

Nondestructive Inspection of Agglomeration Defects in Polymer-Based Nano-Composites Using Laser Interferometry Method

Mohamad Tizmaghz Nejad ¹  | Davood Akbari ²  | Milad Mohammadian ³ 

1. Department of Mechanical Engineering, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran.
2. Department of Mechanical Engineering, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran.
E-mail: daakbari@modares.ac.ir
3. Department of Mechanical Engineering, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran.

Article Information:

Research Article

Received 13 Nov. 2022

Revised 4 Dec. 2022

Accepted 14 Dec. 2022

Keywords:

Shearography,
Laser Interferometry,
Nanocomposites,
Dispersion,
Agglomeration, Defects
Detection.

ABSTRACT

Mass production of nanocomposites is not possible without proper methods for non-destructive health inspection of these products. It is obvious that the aggregation and agglomeration of nanoparticles in the polymer matrix have a great effect on the quality of the nanocomposite piece. In this article, the accumulation of carbon nanotubes in nanocomposite parts has been investigated with laser interferometry method. This non-contact method is based on the reflection of the laser beam from the sample surface. In this regard, samples with carbon nanotube accumulation defects were made in the epoxy matrix. Also, thermal loading by a halogen lamp has been used for non-contact excitation of these samples. The results prove the capability and feasibility of detecting the nano particle accumulations using the laser interferometric method. Moreover, an acceptable band for both adjustable parameters of the process including loading size and shear distance were found.

Cite this article: Tizmaghz Nejad, M., Akbari, D., & Mohammadian, M. (2023). Nondestructive Inspection of Agglomeration Defects in Polymer-Based Nano-Composites Using Laser Interferometry Method. *Journal of Nondestructive Testing Technology*, 3 (11), 52-63. <http://doi.org/10.30494/JNDT.2022.370177.1106>

بازرسی غیرمخرب عیب تجمع ذرات در نانوکامپوزیت‌های زمینه پلیمری با استفاده از روش تداخل سنجی لیزری

محمد تیزمغزنزاد^۱ | داود اکبری^۲ | میلاد محمدیان^۳

۱. دانشکده مکانیک، دانشگاه تربیت مدرس، تهران، ایران.

۲. دانشگاه تربیت مدرس، تهران، ایران. رایانامه: daakbari@modares.ac.ir

۳. دانشکده مکانیک، دانشگاه تربیت مدرس، تهران، ایران.

چکیده:

تولید انبوه نانوکامپوزیت‌ها بدون وجود روش‌های مناسب برای بازرسی غیرمخرب سلامت این محصولات ممکن نمی‌باشد. بدیهی است که تجمع و کلوخه‌ای شدن ذرات نانو در زمینه پلیمری در کیفیت قطعه نانوکامپوزیتی تأثیر بسزا دارد. در این مقاله، تجمع نانولوله‌های کربنی در قطعات نانوکامپوزیتی به کمک روش تداخل‌سنجی لیزری بررسی شده است. این روش، یک تکنیک غیرتماسی و مبتنی بر بازتاب نور لیزر از سطح بوده که قادر است با تشخیص ناپیوستگی‌های ناشی از یک بارگذاری اندک، عیوب را در سطوح زیرین قطعات شناسایی کند. در این راستا، نمونه‌های دارای عیب تجمع نانولوله‌های کربنی در ماتریس اپوکسی ساخته شدند. همچنین از بارگذاری حرارتی توسط لامپ هالوژنی برای تحریک غیرتماسی این نمونه‌ها استفاده شد. نتایج بدست آمده از آزمایش‌های تجربی حاکی از قابلیت و امکان‌پذیری تشخیص عیب تجمع ذرات نانو با استفاده از روش تداخل‌سنجی لیزری است. همچنین، محدوده‌ای قابل-تشخیص برای دو پارامتر اصلی فرآیند شامل اندازه بارگذاری و فاصله برش تعیین شد.

اطلاعات مقاله:

مقاله پژوهشی

تاریخ دریافت:

۱۴۰۱/۰۸/۲۳

تاریخ بازنگری:

۱۴۰۱/۰۹/۱۲

تاریخ پذیرش:

۱۴۰۱/۰۹/۲۲

کلیدواژگان:

برش‌نگاری،

تداخل‌سنجی لیزری،

نانوکامپوزیت،

پراکنش،

تجمع ذرات،

عیب‌یابی.

استناد: تیزمغزنزاد، محمد؛ اکبری، داود؛ و محمدیان، میلاد (۱۴۰۱). بازرسی غیرمخرب عیب تجمع ذرات در نانوکامپوزیت‌های زمینه پلیمری با استفاده از روش تداخل سنجی لیزری. *مجله فناوری آزمون‌های غیرمخرب*، ۳ (۱۱)، ۶۳-۵۲.

<http://doi.org/10.30494/JNDT.2022.370177.1106>

۱- مقدمه

در دهه‌ی آخر قرن بیستم، زمینه جدیدی تحت عنوان نانوکامپوزیت^۱ وارد عرصه علم و فناوری کامپوزیت‌ها شد. نانوکامپوزیت‌ها مواد مرکبی هستند که حداقل یکی از اجزای تشکیل دهنده آن‌ها دارای ابعادی در محدوده نانومتر (بین ۱ تا ۱۰۰ نانومتر) باشد. این کامپوزیت‌ها به دلیل تغییر در ترکیب و ساختار مواد در مقیاس نانومتری و ارائه خواص ویژه و بی‌نظیر نسبت به مواد کامپوزیتی در مقیاس‌های متداول، در سال‌های اخیر پیشرفت‌های چشم‌گیری داشته‌اند. بر اساس نوع ماده زمینه، نانوکامپوزیت‌ها به سه دسته پایه سرامیکی، پایه فلزی و پایه پلیمری تقسیم می‌شوند. بین نانوکامپوزیت‌های فوق، بیشترین توجه به نانوکامپوزیت‌های پایه پلیمری معطوف است. یکی از دلایل گسترش نانوکامپوزیت‌های پلیمری، خواص مکانیکی، شیمیایی و حرارتی بی‌نظیر آن است. نانوکامپوزیت‌های پلیمری عموماً دارای استحکام بالا، وزن کم، پایداری حرارتی بالا، رسانایی الکتریکی بالا و مقاومت شیمیایی بالا هستند. دلیل دیگر توسعه و محبوبیت نانوکامپوزیت‌های پایه پلیمری به عنوان یک زمینه تحقیقاتی، کشف نانولوله‌های کربنی^۲ در سال ۱۹۹۱ است. استحکام و مدول یانگ بالا، چگالی پایین و خواص الکتریکی نانولوله‌های کربنی به طور قابل ملاحظه‌ای با نانولوله‌های گرافیت و دیگر مواد پرکننده تفاوت دارد [۱-۳]. این پرکننده‌ها، مساحت بین سطحی ابرگسترده‌ای را در واحد حجم میان ماتریس پلیمری و جزء نانو فراهم می‌آورند. در نتیجه، کامپوزیت‌های تقویت شده با نانولوله‌ی کربن چقرمگی مضاعفی بدون تضعیف سفتی یا کاهش شفافیت نوری دارند. همچنین، این مواد از پایداری گرمایی و اکسایشی بیشتر، نفوذناپذیری و خواص مکانیکی بهتر و نیز خواص منحصربه‌فردی برخوردارند [۴، ۵، ۶]. نانوکامپوزیت‌های نانولوله‌ی کربنی به طور گسترده در نازل و دماغه فضاپیما، قطعات جت‌های جنگنده، دیسک ترمزهای ماشین‌های مسابقه، راکتورهای هسته‌ای، مواد عایق حرارتی، اجزای موتور پیشرفته توربینی و قطعات در معرض دمای بالا و محیط‌های خورنده، مورد استفاده قرار می‌گیرند [۷-۹].

بسیاری از خواص مذکور در نانوکامپوزیت‌های تقویت شده با نانولوله کربنی به مراحل ساخت نانوکامپوزیت، خصوصیات نانولوله، چسبندگی آن‌ها به ماده زمینه و خصوصاً مقدار و نحوه توزیع یکنواخت نانوذرات و تجمع آن‌ها در فاز [۱۰]. عدم توزیع یکنواخت نانوذرات و تجمع آن‌ها در فاز زمینه نانوکامپوزیت‌ها، موجب افزایش انرژی سطحی آن‌ها و در نتیجه کاهش خواص مکانیکی نانوکامپوزیت‌ها می‌شود. لذا یکی از قابل توجه‌ترین محدودیت‌ها در ساخت و تولید این مواد، پدیده تجمع ذرات نانو یا کلوخه‌ای شدن^۳ می‌باشد [۱۰، ۱۱]. نانولوله‌ها معمولاً به دلیل برهمکنش‌های واندروالسی هنگام تشکیل کامپوزیت‌ها تمایل به تجمع و کلوخه‌ای شدن دارند [۱۰، ۱۲]. بنابراین پراکنش^۴ و جهت‌گیری آن‌ها در ماتریس پلیمری بسیار مشکل است.

تجمع نانولوله‌های کربنی و یا به عبارت دیگر کلوخه‌ای شدن آن‌ها یکی از رایج‌ترین عیوب و مشکلات موجود در ساخت قطعات نانوکامپوزیتی است [۱۳، ۱۴]. به منظور بررسی و مشاهده این پدیده معمولاً از تصاویر حاصل از روش‌های طیف نورسنجی پرتو ایکس (XPS) و میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) استفاده می‌شود [۱۵]. این روش‌ها به دلیل حساسیت بالا به محیط، نیاز به آماده‌سازی سطحی و گران قیمت بودن در حد یک ابزار آزمایشگاهی و غیرقابل حمل باقی مانده‌اند که مناسب مشاهده خصوصیات مورفولوژی و ترکیب نمونه در لایه‌های سطحی می‌باشند. لذا بازرسی سلامت ساختار و کیفیت ساخت و تولید محصولات نانوکامپوزیتی پایه پلیمری با توجه به کاربرد روزافزون آنان در صنایع حساس یک امر ضروری می‌باشد. آزمون‌های غیرمخرب گزینه‌ای مناسب برای بازرسی و ارزیابی کیفی این مواد هستند. یکی از روش‌های بالقوه نوین و غیرمخرب که به طور گسترده می‌تواند جهت ارزیابی کامپوزیت‌های پایه پلیمری مورد استفاده قرار گیرد، روش تداخل سنجی لیزری یا برشنگاری دیجیتالی است [۱۶-۱۸]. این روش با استفاده از تداخل سنجی نور لیزر و ضبط تصاویری از سطح نمونه، قادر به ثبت گرادیان جابه‌جایی سطوح و در نتیجه ارائه اطلاعاتی از شرایط داخلی قطعه می‌باشد [۱۸]. از مزایای

³ Agglomeration

⁴ Dispersion

¹ Nanocomposite

² Carbon-Nanotubes (CNT)

روش حرارت‌نگاری جهت بازرسی نمونه‌های نانوکامپوزیتی دارای عیب تجمع ذرات با مقادیر مختلف، استفاده نموده‌اند. آن‌ها در دو پژوهش جداگانه از روش پالس ترموگرافی بدین منظور استفاده کردند [۲۹، ۳۰].

آنچنان که از مطالعه پژوهش‌های قبلی می‌توان نتیجه گرفت، بررسی کیفیت مواد نانوکامپوزیتی با استفاده از روش‌های آزمون غیرمخرب و مخصوصاً روش برش‌نگاری همچنان به عنوان یک خلاء پژوهشی باقی مانده است. در این مقاله، عیب کلوخه‌ای شدن نانولوله‌های کربنی چندجداره^۷ در نمونه‌های پایه اپوکسی با استفاده از روش برش‌نگاری دیجیتالی مورد بازرسی غیرمخرب قرار گرفته است. در این راستا، یک چیدمان تداخل‌سنجی لیزری که قادر به ثبت گرادیان‌های جابه‌جایی خارج از صفحه می‌باشد تهیه شده است. همچنین، چهار نمونه‌ی نانوکامپوزیتی دارای کلوخه‌های ذرات نانو که بصورت غیرکنترل‌شده و عمدی درون آن‌ها ایجاد شده، تهیه شده است. علاوه بر مواردی که ذکر شد، یکی از چالش‌های بهکارگیری روش برش‌نگاری تغییر یافتن مقادیر قابل قبول و یا به عبارتی قابل تشخیص پارامترهای اصلی و قابل تنظیم آن شامل اندازه بارگذاری و فاصله برش است که بسته به جنس نمونه‌ها متفاوت می‌باشد. لذا در این مقاله، ناحیه‌ای قابل-تشخیص از دو پارامتر اصلی اندازه بارگذاری و فاصله برش برای این نمونه‌ها تعیین شده است.

۲- ساخت نمونه‌های آزمون تجربی

در ابتدا نانولوله‌های کربنی عمل‌آوری‌شده (۲ درصد وزنی) در استون توزیع شده و به مدت ۴۵ دقیقه در حمام فراصوت قرار داده شد. سپس رزین اپوکسی به این مخلوط اضافه گردید. مخلوط حاصل به مدت ۹۰ دقیقه بر روی همزن مغناطیسی هم زده شد. پس از آن مخلوط تحت خلا در دمای ۶۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴ ساعت قرار داده شده تا استون به طور کامل حذف گردد. عامل پخت تری اتیلن تترا آمین به مخلوط اضافه شده و به مدت ۱۵ دقیقه فرآیند هم زدن با استفاده از یک همزن مکانیکی ادامه داده شد. سپس، مطابق روند فوق اپوکسی دارای ۶ درصد وزنی رزین تهیه شده و به منظور شبیه‌سازی تجمع نانوذرات در ۴

قابل توجه برش‌نگاری که این روش را متمایز می‌سازد می‌توان به اندازه‌گیری مستقیم مشتقات جابه‌جایی، غیرتماسی بودن، تمام ناحیه‌ای بودن، عدم حساسیت به ارتعاشات محیطی، عدم نیاز به آمادگی سطحی پیچیده، دقت و سرعت بالا، اشاره کرد [۱۹].

برش‌نگاری در سال ۱۹۷۰ در نتیجه تحقیقات لیندرتز^۱ در راستای توسعه روش تمام‌نگاری ابداع شد. توه^۲ [۲۰] و همکاران از این روش برای تعیین ابعاد و عمق عیوب در ورق‌های کامپوزیتی تقویت‌شده با الیاف شیشه استفاده نمودند. آنها از تغییرات و تمرکز گرادیان جابه‌جایی در ناحیه عیب در اثر اعمال بارگذاری عیب جهت تشخیص عیب استفاده کردند که این امر به منشا اصلی کاربرد برش‌نگاری در تشخیص عیوب تبدیل شد.

اکبری^۳ و همکاران طی چند پژوهش مروری قابلیت‌های برش‌نگاری در بازرسی عیوب در مواد مرکب را مورد بررسی و بحث قرار دادند [۲۱-۲۳]. تیزمغزنژاد^۴ و اکبری در پژوهشی به بهینه‌سازی پارامترهای برش‌نگاری در بازرسی ترک در مواد مرکب تقویت‌شده با الیاف کربن و شیشه پرداختند [۲۴]. علاوه بر این، سازگار^۵ و همکاران در تحقیقاتی به قابلیت برش‌نگاری لیزری در بازرسی عیوب زیرسطحی در مواد مرکب تقویت‌شده با الیاف کربن پرداخته‌اند [۲۵، ۲۶].

همچنین پژوهش‌هایی که تاکنون در بررسی سلامت سازه‌های تقویت شده با نانولوله‌های کربنی و آزمون‌های غیرمخرب تاکید داشته‌اند بسیار محدود بوده است. در چندین پژوهش، به‌منظور بررسی و پایش سلامت ساختار کامپوزیت‌ها از قرار دادن نانولوله‌های کربنی درون الیاف‌ها استفاده کرده‌اند. نانولوله‌های کربنی به علت خواص الکتریکی منحصر به فردشان، امکان پایش سلامت سازه با استفاده از یک سری روش‌های مخصوص را فراهم می‌آورند [۲۷، ۲۸].

بازرسی مواد نانوکامپوزیتی به کمک روش‌های غیرمخرب بسیار محدود بوده است. پانتانو^۶ و همکاران از

¹ Lindertz

² Toh

³ Akbari

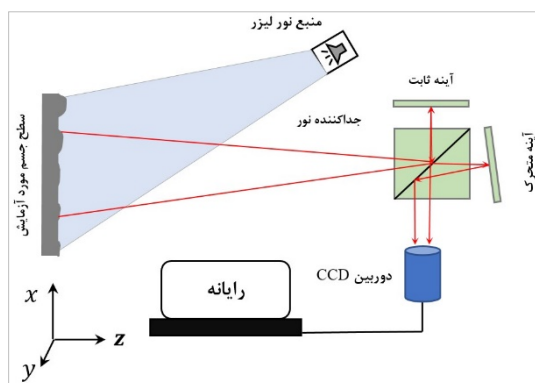
⁴ Tizmaghz Nejad

⁵ Sazgar

⁶ Pantano

⁷ Multiwall carbon nano-tubes bundles

محدوده قطبی ساونت. در مقاله حاضر، مطابق شکل (۲) از تداخلگر مایکلسون اصلاح‌شده [۳۱] بدین منظور استفاده گردید. در این روش، فاصله و جهت برش را می‌توان از طریق دوران آینه متحرک حول یکی از محورهای x و y تنظیم کرد.



شکل (۲) شماتیک چیدمان برشنگاری و تداخلگر مایکلسون

چیدمان تداخلسنجی موردنظر با ثبت تغییرات شدت نور بازتابی از سطح جسم که ناشی از اعمال تنش و تغییر شکل جزئی آن و متعاقباً تغییر مسیر نوری لیزر است، قادر به ارائه اطلاعاتی در خصوص گرادیان جابه‌جایی سطح نمونه است. شدت نور ثبت شده در دوربین CCD¹ پس از تداخل دو تصویر از رابطه زیر بدست می‌آید [۳۲]:

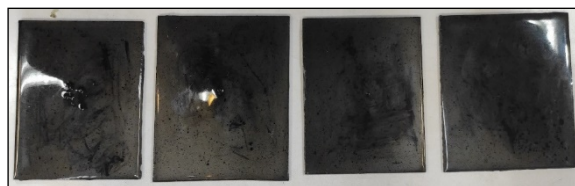
$$I = 2I_0[1 + \gamma \cdot \cos\varphi(x, y)] \quad (1)$$

که در آن I شدت نور تداخلی، I_0 شدت نور متوسط زمینه، γ مدول تداخل و φ اختلاف فاز تصادفی بین تصاویر برش خورده در هر نقطه می‌باشد. شدت نور ثبت شده توسط حسگر دوربین CCD، مطابق شکل (۳) حاصل بازتاب امواج نوری بازتابی از دو نقطه روی سطح نمونه است که به اندازه فاصله برش از یکدیگر جدا شده‌اند.

هرگونه تغییر شکل نسبی ناشی از ایجاد تنش در نمونه منجر به ایجاد جابه‌جایی سطحی در نمونه خواهد شد. لذا ایجاد اختلاف در مسیر موج نور از سطح جسم تا صفحه دوربین به دلیل تغییر شکل جزئی ناشی از بارگذاری، باعث اختلاف فاز امواج رسیده به هر نقطه شده و تغییر شدت نور تصویر را در پی دارد. شدت نور تداخلی در هر نقطه از الگوی لکه‌ای پس از اعمال بارگذاری و تغییر شکل جزئی سطحی

سطح مختلف به گونه‌ای که نمونه شماره ۱ حاوی کلوخه‌های بزرگتری از نانولوله‌ی کربن بوده و با سرنگ در مرکز نمونه‌های ساخته شده اضافه گردید. در انتهای فرآیند اختلاط، بعد از گاززدایی در یک آون خلا، مخلوط حاصل به قالب سیلیکونی منتقل شده و در دمای ۱۲۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت عملیات پخت انجام شد و در نهایت به مدت ۱۶ ساعت در دمای ۱۲۰ درجه سانتیگراد قرار گرفت.

اپوکسی مورد استفاده، سامانه دو جزئی مایع شامل رزین اپوکسی (EPON™ Resin 828) و سخت کننده پپیریدین (Piperidine) به ترتیب ساخت شرکت‌های (Shell) و (Lovochemie) می‌باشد. نانولوله‌های کربنی چندجداره با طول ۵-۱۰ نانومتر و قطر خارجی ۱۵-۷ نانومتر ساخت شرکت (Sigma-Aldrich) مورد استفاده قرار گرفته است. تری اتیلن تتراآمین به عنوان عامل پخت و استون (C₃H₆O) از شرکت (Merck) آلمان می‌باشد. تصویر نمونه‌های مورد آزمایش در شکل (۱) قابل مشاهده است.



شکل (۱) نمونه‌های نانوکامپوزیتی مورد آزمایش به ترتیب از چپ؛ نمونه شماره ۱، ۲، ۳ و ۴

۳- روش آزمایش

۳-۱ مبانی و معادلات حاکم

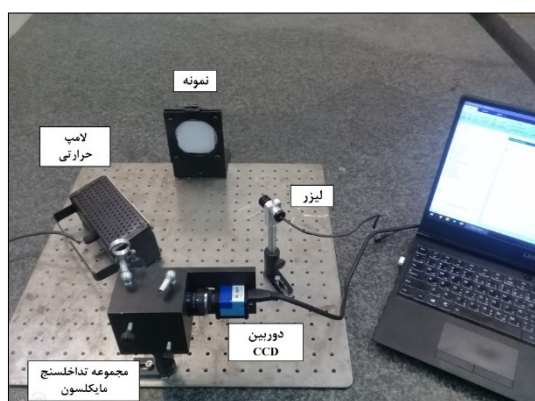
برشنگاری یکی از روش‌های نوین تداخلسنجی لیزری است که بر مبنای تداخل دو جبهه نور لیزر بازتاب شده از سطح جسم عمل می‌کند و نتیجه آن یک الگوی هاله‌ای حاصل از عملیات پردازش تصویر بر روی الگوهای تداخلی برشی از سطح جسم می‌باشد. تداخل موردنظر توسط یک دستگاه تداخل‌سنج ایجاد می‌شود که منجر به ایجاد یک تصویر لکه‌ای حاوی نقاط تاریک و روشن حاصل از برهم‌نهی دو تصویر کاملاً مشابه از سطح نمونه با اندکی جابه‌جایی عرضی (به اندازه فاصله برش) نسبت به هم می‌باشد. روش‌های متعددی جهت اعمال تداخل موردنیاز وجود دارند از جمله؛ منشور ولستون، گوه شیشه‌ای، منشور گوه‌ای و

¹ Charge Coupled Device

شده، می‌تواند معیاری برای اندازه‌گیری و یا پیش‌بینی مقدار بارگذاری لازم باشد.

۳-۲ شرح روش و چیدمان تجربی

در این مقاله، یک چیدمان خارج از صفحه برش‌نگاری مطابق شکل (۳) ایجاد شد. ابتدا با استفاده از یک منبع نور لیزر با طول موج ۶۵۵ نانومتر و توان ۳۵ میلی‌وات سطح نمونه روشن می‌شود. همچنین برای ایجاد فرایند برش از یک تداخلگر مایکلسون استفاده شد. در این حالت یک تصویر لکه‌ای از سطح نمونه به عنوان تصویر مرجع توسط دوربین CCD با رزولوشن ۳/۲ مگاپیکسل ثبت می‌شود. سپس با استفاده از یک لامپ هالوژنی ۱۰۰۰ وات بارگذاری حرارتی به میزان مشخصی برحسب ثانیه به قطعه موردنظر اعمال می‌شود. در این حالت دومین تصویر لکه‌ای بعد از تحریک و تغییر شکل جزئی نمونه از سطح آن تهیه شده و در سیستم رایانه‌ای موردنظر ذخیره می‌گردد. با محاسبه تفاضل ماتریس تصاویر لکه‌ای از یکدیگر در نرم‌افزار متلب، یک الگوی هاله‌ای سیاه و سفید تشکیل می‌گردد که نقاط روی هاله‌ها نشان دهنده نواحی هم‌کرنش و هم‌فاز می‌باشند [۳۴].



شکل ۳ تصویر چیدمان برش‌نگاری مورد استفاده

هنگامی که قطعه تحت تنش قرار می‌گیرد، در نقاطی که ناپیوستگی وجود داشته باشد، تمرکز تنش به‌وجود آمده و این تمرکز تنش سبب افزایش گرادیان‌های جابه‌جایی صفحه‌ای در اطراف آن ناحیه خواهد شد. در این راستا، جسم موردنظر را تحت نوعی از بارگذاری‌های فشار خلاء، آکوستیکی، ارتعاشی، حرارتی، مکانیکی و ... قرار می‌دهند [۳۶، ۳۵]. در مقاله حاضر، از بارگذاری حرارتی جهت

در نمونه، به صورت زیر محاسبه خواهد شد:

$$I' = 2I_0[1 + \gamma \cdot \cos(\varphi'(x, y) + \Delta)] \quad (2)$$

که در آن $\varphi'(x, y)$ اختلاف فاز تصاویر برش خورده پس از بارگذاری نمونه و Δ تغییر فاز هر نقطه ناشی از تغییر شکل نسبی می‌باشد. با محاسبه اختلاف بین شدت نور قبل و بعد از بارگذاری، هاله‌های برش‌نگاری با شدت نور جدید به صورت زیر محاسبه می‌گردد:

$$I_s = I' - I = 4I_0\gamma \left[\sin\left(\varphi + \frac{\Delta}{2}\right) + \sin\left(\frac{\Delta}{2}\right) \right] \quad (3)$$

که در آن شدت نور (I_s) در هر پیکسل اندازه‌گیری می‌شود و بر اساس آن جابه‌جایی سطح بدست خواهد آمد. از آنجا که تصویر نمی‌تواند مقادیر روشنایی منفی اختیار کند، قدرمطلق I_s برای نمایش الگوی هاله‌ای مورد استفاده قرار می‌گیرد [۳۳]. چنانچه $\Delta = 2n\pi$ باشد که در آن $n = 0, 1, 2, \dots$ شماره هاله‌ها را مشخص می‌کند، اگر مقدار I_s صفر شود، هاله‌های تاریک مشاهده می‌گردد. بین هر دو هاله تاریک متوالی، یک منطقه روشن ایجاد می‌شود که در نتیجه آن، یک الگوی هاله‌ای روشن و تاریک متوالی تشکیل می‌شود. از طرفی وجود مقدار $\sin\left(\varphi + \frac{\Delta}{2}\right)$ در معادله (۳) که فاز تصادفی ناشی از تداخل اولیه می‌باشد، باعث پدید آمدن نویز شدیدی در الگوها می‌شود. کاهش کیفیت هاله‌ها در نقاط حساس، باعث ایجاد دشواری در تشخیص الگوهای اصلی می‌گردد. مقداری از نویز ایجاد شده را می‌توان با استفاده از روش‌های مختلف پردازش تصاویر مانند فیلترینگ کاهش داد.

اگر زوایای تابش و بازتابش تقریباً هم‌راستا بوده و عمود بر سطح نمونه باشند، سیستم برش‌نگاری تنها به مشتقات جابه‌جایی خارج از صفحه حساس خواهد بود. در این حالت مشتق جابه‌جایی خارج از صفحه برابر خواهد بود با:

$$\frac{\partial w}{\partial x} = \frac{\lambda \Delta}{4\pi \delta x} \quad (4)$$

بنابراین در این حالت می‌توان با اعمال بارگذاری مناسب خارج از صفحه، گرادیان خارج از صفحه مناسب برای تشخیص‌پذیر نمودن عیوب زیرسطحی را ایجاد کرد. تحلیل کمی هاله‌های برش‌نگاری و گرادیان خارج از صفحه ایجاد

تحریک نمونه‌ها استفاده شد. از این رو، با توجه به اختلاف شدید خواص حرارتی نانولوله‌های کربنی، کلوخه‌های نانولوله‌ی کربن و ماتریس اپوکسی، در نقاطی که تجمع نانوذرات وجود دارد قطعه دچار ناپیوستگی می‌شود [۳۷-۳۹]. در نتیجه از آنجا که سیستم برشنگاری موردنظر کرنش‌های خارج از صفحه ناشی از بارگذاری حرارتی را اندازه‌گیری می‌کند، با مشاهده و تفسیر الگوهای هاله‌ای حاصل می‌توان به وجود و یا عدم وجود کلوخه‌ها و یا به عبارت دیگر تجمع نانولوله‌های کربنی پی‌برد.

۴- نتایج و بحث

عیب کلوخه‌ای شدن نانولوله‌های کربنی در نمونه‌های نانوکامپوزیتی همانطور که شرح داده شد در حین ساخت نمونه‌ها ایجاد شد. کلوخه‌ای شدن علاوه بر افزایش چگالی نانوذرات در برخی نقاط، موجب کاهش سطح تماس بین ذرات نانو و ماده زمینه می‌شود که این امر منجر به افت شدید خواص فیزیکی، مکانیکی، رسانایی و شیمیایی ماده نانوکامپوزیتی خواهد شد. لذا با کلوخه‌ای شدن نانولوله‌های تقویت‌کننده در فاز زمینه، یک نوع ناپیوستگی در ساختار قطعه ایجاد می‌شود. همچنین با توجه به نوع تحریک مورد استفاده در این مقاله، و به‌منظور درک بهتر نتایج، لازم است تفاوت شدید هدایت حرارتی نانولوله‌های کربنی چندجداره^۱ (MWCNTs) و کلوخه‌های نانولوله‌های کربنی چندجداره مورد بحث قرار بگیرد. چندین آزمایش [۳۰-۳۲] نشان داده اند که رسانایی حرارتی نانولوله‌های کربنی چند جداره در حدود $1K-1-600 \pm 100 Wm$ و بسیار کمتر از پیشبینی‌های تئوری است. علاوه بر این، به صورت تجربی [۳۷-۳۹] ثابت شد که اتصال در دسته‌های نانولوله‌های کربنی چند جداره، این هدایت حرارتی را تا $150 \pm 15 Wm$ -1 کاهش می‌دهد. تمام تفاوت‌هایی که ذکر شد موجب ایجاد ناپیوستگی در ساختار ماده شده و لذا این ناپیوستگی‌ها محل تمرکز تنش‌ها و کرنش‌های ناشی از انبساط حرارتی خواهند بود که وجود آن‌ها در ماده خطرناک و زمینه‌ساز شکست می‌باشد.

بعد از آماده‌سازی نمونه‌ها، روش تداخل‌سنجی لیزری برشی جهت شناسایی نقاط محل تجمع نانوذرات به‌صورت

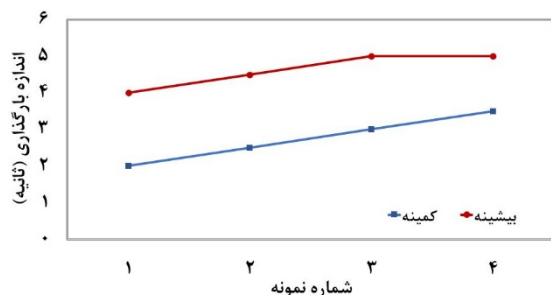
باتوجه به اینکه کوچکترین تغییرات سطح در سیستم برشنگاری مورد استفاده قابل ثبت است، بارگذاری بصورت کنترل شده بر حسب ثانیه و با دقت بالا انجام پذیرفت. همچنین طبق مشاهدات تجربی، عکسبرداری هنگام خنک شدن نمونه منجر به کسب نتایج بهتری نسبت به عکسبرداری هنگام حرارت‌دهی شد. دلیل این امر، اجتناب از هرگونه شوک حرارتی و آلودگی نوری ناشی از لحظات ابتدائی روشن نمودن لامپ حرارتی بود.

فاصله و جهت برش به عنوان دیگر پارامترهای قابل تنظیم و مهم برشنگاری، نقش اساسی در نتایج و تشکیل هاله‌ها ایفا می‌کنند. از آنجا که شکل و هندسه ناپیوستگی بر پارامترهای فاصله و جهت برش و همچنین اندازه بارگذاری اثرگذار است و از طرفی، باتوجه به هندسه نامتقارن، غیریکنواخت و ناهمسان ناپیوستگی‌های موجود در این نمونه‌ها، محدوده وسیعی از اندازه بارگذاری و فاصله برش امتحان شد. همچنین، جهت برش در هر دو محورهای X و Y در نظر گرفته شد.

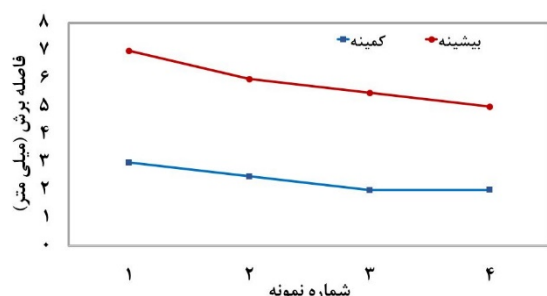
سطوح و مقادیر مورد استفاده برای هر دو پارامتر اندازه بار و فاصله برش در آزمایش‌های تجربی در جدول (۱) آورده شده است. مطابق جدول (۱)، متغیرهای موردنظر در شش سطح اعمال و بررسی شدند. پس از انجام آزمایش‌های تجربی، نتایج بازرسی از طریق مشاهده و تحلیل الگوهای

¹ Multi wall carbon nano-tubes (MWCNTs)

باشد. علاوه بر این، طبق نمودار شکل (۵)، نمونه شماره ۴ به محدوده نسبتاً کوچکتری از فاصله برش نیاز دارد که این امر نیز می‌تواند ناشی از کوچکتر بودن کلوخه‌های این نمونه باشد.



شکل ۴ محدوده قابل تشخیص اندازه بارگذاری حرارتی



شکل ۵ محدوده قابل تشخیص اندازه فاصله برش

جهت برش نیز یکی دیگر از عوامل تاثیرگذار در نتایج برشنگاری می‌باشد. با توجه به وابستگی شدید جهت برش به جهت‌گیری عیب یا ناپیوستگی [۳۵، ۳۶، ۴۰] و از طرفی عدم کنترل و تصادفی بودن جهت قرارگیری کلوخه‌ها در این نمونه‌ها، در این مقاله، جهت برش در هر دو راستای X و Y در نظر گرفته شد.

شکل‌های (۶) تا (۹)، الگوهای هاله‌ای حاصل از آزمایش نمونه‌ها را نشان می‌دهند. برای اخذ این تصاویر نمونه‌های موردنظر حدود ۳ ثانیه حرارت‌دهی شده و فاصله برش برای همه آن‌ها برابر ۵ میلی‌متر در نظر گرفته شد. هر یک از تست‌ها در هر دو راستای X و Y تکرار شده است. همانطور که از تصاویر مشخص است، الگوهای هاله‌ای در نقاطی که تجمع ذرات وجود دارد، دچار فشردگی و تغییر شکل شده است. لذا با مشاهده تصاویر الگوهای هاله‌ای تشخیص عیب تجمع ذرات یا کلوخه‌های نانولوله‌ی کربن امکان‌پذیر است.

هاله‌های مرتبط با هر نمونه مورد ارزیابی قرار گرفت. همچنین عملکرد سطوح مختلف پارامترها نیز از همین طریق بررسی شد.

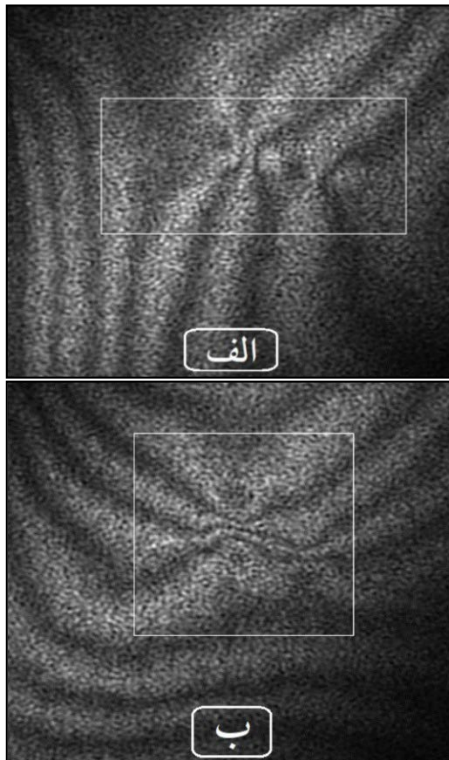
جدول ۱ سطوح مورد استفاده برای پارامترهای اصلی در

| آزمایش‌های تجربی | |
|--------------------------------------|-----------------------------------|
| اندازه بارگذاری حرارتی (برحسب ثانیه) | اندازه فاصله برش (برحسب میلی‌متر) |
| ۱ | ۱ |
| ۲ | ۲/۵ |
| ۳ | ۵ |
| ۴ | ۷/۵ |
| ۵ | ۱۰ |
| ۶ | ۱۲/۵ |

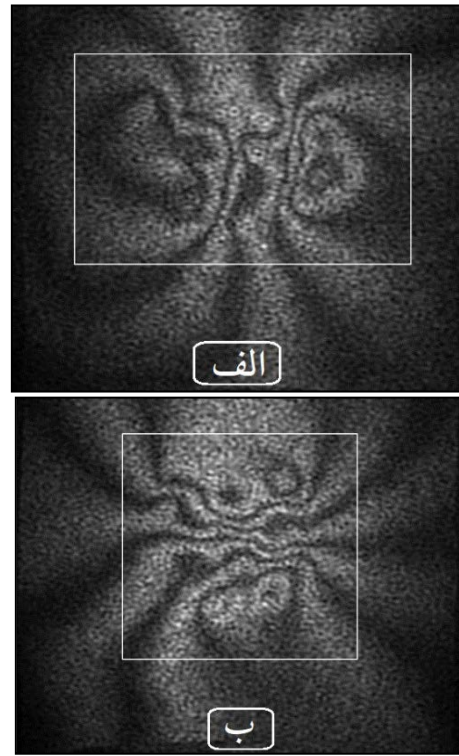
بر اساس نتایج حاصل از تست‌های تجربی، با افزایش زمان حرارت‌دهی به نمونه‌ها از ۱ به ۳ ثانیه، تشخیص عیب‌ها از روی تصاویر هاله‌ای بهتر شد. همچنین از ۳ ثانیه بارگذاری به بعد، تشخیص عیب‌ها دشوارتر و غیرممکن گردید. بنابراین، مقدار ۳ ثانیه حرارت‌دهی به عنوان اندازه بارگذاری برای نمونه‌های نانوکامپوزیتی انتخاب شد. همچنین مطابق آزمایش‌های تجربی، چنانچه فاصله برش بسیار کم و در حدود کمتر از ۲ میلی‌متر در نظر گرفته شود، الگوهای هاله‌های بسیار فشرده و غیرقابل تمیز خواهند شد. در مقابل، با اعمال فاصله برش بیش از ۵ میلی‌متر، هاله‌های مورد نظر از همدیگر دور شده و در نتیجه تشخیص عیب دچار مشکل می‌گردید. بنابراین، فاصله برش برای همه نمونه‌ها حدود ۵ میلی‌متر در نظر گرفته شد.

شکل‌های (۴) و (۵) نمودارهای مربوط به محدوده قابل شناسایی از پارامترهای اندازه بارگذاری حرارتی و فاصله برش را نمایش می‌دهد. این نمودارها حاصل اعمال سطوح مختلف از پارامترهای زمان حرارت‌دهی و فاصله برش می‌باشد که در جدول (۱) آمده است.

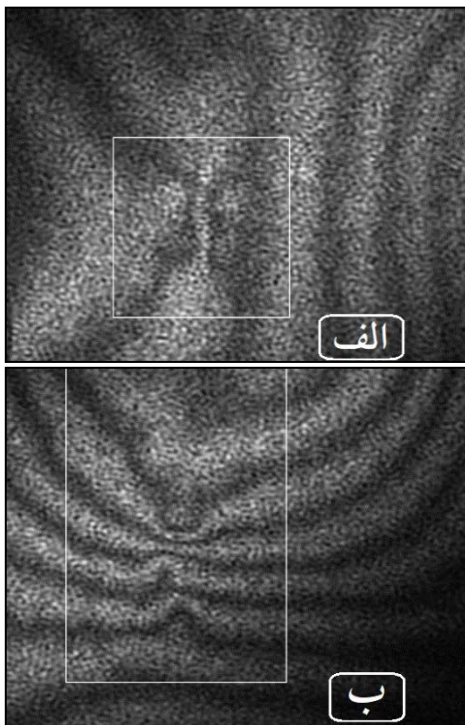
بر اساس نمودار شکل (۴)، نمونه شماره ۴ به مقدار بیشتری از بارگذاری حرارتی نیاز دارد. این می‌تواند ناشی از کوچکتر بودن کلوخه‌های موجود در این نمونه باشد. همچنین عمق کلوخه‌ها می‌تواند دلیل دیگری برای این امر



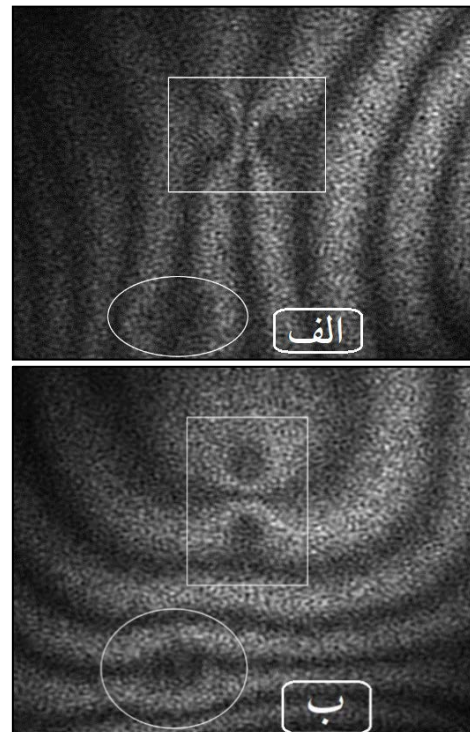
شکل ۸- الگوی هاله‌ای حاصل از آزمایش نمونه شماره ۳ تحت اعمال ۳ ثانیه بارگذاری و ۵ میلی‌متر فاصله برش در هر دو جهت؛ الف: X و ب: Y



شکل ۶- الگوی هاله‌ای حاصل از آزمایش نمونه شماره ۱ تحت اعمال ۳ ثانیه بارگذاری و ۵ میلی‌متر فاصله برش در هر دو جهت؛ الف: X و ب: Y



شکل ۹- الگوی هاله‌ای حاصل از آزمایش نمونه شماره ۴ تحت اعمال ۳ ثانیه بارگذاری و ۵ میلی‌متر فاصله برش در هر دو جهت؛ الف: X و ب: Y



شکل ۷- الگوی هاله‌ای حاصل از آزمایش نمونه شماره ۲ تحت اعمال ۳ ثانیه بارگذاری و ۵ میلی‌متر فاصله برش در هر دو جهت؛ الف: X و ب: Y

۶- تعارض منافع

هیچ‌گونه تعارض منافع توسط نویسندگان وجود ندارد.

۷- منابع

- [1] Thostenson, E. T., Ren, Z., & Chou, T. W. (2001). Advances in the science and technology of carbon nanotubes and their composites: a review. *Composites science and technology*, 61(13), 1899-1912.
- [2] Dai, H. (2002). Carbon nanotubes: opportunities and challenges. *Surface Science*, 500(1-3), 218-241.
- [3] Sun, Y. (2010). Mechanical properties of carbon nanotube/metal composites [PhD's thesis]. University of Central Florida, USA.
- [4] Janas, D., & Koziol, K. K. (2014). A review of production methods of carbon nanotube and graphene thin films for electrothermal applications. *Nanoscale*, 6(6), 3037-3045.
- [5] Choudhary, V., & Gupta, A. (2011). Polymer/carbon nanotube nanocomposites. *Carbon nanotubes-polymer nanocomposites*, 2011, 65-90.
- [6] Velasco-Santos, C., Martinez-Hernandez, A. L., & Castano, V. M. (2005). Carbon nanotube-polymer nanocomposites: The role of interfaces. *Composite Interfaces*, 11(8-9), 567-586.
- [7] Fitzer E. (1987). The Future of Carbon-Carbon Composites, *Carbon*, Vol. 25, No. 2, pp. 163-90.
- [8] Buckley, J. D., & Edie, D. D. (1977). Carbon-carbon: an overview. Chap, 1, 1-18.
- [9] Manocha L. M., Warriar A., Manocha S. and Sathiyamoorthy D. (2005) Development of High Conductivity Carbon-Carbon Composite Materials for Advanced Nuclear Reactors, Nineteenth Annual Conference of Indian Nuclear Society.
- [10] Rubel, R. I., Ali, M. H., Jafor, M. A., & Alam, M. M. (2019). Carbon nanotubes agglomeration in reinforced composites: A review. *AIMS Materials Science*, 6(5), 756-780.
- [11] Prolongo, S. G., Campo, M., Gude, M. R., Chaos-Morán, R., & Ureña, A. (2009). Thermo-physical characterisation of epoxy resin reinforced by amino-functionalized carbon nanofibers. *Composites Science and Technology*, 69(3-4), 349-357.
- [12] Wang, D., & Chen, L. (2010). Temperature and pH-responsive "smart" carbon nanotube dispersions. In *Carbon Nanotubes* (pp. 27-38). Humana Press.
- [13] Inam, F., & Peijs, T. (2007). Re-agglomeration of carbon nanotubes in two-part epoxy system;

همانطور که تصاویر موجود در شکل‌های (۶) تا (۹) گویا است، الگوهای هاله‌ای مربوط به نمونه شماره ۱ و ۲ قابل تمیزتر می‌باشند. علت آن بیشتر بودن یا بزرگتر بودن کلوخه‌های نانولوله‌ی کربنی است. چرا که هر چه این کلوخه‌ها بزرگتر باشند، تمرکز کرنش‌های ناشی از انبساط حرارتی پیرامون آن نیز بیشتر است و در نتیجه تشخیص آن از روی تصاویر هاله‌ای راحتتر می‌باشد.

مطابق نتایج بدست آمده می‌توان نتیجه گرفت که وجود کلوخه‌های نانولوله‌های کربن در نانوکامپوزیت‌های پایه پلیمری از طریق روش برشنگاری به‌خوبی قابل تشخیص و بازرسی است. لذا از این روش می‌توان به عنوان ابزاری جهت بازرسی کیفی نانوکامپوزیت‌ها استفاده نمود. یکی دیگر از قابلیت‌های برشنگاری تخمین اندازه و عمق ناپیوستگی‌ها و همچنین اندازه‌گیری کمی کرنش‌های به‌وجود آمده است. در این راستا، دست یابی به اطلاعات فازی تصاویر هاله‌ای مورد نیاز می‌باشد که می‌تواند در تحقیق‌های بعدی مورد توجه قرار بگیرد.

۵- نتیجه‌گیری

در این مقاله، از روش تداخل‌سنجی لیزری برای تشخیص عیب تجمع ذرات در نانوکامپوزیت‌های نانولوله-کربنی استفاده شد. در این راستا چهار نمونه نانوکامپوزیتی با مقادیر مختلفی از کلوخه‌های نانولوله‌ی کربن تهیه شدند. با توجه به اختلاف شدید خواص حرارتی ماده زمینه، نانولوله‌های کربن و کلوخه‌های نانولوله‌ی کربن، از بارگذاری حرارتی به‌وسیله لامپ هالوژنی استفاده گردید. طی آزمایش‌های تجربی، علاوه بر تشخیص عیوب موردنظر، محدوده‌ای قابل تشخیص برای دو متغیر اصلی و قابل کنترل برشنگاری شامل اندازه بارگذاری و فاصله برش تعیین شد. در نهایت همه نمونه‌ها با اعمال ۳ ثانیه بارگذاری و ۵ میلی‌متر فاصله برش با موفقیت مورد بازرسی قرار گرفتند. بدین ترتیب، قابلیت برشنگاری دیجیتالی در تشخیص عیب تجمع ذرات در نانوکامپوزیت‌های پایه پلیمری اثبات شد. همچنین در پژوهش‌های آتی با دسترسی به اطلاعات فازی تصاویر هاله‌ای، می‌توان به اندازه‌گیری‌های کمی مانند اندازه‌گیری کرنش و تخمین تنش‌های پسماند در این مواد پرداخت.

- Testing Technology. 2020; 2 (7) :14-23. (in Persian)
- [26] Sazgar A, Amiri M, SoleymaniNatanzi M . Evaluation of X-Ray Radiography, Laser Shearography and I.R. Thermography in the defect detection of the Carbon Reinforced Polymer Composite Panels. *Nondestructive Testing Technology*. 2019; 2 (8) :78-85. (in Persian)
- [27] Zhang, W., Sakalkar, V., & Koratkar, N. (2007). In situ health monitoring and repair in composites using carbon nanotube additives. *Applied physics letters*, 91(13), 133102.
- [28] Alexopoulos, N. D., Bartholome, C., Poulin, P., & Marioli-Riga, Z. (2010). Structural health monitoring of glass fiber reinforced composites using embedded carbon nanotube (CNT) fibers. *Composites Science and Technology*, 70(2), 260-271.
- [29] Pantano, A., Montinaro, N., Cerniglia, D., Micciulla, F., Bistarelli, S., Cataldo, A., & Bellucci, S. (2019). Novel non-destructive evaluation technique for the detection of poor dispersion of carbon nanotubes in nanocomposites. *Composites Part B: Engineering*, 163, 52-58.
- [30] Montinaro, N., Fustaino, M., & Pantano, A. (2020). Carbon Nanotubes Dispersion Assessment in Nanocomposites by Means of a Pulsed Thermographic Approach. *Materials*, 13(24), 5649.
- [31] di Scalea, F. L., Spicer, J. B., & Green, R. E. (2000). Electronic shearography with thermal loading for detecting debonds in thick polyurethane/steel panels for marine applications. *Research in nondestructive evaluation*, 12(1), 43-52.
- [32] Steinchen, W., Yang, L., Kupfer, G., & Mäkel, P. (1998). Non-destructive testing of aerospace composite materials using digital shearography. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part G: Journal of Aerospace Engineering*, 212(1), 21-30.
- [33] Lopes, H., Ferreira, F., Dos Santos, J. A., & Moreno-García, P. (2014). Localization of damage with speckle shearography and higher order spatial derivatives. *Mechanical Systems and Signal Processing*, 49(1-2), 24-38.
- [34] Yang, L., Chen, F., Steinchen, W., & Hung, M. Y. (2004). Digital shearography for nondestructive testing: potentials, limitations, and applications. *Journal of Holography and Speckle*, 1(2), 69-79.
- [35] Nejad, M. T., Akbari, D., & Tirband, H. (2020). Investigation of Plane Defects in Carbon Fiber Reinforced Polymers Using Digital Shearography. influence of the concentration.
- [14] Song, W. S. (2016). Percolation, Electrical Conductivity, and EMI Shield Analysis of CNT Composites.
- [15] Ganesan, V., & Deepak, A. (2013, July). Synthesis, characterization and applications of some nanomaterials. In *International Conference on Advanced Nanomaterials & Emerging Engineering Technologies* (pp. 1-6). IEEE.
- [16] Tizmaghz, N. M., AKBARI, D., & Ghobadi, S. (2021). Capability of Digital Shearography in Crack Defect Inspection. (Persian)
- [17] Tizmaghznejad M, Akbari D. Non-destructive Inspection of Subsurface Cracks in Carbon-fiber and Glass-fiber Reinforced Polymeric Materials Using Digital Shearography Method. *Modares Mechanical Engineering*. 2022; 22 (5) :311-322. (Persian)
- [18] Hung, M. Y. (2002). Nondestructive Testing Using Shearography. *Recent Advances in Experimental Mechanics*, 397-408.
- [19] Francis, D., Tatam, R. P., & Groves, R. M. (2010). Shearography technology and applications: a review. *Measurement science and technology*, 21(10), 102001.
- [20] S. L. Toh, F. S. Chau, V. P. Shim, C. J. Tay, H. M. Shang, Application of sheagraphy in nondestructive testing of composite plates, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 23, No. 3, pp. 267-275, 1990.
- [21] Banakar F, Akbari D. Investigation of digital shearography for the defect detection of different materials. *Nondestructive Testing Technology*. 2018; , Vol. 2, No. 3, pp. 8-22. (in Persian)
- [22] Mirzaahmadi S, Akbari D. A Review on Non-Destructive Identification of Defects in Fiber Reinforced Polymeric Base Composites. *Nondestructive Testing Technology*. 2019; 2 (5) :14-29. (in Persian)
- [23] Tizmaghz M, Akbari D, Ghobadi S. Capability of Digital Shearography in Crack Defect Inspection. *Nondestructive Testing Technology*. 2021; 2 (8) :41-61. (in Persian)
- [24] Tizmaghz M, Akbari D, Non-destructive Inspection of Subsurface Cracks in Carbon-fiber and Glass-fiber Reinforced Polymeric Materials Using Digital Shearography Method, *Modares Mechanical Engineering*. 2022, 22(5): 311-322. (in Persian)
- [25] Sazgar A, Amiri M. Application of the laser shearography in the non-destructive evaluation of the defects in the flat and curved surfaces made of carbon fiber composites. *Nondestructive*

- The 6th Iranian International NDT Conference.
- [36] Akbari, D., & Soltani, N. (2013). Investigation of loading parameters in detection of internal cracks of composite material with digital shearography. *World Applied Sciences Journal*, 21(4), 526-535.
- [37] Berber, S., Kwon, Y. K., & Tománek, D. (2003). Bonding and energy dissipation in a nanohook assembly. *Physical review letters*, 91(16), 165503.
- [38] Aliev, A. E., Lima, M. H., Silverman, E. M., & Baughman, R. H. (2009). Thermal conductivity of multi-walled carbon nanotube sheets: radiation losses and quenching of phonon modes. *Nanotechnology*, 21(3), 035709.
- [39] Pradhan, N. R., Duan, H., Liang, J., & Iannacchione, G. S. (2009). The specific heat and effective thermal conductivity of composites containing single-wall and multi-wall carbon nanotubes. *Nanotechnology*, 20(24), 245705.
- [40] Wang, Y., Gao, X., Xie, X., Wu, S., Liu, Y., & Yang, L. (2016). Simultaneous dual directional strain measurement using spatial phase-shift digital shearography. *Optics and Lasers in Engineering*, 87, 197-203.