

مطالعه و بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی نانو کامپوزیت‌ها بر پایه

پلی بوتیلن ترفتالات / اپوکسی / نانو رس

رحمان جهانبازی^{1*}، حسین ایزدی وصفی²، احسان کیانفر³، کبری اکبری⁴، نسرین افراشته⁵

^{1,2,4}گروه مهندسی شیمی - پلیمر - دانشگاه ازاد اسلامی شهرضا

³گروه مهندسی شیمی - دانشگاه ازاد اسلامی اراک

⁵گروه مهندسی نفت - دانشگاه ازاد اسلامی امیدیه

چکیده

پلی بوتیلن ترفتالات (PBT) یکی از متداول‌ترین پلیمرهای مهندسی نیمه بلورین می‌باشد که بواسطه خواصی چون درجه و سرعت بلورینگی بالا، مقاومت شیمیایی خوب، پایداری حرارتی و خواص جریانی عالی از اهمیت بالایی برخوردار می‌باشد. علاوه بر خواص مذکور این پلیمر بدلیل استحکام کششی خوب، مدول خمشی بالا، پایداری ابعادی بویژه در برابر آب و مقاومت بالا در برابر هیدرولیکین‌ها، کاربرد وسیعی در صنایع اتومبیل، صنایع الکتریکی و سایر کاربردهای مهندسی پیدا کرده است. با وجود مزایای ذکر شده، بدلیل استحکام ضربه‌ای پایین PBT که ناشی از دمای انتقال شیشه‌ای نسبتاً پایین آن است توجه بسیاری از محققین و پژوهشگران برای رفع این نقصه از طریق افزایش HDT این پلیمر معطوف شده است. عموماً سه طریق برای رفع و اصلاح این نقصه مطرح می‌باشد که عبارتند از: کوپلیمرشدن، آلیاژ‌سازی با سایر پلیمرها و استفاده از پرکننده‌های معدنی و افروندنی‌های مناسب. روش آلیاژ‌سازی با رزین‌های ترموموست (اپوکسی) روش جدید بوده که تاکنون جزئیات زیادی در مورد آن توسط محققین گزارش نگردیده است. از نتایج حاصل از این تحقیق می‌توان به نتایج آلیاژ PBT/اپوکسی اشاره کرد که دو پیک مجزا خود نشان می‌دهد نشانگر دو فازی بودن این آلیاژ در حالت مذاب می‌باشد. بطورکلی، اپوکسی با جرم مولکولی پایین با بسیاری از گرمانرمهای قطبی سازگار بوده و رفتار فازی UCST از خود نشان می‌دهد. آزمون کشش نشان داد در آلیاژ PBT/اپوکسی اضافه کردن عامل پخت موجب افزایش مدول کششی خواهد شد.

واژه‌های کلیدی: عامل پخت، نانو کلی، اپوکسی، آلیاژ، پلی بوتیلن ترفتالات

۱- مقدمه

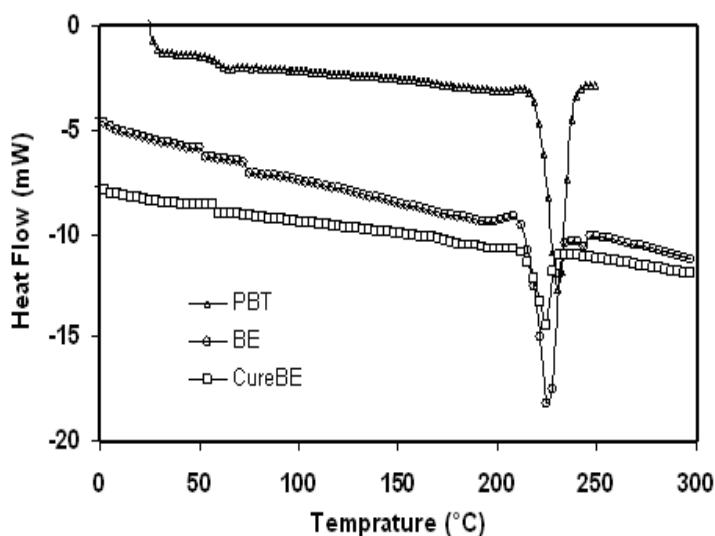
بدنبال پیچیده شدن نوع کاربردهای مواد پلیمری در زمینه‌های مختلف مانند نانوفناوری، بیو تکنولوژی، بسته‌بندی، حمل و نقل، هوافضا و الکترونیک و ...، نیاز به پلیمرهایی با ریزساختار پیچیده به طور روز افزون افزایش می‌یابد [1]. از آنجایی که سنتز و تولید پلیمرهای جدیدی که خواص موردنظر را داشته باشند، فرایندی پیچیده، زمانبر و پرهزینه است؛ لذا تکنیک‌هایی چون اصلاح با مواد تقویت‌کننده (شامل ذرات میکرو یا نانو) و یا آلیاژسازی پلیمرهای موجود به عنوان روش‌هایی به مراتب انعطاف‌پذیرتر و اقتصادی‌تر جهت تولید پلیمرهایی با خواص فیزیکی و مکانیکی مطلوب، در سال‌های اخیر مورد توجه بسیاری از محققین قرار گرفته است. یکی از مزایای آلیاژسازی اپوکسی با ترمومولاستیک PBT، تشکیل لایه بین سطحی مستحکم بین این دو پلیمر است، که منجر به استفاده زیاد این ترموموت به عنوان یک عامل سازگارکننده در آلیاژسازی PBT با سایر پلیمرها و پرکننده‌ها شده است. در این خصوص عمله مطالعات انجام گرفته، در مورد بهبود خواص فیزیکی و مکانیکی آلیاژ و نقش سازگارکننده اپوکسی در این میان بوده است [2]. اما در مورد سینتیک واکنش بین PBT و اپوکسی بدلیل پیچیدگی واکنش و محدودیت در روش‌های ارزیابی و مشاهده مستقیم واکنش، مطالعات کمی صورت پذیرفته است. فرایند واکنشی بین PBT و اپوکسی را می‌توان به سه مرحله مجزا تقسیم نمود. مرحله I: افزایش سریع میزان ویسکوزیته کمپلکس آلیاژ (η^*) در ابتدای واکنش؛ مرحله II: ثابت ماندن میزان η^* در میانه واکنش؛ مرحله III: افزایش مجدد و نسبتاً کند میزان η^* در مابقی واکنش. Wu و همکاران این آزمایش را با آلیاژ PBT و پارافین نیز انجام دادند و مشاهده کردند که بدلیل اینکه پارافین فاقد گروه‌های فعال جهت واکنش با PBT می‌باشد، میزان η^* با گذشت زمان ثابت بوده و لذا می‌توان افزایش η^* در آلیاژ PBT و اپوکسی را به انجام واکنش بین این دو پلیمر نسبت داد [3].

۲- مواد و دستگاه‌ها:

پلی بوتیلن ترفتالات (PBT) ساخت شرکت بایر از گونه 1505 B با نرخ جریان مذاب در حدود 23.4 g/10min (DGEBA 629) درجه سانتیگراد و وزنه 2/16 کیلوگرم) و دمای ذوب 225 °C استفاده شد. رزین اپوکسی مورد استفاده از نوع Nan Ya Plastic Corporation از گونه NPES-629 که مقاومت گرمایی بالای نیز دارد، می‌باشد. عامل پخت رزین اپوکسی MDEA، این ماده محصول شرکت Aldrich می‌باشد و در دمای بالا فعال بوده و فرایند پخت را انجام می‌دهد. خاکرس اصلاح شده 30B Cloisite تولید شرکت Southern Clay آمریکا می‌باشد که با نمک آمونیوم چهارتایی اصلاح شده است. در تهیه نمونه‌های اولیه از دستگاه مخلوطکن داخلی (Brabender W50) با حجم محفظه 60 cc و چرخندهایی از نوع Roller ساخت شرکت Brabender میکروسکوپ الکترونی روبشی Scanning Electron Microscopy) مدل Seron AIS-2100 (Scanning Electron Microscopy) واقع در آزمایشگاه مرکزی دانشگاه امیرکبیر، میکروسکوپ الکترونی عبوری (Transmission Electron Microscopy) مدل Philips EM 208 (Transmission Electron Microscopy) واقع در پژوهشکده علوم و فنون سازمان انرژی اتمی، طیفسنج پراش اشعه ایکس (XRD) به این منظور از دستگاه دیفراتومتر Philips X'pert واقع در دانشگاه آزاد نجف آباد، رئومتر دینامیکی (RMS) از نوع UDS200 ساخت شرکت Paar Phisical موجود در کارگاه پلاستیک دانشکده پلیمر- دانشگاه صنعتی امیرکبیر ، دستگاه DSC مدل DSC-7 PerkinElmer موجود در دانشکده مهندسی پلیمر دانشگاه امیرکبیر، دستگاه تست کشش مدل SMT5 ساخت شرکت SANTAM در دانشگاه اصفهان ، دستگاه تست ضربه Gotech، تایوان مدل GT.7045-MD در دانشگاه آزاد شهرضا چکش ضربه نوع Izod انجام شد.

نتایج و بحث: ۳

برای بررسی میزان سازگاری و یا عدم سازگاری PBT با اپوکسی، دمانگاشت DSC پلی بوتیلن ترفتالات، آلیاژ پخت شده و پخت نشده در شکل ۱ نشان داده شده است. داده های مرتبط با تحلیل حرارتی نیز در جدول ۱ ارائه شده است. همان گونه که در شکل نیز مشخص است آلیاژ PBT/اپوکسی دو پیک مجزا در دماهای ۵۴ و ۷۷ °C از خود نشان می دهد که مرتبط با دمای انتقال شیشه ای (T_g) هر یک از اجزاء (دمای انتقال شیشه ای PBT و اپوکسی بترتیب ۵۶ و ۷۵ درجه سانتیگراد می باشد) بوده و نشانگر دو فازی بودن این آلیاژ در حالت مذاب می باشد. بطور کلی، اپوکسی با جرم مولکولی پایین با بسیاری از گرم انترم های قطبی سازگار بوده و رفتار فازی UCST از خود نشان می دهد [۴]. با افزایش وزن مولکولی اپوکسی میزان سازگاری، بدليل کاهش در آنتروپی صورت گیری اختلاط، کم شده و آلیاژ های حاصل معمولاً دو فازی می باشند. با توجه به جرم مولکولی بالای رزین اپوکسی استفاده شده در این مقاله (2400-3000 g/eq) و مشاهده دو T_g برای آلیاژ می توان نتیجه گرفت که آلیاژ PBT/اپوکسی دو فاز می باشد.



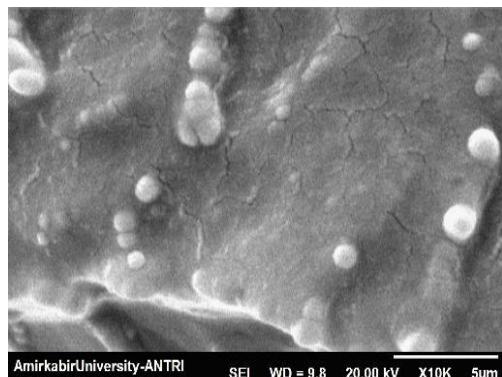
شکل ۱: دمانگاشت DSC برای پلی بوتیلن ترفتالات (PBT)، آلیاژ پخت شده (CureBE) و پخت نشده (BE)

جدول ۱: نتایج تحلیل حرارتی مواد اولیه و آلیاژ های مربوط

	PBT	Epoxy	BE	CureBE
T_g (°C)	56	75	54/77 two T_{gS}	57
ΔC_p (J g ⁻¹ K ⁻¹)	0.20	0.31	0.25	0.19
ΔH_f (J g ⁻¹)	42.8	-	42.4	30.1
T_m (°C)	229.95	-	224.80	223.82

نتایج همچنین نشان می‌دهد که با پخت آلیاژ PBT/اپوکسی پیک مشخصه T_g اپوکسی (در دمای ۷۷ °C) ناپدید شده ولی پیک مربوط به PBT همچنان وجود دارد (در دمای ۵۷ °C). این نتیجه نشان می‌دهد که عملیات پخت اپوکسی هیچ تاثیری بر فاز PBT نداشته و بصورت انتخابی تنها در فاز اپوکسی اتفاق می‌افتد و منجر به پخت فاز متفرق (اپوکسی) می‌گردد. اگرچه، میزان بلورینگی PBT در آلیاژ پخت‌نشده (BE) معادل همان میزان در PBT خالص بوده، (علیرغم افت نقطه ذوب که در حدود ۵ °C بوده و بیانگر

برهمکنش قوی بین فاز متفرق اپوکسی و بستر PBT می‌باشد؛ لیکن در آلیاژ پخت شده (CureBE)، میزان بلورینگی PBT دچار افت ۲۵ درصدی شده که این می‌تواند بدلیل ممانعت‌های ایجادشده، توسط ذرات پخت‌شده اپوکسی، برای حرکت زنجیرهای PBT و کندی حرکت به سمت لایه‌های بلور باشد [۵]. در شکل ۲ ریزنگار (SEM) این آلیاژ را نشان می‌دهد. این آلیاژ ریزساختار بستر - متفرق را نشان می‌دهد که متوسط اندازه ذرات فاز متفرق در آن حدود ۲ μm بوده و به خوبی در بستر پخش شده است.

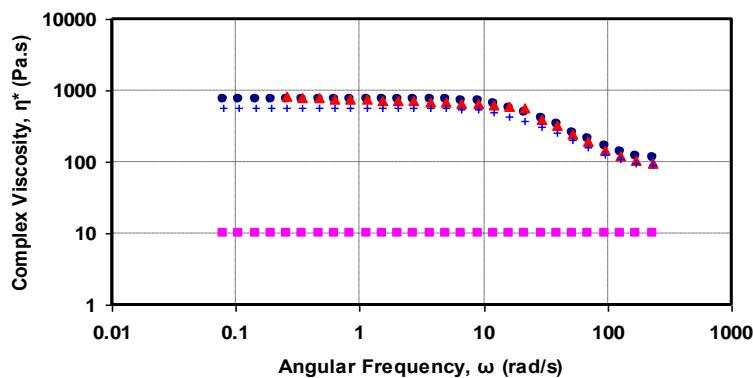


شکل ۲: ریزنگار (SEM) برای آلیاژ PBT/اپوکسی

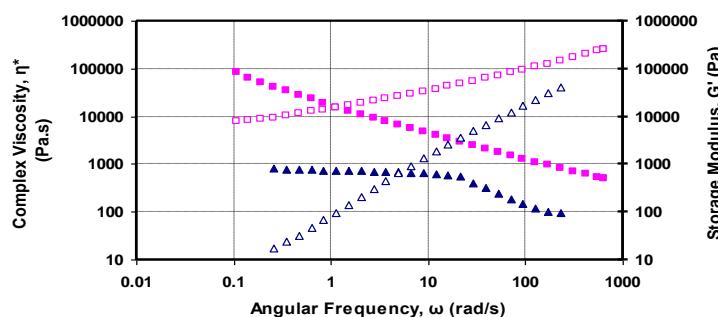
3-1- خواص ریولوزیکی آلیاژ پلی بوتیلن ترفتالات/اپوکسی

شکل ۳ منحنی تغییرات ویسکوزیته مختلط (*) بر حسب بسامد زاویه‌ای را برای PBT، اپوکسی، و آلیاژ پخت نشده (BE) نشان می‌دهد. در حالی که اپوکسی رفتاری نیوتینی در تمام بسامد ها دارد، PBT رفتاری شبه پلاستیک از خود نشان می‌دهد. ویسکوزیته مختلط آلیاژ BE از قانون مخلوطها دارای انحراف مثبت می‌باشد که بیانگر برهمکنش قوی بین بستر PBT و فاز متفرق اپوکسی می‌باشد. این برهمکنش قوی بین PBT و اپوکسی بدلیل انجام واکنش‌های جانبی بین گروههای کربوکسیل PBT و گروههای اپوکسی رزین اپوکسی و تشکیل کوپلیمری در فصل مشترک که به عنوان یک سازگارکننده و یا عامل بین سطحی عمل می‌کند و منجر به تقویت فصل مشترک و افزایش ویسکوزیته می‌شود، می‌باشد [۶]. منحنی‌های خواص ویسکوالاستیک خطی برای آلیاژهای PBT/اپوکسی پخت‌شده (CureBE) و نشده (BE) در شکل ۴ نشان داده شده است. همان‌گونه که در شکل مشخص است، رفتار آلیاژ پخت‌شده (CureBE) مشابه رفتار کامپوزیت‌های پرشده غلیظ، [۷]، و گرمانزم - الاستومرهای پخت‌شده دینامیکی، [۸-۹]، بوده و در بسامدهای زاویه‌ای پایین مقدار ویسکوزیته مختلط (*) و مدول

ذخیره (G') افزایش شدیدی نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود رفتار آلیاژ پخت شده مشابه رفتار سامانه‌های سوسپانسیونی می‌باشد.



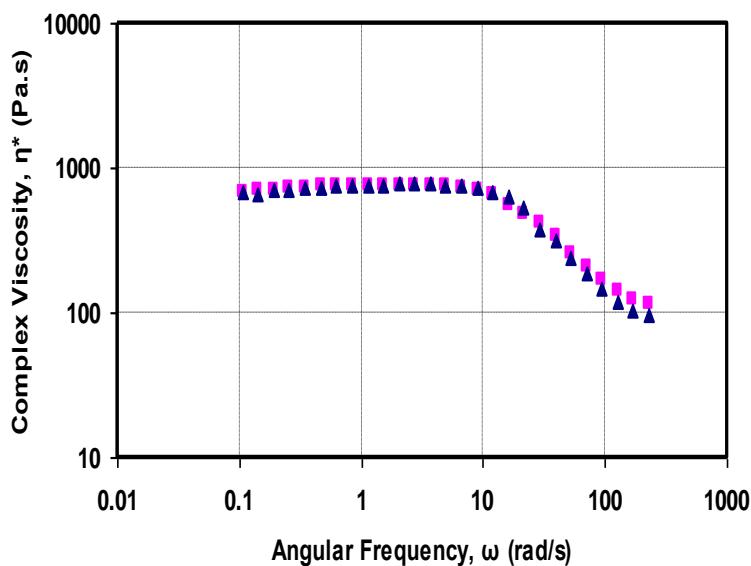
شکل 3: مقادیر ویسکوزیته مختلط (η^*) بر حسب بسامد زاویه‌ای برای نمونه‌های PBT (●)، اپوکسی (■)، آلیاژ پخت‌نشده (▲) و قانون مخلوطها (+) (BE)



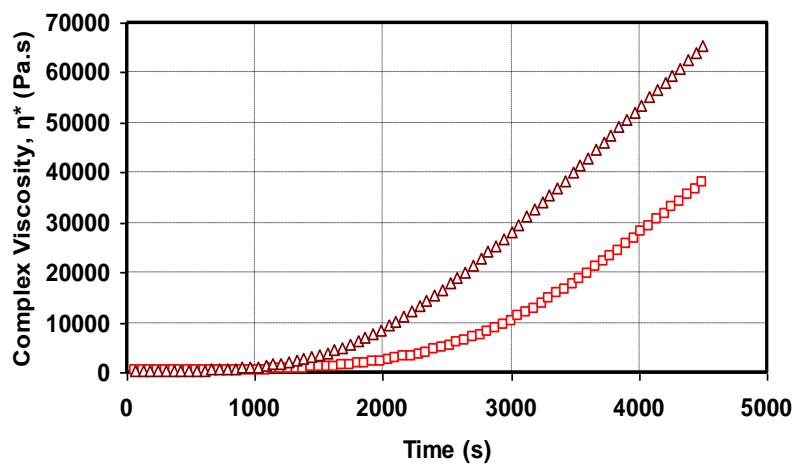
شکل 4: مقادیر ویسکوزیته مختلط (η^*) و مدول ذخیره (G') بر حسب بسامد زاویه‌ای برای آلیاژ پخت‌نشده (BE) و پخت‌شده (CureBE) (□, ■). نمادهای توخالی مربوط به مدول ذخیره و نمادهای توپر مربوط به ویسکوزیته مختلط می‌باشد.

شکل 5 مقادیر ویسکوزیته مختلط بر حسب بسامد زاویه‌ای را برای پلی بوتیلن ترفتالات (PBT) و PBT حاوی ماده پخت (CurePBT) که عملیات پخت تکمیلی نیز بر روی آن انجام شده است نشان می‌دهد. این آزمون جهت بررسی تاثیر ماده پخت بر زنجیرهای PBT انجام شده است و نتایج نشان می‌دهد که ماده پخت هیچگونه تاثیر بر زنجیرهای PBT ندارد و در آلیاژ این ماده بصورت اختصاصی و انتخابی تنها به فاز اپوکسی رفته و باعث پخت رزین اپوکسی می‌شود. منحنی تغییرات ویسکوزیته مختلط بر حسب زمان آلیاژ PBT/اپوکسی (BE) و آلیاژ BE حاوی ماده پخت (به نسبت استوکیومتری) در دمای 260 °C در شکل نشان داده شده است. همان‌گونه که در شکل 6 مشخص است ویسکوزیته مختلط با گذشت زمان ثابت بوده و در یک زمان مشخص (نقطه ژل شدن) شروع به افزایش می‌کند. نقطه ژل شدن در آلیاژ حاوی ماده پخت بسیار سریعتر اتفاق می‌افتد (در حدود 1200 ثانیه در مقایسه با 2000 ثانیه برای آلیاژ بدون ماده پخت). نرخ افزایش ویسکوزیته نیز در آلیاژ حاوی ماده پخت بیشتر از این نرخ در آلیاژ BE می‌باشد که نشان‌دهنده افزایش سرعت فرایند پخت در حضور ماده پخت می‌باشد. نکته جالب در این خصوص افزایش ویسکوزیته با زمان در آلیاژ ساده BE است که بیانگر وقوع تغییرات ساختاری (از نوع افزایش

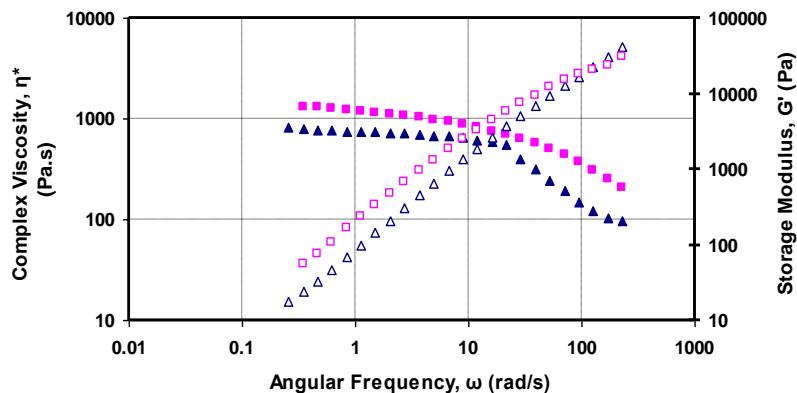
ویسکوزیته) در آلیاژ می‌باشد. این افزایش می‌تواند بدلیل انجام واکنش‌های جانبی بین گروه‌های کربوکسیل PBT و گروه‌های اپوکسی رزین اپوکسی و تشکیل کوپلیمری در فصل مشترک و تقویت آن باشد. دلیل دیگر افزایش ویسکوزیته در این سامانه احتمالاً بدلیل پخت جزئی رزین و طبیعت خودپخت‌کنندگی آن می‌باشد. این افزایش نسبی خواص ویسکوالاستیک خطی در اثر فرایند پخت تکمیلی در آلیاژ BE بدون ماده پخت نسبت به آلیاژ ساده BE در شکل ۷ نشان داده شده است. از جمع‌بندی نتایج بدست آمده در این قسمت می‌توان گفت که رفتار ویسکوالاستیک خطی آلیاژ CureBE شدیداً توسط پخت فاز متفرق اپوکسی و تشکیل یک لایه فصل مشترک قوی بین دو فاز کنترل می‌شود.



شکل ۵: مقادیر ویسکوزیته مختلط (η^*) بر حسب بسامد زاویه‌ای برای PBT (■) و PBT حاوی ماده پخت (▲) (CurePBT)



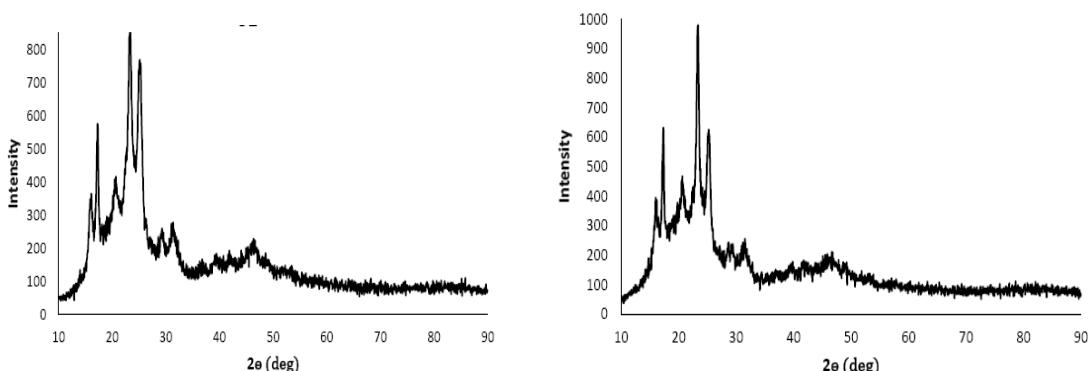
شکل 6: تغییرات ویسکوزیته مختلط (η^*) بر حسب زمان آلیاز BE (□) و آلیاز BE حاوی ماده پخت (Δ) در دمای 260°C



شکل 7: مقادیر ویسکوزیته مختلط (η^*) و مدول ذخیره (G') بر حسب بسامد زاویه‌ای برای آلیاز پخت‌نشده (BE)، و آلیاز BE پخت تکمیلی‌شده (■، □)، آلیاز BE پخت (▲، △)، و آلیاز BE حاوی ماده پخت (□) بر مربوط به ویسکوزیته مختلط می‌باشد

2-3- نتایج منحنی XRD آلیاز PBT / اپوکسی:

برای بررسی بلورینگی آلیاز PBT/اپوکسی رنج $2\theta=10-40^\circ$ در نظر می‌گیریم. همان‌طور که از منحنی‌های XRD نمونه PBT و نمونه آلیاز پلی بوتیلن ترفتالات/اپوکسی مشخص است مشاهده می‌شود که میزان بلورینگی در هر دو نمونه یکسان بوده و هر دو نمودار شبیه به هم می‌باشند، که این نتیجه مطابق با آزمون آنالیز حرارتی DSC و نتایج جدول 1 می‌باشد. مطابقت خوبی میان نتایج حاصل از آزمون XRD آزمون DSC بدست آمده است.

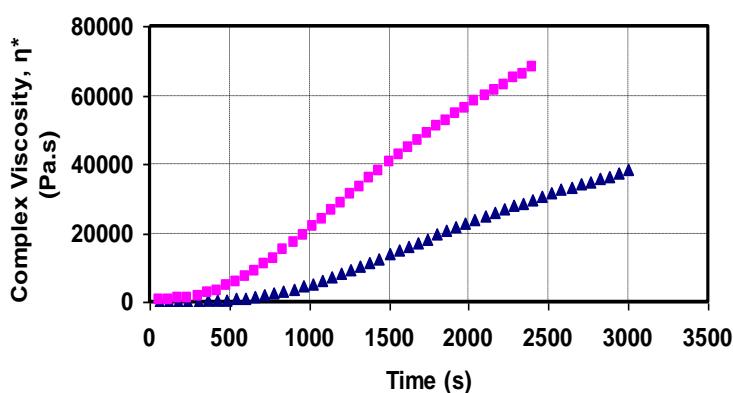


شکل 9: منحنی XRD نمونه BE

شکل 8- منحنی XRD نمونه PBT

3-3- تأثیر نانورس بر فرایند پخت اپوکسی:

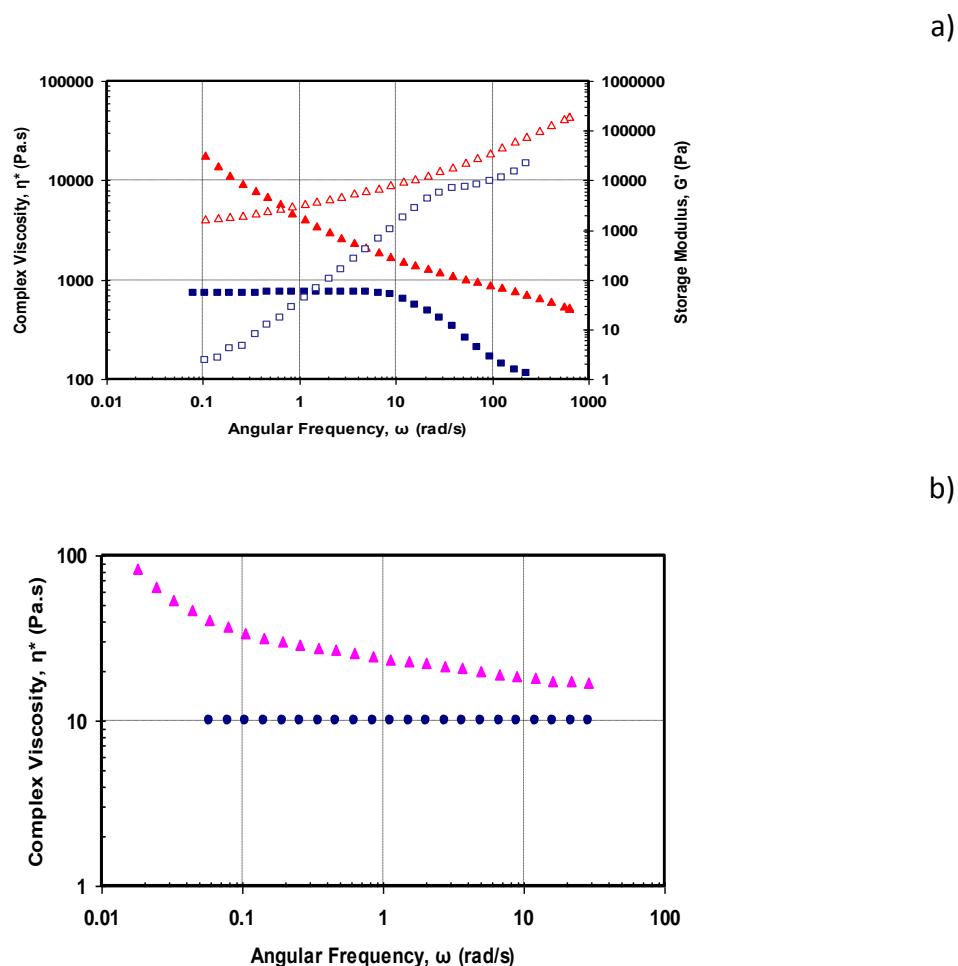
منحنی تغییرات ویسکوزیته مختلط بر حسب زمان برای اپوکسی حاوی ماده پخت و اپوکسی/نانورس (EN) حاوی ماده پخت (به نسبت استوکیومتری) در دمای 240°C در شکل 10 نشان داده شده است. همان‌گونه که در شکل مشخص است نانورس هم زمان شروع واکنش پخت و هم سرعت واکنش پخت را در اپوکسی افزایش می‌دهد. Dean و همکاران [10]، نیز نتایج مشابهی را گزارش کرده‌اند و دلیل آنرا نقش کاتالیزوری لایه‌های سیلیکاتی نانورس در واکنش پخت اپوکسی عنوان کرده‌اند. به عبارت دیگر، کاتیون آمین‌های پروتونه در لایه‌های نانورس به عنوان یک کاتالیزور اسیدی فعالیت بیشتری نسبت به ماده پخت از خود نشان داده و سبب پخت سریعتر اپوکسی می‌شوند. [11].



شکل 10: تغییرات ویسکوزیته مختلط (η^*) بر حسب زمان اپوکسی حاوی ماده پخت (▲) و اپوکسی/نانورس (EN) حاوی ماده پخت (■) در دمای 240°C

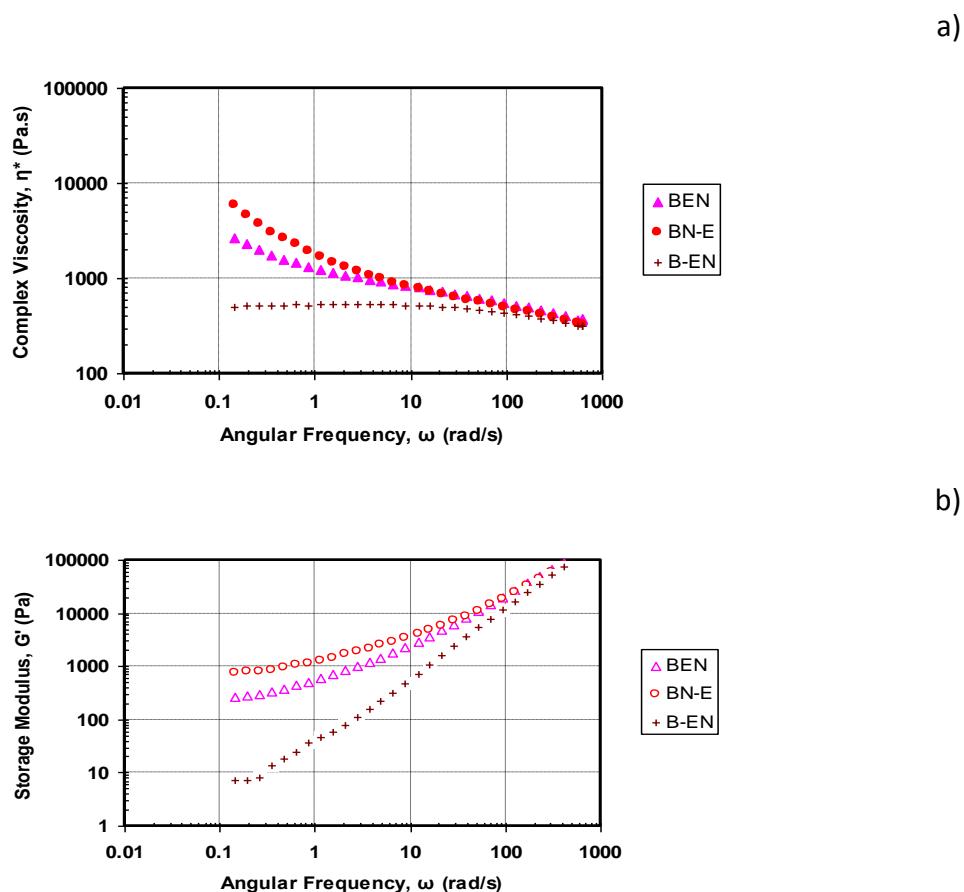
4-3- نتایج ریولوژی:

شکل 11 منحنی تغییرات ویسکوزیته مختلط (η^*) و مدول ذخیره (G') بر حسب بسامد زاویه‌ای را برای PBT/BN/Nanorods (BN)، اپوکسی، و اپوکسی/نانورس (EN) نشان می‌دهد. مشخص است که نمونه‌های BN و EN رفتار غیر انتهایی در مدول ذخیره و چرخش رو به بالای ویسکوزیته در بسامدهای پایین را از خود نشان می‌دهند. به نظر می‌رسد که PBT و اپوکسی از توانایی یکسان در ایجاد ساختار درج گذاری در نانوکامپوزیت برخوردار بوده و این نتیجه بخوبی با نتایج مشاهده شده در آزمون XRD در تطابق می‌باشد.



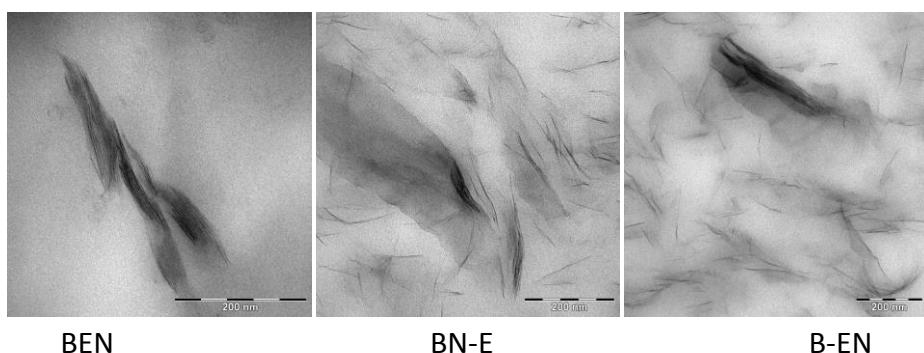
شکل 11: مقادیر ویسکوزیته مختلط (η^*) و مدول ذخیره (G') بر حسب بسامد زاویه‌ای برای (a) PBT (□, ■) و BN/PBT (▲, △)، و (b) اپوکسی (●) و اپوکسی / نانورس (▲). نمادهای توخالی مربوط به مدول ذخیره و نمادهای توپر مربوط به ویسکوزیته مختلط می‌باشد.

جهت بررسی تاثیر پارامتر ترتیب خوراک‌دهی بر خواص نانوکامپوزیت سه نمونه زیر تهیه شد: 1) خوراک‌دهی همزمان سه جزء PBT، اپوکسی و نانورس (BN-E)، 2) تهیه نمونه براساس مستربرج نانورس در PBT (BN-E)، و 3) تهیه نمونه براساس مستربرج نانورس در اپوکسی (B-EN). خواص ویسکوالاستیک خطی نمونه نانوکامپوزیت‌های ترکیبی تهیه شده در شکل 12 نشان داده شده است. همان‌گونه که در شکل نیز مشخص است ترتیب خوراک‌دهی تاثیر زیادی بر رفتار ریولوژیکی نانوکامپوزیت دارد. این نتایج در تضاد با نتایج مشاهده شده از آزمون پراش اشعه ایکس (XRD) دارد که در آنجا مشاهده گردید که ترتیب خوراک‌دهی هیچ تاثیری بر میزان بازشدن صفحات نانورس نداشت و برای هر سه نمونه تقریباً برابر و مساوی بود.



شکل 12: منحنی (a) ویسکوزیته مختلط (η^*) و (b) مدول ذخیره (G') بر حسب بسامد زاویه ای برای نانوکامپوزیت های ترکیبی B-EN و BN-E، BEN

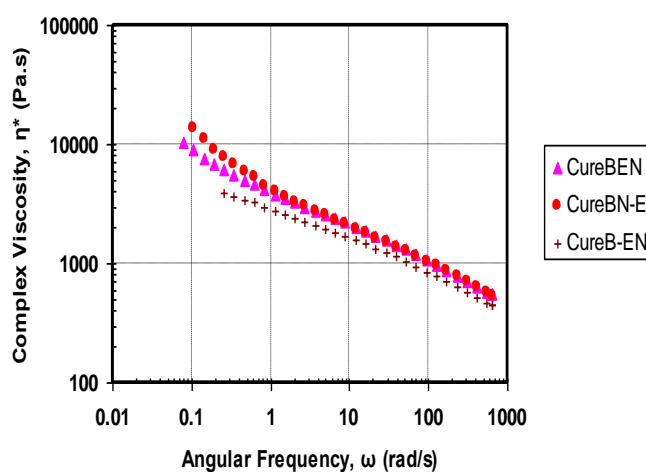
هر دو نمونه BEN و BN-E دارای ویسکوزیته و الاستیسیته بیشتر در مقایسه با نمونه B-EN بوده و رفتار شبه جامد در بسامدهای زاویه ای پایین از خود نشان می دهند که این بدلیل حضور نانورس در بستر و توزیع بهتر آن در نانوکامپوزیت در مقایسه با نمونه B-EN می باشد. در نمونه B-EN ذرات نانورس درون قطرات اپوکسی حبس شده و به علت نسبت منظر بالا و ویسکوزیته زیاد بستر و فاز متفرق امکان مهاجرت آن از قطره به درون بستر PBT وجود ندارد. لذا رفتار غیر انتهایی در مدول ذخیره و چرخش رو به بالای ویسکوزیته در بسامدهای پایین برای نمونه B-EN مشاهده نمی گردد.[12] این نظریه بخوبی توسط ریزنگار های TEM که در شکل 13 ارائه گردیده اثبات می شود.



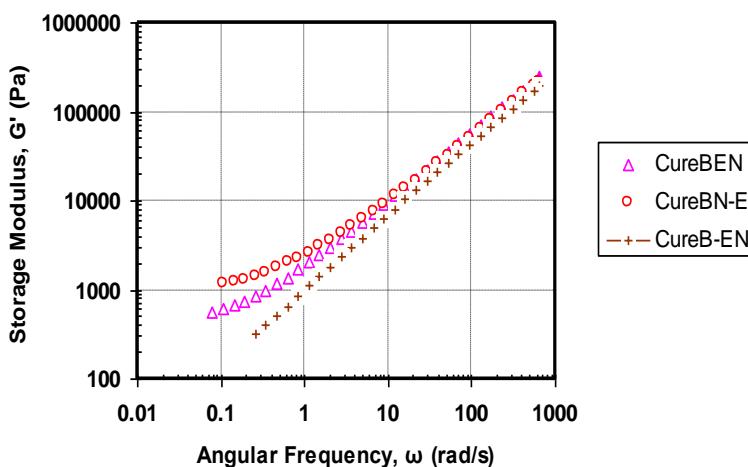
شکل 13: ریزنگار TEM مربوط به نمونه نانوکامپوزیت‌های BN-E و BEN و B-EN

همان‌گونه که در شکل فوق مشاهده می‌گردد، هر دو نمونه BEN و BN-E در گذاری شده و ورقه ورقه شده را از خود نشان می‌دهند و صفحات و دسته لایه‌های نانورس بخوبی در بستر PBT پخش شده‌اند در حالی که در نمونه B-EN ذرات نانورس عمدتاً درون قطرات فاز متفرق اپوکسی حبس شده اند. [13]. از جمع بندی نتایج آزمون ریولوژی و XRD نمونه نانوکامپوزیت‌های ترکیبی می‌توان گفت که اگرچه ترتیب خوراک‌دهی بر میزان درج گذاری و پخش نانورس تاثیری ندارد، اما تاثیر زیادی بر میزان توزیع نانورس و سهم آن در هر فاز دارد. علیرغم تمایل ترمودینامیکی یکسان PBT و اپوکسی با نانورس، به علت بالا بودن زمان مهاجرت و جابجایی نانورس از قطرات اپوکسی به بستر PBT نسبت به زمان فرایند اختلاط، نانورس امکان جابجایی از قدره اپوکسی به بستر را در نمونه B-EN ندارد. نتایج بدست‌آمده از انجام آزمون‌های ریولوژیکی مشابه بر روی نمونه نانوکامپوزیت‌های ترکیبی پخت شده روند مشابهی که در مورد نمونه‌های پخت‌نشده بیان شده را نشان می‌دهد (شکل 13). از نتایج بدست‌آمده می‌توان نتیجه گرفت که فرایند پخت سبب تغییرات جزئی در میزان پخش و توزیع نانورس داشته و این در تطابق با نتایج مشاهده شده در آزمون XRD می‌باشد. افزایش در ویسکوزیته مختلط و مدول ذخیره نمونه‌های پخت شده در مقایسه با نمونه‌های پخت‌نشده عمدتاً بدلیل پخت قطرات اپوکسی و افزایش چسبندگی بین سطحی فاز متفرق و بستر می‌باشد. [14]

(a)



(b)



شکل ۱۳: منحنی (a) ویسکوزیته مختلط (η^*) و (b) مدول ذخیره (G') بر حسب بسامد زاویه‌ای برای نانوکامپوزیت-های ترکیبی پخت شده CureB-EN، CureBN-E و CureBEN

جمع‌بندی و نتیجه‌گیری :

- نتایج حاصل از آنالیز حرارتی و ریولوژی حاکی از دو فاز بودن آلیاژ PBT/اپوکسی می‌باشد، که این نتیجه می‌تواند ناشی از بالا بودن جرم مولکولی اپوکسی مورد استفاده باشد. هم‌چنین نشان داده شد که فرایند پخت در آلیاژ بصورت انتخابی فاز اپوکسی را شبکه‌ای کرده و تاثیری بر فاز PBT ندارد.
- در بررسی آزمون پراش اشعه ایکس این موضوع که عامل پخت تاثیر چندانی روی بلورینگی PBT ندارد هم‌چنان که پخت تاثیری روی PBT نداشته است اما خود رزین اپوکسی روی بلورینگی PBT تاثیر می‌گذارد.
- از نتایج حاصل از آزمون کشش دریافتیم اضافه کردن اپوکسی به PBT موجب افزایش مدول و افزایش سفتی زنجیره می‌شود که این افزایش مدول به علت برهمکنش قوی بین گروه‌های OH رزین اپوکسی و گروه‌های کربوکسیلیک پلی بوتیلن ترفتالات است.
- نتایج آزمون کشش آلیاژ PBT/اپوکسی نشان می‌دهد که اضافه کردن عامل پخت موجب افزایش مدول کششی خواهد شد زیرا پخت موجب سفتی و سختی زنجیره می‌شود.

مراجع:

- [1] C.M. Gómez, I. Porcar, I.S. Monzo, C. Abad, A.N. Campos, Eur. Polym. J., 43, 360, (2007).
- [2] F. Xie, C.X. Zhou, W. Yu, D.F. Wu, Eur. Polym. J., 41, 2171, (2005).
- [3] F. Xie, C.X. Zhou, W. Yu, Polym. Composites, 72, (2008).

- [4] H. Zhang, SH. Sun, M. Ren, Q. Chen,, J. Song, H. Zhang, Z. Mo, *J. Appl. Polym. Sci*, 109, 4082, (2008).
- [5] A. Saadat, H. Nazockdast, F. Sepehr, M. Mehranpour, *Polym. Eng. Sci.*, 50, 2340, (2010).
- [6] T. E. Sandhya, C. Ramesh, S. Sivaram, *Macromolecules*, 40, 6906, (2007).
- [7] Y. W. Mai, Z. Zh. Yu, *Polymer Nanocomposites*, Woodhead Publishing Limited, CRC Press, (2006).
- [8] K. Jayanarayanan, T. Jose, S. Thomas, K. Joseph, *Eur. Polym. J.*, 45, 1738, (2009).
- [9] M.M. Salehi, H Nazockdast, Gh R Pircheraghi *Journal of Macromolecular Science, Part B*(2012)
- [10] X. Yi, L. Xu, Y.L. Wang, G.J. Zhong, X. Ji, Zh.M. Li, *Eur. Polym. J.*, 46, 719, (2010).
- [11] E. Nazockdast, H. Nazockdast, F. Goharpey, *Polym Eng. Sci.*, 48, 1240, (2008).
- [12] Y. W. Mai, Z. Zh. Yu, *Polymer Nanocomposites*, Woodhead Publishing Limited, CRC Press, (2006).
- [13] D. Dean, R. Walker, M. Theodore, E. Hampton, E. Nyairo, *Polymer*, 46, 3014, (2005).
- [14] R. Foudazi, H. Nazockdast, *Appl. Rheol.*, 20, 1221