



## ساخت نانوکامپوزیت‌های پلیاستر غیراشباع- خاک رس و پلیاستر غیراشباع- اکسید آلومینیوم و مقایسه خواص ساختاری، مکانیکی و دینامیکی آنها

سلمما ضمیریان<sup>۱\*</sup> و پیمان سلیمانی حمیدی‌نژاد<sup>۲</sup>

۱- دانشگاه آزاد اسلامی، واحد داراب، گروه مهندسی پلیمر، داراب، ایران

۲- دانشگاه صنعتی مالک اشتر واحد اصفهان- گروه شیمی کاربردی

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۸۹/۱۲/۱۲، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۰/۰۳/۲۸، تاریخ پذیرش قطعی:

### چکیده

نانوکامپوزیت‌های پلیاستر غیراشباع بر اساس حضور نانوذرات کروی دی اکسید آلومینیوم و نانوذرات صفحه‌ای خاک رس و در درصدهای متفاوت ۱، ۲ و ۴ به کمک همزن برشی و هموژنایزر تولید شدند. بعد از اختلاط، ترکیبات قالب‌گیری شده و با افزودن عامل پخت، پخت شدند. در نهایت، نمونه‌های مختلف جهت انجام آزمون‌های مختلف مکانیکی و دینامیکی تهیه گردیدند. نتایج آزمون‌ها نشان دادند که با افزایش حضور نانوذرات، استحکام کششی افزایش قابل ملاحظه‌ای می‌یابد. آنالیزهای SEM، TEM و XRD نیز به منظور شناسایی مورفولوژی نانوکامپوزیت‌ها انجام شد. آزمون‌های دینامیکی برای مشخص کردن خواص نشات گرفته از طبیعت ویسکوالاستیک پلیمرها (نظیر ذخیره و از دست دادن مدول) و نیز قسمت اتلافی ماتریس، هنگامی که نمونه حرارت داده می‌شود، استفاده شدند. نتایج نشان دادند که نمونه‌ها دارای یکنواختی بالایی هستند که این امر ناشی از توزیع مناسب نانوذرات در زمینه رزین است. همچنین، نتایج نشان می‌دهد که ذرات کروی در مقایسه با ذرات صفحه‌ای خواص مکانیکی و دینامیکی بهتری دارند.

واژه‌های کلیدی: رزین پلیاستر غیراشباع، نانوکامپوزیت، نانوذرات رس، نانو اکسید آلومینیوم.

خطار افزودن مقادیر بسیار کم افزودنی‌ها و پرکننده‌هایی در مقایسه با کامپوزیت‌های عادی است که خواص حرارتی و مکانیکی آنها را بهبود می‌دهد. بهبود این خواص، زمانی که ذرات به صورت پراکنشی لایه‌ای در بستر پلیمر پراکنده شوند، به حداقل ممکن می‌رسد، زیرا این مواد با هم خواص هم‌افزایی غیر قابل انتظاری از خود نشان می‌دهند. تاثیر نانوتکنولوژی بیش از هر چیز در زمینه ساخت انواع مواد است [۱-۴]. با نانوتکنولوژی می‌توان موادی با

### ۱- مقدمه

یکی از مهمترین مباحث در صنعت، مدل‌سازی فرآیندهای پلیمریزاسیون است که می‌توان با معادلات ریاضی رفتار واکنش‌های مذکور را پیش‌بینی کرد و برای کنترل واکنش‌های مذکور راه حل‌های ریاضی ارائه داد. در چندین دهه اخیر نانوکامپوزیت‌های آلی-معدنی در عرصه علم و صنعت توجه بسیاری را به خود جلب کرده‌اند. این به

\* عهده‌دار مکاتبات: سلمما ضمیریان

نشانی: داراب، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد داراب، گروه مهندسی پلیمر

تلفن: zamirian2008@gmail.com، دورنگار: ۰۶۲۳۳۹۹۱-۰۷۳۲، پست الکترونیکی:

رفته در این تحقیق ساخت شرکت پاموکاله از شرکت ایران است. قابل توجه آن است که متیل اتیل کتون پراکسید یک ماده قابل اشتعال بوده و باید دور از آتش یا منابع گرمایی نگهداری و ذخیره شود. برای نگهداری آن باید از مکان خشک و سرد حداکثر دمای نگهداری  $20^{\circ}\text{C}$  استفاده شود.

جدول ۱: مشخصات رزین پلی استر غیراشباع.

مقدار	روش آزمون	مشخصات
%۶۲	Bushehr DI	جزء غیرفرار
۱/۰۶۰-۱/۱ gr/cm <sup>3</sup>	ASTMD298	چگالی در $20^{\circ}\text{C}$
۳۴ °C	Bushehr AI	دمای اشتعال
۲۵۰-۳۵۰ MPa.s	ASTMD2393	گرانوی با دور $(20^{\circ}\text{C})$
۶ ماه	_____	زمان انبارداری

جدول ۲: مشخصات خاک رس.

اصلاح کننده آلی	درصد رطوبت
MT2EtOH	</۲

جدول ۳: مشخصات پراکسید متیل اتیل کتون پراکسید.

مقدار	مشخصات
۱۰/۱۱۰-۰/۱۰	درصد اکسیژن فعال
%۵۰	حداقل نرم کننده
۱/۰-۱/۰۷ گرم میلی لیتر	چگالی ویژه در $20^{\circ}\text{C}$
$70^{\circ}\text{C}$	دمای بحرانی در رزین پلی استر به شدت فعال
بیش از $100^{\circ}\text{C}$	دمای اشتعال
بی رنگ و مایع شفاف	ظاهر

نفتنت کیالت ۱۰۰۰ که به عنوان شتاب دهنده برای پخت محیطی استفاده شده ساخت شرکت چکاد از شرکت ایران است. این شتاب دهنده بر پایه نفتنتاک کیالت ۱۰٪ دروایت اپرت می باشد. از خصوصیات این شتاب دهنده به چند مورد زیر می توان اشاره کرد:

- از کارایی مناسب در گستره دمایی بین ۱۰ تا ۲۵ درجه سانتیگراد برخوردار است. البته با انتخاب درصد مناسبی از

استحکام بالا در مقابل حرارت، سایش، فشار کششی، دارای وزن کم، مواد هوشیار، محرک و مواد مصرفی در الکترونیک، بیوتکنولوژی و غیره تهیه کرد [۴،۵]. سنتز قطعات ساختمانی در ابعاد نانو و ترکیب دقیق و چیدن آنها در ساختارهای بزرگ تر، که خواص بیولوژیکی، الکترونیکی، مکانیکی و حرارتی دارند، ممکن خواهد شد. این مواد راههای جدیدی برای ساخت محصولات شیمیایی و دارویی باز کرده اند [۶]. از نظر تجاری، بخش مهمی از رزین ها، پلی استرهای غیراشباعی هستند که با شبکه ای شدن انحلال ناپذیر شده اند. پلی استرها به طور گسترده به عنوان رزین های لایه ای به کار می روند. پیش پلیمرهای این مواد مایعات ویسکوز با رنگ زرد و متوسط وزن مولکولی پایین با اتصالات عرضی هستند [۷]. ویژگی های مانند در دسترس بودن، بهای پایین مواد اولیه، تنوع، قابلیت حمل و نقل به صورت مایع، سرعت و سهولت در فروش و پخت، پایداری عالی ابعاد، خواص مکانیکی و الکتریکی خوب، قابلیت رنگ آمیزی و اصلاح شیمیایی، به رزین پلی استر غیراشباع اهمیت و ارزش فراوان داده است [۹،۱۰].

در این پژوهش، از نانوذرات خاک رس (cloisite 30B) به عنوان یک تقویت کننده صفحه ای و نانو اکسید آلومینیوم به عنوان یک تقویت کننده ذره ای به منظور تهیه نانو کامپوزیت پلی استر غیراشباع استفاده شده است.

## ۲- فعالیت های تجربی

### ۲-۱-۲- مواد

اکسید آلومینیوم از آمریکای شمالی از کمپانی SOSAL تهیه شده است. مشخصات رزین اپوکسی به کار رفته در این پژوهش در جدول ۱ آورده شده است و یکی از محصولات شرکت صنایع شیمیایی بوشهر می باشد. همچنین مشخصات خاک رس مورد استفاده و پراکسید به کار رفته برای پخت نمونه ها به ترتیب در جدول ۲ و ۳ ارائه شده است. متیل اتیل کتون پراکسید (MEKP) به عنوان شروع کننده ای با فعالیت متوسط است و همراه با تسریع کننده از نوع کیالت به کار می رود تا عمل پخت در دمای اتاق صورت پذیرد. متیل اتیل کتون پراکسید به کار

زاویه  $= 2\theta = 10$  تا  $20^\circ$  درجه با نرخ پویش  $0/02^\circ/\text{دقیقه}$  و نرخ زمانی  $1s$  انجام شد.

شتاب دهنده  $1000 \times$  می‌توان نتیجه مناسبی حتی در گستره دمایی  $5$  تا  $50^\circ$  درجه سانتیگراد نیز بدست آورد.  
- میزان مصرف بسته به دمای محیط  $1\% \text{ تا } 3.5\%$  درصد وزنی رزین می‌باشد.

#### ۲-۳-۲- آنالیز ساختار و سطح شکست (SEM)

تعیین ماکرومورفولوژی نمونه‌های نانوکامپوزیت نانوذرات اکسید آلومینیوم و خاک رس توسط دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی (Scanning Electron Microscopy) از (SEM) از سطح شکسته شده نمونه‌ها انجام شد. نام این دستگاه Philips XI30 ۱۲۰ kV است. قبل از قرارگیری نمونه‌ها در دستگاه، به منظور جلوگیری از شارژ بار، سطح نمونه‌ها توسط طلا پوشش داده شد.

#### ۲-۳-۳- آنالیز ساختار و سطح شکست (TEM)

تعیین ماکرومورفولوژی نمونه‌های نانوکامپوزیت نانوذرات اکسید آلومینیوم توسط دستگاه میکروسکوپ الکترونی عبوری (Transmission Electron Microscopy) از سطح شکسته شده نمونه‌ها انجام شد.

این دستگاه Philips CM12 بوده که در شرایط  $110 \text{ kV}$  کار کرده است. قبل از قرارگیری نمونه‌ها در دستگاه، به منظور جلوگیری از شارژ بار، سطح نمونه‌ها توسط مس پوشش داده شد.

**۴-۳-۲- آنالیز دینامیکی- مکانیکی- حرارتی (DMTA)**  
آنالیز دینامیکی- مکانیکی- حرارتی (DMTA) به وسیله طیف سنج دینامیکی- مکانیکی- حرارتی TRIION انجام شده است. این تکنیک برای مشخص کردن پارامترهایی چون مدول ذخیره ( $E$ ) یا  $\tan\delta$  (Storage Modulus ( $E$ ) یا  $\tan\delta$ ) نمادی از میزان دمپینگ هست) و  $T_g$ ، به کار می‌رود.

برای انجام تست از نمونه تنش خمشی سینوسی و فرکانس  $1 \text{ Hz}$  استفاده می‌کنند، سپس در محدوده دمایی  $25-180^\circ\text{C}$  و با نرخ افزایش دمایی  $5^\circ\text{C}/\text{min}$  نتایج آزمایش‌ها در گراف ثبت شده است.

آزمون دینامیکی- مکانیکی- حرارتی بر اساس استاندارد ASTM E1640-04 صورت پذیرفته است.

**۵-۳-۲- مقاومت کششی**  
آزمون مقاومت کششی نمونه‌ها نیز در دمای محیط و بر اساس استاندارد D638-99 ASTM و با نرخ کشش  $10\text{ mm/min}$

#### ۲-۲- تهیه نمونه

مقداری رزین پلیاستر غیراشع را بر حسب گرم برداشته، پودر خاک رس و اکسید آلومینیوم را در دو بشر متفاوت به نسبت  $1.1\% / 2\% / 4\%$  وزنی به آن اضافه کرده درون بشر ریخته و اختلاط صورت می‌گیرد تا محلول کاملاً یکنواختی بدست آید. برای اختلاط رزین پلیاستر با خاک رس از میکسر مکانیکی به مدت  $4$  ساعت با سرعت  $1200 \text{ rpm}$  برای اکسید آلومینیوم از هموژنایزر به مدت  $1$  ساعت با سرعت  $3000 \text{ rpm}$  استفاده شده است. پخت رزین شامل فرآیندهای ژل شدن و سخت شدن می‌باشد. جهت شروع واکنش پخت نیاز به استفاده از کاتالیزور متیل اتیل کتون پراکسید و شروع کننده نفتنتات کجالت است. با افزایش متیل اتیل کتون پراکسید، پخت رزین به صورت نامحسوس و بسیار کند شروع می‌شود. این واکنش را می‌توان به کمک حرارت تسريع نمود. به این طریق نمونه‌ها در دمای اتاق پخت شده‌اند.

واکنش‌های پخت رزین پلیاستر گرمایاست، حتی زمانی که رزین با کاتالیزور تنها و تحت حرارت پخت می‌شود، واکنش پخت گرمایزا خواهد بود.

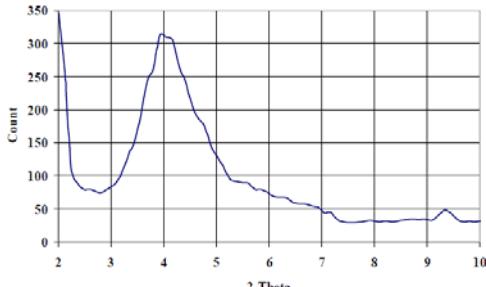
در فرآیند شکل دهی، رزین پلیاستر باید از حالت مایع به جامد تبدیل شود. این عمل که با ایجاد پیوند بین مولکول‌های رزین یعنی ایجاد اتصالات عرضی، صورت می‌گیرد، فرآیند پخت نام دارد. واکنش پخت رزین‌های پلیاستر با استفاده از پلیمر شدن رادیکالی رزین از طریق باندهای غیراشع صورت می‌گیرد.

#### ۳-۲- آزمون‌ها

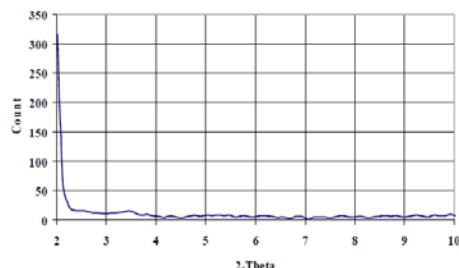
##### ۱-۳-۲- تفرق اشعه ایکس (XRD)

تفرق اشعه ایکس (XRD) نمونه‌های نانوکامپوزیتی دارای نانوذرات خاک رس توسط دستگاه تفرق اشعه ایکس دستگاه X-Pert Philips WAXS با پرتویی با طول موج‌های  $1/54439$  و  $1/54056$  آنگستروم با ماده آنودی Cu از

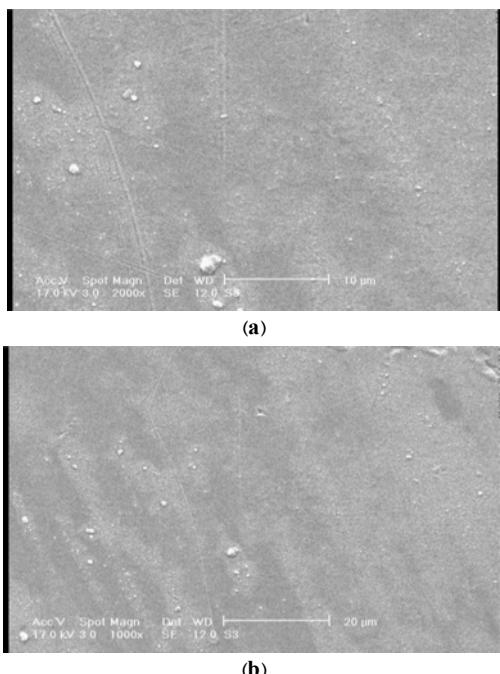
اکسید آلمینیوم نشان می‌دهد. با توجه به تصویرهای ارائه شده، با اصلاحات انجام شده، توزیع این نانوذرات بسیار خوب صورت گرفته است.



شکل ۱: پودر خالص Cloisite 30.



شکل ۲: از نانوکامپوزیت ۴٪ پلی استر غیراشباع-Cloisite30B.



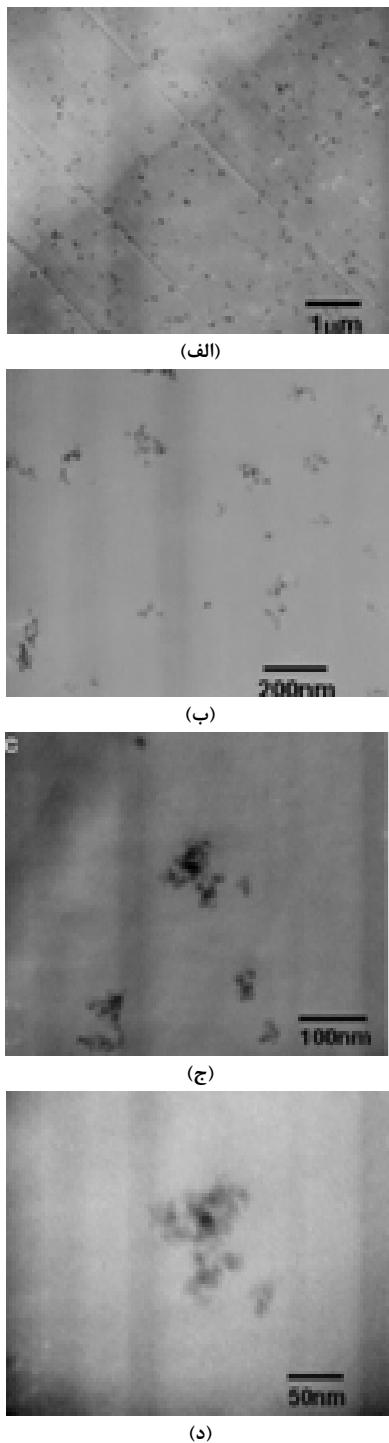
شکل ۳: آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نانوکامپوزیت بر پایه نانوذرات اکسید آلمینیوم ۴٪ در بزرگنمایی‌های مختلف.

میلیمتر بر دقیقه توسط دستگاه Instron ۵۵۶۷ صورت پذیرفت. این آزمون برای هر نانوکامپوزیت معین حداقل ۵ بار تکرار گردید و متوسط مقدار ثبت شده آنها گزارش شد.

### ۳- نتایج و بحث

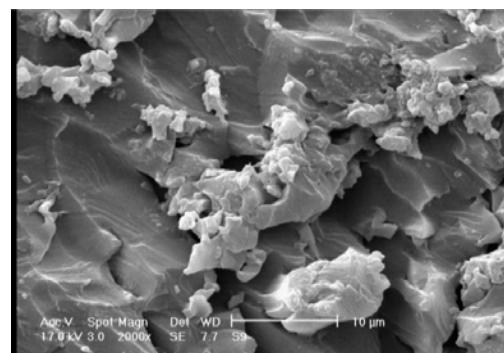
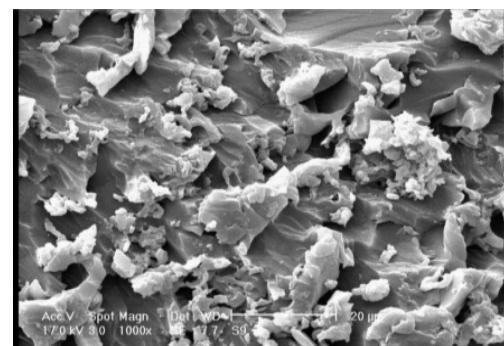
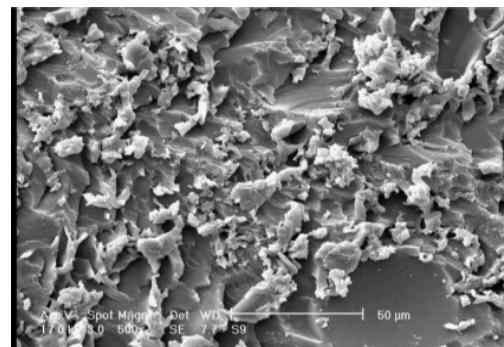
شکل‌های ۱ و ۲ ساختار پراکنش ایده‌آل نانوذرات خاک رس در زمینه پلیمر را به صورت شماتیکی نشان می‌دهد. در ابتدا تک زنجیرهای پلیمر به درون فواصل بین لایه‌ها نفوذ می‌کنند. در این حالت زنجیرهای پلیمری و لایه‌های سیلیکاتی به صورت یک در میان قرار می‌گیرند. سپس زمانی حاصل می‌شود که در تک لایه‌های سیلیکاتی در ساختار میان لایه‌ای، مقدار کمی از زنجیرهای پلیمری به درون فواصل بین لایه‌ای نفوذ کرده و باعث افزایش فاصله بین لایه‌ای می‌گردد، اما تا حدودی نظم و موازی بودن لایه‌ها در هر بلور برقرار است. در نمودار تفرق اشعه ایکس ساختار از هم گسیخته هیچ قله‌ای مشاهده نمی‌گردد و این نشانه افزایش فاصله بین لایه‌ای و از بین رفتن نظم موجود در بین لایه‌های بلور و در نتیجه پراکنش کامل تک لایه‌های سیلیکاتی در زمینه پلیمری است. برای تایید پراکنش نانوذرات خاک رس در ساختار نانوکامپوزیت‌های تهیه شده از دستگاه‌هایی مانند تفرق اشعه ایکس استفاده می‌کنند. تفرق اشعه ایکس به علت سهولت و قابلیت دسترسی آسان تر اغلب برای مطالعه سینتیک پراکنش لایه‌ای متناوب پلیمراستفاده می‌شود. با بررسی موقعیت، شکل و تراکم بازتاب از لایه‌های سیلیکات می‌توان ساختار نانوکامپوزیت (ساختار لایه‌ای متناوب یا ساختار پراکنشی لایه‌ای) را تشخیص داد. تفسیر نتایج این دستگاه به دقت نیاز دارد. نتایج آزمون تفرق اشعه ایکس ذرات نانو خاک رس و نانوکامپوزیت پلی استر غیراشباع- نانو خاک رس در شکل‌های ۱ و ۲ نمایش داده شده است. با توجه به این شکل‌ها و توضیح‌های ارائه شده، پیک تفرق ناشی از بلورینگی این نانوکامپوزیت مشاهده نمی‌شود که این امر ناشی از یکنواختی مناسب توزیع نانوذرات خاک رس در ساختار نانوکامپوزیت است.

شکل ۳a,b، نتایج آنالیز ساختار توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نانوکامپوزیت‌های بر پایه نانوذرات



شکل ۵: آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی (الف) پلی استر غیراشباع خالص و نانوکامپوزیت بر پایه نانوذرات اکسید آلومینیوم، ب) ۱٪، ج) ۲٪ و د) ۴٪.

از طرفی گراف‌های ارائه شده در شکل ۷، نشان دهنده مقدار بسیار اندک کشش نهایی شکست نانوکامپوزیت‌ها که



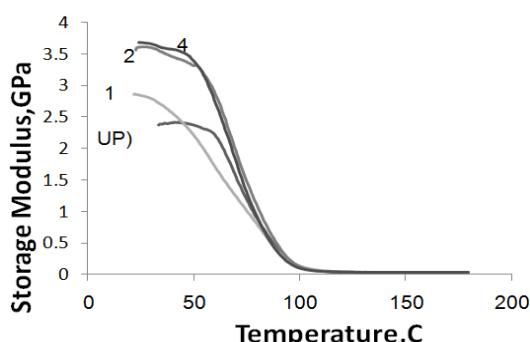
شکل ۴: آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی نانوکامپوزیت بر پایه نانوذرات خاک رس ۴٪ در بزرگنمایی‌های مختلف.

شکل ۴ و ۵ در تایید نتایج آزمون تفرق اشعه ایکس ذرات نانو خاک رس و نانوکامپوزیت پلی استر غیراشباع- نانوخاک رس (شکل ۲) نمایش داده شده است. با توجه به شکل ۴ یکنواختی مناسب توزیع لایه‌های نانوذرات خاک رس در ساختار نانوکامپوزیت را می‌توان بهوضوح دید.

شکل‌های ۶ و ۷ بیانگر استحکام کششی و میزان نهایی کشش تا شکست نمونه‌های نانوکامپوزیتی را نشان می‌دهد. با توجه به شکل ۶، با افزایش حضور درصد نانوذرات، استحکام کششی هر دو نانوکامپوزیت افزایش یافته است.

در این پژوهش نیز مشاهده می‌شود که با حضور نانوذرات اکسید آلمینیوم استحکام کششی نمونه‌ها بهبود یافته است، بنابراین افزایش میزان مدول همراه با افزایش استحکام از مزایای نانوذره کروی اکسید آلمینیوم نسبت به خاک رس صفحه‌ای است.

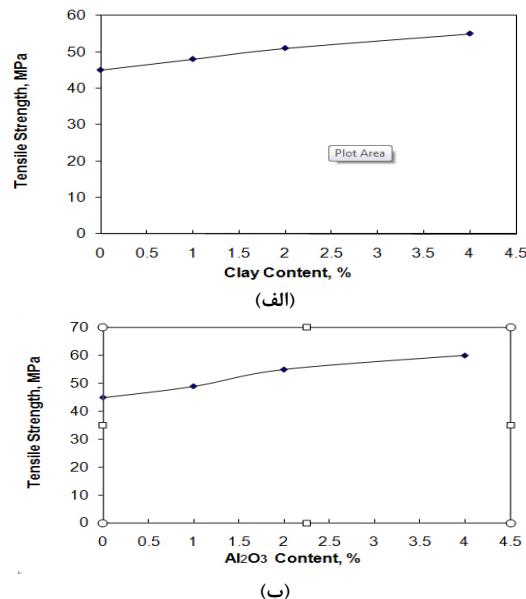
در حقیقت آزمون‌های دینامیکی برای مشخص کردن خواص نشات گرفته از طبیعت ویسکوالاستیک پلیمرها (نظیر ذخیره و از دست دادن مدول) و نیز قسمت الاتلفی ماتریس، هنگامی که نمونه حرارت داده می‌شود، هستند. افزایش مدول ذخیره‌ای وابستگی شدیدی به نسبت ابعاد پرکننده و میزان نفوذ زنجیره‌ای پلیمر در بین لایه‌ها و تجمع لایه‌های خاک رس دارد. وقتی پلیمر با یک پرکننده سخت تقویت می‌شود، در سطح مشترک کاملاً از نظر مکانیکی به پرکننده متصل می‌شود. لبه‌های خاک رس به عنوان نقاط ضعف موجب مرکز تنش بر روی بستر پلیمری می‌شوند. در این نقاط اتصال پلیمر-پلیمر و پلیمر-فیلر ضعیف است. هر چه نسبت ابعاد پرکننده بیشتر باشد، این نقاط ضعیف کاهش می‌یابند و انتقال تنش بین بستر پلیمری و پرکننده بهبود می‌یابند و نقش پرکننده در تحمل تنش بالا می‌رود.



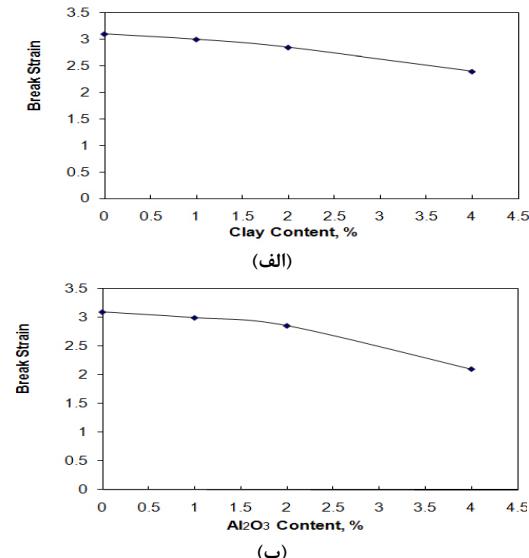
شکل ۸: نمودار مدول ذخیره بدست آمده از آزمون DMTA برای نانوکامپوزیت‌های پلی‌استر غیراشباع با کدهای مشخصه (30B).

حضور پلیمر در بین لایه‌های خاک رس سطح فعال پرکننده را افزایش می‌دهد. زنجیره‌ای پلیمر بین لایه‌ها کاملاً بدون تحرک می‌شوند و این محدودیت تحرک خود را به صورت افزایش مدول نشان می‌دهد. متوجه نتایج مدول ذخیره جهت مقایسه بهتر در شکل ۸ و ۹ آورده شده است.

حدود ۴٪ است، می‌باشد. این امر به دلیل شکل گیری شبکه سه بعدی در زمینه پلی‌استر غیراشباع و حضور نانوذرات است که سبب کاهش قابل ملاحظه رفتار پلاستیک یا چقرمه عمل نمودن آن تحت تنش می‌شود. به طور کلی، حضور نانوذرات سخت معدنی در زمینه پلیمری، سبب بهبود میزان مدول می‌شود.



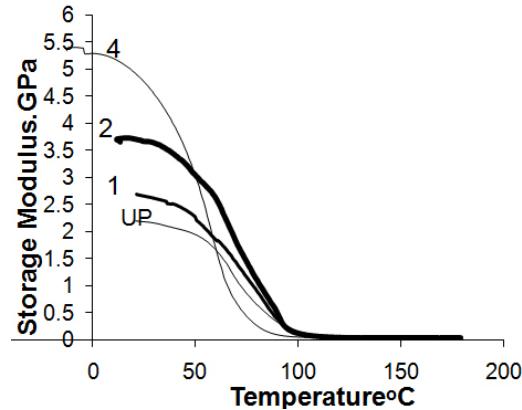
شکل ۶: استحکام کششی نانوکامپوزیت پلی‌استر غیراشباع با نانوذره (الف) خاک رس (Cloisite 30B) و (ب) اکسید آلمینیوم ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).



شکل ۷: میزان نهایی کشش تا شکست پلی‌استر غیراشباع با نانوذره (الف) خاک رس (Cloisite 30B) و (ب) اکسید آلمینیوم ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

را بری و ویسکوز خواهد بود. در این ناحیه، مانند ناحیه اول، مدول با دما تغییرات چندانی نشان نمی‌دهد. در نهایت در دمای جریان یافتنگی، گره خوردگی‌ها تا حدی باز می‌شوند و زنجیرهای پلیمری محدودیت حرکتی چندانی نسبت به هم نخواهند داشت و ماده پلیمری جریان می‌یابد که این ناحیه، ناحیه چهارم است. به طور کلی نتایجی که از این بررسی‌ها بدست آمد نشان می‌دهد که نمونه‌هایی که ذرات اکسید آلومینیوم خالص دارند نسبت به نانوفیلرهای خاک رس مدول ذخیره بالاتری نشان می‌دهند، همچنین در مخلوط این نانوفیلرهای هر کدام از آنها که درصد نانوفیلر اکسید آلومینیوم بیشتر باشد (البته از ۱ تا ۲ درصد وزنی) این خصوصیات در آن، نسبت به دیگر نمونه‌ها ماقریزم است که البته درصد ۱ و ۲ خصوصیات خیلی بهتری دارند. از روش‌های دینامیکی با استفاده از دستگاه‌های نظیر آنالیز دینامیکی-مکانیکی-حرارتی (DMTA) نیز می‌توان  $T_g$  را بدست آورد و امتزاج پذیری را بررسی کرد. در این حالت، تعداد پیکهای بدست آمده در منحنی ذخیره‌ای تعداد  $T_g$  آمیزه را نشان می‌دهد. دمای انتقال شیشه‌ای یک پلیمر را خواصی چون میزان نواحی آمورف و درجه بلورینگی تعیین می‌کنند. کلیه ویژگی‌های پلیمری به درجه آزادی نسبی تحرک مولکولی در پلیمری مشخص بستگی دارند و هر یک از آنها می‌تواند برای تعیین نقطه انتقال شیشه‌ای به کار رود. پدیده مذکور را می‌توان با در نظر گرفتن ماهیت تغییرات حاصل در دمایی خاص بررسی کرد. هنگامی که ماده‌ای تا این دما حرارت داده می‌شود، چرخش مولکولی به دور پیوندهای ساده ناگهان آسان خواهد شد. تحرک مجزای هر مولکول پلیمر مهم است و عوامل موثر بر کاهش یا افزایش این تحرک سبب تفاوت‌هایی در مقدار دمای انتقال شیشه‌ای خواهد بود. از روی شکل ۱۰ می‌توانیم دمای  $T_g$  نانوکامپوزیت‌های پلی‌استر غیراشباع با نانوفیلر اکسید آلومینیوم در درصدهای ۱، ۲ و ۴ را بدست آوریم. همواره  $T_g$  نانوکامپوزیت پلیمر از  $T_g$  پلیمر خالص کمتر است. همچنین نمودار  $\tan\delta$  نانوکامپوزیت پلیمری نسبت به پلیمر خالص همان پلیمر، باریک‌تر و قله بلندتری دارد. همینطور که مشاهده می‌شود  $T_g$  نانوکامپوزیت با نانوفیلر ۴٪ اکسیدآلومینیوم ۸۷ درجه سانتیگراد است.

در ناحیه اول، مدول با افزایش دما تغییرات محسوسی ندارد و یک روند کاهشی با سرعت کم مشاهده می‌شود. پس از آن در ناحیه کوتاهی مدول الاستیک افت شدیدی می‌کند. این دمای متوسط که در آن این افت مدول صورت می‌گیرد دمای انتقال شیشه‌ای است. ناحیه اول را ناحیه شیشه‌ای می‌گویند که رفتار ماده در آن معمولاً الاستیک خطی است. ناحیه دوم ناحیه دمای انتقال شیشه‌ای است. اتفاقی که در این ناحیه می‌افتد این است که در اثر افزایش دما، انرژی جنبشی زنجیرهای و از طرفی حجم آنها، به دلیل انساط حجمی، افزایش می‌یابد. جایی که انرژی لازم و فضای کافی برای حرکت زنجیرهای پلیمری در یک مقیاس زمانی مشخص فراهم می‌شود حرکت زنجیرهای باعث اتلاف انرژی و افت شدید مدول الاستیک (که نماینده میزان مقاومت در مقابل تغییر شکل است) می‌شود.



شکل ۹: نمودار مدول ذخیره بدست آمده از آزمون DMTA برای نانوکامپوزیت‌های پلی‌استر غیراشباع با کدهای مشخصه (Al).

پس از آن ناحیه سوم که ناحیه رابری است پدید می‌آید. در این به دلیل گره خوردگی زنجیرهای پلیمری، ماده در مقابل تنش از خود مقاومت نشان می‌دهند و برای مواد پخت نشده گره خوردگی‌های فیزیکی را می‌توان مانند پیوندهای شیمیایی در نظر گرفت و در این ناحیه رفتار را با روابط الاستیسیته رابری توجیه کرد. باید به این نکته توجه کرد که نتایج تجربی مسلماً از این قوانین منحرف می‌شوند زیرا گره خوردگی‌های فیزیکی قابل باز شدن هستند. بنابراین رفتار ماده در این حالت بین الاستیک

همچنین در خصوص نانوذرات خاک رس، آنالیز XRD نمونه‌ها بیانگر اختلاط و توزیع یکنواخت و باز شدن تجمع‌های نانوذرات خاک رس در زمینه پلی‌استر غیراشباع است. آنالیزهای مکانیکی نمونه‌های نانوکامپوزیتی نیز بیانگر تقویت مقاومت کششی آنها در مقایسه با نمونه بدون نانوذرات است. همچنین با حضور نانوذرات اکسید آلومینیوم استحکام کششی نمونه‌ها بهبود یافته است. افزایش استحکام از مزایای نانوذره کروی اکسید آلومینیوم نسبت به نانوذرات خاک رس صفحه‌ای است. همچنین از روش‌های دینامیکی با استفاده از دستگاه DMTA، مدول ذخیره و  $T_g$  بدست آمده را بررسی کردیم. دمای انتقال شیشه‌ای یک پلیمر را خواصی چون میزان نواحی آمورف و درجه بلورینگی تعیین می‌کنند.

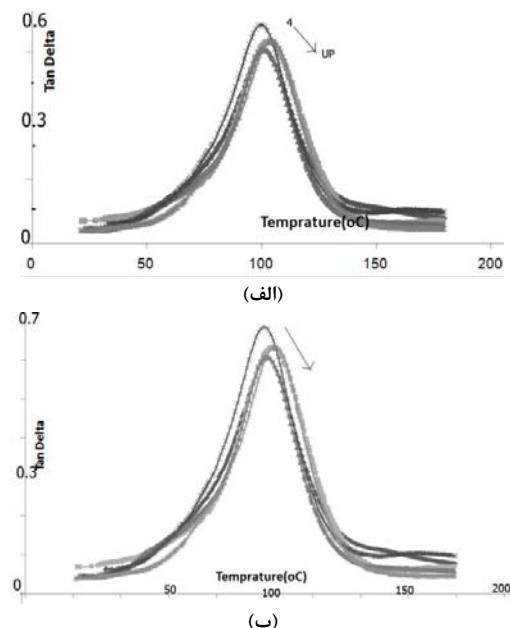
### سپاسگزاری

بدینوسیله نویسنده‌گان، از دانشگاه آزاد اسلامی واحد داراب و دانشگاه صنعتی مالک اشتر واحد اصفهان تشکر و قردادی می‌نمایند.

### مراجع

- [1] G.Mc. Gee, *associate director of the university of pennsylvania center for bioethios*, **5**, 2010, 30.
- [2] X. Kornmann, L.A. Berglund, J. Sterte, *Polymer engineering and science*, **38**, 2009, 8.
- [3] M. Zhang, R.P. Singh, *Materials letters*, **5**, 2008, 58.
- [4] S.Y. Tawfik, J.N. Asaad , M.W. Sabaa, *Polymer Testing*, **22**, 2003, 747.
- [5] L.R. Ross, J.A. Petersen, C.W. Lakatos, I. Corporation, *Composites Research Journal*, **1**, 2009, 4.
- [6] F. Hussain, M. Hojjat, *Journal of Composite Materials*, **40**, 2010, 17.
- [7] T. Hanemann, *Composites Research Journal*, **2**, 2009, 4.
- [8] M. Zhang, R.P. Singh, *Materials letters*, **58**, 2010, 408.
- [۹] وحید حدادی اصل، انتشارات دانشگاه صنعتی امیرکبیر (پایی تکنیک تهران)، **۳**، ۱۳۸۵، ۱۰-۱۸.
- [۱۰] علی پور جوادی، علوم و تکنولوژی پلیمر، **۳**، سال چهارم، ۱۹۳-۲۰۷.

نانوکامپوزیت پلی‌استر غیراشباع با نانوذره ۱ درصد وزنی برابر با  $T_g$  پلی‌استر غیراشباع شده ولی  $T_g$  نانوکامپوزیت ۲ درصد وزنی به  $106^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد هم می‌رسد. بنابراین بیشترین  $T_g$  مربوط به  $1.2\%$  و کمترین آنها در  $4\%$  وزنی دیده شد.



شکل ۱۰: نمودار  $\tan \delta$  بدست آمده از آزمون DMTA برای نانوکامپوزیت‌های پلی‌استر غیراشباع با نانوذره (الف) اکسید آلومینیوم ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) و (ب) خاک رس (Cloisite30B).

### ۴- نتیجه‌گیری

مورفولوژی و خواص مکانیکی نانوکامپوزیت پلی‌استر غیراشباع اصلاح شده با حضور نانوذرات اکسید آلومینیوم و خاک رس مورد بررسی قرار گرفت. تصویرهای میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌ها، توزیع مناسب نانوذرات در زمینه پلی‌استر غیراشباع را نشان می‌دهد.