فولادی با قطرهای مختلف بررسی می‌کند. ارزیابی‌های انجام شده شامل ریزساختار، استحکام کششی نهایی، درصد ازدیاد طول نسبی و سختی موضعی نمونه‌های جوش داده شده، هست. بهینه‌سازی پارامترها با استفاده از روش طراحی مرکب مرکزی (CCD) (Central Composite Design) و الگوریتم جمعیت ذرات (PSO) (Particle Swarm Optimization) انجام شد. حداکثر استحکام کششی نهایی ۶۲۸ مگاپاسکال و ازدیاد طول ۲۵ درصد در شرایط بهینه برای قطر میلگرد ۱۸ میلی‌متر، شدت جریان ۸۴۶۰ آمپر و فشار جوش ۱/۶۴ مگاپاسکال به دست آمد. تحلیل واریانس نشان داد که مدل درجه دوم برای استحکام کششی نهایی و مدل خطی برای ازدیاد طول نسبی، پیش‌بینی‌های دقیقی ارائه می‌دهند. از الگوریتم PSO برای تعیین پارامترهای ورودی بهینه استفاده شد و نتایج آن با روش CCD مقایسه گردید. نرم‌افزار JMatPro برای بررسی نوع فازها و مقایسه با مشاهدات تجربی به کار رفت. نتایج نشان داد که فصل مشترک دارای دانه‌های فریت سوزنی و ناحیه متأثر از حرارت دارای ریزساختار دانه‌درشت فریت - پرلیت است.

واژه‌های کلیدی جوش حالت جامد، طراحی آزمایش‌ها، پاسخ بهینه، توزیع سختی، تحلیل واریانس.

Optimization of Resistance Upset Butt Welding Parameters of Steel Rebars: A Study on Mechanical Properties and Microstructure

Hoda Mirseifi

Hamed Ghohani Arab

Mahmood Sharifitabar

Abstract This study investigates the effect of resistance upset butt welding (RUBW) process parameters on the joining of steel bars with different diameters. The conducted evaluations included microstructure, ultimate tensile strength (UTS), elongation, and localized hardness of the welded specimens. Parameter optimization was performed using Central Composite Design (CCD) and Particle Swarm Optimization (PSO) algorithms. The maximum ultimate tensile strength of 628 MPa and an elongation of 25% were achieved under optimal conditions for an 18-mm-diameter rebar, a welding current of 8460 A, and a welding pressure of 1.64 MPa. Analysis of variance showed that the quadratic model provided accurate predictions for ultimate tensile strength, while the linear model was accurate for elongation. The PSO algorithm was used to determine the optimal input parameters, and its results were compared with those from the CCD method. The JMatPro software was used to analyze the phase types and compared with experimental observations. The results showed that the joint interface contained needle-shaped ferrite grains and the heat affected zone exhibited a coarse-grained ferrite-pearlite microstructure.

Keywords Solid-state welding, Design of experiments, Optimal Response, Hardness distribution, Variance analysis.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۳/۱۲/۶ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۳/۲۱ می‌باشد.

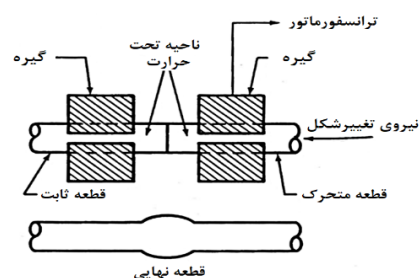
(۱) دانشجوی دکتری، گروه مهندسی عمران، دانشگاه سیستان و بلوچستان، زاهدان، ایران.

(۲) نویسنده مسئول: دانشیار، گروه مهندسی عمران، دانشگاه سیستان و بلوچستان، زاهدان، ایران.

(۳) دانشیار، گروه مهندسی مواد، دانشگاه حکیم سبزواری، سبزوار، ایران.

مقدمه

جوشکاری مقاومتی یک فرایند جوشکاری حالت جامد است. این فرایند شامل عبور جریان الکتریکی از قطعات است در هنگام تماس با یکدیگر و اعمال فشار. مقاومتی که جریان با آن مواجه می‌شود گرمای زیادی را در فصل مشترک اتصال به وجود می‌آورد که منطقه جوش را ایجاد می‌کند [1-3]. یکی از مزایای اصلی این روش جوشکاری، امکان ایجاد اتصالات با استحکام بالا و کیفیت مناسب بدون نیاز به مواد مصرفی مانند الکترود یا سیم‌جوش است. در طول فرایند جوشکاری، متغیرهای مهمی که بر فرایند جوشکاری تأثیر می‌گذارند عبارتند از مدت زمان گرمایش، شدت جریان الکتریکی مورد استفاده برای جوشکاری، فشار اعمال شده در حین گرمایش و اتصال قطعات [4-6]. بر اساس مطالعات انجام شده، جوشکاری مقاومتی مزایای متعددی از جمله اجرای سریع، تولید مقرون به صرفه، تجهیزات ساده، کنترل فرایند اجرا، حفظ خواص متالورژیکی میلگردها، و کیفیت مطلوب جوش را صرف نظر از سطح مهارت اپراتور ارائه می‌دهد. از این رو، این فرایند در صنایع مختلفی از جمله نصب قطعات خودرو، اتصال قطعات فولادی، اتصال آلیاژهای مختلف و همچنین مونتاژ قطعاتی که مواد مشابه یا غیر مشابه دارند، کاربرد پیدا کرده است [7]. شکل (۱) شمایی از جوشکاری مقاومتی سرب‌سرم را نشان می‌دهد.



شکل ۱ شمایی از جوشکاری مقاومتی [7]

ساریکاواک و همکاران [8] جنبه‌های متالورژیکی و مکانیکی اتصالات سرب‌سرم را بررسی کردند. خواص کششی و ویژگی‌های استحکام سه منطقه مختلف از جمله خط همجوشی، ناحیه تبلور مجدد و مناطق انتقال به طور جداگانه بررسی شدند. سانتاکوماری و همکاران [9] به بررسی فرایند جوش سرب‌سرم ترکیبات تیتانیوم خالص تجاری و فولاد زنگ‌نزن ۳۰۴ پرداختند. آن‌ها همچنین فرایند جوشکاری را با کمک شبیه‌ساز ترمومکانیکی گلیبل (Gleeble) شبیه‌سازی کردند. نتایج نشان داد که تشکیل ترکیبات بین‌فلزی در سطح مشترک به تغییرات قابل توجهی در ریزسختی

آلیاژ Ti/SS منجر می‌شود. تیرسلین و همکاران [10] با استفاده از داده‌های تجربی از آزمایش‌های تک‌محوری انجام شده در طیف وسیعی از دما به بررسی مدل ساختاری جدید برای فولاد زنگ‌نزن آستنیتی AISI 316L پرداختند. نتایج نشان داد که مدل پیشنهادی با دقت نسبتاً خوبی با داده‌های تجربی تطابق دارد. این تطابق در شرایطی بررسی شد که مواد تحت مسیرهای پیچیده بارگذاری حرارتی - مکانیکی قرار گرفته بودند.

رودریگوئز و همکاران [11] اثر افزایش دما بر اتصالات فولاد S355 J2 جوش داده شده به روش سرب‌سرم را ارزیابی کردند. آن‌ها نتیجه گرفتند که خواص اتصالات S355 پس از قرار گرفتن در معرض حرارت بسیار شبیه به مواد پایه است. کومار و همکاران [12] فرایندهای جوشکاری، ریزساختارها و خواص مکانیکی اتصالات جوش داده شده را بررسی کردند. بر اساس تجزیه و تحلیل ماکروگرافی، مشخص شد که ریزساختار اتصالات از مارتنزیت بدون بینیت تشکیل شده است. این مطالعه نشان داد که روش‌های پیشرفته جوشکاری جریان پالسی می‌توانند قطعات جوشی با کیفیت بالا تولید کنند. دونگ و همکاران [13] جوشکاری فولاد زنگ‌نزن فریتی AISI 444 (FSS) و خواص مکانیکی اتصالات را مطالعه کردند. در این تحقیق، اثرات پارامترهای فرایند و ظاهر جوش تجزیه و تحلیل شد. ویژگی‌های ریزساختاری ناحیه جوش و ناحیه متأثر از حرارت نیز بررسی شدند.

اگر چه جوشکاری مقاومتی سرب‌سرم یکی از روش‌های صنعتی مؤثر برای اتصال میلگردهای فولادی است، اما مطالعات تجربی و تحلیلی محدودی بر بهینه‌سازی پارامترهای فرایند در ارتباط با خواص مکانیکی و ریزساختاری اتصالات جوش تمرکز داشته‌اند. در سال‌های اخیر، مطالعاتی در زمینه استفاده از طراحی آزمایش‌ها و روش‌های هوشمند بهینه‌سازی برای جوشکاری مقاومتی انجام شده‌اند. برای مثال بائه و همکاران [14] از روش طراحی آزمایش مرکب مرکزی (CCD) برای بهینه‌سازی پارامترهای جوشکاری مقاومتی نقطه‌ای بین آلیاژ آلومینیوم و فولاد گالوانیزه استفاده کردند. نتایج آن‌ها نشان داد که جریان جوشکاری تأثیر بیشتری نسبت به زمان جوشکاری بر بار کششی برشی دارد. همچنین در مطالعه‌ای دیگر، اوتیمین و همکاران [15] از ترکیب الگوریتم‌های فراابتکاری مانند PSO و روش‌های آماری به منظور بهینه‌سازی پارامترهای جوشکاری مانند جریان، ولتاژ و نرخ جریان گاز بر میزان کربن، برای کاهش عیوب، ارتقای کیفیت جوش و دستیابی به صرفه‌جویی در هزینه‌ها استفاده کردند و با

امکان تنظیم شدت جریان در بازه ۲۸۵۰ تا ۹۰۰۰ آمپر را داراست. ولتاژ ورودی دستگاه در تمامی آزمایش‌ها ۳۸۰ ولت و ثابت در نظر گرفته شد. بازه فشار جوش بین ۰/۹۹ تا ۲/۷۹ نیوتن بر میلی‌متر مربع انتخاب شد. پارامترهای اصلی فرایند شامل قطر میلگرد، شدت جریان جوش، و فشار اعمالی بودند.

جدول (۱) ترکیب شیمیایی میلگردهای فولادی مورد استفاده در این پژوهش را در مقایسه با استاندارد GOST 5781 ارائه می‌دهد. برای بررسی تأثیر این پارامترها، از روش طراحی آزمایش مرکب مرکزی (CCD) استفاده شد و ۲۰ ترکیب آزمایشی طراحی شد (جدول ۲). برای هر ترکیب پارامتر، سه نمونه ساخته شد و میانگین نتایج به عنوان داده نهایی تحلیل شد.

نتایج و بحث

فرایند طراحی آزمایش شامل مدل‌سازی و بهینه‌سازی متغیرهای ورودی است. هدف، افزایش کارایی خروجی در عین حفظ هزینه‌ها در یک سطح ثابت است. طراحی آزمایش‌ها روشی است با هدف کاهش تعداد آزمایش‌های مورد نیاز برای دستیابی به شرایط بهینه [17]. روش‌های مختلفی برای طراحی آزمایش‌ها در دسترس است که شامل طرح عاملی (Factorial design)، طرح با سطوح مختلف، طراحی پلیت - بورمن (Plate-Boorman)، روش تاگوچی، روش ترکیبی و روش سطح پاسخ می‌شوند. انتخاب و استفاده از یک طرح آزمایشی مناسب برای آزمایش‌های تحقیقاتی به عواملی مانند نوع فرایند، تعداد سطوح درگیر و نوع پارامترهای ورودی به کار گرفته شده بستگی دارد [18,19]. روش سطح پاسخ، با استفاده از رویکرد طراحی مرکب مرکزی، برتری خود را در پیش‌بینی عوامل پاسخ در میدان ایجاد کرده است. از جمله مزایای این روش می‌توان به میانگین خطای کمتر، درک بهتر از تأثیر عبارات‌های مرتبه دوم و اثرات متقابل عوامل، مشاهده سه‌بعدی تغییرات فاکتورهای پاسخ و غیره اشاره کرد [20,21].

از میان چندین روش موجود برای بهینه‌سازی فرایند، استفاده از طراحی مرکب مرکزی (CCD) برای شناسایی پارامترهای بهینه در جوشکاری انتخاب شده است. در این مقاله، یک مدل بهینه‌سازی برای پارامترهای فرایند جوشکاری با هدف افزایش استحکام نهایی نمونه‌های جوش داده شده و درصد ازدیاد طول نسبی آن‌ها ایجاد شد. هدف از این طرح‌ها بهینه‌سازی پاسخ (متغیر خروجی) است که تحت تأثیر چندین متغیر مستقل (متغیر ورودی) قرار می‌گیرد. برای استخراج روابط مربوط به سطح پاسخ، اطلاعات ورودی از نتایج آزمون‌های تجربی استخراج شد.

ترکیب مدل‌سازی آماری قوی با تکنیک‌های فراابتکاری، بینش‌های کاربردی و ابزارهای عملی برای بهبود کیفیت جوش ارائه دادند. مطالعه آن‌ها همچنین بر اهمیت درک تعاملات پارامترها و تأثیرات آن‌ها بر خواص جوش تأکید داشت و پایه‌ای برای کنترل دقیق متغیرهای فرایند، کاهش عیوب و افزایش بهره‌وری فراهم کرد. همچنین راثو و همکاران [16] با ترکیب RSM و الگوریتم ژنتیک (GA) موفق به مدل‌سازی و پیش‌بینی دقیق پاسخ‌های جوشکاری در ورق‌های فولادی شدند. تحقیق حاضر به جوشکاری مقاومتی سربه‌سر برای اتصال میلگردهای فولادی برای استفاده در صنعت ساختمان می‌پردازد. از آنجا که تحقیقات زیادی در زمینه بررسی شرایط بهینه جوشکاری میلگردهای فولادی جوش داده شده به روش جوشکاری مقاومتی سربه‌سر انجام نشده است، مطالعه حاضر می‌تواند این شکاف تحقیقاتی را پر کند. بنابراین، در این تحقیق تأثیر پارامترهای فرایند جوشکاری مقاومتی سربه‌سر بر ریزساختار، استحکام کششی نهایی و ازدیاد طول نسبی نمونه‌های جوش داده شده ارزیابی شده است. علاوه بر این، تأثیر هر یک از عوامل ورودی مانند شدت جریان جوشکاری، قطر میلگرد و فشار جوشکاری بر پاسخ بررسی شده است. به این منظور، از روش طراحی مرکب مرکزی (CCD) استفاده شد. از آنجا که انجام مجموعه‌ای جامع از آزمون‌ها زمان‌بر و پرهزینه است، زیرمجموعه‌ای از آزمایش‌ها به عنوان نمونه‌های نماینده با استفاده از روش CCD انجام شد و نتایج برون‌یابی شدند. بر اساس یافته‌های این آزمایش‌ها، تأثیر هر پارامتر فرایند بر پاسخ‌ها تعیین شد و از روش بهینه‌سازی جمعیت ذرات (PSO) برای تعیین شرایط بهینه استفاده شد. آزمون‌های سختی و آنالیز ریزساختاری نیز برای تشخیص نواحی مختلف در اتصال جوش داده شده انجام شد.

روش انجام آزمایش

در این پژوهش، از میلگردهای فولادی ساختمانی با قطرهای ۱۲، ۱۴ و ۱۸ میلی‌متر و به ترتیب با استحکام کششی نهایی ۵۶۷، ۵۹۹ و ۶۲۳ مگاپاسکال استفاده شد. هر میلگرد به طول ۱۰۰ میلی‌متر بریده شد و سطوح انتهایی آن‌ها برای حصول تماس یکنواخت و کاهش مقاومت تماس، توسط سنباده تخت آماده‌سازی شد.

جوشکاری نمونه‌ها با استفاده از دستگاه جوش مقاومتی فشاری مدل TECHNO TAK BM12 انجام شد. این دستگاه

جدول ۱ ترکیب شیمیایی میگردهای جوش داده شده

Fe	Ni	Cr	S	P	Mn	Si	C	
Base	0.02	0.02	0.015-0.025	<0.003	0.9-0.98	0.23-0.27	0.34-0.36	ترکیب شیمیایی
-----	-----	Max 0.3	-----		0.8-1.2	-----	0.3-0.37	استاندارد GOST 5781

جدول ۲ شرایط ساخت نمونه‌ها بر اساس روش CCD

نمونه	قطر (mm)	شدت جریان (A)	فشار جوشکاری (N/mm ²)	نمونه	قطر (mm)	شدت جریان (A)	فشار جوشکاری (N/mm ²)
S1	12	3420	2.23	S11	14	6120	1.84
S2	12	5484	2.79	S12	14	6600	1.84
S3	12	4723	2.23	S13	14	5867	1.84
S4	12	5040	2.79	S14	14	5867	1.84
S5	12	3420	2.51	S15	14	6600	1.84
S6	14	5737	1.64	S16	18	8322	0.99
S7	14	5418	1.84	S17	18	8460	1.24
S8	14	5971	2.05	S18	18	8990	0.99
S9	14	5030	1.84	S19	18	7100	1.11
S10	14	5867	1.84	S20	18	8143	1.24

جدول ۳ استحکام و ازدیاد طول نمونه‌های جوش داده شده بر اساس نتایج تجربی و پیش‌بینی شده به روش CCD

نمونه	استحکام نهایی (تجربی) (MPa)	استحکام نهایی (پیش‌بینی شده) (MPa)	درصد ازدیاد طول نسبی (تجربی) %	درصد ازدیاد طول نسبی (پیش‌بینی شده) %
S1	574	573.53	20	19.91
S2	573	572.8	20	19.89
S3	572	571.53	20	19.26
S4	574	573.38	20	19.93
S5	574	574.61	20	20.48
S6	601	601.52	22	21.97
S7	601	600.41	22	22.54
S8	602	602.4	23	22.61
S9	600	598.87	24	22.81
S10	601	601.48	22	22.24
S11	602	602.01	22	22.01
S12	603	603.8	20	21.71
S13	601	601.48	22	22.24
S14	602	601.81	22	22.24
S15	601	600.79	22	21.71
S16	619	618.48	23	23.83
S17	622	621.92	25	24.21
S18	622	622.87	24	23.31
S19	615	614.78	25	24.48
S20	620	620.53	24	24.64

با استفاده از روش CCD مطابق جدول (۳) به دست آمدند. شکل (۲) نیز تصاویری از سطوح شکست فلز پایه و میلگردهای فلزی جوش داده شده بعد از آزمایش کشش را نشان می‌دهد.

تحلیل واریانس

برای تأیید دقت مدل‌ها از تحلیل واریانس استفاده شد. تحلیل واریانس مدل دوبعدی استحکام نهایی نمونه جوش داده شده در جدول (۴) نشان داده شده است. سطح معنی‌داری جملات با مقدار P تعیین می‌شود. اگر مقدار P کمتر از 0.05 باشد، نشان می‌دهد که جمله مربوط تأثیر قابل توجهی بر پاسخ دارد؛ در غیر این صورت، قابل توجه نیست [17]. جدول (۴) نشان می‌دهد که مقدار P برای مدل کمتر از 0.05 (کمتر از 0.001) است و نشان می‌دهد بهترین مدل برای این پاسخ به دست آمده است. در این مورد، مقدار P برای پارامتر قطر کمتر از 0.0001 است که نشان می‌دهد این پارامتر تأثیر قابل توجهی بر روی پاسخ دارد. مقدار P برای شدت جریان و فشار جوش کمتر از 0.05 است که نشان دهنده تأثیر قابل توجه آن‌ها بر استحکام نهایی نمونه‌های جوش داده شده است.



شکل ۲ شکست میلگردها: (الف) فلز پایه (نمونه S3) و (ب) جوش (نمونه S4) آزمون کشش

به منظور انجام آزمون کشش بر روی نمونه‌های معرفی شده در جدول (۲)، نمونه‌های آزمون کشش بر اساس استاندارد ASTM-E8M تهیه شدند. آزمایش کشش در دمای اتاق با سرعت حرکت فک 2 mm/min انجام شد. پس از وارد کردن مقادیر استحکام نهایی نمونه‌های جوش داده شده در نرم‌افزار طراحی آزمایش، نتایج استحکام نهایی نمونه‌های جوش داده شده

جدول ۴ نتایج تحلیل واریانس برای مدل سطح پاسخ دوبعدی مقاومت نهایی نمونه‌های جوش داده شده

منبع	جمع مربعات	df	میانگین مربعات	مقدار F	مقدار P	
مدل	5494.67	9	610.52	1425.05	< 0.0001	معنی‌دار
قطر (D)	68.01	1	68.01	158.75	< 0.0001	
مقدار (P)	2.29	1	2.29	5.34	0.0435	
جریان (I)	6.95	1	6.95	16.22	0.0024	
DP	0.0095	1	0.0095	0.0222	0.0445	
DI	1.59	1	1.59	3.70	0.0833	غیر معنی‌دار
PI	0.5433	1	0.5433	1.27	0.0364	
D ²	1.64	1	1.64	3.84	0.0786	غیر معنی‌دار
P ²	0.0639	1	0.0639	0.1492	0.0674	غیر معنی‌دار
I ²	0.0293	1	0.0293	0.0684	0.0590	غیر معنی‌دار
باقی‌مانده	4.28	10	0.4284			
عدم تطابق	1.62	7	0.2311	0.2600	0.9354	غیر معنی‌دار
خطای خالص	2.67	3	0.8889			
مجموع	5498.95	19				

جدول ۵ نتایج تحلیل واریانس برای مدل خطی ازدیاد طول نسبی نمونه‌های جوش داده شده

منبع	جمع مربعات	df	میانگین مربعات	مقدار F	مقدار P	
مدل	47.30	3	15.77	29.69	< 0.0001	معنی‌دار
قطر (D)	9.20	1	9.20	17.33	0.0007	
مقدار (P)	1.26	1	1.26	2.36	0.1436	غیر معنی‌دار
جریان (I)	2.76	1	2.76	5.19	0.0368	
باقی‌مانده	8.50	16	0.5311			
عدم تطابق	6.50	13	0.4998	0.7497	0.6940	غیر معنی‌دار
خطای خالص	2.00	3	0.6667			
مجموع	55.80	19				

نمونه‌های جوش داده شده بر اساس پارامترهای فرایند به دست آمدند:

$$\text{استحکام نهایی} = 300.23 + 7.2967D + 8.667P + 0.0429I + 3.539DP - 0.00484PI \quad (۱)$$

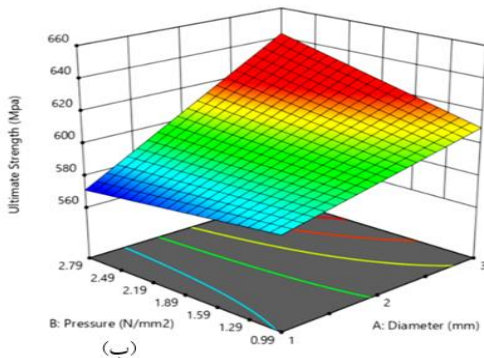
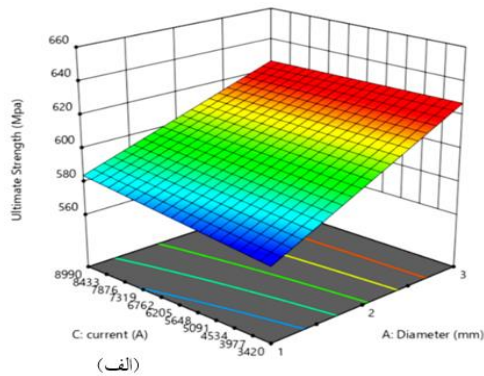
$$\text{ازدیاد طول نسبی} = 1.012 + 3.0118D - 0.00348I \quad (۲)$$

علامت مثبت در معادلات بالا نشان دهنده اثر هم‌افزایی است در حالی که علامت منفی نشان دهنده اثر متضاد آن است. ضرایب مدل برای پاسخ‌ها با استفاده از روش تحلیل رگرسیون چندگانه (Multiple regression analysis) در روش سطح پاسخ (Response surface method) [18] تعیین شده است. مقادیر R^2 (ضریب تعیین) برای معادلات (۲) و (۳) به ترتیب $0.9992/6545$ و $0.8477/7287$ هستند که هر دو نشان دهنده برازش خوب داده‌های تجربی و مقادیر پیش‌بینی شده توسط مدل ارائه شده است. مقادیر R^2 تعدیل شده برای معادلات (۲) و (۳) به ترتیب $0.9985/6545$ و $0.8192/7287$ هستند. انحراف معیار معادلات (۲) و (۳) نیز به ترتیب 0.1093 و 0.033 است. هر چه مقدار R^2 به یک نزدیک‌تر باشد و انحراف معیار کوچک‌تر باشد، مدل بهتر خواهد بود و مقادیر پیش‌بینی شده به پاسخ واقعی نزدیک‌تر خواهند بود. این امر نشان می‌دهد که مقدار پیش‌بینی شده برای استحکام نهایی نمونه‌های جوش داده شده در مقایسه با ازدیاد طول نسبی نمونه‌های جوش داده شده دقیق‌تر و نزدیک‌تر به مقدار واقعی است (جدول ۶ و ۷).

مقدار F به عنوان شاخصی از قابلیت اطمینان مدل عمل می‌کند و تضمین می‌کند که تحت تأثیر داده‌های تصادفی قرار نمی‌گیرد. این معیار، اهمیت مدل و این احتمال را نشان می‌دهد که مدل تحت تأثیر نویز قرار گرفته است که تقریباً برابر با صفر است. علاوه بر این، مقدار F میزان تأثیر هر پارامتر بر پاسخ را تعیین می‌کند که نشان می‌دهد هر چه مقدار یک پارامتر بیشتر باشد، تأثیر آن بر روی پاسخ بیشتر خواهد بود [18]. مقدار F برای مدل در این مورد 0.1425 است. در این تحقیق قطر، شدت جریان و فشار جوش به ترتیب بیشترین تأثیر را بر استحکام نهایی نمونه‌های جوش داده شده از بین پارامترهای فرایند دارند.

نتایج تحلیل واریانس برای مدل خطی ازدیاد طول نسبی نمونه‌های جوش داده شده در جدول (۵) نشان داده شده است. در این پاسخ، مقدار P برای مدل کمتر از 0.05 (کمتر از 0.001) است که نشان می‌دهد بهترین مدل برازش برای این پاسخ به دست آمده است. در این حالت، مقدار P برای پارامتر قطر کمتر از 0.001 است که نشان می‌دهد این پارامتر تأثیر قابل توجهی بر این پاسخ دارد. برخی از برهم‌کنش‌ها به دلیل اینکه مقدار P آن‌ها بیشتر از 0.05 است، معنی‌دار نیستند و بنابراین تأثیری در پاسخگویی ندارند. نتایج آماری به دست آمده حاکی از دقت مدل‌های فوق در پیش‌بینی استحکام نهایی نمونه‌های جوش داده شده و ازدیاد طول نسبی آن‌ها در محدوده متغیرهای مورد مطالعه است.

در نهایت، معادلات (۱) و (۲) به عنوان معادلات مدل با استفاده از روش CCD برای استحکام نهایی و ازدیاد طول نسبی

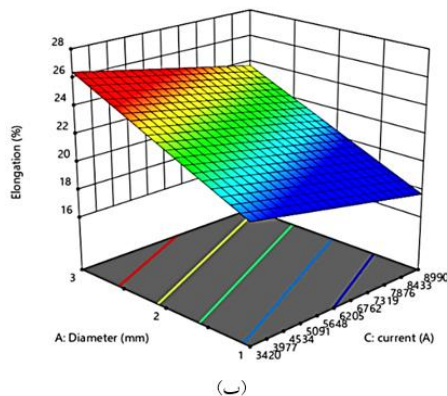


شکل ۳ تأثیر پارامترهای ورودی بر استحکام نهایی نمونه‌های جوش داده شده: (الف) برحسب پارامترهای قطر و شدت جریان جوشکاری، (ب) برحسب پارامترهای قطر و فشار جوشکاری

بررسی تأثیر پارامترهای فرایند جوشکاری بر ازدیاد

طول نسبی نمونه‌های جوش داده شده

مطابق جدول (۵) قطر میلگرد تأثیر قابل توجهی ($P < 0.0001$) بر ازدیاد طول نسبی نمونه‌های جوش داده شده دارد. شدت جریان نیز تأثیر محسوسی بر پاسخ ذکر شده دارد در حالی که تأثیر فشار جوش ناچیز است. نتایج به دست آمده در شکل (۴) نشان می‌دهد که با افزایش قطر میلگرد فولادی و کاهش شدت جریان، ازدیاد طول نسبی نمونه‌های جوش داده شده به صورت خطی افزایش می‌یابد.



جدول ۶ مقدار انحراف استاندارد و ضریب تعیین برای استحکام نهایی

نمونه‌های جوش داده شده

0.9992	R^2	0.6545	انحراف معیار استاندارد
0.9985	R^2 تعدیل شده	598.95	میانگین
0.9938	R^2 پیش‌بینی شده	0.1093	C.V. %
107.8795	کفایت دقت		

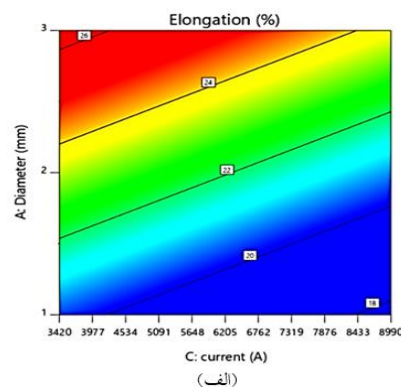
جدول ۷ مقدار انحراف استاندارد و ضریب تعیین برای ازدیاد طول نسبی

نمونه‌های جوش داده شده

0.8477	R^2	0.7287	انحراف معیار استاندارد
0.8192	R^2 تعدیل شده	22.10	میانگین
0.7595	R^2 پیش‌بینی شده	3.30	C.V. %
16.9314	کفایت دقت		

تأثیر پارامترهای جوشکاری بر استحکام نهایی

نمودارهای سه‌بعدی برای نشان دادن تأثیر پارامترهای فرایند بر روی استحکام نهایی نمونه‌های جوش داده شده، استفاده شده است. تجزیه و تحلیل واریانس نشان می‌دهد که هر سه پارامتر ورودی تأثیر قابل توجهی بر استحکام نهایی نمونه‌های جوش داده شده دارند. نمودار سطح پاسخ استحکام نهایی نمونه‌های جوش داده شده در شکل (۳) نشان داده شده است. در شکل (۳-الف) سطح پاسخ برای برهمکنش قطر میلگرد فولادی و شدت جریان در فشار جوش $1/89 \text{ N/mm}^2$ نشان داده شده است که با افزایش قطر میلگرد فولادی و شدت جریان، استحکام کششی نمونه‌های جوش داده شده افزایش می‌یابد. در شکل (۳-ب) اندرکنش قطر میلگرد فولادی و فشار جوش برای شدت جریان 6205 آمپر نشان داده شده که با افزایش قطر میلگرد فولادی و فشار جوش، استحکام نهایی نمونه‌های جوش داده شده به صورت خطی افزایش می‌یابد.



شکل ۴ نمایش اثر قطر میلگرد فولادی و شدت جریان بر ازدیاد طول نسبی نمونه جوش داده شده: (الف) نمای دوبعدی، (ب) نمای سه‌بعدی

شرایط بهینه، استحکام نهایی و درصد ازدیاد طول نسبی نمونه جوش داده شده، زمانی که قطر میلگرد ۱۸ میلی‌متر، شدت جریان ۸۴۶۰ آمپر و فشار جوش ۱/۶۴ مگاپاسکال است، به ترتیب ۶۲۸ مگاپاسکال و ۲۵ درصد به دست می‌آید (شکل ۵). همان طور که از جداول (۸) و (۹) مشاهده می‌شود، مقادیر پاسخ پیش‌بینی شده در محدوده میانگین پاسخ‌های تجربی و انحراف معیار ($\pm SD$) قرار می‌گیرند. بنابراین، طرح آزمایشی و پیش‌بینی‌های آن معتبر هستند.

بهینه‌یابی عوامل مؤثر بر روی افزایش استحکام نهایی و ازدیاد طول نسبی نمونه‌ها

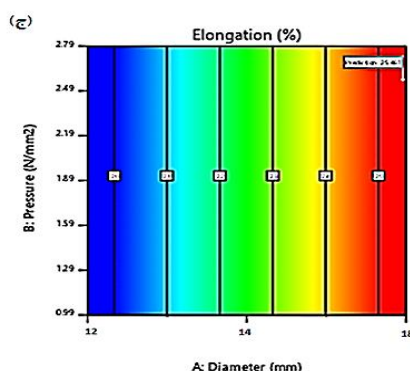
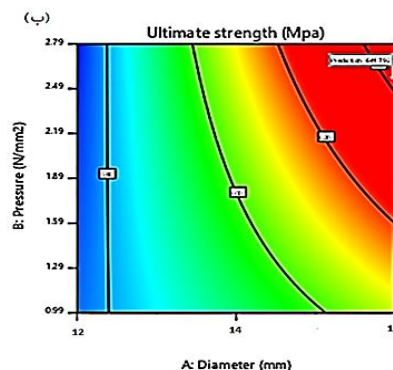
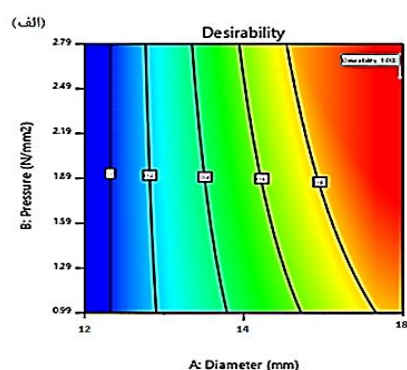
در این مرحله سطوح بهینه برای حداکثر پاسخ‌ها با استفاده از نرم‌افزار تعیین شد. سپس سه نمونه در این شرایط در آزمایشگاه برای اعتبارسنجی ساخته شد و نتایج به دست آمده وارد نرم‌افزار شد. جدول (۸) مراحل انجام این فرایند را نشان می‌دهد. شرایط سطح بهینه برای حداکثر استحکام نهایی و ازدیاد طول نسبی نمونه جوش داده شده در جدول (۹) نشان داده شده است. در

جدول ۸ آزمون اعتبارسنجی

نمونه	قطر (mm)	شدت جریان (A)	فشار جوش (MPa)	استحکام نهایی (MPa)	ازدیاد طول (%)
۱	18	8460	1.64	628.88	25.83
۲	18	8460	1.64	627.67	24.78
۳	18	8460	1.64	627.97	25.11
میانگین				628.17	25.24
SD				0.63	0.54

جدول ۹ پاسخ بهینه

قطر، A (mm)	جریان، B (A)	فشار، C (N/mm ²)	استحکام نهایی (MPa)		ازدیاد طول (%)	
			پیش‌بینی شده	تجربی	پیش‌بینی شده	تجربی
18	8460	1.64	628	628.17 $\pm$ 0.63	25	25.24 $\pm$ 0.54



شکل ۵ (الف) نمودار کانتور تابع مطلوبیت بر حسب قطر میلگرد و فشار جوشکاری، (ب) نمودار کانتور استحکام نهایی اتصال جوش خورده بر حسب قطر میلگرد و فشار جوشکاری و (ج) نمودار کانتور تأثیر فشار جوشکاری و قطر میلگرد بر درصد ازدیاد طول نسبی

توسط ذره λ_m تا کنون را نشان می‌دهد و G_{best} بهترین موقعیت کلی یافت شده در مراحل قبلی است [23].

متغیرهای طراحی در این تحقیق که با اجزای موقعیت ذرات در روش مذکور مطابقت دارند عبارتند از قطر میلگردهای فولادی، شدت جریان جوشکاری و فشار جوش. نتایج به دست آمده از اجرای الگوریتم PSO در جدول (۱۰) ارائه شده است.

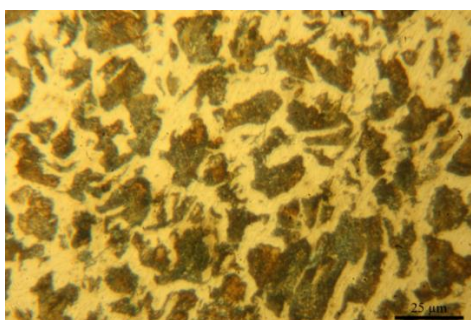
جدول ۱۰ مقادیر بهینه به دست آمده از اجرای الگوریتم PSO

قطر میلگرد (mm)	شدت جریان (A)	فشار جوش (MPa)
12	4929	2.7
14	5511	2.5
18	8898	1.4

استفاده از طراحی آزمایشی علاوه بر کاهش تعداد آزمایش‌ها، به کاهش هزینه و زمان آزمایش نیز منجر می‌شود و محدوده بهینه را ارائه می‌دهد. علاوه بر این، از مقایسه نتایج بهینه CCD با نتایج بهینه PSO مشاهده می‌شود که پارامترهای ورودی بهینه در روش CCD در محدوده نتایج بهینه PSO قرار دارند.

بررسی ریزساختار

ریزساختار میلگرد فولادی نمونه S1 با مشخصات ذکر شده در جدول (۲) در شکل (۶) نشان داده شده است. ریزساختار شامل یک مرزخانه پیوسته جزایر فریت و پرلیت است. کسر حجمی فریت و پرلیت اندازه‌گیری شده توسط نرم‌افزار Image J به ترتیب ۵۲٪ و ۴۸٪ بود که تقریباً با درصد وزنی فاز فریت و مخلوط پرلیت پیش‌بینی شده توسط نمودار فاز Fe-C (یعنی ۵۶ درصد وزنی فریت و ۴۴ درصد وزنی پرلیت) مطابقت دارد. شایان ذکر است از آنجایی که چگالی فریت و پرلیت کمی متفاوت است، درصد وزنی و درصد حجمی آن‌ها مشابه است.



شکل ۶ ریزساختار میلگرد فولادی S1

بهینه‌سازی عوامل افزایش استحکام نهایی و ازدیاد طول نسبی نمونه‌های جوش داده شده با استفاده از الگوریتم بهینه‌سازی جمعیت ذرات (PSO)

در شرایط رقابتی صنعتی، یافتن راه‌حل‌های بهتر همیشه ضروری است. برای این منظور محققان در زمینه‌های مختلف در طول سالیان متمادی روش‌های مختلف بهینه‌سازی را توسعه داده‌اند. بهینه‌سازی در واقع ابزار مناسبی برای یافتن بهترین شرایط راه‌حل در میان مجموعه شرایط ممکن است. بسته به نوع مسئله و فضای جستجو، روش‌های بهینه‌سازی مختلفی پیشنهاد می‌شود. کاربرد روش‌های گرادیان و همچنین رشد سریع حجم محاسباتی با افزایش تعداد پارامترها عملاً کاربرد آن‌ها را در مسائل بزرگ غیر ممکن کرده است. به همین دلیل، روش‌های بهینه‌سازی اکتشافی پدید آمده‌اند. بسیاری از این روش‌ها از عملکردهای موجود در طبیعت الهام گرفته شده‌اند مانند الگوریتم‌های کلونی مورچه‌ها (Ant colony algorithms)، الگوریتم‌های ژنتیک (Genetic algorithms)، شبیه‌سازی تبرید (Simulated annealing) و بهینه‌سازی جمعیت ذرات (PSO) [22]. روش PSO بر اساس جستجوی فضای راه‌حل قرار دارد. در این روش، به ترتیب مراحل تولید ماتریس موقعیت اولیه ذرات (X)، تولید ماتریس سرعت اولیه ذرات (V)، ارزیابی جمعیت و محاسبه برازش ذرات، به‌روزرسانی مقادیر $P_{best,i}$ (بهترین موقعیت فردی هر ذره) و $G_{best,i}$ (بهترین موقعیت کلی در جمعیت)، محاسبه سرعت‌های جدید ذرات، محاسبه موقعیت‌های جدید ذرات و در نهایت کنترل شرایط همگرایی انجام می‌شود. معادله اصلی این روش را می‌توان به صورت معادله (۳) بیان کرد [23].

$$V_t^i = \omega V_t^{i-1} + C_1 r_1 (P_{best,i} - X_t^{i-1}) + C_2 r_2 (G_{best,i} - X_t^{i-1}) \quad (3)$$

در این معادله ω ضریب اینرسی و C_1 و C_2 به ترتیب نشان دهنده ضرایب یادگیری فردی و اجتماعی هستند. این ضرایب نشان دهنده تأثیر بهترین راه‌حل یافت شده توسط هر ذره و بهترین راه‌حل کلی یافت شده بر روی سرعت ذره است. برای مقادیر C_1 و C_2 معمولاً یک عدد ثابت بین ۱/۵ و ۲/۵ انتخاب می‌شود. r_1 و r_2 اعداد تصادفی با توزیع یکنواخت در محدوده (۰،۱) هستند و برای اطمینان از پایداری سیستم استفاده می‌شوند. V_t^i ، V_t^{i-1} و X_t^i به ترتیب نشان دهنده بردار سرعت در مرحله قبل، بردار سرعت در گام فعلی و بردار موقعیت در مرحله قبل برای ذره λ_m هستند. $P_{best,i}$ بردار بهترین موقعیت یافت شده

پایین‌تر است [26]. بنابراین، انتظار می‌رود که نواحی مختلف اتصال RUBW دارای ریزساختار منحصر به فرد باشند.

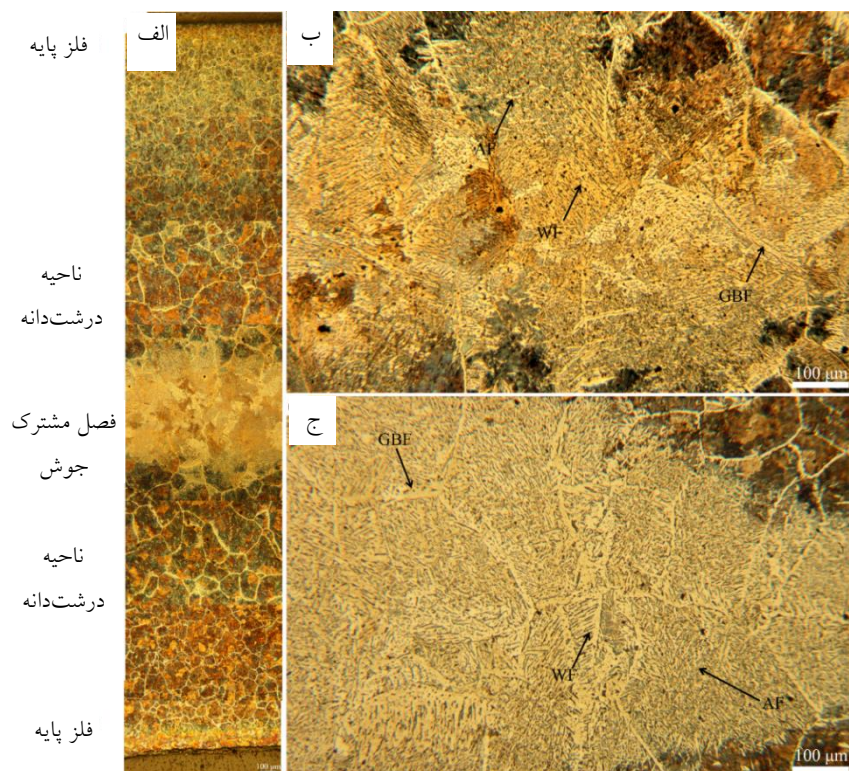
شکل (۷-الف) تغییر در ریزساختار ناحیه اتصال را در میلگرد با قطر ۱۲ میلی‌متر جوش داده شده با توان جوش ۴۰۰۰ و جابه‌جایی فک ۳۰ میلی‌متر نشان می‌دهد. در هر دو طرف فصل مشترک جوش، رشد دانه رخ داد. با این حال، اندازه دانه با افزایش فاصله از سطح مشترک به سمت فلز پایه کاهش یافت. ریزساختار فلز پایه حاوی فریت مرزدانه همراه با جزایر پرلیت بود. قبلاً بیان شد که درصد حجمی فریت و پرلیت در فلز پایه به ترتیب ۵۲ و ۴۸ درصد بود. ریزساختار مشابهی نیز در ناحیه درشت دانه مشاهده شد. با این حال، کسر حجمی پرلیت تا ۷۳ درصد افزایش یافت در حالی که محتوای فریت به ۲۷ درصد کاهش یافت. تصاویر سطح مشترک جوش در دو میلگرد مختلف با قطر ۱۲ و ۱۸ میلی‌متر به ترتیب در شکل‌های (۷-ب) و (۷-ج) نشان داده شده‌اند. مشاهده می‌شود که ریزساختار فصل مشترک به طور قابل توجهی تغییر کرده است. از دانه‌های فریت با مورفولوژی‌های مختلف از جمله فریت مرزدانه دگرریخت (AGBF) (Allotriomorphic grain boundary ferrite)، فریت ویدمن اشتاتن (WF) (Widmanstätten ferrite) و فریت بینیتی سوزنی (ABF) (Acicular bainitic ferrite) تشکیل شده است.

به منظور شناسایی دقیق‌تر ریزساختار فصل مشترک جوش، نمونه‌ها با میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM) بررسی شدند. شکل‌های (۸-الف) و (۸-ب) تصاویر FESEM از فلز پایه و منطقه متأثر از حرارت دانه‌درشت (CGHAZ) (Coarse grain heat affected zone) را به طور جداگانه نشان می‌دهند. هر دو منطقه از ریزساختار فریتی - پرلیتی تشکیل شده‌اند. با این حال، علاوه بر فریت مرزدانه (GBF)، فریت ویدمن اشتاتن (WF) نیز در منطقه CGHAZ شناسایی شد. علاوه بر این، در مقایسه با فلز پایه، فاصله بین لایه‌های فریت - سمیتیت در مخلوط پرلیت در ناحیه CGHAZ به میزان قابل توجهی کاهش یافت. این امر می‌تواند به دلیل سرعت بالای سرد شدن ناحیه جوش در طول فرایند اتصال باشد. از سوی دیگر، ریزساختار فصل مشترک جوش در هر دو میلگرد به طور قابل توجهی متفاوت بود. همان‌طور که در شکل‌های (۸-ج) و (۸-د) نشان داده شده است، تنها کسر حجمی کوچکی از پرلیت در زمینه فریت شناسایی شد. کسر حجمی محاسبه شده پرلیت بین ۵ تا ۷/۵ درصد متغیر بود که بسیار کمتر از مقدار آن در فلز پایه و مناطق CGHAZ بود.

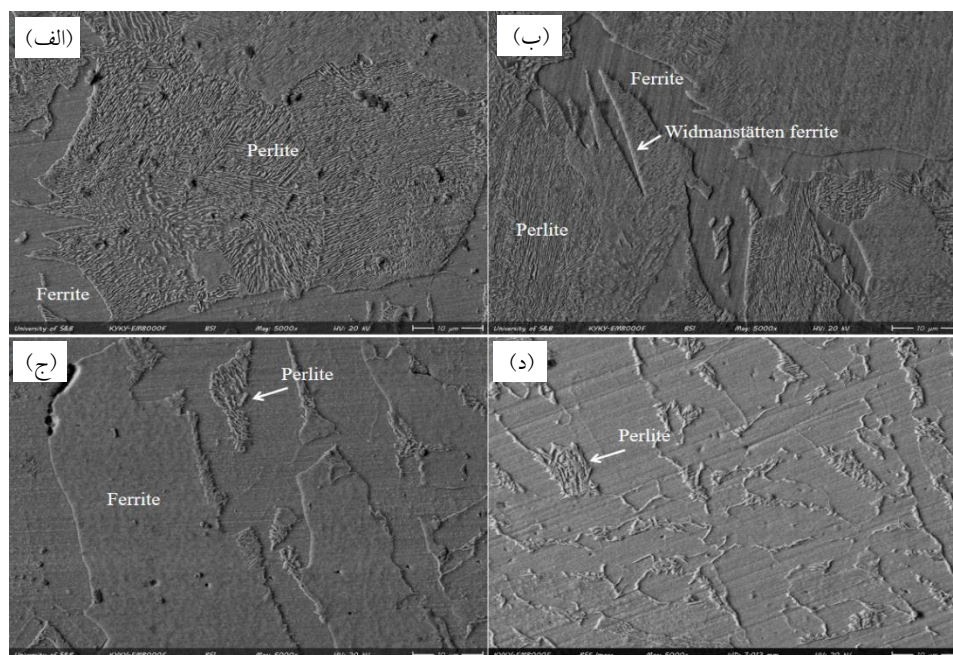
در حین جوش مقاومتی سربه‌سر، گرمای لازم برای فرایند اتصال از طریق عبور جریان الکتریکی از قطعات متصل به یکدیگر تولید می‌شود. این گرما توسط قانون ژول (Joule's Law) به صورت زیر نوشته می‌شود:

$$Q = RI^2t \quad (۴)$$

که در آن Q گرمای ژول (J)، R مقاومت الکتریکی (اهم)، I جریان الکتریکی (A) و t زمان جوشکاری (s) است. افزایش تمام این پارامترها باعث تولید گرمای بیشتری در طول فرایند جوشکاری می‌شود. دو مقاومت الکتریکی اصلی شامل مقاومت تماسی (R_c) در سطح تماس دو قطعه و مقاومت حجمی (R_b) بین سطح قطعه و گیره‌ها در تولید گرما توسط گرمایش ژول نقش دارند. مقاومت تماس به عوامل زیادی مانند زبری سطح، فشار سطح تماس، سختی مواد و همچنین دمای نرم شدن مواد بستگی دارد [24]. در مراحل اولیه فرایند جوشکاری، مقدار مقاومت تماس به طور قابل توجهی بالاتر از مقاومت حجمی است. این امر بدین دلیل است که زبری سطح دو قطعه از تماس کامل بین آن‌ها جلوگیری می‌کند. بنابراین، سطح واقعی عبور جریان الکتریکی از سطح دو قطعه به طور قابل توجهی کمتر از سطح تماس اسمی است. در نتیجه، گرمای بیشتری در ناحیه تماس در مرحله اولیه جوشکاری تولید می‌شود. اعمال همزمان فشارهای جوشکاری باعث افزایش سطح تماس در سطوح تماس می‌شود. این امر باعث کاهش مقاومت تماس می‌شود. بنابراین، نقش مقاومت حجمی بر تولید گرما به تدریج غالب می‌شود. از طرف دیگر، گیره‌ها که جریان الکتریکی و فشار جوش را به قطعات وارد می‌کنند از جنس مس هستند و در حین جوشکاری با آب خنک می‌شوند. بنابراین، قطعات بین گیره‌ها به سرعت خنک می‌شوند. همه این عوامل باعث توزیع غیر یکنواخت دما در ناحیه مفصل می‌شود. سطوح تماس بالاترین دما را دارند که می‌تواند بالاتر از نقطه ذوب آلیاژ باشد، در حالی که حداکثر دمای تجربه شده توسط قطعات با حرکت از سطح تماس به سمت گیره‌ها کاهش می‌یابد. این نوع توزیع دما در جوش مقاومتی سربه‌سر ورق فولادی توسط کرسن و ریچاردسون [25] تأیید شد. آن‌ها از مدل المان محدود برای پیش‌بینی توزیع دما در این فرایند جوشکاری استفاده کردند. آن‌ها نشان دادند که حداکثر دمای به دست آمده در فصل مشترک با افزایش فاصله از سطح مشترک به شدت کاهش می‌یابد. علاوه بر این، بابو و همکاران نشان دادند که سرعت سرد شدن فصل مشترک جوش بیشتر از مناطق با دمای



شکل ۷ (الف) تصویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار فصل مشترک جوش میلگرد فولادی با قطر ۱۲ و تصاویر با بزرگ‌نمایی بالاتر از فصل مشترک جوش در (ب) میلگرد با قطر ۱۲ میلی‌متر و (ج) میلگرد با قطر ۱۸ میلی‌متر



شکل ۸ تصاویر FESEM با بزرگ‌نمایی بالا در (الف) فلز پایه، (ب) منطقه CGHAZ، (ج) فصل مشترک جوش در میلگرد با قطر ۱۲ میلی‌متر و (د) فصل مشترک جوش در میلگرد با قطر ۱۸ میلی‌متر

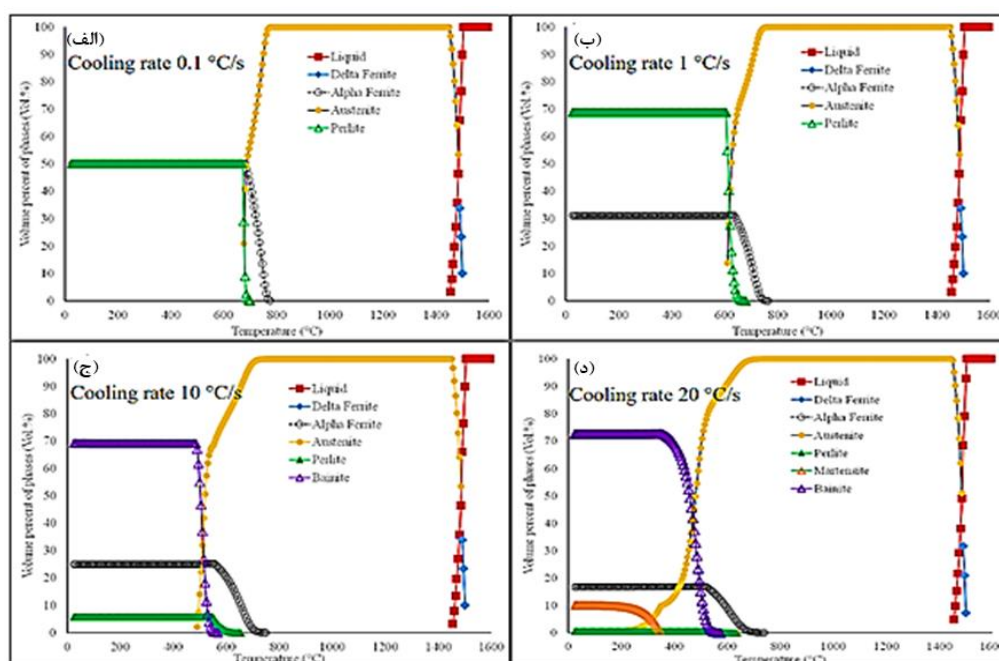
گرمایش در دمای بالا تأثیر زیادی بر توسعه ریزساختار جوش در فولادها خواهند داشت. در طول فرایند جوشکاری مقاومتی، قطعات در مدت زمان کوتاهی (یعنی کمتر از یک ثانیه تا چند

ریزساختار ناحیه جوش به شدت به چرخه حرارتی جوش بستگی دارد. هر دو سرعت گرمایش و سرمایش، حداکثر دمای تجربه شده توسط قطعات جوش داده شده و همچنین زمان

سرعت‌های خنک‌سازی، انجماد با تشکیل فاز دلتا فریت آغاز شد و از طریق واکنش پریکتیکی که منجر به تشکیل فاز آستنیت شد، پایان یافت. بنابراین به نظر می‌رسد که تغییر در سرعت سرمایش بین 0.1 تا 20°C/s تأثیر قابل توجهی بر مسیر انجماد نداشته باشد. با این حال، تبدیل فاز جامد آستنیت به شدت تحت تأثیر شرایط خنک‌کننده قرار گرفت. در سرعت خنک‌سازی بسیار کم (یعنی 0.1°C/s)، ریزساختار نهایی حاوی فریت پرویوتکتوئید و مخلوط پرلیت با کسرهای حجمی تقریباً مشابه بود. افزایش سرعت سرد شدن تا 1°C/s منجر به افزایش کسر حجمی پرلیت به فریت شد. هنگامی که سرعت خنک‌سازی به 10°C/s افزایش یافت، مخلوط پرلیت و بخش‌هایی از فریت با ساختار بینیتی جایگزین شدند. به نظر می‌رسد زمانی که سرعت سرمایش از یک مقدار بحرانی بالاتر می‌رود، تشکیل پرلیت سرکوب می‌شود. در عوض، فریت بینیتی تشکیل می‌شود. با افزایش سرعت سرد شدن تا 20°C/s ، ساختار پرلیتی تقریباً حذف شد و عمدتاً فاز بینیت سوزنی مشاهده گردید. با این حال، با توجه به ترکیب شیمیایی فولاد و سرعت بالای سرمایش، احتمال تشکیل مقدار قابل توجهی فاز مارتنزیت در سطح مشترک جوش وجود دارد. در شبیه‌سازی نرم‌افزاری (JMatPro) سهم مارتنزیت کمتر پیش‌بینی شد، که ممکن است ناشی از مدل حرارتی یا پایگاه داده مورد استفاده باشد. مشاهدات ریزساختاری از افزایش سختی موضعی و حالت شکست ترد نیز این احتمال را تقویت می‌کند.

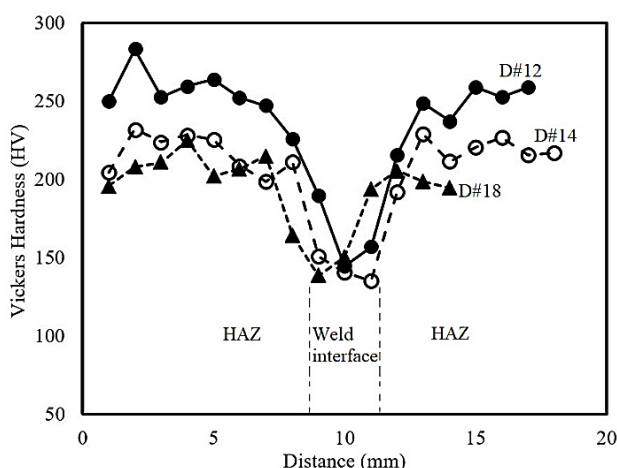
ثانیه) به حداکثر دما می‌رسند. بنابراین سرعت گرمایش ممکن است بین $100-1000^\circ\text{C/s}$ متفاوت باشد. تجربه حداکثر دما توسط قطعات نه تنها به فاصله منطقه مورد نظر تا فصل مشترک جوش بستگی دارد، بلکه به پارامترهای جوشکاری مانند جریان جوشکاری، ولتاژ، فشار جوشکاری، زبری سطح تماس و نوع ماده بستگی دارد. مطالعات نشان داده است که در طول جوشکاری فولادها، حداکثر دما می‌تواند به نقطه ذوب آلیاژ در سطح مشترک برسد [25]. علاوه بر این، بخش زیادی از فلز مذاب از فصل مشترک جوش با اعمال فشار در اطراف سطح مشترک دفع می‌شود. در نتیجه، یک اتصال حالت جامد رخ می‌دهد. در نهایت، ریزساختار ناحیه جوش در طول خنک شدن از دمای بالا ایجاد می‌شود و سرعت خنک‌سازی تأثیر زیادی بر تبدیل‌های فاز حالت جامد و ریزساختار حاصل دارد.

به منظور بررسی تأثیر چرخه حرارتی جوش بر توسعه ریزساختار در ناحیه اتصال، شکل‌گیری فازها با سرعت‌های خنک‌کننده متفاوت توسط نرم‌افزار JMat Pro شبیه‌سازی شد. در فرایند شبیه‌سازی از پایگاه داده چرخه جوش برای فولادهای عمومی استفاده شد. سرعت گرمایش 200°C/s ، حداکثر دما 1600°C و سرعت سرمایش بین 0.1 تا 20°C/s در نظر گرفته شد. نتایج این شبیه‌سازی‌ها در شکل (۹) ارائه شده است. علاوه بر این، فازهای پیش‌بینی شده نهایی در ناحیه جوش پس از سرد شدن تا دمای اتاق در جدول (۱۱) ذکر شده است. در تمام



شکل ۹ اثر سرعت سرد شدن بر مسیر تبدیل فاز میلگرد فولادی توسط نمودارهای شبیه‌سازی شده: (الف) سرعت سرد شدن 0.1°C/s ، (ب) سرعت سرد شدن 1°C/s ، (ج) سرعت سرد شدن 10°C/s ، (د) سرعت سرد شدن 20°C/s

ضعیف‌ترین نقطه در نمونه جوش داده شده با جریان جوش ۷۱۰۰ آمپر و جابه‌جایی فک ۳۰ میلی‌متر بود (شکل ۱۱-ب). به عبارت دیگر، به نظر می‌رسد افزایش جریان جوشکاری نه تنها باعث افزایش حجم و ارتفاع برآمدگی ایجاد شده در اطراف محل اتصال می‌شود، بلکه استحکام کششی جوش را نیز بهبود می‌بخشد.



شکل ۱۰ توزیع سختی در اتصالات جوش مقاومتی سرب‌سر میلگردهای فولادی با قطرهای مختلف

تصاویر FESEM از سطوح شکست در شکل‌های (۱۱-ج) و (۱۱-د) نشان داده شده است. طبق شکل (۱۱-ج) وجود فرو رفتگی‌های ریز و گردنی شدن ناحیه شکست، حالت شکست نرم را در فلز پایه تأیید می‌کند. در مقابل، حضور سطوح شکاف‌دار با الگوهای رودخانه‌ای، شکست ترد در سطح اتصال جوش را به تصویر می‌کشد (شکل ۱۱-د). بر اساس نتایج آنالیز طیف‌سنجی پراکنده انرژی (EDS)، غلظت اکسیژن در سطح شکست کمتر از ۵ درصد وزنی بود. به عبارت دیگر، به نظر می‌رسد که اکسیداسیون فولاد در حین جوشکاری عامل اصلی شکست ترد در اتصال نبوده است. این نکته پذیرفته شده است که در آلیاژها، نوع حالت شکست به شدت تحت تأثیر اجزای ریزساختاری است. در فولادها، تشکیل فاز مارتنزیت یا ترکیبات میانی، مسئول شکست ترد هستند. از آنجایی که آلیاژ میلگرد هیچ عنصر آلیاژی خاصی نداشت، هیچ ترکیب میانی در ریزساختار تشکیل نمی‌شود. اگرچه داده‌های سختی‌سنجی نشان‌دهنده سختی نسبتاً پایین در سطح مشترک جوش هستند، اما در برخی نمونه‌ها با حرارت ورودی پایین، ویژگی‌های شکست ترد و مشاهدات ریزساختاری موضعی می‌تواند حاکی از حضور محدود فازهای

جدول ۱۱ پیش‌بینی فازهای دمای اتاق در ریزساختار میلگرد فولادی پس از خنک شدن با سرعت‌های خنک‌کننده مختلف

سرعت سرد کردن (°C/s)	درصد حجمی فازها			
	مارتنزیت	پرلیت	بینیت	فریت
0.1	---	50.1	---	49.9
1	---	68.8	---	31.2
10	---	69.2	5.8	25.0
20	12	70.3	0.7	17.0

خواص مکانیکی

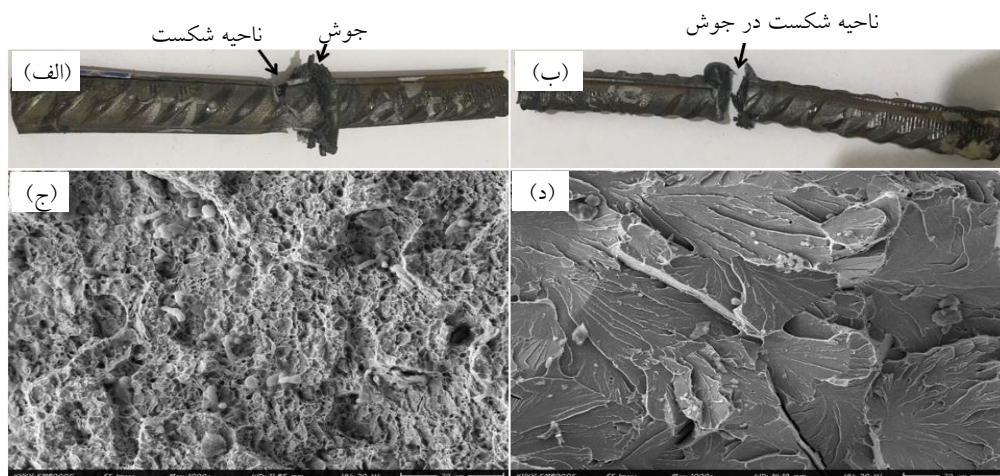
شکل (۱۰) تغییرات ریزسختی و یکرز را در اتصالات RUBW در میلگردهایی با قطر ۱۲، ۱۴، و ۱۸ میلی‌متر نشان می‌دهد. فصل مشترک دارای کمترین میانگین سختی (یعنی ۱۵۰-۱۳۰ HV) در هر سه نمونه بود که به سختی فریت در فلزات جوش فولاد کربنی ساده نزدیک است [27]. علاوه بر این، سختی در CGHAZ با ریزساختار فریتی - پرلیتی و کسر حجمی پرلیت بهبود یافت. سختی پایین در سطح اتصال جوش می‌تواند تأیید کند که ریزساختار این ناحیه عمدتاً از فاز فریت با مورفولوژی دگرریخت و سوزنی تشکیل شده است. وجود جزایر پرلیتی با کسر حجمی کم تأثیر قابل توجهی بر روی سختی سطح اتصال جوش نداشت. شایان ذکر است که در صورت تشکیل فاز مارتنزیت در فصل مشترک جوش، سختی به مقادیر بالاتری نسبت به آنچه در اینجا مشاهده شد، افزایش می‌یابد.

به منظور بررسی مکانیسم شکست نمونه‌های آزمایش کشش، دو نمونه از میلگرد با قطر ۱۸ میلی‌متر انتخاب شد. لازم به ذکر است که در مورد میلگرد ۱۲ میلی‌متری نیز نتایج مشابهی مشاهده شد. بنابراین، آن‌ها در اینجا گزارش نشده‌اند. تصاویر ناحیه شکست در شکل‌های (۱۱-الف) و (۱۱-ب) نشان داده شده‌اند. در نمونه جوش داده شده با جریان جوش ۸۴۶۰ آمپر و جابه‌جایی فک ۳۰ میلی‌متر، شکستگی در فلز پایه رخ داد که در شکل (۱۱-الف) نشان داده شده است. این موضوع نشان می‌دهد که استحکام نهایی اندازه‌گیری شده در این حالت مربوط به فلز پایه بوده است و نمی‌توان از آن برای ارزیابی استحکام واقعی جوش استفاده کرد. بنابراین در تحلیل استحکام جوش، فقط داده‌هایی که شکست در ناحیه جوش اتفاق افتاده است، معیار قضاوت قرار گرفتند. از سوی دیگر، فصل مشترک جوش

می‌دهد، به طوری که شکستگی در خارج از ناحیه جوش رخ داد. چقرمگی بالا احتمالا مربوط به ماهیت فریت سوزنی است. ساختار فریت سوزنی نرم‌تر از ساختار پرلیت است. با این حال، زمانی که نمونه تحت تنش‌های کششی قرار می‌گیرد، دچار تغییر شکل می‌شود. وقتی فریت سوزنی وارد ناحیه تغییر شکل پلاستیک می‌شود، به دلیل فرایند کارسختی، استحکام آن افزایش می‌یابد. علاوه بر این، ریزساختار در هم تنیده این فاز از رشد ترک‌ها جلوگیری می‌کند که این امر موجب افزایش چقرمگی فولاد می‌شود. در نتیجه، رشد ترک در ریزساختار فریت - پرلیت فلز پایه تسهیل می‌شود و مکان شکست را از سطح اتصال جوش به فلز پایه تغییر می‌دهد.

سخت مانند بینیت یا حتی مارتزیت در نواحی بسیار کوچک باشد. این موضوع می‌تواند به کاهش چقرمگی موضعی و آغاز شکست ترد کمک کرده باشد، هرچند این فازها گسترده یا غالب نبوده‌اند.

در جدول (۱۲) نتایج آزمایش‌های کشش بر روی نمونه‌های جوش داده شده و ماشین‌کاری شده ارائه شده است. نتایج به دست آمده از نمونه‌ها نشان می‌دهد که استحکام کششی نهایی هر دو نمونه تقریبا مشابه است. محل شکست در نمونه‌های ماشین‌کاری شده در شکل (۱۲) نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که حتی پس از حذف برآمدگی از ناحیه اتصال، شکست در فلز پایه رخ داده است. این امر تأیید می‌کند که علی‌رغم سختی پایین ناحیه اتصال، این ناحیه چقرمگی بسیار خوبی از خود نشان



شکل ۱۱ شکستگی اتصال جوش در (الف و ج) فلز پایه، و (ب و د) ناحیه جوش

جدول ۱۲ نتایج آزمون کشش نمونه‌های جوش داده شده و ماشین‌کاری شده

نمونه	نمونه جوشکاری شده		نمونه ماشین‌کاری شده	
	استحکام نهایی (MPa)	ازدیاد طول (%)	استحکام نهایی (MPa)	ازدیاد طول (%)
S1	574	20	567	18
S6	622	24	615	23



شکل ۱۲ شکستگی اتصال جوش داده شده پس از ماشین‌کاری در فلز پایه

نتیجه گیری

جوشکاری مقاومتی سربه سر میلگردهای فولادی با استفاده از تجزیه و تحلیل آماری بررسی شد. طراحی آزمایش جوشکاری مقاومتی با استفاده از روش طراحی مرکب مرکزی (CCD) برای بررسی اثرات قطر میلگردهای فولادی، شدت جریان جوشکاری و فشار جوش بر روی استحکام نهایی و ازدیاد طول نسبی نمونه های جوش داده شده انجام شد و نتایج زیر به دست آمد:

۱. نتایج آماری به دست آمده نشان داد که مدل های فوق در پیش بینی استحکام کشش نهایی و ازدیاد طول نسبی نمونه های جوش شده در محدوده متغیرهای مورد مطالعه دقیق هستند. از آنجا که در برخی آزمون های کشش محل شکست در فلز پایه قرار داشت، داده های مربوط به این نمونه ها صرفاً به عنوان نشانه ای از عملکرد مناسب جوش در نظر گرفته شده اند، اما معیار مستقیم برای استحکام ناحیه جوش محسوب نمی شوند.
۲. بر اساس تحلیل واریانس، هر سه پارامتر فرایند تأثیر به سزایی بر استحکام کششی نهایی نمونه های جوش داده شده دارند، در حالی که قطر میلگرد فولادی و شدت جریان تأثیر محسوسی بر ازدیاد طول نسبی آن ها دارند.
۳. نتایج به دست آمده از اجرای الگوریتم بهینه سازی PSO نشان داد که شدت جریان بهینه و فشار بهینه جوش برای میلگرد فولادی با قطر ۱۲ میلی متر، به ترتیب ۴۹۲۹ آمپر و N/mm^2 ۲/۷، برای میلگرد فولادی با قطر ۱۴ میلی متر، ۵۵۱۱ آمپر و N/mm^2 ۲/۵، و برای میلگرد فولادی با قطر ۱۸ میلی متر، ۸۸۹۸ آمپر و N/mm^2 ۱/۴ است. بنابراین، با افزایش قطر میلگردهای فولادی، فشار جوشکاری کاهش می یابد در حالی که شدت جریان افزایش می یابد.
۴. بهینه سازی با استفاده از روش CCD در سطوح زیر رخ داد: قطر میلگرد ۱۸ میلی متر، شدت جریان ۸۴۶۰ آمپر و فشار جوش ۱/۶۴ مگاپاسکال. مقایسه نتایج بهینه CCD با نتایج بهینه PSO نشان می دهد که پارامترهای ورودی بهینه در روش CCD در محدوده نتایج بهینه PSO قرار می گیرند.

مراجع

- [1] S.-S. Kim, G.-I. Park, J.-W. Lee, J.-H. Koh, and C.-H. Park, "Effect of heat on the soundness of zircaloy-4 end cap closure using a resistance upset welding," *Journal of nuclear science and technology*, vol. 47, no. 3, pp. 262-268, 2010. <https://doi.org/10.1080/18811248.2010.9711953>

واژه نامه

Resistance upset butt welding	جوشکاری مقاومتی سربه سر
Central Composite Design	طراحی مرکب مرکزی
Particle Swarm Optimization	الگوریتم جمعیت ذرات
Gleeble	گلیبل
Factorial design	طرح عاملی
Plate-Boorman	پلیت - بورمن
Multiple regression analysis	تحلیل رگرسیون چندگانه
Response surface method	روش سطح پاسخ
Ant colony algorithms	الگوریتم های کلونی مورچه ها
Genetic algorithms	الگوریتم های ژنتیک
Simulated annealing	شبیه سازی تبرید
Joule's Law	قانون ژول
	فریت مرزدانه دگرریخت
Allotriomorphic grain boundary ferrite	
Widmanstätten ferrite	فریت ویدمن اشتاتن
Acicular bainitic ferrite	فریت بینیتی سوزنی
	منطقه متأثر از حرارت دانه درشت
Coarse grain heat affected zone	

تقدیر و تشکر

- [2] P. Kowalczyk, J. Sienicki, and A. Galińska, "The Mechanical Performance of Resistance Welded Thermoplastic Composite Double Overlap Joint Tested Under Static and Fatigue Loading," *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 48, no. 3, pp. 1236-1247, 2024. <https://doi.org/10.1111/ffe.14529>
- [3] N. Shajan *et al.*, "Effect of Pearlite Banding and Weld Texture on Wheel Rim Failure in Resistance Upset Butt Welding," *Metallography, Microstructure, and Analysis*, vol. 12, no. 1, pp. 104-115, 2023. <https://doi.org/10.1007/s13632-023-00930-w>
- [4] L. Chen, Z. Guo, C. Zhang, Y. Li, Y. Jia, and G. Liu, "Experiments and numerical simulations on joint formation and material flow during resistance upset welding of WC-10Co and B318 steel," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 296, p. 117164, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2021.117164>
- [5] Q. Han, Y. Li, Y. Lu, and G. Wang, "Effect of corrosion on the fatigue crack propagation properties of butt weld with G20Mn5QT cast steel and Q355D steel in 3.5- wt% NaCl solution," *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 46, no. 10, pp. 4020-4035, 2023. <https://doi.org/10.1111/ffe.14117>
- [6] J. Li, A. Vivek, and G. Daehn, "Improved properties and thermal stability of a titanium-stainless steel solid-state weld with a niobium interlayer," *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 79, pp. 191-204, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.11.050>
- [7] M. Hamed, H. Eisazadeh, and M. Esmailzadeh, "Numerical simulation of tensile strength of upset welded joints with experimental verification," *Materials & Design (1980-2015)*, vol. 31, no. 5, pp. 2296-2304, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.12.011>
- [8] Y. Sarikavak, O. S. Turkbaz, and C. Cogun, "Influence of welding on microstructure and strength of rail steel," *Construction and Building Materials*, vol. 243, p. 118220, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118220>
- [9] A. Santhakumari, T. Senthikumar, G. Mahadevan, and N. Ramasamy, "Interface and microstructural characteristics of titanium and 304 stainless steel dissimilar joints by upset butt welding using a gleeble thermo mechanical simulator," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 26, pp. 7460-7470, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.09.098>
- [10] L. Thiercelin, F. Praud, F. Meraghni, and E. Fleury, "Thermally-activated hardening recovery in viscoplastic materials with kinematic hardening at high temperatures," *Mechanics of Materials*, vol. 180, p. 104636, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2023.104636>
- [11] D. Rodrigues, C. Leita, M. Balakrishnan, H. D. Craveiro, and A. Santiago, "Tensile properties of S355 butt welds after exposure to high temperatures," *Construction and Building Materials*, vol. 302, p. 124374, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124374>
- [12] K. S. Kumar and N. Arivazhagan, "An innovative pulsed current arc welding technology for armor steel: Processes, microstructure, and mechanical properties," *Materials Today Communications*, vol. 38, p. 108237, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2024.108237>

- [13] Z. Dong *et al.*, "Study on microstructure characterization and mechanical properties of AISI 444 ferritic stainless steel joint by high-frequency pulse K-TIG welding," *Welding in the World*, vol. 68, no. 1, pp. 137-153, 2024. <https://doi.org/10.1007/s40194-023-01637-w>
- [14] J.-H. Bae, Y.-D. Park, and M. Lee, "Optimization of welding parameters for resistance spot welding of AA3003 to galvanized DP780 steel using response surface methodology," *International Journal of Automotive Technology*, vol. 22, no. 3, pp. 585-593, 2021. <https://doi.org/10.1007/s12239-021-0055-x>
- [15] A. Otimeyin, J. Achebo, and U. Frank, "Advanced Modeling and Optimization of Weldment Responses Using Statistical and Metaheuristic Techniques," *American Journal of Mechanical and Materials Engineering*, vol. 9, no. 1, pp. 25-36, 2025. <http://dx.doi.org/10.11648/j.ajmme.20250901.13>
- [16] S. S. Rao, K. S. Arora, L. Sharma, and R. Chhibber, "Modelling and optimization of resistance spot weld responses using RSM-GA technique for DP590 steel sheets," *Proceedings of the National Academy of Sciences, India Section A: Physical Sciences*, vol. 92, no. 3, pp. 453-466, 2022. <https://doi.org/10.1007/s40010-022-00772-1>
- [17] D. C. Montgomery, *Design and analysis of experiments*. John Wiley & sons, 2017.
- [18] R. H. Myers, D. C. Montgomery, and C. M. Anderson-Cook, "Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments," *Journal of the American Statistical Association*, vol. 97, no. 460, p. 1216, 2016. <https://doi.org/10.2307/1270613>
- [19] R. Kumar and M. Balasubramanian, "Application of response surface methodology to optimize process parameters in friction welding of Ti-6Al-4V and SS304L rods," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 25, no. 11, pp. 3625-3633, 2015. [https://doi.org/10.1016/s1003-6326\(15\)63959-0](https://doi.org/10.1016/s1003-6326(15)63959-0)
- [20] J. Wang, Y. Sun, X. Gao, M. S. Mannan, and B. Wilhite, "Experimental study of electrostatic hazard inside scrubber column using response surface methodology," *Chemical Engineering Science*, vol. 200, pp. 46-68, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2018.12.060>
- [21] M. H. Rahimi, M. Shayganmanesh, R. Noorossana, and F. Pazhuheian, "Modelling and optimization of laser engraving qualitative characteristics of Al-SiC composite using response surface methodology and artificial neural networks," *Optics & Laser Technology*, vol. 112, pp. 65-76, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2018.10.058>
- [22] A. P. Engelbrecht, *Computational intelligence: an introduction*. John Wiley & Sons, 2007.
- [23] M. Clerc, *Particle swarm optimization*. John Wiley & Sons, 2010.
- [24] J. Zwolsman, "Quality in Resistance Welding. An Analysis of the Process and Its Control," *Abington Publishing(UK)*, 1991, p. 100, 1991.
- [25] N. Kerstens and I. Richardson, "Heat distribution in resistance upset butt welding," *Journal of materials processing technology*, vol. 209, no. 5, pp. 2715-2722, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.06.015>
- [26] S. Babu, M. Santella, Z. Feng, B. Riemer, and J. Cohron, "Empirical model of effects of pressure and temperature on electrical contact resistance of metals," *Science and technology of welding and joining*, vol. 6, no. 3, pp. 126-132, 2001. <https://doi.org/10.1179/136217101101538631>

- [27] C. W. Ziemian, M. M. Sharma, and D. E. Whaley, "Effects of flashing and upset sequences on microstructure, hardness, and tensile properties of welded structural steel joints," *Materials & Design*, vol. 33, pp. 175-184, 2012.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.07.026>



Ferdowsi University
of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

<https://jmme.um.ac.ir>



Iron&Steel
Society of Iran

Investigating the Performance of Silicon-Ethanol Soft Robot with a Focus on Heat Distribution Conditions

Research Article

Mahboubeh Ghasemzadeh.Namaghi¹, Hojat. Zamyad², Mohsen. Haddad.Sabzevar³, Samaneh. Sahebian.Saghi⁴ 
DOI: [10.22067/jmme.2025.88021.1149](https://doi.org/10.22067/jmme.2025.88021.1149)

1- Introduction

Soft robots are a group of robots that usually made of polymer materials, have a completely flexible body, and can adapt to different conditions. Inspired by the biodiversity in nature, many efforts have been made to build soft robots to achieve unique features such as light weight, low cost, and high flexibility. Soft robots remarkable adaptability, sensitivity and agility. A major challenge in developing soft machines that reach their full potential is the creation of controllable soft bodies using materials that integrate sensors, actuators, and computing to enable these robots to perform the required behaviors. Phase change elastomer-material composite (PCMEC) actuators are composed of a fluid and soft elastomer matrix. This fluid is distributed in the form of micro-packages in the polymer matrix. As the temperature increases, the phase change in each package causes the matrix to expand. This class of actuators is promising candidates for soft robotic applications due to their high strain generation potential, low cost, and easy fabrication procedures. In the present study, a composite was constructed silicone as the matrix and ethanol as the phase change material. By applying an electrical voltage and passing a current through the wire, heat is generated. The activation and deformation mechanisms of the mentioned silicon-ethanol robot are the heat absorption of ethanol and the vapor pressure increase in the silicon matrix. Therefore, the uniformity of the heat distribution process in the composite is effective on its response speed.

2- Materials and Manufacturing Method

Two-component silicone (T25 China) and 96% ethanol (Merck, Germany) were used as raw materials. Nickel-

chrome wire model Spark was selected from China were used to manufacture composite samples. Silicone and ethanol were thoroughly mixed in the optimal percentage by mechanical mixing, then hardener was added to the mixture and injected into a mold with a nickel-chrome coil in its central part. Finally, the mold was placed in a sealed container saturated with ethanol for 4 to 5 hours to cure the sample in an environment with a temperature below 20 °C. To investigate the behavior of the composite actuators, a voltage was applied to each ends of a coil embedded centrally within the sample. When current passed through the coil, its resistance generated heat, which caused a phase change in the ethanol packages due to the heat distributed within the composite. The evaporation of ethanol produced the vapor pressure, leading to elastomer expansion and displacement. To record the displacement, the samples were photographed during the activation and release cycles. After that, the displacement of each sample was recorded using image processing codes in MATLAB software.

The pore sized and distribution within silicon matrix was examined after three working days (each working day included 10 activation and rest cycles) using Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM) with a German LEO device, model VP1450, operating voltage KV 20. Samples were completely dried at ambient temperature following cross-section cutting, and a thin layer of gold was applied to their surfaces.

3- Results and Discussion

Three samples with different coil diameters were examined according to Table 1. The difference of temperatures in the surface and core of CPCMO.5,

*Manuscript received July 26, 2024, Revised January 26, 2025, Accepted May 23, 2025.

¹ Master of Materials Engineering, Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.

² Assistant Professor, Department of Electrical and Biomedical Engineering, Faculty of Engineering, Khayyam University, Mashhad, Iran.

³ Professor, Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.

⁴ Corresponding Author: Associate Professor, Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran. Email: S.Sahebian@um.ac.ir

CPCM0.8, and CPCM1 samples was recorded as 95°C, 25°C, and 21°C, respectively, during 30 working cycles. The average performance time of the CPCM0.5 sample increased from 120 seconds on the first day to 150 seconds on the third working day. While the performance of the other two samples was the same. The weight loss curve of the samples after three working days also shows that the CPCM1 sample with 55% residual ethanol in the structure had a more favorable performance (Figure 1).

Table 1) Information on manufactured samples

Sample	Coil diameter (cm)	Internal volume of the coil (cm ³)	Total sample volume (cm ³)	Volume fraction located inside the coil (%)
CPCM0.5	0.5	1.767	20.25	8.725
CPCM0.8	0.8	4.523	20.25	22.335
CPCM1	1	7.068	20.25	34.903

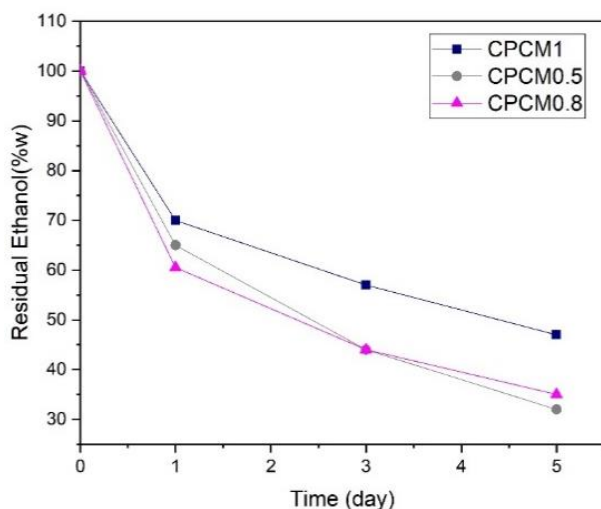


Figure 1) Residual ethanol content curve after each working day for three samples CPCM0.5, CPCM0.8 and CPCM1.

As the heat source in this type of robot is a nickel-chromium coil, the rate of heat transfer and temperature increase occurs faster near the coil. Therefore, the phase-change material near coil starts to change phase earlier and the areas far from the coil absorb heat later due to the insulating properties of the matrix. As a result, in some places the ethanol has changed its phase and created strain in the sample, while some places have not yet absorbed enough heat. This also increases the response speed until the appropriate strain is reached, in order to create sufficient heat at all points of the composite. Uniform heat distribution, providing better speed, also reduces weight

loss. Therefore, using optimal heat transfer in the robot is very effective in creating better performance. This robot can have a longer lifespan without performance loss using uniform heat transfer.



بررسی عملکرد ربات نرم سیلیکون-اتانول با تمرکز بر شرایط توزیع حرارت*

مقاله پژوهشی



سمانه صاحبیان سقی^(۴)

محسن حداد سبزواری^(۳)

حجت زامیاد^(۲)

محبوبه قاسم‌زاده نامقی^(۱)

DOI: 10.22067/jmme.2025.88021.1149

چکیده در پژوهش حاضر یک ربات نرم کامپوزیتی با استفاده از سیلیکون به عنوان زمینه و اتانول به عنوان ماده تغییر فاز دهنده، ساخته شد. هدف از ساخت این ربات نرم، ایجاد عملکرد کرنشی در ربات است. با توجه به اینکه مکانیزم فعال‌سازی ربات سیلیکون-اتانول، جذب حرارت توسط اتانول و ایجاد فشار بخار در زمینه سیلیکون و در نتیجه آن، کرنش است؛ بنابراین تأثیر یکنواختی توزیع حرارت در کامپوزیت بر سرعت پاسخ‌دهی آن مورد بررسی قرار گرفت. نتایج این پژوهش با استفاده از تست تحریک الکتریکی، وزن‌سنجی با ترازو، تصویربرداری از ریزساختار توسط میکروسکوپ الکترونی (FESEM) و پردازش تصاویر مربوط به جابه‌جایی نمونه‌ها توسط نرم‌افزار متلب، نشان داد شرایط توزیع حرارت در کامپوزیت سیلیکون-اتانول در سرعت عملکرد و طول عمر کامپوزیت بسیار با اهمیت است. نمونه با قطر سیم‌پیچ ۱ سانتی‌متر (برابر با ۳۴ درصد حجمی از نمونه که داخل سیم‌پیچ قرار گرفته به حجم کل نمونه) دارای ثبات عملکردی در طی سیکل‌های مختلف در زمان عملکرد بود. اختلاف دماهای مرکز و سطح نمونه برابر حدود ۲۱°C بود و میانگین زمان پاسخ‌دهی طی سه روز کاری برابر با ۱۶۱ ثانیه به دست آمد. برای نمونه با قطر سیم‌پیچ ۰/۸ سانتی‌متر میزان اختلاف دمای سطح و مرکز ۲۵°C و میانگین زمان پاسخ‌دهی طی سه روز کاری ۱۶۵ ثانیه بود. در نمونه با قطر سیم‌پیچ ۰/۵ سانتی‌متر میزان اختلاف دمای سطح و مرکز ۹۵°C و میانگین زمان پاسخ‌دهی طی سه روز کاری، ۱۴۳ ثانیه اندازه‌گیری شد.

واژه‌های کلیدی محرک نرم، سیلیکون، ماده تغییر فاز دهنده، انتقال حرارت.

Investigating the Performance of Silicon-Ethanol Soft Robot with a Focus on Heat Distribution Conditions

Mahboubeh Ghasemzadeh Namaghi

Hojat Zamyad

Mohsen Haddad Sabzevar

Samaneh Sahebzan saghi

Abstract In the present study, a composite soft robot was constructed using silicon as the matrix and ethanol as the phase change material. The purpose of constructing this soft robot is to create strain performance in the robot. Given that the activation mechanism of the silicon-ethanol robot is the absorption of heat by ethanol and the creation of vapor pressure in the silicon matrix and, as a result, strain; therefore, the effect of the uniformity of heat distribution in the composite on its response speed was investigated. The results of this study, using electrical excitation testing, weighing with a balance, imaging of the microstructure by electron microscopy (FESEM), and processing of images related to the displacement of the samples by MATLAB software, showed that the heat distribution conditions in the silicon-ethanol composite are very important in the performance speed and life of the composite. The sample with a coil diameter of 1 cm (equal to 34% of the volume of the sample placed inside the coil to the total volume of the sample) had stable performance during different cycles during operation. The difference in temperature between the center and surface of the sample was approximately 21°C, and the average response time over three working days was 161 seconds. For the sample with a coil diameter of 0.8 cm, the difference in temperature between the surface and the center was 25°C, and the average response time over three working days was 165 seconds. For the sample with a coil diameter of 0.5 cm, the difference in temperature between the surface and the center was 95°C, and the average response time over three working days was 143 seconds.

Keywords soft actuator, silicone, phase change material, heat transfer.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۳/۳/۵ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۳/۳ می‌باشد.

(۱) کارشناسی ارشد، گروه مهندسی متالورژی و علم مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران.

(۲) استادیار، دکتری، گروه برق و مهندسی پزشکی، دانشکده مهندسی، دانشگاه خيام، مشهد.

(۳) استاد، گروه مهندسی متالورژی و علم مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران.

(۴) نویسنده مسئول، دانشیار، گروه مهندسی متالورژی و علم مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران.

مقدمه

ربات‌های نرم دسته‌ای از ربات‌ها هستند که بدنه‌ای کاملاً منعطف و قابل انطباق با شرایط مختلف را دارند و معمولاً از مواد پلیمری ساخته می‌شوند. این ربات‌ها به طور قابل توجهی در زمینه‌های مختلفی مانند نظامی، پزشکی، اکتشاف، حمل و نقل و حتی استفاده شخصی و خانگی مورد استفاده قرار گرفته‌اند. با الهام از تنوع زیستی در طبیعت، تلاش‌های زیادی برای ساخت ربات‌های نرم انجام شده تا ویژگی‌های منحصر به فردی مانند سبک وزنی، هزینه کم و انعطاف‌پذیری بالا در ربات حاصل شود. در مقایسه با ربات‌های صلب که تغییر شکل پذیر نیستند، ربات‌های نرم می‌توانند با تغییر شکل‌های متنوع در صورت مواجهه با موانع به راحتی از آن عبور کنند و شکل خود را برای دسترسی به محیط تغییر دهند [1-3].

ایجاد انطباق با محیط اطراف در سیستم‌های رباتیک به آرامی در طی چندین دهه رشد کرده است. ظهور رباتیک نرم در سال ۱۹۵۸ اتفاق افتاد؛ وقتی که مک کیبین (McKibben) برای دختر فلج خود یک ارتز دستی نرم با ماهیچه مصنوعی ساخت. در دهه ۲۰۰۰، رباتیک الهام گرفته شده از محیط زیست، تبدیل به زیربنای رباتیک نرم شد و اصول دنیای طبیعی را در طراحی ربات‌ها ادغام کرد [4,5]. ویژگی‌های موجودات زنده، مهندسان و محققان را برانگیخته است تا عناصر الهام گرفته از طبیعت را در ساختارهای رباتیک خود ادغام کنند و ربات‌ها را به توانایی تعامل سازگار با محیط‌های غیر قابل پیش‌بینی و ناشناخته مجهز کنند [3].

برای طراحی ربات‌های نرم، طیف گسترده‌ای از مواد نرم از جمله محرک‌های الاستومری دی‌الکتریک (Dielectric elastomer actuators (DEAs) [2]، هیدروژل‌ها [6]، کامپوزیت‌های پلیمر - فلز حافظه‌دار (Shape memory alloy (SMA) [7]، کامپوزیت‌های مبتنی بر مواد تغییر فاز دهنده [5,8] و پلیمرهای الکترواکتیو (electroactive polymer (EAP) [9] مورد بررسی قرار گرفته است. از جمله روش‌های فعال‌سازی ربات‌های نرم می‌توان به فعال‌سازی هیدرولیکی یا پنوماتیکی، فعال‌سازی الکترواستاتیکی/ الکتروشیمیایی حرارتی، فعال‌سازی مغناطیسی و بیوهیبریدی اشاره کرد [10]. اکثر روش‌های فعال‌سازی معمولاً انرژی زیادی مصرف می‌کنند و اغلب به تجهیزات اضافی یا محیط‌های مرطوب نیاز دارند که باعث محدودیت در کاربری آن‌ها می‌شود [11].

در واقع اکثر روش‌های فعال‌سازی موجود دارای محدودیت‌های ذاتی هستند. به عنوان مثال، پلیمرهای حافظه‌دار کرنش‌های کمی (کمتر از ۱۰ درصد) را ایجاد می‌کنند. پلیمرهای دی‌الکتریک معمولاً به ولتاژ محرکه بزرگی در حدود چند کیلوولت نیاز دارند. محرک‌های مغناطیسی نیز به موتورهای و مجموعه بزرگی از ماشین‌آلات نیاز دارند. محرک‌هایی که فعال‌سازی آن‌ها بر اساس انرژی پنوماتیکی یا هیدرولیکی است، با ایجاد یک جابه‌جایی بزرگ در زمان کوتاه، امیدوارکننده‌ترین محرک‌ها هستند اما نیاز به سیستم‌های تولید فشار دارند که دارای ابعادی بزرگ هستند و کوچک‌سازی آن‌ها دشوار است [12]. محرک‌های مکانیکی که محرک‌های خارجی، از جمله گرما، نور، جریان الکتریکی، pH، رطوبت و میدان مغناطیسی را به حرکت مکانیکی تبدیل می‌کنند، اجزای ضروری در موتورهای مدرن با طیف گسترده‌ای از کاربردها، از جمله ربات‌ها، ماهیچه‌های مصنوعی، و سیستم‌های میکروالکترو مکانیکی هستند. از زمان بهبود موتور بخار توسط وات، تغییر قابل توجه در حجم یا شکل مواد ناشی از تبدیل فاز، یکی از مهم‌ترین نیروهای محرک عملگرها بوده است [13].

محرک‌های کامپوزیتی الاستومر - ماده تغییر فاز دهنده (PCMEC) (Phase change material Elastomer Composite) از زمینه الاستومری نرم و سیال تشکیل شده‌اند. این سیال به صورت میکرو حباب‌ها در زمینه توزیع شده است. هنگام افزایش دما، تغییر فاز در هر حباب سبب انبساط زمینه می‌شود. این دسته از محرک‌ها به دلیل پتانسیل بالا برای ایجاد کرنش، هزینه کم و ساخت آسان، برای کاربردهای رباتیک نرم امیدوار کننده هستند. زمینه الاستومری و مواد مورد استفاده در این ربات‌ها بر قابلیت‌های مکانیکی محرک‌های PCMEC تأثیرگذار است [14].

سیلیکون الزامات عملکرد را برای برنامه‌های محرک نرم برآورده می‌کند، زیرا دارای پایداری حرارتی و شیمیایی عالی است. قابلیت ارتجاعی بسیار بالا، خزش کم، پایداری حرارتی مطلوب در گستره دمایی (۵۰- تا ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد)، عمر طولانی، برگشت‌پذیری خوب و قابلیت تغییر شکل در کشش، فشار و خمش و از همه مهم‌تر شباهت خواص مکانیکی آن با ماهیچه انسان سبب شده تا در ساخت ربات‌های نرم توجه ویژه‌ای به آن شود.

مواد

مواد مورد استفاده در ساخت نمونه‌های پژوهش حاضر شامل سیلیکون دوجزئی (حاوی رزین سیلیکون و هاردنر) مدل T25 تهیه شده از چین، اتانول ۹۶٪ تهیه شده از شرکت مرک آلمان و سیم نیکل - کروم مدل اسپارک تهیه شده از چین می‌باشد.

روش نمونه‌سازی

با توجه به اینکه توصیف و پیش‌بینی رفتار محرک‌های نرم فعال شده با مواد تغییر فاز دهنده بسیار وابسته به جذب حرارت از منبعی حرارتی است. بنابراین در ساخت کامپوزیتی که ماده تغییر فاز دهنده آن با تغییر فاز از حالت مایع به بخار تبدیل می‌شود و امکان خروج آن از ساختار بسیار محتمل است. رعایت اصول مربوط به یکسان‌سازی شرایط ساخت و یکسان‌سازی شرایط انتقال حرارت به تمامی نواحی نمونه بسیار حائز اهمیت است. ابتدا سیلیکون و اتانول به روش اختلاط مکانیکی با همزن دستی به طور کامل با یکدیگر مخلوط شدند. درصد بهینه اتانول با توجه به حداکثر میزان قابلیت اختلاط اتانول در سیلیکون، به روش تجربی و معادل با ۲۵ درصد وزنی انتخاب شد. انتخاب درصد وزنی مذکور با در نظر گرفتن دو عامل کلیدی غنی شدن ساختار سیلیکون از اتانول و اختلاط کامل اتانول در بستر سیلیکون و ایجاد ساختاری یکنواخت از سیلیکون - اتانول تعیین شد.

در گام بعد هاردنر به مخلوط اضافه شده و مخلوط نهایی به قالبی که از قبل با قرار دادن سیم پیچ نیکل - کروم در قسمت مرکزی آن آماده شده است، با استفاده از یک سرنگ تزریق گردید. سپس قالب در ظرف در بسته‌ای اشباع از اتانول به مدت ۴ تا ۵ ساعت برای پخت نمونه در محیطی با دمای کمتر از 20°C قرار گرفت. سیم‌پیچ‌های نیکل - کروم از سیم به طول ۱۲۰ سانتی متر با قطرهای ۰/۵، ۰/۸ و ۱ سانتی‌متر در ساخت نمونه کامپوزیتی استفاده شد. شماتیکی از مدل قالب در شکل (۱) نمایش داده شده است.

Gilles Decroly و همکارانش [14] در پژوهشی مربوط به استفاده از مواد تغییر فاز دهنده در رباتیک نرم، به بررسی تأثیر نوع ماده تغییر فاز دهنده مایع در زمینه سیلیکون پرداختند. آن‌ها گزارش کردند که انتخاب یک سیال مناسب می‌تواند کرنش و سرعت عملکرد را افزایش دهد و استفاده از مایع مبتنی بر فلئوئور Novec باعث کاهش دمای تحریک به 34°C می‌شود. Kaplon و همکارانش [17,18] از اتانول به عنوان PCM در ساخت ربات نرم استفاده کردند. آن‌ها یک کامپوزیت نرم با استفاده از ماده اولیه سیلیکون و اتانول ساختند و در مبانی تئوری خود به بررسی فشار بخار اشباع اتانول در دمای محیط و در دمای تبخیر اتانول پرداختند. همچنین تأثیر عواملی مانند درصد حجمی بهینه فاز اتانول در سرعت عملکرد و جابه‌جایی نیز مورد بررسی قرار گرفت و نشان دادند که با افزایش درصد حجمی فاز مایع تا مقدار ۳۰ درصد، عملکرد ماده به مقدار مطلوب می‌رسد.

Kang و همکاران [19] ترکیبی از ماتریس نرم الاستومر سیلیکونی و یک تشک نانوفیبر پلی اکریلونیتریل (PAN) آغشته به اتانول تعبیه شده در زمینه سیلیکون را ساختند. در این کار از تحریک حرارتی اتانول محصور شده در لایه نانوالیاف الکترورسی شده که به طور نامتقارن در زمینه انعطاف‌پذیر سیلیکون تعبیه شده است، استفاده و گزارش کردند که عملکرد یک محرک به عواملی مانند شرایط عملیاتی (انرژی حرارتی اعمال شده) و تعداد لایه‌های غیرفعال بستگی دارد.

از آنجایی که قابلیت انطباق با شرایط برنامه‌ریزی شده برای یک ربات بسیار حائز اهمیت است، لذا بایستی نوع عملکرد ربات به صورتی قابل اطمینان باشد و مدت زمان پاسخگویی و میزان کرنش مد نظر در زمان تعریف شده اتفاق بیفتد تا بتوان از نظم ساختاری موجود در ربات برای کارایی مد نظر بهره گرفت. در این پژوهش با توجه به اهمیت منبع حرارتی در عملکرد عملگر نرم، کامپوزیت سیلیکون - اتانول، با تکیه بر انتخاب شرایط بهینه انتقال حرارت ساخته شده است. گرما به کمک سیم‌پیچ مقاومتی از جنس نیکل - کروم به کامپوزیت اعمال شد. چهار قطر متفاوت سیم‌پیچ در نمونه‌سازی لحاظ شد تا بهینه‌سازی پارامترهای سیم‌پیچ تعبیه شده در کامپوزیت انجام شود. با بررسی میزان عیوب ایجاد شده در ریزساختار، میزان افت وزن و یکنواختی عملکرد نمونه طی سیکل‌های کاری متعدد نیز بهترین شرایط مورد بررسی قرار گرفته است.

PT1000 تعبیه شده در قسمت مرکزی و سطح نمونه، میزان تغییرات دما حین دوره تحریک و استراحت نمونه‌ها نیز ثبت شده است.

بررسی اندازه حفرات ایجاد شده در نواحی مختلف ساختار بعد از سه روز کاری (هر روز کاری شامل ۱۰ سیکل تحریک و استراحت) توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM, MIRA3TESCAN) تحت ولتاژ شتاب دهنده 10kV انجام شد. به این منظور تمامی نمونه‌ها با ضخامتی در حدود ۲ از سطح مقطع عرضی برش زده شده و در هوای آزاد قرار گرفتند تا اتانول به طور کامل از ساختار خارج شود، سپس با طلا پوشش داده شدند.

نتایج و بحث ارزیابی حرارتی

با طراحی سیم‌پیچ‌ها با قطرهای مختلف، برای هر نمونه المان حرارتی متفاوتی حاصل می‌شود. حجمی از نمونه که در قسمت داخلی سیم‌پیچ قرار می‌گیرد به حجم کل نمونه، یکی از پارامترهای کلیدی در تعیین میزان یکنواختی یا عدم یکنواختی در انتقال حرارت از سیم‌پیچ به حجم نمونه است زیرا حجمی از ماده که در داخل سیم‌پیچ قرار می‌گیرد تحت گرمایشی استوانه‌ای از تمام جداره‌های اطراف سیم‌پیچ به سمت مرکز کامپوزیت است ولی نواحی بیرون سیم‌پیچ از یک سمت حرارت سیم‌پیچ را دریافت می‌کنند و از سمت سطح نمونه با هوای محیط اطراف در ارتباط هستند. بنابراین ایجاد تعادل در انتقال حرارت در قسمت مرکزی نمونه و نواحی نزدیک به سطح بسیار مهم است. در جدول (۱) مشخصات هر نمونه با توجه به اندازه منبع حرارتی و کسری از نمونه که در قسمت داخلی سیم‌پیچ قرار گرفته ذکر شده است.



شکل ۱ مدل قالب و سیم‌پیچ و سنسور دمای مرکزی جانمایی شده در قالب (ابعاد قالب: $9 \times 1.5 \times 1.5 \text{ cm}^3$)

مشخصه‌یابی

به منظور بررسی عملکرد محرک‌های کامپوزیتی، با اعمال ولتاژ به دو سر سیم‌پیچ تعبیه شده در قسمت مرکزی نمونه و عبور جریان از سیم‌پیچ، حرارت ناشی از مقاومت سیم‌پیچ ایجاد شد. حرارت با توزیع در سراسر نقاط کامپوزیت باعث تغییر فاز بسته‌های اتانول شده و در نتیجه تولید فشار بخار ناشی از تبخیر اتانول، انبساط الاستومر و جابه‌جایی در قطعه حاصل شد. میزان جابه‌جایی مد نظر برای این نمونه‌ها به مقدار ۲۲ درصد طول اولیه بود. با رسیدن نمونه به این میزان جابه‌جایی، سیکل گرمایش قطع و نمونه تا رسیدن به طول اولیه و دمای مرکزی حدود 35°C – 40°C تحت سیکل استراحت قرار می‌گیرد. تمامی نمونه‌ها با توان یکسان ۱۶ وات توسط منبع تغذیه مدل LEADER LSP-156 مورد ارزیابی قرار گرفتند.

حین اعمال ولتاژ به نمونه‌ها، به کمک دوربین وبکم Genius مدل FaceCam1000x با عکس‌برداری لحظه‌ای، میزان جابه‌جایی نمونه‌ها ثبت شده است و تصاویر حاصل در نرم‌افزار متلب مورد پردازش قرار گرفته است. به منظور بررسی شیب حرارتی ایجاد شده در نمونه با استفاده از سنسور دمایی نوع

جدول ۱ مشخصات نمونه‌های کامپوزیتی با توجه به قطر منبع حرارتی

نمونه	قطر سیم‌پیچ (cm)	حجم داخلی سیم‌پیچ (cm^3)	حجم کل نمونه (cm^3)	کسر حجمی قرار گرفته در قسمت داخلی سیم‌پیچ (%)
CPCM0.5	۰/۵	۱/۷۷	۲۰/۲۵	۸/۷۳
CPCM0.8	۰/۸	۴/۵۲	۲۰/۲۵	۲۲/۳۴
CPCM1	۱	۷/۰۷	۲۰/۲۵	۳۴/۹۰

نمودارهای دمایی نمونه‌ها در شکل (۲) آمده است. اختلاف دمای زیادی بین سطح و مغز نمونه CPCM0.5 به دلیل تمرکز حرارتی در قسمت مرکزی نمونه و عدم انتقال حرارت صحیح در حجم نمونه است. به گونه‌ای که دمای مغز نمونه تا رسیدن به کرنش ۲۲٪، به دمای بیشتر از 130°C افزایش یافته و دمای سطح نمونه در حدود 45°C است. در واقع وجود تفاوت در نرخ انتقال حرارت به نقاط مختلف نمونه CPCM0.5 باعث ایجاد شیب حرارتی بین سطح و مرکز نمونه می‌شود. با توجه به عملکرد نمونه وابسته به انتقال حرارت در تمامی نقاط آن، دمای مرکز نمونه تا حدود 45°C بیشتر از دمای جوش اتانول (78°C) افزایش می‌یابد و در نتیجه میزان افت وزن در اثر افزایش دمای نمونه تشدید می‌شود. محرک سیلیکونی با افزایش دما بیشتر از دمای جوش اتانول دچار شوک حرارتی می‌شود و اگر چه در سیکل‌های کاری اولیه روند پاسخ‌دهی سریع‌تری از خود نشان می‌دهد، اما طی سیکل‌های متعدد و در روز دوم و روز سوم کاری (هر روز کاری شامل ۱۰ سیکل تحریک و استراحت است) نمونه دچار افت عملکرد بیشتری (افزایش زمان تحریک) شده و کاهش وزن قابل توجهی در نمونه مشاهده می‌شود (شکل ۴). ذکر این نکته ضروری است که روند عملکردی قطعه دچار تغییرات بیشتری به سایر نمونه‌ها است.

اما در نمونه CPCM0.8 و CPCM1 که نمودارهای دمای آن‌ها در شکل (۲-ب) و (۲-ج) آمده است، تفاوت در دمای مغز و سطح نمونه کاهش یافته و حداکثر دمای مرکز نمونه تا حدود دمای جوش اتانول افزایش یافته است. کاهش میزان اختلاف دمای مرکز و سطح نمونه به معنی ایجاد شرایط یکنواخت در انتقال حرارت از منبع حرارتی (سیم‌پیچ) به نواحی مختلف کامپوزیت است. از مقایسه بین نمودارهای دمای مرکز و سطح سه نمونه می‌توان مشاهده کرد که در نمونه CPCM1 کمترین میزان اختلاف دمای مرکز و سطح نمونه وجود دارد. نکته مهم دیگر آنکه در نمونه CPCM0.5 تغییر شکل نمونه معطوف به بخش مرکزی بوده اما با افزایش قطر سیم‌پیچ، حرارت علاوه بر مرکز نمونه بهتر به سطح منتقل می‌شود و سطح نمونه‌ها افزایش دمایی را در طی سیکل کاری حس می‌کنند که نشان دهنده تأثیر شرایط انتقال حرارت می‌باشد.

میزان اختلاف دمای مغز و سطح سه نمونه CPCM0.5، CPCM0.8 و CPCM1 به ترتیب برابر با میانگین دمایی 95°C

در توصیف شرایط انتقال حرارت از سیم‌پیچ به نمونه می‌توان سیم‌پیچ را یک استوانه حرارتی با قطر مشخص در نظر گرفت. حجمی از ماده که در داخل سیم‌پیچ محصور شده در یک استوانه حرارتی است که از دیواره‌های سیم‌پیچ به صورت عرضی و از تمام جهات حرارت را جذب کند. اما نواحی بیرونی سیم‌پیچ از یک سمت با منبع حرارتی و از سمت دیگر با هوا در تماس هستند. بدیهی است که در نواحی بیرونی سیم‌پیچ انتقال حرارت کندتر صورت پذیرد. علاوه بر این، در نمونه CPCM0.5 تنها ۸٪/۷ از حجم کل نمونه در قسمت داخلی سیم‌پیچ قرار گرفته و انتظار می‌رود انتقال حرارت و افزایش دما در مرکز این نمونه بسیار سریع اتفاق بیفتد. اما در نواحی بیرونی سیم‌پیچ که حجم بیشتری از کل ماده را در بر گرفته است، فاصله بیشتری از منبع حرارتی وجود دارد و انتظار می‌رود انتقال حرارت به سطح نمونه کندتر انجام پذیرد. در نمونه CPCM0.8، حجمی برابر با ۲۲٪/۳۴ از کل نمونه در داخل سیم‌پیچ قرار دارد و در واقع با افزایش قطر سیم‌پیچ و افزایش حجم ماده‌ای که در داخل آن قرار گرفته، سرعت انتقال حرارت در ناحیه مرکزی کندتر و در مقابل با کاهش فاصله سیم‌پیچ از سطح نمونه، انتقال حرارت به نواحی بیرونی تا سطح نیز با سرعت بهتری انجام پذیرد. نتیجه این امر کاهش اختلاف دمای مغز و سطح بیرونی قطعه خواهد بود. در نمونه CPCM1، حجمی برابر با ۳۴٪/۹۰ از حجم کل نمونه محصور شده در استوانه حرارتی است و فاصله سیم‌پیچ تا سطح نمونه برابر با ۲۵٪/۱۰ سانتی‌متر است و انتظار می‌رود با کوتاه شدن این فاصله انتقال حرارت در نواحی بیرونی سیم‌پیچ سریع‌تر اتفاق بیفتد و از طرفی در ناحیه داخلی سیم‌پیچ به دلیل بزرگ‌تر بودن قطر سیم‌پیچ انتقال حرارت با نرخ سرعت مناسبی صورت پذیرد و از تمرکز حرارتی زیاد در مغز نمونه کاسته شود.

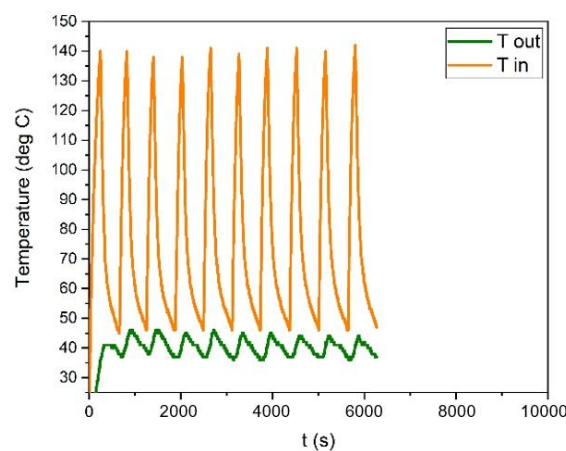
به طور کلی میزان انتقال حرارت و افزایش دما در نزدیک به سیم‌پیچ سریع‌تر رخ می‌دهد و در این نقاط ماده تغییر فاز دهنده زودتر شروع به تغییر فاز می‌کند و در مقابل نواحی دور از سیم‌پیچ به سبب عایق بودن سیلیکون دیرتر گرما را جذب می‌کنند و بنابراین بعضی نقاط آماده تغییر فاز و ایجاد کرنش در نمونه هستند و بعضی نقاط هنوز به میزان کافی حرارت را جذب نکرده‌اند. این موضوع باعث می‌شود برای ایجاد حرارت کافی در تمام نقاط کامپوزیت، سرعت پاسخ‌دهی تا رسیدن به کرنش مناسب نیز افزایش یابد.

ارزیابی عملکردی

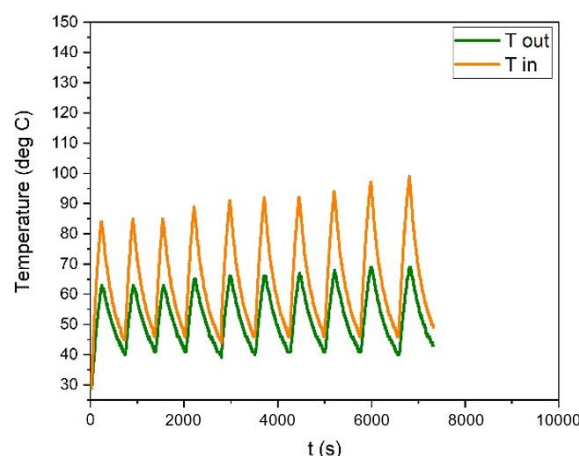
با توجه به اینکه طول عمر محرک نرم ساخته شده در این پژوهش تحت تأثیر عواملی از جمله دما، مدت زمان اعمال توان به نمونه و یکنواختی انتقال حرارت در تمام نقاط کامپوزیت است؛ بنابراین توصیف رفتار این نمونه‌ها تابعی از عوامل محیطی و ساختاری می‌باشد [20]. در نتیجه لازم است برای انتخاب بهترین نمونه از نظر عملکرد، عواملی مانند زمان تحریک، شیب افت وزن طی روزهای کاری متعدد، یکنواختی ریزساختار و میزان عیوب بعد از سیکل‌های کاری متعدد و میزان یکنواختی توزیع حرارت مورد بررسی قرار گیرد. در نمودار شکل (۳) میانگین زمان تحریک سه نمونه برای هر روز کاری نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می‌شود روند پاسخ‌دهی نمونه CPCM1 یکنواخت بوده و تفاوت چندانی در زمان پاسخ‌دهی این نمونه در سه روز کاری مشاهده نمی‌شود. ولی نمونه CPCM0.5 در روز اول در میانگین زمانی ۱۲۰ ثانیه و در روز سوم در زمانی حدود ۱/۲۵ برابر زمان روز اول (۱۵۰ ثانیه) به جابه‌جایی مطلوب رسیده است و در واقع در این نمونه روند یکنواختی در پاسخ‌دهی طی سیکل‌های کاری متعدد مشاهده نمی‌شود. علت این موضوع وجود تمرکز حرارتی در مغز نمونه است که در طی سیکل‌های اول که نمونه اشباع از اتانول است، به سرعت به کرنش مطلوب می‌رسد ولی در طی سیکل‌های کاری بیشتر، نمونه قابلیت عملکرد سریع خود را به دلیل ایجاد عیوب ریزساختاری و افت میزان اتانول (شکل ۴ و شکل ۷) موجود در ساختار از دست می‌دهد.

درصد اتانول باقی مانده در ساختار نیز پس از هر دوره کاری مورد بررسی قرار گرفت. در نمودار شکل (۵) میزان اتانول باقی مانده در ساختار قابل مشاهده است. نمونه CPCM0.5 پس از پایان دوره کاری میزان عملکرد مطلوب و افت وزن کمی دارد ولی در دوره کاری دوم و سوم میزان اتانول باقی مانده در ساختار با سایر نمونه‌ها برابری می‌کند. در واقع با وجود اینکه این نمونه پس از روز کاری اول مقدار بیشتری اتانول در ساختار دارد اما از نظر میانگین زمان عملکرد و سرعت پاسخ‌دهی تفاوت زیادی با نمونه CPCM1 ندارد و برعکس آن نمونه CPCM1 به دلیل اینکه شرایط مطلوب‌تری از نظر منبع حرارتی دارد، در هر سه دوره

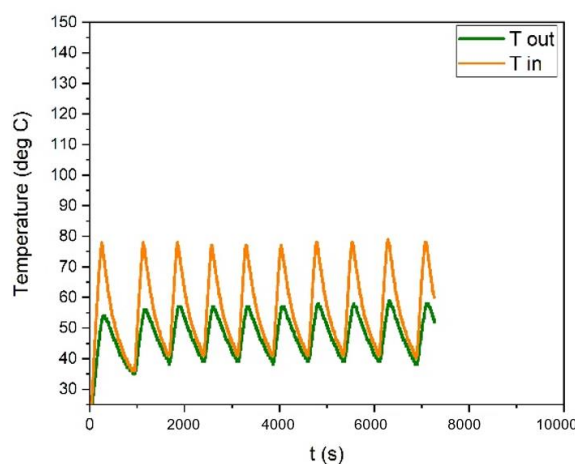
۲۵ °C و ۲۱ °C طی ۳۰ سیکل کاری ثبت شده است.



(الف)



(ب)



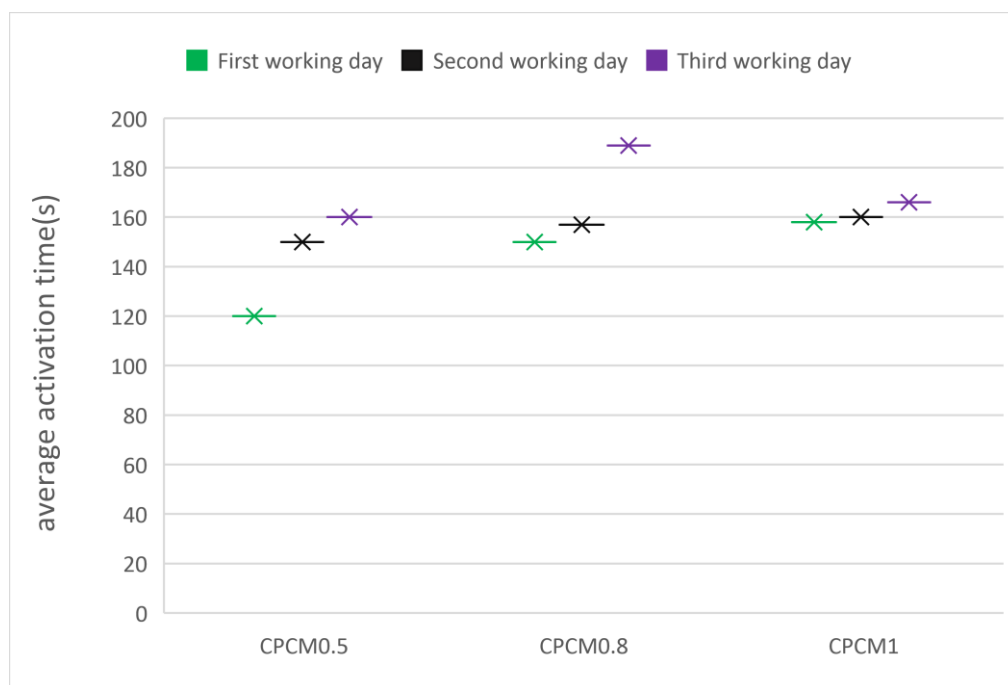
(ج)

شکل ۲ نمودارهای دمای مرکز و سطح نمونه کامپوزیتی طی ده سیکل تحریک و استراحت (روز کاری دوم): (الف) نمونه CPCM0.5، (ب) نمونه CPCM0.8، (ج) نمونه CPCM1

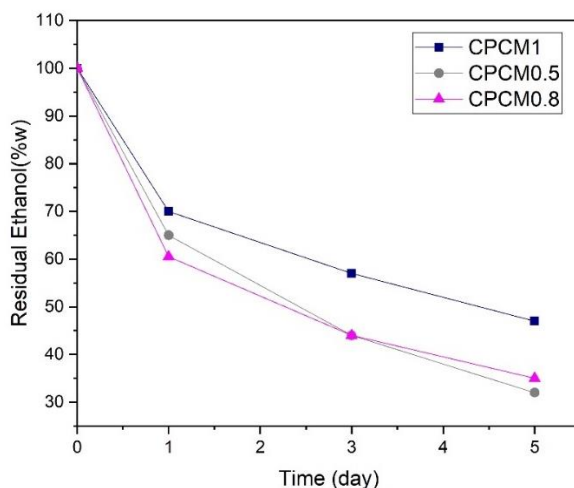
اگرچه در مواردی که نیاز به پاسخ‌گویی و عملکرد محدود وجود دارد، یعنی تعداد سیکل کاری کمی از نمونه مورد انتظار است، می‌توان از رباتی با شرایط نمونه CPCM0.5 استفاده کرد اما باید در نظر داشت که تخریب ساختاری در چنین حالتی شدید است و نمی‌توان بر عملکرد قابل انطباق با شرایط تعریف شده در سیکل‌های کاری با تعداد زیاد، از این نمونه انتظار داشت. میزان جابه‌جایی در نظر گرفته شده برای این سه نمونه مقدار ۲۲ درصد طول اولیه در نظر گرفته شده است. نمودارهای جابه‌جایی بر حسب زمان برای سه نمونه در روز کاری سوم در شکل (۵) آمده است. همان طور که مشاهده می‌شود افت عملکردی در سومین روز کاری برای هیچ یک از نمونه‌ها ثبت نشده است و مقدار ۲۲ درصد جابه‌جایی تا سیکل آخر برای تمامی نمونه‌ها وجود دارد. بنابراین میزان جابه‌جایی برای هر سه نمونه به عنوان پارامتر ثابت در نظر گرفته شده و میزان افت وزن، تخریب ساختار و سایر پارامترها برای نمونه‌ها مورد بررسی قرار گرفته است.

کاری عملکردی یکنواخت از خود نشان می‌دهد و طی تمام سیکل‌های کاری با وجود اینکه میزان اتانول باقی مانده در ساختارش مقداری کمتر از نمونه CPCM0.5 است ولی از نظر زمان پاسخ‌گویی شرایطی مشابه در هر سه روز کاری نشان می‌دهد. ضمن اینکه به سبب تجربه دماهای پایین‌تر در مغز نمونه CPCM1 چگالی و ابعاد عیوب نسبت به نمونه CPCM0.5 کمتر بوده است (شکل ۶ و ۷). در یک کار مشابه، ابراهیمی و همکارانش [21] میانگین زمان عملکرد نمونه‌ها با استفاده از توان کاری ۱۵ وات را طی سه روز کاری گزارش کردند. اطلاعات آن‌ها نشان می‌دهد از روز اول کاری تا روز سوم کاری، زمان عملکرد ۳ برابر افزایش داشته است و در روز کاری سوم، زمان عملکرد به مقدار ۱۰۰۰۰ ثانیه رسیده است.

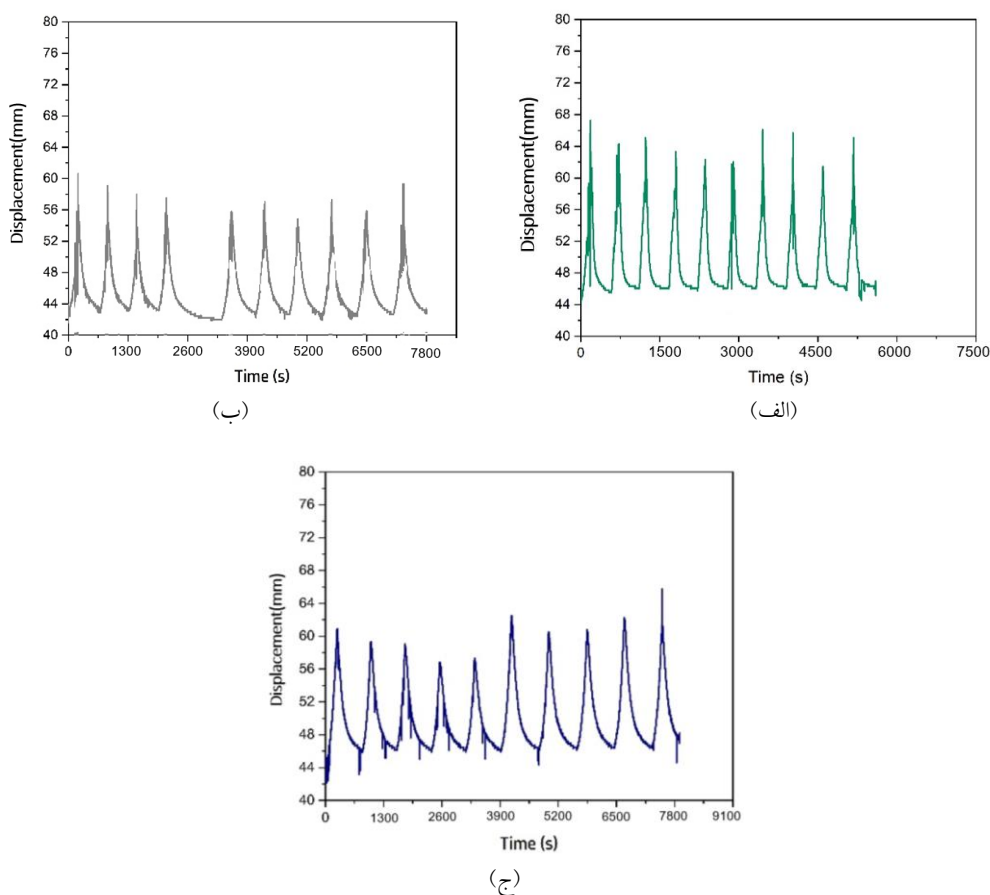
از آنجایی که برای بررسی و پیش‌بینی عملکرد یک ربات نرم لازم است ربات به طور قابل اطمینانی به عملکرد مورد نیاز پاسخ دهد و در مواجهه با شرایط مد نظر بتواند رفتار مورد انتظار را نشان دهد، لذا یکنواختی عملکرد ربات طی سیکل‌های کاری متعدد بسیار حائز اهمیت است.



شکل ۳ میانگین زمان تحریک سه نمونه کامپوزیتی طی سه روز کاری اول، دوم و سوم



شکل ۴ منحنی افت وزن سه نمونه CPCM0.5، CPCM0.8 و CPCM1 طی سه روز کاری



شکل ۵ نمودار جابه‌جایی بر حسب زمان در روز کاری سوم: (الف) نمونه CPCM0.5، (ب) نمونه CPCM0.8، (ج) نمونه CPCM1

ارزیابی میکروسکوپی

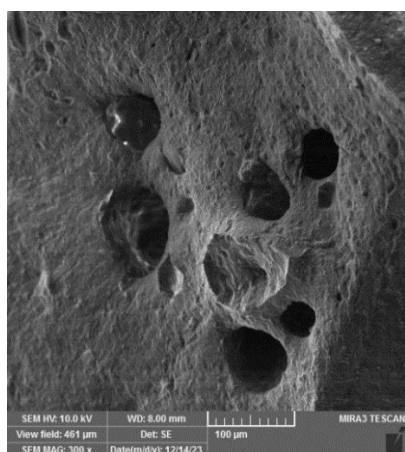
میزان عیوب ایجاد شده در ریزساختار یکی از عوامل مهم افت وزن و خروج اتانول از ساختار طی سیکل‌های کاری متعدد می‌باشد. در شکل (۷) تصاویر میکروسکوپی FESEM از سطح مقطع برش خورده نمونه‌ها را نمایش داده است. تصاویر از

قسمت مرکزی و بیرونی سیم‌پیچ سه نمونه بعد از سه روز کاری (۳۰ سیکل تحریک) تهیه شده است. تفاوت در ابعاد عیوب ایجاد شده در ساختار، بین دو نمونه CPCM0.5 و CPCM1 بسیار آشکار است. اندازه حفرات ایجاد شده در نمونه CPCM0.5 در قسمت مرکزی با چشم کاملاً قابل مشاهده است. این موضوع

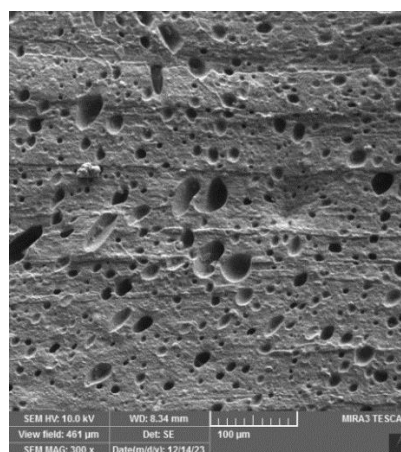
عیوب و یکنواختی ابعاد عیوب در ساختار شده است. میانگین قطر حفرات در قسمت مرکزی نمونه CPCM0.5 و CPCM1 در نمودار شکل (۷) نمایش داده شده است. وجود یکنواختی در قطر حفرات ایجاد شده به معنی ایجاد توزیع یکنواخت حرارت در تمامی نقاط نمونه CPCM1 و ایجاد فشار بخار یکنواخت در ساختار است. تصاویر شکل (۶) به خوبی نشان می‌دهند که توزیع یکنواختی از حباب‌های اتانول بعد از اعمال جریان الکتریکی در ساختار نمونه CPCM1 باقی مانده است. میانگین قطر حفرات در قسمت مرکز این نمونه $11/62 \mu\text{m}$ است و در قسمت بیرونی سیم‌پیچ نیز $9/94 \mu\text{m}$ است (شکل ۷) اما در نمونه CPCM0.5 به دلیل تمرکز حرارت در قسمت مرکزی نمونه، حفرات با ابعاد $111/79 \mu\text{m}$ ایجاد شده است در صورتی که در نواحی بیرونی سیم‌پیچ حفراتی با ابعاد $12/42 \mu\text{m}$ وجود دارد (شکل ۷).

نشان می‌دهد تمرکز حرارتی قابل توجهی در قسمت مرکزی این نمونه باعث ایجاد عیوبی با اندازه بسیار بزرگ در ساختار کامپوزیت شده است. در واقع افزایش دمای ناحیه مرکزی تا دماهای بالاتر (140°C) از نقطه جوش اتانول (78°C) (نمودار شکل ۲-الف)، باعث ایجاد فشار بخاری بالا در قسمت مرکزی شده و سوراخ‌هایی به قطر $111/79 \mu\text{m}$ را در زمینه سیلیکونی ایجاد کرده است.

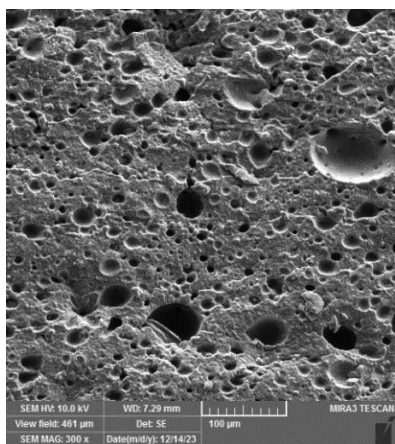
همان طور که در تصاویر میکروسکوپی نمونه CPCM1 مشاهده می‌شود، تفاوت آشکاری بین قطر حفرات در ناحیه مرکزی و ناحیه بیرونی سیم‌پیچ مشاهده نمی‌شود. داده‌های حاصل از تصاویر میکروسکوپی با داده‌های دمای نمونه ۳ (شکل ۲-ج) کاملاً قابل انطباق است. اختلاف دمای کم یا در واقع شیب حرارتی کم در قسمت مرکز و سطح نمونه CPCM1 و در واقع یکنواختی انتقال حرارت در این ساختار باعث کاهش میزان



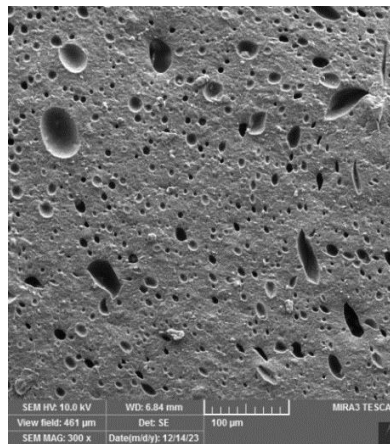
(ب)



(الف)

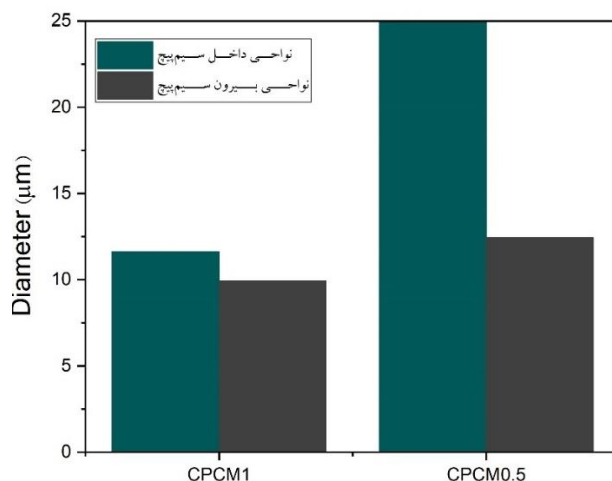


(د)



(ج)

شکل ۶ تصاویر میکروسکوپی از سطح مقطع عرضی نمونه‌ها بعد از سه روز کاری: (الف) نواحی بیرونی سیم‌پیچ نمونه CPCM0.5، (ب) نواحی درونی سیم‌پیچ نمونه CPCM0.5، (ج) نواحی بیرونی سیم‌پیچ نمونه CPCM1 و (د) نواحی بیرونی سیم‌پیچ نمونه CPCM1



شکل ۷ میانگین قطر حفرات در نواحی مرکزی و بیرونی سیم پیچ نمونه های CPCM1 و CPCM0.5

نتیجه گیری

نشان دهنده یکنواختی توزیع حرارت است. شیب افت وزن نمونه CPCM1 کمتر از سایر نمونه ها است که نشان دهنده عملکرد یکنواخت نمونه طی سی سیکل کاری می باشد. در مقابل نمونه CPCM0.5 تفاوت قابل توجهی در ابعاد عیوب ایجاد شده در قسمت مرکزی و بیرونی سیم پیچ داشته و اندازه عیوب ایجاد شده در مغز و نواحی بیرون سیم پیچ این نمونه به ترتیب برابر با $111/79 \mu\text{m}$ و $12/4 \mu\text{m}$ اندازه گیری شد. میزان اختلاف دمای سطح و مغز نمونه CPCM0.5 بیشتر از سایر نمونه ها و برابر با 95°C بود.

تقدیر و تشکر

در این پژوهش ربات نرم سیلیکونی با ماده تغییر فاز دهنده اتانول ساخته شد. از آنجایی که نحوه فعال سازی ماده تغییر فاز دهنده با جذب حرارت از یک منبع حرارتی است، بنابراین تأثیر منبع حرارتی و یکنواختی حرارت تولید شده در ساختار بر سرعت عملکرد، طول عمر ربات، عیوب ریزساختاری و میزان کرنش ایجاد شده در زمان مشخص مورد بررسی قرار گرفت. مشاهده شد که مقدار بهینه نسبت حجمی از ساختار که در داخل سیم پیچ قرار گرفته به حجم کل نمونه برابر $34/9\%$ (نمونه CPCM1) می باشد. در این حالت ابعاد متوسط عیوب ایجاد شده در محدوده $11/62 \mu\text{m}$ در مغز و $9/94 \mu\text{m}$ سطح نمونه می باشد. حداکثر اختلاف دمای بین مغز و سطح نمونه CPCM1 برابر 20°C

مراجع

- [1] N. Kladovasilakis et al., "A Novel Soft Robotic Exoskeleton System for Hand Rehabilitation and Assistance Purposes," *Applied Sciences*, vol. 13, no. 1, p. 553, 2023. <https://doi.org/10.3390/app13010553>
- [2] Y. Wang et al., "Dielectric elastomer actuators for artificial muscles: A comprehensive review of soft robot explorations," *Resources Chemicals and Materials*, vol. 1, no. 3, pp. 308–324, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.recmm.2022.09.001>
- [3] D.-M. Rusu et al., "Soft Robotics: A Systematic Review and Bibliometric Analysis," *Micromachines*, vol. 14, no. 2, p. 359, 2023. <https://doi.org/10.3390/mi14020359>
- [4] E. W. Hawkes, C. Majidi, and M. T. Tolley, "Hard questions for soft robotics," *Science Robotics*, vol. 6, no. 53, p. eabg6049, 2021. <https://doi.org/10.1126/scirobotics.abg6049>
- [5] E. Mwasi, "Ethanol phase transition driven silicone actuator for soft robotic prosthetic arm," Bachelor's degree thesis,

2020.

- [6] R. Nasser et al., "Programmable nanocomposites of cellulose nanocrystals and zwitterionic hydrogels for soft robotics," *Nature Communications*, vol. 14, no. 1, p. 6108, 2023. <https://doi.org/10.1038/s41467-023-41874-7>
- [7] M. Lalegani Dezaki et al., "Adaptive reversible composite-based shape memory alloy soft actuators," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 345, p. 113779, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2022.113779>
- [8] X. Li, H. Duan, P. Lv, and X. Yi, "Soft actuators based on liquid–vapor phase change composites," *Soft Robotics*, vol. 8, no. 3, pp. 251–261, 2021. <https://doi.org/10.1089/soro.2020.0018>
- [9] C. Liu et al., "High water content electrically driven artificial muscles with large and stable deformation for soft robots," *Chemical Engineering Journal*, vol. 472, p. 144700, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2023.144700>
- [10] S. Vougioukas, "Agricultural robotics," *Annual Review of Control, Robotics, and Autonomous Systems*, vol. 2, no. 1, pp. 365–392, 2019. <https://doi.org/10.1146/annurev-control-053018-023617>
- [11] D. J. Kang et al., "Programmable soft robotics based on nano-textured thermo-responsive actuators," *Nanoscale*, vol. 11, no. 4, pp. 2065–2070, 2019. <https://doi.org/10.1039/C8NR08215D>
- [12] R. Chellattoan, A. Yudhanto, and G. Lubineau, "Low-voltage-driven large-amplitude soft actuators based on phase transition," *Soft Robotics*, vol. 7, no. 6, pp. 688–699, 2020. <https://doi.org/10.1089/soro.2019.0150>
- [13] H. Ma, X. Xiao, X. Zhang, and K. Liu, "Recent advances for phase-transition materials for actuators," *Journal of Applied Physics*, vol. 128, no. 10, 2020. <https://doi.org/10.1063/5.0020596>
- [14] G. Decroly, R. Raffoul, C. Deslypere, P. Leroy, L. Van Hove, A. Delchambre, and P. Lambert, "Optimization of phase-change material–elastomer composite and integration in kirigami-inspired voxel-based actuators," *Frontiers in Robotics and AI*, vol. 8, p. 672934, 2021. <https://doi.org/10.3389/frobt.2021.672934>
- [15] A. Miriyev, G. Caires, and H. Lipson, "Functional properties of silicone/ethanol soft-actuator composites," *Materials & Design*, vol. 145, pp. 232–242, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.02.057>
- [16] S. Krpovic, K. Dam-Johansen, and A. L. Skov, "Importance of Mullins effect in commercial silicone elastomer formulations for soft robotics," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 138, no. 19, p. 50380, 2021. <https://doi.org/10.1002/app.50380>
- [17] T. Kapłan and A. Milecki, "Research on the Use of Silicon-Ethanol Composite in Actuators," *Materials*, vol. 15, no. 23, p. 8570, 2022.
- [18] T. Kapłan and A. Milecki, "Linear Drive Based on Silicon/Ethanol Composite," *Polymers*, vol. 13, no. 16, p. 2668, 2021. <https://doi.org/10.3390/polym13162668>
- [19] D. J. Kang et al., "Programmable soft robotics based on nano-textured thermo-responsive actuators," *Nanoscale*, vol. 11, no. 4, pp. 2065–2070, 2019. <https://doi.org/10.1039/C8NR08215D>
- [20] P. AziziHariri et al., "Development of a phase-change material-based soft actuator for soft robotic gripper functionality: In-depth analysis of material composition, ethanol microbubble distribution and lifting capabilities," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 311, p. 128435, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2023.128435>

- [21] A. H. Ebrahimi et al., "Design and characterization of electro-active soft actuator based on phase transition of microencapsulated silicon-ethanol composite," *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 37, no. 4, pp. 1499–1518, 2024. <https://doi.org/10.1177/08927057231197160>

CONTENTS

Studying the Effect of Grinding Mechanism and Composition of Golgohar Concentrate on the Microstructure and Mechanical Properties of Pellets	1
Gholam Hossein Akbari - Kazem Tahmasebi - Abouzar Eskandary Nasab	
Evaluation of Red Mud and Mg-Fe spinel as Catalysts in the Conversion of Free Fatty Acids to Biodiesel	17
Elaheh Kosaripour - Behgam Rahmanivahid - Hamed Nayebzadeh	
Investigating Wear and Mechanical Behavior of A380 Aluminum Hybrid Nanocomposite Reinforced with Graphene Nanosheets and SiC Nanoparticles	31
Mohammad Alipour	
Investigation of the Microstructure and Mechanical Properties of Al5083-ZrB₂ Nanocomposite Fabricated by Stire Casting	45
Masoud Motamedi yegane - Ali Alizadeh	
The Synergistic Effect of Iodide on the Inhibitory Activity of Agarose towards Iron Corrosion	57
Zohreh Moradi - Zahra Yavari - Salameh Nematian	
Optimization of Resistance Upset Butt Welding Parameters of Steel Rebars: A Study on Mechanical Properties and Microstructure	73
Hoda Mirseifi - Hamed Ghohani Arab - Mahmood Sharifitabar	
Investigating the Performance of Silicon-Ethanol Soft Robot with a Focus on Heat Distribution Conditions	93
Mahboubeh Ghasemzadeh Namaghi - Hojat Zamyad - Mohsen Haddad Sabzevar - Samaneh Sahebian saghi	



JOURNAL OF METALLURGICAL AND MATERIALS ENGINEERING FERDOWSI UNIVERSITY OF MASHHAD

Ferdowsi University of Mashhad

ISSN 2008-7462

General Director: A. Haerian Ardakani
Editor-Chief : J. Vahdati Khaki
Published: Ferdowsi University of Mashhad

Editorial Board:

R. Azari khosroshahi	Associate Professor	Sahand University of Technology
G. R. Ebrahimi	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
R. Bagheri	Professor	Sharif University of Technology
J. Javadpour	Professor	Iran University of Science & Technology
G. Barati Darband	Assistant Professor	Ferdowsi University of Mashhad
A. Haerian Ardakani	Professor	Sadjad University of Technology
M. Haddad Sabzevar	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
S. M. Zebarjad	Professor	Shiraz University
S. A. Sajjadi	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
M. Salehi	Professor	Isfahan University of Technology
M. R. Torroghinejad	Associate Professor	Isfahan University of Technology
H. Arabi	Professor	Iran University of Science & Technology
A. R. Kiani Rashid	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
J. Vahdati Khaki	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
Jinyang Li	Associate Professor	Applied Chemistry, Huazhong University of Science and Technology (HUST), Wuhan, China
Ionela Poenita Birloaga	Associate professor	Chemical Engineering at University of L'Aquila
M. Sakaki	Postdoctoral Researcher	University of Duisburg-Essen, Germany
H. Shalchian	Postdoctoral Researcher	Laboratory of Integrated Treatment of Industrial Waste and Wastewater, University of L'Aquila, Italy
F. Saba	Postdoctoral Researcher	School of Materials Science and Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai, China

Text Editor: A. Dehghan - S. Mollazadeh Beidokhti
Typist: A. Noie – T. Hooshmand

Administrative Director: T. Hooshmand

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

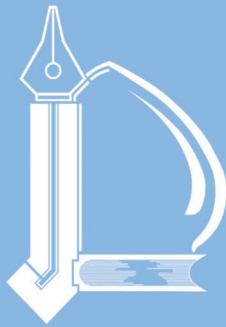
Department of Materials Science and Engineering, Ferdowsi University of Mashhad,

P. O. Box. 91775-1111, Mashhad, I.R.IRAN

Tel: +98 51 38763301; Fax: +98 51 38806024; Email: jmme@um.ac.ir

Web site: <http://jmme.um.ac.ir>

ISSN 2008 -7462



Ferdowsi University
of Mashhad

**JOURNAL OF
METALLURGICAL
AND MATERIALS
ENGINEERING**

Serial No. 38

- Studying the Effect of Grinding Mechanism and Composition of Golgohar Concentrate on the Microstructure and Mechanical Properties of Pellets** 1
Abouzar Eskandary Nasab - Kazem Tahmasebi
Gholam Hossein Akbari
- Evaluation of Red Mud and Mg-Fe spinel as Catalysts in the Conversion of Free Fatty Acids to Biodiesel** 17
Elaheh Kosaripour - Behgam Rahmanivahid
Hamed Nayeibzadeh
- Investigating Wear and Mechanical Behavior of A380 Aluminum Hybrid Nanocomposite Reinforced with Graphene Nanosheets and SiC Nanoparticles** 31
Mohammad Alipour
- Investigation of the Microstructure and Mechanical Properties of Al5083-ZrB2 Nanocomposite Fabricated by Stire Casting** 45
Masoud Motamedi yegane - Ali Alizadeh
- The Synergistic Effect of Iodide on the Inhibitory Activity of Agarose towards Iron Corrosion** 57
Zohreh Moradi - Zahra Yavari - Salameh Nematian
- Optimization of Resistance Upset Butt Welding Parameters of Steel Rebars: A Study on Mechanical Properties and Microstructure** 73
Hoda Mirseifi - Hamed Ghohani Arab
Mahmood Sharifitabar
- Investigating the Performance of Silicon-Ethanol Soft Robot with a Focus on Heat Distribution Conditions** 93
Mahboubeh Ghasemzadeh Namaghi - Hojat Zamyad
Mohsen Haddad Sabzevar - Samaneh Sahebani saghi

**Vol. 36, No. 2
Summer, 2025**