

# استانداردهای تضمین کیفیت مواد گرافیتی برای کاربرد در صنایع هوافضا

جلیل پوراسد  
ناصر احسانی  
مهدی نامنی

چکیده:

تاریخ دریافت: ۹۴/۰۲/۲۸  
تاریخ پذیرش: ۹۴/۰۳/۰۲

گرافیت، آلوتروپی از کربن بوده که دارای نظم کریستالوگرافی سه‌بعدی دامن‌ه‌ی بلند است. با توجه به ساختار ویژه و برخورداری از خواص فیزیکی، مکانیکی و حرارتی فوق‌العاده‌ی گرافیت از جمله دانسیته‌ی کم، ضریب انبساط حرارتی پایین و هدایت حرارتی بالا، مقاومت به شوک حرارتی مناسب، مقاومت به سایش حرارتی- مکانیکی زیاد، قابلیت ماشین‌کاری مناسب و حفظ خواص فیزیکی و مکانیکی در گستره‌ی بالایی از دما، که در صنایع هوافضا نظیر قطعات موتورهای سوخت جامد استفاده می‌شود. از این رو آگاهی از روش‌های بازرسی گرافیت ضروری می‌نماید. در مقاله‌ی حاضر روش‌های آزمون و بازرسی گرافیت شامل دانسیته و تخلخل، توزیع ابعاد حفرات، تعیین مقاومت ویژه‌ی الکتریکی و تخمین دمای گرافیتاسیون، آنالیز فازی گرافیت و تعیین مؤلفه‌های کریستالی، آنالیز وزن‌سنج گرمایی، افت وزنی اکسیداسیون، تعیین مقاومت به شعله‌ی اکسی‌استیلن، ضریب انبساط حرارتی، نفوذ حرارتی و هدایت حرارتی، استحکام فشاری، استحکام کششی و استحکام خمشی بیان‌شده و استانداردهای مربوط به هر کدام بیان می‌شود.

واژگان کلیدی:

گرافیت، استاندارد، روش آزمون، صنایع هوافضا، استانداردهای تضمین کیفیت

## ۱) مقدمه

اصطلاح "گرافیت" به یک ماده‌ی ایده‌آل اطلاق می‌شود که دارای ساختار گرافیت کامل است و نقصی ندارد. به‌طوری‌که گرافیت از روی هم قرارگرفتن لایه‌های صفحه‌ای موازی تشکیل شده است که درون هر صفحه، اتم کربن با سه اتم دیگر با پیوند کووالانسی (سیگما) تشکیل یک شبکه هگزاگونال پیوسته را می‌دهد و الکترون ظرفیتی چهارم هیبریدی با یک الکترون از صفحه‌ی مجاور که موقعیت مشخصی ندارد، جفت می‌شود و یک پیوند ضعیف واندروالس را تشکیل می‌دهد. فاصله‌ی بین لایه‌ها بیش از دو برابر فاصله‌ی اتم‌ها در درون لایه‌ها و حدود دو برابر شعاع کربن واندروالس است. البته در حال حاضر، اصطلاح گرافیت به‌صورت مصطلح برای مواد گرافیتی استفاده می‌شود که در

واقع "کربن‌های گرافیتی" هستند که شامل کربن با ساختار گرافیتی بوده و دارای تعدادی عیوب ساختاری هستند و در مقابل آن اصطلاح "کربن‌های غیرگرافیتی" وجود دارد که شامل اتم‌های کربن با شبکه‌های هگزاگونال صفحه‌ای هستند که نظم خود را در جهت عمود بر صفحات گرافیتی از دست داده‌اند. با این تفاوت بنیادی، این دو گروه از مواد با هم متفاوت بوده و ویژگی‌ها و کاربردهای خاص خود را دارند [۱]. در حال حاضر استفاده از اصطلاح گرافیت برای مواد گرافیتی مرسوم‌شده است به‌طوری‌که در فناوری مواد کربنی طبق استاندارد ASTM C709، گرافیت بدین‌صورت تعریف می‌شود: ماده‌ای شامل عنصر غالب کربن که با توجه به نتایج پراش اشعه ایکس<sup>۱</sup> (XRD) دارای نظم کریستالوگرافی سه‌بعدی دامن‌ه بلند است [۲].

1. X-ray Diffraction

امروزه قطعات گرافیتی با توجه به ساختار ویژه و برخورداری از خواص فیزیکی، مکانیکی و حرارتی فوق‌العاده به دلایل ذیل مورد توجه قرار گرفته‌اند:

- گرافیت خواص مکانیکی خود را در محیط غیراکسیدی تا دمای  $2500^{\circ}\text{C}$  حفظ می‌کند، در حالی که در دمای کمتر از  $1600^{\circ}\text{C}$  سایر مواد نظیر پلیمرها، سوپراآلیاژهای فلزی و برخی از سرامیک‌ها، خواص مکانیکی خود را از دست داده و شروع به ضعیف‌شدن می‌کنند.

- در مقایسه با تمام مواد از جمله سوپراآلیاژها با دانسیته‌ی  $8\text{gr/cm}^3$ ، از دانسیته‌ی کمتری در حدود  $2\text{gr/cm}^3$  برخوردار هستند.

- دارای ضریب انبساط حرارتی پایین و هدایت حرارتی نسبتاً بالایی هستند، در نتیجه مقاومت آن‌ها در برابر شوک حرارتی عالی است.

- ضریب اصطکاک آن‌ها مناسب است.

- ظرفیت گرمایی آن‌ها بالا (۲/۵ برابر فولاد) و استحکام آن‌ها در دمای بالا در حد دو برابر فولاد است.

- مقاومت به سایش حرارتی- مکانیکی آن‌ها بالا است.

- قابلیت ماشین‌کاری مناسب داشته و می‌توانند به قطعات با اشکال پیچیده تولیدشده و مورد استفاده قرار گیرند.

- عدم واکنش‌پذیری در محیط‌های احیایی و شیمیایی و حفظ خواص فیزیکی و مکانیکی در گستره‌ی بالایی از دما مزیت دیگر آن‌ها است [۱، ۳، ۴].

با توجه به ویژگی‌های فوق، قطعات گرافیتی از دهه‌ی ۱۹۶۰ میلادی، در صنایع هوافضا کاربردهای گسترده‌ای یافته‌اند به طوری که در قطعات حساس نازل‌های موتورهای سوخت جامد نظیر Castor IIA، Antares IIIA، X259 Antares II، Altair IIIA، Condor و Star 37Y به کار گرفته شده‌اند [۵-۷].

با این حال با توجه به آنکه آلوتروپی‌های بسیاری از کربن ایجاد می‌شود و روش‌های متنوعی برای ساخت گرافیت به کار می‌رود، شناخت کامل آن برای کاربرد در هوافضا ضروری می‌نماید. چنانکه برای تحویل گرافیت

هوافضا نه تنها دانسیته، بلکه بسیاری از پارامترهای دیگر نظیر مؤلفه‌های کریستالی، خواص حرارتی و خواص مکانیکی نیز باید مورد توجه قرار گیرد [۳-۵]. در این مقاله استانداردهای آزمون گرافیت با کاربرد هوافضا، مورد بررسی قرار می‌گیرد و روش‌های تضمین کیفیت گرافیت ارائه می‌گردد. امید است مقاله حاضر مورد استفاده پژوهشگران، مهندسين طراح و تولیدکنندگان اجزای سامانه‌های هوافضا جهت تحقیق و توسعه، کنترل تولید و تضمین کیفی محصول قرار گیرد و راهنمایی برای انتخاب گرافیت مناسب با کاربرد هوافضا باشد.

## ۲) تعیین خواص فیزیکی و الکتریکی

### ۲-۱) دانسیته و تخلخل

استانداردهای ASTM C838 [۸] و ASTM C559 [۹] برای تعیین دانسیته بالک گرافیت معرفی شده است که با تقسیم وزن قطعه‌ی مکعبی بر حجم حاصل از اندازه‌گیری ابعادی به دست می‌آید اما برای تعیین دانسیته‌ی ظاهری، تخلخل ظاهری و نیز تعیین دقیق دانسیته‌ی بالک گرافیت، استانداردهای ASTM C373 [۱۰] و ASTM C1039 [۱۱] به کار می‌رود. مبنای استاندارد ASTM C373 روش ارشمیدس است که در آن نمونه‌های گرافیت در آب مقطر جوشان به مدت پنج ساعت غوطه‌ور شده، سپس به مدت ۲۴ ساعت در آب مقطر با دمای محیط در حدود  $25^{\circ}\text{C}$  نگه داشته می‌شوند. وزن نمونه در حالت غوطه‌ور در آب (S) اندازه‌گیری شده، سپس نمونه از آب خارج شده و آب اضافی سطح آن با ابر برداشته می‌شود تا وزن اشباع نمونه (M) نیز به دست آید. نمونه‌ها با استفاده از خشک‌کن حرارتی در دمای  $110^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲۴ ساعت خشک‌شده و وزن خشک آن‌ها (D) با استفاده از ترازوی دیجیتال دقیق با دقت  $0.0001\text{gr}$  اندازه‌گیری می‌شود.

درصد تخلخل ظاهری<sup>۱</sup> (P) نمونه که درصد حجم تخلخل باز به حجم کلی<sup>۲</sup> است، از معادله‌ی (۱)

1. Apparent Porosity  
2. Exterior Volume

به دست می آید:

$$P = \frac{M-D}{M-S} \times 100 \quad \text{معادله ۱}$$

دانسیتته ظاهری<sup>۱</sup> (T) نمونه که بخش نفوذناپذیر آن به آب است، برحسب گرم بر سانتیمتر مکعب از معادله‌ی (۲) حاصل می‌شود:

$$T = \frac{D}{D-S} \quad \text{معادله ۲}$$

دانسیتته بالک<sup>۲</sup> (B) نمونه که نسبت وزن نمونه به حجم کلی آن است، از معادله‌ی (۳) محاسبه می‌شود:

$$B = \frac{D}{M-S} \quad \text{معادله ۳}$$

در روش استاندارد ASTM C1039 [۱۱] نیز از روابط فوق استفاده می‌شود، اما غوطه‌وری گرافیت به این ترتیب انجام می‌گیرد که ابتدا نمونه‌ها در مخزن فشار تحت خلأ (۱ mmHg) Pa 133 به مدت ۳۰ دقیقه قرار داده می‌شوند. سپس نمونه از آب اشباع‌شده و تحت فشار ۲۰۰ kPa به مدت چهار ساعت نگاه‌داشته می‌شوند. پس از کاهش فشار تا یک اتمسفر، نمونه‌ها به مدت یک ساعت در آب نگاه‌داشته‌شده و وزن نمونه در حالت غوطه‌ور در آب (S)، وزن اشباع (M) و وزن خشک آن‌ها (D) تعیین می‌شود.

#### ۲-۲) توزیع ابعاد حفرات

برای پوشش‌دهی گرافیت و بررسی مقاومت به حرارت آن، توزیع اندازه‌ی حفرات نقش مهمی ایفا می‌کنند. توزیع ابعاد حفرات پایه‌ی گرافیتی با استفاده از دستگاه تخلخل‌سنجی جیوه براساس استاندارد ASTM D4284 [۱۲] به دست می‌آید. در این روش، جیوه با فشار بالا تا حدود ۲۰۰۰ bar وارد تخلخل‌های نمونه گرافیت‌شده و با اندازه‌گیری میزان فشار لازم برای مقابله با کشش سطحی جیوه و ورود آن به تخلخل، قطر حفرات طبق معادله‌ی (۴) محاسبه می‌شود.

$$d = \frac{-4\gamma \cdot \cos \theta}{P} \quad \text{معادله ۴}$$

که در آن؛

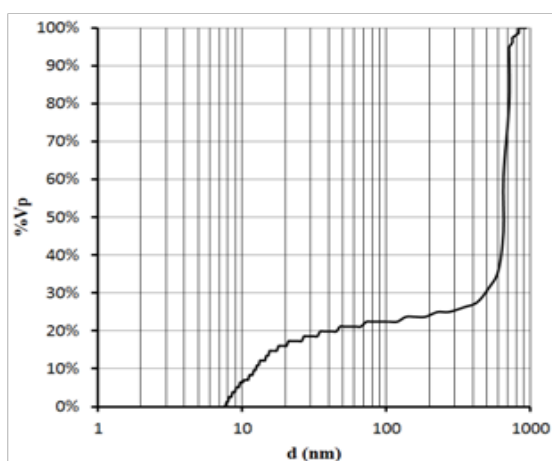
d: معادل قطر حفره،

$\gamma$ : کشش سطحی جیوه برابر ۴۸۰ mN/m،

$\theta$ : زاویه تماس بین جیوه و پایه‌ی گرافیت برابر ۱۴۱/۳ درجه و

P: فشار مطلق برای نفوذ جیوه است.

در روش تخلخل‌سنجی جیوه، حتی تخلخل با ابعاد حدود سه نانومتر نیز شناسایی می‌شوند. مثالی از توزیع تجمعی اندازه‌ی حفرات که براساس استاندارد ASTM D4284 [۱۲] و با استفاده از دستگاه تخلخل‌سنجی جیوه (Carlo Erba Porosimeter 2000) بر یک نوع گرافیت انجام‌شده است، در شکل (۱) آمده است که نشان می‌دهد بیشترین درصد حفرات دارای قطر ۶۰۰ تا ۷۰۰ نانومتر هستند.



شکل ۱: مثالی از توزیع تجمعی اندازه‌ی حفرات گرافیت

#### ۲-۳) تعیین مقاومت ویژه الکتریکی و تخمین دمای گرافیتاسیون

استاندارد ASTM C611 [۱۳] برای تعیین مقاومت ویژه الکتریکی<sup>۳</sup> گرافیت به کار می‌رود. نمونه‌ی گرافیتی به شکل لوله، میله یا مکعب مستطیل تهیه می‌شود. سطح آن‌ها باید عاری از هر عیب ظاهری بوده و تا زبری ۰/۸ میکرون صاف و صیقلی شوند. همچنین طول نمونه‌ها باید حداقل شش برابر قطر یا عرض آن باشد. با اعمال جریان الکتریکی در دو وجه روبرو، طبق رابطه‌ی ذیل مقاومت الکتریکی ویژه محاسبه می‌شود:

$$\rho = \frac{R \cdot A}{L} \quad \text{معادله ۵}$$

1. Apparent Specific Gravity
2. Bulk Density
3. Specific Electrical Resistivity (SER)

که در آن؛

$p$ : مقاومت الکتریکی ویژه بر حسب میلی اهم متر،

$R$ : مقاومت الکتریکی ماه با سطح مقطع یکنواخت بر حسب اهم،

$A$ : سطح مقطع نمونه بر حسب میلی متر مربع و

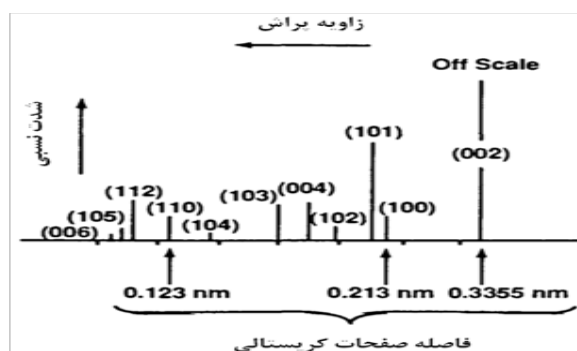
$L$ : فاصله‌ی بین دو نقطه‌ی تماسی بر حسب میلی متر.

همچنین مطابق پیوست A3 استاندارد ASTM C781 [۱۴] از محاسبات مقاومت الکتریکی ویژه می‌توان دمای گرافیتاسیوت قطعات را تخمین زد. به طوری که نمونه‌های ساخته شده قبل از فرایند گرافیتاسیون، در بازه‌ی دمایی ۲۴۰۰ تا ۳۱۰۰ درجه‌ی سلسیوس به مدت نیم ساعت تحت عملیات حرارتی قرار گرفته و با بررسی افزایش مقاومت الکتریکی ویژه بر حسب دمای عملیات حرارتی، دمای گرافیتاسیون نمونه‌ها تخمین زده می‌شود. در صورت تغییر مواد اولیه، ترکیب مواد و فرایند ساخت، مقادیر مقاومت الکتریکی ویژه و دمای گرافیتاسیون نیز تغییر می‌کند.

### ۳) آنالیز پراش اشعه‌ی ایکس (XRD)

#### ۱-۳) آنالیز فازی گرافیت

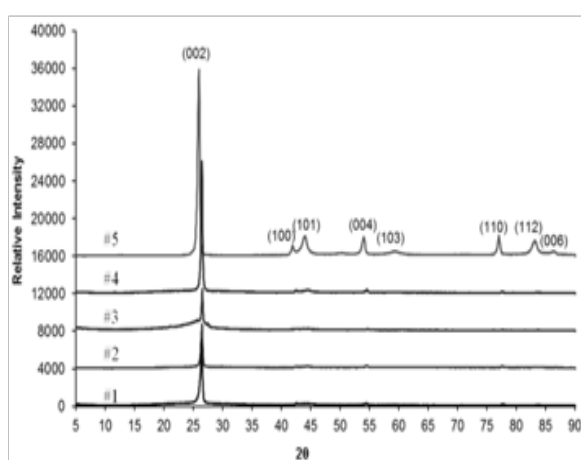
برای انجام آنالیز فازی گرافیت، نمونه‌هایی از آن، با استفاده از هاون چینی تا مش ۲۰۰ آسیاب شده و مطابق با استاندارد ASTM D5187 [۱۵] و ISO 20203 [۱۶] با استفاده از دستگاه پراش اشعه ایکس (XRD) با گام ۰/۰۲ درجه از زاویه‌ی  $2\theta$  برابر ۵ تا ۹۰ درجه، طیف‌سنجی می‌شوند. همان طور که در شکل (۲) نشان داده شده است، صفحات اصلی در الگوی پراش اشعه‌ی ایکس گرافیت، صفحات (۰۰۲)، (۰۰۴) و (۱۰۱) هستند [۱].



شکل ۲: شماتیک الگوی پراش گرافیت هگزاگونال [۱]

به منظور شناسایی فازی نتایج حاصل از پراش اشعه‌ی ایکس (XRD) می‌تواند از نرم افزار X'Pert Highscore تولید شرکت PANalytical B.V. استفاده کرد که در آن طیف‌های حاصل، بر اساس داده‌های مرکز بین‌المللی اطلاعات پراش<sup>۱</sup> (ICDD) تحلیل می‌شوند.

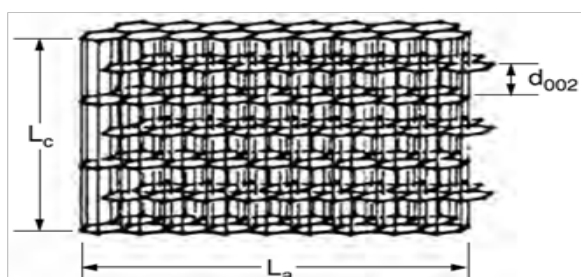
مثالی از الگوی پراش اشعه‌ی ایکس (XRD) چند گرافیت مختلف که با دستگاه Philips مدل PW1800 با منبع Cu به طول موج  $K\alpha$  برابر ۰/۱۵۴۰۶ نانومتر به دست آمده، در شکل (۴) نشان داده شده است.



شکل ۳: مثالی از الگوی پراش اشعه‌ی ایکس چند گرافیت مختلف

#### ۲-۳) تعیین مؤلفه‌های کریستالی

همان طور که در شکل (۴) نشان داده شده است، فاصله‌ی صفحات کریستالی گرافیت در جهت اصلی (۰۰۲) ( $d_{(002)}$ )، ارتفاع (ضخامت) کریستالی گرافیت ( $L_c$ ) و قطر کریستالی گرافیت ( $L_a$ ) از مؤلفه‌های مهم کریستالی گرافیت هستند.



شکل ۴: ساختار گرافیت کامل [۵]

از قانون براگ<sup>۱</sup> طبق معادله<sup>۶</sup> برای محاسبه‌ی فاصله‌ی صفحات کریستالی گرافیت در جهت اصلی (۰۰۲) ( $d_{(002)}$ ) بر حسب نانومتر استفاده می‌شود:

$$d_{(002)} = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \quad \text{معادله ۶}$$

که در آن؛

$\lambda$ : طول موج پراش اشعه  $K_{\alpha 1}$  مس بوده و برابر با ۰/۱۵۴۰۵۹۸ nm است و

$\theta$ : زاویه‌ی پراش اشعه‌ی ایکس برحسب رادیان است [۳-۴].

برای محاسبه متوسط ارتفاع (ضخامت) کریستالی گرافیت ( $L_c$ ) برحسب نانومتر از معادله‌ی شرر<sup>۲</sup> طبق معادله‌ی (۷) استفاده می‌شود:

$$L_c = \frac{K\lambda}{\beta \sin\theta} \quad \text{معادله ۷}$$

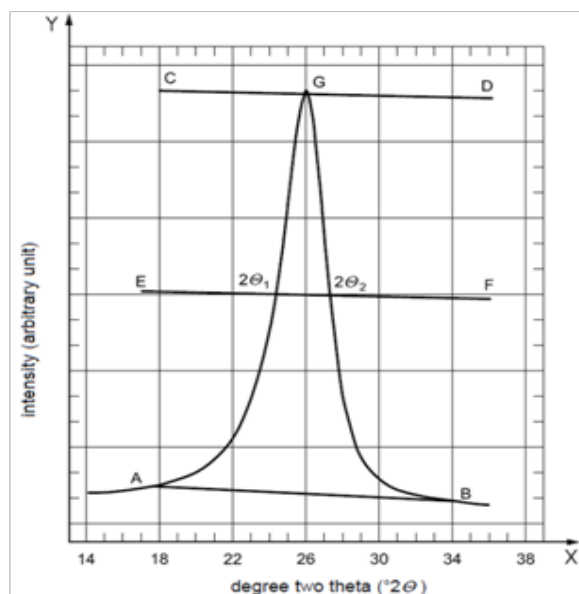
که در آن:

$K$ : ثابت شرر برابر با ۰/۸۹،

$\lambda$ : طول موج پراش اشعه  $K_{\alpha 1}$  مس بوده و برابر با ۰/۱۵۴۰۶ nm است،

$\theta$ : زاویه پراش اشعه‌ی ایکس و

$\beta$ : عرض ارتفاع پیک پراش<sup>۳</sup> صفحه (۰۰۲) در زاویه‌ی پراش ۲θ برحسب رادیان است که طبق استاندارد ISO 20203 [۱۶] شکل (۵) به دست می‌آید.



شکل ۵. نحوه‌ی تعیین عرض ارتفاع پیک پراش [۱۶]

4. Degree of Graphitization

برای محاسبه‌ی متوسط قطر کریستالی گرافیت ( $L_a$ ) برحسب نانومتر از قانون شرر طبق معادله‌ی (۸) استفاده می‌شود:

$$L_a = \frac{K\lambda}{\beta \sin\theta} \quad \text{معادله ۸}$$

که در آن:

$K$ : ثابت شرر برابر با ۱/۸۴،

$\lambda$ : طول موج پراش اشعه‌ی  $K_{\alpha 1}$  مس بوده و برابر با ۰/۱۵۴۰۶ nm است،

$\theta$ : زاویه پراش اشعه‌ی ایکس و

$\beta$ : عرض ارتفاع پیک پراش صفحه‌ی (۱۱۰) در زاویه‌ی پراش ۲θ برحسب رادیان است که طبق استاندارد ISO 20203 [۱۶] شکل (۵) به دست می‌آید [۳، ۱۷].

درجه‌ی گرافیتاسیون<sup>۴</sup> ( $g$ ) که معیاری از نزدیکی ساختار کریستالی گرافیت نمونه به گرافیت ایده‌آل است، از معادله‌ی (۹) به دست می‌آید:

$$g = \frac{3.440 - d_{(002)}}{3.440 - 3.354} \times 100 \quad \text{معادله ۹}$$

که در آن ( $d_{(002)}$ ) فاصله‌ی صفحات کریستالی گرافیت در جهت اصلی (۰۰۲) است.

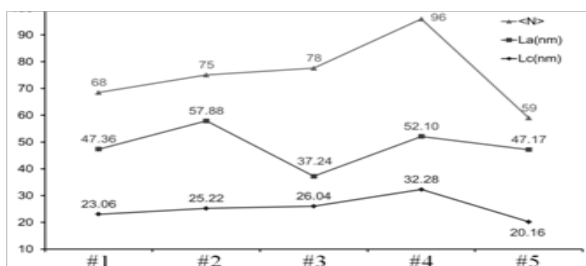
همچنین متوسط تعداد لایه‌های آروماتیکی ( $N$ ) از معادله‌ی (۱۰) محاسبه می‌شود:

$$N = \frac{L_c}{d_{(002)}} \quad \text{معادله ۱۰}$$

که در آن:

( $d_{(002)}$ ): فاصله صفحات کریستالی گرافیت در جهت اصلی (۰۰۲) و

$L_c$ : متوسط ارتفاع کریستالی گرافیت است [۱۷، ۱۸].  
مثالی از مؤلفه‌های کریستالی چند نوع گرافیت در شکل (۶) آمده است.



شکل ۶: مؤلفه‌های کریستالی چند نوع گرافیت

1. Bragg's Law
2. Scherrer's Equation
3. Full Width at Half Maximum Height (FWHM)

## ۴) خواص حرارتی

### ۴-۱) آنالیز وزن سنج گرمایی

برای بررسی وزن سنج گرمایی (TGA) نمونه‌های گرافیتی، مطابق استاندارد ASTM D6559 [۱۹] نمونه‌ای از آن‌ها بریده شده و به صورت استوانه به قطر ۵۰ میلی‌متر با ارتفاع ۵۰ میلی‌متر ماشین‌کاری می‌شود. آنالیز حرارتی با نرخ جریان گاز ۲۵۰ لیتر بر ساعت برای نمونه به قطر ۵۰ میلی‌متر در محفظه‌ی حرارتی به قطر داخلی ۱۰۰ میلی‌متر انجام می‌شود. همچنین با استفاده از نمودار آنالیز وزن سنج گرمایی گرافیت، دمایی که در آن کاهش ۱۵ درصد وزن واقع می‌شود ( $T_{15}$ ) محاسبه می‌شود و با استفاده از نمودار مشتق آنالیز وزن سنج گرمایی گرافیت، دمایی آفرورزش<sup>۱</sup> ( $T_f$ ) و دمایی که در آن حداکثر نرخ کاهش وزن رخ می‌دهد<sup>۲</sup> ( $T_m$ ) به دست می‌آید [۲۰].

### ۴-۲) افت وزنی اکسیداسیون

افت وزنی گرافیت طی اکسیداسیون با استفاده از استاندارد ASTM C1179 [۲۱] به دست می‌آید. پیشنهاد می‌شود کوره مورد استفاده برای آزمون قبل از تعیین افت وزنی طی اکسیداسیون، به مدت یک ساعت در دمایی ۱۰۹۳ درجه‌ی سلسیوس قرار داده شود. این آزمون تنها برای مقایسه‌ی نمونه‌ها با یکدیگر قابل استفاده است. نمونه‌های آزمون به قطر و طول ۲۵/۴ میلی‌متر هستند که در کوره با محیط هوا به دمایی ۳۷۱ تا ۶۷۷ درجه‌ی سلسیوس قرار داده می‌شوند. زمان آزمون ۱۰۰ ساعت بوده و هر ۲۵ ساعت یک سری نمونه از کوره خارج شده و توزین می‌شود. درصد افت وزنی نمونه‌ی گرافیت طی اکسیداسیون (M) از معادله‌ی (۱۱) به دست می‌آید:

$$\%M = 100 \times \left[ 1 - \left( \frac{B-T}{A-T} \right) \right] \quad \text{معادله‌ی ۱۱}$$

که در آن؛

A: وزن نمونه و بوته‌ی قبل از آزمون،

B: وزن نمونه و بوته‌ی پس از آزمون و

T: وزن بوته است.

### ۴-۳) تعیین مقاومت به شعله‌ی اکسی‌استیلن

آزمون اکسی‌استیلن گرافیت می‌تواند طبق استاندارد ASTM E285 [۲۲] انجام گیرد. بدین منظور نمونه‌هایی به ابعاد ۱۰×۱۰×۱ سانتی‌متر مکعب آماده شده و در نگهدارنده‌ی دستگاه اکسی‌استیلن قرار داده می‌شوند. شعله‌ی اکسی‌استیلن به‌طور مستقیم بر نمونه‌ی اعمال شده و دمایی سطح نمونه در کل آزمون با پیرومتر حرارتی ثبت می‌شود. شار گازهای اکسیژن و استیلن چنان تنظیم می‌شود که دمایی سطح نمونه مورد آزمون به دمایی مورد آزمون برسد و گرافیت در مدت زمان آزمون تحت این دما قرار گیرد. ویژگی‌های معمولی شعله‌ی اکسی‌استیلن شامل شار حرارتی در حدود ۸۳۵ W/cm<sup>2</sup>، سرعت گاز ۲۱۰ m/s و شرایط شعله، خنثی است. نرخ سایش گرافیت با تقسیم ضخامت قطعه در طی زمان، به دست می‌آید. همچنین درصد کاهش وزن و قطر نمونه گرافیتی می‌تواند ملاک مقایسه‌ی نمونه‌ها باشد.

### ۴-۴) ضریب انبساط حرارتی

برای محاسبه‌ی ضریب انبساط حرارتی گرافیت از استاندارد ASTM E228 [۲۳] استفاده می‌شود. طبق این استاندارد، طول نمونه باید چنان باشد که دقت تعیین  $\Delta L/L_0$  حداقل ۲۰ میکرون بر متر باشد. در صورت امکان نمونه باید دارای طول ۲۵ تا ۶۰ میلی‌متر و قطر یا ضخامت ۵ تا ۱۰ میلی‌متر باشد. نمونه‌ها پس از آماده‌سازی در دیلاتومتر قرار داده می‌شوند و با نرخ کمتر از ۵۰ درجه بر دقیقه ضمن افزایش دما، تغییرات ابعادی آن‌ها ثبت می‌شود و ضریب انبساط حرارتی از معادله‌ی (۱۲) محاسبه می‌شود:

$$\alpha_m = \frac{\Delta L}{L_0 \Delta T} \quad \text{معادله‌ی ۱۲}$$

که در آن؛

1. Ignition Temperature  
2. Temperature Maximum

$\Delta L$ : تغییرات طول نمونه،

$L_0$ : طول اولیه و

$\Delta T$ : تغییرات دما است.

#### ۴-۵) نفوذ حرارتی و هدایت حرارتی

نفوذ حرارتی<sup>۱</sup> گرافیت با استفاده از استاندارد ASTM E1461 [۲۴] به دست می‌آید. این استاندارد برای محاسبه‌ی نفوذ حرارتی در محدوده‌ی  $10^{-2} \text{m}^2/\text{s}$  تا  $10^{-3} \text{m}^2/\text{s}$  و محدوده‌ی دمای ۷۵ تا ۲۸۰۰ درجه‌ی کلوین قابل کاربرد است. معمولاً نمونه به شکل دیسک با قطر ۱۰-۱۲/۵ میلی‌متر و ضخامت ۱-۶ میلی‌متر است. البته در موارد خاص قطر به کوچکی ۶ میلی‌متر و بزرگی ۳۰ میلی‌متر نیز به کار رفته است. در این روش، نمونه تحت پالس انرژی کوتاه مدت قرار می‌گیرد. انرژی پالس بر سطح جلوی نمونه جذب شده و منجر به افزایش دمای پشت می‌شود. نفوذ حرارتی ( $\alpha$ ) از ضخامت نمونه ( $L$ ) و زمان لازم برای افزایش دمای پشت به نصف مقدار حداکثر خود ( $t_{1/2}$ )، طبق معادله‌ی (۱۳) به دست می‌آید:

$$\alpha = \frac{0.13879L^2}{t_{1/2}} \quad \text{معادله‌ی ۱۳}$$

همچنین براساس پیوست A6 استاندارد ASTM C781 [۱۴] ضریب حرارتی<sup>۲</sup> گرافیت را می‌توان از نفوذ حرارتی گرافیت طبق معادله‌ی (۱۴) محاسبه کرد:

$$\lambda = \alpha C_p \rho \quad \text{معادله‌ی ۱۴}$$

که در آن؛

$\lambda$ : هدایت حرارتی بر حسب W/m.K،

$\alpha$ : نفوذ حرارتی بر حسب  $\text{m}^2/\text{s}$ ،

$C_p$ : گرمای ویژه بر حسب J/kg.K و

$\rho$ : دانسیته بر حسب  $\text{kg}/\text{m}^3$  است.

برای محاسبه‌ی  $C_p$  در محدوده‌ی دمای ۳۰۰ تا ۳۰۰۰ درجه‌ی کلین می‌توان از معادله‌ی (۱۵) استفاده کرد که در آن  $T$  دما بر حسب کلوین است.

$$C_p = \frac{1}{11.07T^{-1.644} + 0.0003688T^{0.02191}} \quad \text{معادله‌ی ۱۵}$$

#### ۵) خواص مکانیکی

##### ۵-۱) استحکام فشاری

استحکام فشاری گرافیت طبق استاندارد ASTM C695 [۲۵] انجام می‌گیرد. نمونه باید به شکل استوانه با وجوه موازی و ماشینکاری شده تا زبری ۸ میکرون باشد. قطر نمونه باید بیش از ۱۰ برابر حداکثر اندازه‌ی دانه باشد. نسبت ارتفاع به قطر می‌تواند در محدوده‌ی ۱/۹ تا ۲/۱ باشد. حداقل اندازه‌ی نمونه به قطر ۹/۵ میلی‌متر و ارتفاع ۱۹ میلی‌متر پیشنهاد می‌شود. سرعت اعمال نیرو باید چنان باشد که کل زمان شکست قطعه بیش از ۳۰ ثانیه شود. با اعمال نیرو تا شکست قطعه، استحکام فشاری (C) از معادله‌ی (۱۶) حاصل می‌شود:

$$C = \frac{W}{A} \quad \text{معادله‌ی ۱۶}$$

که در آن؛

$W$ : کل نیرو اعمال بر نمونه در شکست و

$A$ : مساحت سطح مقطع نمونه است.

##### ۵-۲) استحکام کششی

استحکام کششی گرافیت طبق استاندارد ASTM C749 [۲۶] به دست می‌آید که در آن نمونه آزمون می‌تواند در یکی از چهار اندازه‌ی مختلف ساخته شده و بر دستگاه کشش بسته شود. پیشنهاد شده است قطر نمونه برابر ۶/۵ میلی‌متر بوده و نسبت ارتفاع به قطر آن در محل شکست، برابر چهار باشد. با اعمال نیرو تا شکست قطعه، استحکام کششی قطعه از معادله‌ی (۱۷) به دست می‌آید.

$$\sigma = \frac{P_{\max}}{A} \quad \text{معادله‌ی ۱۷}$$

که در آن؛

$P_{\max}$ : حداکثر نیروی اعمالی و

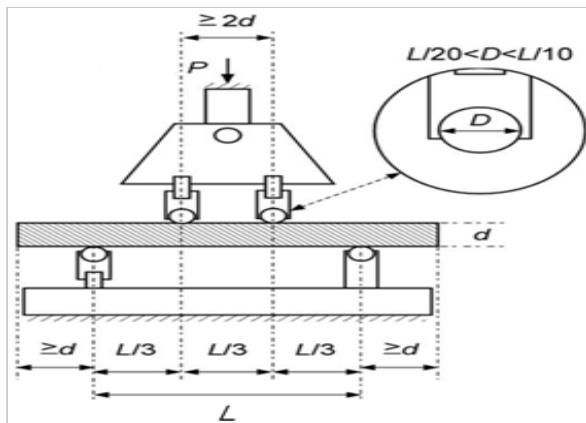
$A$ : مساحت سطح مقطع نمونه است.

##### ۵-۳) استحکام خمشی

استحکام خمشی گرافیت بر مبنای روش چهار نقطه‌ای

1. thermal diffusivity  
2. thermal conductivity

که در آن؛  
P: حداکثر نیروی اعمالی،  
L: فاصله‌ی دو تکیه‌گاه،  
B: میانگین عرض نمونه و  
d: میانگین ضخامت نمونه است.



شکل ۷. نحوه‌ی اعمال نیرو بر نمونه در استحکام خمشی [۲۷]

طبق استاندارد ASTM C651 [۲۷] به‌دست می‌آید. اندازه‌ی نمونه باید چنان باشد که حداقل بُعد نمونه بیش از پنج برابر بیشترین اندازه‌ی دانه باشد. نسبت طول به ضخامت نمونه باید حداقل هشت بوده و نسبت عرض به ضخامت آن کمتر از دو نباشد. طبق شکل (۷) فاصله‌ی دو نقطه اعمال نیرو بر نمونه باید حداقل دو برابر ضخامت آن بوده و فاصله‌ی دو تکیه‌گاه باید سه برابر فاصله‌ی دو نقطه‌ی اعمال نیرو بوده و بیش از ۴۰ میلی‌متر باشد. همچنین نرخ اعمال باید ۱/۲۵ mm/min یا کمتر باشد تا شکست نمونه در کمتر از ۵ ثانیه رخ دهد. با اعمال نیروی تا شکست قطعه، استحکام خمشی (S) از معادله‌ی (۱۸) حاصل می‌شود:

$$S = \frac{PL}{bd^2}$$

معادله‌ی ۱۸

## ۶) نتیجه‌گیری

به‌طور خلاصه انجام استانداردهای روش آزمون طبق جدول (۱) برای تضمین کیفیت گرافیت ضروری به نظر می‌رسد:

استاندارد	روش آزمون	ردیف
ASTM C838, ASTM C559, ASTM C373, ASTM C1039	دانسیته و تخلخل	۱
ASTM D4284	توزیع ابعاد حفرات	۲
ASTM C611	تعیین مقاومت ویژه الکتریکی	۳
ASTM C781	تخمین دمای گرافیتاسیون	۴
ASTM D5187, ISO 20203	آنالیز فازی گرافیت	۵
ASTM D5187, ISO 20203	تعیین مؤلفه‌های کریستالی	۶
ASTM D6559	آنالیز وزن سنج گرمایی	۷
ASTM C1179	افت وزنی اکسیداسیون	۸
ASTM E285	تعیین مقاومت به شعله اکسی استیلن	۹
ASTM E228	ضریب انبساط حرارتی	۱۰
ASTM E1461	نفوذ حرارتی	۱۱
ASTM C781	هدایت حرارتی	۱۲
ASTM C695	استحکام فشاری	۱۳
ASTM C749	استحکام کششی	۱۴
ASTM C651	استحکام خمشی	۱۵

جدول ۱: روش‌های آزمون گرافیت برای کاربرد در صنایع هوافضا



1. Hugh O. Pierson, 2003, "Handbook Of Carbon, Graphite, Diamond And Fullerenes, Properties, Processing and Applications", Noyes Publications.
2. ASTM C709–2006, Standard Terminology Relating to Manufactured Carbon and Graphite, 2006
3. E. Fitzer, L. M. Manocha, "Carbon reinforcements and Carbon/Carbon composites", 1st edition, Springer Pub., 1998.
4. John D. Buckley and Dan D. Edie, 1993, "Carbon-Carbon Materials and Composites", Noyes Publications.
5. S. Shields, 1975, NASA CR-145136, Scout Nozzle Data Book, Prepared Under Contract No. NAS1-12500 Task R-52 by Vought Corporation, Dallas, Texas.
6. Jerry M. Winter and Donald A. Peterson, 1969, NASA TN D-4964, "Development of improved throat inserts for ablative rocket engines", Lewis Research Center, Cleveland, Ohio.
7. Robert A. Signorelli, James R. Johnston, 1963, NASA-TN-D-1658, "Erosion Resistance and Failure Mechanisms of Several Nozzle Materials in a Small Solid-Propellant Rocket Engine".
8. ASTM C838–96 (Reapproved 2005), Standard Test Method for Bulk Density of As-Manufactured Carbon and Graphite Shapes
9. ASTM C559–90 (Reapproved 2005), Standard Test Method for Bulk Density by Physical Measurements of Manufactured Carbon and Graphite Articles
10. ASTM C373-88 (Reapproved 2006): Standard test method for water absorption, bulk density, apparent porosity and apparent specific gravity of fired whiteware products
11. ASTM C1039–85 (Reapproved 2005), Standard Test Methods for Apparent Porosity, Apparent Specific Gravity, and Bulk Density of Graphite Electrodes
12. ASTM D4284-2007, Standard Test Method for Determining Pore Volume Distribution of Catalysts by Mercury Intrusion Porosimetry
13. ASTM C611–98 (Reapproved 2005), Standard Test Method for Electrical Resistivity of Manufactured Carbon and Graphite Articles at Room Temperature
14. ASTM C781–2008, Standard Practice for Testing Graphite and Boronated Graphite Materials for High-Temperature Gas-Cooled Nuclear Reactor Components
15. ASTM D5187–2010, Standard Test Method for Determination of Crystallite Size (Lc of Calcined Petroleum Coke by X-Ray Diffraction
16. ISO 20203-2005: Carbonaceous materials used in the production of aluminium - Calcined coke - Determination of crystallite size of calcined petroleum coke by X-ray diffraction, International Organization for Standardization
17. G. Savage, 1993, "Carbon-carbon composites", Springer Science & Business Media.
18. T.D. Burchell, 1999, "Carbon materials for advanced technologies", Elsevier.
19. ASTM D6559–00a (Reapproved 2005), Standard Test Method for Determination of Thermogravimetric (TGA) Air Reactivity of Baked Carbon Anodes and Cathode Blocks
20. W. Jiang, G. Nadeau, K. Zaghbi, K. Kinoshita, 2000, "Thermal analysis of the oxidation of natural graphite—effect of particle size", Thermochemica Acta, 351: 85-93.



21. ASTM C1179-91 (Reapproved 2005), Standard Test Method for Oxidation Mass Loss of Manufactured Carbon and Graphite Materials in Air
22. ASTM E285-80 (Reapproved 2002): Standard Test Method for Oxyacetylene Ablation Testing of Thermal Insulation Materials
23. ASTM E228-2011, Standard Test Method for Linear Thermal Expansion of Solid Materials With a Push-Rod Dilatometer
24. ASTM E1461-2007, Standard Test Method for Thermal Diffusivity by the Flash Method
25. ASTM C695-91(Reapproved 2005), Standard Test Method for Compressive Strength of Carbon and Graphite
26. ASTM C749-2008, Standard Test Method for Tensile Stress-Strain of Carbon and Graphite
27. ASTM C651-2011, Standard Test Method for Flexural Strength of Manufactured Carbon and Graphite Articles Using Four-Point Loading at Room Temperature



سردار وزیر دفاع و پشتیبانی نیروهای مسلح، دکتر حسین دهقان:



ایجاد ادبیات مشترک و فهم واحد نسبت به مقوله استانداردسازی و کیفیت ضروری است.

