ISSN 2008 - 7462

نشریه مهندسی متالورژی و مواد
شماره پیاپی: ۴۱
سال ۳۷، شماره ۱، ۱۴۰۵

دانشگاه فردوسی مشهد

نشریه مهندسی متالورژی و مواد

فصلنامه

شماره پیاپی: ۴۱

انجمن آهن و فولاد ایران

مطالعه عددی پایداری ستون‌های متخلخل فولادی تحت بار محوری ۱
جواد پیری - علی محمد ناصریان نیک - حمید سازگاران

مدل‌سازی مبتنی بر یادگیری ماشین فرایندهای ساخت افزایشی فلزی با استفاده از روش‌های داده‌افزایی و یادگیری گروهی ۱۳
نیما ایوبی - رضا محبوبی اسفنجانی - احمد اکبری
حبیب بدری قویفکر

مروری مختصر بر خواص مکانیکی ورق‌های فلزی پس از فرایند نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر ۳۵
آسیه حبیبی

تأثیر سرعت انجماد بر خواص مکانیکی و خوردگی آلیاژهای زیست تخریب‌پذیر Zn-xAl ۵۹
زینب احمدی - رضا تقی آبادی - مرتضی ثقفی یزدی

سنتز نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیست زمینه گرافنی ترکیب شده با فریت نیکل و اکسید نیکل به منظور حذف رنگ‌های سمی اسید سیاه و اسید قهوه‌ای ۸۳
کریم خلیل ایراهیم جبوری - امیر هوشنگ رمضانی

تأثیر ماده پلی دی متیل سیلوکسان (PDMS) بر پوشش سیلیکا تولید شده به روش سل ـ ژل ۹۷
نجمه لاری - شاهرخ آهنگرانی

سال ۳۷، شماره ۱

بهار، ۱۴۰۵

نشریه مهندسی متالورژی و مواد

ISSN: 2008-7462

سردبیر : 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 سبزوار	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 زبرجد	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 طرقی‌نژاد	استاد	دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان
دکتر حسین عربی	استاد	دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران
دکتر علیرضا کیانی‌رشید	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 مصطفی میرجلیلی	دانشیار	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 بیرلوآگا	دانشیار	دانشگاه لواکوئیلا، ایتالیا
دکتر مسعود سکاکی	پسا دکتری	دانشگاه دویسبورگ-اسن، آلمان
دکتر حسین شالچیان	پسا دکتری	دانشگاه لواکوئیلا، ایتالیا
دکتر فرهاد صبا	پسا دکتری	دانشکده علوم و مهندسی مواد، دانشگاه شانگهای جیائو تونگ، شانگهای، چین

ویراستار متن : دکتر سحر ملازاده بیدختی – الهام دهقان — **مسئول دفتر نشریه** : تکتم هوشمند

ویرایش و صفحه‌آرایی: عاطفه نوعی باغبان-تکتم 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 : ۱۱۱۱-۹۱۷۷۵

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

فهرست مطالب

مطالعه عددی پایداری ستون‌های متخلخل فولادی تحت بار محوری ۱
جواد پیری – علی محمد ناصریان نیک – حمید سازگاران

مدل‌سازی مبتنی بر یادگیری ماشین فرایندهای ساخت افزایشی فلزی با استفاده از روش‌های داده‌افزایی و یادگیری گروهی ۱۳
نیما ایوبی – رضا محبوبی اسفنجانی – احمد اکبری – حبیب بدری قویفکر

مروری مختصر بر خواص مکانیکی ورق‌های فلزی پس از فرایند نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر ۳۵
آسیه حبیبی

تأثیر سرعت انجماد بر خواص مکانیکی و خوردگی آلیاژهای زیست تخریب‌پذیر Zn-xAl ۵۹
زینب احمدی – رضا تقی آبادی – مرتضی ثقفی یزدی

سنتز نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیست زمینه گرافنی ترکیب شده با فریت نیکل و اکسید نیکل به منظور حذف رنگ‌های سمی اسید سیاه و اسید قهوه‌ای ۸۳
کریم خلیل ایراهیم جبوری – امیر هوشنگ رمضانی

تأثیر ماده پلی دی متیل سیلوکسان (PDMS) بر پوشش سیلیکا تولید شده به روش سل ـ ژل ۹۷
نجمه لاری - شاهرخ آهنگرانی

Ferdowsi University of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

https://jmme.um.ac.ir

Iron&Steel Society of Iran

A Numerical Investigation on the Stability of Porous Steel Columns under Axial Loading

Research Article

Javad piri[1], Ali Mohammad Naserian-Nik[2], Hamid Sazegaran[3]

DOI: 10.22067/jmme.2025.91091.1170

1. Introduction

Steel foams are advanced structural materials characterized by a cellular architecture that combines the strength of steel with the lightweight nature of foam. Owing to their unique porous structure, steel foams exhibit excellent energy absorption, high stiffness-to-weight ratio, and superior damping properties. These characteristics make them highly suitable for use in applications across the automotive, aerospace, and civil engineering sectors. One of the critical considerations in the structural application of steel foam elements is their buckling behavior under compressive loading. Unlike solid steel columns, the cellular geometry of steel foam significantly influences both the onset and the mode of buckling. Steel foam columns often demonstrate a delayed buckling initiation and more stable post-buckling behavior due to the progressive collapse of the internal porous framework. The parameters such as relative density, cell size, and wall thickness may have a direct impact on the critical buckling load. Furthermore, the manufacturing method —whether powder metallurgy or melt infiltration— affects the microstructure and, consequently, the mechanical performance of the foam.

This research investigates the influence of structural and finite element parameters on the buckling simulation of steel foam columns under axial compressive loads, utilizing the finite element method. Understanding these effects is essential for the optimization of design and enhancement of structural stability in lightweight components made from steel foam.

2. Modeling and Simulation Method

Six cylindrical foam models with a height of 40 mm and a diameter of 4 mm were examined, featuring porosity levels of 0%, 10%, 20%, 30%, 37%, and 45%. The models were designed using SpaceClaim software. Modeling began with 4 mm cubes, into which randomly distributed spherical pores with diameters ranging from 500 to 1750 micrometers were introduced to achieve the desired porosity levels. Repetition of similar pores both on the surfaces and within the internal structure of the specimens was intentionally avoided to produce truly porous architectures. Initially, the pore walls were assumed to have zero thickness. However, to investigate the effect of wall thickness on the critical buckling load, additional models with 10% and 30% porosity and a wall thickness of 100 micrometers were created. Ten porous cubes were randomly connected to form a rectangular cube, from which a 4 mm diameter cylinder was extracted. The model with 0% porosity is a solid cylinder. Models with zero wall thickness are labeled A, while those with 100 µm wall thickness are labeled B. The base material is structural carbon steel with a Young's modulus of 200 GPa, Poisson's ratio of 0.3, and yield strength of 250 MPa. Figure 1 illustrates the models with various porosities and zero wall thickness.

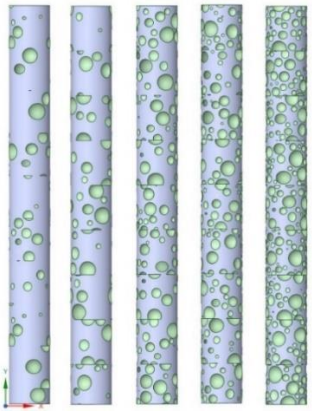


Fig. 1. CAD models used in the study, shown from left to right with porosity levels of 10%, 20%, 30%, 37%, and 45%.

3. Boundary Conditions and Loading

The critical loads for each model were examined under three different boundary conditions: fixed–free, fixed–

* Manuscript received November 24, 2024, Revised April 27, 2025, Accepted September 06, 2025.

[1] M.Sc. graduate, Department of Mechanical Engineering, Faculty of Advanced Technologies, Quchan University of Technology, Quchan, Iran.

[2] Corresponding Author: Assistance Professor, Department of Mechanical Engineering, Faculty of Advanced Technologies, Quchan University of Technology, Quchan, Iran. **Email**: a.naserian@qiet.ac.ir.

[3] Assistance Professor, Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering Science, Quchan University of Technology, Quchan, Iran.

pinned, and pinned–pinned. The fixed and pinned supports were simulated by applying displacement constraints to the cross-sectional surface at one end of the model. For the fixed support, displacements along all three coordinate axes were restricted, while for the pinned support, displacements in the directions perpendicular to the model's length (*x* and *z* axes) were constrained. The applied load was a compressive force along the longitudinal axis and perpendicular to the cross-section of the model. The magnitude of this compressive force was set to one unit so that the resulting critical load corresponds directly to the primary buckling factor.

4. Discussion and Results

Considering the pore size range, a good dispersion in pore dimensions was observed. It is noteworthy that the meshing performed on the models is directly related to the number of pores or porosity levels. The higher the number of pores, the greater the number of elements required for meshing the final porous structure.

The effect of increasing the mesh density around the pores on the critical buckling load was evaluated in a separate analysis, wherein the mesh size around the pores was set smaller than that of the bulk model. In this case, the pore elements had a size of 0.1 mm, resulting in more than a 4.5-fold increase in the number of elements and over a tenfold increase in simulation time for the model with 45% porosity.

The critical buckling load under fixed–free boundary conditions in this case was calculated as 1112.3 N, which represents approximately a 4% reduction compared to the scenario with uniform meshing throughout the entire model. Naturally, this difference decreases significantly as the number of pores is reduced. Therefore, in the remaining simulations, the element sizes for both pores and the matrix were kept uniform.

These investigations indicate that models with a higher number of pores exhibit lower critical buckling loads. In other words, as specimens weaken due to porosity, models with higher porosity levels experience buckling earlier.

Across all models, the critical load generally increases with more restrictive boundary conditions. As expected, the mode shapes depend on the boundary constraints; thus, the introduction of pores or porosity has a negligible effect on the buckling mode shape. However, the deformation magnitudes associated with the first buckling mode increase in the porous specimens. Figure 2 shows the first mode shapes of buckling of the models with 45% porosity and without porosity under different boundary conditions.

The critical loads obtained from the finite element simulations closely match those predicted by Euler's buckling formula. The largest and smallest discrepancies correspond to the fixed–pinned and fixed–free boundary conditions, respectively.

The evaluation of pore wall thickness in porous steel structures demonstrates that increasing wall thickness has a direct and significant impact on critical buckling loads. Simulations of models containing 10% and 30% porosity from Group B, with a wall thickness of 100 μm, showed that these models require more mesh elements and exhibit higher critical buckling loads compared to their counterparts in Group A. Specifically, the 30% porosity model with 100 μm wall thickness displayed similar buckling performance to a 15% porosity model with a wall thickness of 1×10^{-6} m under identical boundary and loading conditions. It should be emphasized that under compressive loading, the pore or cell walls resist the applied load, and therefore, increasing the wall thickness leads to a higher critical buckling load capacity.

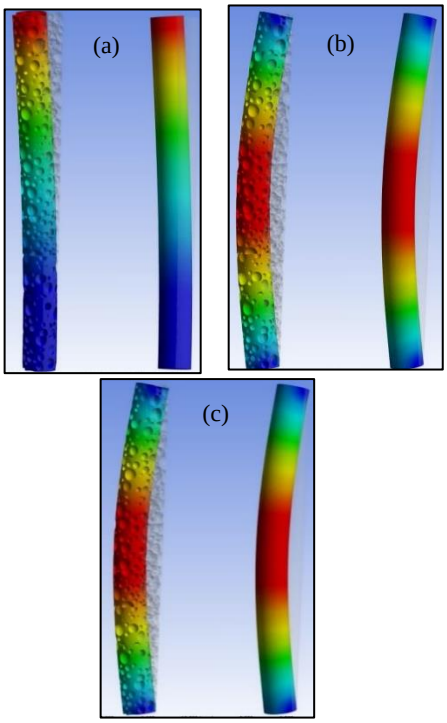


Fig. 2. The first mode shapes of buckling of the models with 45% porosity (left) and without porosity (right) under a) fixed–free, b) fixed–pinned, and c) pinned–pinned boundary conditions.

5. Conclusion

In this study, for the first time, the buckling behavior of steel structures with porosity levels ranging from 0% to 45% was simulated using geometrically nearly realistic porous models. The comparison between the buckling results of the non-porous model and Euler's analytical solution showed excellent agreement, confirming the reliability of the simulation approach. The modeling and simulation parameters reported here may serve as a useful reference for future research. The key findings of this study are as follows:

- Increasing the porosity of the models results in a higher number of mesh elements required for finite element analysis.
- Higher porosity leads to a significant reduction in the critical buckling load.
- Models with more constrained boundary conditions (fixed–pinned) exhibit greater buckling resistance.
- Under identical meshing, loading, and boundary conditions, models with finite wall thickness (Group B) demonstrated superior buckling capacity compared to their zero-wall-thickness counterparts (Group A).
- The observed trend of decreasing critical load with increasing porosity is expected to continue at higher porosity levels. Moreover, since the buckling load is highly sensitive to porosity and pore count, the size and spatial distribution of pores are also important factors that merit further investigation.

مهندسی متالورژی و مواد، ۳۷، ۱، ۱۴۰۵. (۱۲-۱)

مهندسی متالورژی و مواد

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

انجمن آهن و فولاد ایران

مطالعه عددی پایداری ستون‌های متخلخل فولادی تحت بار محوری*

مقاله پژوهشی

جواد پیری [۱] علی محمد ناصریان نیک [۲] حمید سازگاران [۳]

DOI: 10.22067/jmme.2025.91091.1170

چکیده *فوم‌های فولادی یا فولادهای متخلخل به علت داشتن ویژگی‌های شیمیایی، فیزیکی و مکانیکی منحصر به فرد در بسیاری از کاربردهای مهندسی می‌توانند به صورت موفقیت‌آمیز به کار برده شوند. در این پژوهش، با توجه به اهمیت مطالعه رفتار مکانیکی فوم‌های فولادی، به شبیه‌سازی و بررسی رفتار کمانشی این دسته از مواد پیشرفته و نوظهور مهندسی پرداخته شده است. به این منظور، از مدل‌سازی صریح حفرات و روش المان محدود کمک گرفته شده است. مطالعات برای سه شرط مرزی متفاوت، روی مدل‌هایی با درصدهای تخلخل ۰، ۱۰، ۲۰، ۳۰، ۳۷ و ۴۵ انجام گردید. با توجه به نو بودن مسئله مورد شبیه‌سازی، موضوع حساسیت به شبکه‌بندی مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاکی از آن است که با افزایش میزان تخلخل، تعداد المان افزایش و بار بحرانی کمانش کاهش می‌یابد. مقادیر بار بحرانی به دست آمده برای مدل‌های مختلف با یکدیگر مقایسه شدند. اثر تخلخل بر رفتار کمانشی برای شرایطی که ستون‌های متخلخل فولادی دارای قید بیشتری هستند، کمتر است.*

واژه‌های کلیدی فوم فولادی، شبیه‌سازی، کمانش، المان محدود، بار بحرانی.

A Numerical Investigation on the Stability of Porous Steel Columns under Axial Loading

Javad piri Ali Mohammad Naserian-Nik Hamid Sazegaran

Abstract *Steel foams or porous steels can be successfully used in many engineering applications due to their unique chemical, physical and mechanical properties. In this research, due to the importance of studying the mechanical behavior of steel foams, the buckling behavior of this advanced and emerging engineering material has been simulated and investigated. For this purpose, explicit modeling of pores and the finite element method have been used. Studies were conducted for three different boundary conditions on models with porosity percentages of 0, 10, 20, 30, 37 and 45. Considering the novelty of the simulated problem, the issue of sensitivity to meshing was investigated. The results indicate that with increasing porosity, the number of elements increases and the critical buckling load decreases. The critical load values obtained for different models were compared with each other. The effect of porosity on buckling behavior is less for conditions where porous steel columns have more constraints.*

Keywords Steel foam, Simulation, Buckling, Finite element, Critical load.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۳/۹/۱۴ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۶/۱۵ می‌باشد.

(۱) دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک، دانشکده فناوری‌های نوین، دانشگاه صنعتی قوچان، قوچان.

(۲) نویسنده مسئول، استادیار گروه مهندسی مکانیک، دانشکده فناوریهای نوین، دانشگاه صنعتی قوچان، قوچان.

(۳) استادیار گروه مهندسی صنایع، دانشکده علوم مهندسی، دانشگاه صنعتی قوچان، قوچان.

Email: a.naserian@qiet.ac.ir

مقدمه

فوم‌های فلزی دسته‌ای از مواد فلزی با ساختار متخلخل هستند که دارای رفتار مکانیکی جالب توجه، نظیر سفتی و مقاومت به ضربه بالا همزمان با داشتن وزن پایین و همچنین مشخصه‌های حرارتی، الکتریکی و صوتی منحصر به فرد هستند. بر همین اساس، استفاده از این دسته از مواد مهندسی، به ویژه به عنوان لایه‌های میانی پُرکننده برای کاهش وزن در سازه‌های سبک‌وزن و نیز عایق حرارت و صوت فزونی یافته است [1-3]. تا کنون پژوهش‌های متعددی برای مطالعه رفتار کمانشی انواع مختلف مواد متخلخل انجام شده است. کویی و همکاران [4] به بررسی رفتار کمانشی ستون‌های پُرشده از فوم آلومینیوم با استفاده از روش‌های آزمایشگاهی و المان محدود (بدون مدل‌سازی صریح حفرات) پرداختند. آن‌ها، مدل‌های مختلفی را در ابعاد و اندازه‌های گوناگون مطالعه کردند و نشان دادند پوشش (غلاف) مورد استفاده برای ستون‌ها می‌تواند تأثیر مثبتی بر کمانش آن‌ها داشته باشد، اما اثر میزان تخلخل بر روی رفتار کمانش ستون‌های تولید شده ارزیابی نشد. چن و همکاران [5] کمانش و ارتعاشات تیرهای دارای تخلخل متغیر در راستای ضخامت را تحت شرایط مرزی مختلف و با استفاده از نظریه تیموشنکو و روش ریتز، در حالت دوبعدی، بررسی کردند. آن‌ها نشان دادند با افزایش توزیع تخلخل متغیر، تیرها می‌توانند بارهای بحرانی بیشتری را تحمل کنند. جسون و مگناکی [6] دو مدل تئوری خطی و غیر خطی را برای کمانش ستون‌های ساندویچی با هسته فوم فلزی تحت شرایط مرزی پین ـ پین ارائه کردند. بار بحرانی مدل خطی حدود ۹ درصد بزرگ‌تر از مقدار حاصل از مدل غیر خطی گزارش شد. ثنگ و همکاران [7] با استفاده از تئوری تغییر شکل برشی مرتبه اول ورق‌ها و روش حل نویر، کمانش و ارتعاشات آزاد تیرهای متخلخل را به صورت تحلیلی مطالعه کردند. نتایج این مطالعه نشان دهنده آن است که افزایش میزان تخلخل باعث کاهش بار بحرانی و فرکانس طبیعی خواهد شد و توزیع متقارن تخلخل (نسبت به صفحه طولی تیر) در مقایسه با توزیع یکنواخت منجر به مقادیر بالاتر بار بحرانی کمانش و فرکانس طبیعی می‌شود. شفیعی و کاظمی [8]، کمانش غیر خطی تیرهای نانوی متخلخل را با استفاده از تئوری اویلر ـ برنولی، با تمرکز بر تأثیر پراکندگی سلول‌ها (حفرات درون ماده فومی) مطالعه کردند. کیتیپورنچای و همکاران [9] به کمک تئوری تیموشنکو و روش ریتز، ارتعاشات آزاد و کمانش الاستیک را برای تیرهای متخلخل تقویت شده با گرافن مورد بررسی قرار دادند. توزیع حفرات و بار بحرانی با اضافه شدن مواد تقویت کننده نیز در این مقاله بررسی شده است. آن‌ها نشان دادند توزیع یکنواخت و غیر یکنواخت حفره‌ها تأثیر مستقیم بر ارتعاشات و کمانش نانوتیرهای متخلخل دارد. مگناکی و استیتویچ [10] و فودا و همکاران [11] معادلات حاکم بر کمانش ستون دارای تخلخل تدریجی در راستای ضخامت را، به ترتیب، به روش تحلیلی و المان محدود حل کردند. نگوین و همکاران [12,13] کمانش و ارتعاشات آزاد فوم‌های فلزی را با استفاده از روش ریتز و به کارگیری چندجمله‌ای‌های چبیشو، به صورت عددی بررسی کردند. تنگ و همکاران [14]، معادلات حاکم بر کمانش تیرهای دارای تخلخل طولی و عرضی را با استفاده از تئوری اویلر ـ برنولی استخراج و به روش عددی مربعات تفاضلی تعمیم یافته حل کردند. این پژوهش نشان داد توزیع تخلخل در امتداد ضخامت، در مقایسه با امتداد طولی، تأثیر بیشتری بر بار بحرانی دارد. کواکیک و همکاران [15] به روش تجربی مشاهده کردند که نسبت پواسان فوم‌های آلومینیومی با چگالی بین ۰/۴۳۰ $g\cdot cm^3$ تا ۱/۳۹۰ $g\cdot cm^3$ از ۰/۲۱ به ۰/۳۴ افزایش می‌یابد. سازگاران و همکاران [16] رفتار فشاری فوم‌های تولیدی را به کمک روش المان محدود و بر اساس مدل گارسون ـ تورگارد ـ نیدلمن شبیه‌سازی و اثر پارامترهای مؤثر در مدل مذکور را برای پیش‌بینی بهتر رفتار فوم‌های فولادی بررسی کردند. گارج و همکاران [17] به بررسی کمانش و ارتعاشات آزاد صفحه‌های ساندویچی با هسته فوم فلزی تدریجی، با استفاده از روش المان محدود بر پایه تئوری زیگزاگ پرداختند. آن‌ها نشان دادند با کاهش ضخامت هسته فومی، بار کمانش افزایش می‌یابد. موحدی و همکاران [18] به بررسی آزمون فشار لوله‌های ساندویچی جداره‌نازک با هسته فوم فلزی از جنس آلومینیوم که به روش ریخته‌گری ساخت شده بودند، پرداختند. در پژوهش آن‌ها کمانش موضعی در نمونه‌های تحت فشار گزارش شد. کی و همکاران [19] تأثیر استفاده از فوم آلومینیوم را برای پُرکردن قسمتی از تیرهای هیبریدی به کمک شبیه‌سازی در نرم‌افزار Ls-Dyna بررسی کردند و مشاهده کردند که پُر کردن تیرها از فوم به جذب انرژی و مقاومت در برابر خمش کمک می‌کند. تاوارس و همکاران [20] رفتار فشاری دو دسته فوم فولادی با ساختار کره توخالی و آلومینیومی ساخته شده

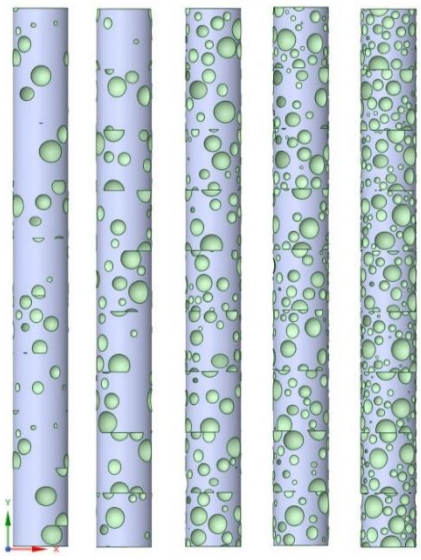
به روش متالورژی پودر را در دمای ۱۰۰ تا ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد با هم مقایسه کردند. مشاهده شد که فوم فولادی با ساختار کره توخالی تنها اُفت جزئی ناشی از دمای بالا را در سفتی و استحکام در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد یا کمتر از آن نشان می‌دهد، در حالی که هنوز ۶۹ درصد از مقاومت فشاری خود را در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد حفظ می‌کند. اما فوم آلومینیومی متالورژی پودر در دمای ۱۵۰ درجه سانتی‌گراد شروع به افت خواص می‌کند. علاوه بر این، مدل المان محدود فوم آلومینیومی با ساختار کره توخالی ایجاد و رفتار فشاری آن به کمک نرم‌افزار Ls-Dyna شبیه‌سازی شد. این شبیه‌سازی نشان داد که کمانش خمیری سلول‌های کروی با پلاستیسیته پیش‌رونده ناحیه تماس، مکانیسم کلیدی شکست محلی است. رِیس و همکاران [21] با مدل‌سازی صریح حفرات به مطالعه المان محدود رفتار فشاری فوم‌های فلزی با تخلخل بین ۶۲ تا ۶۸ درصد پرداختند. نتایج نشان از موفقیت روش مورد استفاده دارد. ویدوانس و همکاران [22] رابطه اویلر را برای کمانش پنل‌های ساندویچی با هسته فوم فلزی توسعه دادند.

مطالعات متعددی بر رفتار مکانیکی به ویژه رفتار فشاری فوم‌های فلزی، با استفاده از رهیافت‌های تجربی و غیر تجربی، متمرکز شده‌اند. این در حالی است که هنوز درک کاملی از رفتار کمانشی سازه‌های ساخته شده از فوم‌های فلزی وجود ندارد. به طور خاص، ارزیابی کمانش ستون‌های متخلخل با استفاده از روش المان محدود مغفول مانده است. بنابراین، هدف اصلی پژوهش حاضر، انجام شبیه‌سازی المان محدود کمانش این دسته از مواد، با مدل‌سازی صریح حفرات، برای اولین بار است. اثر میزان تخلخل، ضخامت دیواره سلول‌ها یا حفره‌ها و افزایش المان‌های اطراف حفره‌ها بر روی بار بحرانی کمانش فوم‌های فولادی مورد بررسی قرار می‌گیرند.

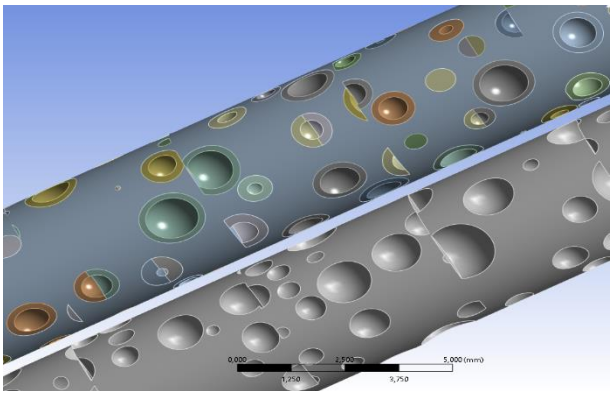
روش مدل‌سازی و شبیه‌سازی

ایجاد مدل

نمونه‌های فومی مورد بررسی در این پژوهش شامل شش مدل استوانه‌ای سه‌بعدی به ارتفاع ۴۰ میلی‌متر و قطر ۴ میلی‌متر با درصد تخلخل‌های برابر ۰، ۱۰، ۲۰، ۳۰، ۳۷ و ۴۵ درصد است. نمونه‌های مذکور با استفاده از نرم‌افزار SpaceClaim نسخه ۲۰۲۱ [23] ساخته شد. مدل‌سازی با ایجاد مکعب‌هایی، به عنوان حجم واحد، به ابعاد در حدود ۴ میلی‌متر آغاز می‌شود. سپس، تعداد معینی ذرات کروی‌شکل با محدوده قطر مشخص، به منظور تولید تخلخل با درصد مدنظر، ایجاد می‌شود. در ادامه، حجم ذرات از حجم مکعب کسر می‌گردد تا یک مکعب متخلخل (دارای حفرات کروی) ایجاد شود. در این پژوهش، بازه تغییرات قطر حفرات بین ۵۰۰ تا ۱۷۵۰ میکرومتر در نظر گرفته شد. به طور پیش‌فرض، ضخامت دیواره‌های حفرات یا همان سلول‌های موجود در نمونه‌ها صفر در منظور شد. لیکن، به منظور بررسی اثر ضخامت دیواره سلول‌ها بر بار بحرانی کمانش، مدل‌هایی با درصد تخلخل‌های ۱۰ و ۳۰ درصد و ضخامت دیواره ۱۰۰ میکرومتر ساخته شد. در مرحله بعد، با اتصال تعداد ۱۰ عدد مکعب ایجاد شده به صورت اتفاقی، مکعب مستطیلی به طول ۴۰ میلی‌متر برای ساخت نمونه‌های استوانه‌ای مورد نظر ایجاد می‌شود. در نهایت، از مکعب متخلخل حاصل، استوانه‌ای به قطر ۴ میلی‌متر جدا می‌شود. مدل صفر درصد تخلخل، استوانه‌ای با ابعاد ذکر شده است که هیچ حفره‌ای در آن وجود ندارد. توزیع پراکندگی و قطر حفره‌ها در سطوح خارج و داخل نمونه‌ها با یک الگوریتم کاملاً تصادفی ایجاد شده است. در شکل (۱) مدل‌های متخلخل با ضخامت دیواره سلول صفر نشان داده شده‌اند. همچنین، شکل (۲) دو مدل ۳۰ درصد با ضخامت دیواره صفر و ۱۰۰ میکرومتر را با هم مقایسه می‌کند.



شکل ۱ نمایش CAD مدل‌های مورد مطالعه: به ترتیب از چپ به راست با درصدهای تخلخل ۱۰، ۲۰، ۳۰، ۳۷ و ۴۵



شکل ۲ مقایسه دو مدل حاوی درصد تخلخل ۳۰ با ضخامت دیواره صفر و ۱۰۰ میکرون

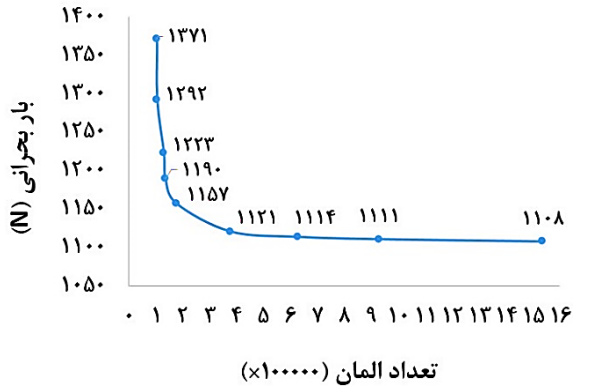
در ادامه، برای نام‌گذاری مدل‌های با ضخامت دیواره صفر از عنوان A و برای مدل‌ها با ضخامت دیواره ۱۰۰ میکرومتر از عنوان B استفاده می‌شود. جنس بستر نمونه‌ها از فولاد سازه‌ای کربنی با ضریب کشسانی ۲۰۰ گیگاپاسکال، ضریب پواسان ۰/۳، تنش تسلیم ۲۵۰ مگا پاسکال در نظر گرفته شده است.

فرایند شبیه‌سازی

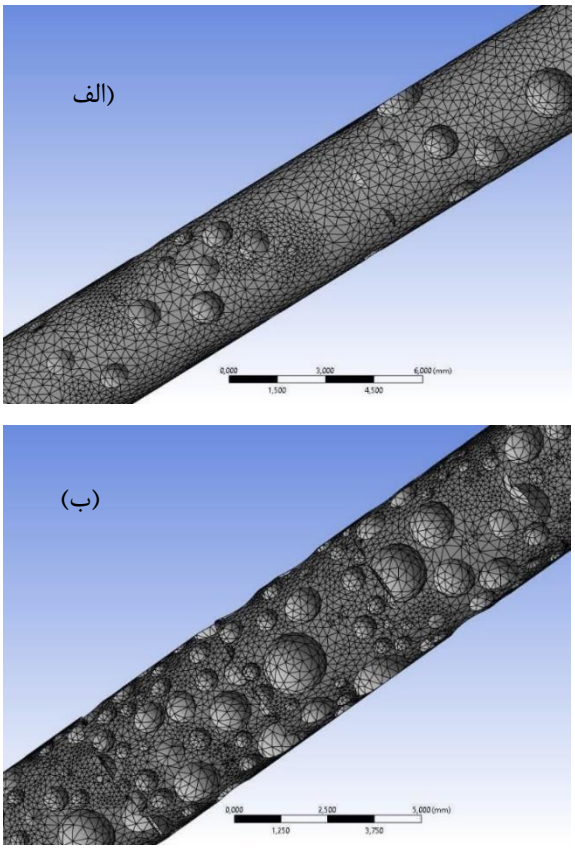
شبیه‌سازی المان محدود، به عنوان یک مسئله مقدار ویژه، به کمک نرم‌افزار Ansys نسخه ۲۰۲۱ [24] انجام شده است. سعی شده است شبکه‌بندی و نحوه اعمال شرایط مرزی و بارگذاری همه مدل‌های مورد مطالعه، در شرایط یکسان صورت گیرد.

شبکه‌بندی و همگرایی

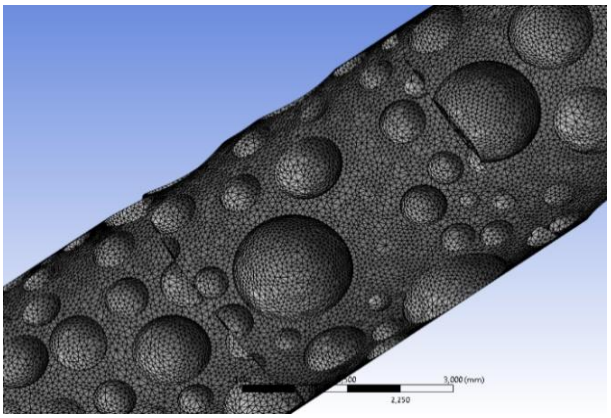
با توجه به جدید بودن مسئله مورد شبیه‌سازی، بررسی حساسیت به شبکه‌بندی برای آن از اهمیت خاصی برخودار است. برای انتخاب بهترین اندازه المان، ۹ اندازه مختلف در نظر گرفته شده است. کوچک‌ترین اندازه مورد بررسی در همگرایی مقدار ۰/۰۷ میلی‌متر است. به کمک شکل (۳) حساسیت به اندازه المان مسئله، برای مدل حاوی ۴۵ درصد تخلخل تحت شرایط مرزی گیردار ـ آزاد بررسی شده است. مدل‌های نمایش داده شده در شکل (۴) با اندازه المان ۰/۳ میلی‌متر شبکه‌بندی شده‌اند. همچنین، در شکل (۵) نمای نزدیکی از مدل حاوی ۴۵ درصد تخلخل که با اندازه المان ۰/۰۷ میلی‌متر شبکه‌بندی شده است، مشاهده می‌شود. بار بحرانی به دست آمده برای مدل حاوی ۴۵ درصد تخلخل تحت شرایط مرزی گیردار ـ آزاد در حالتی که اندازه المان ۰/۳ میلی‌متر انتخاب شده است و در حالت کوچک‌ترین اندازه المان مورد بررسی، به ترتیب، برابر ۱۱۵۷ و ۱۱۰۸ نیوتن است (با اختلافی ۴/۵ درصدی) می‌شود، در حالی که تعداد المان‌ها از ۱۷۸۱۰۰ به ۱۵۳۷۰۰۰ (به حدود ۸/۵ برابر) می‌رسد. پس از بررسی حساسیت به مش، اندازه المان همه مدل‌های گروه A، برای ادامه شبیه‌سازی‌ها، مقدار ۰/۳ میلی‌متر انتخاب شد.



شکل ۳ نمودار حساسیت به مش برای مدل با ۴۵ درصد تخلخل در شرایط تکیه‌گاهی گیردار ـ آزاد



شکل ۴ نمایش شبکه‌بندی مدل: (الف) ۱۰ درصد تخلخل و (ب) ۴۵ درصد تخلخل



شکل ۵ نمایی از شبکه‌بندی مدل ۴۵ درصد تخلخل با اندازه المان ۰/۰۷ میلی‌متر

لازم به ذکر است که تمامی مدل‌ها با اندازه المان و شرایط یکسان شبکه‌بندی شده‌اند. با افزایش درصد تخلخل و یا به عبارت دیگر، با ازدیاد مقدار حفره‌ها تعداد المان‌های شبکه‌بندی شده در مدل نیز افزایش می‌یابد. بنابراین، بیشترین تعداد المان در نمونه ۴۵ درصد و کمترین آن در نمونه صفر درصد ایجاد شد.

در جدول (۱) تعداد المان همه مدل‌های گروه A آورده شده است. در شکل (۴) نمای نزدیکی از شبکه‌بندی مدل‌های ۱۰ و ۴۵ درصد به تصویر کشیده شده است. برای مقایسه تعداد المان ایجاد شده در مدل‌های A و B، دو مدل ۱۰ و ۳۰ درصد در نظر گرفته شده که در جدول (۲) مقادیر آن‌ها ارائه شده است. در شرایط یکسان شبکه‌بندی تعداد المان مدل‌های گروه B در درصدهای مشابه بیشتر از تعداد المان‌های مدل‌های گروه A هستند.

جدول ۱ تعداد المان‌های مربوط به هر مدل‌های با درصد تخلخل مختلف

درصد تخلخل	تعداد المان
۰	۲۹۴۶۱
۱۰	۶۳۳۳۶
۲۰	۶۳۹۴۵
۳۰	۱۱۱۱۹۷
۳۷	۱۲۷۸۱۱
۴۵	۱۷۸۸۱۲

جدول ۲ مقایسه تعداد المان‌های مربوط به مدل‌های A و B

درصد تخلخل	نوع مدل	تعداد المان
۱۰	A	۲۹۴۶۱
۱۰	B	۷۷۰۸۳
۳۰	A	۱۱۱۱۹۷
۳۰	B	۱۵۴۴۴۹

شرایط مرزی و بارگذاری

بارهای بحرانی بررسی شده برای هر مدل در سه شرط مرزی گیردار (ثابت) ـ آزاد، گیردار ـ پین (مفصل) و پین ـ پین مورد بررسی قرار گرفته است. شرایط مرزی گیردار و پین، با اعمال قیدهای حرکتی به سطح مقطع عرضی مدل در یکی از دو انتهای مدل لحاظ شده است. برای تکیه‌گاه گیردار جابه‌جایی در امتداد سه محور مختصات و تکیه‌گاه پین جابه‌جایی در امتداد محورهای عمود بر طول مدل (x و z) ثابت می‌شود. بارگذاری انجام شده در راستای طول مدل و عمود بر سطح مقطع آن است. مقدار این نیروی فشاری برابر با یک واحد است تا مقدار به دست آمده برای بار بحرانی همان ضریب اصلی باشد.

تحلیل المان محدود

بعد از آنکه مدل‌ها در شرایط یکسان مورد شبکه‌بندی و بارگذاری قرار گرفتند، هر مدل به صورت جداگانه در شرایط مرزی مختلف، به ترتیب، تحت حل‌های استاتیک و مقدار ویژه قرار می‌گیرد. در نهایت مقدار بار بحرانی و شکل مود اول کمانش هر مدل، استخراج و بررسی می‌شود.

نتایج و بحث

همان طور که قبلاً نیز مطرح گردید، در ساخت مدل‌های مورد مطالعه از تکرار حفره‌های مشابه در سطوح و همچنین در داخل نمونه‌ها برای تولید ساختارهای متخلخل پرهیز شده است. علاوه بر این باید خاطر نشان کرد که تخلخل‌های موجود در مدل‌ها به صورت کاملاً تصادفی ایجاد شده است. با توجه به محدوده اندازه حفره‌ها، پراکندگی خوبی در اندازه آن‌ها مشاهده گردید. شایان توجه است که شبکه‌بندی انجام شده برای مدل‌ها رابطه مستقیمی با تعداد حفره‌ها یا تخلخل‌های موجود در آن‌ها دارد. هر چه تعداد حفره‌ها بیشتر باشد، تعداد المان‌های بیشتری برای شبکه‌بندی ساختار متخلخل نهایی نیاز است.

تأثیر افزایش المان‌های اطراف حفره‌ها بر روی بار بحرانی در کمانش، در تحلیل جداگانه‌ای ارزیابی شد. به این صورت که اندازه شبکه‌بندی حفره‌ها از بدنه مدل، کوچک‌تر لحاظ شد. در این حالت، ابعاد المان‌های حفره‌ها ۰/۱ میلی‌متر منظور شد که نتیجه آن افزایش بیش از ۴/۵ برابری تعداد المان‌ها و بیش از ۱۰ برابری مدت زمان شبیه‌سازی، برای مدل با درصد تخلخل ۴۵ بود. در شکل (۶) چگونگی شبکه‌بندی حول حفره‌ها قابل مشاهده است. بار بحرانی در این حالت برای شرایط مرزی گیردار ـ آزاد مقدار ۱۱۱۲/۳ نیوتن محاسبه شده است و نسبت به حالتی که کل مدل شبکه‌بندی یکنواختی داشته باشد، حدود ۴ درصد کاهش قابل ملاحظه‌ای خواهد یافت. از این رو، در سایر فرایندهای شبیه‌سازی، اندازه المان‌های حفره‌ها و بستر یکسان منظور شده است. لازم به ذکر است که در این شرایط، در کلیه مدل‌ها، سعی شده است شبکه‌بندی اطراف حفره‌ها به طور کلی ریزتر از شبکه‌بندی بستر انجام شود. به طور کلی، هر چه قطر حفره کمتر باشد، اندازه المان مرتبط با آن کوچک‌تر خواهد بود. این بررسی‌ها حاکی از آن بود که مدل با داشتن حفره‌های بیشتر بار بحرانی کمتری تحمل می‌کند. به عبارت دیگر، با ضعیف شدن نمونه‌ها توسط ایجاد شدن حفره‌ها و تخلخل‌ها، مدل‌ها با درصد تخلخل بالاتر، زودتر دچار کمانش می‌شدند. بار بحرانی به دست آمده در هر شرایط مرزی و برای هر مدل در جدول (۳) ثبت شده است. همچنین جدول (۳) نشان می‌دهد، در همه مدل‌ها، بار بحرانی به طور کلی، در شرایطی که قید و بست بیشتری وجود دارد، بزرگ‌تر است. شکل (۷) مودهای اول کمانش را برای مدل‌های با تخلخل ۴۵ درصد و بدون تخلخل در شرایط مرزی مختلف نشان می‌دهد. مطابق انتظار، شکل مود وابسته به شرایط مرزی است. بنابراین، ایجاد حفره‌ها یا همان تخلخل‌ها در شکل مود کمانش تأثیری قابل توجهی ندارد. این در حالی است که مقدار تغییرشکل‌های ناشی از کمانش مود اول در نمونه‌های دارای تخلخل افزایش یافته است.

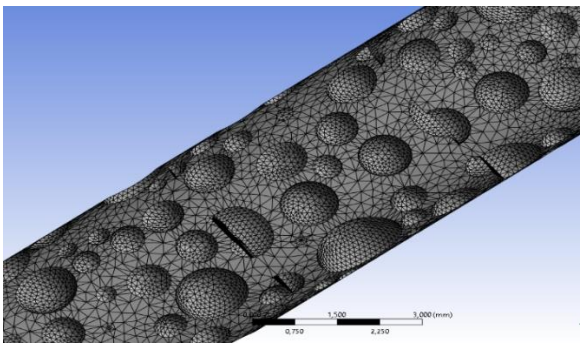
مقدار تئوری بار بحرانی (P_{cr}) برای مدل بدون تخلخل، در هر سه شرط مرزی مورد بررسی، به کمک رابطه کمانش اویلر قابل محاسبه است [25]:

$$P_{cr} = \frac{\pi^2 EI}{L_e^2} \qquad (۱)$$

که در آن E ضریب کشسانی، I گشتاور دوم سطح مقطع عرضی و L_e طول معادل ستون است. مقدار طول معادل وابسته به شرایط مرزی ستون است. مقادیر بارهای بحرانی محاسبه شده توسط این رابطه و به دست آمده از فرایند شبیه‌سازی در جدول (۴) ارائه شده است.

با مقایسه مقادیر گزارش شده در جدول (۴) مقادیر بار بحرانی در شبیه‌سازی المان محدود بسیار نزدیک به مقادیر به دست آمده از رابطه اویلر است. بیشترین و کمترین اختلاف، به ترتیب، مربوط به شرایط مرزی گیردار ـ پین و شرایط مرزی گیردار ـ آزاد است.

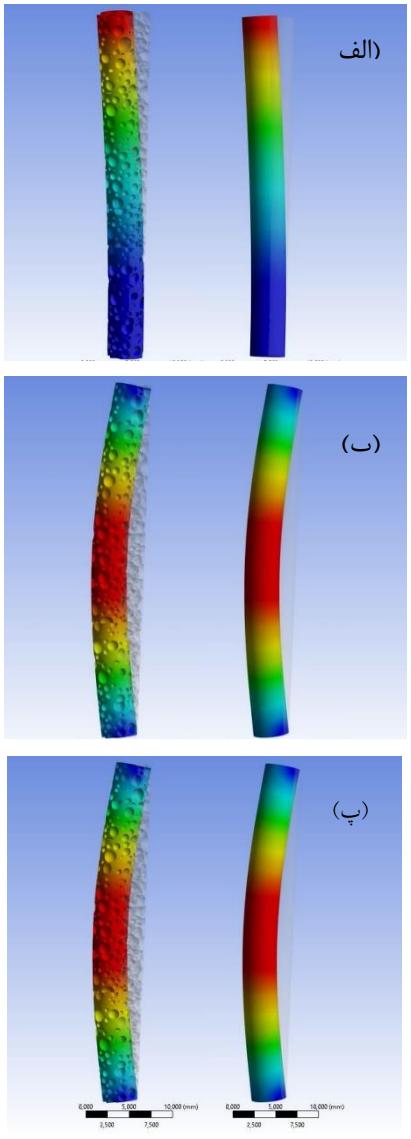
با توجه به جدول (۳) به طور کلی، به ازای کلیه درصدهای تخلخل در شرایط مرزی گیردار ـ پین، بیشترین و در شرایط مرزی گیردار ـ آزاد، کمترین بار بحرانی تحمل می‌شود. همچنین، در همه شرایط مرزی، مدل صفر درصد تخلخل و مدل با تخلخل ۴۵ درصد، به ترتیب، بیشترین و کمترین بار بحرانی را دارند. از نگاه دیگر، هر چه تعداد حفره‌ها بیشتر باشد و مدل میزان تخلخل بیشتری داشته باشد، عملکرد ضعیف‌تری از خود نشان می‌دهد. به بیان دیگر، میزان تخلخل و قابلیت تحمل بار بحرانی در ساختار فولاد متخلخل مورد مطالعه ارتباط معکوس با یکدیگر از خود بروز می‌دهند. در مطالعه نگوین و همکارانش [26] گزارش شده است که میزان تخلخل و اندازه حفره‌ها مهم‌ترین عامل تأثیرگذار بر روی رفتار خمشی مواد سلولی و یا ساختارهای متخلخل است. علاوه بر این، ژائو و همکارانش [27] و کویی و همکاران [4] در مطالعه کمانش فوم‌های تقویت شده با گرافن و جداره‌های آلومینیومی پُر شده با فوم‌های آلومینیم نیز نتایج مشابهی را گزارش کرده‌اند. البته، تأثیر میزان تخلخل و اندازه حفره‌ها در رفتار فشاری فوم‌های فولادی تولید شده به روش متالورژی پودر با استفاده از دانه‌های اوره به عنوان فضاساز نیز نشان می‌دهد که افزایش درصد تخلخل تأثیر شدیدی بر روی کاهش ویژگی‌های فشاری دارد و سبب افت مقدار تنش پلاتو و در نتیجه، کاهش میزان جذب انرژی می‌گردد [28].



شکل ۶ نمایش شبکه‌بندی مدل با اندازه المان حفره‌ها ۰/۱ میلی‌متر و بدنه ۰/۳ میلی‌متر

جدول ۳ مقادیر بارهای بحرانی بر حسب نیوتن، مربوط به مدل‌های با تخلخل و شرایط مرزی مختلف

درصد تخلخل	گیردار ـ آزاد	گیردار ـ پین	پین ـ پین
۰	۳۸۸۱	۳۰۷۳۰	۱۵۲۳۶
۵	۳۳۴۹	۲۵۳۶۵	۱۳۴۰۱
۱۰	۲۷۹۶	۲۱۶۰۶	۱۰۷۴۱
۱۵	۲۳۳۲	۱۸۴۷۸	۹۵۰۵
۲۰	۲۰۲۷	۱۶۴۱۹	۹۲۷۱
۳۰	۱۶۰۵	۱۳۱۸۷	۶۶۰۵
۳۷	۱۳۶۶	۱۱۱۷۴	۵۳۰۷
۴۵	۱۱۵۷	۸۷۳۰	۴۴۸۷



شکل ۷ شکل مود اول کمانش مدل ۴۵ درصد (چپ) و صفر درصد (راست) تخلخل در شرایط مرزی: (الف) گیردار ـ آزاد، (ب) پین ـ پین و (پ) گیردار ـ پین

جدول ۴ مقادیر بارهای بحرانی (بر حسب نیوتن) مربوط به مدل بدون تخلخل در هر سه شرط مرزی که از رابطه اویلر و شبیه‌سازی المان محدود به دست آمده‌اند

شرایط مرزی	رابطه اویلر	شبیه‌سازی
گیردار ـ آزاد	۳۸۷۶	۳۸۸۱
گیردار ـ پین	۳۱۶۳۹	۳۰۷۳۰
پین ـ پین	۱۵۵۰۳	۱۵۲۳۶

ارزیابی ضخامت دیواره‌ها در ساختارهای متخلخل فولادی مطالعه شده نشان می‌دهد که افزایش میزان ضخامت تأثیر مستقیم و قابل ملاحظه‌ای بر روی مقادیر بار بحرانی دارد. شبیه‌سازی مدل‌های حاوی ۱۰ و ۳۰ درصد تخلخل از گروه B که ضخامت دیواره‌ای برابر با ۱۰۰ میکرومتر داشتند، نشان داد که نسبت به مدل مشابه خود در گروه A هم تعداد المان بیشتری نیاز دارند و هم در مقادیر بار بحرانی بالاتری دچار کمانش می‌شوند. به طوری که عملکرد مدل حاوی ۳۰ درصد تخلخل با ضخامت دیواره‌ای برابر با ۱۰۰ میکرومتر در شرایط مرزی و بارگذاری یکسان، عملکرد مشابهی با مدل حاوی ۱۵ درصد تخلخل با ضخامت دیواره‌ای برابر با ۱×۱۰^{-۶} متر از خود نشان داد. باید خاطر نشان کرد که در شرایط اعمال بارگذاری فشاری، دیواره‌های حفره‌ها یا سلول‌ها در مقابل بار اعمالی ایستادگی می‌کنند و قاعدتاً افزایش ضخامت دیواره‌ها منجر به تحمل بار بحرانی بیشتری خواهد شد [22].

جمع‌بندی

در این مطالعه سعی شده است از نمونه‌های دارای ساختار متخلخل نزدیک به واقعیت برای شبیه‌سازی رفتار کمانش ساختارهای متخلخل فولادی استفاده شود. این شبیه‌سازی برای اولین بار و برای مدل‌هایی با تخلخل از صفر تا ۴۵ درصد انجام شده است. بررسی شبیه‌سازی رفتار کمانش مدل بدون تخلخل در هر سه شرایط مرزی و مقایسه آن با رابطه اویلر نشان داد بار بحرانی به دست آمده در دو حالت بسیار نزدیک به یکدیگر بودند. اطلاعات ارائه شده در زمینه پارامترهای مدل‌سازی و شبیه‌سازی ارزیابی شده می‌تواند مورد استفاده سایر پژوهشگران قرار گیرد. علاوه بر این، نتایج کلی زیر به دست آمده است:

۱. هرچه مدل‌ها درصد تخلخل بیشتری داشته باشند، تعداد المان‌های بیشتری برای شبکه‌بندی آن‌ها نیاز است.

۲. هر چه مدل‌ها درصد تخلخل بیشتری داشته باشند، بار بحرانی

کمتری را تحمل می‌کنند.

۳. در شرایطی که مدل‌ها دارای قید و بست بیشتری باشند، ظرفیت تحمل بار بحرانی آن‌ها افزایش می‌یابد.

۴. در شرایط یکسانی از اندازه شبکه‌بندی، بارگذاری و شرایط مرزی مدل‌های گروه B (مدل دارای ضخامت دیواره) عملکرد بهتری نسبت به مدل مشابه خود در گروه A در ظرفیت تحمل بار بحرانی داشتند.

۵. پیش‌بینی می‌شود که روند کاهش بار بحرانی برای مدل‌های با درصد تخلخل بالا نیز برقرار باشد؛ همچنین از آنجا که بار بحرانی به شدت وابسته به میزان تخلخل و تعداد حفره‌ها است، اندازه حفره‌ها و نوع پراکندگی آن‌ها تأثیری قابل بررسی داشته باشد.

واژه‌نامه

تئوری تغییر شکل برشی مرتبه اول	First-order shear deformation theory
نویر	Navier
اویلر ـ برنولی	Euler-Bernoulli
ریتز	Ritz
چندجمله‌ای‌های چبیشو	Chebyshev polynomials
روش عددی مربعات تفاضلی تعمیم یافته	Generalized differential quadrature method
مدل گارسون ـ تورگارد ـ نیدلمن	Gurson–Tvergaard–Needleman model
فوم فلزی تدریجی	Functionally graded metal foam

تقدیر و تشکر

مراجع

[1] J. Banhart, “Manufacture, characterization and application of cellular metals and metal foams,” *Progressive Materials Science*, vol. 200, no. 46, pp. 559-632, 2001. https://doi.org/10.1016/S0079-6425(00)00002-5

[2] B. H. Smith, S. Szyniszewski, J. F. Hajjar, B. W. Schafer, and S. R. Arwade, “Steel foam for structures: A review of applications, manufacturing and material properties,” *Journal of Constructional Steel Research*, vol. 71, pp. 1-10, 2012. https://doi.org/10.1016/j.jcsr.2011.10.028

[3] H. P. Degischer and B. Kriszt, “Handbook of Cellular Metals, Production, Processing and Applications,” Weinheim, Germany, Wiley-VCH/Verlag GmbH, 2002. https://doi.org/10.1002/3527600558

[4] G. Cui, L. Meng, and X. Zhai, “Buckling behaviors of aluminum foam-filled aluminum alloy composite columns under axial compression,” *Thin-Walled Structures*, vol. 177, p. 109399, 2022. https://doi.org/10.1016/j.tws.2022.109399

[5] D. Chen, Sh. Rezaei, Ph. L. Rosendahl, B. X. Xu, and J. Schneider, “Multiscale modelling of functionally graded porous beams: Buckling and vibration analyses,” *Engineering Structures*, vol. 266, p. 114568, 2022. https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2022.114568

[6] P. Jasion and K. Magnucki, “Global buckling of a sandwich column with metal foam core,” *Journal of Sandwich Structures & Materials*, Vol. 15, no. 6, pp. 718-732, 2013. https://doi.org/10.1177/1099636213499339

[7] Ph.T. Thang, T. Nguyen-Thoi, D. Lee, J. Kang, and J. Lee, “Elastic buckling and free vibration analyses of porous-cellular plates with uniform and non-uniform porosity distributions,” *Aerospace Science and Technology*, vol. 79, pp. 278-287, 2018. https://doi.org/10.1016/j.ast.2018.06.010

[8] N. Shafiei and M. Kazemi, "Nonlinear buckling of functionally graded nano-/ micro-scaled porous beams," *Composite Structures*, vol. 178, pp. 483-492, 2017. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.07.045

[9] S. Kitipornchai and D. Chen, J. Yang. "Free vibration and elastic buckling of functionally graded porous beams reinforced by graphene platelets," *Materials & Design*, vol. 116, pp. 656-665, 2017. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.12.061

[10] K. Magnucki and P. Stasiewicz, "Elastic buckling of a porous beam," *Journal of theoretical and applied mechanics*, vol. 42, pp. 859-868, 2004.

[11] N. Fouda,T. El-midany, and A. M. Sadoun, "Bending, buckling and vibration of a functionally graded porous beam using finite elements," *Journal of Applied and Computational Mechanics*, vol. 3, pp. 274-282, 2017. https://doi.org/10.22055/jacm.2017.21924.1121

[12] N. D. Nguyen, T. N. Nguyen, T. K. Nguyen, and T. P. VO, "A new two-variable shear deformation theory for bending, free vibration and buckling analysis of functionally graded porous beams," *Composite Structures*, vol. 282, p. 115095, 2022. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2021.115095

[13] N. D. Nguyen and T. N. Nguyen, "Chebyshev polynomial-based Ritz method for thermal buckling and free vibration behaviors of metal foam beams," *Applied Mathematics and Mechanics*, vol. 45, pp. 891-910, 2024. https://doi.org/10.1007/s10483-024-3116-5

[14] H. Tang, L. Li, and Y. Hu, "Buckling analysis of two-directionally porous beam," *Aerospace Science and Technology*, vol. 78, pp. 471-479, 2018. https://doi.org/10.1016/j.ast.2018.04.045

[15] J. Kováčik, L. Marsavina, and E. Linul, "Poisson's ratio of closed-cell aluminium foams," *Materials*, vol. 11, pp. 1904-1915, 2018. https://doi.org/10.3390/ma11101904

[16] H. Sazegaran, A. M. Naserian-Nik, M. R. Akbari, and A. Akbar-Nejad Fogh, "Investigation on the compressive behavior of steel foams manufactured by powder metallurgy route," *Journal of Metallurgical and Materials Engineering*, vol. 32, no. 1, pp. 45-56, 2021. https://doi.org/10.22067/MA.V32I1.79641

[17] A. Garg, H. D. Chalak, L. Li, M.-O. Belarbi, and R. Sahoo, "Vibration and buckling analyses of sandwich plates containing functionally graded metal foam core," *Acta Mechanica Solida Sinica*, vol. 35, pp. 1-16, 2022. https://doi.org/10.1007/s10338-021-00295-z

[18] N. Movahedi, G.E. Murch, I.V. Belova, and T. Fiedler, "Manufacturing and compressive properties of sandwich foam tubes containing metal syntactic foam," *Composite Structures*, vol. 316, p. 117012, 2023. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2023.117012

[19] Ch. Qi, Y. Sun, and Sh. Yang. "A comparative study on empty and foam-filled hybrid material double-hat beams under lateral impact," *Thin-Walled Structures*, vol. 129, pp. 327-341, 2018. https://doi.org/10.1016/j.tws.2018.04.018

[20] M. Tavares, J. M. Weigand , L. C. M. Vieira Jr., S. J. C. Almeida, and S. Szyniszewski, "Mechanical behavior of steel and aluminum foams at elevated temperatures. Local buckling based approach toward understanding of the material system behavior," *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 181, p. 105754, 2020. https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2020.105754

[21] Ch. Reyes, L. Bejar, J. C. Carranza, P. Perez, L. Perez, and I. Alfonso, "DEM-FEM combination for modeling and

simulation of fractal metallic foams," *Materials Today Communication*, vol. 34, p. 105054, 2023. https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.105054

[22] A. Vidwans, P. Trovalusci, N. Fantuzzi, and J. A.F.O. Correia, "Application of column buckling theory to steel aluminium foam sandwich panels," *Structures*, vol. 54, pp. 607-617, 2023. https://doi.org/10.1016/j.istruc.2023.04.112

[23] Ansys® SpaceCliam, Release 2021.

[24] Ansys® Workbench, Release 2021.

[25] F. Beer, E. Johnston, J. DeWolf, and D. Mazurek, "Mechanics of Materials," 8th Edition, McGraw-Hill, 2020.

[26] N. D. Nguyen, V. T. Bui, and T. K. Nguyen, "A modified strain gradient theory for buckling, bending and free vibration behaviors of metal foam microbeams," *Structures*, vol. 64, p. 106533, 2024. https://doi.org/10.1016/j.istruc.2024.106533

[27] K. Gao, H. Huang, Zh. Zou, Zh. Wu, H. Zhu, and J. Yang, "Buckling analysis of multi-span non-uniform beams with functionally graded graphene-reinforced foams," *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 263, p. 108777, 2024. https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2023.108777

[28] H. Sazegaran, "Investigation on production parameters of steel foam manufactured through powder metallurgical space holder technique," *Metals and Materials International*, vol. 27, pp. 3371-3384, 2021. https://doi.org/10.1007/s12540-020-00659-z

Ferdowsi University of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

https://jmme.um.ac.ir

Iron&Steel Society of Iran

Machine Learning-Based Modeling of Metal Additive Manufacturing Processes Using Data Augmentation and Ensemble Learning

Research Article

Nima Ayobi[1], Reza Mahboobi Esfanjani[2], Ahmad Akbari[3], Habib Badri Ghavifekr[4]

DOI: 10.22067/jmme.2025.91745.1177

1- Introduction

In recent years, the demand for manufacturing high-quality components with complex geometries has increased significantly. Conventional manufacturing methods, including casting, forming, and subtractive processes, face limitations in producing intricate geometries. These methods generate substantial waste, require high energy consumption, and are not well-suited for customized or personalized parts. To address these issues, additive manufacturing (AM), commonly known as three-dimensional (3D) printing, has been developed. Among various AM techniques, metal additive manufacturing (MAM) has enabled the production of complex metallic components with high density and strength while minimizing waste. Despite its many advantages, MAM faces commercial challenges such as ensuring quality and process repeatability. To overcome these challenges, accurate mathematical models of MAM processes must be developed. However, due to rapid dynamics, multiple physical phenomena, and parametric uncertainties, process modeling remains a complex task, and traditional models often fail to uncover hidden patterns within the process. To address these issues, data-driven methods—particularly artificial intelligence (AI) and machine learning (ML)—have gained significant attention. ML allows nonlinear modeling and the analysis of multidimensional, complex data, enabling the development of accurate models from process data without explicit programming. This approach not only facilitates fast model development but also provides improved prediction for unseen data, higher accuracy through data augmentation, and lower experimental costs and time. Therefore, ML offers a promising tool for modeling MAM processes. Nonetheless, limitations such as the need for large volumes of high-quality data, model selection, parameter tuning, computational constraints, and issues like overfitting still cause challenges in applying ML to MAM process modeling. To address these issues, this paper proposes a hybrid framework combining data augmentation and ensemble learning as an improved approach for modeling MAM processes. The framework is implemented and evaluated on two key processes: selective laser melting (SLM) and laser direct metal deposition (LDMD).

2- Proposed Framework

In this study, a hybrid framework combining CTGAN-based data augmentation and ensemble learning is employed for modeling MAM processes. The proposed framework consists of two main components: first, process data is collected and pre-processed, after which data augmentation is performed using CTGAN within the Python environment. In the subsequent stage, the augmented data are fed into ML models, thereby enhancing their accuracy and predictive performance. Compared to conventional physics-based and traditional approaches, the proposed framework demonstrates superior capability in modeling the nonlinear and complex nature of AM processes, while also offering significantly higher efficiency and speed than computationally expensive and time-consuming methods such as the finite element method (FEM) or computational fluid dynamics (CFD). These advantages make the framework suitable for industrial applications and real-time applications, including intelligent dimensional control systems. The overall structure of the proposed framework is illustrated in Figure 1.

* Manuscript received January 20, 2025, Revised July 27, 2025, Accepted October 06, 2025.

[1] Ph.D. Candidate, Department of Electrical and Computer Engineering – Control, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran.
[2] Corresponding Author: Professor, Department of Electrical and Computer Engineering – Control, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran. **Email**: mahboobi@sut.ac.ir.
[3] Associate Professor, Department of and Computer Electrical Engineering – Control, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran.
[4] Professor, Department of Electrical and Computer Engineering – Electronics, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran.

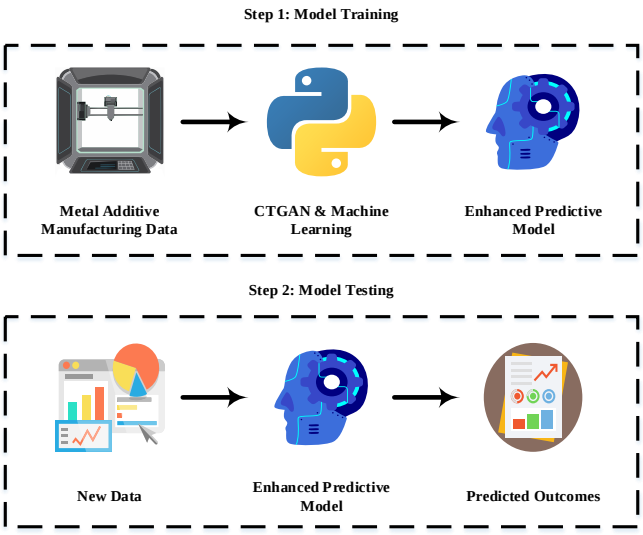


Figure 1. The proposed framework for modeling MAM processes integrates data augmentation and ML.

3- Problem Formulation

In this paper, various ML models were implemented and evaluated for modeling MAM processes. The models include Support Vector Machine (SVM), AdaBoost, Extreme Gradient Boosting (EGB), Decision Tree (DT), Random Forest (RF), Linear and Polynomial, LASSO, and Ridge Regression. Additionally, CTGAN-based data augmentation was employed to expand the dataset and improve model accuracy. Cross-validation was applied to assess prediction accuracy, evaluate performance, and ensure the generalizability of the developed models.

4- Simulation Results

In this section, ML models were implemented and evaluated on two well-known MAM processes to assess their predictive performance for process outputs. In the first case study, corresponding to SLM, models including EGB, RF, RBF, Polynomial Regression, Ensemble learning, and AdaBoost were employed to predict the outputs of density, tensile strength, and hardness of the fabricated parts. The simulation results indicate that applying CTGAN-based data augmentation reduced CV-RMSE by 58% for density, 42% for tensile strength, and 59% for hardness, demonstrating a significant improvement in model prediction accuracy. In the second case study, related to LDMD, models such as EGB, RF, RBF, Polynomial Regression, Ensemble learning, and Ridge Regression were utilized to predict the width, depth, and height of the deposited tracks. The application of CTGAN resulted in reductions in the mean prediction error of 44% for width, 51% for depth, and 49% for height. These findings confirm that the integration of ensemble learning with data augmentation substantially enhances the accuracy and reliability of the models, enabling fast and precise process output predictions in industrial environments. Compared to conventional simulation approaches such as FEM or CFD, the proposed framework achieves significantly higher execution speed and responsiveness without the need for high computational resources or extended run times. Consequently, this approach is more suitable for real-time applications, process control, and industrial production optimization, while also contributing to reduced costs and experimental time. Beyond speed, the proposed framework demonstrates reliable performance under parametric uncertainties and measurement noise, and it can be integrated into real-time intelligent dimensional control systems. Furthermore, it allows the prediction of dimensional deviations during production and provides automated alerts or corrective actions in the event of defects, thereby improving process efficiency. Overall, the combination of ensemble learning and data augmentation enables accurate and cost-effective modeling of complex MAM processes compared to traditional methods.

5- Conclusion

In this paper, several ML methods, including DT, EGB, RBF, AdaBoost, ensemble learning, Polynomial Regression, and RF, were implemented to model two MAM processes: SLM and LDMD. Due to the limited amount of available data, a hybrid approach combining CTGAN-based data augmentation with ensemble learning was adopted, and the models were evaluated using R^2 and CV-RMSE metrics. The simulation results demonstrate that data augmentation improved the predictive performance of the models by an average of 53% for the SLM process and 48% for the LDMD process. The proposed framework enables real-time prediction of process outputs in industrial environments. Compared to finite element simulations, the proposed method is significantly more efficient in terms of both computation time and resource requirements, while also serving as a complementary tool for enhancing existing models. For future work, potential directions include integrating the proposed framework with neural networks, extending it to other metallurgical outputs, developing intelligent dimensional control systems, and applying nature-inspired optimization algorithms such as particle swarm optimization (PSO) to identify optimal operating conditions and minimize energy consumption.

مهندسی متالورژی و مواد، ۳۷، ۱، ۱۴۰۵. (۳۴-۱۳)

مهندسی متالورژی و مواد

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

انجمن آهن و فولاد ایران

مدل‌سازی مبتنی بر یادگیری ماشین فرایندهای ساخت افزایشی فلزی با استفاده از روش‌های داده‌افزایی و یادگیری گروهی*

مقاله پژوهشی

نیما ایوبی [۱] رضا محبوبی اسفنجانی [۲] احمد اکبری [۳] حبیب بدری قویفکر [۴]

DOI: 10.22067/jmme.2025.91745.1177

چکیده *با وجود قابلیت‌های فراوان ساخت افزایشی فلزی، این روش با محدودیت‌هایی از جمله قابلیت تکرارپذیری و تضمین کیفیت قطعات مواجه است. به منظور رفع این محدودیت‌ها به مدل‌سازی دقیق فرایند نیاز است. از طرفی، کارایی روش‌های مدل‌سازی سنتی برای این امر پایین است. یکی از روش‌های جدید مدل‌سازی مبتنی بر داده که امکان کشف الگوهای پنهان در فرایندهای غیر خطی را فراهم می‌کند، یادگیری ماشین است. با وجود مزایای فراوان، به دلیل تعداد محدود داده در فرایند ساخت افزایشی، پیاده‌سازی یادگیری ماشین با مشکلاتی مواجه است. در این مقاله برای رفع این موارد از ترکیب داده‌افزایی و یادگیری ماشین برای مدل‌سازی دو روش شناخته شده ساخت افزایشی فلزی استفاده شده است. نتایج شبیه‌سازی نشان دهنده کارایی روش پیشنهادی در مدل‌سازی مناسب فرایند ساخت افزایشی فلزی است.*

واژه‌های کلیدی ساخت افزایشی فلزی، یادگیری ماشین، داده‌افزایی، یادگیری گروهی، مدل‌سازی.

Machine Learning-Based Modeling of Metal Additive Manufacturing Processes Using Data Augmentation and Ensemble Learning

Nima Ayobi Reza Mahboobi Esfanjani Ahmad Akbari Habib Badri Ghavifekr

Abstract *Although metal additive manufacturing offers many advantages, it is restricted by the repeatability and quality assurance of the produced parts. Accurate mathematical modeling of the process is essential to tackle these limitations. Traditional mathematical modeling approaches are inefficient in describing this complicated system. Machine learning is a novel data-driven modeling approach to discover hidden patterns in nonlinear systems. However, applying this scheme in the metal additive manufacturing process is challenging due to the limited data samples. This paper uses machine learning and data augmentation to tackle the mentioned issues and model two well-known metal additive manufacturing processes. Simulation results demonstrate the effectiveness of the proposed method in modeling the metal additive manufacturing processes.*

Keywords Metal additive manufacturing, Machine learning, Data augmentation, Ensemble learning, Modeling.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۳/۱۱/۱ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۷/۱۴ می‌باشد.

(۱) دانشجوی مقطع دکتری، دانشکده مهندسی برق و کامپیوتر ـ کنترل، دانشگاه صنعتی سهند تبریز، تبریز.

(۲) نویسنده مسئول؛ استاد، دانشکده مهندسی برق و کامپیوتر ـ کنترل، دانشگاه صنعتی سهند تبریز، تبریز

Email: mahboobi@sut.ac.ir

(۳) دانشیار، دانشکده مهندسی برق و کامپیوتر ـ کنترل، دانشگاه صنعتی سهند تبریز، تبریز.

(۴) استاد، دانشکده مهندسی برق و کامپیوتر – الکترونیک، دانشگاه صنعتی سهند تبریز، تبریز.

مقدمه

در سالیان اخیر نیاز به ساخت قطعات با کیفیت و دارای ساختارهای پیچیده بیش از پیش احساس می‌شود. روش‌های تولید سنتی از جمله ریخته‌گری، شکل‌دهی و فرایندهای ساخت کاهشی با محدودیت‌هایی در ساخت شکل‌های پیچیده مواجه هستند. این روش‌ها پسماند فراوانی تولید می‌کنند و مصرف انرژی بالایی دارند. از طرفی روش‌های یاد شده برای ساخت قطعات سفارشی و شخصی‌سازی شده مناسب نیستند و از نظر اقتصادی برای نمونه‌سازی کارایی ندارند. برای رفع این مشکلات روش‌های ساخت افزایشی توسعه داده شده‌اند. ساخت افزایشی عبارت رسمی و تخصصی برای فرایند نمونه‌سازی سریع است و در عموم از آن به عنوان فناوری چاپ سه‌بعدی یاد می‌شود [1]. از بین روش‌های نمونه‌سازی سریع، ساخت افزایشی فلزی که با استفاده از آن می‌توان قطعات با ساختار پیچیده را از آلیاژهای فلزی مختلف تولید کرد، مورد توجه واقع شده است. در صورت نیاز می‌توان با استفاده از ساخت افزایشی فلزی قطعات فرسوده و معیوب را که در طول زمان دچار خرابی شده‌اند نیز تعمیر کرد. امکان ساخت قطعات با چگالی و استحکام بالا با کمترین میزان تولید پسماند به وسیله این فرایندها ممکن شده است [2].

با وجود مزایای فراوانی که ساخت افزایشی فلزی دارد، روش مذکور در سطح تجاری مشکلاتی از جمله تضمین کیفیت بالا و تکرارپذیری دارد. مدل‌سازی این فرایندها برای بررسی اثر پارامترهای مختلف روی خروجی و حفظ برخی ویژگی‌های قطعه ساخته شده، چالشی است. پارامترهایی مانند تخلخل، چگالی و کیفیت سطح برای ساخت قطعات با کیفیت باید در یک بازه مشخص حفظ شوند. پارامترهای متعددی مانند ویژگی‌های ماده، تنظیمات دستگاه و پایداری فرایند روی کیفیت قطعه اثرگذار هستند؛ بنابراین مدل‌سازی ریاضی این فرایندها چالشی است. مدل‌های فیزیکی و سنتی ارائه داده شده برای این فرایندها اغلب بسیار پیچیده هستند و به منابع محاسباتی قدرتمندی برای حل آن‌ها احتیاج است. این نوع مدل‌سازی اغلب توانایی آشکارسازی الگوهای پنهان در فرایند به دلیل وقوع دینامیک‌های سریع و وجود پدیده‌های مختلف فیزیکی را ندارد. همچنین مدل‌سازی فیزیکی با ساده‌سازی در روابط همراه است که روی دقت پیش‌بینی خروجی اثر نامطلوبی دارد. از طرفی در حضور نامعینی کارکرد مدل‌سازی فیزیکی دچار مشکل می‌شود [3]. امروزه برای غلبه بر مشکلات مدل‌سازی در فرایندهای پیچیده و غیر خطی مانند ساخت افزایشی فلزی از روش‌های مبتنی بر داده یا ترکیبی از این روش‌ها با مدل‌سازی فیزیکی استفاده می‌شود. از میان این روش‌ها هوش مصنوعی و زیرشاخه شناخته شده آن یعنی یادگیری ماشین کارایی بالایی در زمینه مدل‌سازی غیر خطی دارند. در این میان ساخت افزایشی نیز به عنوان یک روش ساخت و تولید مدرن مطرح شده و ترکیب آن با هوش مصنوعی به عضو جدانشدنی زنجیره‌های تأمین و تولید کارخانه‌ها مبدل شده است [4]. یادگیری ماشین، توانایی یادگیری از داده‌های ورودی را بدون برنامه‌ریزی آشکار و صریح برای کامپیوتر فراهم می‌کند. استفاده از این روش نسبت به روش‌های مدل‌سازی سنتی ساده‌تر است و به سرعت می‌توان مدل‌های مختلفی برای داده‌های ورودی توسعه داد [5]. داده‌های حاصل از خروجی فرایندهای ساخت افزایشی چندبعدی، پیچیده و غیر خطی هستند. بر خلاف روش‌های داده‌کاوی و یادگیری ماشین، رگرسیون‌های ساده و سنتی توانایی کشف الگوهای پنهان میان متغیرهای فرایند را ندارند. این مورد در حضور نامعینی پارامتری، نویز اندازه‌گیری و عدم تعادل داده‌های به دست آمده که در ساخت افزایشی رایج است، بیشتر نمایان می‌شود. سرعت توسعه مدل‌های یادگیری ماشین بسیار بالاتر هستند و به راحتی می‌توان از میان مدل‌های توسعه یافته بهترین مدل را انتخاب کرد؛ به خصوص در مورد داده‌هایی که تا کنون مدل ندیده‌اند امکان ارائه پیش‌بینی‌های دقیق‌تری وجود دارد. همچنین ابزارهای موجود در این حوزه از جمله داده‌افزایی، توانایی بالایی در افزایش دقت مدل‌ها و صرفه‌جویی در هزینه و زمان دارند و امکان مدل‌سازی تطبیقی را فراهم می‌کنند. استفاده همزمان از داده‌افزایی و یادگیری ماشین سبب افزایش چشمگیر دقت مدل‌های ارائه داده شده می‌شود، امری که با رگرسیون‌های ساده امکان‌پذیر نیست. امروزه از هوش مصنوعی و یادگیری ماشین در زمینه‌های مختلف مهندسی استفاده می‌شود [6-9]. در ساخت افزایشی نیز از یادگیری ماشین برای پیش‌بینی کیفیت و ابعاد قطعات ساخته شده [10]، تعیین پارامترهای بهینه برای تضمین کیفیت قطعه در فرایند بستر پودر لیزری [11]، پیش‌بینی دمای حوضچه مذاب در فرایند DED [12] و کنترل زمان حقیقی فرایند ساخت فیلامان ذوبی [13] استفاده شده است. به طور کلی کاربردهای یادگیری ماشین در ساخت افزایشی شامل بهینه‌سازی پارامترهای فرایند، پیش‌بینی ویژگی‌ها و کیفیت قطعه، تشخیص خرابی، کنترل حلقه بسته فرایندها، برآورد هزینه تولید قطعات و بهینه‌سازی ساختار می‌باشند [14]. با وجود مزایای فراوان ذکر شده برای یادگیری ماشین روش‌های

مذکور با چند محدودیت مواجه هستند. این روش‌ها برای اجرای مناسب و داشتن دقت بالا در پیش‌بینی مقادیر جدید نیاز به تعداد زیادی داده دارند. به عبارتی ماشین برای یادگیری رفتار فرایند نیاز به داده‌های با کیفیت و بدون نویز با تعداد بالا دارد. همچنین انتخاب مدل مناسب و تنظیم پارامترهای مدل انتخابی نیز امری چالش‌انگیز است. از طرفی ادوات محاسباتی و پردازنده‌های موجود توان محاسباتی و پردازشی محدودی دارند. بنابراین استفاده از مدل‌های پیچیده می‌تواند سبب افزایش بی‌رویه بار محاسباتی شود و مشکلاتی از جمله بیش‌برازش را در این مدل‌ها ایجاد کند [15]. در برخی از کاربردهای یادگیری ماشین مانند پردازش تصویر و پردازش سیگنال‌های صوتی تعداد زیادی داده برای آموزش الگوریتم در دسترس هستند. با این وجود در تعدادی از کاربردهای علم مواد از جمله ساخت افزایشی امکان گرفتن هزاران نمونه داده از فرایند وجود ندارد. انجام این کار مستلزم صرف هزینه و زمان بسیار زیاد است و از لحاظ اقتصادی مقرون به صرفه نیست. همچنین هر چه مدل‌های ارائه داده شده برای مدل‌سازی این فرایندها دقیق‌تر باشد، نیاز به انجام آزمایش‌های پرهزینه برای گرفتن نتایج خروجی مرتفع می‌گردد [16].

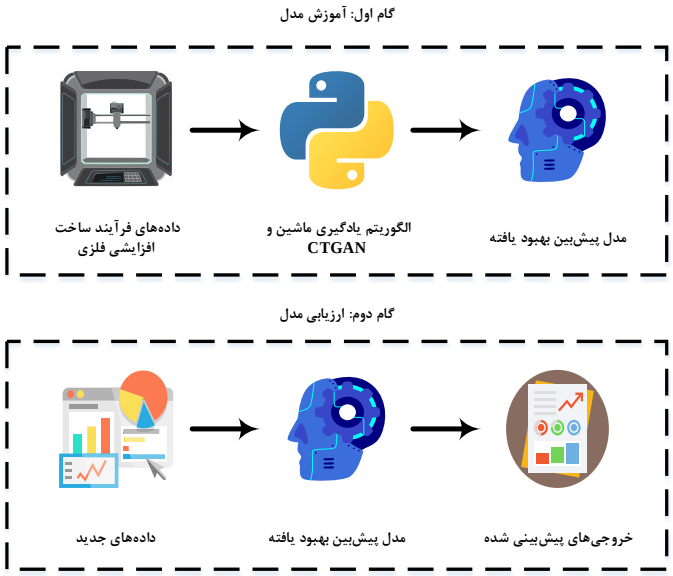
به منظور استفاده از روش‌های یادگیری ماشین برای مدل‌سازی این فرایندها باید درجه و پارامترهای مدل را به صورت مناسب انتخاب کرد. از طرفی با استفاده از تکنیک‌های موجود مانند یادگیری انتقالی یا داده‌افزایی می‌توان مشکل کمبود داده‌ها را به صورت نرم‌افزاری مرتفع کرد. برای رفع مشکلات یاد شده در این مقاله از ترکیب داده‌افزایی و یادگیری گروهی به منظور ارائه یک مدل بهبود یافته برای مدل‌سازی فرایندهای ساخت افزایشی فلزی استفاده شده است. به منظور ارزیابی دقیق کارایی چهارچوب پیشنهادی، چندین مدل یادگیری ماشین برای دو نوع فرایند ساخت افزایشی فلزی از جمله ذوب لیزری انتخابی (SLM) و رسوب‌گذاری مستقیم فلز لیزری (LDMD) استفاده شده است. مدل‌های ارائه داده شده قبل و بعد از اعمال داده‌افزایی به وسیله معیارهای آماری ارزیابی شده‌اند. با مقایسه مدل‌های موجود می‌توان بهترین رهیافت را برای مدل‌سازی هر فرایند انتخاب کرد. روش موجود امکان ترکیب با سایر روش‌های مبتنی بر داده را نیز دارد و می‌تواند در جهت افزایش کارایی و بهبود عملکرد این روش‌ها از جمله شبکه عصبی استفاده شود.

مقاله به این شرح ساختار بندی شده است: در بخش دوم، چهارچوب پیشنهادی به تفصیل مورد بررسی قرار داده می‌شود. در بخش سوم، فرمول‌بندی ریاضی و روش‌های مورد استفاده برای پیاده‌سازی چهارچوب پیشنهادی در قالب الگوریتم و معادلات ریاضی بیان می‌شوند. در بخش چهارم، نتایج شبیه‌سازی در محیط پایتون و پیاده‌سازی الگوریتم‌ها برای چهارچوب پیشنهادی تحلیل می‌شود و در بخش پنجم و پایانی مقاله نتیجه‌گیری انجام می‌شود.

چهارچوب پیشنهادی

در این مقاله از ترکیب داده‌افزایی به روش CTGAN و یادگیری گروهی برای مدل‌سازی فرایندهای ساخت افزایشی فلزی استفاده شده است. مطابق با شکل (۱) چهارچوب پیشنهای شامل دو قسمت اصلی است. در قسمت اول داده‌های حاصل از فرایند ساخت افزایشی فلزی جمع‌آوری می‌شود و پس از آماده‌سازی‌های اولیه داده‌افزایی روی آن‌ها اجرا می‌شود. در این قسمت الگوریتم CTGAN که در محیط پایتون پیاده‌سازی شده است، توزیع داده‌های اصلی را یاد می‌گیرد. در گام بعدی این الگوریتم بر اساس توزیع داده‌های اصلی شروع به اجرای فرایند داده‌افزایی می‌کند. پس از اجرای این مرحله داده‌های جدید که تعدادشان از نمونه‌های اولیه بیشتر است برای آموزش مدل پیش‌بینی بهبود یافته مورد استفاده قرار داده می‌شوند. در صورت استفاده از مدل‌هایی با درجه مناسب و یادگیری گروهی می‌توان کارایی مدل را تا حد زیادی بهبود بخشید.

در این مقاله، بر اساس داده‌های ورودی و خروجی، نگاشتی بین پارامترهای ورودی (ویژگی‌ها) و خروجی مطلوب فرایند (Target) به فرم یک مسئله رگرسیون برقرار می‌شود. بنابراین مدل ایجاد شده جزو زیرشاخه یادگیری نظارت شده از روش‌های یادگیری ماشین دسته‌بندی می‌شود. در بخش دوم نیز مدل‌های ارائه داده شده مورد ارزیابی قرار داده شده و با استفاده از معیارهای آماری، کارایی آن‌ها مورد بررسی قرار داده می‌شود. بعد از انتخاب بهترین مدل ممکن می‌توان از آن برای پیش‌بینی دقیق مقادیر خروجی فرایند در مواجهه با داده‌های ورودی جدید استفاده کرد.



شکل ۱ چهارچوب پیشنهادی برای مدل‌سازی فرایند ساخت افزایشی فلزی با تلفیق داده‌افزایی و یادگیری ماشین

چهارچوب پیشنهادی نسبت به روش‌های مدل‌سازی فیزیکی و سنتی توانایی بیشتری در مدل‌سازی فرایند غیرخطی و پیچیده ساخت افزایشی فلزی دارد. از طرفی مدل به دست آمده از سرعت اجرا و پاسخ‌دهی بسیار بیشتری نسبت به شبیه‌سازی‌های صورت گرفته با روش المان محدود یا دینامیک سیالاتی محاسباتی برخوردار است. روش‌های مذکور نیازمند توان محاسباتی بالا و صرف زمان زیاد و چندین ساعته برای حل مدل هستند، در صورتی که در محیط‌های صنعتی رسیدن به یک تخمین دقیق از خروجی فرایند در مدت زمان محدود مورد نیاز است. با تنظیم درست پارامترهای مدل یادگیری ماشین می‌توان در زمان بسیار کوتاه‌تری نسبت به روش‌های فیزیکی و المان محدود به تخمین خروجی دست یافت. در نتیجه رهیافت ارائه شده برای کاربردهای زمان - حقیقی و کنترل این فرایندها در محیط‌های صنعتی انتخاب بهتری است. روش پیشنهادی با توجه به کارایی بالا در برابر نامعینی‌های پارامتری و نویز اندازه‌گیری توانایی تلفیق با فرایند را برای ایجاد یک سامانه هوشمند کنترل ابعادی زمان ـ واقعی دارد. چهارچوب پیشنهادی می‌تواند به صورت یک سامانه نرم‌افزاری انحرافات ابعادی قطعه نهایی را پیش‌بینی کند. این سامانه توانایی تخمین دقیق وضعیت ابعادی قطعه حین تولید را دارد و در صورت وقوع نقص در قطعه یا وقوع عیب در سنسورها هشدار صادر می‌کند یا اصلاح خودکار انجام می‌دهد. در نتیجه عملکرد دستگاه بهبود می‌یابد و با تشخیص عیوب در حین تولید می‌توان در مواد و هزینه‌ها صرفه‌جویی کرد.

فرمول‌بندی مسئله

بر اساس مسئله و اهداف تعیین شده برای آن باید الگوریتم‌های یادگیری ماشین مناسب را انتخاب کرد. با توجه به اینکه مسائل مورد بررسی در این مقاله دارای تعداد داده‌های محدود در مقیاس یادگیری ماشین هستند، انتخاب مدل مناسب سرراست نیست. مدل‌های انتخابی باید حداکثر کارایی را با حداقل درجه مدل داشته باشند تا بتوانند در پیش‌بینی داده‌های جدید عملکرد مناسبی داشته باشند. در این بخش مدل‌های یادگیری ماشینی که در این مقاله مورد استفاده قرار داده شده‌اند به وسیله معادلات ریاضی حاکم بر الگوریتم‌ها توضیح داده خواهند شد.

ماشین بردار پشتیبان

در یک فضای با ابعاد بزرگ این روش یک ابر صفحه یا گروهی از آن‌ها را ایجاد می‌کند. ابر صفحه ساخته شده با بیشترین فاصله از داده‌های آموزش در هر کلاس، یک جداساز قوی می‌شود. هر چه حاشیه ایجاد شده بزرگ‌تر باشد خطای تعمیم الگوریتم به داده‌های جدید کمتر می‌شود. روش یاد شده در فضاهای با ابعاد بالا کارایی مناسبی دارد و بنا به نوع توابع ریاضی استفاده شده که از آن‌ها تحت عنوان هسته یاد می‌شود، می‌تواند رفتار متفاوتی

داشته باشد [17]. روش یاد شده توابع رگرسیون تقریب زده شده را با استفاده از معادلات خطی با ابعاد بالا مقداردهی اولیه می‌کند. این معادلات را می‌توان به شکل معادله (۱) ارائه کرد:

$$y = w\varphi(x) + b \quad (۱)$$

که در آن $b, y, x, \varphi(x), w$ به ترتیب ضریب اصلی، ویژگی فضای ابعادی، ورودی، خروجی و بایاس هستند. متغیرهای یاد شده را می‌توان بعد از ساده‌سازی معادله (۲) که از آن به عنوان معادله ریسک تنظیم شده یاد می‌شود تقریب زد [18].

$$R = \frac{\| w \|^2}{2} + C\sum_{i=1}^{n} L_\varepsilon\,(x_i, y_i, f_1) \quad (۲)$$

که در آن

$$L_\varepsilon(x_i, y_i, f_1) = \begin{cases} |y_i - f(x_i)| - \varepsilon, & |y_i - f(x_i)| \geq \varepsilon \\ 0, & \text{otherwise} \end{cases} \quad (۳)$$

در اینجا $\frac{\|w\|^2}{2}$ عبارت تنظیم است و از آن به عنوان معیاری برای سنجش سادگی مدل استفاده می‌شود. C پارامتر تنظیم‌گری است که بین سادگی مدل و خطای آموزش مصالحه ایجاد می‌کند. ε اندازه مسیر و عبارت $L_\varepsilon(x_i, y_i, f_1)$ تابع زیان غیر حساس به ε است و خطاهای بزرگ‌تر از ε را جریمه می‌کند [19].

یادگیری گروهی

یادگیری گروهی رهیافتی است که اغلب از آن برای تلفیق دو یا چند الگوریتم یادگیری ماشین با هم استفاده می‌شود. با این روش می‌توان بازدهی و کارایی بیشتری نسبت به همان الگوریتم‌های یادگیری ماشین به صورت تکی حاصل کرد. یادگیری گروهی ابزاری مناسب برای پیاده‌سازی بهینه یادگیری ماشین برای مسائل با داده‌های محدود است. امروزه محققان، اغلب از یادگیری گروهی و یادگیری عمیق برای ایجاد مدل‌های بهینه با قابلیت تعمیم به داده‌های جدید استفاده می‌کنند. مدل‌های به دست آمده با این روش قوام و عملکرد بهتری دارند. یادگیری گروهی اغلب به سه دسته تقویت کردن، بسته‌بندی و انباشته کردن تقسیم می‌شوند. روش‌های EGB و AdaBoost از نوع روش‌های تقویت کردن هستند. الگوریتم شناخته شده جنگل تصادفی نیز از نوع روش‌های بسته‌بندی است [20]. در این بررسی از الگوریتم AdaBoost و EGB برای بهبود کارایی پیش‌بینی مقادیر جدید استفاده شده است. جزئیات مربوط به این دو روش در مراجع کتابخانه Scikit Learn قابل دسترسی است.

مدل‌سازی مبتنی بر درخت تصمیم

درخت تصمیم روشی شناخته شده و از دسته یادگیری نظارت شده بدون متغیر است که در مسائل رگرسیون و دسته‌بندی کاربرد دارد. نمونه‌های ورودی به وسیله ساختاری درخت مانند شامل ریشه و برگ دسته‌بندی می‌شوند. نمونه‌ها با بررسی ویژگی‌های تعریف شده توسط گره‌های درخت دسته‌بندی می‌شوند. در نهایت نمونه‌ها به گره برگ می‌رسند و در آن ارزش کلاس داده‌ها بر اساس مقدار میانگین نمونه‌های خروجی که دسته‌بندی شده‌اند محاسبه می‌شود. برای تقسیم داده‌ها متداول‌ترین روش استفاده از شاخص Gini، ناخالصی Gini و شاخص بی‌نظمی (Entropy) برای به دست آوردن اطلاعات است. معادلات ریاضی این روش به فرم معادلات (۴) و (۵) قابل بیان هستند.

$$\textbf{Entropy}: H(x) = -\sum_{i=1}^{n} p(x_i)\log_2 p(x_i) \quad (۴)$$

$$\textbf{Gini}(\varepsilon) = 1 - \sum_{i=1}^{c} p_i^2 \quad (۵)$$

که در معادلات بالا از Entropy به عنوان شاخصی برای اندازه‌گیری شاخص بی‌نظمی یا عدم قطعیت در مجموعه داده‌ها یا سیستم استفاده می‌شود. به عبارتی از این شاخص برای ارزیابی کیفیت مدل و توانایی آن برای تولید پیش‌بینی‌های دقیق استفاده می‌شود. عدم قطعیت یا ناخالصی به عنوان حاصل جمع لگاریتم احتمال با مبنای ۲ برای یک دسته از داده‌ها یعنی p_i ضربدر احتمال آن‌ها تعریف می‌شود. شاخص i بیانگر تعداد دسته‌های امکان‌پذیر در میان داده‌هاست. از شاخص Gini نیز برای ارزیابی میزان ناخالصی یا مخلوط‌شدگی مجموعه داده‌ها استفاده می‌شود. در معادله (۵) عبارت p_i احتمال وقوع یک گروه مشخص از داده‌ها است و این حاصل جمع برای تمامی گروه‌های موجود در داده‌ها پیاده‌سازی می‌شود. جنگل تصادفی یکی دیگر از روش‌های متداول یادگیری ماشین مبتنی بر درخت می‌باشد که درواقع، تعمیم یافته حالت یادگیری گروهی درخت تصمیم می‌باشد. این روش از گروهی موازی از تقسیم‌کننده‌های درخت تصمیم در ترکیب با زیرنمونه‌ها استفاده می‌کند. سپس از رأی‌گیری تجمعی یا میانگین‌گیری برای محاسبه نتیجه نهایی

استفاده می‌شود. به این ترتیب این روش می‌تواند کارایی مدل را بهبود دهد و از بیش‌برازش الگوریتم جلوگیری کند [17].

رگرسیون خطی و چندجمله‌ای

در رگرسیون خطی متغیر وابسته پیوسته است و متغیر مستقل می‌تواند پیوسته یا گسسته باشد. این روش یک رابطه ریاضی بین متغیر وابسته y و یک یا چند متغیر مستقل x به وسیله بهترین برازش با یک خط مستقیم برقرار می‌کند. این روند را می‌توان به صورت معادلات زیر بیان کرد:

$$y = a + bx + e \quad (۶)$$

$$y = a + b_1x_1 + b_2x_2 + \cdots + b_nx_n + e \quad (۷)$$

که در معادلات بالا a عرض از مبدا، b شیب خط و e مقدار خطاست. رگرسیون چندجمله‌ای در مسائلی استفاده می‌شود که رابطه بین x و y به شکل معادلات چندجمله‌ای مبتنی بر x با درجه n می‌باشد. رابطه مربوط را می‌توان از معادله رگرسیون خطی با تعریف درجه متغیر مستقل برابر با ۱ به دست آورد. معادلات رگرسیون چند جمله‌ای به شکل زیر قابل تعریف هستند.

$$y = b_0 + b_1x + b_2x^2 + b_3x^3 + \cdots + b_nx^n + e \quad (۸)$$

که در معادله (۸)، $y, b_0, b_1, \dots, b_n, x$ به ترتیب متغیرهای وابسته، ضرایب رگرسیون و متغیر مستقل هستند [17].

رگرسیون LASSO و Ridge

این روش‌ها توانایی بالایی برای جلوگیری از بیش برازش دارند؛ پیچیدگی مدل را کاهش می‌دهند و توانایی تعمیم به داده‌های جدید مدل را بهبود می‌دهند. روش LASSO از تنظیم‌گری L1 در تلفیق با جمع‌شدگی برای جریمه کردن مقادیر مطلق ضرایب استفاده می‌کند. بنابراین با این روش می‌توان تعداد ویژگی‌های مدل را کاهش داد و زیرمدل پیش‌بینی با کمترین مقدار خطای پیش‌بینی را به دست آورد. از طرفی رگرسیون Ridge از تنظیم‌گری L2 که به عنوان مربع اندازه ضرایب تعریف می‌شود استفاده می‌کند. این کار سبب می‌شود که ضرایب و وزن‌های به دست آمده کوچک شوند ولی صفر نشوند. در حالت کلی روش LASSO توانایی بسیار بالایی در به دست آوردن زیرگروهی از پیش‌بینی‌ها با حذف ویژگی‌های غیر ضروری دارد. در طرف دیگر روش Ridge زمانی کاربردی است که داده‌های ورودی هم خطی چندگانه با سایر پیش‌بین‌های موجود داشته باشند [17].

داده‌افزایی به روش CTGAN

در برخی از فرایندهای دنیای واقعی که بیشتر حاصل از فرایندهای فیزیکی و شیمیایی هستند تعداد داده‌های در دسترس محدود هستند. این امر سبب ایجاد محدودیت در به کارگیری روش‌های هوش مصنوعی برای این دسته از فرایندها می‌شود [21]. تعداد داده کم با کیفیت پایین می‌تواند ضعف بزرگی برای یادگیری ماشین باشد و سبب کاهش دقت و بازدهی شود. یکی از روش‌های شناخته شده برای بهبود دقت روش‌های مبتنی بر داده به خصوص در داده‌های با تعداد نمونه محدود داده‌افزایی می‌باشد. استفاده از این روش باعث می‌شود که از تعداد داده محدود در دسترس داده‌های بیشتری با همان توزیع تولید شود و در نتیجه مشکل بیش‌برازش تا حد زیادی مرتفع گردد [22].

عمده کاربرد داده‌افزایی برای افزایش تعداد داده در روش‌های قابل پیاده‌سازی در هوش مصنوعی از جمله یادگیری ماشین و شبکه عصبی است. علاوه بر افزایش تعداد داده محدود می‌توان از داده‌افزایی برای تبدیل تعداد نمونه زیاد به نمونه‌های حجیم برای استفاده در یادگیری عمیق و مدل‌های با درجات بالاتر استفاده کرد [23-27]. از روش‌های متداول داده‌افزایی می‌توان به دو روش GAN و VAE اشاره کرد که روش‌های مذکور برای مسائل رگرسیون و دسته‌بندی پیاده‌سازی شده‌اند. پس از یادگیری توزیع نمونه‌ها توسط الگوریتم داده‌افزایی، داده‌های با تعداد و کیفیت بالا بر اساس توزیع اولیه توسط الگوریتم تولید می‌شوند.

در این مقاله از روش CTAGN که در [28] توسط Xu و همکاران ارائه داده شده است برای پیاده‌سازی روش داده‌افزایی استفاده شده است. روش استفاده شده نسبت به سایر روش‌های مورد استفاده در این حوزه مانند MedGAN [29]، VeeGAN [30] و TableGAN [31] کارایی بهتری دارد. الگوریتم پیشنهادی از روش‌های مبتنی بر GAN است و از آن برای مدل‌سازی و داده‌افزایی داده‌هایی که به فرم جدول هستند، استفاده می‌شود. این روش بر اساس یک مولد شرطی شکل داده می‌شود و سپس توسط یک روش نمونه‌برداری آموزش داده می‌شود. نمای کلی

روش CTGAN در شکل (۲) نمایش داده شده است. قسمت مولد شرطی باید توزیع داده شرطی داده‌های واقعی را یاد بگیرد که به صورت رابطه (۹) قابل بیان است:

$$P_G(row|D_{i^*} = k^*) = P(row|D_{i^*} = k^*) \quad (۹)$$

که در آن row ردیفی از توزیع داده‌های نمونه‌برداری شده می‌باشد. در گام بعدی توزیع اصلی داده‌ها را می‌توان به صورت زیر بازتولید کرد:

$$P(row) = \sum_{k \in D_{i^*}} P_G(row|D_{i^*} = k^*)P(D_{i^*} = k) \quad (۱۰)$$

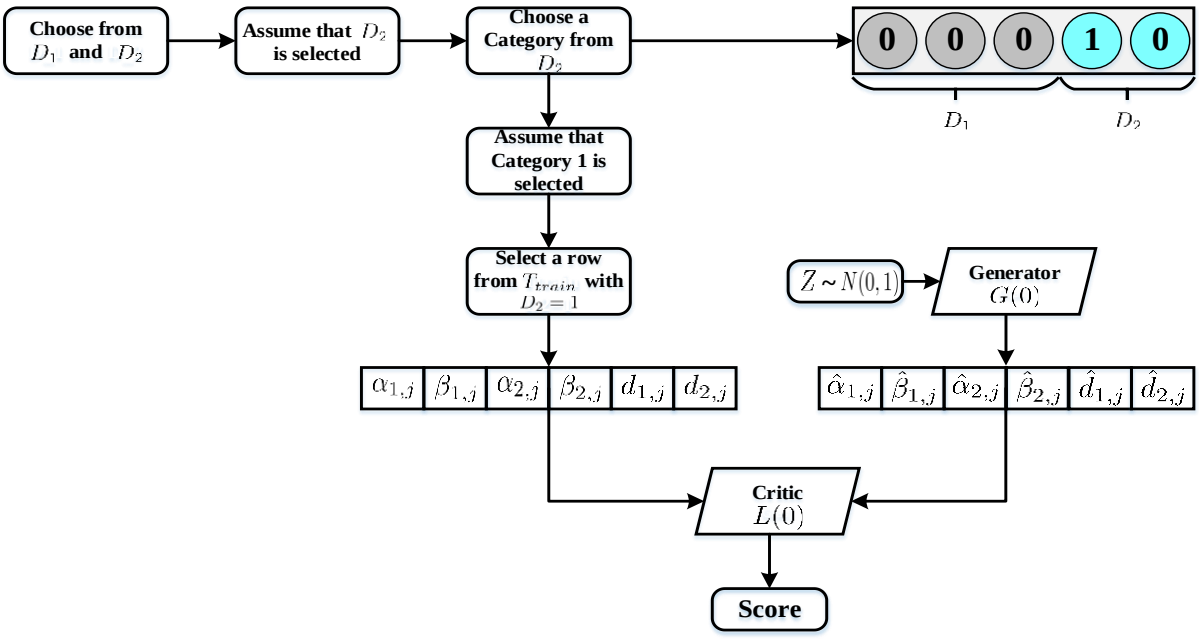
راه حل این مسئله شامل سه مرحله اصلی بردار شرطی، کاهش مولد و بخش آموزش با نمونه‌برداری است. در بخش بردار شرطی، بردار cond به عنوان روالی برای طراحی شرط $(D_{i^*} = k^*)$ بیان می‌شود. توجه داشته باشید که تمامی ستون‌های گسسته $D_1, \dots, D_{N_d}$ در نهایت تبدیل به بردارهای وان ـ هات $d_1, \dots, d_{N_d}$ می‌شوند به نحوی که بردار وان ـ هات iام برای تمامی مقادیر $k = 1, \dots, |D_i|$ برابر است با $d_i = [d_i^{(k)}]$. فرض کنید $m_i = [m_i^{(k)}]$ برای مقادیر $k = 1, \dots, |D_i|$ iامین بردار پوششی متناظر با بردار وان‌هات iام برای d_i باشد. بنابراین شرط مربوط را می‌توان به صورت بردارهای پوششی به فرم معادله (۱۱) ارائه داد:

$$m_i^{(k)} = \begin{cases} 1, & \text{if } i = i^* \text{ and } k = k^* \\ 0, & \text{otherwise.} \end{cases} \quad (۱۱)$$

سپس بردار cond را می‌توان به فرم زیر نشان داد:

$$cond = m_1 \oplus \dots \oplus m_{N_d} \quad (۱۲)$$

پس از ارائه بردار شرطی نوبت به بررسی مولد کاهشی می‌رسد. مولد شرطی توانایی ساختن هر گروهی از بردارهای وان ـ هات را به فرم $\hat{d}_1, \dots, \hat{d}_{N_d}$ دارد. به ویژه با شرط $(D_{i^*} = k^*)$ که برای بردار cond در نظر گرفته شده است هیچ عاملی توانایی جلوگیری از تولید $\hat{d}_{i^*}^{(k)}$ یا $\hat{d}_{i^*}^{(k^*)}$ برای مقادیر $k \neq K^*$ در مسیر مستقیم را ندارد. این روال به این دلیل طراحی شده است که مولد شرطی را مجبور کند که $\hat{d}_{i^*} = m_{i^*}$ را برای جریمه کردن کاهش به وسیله اضافه کردن آنتروپی متقاطع به تمامی نمونه‌های بین m_{i^*} و d_{i^*} بسازد. بنابراین در حالی که روند آموزش ادامه می‌یابد مولد یاد می‌گیرد که یک نسخه مشابه و دقیق از m_{i^*} متناظر را برای d_{i^*} ایجاد کند.



شکل ۲ ساختار کلی روش CTGAN [28]

الگوریتم ۱ فرایند آموزش و نمونه‌برداری پیاده‌سازی شده در CTGAN [28]

Input: The distribution of real data
Output: $\hat{\tau} = P_G(row|D_{i^*})$; The conditional generator

while 1 **do**
Step 1
for $i = 1{:}\,1{:}\,N_d$ **do**
Generate mask vectors $m_i = \left[m_i^{(k)}\right]_{k=1,\ldots,|D_i|}$ with zero elements
end

Step 2
Choose a discrete column D_i randomly from entire N_d discrete columns with uniform distribution

Step 3
Generate PMF across a range of values of the column picked in **Step 2**

Step 4
k^*picked up uniformly following PMF of **Step 3**

Step 5
Set the k^*th component of the i^* mask to 1, $(m_{i^*}^{(k^*)} \leftarrow 1)$

Step 6
$cond = m_1 \oplus \ldots m_{i^*} \oplus m_{N_d}$
end

در گام بعدی آموزش به وسیله نمونه‌برداری پیاده‌سازی می‌گردد. خروجی تولید شده به وسیله مولد شرطی باید به وسیله قسمت critic که فاصله بین توزیع شرطی یادگرفته شده $P_g(row|cond)$ و توزیع شرطی روی داده‌های واقعی یعنی $P(row|cond)$ را تخمین می‌زند مورد ارزیابی قرار داده شود. داده‌های آموزش واقعی و تولید بردار cond باید به بخش critic برای تخمین فاصله کمک کنند. با نمونه‌برداری درست و اصولی از بردار cond و داده‌های ورودی مدل تولید شده می‌تواند تمامی مقادیر ممکن را در ستون‌های گسسته بررسی کند. روند کلی و مراحل پیاده‌سازی رهیافت پیاده‌سازی شده در این مقاله در الگوریتم (۱) ارائه داده شده است. قابل ذکر است الگوریتم CTGAN نیازی به نرمال‌سازی داده‌ها به صورت معمول و دستی ندارد. الگوریتم یاد شده به وسیله نرمال‌سازی ویژگی‌های پیوسته، تبدیل داده‌ها به فضای توزیع نرمال شده و one-hot encoding این کار را به صورت خودکار انجام می‌دهد.

معیارهای آماری ارزیابی

یکی از روش‌های متداول در یادگیری ماشین برای ارزیابی دقت مدل روش اعتبارسنجی متقابل است. این روش اغلب سبب بهبود کارایی مدل در تعمیم به ورودی‌های جدید می‌شود و از مشکل بیش‌برازش جلوگیری می‌کند. بیش‌برازش سبب می‌شود که مدل به خوبی به داده‌های در دسترس و اندازه‌گیری شده از فرایند، برازش شود ولی در مقابله با داده‌های جدید دقت مدل نامطلوب خواهد بود. با این روش می‌توان داده‌های ورودی را به صورت تصادفی به چندین زیرگروه تقسیم کرد و به صورت تکراری مدل را ارزیابی کرد. خطای نهایی از میانگین تمامی خطاهای محاسبه شده به دست می‌آید. اگر تعداد داده‌ها کم باشد می‌توان هر داده را به عنوان یک زیرگروه انتخاب کرد و بنابراین به تعداد داده‌ها زیرگروه خواهیم داشت. بیان ریاضی این معیار آماری را می‌توان به صورت زیر نشان داد:

$$\mathrm{CV-RMSE_{(n)}} = \frac{1}{\mathrm{n}}\sum_{\mathrm{i=1}}^{\mathrm{n}} \mathrm{RMSE_i} \qquad (۱۳)$$

که در آن $\mathrm{RMSE_i}$ برای زیرگروه اعتبارسنجی محاسبه می‌شود [17]. در کنار مفهوم بیش‌برازش، مفهوم دیگری تحت عنوان بیش‌آموزش وجود دارد که به نوعی این دو مفهوم مترادف هم هستند. دو مفهوم یاد شده به معنی ایجاد حافظه ماشینی به جای درک روند می‌باشند. در صورت استفاده از یادگیری

گروهی، خطاهای خاص هر مدل توسط مدل‌های دیگر خنثی می‌شود و مدل‌های بیش‌برازش شده وزن کمتری در خروجی نهایی خواهند داشت. استفاده از روش اعتبارسنجی متقابل در ترکیب با یادگیری گروهی و داده‌افزایی به دلیل تغییر داده‌های تست به صورت متناوب و افزایش تنوع داده‌ها، سبب کاهش مشکل بیش‌برازش و بیش‌آموزش می‌شود. همچنین تا حد امکان باید با استفاده از امکانات موجود در محیط برنامه‌نویسی روش‌هایی مانند توقف زودهنگام را پیاده‌سازی کرد تا از بیش‌آموزش جلوگیری شود [32]. در مدل‌های مورد استفاده در این مقاله، روش توقف زودهنگام و معادل‌های آن برای هر مدل پیاده می‌شود تا مشکلات یاد شده رفع شوند.

نتایج شبیه‌سازی

ابتدا الگوریتم‌های یادگیری ماشین ذکر شده در قسمت فرمول‌بندی ریاضی مسئله به همراه یادگیری گروهی در محیط پایتون پیاده‌سازی شده‌اند. شبیه‌سازی و پیاده‌سازی این الگوریتم‌ها با استفاده از کتابخانه Scikit Learn انجام داده شده است. این کتابخانه شامل مدل‌های یادگیری ماشین از جمله مدل‌های رگرسیون است که به سادگی می‌توان آن‌ها را به کار گرفت. در تمامی مدل‌های به کارگرفته شده میانگین مربع خطا به عنوان تابع هزینه و کاهش خطا در نظر گرفته شده است. از آنجایی که تعداد محدودی نمونه از فرایند در دسترس است از روش Cross Validation برای ارزیابی مدل‌ها استفاده شده است. در این بررسی علاوه بر یادگیری گروهی اثر داده‌افزایی پیاده‌سازی شده با روش CTGAN نیز مطالعه شده است. این الگوریتم برای ۵۰۰۰ تکرار روی داده‌های اصلی اجرا می‌شود و الگوریتم بعد از پایان اجرا توزیع داده‌های اصلی را یاد می‌گیرد. بعد از فرایند آموزش الگوریتم داده‌افزایی تولید داده‌های افزوده شده به منظور بهبود مدل انجام داده شده است. قابل ذکر است که حد خاصی برای تولید داده‌های افزوده وجود دارد. مجموعه داده‌های تولید شده در این بررسی شامل ۲۰ درصد داده واقعی و ۸۰ درصد داده افزوده شده هستند. تولید داده‌های بیشتر به صورت مستقیم توزیع داده‌ها را تحت تأثیر قرار می‌دهد و ممکن است سبب کاهش کارایی مدل شود. در ادامه مدل‌های یادگیری ماشین بررسی می‌شود و روش CTGAN روی دو فرایند شناخته شده ذوب لیزری انتخابی و رسوب‌گذاری مستقیم فلز لیزری پیاده‌سازی می‌شود و نتایج آن‌ها بررسی می‌گردد. به منظور ارزیابی بهتر چهارچوب پیشنهادی از خروجی‌های متفاوت برای هر مورد مطالعاتی استفاده شده است.

مورد مطالعاتی اول: مدل‌سازی فرایند ذوب لیزری انتخابی

در این مورد مطالعاتی قطعات با استفاده از یک دستگاه SLM 280 ^{HL} (SLM solutions GmbH) ساخته شده‌اند. پودر افشانش گازی شده AlSi10Mg با ابعاد ذره‌ای در بازه ۵۰ ـ ۲۰ میکرومتر به صورت انحصاری تهیه شده است. ترکیب‌بندی شیمیایی پودر استفاده شده به صورت جدول (۱) ارائه داده شده است. قبل از ساخت نمونه‌ها پودر ذکر شده در یک اجاق با دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد خشک شده است.

در این مورد مطالعاتی از ترکیب‌های متفاوت پارامترها برای بررسی فرایند SLM استفاده شده است. ضخامت لایه‌ها در طی انجام آزمایش‌ها به صورت ثابت و برابر با ۳۰ میکرومتر در نظر گرفته شده است. پارامترهای فرایند از جمله توان لیزر، سرعت اسکن و نرخ همپوشانی به صورت متغیر برای روش فاکتوریال کامل در نظر گرفته شده‌اند. در گام نخست آزمایش‌هایی برای بررسی عرض تک‌مسیرهای ذوب شده انجام داده شده است. برای هر گروه یکتا از پارامترهای فرایند، ۳ بار آزمایش مربوط تکرار شده است. در گام بعدی از آزمایش‌های دو مسیر برای بررسی اثر نرخ همپوشانی استفاده شده است. بعد از انجام آزمایش‌های تک مسیر و دو مسیر نتایج مربوط به اسکن‌های چند مسیر برای بررسی تخلخل، سختی و استحکام کششی قطعات ساخته شده انجام داده شده‌اند. برای هر ترکیب یکتا از پارامترهای انتخاب شده سه مکعب حجیم با ابعاد ۸×۶×۱۰ میلی‌متر و یک مکعب مستطیل با ابعاد ۱۰×۵۲×۱۴/۵ میلی‌متر ساخته شده‌اند.

در کل ۸۱ نمونه برای بررسی خروجی‌های مورد نظر تولید شده‌اند. قطعات تولید شده با استفاده از روش ماشین‌کاری تخلیه الکتریکی از بستر ساخت جدا شده‌اند. برای اندازه‌گیری مشخصات قطعه در ابتدا هر نمونه ساخته شده به سه قسمت برش داده شده و مشخصات قطعه اندازه‌گیری شده‌اند. اندازه‌گیری‌های انجام داده شده برای سنجش چگالی، استحکام کششی و سختی برای هر قطعه سه بار انجام داده شده و نتایج میانگین گزارش شده‌اند. نتایج حاصل از اندازه‌گیری‌های انجام داده شده برای هر گروه از پارامترها مطابق با جدول (۲) ارائه داده شده‌اند [33].

جدول ۱ ترکیب‌بندی شیمیایی پودر AlSi10Mg در ساخت قطعات [33]

Elements	Al	Si	Mg	Fe	Cu	Mn	Zn	Ti	Ni	Pb	Sn
W.t%	Balance	9.5	0.38	0.18	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01

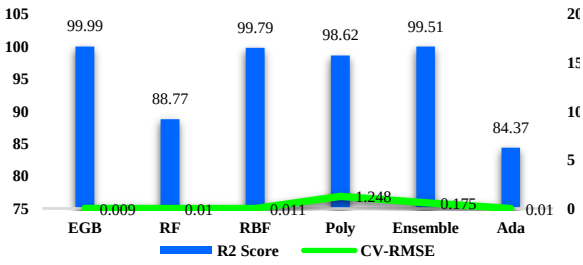
جدول ۲ مقادیر پارامترهای ورودی و نتایج اندازه‌گیری‌های انجام شده در ۲۷ آزمایش مربوط به مورد مطالعاتی اول [33]

No	Process Parameters				Measured Parameters		
	Laser Power [W]	Scan Speed [mm/s]	Hatch Distance [um]	Overlap Rate	Density [g/cm^3]	Tensile Strength [MPa]	Hardness [HV]
1	320	600	102.4	0.25	2.6102	455.00	119.0
2	320	600	95.5	0.3	2.6266	450.00	123.2
3	320	600	88.7	0.35	2.6270	443.33	130.8
4	320	750	93.1	0.25	2.6196	448.33	124.4
5	320	750	86.9	0.3	2.6094	443.33	123.2
6	320	750	80.7	0.35	2.6204	445.00	127.8
7	320	900	81.8	0.25	2.6310	443.33	127.6
8	320	900	76.3	0.3	2.6221	446.67	127.8
9	320	900	70.9	0.35	2.6298	450.00	122.6
10	360	600	111.0	0.25	2.5965	431.67	127.2
11	360	600	103.6	0.3	2.6237	436.67	135.2
12	360	600	96.2	0.35	2.6063	441.67	116.4
13	360	750	98.0	0.25	2.6083	430.00	129.8
14	360	750	91.4	0.3	2.6308	441.67	123.2
15	360	750	84.9	0.35	2.6087	445.00	128.8
16	360	900	88.9	0.25	2.6092	420.00	119.0
17	360	900	83.0	0.3	2.6260	431.67	127.2
18	360	900	77.1	0.35	2.6252	446.67	122
19	400	600	116.4	0.25	2.5618	420.00	118.6
20	400	600	108.6	0.3	2.6241	445.00	131.0
21	400	600	100.9	0.35	2.6296	438.33	139.2
22	400	750	104.7	0.25	2.6056	430.00	124.8
23	400	750	97.7	0.3	2.6164	431.67	127.4
24	400	750	90.7	0.35	2.5981	446.67	120.8
25	400	900	94.1	0.25	2.6250	416.67	125.4
26	400	900	87.8	0.3	2.5864	443.33	113.2
27	400	900	81.5	0.35	2.6152	438.33	118.4

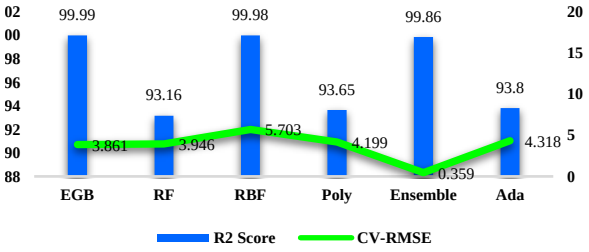
بعد از وارد کردن مقادیر اندازه‌گیری شده به عنوان ورودی به مدل، الگوریتم‌های یادگیری ماشین مختلف برای مدل‌سازی این فرایند و ایجاد نگاشت بهینه بین ورودی و خروجی روی داده‌ها پیاده‌سازی شده‌اند. پیاده‌سازی الگوریتم‌های مختلف روی داده سبب می‌شود که کارایی هر الگوریتم برای پیش‌بینی هر خروجی بررسی شود و بهترین مدل ممکن برای فرایند انتخاب شود. به عبارتی مدل‌سازی با استفاده از یادگیری ماشین ساده است و باید به سرعت مدل‌های یادگیری ماشین را توسعه داد و

از بین آن‌ها بهترین را انتخاب کرد. در مورد مطالعاتی اول از ۶ مدل رگرسیون EGB، RF، RBF، Poly، Ensemble و AdaBoost استفاده شده است. مدل استفاده شده برای یادگیری گروهی (Ensemble) شامل مدل‌های DT، EGB و RBF می‌باشد. کارایی هر یک از این مدل‌ها برای پیش‌بینی مقادیر چگالی، استحکام کششی و سختی با استفاده از معیارهای R^2 و CV-RMSE بررسی شده و نتایج آن‌ها در شکل (۳) ارائه داده شده است. بر اساس شبیه‌سازی‌های انجام داده شده می‌توان گفت که دو مدل EGB و Ensemble نسبت به سایر مدل‌ها دقت و کارایی بیشتری برای مدل‌سازی فرایند دارند و از قابلیت اطمینان بالایی برخوردارند. در واقع کمترین مقدار خطا همراه با بیشترین دقت در پیش‌بینی خروجی‌ها توسط این دو مدل حاصل شده است. با این وجود در صورت پیاده‌سازی روش CTGAN می‌توان خطای پیش‌بینی را کاهش داد و دقت مدل را بهبود بخشید.

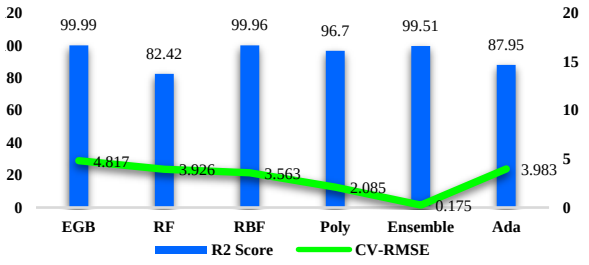
در گام بعدی از روش CTGAN برای اجرای داده‌افزایی و افزایش تعداد نمونه‌های در دسترس برای آموزش مدل‌ها استفاده شده است. هدف از این کار کاهش خطای پیش‌بینی الگوریتم در مواجهه با داده‌های ورودی جدید است. به عبارتی، در این روش با یک راه حل نرم‌افزاری و بدون اجرای آزمایش‌های بیشتر می‌توان تعداد بیشتری نمونه برای آموزش مدل فراهم کرد. به این صورت می‌توان دقت مدل‌ها را افزایش داد و با تنظیم پارامترها با سعی و خطا به دقت بهینه برای هر مدل دست پیدا کرد. در این قسمت مقادیر CV-RMSE برای مدل‌های پیاده‌سازی شده روی فرایند قبل و بعد از اجرای فرایند داده‌افزایی محاسبه شده و مطابق با شکل (۴) ارائه داده شده‌اند. برای هر سه پارامتر خروجی چگالی، استحکام کششی و سختی این فرایند تکرار شده و برای مقایسه گزارش شده‌اند.



(الف) چگالی



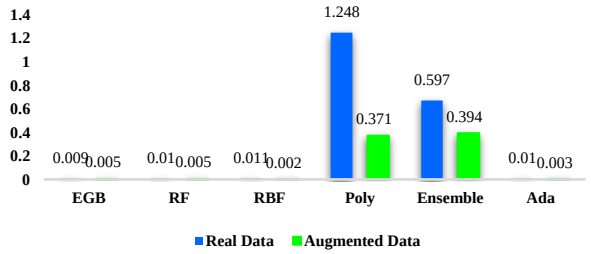
(ب) استحکام کششی



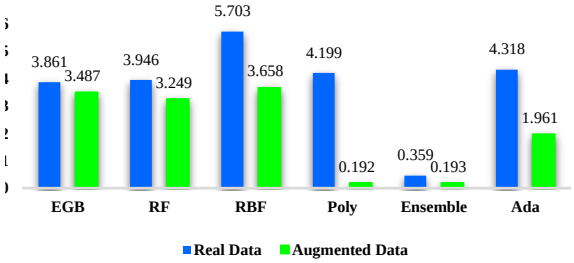
(ج) سختی

شکل ۳ نمودار مقادیر R^2 و CV-RMSE برای سه خروجی چگالی، استحکام کششی و سختی در فرایند ذوب لیزری انتخابی

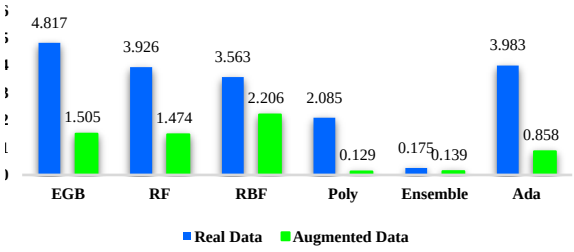
از مقایسه نمودارهای ارائه شده در شکل‌ها می‌توان به این نتیجه رسید که اجرای فرایند داده‌افزایی به طور میانگین برای خروجی‌های چگالی، استحکام کششی و سختی به ترتیب سبب کاهش ۵۸، ۴۲ و ۵۹ درصدی مقدار CV-RMSE شده است. مقادیر بهبود الگوریتم‌ها بسته به نوع الگوریتم و ساختار مدل با هم تفاوت دارند. با این وجود بهبود کلی در تمامی مدل‌های ارائه داده شده قابل مشاهده است. در تخمین مقدار چگالی دو مدل AdaBoost و EGB بهترین عملکرد را دارند در حالی که برای تخمین مقدار سختی و استحکام کششی مدل‌های Poly و Ensemble کارایی بیشتری بعد از اجرای داده‌افزایی از خود نشان داده‌اند. برای هر خروجی می‌توان از بهترین مدل ممکن برای پیش‌بینی استفاده کرد. همچنین قابل ذکر است که زمان اجرای این الگورتیم‌ها در محیط Google Colab به ترتیب برابر با ۲ دقیقه و ۱۰ ثانیه و ۴ دقیقه و ۱۴ ثانیه بوده است. طولانی‌تر شدن زمان شبیه‌سازی در حالتی که داده‌افزایی اجرا می‌شود به دلیل آموزش الگوریتم CTGAN برای ۵۰۰۰ تکرار است. از لحاظ بار محاسباتی اجرای این الگوریتم‌ها در بستر اینترنت است و از لحاظ زمان اجرا نسبت به سایر روش‌های مدل‌سازی مانند المان محدود کارایی بسیار بیشتری دارد. بنابراین از این الگوریتم‌ها می‌توان به صورت آنلاین و در محیط‌های صنعتی برای تخمین سریع خروجی فرایند و تنظیم آن استفاده کرد.



(الف) چگالی



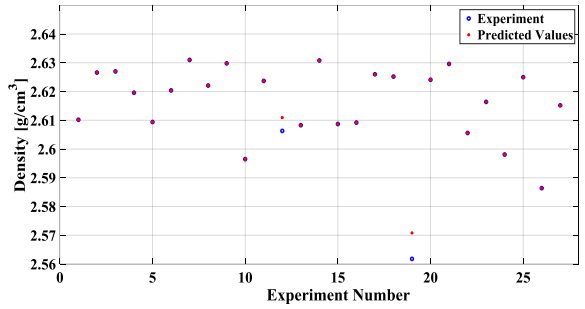
(ب) استحکام کششی



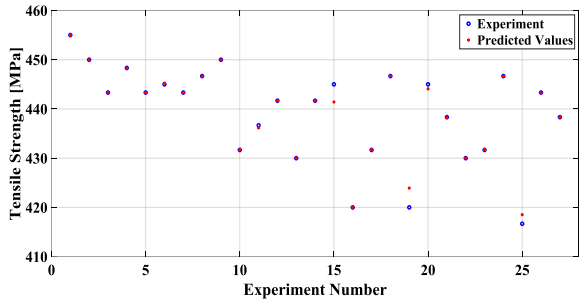
(ج) سختی

شکل ۴ مقایسه مقادیر CV-RMSE برای سه خروجی چگالی، استحکام کششی و سختی قبل و بعد از اجرای داده‌افزایی در فرایند ذوب لیزری انتخابی

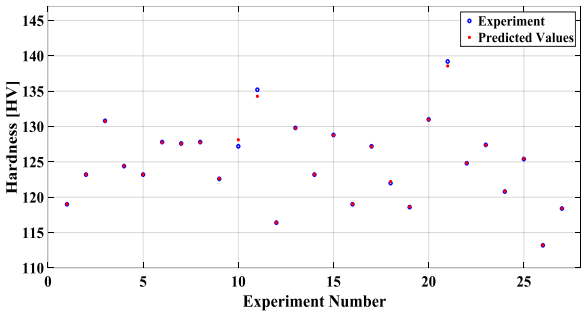
برای ارزیابی بهتر عملکرد چهارچوب پیشنهادی در پیش‌بینی مقادیر خروجی آزمایش‌ها، برای هر آزمایش انجام داده شده مقادیر خروجی و مقادیر پیش‌بینی شده الگوریتم رسم شده‌اند. شکل (۵) نشان دهنده مقایسه مقادیر خروجی حاصل از آزمایش‌ها برای سه خروجی چگالی، استحکام کششی و سختی و مقادیر خروجی پیش‌بینی شده حاصل از چهارچوب پیشنهادی است. برای رسم هر خروجی از بهترین مدل ممکن با کمترین میزان خطا استفاده شده است. مقادیر حاصل از خروجی آزمایش‌ها با O و مقادیر حاصل از مدل‌های یادگیری ماشین با * رسم شده‌اند. همان گونه که در شکل‌ها قابل مشاهده است مدل‌های یادگیری ماشین توانسته‌اند با دقت بسیار بالایی خروجی‌های آزمایش‌ها را پیش‌بینی کنند.



(الف) چگالی



(ب) استحکام کششی



(ج) سختی

شکل ۵ مقایسه مقادیر اندازه‌گیری شده و پیش‌بینی شده توسط بهترین مدل یادگیری ماشین برای سه خروجی چگالی، استحکام کششی و سختی در فرایند ذوب لیزری انتخابی

مورد مطالعاتی دوم: مدل‌سازی فرایند رسوب‌گذاری مستقیم فلز لیزری

در مورد مطالعاتی دوم از یک لیزر برای لایه نشانی خطی آلیاژ Al 2024 استفاده شده است. از لیزر Yb:YAG فیبری با توان ۴ کیلو وات در حالت تابش پیوسته استفاده شده است. سیستم موقعیت‌دهی نازل با استفاده از یک ربات شش‌محوره صنعتی پیاده‌سازی شده است که امکان کنترل دقیق موقعیت را فراهم می‌کند. برای تزریق پودر به سر نازل از یک سیستم نازل سه‌راهی

که پودر را از یک حمل کننده نوسانی دریافت می‌کند استفاده شده است. گاز آرگون به عنوان حمل کننده پودر و محافظت کننده حوضچه مذاب از عوامل محیطی به کار گرفته می‌شود. به منظور محافظت از سیستم اپتیکی و جلوگیری از ورود مقابل مواد زائد برگشتی، نازل با یک زاویه ۴ درجه‌ای شروع به فرایند ساخت خواهد کرد. ذره‌های پودر مطابق با ادعای سازنده دارای ابعاد ۲۰ تا ۶۰ میکرومتری است و قبل از استفاده در دمای ۱۸۰ درجه سانتی گراد به مدت ۲ ساعت خشک شده‌اند. بستر استفاده شده برای لایه نشانی مسیرها از جنس Al 2024 با ضخامت ۵ میلی‌متر است. مسیرهای ساخته شده دارای طول ۱۰۰ میلی‌متری است و برای هر گروه یکتا از پارامترها شامل توان لیزر، سرعت حرکت نازل و نرخ تزریق پودر سه مسیر لایه‌نشانی شده است. هدف از تکرار مسیرها جلوگیری و کاهش خطاهای سیستماتیک در اندازه‌گیری مشخصات و پارامترهای مسیرهای ساخته شده است. برای اندازه‌گیری عرض، عمق و ارتفاع مسیرهای لایه‌نشانی شده ابتدا قطعات به صورت مقطعی برش داده شده و سپس قطعات پولیش شده‌اند تا برای اندازه‌گیری آماده شوند. از مقادیر میانگین برای آموزش مدل استفاده می‌شود. تعداد ۳۰ آزمایش انجام داده شده و پارامترهای مربوط به هر آزمایش در جدول (۳) گزارش داده شده‌اند [34]. قابل ذکر است پیش‌بینی و کنترل ابعادی جزو مهم‌ترین چالش‌ها در تولید دقیق و تکرارپذیری قطعات فلزی در کاربردهای صنعتی هستند. در طی سالیان اخیر مطالعات فراوانی در این مورد برای انواع مختلف فرایندهای ساخت افزایشی انجام داده شده است [35-37]. همچنین کنترل ابعادی در صنایع حساس و ساخت سفارشی مانند ایمپلنت‌های پزشکی اهمیت بسیار بالایی دارد زیرا به طور مستقیم روی راحتی بیمار و کارایی ایمپلنت اثرگذار است [38].

مشابه با مورد اول در این مورد مطالعاتی نیز مدل‌های یادگیری ماشین مختلف برای مدل‌سازی این فرایند به کار گرفته شده‌اند. در این قسمت از مدل‌های EGB، RF، RBF، Poly، Ensemble و Ridge برای ایجاد نگاشت بین ورودی‌ها و عرض، عمق و ارتفاع مسیرهای لایه‌نشانی شده استفاده شده است. در این مورد مطالعاتی از مدل Ensemble استفاده شده است که شامل الگوریتم‌های EGB، Poly، LASSO، Ridge، RF و DT می‌باشد.

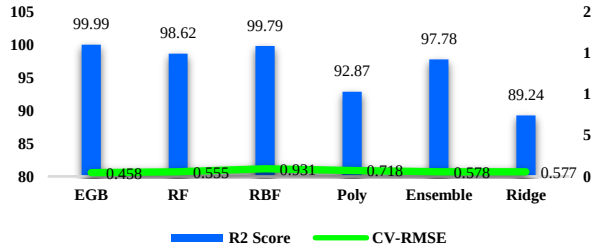
معیارهای R^2 و CV-RMSE برای مقایسه عملکرد این الگوریتم‌ها مورد استفاده قرار داده شده و مقادیر محاسبه شده برای این دو معیار در شکل (۶) نشان داده شده‌اند. در پیش‌بینی مقادیر عرض و عمق و ارتفاع مسیرهای لایه‌نشانی شده مدل EGB دارای بهترین عملکرد در بین سایر مدل‌هاست.

پس از بررسی کارایی مدل‌ها بر داده‌های واقعی، اثر داده‌افزایی نیز مورد بررسی قرار داده می‌شود. برای خروجی‌های عرض، ارتفاع و عمق مسیرهای لایه‌نشانی شده داده‌افزایی با روش CTGAN پیاده‌سازی شده است. سپس از معیار آماری CV-RMSE برای مقایسه عملکرد الگوریتم‌ها با حالت بدون داده‌افزایی استفاده شده است. با مقایسه نمودارهای ارائه داده شده برای مدل‌های پیاده‌سازی شده در شکل (۷) می‌توان به این نتیجه رسید که داده‌افزایی سبب کاهش خطای پیش‌بینی در تمامی مدل‌های موجود شده است. به طور میانگین داده‌افزایی برای خروجی‌های عرض، عمق و ارتفاع مسیرهای لایه‌نشانی شده به ترتیب سبب کاهش ۴۴، ۵۱ و ۴۹ درصدی خطا در مدل‌های پیشنهادی شده است. مدت زمان اجرای مدل‌های ذکر شده در مورد مطالعاتی دوم بدون داده‌افزایی و با لحاظ اثر داده‌افزایی به ترتیب ۱ دقیقه و ۲۶ ثانیه و ۳ دقیقه و ۳۱ ثانیه هستند.

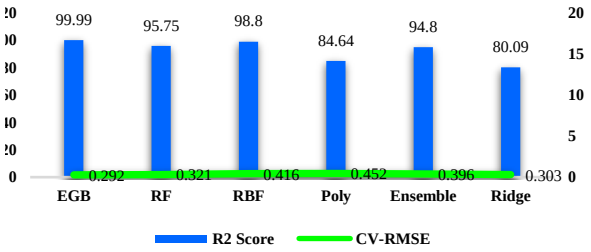
مشابه با مورد مطالعاتی اول، در این مورد مطالعاتی نیز از مقایسه مقادیر خروجی آزمایش‌ها و خروجی مدل‌های یادگیری ماشین برای ارزیابی عملکرد استفاده شده است. در شکل (۸) برای سه پارامتر عرض، عمق و ارتفاع مقادیر خروجی آزمایش با O و مقادیر پیش‌بینی شده توسط الگوریتم با * رسم شده‌اند. همان گونه که قابل مشاهده است عملکرد مدل‌ها قابل قبول است و با دقت بالایی مقادیر آزمایش‌ها پیش‌بینی شده و بر هم منطبق شده‌اند که نشان از کارایی چهارچوب پیشنهادی دارد.

جدول ۳ مقادیر پارامترهای ورودی و نتایج اندازه‌گیری‌های انجام داده شده در ۳۰ آزمایش مربوط به مورد مطالعاتی دوم [34]

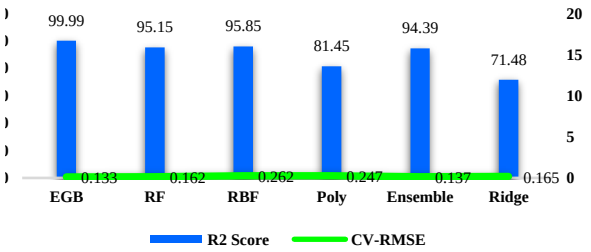
No.	Process Conditions			Measured Geometrical Parameters		
	P(W)	v(mm/min)	$\dot{m}$(g/min)	Width(mm)	Depth(mm)	Height(mm)
1	1200	400	4	3.09	0.25	0.98
2	1500	400	4	3.71	0.46	1.08
3	1500	400	6	3.61	0.37	1.46
4	1500	400	8	3.49	0.11	1.98
5	1500	400	10	4.3	0.21	2.14
6	2000	200	3	5.24	0.70	0.85
7	2000	200	10	5.28	0.74	2.11
8	2000	300	3	5.32	1.81	1.38
9	2000	400	8	4.07	0.59	1.75
10	2000	500	8	3.94	0.65	1.49
11	2000	500	3	4.31	1.22	1.11
12	2500	100	5	10.7	2.83	0.82
13	2500	150	5	8.5	1.51	1.04
14	2500	150	7	8.9	1.52	2.06
15	2500	200	5	8.05	1.5	1.05
16	2500	200	7	8.66	1.62	1.89
17	2500	250	5	8.32	1.69	0.78
18	2500	400	3	5.3	2.13	1.1
19	3000	150	5	8.6	2.42	1.16
20	3000	150	7	9.4	2.6	1.53
21	3000	200	5	8.05	2.43	0.99
22	3000	200	7	8.8	2.41	1.34
23	3000	200	4	8.08	2.39	0.79
24	3000	200	6	9.22	1.83	1.2
25	3000	200	3	7.5	2.27	0.67
26	3000	200	10	9.3	2.33	1.86
27	3000	300	3	7.04	3.23	1.07
28	3000	500	3	5.38	2.25	0.96
29	3000	600	3	4.67	0.92	0.29
30	3000	600	10	5.5	1.04	1.28



(الف) عرض مسیر

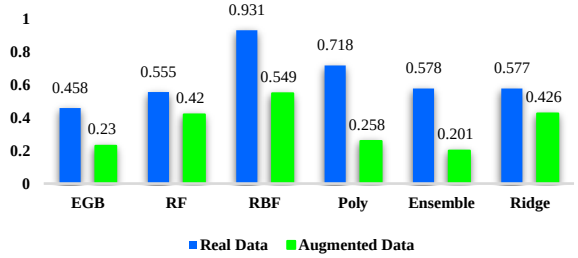


(ب) عمق مسیر

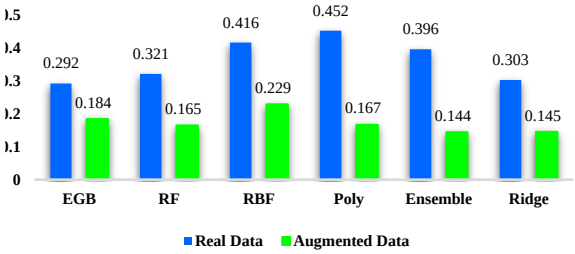


(ج) ارتفاع مسیر

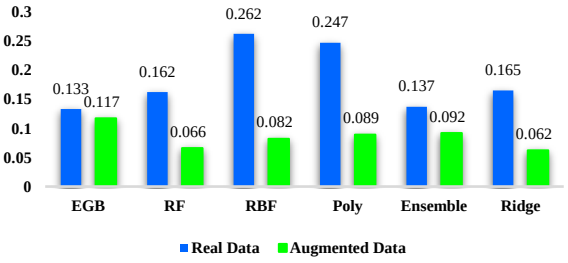
شکل ۶ نمودار مقادیر R^2 و CV-RMSE برای سه خروجی عرض، عمق و ارتفاع مسیرهای لایه‌نشانی شده در فرایند رسوب‌گذاری مستقیم فلز لیزری



(الف) عرض

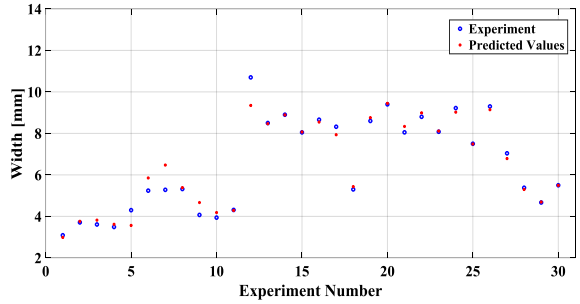


(ب) عمق

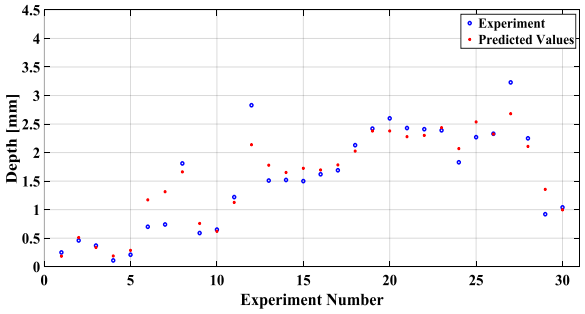


(ج) ارتفاع

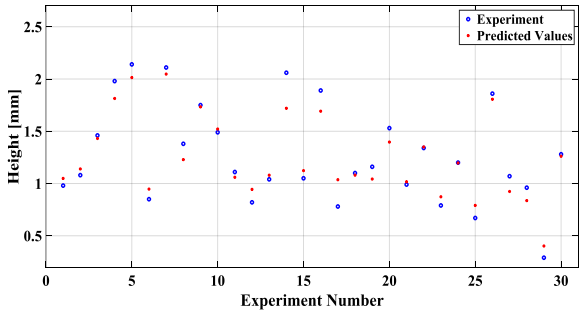
شکل ۷ مقایسه مقادیر CV-RMSE برای سه خروجی عرض، عمق و ارتفاع مسیرهای لایه‌نشانی شده قبل و بعد از اجرای داده‌افزایی در فرایند رسوب‌گذاری مستقیم فلز لیزری



(الف) عرض



(ب) عمق



(ج) ارتفاع

شکل ۸ مقایسه مقادیر اندازه‌گیری شده و پیش‌بینی شده توسط بهترین مدل یادگیری ماشین برای سه خروجی عرض، عمق و ارتفاع مسیرهای لایه‌نشانی شده در فرایند رسوب‌گذاری مستقیم فلز لیزری

نتیجه‌گیری

در این مقاله چندین رهیافت یادگیری ماشین از جمله DT، EGB، RBF، Adaboost، یادگیری گروهی، رگرسیون چندجمله‌ای و RF برای مدل‌سازی دو فرایند ساخت افزایشی فلزی پیاده‌سازی شده‌اند. از دو فرایند متفاوت با پارامترها و داده‌های مستقل برای ارزیابی روش پیشنهادی استفاده شده است. این دو فرایند شامل روش‌های SLM و DLMD هستند و هر کدام به ترتیب شامل ۲۷ و ۳۰ نمونه هستند. تعداد نمونه‌های یاد شده برای این دو فرایند در مقیاس یادگیری ماشین محدود هستند. برای رفع این مشکل و جلوگیری از بیش‌برازش از ترکیب روش‌های یادگیری گروهی و داده‌افزایی استفاده شده است. درجه مدل‌های استفاده شده در حد امکان، پایین انتخاب شده‌اند. داده‌افزایی با روش شناخته شده CTGAN انجام داده شده است. داده‌های حاصل از فرایند داده‌افزایی برای آموزش روش‌های یادگیری ماشین استفاده شده و نتایج با داده‌های اصلی مقایسه شده‌اند. تمامی شبیه‌سازی‌ها و ارزیابی مدل‌ها در کتابخانه Scikit Learn پایتون و در محیط Google Colab اجرا شده‌اند. برای هر مدل از معیارهای آماری R^2 و CV-RMSE برای ارزیابی عملکرد استفاده شده است. نتایج شبیه‌سازی نشان دهنده بهبود عملکرد مدل‌های مربوط به فرایندهای SLM و DLMD به ترتیب به اندازه ۵۳ و ۴۸ درصدی نسبت به حالت بدون داده‌افزایی می‌باشد. با توجه به مدت زمان کوتاه اجرای مدل‌ها می‌توان از چهارچوب پیشنهادی برای تخمین دقیق مقادیر خروجی به صورت زمان ـ حقیقی در صنعت استفاده کرد. روش مذکور نسبت به روش المان محدود زمان اجرای بسیار کمتری دارد و از نظر حجم محاسباتی هم کارایی بسیار بیشتری دارد. همچنین می‌توان از این چهارچوب برای بهبود عملکرد روش‌های المان محدود استفاده کرد. ترکیب CTGAN با شبکه عصبی نیز می‌تواند برای بهبود کارایی سایر مدل‌های ارائه شده در علم مواد استفاده شود. مواردی از جمله استفاده از مدل‌های ارائه شده برای کنترل مبتنی بر داده فرایندهای ساخت افزایشی فلزی مانند سامانه هوشمند کنترل ابعادی، تعمیم چهارچوب پیشنهادی به سایر خروجی‌های متالورژیکی، مقایسه روش‌های یادگیری ماشین مورد استفاده با شبکه عصبی و بهینه‌سازی فرایند مبتنی بر روش‌های الهام گرفته شده از طبیعت مانند الگوریتم بهینه‌سازی ازدحام ذرات برای یافتن نقاط کاری و مصرف انرژی بهینه بر اساس مدل ارائه داده شده موضوعات پیشنهادی برای کارهای آینده هستند.

واژه‌نامه

روش تقویت تطبیقی	Adaptive Boost (AdaBoost)
دینامیک سیالات محاسباتی	Computational Fluid Dynamics (CFD)
شبکه‌های مولد تخاصمی جدولی شرطی	Conditional Tabular Generative Adversarial Networks (CTGAN)
اعتبارسنجی متقابل	Cross Validation
درخت تصمیم	Decision Tree
رسوب‌گذاری انرژی هدایت‌شده	Directed Energy Deposition (DED)
تقویت گرادیان تجمیعی	Ensemble Gradient Boosting (EGB)
یادگیری گروهی	Ensemble Learning
روش المان محدود	Finite Element Method (FEM)
شبکه مولد تخاصمی	Generative Adversarial Network (GAN)
هسته	Kernel
رسوب‌گذاری مستقیم فلز لیزری	Laser Direct Metal Deposition (LDMD)
عملگر انقباض مطلق کمینه و انتخاب	Least Absolute Shrinkage and Selection Operator (LASSO)
بیش آموزش	Over Training
تابع پایه شعاعی	Radial Basis Function (RBF)
جنگل تصادفی	Random Forest
ذوب لیزری انتخابی	Selective Laser Melting (SLM)
خود رمزگذار متغیر	Variational Auto Encoder (VAE)

مراجع

[1] I. Gibson, D. Rosen, B. Stucker, and M. Khorasani, “Introduction and basic principles,” in *Additive Manufacturing Technologies*, Cham: Springer International Publishing, pp. 1–21, 2020. https://doi.org/10.1007/978-3-030-56127-7_1

[2] S. Dharmadhikari, N. Menon, and A. Basak, "A reinforcement learning approach for process parameter optimization in additive manufacturing," *Additive Manufacturing*, vol. 71, p. 103556, 2023. https://doi.org/10.1016/j.addma.2023.103556

[3] J. Qin *et al.*, "Research and application of machine learning for additive manufacturing," *Additive Manufacturing*, vol. 52, p. 102691, 2022. https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.102691

[4] S. Kumar *et al.*, "Machine learning techniques in additive manufacturing: a state of the art review on design, processes and production control," *Journal of Intelligent Manufacturing*, vol. 34, no. 1, pp. 21-55, 2023. https://doi.org/10.1007/s10845-022-02029-5

[5] A. M. Schweidtmann *et al.*, "Machine Learning in Chemical Engineering: A Perspective," *Chemie Ingenieur Technik*, vol. 93, no. 12, pp. 2029-2039, 2021. https://doi.org/10.1002/cite.202100083

[6] F. Rahimi, S. Ziaei, and R. M. Esfanjani, "A Reinforcement Learning-Based Control Approach for Tracking Problem of a Class of Nonlinear Systems: Applied to a Single-Link Manipulator," in 2023 31st International Conference on Electrical Engineering (ICEE), 2023, pp. 58-63. https://doi.org/10.1109/ICEE59167.2023.10334874

[7] M. H. Sulaiman ,M. S. Jadin, Z. Mustaffa, M. N. M. Azlan, and H. Daniyal, "Short-Term Forecasting of Floating Photovoltaic Power Generation Using Machine Learning Models," *Cleaner Energy Systems*, p. 100137, 2024. https://doi.org/10.1016/j.cles.2024.100137

[8] H. Mahanna, N. El-Rashidy, M. R. Kaloop, S. El-Sapakh, A. Alluqmani, and R. Hassan, "Prediction of wastewater treatment plant performance through machine learning techniques," *Desalination and Water Treatment*, vol. 319, p. 100524, 2024. https://doi.org/10.1016/j.dwt.2024.100524

[9] S. Hamal, B. K. Mishra, R. Baldock, W. Sayers, T. N. Adhikari, and R. M. Gibson, "A comparative analysis of machine learning algorithms for detecting COVID-19 using lung X-ray images," *Decision Analytics Journal*, vol. 11, p. 100460, 2024. https://doi.org/10.1016/j.dajour.2024.100460

[10] D. J. McGregor, M. V. Bimrose, C. Shao, S. Tawfick, and W. P. King, "Using machine learning to predict dimensions and qualify diverse part designs across multiple additive machines and materials," *Additive Manufacturing*, vol. 55, p. 102848, 2022. https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.102848

[11] Z. Gu *et al.*, "A universal predictor-based machine learning model for optimal process maps in laser powder bed fusion process," *Journal of Intelligent Manufacturing*, vol. 34, no. 8, pp. 3341-3363, 2023. https://doi.org/10.1007/s10845-022-02004-0

[12] Z. Zhang, Z. Liu, and D. Wu, "Prediction of melt pool temperature in directed energy deposition using machine learning," *Additive Manufacturing*, vol. 37, p. 101692, 202. https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101692

[13] J. Akhavan, J. Lyu, and S. Manoochehri, "A deep learning solution for real-time quality assessment and control in additive manufacturing using point cloud data," *Journal of Intelligent Manufacturing*, vol. 35, no. 3, pp. 1389-1406, 2024. https://doi.org/10.1007/s10845-023-02121-4

[14] L. Meng *et al.*, "Machine Learning in Additive Manufacturing: A Review," *JOM*, vol. 72, no. 6, pp. 2363-2377, 2020. https://doi.org/10.1007/s11837-020-04155-y

[15] K. Azizi, H. Taheri, and S. Khooyooz, "Using Structured Pruning to Find Winning Lottery Tickets," in 2023 28th International Computer Conference, Computer Society of Iran, 2023, pp. 1-5. https://doi.org/10.1109/CSICC58665.2023.10105376

[16] J. F. Rodrigues, L. Florea, M. C. F. de Oliveira, D. Diamond, and O. N. Oliveira, "Big data and machine learning for materials science," *Discover Materials*, vol. 1, no. 1 ,p. 12, 2021. https://doi.org/10.1007/s43939-021-00012-0

[17] I. H. Sarker, "Machine Learning: Algorithms, Real-World Applications and Research Directions," *SN Computer Science*, vol. 2, no. 3, p. 160, 2021. https://doi.org/10.1007/s42979-021-00592-x

[18] A. Yafouz *et al.*, "Comprehensive comparison of various machine learning algorithms for short-term ozone concentration prediction," *Alexandria Engineering Journal*, vol. 61, no. 6, pp. 4607-4622, 2022. https://doi.org/10.1016/j.aej.2021.10.021

[19] X. Su, J. An, Y. Zhang, P. Zhu, and B. Zhu, "Prediction of ozone hourly concentrations by support vector machine and kernel extreme learning machine using wavelet transformation and partial least squares methods," *Atmospheric Pollution Research*, vol. 11, no. 6, pp. 51-60, 2020. https://doi.org/10.1016/j.apr.2020.02.024

[20] I. D. Mienye and Y. Sun, "A Survey of Ensemble Learning: Concepts, Algorithms, Applications, and Prospects," *IEEE Access*, vol. 10, pp. 99129-99149, 2022. https://doi.org/10.1109/ACCESS.2022.3207287

[21] P. Kokol, M. Kokol, and S. Zagoranski, "Machine learning on small size samples: A synthetic knowledge synthesis," *Science Progress*, vol. 105, no. 1, 2022. https://doi.org/10.1177/00368504211029777

[22] K. Maharana, S. Mondal, and B. Nemade, "A review: Data pre-processing and data augmentation techniques," *Global Transitions Proceedings*, vol. 3, no. 1, pp. 91-99, 2022. https://doi.org/10.1016/j.gltp.2022.04.020

[23] H. Ohno, "Auto-encoder-based generative models for data augmentation on regression problems," *Soft Computing*, vol. 24, no. 11, pp. 7999-8009, 2020. https://doi.org/10.1007/s00500-019-04094-0

[24] L.-M. Liu, X.-Y. Ren, F. Zhang, L. Gao, and B. Hao, "Dual-dimension Time-GGAN data augmentation method for improving the performance of deep learning models for PV power forecasting," *Energy Reports*, vol. 9, pp. 6419-6433, 2023. https://doi.org/10.1016/j.egyr.2023.05.226

[25] K. Nawa, K. Hagiwara, and K .Nakamura, "Prediction-accuracy improvement of neural network to ferromagnetic multilayers by Gaussian data augmentation and ensemble learning," *Computational Materials Science*, vol. 219, p. 112032, 2023. https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2023.112032

[26] E. Pérez and S. Ventura, "Progressive growing of Generative Adversarial Networks for improving data augmentation and skin cancer diagnosis," *Artificial Intelligence in Medicine*, vol. 141, p. 102556, 2023. https://doi.org/10.1016/j.artmed.2023.102556

[27] G. Celik, "CovidCoughNet: A new method based on convolutional neural networks and deep feature extraction using pitch-shifting data augmentation for covid-19 detection from cough, breath, and voice signals," *Computers in Biology and Medicine*, vol. 163, p. 107153, 2023. https://doi.org/10.1016/j.compbiomed.2023.107153

[28] L. Xu, M. Skoularidou, A. Cuesta-Infante, and K. Veeramachaneni, "Modeling Tabular data using Conditional GAN," 2019. [Online].

[29] E. Choi, S. Biswal, B. Malin, J. Duke, W. F. Stewart, and J. Sun, "Generating multi-label discrete patient records using generative adversarial networks," in Machine learning for healthcare conference, 2017: PMLR, pp. 286-305.

[30] A. Srivastava, L. Valkov, C. Russell, M. U. Gutmann, and C. Sutton, "Veegan: Reducing mode collapse in gans using implicit variational learning," *Advances in neural information processing systems*, vol. 30, 2017.

[31] N. Park, M. Mohammadi, K. Gorde, S. Jajodia, H. Park, and Y. Kim, "Data synthesis based on generative adversarial networks," *arXiv preprint arXiv:1806.03384*, 2018.

[32] G. a. W. James, Daniela and Hastie, Trevor and Tibshirani, Robert, *An Introduction to Statistical Learning: With Applications in R*, 2nd ed. Springer, 2021.

[33] T. Peng, J. Lv, A. Majeed, and X. Liang, "An experimental investigation on energy-effective additive manufacturing of aluminum parts via process parameter selection," *Journal of Cleaner Production*, vol. 279, p. 123609, 2021. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.123609

[34] F. Caiazzo and A. Caggiano, "Laser Direct Metal Deposition of 2024 Al Alloy: Trace Geometry Prediction via Machine Learning," *Materials*, vol. 11, no. 3, p. 444, 2018. https://doi.org/10.3390/ma11030444

[35] G. Tapia, S. Khairallah, M. Matthews, W. E. King, and A. Elwany, "Gaussian process-based surrogate modeling framework for process planning in laser powder-bed fusion additive manufacturing of 316L stainless steel," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 94, no. 9, pp. 3591-3603, 2018. https://doi.org/10.1007/s00170-017-1045-z

[36] Y. Li, Y. Sun, Q. Han, G. Zhang, and I. Horváth, "Enhanced beads overlapping model for wire and arc additive manufacturing of multi-layer multi-bead metallic parts," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 252, pp. 838-848, 2018. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.10.017

[37] A. Kalilayeva, D. Zhumashev, D. Wei, A. Perveen, and D. Talamona, "Investigation of Stereolithography Additively Manufactured Components for Deviations in Dimensional and Geometrical Features," *Polymers*, vol. 16, no. 23, 2024. https://doi.org/10.3390/polym16233311

[38] A. Karadag and O. Ulkir, "Prediction of Dimensional Accuracy and Surface Quality in Additively Manufactured Biomedical Implants Using ANN," *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, vol. 26, no. 5, pp. 1187-1213, 2025. https://doi.org/10.1007/s12541-025-01229-2

Ferdowsi University of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

https://jmme.um.ac.ir

Iron&Steel Society of Iran

A Brief Review of the Mechanical Properties of Metal Sheets Processed by the Equal Channel Angular Rolling Process

Review Article

Asiyeh Habibi[1]

DOI: 10.22067/jmme.2025.91620.1179

1- Equal Channel Angular Rolling process

The Equal Channel Angular Rolling (ECAR) process is designed by introducing two rolls to the ECAP equipment for overcoming the discontinuities observed in the previous method for producing ultra-fine structures. Ultra-fine structures are produced continuously by shear deformation of metal strips. In the ECAR die, the channel intersection angle, Φ, is typically 120 degrees, and the curvature angle of the die, Ψ, is zero degrees. Friction between the rolls and the metal sheet provides the force required for ECAR. The maximum feeding force is constrained by the attainable thickness reduction ratio, contact area, and the friction coefficient between the rolls and the sheet. In order to reduce die friction and deformation resistance in ECAR, the outlet-channel cross-section is designed to be slightly larger than the inlet-channel cross-section. During rolling, the sheet thickness first reduces and then increases as it travels through the deformation region around the junction of the two channels.

2- Mechanical Properties of ECARed Materials

In the ECAR process, materials experience high strain in passing through the intersection between channels, and this strain affects their microstructure as well as their mechanical properties. According to research, the ECAR process can enhance the mechanical properties of metals and alloys through increased dislocation density and grain size refinement. Metals and alloys having face-centered cubic (FCC) and body-centered cubic (BCC) crystal structures find good formability as they can withstand high strains due to successive passes in the ECAR process. The ECAR process on sheets of aluminum alloy, low carbon steel, and pure copper has been established to have better mechanical characteristics. The initial pass of ECAR results in an abrupt increase in strength and in microhardness, accompanied by a decrease in ductility. As processing advances, the improvement in strength in the range of the first and third pass becomes small, and these characteristics remain substantially unchanged after processing in the third pass.

The rapid improvement in mechanical properties is due to an increased dislocation density and the development of an ultrafine grain structure. The ultrafine grain structure is formed in several stages: initiation of dislocation cells, transformation of these dislocation cells through polygonal dislocation walls due to increased strains, transformation of these dislocation walls into boundaries, and transformation of an ultrafine grain structure throughout the material.

Materials possessing a hexagonal close-packed (HCP) crystal structure, including titanium and magnesium alloys, commonly have limited deformation modes and develop a strong crystallographic texture during rolling, limiting subsequent deformation. The materials, therefore, face significant limitations when activating slip systems, and an external input of energy in terms of heat supply is commonly necessary to allow severe plastic deformation without accompanying cracking. In addition to dislocation slip in HCP materials, severe plastic deformation may involve twinning. The twinning can be tensile, compressive, or recrystallization-type, depending on the crystallographic texture and the nature of the deformation. Table 1 shows some ECARed alloys' mechanical properties.

Figure 1 demonstrates that, for the soft metals like aluminum alloys, steel, and copper, the transformation of the tensile strengths takes place sharply during the first pass up to maximum values between the second and the fourth passes. The ductility of most metal sheets following the ECAR process tends to fall sharply during the first pass, with successive passes further reducing the ductility. Thus, increasing beyond three passes, besides incurring additional ECAR costs, yields only a slight increase in strength and may even degrade mechanical properties while reducing ductility.

Metals of an HCP structure, including magnesium alloys, develop grain refining by ECAR, but the variation in yield and tensile strength differs from that of other classes of metals, often accompanied by a marked decrease in these mechanical properties. Moreover, ECAR in these metals increases ductility. As for titanium, also of an HCP structure, projected trends for strength may coincide with those for the magnesium alloys, but the improvement defined by the successive passes from the sole study recorded calls for further investigation.

* Manuscript received January 21, 2025, Revised July 27, 2025, Accepted October 06, 2025 .

[1] Assistant professor, Department of mechanical engineering, Lorestan University, Lorestan, Khorramabad, Iran.
Email: habibi.a@lu.ac.ir

Comparison of microstructure and tensile characteristics of pure copper processed by ECAR and ECAP reveals the same values for the same channel angle. The mechanical properties after ECAR exhibit a sequence similar to ECAP, characterized by increasing strength and decreasing ductility. The principal distinction of the two processes is the continuous nature of ECAR relative to ECAP. Although the widespread pattern of tensile properties for the two processes resembles each other, the ECAR process reveals a higher strain value for the metal for a specified channel angle.

3- Conclusion

In this paper, a review was conducted of the reported mechanical properties of materials after the ECAR process, with the results classified into two groups: materials with FCC and BCC structures, and materials with HCP structures. The research reports indicate the greatest variation of the mechanical properties occurred during the first three passes; after this, variation becomes extremely minute or, for a few, reverses. For HCP structure-based alloys, ECAR uses preheating as well as inter-pass heat treatment to compensate for the limited formability so as to refine the grains and attain nanoscale structures. However, the effect of ECAR on mechanical properties for metals with HCP structures, such as magnesium alloy AZ31, differs: ductility is improved while strength is reduced.

Table 1: Results from examining the mechanical properties of some metals and alloys after the ECAR process

	Author	Pass	Alloy	Results
1	Nemati Chari et al.	5	5083 Al	Increase in microhardness by approximately 18.5% in the first three passes, followed by a slight decrease. Increase in yield strength and tensile strength by 71% and 13%, respectively, in the first pass, with very small changes as the number of passes increases. 40% reduction in elongation after the first pass, with minor changes as the process passes continue
2	Bozcheloei et al.	3	5083 Al	Increase in microhardness by about 52% after three passes. Increase in yield strength and tensile strength by 94% and 19%, respectively, after the first three passes. 60% reduction in elongation after the third pass
3	Kvačkaj et al.	13	Pure Cu	Increase in microhardness by about 13% after 5 passes; the rate of increase after the fifth pass was very low. Increase in yield strength and ultimate tensile strength by 470% and 74%, respectively, only in the first pass, with negligible changes thereafter. Reduction in cross-sectional area in the first seven passes occurred at a high rate, but after reaching pass 13, it nearly returned to the initial value.
4	Habibi et al.	10	Pure Cu	70% increase in microhardness in the first two passes, followed by minor increases in microhardness with further passes. Increase in yield strength and ultimate tensile strength by 145% and 23% in the first three passes, with subsequent changes being very small. Decrease in elongation in the first three passes by 67%.
5	Hassani et al.	10	AZ31 Mg	Increase in microhardness by about 50%. Decrease in yield strength and tensile strength by 37% and 52%, respectively. Increase in elongation from 13% in the initial sample to 79% after 10 passes
6	Chen et al.	5	AZ31 Mg	Decrease in yield strength and tensile strength by 58% and 5%, respectively. Increase in elongation from 14% in the initial sample to 24% after 5 passes
7	Honarpisheh et al.	4	Ti	Increase in microhardness by 40%. Increase in yield strength and ultimate tensile strength by 72% and 52%, respectively

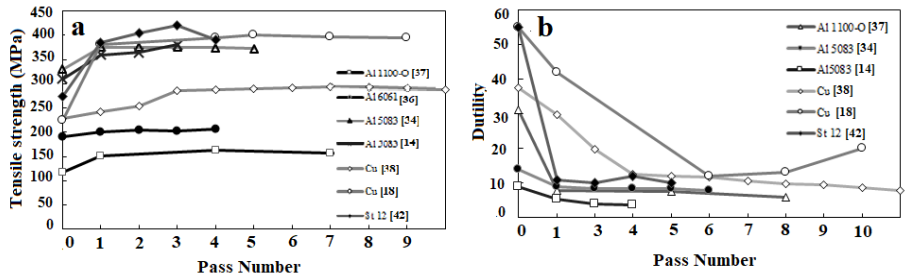


Figure 1 shows the changes in a) Tensile Strength, and b) Ductility with an increasing number of ECAR process passes on different metals.

مهندسی متالورژی و مواد، ۳۷، ۱، ۱۴۰۵. (۵۸-۳۵)

مهندسی متالورژی و مواد

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

انجمن آهن و فولاد ایران

مروری مختصر بر خواص مکانیکی ورق‌های فلزی پس از فرایند نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر*

مقاله مروری

آسیه حبیبی(۱)

DOI: 10.22067/jmme.2025.91620.1179

چکیده *نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر بر اساس فرایند پرس‌زاویه‌ای با کانال‌های برابر، یک روش تغییر شکل پلاستیک شدید است. این فرایند به منظور غلبه بر محدودیت ناپیوستگی و نیز عدم به‌کارگیری ورق‌های نازک در فرایند پرس‌زاویه‌ای با کانال‌های برابر گسترش یافته است. این فرایند توانایی اعمال تغییر شکل برشی شدید و ایجاد ساختار فوق ریزدانه و نیز بهبود خواص مواد در ورق‌های نازک را بدون تغییر در ابعاد دارد. پارامترهای فرایند مانند تعداد پاس، مسیر فرایند و دمای پیش‌گرم، برای تحلیل رفتار مکانیکی در مواد مورد بررسی قرار گرفته است. در این مقاله با تمرکز بر اثر تعداد پاس‌ها و مسیر فرایند، اثر فرایند نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر بر خواص مکانیکی مانند استحکام تسلیم و کششی، ازدیاد طول و میکروسختی در آلیاژهای مختلف به اختصار ارائه می‌شود. علی‌رغم بهبود خواص مکانیکی در ورق‌ها با تکرار تعداد پاس در فرایند نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر، تکرار بیش از سه پاس فرایند برای بهبود خواص، منطقی به نظر نمی‌رسد.*

واژه‌های کلیدی نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر، تغییر شکل پلاستیک شدید، خواص مکانیکی، استحکام تسلیم، استحکام کششی، انعطاف‌پذیری، میکروسختی.

A Brief Review of Mechanical Properties of Metal Sheets processed by Equal Channel Angular Rolling Process

Asiyeh Habibi

Abstract *Equal channel angular rolling based on the equal channel angular pressing is a severe plastic deformation process. This process has been developed to overcome the limitations of discontinuity and the lack of using strips in the equal channel angular pressing process. This process has the ability to apply severe shear deformation and fabricate ultra-fine grained structure, as well as improve the material properties of thin sheets without changing the dimensions. Process parameters such as rolling pass number and route have been investigated to analyze the mechanical behavior of materials. In the present study, the impact of equal channel angular rolling process on the mechanical properties such as yield and tensile strength, elongation and microhardness in different alloys of materials is briefly summarized by focusing on the effect of pass number and rolling route. Despite the improvement of mechanical properties in sheets by repeating the number of equal channel angular rolling process passes, repeating more than three process passes to improve the properties does not seem logical.*

Keywords Equal channel angular rolling, Severe plastic deformation, Yield strength, Tensile strength, Ductility, Microhardness.

تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۳/۱۱/۲ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۷/۱۴ می‌باشد.

(۱) نویسندهٔ مسئول؛ استادیار، گروه مهندسی مکانیک، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه لرستان، لرستان، خرم‌آباد.

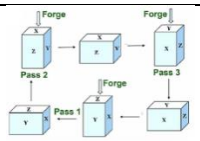
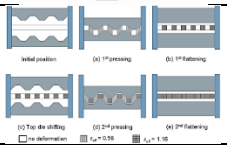
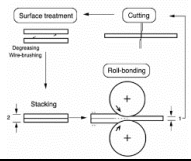
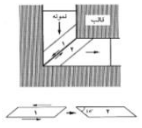
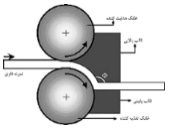
Email: habibi.a@lu.ac.ir

مقدمه

خواص مکانیکی در دمای اتاق و رفتار سوپرپلاستیک در دمای بالا در فلزات پلی‌کریستالی به ویژگی‌های میکروساختاری و به ویژه به اندازه دانه مواد وابسته است. بر اساس رابطه هال ـ پچ کاهش در اندازه دانه منجر به بهبود استحکام در فلزات در دمای اتاق می‌شود. کاهش در اندازه دانه همچنین قابلیت سوپرپلاستیک در دمای بالا، ضریب اصطکاک کم، مقاومت به سایش بالا، عمر خستگی سیکل بالای بهبود یافته و مقاومت به خوردگی خوب را فراهم می‌کند [1,2]. اندازه دانه یکی از ویژگی‌های بسیار مهم در میکروساختار فلزات پلی‌کریستالی است. روش تغییر شکل پلاستیک شدید (SPD) فرایندهای تغییر شکل فلزی پیشرفته‌ای دارد که مقادیر بالای تنش هیدرواستاتیک را بدون تغییر در سطح مقطع مواد به آن‌ها اعمال می‌کند و قادر به تولید مواد فوق ریزدانه (UFG) با مرز بزرگ‌زاویه است. طی سال‌های گذشته تعداد زیادی فرایند SPD برای تولید مواد UFG و نانو دانه مورد استفاده قرار گرفته است که تفاوت اصلی بین آن‌ها رفتار تغییر شکل، شکل قطعه، کرنش اعمال شده در هر پاس و بار مورد نیاز فرایند است [3].

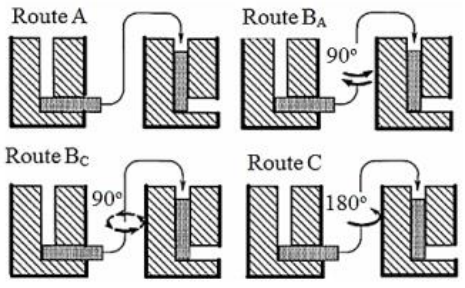
از بین فرایندهای SPD، فرایندهای پرس زاویه‌ای با کانال‌های برابر (ECAP)، تغییر شکل پیچشی تحت فشار زیاد (HPT)، آهنگری چندگانه (MDF)، پرسکاری شیاری محدودشده (CGP)، اکستروژن پیچشی (TE) و اتصال به روش نورد تجمعی (ARB) بیشتر مورد توجه قرار گرفته‌اند [4]. جدول (۱) شماتیک و مقایسه خواص همراه با مزایا و معایب این فرایندها را نشان می‌دهد. اگر چه این روش‌ها به مواد فوق‌ریزدانه (UFG) با استحکام بالا می‌رسند ولی به علت محدودیت ابعادی قطعاتی که تحت این فرایندها قرار می‌گیرند، قادر به تولید انبوه نیستند.

جدول ۱ مقایسه روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید در ایجاد ساختار فوق ریزدانه در فلزات

نام فرایند	مرجع	شماتیک فرایند	شکل نمونه	پیوستگی فرایند	تغییر ابعاد	دمای فرایند	کرنش معادل پس از یک پاس
آهنگری چندگانه	[5]		بالک	ناپیوسته	ندارد	دمای بالا	۰/۵
پرسکاری شیاری محدود شده	[6]		ورق	ناپیوسته	ندارد	دمای محیط	۰/۵۸
اکستروژن پیچشی یا تغییر شکل پیچشی تحت فشار زیاد	[1]		سکه مانند	ناپیوسته	ندارد	دمای محیط	بسته به شعاع و ضخامت قطعه تا ۰/۸ در یک پاس
اتصال به روش نورد تجمعی	[7]		ورق	ناپیوسته	ندارد	دمای محیط و بالاتر	۰/۸
پرس زاویه‌ای با کانال‌های برابر	[3]		بالک	ناپیوسته	ندارد	دمای محیط	بسته به زاویه کانال و انحنا تا کرنش معادل ۱ در هرپاس
نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر	[8]		ورق	پیوسته	ندارد	دمای محیط	بسته به زاویه کانال و انحنا تا کرنش معادل ۰/۶ در هر پاس

در بین این روش‌ها ECAP جذاب‌ترین روش برای تولید مواد نانوکریستالی است. در روش ECAP نمونه‌ها به درون قالبی با دو کانال مشابه که نسبت به هم زاویه‌دار هستند اکسترود می‌شوند و تغییر شکلی از نوع برشی به نمونه اعمال می‌شود. نمونه‌های مورد استفاده به شکل میله یا شمش هستند. در اثر این تغییر شکل شدید، تغییر ابعاد محسوسی در نمونه رخ نمی‌دهد ولی خواص مکانیکی و میکروساختار آن در نتیجه کرنش برشی دچار تغییر می‌شوند [9,10] برای تکرار فرایند بر روی یک نمونه مسیرهای مختلفی استفاده می‌شود که در شکل (۱) نشان داده شده است [11].

امروزه فرایندهای SPD از ابعاد تحقیقات آزمایشگاهی خارج شده و وارد تولید اقتصادی برای تولید مواد UFG شده است. بنابراین ساده کردن عملیات فرایند و به دست آوردن خواص منحصر به فرد مواد بسیار اهمیت دارد و تلاش‌هایی برای اصلاح روش‌های SPD انجام می‌شود. متأسفانه علی‌رغم پژوهش‌های فراوان در زمینه فرایند ECAP کاربرد این فرایند در صنعت بسیار دور از واقعیت است. معایب ذاتی فرایند مانند محدودیت در طول قطعه، بازکردن قالب‌های سنگین برای خروج قطعه‌ها را می‌توان از جمله عوامل اصلی در مهار سازگاری صنعتی فرایند ECAP دانست [10].

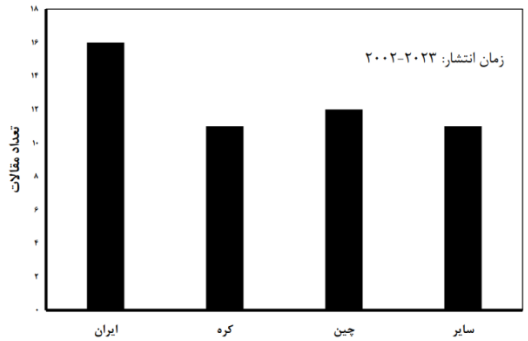


شکل ۱ مسیرهای ممکن در فرایند ECAP [11]

یکی از روش‌های بهبود یافته، نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر (ECAR) است که بر اساس فرایند ECAP برای رفع عیب عدم پیوستگی و نیز قابلیت استفاده برای ورق‌های نازک و بلند گسترش یافته است [12]. این فرایند با نام‌هایی مانند پرس زاویه‌ای با کانال‌های نابرابر (DCAP) و برش نوار محدود شده پیوسته (CCSS) نیز مطرح شده است [12,13]. در این روش ورق‌های نازک فلزی بدون تغییر در ابعاد تحت کرنش برشی از کانال‌های متقاطع قالب عبور می‌کنند. این فرایند قابلیت صنعتی شدن را دارد. مواد مختلفی مانند آلومینیم، مس، منیزیم و سایر مواد می‌توانند با استفاده از فرایند ECAR تولید شوند و خواص مکانیکی، میکروساختار و تنش باقی‌مانده و بافت آن‌ها بررسی شود [14,15]. از جمله پارامترهای مؤثر بر خواص و ریزساختار در فرایند ECAR تعداد پاس نورد، مسیر نورد، لقی بین ورق و کانال، ساختار قالب، دما و زمان پیش‌گرم قالب و قطعه هستند [16,17]. زاویه بین دو کانال از متغیرهای فرایند است ولی بررسی متن غالب مطالعات تجربی نشان دهنده استفاده از زاویه ۱۲۰ درجه بین دو کانال در فرایند ECAR است.

بر اساس رابطه هال ـ پچ، مواد UFG تولید شده به روش‌های SPD، استحکام بالا و انعطاف‌پذیری کم در مقایسه با نمونه درشت‌دانه اولیه دارند. استحکام این مواد با افزایش کرنش افزایش می‌یابد و این شرایط منجر به کاهش انعطاف‌پذیری می‌شود [1]. در برخی نتایج ارائه شده در فرایند ECAR، نشان داده شده است که با وجود افزایش در استحکام با افزایش تعداد پاس فرایند ECAR، کاهش انعطاف‌پذیری بسیار کم است [18].

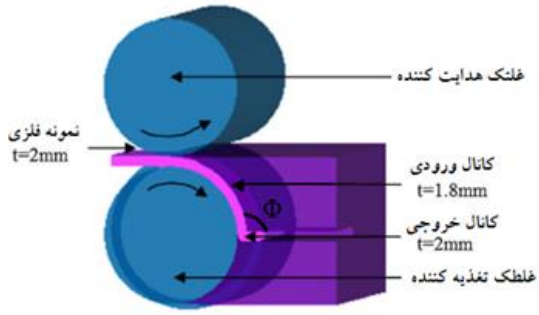
مقالات مروری زیادی در رابطه با فرایند پرس زاویه‌ای با کانال‌های برابر (ECAP) منتشر شده است [4,10] و [19-21] ولی در رابطه با فرایند نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر (ECAR) تعداد مقالات مروری بسیار محدود است. هدف از این مقاله مروری، بررسی مطالعات انجام شده بر مواد مختلف به روش نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر برای بررسی اثر متغیرهای فرایند بر خواص مکانیکی مواد مانند استحکام کششی و تسلیم، انعطاف‌پذیری و سختی در این مواد است. در انتها با بررسی نتایج، تعداد پاس مطلوب را برای دستیابی به بهترین خواص مکانیکی در ورق‌ها با توجه به ساختار بلوری مواد، با حذف هزینه‌های ناشی از افزایش تعداد پاس بیان خواهیم کرد. همچنین با توجه به پژوهش‌های صورت گرفته، پیشنهاداتی در جهت تسریع روند صنعتی شدن فرایند ECAR و پر کردن خلأهای موجود ارائه شده است. بررسی ۵۰ گزارش علمی منتشر شده به زبان انگلیسی در ۲۰ سال گذشته، به طور خاص در رابطه با نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر، نشان دهنده توجه بیشتر پژوهشگران ایرانی به فرایند ECAR است (شکل ۲). گر چه با توجه به گستردگی پژوهش در زمینه فرایند ECAP این اعداد متفاوت خواهد بود.



شکل ۲ مقالات چاپ شده از پژوهشگران کشورهای مختلف در رابطه با فرایند ECAR

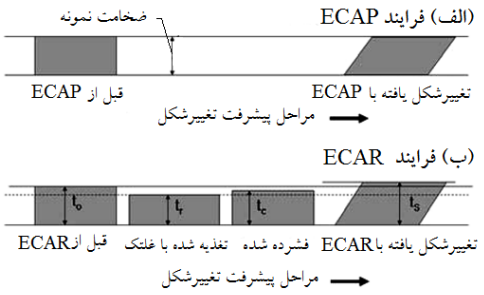
فرایند نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر

فرایند نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر، با افزودن غلتک‌های نورد به فرایند ECAP طراحی شد تا با رفع مشکل ناپیوسته بودن روش قبلی ساختار فوق ریز به صورت پیوسته را با اعمال تغییر شکل برشی در تسمه‌های فلزی ایجاد کند [22]. شکل (۳) شماتیکی از این فرایند را نشان می‌دهد.



شکل ۳ شماتیکی از دستگاه ECAR [18]

در قالب ECAR، Φ (زاویه تقاطع کانال‌ها) معمولاً ۱۲۰ درجه و Ψ (زاویه انحنای قالب) صفر درجه هستند. اصطکاک بین غلتک‌ها و ورق فلزی نیروی مورد نیاز ECAR را تولید می‌کند. حداکثر نیروی تغذیه کننده با نسبت کاهش ممکن در ضخامت ورق، سطح تماس و ضریب اصطکاک بین غلتک‌ها و ورق، محدود شده است. برای کاهش اصطکاک قالب و مقاومت به تغییر شکل طی فرایند ECAR، سطح مقطع در کانال خروجی کمی بزرگ‌تر از کانال ورودی طراحی شده است. در حین نورد ضخامت کم می‌شود و سپس با عبور از منطقه تغییر شکل در محل اتصال دو کانال، ضخامت افزایش می‌یابد. شکل (۴) تغییر در ضخامت را طی فرایند ECAR نشان می‌دهد. ورق تغییر شکل یافته با ECAR، کشش، فشار و تغییر شکل برشی را به طور پیوسته در یک پاس تجربه می‌کند [23,24].



شکل ۴ تغییر ضخامت در فرایندهای (الف)ECAP و (ب)ECAR در یک پاس [24]

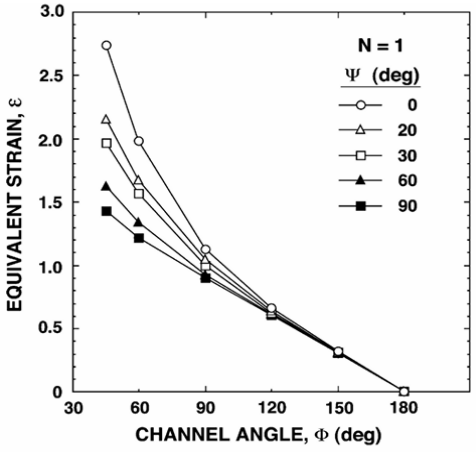
ایواهاشی و همکاران [25] کرنش مؤثر کل در فرایند ECAP را صرف نظر از اصطکاک، با توجه به زاویه تقاطع دو کانال Φ و زاویه انحنا Ψ به شکل رابطه (۱) محاسبه کردند. در این رابطه N بیانگر تعداد تکرار پاس در فرایند است. در صورت مشخص نبودن زاویه انحنا می‌توان به کمک رابطه (۲) کرنش را بر اساس متغیرهای هندسی مانند شعاع تقاطع و قطر کانال محاسبه کرد [26]. ولی استفاده از این رابطه برای فرایند ECAR به این شکل ممکن نیست زیرا در فرایند ECAR کانال‌های ورودی و خروجی با اندازه سطح مقطع‌های متفاوت وجود دارند که بر مقدار کرنش کل مؤثر است. بنابراین رابطه (۱) توسط لی و همکاران [8] به شکل رابطه (۳) اصلاح شد که کرنش مؤثر کل در فرایند ECAR با توجه به نسبت ضخامت کانال‌ها (K) محاسبه می‌شود. پارامتر K معادل نسبت ضخامت کانال ورودی به ضخامت کانال خروجی است. مقادیر پیش‌بینی شده به کمک این رابطه بسیار نزدیک به مقادیر حاصل از بررسی‌های تجربی است [27].

$$\varepsilon_N = N\left\{\frac{2\cot(\Phi/2+\Psi/2)+\Psi\csc(\Phi/2+\Psi/2)}{\sqrt{3}}\right\} \quad (۱)$$

$$\tan\left(\frac{\Psi}{2}\right)=\frac{0.5\,R\sin(\Phi)}{L_0-R\cos^2\left(\frac{\Phi}{2}\right)} \quad (۲)$$

$$\varepsilon_N = NK^2\left\{\frac{2\cot(\Phi/2+\Psi/2)+\Psi\csc(\Phi/2+\Psi/2)}{\sqrt{3}}\right\} \quad (۳)$$

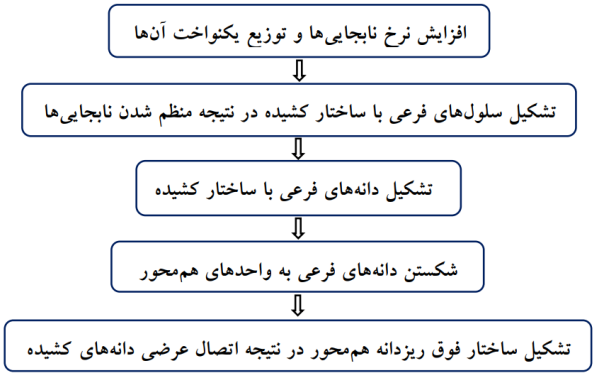
با توجه به رابطه (۳)، کرنش مؤثر در هر پاس از فرایند ECAR، با افزایش در زاویه قالب کاهش می‌یابد. ساختار فوق‌ریزدانه (UFG) زمانی حاصل می‌شود که کرنش تجمع‌یافته در نمونه به سطح بحرانی مشخصی برسد. این سطح بحرانی کرنش، به زاویه کانال بستگی دارد و با افزایش در زاویه کانال افزایش می‌یابد. شکل (۵) نشان می‌دهد که افزایش در زاویه تقاطع کانال‌ها منجر به کاهش کرنش معادل در یک پاس فرایند می‌شود و بنابراین برای دستیابی به کرنش بحرانی برای تشکیل ساختار فوق‌ریزدانه به تعداد پاس بیشتری از فرایند نیاز است. مقدار کرنش بحرانی برای دستیابی به ساختار UFG در فرایند ECAR با زاویه انحنای صفر درجه و با زاویه کانال ۱۱۰، ۱۲۰، ۱۳۰ و ۱۴۰ به ترتیب برابر با ۲/۱، ۲/۹، ۳/۸ و ۴/۴ است. کرنش تجمعی اعمال شده تنها عامل مؤثر بر تشکیل ساختار UFG در فلزات نیست و ضروری است که حد کرنش اعمال شده به نمونه در هر پاس نیز بیش از یک مقدار مشخص باشد [8]. شکل (۵) اهمیت زاویه تقاطع دو کانال Φ و زاویه انحنا Ψ بر کرنش معادل در هر پاس از فرایند ECAP را نشان می‌دهد. با توجه به شکل (۵) می‌توان دریافت که تغییر در زاویه انحنا (Ψ) در محدوده زاویه تقاطع (Φ) ۹۰ تا ۱۸۰ درجه تأثیر نامحسوسی بر کرنش معادل دارد همچنین حداکثر مقدار کرنش در یک پاس از فرایند زمانی حاصل می‌شود که هر دو زاویه تقاطع کانال‌ها و انحنا در حداقل مقدار انتخاب شوند. بنابراین با انتخاب زاویه کوچک‌تری از کانال می‌توان با تعداد پاس کمتری از فرایند ECAR به کرنش بیشتر و ساختار فوق ریزدانه رسید [28].



شکل ۵ تغییر کرنش معادل پس از یک پاس فرایند ECAP با تغییر در زاویه بین دو کانال و زاویه انحنای قالب [28]

خواص مکانیکی مواد بر اثر فرایند ECAR

در فرایند ECAR، مواد با عبور از زاویه بین کانال‌ها، تحت کرنش بالا قرار گرفته و ساختار و خواص مکانیکی تحت تأثیر این کرنش تغییر می‌کنند. بر اساس مطالعات انجام شده فرایند ECAR می‌تواند با کوچک کردن اندازه دانه‌ها در ساختار و افزایش دانسیته نابه‌جایی‌ها منجر به بهبود خواص مکانیکی در فلزات و آلیاژها شود. برای دستیابی به ساختار فوق ریزدانه در فلزات تحت فرایند ECAR، پنج مرحله مورد نیاز است که در شکل (۶) نشان داده شده است [6].

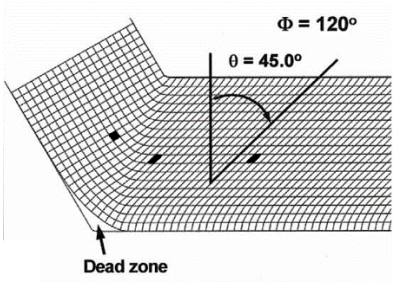


شکل ۶ مراحل متوالی تشکیل ساختار فوق ریزدانه در فرایند ECAR

بر اساس رابطه هال ـ پچ، ریز شدن ساختار باعث افزایش استحکام در مواد می‌شود، در حالی که در مواد نانوکریستالی با اندازه دانه کوچک‌تر از ۲۵ nm روند تغییر در رابطه هال ـ پچ معکوس می‌شود [29] . نتایج آزمون کشش در دمای اتاق پس از تکرار فرایند ECAR در چند پاس، برای فلزات و آلیاژهایی با ساختار FCC و BCC افزایش در استحکام تسلیم و کششی و کاهش در انعطاف‌پذیری را نشان می‌دهد در حالی که برای آلیاژهای HCP نتایج گزارش شده روند تغییرات متفاوتی در خواص مکانیکی را نشان می‌دهد که در ادامه به تفصیل بیان می‌شود.

گزارش‌های ارائه شده توسط پژوهشگران نشان داده است که فرایند ECAR می‌تواند منجر به تولید ساختار ناهمگن با خواص مکانیکی خوب در انواع متفاوتی از مواد مانند آلومینیم [30]، فولاد ضدزنگ [31] و تیتانیوم [32] شود. بررسی ضخامت نمونه نشان دهنده توزیع کرنش‌های بالاتر در مناطق همجوار با لبه ورق نسبت به مرکز آن است. ناهمگنی در مواد پس از فرایند ECAR، نشان دهنده تمرکز نابه‌جایی بیشتر و کاهش بیشتر در

اندازه‌دانه در لبه‌های ورق در مقایسه با مرکز آن است [33]. در فولاد ضدزنگ ناهمگنی در مقطع ورق به این صورت است که پس از فرایند در مناطق نزدیک‌تر به لبه، استحاله مارتنزینی بیشتر از مرکز آن است [31]. با توجه به اینکه برش ساده شکل غالب تغییر شکل در فرایند ECAR است، این تغییر شکل برشی به استثنای مناطق نزدیک به سطح پایینی قطعه، تقریباً در ضخامت قطعه یکنواخت است. این ناهمگنی در نزدیکی سطح پایینی به علت حضور منطقه مرده است که در شکل (۷) با پیکان نشان داده شده است [8].



شکل ۷ الگوی تغییر شکل برشی نمونه تحت فرایند ECAR با زاویه قالب 120° [8]

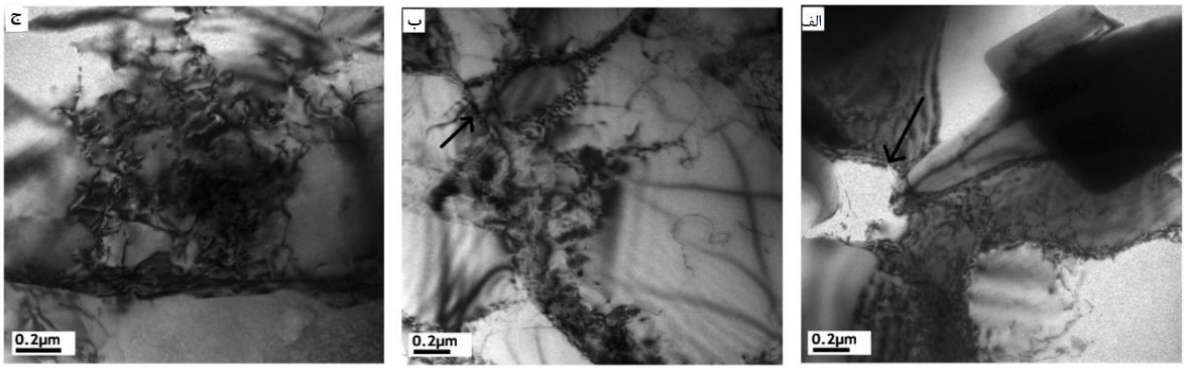
خواص مکانیکی در فلزات با ساختار FCC و BCC پس از ECAR

فلزات و آلیاژهایی با ساختار بلوری FCC و BCC، فلزاتی با قابلیت تغییر شکل خوب هستند و تحت فرایند ECAR، می‌توانند به سادگی با تکرار تعداد پاس، کرنش‌های بالایی را تحمل کنند. فرایند ECAR در ورق‌هایی از جنس آلیاژ آلومینیم ۵۰۳۸ منجر به بهبود خواص مکانیکی شده است. این آلیاژ با افزودن منیزیم به آلومینیم تشکیل شده و مشابه با آلومینیم ساختار بلوری FCC دارد. طبق گزارش ارائه شده توسط نعمتی چاری و همکاران [34] پس از اولین پاس فرایند، استحکام کششی از ۳۳۰ MPa به ۳۷۲ MPa و استحکام تسلیم از ۱۷۸ MPa به ۳۱۴ MPa افزایش یافته و در مقابل ازدیاد طول از ٪۱۳/۵ به ٪۸ کاهش پیدا می‌کند. با ادامه فرایند بین پاس اول تا سوم افزایش جزئی در خواص استحکامی مشاهده می‌شود که پس از پاس سوم تقریباً بدون تغییر باقی می‌مانند. مقایسه خواص مکانیکی بین دو مسیر A و C برای آلیاژ آلومینیم ۵۰۸۳، افزایش کمی در خواص استحکامی و میکروسختی در مسیر C را نشان می‌دهد که به علت توزیع یکنواخت‌تر کرنش پلاستیک در مسیر C نسبت به مسیر A است. آنیل نمونه‌ها قبل از فرایند ECAR افزایش ناچیزی در مقدار استحکام تسلیم و کششی و نیز میکروسختی نشان می‌دهد. همچنین آنیل پس از فرایند ECAR در هر دو دمای $200\ ^{\circ}C$ و $300\ ^{\circ}C$ به مدت یک ساعت، منجر به کاهش خواص استحکامی و میکروسختی و افزایش در ازدیاد طول می‌شود. نتایج ارائه شده توسط بزچلویی و همکاران [14] نیز این روند تغییر در خواص آلیاژ آلومینیم ۵۰۳۸ را تأیید می‌کند و حداکثر مقدار استحکام تسلیم، کششی و میکروسختی در پاس سوم را به ترتیب ۲۸۴ MPa و ۳۸۰ MPa و ۱۱۹ H_V گزارش کرده است.

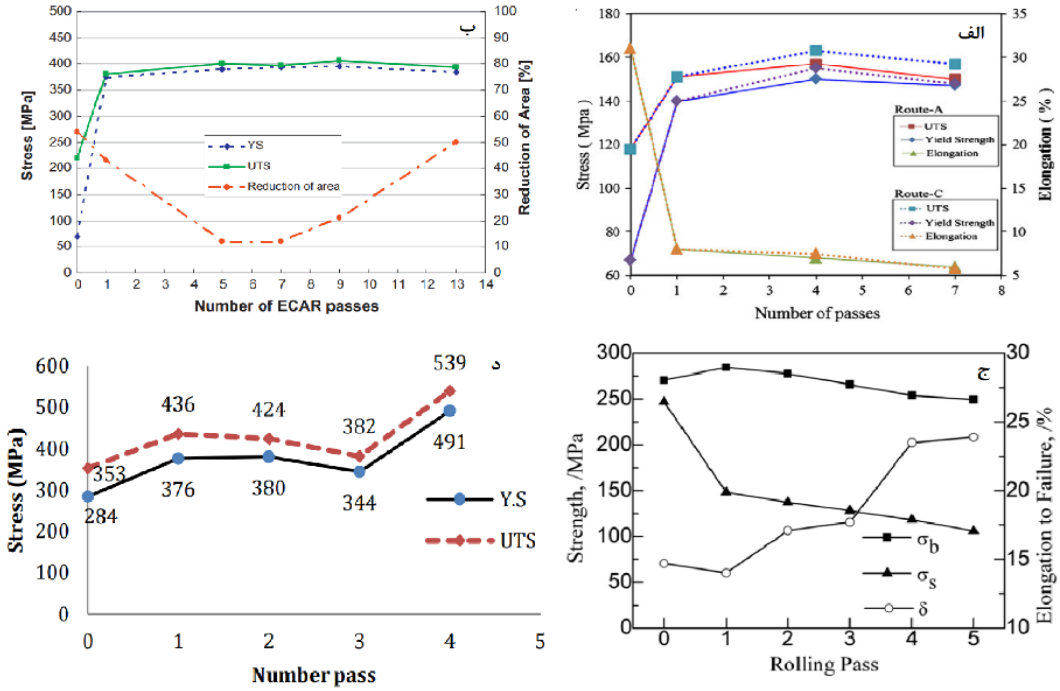
گزارش‌های ارائه شده در بررسی اثر تعداد پاس فرایند ECAR بر خواص مکانیکی دیگر آلیاژهای آلومینیم نیز این روند تغییرات را تأیید می‌کنند. نم و همکاران [35] با بررسی تغییرات اندازه و شکل رسوبات $MgZn_2$ و Al_3Zr در آلیاژ آلومینیم ۷۰۵۰ افزایش میکروسختی را پس از دو پاس فرایند از ۶۰ H_V تا ۱۰۰ H_V نشان دادند. فرایند ECAR منجر به کاهش اندازه رسوبات با شکستن آن‌ها همزمان با کاهش اندازه دانه می‌شود. فرایند ECAR بر روی آلیاژ آلومینیم ۶۰۶۱ با ساختار بلوری FCC نیز افزایش قابل توجه سختی و استحکام تسلیم را در پاس اول و دوم نشان داده است [36]. افزایش دانسیته نابه‌جایی‌ها و تشکیل ساختار فوق‌ریزدانه دلیل این افزایش ناگهانی در خواص مکانیکی است. شکل (۸) تغییر در ریزساختار را با افزایش تعداد پاس در این آلیاژ نشان می‌دهد. پس از یک پاس فرایند، ساختار سلولی با ابعاد بین ۵۰ تا ۳۰۰ نانومتر درون دانه‌های بزرگ‌تر تشکیل می‌شود که با پیکان سیاه در شکل (۸ ـ الف) نشان داده شده است. نمونه پس از دو پاس فرایند از نظر اندازه دانه مشابه با پاس اول است با این تفاوت که تعداد دانه‌های فوق‌ریز متشکل از سلول‌های فرعی بیشتر است (شکل ۸ ـ ب). در پاس پنجم به علت تشکیل حلقه‌های نابه‌جایی درهم پیچیده تشخیص ساختار دانه‌ها مشکل می‌شود (شکل ۸ ـ ج). بنابراین مراحل تشکیل ساختار فوق ریزدانه عبارت از تشکیل سلول‌های نابه‌جایی سپس دیواره‌های نابه‌جایی چندضلعی در مقادیر کرنش بیشتر، تبدیل این دیواره‌ها به مرز و تشکیل ساختار فوق ریزدانه در مواد است. اشباع سختی پس از دو پاس به علت فرایند نرم شدن است که در نتیجه حذف نابه‌جایی‌ها در دانه‌های فرعی است. مسیر فرایند تأثیر قابل توجهی بر افزایش ۶۵ درصدی استحکام تسلیم ندارد [36].

عظیمی و همکاران [37] نشان دادند یک پاس فرایند ECAR بر روی آلیاژ آلومینیم 1100-O استحکام تسلیم را از ۶۷ MPa تا ۱۴۰ MPa و استحکام کششی را از ۱۱۶ MPa تا ۱۵۱ MPa افزایش می‌دهد در حالی که انعطاف‌پذیری از ۳۱ درصد به ۸ درصد کاهش می‌یابد. افزایش استحکام تا پاس چهارم ادامه دارد و به مقدار ۱۵۰MPa برای استحکام تسلیم و ۱۵۷ MPa برای استحکام کششی می‌رسد. تکرار بیش از ۴ پاس منجر به کاهش استحکام در آلومینیم 1100-O می‌شود در حالی که انعطاف‌پذیری همچنان کاهش می‌یابد. جزئیات تغییر در استحکام و انعطاف‌پذیری با تکرار تعداد پاس تا پاس هفتم در دو مسیر A و C در شکل (۹ ـ الف) نشان داده شده است. افزایش شدید در میکروسختی پس از پاس اول مشاهده می‌شود.

بررسی اثر آنیل بر رفتار آلیاژهای آلومینیم نشان می‌دهد که عملیات آنیل کردن باعث افزایش در اندازه دانه و کاهش خواص مکانیکی می‌شود. حتی اگر پس از عملیات آنیل‌کردن، فرایند ECAR انجام شود، اندازه‌دانه پس از پاس اول، نسبت به نمونه بدون آنیل عدد بزرگ‌تری را نشان می‌دهد [40].



شکل ۸ تصاویر TEM از آلیاژ آلومینیم ۶۰۶۱ پس از (الف) یک پاس، (ب) دوپاس و (ج) ۵ پاس فرایند ECAR [36]



شکل ۹ تغییرات استحکام کششی، تسلیم و ازدیاد طول در نمونه‌های: (الف)آلیاژ آلومینیم 1100-O [37]، (ب) مس خالص [38]، (ج) تیتانیوم خالص [39] و (د)آلیاژ منیزیم AZ31 [16]

بررسی تغییر در خواص مکانیکی با تکرار پاس در فرایند ECAR در نمونه‌هایی از جنس مس خالص نیز مانند آلیاژهای آلومینیم افزایش در استحکام و میکروسختی و کاهش در انعطاف‌پذیری را نشان می‌دهد. کواکاج و همکاران [38] از فرایند ECAR برای بررسی خواص مکانیکی مس خالص با هدایت الکتریکی بالا استفاده و مشاهده کردند که حداکثر مقدار افزایش در استحکام تسلیم و کششی در پاس اول اتفاق افتاده است و تقریباً به عدد ۳۷۰ MPa برای هر دو استحکام می‌رسد. سپس تا پاس پنجم استحکام با سرعت کمی افزایش یافته است و پس از آن تغییرات جزئی در استحکام با افزایش در تعداد پاس‌ها مشاهده می‌شود. در این نمونه، حداکثر مقدار استحکام ۴۱۰ MPa در پاس نهم مشاهده می‌شود. روند کاهش سریع در مقدار کاهش سطح مقطع از ۵۴٪ تا ۱۲٪ تا پاس پنجم و پس از آن حالت پایدار بین پاس ۵ تا ۷ مشاهده می‌شود. متعاقباً ادامه دادن تعداد پاس‌های فرایند منجر به افزایش در مقدار کاهش سطح مقطع تا ۵۰٪ می‌شود که در پاس ۱۳ اتفاق می‌افتد. شکل (۹ ـ ب) جزئیات این تغییر را نشان می‌دهد. در این گزارش میکروسختی نیز روندی مشابه با استحکام نشان می‌دهد. حداکثر افزایش در میکروسختی در آغاز فرایند ECAR تا پاس پنجم مربوط به کرنش سختی است که از مقدار ۱۱۷ H_v به ۱۳۲ H_v می‌رسد و ادامه پاس‌ها منجر به افزایش قابل توجهی در میکروسختی نمی‌شود، طوری که پس از پاس پنجم کاهش جزئی در مقدار میکروسختی مشاهده می‌شود. کواکاج و همکاران فرایند ECAR را بر روی نمونه مسی تا ۳۳ پاس ادامه دادند و مشاهده کردند که در ادامه مسیر خواص مکانیکی کاهش یافته و اشباع در استحکام در پاس پنجم رخ داده است. این اشباع در استحکام به علت افزایش در دانسیته نابه‌جایی‌هاست که نقش اساسی در استحکام‌دهی ایفا می‌کند [41].

فولاد کم‌کربن (St 12) نیز مانند سایر فلزات نرم، پس از یک پاس فرایند ECAR افزایش قابل توجهی در استحکام تسلیم و کششی به ترتیب از ۱۵۷ MPa تا ۲۷۳ MPa و از ۳۷۵ MPa تا ۳۸۶ MPa نشان می‌دهد. این افزایش استحکام با کاهش ۴۰ درصدی انعطاف‌پذیری همراه است [42].

بر اساس گزارش‌های قبلی ارائه شده [18] برای مس خالص پس از ۱۰ پاس فرایند ECAR، روند تغییر استحکام و انعطاف‌پذیری با افزایش تعداد پاس را برای فلزات نرمی مانند مس و آلومینیم و فولاد کم‌کربن می‌توان به سه منطقه تقسیم کرد که در ادامه این سه منطقه برای فلز مس خالص بیان شده و برای سایر فلزات نرم قابل تعمیم است:

منطقه ۱: افزایش شدید در استحکام تسلیم و کششی و کاهش قابل توجه در ازدیاد طول در ۳ پاس اول که می‌تواند به علت افزایش ناگهانی نابه‌جایی‌ها در ساختار باشد. در این زمان نابه‌جایی‌ها شروع به در هم پیچیده شدن می‌کنند و ساختارهای سلولی با نابه‌جایی‌های داخلی زیاد تشکیل می‌دهند. کرنش سختی به وسیله تولید نابه‌جایی، حرکت و برخورد آن‌ها فرایند غالب در این منطقه است و در افزایش ۱۵۰ درصدی استحکام تسلیم و ۲۵ درصدی استحکام کششی برای نمونه مسی سهیم است. در همین زمان دانه‌ها شکسته شده و دانه‌های فرعی نیز تشکیل شده‌اند که با توجه به رابطه هال ـ پچ باعث افزایش استحکام می‌شود. زاویه عدم تطابق در این منطقه کمتر از ۲ درجه است که تأیید کننده تشکیل سلول با دانه‌های فرعی است [18]. در اثر اعمال تغییر شکل پلاستیک شدید بر مس دانه درشت اولیه، نابه‌جایی در درون دانه‌ها و مرزها تشکیل می‌شود [43]. ازدیاد طول پس از سه پاس فرایند در نمونه مس خالص ۶۷٪ کاهش و میکروسختی در حدود ۷۰ درصد افزایش می‌یابد [18].

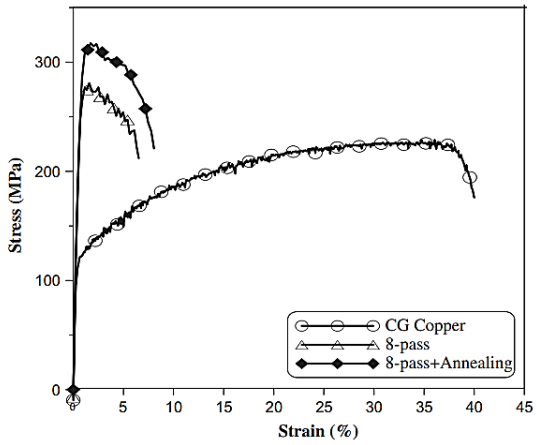
منطقه ۲: افزایش در استحکام تسلیم و کششی و نیز کاهش در ازدیاد طول با شیب بسیار کمی تا پاس هفتم ادامه می‌یابد. دانه‌های فوق‌ریز با مرزهای بزرگ‌زاویه مانع حرکت نابه‌جایی‌ها می‌شوند و استحکام را به میزان بسیار کمی بهبود می‌بخشند. در همین زمان این دانه‌ها ممکن است مکانیزم‌های دیگر تغییر شکل مانند لغزش مرزدانه‌ای و چرخش دانه‌ها را آسان کنند و از کاهش شدید در انعطاف‌پذیری بکاهند [43]. در پاس هفتم که مرز بین منطقه کارسختی و کارنرمی است، سلول‌ها با نوع جدیدی از مرز تشکیل می‌شوند. مرزهای سلول به تدریج به مرزهای نازک‌تر و منظم‌تر تبدیل می‌شوند. اگرچه دانسیته نابه‌جایی‌های داخلی کاهش می‌یابد ولی همچنان تعدادی نابه‌جایی داخلی وجود دارد [44].

منطقه ۳: با افزایش بیشتر تعداد پاس، بعد از پاس هفتم کاهش کمی در نمودار استحکام تسلیم و کششی مشاهده می‌شود ولی این کاهش، افزایشی در ازدیاد طول را به همراه ندارد و ازدیاد طول به طور جزئی به روند کاهشی ادامه می‌دهد به طوری که می‌توان گفت ازدیاد طول پس از پاس سوم تقریباً ثابت است. با

افزایش کرنش پلاستیک تجمعی، تولید و از بین رفتن نابه‌جایی‌ها به تعادل دینامیکی می‌رسند و اندازه دانه به حداقل می‌رسد و کوچک‌تر نمی‌شود. بنابراین، به این منطقه که استحکام تمایل به کاهش دارد، منطقه کارنرمی گفته می‌شود. در این منطقه دانه‌های بسیار ریز با مرزهای نازک و منظم و زاویه عدم تطابق بالا وجود دارند [44]. درشت شدن نابه‌جایی‌ها، کاهش دانسیته آن‌ها، از بین رفتن نابه‌جایی‌ها در مرزدانه‌ها و یا بازیابی دینامیکی باعث کارنرمی در مواد می‌شوند. این در صورتی رخ می‌دهد که مقدار زیاد نابه‌جایی قبل از کرنش‌نرمی وجود داشته باشد [45]. بازیابی دینامیکی در دمای اتاق در مواد نانوکریستالی رایج است [46].

مقایسه مقادیر استحکام در دو مسیر A و C برای نمونه مس خالص، کمتر بودن استحکام در مسیر A را نشان می‌دهد که می‌تواند به علت توزیع نایکنواخت کرنش، جهت‌دار بودن دانه‌ها و کشیدگی آن‌ها در راستای اعمال نیرو در آزمون کشش باشد [47]. تحقیقات انجام شده در فرایند ECAP نیز کمتر بودن استحکام در مسیری که دانه‌های کشیده‌تری ایجاد می‌کند را تأیید می‌کند [48,49]. عملیات حرارتی در دمای کمتر از دمای تبلور مجدد به مدت ۲۰ دقیقه بر نمونه‌های مس خالص پس از ۸ پاس فرایند ECAR بهبود در خواص مکانیکی را نشان داده است. شکل (۱۰) اثر عملیات حرارتی پس از ECAR را برای نمونه مس خالص نشان می‌دهد. مقدار افزایش در استحکام نهایی پس از آنیل در حدود ۵۰ MPa است که با افزایش ۲ درصدی در ازدیاد طول همراه است. با توجه به اینکه یکی از مهم‌ترین عیوب در فرایند ECAR کاهش کارسختی با تکرار پاس‌های فرایند است، می‌توان گفت آنیل نمونه پس از ECAR زیر دمای تبلور مجدد می‌تواند باعث افزایش جزئی کارسختی در نمونه شود. کاهش جزئی در اندازه دانه باعث افزایش استحکام می‌شود در حالی که منظم شدن نابه‌جایی‌ها در اثر تبلور مجدد جزئی، مهم‌ترین عامل بهبود در ازدیاد طول است [50].

مواد با ساختار فوق‌ریز و نانوکریستالی اغلب انعطاف‌پذیری کمی دارند و مقادیر بسیار کمی ازدیاد طول را در تست کشش نشان می‌دهند. این مقادیر کم انعطاف‌پذیری گاهی اوقات به عیوبی مانند تخلخل مربوط می‌شود که می‌تواند در اثر ایجاد ساختار نانو به صورت حجمی باشد. نشان داده شده است که نانوساختار ایجاد شده توسط فرایند ECAR در فلزات نرمی مانند مس و آلیاژهای آلومینیم با حداقل عیوب می‌تواند به طور همزمان استحکام بالا و انعطاف‌پذیری مناسبی داشته باشد. یک دلیل مهم دیگر برای انعطاف‌پذیری کم در مواد با ساختار نانو، عدم توانایی آن‌ها برای سخت شدن در حین تغییر شکل پلاستیک شدید است که معمولاً برای بهبود انعطاف‌پذیری مورد نیاز است. دست‌کاری جزئی در فرایند ممکن است در اثر ذخیره‌سازی نابه‌جایی، نرخ سخت شدن را افزایش دهد و بنابراین منجر به بهبود انعطاف‌پذیری شود [51].



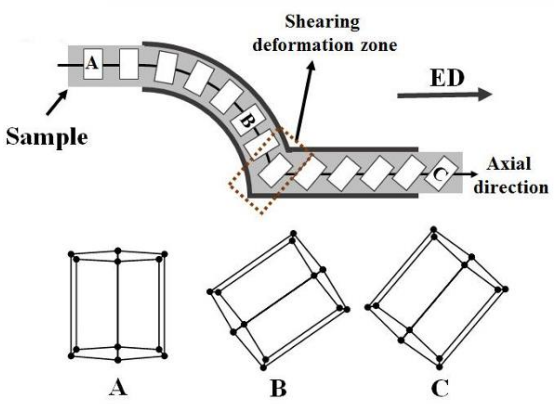
شکل ۱۰ نتایج آزمون کشش مس خالص درشت‌دانه، نمونه‌های مس ۸ پاس فرایند ECAR شده با و بدون عملیات حرارتی بعدی [46]

خواص مکانیکی در فلزات با ساختار HCP پس از ECAR

روند تغییرات در خواص مکانیکی در فلزاتی مانند آلیاژهای منیزیم با ساختار بلوری HCP تا حدودی متفاوت از ساختارهای FCC است. با توجه به مشکل بودن فرایند تغییر شکل در این فلزات، عملیات حرارتی حین فرایند ECAR ضروری است و دمای گرم‌کردن و نرخ سردکردن نمونه‌ها تأثیر زیادی بر نتایج حاصل دارد. حسنی و همکاران [52] ارتباط خواص مکانیکی را با تعداد پاس‌های فرایند ECAR در آلیاژ منیزیم AZ31 بررسی کردند. ورق قبل از هر پاس سه دقیقه پیش‌گرم می‌شود. دمای پیش‌گرم در پاس اول ۳۶۰°C ذکر شده است که در پاس‌های بعدی کاهش می‌یابد به طوری که در پاس دهم به ۱۶۰°C می‌رسد. آزمون کشش، کاهش در استحکام تسلیم از ۱۸۰ MPa در نمونه آنیل شده اولیه به ۱۱/۶ MPa در پاس دهم و همچنین کاهش استحکام کششی از ۲۲۵ MPa به ۱۰۸ MPa را پس از ۱۰

پاس نشان می‌دهد در حالی که درصد ازدیاد طول بهبود می‌یابد و از حدود ٪۱۳ درصد به ٪۷۹ می‌رسد. مشاهده می‌شود که نتایج مربوط به آلیاژ منیزیم با سایر فلزات متفاوت است که می‌تواند به دلیل فعال‌سازی صفحات لغزش همراه با تشکیل دانه‌هایی در ابعاد نانومتری و یا فوق‌ریزدانه با حضور دوقلویی‌های مکانیکی فراوان در ساختار باشد. علی‌رغم کاهش در استحکام با افزایش در تعداد پاس، بهبود پیوسته در میکروسختی مشاهده شده است طوری که پس از ۸ پاس ٪۵۳ افزایش در میکروسختی گزارش شده است. اشباع در میکروسختی پس از پاس هشتم می‌تواند به علت اشباع کرنش در پاس‌های بالا باشد. این روند تغییر در خواص مکانیکی در آلیاژ منیزیم AZ31 توسط پژوهشگران دیگری نیز گزارش شده است [53,54]، با این تفاوت که میکروسختی نیز مانند استحکام پس از انجام فرایند ECAR روند کاهشی نشان داده است [54]. در گزارش ارائه شده توسط پنگ و همکاران [54] با انجام تنها یک پاس فرایند، استحکام تسلیم از مقدار اولیه ۲۰۷ MPa به حدود ۸۰ MPa رسیده است در حالی که نمونه منیزیم AZ31 کاهش جزئی در استحکام کششی را تجربه می‌کند و انعطاف‌پذیری از مقدار اولیه ۱۵درصد به ۳۰ درصد افزایش می‌یابد. در این گزارش بیان شده است که با وجود ریز شدن دانه‌ها میکروسختی افزایش نمی‌یابد و کاهش جزئی را نشان می‌دهد که می‌تواند به علت تأثیر بیشتر جهات کریستالی در تغییرات میکروسختی باشد. شکل (۱۱) به صورت شماتیک تغییر جهت کریستالی در مواد با ساختار HCP را در فرایند ECAR نشان می‌دهد. قبل از ورود به منطقه تغییر شکل برشی، جهت کریستالی تقریباً بدون تغییر است. با عبور از منطقه تغییر شکل برشی، تغییر جهت کریستالی همزمان با تغییر شکل برشی رخ می‌دهد [54].

چن و همکاران [16] با انجام آزمون کشش بر روی نمونه آلیاژ منیزیم AZ31 که پنج پاس تحت فرایند ECAR قرار گرفته است، کاهش در استحکام تسلیم از ۲۵۰ MPa به ۱۰۵ MPa و استحکام کششی از ۲۷۰ MPa به ۲۵۵ MPa را گزارش کرده‌اند. افزایش در ازدیاد طول در این آلیاژ به علت جهت‌گیری کریستالی صفحات است. شکل (۹ ـ ج) روند این تغییرات را نشان می‌دهد. حکیمیان و همکاران [55] افزایش انعطاف‌پذیری از ۹ تا ۱۷ درصد را پس از یک پاس فرایند ECAR در آلیاژ منیزیم AZ31 گزارش کردند. این افزایش در انعطاف‌پذیری با کاهش بیش از ۵۰ درصدی استحکام تسلیم و کششی همراه است. فرایندهای SPD در آلیاژهای منیزیم علاوه بر ریزدانه کردن و بهبود در انعطاف‌پذیری، منجر به رسوب فاز ثانویه و اصلاح در جهات کریستالی نیز می‌شوند. فاز ثانویه رسوب کرده می‌تواند در پاس‌های بالاتر شکسته شود [56].



شکل ۱۱ شماتیک تغییر جهت کریستالی در ساختار HCP در فرایند ECAR [54]

پژوهش در زمینه بررسی تغییر در خواص مکانیکی در فلز تیتانیوم با ساختار HCP با افزایش در تعداد پاس فرایند ECAR محدود است و پژوهشی با زاویه کانال ۱۲۰° در فرایند ECAR برای مقایسه با نتایج سایر فلزات مشاهده نشد. اثر فرایند ECAR بر ورق تیتانیومی با تکرار فرایند در چهار پاس در مسیر C و در دمای محیط توسط هنرپیشه و همکاران [39] بررسی شد و بررسی روند تغییر خواص مکانیکی نشان داد که پس از افزایش شدید در استحکام تسلیم و کششی در پاس اول، نرخ این افزایش در پاس‌های بعدی کم می‌شود و در پاس سوم کاهش در استحکام مشاهده می‌شود. لازم به ذکر است که در این فرایند زاویه تقاطع دو کانال ۱۳۵ درجه و زایه انحنا ۲۰ درجه است. ادامه فرایند منجر به افزایش مجدد در استحکام در پاس چهارم می‌شود. شکل (۹ ـ د) جزئیات این تغییر در استحکام تسلیم و کششی را با ذکر عدد نشان می‌دهد. این روند تغییرات برای سختی نیز تکرار می‌شود. جدول (۲) تعدادی از نتایج حاصل از بررسی فرایند ECAR بر فلزات مختلف را به صورت خلاصه ارائه می‌دهد.

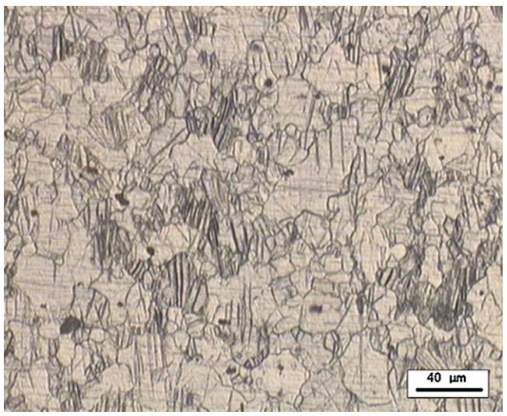
جدول ۲ تعدادی از نتایج حاصل از بررسی خواص مکانیکی برخی فلزات و آلیاژها پس از فرایند ECAR

	نویسنده	آلیاژ	تعداد پاس	نتایج
۱	نعمتی چاری و همکاران [34]	5083 Al	۵	افزایش در میکروسختی در حدود ٪۱۸/۵ در سه پاس اول و کاهش جزئی پس از آن افزایش استحکام تسلیم و کششی به ترتیب برابر با ٪۷۱ و ٪۱۳ در پاس اول و تغییرات بسیار کم با ادامه تعداد پاس‌های فرایند کاهش ۴۰ درصدی در ازدیاد طول پس از پاس اول و تغییرات جزئی با ادامه پاس‌های فرایند
۲	بزچلویی و همکاران [14]	5083 Al	۳	افزایش در میکروسختی در حدود ٪۵۲ پس از سه پاس افزایش در استحکام تسلیم و کششی به ترتیب ٪۹۴ و ٪۱۹ پس از سه پاس اول کاهش ۶۰ درصدی ازدیاد طول پس از سه پاس
۳	کواکاج و همکاران [38]	مس خالص	۱۳	افزایش در میکروسختی در حدود ٪۱۳ پس از ۵ پاس، نرخ افزایش پس از پاس پنجم بسیار کم بود. افزایش در استحکام تسلیم و نهایی کشش به ترتیب معادل ٪۴۷۰ و ٪۷۴ فقط در پاس اول و پس از آن تغییرات بسیار ناچیز بود. کاهش در سطح مقطع در ۷ پاس اول با نرخ بالایی رخ داده ولی پس از آن با رسیدن به پاس ۱۳ تقریباً به مقدار اولیه برگشته است.
۴	حبیبی و همکاران [18]	مس خالص	۱۰	افزایش ۷۰ درصدی در میکروسختی در دو پاس اول و سپس تغییرات جزئی در افزایش میکروسختی با ادامه فرایند در پاس های بالاتر افزایش در استحکام تسلیم و نهایی کشش به ترتیب برابر با ٪۱۴۵ و ٪۲۳ در سه پاس اول مشاهده شد و پس از آن نرخ تغییرات بسیار جزئی بود. کاهش در ازدیاد طول در سه پاس اول ٪۶۷ گزارش شده است.
۵	حسنی و همکاران [52]	AZ31 Mg	۱۰	افزایش در میکروسختی در حدود ٪۵۰ کاهش در استحکام تسلیم و کششی به ترتیب به اندازه ٪۳۷ و ٪۵۲ افزایش در ازدیاد طول از ٪۱۳ در نمونه اولیه تا ٪۷۹ پس از ۱۰ پاس
۶	چن و همکاران [16]	AZ31 Mg	۵	کاهش در استحکام تسلیم و کششی به ترتیب به اندازه ٪۵۸ و ٪ ۵ افزایش در ازدیاد طول از ٪۱۴ در نمونه اولیه تا ٪۲۴ پس از ۵ پاس
۷	هنرپیشه و همکاران [39]	تیتانیم	۴	افزایش در میکروسختی به اندازه ٪۴۰ افزایش در استحکام تسلیم و کششی به ترتیب برابر با ٪۷۲ و ٪۵۲

مواد با ساختار کریستالی HCP و با محدودیت در حالت‌های تغییر شکل مانند آلیاژهای منیزیم و تیتانیم معمولاً در فرایندهای نورد، بافت کریستالی بسیار قوی ایجاد می‌کنند و با تغییر شکل بسیار کمی مواجه می‌شوند که به علت جهت‌گیری صفحات پایه در صفحه ورق است که توانایی مواد برای تطبیق کرنش پلاستیک را محدود می‌کند. بنابراین این ساختارها محدودیت‌های بسیاری در زمان فعال‌سازی سیستم‌های لغزشی دارند. این رفتار استفاده از منابع خارجی انرژی به شکل گرما را برای ساده کردن اعمال تغییر شکل پلاستیک شدید بدون ایجاد ترک ضروری می‌کند [32]. در استفاده از فرایندهای SPD تا حدودی بر این محدودیت غلبه می‌شود و با فوق‌ریزشدن دانه‌ها انعطاف‌پذیری بهبود می‌یابد. علاوه بر کاهش در اندازه دانه، فرایند SPD می‌تواند به وسیله معرفی حالت‌های متفاوتی از تغییر شکل مانند برش، بافت کریستالی را تغییر دهد [7]. گزارش شده است که با فعال شدن مکانیسم برش در فرایند ECAP استحاله فازی در تیتانیم از ساختار هگزاگونال فشرده (HCP) به ساختار بلوری مکعبی با وجوه مرکز پر (FCC) انجام می‌شود [57].

علاوه بر لغزش نابه‌جایی‌ها در مواد HCP، تغییر شکل پلاستیک شدید در این مواد همراه با دوقلویی است. دوقلویی می‌تواند از نوع کششی، فشاری یا تبلور مجدد باشد که به بافت

کریستالوگرافی و نوع تغییر شکل بستگی دارد. بنابراین در فرایند ECAR فعال‌سازی لغزش یا دوقلویی به شدت به شرایط فرایند مانند میزان کرنش اعمالی، دما، نوع آلیاژ، اندازه دانه اولیه و غیره وابسته است [32]. شکل (۱۲) تشکیل دوقلویی در آلیاژ منیزیم AZ31 را پس از شش پاس فرایند ECAR نشان می‌دهد. نتایج نشان داده‌اند که با افزایش دما مقدار دوقلویی افزایش می‌یابد که می‌تواند به علت رشد دانه‌ها و تسریع در مهاجرت مرزدانه‌ها باشد [58].



شکل ۱۲ تصویر میکروسکوپ نوری از نمونه منیزیم AZ31 پس از شش پاس فرایند ECAR [52]

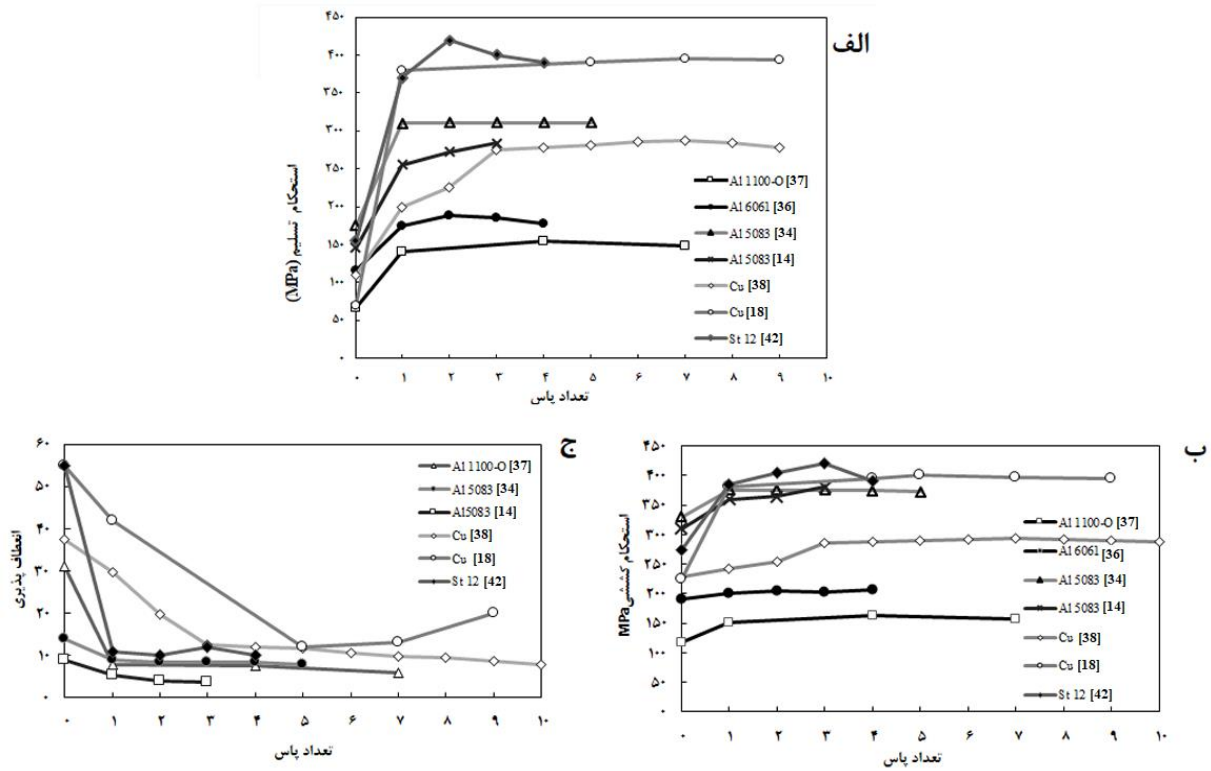
تعداد پاس بهینه فرایند ECAR در دستیابی به بهترین خواص مکانیکی

در مجموع روند تغییر در خواص مکانیکی فلزات و آلیاژهای مختلف در فرایند ECAR مشابه با فرایند ECAP است با این تفاوت که امکان استفاده برای ورق‌ها فراهم شده است. بنابراین محدودیت اصلی فرایند ECAP برای صنعتی شدن یعنی عدم پیوستگی فرایند تا حدودی رفع شده و امکان استفاده از این فرایند SPD در صنعت فراهم شده است. در مقالات مروری و تحقیقاتی مربوط به فرایند ECAP متغیرهای فرایند مانند مسیر فرایند، زاویه قالب، تعداد پاس و دمای عملیات برای تحلیل رفتار مکانیکی و میکروساختار مواد تغییر شکل یافته مورد بررسی و مطالعه قرار گرفته است ولی در رابطه با فرایند ECAR مطالعه مروری که نشان دهنده اثر تعداد پاس بر خواص مکانیکی ورق تغییر شکل یافته باشد، وجود ندارد.

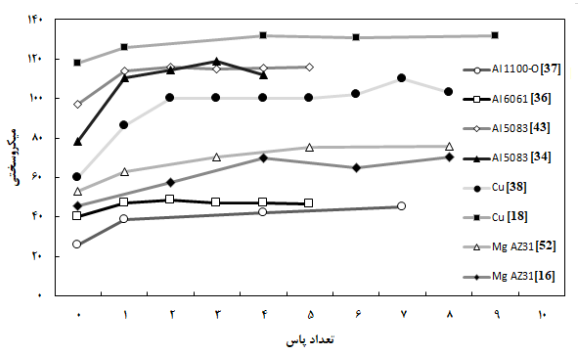
در این مقاله مروری با بررسی مطالعات انجام شده بر فلزاتی از جنس آلومینیم، مس، تیتانیم، فولاد و منیزیم دریافتیم که در فلزاتی با ساختار بلوری FCC و BCC افزایش در تعداد پاس فرایند ECAR منجر به کاهش در اندازه دانه و بهبود در خواص استحکامی می‌شود ولی افزایش بیش از سه پاس از فرایند منطقی به نظر نمی‌رسد. شکل (۱۳) نشان می‌دهد که در تمام نتایج گزارش شده در فلزات نرمی مانند آلیاژهای آلومینیم، فولاد و مس، تغییر در استحکام تسلیم و کششی در پاس اول قابل توجه است و در پاس‌های دوم تا چهارم به حداکثر مقدار خود می‌رسد. انعطاف‌پذیری در غالب ورق‌های فلزی پس از فرایند ECAR در پاس اول کاهش شدیدی را نشان می‌دهد و با تکرار پاس‌های بیشتر کاهش در انعطاف‌پذیری ادامه می‌یابد. بنابراین افزایش بیش از سه پاس علاوه بر تحمیل هزینه تکرار پاس فرایند ECAR، منجر به افزایش جزئی استحکام و یا حتی کاهش خواص مکانیکی همراه با کاهش انعطاف‌پذیری می‌شود. در رابطه با فلزاتی مانند آلیاژهای منیزیم با ساختار HCP علی‌رغم ریز شدن دانه‌ها با فرایند ECAR، نحوه تغییر استحکام تسلیم و کششی متفاوت از سایر فلزات است و غالباً با کاهش شدید استحکام تسلیم و کششی همراه است. همچنین فرایند ECAR در این فلزات، منجر به بهبود انعطاف‌پذیری می‌شود [16,55]. با توجه به اینکه انتظار می‌رود استحکام در تیتانیم با ساختار HCP نیز مانند آلیاژهای منیزیم روند کاهشی نشان دهد، افزایش در خواص مکانیکی با تکرار پاس در تنها گزارش ارائه شده نیاز به تحقیقات بیشتری دارد.

در فرایندهای تغییر شکل‌پلاستیک شدید با کانال‌های متقاطع، تغییر شکل مواد فلزی به وسیله دوقلویی و لغزش کنترل می‌شود. به صورت معمول، دوقلویی در مقادیر کمتر کرنش، فرایند غالب است و با افزایش کرنش لغزش نابه‌جایی‌ها عامل اصلی تغییر شکل خواهد بود. با تغییر متغیرهای فرایند مانند دما، تعداد پاس، مسیر فرایند و غیره، مکانیسم غالب تغییر شکل نیز تغییر خواهد کرد. با ریز شدن دانه‌ها تشکیل دوقلویی محدود می‌شود و مکانیسم تغییر شکل از دوقلویی به لغزش نابه‌جایی تغییر می‌کند [20].

بررسی تغییرات سختی در فلزاتی مانند آلیاژهای آلومینیم، منیزیم و مس (شکل ۱۴) نیز تأیید می‌کند که حداکثر مقدار میکروسختی در این فلزات در سه پاس اول فرایند ECAR مشاهده می‌شود و تکرار پاس فرایند بیش از سه پاس، تغییر قابل توجهی را در میکروسختی در اکثر پژوهش‌ها نشان نداده است.



شکل ۱۳ تغییرات: (الف) استحکام تسلیم، (ب) استحکام کششی و (ج) انعطاف‌پذیری با افزایش تعداد پاس فرایند ECAR بر فلزات مختلف



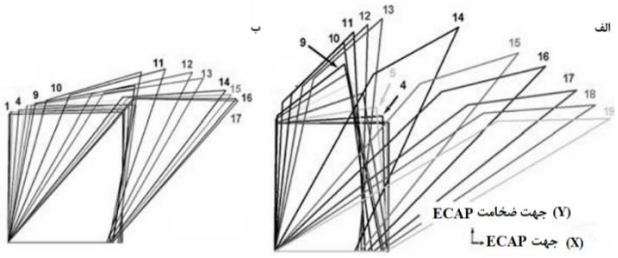
شکل ۱۴ تغییرات میکروسختی با افزایش تعداد پاس در فلزات مختلف

با توجه به اینکه حداکثر افزایش در دانسیته نابه‌جایی‌ها و افزایش استحکام در پاس اول مشاهده می‌شود و در پاس‌های اول تا سوم این روند افزایش استحکام کم می‌شود و در پاس‌های بالاتر (بیش از ۱۰ پاس) حتی با کاهش استحکام همزمان با کاهش انعطاف‌پذیری مواجه خواهیم شد، بنابراین صرف هزینه برای تکرار بیش از سه پاس منطقی نیست.

مقایسه خواص فلزات پس از فرایند ECAP و ECAR

همان طور که در بخش‌های قبلی ذکر شد، در فرایند ECAR ورق فلزی با کمک اصطکاک سطحی بین غلطک‌ها و ورق، به داخل کانال تغذیه می‌شود و این نیروی تغذیه کننده کافی نیست. بنابراین در طراحی، سطح مقطع کانال خروجی کمی بیشتر از کانال ورودی در نظر گرفته می‌شود تا نیروی اصطکاک را در حین فرایند کاهش دهد. در شکل (۴) نشان داده شد که در یک پاس از فرایند ECAR، ورق فلزی تغییر شکلی شامل کرنش، فشار و برش را تجربه می‌کند. پس در صورت یکسان بودن زاویه تقاطع کانال‌ها در دو فرایند ECAR و ECAP، کرنش مؤثر تجمع یافته کل در فرایند ECAR بسیار بزرگ‌تر از آن چیزی است که با برش به تنهایی در فرایند ECAP حاصل می‌شود [24]. سو و همکاران [59] با استفاده از داده‌های المان محدود نحوه تغییر شکل در یک المان انتخابی از بخش میانی ضخامت یک نمونه را بررسی کردند (این المان در فرایند ECAR در شکل (۷) با رنگ سیاه نشان داده شده است). شکل (۱۵) یک سری از الگوهای تغییر شکل این المان مربعی را پس از یک پاس از فرایندهای ECAP و ECAR نشان می‌دهد. در مقایسه با ECAP، تغییر شکل در فرایند ECAR از تغییر شکل برشی ساده ایدئال منحرف می‌شود

که به دو عامل بستگی دارد. اولین عامل زاویه تقاطع دو کانال است که در فرایند ECAP برابر با ۹۰ درجه و در فرایند ECAR برابر با ۱۲۰ درجه است که منجر به کرنش‌های متفاوت می‌شود و عامل دوم تفاوت در ضخامت کانال ورودی و خروجی در ECAR است که منجر به تغییر در ارتفاع و اعمال فشار می‌شود. امکان کاهش زاویه کمتر از ۱۰۰ درجه در فرایند ECAR وجود ندارد.



شکل ۱۵ تغییر شکل یک المان انتخابی از قسمت میانی ضخامت نمونه تحت فرایندهای: (الف) ECAP با زاویه کانال ۹۰ درجه و (ب) ECAR با زاویه کانال ۱۲۰درجه [59]

مقایسه نتایج مربوط به ریزساختار و خواص مکانیکی در نمونه مس خالص پس از فرایندهای ECAR و ECAP در صورتی که زاویه کانال برابر باشد، تقریباً مقادیر یکسانی را نشان می‌دهد. در هر دو فرایند حداکثر چگالی نابه‌جایی پس از یک پاس در محدوده $۲۱\times۱۰^{۱۴}\ m^{-2}$ و استحکام کششی در حدود ۴۰۰ MPa است [41]. در مقایسه دو فرایند ECAP و ECAR در آلیاژهای آلومینیم، برادوا و همکاران [60] بیان کردند که دستیابی به ساختار فوق‌ریزدانه با سختی بیشتر در فرایند ECAR امکان‌پذیر است. که به دلیل سطح بالای تنش برشی در تغییر شکل با نرخ بالا در یک مرحله، تحرک بالای نابه‌جایی، فعال‌سازی سیستم لغزشی اضافی و افزایش چگالی نابه‌جایی است. خواص مکانیکی پس از ECAR با همان نظم و ترتیب فرایند ECAP تغییر می‌کند که شامل افزایش استحکام و کاهش انعطاف‌پذیری است. بنابراین تمایز اصلی در این دو فرایند در پیوسته بودن فرایند ECAR در مقایسه با ECAP است. در حالی که روند تغییر در خواص مکانیکی در هر دو فرایند تقریباً مشابه است، در زاویه یکسان ازکانال‌ها، در فرایند ECAR کرنش بیشتری در فلز مشاهده می‌شود.

جدول ۳ مقایسه فرایند ECAP با فرایند ECAR [60]

ویژگی	ECAP	ECAR
نرخ کرنش (s^{-1})	$۱۰^{-۲}$	$۱۰^{۴}$–$۱۰^{۵}$
نوع تغییر شکل	برش ساده (تنش‌های مماسی)	فشار پالسی (تنش‌های عمودی)+ برش ساده (تنش‌های مماسی)
تعداد پاس مورد نیاز برای دستیابی به ساختار با اندازه دانه متوسط کمتر از ۵۰۰ نانومتر	۶–۸	۱–۲ (کسر مرزهای بزرگ زاویه بیش از ۵۰ درصد)
ماکروجریان مواد	لایه‌ای آرام	لایه‌ای آرام + متلاطم آشفته
دانسیته نابه‌جایی‌های شبکه (m^{-2})	$۱۰^{۱۳}$–$۱۰^{۱۰}$	$۱۰^{۱۴}$–$۱۰^{۱۵}$
سیستم لغزش (صفحات)	اکتاهدرال	اکتاهدرال + غیراکتاهدرال

نتیجه‌گیری

در این مقاله مروری بر گزارش‌های ارائه شده در رابطه با خواص مکانیکی مواد پس از فرایند ECAR انجام شد. علی‌رغم مطالعات گسترده و مقالات مروری فراوان در زمینه فرایند ECAP، با توجه به محدودیت‌های فرایند در سازگاری با صنعت، به نظر ادامه انجام پژوهش و صرف هزینه تحقیقاتی در فرایندهایی مانند ECAR که امکان صنعتی شدن دارند، منطقی‌تر باشد. نتایج برای مواد پس از فرایند ECAR، در دو دسته مواد با ساختار FCC و BCC و همچنین مواد با ساختار HCP مورد بررسی قرار گرفت. مطالعات نشان داد برای فلزاتی مانند آلیاژهای آلومینیم، فولاد و مس استحکام تسلیم و کششی و میکروسختی با افزایش در تعداد پاس‌های فرایند افزایش پیدا می‌کند و انعطاف‌پذیری تا حدودی کاهش می‌یابد. حداکثر مقدار تغییرات در خواص مکانیکی در سه پاس اول مشاهده می‌شود و پس از آن تغییرات بسیار جزئی و یا در برخی موارد با روند معکوس ادامه پیدا می‌کند. همچنین استحکام در مسیر C بیشتر از مسیر A است که به علت چرخش ۱۸۰ درجه‌ای نمونه‌هاست که منجر به کرنش پلاستیک یکنواخت‌تر می‌شود. فرایند ECAR برای آلیاژهای با ساختار HCP علی‌رغم شکل‌پذیری پایین، با استفاده از پیش‌گرم و عملیات حرارتی بین پاس‌ها انجام شده و منجر به ریزدانه شدن

و دستیابی به نانوساختار می‌شود ولیکن تأثیر فرایند ECAR بر خواص مکانیکی فلزات با ساختار HCP مانند آلیاژ منیزیم AZ31 متفاوت است و منجر به بهبود انعطاف‌پذیری در این مواد می‌شود، در حالی که استحکام را کاهش می‌دهد که به علت فعال‌سازی صفحات لغزش و تشکیل دوقلویی‌های فراوان و همچنین تأثیر جهات کریستالی در حین فرایند ECAR در این مواد است. بنابراین می‌توان گفت فرایند ECAR روشی مفید برای اصلاح ساختار و بهبود در خواص مکانیکی مواد است که می‌تواند بدون تغییر در ابعاد نمونه اولیه و با هزینه کم انجام شود و امکان صنعتی شدن را دارد. همچنین با در نظر گرفتن هزینه‌های مربوط به فرایند، با تکرار حداکثر سه پاس از فرایند، می‌توان به خواص مکانیکی مطلوب رسید.

زمینه‌های تحقیقاتی پیشنهادی

۱. نتایج نشان می‌دهدکه عملیات حرارتی پس از فرایند ECAR و یا بین پاس‌ها اثر قابل توجهی بر میکروساختار و خواص مکانیکی به ویژه در آلیاژها با ساختار HCP دارد. با توجه به اینکه پژوهشگران برای افزایش قابلیت شکل‌پذیری در این مواد دماهای مختلف با نرخ سردکردن متنوعی را مورد مطالعه قرارداده‌اند، بنابراین نیاز به مطالعات جامعی در رابطه با عملیات حرارتی قبل و بین پاس‌ها و پس از فرایند، ضروری به نظر می‌رسد.

۲. بررسی تمام متغیرهای فرایند کاری دشوار به نظر می‌رسد و نتایج ممکن است آنچه انتظار می‌رود نباشد، بنابراین در اغلب پژوهش‌های صورت گرفته در رابطه با فرایند ECAR، اثر تعداد پاس و مسیر فرایند بررسی شده و مطالعات محدودی در رابطه با اثر اندازه زاویه بین کانال‌ها و زاویه انحنا صورت پذیرفته است. همچنین بررسی اثر اصطکاک بین قطعه و قالب در فرایند به مطالعات بیشتری نیاز دارد.

۳. بررسی مسیر فرایند نشان داده است که نتایج در مسیر C بهتر و استحکام بیشتر است ولی در مقیاس صنعتی اهمیت مسیر فرایند باید بررسی شود.

۴. پژوهش‌های انجام شده اختلاف ساختار بین قسمت‌های در تماس با قالب (سطح قطعه) و قسمت‌های میانی نمونه را تأیید می‌کند ولی تا کنون در جهت کاهش این اختلاف مطالعه‌ای صورت نپذیرفته است که این مورد در مقیاس صنعتی استفاده از فرایند ECAR اهمیت پیدا می‌کند. اهمیت این اختلاف زمانی مشاهده می‌شود که تکرار پاس در مسیر A صورت پذیرفته باشد که سطح بالا و پایینی قطعه نیز ساختار متفاوتی را نشان خواهند داد. همچنین اختلاف بین سطح و درون قطعه می‌تواند بر خواص خستگی مؤثر باشد. گزارش‌های محدودی در رابطه با بررسی خستگی فلزات پس از فرایند ECAR ارائه شده است که بهبود در رفتار خستگی را در نمونه‌های مس خالص پس از فرایند ECAR تأیید می‌کند [61].

۵. در صورت استفاده صنعتی از فرایند ECAR، بررسی اثر فرایند بر بسیاری دیگر از فلزات و آلیاژها که تا کنون بررسی نشده‌اند، ضروری به نظر می‌رسد. بررسی فرایند ECAR بر خواص کامپوزیت‌های زمینه فلزی می‌تواند منجر به تغییر در مکانیسم‌های غالب ریزدانه شدن شود. برخلاف دیگر نتایج گزارش شده در فلزات و آلیاژها، بهبود استحکام همراه با افزایش در انعطاف‌پذیری در کامپوزیت SiCp/AZ91 پس از دو پاس فرایند ECAR گزارش شده است [62] که لزوم ادامه تحقیقات در این زمینه را تأیید می‌کند.

۶. فرایند ECAR برای تولید کامپوزیت‌های لایه‌ای فلزی می‌تواند مورد استفاده قرار گیرد. در این زمینه ورق‌های دولایه Al/Cu به کمک این فرایند تولید شده و اثر تعداد پاس بر خواص و ریزساختار آن بررسی شده است [9,63]. در این نمونه‌ها شیب کاهش اندازه‌دانه در لایه‌ها از جنس مختلف، متفاوت خواهد بود.

فهرست علائم و اختصارات

علائم انگلیسی

تعداد پاس	N

علایم یونانی

زاویه کانال	Φ
زاویه انحنا	Ψ

واژه‌نامه

تغییر شکل پلاستیک شدید	SPD
مواد فوق ریزدانه	UFG
پرس زاویه‌ای با کانال‌های برابر	ECAP

نورد زاویه‌ای با کانال‌های برابر	ECAR
تغییر شکل پیچشی تحت فشار زیاد	HPT
آهنگری چندگانه	MDF
پرسکاری شیاری محدود شده	CGP
اکستروژن پیچشی	TE
اتصال به روش نورد تجمعی	ARB
برش نوار محدود شده پیوسته	CCSS
پرس زاویه‌ای با کانال‌های نابرابر	DCAP

تقدیر و تشکر

مراجع

[1] C. Wang, et al., "Review on modified and novel techniques of severe plastic deformation," *Science China Technological Sciences*, vol. 55, pp. 2377-2390, 2012. https://doi.org/10.1007/s11431-012-4954-y

[2] K. Kumar, H. Van Swygenhoven, and S. Suresh, "Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys," *Acta materialia*, vol. 51, no. 19, pp. 5743-5774, 2003. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2003.08.032

[3] G. Faraji, and H. Kim, "Review of principles and methods of severe plastic deformation for producing ultrafine-grained tubes," *Materials Science and Technology*, vol. 33, no. 8, pp. 905-923, 2017. https://doi.org/10.1080/02670836.2016.1215064

[4] A. Gupta, B. Chandrasekhar, and K. K. Saxena, "Effect of Equal-channel angular pressing on mechanical properties: An overview," *Materials Today: Proceedings*, vol. 45, pp. 5602-5607, 2021. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.02.317

[5] H. Miura, M. Kobayashi, and T. Benjanarasuth, "Effects of strain rate during multi-directional forging on grain refinement and mechanical properties of AZ80Mg alloy," *Materials Transactions*, vol. 57, no. 9, pp. 1418-1423, 2016. https://doi.org/10.2320/matertrans.MH201504

[6] B. Chandrasekhar, et al., "A brief overview of the equal channel angular processing approach," *Materials Today: Proceedings*, 2023. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.02.356

[7] M. Ciemiorek, M. Orłowska, and M. Lewandowska, "Ultrafine-Grained Plates and Sheets: Processing, Anisotropy and Formability," *Advanced Engineering Materials*, vol. 22, no. 1, pp. 1900666, 2020. https://doi.org/10.1002/adem.201900666

[8] J. C. Lee, H. K. Seok, and J. Y. Suh, "Microstructural evolutions of the Al strip prepared by cold rolling and continuous equal channel angular pressing," *Acta Materialia*, vol. 50, no. 16, pp. 4005-4019, 2002. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00200-8

[9] M. Darvishi, M. Morovvati, and A.J. Aghchai, "Effects of equal channel angular rolling process on the mechanical properties of Al-Cu two-layer sheets: experimental and numerical approaches," *Engineering Research Express*, vol. 5, no. 3, pp. 035023, 2023. https://doi.org/10.1088/2631-8695/ace6f5

[10] N. Sadasivan, M. Balasubramanian, and B. Rameshbapu, "A comprehensive review on equal channel angular pressing of bulk metal and sheet metal process methodology and its varied applications," *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 59, pp. 698-726, 2020. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.10.032

[11] R. Z. Valiev, and T. G. Langdon, "Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain

refinement," *Progress in materials science*, vol. 51, no. 7, pp. 881-981, 2006. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2006.02.003

[12] J. C. Lee, et al., "Controlling the textures of the metal strips via the continuous confined strip shearing (C2S2) process," *Materials Research Bulletin*, vol. 36, no. 5-6, pp. 997-1004, 2001. https://doi.org/10.1016/S0025-5408(01)00557-8

[13] O. Saray, G. Purcek, and I. Karaman, "Principles of equal-channel angular sheet extrusion (ECASE): application to IF-steel sheets," *Reviews on advanced materials science*, vol. 25, pp. 42-51, 2010.

[14] J. E. Bozcheloei, M. Sedighi, and R. Hashemi, "The effect of temperature on the mechanical properties and forming limit diagram of Al 5083 produced by equal channel angular rolling," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 105, pp. 4389-4400, 2019. https://doi.org/10.1007/s00170-019-04586-1

[15] R. Kočiško, et al., "Evaluation of Powder Metallurgy Workpiece Prepared by Equal Channel Angular Rolling," *Materials*, vol. 16, no. 2, pp. 601, 2023. https://doi.org/10.3390/ma16020601

[16] Z. H. Chen, Y. Q. Cheng, and W. J. Xia, "Effect of equal-channel angular rolling pass on microstructure and properties of magnesium alloy sheets," *Materials and Manufacturing Processes*, vol. 22, no. 1, pp. 51-56, 2007. https://doi.org/10.1080/10426910601015907

[17] G. Faraji, and H. Torabzadeh, "An overview on the continuous severe plastic deformation methods," *Materials transactions*, vol. 60, no. 7, pp. 1316-1330, 2019. https://doi.org/10.2320/matertrans.MF201905

[18] A. Habibi, M. Ketabchi, and M. Eskandarzadeh, "Nano-grained pure copper with high-strength and high-conductivity produced by equal channel angular rolling process," *Journal of Materials processing technology*, vol. 211, no. 6, pp. 1085-1090, 2011. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2011.01.009

[19] E. Baysal, et al., "An overview of deformation path shapes on equal channel angular pressing", *Metals*, vol. 12, no. 11, pp. 1800, 2022. https://doi.org/10.3390/met12111800

[20] L. Cui, et al., "Recent Advances in the Equal Channel Angular Pressing of Metallic Materials," *Processes*, vol. 10, no. 11, pp. 2181, 2022. https://doi.org/10.3390/pr10112181

[21] S. Prithivirajan, et al., "Recent progress in equal channel angular pressing of magnesium alloys starting from Segal's idea to advancements till date–A review," *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture*, vol. 6, no. 1, pp. 82-107, 2023. https://doi.org/10.1016/j.ijlmm.2022.08.001

[22] B.Q. Han, and T.G. Langdon, "Improving the high-temperature mechanical properties of a magnesium alloy by equal-channel angular pressing," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 410, pp. 435-438, 2005. https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.084

[23] A. Mashhuriazar, et al., "Finite element analysis and optimization of equal-channel angular rolling process by using Taguchi Methodology," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 32, no. 1, pp. 176-184, 2023. https://doi.org/10.1007/s11665-022-07100-z

[24] Y. H. Chung, J. W. Park, and K. H. Lee, "An analysis of accumulated deformation in the equal channel angular rolling (ECAR) process," *Metals and Materials International*, vol. 12, pp. 289-292, 2006.

https://doi.org/10.1007/BF03027545

[25] Y. Iwahashi, et al., "Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials," *Scripta materialia*, vol. 35, no. 2, 1996. https://doi.org/10.1016/1359-6462(96)00107-8

[26] C. L. Pérez, "On the correct selection of the channel die in ECAP processes," *Scripta Materialia*, vol. 50, no. 3, pp. 387-393, 2004. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2003.10.007

[27] J. H. Han, et al., "Evaluation of formability and planar anisotropy based on textures in aluminum alloys processed by a shear deforming process," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 477, no. 1-2 pp. 107-120, 2008. https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.04.117

[28] K. Furuno, et al., "Microstructural development in equal-channel angular pressing using a 60 die," *Acta Materialia*, vol. 52, no. 9, pp. 2497-2507, 2004. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.01.040

[29] C. Carlton, and P. Ferreira, "What is behind the inverse Hall–Petch effect in nanocrystalline materials?," *Acta Materialia*, vol. 55, no. 11, pp. 3749-3756, 2007. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.02.021

[30] J. A. Muñoz, M. Avalos, and R. E. Bolmaro, "Heterogeneity of strain path, texture and microstructure evolution of AA6063-T6 processed by Equal Channel Angular Sheet Extrusion (ECASE)," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 768, pp. 349-357, 2018. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.07.216

[31] J. A. Munoz, et al., "Inducing heterogeneity in an austenitic stainless steel by equal channel angular sheet extrusion (ECASE)," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 8, no. 2, pp. 2473-2479, 2019. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.04.013

[32] J. A. Munoz, et al., "Equal channel angular sheet extrusion (ECASE) produces twinning heterogeneity in commercially pure titanium," *Materials Characterization*, vol. 181, p. 111460, 2021. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111460

[33] J. A. Muñoz, et al., "Equal channel angular sheet extrusion (ECASE) as a precursor of heterogeneity in an AA6063-T6 alloy," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 102, pp. 3459-3471, 2019. https://doi.org/10.1007/s00170-019-03425-7

[34] R. Nemati Chari, B. Mollaei Dariani, and A. Fallahi Arezodar, "Numerical and experimental studies on deformation behavior of 5083 aluminum alloy strips in equal channel angular rolling," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, vol. 232, no. 6, pp. 1031-1043, 2018. https://doi.org/10.1177/0954405416661005

[35] C. Nam, et al., "Effect of precipitates on microstructural evolution of 7050 Al alloy sheet during equal channel angular rolling," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 347, no. 1-2, pp. 253-257, 2003. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00597-X

[36] E. Tan, A. A. Kibar, and C. H. Gür, "Mechanical and microstructural characterization of 6061 aluminum alloy strips severely deformed by Dissimilar Channel Angular Pressing," *Materials Characterization*, vol. 62, no. 4, pp. 391-397, 2011. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2011.01.016

[37] A. Azimi, et al., "Mechanical properties and microstructural evolution during multi-pass ECAR of Al 1100–O alloy," *Materials & Design*, vol. 42, pp. 388-394, 2012. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.06.035

[38] T. Kvačkaj, et al., "TEM studies of structure in OFHC copper processed by equal channel angular rolling," *Micron*, vol. 43, no. 6, pp. 720-724, 2012. https://doi.org/10.1016/j.micron.2012.01.003

[39] M. Honarpisheh, and H. Mansouri, "Investigation of Mechanical Properties of Titanium Alloy in the Equal Channel Angular Rolling Process," *I*nternational Conference on Manufacturing Engineering, Iran, 2018.

[40] M. H. Khaled, and A. S. Z. El, "Mechanical characteristics of AL-1050 and Al-6061 alloys deformed using equal channel angular rolling process," *Zastita Materijala*, vol. 63, no. 4, pp. 484-492, 2022. https://doi.org/10.5937/zasmat2204484K

[41] T. Kvackaj, et al., "Microstructure evolution and mechanical performance of copper processed by equal channel angular rolling," *Materials Characterization*, vol. 134, pp. 246-252, 2017. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.10.030

[42] M. Honarpisheh, E. Haghighat, and M. Kotobi, "Investigation of residual stress and mechanical properties of equal channel angular rolled St12 strips," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications*, vol. 232, no. 10, pp. 841-851, 2018. https://doi.org/10.1177/1464420716652436

[43] K. X. Wei, et al., "Microstructure, mechanical properties and electrical conductivity of industrial Cu–0.5% Cr alloy processed by severe plastic deformation," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 3, pp. 1478-1484, 2011. https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.10.059

[44] J. C. Lee, J. Y. Shu and J. P. Ahn, "Work-softening behavior of the ultrafine-grained Al alloy processed by high-strain-rate, dissimilar-channel angular pressing," *Metallurgical and Materials Transactions*, vol. 34, pp. 625-632, 2003. https://doi.org/10.1007/s11661-003-0097-x

[45] F. Tang and J.M. Schoenung, "Strain softening in nanocrystalline or ultrafine-grained metals: A mehanistic explanation," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 493, no. 1-2, pp. 101-103, 2008. https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.08.086

[46] M. A. Meyers, A. Mishra, and D. J. Benson, "Mechanical properties of nanocrystalline materials", *Progress in materials science*, vol. 51. no. 4, pp. 427-556, 2006. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2005.08.003

[47] A. Habibi, M. Ketabchi, M., Eskandarzadeh. "Microstructure and Properties of Pure Copper Processed by Equal Channel Angular Rolling Process," International Conference on Ultrafine Grained and Nanostructured Materials, Iran: University of Tehran, 2011.

[48] D. J. Alexander and I. J. Beyerlein, "Anisotropy in mechanical properties of high-purity copper processed by equal channel angular extrusion," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 410, pp. 480-484, 2005. https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.149

[49] S. Dobatkin, et al., "Effect of the route and strain of equal-channel angular pressing on structure and properties of oxygen-free copper," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 462, no. 1-2, pp. 132-138, 2007. https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.04.156

[50] A. Habibi and M. Ketabchi, "Enhanced properties of nano-grained pure copper by equal channel angular rolling and post-annealing," *Materials & Design*, vol. 34, pp. 483-487, 2012. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.07.029

[51] S. Shekhar, et al., "Multimodal ultrafine grain size distributions from severe plastic deformation at high strain rates," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, no.1-2, pp. 187-191, 2009. https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.07.058

[52] F. Hassani and M. Ketabchi, "Nano grained AZ31 alloy achieved by equal channel angular rolling process," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 21, pp. 6426-6431, 2011. https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.05.024

[53] Y. Q. Cheng, Z. H. Chen, and W. J. Xia, "Drawability of AZ31 magnesium alloy sheet produced by equal channel angular rolling at room temperature," *Materials characterization*, vol. 58, no. 7, pp. 617-622, 2017. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2006.07.007

[54] J. Peng, et al., "The effect of continuous confined strip shearing deformation on the mechanical properties of AZ31 magnesium alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 743, pp. 397-403, 2019. https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.11.069

[55] H. Hakimian, M. Sedighi, and A. Asgari, "Experimental and numerical study on the ECARed magnesium AZ31 alloy," *Mechanics & Industry*, vol. 17, no. 1, pp. 110, 2016. https://doi.org/10.1051/meca/2015055

[56] Q. Xu, et al., "Microstructure evolution of AZ91 alloy processed by a combination method of equal channel angular pressing and rolling," *Journal of Magnesium and Alloys*, vol. 8, no. 1, pp. 192-198, 2020. https://doi.org/10.1016/j.jma.2019.05.012

[57] H. Zhao, et al., "Shear-induced hexagonal close-packed to face-centered cubic phase transition in pure titanium processed by equal channel angular drawing," J*ournal of Materials Science*, vol. 54, pp. 7953-7960, 2019. https://doi.org/10.1007/s10853-019-03430-x

[58] L. Shi, et al., "RETRACTED: Effect of Final Rolling Temperature on Microstructures and Mechanical Properties of AZ31 Alloy Sheets Prepared by Equal Channel Angular Rolling and Continuous Bending," *Materials*, vol. 13, no. 15, pp. 3346, 2020. https://doi.org/10.3390/ma13153346

[59] J. Y. Suh, et al., "Effect of deformation histories on texture evolution during equal-and dissimilar-channel angular pressing," *Scripta materialia*, vol. 49, no. 2, pp. 185-190, 2003. https://doi.org/10.1016/S1359-6462(03)00208-2

[60] I. Brodova, et al., "Deformation behavior of submicrocrystalline aluminum alloys during dynamic loading," *Russian Metallurgy (Metally)*, vol. 2016, no. 4, pp. 342-348, 2016. https://doi.org/10.1134/S0036029516040066

[61] A. Habibi, M. Ketabchi, and M. Eskandarzadeh, "Fatigue behavior of nano-grained pure copper processed by equal channel angular rolling," *Scientia Iranica*, vol. 24, no. 2, pp. 656-661, 2017. https://doi.org/10.24200/sci.2017.4050

[62] Q. Xu, et al., "Microstructure and mechanical properties of SiCp/AZ91 composites processed by a combined processing method of equal channel angular pressing and rolling," J*ournal of Materials Research and Technology*, vol. 15, pp. 5244-5251, 2021. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.11.005

[63] M. Honarpisheh, M. Dehghani, and E. Haghighat, "Investigation of mechanical properties of al/cu strip produced by equal channel angular rolling," *Procedia materials science*, vol. 11, pp. 1-5, 2015. https://doi.org/10.1016/j.mspro.2015.11.002

Ferdowsi University of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

https://jmme.um.ac.ir

Iron&Steel Society of Iran

Effect of Solidification Rate on Mechanical and Corrosion Behavior of Zn-xAl Biodegradable Alloys

Research Article

Zeynab Ahmadi[1] ,Reza Taghiabadi[2], Morteza Saghafi Yazdi[3]

DOI: 10.22067/jmme.2025.93286.1207

1- Introduction

Zn–Al biodegradable alloys exhibit good compatibility with surrounding artery tissues where despite the presence of acute and chronic inflammatory signals, the histology evidences fail to discover necrotic tissue in the samples examined. Due to conflicting reports regarding the toxicity and negative effects of Al on the nervous system and its impact on the occurrence of Alzheimer's disease, dilute Zn-Al alloys (containing less than 4 wt. % Al) have gained the attention of biomedical industries. However, to meet the required mechanical properties of biomedical components, it is necessary to enhance their mechanical properties through alloying with non-toxic elements and/or post-processing techniques. In the present study, an attempt was made for the first time to improve the mechanical properties and corrosion resistance of biodegradable Zn-(0.5-4) Al alloys via increasing the solidification cooling rate (SCR) or “chill modification”. Chill modification is a cost-effective approach that is known to be potentially applicable in an industrial scale. This method does not require special equipment, does not introduce impurities into the melt, exhibits lower limitations regarding the sample size and geometry, and affects almost the entire alloy microstructure. Increasing the SCR can also decrease the grain size, reduce the secondary dendritic arm spacing (SDAS), refine second-phases/micropores, and reduce the elemental segregations. Therefore, it thought to be capable of substantial enhancing the properties of Zn-(0.5-4) Al alloys.

2- Materials and Methods

The experimental Zn–Al alloys were made in a resistance furnace using an SiC crucible. Pure Zn ingots were charged and melted under the protection of $ZnCl_2$-based covering flux. After adding the appropriate amounts of pure Al (99.9 wt.%) the melt was alternatively stirred. Following the removal of the surface dross, molten Zn-(0.5-4) Al alloys were solidified at two different SCRs of 4.1 °C/s and 14.7 °C/s. To investigate the tensile properties, the tensile samples were prepared from the castings using a CNC milling machine. Then, the samples were tested with a Zwick/Roell Z100 uniaxial tensile machine at room temperature with a load cell of 10 kN. The tensile properties were measured at a strain rate of 0.5 mm/min. The sample's microhardness was also measured under an indentation load of 500 g and a dwell time of 15 seconds according to the ASTM E-92 standard. Surface preparation of the metallography samples was performed using SiC paper followed by diamond paste polishing (1 µm). Then, etching was performed in 3 ml HNO_3 + 97 ml Ethanol solution for 3 s at room temperature. Microstructural examination was also performed using an Olympus Optica optical microscope (OM), a VEGA TESCAN-LMU scanning electron microscope (SEM) equipped with an energy dispersive X-ray spectrometer (EDS), and X-ray diffraction (XRD). XRD was performed using a Philips Expert Pro diffractometer with a voltage of 45 kV and a copper anode under Cu-Kα radiation with a wavelength of $\lambda = 1.56\ \dot{A}$ and in the range of $2\theta = 20°\text{-}80°$. Corrosion testing was performed using the Tafel polarization method in simulated body fluid as the electrolyte. To measure the corrosion potential, an open circuit potential test was performed for 10 min and a potential range of -1 to 2 V and a scan rate of 2 mV/s were applied to extract Tafel diagrams on the samples.

3- Results and Discussion

The effect of SCR (4.1 and 14.7 °C/s) on the microstructure of Zn-xAl alloys is shown in Fig. 1. As seen, for a given Al content, increasing the SCR refines the phases and promotes their more uniform distribution within the matrix. At the SCR of 14.7 °C/s, the secondary dendrite arm spacing (SDAS) is about 22.4±9.4 µm, which is about 75% lower than that of the sample containing the same Al content solidified at SCR of 4.1 °C/s (i.e., 86.7±18.2 µm). Increasing Al content from 0.5 to 4 wt. % also increased the eutectoid regions fraction from 3.7±2.2% in Zn-0.5Al alloy to about 63.7±2.8% in the Zn-

* Manuscript received May 02, 2025, Revised August 17, 2025, Accepted November 12, 2025.

[1] M.Sc. Graduate, Department of Materials Science, Imam Khomeini International University (IKIU), Qazvin, Iran.

[2] Corresponding author: Associate Prof, Department of Materials Science, Imam Khomeini International University (IKIU), Qazvin, Iran, **Email**: taghiabadi@ikiu.ac.ir.

[3] Associate Prof., Department of Materials Science, Imam Khomeini International University (IKIU), Qazvin, Iran.

4Al alloy, which is relatively lower compared to the same values in samples solidified at 4.1 °C/s.

The variation of tensile properties and hardness of Zn-xAl alloys at the different SCRs is shown in Fig. 2. As seen, at 0.5, 1, 2, and 4 wt. % Al, increasing the SCR from 4.1 to 14.7 °C/s increases the tensile strength by 10, 12, 15, and 20%, respectively. Zn-2Al alloy provides the benchmark mechanical properties of biomedical applications. Considering the possible toxic effects of Al, this can be considered an important achievement in biodegradable Zn-Al alloys. This improvement can be explained by the fine distribution of microstructural constituents, reduced SDAS (reduced size of interdendritic phases), reduced grain size, reduced fraction of porosity, and improved solid solution strengthening.

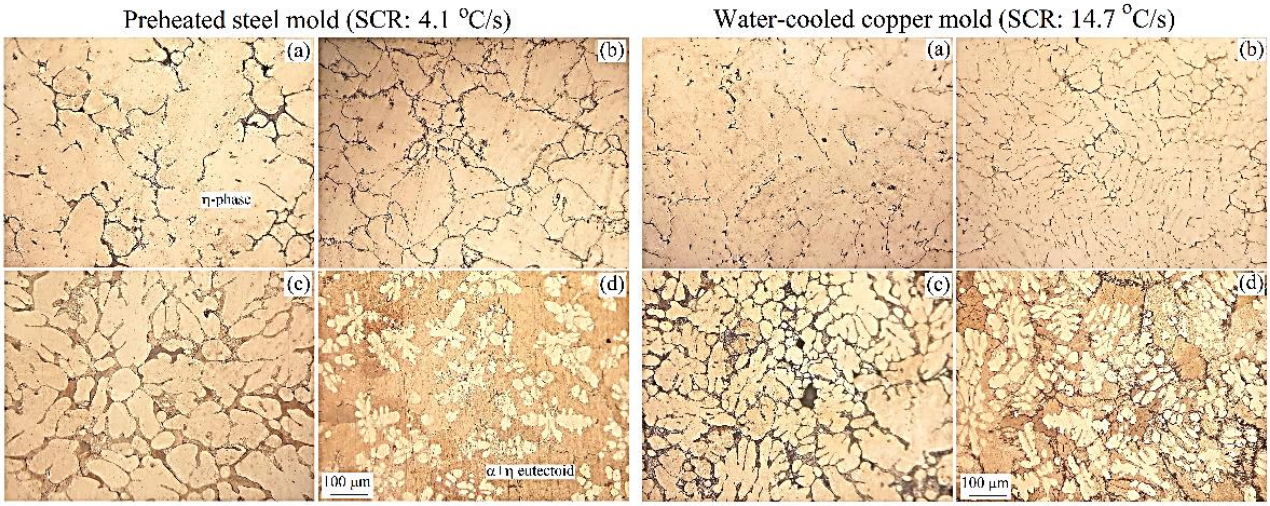


Fig. 1 OM microstructures of Zn-Al alloys containing different Al content (a) 0.5 wt. %, (b) 1 wt. %, (c) 2 wt. % and (d) 4 wt. % (at two different SCRs of 4.1 and 14.7 °C/s).

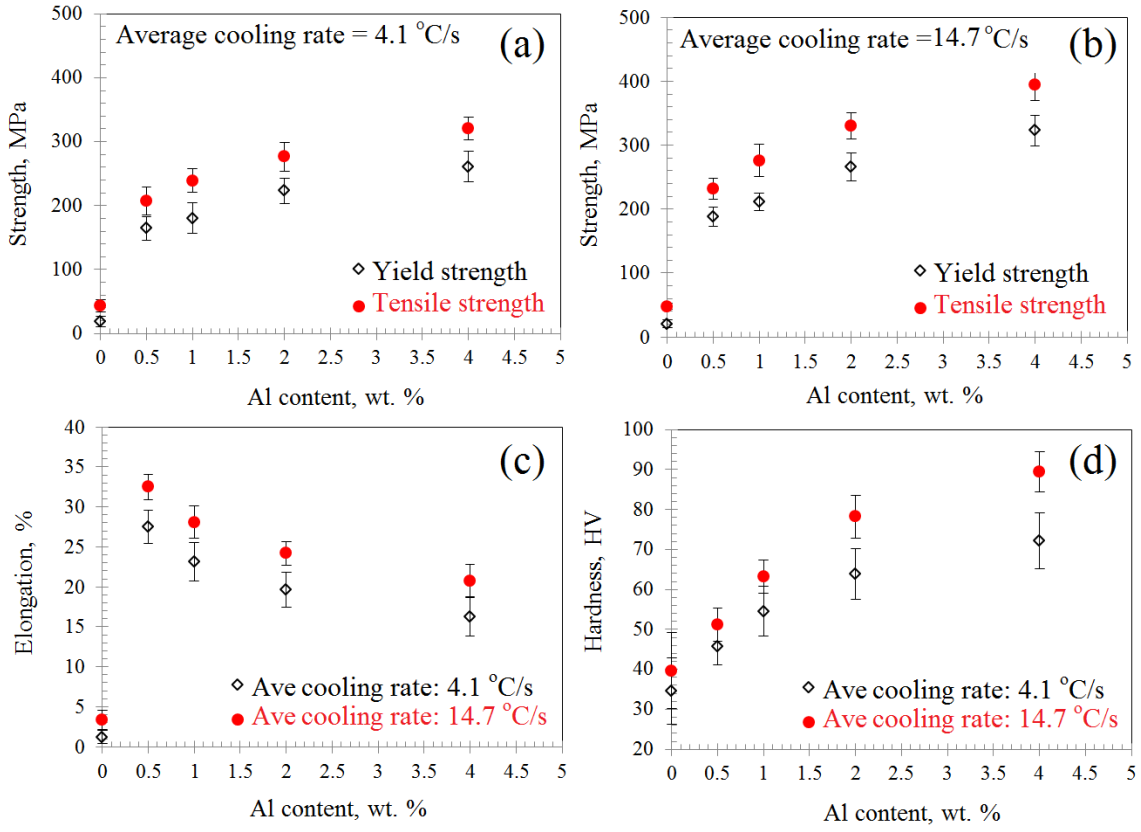


Fig. 2: Effect of Al content and SCR on (a) yield strength, (b) tensile strength, (c) percent elongation, and (d) microhardness of Zn-xAl alloys.

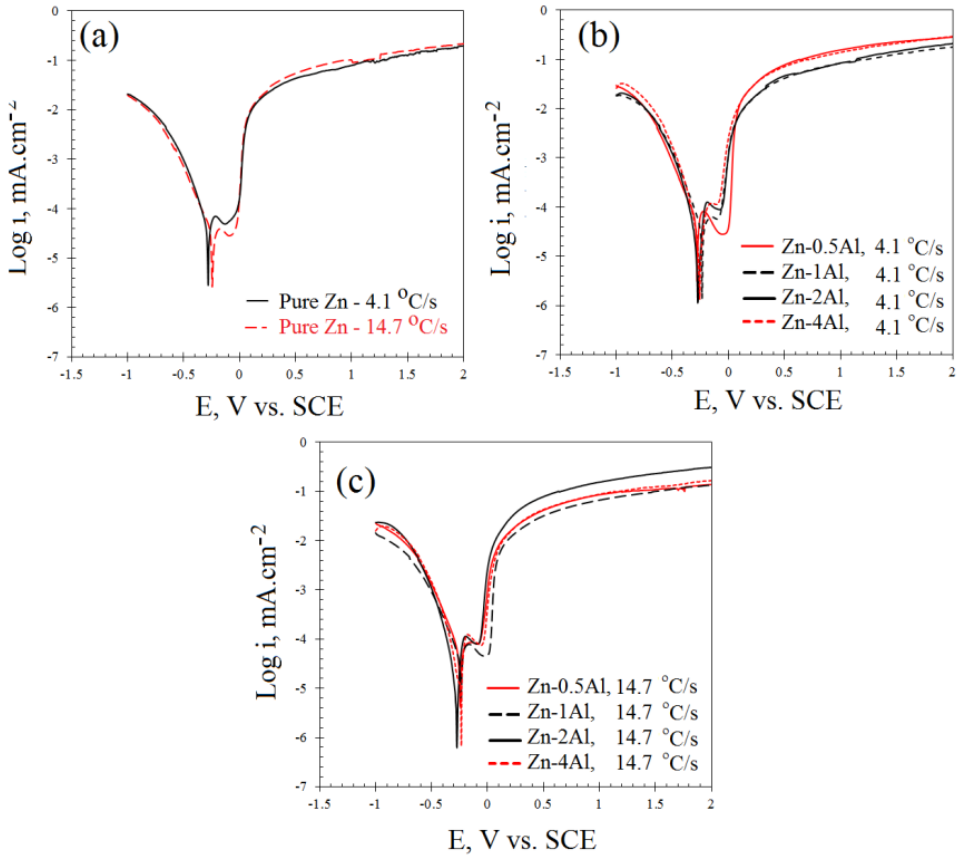


Fig. 3 Tafel polarization curves (a) pure Zn, (b) and (c) Zn-xAl alloys solidified at SCRs of 4.1 and 14.7 °C/s, respectively.

Considering the Tafel polarization curves (Fig. 3), at the SCR of 14.7 °C/s, the Zn-2Al and Zn-1Al samples with corrosion currents of 4.514×10^{-6} A/cm^2 and 3.773×10^{-6} A/cm^2, respectively, have the highest and lowest corrosion resistance, respectively. Also, at the SCR of 4.1 °C/s, Zn-2Al alloy with corrosion current of 5.661×10^{-6} A/cm^2 and Zn-0.5Al alloy with corrosion current of 3.512×10^{-5} A/cm^2 have the highest and lowest corrosion resistance, respectively. The corrosion potential of the samples is almost the same.

4- **Conclusion**

Increasing the SCR from 4.1 to 14.7 °C/s decreased the grain size and SDAS and promoted fine distribution of micro-constituents within the matrix. This improved the mechanical properties, where the tensile strength of 0.5, 1, 2, and 4 wt. % Al containing samples increased by about 10, 12, 15, and 20%, respectively. At the SCR of 14.7°C/s Zn-2Al alloy fulfilled the benchmark mechanical properties for biomedical applications and showed the highest corrosion resistance (corrosion current 4.514×10^{-6} A/cm^2).

مهندسی متالورژی و مواد، ۳۷، ۱، ۱۴۰۵. (۵۹-۸۲)

مهندسی متالورژی و مواد

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

انجمن آهن و فولاد ایران

تأثیر سرعت انجماد بر خواص مکانیکی و خوردگی آلیاژهای زیست تخریب‌پذیر Zn-xAl*

مقاله پژوهشی

زینب احمدی[۱] رضا تقی آبادی[۲] مرتضی ثقفی یزدی[۳]

DOI: 10.22067/jmme.2025.93286.1207

چکیده *در تحقیق حاضر، تأثیر سرعت انجماد (۴/۱ و ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه) بر ریزساختار، خواص مکانیکی و رفتار خوردگی آلیاژهای زیست تخریب‌پذیر Zn-Al حاوی ۰/۵، ۱، ۲ و ۴ درصد وزنی آلومینیم بررسی شده است. بر اساس نتایج به دست آمده، افزودن آلومینیم به روی خالص موجب توسعه ریزساختار متشکل از دندریت‌های غنی از روی (فاز η) و ساختار یوتکتوئید متشکل از فاز غنی از آلومینیم (α) و فاز غنی از روی η در نواحی بین دندریتی می‌شود. در سرعت انجماد ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه آلیاژ Zn-4Al با استحکام کششی ۳۲۱ مگاپاسکال و ازدیاد طول ۱۶/۲ درصد خواص مکانیکی معیار برای کاربردهای زیست پزشکی را محقق می‌کند اما با افزایش سرعت انجماد و بهبود خواص مکانیکی، آلیاژ Zn-2Al با استحکام کششی و درصد ازدیاد طول به ترتیب ۳۳۰ مگاپاسکال و ۲۴ درصد نیز قادر به تامین خواص مکانیکی معیار آلیاژهای زیست تخریب‌پذیر است. بر اساس نتایج آزمایش پلاریزاسیون تافل، در هر دو سرعت انجماد، افزودن آلومینیم تا ۱ درصد وزنی موجب افزایش جریان و نرخ خوردگی روی خالص می‌شود. افزودن حدود ۲ درصد وزنی آلومینیم تأثیری مثبت بر مقاومت به خوردگی دارد (چگالی جریان ۴/۵۱۴ x^{-6}۱۰ آمپر بر سانتی‌متر مربع) اما افزایش بیشتر غلظت آلومینیم (تا ۴ درصد وزنی) مجددا نرخ خوردگی را افزایش می‌دهد. کمترین نرخ خوردگی در آلیاژ Zn-2Al منجمد شده تحت سرعت ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه مشاهده شد.*

واژه‌های کلیدی زیست تخریب‌پذیر، آلیاژ Zn-Al، سرعت انجماد، خواص مکانیکی، رفتار خوردگی.

Effect of Solidification Rate on Mechanical and Corrosion Behavior of Zn-xAl Biodegradable Alloys

Zeynab Ahmadi Reza Taghiabadi Morteza Saghafi Yazdi

Abstract *The effect of solidification cooling rate (4.1 and 14.7 °C/s) was studied on the microstructure, mechanical properties and corrosion behavior of biodegradable Zn-Al alloys containing 0.5, 1, 2 and 4 wt. % Al. According to the results, the addition of Al developed a microstructure comprising of Zn-rich dendrites (η-phase) and Al-rich α-phase and η-phase eutectoid in interdendritic regions. At the solidification rate of 4.1 °C/s, the Zn-4Al alloy with a tensile strength of 321 MPa and an elongation of 16.2 % fulfilled the benchmark mechanical properties of biomedical implants. Increasing the solidification cooling rate enhanced the mechanical properties where the Zn-2Al alloy with a tensile strength and elongation of 330 MPa and 24 %, respectively, fulfilled the benchmark mechanical properties of biodegradable alloys. According to the Tafel polarization tests, irrespective the cooling rate, the addition of 1 wt. % Al increased the corrosion rate/corrosion current of pure Zn. The addition of ~2 wt. % Al improved the corrosion resistance (corrosion current density of 4.514×10^{-6} A/cm^2), but its further increase to ~4 wt. % increased the corrosion rate again. The lowest corrosion rate was observed in the Zn-2Al alloy solidified at a cooling rate of 14.7 °C/s.*

Keywords Biodegradable, Zn-Al alloy, Solidification cooling rate, Mechanical properties, Corrosion behavior.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۴/۲/۱۲ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۸/۲۱ می‌باشد.

(۱) فارغ التحصیل کارشناسی ارشد، گروه مهندسی مواد، دانشگاه بین المللی امام خمینی (ره)، قزوین، ایران.

(۲) نویسنده مسئول، دانشیار، گروه مهندسی مواد، دانشگاه بین المللی امام خمینی (ره)، قزوین، ایران.

Email: taghiabadi@ikiu.ac.ir

(۳) دانشیار، گروه مهندسی مواد، دانشگاه بین المللی امام خمینی (ره)، قزوین، ایران.

مقدمه

مواد فلزی زیست تخریب‌پذیر، برای کمک به ترمیم بافت‌ها یا عملکرد ارگان‌های بدن به صورت قطعات کاشتنی، استنت و یا غیره استفاده شده و پس از انجام وظیفه به صورت ایمن در داخل بدن جذب می‌شوند. ماده زیست تخریب‌پذیر باید دارای نرخ تخریب خوب و مناسبی باشد تا در مدت زمان پیش‌بینی شده جذب شده و محصولات حاصل از خوردگی آن از بدن دفع شود [1,2].

در سال‌های اخیر، سه دسته از فلزات زیست تخریب‌پذیر به طور گسترده مورد بررسی و استفاده قرار گرفته‌اند شامل فلزات زیست تخریب‌پذیر پایه منیزیم، پایه آهن و پایه روی. در میان این آلیاژها، مواد بر پایه منیزیم بیشترین آزمایش‌های بالینی را پشت سر گذاشته‌اند. با این حال، در کنار خواص مکانیکی ناکافی برخی آلیاژهای منیزیم، بسیاری از آلیاژهای منیزیم به ندرت دچار خوردگی یکنواخت می‌شوند و ممکن است میزان تخریبشان در یک محیط فیزیولوژیکی با دوره بهبود بافت استخوان مطابقت نداشته باشد. همچنین تخریب فلزات و آلیاژهای زیست تخریب‌پذیر پایه آهن در داخل بدن آهسته‌تر انجام می‌شود و این آلیاژها بعضاً خصوصیات مکانیکی مناسبی ندارند [3].

روی، یکی از عناصر ضروری برای بدن انسان است. کمبود روی در بدن، سبب اختلال در سنتز DNA و متابولیسم پروتئین می‌شود و اثرات منفی بر رشد استخوان دارد [4]. فلزات زیست تخریب‌پذیر پایه روی به دلیل نرخ تخریب متوسط (بین منیزیم و آهن) کلاس جدیدی از فلزات زیست تخریب‌پذیر هستند که اخیراً به عنوان دسته‌ای بالقوه از مواد برای ساخت کاشتنی‌ها و استنت‌های عروقی قابل جذب، مورد توجه پزشکان قرار گرفته‌اند [3]. بر اساس نتایج حاصل از پژوهش‌های طولانی مدت درون‌تنی، سیم‌های تهیه شده از روی خالص مورد استفاده در آئورت موش‌های صحرایی تا حدود ۲۰ ماه پس از کاشت هیچ سمیّت موضعی ایجاد نمی‌کنند [5]. نتایج یک تحقیق دیگر حاکی از آن است که استنت‌های تهیه شده از روی خالص پس از ۱۲ ماه نصب در آئورت شکمی خرگوش، التهاب قابل توجهی ایجاد نکرده و ضمن بازسازی شریان به فرایند بهبود کمک می‌کنند [6]. بنابراین به نظر می‌رسد که روی خالص گزینه مناسبی برای استفاده در محیط بدن است. با این حال، این فلز نرم و شکننده است و خواص مکانیکی آن برای تولید کاشتنی‌ها مناسب نیست لذا برای ارتقای این خواص معمولاً از روش‌های مختلف نظیر آلیاژسازی و انجام عملیات تکمیلی بعدی استفاده می‌شود.

آلومینیم یکی از عناصر آلیاژی مورد استفاده در تولید آلیاژهای زیست تخریب‌پذیر پایه روی است و سیستم آلیاژی Zn-Al گزینه‌ای امیدوارکننده برای توسعه آلیاژهای زیست تخریب‌پذیر با خواص جامع مطرح شده است [7]. علت این امر سیالیت و قابلیت ریخته‌گری بسیار خوب این آلیاژها، هزینه تولید کم، خواص تریبولوژیکی مناسب، مقاومت به خوردگی خوب و نسبت استحکام به وزن قابل توجه است [8]. با این وجود، به دلیل گزارش‌های ضد و نقیض در خصوص سمی بودن و اثرات منفی حضور آلومینیم روی سیستم عصبی و تأثیر در بروز بیماری آلزایمر [9,10]، مقدار این عنصر در آلیاژهای زیست‌تخریب‌پذیر پایه روی محدود در نظر گرفته می‌شود. بر این اساس غالباً آلیاژهای رقیق Zn-Al (حاوی کمتر از ۴ درصد وزنی آلومینیم) مورد توجه صنایع زیست‌پزشکی قرار گرفته‌اند و سعی می‌شود با انجام عملیات تکمیلی مناسب، خواص مکانیکی آلیاژ به حد مناسب برای کاربردهای زیست پزشکی رسانده شود.

دمیرتاش (Demirtas) و همکاران [11] افزایش حدوداً ۱۰۰۰ درصدی ازدیاد طول آلیاژ Zn-0.3Al را از طریق فرایند پرس در کانال‌های زاویه‌دار همسان (ECAP) در دمای اتاق گزارش کرده‌اند. بوون (Bowen) و همکاران [12] نیز تأثیر فرایند نورد گرم را بر آلیاژهای Zn-xAl (حاوی ۱ و ۳/۵ درصد وزنی) بررسی کردند و به ترتیب مقادیر استحکام کششی و درصد ازدیاد طول بیش از ۳۰۸ مگاپاسکال و ۳۱ درصد را برای آلیاژهای Zn-3Al و Zn-5Al به دست آوردند. یکی از دیگر روش‌های بهسازی ساختار آلیاژهای مهندسی، بهسازی تبریدی است که در آن تلاش می‌شود با افزایش سرعت سرد شدن مذاب هنگام انجماد (به عنوان مثال بهره‌گیری از قالب‌های فلزی آبگرد با قدرت خنک‌کنندگی زیاد)، خواص آلیاژ ارتقا یابد [13]. این روش بر خلاف فرایندهای تکمیلی رایج مانند فرآوری ترمومکانیکی، فرایندهای تغییر شکل پلاستیک شدید، فرایندهای مبتنی بر فرآوری مذاب و... نیازمند تجهیزات خاصی نیست، با هزینه به مراتب کمتر قابل اجرا است و تأثیر آن به طور تقریباً یکنواخت (به ویژه در قطعات با ابعاد کم مانند قطعات مورد استفاده در کاربردهای پزشکی) کل قطعه را در بر می‌گیرد.

تأثیر بهسازی تبریدی روی ریزساختار و خواص آلیاژهای

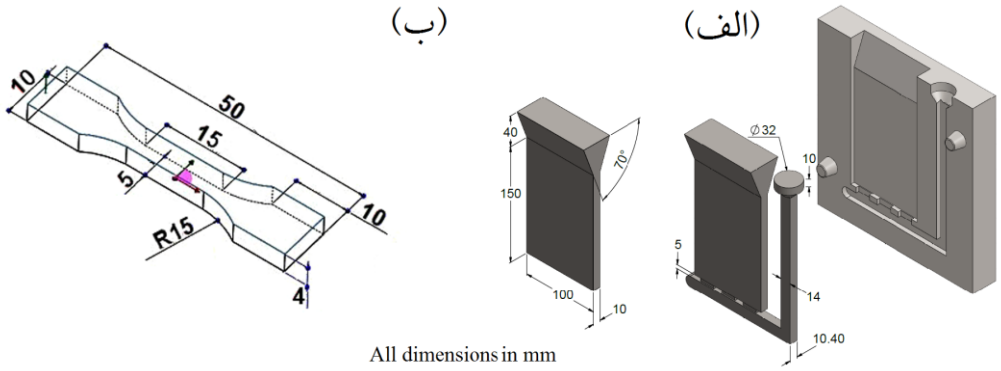
زیست تخریب‌پذیر پایه روی توسط محققان مختلف مورد بررسی قرار گرفته است. اکبری و همکاران در تحقیقات خود روی تأثیر سرعت انجماد بر ریزساختار و خواص تریبولوژیکی آلیاژهای زیست تخریب‌پذیر Zn-Si نشان دادند که افزایش سرعت انجماد از حدود ۲ به ۶۰ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه موجب بهسازی ساختار و کاهش ۵۰ درصدی کسر تخلخل‌ها و در نتیجه افزایش ۳۶ درصدی سختی زمینه آلیاژ و بهبود خواص تریبولوژیکی آلیاژ می‌شود [14]. ویدا (Vida) و همکاران با افزایش سرعت انجماد و توسعه ساختار ظریف، مقاومت به خوردگی آلیاژ زیست تخریب‌پذیر Zn-1Mg(0.5Mn) را ارتقا دادند [15]. ایشان در تحقیقی دیگر تأثیر سرعت انجماد بر خواص مکانیکی آلیاژهای زیست تخریب‌پذیر Zn-2.2Mg را بررسی کردند و گزارش دادند که با کاهش سرعت انجماد از ۱۳/۸ به ۳/۹ کلوین بر ثانیه استحکام کششی آلیاژ از ۲۱۷ به ۱۹۴ مگاپاسکال و کرنش شکست آن از ۴/۹ به ۳/۱ درصد کاهش می‌یابد [16]. شی (Shi) و همکاران نشان دادند که افزایش ۸ برابری سرعت انجماد موجب کاهش ۷۰ درصدی ابعاد ترکیبات بلوکی شکل $FeZn_{13}$، حذف کامل رسوبات صفحه‌ای شکل $FeZn_{13}$ و بهبود خواص آلیاژ زیست تخریب‌پذیر Zn-0.3Fe می‌شود [17]. یانگ (Yang) و همکاران در تحقیقی دیگر تأثیر مثبت افزایش سرعت انجماد را بر ریزساختار آلیاژ پایه روی TA15 بررسی کردند و نشان دادند که با افزایش سرعت انجماد از ۰/۵ تا ۴ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه اندازه متوسط ذرات بین فلزی $CaZn_{13}$ از ۸۶/۵ میکرومتر تا حدود ۳۸ میکرومتر کاهش می‌یابد [18].

بررسی‌های نویسندگان حاکی از آن است که تا کنون تأثیر افزایش سرعت انجماد بر ریزساختار و خواص مکانیکی و مقاومت به خوردگی آلیاژهای زیست تخریب‌پذیر Zn-Al بررسی نشده است. بر این اساس و با توجه به نتایج مثبت حاصل از تحقیقات گذشته، در تحقیق حاضر تلاش شده است برای نخستین بار خواص مکانیکی و مقاومت به خوردگی آلیاژهای زیست تخریب‌پذیر Zn-Al حاوی مقادیر مختلف آلومینیم (۰/۵، ۱، ۲ و ۴ درصد وزنی) از طریق بهسازی تبریدی ریزساختار (انجماد در قالب مسی آبگرد) ارتقا داده شود.

مواد و روش انجام آزمایش

آلیاژهای پایه روی حاوی مقادیر مختلف آلومینیم (۰/۵، ۱، ۲ و ۴ درصد وزنی) با استفاده از روی خالص (با خلوص ۹۹/۹۴ درصد وزنی) تولیدی شرکت ذوب روی آسیا و آلومینیم خالص رده هادی الکتریسیته (با خلوص ۹۹/۹۵ درصد وزنی) تهیه شدند. فرایند ذوب شمش روی خالص در یک کوره الکتریکی مقاومتی (AZAR VM2L-1200) و با استفاده از یک بوته SiC انجام شد. پس از تهیه مذاب و کسب دمای مناسب برای آلیاژسازی (حدود ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد)، ابتدا روباره شکل گرفته روی سطح مذاب حذف شد و سپس قطعات کوچک آلومینیم خالص پیش‌گرم شده تا دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به روش فروبری وارد مذاب روی خالص شدند. در ادامه، مذاب به دست آمده توسط یک میله فولادی پوشش داده شده توسط ملات دیرگداز هم زده شد و قسمتی از آن در یک قالب فولادی پیش‌گرم شده تا دمای ۲۵۰ درجه سانتی‌گراد (با سرعت انجماد متوسط ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه) و بخش دیگر آن در یک قالب مسی آبگرد (با سرعت انجماد متوسط ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه) ریخته‌گری شد. تصویر نمادین قالب مورد استفاده در شکل (۱ـ الف) و آنالیز شیمیایی نمونه‌های تهیه شده در جدول (۱) ارائه شده است.

برای بررسی خواص کششی، نمونه‌های کشش با هندسه و ابعاد ارائه شده در شکل (۱ـ ب) [19] با استفاده از یک دستگاه فرز CNC از قطعات ریخته‌گری شده تهیه شدند. عملیات کشش با استفاده از یک دستگاه کشش تک‌محور مدل Zwick/Roell Z100 در دمای محیط با لودسل ۱۰ کیلو نیوتن و سرعت جابه‌جایی فک ۰/۵ میلی‌متر بر دقیقه انجام شد. برای بررسی خواص کششی آلیاژ در حالت‌های مختلف، حداقل سه نمونه کشش تهیه شد و میانگین داده‌های آزمایش کشش به دست آمده از این نمونه‌ها به عنوان خواص نهایی ثبت شد. عملیات سختی‌سنجی با استفاده از یک دستگاه میکروسختی‌سنج ویکرز KOOPA مدل UV1 در دمای اتاق و طبق استاندارد ASTEM E-92 انجام شد. سختی هر نمونه با نیروی ۵۰۰ گرم و زمان ساکن شدن ۱۵ ثانیه اندازه‌گیری شد. میانگین سختی حاصل هشت آزمایش مختلف روی سطح مقطع نمونه‌ها، به عنوان سختی نهایی ثبت شد. همچنین سختی فازهای ساختاری در نیروی اعمالی ۲۰ گرم و زمان ۱۵ ثانیه انجام شد.



شکل ۱ تصاویر نمادین نشان دهنده هندسه و ابعاد: (الف) قالب ریخته‌گری مورد استفاده در تحقیق حاضر و (ب) نمونه آزمایش کشش [19]

جدول ۱ ترکیب شیمیایی آلیاژهای روی ـ آلومینیم مورد استفاده در تحقیق حاضر، درصد وزنی

کد آلیاژ	روی	آلومینیم	آهن	سرب	قلع	مس	سایر
روی خالص	۹۹/۹۴	--	۰/۰۳	۰/۰۰۴	۰/۰۰۵	۰/۰۰۲	۰/۰۱>
Zn-0.5Al	۹۹/۴۶	۰/۴۹	۰/۰۳	۰/۰۰۴	۰/۰۰۳	۰/۰۰۲	۰/۰۱>
Zn-1Al	۹۸/۹۱	۱/۰۵	۰/۰۳	۰/۰۰۴	۰/۰۰۳	۰/۰۰۲	۰/۰۱>
Zn-2Al	۹۷/۸۸	۲/۰۷	۰/۰۳	۰/۰۰۴	۰/۰۰۴	۰/۰۰۲	۰/۰۱>
Zn-4Al	۹۵/۸۲	۴/۱۳	۰/۰۳	۰/۰۰۴	۰/۰۰۴	۰/۰۰۲	۰/۰۱>

برای انجام بررسی‌های ساختاری، عملیات آماده‌سازی سطح نمونه‌ها توسط سنباده‌های کاربید سیلیسیم (P۴۰۰ تا P۳۰۰۰) و خمیر الماس (۱ میکرومتر) انجام شد. پس از آماده شدن سطوح، عملیات حکاکی در محلول نایتال ۳ درصد (۳ میلی لیتر اسید نیتریک و ۹۷ میلی لیتر اتانول) به مدت ۳ ثانیه در دمای اتاق انجام شد. بررسی‌های ریزساختاری با استفاده از یک دستگاه میکروسکوپ نوری مدل Olympus Optica و یک دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل VEGA TESCAN-LMU مجهز به طیف‌سنج پراش انرژی پرتو ایکس (EDS) انجام شد. همچنین برای بررسی نوع فازهای موجود در ساختار، آزمایش پراش پرتو ایکس (XRD) با استفاده از یک دستگاه پراش‌سنج مدل Philips Expert Pro با ولتاژ ۴۵ کیلو ولت و آند مسی، تحت پرتو Cu-Kα با طول موج λ=۱/۵۶ آنگستروم و در محدوده ۲θ =۸۰-۱۰° انجام شد. آنالیز تصویری ریزساختار نمونه‌ها با بهره‌گیری از نرم‌افزار Image J انجام شد. همچنین اندازه مؤثر دانه‌ها (d_{eff}) توسط معادله (۱) تعیین گردید [20]:

$$d_{eff.} = f_{Col.} \times d_{Col.} + f_{Eq.} \times d_{Eq.} \quad (۱)$$

در این رابطه $f_{Col.}$ و $f_{Eq.}$ به ترتیب کسر حجمی دانه‌های با مورفولوژی ستونی و هم‌محور و $d_{Col.}$ و $d_{Eq.}$ به ترتیب اندازه دانه‌های ستونی ((طول دانه ستونی + قطر دانه ستونی)×۰/۵) و هم‌محور است.

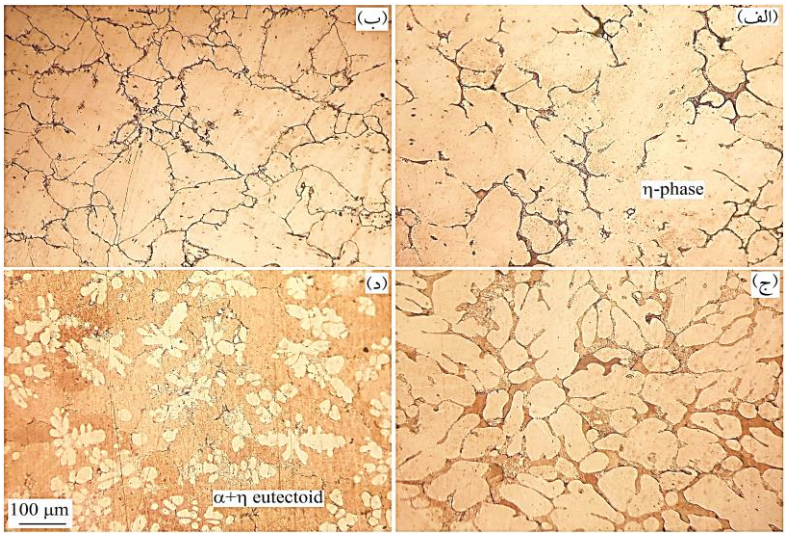
برای انجام آزمایش خوردگی به روش پلاریزاسیون تافل از دستگاه پتاسیواستات ـ گالوانواستات مدل ورتکس شرکت Ivium مجهز به سه الکترود استفاده شد که در آن الکترود کالومل، الکترود مرجع بود. همچنین الکترود پلاتین به عنوان الکترود شمارنده و نمونه مورد آزمایش به عنوان الکترود کارگر در نظر گرفته شد و آزمایش‌ها در مایع بدن شبیه‌سازی شده به عنوان الکترولیت انجام شدند. قبل از انجام هر آزمایش، برای ایجاد پایداری بین الکترولیت و نمونه، هر نمونه به مدت ۳۰ دقیقه داخل الکترولیت قرار گرفت و تحلیل نتایج با توجه به نمودارهای پلاریزاسیون انجام شد. برای اندازه‌گیری پتانسیل خوردگی، آزمایش پتانسیل مدار باز به مدت ۱۰ دقیقه در محدوده پتانسیل ۱- تا ۲+ ولت و سرعت اسکن ۲ میلی‌ولت بر ثانیه انجام شد.

نتایج و بحث

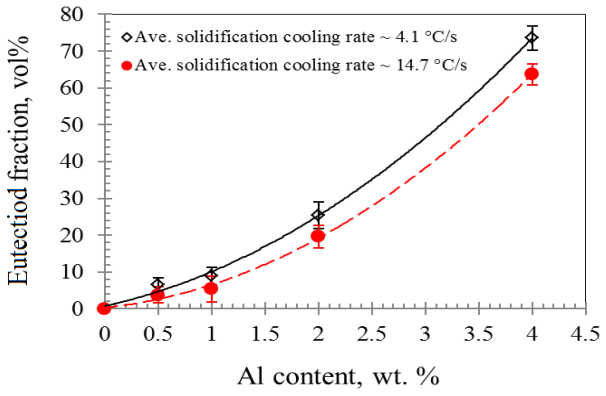
مطالعه تأثیر سرعت انجماد بر ساختار آلیاژهای Zn-xAl

شکل (۲) تأثیر افزودن مقادیر مختلف آلومینیم روی ریزساختار آلیاژهای Zn-xAl منجمد شده در قالب فولادی پیش‌گرم شده (سرعت انجماد متوسط ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه) را نشان می‌دهد. می‌توان مشاهده کرد که افزودن آلومینیم به روی خالص باعث شکل‌گیری نواحی تیره رنگ در مناطق بین دندریتی آلیاژ می‌شود. همچنین مشاهده می‌شود که با افزایش میزان آلومینیم، کسر این نواحی افزایش می‌یابد. بر اساس نتایج آنالیز تصویری، با افزایش میزان آلومینیم از ۰/۵ به ۴ درصد وزنی، کسر نواحی یوتکتیک از حدود ۱/۸±۶/۵ درصد به حدود ۳/۳±۷۳/۶ درصد افزایش می‌یابد (شکل ۳).

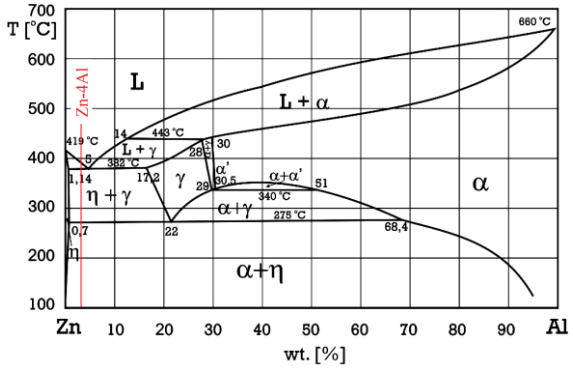
به منظور مطالعه دقیق‌تر اجزای ریزساختاری، نحوه انجماد آلیاژ حاوی ۴ درصد وزنی آلومینیم با استفاده از نمودار فازی روی ـ آلومینیم بررسی می‌شود (شکل ۴). با توجه به این نمودار، با کاهش دما و رسیدن به حدود ۳۹۰ درجه سانتی‌گراد، فرایند انجماد آلیاژ با جوانه‌زنی دندریت‌های غنی از روی (فاز η) در ناحیه دو فازی L+η آغاز می‌شود. با ادامه رشد دندریت‌ها و به سبب جدایش اتم‌های آلومینیم به مذاب موجود در فضاهای بین دندریتی، غلظت مذاب در این نواحی به تدریج افزایش می‌یابد و در دمای ۳۸۲ درجه سانتی‌گراد و ۵ درصد آلومینیم، مذاب باقی‌مانده طی یک استحاله یوتکتیکی به η+γ تبدیل می‌شود. پس از تکمیل استحاله یوتکتیکی و خاتمه انجماد، با کاهش دما در محدوده ۳۸۲ تا ۲۷۵ درجه سانتی‌گراد، تغییر خاصی در ساختار مشاهده نمی‌شود اما در دمای ۲۷۵ درجه سانتی‌گراد، نواحی γ طی یک واکنش یوتکتوئید به دو فاز η و فاز غنی از آلومینیم α استحاله می‌یابد. این ساختار تا دمای محیط حفظ می‌شود.



شکل ۲ تصاویر تهیه شده توسط میکروسکوپ نوری نشان دهنده ریزساختار آلیاژهای Zn-Al حاوی مقادیر مختلف آلومینیم: (الف) ۰/۵ درصد وزنی، (ب) ۱ درصد وزنی، (ج) ۲ درصد وزنی و (د) ۴ درصد وزنی (سرعت انجماد متوسط ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه)



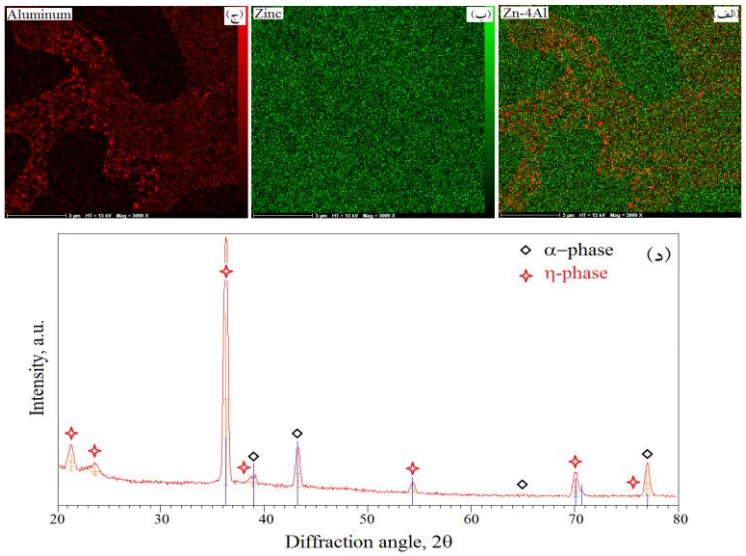
شکل ۳ نمودار تغییرات کسر نواحی یوتکتوئید بر حسب غلظت آلومینیم در دو سرعت انجماد ۴/۱ و ۱۷/۴ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه



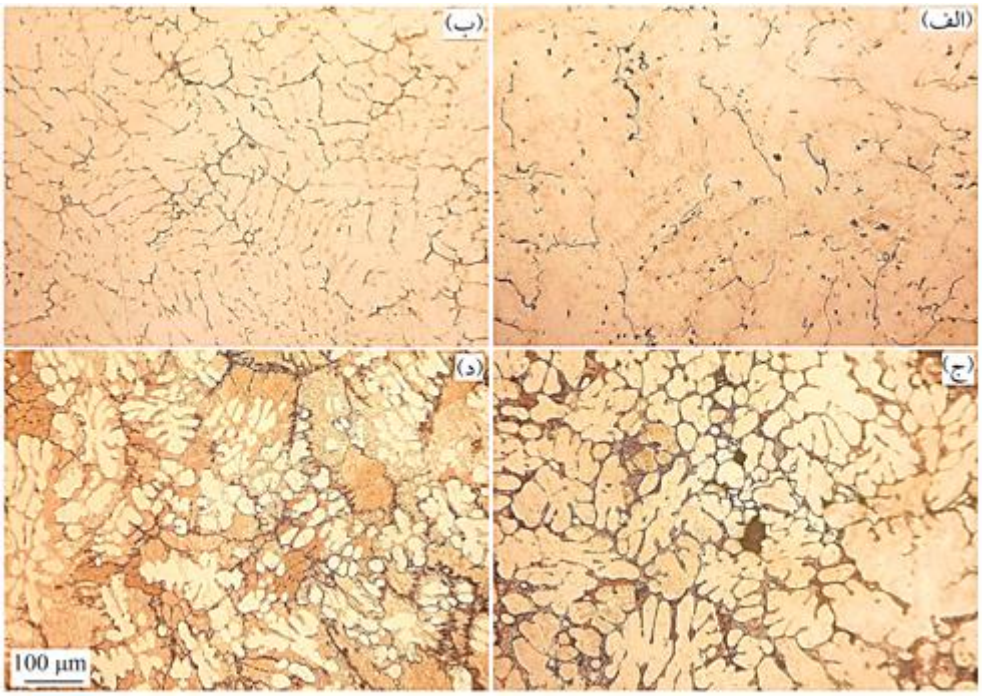
شکل ۴ نمودار فازی دوتایی روی ـ آلومینیم [21]

با توجه به تحلیل انجمادی فوق، بخش‌های روشن در ریزساختارهای مورد بررسی (شکل ۲)، شبکه دندریتی η با ساختار HCP [21] و نواحی بین دندریتی شامل یک ساختار یوتکتوئیدی متشکل از بخش‌های تیره رنگ غنی از آلومینیم (فاز α) با ساختار FCC [22] در یک زمینه غنی از روی (فاز η) هستند. نقشه‌های آنالیز عنصری آلیاژ Zn-4Al ریخته‌گری شده در قالب فولادی در شکل (۵ ـ الف) تا (۵ ـ ج) ارائه شده است. در تطابق با بررسی روند انجماد این آلیاژ، نواحی روشن غنی از روی و نواحی تیره رنگ غنی از آلومینیم هستند. نتایج تحلیل ریزساختار، در تطابق با مطالعات لی (Li) و همکاران [22] است. بر اساس نتایج تحقیقات ایشان، ریزساختار آلیاژهای Zn-0.6Al و Zn-1.5Al حاوی دانه‌های η-Zn و ساختار یوتکتوئید لایه‌ای Zn-Al است. نتیجه بررسی ساختار با استفاده از پراش پرتو ایکس (شکل ۵ ـ د) نیز موید حضور دو فاز آلفا و بتا در ریزساختار آلیاژهای روی ـ آلومینیم است.

ریزساختار آلیاژهای حاوی مقادیر مختلف آلومینیم پس از منجمد شدن در سرعت ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه در شکل (۶) ارائه شده است. همان گونه که مشاهده می‌شود، افزایش سرعت سرد شدن مذاب طی فرایند انجماد باعث بروز تغییراتی قابل توجه در ریزساختار شده است. بر اساس نتایج مطالعات ساختاری، در یک مقدار معین آلومینیم، با افزایش سرعت انجماد فازها ظریف‌تر شده و پراکندگی آن‌ها در زمینه یکنواخت‌تر شده است. نتایج آنالیز تصویری انجام شده روی ریزساختارهای مذکور حاکی از آن است که در نمونه‌های تهیه شده در قالب مسی، فاصله بین بازوهای ثانویه دندریتی (SDAS) حدود ۹/۴±۲۲/۴ میکرومتر است که در مقایسه با نمونه حاوی درصد وزنی آلومینیم یکسان ریخته‌گری شده در قالب فولادی با SDAS معادل ۱۸/۲±۸۷/۶ میکرومتر، حدود ۷۵ درصد کمتر است. علاوه بر این، با افزایش غلظت آلومینیم از ۰/۵ تا ۴ درصد وزنی، درصد نواحی یوتکتوئید از حدود ۲/۲±۳/۷ درصد در نمونه حاوی ۰/۵ درصد وزنی آلومینیم به حدود ۲/۸±۶۳/۷ درصد در نمونه حاوی ۴ درصد وزنی آلومینیم افزایش می‌یابد که در مقایسه با مقادیر مشابه در نمونه‌های ریخته‌گری شده در قالب فولادی نسبتاً کمتر است (شکل ۳). در توافق با نتایج تحقیقات سایر محققان [13,23] این مطلب را می‌توان به تأثیر افزایش سرعت انجماد بر جابه‌جایی نقطه یوتکتیک به غلظت‌های بیشتر (در این تحقیق آلومینیم) نسبت داد.



شکل ۵ نقشه آنالیز عنصری آلیاژ Zn-4Al نشان‌دهنده: (الف) توزیع روی و آلومینیم، (ب) توزیع روی، (ج) توزیع آلومینیم در ساختار آلیاژ (سرعت انجماد متوسط ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه) و (د) نمودار پراش پرتو ایکس آلیاژ نشان دهنده ساختار دوفازی α+η



شکل ۶ تصاویر تهیه شده توسط میکروسکوپ نوری نشان دهنده ریزساختار آلیاژهای Zn-Al حاوی مقادیر مختلف آلومینیم: (الف) ۰/۵ درصد وزنی، (ب) ۱ درصد وزنی، (ج) ۲ درصد وزنی و (د) ۴ درصد وزنی (سرعت انجماد متوسط ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه)

کاهش ابعاد (ریز شدن) فازها در سرعت‌های انجماد زیاد را می‌توان ناشی از افزایش میزان تحت تبرید (حرارتی) [23] و پیرو آن نیروی محرکه جوانه‌زایی دانست که موجب کاهش شعاع بحرانی تبدیل نطفه به جوانه و افزایش چگالی جوانه‌ها می‌شود. در واقع از دیدگاه آماری، تعداد بیشتری از نطفه‌های تشکیل شده درون مذاب به جوانه‌های پایدار مبدل می‌شوند. علاوه بر این، با توجه به آنکه تشکیل فازها تحت کنترل نفوذ عناصر است، افزایش سرعت انجماد موجب بروز تأخیر در تشکیل فازها و کاهش زمان باقی‌مانده برای رشد ترکیبات می‌شود و اندازه متوسط آن‌ها را کاهش می‌دهد [14]. دیگر اثر مثبت افزایش سرعت انجماد، کاهش قابل ملاحظه SDAS است که با استفاده از معادله (۲) قابل بررسی است:

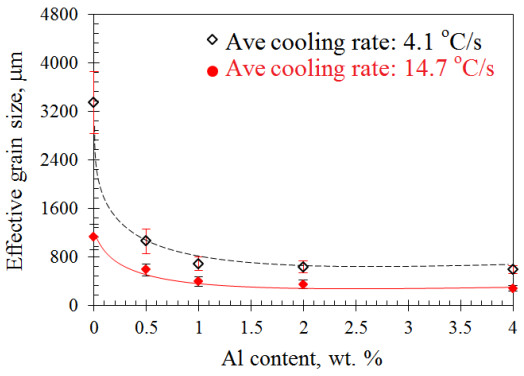
$$SDAS = b \times (G \times V_L)^{-n} \qquad (۲)$$

در این معادله b ثابت، G شیب دمایی و V_L نرخ رشد جبهه انجماد است [24].

حاصل ضرب گرادیان دمایی (درجه سانتی‌گراد بر سانتی‌متر) و سرعت رشد جبهه انجماد (سانتی‌متر بر ثانیه) از دیدگاه بعد، معادل سرعت انجماد است. بنابراین با افزایش سرعت انجماد، انتظار می‌رود که SDAS کاهش یابد. علاوه بر موارد فوق، با افزایش سرعت انجماد میزان جدایش یا پس زده شدن اتم‌های آلومینیم (و دیگر عناصر آلیاژی/ ناخالصی موجود در ترکیب شیمیایی آلیاژهای مورد بررسی) کاهش یافته است و این امر می‌تواند موجب افزایش حد حلالیت این عناصر در روی خالص شود. این موضوع پیش از این توسط سایر پژوهشگران نیز مطرح شده و کاهش مشاهده شده به افزایش حد حلالیت عناصر محلول در زمینه آلیاژ و توزیع همگن ترکیبات بین فلزی در زمینه نسبت داده شده است [14].

افزایش غلظت آلومینیم و همچنین افزایش سرعت انجماد موجب کاهش اندازه دانه در آلیاژهای مورد بررسی می‌شوند. تأثیر سرعت انجماد بر اندازه دانه مؤثر آلیاژهای مورد بررسی در شکل (۷) ارائه شده است. لازم به ذکر است، به دلیل آنکه درشت ساختار آلیاژها شامل هر دو نوع دانه‌های ستونی و هم‌محور است، برای تعیین اندازه دانه از رابطه اندازه دانه مؤثر استفاده شده است. با توجه به ناهمسانگردی بلوری قابل توجه [25]، درشت ساختار روی خالص متشکل از دانه‌های درشت ستونی حاوی دوقلویی‌های $(1\bar{1}02)/[1\bar{1}01]$ است. در سرعت انجماد ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه، با افزایش غلظت آلومینیم تا حدود ۱ درصد وزنی، اندازه دانه مؤثر کاهش می‌یابد به گونه‌ای که اندازه دانه آلیاژ Zn-1Al به ترتیب حدود ۳۵ و ۸۰ درصد کمتر از اندازه دانه

آلیاژ Zn-0.5Al و روی خالص است. افزایش مقادیر بیشتر آلومینیم با شدتی کمتر موجب کاهش مجدد اندازه دانه آلیاژ می‌شود به گونه‌ای که اندازه دانه مؤثر در آلیاژ Zn-4Al حدود ۱۴ درصد کمتر از اندازه دانه آلیاژ حاوی ۱ درصد وزنی آلومینیم است. همچنین در یک غلظت آلومینیم معین، با افزایش سرعت انجماد، اندازه دانه مؤثر کاهش می‌یابد. بر اساس داده‌های به دست آمده (شکل ۷)، با افزایش تقریباً ۳/۵ برابری سرعت انجماد، اندازه میانگین دانه‌ها مثلاً در خصوص آلیاژ Zn-0.5Al حدود ۴۵ درصد کاهش می‌یابد (کاهش از حدود ۲۰۱±۱۰۵۴ میکرومتر به حدود ۱۰۳±۵۸۲ میکرومتر).



شکل ۷ نمودار تغییرات اندازه دانه مؤثر آلیاژهای Zn-Al بر حسب غلظت آلومینیم و سرعت انجماد

با توجه به ضریب توزیع تعادلی نسبتاً کم آلومینیم در روی مذاب (حدود ۰/۱۹) [20] و جدایش قابل توجه اتم‌های آلومینیم به مذاب باقی‌مانده، میزان تحت تبرید ترکیبی شکل گرفته در نواحی مقابل جبهه انجماد افزایش یافته و موجب کاهش اندازه دانه می‌شود. با توجه به رابطه (۳)، اندازه دانه در قطعات ریختگی با ضریب محدود کننده رشد (GRF) مرتبط است [26]:

$$d = a + \frac{b}{Q} \quad (۳)$$

در این رابطه، d اندازه دانه، a و b ثوابت معادله و Q ضریب محدود کننده رشد است که به صورت زیر تعریف می‌شود:

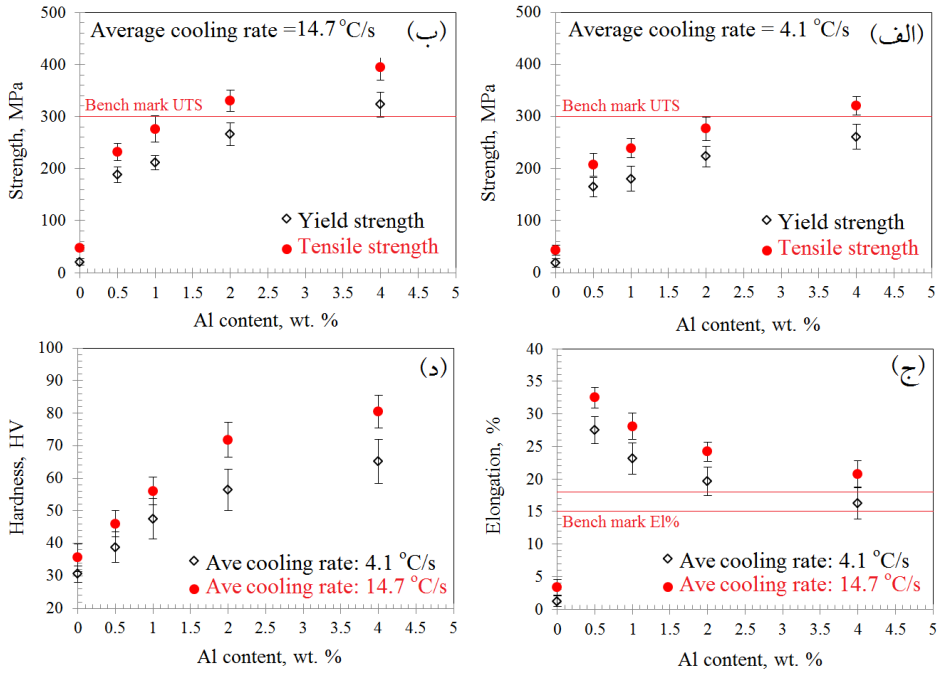
$$Q = m.C_0(k-1) \quad (۴)$$

در این رابطه، m شیب خط لیکوئیدوس، C_0 غلظت عنصر محلول و k ضریب توزیع تعادلی در سیستم مورد بررسی است. بر این اساس در سیستم‌های آلیاژی با a و b کمتر اثر ریزدانه‌کنندگی بیشتری انتظار می‌رود. در سیستم Zn-Al مقدار پارامترهای a و b بسیار کمتر از مقادیر مشابه در آلیاژهایی مانند Al-Cu، Al-Si و Al-Mg است [26]. همان گونه که قبلاً نیز توضیح داده شد، ریز شدن دانه‌ها در سرعت‌های انجماد زیاد را می‌توان با کاهش شعاع بحرانی تبدیل نطفه به جوانه نیز توجیه کرد. به عبارت دیگر، در سرعت‌های سرد شدن زیاد، به لحاظ آماری تعداد قابل توجهی از نطفه‌ها به جوانه پایدار مبدل می‌شوند و به دلیل محدود کردن رشد سایر دانه‌ها، اندازه دانه نهایی کاهش می‌یابد.

مطالعه اثر غلظت آلومینیم و سرعت انجماد بر خواص مکانیکی آلیاژهای Zn-xAl

نمودار تغییرات استحکام تسلیم، استحکام کششی نهایی، درصد ازدیاد طول و همچنین سختی آلیاژهای Zn-xAl حاوی مقادیر مختلف آلومینیم (۰/۵، ۱، ۲ و۴ درصد وزنی) در دو سرعت انجماد ۴/۱ و ۱۷/۴ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه در شکل (۸) نشان داده شده است. همچنین به منظور مقایسه، خواص کششی روی خالص و مقادیر استحکام کششی و درصد ازدیاد طول معیار آلیاژهای پایه روی برای کاربردهای زیست پزشکی در شکل ارائه شده‌اند. همان طور که مشاهده می‌شود در صورت انجماد آلیاژ در قالب فولادی پیش‌گرم شده، افزودن ۰/۵ درصد وزنی آلومینیم موجب افزایش استحکام کششی روی خالص از حدود ۴۴ مگاپاسکال به بیش از ۲۰۰ مگاپاسکال (شکل ۸ ـ الف) و درصد ازدیاد طول (کرنش شکست) از حدود ۱/۲ درصد تا بیش از ۲۷ درصد (شکل ۸ ـ ج) شده است.

با افزایش غلظت آلومینیم مقدار استحکام تسلیم و استحکام کششی نهایی آلیاژهای Zn-Al افزایش می‌یابد. بر اساس نتایج، با افزایش غلظت آلومینیم از ۰/۵ به ۱ ، ۲ و ۴ درصد وزنی، استحکام کششی آلیاژ به ترتیب به حدود ۲۴۰، ۲۸۰ و ۳۲۰ مگاپاسکال می‌رسد که معادل ۴۵۰، ۵۳۰ و ۶۳۰ درصد افزایش نسبت به روی خالص و ۱۶، ۳۴ و ۵۵ درصد افزایش نسبت به آلیاژ Zn-0.5Al است. با این حال، انعطاف‌پذیری با افزایش غلظت آلومینیم روندی نزولی دارد به گونه‌ای که کرنش شکست آلیاژ Zn-4Al منجمد شده در سرعت ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه حدود ۱۶/۲ درصد است که حدود ۴۰ درصد نسبت به آلیاژ حاوی ۰/۵ درصد وزنی آلومینیم کمتر است. در بین آلیاژهای مورد بررسی، تنها Zn-4Al معیارهای مکانیکی مورد نیاز کاربردهای زیست پزشکی را برآورده می‌سازد (استحکام کششی بیش از ۳۰۰ مگاپاسکال و درصد ازدیاد طول ۱۸ ـ ۱۵ درصد) [27].



شکل ۸ تأثیر غلظت آلومینیم بر (الف) و (ب) استحکام تسلیم و استحکام کششی، (ج) درصد ازدیاد طول و (د) سختی ویکرز آلیاژهای مورد بررسی در سرعت انجماد ۴/۱ و ۱۷/۴ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه. مقادیر استحکام کششی و درصد ازدیاد طول معیار برای آلیاژهای زیست تخریب‌پذیر روی نمودار خواص کششی مشخص شده است.

در تطابق با نتایج مطالعات ریزساختاری (بخش ۳ ـ ۱)، بهبود استحکام روی خالص پس از افزودن آلومینیم را می‌توان با عملکرد همزمان چند مکانیزم توجیه کرد. بر اساس نتایج تحقیقات لیو (Liu) و همکاران [26]، در آلیاژهای هیپویوتکتیک Zn-Al حاوی مقادیر اندک آلومینیم (کمتر از ۱ درصد وزنی)، مهم‌ترین مکانیزم‌های دخیل در افزایش استحکام عبارت از استحکام‌دهی محلول جامد و استحکام‌دهی مرزدانه‌ای هستند. اثر ترکیبی این موارد با استفاده از معادله (۵) قابل بررسی است:

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_{ss}C^n + K_{H-P}d^{-1/2} \qquad (۵)$$

در این رابطه σ_0 استحکام تسلیم روی خالص، K_{ss} ضریب محلول جامد، c غلظت آلومینیم (درصد اتمی) و n ضریب ثابت (حدود ۰/۵۲)، K_{H-P} ضریب هال ـ پچ (مگاپاسکال.جذر متر) و d اندازه میانگین دانه است. مقادیر تجربی پارامترهای σ_0، K_{ss} و K_{H-P} به ترتیب حدود ۱۱/۰۲، ۸۳/۶ و ۰/۵۶ تعیین شده است [26]. بر اساس نتایج میکروسختی‌سنجی، سختی میکروسکوپی فاز η در آلیاژ Zn-0.5Al حدود ۴۷/۸±۵/۱ است که نسبت به سختی روی خالص منجمد شده در قالب فولادی پیش‌گرم شده (۴۰/۹±۴/۸ ویکرز) حدود ۱۵ درصد بیشتر است. همچنین همان گونه که قبلاً مشاهده شد، افزودن آلومینیم موجب کاهش قابل ملاحظه اندازه دانه مؤثر در آلیاژهای Zn-Al می‌شود.

اگر غلظت آلومینیم بیش از حدود ۱ درصد وزنی باشد، علاوه بر مکانیزم‌های قبل، به دلیل افزایش کسر حجمی نواحی یوتکتوئید، معادله نهایی استحکام به صورت زیر تبدیل می‌شود:

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_{ss}C^n + K_{H-P}d^{-1/2} + \sigma_{es} \qquad (۶)$$

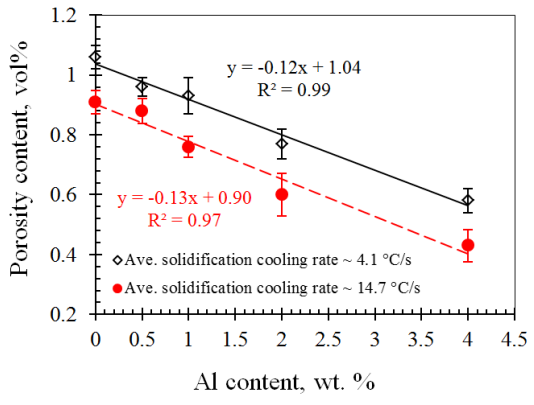
در این رابطه σ_{es} (مگاپاسکال) سهم نواحی یوتکتوئید در استحکام است [26]. لازم به ذکر است که بر اساس نتایج آزمایش میکروسختی‌سنجی، سختی نواحی یوتکتوئید در آلیاژهای منجمد شده تحت سرعت ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه (۶۹/۱±۶/۳ ویکرز) حدود ۴۰ درصد بیشتر از سختی دندریت‌های غنی از روی η است و انتظار می‌رود که با افزایش کسر این نواحی، استحکام آلیاژ افزایش یابد. کاهش انعطاف‌پذیری آلیاژ با افزایش غلظت آلومینیم (شکل ۸ ـ ج) نیز احتمالاً ناشی از افزایش کسر

حجمی نواحی سخت با انعطاف‌پذیری کمتر یوتکتوئید بین دندریت‌های η است. نتایج مطالعات بوون و همکاران روی آلیاژهای کارپذیر Zn-Al نیز حاکی از کاهش حدود ۳۰ درصدی ازدیاد طول آلیاژ Zn-5Al در مقایسه با آلیاژ Zn-1Al است [12].

در یک درصد وزنی معین آلومینیم، استحکام نمونه‌های ریخته‌گری شده در قالب مسی آبگرد از استحکام نمونه‌های ریخته‌گری شده در قالب فولادی بیشتر است. به عنوان مثال در ۰/۵، ۱، ۲ و ۴ درصد وزنی آلومینیم، افزایش سرعت انجماد از ۴/۱ به ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه به ترتیب موجب افزایش ۱۰، ۱۲، ۱۵ و ۲۰ درصدی استحکام کششی می‌شود. بر اساس این نتایج، آلیاژ Zn-2Al حداقل خواص مکانیکی لازم برای کاربردهای زیست پزشکی را تأمین می‌کند. با توجه به اثرات سمی احتمالی عنصر آلومینیم این موضوع می‌تواند دستاوردی مهم در آلیاژهای Zn-Al زیست تخریب‌پذیر قلمداد شود. با توجه به نتایج مطالعات ساختاری (بخش ۳ ـ ۱)، این بهبود را می‌توان با ریز شدن یا کاهش ابعاد اجزای ریزساختاری (شکل ۶)، کاهش SDAS (کاهش ابعاد فازهای شکل گرفته در نواحی بین بازوهای دندریتی)، کاهش اندازه دانه‌ها (شکل ۷)، کاهش کسر حجمی تخلخل‌ها و افزایش میزان اشباع محلول جامد زمینه از عنصر آلومینیم توجیه نمود که در ادامه مورد بررسی قرار می‌گیرند.

توسعه ساختار ظریف و همگن دو فازی η+α در نمونه‌های سریع منجمد شده (شکل ۶) ضمن توزیع همگن‌تر تنش و بهبود شرایط تحمل بار، موجب افزایش سختی و استحکام می‌شود. بر اساس نتایج سختی‌سنجی میکروسکوپی، سختی نواحی یوتکتوئید α+η در نمونه Zn-4Al منجمد شده در قالب مسی آبگرد (سرعت انجماد ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه) حدود ۸۷/۵±۷/۶ ویکرز است که احتمالاً به دلیل بهبود شرایط توزیع نواحی غنی از آلومینیم α در زمینه غنی از روی η و توسعه یک ساختار کامپوزیتی بهبود یافته، نسبت به سختی نواحی یوتکتوئیدی در نمونه مشابه منجمد شده تحت سرعت ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه (۶۹/۱±۶/۳ ویکرز) حدود ۲۶ درصد بیشتر است. افزایش فوق اشباع زمینه (در اثر افزایش سرعت سرد شدن مذاب هنگام انجماد) عامل دیگری است که در بهبود خواص مکانیکی نمونه‌های سریع منجمد شده حائز اهمیت است [13,14]. نتایج بررسی‌ها حاکی از آن است که میکروسختی دندریت‌های فاز η در نمونه‌های ریخته‌گری شده تحت سرعت ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه ۵۷/۴±۵/۲ ویکرز است. این مقدار حدود ۲۰ درصد بیشتر از مقدار مشابه در نمونه حاوی میزان آلومینیم مشابه منجمد شده در سرعت ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه (یعنی ۴۸/۲±۳/۷ ویکرز) است.

کاهش SDAS و ابعاد کانال‌های تغذیه بین دندریتی در نمونه‌های ریخته‌گری شده در قالب مسی آبگرد و در نتیجه بهبود شرایط مویینگی در این نواحی موجب می‌شود که تغذیه به طور مؤثرتری صورت پذیرد و کسر حجمی تخلخل‌ها کاهش یابد. کاهش احتمال نفوذ اتم‌های هیدروژن به نواحی بین دندریتی نمونه‌های سریع منجمد شده نیز عامل مهم دیگری است که در کاهش کسر تخلخل‌ها مؤثر است. نتایج بررسی میزان تخلخل نمونه‌ها نیز این موضوع را تأیید می‌کند (شکل ۹). همان گونه که مشاهده می‌شود، در یک سرعت انجماد معین، افزایش میزان آلومینیم آلیاژ به دلیل کاهش وسعت دامنه انجماد (شکل ۳) و متعاقباً بهبود سیالیت مذاب، میزان تخلخل آلیاژ به میزان محسوسی کاهش یافته است. علاوه بر این، میزان تخلخل در نمونه‌های ریخته‌گری شده در قالب مسی کمتر از نمونه‌های مشابه ریخته‌گری شده در قالب فولادی است. به عنوان مثال، میزان تخلخل در آلیاژ Zn-4Al ریخته‌گری شده در قالب مسی آبگرد حدود ۰/۴۳ درصد است که تقریباً ۲۵ درصد کمتر از میزان تخلخل در نمونه مشابه پس از ریخته‌گری در قالب پیش‌گرم شده فولادی است. لازم به ذکر است که حضور تخلخل‌ها به دلیل کاهش سطح مقطع مؤثر تحمل کننده بار موجب بروز تمرکز تنش شده و تأثیر منفی بر سختی، خواص استحکامی و انعطاف‌پذیری آلیاژ دارد [13,14].



شکل ۹ تأثیر غلظت آلومینیم و سرعت سرد شدن مذاب بر میزان تخلخل در نمونه‌های مورد بررسی

کاهش اندازه میانگین دانه‌ها در اثر افزایش سرعت انجماد (شکل ۷) به دلیل افزایش چگالی مرزهای دانه (به عنوان موانع مؤثر در مقابل لغزش نابه‌جایی‌ها [28,29]) موجب ارتقای استحکام می‌شود. نمودار تغییرات سختی آلیاژهای مورد بررسی در مقادیر مختلف آلومینیم در دو سرعت انجماد مختلف در شکل (۸ ـ د) نشان داده شده است. می‌توان مشاهده کرد که در صورت وقوع انجماد تحت سرعت ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه، افزایش غلظت آلومینیم از ۰/۵ تا ۴ درصد وزنی باعث افزایش سختی روی خالص از حدود ۳۱ ویکرز به ۶۵ ویکرز شده است. همچنین در یک غلظت آلومینیم معین، سختی نمونه‌های منجمد شده تحت سرعت ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه بیش از سختی ویکرز نمونه‌های منجمد شده در ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه است. به عنوان مثال، سختی نمونه Zn-4Al منجمد شده تحت سرعت ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه حدود ۲۳ درصد بیشتر از سختی نمونه منجمد شده تحت ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه است. افزایش نسبی ایجاد شده در سختی نمونه‌های انجماد سریع احتمالاً با کاهش ابعاد فازها و تخلخل‌ها، کاهش SDAS، کاهش اندازه مؤثر دانه‌ها و همچنین افزایش میزان اشباع محلول جامد زمینه از عنصر آلومینیم مرتبط است.

اثر مثبت افزایش سرعت سرد شده حین انجماد در اصلاح ساختار و ارتقای سختی و خواص مکانیکی آلیاژها توسط سایر پژوهشگران نیز اثبات شده است. بر اساس گزارش ویدا و همکاران [15] در آلیاژهای Zn-Mg افزایش سرعت انجماد موجب بهسازی مؤثر ساختار و بهبود قابل توجه سختی شده است. بررسی‌های تیان (Tian) و همکاران روی آلیاژهای Al-Si پیستون نیز حاکی از تأثیر مثبت افزایش سرعت انجماد در محدوده ۰/۱۵، ۰/۵، ۱۵ و ۱۵۰ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه بر سختی است به گونه‌ای که سختی این آلیاژ از حدود ۸۱ برینل تا بیش از ۱۲۵ برینل افزایش می‌یابد [30]. صفاری و همکاران نیز در تحقیقات خود روی کامپوزیت‌های درجای Al-15Mg_2Si نشان دادند که افزایش سرعت انجماد موجب افزایش سختی می‌شود [13].

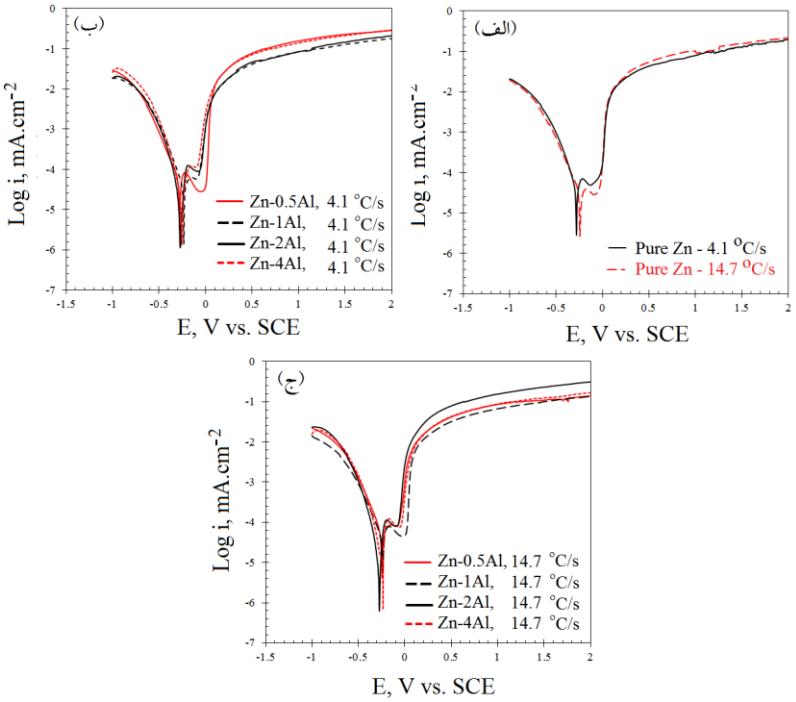
مقایسه و تحلیل کرنش شکست در نمونه‌های سریع منجمد شده (شکل ۸ ـ د) مؤید آن است که در قیاس با نمونه‌های با ترکیب شیمیایی مشابه منجمد شده در سرعت انجماد کم (۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه)، انعطاف‌پذیری آلیاژها افزایش قابل ملاحظه‌ای می‌یابد. در یک غلظت آلومینیم معین و در توافق با نتایج تحقیقات قبلی، توسعه ساختار ظریف و همگن [31] متشکل از دو فاز α و η، کاهش SDAS [32]، کاهش اندازه دانه‌ها [33] و کاهش ابعاد و کسر حجمی تخلخل‌ها [34]، از جمله مهم‌ترین عواملی هستند که با مشکل ساختن جوانه‌زنی و اشاعه ترک‌های میکروسکوپی در ریزساختار، موجب ارتقای انعطاف‌پذیری می‌شوند. با این وجود، با افزایش درصد وزنی آلومینیم احتمالاً به دلیل افزایش کسر نواحی سخت یوتکتوئید (شکل ۳)، روند کاهشی در انعطاف‌پذیری قابل مشاهده است.

بررسی تأثیر غلظت آلومینیم و سرعت انجماد بر رفتار خوردگی آلیاژهای Zn-xAl

منحنی‌های پلاریزاسیون تافل نشان دهنده تغییرات جریان بر حسب پتانسیل در نمونه‌های مورد تحقیق در شکل (۱۰) و جزئیات اطلاعات الکتروشیمیایی آزمایش‌های خوردگی در جدول (۲) ارائه شده است. با توجه به جدول (۲) و شکل (۱۰ـ الف)، چگالی جریان خوردگی روی خالص منجمد شده در قالب پیش‌گرم شده فولادی (سرعت انجماد ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه) حدود $۱/۹۳\times۱۰^{-۵}$ آمپر بر سانتی‌متر مربع و نرخ خوردگی آن ۰/۰۶۳ mm/yy است اما با افزایش سرعت انجماد تا ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه، احتمالاً به دلیل کاهش قابل ملاحظه اندازه دانه‌ها (شکل ۷) و کاهش ابعاد و میزان تخلخل‌های ساختاری (شکل ۹) به عنوان مراکز مستعد آغاز خوردگی، نرخ خوردگی کاهش می‌یابد به گونه‌ای که چگالی جریان خوردگی حدود $۱/۲۷\times۱۰^{-۵}$ آمپر بر سانتی‌متر مربع و نرخ خوردگی حدود ۰/۰۴۱ mm/yy است.

با افزودن عنصر آلومینیم به روی خالص و مطابق با نمودار دوتایی Zn-Al، فاز α (غنی از آلومینیم) در کنار فاز η (غنی از روی) تشکیل می‌شود. با توجه به مقادیر پتانسیل الکترود آلومینیم (۱/۶۶۲- ولت) و روی (۰/۷۶۳- ولت)، می‌توان گفت که آلومینیم نسبت به روی فلز فعال‌تری است لذا در توافق با نتایج تحقیقات قبلی به نظر می‌رسد که افزودن آن به روی خالص موجب کاهش مقاومت به خوردگی می‌شود [۳۵]. مقایسه جریان خوردگی روی خالص با آلیاژ حاوی ۰/۵ درصد وزنی آلومینیم در شکل (۱۰) و جدول (۲) مؤید این مطلب است. با افزودن ۰/۵ درصد وزنی آلومینیم به ترکیب آلیاژ، چگالی جریان خوردگی در نمونه منجمد شده در قالب فولادی و قالب مسی به ترتیب تا حدود $۳/۵۱۲\times۱۰^{-۵}$ و $۳/۲۹۹\times۱۰^{-۵}$ آمپر بر سانتی‌متر مربع افزایش می‌یابد.

با این‌حال، افزودن مقادیر بیشتر آلومینیم (تا حدود ۲ درصد وزنی) موجب کاهش جریان و نرخ خوردگی آلیاژهای Zn-Al شده است. بر اساس نتایج، در نمونه‌های ریخته‌گری شده در قالب مسی آبگرد (سرعت انجماد متوسط ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه)، نمونه Zn-2Al با چگالی جریان خوردگی $۴/۵۱۴ \times ۱۰^{-۶}$ آمپر بر سانتی‌متر مربع و نمونه Zn-1Al با چگالی جریان خوردگی $۳/۷۷۳ \times ۱۰^{-۶}$ آمپر بر سانتی‌متر مربع به ترتیب بیشترین و کمترین مقاومت به خوردگی را دارند. همچنین در نمونه‌های ریخته‌گری شده در قالب فولادی پیش‌گرم شده (سرعت انجماد متوسط ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه)، آلیاژ Zn-2Al با چگالی جریان خوردگی $۵/۶۶۱ \times ۱۰^{-۶}$ آمپر بر سانتی‌متر مربع و آلیاژ Zn-0.5Al با چگالی جریان خوردگی $۳/۵۱۲ \times ۱۰^{-۵}$ آمپر بر سانتی‌متر مربع به ترتیب دارای بیشترین و کمترین مقاومت به خوردگی هستند.

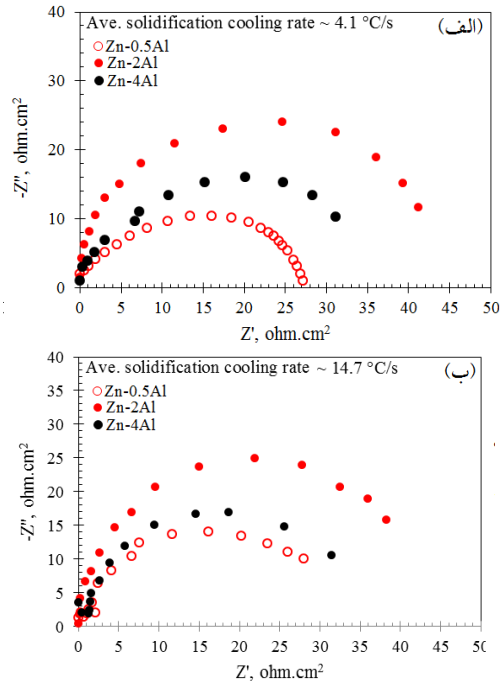


شکل ۱۰ منحنی پلاریزاسیون تافل: (الف) روی خالص ریخته‌گری شده در قالب فولادی پیش‌گرم شده و قالب مسی آبگرد، (ب) و (ج) به ترتیب آلیاژهای Zn-xAl ریخته‌گری شده در قالب فولادی پیش‌گرم و قالب مسی آبگرد

جدول ۲ اطلاعات الکتروشیمیایی آزمایش‌های خوردگی نمونه‌های مورد بررسی

آلیاژ	$I_{corr}(A/cm^2)$	$E_{corr}(v)$	β_a (V/dec)	β_c (V/dec)	V(mm/yy)
روی خالص قالب فولادی	$۱/۹۳ \times ۱۰^{-۵}$	−۰/۲۹	۰/۱۲۶	۰/۱۱۴	۰/۰۶۳
روی خالص قالب مسی	$۱/۲۷ \times ۱۰^{-۵}$	−۰/۲۴	۰/۱۲۴	۰/۱۱۸	۰/۰۴۱
Zn-0.5Al فولادی	$۳/۵۱۲ \times ۱۰^{-۵}$	−۰/۲۸	۰/۱۳۸	۰/۱۲۲	۰/۱۱۴
Zn-0.5Al مسی	$۳/۲۹۹ \times ۱۰^{-۵}$	−۰/۲۴	۰/۱۳۸	۰/۱۰۳	۰/۱۰۷
Zn-1Al فولادی	$۳/۶۲۶ \times ۱۰^{-۵}$	−۰/۲۵	۰/۲۴۷	۰/۰۴۸	۰/۱۱۹
Zn-1Al مسی	$۳/۷۷۳ \times ۱۰^{-۵}$	−۰/۲۵	۰/۲۱۲	۰/۱۲۵	۰/۱۲۳
Zn-2Al فولادی	$۵/۶۶۱ \times ۱۰^{-۶}$	−۰/۲۷	۰/۰۵۱	۰/۰۵۰	۰/۰۱۸
Zn-2Al مسی	$۴/۵۱۴ \times ۱۰^{-۶}$	−۰/۲۷	۰/۰۴۰	۰/۰۵۷	۰/۰۱۴
Zn-4Al فولادی	$۹/۷۴۶ \times ۱۰^{-۶}$	−۰/۲۵	۰/۰۶۰	۰/۰۶۹	۰/۰۳۱
Zn-4Al مسی	$۹/۶۳۲ \times ۱۰^{-۶}$	−۰/۲۴	۰/۰۴۲	۰/۰۹۱	۰/۰۳۱

بررسی شیب منحنی‌های پلاریزاسیون (به عنوان معیاری از سینتیک فرایند خوردگی) نشان می‌دهد که شیب آندی نمونه Zn-2Al منجمد شده در دو قالب فولادی و مسی، کمترین شیب بین نمونه‌های مورد بررسی است (به ترتیب ۰/۰۵۱ V/dec و ۰/۰۴). نتایج آزمایش امپدانس نیز نتایج قبلی را تأیید می‌کند. نمودار نایکوئیست سه نمونه Zn-0.5Al، Zn-2Al و Zn-4Al پس از انجماد در دو سرعت ۴/۱ و ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه در شکل (۱۱) نمایش داده شده است. شکل نیم‌دایره‌ای نمودارهای امپدانس مؤید کنترل فرایند خوردگی با مکانیزم انتقال بار است. همان گونه که مشاهده می‌شود، صرف نظر از سرعت انجماد، دو نمونه Zn-0.5Al و Zn-2Al به ترتیب دارای کمترین و بیشترین میزان مقاومت انتقال بار (مقاومت به خوردگی) هستند ضمن آنکه با افزایش مجدد غلظت آلومینیم تا ۴ درصد وزنی، مقاومت انتقال بار کاهش و خوردگی افزایش می‌یابد. همچنین در یک غلظت آلومینیم معین، به نظر می‌رسد که میزان مقاومت انتقال بار (قطر نیم‌دایره منحنی نایکوئیست) نمونه‌های منجمد شده در قالب فولادی نسبت به نمونه‌های منجمد شده در قالب مسی آبگرد کمتر است. در توافق با نتایج آزمایش پلاریزاسیون، این مطلب بیانگر تأثیر نسبی افزایش سرعت انجماد بر کاهش میزان خوردگی است.



شکل ۱۱ نمودار نایکوئیست سه نمونه Zn-0.5Al، Zn-2Al و Zn-4Al منجمد شده در دو سرعت انجماد: (الف) ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه و (ب) ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه

صرف نظر از نتایج فوق، پتانسیل خوردگی نمونه‌ها تقریباً یکسان است و بررسی جامع رفتار خوردگی نمونه‌ها (شکل ۱۰ و جدول ۲) مؤید آن است که علی‌رغم تأثیر اندک بهسازی تبریدی بر رفتار خوردگی، چگالی جریان کلیه نمونه‌ها در محدوده آلیاژهای زیست تخریب‌پذیر پایه روی (بین ۱ تا ۱۰۰ میکرو آمپر بر سانتی‌متر مربع) است [35].

برای توجیه رفتار مشاهده شده، واکنش‌های احتمالی به وقوع پیوسته طی فرایند خوردگی در محیط SBF شامل واکنش‌های آندی (واکنش‌های ۷ و ۸) و واکنش کاتدی (واکنش ۹) مورد بررسی قرار می‌گیرد [36]:

$$Zn \rightarrow Zn^{2+} + 2e^- \quad (۷)$$

$$Al \rightarrow Al^{3+} + 3e^- \quad (۸)$$

$$2H_2O + O_2 + 4e^- \rightarrow 4OH^- \quad (۹)$$

نتیجه این واکنش‌ها، شکل‌گیری تدریجی لایه‌ای متشکل از محصولات خوردگی روی سطح نمونه است که میزان پوشش سطحی و فشردگی آن تأثیر به‌سزایی بر رفتار خوردگی نمونه‌ها دارد:

$$2Zn^{2+} + 4OH^- \rightarrow 2Zn(OH)_2 \text{ or } 2ZnO.2H_2O \quad (۱۰)$$

$$2Al^{3+} + 6OH^- \rightarrow 2Al(OH)_3 \text{ or } Al_2O_3.3H_2O \quad (۱۱)$$

نتایج تحقیقات گذشته نشان داده شده است که لایه هیدروکسید شکل گرفته روی سطح غیر متراکم است و قادر به محافظت مؤثر از سطح در برابر خوردگی نیست [37]. در محیط SBF یون‌های کوچک کلر به سادگی به درون لایه مذکور نفوذ می‌کنند و مطابق با رابطه (۱۲) موجب تشکیل کلرید روی می‌شوند:

$$Zn(OH)_2 + 2Cl^- \rightarrow Zn^{2+} + 2Cl^- + 2OH^- \quad (۱۲)$$

در ادامه یون‌های رها شده روی با یون‌های فسفات واکنش داده و فسفات روی نامحلول تشکیل می‌دهند:

$$Zn^{2+} + 2HPO_4^{2-} + 2OH^- + 2H_2O \rightarrow Zn_3(PO_4)^2.4(H_2O) \quad (۱۳)$$

این لایه قادر به محافظت از سطح بوده و دارای خاصیت زیست سازگاری است [36,37].

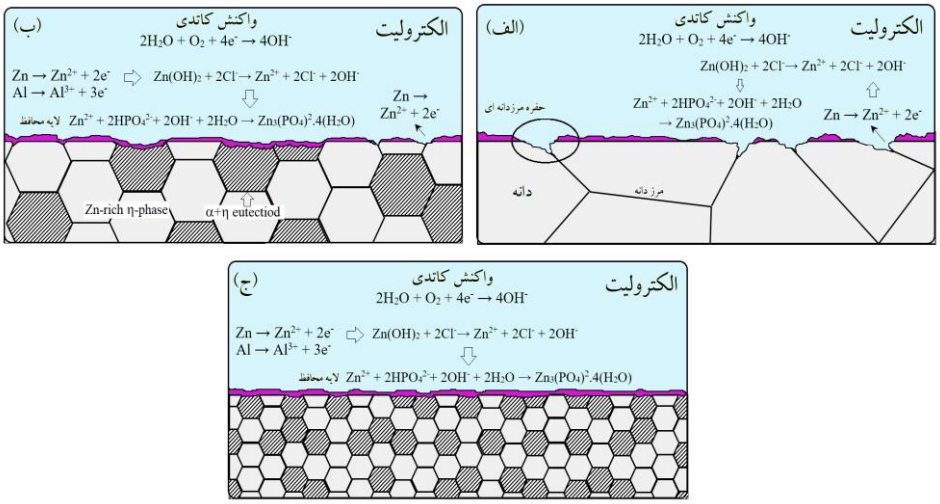
بنابراین با توجه به نتایج آزمایش‌های پلاریزاسیون و

امپدانس، به نظر می‌رسد که در مقادیر اندک آلومینیم (کمتر از حدود ۲ درصد وزنی)، فرایند خوردگی متأثر از تشکیل میکروپیل‌های گالوانیک و خوردگی موضعی سطح است اما صرف نظر از سرعت انجماد، در غلظت بحرانی آلومینیم (حدود ۲ درصد وزنی) احتمالاً به دلیل افزایش حجم محصولات خوردگی (به ویژه اکسید آلومینیم) نسبت به نمونه روی خالص (شکل ۱۲ـ الف) لایه‌ای متراکم از محصولات خوردگی روی سطح تشکیل می‌شود (شکل ۱۲ـ ب). تشکیل این لایه به واسطه ممانعت از برقراری تماس مستقیم بین سطح و محلول خورنده، موجب کاهش جریان/ نرخ خوردگی می‌شود. بعد از غلظت بحرانی، افزودن آلومینیم تا حدود ۴ درصد وزنی موجب افت مجدد مقاومت به خوردگی آلیاژ می‌شود. در توافق با نتایج تحقیقات گذشته [36]، به نظر می‌رسد که افزایش کسر نواحی یوتکتوئید غنی از آلومینیم η-Zn/α-Al (با ماهیت کاتدی نسبت به زمینه η-Zn) تا حدود ۳/۳±۷۳/۶ درصد و ۲/۸±۶۳/۷ درصد به ترتیب در آلیاژ Zn-4Al منجمد شده در قالب فولادی پیش‌گرم شده و قالب مسی آبگرد، موجب تسریع خوردگی بین دندریتی (مرزدانه‌ای) و افت مقاومت به خوردگی آلیاژ می‌شود.

افزایش سرعت انجماد ضمن کاهش اندازه دانه‌ها (شکل ۷) و کسر حجمی تخلخل‌های ساختاری (شکل ۹)، موجب توزیع ظریف‌تر و یکنواخت‌تر اجزای ریزساختاری می‌شود (شکل ۶). کاهش اندازه دانه‌ها و افزایش چگالی مرزهای دانه (به عنوان مراکز پر انرژی و مسیرهای مناسب برای نفوذ عناصر) موجب یکنواخت شدن خوردگی آلیاژ، تسهیل تشکیل لایه رویین سطحی متراکم (شکل ۱۲ ـ ج) و بهبود چسبندگی لایه محافظ به سطح نمونه می‌شود [13,38]. کاهش کسر تخلخل‌های گازی و انقباضی (به عنوان مراکز مهم آغاز خوردگی روی سطوح مورد بررسی) و همچنین توزیع ظریف و یکنواخت فازها (نواحی η و یوتکتوئید) از جمله دیگر عواملی هستند که در تسهیل تشکیل لایه رویین و محافظ و بهبود مقاومت به خوردگی نمونه‌های سریع منجمد شده ایفای نقش می‌کنند. نتایج مطالعات گذشته حاکی از آن است که حفرات سطحی به سبب افزایش سطح تماس با محلول خورنده تأثیر منفی قابل ملاحظه‌ای بر مقاومت به خوردگی آلیاژها دارند و کاهش کسر حجمی و ابعاد این حفرات موجب بهبود رفتار خوردگی می‌شود [39,40]. توزیع ظریف و یکنواخت نواحی آندی و کاتدی روی سطح نمونه نیز شرایط را برای کاهش خوردگی موضعی/ حفره‌ای و بروز خوردگی یکنواخت‌تر (کاهش اثر گالوانیک فازها) فراهم می‌آورد [41,42]. تصویر نمادین نشان دهنده کیفیت و نحوه تشکیل لایه محصولات خوردگی روی سطح روی خالص و آلیاژ Zn-2Al در دو شرایط ریخته‌گری در قالب فولادی پیش‌گرم شده و قالب مسی آبگرد به ترتیب در شکل‌های (۱۳ ـ الف) تا (۱۳ ـ ج) ارائه شده است.



شکل ۱۲ تصویر سطح خوردگی (الف) روی خالص (سرعت انجماد ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه)، (ب) آلیاژ Zn-2Al (سرعت انجماد ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه) و (ج) آلیاژ Zn-2Al (سرعت انجماد ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه)



شکل ۱۳ تصویر نمادین نشان دهنده وقوع خوردگی در (الف) روی خالص، (ب) آلیاژ Zn-2Al (سرعت انجماد ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه) و (ج) آلیاژ Zn-2Al (سرعت انجماد ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه)

نتیجه‌گیری

۱. ساختار آلیاژ Zn-Al شامل دندریت‌های اولیه غنی از روی (فاز η) و یوتکتوئید متشکل از فازهای غنی از آلومینیم (فاز α) و غنی از روی (فاز η) در نواحی بین دندریتی است. در سرعت انجماد ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه، با افزایش آلومینیم از ۰/۵ به ۴ درصد وزنی، کسر نواحی یوتکتیک از حدود ۱/۸±۶/۵ درصد به حدود ۳/۳±۷۳/۶ درصد افزایش می‌یابد.

۲. با افزایش سرعت انجماد از ۴/۱ به ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه، ضمن کاهش اندازه دانه‌ها، فازها ریزتر و توزیع آن‌ها در زمینه یکنواخت‌تر می‌شود. مقدار SDAS در نمونه‌های منجمد شده در قالب مسی (حدود ۹/۴±۲۲/۴ میکرومتر) است که در مقایسه با نمونه مشابه ریخته‌گری شده در قالب فولادی (۱۸/۲±۸۷/۶ میکرومتر) حدود ۷۵ درصد کمتر است. همچنین کسر نواحی یوتکتوئید (۲/۸±۶۳/۷ درصد) در مقایسه با نمونه‌های ریخته‌گری شده در قالب فولادی کمتر است.

۳. در یک غلظت معین آلومینیم، افزایش سرعت انجماد موجب ارتقای خواص مکانیکی می‌شود به گونه‌ای که استحکام کششی آلیاژهای حاوی ۰/۵، ۱، ۲ و ۴ درصد وزنی آلومینیم به ترتیب حدود ۱۰، ۱۲، ۱۵ و ۲۰ درصد افزایش می‌یابد و آلیاژ Zn-2Al حداقل خواص مکانیکی مورد نیاز کاربردهای زیست پزشکی را تأمین می‌کند. استحکام کششی و درصد ازدیاد طول این آلیاژ به ترتیب ۳۳۱ مگاپاسکال و ۲۴/۲ درصد است.

۴. آلیاژ Zn-2Al منجمد شده تحت سرعت ۱۴/۷ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه دارای بیشترین مقاومت به خوردگی در میان کلیه نمونه‌های مورد بررسی است. چگالی جریان خوردگی این نمونه ($۴/۵۱۴ \times ۱۰^{-۶}$ آمپر بر سانتی‌متر مربع) حدود ۲۰ درصد کمتر از چگالی جریان خوردگی نمونه مشابه منجمد شده در قالب فولادی پیش‌گرم شده (سرعت انجماد ۴/۱ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه) است. نتایج آزمایش امپدانس نیز مؤید آن است که نمونه Zn-2Al منجمد شده در قالب مسی آبگرد بیشترین مقاومت انتقال بار را در میان سایر نمونه‌های مورد بررسی دارد.

واژه‌نامه

مواد فلزی زیست تخریب‌پذیر	Biodegradable metallic materials
کاشتنی	Implants
استنت	Stent
درون‌تنی	In-vivo
تحت تبرید حرارتی	Thermal undercooling
پرس در کانال های زاویه‌دار همسان	Equal channel angular pressing
روباره	Dross
زمان ساکن‌سازی	Dwell time

میکروسکوپ الکترونی روبشی Scanning Electron Microscope

طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس Energy Dispersive X-ray Spectroscopy

پراش پرتو ایکس X-ray diffraction

محلول شبیه‌سازی شده بدن Simulated body fluid, SBF

بازوهای ثانویه دندریتی Secondary dendrite arm spacing

جدایش Segregation

ضریب توزیع تعادلی Equilibrium partitioning coefficient

عامل محدود کننده رشد Growth restriction factor

مسیرهای تغذیه بین دندریتی Interdendritic feeding channels

فشار مویینگی Capillary pressure

تقدیر و تشکر

مراجع

[1] Z.-Z. Shi et al., "Design biodegradable Zn alloys: Second phases and their significant influences on alloy properties," *Bioactive Materials*, vol. 5, no. 2, pp. 210–218, 2020. http://10.1016/j.bioactmat.2020.02.010

[2] F. Soleymani, "Evaluation of Biodegradability and Electrochemical Behavior of Magnesium Alloy - AZ31Company with Bio-Nano Composite Membrane," *Journal of Metallurgical and Materials Engineering*, vol. 33, no. 4, pp. 39-52, 2022. http://10.22067/jmme.2022.78695.1074

[3] Z. Zareian, M. Emamy, M. Malekan, H. Mirzadeh, W. J. Kim, and A. Bahmani, "Tailoring the mechanical properties of Mg–Zn magnesium alloy by calcium addition and hot extrusion process," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 774, p. 138929, 2020. http://10.1016/j.msea.2020.138929

[4] J. Z. Ilich and J. E. Kerstetter, "Nutrition in Bone Health Revisited: A Story Beyond Calcium," *Journal of the American College of Nutrition*, vol. 19, no. 6, pp. 715–737, 2000. http://10.1080/07315724.2000.10718070

[5] H. Yang et al., "Evolution of the degradation mechanism of pure zinc stent in the one-year study of rabbit abdominal aorta model," *Biomaterials*, vol. 145, pp. 92–105, 2017. http://10.1016/j.biomaterials.2017.08.022

[6] J. Niu et al., "Research on a Zn-Cu alloy as a biodegradable material for potential vascular stents application," *Materials Science and Engineering: C*, vol. 69, pp. 407–413, 2016. http://10.1016/j.msec.2016.06.082

[7] S. Cai, T. Lei, N. Li, and F. Feng, "Effects of Zn on microstructure, mechanical properties and corrosion behavior of Mg–Zn alloys," *Materials Science and Engineering: C*, vol. 32, no. 8, pp. 2570–2577, 2012. http://10.1016/j.msec.2012.07.042

[8] G. Purcek, O. Saray, T. Kucukomeroglu, M. Haouaoui, and I. Karaman, "Effect of equal-channel angular extrusion on the mechanical and tribological properties of as-cast Zn–40Al–2Cu–2Si alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, no. 15, pp. 3480–3488, 2010. http://10.1016/j.msea.2010.02.019

[9] C. Exley and E. R. House, "Aluminium in the human brain," *Monatshefte für Chemie-Chemical Monthly*, vol. 142, no. 4, pp. 357–363, 2011. http://10.1007/s00706-010-0417-y

[10] H. R. Bakhsheshi-Rad et al., "Fabrication of biodegradable Zn-Al-Mg alloy: Mechanical properties, corrosion behavior, cytotoxicity and antibacterial activities," *Materials Science and Engineering: C*, vol. 73, pp. 215–219, 2017. http://10.1016/j.msec.2016.11.138

[11] M. Demirtas, G. Purcek, H. Yanar, Z. J. Zhang, and Z. F. Zhang, "Effect of chemical composition and grain size on

RT superplasticity of Zn-Al alloys processed by ECAP," *Letters in Materials*, vol. 5, no. 3, pp. 328–334, 2015. http://10.22226/2410-3535-2015-3-328-334

[12] P. K. Bowen *et al.*, "Evaluation of wrought Zn–Al alloys (1, 3, and 5 wt % Al) through mechanical and *in vivo* testing for stent applications," *Journal of Biomedical Materials Research*, vol. 106, no. 1, pp. 245–258, 2018. http://10.1002/jbm.b.33850

[13] E. Safary, R. Taghiabadi, M. H. Ghoncheh, M. Emami, and M. S. Yazdi, "Effect of solidification cooling rate on corrosion behavior of Al-15Mg_2Si composites," *Materials Today Communications*, vol. 38, p. 107948, 2024. http://10.1016/j.mtcomm.2023.107948

[14] F. Akbari *et al.*, "Effect of solidification cooling rate on microstructure and tribology characteristics of Zn-4Si alloy," *International Journal of Minerals Metallurgy and Materials*, vol. 31, no. 2, pp. 362–373, 2024. http://10.1007/s12613-023-2764-9

[15] T. Vida, C. Cruz, A. Barros, N. Cheung, C. Brito, and A. Garcia, "Biodegradable Zn−1wt.%Mg(−0.5wt.%Mn) Alloys: Influence of Solidification Microstructure on Their Corrosion Behavior," *Surfaces*, vol. 6, no. 3, pp. 268–280, 2023. http://10.3390/surfaces6030019

[16] T. A. Vida, C. Brito, T. S. Lima, J. E. Spinelli, N. Cheung, and A. Garcia, "Near-eutectic Zn-Mg alloys: Interrelations of solidification thermal parameters, microstructure length scale and tensile/corrosion properties," *Current Applied Physics*, vol. 19, no. 5, pp. 582–598, 2019. http://10.1016/j.cap.2019.02.013

[17] Z.-Z. Shi *et al.*, "Enhancement in mechanical and corrosion resistance properties of a biodegradable Zn-Fe alloy through second phase refinement," *Materials Science and Engineering: C*, vol. 116, p. 111197, 2020. http://10.1016/j.msec.2020.111197

[18] N. Balasubramani, N. Yang, J. Venezuela, and M. Dargusch, "Ultrasonic treatment for the refinement of brittle CaZn13 phases in a biomedical Zn-Cu-Ca alloy," *Materials Letters*, vol. 305, p. 130754, 2021. http://10.1016/j.matlet.2021.130754

[19] M. F. Soustani, R. Taghiabadi, M. Jafarzadegan, and M. Vasheghani Farahani, "Effect of multi-pass friction stir processing on microstructure and mechanical properties of cast Al-7Fe-5Ni alloy," *Materials Research Express*, vol. 6, no. 10, p. 106571, 2019. http://10.1088/2053-1591/ab3829

[20] D. Yousefi, R. Taghiabadi, M. H. Shaeri, and P. Abedinzadeh, "Enhancing the mechanical properties of Si particle reinforced ZA22 composite by Ti–B modification," *International Journal of Metalcasting*, vol. 15, no. 1, pp. 206–215, 2021. http://10.1007/s40962-020-00447-w

[21] S. Sun *et al.*, "Effects of Bi and Ce addition on tensile properties and corrosion resistance of Zn-15Al alloys by continuous casting and extrusion," *Materials Letters*, vol. 275, p. 128027, 2020. http://10.1016/j.matlet.2020.128027

[22] Z. Li, Y. He, G. Cao, J. Tang, X. Zhang, and Z. Liu, "Effects of Al contents on microstructure and properties of hot-dip Zn-Al alloy coatings on hydrogen reduced hot-rolled steel without acid pickling," *Journal of Iron and Steel Research International*, vol. 24, no. 10, pp. 1032–1040, 2017. http://10.1016/S1006-706X(17)30150-4

[23] J. H. Abboud and M. Kayitmazbatir, "Microstructural evolution and hardness of rapidly solidified hypereutectic Al-

Si surface layers by laser remelting," *Advances in Materials and Processing Technologies*, vol. 8, no. 4, pp. 4136–4155, 2022. http://10.1080/2374068X.2022.2037352

[24] Z. Wang et al., "Recent research progress on the passivation and selective oxidation for the 3d-transition-metal and refractory multi-principal element alloys," *npj Mater Degrad*, vol. 7, no. 1, p. 86, 2023. http://10.1038/s41529-023-00410-0

[25] Z. Liu, D. Qiu, F. Wang, J. A. Taylor, and M. Zhang, "Effect of Grain Refinement on Tensile Properties of Cast Zinc Alloys," *Metall Mater Trans A*, vol. 47, no. 2, pp. 830–841, 2016. http://10.1007/s11661-015-3229-1

[26] Z. Liu, R. Li, R. Jiang, X. Li, and M. Zhang, "Effects of Al addition on the structure and mechanical properties of Zn alloys," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 687, pp. 885–892, 2016. http://10.1016/j.jallcom.2016.06.196

[27] Z.-Z. Shi et al., "300 MPa grade biodegradable high-strength ductile low-alloy (BHSDLA) Zn-Mn-Mg alloys: An in vitro study," *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 138, pp. 233–244, 2023. http://10.1016/j.jmst.2022.08.015

[28] M. Alipour, "Effect of aging heat treatment and extrusion process on mechanical properties of Al-3Mg-2.5Cu-xEr alloy,", *Journal of Metallurgical and Materials Engineering*, vol. 35, no. 1, p. 1-10, 2024. http://10.22067/jmme.2023.82403.1109

[29] A. R. Abdollahi, and A. Alizadeh. "Microstructural characterization and evaluation of mechanical properties of nanostructured 2024 aluminum alloy and AA2024 based composite," *Journal of Metallurgical and Materials Engineering*, vol. 27, No. 1, p. 65-80, 2016. http://10.22067/ma.v27i1.25315

[30] L. Tian, Y. Guo, J. Li, F. Xia, M. Liang, and Y. Bai, "Effects of solidification cooling rate on the microstructure and mechanical properties of a cast Al-Si-Cu-Mg-Ni piston alloy," *Materials*, vol. 11, no. 7, p. 1230, 2018. http://10.3390/ma11071230

[31] Z. Yan, J. Zheng, J. Zhu, Z. Zhang, Q. Wang, and Y. Xue, "High ductility with a homogeneous microstructure of a Mg–Al–Zn alloy prepared by cyclic expansion extrusion with an asymmetrical extrusion cavity," *Metals*, vol. 10, no. 8, p. 1102, 2020. http://10.3390/met10081102

[32] H. Borkar, S. Seifeddine, and Anders. E. W. Jarfors, "In-situ EBSD study of deformation behavior of Al–Si–Cu alloys during tensile testing," *Materials & Design*, vol. 84, pp. 36–47, 2015. http://10.1016/j.matdes.2015.06.100

[33] S. Khani, M. T. Salehi, H. R. Samim, and M. R. Aboutalebi. "Study of Dynamic Precipitation during Severe Plastic Deformation of As-cast AZ91 Alloy and Its Influence on Microstructure and Mechanical Properties," *Journal of Metallurgical and Materials Engineering*, vol. 30, no. 2, p. 9-20, 2019. http://10.22067/ma.v30i2.57423

[34] Y. Zhai, T. Wang, M. Liu, N. Zhou, and X. Li, "Effect of Al Content on the Microstructure and Properties of Zn-Al Solder Alloys," *Metals*, vol. 14, no. 6, p. 689, 2024. http://10.3390/met14060689

[35] H. Kabir, K. Munir, C. Wen, and Y. Li, "Recent research and progress of biodegradable zinc alloys and composites for biomedical applications: Biomechanical and biocorrosion perspectives," *Bioactive Materials*, vol. 6, pp 836-879, 2021. http://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2020.09.013

[36] T. Huang, Z. Liu, D. Wu, and H. Yu, "Microstructure, mechanical properties, and biodegradation response of the grain-refined Zn alloys for potential medical materials," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 15,

pp. 226–240, 2021. http://10.1016/j.jmrt.2021.08.024

[37] R. E. Hammam, S. A. Abdel-Gawad, M. E. Moussa, M. Shoeib, and S. El-Hadad, "Study of Microstructure and Corrosion Behavior of Cast Zn–Al–Mg Alloys," *Inter Metalcast*, vol. 17, no. 4, pp. 2794–2807, 2023. http://10.1007/s40962-022-00944-0

[38] I. Ansarian, R. Taghiabadi, S. Amini, and A. Saboori, "Enhancing the corrosion behavior of Laser Powder Bed Fusion processed CP-Ti via Ultrasonic Peening," *Materials Letters*, vol. 354, p. 135410, 2024. http://10.1016/j.matlet.2023.135410

[39] C. Linder, B. Mehta, S. Sainis, J. B. Lindén, C. Zanella, and L. Nyborg, "Corrosion resistance of additively manufactured aluminium alloys for marine applications," *npj Mater Degrad*, vol. 8, no. 1, pp. 1–12, 2024. http://10.1038/s41529-024-00459-5

[40] Y. Wang, S. Chen, Y. Peng, X. Zheng, D. Li, C. Nie, P. Gong, Z. Hu, M.Ma, "Effect of Porosity on the Corrosion Behavior of FeCoNiMnCr x Porous High-Entropy Alloy in 3.5 Wt.% NaCl Solution," *Metals*, vol. 15, no. 2, p. 210, 2025. https://doi.org/10.3390/met15020210

[41] M. R. Sabour, et al., "Solid-state recycling of magnesium and its alloys via plastic deformation: An overview of processing and properties," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 31, pp. 3117–3148, 2024. http://10.1016/j.jmrt.2024.07.032

[42] A. I. Alateyah, et al., "Improved corrosion behavior of AZ31 alloy through ECAP processing," *Metals*, vol. 11, no. 2, p. 363, 2021. https://doi.org/10.3390/met11020363

Journal of Metallurgical and Materials Engineering, 37, 1. 2026. (83-96)

Ferdowsi University of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

https://jmme.um.ac.ir

Iron&Steel Society of Iran

Synthesis of Graphene-Based Photocatalyst Nanocomposites Combined with Nickel Ferrite and Nickel Oxide in Order to Remove the Toxic Dyes of Acid Black and Acid Brown.

Research Article

Kareem Khaleel Ibrahim Jburi[1], Amir Hoshang Ramezani[2]

DOI: 10.22067/jmme.2025.91746.1178

1- Introduction

In recent decades, the issue of environmental pollution has become one of the fundamental challenges of the global community due to the widespread use of toxic chemicals in various industries. Among the common environmental pollutants, pollution caused by toxic pigments is of particular concern. Toxic pigments such as black acid and brown acid, which are used in various industrial processes, can be a major source of water pollution and health hazards for humans and the environment. In order to solve this problem, active research is being conducted to develop effective and sustainable technologies for removing toxic pigments from water. One of the practical approaches for removing toxic pigments is the use of photocatalytic materials. In photocatalysis, catalytic nanomaterials are used as photoactivators to initiate and improve chemical processes by absorbing sunlight. One of the catalytic materials that has attracted much attention in this field is graphene. Considering the above, it can be concluded that photocatalytic graphene nanocomposites with nickel ferrite and nickel oxide can be used as effective candidates in the removal and destruction of toxic dyes. The results of UV-Vis analysis for graphene-nickel ferrite-nickel oxide samples are presented, and the difference in light absorption in the visible-ultraviolet range is investigated.

2- Research Methodology

In this section, we will review the research methodology for the synthesis of graphene-based photocatalyst nanocomposites with a combination of nickel ferrite and nickel oxide for the removal of toxic acid black and acid brown dyes. After the successful synthesis of the nanocomposites, we plan to analyze the structural, morphological, and optical properties in detail. This research utilizes a combination of advanced nanomaterials, specifically graphene, nickel oxide, and nickel ferrite. These distinct nanomaterial compounds, characterized by their unique properties, are selected with the intention of creating a synergistic nanocomposite tailored for photocatalytic applications. The primary objective is to harness the enhanced properties of these materials in addressing the removal of toxic dyes, specifically targeting acidic black and brown dyes.

Graphene, a two-dimensional carbon allotrope, is renowned for its exceptional electrical conductivity, mechanical strength, and large surface area. Nickel oxide, as a metal oxide component, contributes to the nanocomposite's catalytic activity. Meanwhile, nickel ferrite, with its magnetic properties, adds another dimension to the composite's functionality. The deliberate combination of these materials aims to exploit their individual strengths, offering a comprehensive solution for the efficient degradation of toxic dyes through photocatalysis. This nanocomposite synthesis represents a strategic approach to overcoming the limitations of traditional photocatalytic materials, addressing issues such as recombination of electron-hole pairs and ensuring optimal performance in the removal of acid black and brown dyes. We will use techniques and equipment such as scanning electron microscopy (SEM) and ultraviolet-visible spectroscopy (UV-Vis) for these purposes. In the following, the photocatalytic performance of the nanocomposites in the removal of toxic acid black and acid brown dyes will be evaluated by experimental tests and using UV-Vis absorption curves.

3- Experiment Method

Graphene synthesis method using the Hammer method is one of the most common methods for producing graphene. This method usually starts with graphite as a precursor. First, graphite is selected as a precursor. Then, this graphite is prepared layer by layer or in powder form. An ice bath (zero temperature) is prepared using permanganate and potassium nitrate. Graphite is placed

* Manuscript received January 20, 2025, Revised July 27, 2025, Accepted November 12, 2025.

[1] MDs. Department Of Physics ,Science and Research Branch, Islamic Azad University,Tehran ,Iran.

[2] Corresponding Author: Assistant professor, Department Of Physics ,West Tehran Branch ,Islamic Azad University,Tehran,Iran.

Email: ramezani.1972@gmail.com

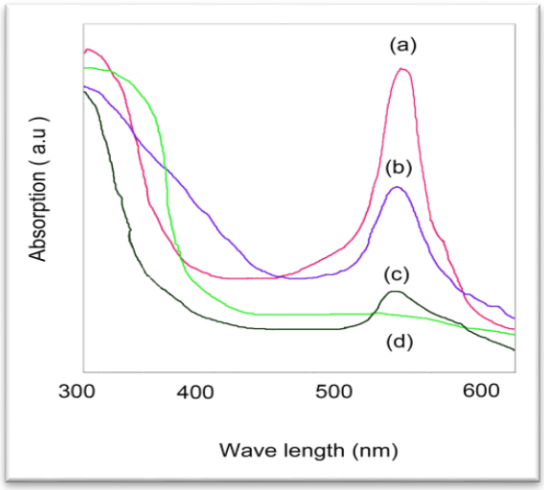
layer by layer in the ice bath and combined with the resulting mixture of permanganate and potassium nitrate. Graphite oxidation occurs in the ice bath and leads to the formation of graphene. The resulting graphene has different oxygen groups on the graphene structure. After the oxidation process is completed, graphene is obtained, which can be in powder or liquid form. Heat is applied to the graphite to reduce the oxygen groups and convert it into graphene. Finally, graphene is formed in the form of three-dimensional clusters.

4- Results

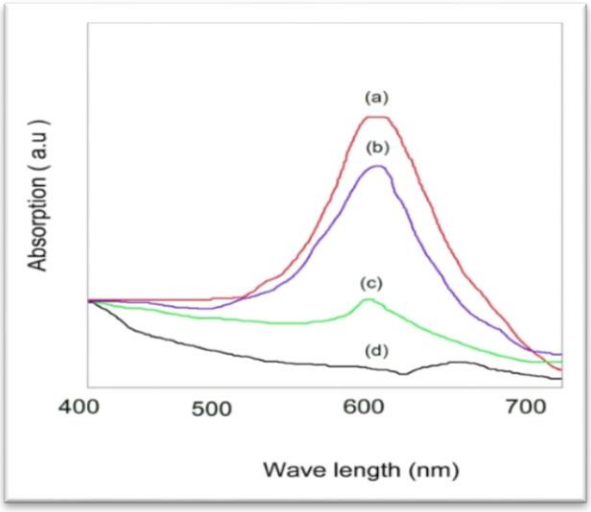
The results of UV-Vis analysis for graphene-nickel ferrite-nickel oxide samples are presented, and the difference in light absorption in the visible-ultraviolet range is investigated. Explanation of UV-Vis absorption analysis on pure brown acid at different time intervals (30, 60, 120 min) is shown in Fig. 9. At this time, the brown acid sample (pure) is exposed to visible-ultraviolet waves, and the light absorption in this range is measured. Changes in the light absorption spectrum in the visible-ultraviolet range indicate the molecular and color characteristics of the sample at that particular time. Over the 60 min time period, changes in light absorption may indicate changes in the molecules of the sample. An increase or decrease in the light absorption at some time points may be related to changes in the structure or preparation of the sample.

5- Conclusion

In this study, graphene, nickel ferrite, and nickel oxide were combined to produce photocatalytic nanocomposites for the removal of toxic acid black and brown dyes. The experimental results show that the nanocomposites obtained from this study are able to effectively and efficiently remove toxic acid black and brown dyes. The results also show that adding graphene to the nanocomposite improves its magnetic properties and introduces the final sample as a magnetic material with strong properties. Considering the above, it can be concluded that photocatalytic graphene nanocomposites with nickel ferrite and nickel oxide can be used as effective candidates in the removal and destruction of toxic dyes.



UV-Visible absorption analysis of (a) pure brown acid, (b) 30, (c) 60, and (d) 120 min.



UV-Visible absorption analysis of (a) pure black acid, (b) 30, (c) 60, and (d) 120 min.

مهندسی متالورژی و مواد، ۳۷، ۱، ۱۴۰۵. (۸۳ -۹۶)

مهندسی متالورژی و مواد

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

انجمن آهن و فولاد ایران

دانشگاه فردوسی مشهد

سنتز نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیست زمینه گرافنی ترکیب شده با فریت نیکل و اکسید نیکل به منظور حذف رنگ‌های سمی اسید سیاه و اسید قهوه‌ای*

مقاله پژوهشی

کریم خلیل ایراهیم جبوری[۱] امیر هوشنگ رمضانی[۲]

DOI: 10.22067/jmme.2025.91746.1178

چکیده *این پژوهش به سنتز نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیست زمینه گرافنی ترکیب شده با فریت نیکل و اکسید نیکل به منظور حذف رنگ‌های سمی اسید سیاه و اسید قهوه‌ای می‌پردازد. فرایند سنتز توسط روش‌های هامر و ماکروویو صورت گرفته است. مطالعات آنالیزی با استفاده از SEM، XRD، VSM و UV-Vis انجام شده است و خواص مغناطیسی و فوتوکاتالیستی نانوکامپوزیت‌ها مورد ارزیابی قرار گرفته‌اند. تست‌های آنتی باکتریال نیز توسط باکتری کلیفرم اجرا شده است. نتایج نشان می‌دهند که این نانوکامپوزیت‌ها نقش مؤثری در حذف آلودگی‌های رنگی و خاصیت‌های آنتی باکتریال دارند. این پژوهش نه تنها بهبود فرایند سنتز و خواص نانوکامپوزیت‌ها را تو صیه می‌کند، بلکه کاربردهای گ سترده‌تری نیز در زمینه‌های مختلف ارائه می‌دهد. تهیه گرافن در این پژوهش به منظور افزودن خاصیت مغناطیسی به نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیستی انجام شده است. گرافن به دلیل ویژگی‌های منحصر به فرد خود، از جمله هادی بودن و خاصیت همگنی در افزودن مغناطیس به نانوکامپوزیت‌ها استفاده می‌شود. به تعبیر دقیق‌تر، اضافه کردن لایه گرافن به ساختار نانوکامپوزیت، خاصیت مغناطیسی را افزایش می‌دهد و در نتیجه، نمونه نهایی به عنوان یک ماده مغناطیسی قوی معرفی می‌شود.*

واژه‌های کلیدی نانوکامپوزیت فوتوکاتالیستی، گرافن، فریت نیکل، اکسید نیکل، آنتی باکتریال.

Synthesis of Graphene-based Photocatalyst Nanocomposites Combined with Nickel Ferrite and Nickel Oxide in order to Remove the Toxic Dyes of Acid Black and Acid Brown

Kareem Khaleel Ibrahim Jburi Amir Hoshang Ramezani

Abstract *The synthesize graphene-based photocatalytic nanocomposites incorporating nickel ferrite ($NiFe_2O_4$) and nickel oxide (NiO) for the efficient removal of toxic acidic black and acidic brown dyes have been investigated. The synthesis process was meticulously executed using hammer, microwave, and macro-waves methods to enhance the nanocomposite's structure and properties. Comprehensive analytical studies employing scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), vibrating sample magnetometry (VSM), and UV-Vis spectroscopy were conducted to assess the magnetic and photocatalytic characteristics of the synthesized nanocomposites. Additionally, antibacterial tests were performed using Klebsiella bacteria to evaluate the potential antimicrobial properties. The results of the study illustrate the significant impact of the synthesized nanocomposites in removing color pollutants, emphasizing their potential as effective photocatalysts. Furthermore, the nanocomposites exhibit notable antibacterial properties, showcasing their multifunctional applications. The research not only recommends further refinement of the synthesis process and optimization of nanocomposite properties but also suggests broader applications in diverse fields, considering the multifaceted nature of the developed materials.*

Keywords Photocatalytic nanocomposite, Graphene, Nickel ferrite, Nickel oxide, Toxic.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۳/۱۱/۱ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۸/۲۱ می‌باشد.

(۱) کارشناسی ارشد، گروه فیزیک، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران.

(۲) نویسندهٔ مسئول؛ استادیار، گروه فیزیک، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران.

Email: ramezani.1972@gmail.com

مقدمه

در چند دهه اخیر، مسئله آلودگی محیط زیست به دلیل استفاده گسترده از مواد شیمیایی سمی در صنایع مختلف به یکی از چالش‌های اساسی جامعه جهانی تبدیل شده است. از جمله آلودگی‌های رایج در محیط زیست، آلودگی ناشی از رنگ‌دانه‌های سمی مورد توجه ویژه‌ای قرار می‌گیرد. رنگ‌دانه‌های سمی مانند اسید سیاه و اسید قهوه‌ای، که در فرایندهای صنعتی مختلف مورد استفاده قرار می‌گیرند، می‌توانند منبع اصلی آلودگی آب و خطرات بهداشتی برای انسان و محیط زیست باشند. به منظور حل این مسئله، تحقیقات فعال در زمینه توسعه فناوری‌های مؤثر و پایدار برای حذف رنگ‌دانه‌های سمی از آب در حال انجام است. یکی از رویکردهای کاربردی برای حذف رنگ‌دانه‌های سمی، استفاده از فوتوکاتالیز است. در فوتوکاتالیز، نانومواد کاتالیزور به عنوان فعال‌کننده‌های نوری استفاده می‌شوند تا با جذب نور خورشید، فرایندهای شیمیایی را آغاز و بهبود بخشند. یکی از مواد کاتالیزوری که در این زمینه توجه بسیاری را به خود جلب کرده است، گرافن است [1-3].

گرافن به عنوان یک نانوماده دوبعدی با خواص الکترونیکی، حرارتی و مکانیکی بسیار منحصر به فرد، توانسته است توجه پژوهشگران را در سراسر جهان به خود جلب کند. فوتوکاتالیز با استفاده از کاتالیزورهای گرافنی، به عنوان روشی سبز و کارآمد برای حذف رنگ‌دانه‌های سمی از آب، به عنوان یک راهکار مطرح شده است. گرافن به عنوان یک نوع جدیدی از نانومواد کربنی به دلیل ساختار همجوار دوبعدی و خواص الکترونیکی منحصر به فرد خود، توجه زیادی را به خود جلب کرده است. در این مقاله، پیشرفت‌های اخیر در کاربردهای نانوکامپوزیت‌های فعال ـ نوری مبتنی بر گرافن در بهبود محیط زیست و تبدیل انرژی، شامل تجزیه فتوکاتالیتیک آلاینده‌های آلی، سلول‌های خورشیدی فوتوالکتروشیمیایی و تولید سوخت خورشیدی، مورد بررسی قرار می‌گیرد. در نهایت، چشم‌انداز چالش‌ها و فرصت‌ها در این حوزه نوظهور نیز مورد بحث قرار می‌گیرد.

از طریق فناوری نانو، پیش‌بینی می‌شود که مواد نانوساختار با استفاده از رویکرد پایین به بالا توسعه داده شوند. مواد و محصولات بیشتری از پایین به بالا، یعنی با ساختن آن‌ها از اتم‌ها، مولکول‌ها و پودرها، الیاف و سایر اجزای ساختاری کوچک ساخته شده از آن‌ها در مقیاس نانو ساخته می‌شوند. این با تمام تولیدات قبلی متفاوت است، که در آن مواد خام ... فشرده، بریده شده، قالب‌گیری می‌شوند و به شکل دیگری به قطعات و محصولات تبدیل می‌شوند [4]. دانشمندان و مهندسانی که با کامپوزیت‌های تقویت شده با الیاف کار می‌کنند، این رویکرد از پایین به بالا را در فرآوری و ساخت برای دهه‌ها تمرین کرده‌اند. هنگام طراحی یک کامپوزیت، خواص مواد برای عملکرد مطلوب در مقیاس‌های طولی مختلف تنظیم می‌شوند [5-7].

ذرات در مقیاس میکرون معمولاً نور را پراکنده می‌کنند و در غیر این صورت مواد ماتریس شفاف، مات به نظر می‌رسند. ناگانوما و کاگاوا [8] در مطالعه خود بر روی کامپوزیت‌های اپوکسی SiO_2 نشان دادند که کاهش اندازه ذرات منجر به بهبود قابل توجهی در عبور نور مرئی می‌شود. سینگ و همکاران [9] تغییرات چقرمگی شکست رزین پلی‌استر را به دلیل افزودن ذرات آلومینیمی با قطرهای ۲۰، ۳.۵ و ۱۰۰ نانومتر مورد مطالعه قرار داد [10-15].

پیشرفت‌های اخیر در تولید مواد نانوساختار با خواص مواد جدید، تحقیقات را برای ایجاد مواد مهندسی ماکروسکوپی چند منظوره با طراحی ساختارهایی در مقیاس نانومتر تحریک کرده است. با انگیزه اشتیاق اخیر در فناوری نانو، توسعه نانوکامپوزیت‌ها یکی از حوزه‌های تحقیقاتی کامپوزیت‌هاست که به سرعت در حال توسعه است. نانوتکنولوژی را می‌توان به طور کلی این گونه تعریف کرد: «ایجاد، پردازش، مشخص‌سازی و استفاده از مواد، دستگاه‌ها و سیستم‌هایی با ابعادی در حدود ۰۰۱ تا ۱۰۰ نانومتر، که ویژگی‌های فیزیکی، شیمیایی و بیولوژیکی جدید و به طور قابل توجهی افزایش یافته، پدیده‌ها و فرایندها به دلیل اندازه‌های نانومتری خود را نشان می‌دهند» [16-20].

نانوالیاف کربنی دارای مورفولوژی‌های گسترده‌ای هستند [22]. نانوالیاف کربنی معمولاً دارای قطرهایی در حدود ۵۰ تا ۲۰۰ نانومتر هستند. وی و سریواستاوا [31] خواص مکانیکی نانوالیاف کربنی را با مورفولوژی متفاوت با استفاده از تئوری ارتجاعی پیوسته و شبیه‌سازی‌های دینامیک مولکولی مدل‌سازی کرده‌اند. مورفولوژی گسترده نانوالیاف کربن و خواص مرتبط با آن‌ها منجر به طیف گسترده‌ای از پراکندگی برای نتایج تجربی در پردازش و خصوصیات کامپوزیت‌های نانوالیاف می‌شود. فینگان و همکارانش [23,24] پردازش و خواص نانوکامپوزیت‌های نانوالیاف کربنی/ پلی پروپیلن را بررسی کرده‌اند.

روش تحقیق

در این بخش، برای سنتز نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیست زمینه گرافنی با ترکیب فریت نیکل و اکسید نیکل به منظور حذف رنگ‌های سمی اسید سیاه و اسید قهوه‌ای را بررسی خواهیم کرد. به منظور ایجاد یک فرایند سنتز بهینه و کنترل شده، از یک روش تحقیق جامع و سیستماتیک استفاده خواهیم کرد.

در ابتدا، یکی از چالش‌های اصلی در این تحقیق انتخاب یک روش سنتز مطمئن و کارآمد برای تهیه نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیست گرافنی با ترکیب فریت نیکل و اکسید نیکل است. ما به دنبال روشی هستیم که بتواند به طور دقیق نانوذرات گرافنی را با ترکیب این دو ماده تولید کند و خصوصیات فیزیکی و شیمیایی مناسبی فراهم آورد.

پس از سنتز موفق نانوکامپوزیت‌ها، قصد داریم ویژگی‌های ساختاری، مورفولوژیکی و اپتیکی را به صورت دقیق تجزیه و تحلیل کنیم. از تکنیک‌ها و تجهیزاتی مانند میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، طیف‌سنجی مرئی ـ فرابنفش (UV-Vis)برای این مقاصد استفاده خواهیم کرد.

در ادامه، عملکرد فوتوکاتالیستی نانوکامپوزیت در حذف رنگ‌های سمی اسید سیاه و اسید قهوه‌ای به وسیله آزمایش‌های تجربی و استفاده از منحنی‌های جذب ـ اشعه رنگی (UV-Vis) ارزیابی خواهد شد. این بخش از تحقیق، اطلاعاتی در مورد کارایی و کاربرد پتانسیل نانوکامپوزیت فوتوکاتالیست گرافنی با ترکیب فریت نیکل و اکسید نیکل در حذف آلاینده‌های سمی اسیدی خواهد داد. همه مواد مصرفی از شرکت مرک آلمان خریداری شده است.

روش انجام آزمایش

سنتز گرافن توسط روش هامر

روش سنتز گرافن با استفاده از روش هامر یکی از متداول‌ترین روش‌ها برای تولید گرافن است. این روش معمولاً با استفاده از گرافیت به عنوان پیش‌ماده آغاز می‌شود. ابتدا، گرافیت به عنوان پیش‌ماده انتخاب می‌شود. سپس این گرافیت لایه‌لایه و یا به شکل پودر تهیه می‌شود. حمام یخ (دمای صفر درجه) با استفاده از پرمنگنات و پتاسیم نیترات آماده می‌شود. گرافیت لایه ـ لایه در حمام یخ قرار می‌گیرد و با مخلوط حاصل از پرمنگنات و پتاسیم نیترات ترکیب می‌شود. اکسیداسیون گرافیت با حمام یخ رخ می‌دهد و به تشکیل گرافن می‌انجامد. گرافن حاصل شده دارای گروه‌های اکسیژنه مختلف بر روی ساختار گرافن است. پس از اتمام فرایند اکسیداسیون، گرافن به دست می‌آید که می‌توان آن را به شکل پودر یا مایع داشت. گرما به گرافیتن اعمال می‌شود تا گروه‌های اکسیژنه کاهش یابند و به گرافن تبدیل شود. نهایتاً گرافن به شکل کلوخه‌های سه‌بعدی تشکیل می‌شود. در این فرایند، دما در حمام یخ تا حداکثر ممکن کم نگه داشته می‌شود تا جلوی اکسیداسیون زیاد گرافیت و افزایش تعداد گروه‌های اکسیژنه را بگیرد. این گام باعث ایجاد گرافن با خواص مناسب می‌شود.

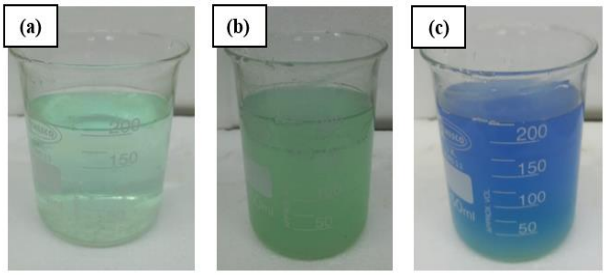
سنتز نیکل فریت با استفاده از مایکروویو

یک صدم مول نیکل نیترات ($Ni(NO_3)_2$) و دو صدم مول آهن نیترات ($Fe(NO_3)_3$) در یک محیط مناسب ترکیب می‌شوند تا ترکیب همگنی از مواد حاصل شود. مخلوط مواد در یک ظرف میکروویو قرار می‌گیرد. زمان مایکروویو روی ۲۰ دقیقه با توان ۹۰۰ وات تنظیم می‌شود. توجه به دما و جلوگیری از افزایش غیر مطلوب دما در مراحل ساخت ضروری است.

سنتز نیکل هیدروکسید با استفاده از مایکروویو

نیکل نیترات به میزان مشخص در آب حل می‌شود تا یک محلول نیکل نیترات ایجاد شود. محلول نیکل نیترات به دلیل ویژگی‌های شیمیایی خود سبز رنگ است. آمونیاک به عنوان رسوب گیرنده افزوده می‌شود. رسوب آبی رنگ تشکیل می‌شود که مربوط به نیکل هیدروکسید است. با افزودن سدیم هیدروکسید، رسوب به رنگ سبز تغییر می‌کند (شکل ۱).

با استفاده از سود، رسوب به حالتی سبک و کلوئیدی تبدیل می‌شود. سنتز در دستگاه مایکروویو با توان ۹۰۰ وات به مدت ۱۰ دقیقه با روش پالسی (۲۰ ثانیه روشن ـ ۶۰ ثانیه خاموش) اجرا می‌شود. پس از اتمام فرایند سنتز، محلول سانتریفوژ می‌شود تا رسوب از محلول جدا شود. رسوب به رنگ آبی به صورت سبک و کلوئیدی تبدیل می‌شود. سپس، با کلسینه در دما و زمان مشخص (۳۰۰ درجه به مدت ۲ ساعت)، نیکل اکسید سیاه رنگ حاصل می‌شود.



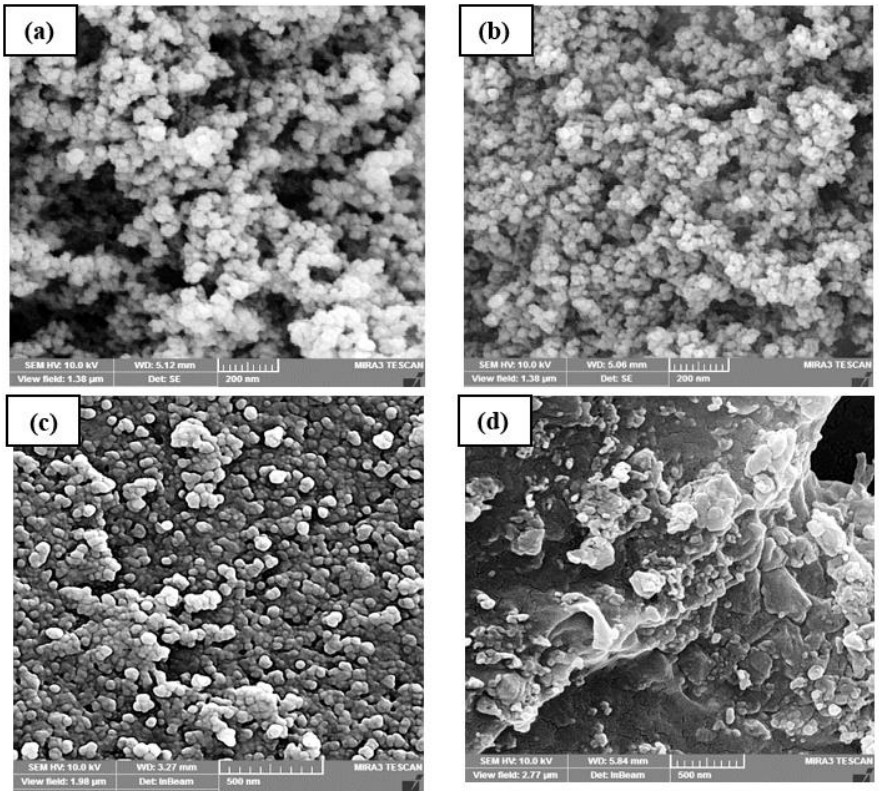
شکل ۱ (a) نیکل هیدروکسید اولیه، (b) نیکل هیدروکسید بعد از حل شدن در سدیم هیدروکسید و (c) نیکل هیدروکسید بعد از افزودن آمونیاک

سنتز نانوکامپوزیت گرافن ـ نیکل فریت ـ نیکل اکسید با استفاده از مایکروویو

گرافن تهیه شده چندین بار با مواد شوینده شسته می‌شود تا از ناخالصی‌ها پاک شود. یک گرم گرافن تهیه و به مقدار دیسپرس کننده (مانند دیمتیل فرمامید) افزوده می‌شود. در شرایط مشابه، سنتز نیکل فریت (در حضور گرافن) دیسپرس و همگن می‌شود. به محلول گرافن، مقادیر مشخص نیکل نیترات و آهن نیترات افزوده می‌شود. واکنش فقط در حضور گرافن انجام می‌شود. سنتز با استفاده از مایکروویو با شرایط خاص (۲۰ ثانیه روشن ـ ۶۰ ثانیه خاموش به مدت ۲۰ دقیقه) انجام می‌شود. پس از اتمام واکنش، کامپوزیت به صورت خودکار، خشک می‌شود. کامپوزیت گرافن ـ نیکل فریت به محلول ساخت نیکل اکسید پخش می‌شود. این بار نیکل نیترات به تنهایی اضافه و سود سوز آور نیز به محلول افزوده می‌شود. سنتز با مایکروویو با شرایط خاص (۲۰ ثانیه روشن ـ ۶۰ ثانیه خاموش به مدت ۲۰ دقیقه) انجام می‌شود. پس از سنتز نیکل اکسید، رسوب به دقت شسته می‌شود تا از ناخالصی‌ها پاک شود. رسوب به صورت دوتایی گرافن ـ نیکل فریت ـ نیکل اکسید حاصل را خشک می‌کنیم.

آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی

در این بخش، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های گرافن ـ نیکل فریت ـ نیکل اکسید ارائه می‌شود و جزئیات ساختار سطحی نانوکامپوزیت مورد بررسی قرار می‌گیرد. شکل 2a از اکسید نیکل با مقیاس ۲۰۰ نانومتر، گرفته شده است. این مقیاس بیانگر ابعاد کوچک و نانومتری اجزای مورد بررسی است. در تصویر میکروسکوپ الکترون روبشی از فریت نیکل (شکل 2b)، ذرات به خوبی در کنار یکدیگر قرار گرفته‌اند. مقیاس این تصویر ۲۰۰ نانومتر است و فاصله کاری بین نمونه و لنزهای میکروسکوپ ۵.۰۶ میلی‌متر است. اندازه میدان دید حدود ۱.۳۸ میکرومتر و متوسط اندازه ذرات فریت نیکل در این تصویر حدود ۶۰ نانومتر است. این تصویر به وضوح جزئیات نانومتری ذرات فریت نیکل را نشان می‌دهد و برای مطالعه دقیق ساختار و تراکم ذرات مورد استفاده قرار گرفته است. در تصویر میکروسکوپ الکترون روبشی از کامپوزیت دوتایی فریت نیکل ـ اکسید نیکل (شکل 2c)، ذرات با مقیاس ۵۰۰ نانومتر به وضوح دیده می‌شوند. فاصله کاری بین نمونه و لنزهای میکروسکوپ در این تصویر ۳.۲۷ میلی‌متر و اندازه میدان دید حدود ۱.۹۸ میکرومتر است. متوسط اندازه ذرات در این تصویر حدود ۸۰ نانومتر است. ذرات در این کامپوزیت به طور کاملاً منظم و یکنواخت قرار گرفته‌اند، که نشان دهنده یکنواختی و ترتیب در ترکیب دوتایی فریت نیکل ـ اکسید نیکل می‌باشد. تصویر میکروسکوپ الکترون روبشی از کامپوزیت سه تایی گرافن ـ فریت نیکل ـ اکسید نیکل با مقیاس ۵۰۰ نانومتر نشان دهنده جزئیات دقیقی از ساختار این کامپوزیت است (شکل 2d). با فاصله کاری ۵.۸۴ میلی‌متر و اندازه میدان دید ۲.۷۷ میکرومتر، تصویر به وضوح ذرات و لایه‌های مختلف این کامپوزیت را نمایش می‌دهد. ذرات گرافنی، ذرات فریت نیکل و لایه اکسید نیکل به نحوی به هم تداخل دارند که آن‌ها به طور کاملاً منظم و یکنواخت در کنار یکدیگر قرار گرفته‌اند. این تصویر ارائه اطلاعات مفیدی برای درک ساختار دقیق و ترکیبی این کامپوزیت دارد و می‌تواند به تحلیل خواص و کاربردهای احتمالی این مواد نانوساختار کمک کند.

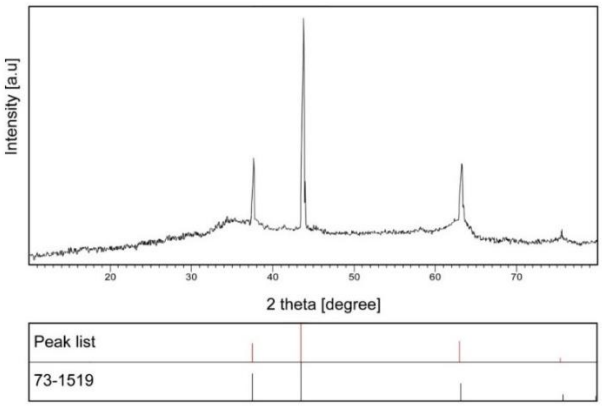


شکل ۲ تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی: (a) اکسید نیکل، (b) فریت نیکل، (c) کامپوزیت دوتایی فریت نیکل ـ اکسید نیکل و (d) کامپوزیت سه‌تایی گرافن ـ فریت نیکل ـ اکسید نیک

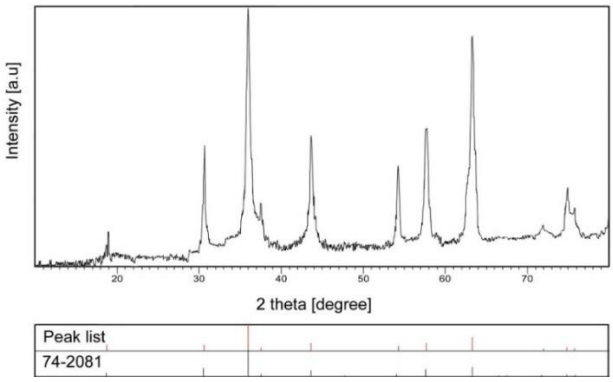
آنالیز پراش پرتو ایکس

در این بخش، نمودارهای XRD برای نشان دادن شیوه تشکیل فازها و ساختار کریستالی نانوکامپوزیت گرافن ـ نیکل فریت ـ نیکل اکسید ارائه می‌شود. شکل (۳) آنالیز پراش پرتو ایکس اکسید نیکل را نشان می‌دهد. پیک‌ها در الگوی پراش نانوذرات اکسید نیکل (JCPDS 47-1049) به وضوح نشان می‌دهند که ترکیب حاصل از این نانوذرات، اکسید نیکل است. این پیک‌ها که به ترتیب در زوایای 2θ برابر با ۳۷.۹۴، ۴۳.۵۱ و ۶۲.۸۷ درجه ظاهر می‌شوند، به ترتیب به نمایه‌های (۱۱۱)، (۲۰۰) و (۲۲۰) اشاره دارند. با این حال، در الگوی پراش، پیک‌های دیگری مربوط به ناخالصی مشاهده نمی‌شود.

الگوی پیک‌های شکل (۴) از فریت نیکل نشان می‌دهد که پیک‌ها بسیار قوی و تیز هستند، که نشان دهنده کریستالیته خوب نمونه آماده شده است. این پیک‌ها در زوایای 2θ با مقادیر ۳۱، ۳۵ ، ۴۵ و ۵۶ درجه قرار دارند که به ترتیب با صفحات بلوری (۳۱۱)، (۲۲۲)، (۴۰۰)، (۵۱۱) و (۴۴۰) در الگوی فریت نیکل مطابقت دارند. این نکته تشکیل فاز اسپینل NFN را تأیید می‌کند. هیچ پیک دیگری یافت نشده است که نشان دهنده نمونه سنتز شده از خلوص بالای iFe_2O_4lN باشد.

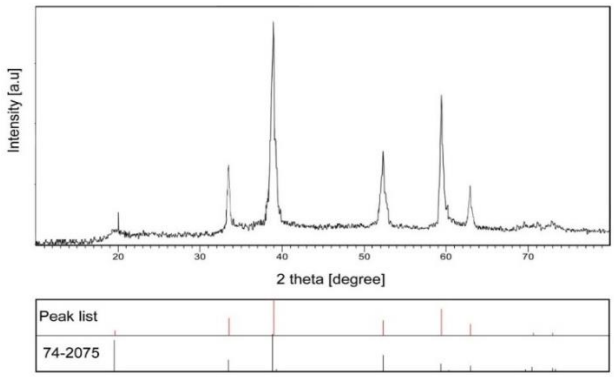


شکل ۳ آنالیز پراش پرتو ایکس اکسید نیکل



شکل ۴ آنالیز پراش پرتو ایکس فریت نیکل

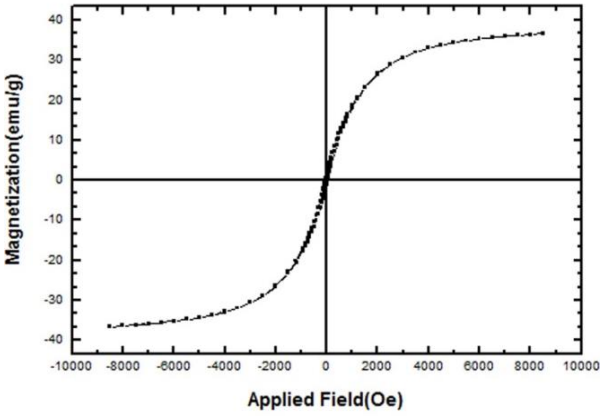
شکل (۵) آنالیز پراش پرتو ایکس هیدروکسید نیکل را نشان می‌دهد. این شکل پیک‌های تیز هیدروکسید نیکل را نشان می‌دهد که بیان می‌دارد نمونه دارای نظم کمتر و مقادیر کمتری از عیوب مسطح است.



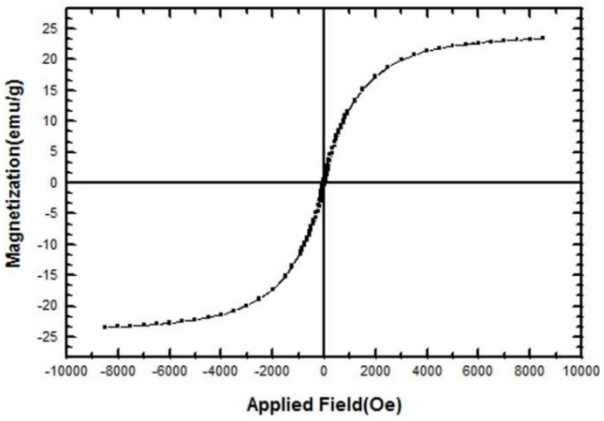
شکل ۵ آنالیز پراش پرتو ایکس هیدروکسید نیکل

آنالیز مغناطیس‌سنج نمونه مرتعش

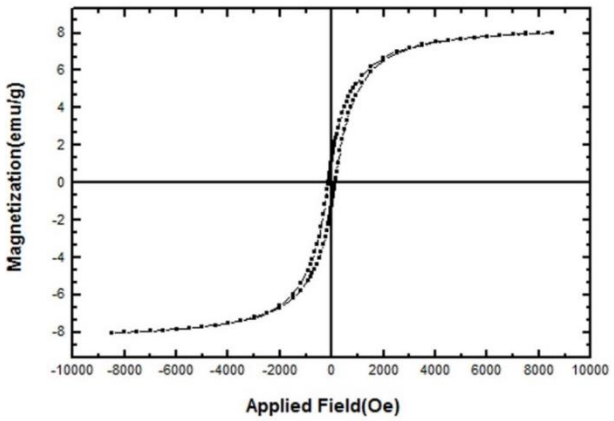
در این قسمت، نتایج آنالیز VSM به تفصیل مورد بررسی قرار می‌گیرد تا ویژگی‌های مغناطیسی نانوکامپوزیت مورد بررسی قرار گیرند. خواص مغناطیسی نمونه $NiFe_2O_4$ توسط دستگاه VSM اندازه‌گیری شد. در منحنی‌های پسماند M-H، رفتار نوع S برای نمونه آماده شده مشاهده شد (شکل ۶). منحنی‌های مغناطیسی $NiFe_2O_4$ با مواد فرومغناطیسی بسیار نرم هماهنگی دارد. مقدار مغناطیس اشباع برای فریت نیکل (شکل ۷) برابر ۳۷ emu/g، برای کامپوزیت دوتایی هیدروکسید نیکل ـ فریت نیکل (شکل ۸) برابر ۲۴ emu/g و برای کامپوزیت سه تایی گرافن ـ هیدروکسید نیکل ـ فریت نیکل (شکل ۱۰) برابر ۸ emu/g است.



شکل ۶ آنالیز مغناطیس‌سنج نمونه مرتعش فریت نیکل



شکل ۷ آنالیز مغناطیس‌سنج نمونه مرتعش کامپوزیت دوتایی هیدروکسید نیکل ـ فریت نیکل



شکل ۸ آنالیز مغناطیس‌سنج نمونه مرتعش کامپوزیت سه‌تایی گرافن ـ هیدروکسید نیکل ـ فریت نیکل

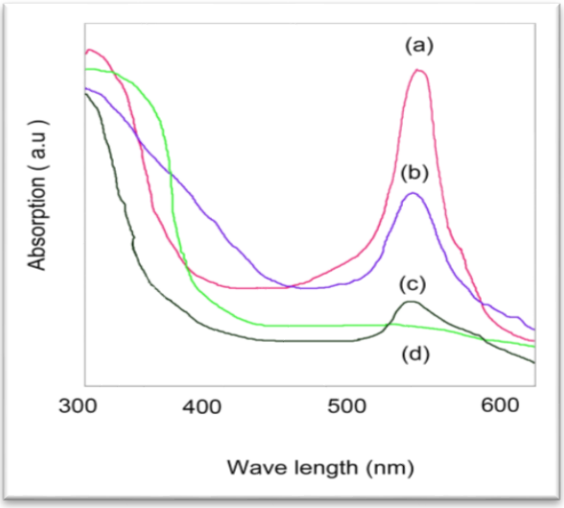
آنالیز جذب مرئی ـ فرابنفش

نتایج آنالیز UV-Vis برای نمونه‌های گرافن ـ نیکل فریت ـ نیکل اکسید ارائه شده و افتراق جذب نور در محدوده مرئی ـ فرابنفش

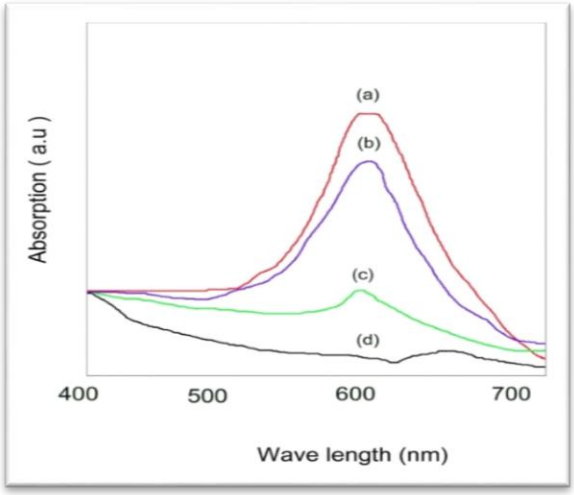
بررسی می‌شود. توضیح آنالیز جذب مرئی ـ فرابنفش (UV-Vis) بر روی اسید قهوه‌ای خالص در بازه‌های زمانی مختلف شکل ۹ (۳۰، ۶۰، ۱۲۰ دقیقه) به شرح زیر است:

در این زمان، نمونه اسید قهوه‌ای (خالص در تعامل با امواج مرئی ـ فرابنفش قرار گرفته و جذب نور در این محدوده اندازه‌گیری شده است. تغییرات در طیف جذب نور در محدوده مرئی ـ فرابنفش نشان دهنده ویژگی‌های مولکولی و رنگی نمونه در آن زمان خاص است. با گذشت زمان ۶۰ دقیقه، تغییرات در جذب نور ممکن است بیانگر تحولاتی در مولکول‌های نمونه باشد. افزایش یا کاهش جذب در برخی مواقع طیف نور ممکن است به تغییرات در ساختار یا آماده‌سازی نمونه ارتباط داشته باشد. پس از گذشت زمان ۱۲۰ دقیقه، تغییرات دیگری در طیف جذب ممکن است مشاهده شود. این زمان بیشترین زمان مطالعه و ارزیابی جذب نور است و ممکن است اطلاعات بیشتری درباره ویژگی‌های مولکولی و رنگی نمونه ارائه دهد. این تحلیل‌ها به طور کلی به ما کمک می‌کنند تا تغییرات در جذب نور و خصوصیات نمونه را در طول زمان درک کنیم و به نتایجی در مورد ساختار و خصوصیات شیمیایی نمونه دست یابیم. پیک مرتبط با طول موج ۵۵۰ نانومتر در طیف جذب مرئی ـ فرابنفش (UVVis) نمونه اسید قهوه‌ای خالص به رنگ سبز مرتبط است. این مشاهده نشان دهنده جذب نور در محدوده سبز نور در خصوصیت‌های نمونه است. به عبارت دیگر، طول موج ۵۵۰ نانومتر در منطقه سبز قرار دارد و جذب نور در این نقطه ممکن است به خصوصیات مولکولی خاص مرتبط با رنگ سبز اطلاعاتی ارائه دهد. آنالیز جذب مرئی ـ فرابنفش (UV-Vis) اسید سیاه خالص نشان می‌دهد (شکل ۱۰) که پیک‌های اصلی در محدوده ۶۰۰ نانومتر واقع شده‌اند. در طول زمان، با افزایش مدت زمان آنالیز، تغییرات در این پیک‌ها مشاهده شده است. پیک a، که بلندترین طول موج را داراست، نشان دهنده جذب نور در ۶۰۰ نانومتر یا حتی بلندتر از آن است. این جذب نور در محدوده قرار گرفته می‌تواند به چشم به صورت رنگ قرمز ظاهر شود. به همین دلیل، افزایش طول موج در این پیک نشان دهنده افزایش شدت جذب در محدوده قرمز است. در مقابل، پیک d که کمترین طول موج را داراست، نشان دهنده کاهش جذب نور در محدوده ۶۰۰ نانومتر یا کمتر از آن است. این تغییرات در پیک‌ها ممکن است به دلیل تغییر در ساختار یا خصوصیات مولکولی اسید سیاه در طول زمان باشد. در نتیجه، این تحلیل‌ها می‌توانند به درک بهتر از تغییرات و رفتار اسید سیاه خالص در طول زمان در پژوهش‌های مرتبط کمک کنند. آنالیز جذب مرئی ـ فرابنفش (UV-Vis) اسید قهوه‌ای و اسید سیاه، از دو ترکیب مختلف به دلیل متفاوت بودن در ساختار شیمیایی و خواص فیزیکی هر یک، ممکن است تفاوت‌هایی در نمونه‌ها را نشان دهد.

از جمله تفاوت‌های ممکن می‌توان به مواردی که در ادامه می‌آید اشاره کرد. اسید قهوه‌ای و اسید سیاه دو ترکیب شیمیایی متفاوت هستند که هر کدام از آن‌ها دارای گروه‌های شیمیایی خاص خود هستند. این تفاوت در ساختار مولکولی ممکن است منجر به جذب نور در طول موج‌های خاص و تفاوت‌های در طیف جذب مرئی ـ فرابنفش شود. طول موج‌های ماکزیمم جذب نور (پیک‌ها) در طیف UV-Vis برای هر یک از اسید قهوه‌ای و اسید سیاه ممکن است متفاوت باشد. این اختلاف‌ها ممکن است ناشی از تفاوت در ساختار الکترونی و اجزای مولکولی باشد. با توجه به طول موج‌های جذب نور، رنگ ظاهری نمونه‌ها ممکن است متفاوت باشد. به عنوان مثال، اگر طول موج جذب نور در محدوده قرمز باشد، نمونه، قرمز و اگر در محدوده آبی باشد، آبی به نظر خواهد آمد. اگر تغییراتی در ساختار یا خصوصیات نمونه‌ها در طول زمان رخ دهد، ممکن است تفاوت‌هایی در طیف جذب مرئی ـ فرابنفش مشاهده شود.



شکل ۹ آنالیز جذب مرئی ـ فرابنفش (a) اسید قهوه‌ای خالص، (b) ۳۰، (c) ۶۰ و (d) ۱۲۰ دقیقه



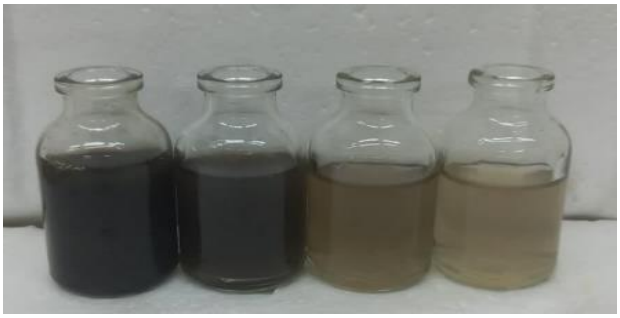
شکل ۱۰ آنالیز جذب مرئی ـ فرابنفش (a) اسید سیاه خالص، (b) ۳۰، (c) ۶۰ و (d) ۱۲۰ دقیقه

تحلیل نتایج آزمایش‌های حذف رنگ

نتایج آزمایش‌های حذف رنگ با استفاده از گرافن ـ نیکل فریت ـ نیکل اکسید به تفصیل مورد تحلیل و بررسی قرار می‌گیرد.

پتانسیل تخریب رنگی اسید قهوه‌ای به وسیله نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیستی زمینه گرافنی با فریت نیکل و اکسید نیکل به واسطه فرایندهای فوتوکاتالیستی افزایش می‌یابد. این فرایندها شامل جذب نور توسط کاتالیست و ایجاد جفت‌های الکترون و حفره است که به تولید رادیکال‌های هیدروکسیل (OH) و دیگر رادیکال‌ها منجر می‌شود. با فعال‌سازی رنگزای طبیعی موجود در اسید قهوه‌ای توسط رادیکال‌ها و تعامل آن‌ها با ترکیبات آلی موجود در رنگ اسید قهوه‌ای، تغییرات شیمیایی در مولکول رنگزا رخ می‌دهد که موجب تحلیل یا تغییرات در ساختار آن می‌شود. این فرایندها می‌توانند به تخریب رنگ و تغییر آن به رنگ‌های دیگر، از جمله زرد کمرنگ، منجر شوند. فرض کنید که اسید سیاه، که یک رنگزای سمی است، در حضور نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیستی زمینه گرافنی با فریت نیکل و اکسید نیکل قرار دارد. در این حالت، نور خورشید یا نور مرئی توسط کاتالیست‌های نانوکامپوزیت جذب می‌شود و الکترون‌ها و حفره‌ها تولید می‌شوند.

این الکترون‌ها می‌توانند به عنوان رادیکال‌های فعال عمل کنند. در فرایند فوتوکاتالیستی، این رادیکال‌ها با ذرات آلی موجود در اسید سیاه تعامل می‌کنند. این تعاملات ممکن است منجر به جذب اکسیژن و تولید رادیکال‌های هیدروکسیل شوند. رادیکال‌های هیدروکسیل قابلیت اکسایش و از بین بردن ترکیبات آلی را دارند. در صورت تعامل با رنگزای موجود در اسید سیاه، ممکن است به تخریب ساختار آلی رنگزا و به دنبال آن تغییر رنگ به رنگ‌های غیر سمی مانند خاکستری یا دیگر رنگ‌های کمرنگ‌تر منجر شود (شکل ۱۱).



شکل ۱۱ اسید سیاه

بنابراین، فرایندهای فوتوکاتالیستی با استفاده از نانوکامپوزیت‌های گرافنی ترکیب شده با فریت نیکل و اکسید نیکل می‌توانند به عنوان یک روش مؤثر برای حذف و تخریب رنگ‌های سمی اسید سیاه باشند.

در نتیجه، توانمندی نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیستی در حذف و تخریب رنگ‌های سمی، از جمله رنگ اسید قهوه‌ای، توسط فرایندهای فوتوکاتالیستی و تولید رادیکال‌های فعال، می‌تواند عامل اصلی در این تغییر رنگ باشد. با توجه به توضیحات ارائه شده در مورد تخریب رنگ‌های سمی اسید قهوه‌ای و اسید سیاه توسط نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیستی زمینه گرافنی با فریت نیکل و اکسید نیکل، می‌توان به نتیجه‌گیری‌های زیر دست یافت:

نانوکامپوزیت‌های گرافنی با فریت نیکل و اکسید نیکل نشان داده‌اند که با جذب نور و تولید رادیکال‌های هیدروکسیل، قادر به تحلیل و تخریب رنگ‌های سمی اسید قهوه‌ای و اسید سیاه هستند. در حضور فرایندهای فوتوکاتالیستی، رنگ اسید قهوه‌ای از قهوه‌ای به زرد کمرنگ تغییر یافته (شکل ۱۲) و از طریق تخریب ساختار آلی رنگزای اسید سیاه به رنگ‌های غیر سمی تبدیل شده‌اند. نتایج نشان می‌دهد که این نانوکامپوزیت‌ها موجب کاهش میزان رنگزای سمی در اسید سیاه و اسید قهوه‌ای می‌شود و توانایی کارایی در فرایند حذف و تخریب رنگ‌های سمی را ارائه می‌دهند. با توجه به موارد فوق، می‌توان نتیجه گرفت که

نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیستی گرافنی با فریت نیکل و اکسید نیکل می‌توانند به عنوان کاندیدای مؤثری در فرایند حذف و تخریب رنگ‌های سمی مورد استفاده قرار گیرند.



شکل ۱۲ اسید قهوه‌ای

نتیجه گیری

پژوهش حاضر به منظور سنتز نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیستی بر پایه گرافن و فریت نیکل با اکسید نیکل، به منظور حذف رنگ‌های سمی اسید قهوه‌ای و اسید سیاه انجام شد. در این پژوهش، ترکیب گرافن، فریت نیکل و اکسید نیکل به منظور ساخت نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیستی برای حذف رنگ‌های سمی اسید سیاه و اسید قهوه‌ای صورت گرفت. نتایج آزمایش‌ها نشان می‌دهد که نانوکامپوزیت‌های حاصل از این پژوهش به طور مؤثر و با کارایی بالا قادر به حذف رنگ‌های سمی اسید سیاه و اسید قهوه‌ای هستند. همچنین نتایج به دست آمده نشان دهنده آن است که افزودن گرافن به نانوکامپوزیت باعث بهبود ویژگی‌های مغناطیسی آن می‌شود و نمونه نهایی خود را به عنوان یک ماده مغناطیسی با خصوصیات قوی معرفی می‌کند.

تقدیر و تشکر

مراجع

[1] R. Gusain, K. Gupta, P. Joshi, and O. P. Khatri, “Adsorptive removal and photocatalytic degradation of organic pollutants using metal oxides and their composites: A comprehensive review,” *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 272, p. 102009, 2019. https://doi.org/10.1016/j.cis.2019.102009

[2] K. K. Kefeni and B. B. Mamba, “Photocatalytic application of spinel ferrite nanoparticles and nanocomposites in wastewater treatment,” *Sustainable Materials and Technologies*, vol. 23, p. e00140, 2020. https://doi.org/10.1016/j.susmat.2019.e00140

[3] W. S. Koe, J. W. Lee, W. C. Chong, Y. L. Pang, and L. C. Sim, “An overview of photocatalytic degradation: photocatalysts, mechanisms, and development of photocatalytic membrane,” *Environmental Science and Pollution Research*, vol. 27, no. 3, pp. 2522–2565, 2020. https://doi.org/10.1007/s11356-019-07193-5

[4] G. Mamba, G. Gangashe, L. Moss, S. Hariganesh, S. Thakur, S. Vadivel, A. K. Mishra, G. D. Vilakati, V. Muthuraj, and T. T. Nkambule, “State of the art on the photocatalytic applications of graphene based nanostructures: From elimination of hazardous pollutants to disinfection and fuel generation,” *Journal of Environmental Chemical Engineering*, vol. 8, no. 2, p. 103505, 2020. https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.103505

[5] Q. Zhang, L. Jiang, J. Wang, Y. Zhu, Y. Pu, and W. Dai, “Photocatalytic degradation of tetracycline antibiotics using three-dimensional network structure perylene diimide supramolecular organic photocatalyst under visible-light irradiation,” *Applied Catalysis B: Environmental*, vol. 277, p. 119122, 2020. https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2020.119122

[6] G. S. El-Sayyad, M. Abd Elkodous, A. M. El-Khawaga, M. A. Elsayed, A. I. El-Batal, and M. Gobara, “Merits of photocatalytic and antimicrobial applications of gamma-irradiated $Co_xNi_{1-x}Fe_2O_4/SiO_2/TiO_2$ (x = 0.9) nanocomposite for pyridine removal and pathogenic bacteria/fungi disinfection: Implication for wastewater treatment,” *RSC Advances*, vol. 10, no. 9, pp. 5241–5259, 2020. https://doi.org/10.1039/C9RA10505K

[7] A. A. Inyinbor, F. A. Adekola, and G. A. Olatunji, “Kinetics, isotherms and thermodynamic modeling of liquid phase

adsorption of Rhodamine B dye onto Raphia hookerie fruit epicarp," *Water Resources and Industry*, vol. 15, pp. 14–27, 2016. https://doi.org/10.1016/j.wri.2016.06.001

[8] A. A. Oyekanmi, A. Ahmad, K. Hossain, and M. Rafatullah, "Statistical optimization for adsorption of Rhodamine B dye from aqueous solutions," *Journal of Molecular Liquids*, vol. 281, pp. 48–58, 2019. https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.02.057

[9] B. L. Pangarkar, M. G. Sane, S. B. Parjane, and M. Guddad, "Status of membrane distillation for water and wastewater treatment—A review," *Desalination and Water Treatment*, vol. 52, no. 28–30, pp. 5199–5218, 2014. https://doi.org/10.1080/19443994.2013.808422

[10] A. Pérez-González, A. M. Urtiaga, R. Ibáñez, and I. Ortiz, "State of the art and review on the treatment technologies of water reverse osmosis concentrates," Water Research, vol. 46, no. 2, pp. 267–283, 2012. https://doi.org/10.1016/j.watres.2011.10.046

[11] M. A. C. K. Hansima, M. Makehelwala, K. B. S. N. Jinadasa, Y. Wei, K. G. N. Nanayakkara, A. C. Herath, and R. Weerasooriya, "Fouling of ion exchange membranes used in the electrodialysis reversal advanced water treatment: A review," *Chemosphere*, vol. 263, p. 127951, 2021. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.127951

[12] R. Rosal, A. Rodríguez, J. A. Perdigón-Melón, A. Petre, E. García-Calvo, M. J. Gómez, A. Agüera, and A. R. Fernández-Alba, "Occurrence of emerging pollutants in urban wastewater and their removal through biological treatment followed by ozonation," *Water Research*, vol. 44, no. 2, pp. 578–588, 2010. https://doi.org/10.1016/j.watres.2009.07.004

[13] H. Cui, X. Huang, Z. Yu, P. Chen, and X. Cao, "Application progress of enhanced coagulation in water treatment," *RSC Advances*, vol. 10, no. 34, pp. 20231–20244, 2020. https://doi.org/10.1039/D0RA02979C

[14] S. Wu, L. Shen, Y. Lin, K. Yin, and C. Yang, "Sulfite-based advanced oxidation and reduction processes for water treatment," *Chemical Engineering Journal*, vol. 414, p. 128872, 2021. https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.128872

[15] F. Meng, J. Xu, H. Dai, Y. Yu, and D. Lin, "Even incorporation of nitrogen into Fe^0 nanoparticles as crystalline Fe_4N for efficient and selective trichloroethylene degradation," *Environmental Science & Technology*, vol. 56, no. 7, pp. 4489–4497, 2022. https://doi.org/10.1021/acs.est.1c08671

[16] J. Xu, H. Li, and G. V. Lowry, "Sulfidized nanoscale zero-valent iron: Tuning the properties of this complex material for efficient groundwater remediation," *Accounts of Materials Research*, vol. 2, no. 6, pp. 420–431, 2021. https://doi.org/10.1021/accountsmr.1c00037

[17] R. Gusain, K. Gupta, P. Joshi, and O. P. Khatri, "Adsorptive removal and photocatalytic degradation of organic pollutants using metal oxides and their composites: A comprehensive review," *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 272, p. 102009, 2019. https://doi.org/10.1016/j.cis.2019.102009

[18] Y. Yuan, R. T. Guo, L. F. Hong, X. Y. Ji, Z. S. Li, Z. D. Lin, and W. G. Pan, "Recent advances and perspectives of MoS_2-based materials for photocatalytic dyes degradation: A review," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 611, p. 125836, 2021. https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.125836

[19] P. A. K. Reddy, P. V. L. Reddy, E. Kwon, K.-H. Kim, T. Akter, and S. Kalagara, "Recent advances in photocatalytic treatment of pollutants in aqueous media," *Environment International*, vol. 91, pp. 94–103, 2016. https://doi.org/10.1016/j.envint.2016.02.012

[20] E. T. Thostenson and T.-W. Chou, "On the elastic properties of carbon nanotube-based composites: Modelling and characterization," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 36, no. 5, p. 573, 2003. https://doi.org/10.1088/0022-3727/36/5/323

[21] T. Naganuma and Y. Kagawa, "Effect of particle size on the optically transparent nanometer‐order glass particle‐dispersed epoxy matrix composites," Composites Science and Technology, vol. 62, no. 9, pp. 1187–1189, 2002. https://doi.org/10.1016/S0266-3538(02)00059-3

[22] S. Shaheen, Z. Saeed, A. Ahmad, M. Pervaiz, U. Younas, R. R. M. Khan, R. Luque, and S. Rajendran, "Green synthesis of graphene‐based metal nanocomposite for electro and photocatalytic activity; recent advancement and future prospective," *Chemosphere*, vol. 311, p. 136982, 2023. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.136982

[23] R. Giovannetti, E. Rommozzi, M. Zannotti, and C. A. D'Amato, "Recent advances in graphene‐based TiO_2 nanocomposites ($GTiO_2Ns$) for photocatalytic degradation of synthetic dyes," *Catalysts*, vol. 7, no. 10, p. 305, 2017. https://doi.org/10.3390/catal7100305

[24] X. Meng, D. Geng, J. Liu, R. Li, and X. Sun, "Controllable synthesis of graphene‐based titanium dioxide nanocomposites by atomic layer deposition," *Nanotechnology*, vol. 22, no. 16, p. 165602, 2011. https://doi.org/10.1088/0957-4484/22/16/165602

Journal of Metallurgical and Materials Engineering, 37, 1. 2026. (97-108)

Ferdowsi University of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

https://jmme.um.ac.ir

Iron&Steel Society of Iran

Effect of Polydimethylsiloxane (PDMS) on Silica Coating Produced by Sol – Gel Method*

Research Article

Najme lari[1] , Shahrokh Ahangarani[2]

DOI: 10.22067/jmme.2025.92000.1184

1. Introduction

The efficiency of photovoltaic (PV) solar cells is strongly influenced by the amount of light that reaches the active semiconductor layer. One of the most effective strategies to reduce reflection losses and enhance light absorption is the application of anti-reflective (AR) coatings. Silica (SiO_2) has been widely employed for this purpose due to its low refractive index, high chemical stability, and optical transparency. However, silica coatings prepared by sol–gel methods often suffer from inherent brittleness and susceptibility to moisture absorption, which can degrade their long-term performance. To address these limitations, researchers have explored the incorporation of polymers with hydrophobic and flexible properties. Polydimethylsiloxane (PDMS) is particularly attractive because of its low refractive index (~1.4), high transparency in the UV–visible range, and ability to form strong covalent bonds with glass substrates. Moreover, PDMS introduces hydrophobic methyl groups into the coating structure, which can significantly reduce water adsorption and improve self-cleaning behavior. This study investigates the effect of PDMS on silica coatings prepared by the sol–gel method, focusing on both optical and surface properties.

2. Methods

Two approaches were adopted for PDMS incorporation:

1. **Method s-h:** PDMS was added directly into the silica sol before dip-coating.
2. **Method s-a:** PDMS was deposited onto pre-formed silica coatings by immersion in a hydrophobic solution.

The coatings were prepared using dip-coating at a withdrawal speed of 25 mm/min, followed by multi-step thermal treatment up to 350 °C to ensure structural stabilization. The samples were characterized using:

- **UV–Vis spectroscopy** to measure optical transmittance.
- **FT-IR spectroscopy** to identify chemical groups and bonding.
- **Scanning electron microscopy (SEM)** to observe morphology and particle size.
- **Contact angle measurements** to evaluate surface hydrophobicity.

3. Results

The optical measurements revealed that both s-h and s-a coatings achieved approximately 93% transmittance, compared to 90% for uncoated glass. This improvement demonstrates the effectiveness of PDMS in reducing the refractive index mismatch and enhancing light transmission. FT-IR spectra confirmed the presence of Si–CH_3 groups, indicating successful incorporation of PDMS. The s-a samples exhibited reduced hydroxyl groups and lower water absorption compared to s-h, highlighting the advantage of direct deposition in minimizing surface hydrophilicity.

SEM analysis showed in Fig.1 distinct differences in morphology:

- s-h coatings contained larger particles (~30 nm) with more uniform distribution.
- s-a coatings exhibited smaller particles (~15 nm) but with surface heterogeneity and visible spots due to incomplete thermal treatment after PDMS deposition.

Contact angle measurements in Fig 2 demonstrated a significant increase in hydrophobicity. While bare glass showed a contact angle of ~25°, PDMS-modified coatings reached ~95°, confirming excellent water repellency.

* Manuscript received February 03, 2025, Revised July 27, 2025, Accepted November 29, 2025.

[1] Corresponding author: Assistant Professor, Department of Chemical and Materials Engineering, Sirjan University of Technology, sirjan, iran. **Email:** n.lari@sirjantech.ac.ir

[2] Associated professor,Advanced Materials and Renewable Energies Department, Iranian Research Organization for Science and Technology, Tehran, Iran. **Email**: ahangarani@irost.ir

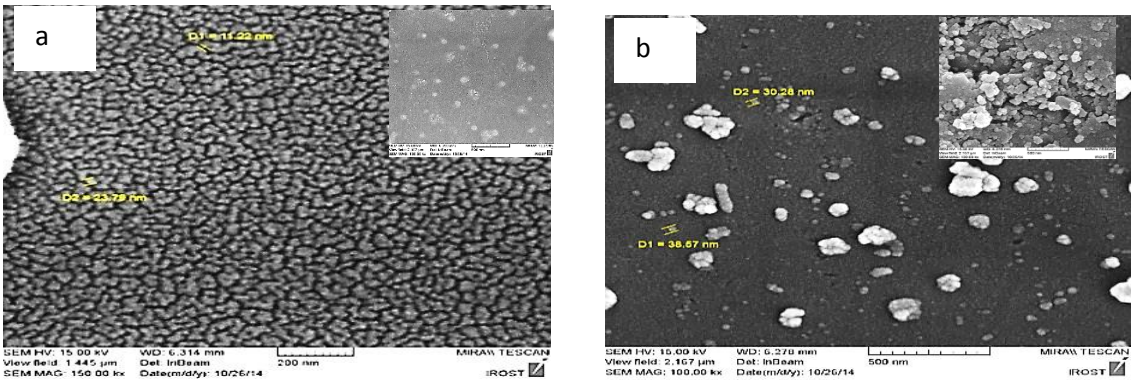


Figure 1: Microscopic images of silica coatings containing polydimethylsiloxane (a) s-a coating, (b) s-h coating

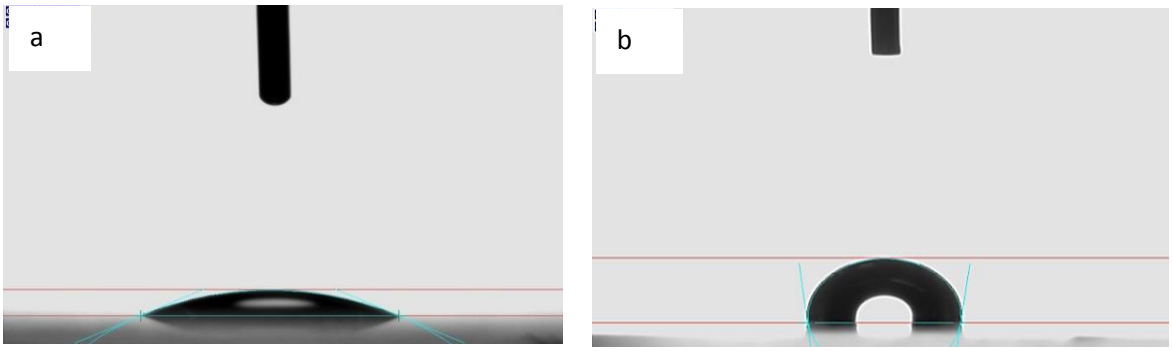


Figure 2: Contact angle of a) uncoated glass, b) with silica coating containing polydimethylsiloxane

4. Discussion

The results suggest that PDMS plays a dual role in silica coatings. First, it chemically interacts with hydroxyl groups on silica particles, forming strong Si–O–Si bonds that enhance mechanical stability. Second, it introduces hydrophobic methyl groups, which reduce water adsorption and improve self-cleaning properties. The s-h method provided more uniform coatings with better structural integrity, while the s-a method offered superior hydrophobicity but at the expense of surface uniformity. These findings highlight the importance of optimizing the PDMS incorporation strategy depending on the desired balance between optical performance and surface properties. Although both coatings have performed their role well.

5. Conclusion

Incorporating PDMS into silica coatings via sol–gel processing significantly improves both optical and surface characteristics. The coatings achieved high transmittance (~93%), excellent hydrophobicity (95° contact angle), and reduced moisture absorption. The s-h method is advantageous for producing uniform coatings with strong covalent bonding, whereas the s-a method enhances hydrophobicity. Overall, PDMS-modified silica coatings represent a promising solution for durable, self-cleaning, and high-performance anti-reflective layers in photovoltaic applications. The approach can potentially be extended to other optical devices where transparency, mechanical stability, and resistance to environmental degradation are critical.

مهندسی متالورژی و مواد، ۳۷، ۱، ۱۴۰۵. (۱۰۸-۹۷)

مهندسی متالورژی و مواد

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

انجمن آهن و فولاد ایران

دانشگاه فردوسی مشهد

تأثیر ماده پلی دی متیل سیلوکسان (PDMS) بر پوشش سیلیکا تولید شده به روش سل ـ ژل*

مقاله پژوهشی

نجمه لاری[۱] شاهرخ آهنگرانی[۲]

DOI: 10.22067/jmme.2025.92000.1184

چکیده *به منظور کاهش بازتاب نور و افزایش بهره‌وری سلول‌های خورشیدی، استفاده از پوشش سیلیکا بر سطح شیشه رایج است. با این حال، شکنندگی ذاتی این پوشش‌ها می‌تواند عملکرد مکانیکی آن‌ها را محدود کند. در این پژوهش، پلیمر پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان (PDMS) به عنوان ماده‌ای با پیوندهای پلیمری منعطف و خاصیت آب‌گریزی، به منظور بهبود خواص مکانیکی و سطحی پوشش‌ها مورد بررسی قرار گرفت. دو رویکرد برای اعمال PDMS ارزیابی شد: نخست، استفاده از آن در فرایند ساخت سل، و دوم، لایه‌نشانی مستقیم بر روی پوشش سیلیکا. برای تحلیل عملکرد نمونه‌ها، از روش‌های طیف‌سنجی عبوری در ناحیه مرئی ـ فرابنفش (UV-Vis)، طیف‌سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه (FT-IR)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و آزمون زاویه تماس بهره گرفته شد. نتایج نشان دادند که هر دو نوع پوشش دارای عبور نوری حدود ۹۳٪ هستند که نسبت به شیشه بدون پوشش (۹۰٪) بهبود قابل توجهی دارد. همچنین، زاویه تماس قطره آب با سطح پوشش برابر با ۹۵ درجه اندازه‌گیری شد که نشان دهنده آب‌گریزی مطلوب سطح است. این ویژگی ناشی از حضور PDMS است و انتظار می‌رود که جذب رطوبت در طول زمان کاهش یابد و خواص نوری پوشش پایدار باقی بماند.*

واژه‌های کلیدی پوشش ضدبازتاب، آب‌گریز، سیلیکا، پلی دی متیل سیلوکسان، سل ـ ژل.

Effect of Polydimethylsiloxane (PDMS) on Silica Coating Produced by Sol-gel Method

Najme lari Shahrokh Ahangarani

Abstract *To reduce light reflection and enhance the efficiency of solar cells, silica coatings are commonly applied to glass surfaces. However, the inherent brittleness of these coatings can limit their mechanical performance. In this study, polydimethylsiloxane (PDMS), a flexible polymer with hydrophobic properties, was investigated to improve both mechanical and surface characteristics of the coatings. Two approaches were evaluated: incorporating PDMS during the cell fabrication process, and directly depositing it onto the silica coating. The performance of the samples was assessed using UV-Visible transmission spectroscopy, Fourier-transform infrared spectroscopy (FT-IR), scanning electron microscopy (SEM), and contact angle measurement using deionized water droplets. The results showed that both types of coatings exhibited approximately 93% light transmittance, which is a significant improvement compared to uncoated glass (90%). Additionally, the contact angle of water droplets on the coated surface was measured at 95°, indicating excellent hydrophobicity. This property is attributed to the presence of PDMS, suggesting that moisture absorption over time will be minimized and the optical performance of the coating will remain stable.*

Keywords Anti-reflective coating, Hydrophobicity, Silica, Polydimethylsiloxane, Sol-gel.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۳/۱۱/۱۵ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۹/۸ می‌باشد.

(۱) نویسنده مسئول: استادیار، دانشگاه صنعتی سیرجان، بخش مهندسی شیمی و مواد، سیرجان، ایران، **Email:** n.lari@sirjantech.ac.ir

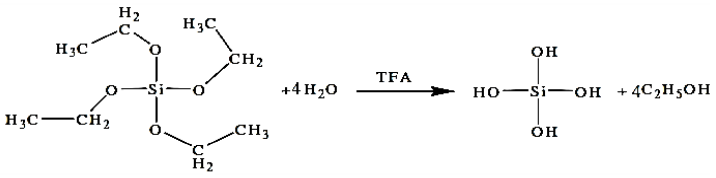
(۲) دانشیار، سازمان پژوهش های علمی و صنعتی ایران، پژوهشکده مواد پیشرفته و انرژی های نو، تهران، ایران، ایمیل: **r**

مقدمه

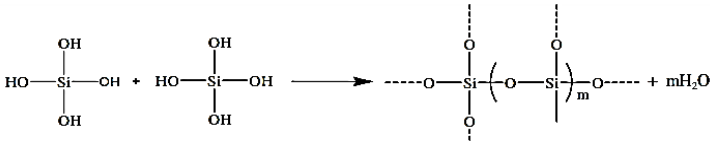
در دهه‌های اخیر، نگرانی‌های زیست‌محیطی ناشی از استفاده گسترده از سوخت‌های فسیلی، از جمله گرم شدن زمین و باران‌های اسیدی، توجه جهانی را به سوی منابع انرژی تجدیدپذیر معطوف کرده است. در این میان، انرژی خورشیدی به عنوان منبعی پاک، پایدار و در دسترس در تمام طول سال، جایگاه ویژه‌ای در میان فناوری‌های نوین تولید انرژی یافته است [1]. در این میان، پنل‌های خورشیدی فتوولتائیک (PV) به عنوان یکی از مؤثرترین ابزارهای تبدیل انرژی خورشیدی به برق، نقش کلیدی ایفا می‌کنند. با این حال، بازدهی این پنل‌ها به شدت تحت تأثیر میزان عبور نور به سطح سلول‌های خورشیدی قرار دارد. به منظور کاهش بازتاب نور و افزایش جذب آن، پوشش‌های ضدبازتاب (Anti-Reflective Coatings – ARCs) توسعه یافته‌اند. پوشش‌های ضدبازتاب با بهبود عبور نور در محدوده طول موج مرکزی ۵۵۰ نانومتر، که بیشترین حساسیت سلول‌های PV در آن قرار دارد، عملکرد نوری پنل‌ها را بهینه می‌سازند. ضریب شکست (Refractive Index – RI) یکی از پارامترهای کلیدی در طراحی پوشش‌های ضدبازتاب است، چرا که شفافیت محیط و میزان عبور نور را تعیین می‌کند. بر اساس معادله لرد ریلی (Lord Rayleigh)، ضریب شکست ایدئال برای کاهش بازتاب باید در حدود ۱٫۲۲ باشد. دستیابی به چنین ضریب شکستی معمولاً از طریق ایجاد ساختارهای متخلخل یا چندلایه امکان‌پذیر است. در این راستا، دی‌اکسید سیلیکون (SiO_2) به دلیل ضریب شکست پایین، پایداری شیمیایی بالا، فراوانی در طبیعت و شفافیت مناسب، به عنوان ماده‌ای پرکاربرد در ساخت پوشش های ضدبازتاب شناخته می‌شود [2-4]. با این حال، یکی از چالش‌های مهم در عملکرد بلندمدت پوشش‌های ضدبازتاب تجمع گرد و غبار و رطوبت بر سطح آن‌هاست که می‌تواند عبور نور را کاهش دهد و خواص نوری و مکانیکی پوشش را تخریب کند. تخلخل پوشش به منظور ضریب شکست کمتر باید توسط هوا پر شده باشد. اگر با اشیای دیگر پر شوند، ضریب شکست و بازتاب افزایش می‌یابد. از این‌رو، افزودن ویژگی‌هایی نظیر مقاومت در برابر سایش و خاصیت خودتمیزشوندگی، به‌ویژه خودتمیزشوندگی آب‌گریز، به عنوان راهکاری مؤثر در افزایش دوام و کارایی این پوشش‌ها مطرح شده است [5-8]. در این راستا، پلیمرهای آب‌گریز متعددی از جمله پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان (Polydimethylsiloxane) (PDMS)، پلی‌متیل‌متاکریلات (PMMA) و پلی‌تترافلوئورواتیلن (PTFE) در ساخت این پوشش‌ها به‌کار گرفته شده‌اند. در میان این مواد، PDMS به دلیل دارا بودن ضریب شکست پایین، شفافیت بالا در ناحیه فرابنفش ـ مرئی (بیش از ۸۵٪)، و قابلیت ایجاد پیوندهای قوی با زیرلایه‌های شیشه‌ای، به عنوان یکی از گزینه‌های برجسته در طراحی پوشش‌های خودتمیزشونده شناخته می‌شود [9]. واکنش‌های هیدرولیز و چگالش PDMS و TEOS در شکل (۱) مشاهده می‌شود. مولکول پلی دی متیل سیلوکسان (PDMS) گروه‌های هیدروکسیل و متیل بسیاری دارد. گروه‌های هیدروکسیل PDMS می‌توانند با گروه‌های هیدروکسیل سطح ذرات سیلیکا دهیدراته و در نتیجه پیوند کووالانسی مابین ذرات سیلیکا ایجاد می‌شود. همچنین گروه‌های آب‌گریز متیل وارد پوشش می‌کند و در نتیجه آب‌گریزی پوشش‌ها بهبود می‌یابد [10]. بر اساس مطالعات انجام شده، PDMS رفتار مکانیکی، انعطاف‌پذیری و شکل‌پذیری را بهبود می‌دهد و تردی را حذف می‌کند. برای ساختار متخلخل، این ماده به شدت سطح ویژه را کاهش می‌دهد و در نتیجه تخلخل‌ها یکنواخت و آن‌ها را به هم پیوند می‌دهند. درجه کاهش بستگی به مقدار PDMS دارد. هر چه مقدار بیشتر، سطح ویژه بیشتر کاهش می‌یابد [11]. پژوهشگران نشان دادند، PDMS چقرمگی و انعطاف‌پذیری شبکه ژل را با کاهش در فشار کاپیلاری افزایش می‌دهد. لذا می‌توان پوشش‌هایی با ضخامت بیشتر و بدون ترک تولید کرد [12].

در این پژوهش، به منظور افزایش پایداری عملکرد پوشش‌های ضدبازتاب، دو هدف همزمان دنبال شد: ۱. دستیابی به خاصیت ضدبازتابی و ۲. ایجاد خاصیت آب‌گریزی سطح. برای تحقق این اهداف، از دی‌اکسید سیلیکون (SiO_2) به دلیل برخورداری از ضریب شکست پایین جهت بهبود عبور نور، و از پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان (PDMS) به عنوان ماده‌ای با ویژگی آب‌گریزی، استفاده گردید. فرایند پوشش‌دهی با بهره‌گیری از روش غوطه‌وری (Dip-Coating) انجام شد؛ این روش به دلیل سادگی اجرا، قابلیت پوشش‌دهی سطوح با هندسه پیچیده، و امکان دستیابی به لایه‌ای یکنواخت و همگن، انتخاب گردید [2,9].

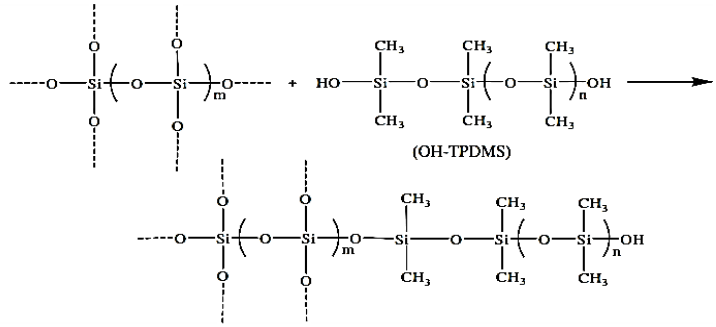
۱) هیدرولیز TEOS



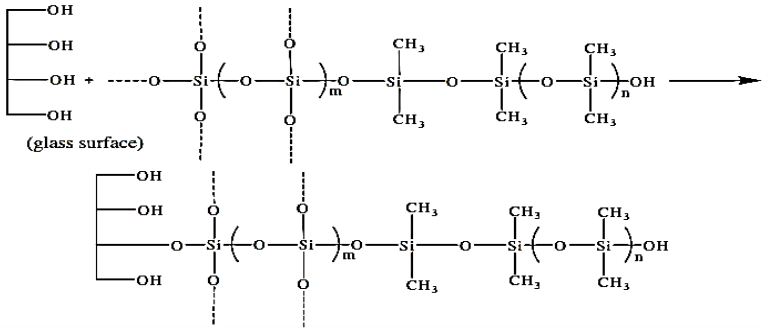
۲) چگالش TEOS هیدرولیز شده



۳) واکنش چگالش با OH- TPDMS



۴) پیوند شیمیایی TEOS-PDMS با سطح شیشه



شکل ۱ واکنش‌های هیدرولیز و چگالش PDMS و TEOS [12]

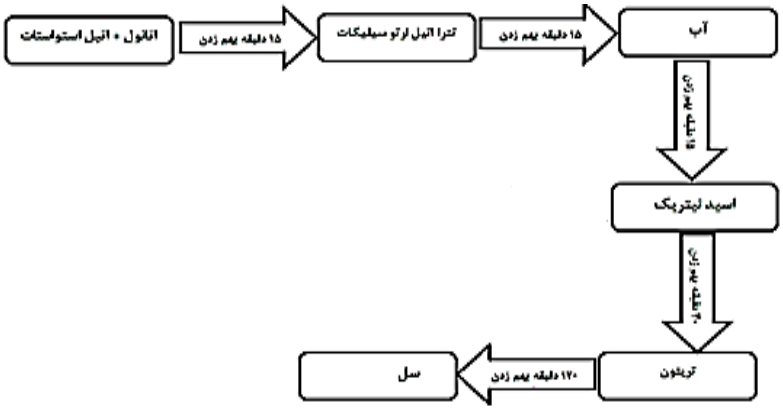
روش پژوهش

برای ساخت سل سیلیکا از مواد زیر استفاده شد:

ترا اتیل ارتوسیلیکات (TEOS, Merck Chemicals (800658), purity> 98%) یک آلکوکسید است. در این پژوهش آلکوکسید به دلیل دارا بودن حلقه هیدروکربنی بلند، متقارن و توانایی بهتر مخلوط شدن و شرکت در واکنش‌ها، انتخاب گردید. اتیل استواستات (Ethyl acetoacetate (EAA), Sigma-Aldrich Chemicals (809622), purity 99%) به عنوان عامل جمع کننده (Chelating agent) و پایدار کننده ترکیبات آلی مورد استفاده قرار می‌گیرد. عامل جمع کننده همانند چنگک ترکیبات آلی سیلسیم را جذب می‌کند و از پراکندگی، رسوب و عدم یکنواختی در سطح پوشش جلوگیری می‌کند. اتانول (EtOH, absolute IRAN grade,) به عنوان حلال ترکیبات آلی و آلکوکسیدی و آب مقطر (H_2O, distilled water) به منظور واکنش‌های هیدرولیز و چگالش استفاده می‌شود. اسید نیتریک (HNO_3, Merck Chemicals (100456) purity 65%) به عنوان کاتالیست و تسریع کننده استفاده می‌شود. پلی دی متیل سیلوکسان (PDMS, Sigma-Aldrich Chemicals (482005) purity 99%) به عنوان ماده پیوند دهنده و آب‌گریز استفاده گردید. تریتون (TX-100, Sigma-Aldrich Chemicals, purity 99%) به عنوان افزودنی تخلخل‌زا به مقدار ۴۰ گرم بر لیتر مورد استفاده قرار گرفت. زیرا تخلخل منجر به کاهش ضریب شکست و در نتیجه افزایش عبور نور می‌شود.

سل‌های سیلیکا با نسبت‌های مولی و دیاگرام شکل (۲) آماده شدند:

H_2O: EtOH: TEOS: HNO_3 = 1:3.5:0.175:0.01



شکل ۲ نحوه آماده‌سازی سل‌های سیلیکا

برای آماده‌سازی محلول، از دستگاه هیتر مگنت ساخت ایران (برند آلفا) با سرعت چرخش ۲۵۰ دور بر دقیقه (rpm) استفاده شد. پس از هم‌زدن کامل، محلول به مدت ۲۴ ساعت در شرایط محیطی جهت انجام فرایند پیرسازی نگه‌داری گردید. در مرحله بعد، محلول پیر شده در بشر مخصوص به دستگاه پوشش‌دهی غوطه‌وری ساخت ایران منتقل شد. پیش از انجام عملیات پوشش‌دهی، لام‌های آزمایشگاهی ابتدا با آب مقطر و سپس با اتانول شستشو داده شده و در دمای محیط خشک شدند. لام‌های خشک شده در دستگاه غوطه‌وری قرار گرفتند و فرایند پوشش‌دهی با سرعت رفت و برگشت ۲۵ میلی‌متر بر دقیقه و زمان غوطه‌وری ۳۰ ثانیه انجام شد. پس از اعمال پوشش، نمونه‌ها برای مدت کوتاهی در هوای آزاد قرار گرفتند تا خشک شوند. در نهایت، برای تثبیت پوشش، نمونه‌ها به کوره برنامه‌دار ساخت ایران منتقل گردیدند.

برای ارزیابی اثر ماده پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان، دو روش متفاوت مورد استفاده قرار گرفت:

۱. روش اول. افزودن PDMS به سل سیلیکا گروه (h): در این روش، مقدار ۲ میلی‌لیتر پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان به ۵۰ میلی‌لیتر محلول سل سیلیکا اضافه شد. نمونه‌های تهیه شده با این روش تحت عنوان گروه h نام‌گذاری شدند.

۲. روش دوم. اصلاح پوشش تک‌لایه سیلیکا با PDMS گروه (a): در این روش، پس از آماده‌سازی پوشش تک‌لایه سیلیکا، نمونه‌ها به مدت ۳۰ ثانیه و با سرعت غوطه‌وری ۲۵ میلی‌متر بر دقیقه در محلول آب‌گریز حاوی پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان غوطه‌ور شدند. این گروه با پسوند a شناخته می‌شود.

فرایند عملیات حرارتی نمونه‌ها:

بر اساس نتایج تحقیقات و با در نظر گرفتن دمای تبخیر آب و تجزیه ماده تریتون، عملیات حرارتی به صورت زیر انجام می‌شود:

۱. مرحله اول: در مدت ۳۰ دقیقه، دمای نمونه‌ها به ۱۲۰ درجه سانتی‌گراد افزایش می‌یابد. سپس به مدت ۱۵ دقیقه در این دما باقی می‌مانند تا رطوبت موجود کاملاً تبخیر شود.

۲. مرحله دوم: دما در مدت ۳۰ دقیقه به ۲۷۰ درجه سانتی‌گراد می‌رسد. در این دما نیز نمونه‌ها به مدت ۱۵ دقیقه نگهداری می‌شوند تا فرایند تجزیه تریتون آغاز گردد.

۳. مرحله سوم: طی ۴۵ دقیقه، دما به ۳۵۰ درجه سانتی‌گراد افزایش می‌یابد. سپس نمونه‌ها به مدت ۳۰ دقیقه در این دما باقی می‌مانند تا واکنش‌های نهایی کامل شده و ساختار ماده تثبیت شود.

۴. مرحله پایانی: پس از اتمام مراحل حرارتی، نمونه‌ها به‌صورت تدریجی و کنترل‌شده درون کوره سرد می‌شوند تا از بروز شوک حرارتی و ترک‌خوردگی جلوگیری شود.

پس از آماده‌سازی نمونه‌ها به منظور بررسی رفتار نوری پوشش‌ها از دستگاه طیف‌سنجی UV-VIS (Jasco V-570) استفاده گردید. به منظور بررسی گروه‌های عاملی به وجود آمده بر سطح پوشش از دستگاه طیف‌نگاری مادون قرمز FT-IR (Jasco v-550) استفاده شد. طیف‌نگاری مادون قرمز یک ابزار قدرتمند برای بررسی گروه‌های شیمیایی موجود در پوشش‌ها می‌باشد [13]. طیف‌نگاری جذب در محدوده $400-4000\ cm^{-1}$ انجام گردید. برای بررسی پیوندهای پوشش، شیشه بدون پوشش به عنوان مرجع در نظر گرفته شد. به منظور بررسی مورفولوژی، اندازه ذرات و ضخامت از میکروسکوپ الکترونی روبشی FE-

SEM (MIRA II LMU) بهره گرفته شد. برای آماده‌سازی نمونه‌ها به ابعاد ۱×۱ سانتی متر مربع برش داده شدند. به منظور بررسی خاصیت خود تمیز شوندگی از تست ترشوندگی استفاده شد. برای این تست از دستگاه Contact angle instrument (Data Physics OCA 15 plays) استفاده شد.

نتایج و بحث

طیف‌نگاری مادون قرمز

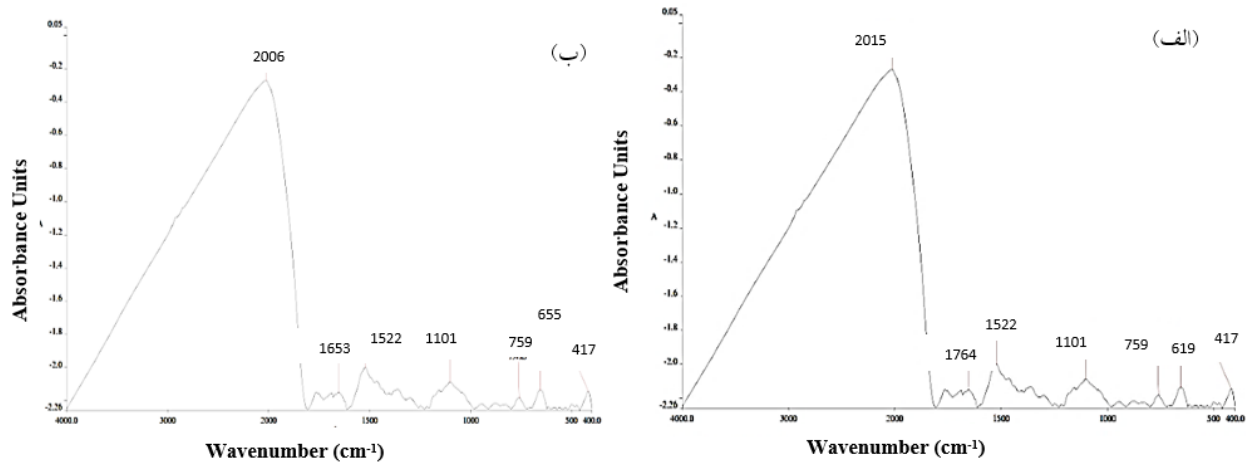
منحنی‌های طیف نگاری مادون قرمز (FT-IR) نمونه‌های تک‌لایه سیلیکا دو سری a و h تولید شده در شکل (۳) دیده می‌شود. مشخصاً پیک‌ها در cm^{-1} ۴۵۰،۸۰۰ و ۱۰۸۰ به ترتیب مربوط به ارتعاشات کششی جنبشی یا نوسانی، خمشی و نامتقارن پل‌های سیلیکا هستند [14-15]. در پوشش‌های سیلیکا پیوند سیلیکا در cm^{-1} ۱۱۰۰ و ۴۱۵ رخ داده است. ارتفاع پیک‌ها نشان از شدت و میزان گروه‌های عاملی است. همان طور که مشاهده می‌شود، پیک‌های s-a نسبت به پیک های s-h دارای شدت بیشتری است. واکنش‌های هیدرولیز و چگالش سیلسیم در رابطه‌های (۱)، (۲) و (۳) ملاحظه می‌شوند [16-20].

$$Si\text{-}OR + H_2O \underset{\text{استری شدن}}{\overset{\text{هیدرولیز}}{\longleftrightarrow}} Si\text{-}OH + ROH \quad (۱)$$

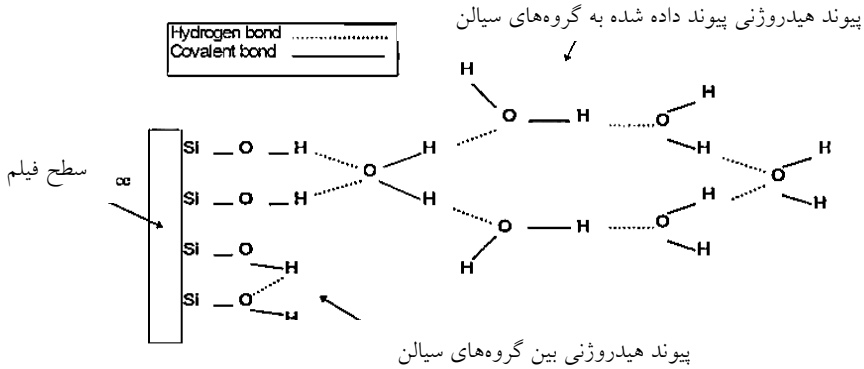
$$Si\text{-}OR + HO\text{-}Si \underset{\text{الکولیز}}{\overset{\text{چگالش الکلی}}{\longleftrightarrow}} Si\text{-}O\text{-}Si + ROH^{-} \quad (۲)$$

$$Si\text{-}OH + HO\text{-}Si \underset{\text{هیدرولیز}}{\overset{\text{چگالش آبی}}{\longleftrightarrow}} Si\text{-}O\text{-}Si + H_2O \quad (۳)$$

در فرایند هیدرولیزTEOS، گروه‌های هیدروکسیل سیلیکاتی (Si–OH) تشکیل می‌شوند. در صورتی که این گروه‌ها به طور کامل وارد واکنش‌های چگالش نشوند، به صورت گروه‌های سیلان باقی می‌مانند و در سطح پوشش نهایی حضور خواهند داشت. این گروه‌های سیلان با ایجاد پیوندهای هیدروژنی با مولکول‌های آب، موجب افزایش آب‌دوستی سطح می‌شوند. همان طور که در شکل (۴) نشان داده شده است [21]، این پدیده منجر به جذب قابل توجه آب از محیط می‌گردد. افزودن PDMS به سیستم، از طریق فرایند دهیدراته‌سازی، موجب کاهش تعداد گروه‌های هیدروکسیل سطحی می‌شود و در عوض، گروه‌های متیل آب‌گریز ($–CH_3$) را به ساختار پوشش معرفی می‌کند [22]. این تغییر شیمیایی باعث کاهش تمایل سطح به جذب آب و افزایش خاصیت آب‌گریزی پوشش می‌شود. در هر دو نمونه پوشش s-a و s-h، حضور پیک‌های مشخصه گروه $Si–CH_3$ در نواحی طیفی cm^{-1} ۱۲۶۰ و همچنین بین cm^{-1} ۹۲۰–۹۰۰ مشاهده شده است، که نشان دهنده وقوع واکنش‌های کووالانسی بین PDMS و ذرات سیلیکا است. همچنین، پیک جذب در cm^{-1} ۱۶۴۰ که مربوط به جذب فیزیکی آب از محیط است، در نمونه s-h دیده می‌شود اما در نمونه s-a وجود ندارد. این تفاوت نشان می‌دهد که فرایند لایه‌نشانی در نمونه s-a مؤثرتر است و منجر به کاهش جذب رطوبت سطحی شده است.



شکل ۳ طیف جذب پوشش‌های تک‌لایه سیلیکا: (الف) s-h، (ب) s-a

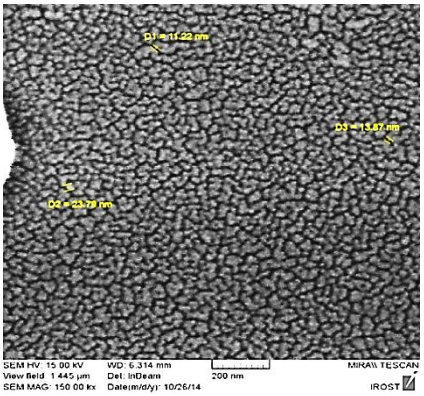


شکل ۴ شماتیک آب‌دوستی سطح پوشش‌های TEOS [21]

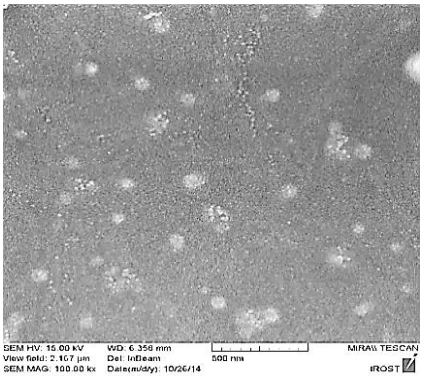
تصاویر میکروسکوپی

تصاویر میکروسکوپی پوشش‌های s-a و s-h در شکل (۵) مشاهده می‌شود. بر سطح پوشش s-a جزایر سفید رنگی دیده می‌شود. این ناخالصی‌ها به علت غوطه وری پوشش در محلول PDMS و عدم عملیات حرارتی پس از غوطه وری تشکیل شده است. با چشم غیر مسلح نیز می‌توان وجود لکه‌ها را مشاهده کرد. اما در حالت s-h چون در محلول سل از PDMS استفاده شده، این لکه‌ها بر سطح دیده نمی‌شوند و پوشش یکنواخت‌تر به نظر می‌رسد. بر اساس تصاویر، اندازه ذرات در پوشش s-a حدود ۱۵ نانومتر و در پوشش s-h حدود ۳۰ نانومتر تخمین زده شده است. این تفاوت اندازه به دلیل واکنش بین ذرات سیلیکا و گروه‌های فعال ارگانوسیلیکون موجود در PDMS است که در شکل (۶) نیز به آن اشاره شده است [23].

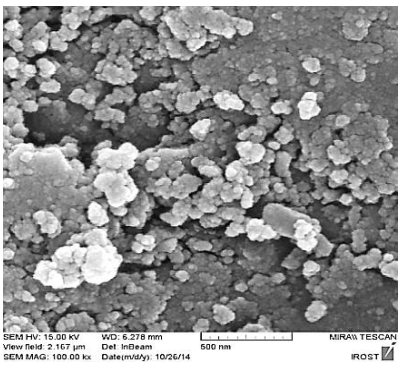
گروه‌های هیدروکسیل موجود در مولکول پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان (PDMS) با گروه‌های هیدروکسیل سطحی ذرات سیلیکا واکنش می‌دهند. این واکنش‌ها منجر به تشکیل پیوندهای کووالانسی قوی بین ذرات شده و در نتیجه، ساختارهایی با اندازه بزرگ‌تر و انسجام بیشتر ایجاد می‌شود.



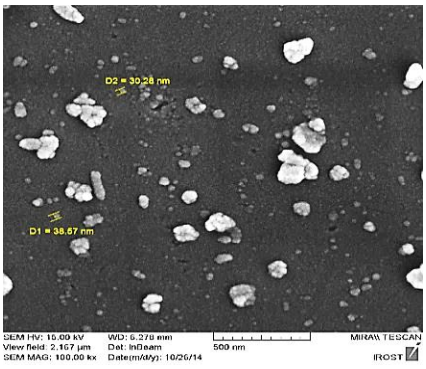
(الف)



(ب)

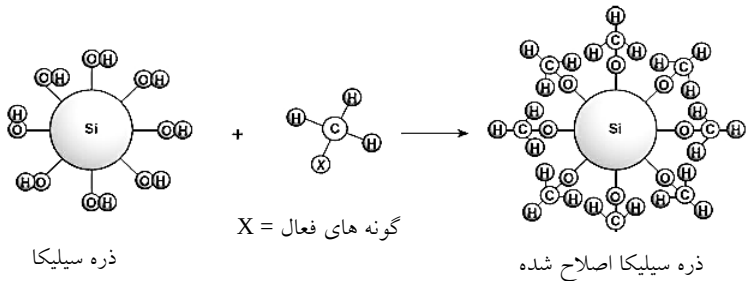


(ج)



(د)

شکل ۵ تصاویر میکروسکوپی پوشش‌های سیلیکا حاوی پلی دی متیل سیلوکسان: (الف و ب) پوشش s-a، (ج و د) پوشش s-h



شکل۶ واکنش ذره SiO_2 با یک اصلاح کننده ارگانوسیالن. X: هر ترکیب ارگانوسیلیکونی که توانایی واکنش با گروه‌های هیدروکسیل سطح را دارد [23]

در نمونه‌ای که PDMS در مرحله سل‌سازی به محلول حاوی TEOS افزوده شده حالت (s-h)، واکنش بین این دو ترکیب باعث تشکیل پیوندهای سیلیکاتی از نوع Si–O–Si در اطراف ذرات سیلیکا می‌گردد. این فرایند نه تنها موجب رشد اندازه ذرات می‌شود، بلکه به افزایش زبری سطح پوشش نیز منجر می‌گردد. افزایش اندازه ذرات تأثیر قابل توجهی بر پراکندگی نور دارد؛ به طوری که سطح زبرتر باعث افزایش پراکندگی و کاهش یکنواختی نوری می‌شود. بررسی نواحی ترک خورده یا شکسته شده پوشش نیز نشان دهنده ساختار کروی ذرات است، که تأییدی بر نحوه تجمع و رشد آن‌ها در فرایند پوشش‌دهی می‌باشد.

رفتار نوری

در جدول (۱) بیشینه عبور نور پوشش‌های تک لایه سیلیکا حاوی پلی دی متیل سیلوکسان مشاهده می‌شود. میزان عبور نور نمونه تک‌لایه سیلیکا s-a که با محلول آب‌گریز پوشش داده شده است، ٪۹۳ است. در پوشش تک لایه سیلیکا بعد از غوطه‌وری در محلول آب‌گریز مقدار کمی تخلخل کاهش یافته و ضریب شکست به میزان کمی افزایش می‌یابد که علت آن پر شدن تخلخل‌ها با ماده آب‌گریز است.

در حالتی که محلول آب‌گریز به سل سیلیکا اضافه شده یعنی s-h مقدار عبور نور نیز به میزان ٪۹۳/۲۵ اندازه‌گیری شده است. در این حالت در طول موج‌های بیشتری عبور نور بیشینه است. هنگامی که PDMS به محلول سل افزوده می‌شود، با TEOS واکنش می‌دهد و ممکن است به دو صورت عمل کند:

۱. تشکیل لایه‌هایی اطراف ذرات سیلیکا

۲. ایجاد زنجیره‌های خطی بین ذرات

در هر دو حالت، این واکنش‌ها منجر به افزایش ویسکوزیته محلول، کاهش تخلخل و در نهایت افزایش ضریب شکست پوشش می‌شوند. با این حال، باید توجه داشت که ضریب شکست PDMS به‌تنهایی حدود ۱/۴ است که نسبت به لایه‌های سیلیکا چگال و بدون تخلخل، مقدار پایین‌تری محسوب می‌شود. بنابراین، با توجه به نتایج حاصل از عبور نور، می‌توان نتیجه گرفت که استفاده از PDMS به عنوان افزودنی، به ویژه در ترکیب با سل سیلیکا، موجب کاهش مؤثر ضریب شکست فیلم نهایی می‌شود و در نتیجه، عبور نور را بهبود می‌بخشد.

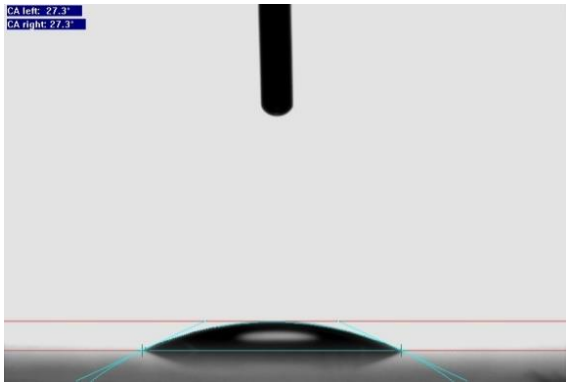
جدول ۱ موقعیت و بیشینه عبور پوشش‌های تک‌لایه سیلیکا حاوی پلی دی متیل سیلوکسان

نمونه	بیشینه عبور نور ٪	موقعیت بیشینه عبور (nm)
s-a	۹۳٫۰۰	۵۵۰-۶۴۰
s-h	۹۳٫۲۵	۴۰۰-۷۰۰

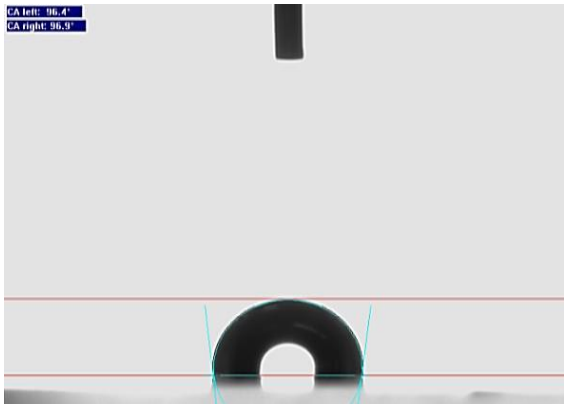
زاویه تماس

زاویه ترشوندگی سطح شیشه بدون پوشش و شیشه پوشش‌دار با فیلم سیلیکایی حاوی PDMS مورد بررسی قرار گرفت. با توجه به شباهت نتایج حاصل از دو روش استفاده از پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان، تنها یکی از تصاویر در شکل (۷) ارائه شده است. زاویه تماس با سطح شیشه بدون پوشش حدود ۲۵ درجه و با سطح پوشش‌دار حدود ۹۵ درجه اندازه‌گیری شد که نشان دهنده افزایش قابل توجه خاصیت آب‌گریزی در اثر اعمال پوشش است. به طور کلی، آب‌گریزی سطح به دو عامل اصلی وابسته است: ۱) زبری سطح و ۲) ترکیب شیمیایی آن[۲۴]. PDMS هر دو عامل را فراهم می‌کند؛ عامل اول اینکه PDMS با

سطح انرژی کم، دارای خاصیت آب‌گریزی ذاتی است. با توجه به نتایج طیف‌نگاری مادون قرمز بعضی گروه‌های سیالن بر سطح فیلم با گروه‌های متیل جایگزین شده و منجر به تغییر در فعالیت سطح می‌شود. عامل دوم نیز با توجه به تصاویر میکروسکوپی نشان می‌دهند که حضور PDMS باعث افزایش اندازه ذرات سیلیکا در سل شده و در نتیجه زبری سطح افزایش یافته است. این افزایش زبری، همراه با کاهش انرژی سطحی، نقش مهمی در تقویت خاصیت آب‌گریزی ایفا می‌کند. لذا پوشش به دست آمده به علت خواص آب‌گریزی پایدار است.



(الف)



(ب)

شکل ۷ زاویه تماس: (الف) شیشه بدون پوشش، (ب) پوشش سیلیکا حاوی پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان

نتیجه‌گیری

در این پژوهش، پوششی بر پایه سیلیکا حاوی پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان (PDMS) با استفاده از روش ساده و مقرون‌به‌صرفه سل ـ ژل، به طور موفقیت‌آمیز بر سطح شیشه لایه‌نشانی شد. به منظور بررسی تأثیر PDMS، دو رویکرد مورد ارزیابی قرار گرفت: ۱. افزودن PDMS به سل سیلیکا و ۲. اعمال آن بر روی پوشش سیلیکا پس از تشکیل. نتایج تجربی نشان دادند که هر دو روش موجب افزایش حدود ۳ درصدی عبور نور نسبت به شیشه بدون پوشش شدند. زاویه تماس سطح پوشش‌دار حدود ۹۵ درجه اندازه‌گیری شد که بیانگر خاصیت آب‌گریزی قابل توجه آن است. این ویژگی به حضور گروه‌های آلی آب‌گریز در پیش‌ماده PDMS نسبت داده می‌شود که با کاهش ترشوندگی سطح، موجب افزایش مقاومت در برابر جذب آب می‌گردند. با توجه به ماهیت آب‌گریز و پیوندهای شیمیایی قوی‌تر، انتظار می‌رود این پوشش در طول زمان پایداری مناسبی از نظر عملکرد نوری و ساختاری داشته باشد.

واژه‌نامه

فارسی	English Term
پوشش ضدبازتاب	Anti-reflective coating (ARC)
سلول‌های فتوولتائیک	Photovoltaic (PV) cells
سیلیکا	Silica (SiO_2)
روش سل ـ ژل	Sol–gel method
پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان	Polydimethylsiloxane (PDMS)
آبگریزی	Hydrophobicity
زاویه تماس	Contact angle
طیف‌سنجی عبوری (UV–Vis)	Transmission spectroscopy (UV-Vis)
طیف‌سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه	Fourier-transform infrared spectroscopy (FT-IR)
میکروسکوپ الکترونی روبشی	Scanning electron microscopy (SEM)
ضریب شکست	Refractive index (RI)
خاصیت خودتمیزشوندگی	Self-cleaning property
گروه‌های هیدروکسیل	Hydroxyl groups (–OH)
گروه‌های متیل	Methyl groups ($–CH_3$)
پیوند کووالانسی	Covalent bond
تخلخل	Porosity
پوشش‌دهی غوطه‌وری	Dip-coating
عملیات حرارتی	Thermal treatment

جذب رطوبت	Moisture absorption
عملکرد نوری	Optical performance

تقدیر و تشکر

مراجع

[1] M. S. Mozumder, A. H. I. Mourad, H. Pervez, and R. Surkatti, "Recent developments in multifunctional coatings for solar panel applications: A review," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 189, pp. 75–102, 2019. https://doi.org/10.1016/j.solmat.2018.09.015

[2] L. A. N. Aspa, and C. M. L. Escutin, "A Review of additives and their effects on the hydrophobicity and abrasion resistance of dip-coated silica-based anti-reflective coatings for solar panels," *Materials Science Forum*, vol 1076, pp. 83-88, 2022. https://doi.org/10.1088/2053-1591/abf6fb

[3] Q. Zhang, H. Liu, S. Zhao, and W. Dong, "Hydrophobic and optical properties of silica antireflective coating prepared via sol-gel method," *Materials Research Express*, vol. 8, no. 4, p. 046403, 2021. https://doi.org/10.4028/p-34oh76

[4] Y. Zhu, L. Chen, C. Zhang, and Z. Guan, "Preparation of hydrophobic antireflective SiO_2 coating with deposition of PDMS from water-based SiO_2–PEG sol," *Applied Surface Science*, vol. 455, pp. 103–110, 2018. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.06.177

[5] G. San Vicente, R. Bayón, N. Germán, Morales, "A Long-term durability of sol–gel porous coatings for solar glass covers," *Thin Solid Films*, vol. 517, pp. 3157–3160, 2009. https://doi.org/10.1016/j.tsf.2008.11.079

[6] W. Zhang, C. Ye, and Q. Liu, "Development of anti-reflective coatings with photocatalytic and hydrophobic self-cleaning property for solar cells," *Surfaces and Interfaces*, vol. 65, Art. no. 106454, 2025. https://doi.org/10.1016/j.surfin.2025.106454

[7] H. Salehi, A. Eshaghi, M. Rezazadeh, and H. Zabolian, "Antireflective and anti-dust modified silica based thin film on solar cell cover glass," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 892, p. 162228, 2022.

[8] J. Zhi and L. Z. Zhang, "Durable superhydrophobic surface with highly antireflective and self-cleaning properties for the glass covers of solar cells," *Applied Surface Science*, vol. 454, pp. 239–248, 2018. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.05.139

[9] A. Syafiq, V. Balakrishnan, M. S. Ali, S. J. Dhoble, N. A. Rahim, A. Omar, and A. H. Abu Bakar, "Application of transparent self-cleaning coating for photovoltaic panel: a review," *Chemical Engineering*, vol. 36, p. 100801, 2022. https://doi.org/10.1016/j.coche.2022.100801

[10] A. Wan I. Wan, N. Wan I. Wan, S. Abdul K. Aemi, and M. M. Sanagi, "Preparation and characterization of a new sol–gel hybrid based tetraethoxysilane-polydimethylsiloxane as a stir bar extraction sorbent material," *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, vol. 58, no. 3, pp. 602–611, 2011. https://doi.org/10.1007/s10971-011-2434-7 .

[11] K. Sinko, "Influence of chemical conditions on the nanoporous structure of silicate aerogels," *Materials*, vol. 3, pp. 704–740, 2010. https://doi.org/10.3390/ma3010704

[12] Y. Zhang, X. Zhang, H. Ye, B. Xiao, L. Yan, Jiang. Bo, "A simple route to prepare crack-free thick antireflective silica coatings with improved antireflective stability," *Materials Letters*, vol. 69, pp. 86–88, 2012. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2011.11.043

[13] V. V. Ganbavle, U. K. H. Bangi, S. S. Latthe, S. A. Mahadik, and A. V. Rao, "Self-cleaning silica coatings on glass by single step sol–gel route," *Surface & Coatings Technology*, vol. 205, pp. 5338–5344, 2011. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.05.055

[14] S. E. Babayan, J. Y. Jeong, A. Schutze, V J. Tu, M. Moravej, G S. Selwyn, R F. Hicks, "Deposition of silicon dioxide films with a non-equilibrium atmospheric-pressure plasma jet," *Plasma Sources Sci. Technol*, vol. 10, pp. 573–57, 2001. https://doi.org/10.1088/0963-0252/10/4/305

[15] V. Purcar, I. Stamatin, O. Cinteza, C. Petcu, V. Raditoiu, M. Ghiurea, T. Miclaus, A. Andronie, "Fabrication of hydrophobic and antireflective coatings based on hybrid silica films by sol–gel process," *Surface & Coatings Technology*, vol. 206, pp. 4449–4454, 2012. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.04.094

[16] C. J. Brinker, "Hydrolysis and condensation of silicates: effects on structure," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 100, pp. 31–50, 1988. https://doi.org/10.1016/0022-3093(88)90005-1

[17] C. Milea, A. Bogatu, and A. Duta, "Silica sol-gel process," *Bulletin of the Transilvania University of Brasov, Series I: Engineering Sciences*, vol. 4, no. 1, pp. 59–66, 2011. https://webbut.unitbv.ro/index.php/Series_I/article/view/6140

[18] X. Shi, D. Graiver, and R. Narayan, "Hydrolysis and condensation of hydrophilic alkoxysilanes under acidic conditions," *Silicon*, vol. 4, pp. 109–119, 2012. https://doi.org/10.1007/s12633-012-9108-0

[19] M. M. Adnan, A. R. M. Dalod, M. H. Balci, M. A. Einarsrud, and J. Glaum, "In situ synthesis of hybrid inorganic–polymer nanocomposites," *Polymers*, vol. 10, no. 10, pp. 1129, 2018. https://doi.org/10.3390/polym10101129

[20] A. M. Abebe, G. D. Soraru, G. Thothadri, D. M. Andoshe, A. Zambotti, G. M. S. Ahmed, V. Tirth, and A. Algahtani, "Synthesis and characterization of high surface area transparent SiOC aerogels from hybrid silicon alkoxide: A comparison between ambient pressure and supercritical drying," *Materials*, vol. 15, no. 4, pp. 1277, 2022. https://doi.org/10.3390/ma15041277

[21] P. Lavin, "Optimization of ormosil thin films for sensor applications," *School of Physical Sciences, Dublin City University*, 1997.

[22] O. Kesmez, H. Erdem, E. Burunkaya, E. Arpac, "Preparation of antireflective SiO_2 nanometric films," *Ceramics International*, vol. 36, pp. 391–394, 2010. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2009.07.030

[23] X. Wang, J. Shen, "A review of contamination-resistant antireflective sol–gel coatings," *J Sol-Gel Sci Technol*, vol. 61, pp. 206–212, 2012. https://doi.org/10.1007/s10971-011-2615-4

[24] S. Cai, Y. Zhang, H. Zhang, H. Yan, H. Lv, B. Jiang. "Sol−Gel preparation of hydrophobic silica antireflective coatings with low refractive index by base/acid two-step catalysis," *ACS applied materials & interfaces*, vol. 6, pp. 11470−11475, 2014. https://doi.org/10.1021/am501972y

JOURNAL OF METALLORGICAL 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
M. Mirjalili	Associate 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 Metallorgical 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

CONTENTS

A Numerical Investigation on the Stability of Porous Steel Columns under Axial Loading 1
Javad piri - Ali Mohammad Naserian-Nik - Hamid Sazegaran

Machine Learning-Based Modeling of Metal Additive Manufacturing Processes Using Data Augmentation and Ensemble Learning 13

A Brief Review of Mechanical Properties of Metal Sheets processed by Equal Channel Angular Rolling Process 35
Asiyeh Habibi

Effect of Solidification Rate on Mechanical and Corrosion Behavior of Zn-xAl Biodegradable Alloys 59
Zeynab Ahmadi - Reza Taghiabadi - Morteza Saghafi Yazdi

Synthesis of Graphene-based Photocatalyst Nanocomposites Combined with Nickel Ferrite and Nickel Oxide in order to Remove the Toxic Dyes of Acid Black and Acid Brown 83
Kareem Khaleel Ibrahim Jburi - Amir Hoshang Ramezani

Effect of Polydimethylsiloxane (PDMS) on Silica Coating Produced by Sol-gel Method 97
Najme lari - Shahrokh Ahangarani

نشریه مهندسی متالورژی و مواد

شماره پیاپی: ۴۱

سال ۳۷، شماره ۱، ۱۴۰۵

ISSN 2008 -7462

Ferdowsi University
of Mashhad

JOURNAL OF METALLURGICAL AND MATERIALS ENGINEERING

Iron&Steel Society of Iran

A Numerical Investigation on the Stability of Porous Steel Columns under Axial Loading 1
Javad piri - Ali Mohammad Naserian-Nik
Hamid Sazegaran

Machine Learning-Based Modeling of Metal Additive Manufacturing Processes Using Data Augmentation and Ensemble Learning 13
Nima Ayobi - Reza Mahboobi Esfanjani
Ahmad Akbari - Habib Badri Ghavifekr

A Brief Review of Mechanical Properties of Metal Sheets processed by Equal Channel Angular Rolling Process 35
Asiyeh Habibi

Effect of Solidification Rate on Mechanical and Corrosion Behavior of Zn-xAl Biodegradable Alloys 59
Zeynab Ahmadi - Reza Taghiabadi
Morteza Saghafi Yazdi

Synthesis of Graphene-based Photocatalyst Nanocomposites Combined with Nickel Ferrite and Nickel Oxide in order to Remove the Toxic Dyes of Acid Black and Acid Brown 83
Kareem Khaleel Ibrahim Jburi
Amir Hoshang Ramezani

Effect of Polydimethylsiloxane (PDMS) on Silica Coating Produced by Sol-gel Method 97
Najme lari - Shahrokh Ahangarani

Serial No. 41

Vol. 37, No. 1
spring, 2026