

# تأثیر ذرههای نانوسیلیکا بر ویژگیهای سطحی نانوکامپوزیت پلی بوتیلن ترفتالات/سیلیکا

مازیار پروین زاده گشتی<sup>، په</sup> و آرش الماسیان<sup>۲</sup>

۱- استادیار مهندسی شیمی نساجی و علوم الیاف، گروه مهندسی نساجی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شهرری، تهران، ایران ۲- دانشجوی دکترا، گروه پژوهشی رنگ و محیط زیست، مؤسسه پژوهشی علوم و فناوری رنگ، تهران، ایران

دریافت: مهر ۱۳۹۰، بازنگری اول: اسفند ۱۳۹۰، بازنگری دوم: اردیبهشت ۱۳۹۱، پذیرش: خرداد ۱۳۹۱

چکیده: در این پژوهش مقدار تأثیر ذرات نانو سیلیکا بر ویژگیهای سطحی پلی (بوتیلن ترفتالات) با روشهای متفاوت مورد ارزشیابی قرار گرفته است که شامل روشهای طیفسنجی زیر قرمز تبدیل فوریه (FTIR)، میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM)، اندازهگیری زاویه تماس (CAM)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و طیفسنج انعکاسی (RS) است. نتیجههای FTIR نشان میدهد که گروههای سطحی سیلیکا با گروههای انتهایی کربوکسیل یا هیدروکسیل زنجیرهای PBT برهم کنش دارد. تصویرهای میروسکوپهای اتمی و الکترونی نانوکامپوزیتها افزایش زبری سطح را در مقایسه با پلیمر خالص نشان میدهد. ویژگیهای نوری فیلمهای نانوکامپوزیت در نهایت به وسیلهی طیف سنج انعکاسی تعیین شده است و ذرات نانوسیلیکا انعکاس سطح فیلمها را افزایش میدهند.

واژههای کلیدی: نانو سیلیکا، پلی استر، AFM، انعکاس

#### مقدمه

پلی (بوتیلن ترفتالات) (PBT) یکی از تجاریترین پلی استرهای آروماتیک ترموپلاستیک با ساختار نیم بلوری در دسترس است که ویژگیهای گوناگونی شامل نسبت بالای بلوری، مقاومت در برابر ضربه بالا و پایداری گرمایی، دمای شکل گیری پایین، سختی بالا و ثبات ابعادی، استحکام، مقاومت در برابر سایش و حلال، عایق الکتریکی خوب، سیکل زمانی کوتاه در شکل گیری، مقاومت در برابر آب بالا و ظاهر سطحی خوب دارد. این پلیمر به طور قابل توجهی در صنعت خودروسازی، الکترونیک و وسایل پزشکی استفاده می شود [۱ تا ۶]. پژوهش گران سه روش sol-gel، پلیمراسیون همزمان و فرایند ذوب را برای تهیه نانوکامپوزیتهای پلیمری توسعه دادهاند. برای

این منظور، پرکننده از قبیل رس، کلسیم کربنات، کربن و اکسیدهای متفاوت فلزی به مخلوط پلیمری به منظور بهبود برخی از ویژگیهای مانند افزایش مدول ها، استحکام، سختی، مقاومت در برابر آتش، ثبات ابعادی، رسانای الکتریکی، مقاومت در برابر حلال و حرارت، قابلیت خیس شوندگی و قابلیت رنگ پذیری بسته به نوع و مقدار نانو ذرات استفاده شدهاند. فرایند ذوب ریسی هنوز هم کم هزینهترین فرایند برای تولید انبوه نانوکامپوزیتهای پلیمری ساده و سازگار با محیط زیست است [۷ تا ۱۰].

در این راستا، فعالیتهای پژوهشی بسیاری در مورد مخلوط کردن نانورس و بستر PBT انجام شده است [۱۱ تا ۲۴]. بعضی پژوهش گران ادعا کردند که با نسبت مناسب واکنشگرها و استفاده

> mparvinzadeh@gmail.com عهدهدار مكاتبات: www.SID.ir

از رزین اپوکسی در بستر PBT از طریق ذوب ریسی ممکن است بتوان صفحات نانوکامپوزیت پلیمری و الیاف با افزایش دمای ذوب و نسبت بلوری را تولید کرد [۱۸–۱۱].

نانوکامپوزیت رس/PBT میتواند از طریق پلیمراسیون همزمان با افزایش دمای تخریب و ویژگیهای مکانیکی دینامیکی بهبود یافته ممکن است از یک واکنش وسیع و قوی پیوندی بین لایههای رس و مولکولهای انتهایی پلی استر سنتز شود [۲۱–۱۹]. هانگ و همکارانش پیشنهاد کردند که رس میتواند به عنوان یک سازگار کننده در مخلوط پلیمری PBT و پلی اتیلن (PE) بهدلیل استقرار در سطح اشتراک دو پلیمر و تمایلش به جزء خاص در مخلوط عمل کند [۲۲ و ۲۳].

پژوهش گران دیگر اظهار داشتند که ماده معدنی رس می تواند با سازگاری با PBT بهعنوان گزینهای مناسب در کاربردهای زیست پزشکی مطرح شود [۲۴].

نوع دیگری از پرکننده، نانو ذرات سیلیکاست که دارای ویژگیهایی از قبیل سختی بالا، استحکام کششی، مدول بالا، سفتی، درجه بلورینگی بالا، گرانروی بالا، مقاومت در برابر خزش خوب، ضریب اصطکاک بالا، مقاومت در برابر سایش بالا، مقاومت

و چسبندگی مناسب بین نانوکامپوزیتهای پلیمری است [۲۵]. در مورد پلی استرها مانند پلی اتیلن ترفتالات (PET)، شواهد تجربی نشان میدهد که نانو سیلیکا بهعنوان یک عامل هسته گذار رفتار نمیکند و تأثیر کمی روی درجه بلورینگی دارد که باعث افزایش مدول، استحکام، جهت گیری در مناطق آمورف، ثبات گرمایی و ابعادی PET میشود [۲۹–۲۶]. پیوند شیمیایی بین نانوسیلیکا و پیش پلیمر، سازگاری بهتری با زمینهی TBT را نشان میدهد و میتواند مخلوط همگنی در PBT بدون تجمع ذرات ایجاد کند [۳۰]. روش دیگری که اخیرا انجام شده است تهیه نانو کامپوزیتهای سیلیکا/PBT از بوتیلن تترافتالات حلقوی (CBT) است. نشان داده شده است که نانو ذرات سیلیکا فرایند پلیمراسیون رزین CBT را گسترش دادهاند. مدول، استحکام در نقطه پارگی و ازدیاد طول تاحد پارگی نانوکامپوزیتهای PBT بهطور قابل

همکارانش مخلوطهای PET و PBT را توسط فرایند ذوب ریسی در حضور نانو پرکنندههای سیلیکا تولید کردند. آنها دریافتند که اختلاط نانو ذرات  $_{2}SiO$  مانع ایجاد پیوندهای استری در مخلوط PBT/PET از طریق واکنش گروههای انتهایی هیدروکسیل TPT. و PBT با گروههای هیدروکسیل سطح  $_{2}SiO$  می شوند [۳۳].

تمام پژوهشهای قبلی بر ویژگیهای داخلی نانوکامپوزیتهای سیلیکا/پلی استر متمرکز شدهاند و تنها طرح پژوهشی قبلی ما ویژگیهای سطح نانوکامپوزیتهای سیلیکا/PET را توضیح میدهد [۳۳]. نتیجهها نشان میدهد که نانو سیلیکا با ماهیت آبدوست تمایل به مهاجرت به سطح نانوکامپوزیتهای PET را دارد درصورتیکه نانو سیلیکا آبگریز با زنجیرهای مولکولی PET سازگارتر است. به بیان دیگر، سطوح نانوکامپوزیت سیلیکا/ PET بخش زیادی از فوتونهای تابیده شده را منعکس میکند و منحنیهای بازتاب کامپوزیتها شامل ذرات نانو سیلیکا به طول موجهای کوتاه تر در گستره UV انتقال یافته که میتواند به تأثیر ابعاد کوانتومی نانو سیلیکا نسبت داده شود [۳۳ و ۳۳].

ویژگیهای سطحی ذرات نانوسیلیکا و شرایط مذاب نقش مهمی در نحوه پخش ذرات نانوسیلیکا در پلی استر دارد. با توجه به این که نانوسیلیکا توسط تولیدکنندگان متفاوت بهراحتی در دسترس است و تاکنون پژوهشی در استفاده از آن در مخلوط با پلی بوتیلن ترفتالات جهت بررسی ویژگیهای سطحی انجام نگرفته است از اینرو، مطالعه تأثیر نانوسیلیکا در ویژگیهای این پلیمر لازم به نظر میرسد. بنابراین، مطالعه حاضر بهمنظور بررسی ویژگیهای سطح نانو کامپوزیتهای سیلیکا/PBT حاوی ۲، ۳ و ۵٪ ذرات نانو سیلیکاست.

## بخش تجربی <sub>مواد</sub>

گرانول PBT Pocan B 1505000000 از شرکت PBT از شرکت PBT م از شرکت PBT م فراهم شده است. این ماده با دانسیته ۱۸ گرم در میلی لیتر و جریان ذوب ۱۸ گرم در ۱۰ دقیقه است. ذره نانو سیلیکا از شرکت آلمانی، PlasmaChem تهیه شده است. ماهیت آبدوستی پودرهای نانو سیلیکا به حضور گروههای هیدروکسیل یا سیلانول در سطح آنها

با میانگین اندازه اولیه ۱۴ نانومتر نسبت داده می شود. سطح ویژه و دانسیته آنها کمتر از ۲۰۰ مترمربع بر گرم و ۰٬۰۴۸ گرم بر سانتی متر مکعب است.

### تهيه نانوكامپوزيت

گرانول PBT و نانو ذره سیلیکا در آون به مدت ۱۷ ساعت در ۹۰ درجه سانتی گراد قبل از فرایند ذوب ریسی خشک شدهاند. نانو کامپوزیتها بهوسیلهی مخلوط کن خشک شدهاند. نانو کامپوزیتها بهوسیلهی مخلوط کن شدهاند. دمای مخلوط در ۲۴۰ درجه سانتی گراد بهمنظور اطمینان از گرانروی مناسب برای مخلوط نگه داشته شد. سرعت چرخش در ۶۰ دور در دقیقه به مدت ۱۵ دقیقه تعیین شده است. وزن کل ماده در هر حمام ۴۰ گرم بوده است. مقدار نانوذره سیلیکا در بستر ماده در هر حمام ۴۰ گرم بوده است. مقدار نانوذره سیلیکا در بستر فشار ۶۰۰۰۰ تهیه شدهاند. دما هر دو صفحه پایین و بالایی پرس در ۲۵۰ درجه سانتی گراد نگه داشته شده است. نمونهها سپس به سرعت با استفاده از آب سرد، خنک شدهاند.

### ویژگیهای سطحی نانوکامپوزیتها

ویژگیهای سطحی نانوکامپوزیتهای تولید شده با استفاده از طیف سنج Instrument corp., USA متصل به یک کامپیوتر بررسی شده است. طیف سنج مجهز به یک انعکاس سنج برای ارزشیابی انعکاس PBT نطف سنج مجهز به یک انعکاس سنج برای ارزشیابی انعکاس حلطح نانوکامپوزیت A/PBT ۲۵٪ نانوسیلیکا در مقایسه با PBT خالص است. ریختشناسی فیلمهای نانو کامپوزیت PBT/سیلیکا خالص است. ریختشناسی فیلمهای نانو کامپوزیت SEIFERT/PTS ای کام بهوسیله ی پراش پرتو X با دستگاه 2003 SEIFERT/PTS در بررسی شده است. پرتو A با دستگاه 2003 موج nn ۲۹۵۴٬۰ در میتره ۵ تا ۲۰ درجه و سرعت ۱ درجه بر دقیقه برای تهیه الگوها، مورد استفاده قرار گرفتهاند. برای بررسی ریختشناسی نمونهها از میکروسکوپ نیروی اتمی Auto probe CP model ساخت کره و مجهز به اعماس و تخمین انرژی آزاد سطح نانوکامپوزیتها در گیری زاویه تماس و تخمین انرژی آزاد سطح نانوکامپوزیتها در

دمای اتاق و با استفاده از دستگاه Kruss G10 انجام شده است. انرژیهای آزاد سطح نانوکامپوزیتها توسط روش –Owens Wendt [۳۵] و با استفاده از نظریه چسبندگی بین فازهای جامد و مايع قطبي ( $\gamma^{P}$ ) و غير قطبي يا پراکندگي ( $\gamma^{P}$ ) تخمين زده شده است. آب و دی یدومتان به عنوان مایعات مورد استفاده در آزمایش در رطوبت نسبی ۶۵٪ و دمای ۲± ۲۳ درجه سانتی گراد استفاده شده است. زاویه تماس میانگینی از ۶ موقعیت متفاوت روی نانوکامپوزیت PBT سیلیکای حاوی ۵٪ نانو سیلیکا تعیین شده است. بررسی ریختشناسی سطح نانو کامپوزیت بهوسیلهی ميكروسكوپ الكتروني (SEM, Philips, XL30, Netherlands) انجام شده است. نمونهها با لايه طلا تحت شرايط خلاء قبل از آزمایش پوشش داده شدهاند. حضور سیلیکا روی سطح نانوکامپوزیت بهوسیلهی سامانه EDX متصل به میکروسکوپ الكتروني تعيين شده است. انعكاس نمونه با استفاده از طيفسنج Gretagmacbeth COLOREYE 7000A متصل به یک کامپیوتر مشخص شده است.

# نتیجهها و بحث ویژگیهای شیمیایی

طیف زیر قرمز PBT خالص و کامپوزیت حاوی A/PBT نانو سیلیکا در شکل ۱ نشان داده شده است. ارتعاش کششی نانو سیلیکا در شکل ۱ نشان داده شده است. ارتعاش کششی خلقههای ضعیف H-C در سطح و  $_{2}^{\rm CH}$  و ارتعاشهای خمشی حلقههای سطح بنزنی و ارتعاشهای ساختار حلقوی در PBT در ۲۹۶۱، ۲۹۶۱ مشخص سطح بنزنی و ارتعاشهای ساختار حلقوی در TBT در ۱۰۹۳ مشخص شده اند. نوارهای ظاهر شده در ۲۴۱۱، ۲۹۶۱ و ۲۰۰۳ ۲۹۶ مربوط ۱۰۳۵۲ مشخص شده اند. نوارهای ظاهر شده در ۲۴۱۱، ۲۹۶۱ و ۲۰۰۳ ۲۹۶ مربوط ۱۰۳۵۲ مشخص شده اند. نوارهای ظاهر شده در ۲۴۱۱، ۲۹۶۱ و ۲۰۰۳ ۲۹۶ مربوط ۲۹۶۱ میده در تاحیه ۲۹۶۱ مربوط ۱۰۳۵۲ میده در ناحیه ۲۹۶۱ مربوط ۲۹۶۱ میده در تاحیه ۲۹۶۱ میده در به میتواند به گروههای ایدرید است [۳۶ تا ۳۹]. یک نوار شدید دیگر در ناحیه ۲۰۰۳ تا ۲۹۶ در به وی ۲۹۶۱ میده در ۲۹۶۱ میدون مولکولی PT متصل شده به گروههای ایدرید است [۳۶ تا ۳۹]. یک نوار شدید دیگر در ناحیه ۲۰۰۳ تا ۲۹۶ در به میتواند به گروههای ایدرید به وی ۲۹۶۱ میدون مولکولی PT می ۲۹۶۱ میدون می واد کششی متقارن قوی O-C (گروههای کربونیل) در ۲۱۷۲ مشخص شده است. جذبهای ۹۳۶ و ۲۰۰۱ ۲۰۱۹ دا ۲۰۰ ۲۰۱۹ مشخص شده است. خربوبیل جذبهای ۹۳۶ و ۲۰۰۱ ۲۰۱۹ در ۲۰۰۱ مشخص شده است.



زنجير PBT اختصاص داده شده است [PN-۳۹].

همان طور که در شکل ۲ میتوان مشاهده کرد، بعد از ترکیب نانوسیلیکا با گرانولهای PBT، شدت نوارها در ۹۱۷ و ۲۳۳ cm<sup>-1</sup> تغییر کرده است. این نشان میدهد تعاملی بین H–O کششی درون مولکولی و H–O خمشی بیرون از سطح در گروههای کربوکسیلیک زنجیرهای PBT با گروههای سطح نانوذرات سیلیکا ایجاد شده است [۳۸].

این نتیجه نشان میدهد که ذرههای نانوسیلیکا به سطح پلیمر مهاجرت داشتهاند که میتواند بهدلیل وجود گروههای هیدروکسید باشد. این گروهها میتوانند با ایجاد پیوندهای هیدروژنی با گروههای آبدوست موجب اینگونه مهاجرتها به سطح پلیمر شوند. این نتیجه در بررسی انرژی سطحی نمونهها نیز تأیید شده است و در شکل ۳ چگونگی این برهم کنشها نشان داده شده است. مطالعه قبلی ما نشان داده است که گروههای هیدروکسیل سطح ذرههای نانوسیلیکا امکان ایجاد پیوند را با گروههای انتهایی کربوکسیل یا هیدروکسیل زنجیرهای TBT افزایش میدهند. در این پژوهش شکل گیری شبکههای پلیمری را میتوان به

ایجاد پیوندهای Si-O-C بین ماکرومولکولهای PBT و سطح نانوذرههای سیلیکا نسبت داد [۳۳].

## شناسای نمونهها با XRD

الگوهای XRD ذرههای سیلیکا و کامپوزیتهای حاوی مقدارهای متغیر (۰۰ ۱٪ و ۵٪) سیلیکا در شکلهای ۴ تا ۷ نشان داده شده است.

شکل ۴ بیان گر آمورف بودن ذرمهای سیلیکاست. پیکهای شدید الگوی پلیمر PBT در گستره ۱۵ تا ۲۶ درجه در شکل ۵ مشاهده میشود. الگوی نمونههای نانوکامپوزیت تهیه شده (شکلهای ۶ و ۷) نشان میدهد که با افزایش ذرمهای سیلیکا، تنییر قابل توجهی در الگوی PET به وجود نیامده است.

پهن شدن پیکها در الگوی نانوکامپوزیتها به حضور بلورهای کوچکتر یا کاهش بخش بلوری بهدلیل اختلاط سیلیکا با نانو کامپوزیت PBT نسبت داده میشود. میتوان گفت که ذرات سیلیکا میتوانند تشعشع تابیده شده از پرتو X را جذب کنند. بنابراین، منجر به پهن شدگی پیکها در الگوی نانوکامپوزیت PBT می شود [۳۰ تا ۳۲].

> نشریه پژوهشهای کاربردی در شیمی (JARC) *www.SID.ir*



شکل ۳ چگونگی تجمع و برهمکنشهای گروههای آبدوست سیلیکا با زنجیرهای پلیمر



بررسی ریختشناسی نمونهها

شکلهای ۸ و ۹ تصویرهای دو و سه بعدی سطح PBT خالص و نانوکامیوزیت حاوی ۵٪ نانو سیلیکا را نشان میدهد. کامیوزیت PBT/نانو سیلیکا افزایش زبری سطح را در مقایسه با PBT خالص با سطح به نسبت نرم نشان میدهد. زبری متوسط سطح در جدول ۱ نشان داده شده است. مواد افزودنی معدنی همواره جهت اصلاح سطح در بستر پلیمر و ایجاد ویژگیهای جدید در پلیمر استفاده شده است [۴۰ و ۴۱]. بهطور کلی، افزودنیهای معدنی بهدلیل عوامل متعددی از قبیل ابعاد، تحرک، ویژگیهای گروههای انتهایی، ترکیب نسبی و ساختار مولکولی قادر به مهاجرت به سطح پلیمرها هستند. همان طور که پیش از این دیده شده است، طیف زیر قرمز نمونهها نشان میدهد که بعد از ورود ذرات نانو سیلیکا به بستر PBT، برخی فعل و انفعالات بين پليمر و ذرات نانوسيليكا آبدوست اتفاق مي افتد. مشکل عمده در تمام نانو کامپوزیتهای حاوی نانو ذرات، متراکم شدن ذرات در سطح بهدلیل سطح مخصوص بالای آنهاست. مطالعه قبلی ما این پدیده را در مورد نانو سیلییکا و نانو رس به کار رفته در PET تایید می کند [۳۳ و ۳۴]. با توجه به شکل ها، در غلظت ۱٪ از ذرات امکان پراکندگی یکنواخت آنها در پلیمر وجود دارد در صورتی که با افزایش غلظت نانوسیلیکا این امکان کاهش یافته و ذرات فضای کمتری جهت توزیع یکنواخت در بستر پلیمر دارند. بنابراین، امکان افزایش تجمع در غلظت ۵٪ از نانوسیلیکا در یلی بوتیلن ترفتالات وجود دارد. افزون پر آن با نزدیک شدن ذرات به یکدیگر امکان ایجاد پیوندهای هیدروژنی بین ذرات سیلیکا در بستر پلی ہوتیلن ترفتالات افزایش می یابد.

جدول ۱ زبری سطح PBT خالص و کامپوزیت PBT/ ۵٪ نانو سیلیکا

Average surface roughness (R₂) (Å)	RMS (Å)	نمونه	
۲۶,۲	۳۶٫۲	پليمر خالص	
۴۷٫۸	۶۵٫۲	پلیمر حاوی ۵٪ نانوسیلیکا	

PBT شکل ۱۰ تصویرهای میکروسکوپ الکترونی سطوح PBT خالص و کامپوزیتهای متفاوت PBT/نانو سیلیکا را نشان میدهد. همان طور که دیده می شود، PBT خالص سطح به نسبت صاف و یکنواختی دارد. افزوده شدن ذرههای نانو سیلیکا به بستر PBT

> نشریه پژوهشهای کاربردی در شیمی (JARC) *www.SID.ir*

منجر به قرارگیری ذرههای نانو سیلیکا در سطح کامپوزیت می شود و در نتیجه برهم کنش بین دو ماده سبب جمع شدن سیلیکا بر روی سطح PBT می شود. این پدیده با کارهای مشابه گزارش شده نیز هم خوانی دارد [۳۹ تا ۴۳]. با افزایش درصد نانوذرات سیلیکا به ۳٪ و ۵٪، تمایل به تشکیل تودههای ذرات در سطح پلیمر بیشتر می شود که به دلیل برهم کنش متقابل و نیروی جاذبه بین خود ذرات نانوسیلیکا است. ایجاد این تودهها در پلیمر حاوی ذرههای آب دوست می تواند در نتیجه تشکیل پیوندهای هیدروژنی بین گروههای هیدروکسیل در سطح ذرههای نانو سیلیکا باشد.

### اندازه گیری زاویه تماس و انرژی آزاد

دو سیال دی دومتان و آب در این آزمایش استفاده شده است. کشش سطحی، انرژی آزاد سطحی قطبی ( $^{P}$ ) و غیر قطبی یا پراکندگی ( $^{P}$ ) مایعات در جدول ۲ ارایه شده است. همچنین جدول ۳ تغییرات انرژی آزاد سطح PBT خالص و نانو کامپوزیت حاوی ۵٪ سیلیکا محاسبه شده با روش Owens را نشان میدهد. نانو دزه سیلیکا قرار گرفته در بستر PBT زاویه تماس آب را افزایش میدهد که این مسأله در مورد دی دو متان نتیجه معکوس داشته است. به عبارت دیگر، کاهش انرژی آزاد سطح کامپوزیت TB است. به عبارت دیگر، کاهش انرژی آزاد سطح کامپوزیت TBT زیادی به تجمع دارد که این ممکن است موجب برخی تغییرات در جهت گیری زنجیرهای پلیمری PBT در سطح نانوکامپوزیت شود، در نتیجه انرژی آزاد سطحی غیر قطبی یا پراکندگی  $^{P}$ 

جدول ۲ کشش سطحی دو مایع استفاده شده در این مطالعه

γ <sup>ρ</sup> (mN/m)	γ <sup>D</sup> (mN/m)	کشش سطحی (mN/m)	مایع استفاده شده	
•	۸٬۰۵	۵۰,۸	دی يدو متان	
۵١	۲۱٫۸	Υ۲٫۸	آب	

جدول ۳ اختلافات انرژی آزاد سطح نانو کامپوزیتهای متفاوت محاسبه شده به روش Owens

0,1,1						
γ <sup>T</sup> (mN/m)	γ <sup>ρ</sup> ) (mN/m) (mN	$\gamma^{\rm D}$	Average contact angle (°)		نمونه	
		(mN/m)	دی يدو متان	آب	- 7	
٣۶٬۸۸	٩,۴٢	54/68	۶۱٬۹	۲۴/۱	PBT خالص	
87,80 88,54	rr.84	۲,۶۲	۵۱٫۱	λ۶,۵	PBT حاوی ۵٪	
	· · · P · ·				نانوسيليكا	



شکل ۸ تصویرهای دو بعدی میکروسکوپ نیروی اتمی برای PBT (a خالص و b) پلیمر حاوی ۵٪ نانوسیلیکا



شکل ۹ تصویرهای سه بعدی میکروسکوپ نیروی اتمی برای BT (a خالص و b) پلیمر حاوی ۵٪ نانوسیلیکا



شکل ۱۰ تصویرهای میکروسکوپ الکترونی کامپوزیتهای تهیه شده با بزرگنماییهای متفاوت PBT (a خالص در PBT (b ،۱۵۰۰۰ X خالص در PBT (x تانو سیلیکا در PBT (b ،۱۵۰۰۰ X) / PBT (c ،۳۰۰۰ X) / PBT (c ،۳۰۰۰ X) / PBT (r ،۱۵۰۰۰ X) / PBT (r ،۱۵۰۰۰ X) / PBT (c ،۱۵۰۰۰ X) / PBT (r ،۱۵۰۰۰۰ X) /

سال ششم، شماره ۳، پاییز ۹۱

شکل ۱۱ تصویرهای قطره آب را روی PBT خالص و کامپوزیت MOPBT نانو سیلیکا نشان میدهد. مشهود است که گروه هیدروکسیل سطح نانو ذرات سیلیکا به طور معمول انرژی های آزاد سطحی بسیار زیادی را ایجاد میکنند. برخی عوامل مقدار جذب و دفع آب را از سیلیکا تحت تأثیر قرار میدهند از جمله غلظت و نوع گروههای سطح، سطح مخصوص، ابعاد متوسط ذرات و نوع قرارگیری ذرات اولیه در تجمع، می توان نتیجه گرفت که نانو ذرات با انرژی آزاد سطح زیاد و ابعاد بزرگتر به طور مساوی درون بستر PBT به دلیل گروههای شیمیایی محدود تقسیم نمی شوند [۳۹ تا ۱۲].



شکل ۱۱ تصویرهای قطره آب روی کامپوزیتهای متفاوت PBT (a خالص، کا PBT (۵ / ۲۵ نانو سیلیکا (b

### ویژگیهای نوری

شکل ۱۲ طیف انعکاسی منحنیهای کامپوزیتهای متفاوت PBT/نانو سیلیکا را همراه با PBT خالص نشان میدهد. براساس نتیجهها، مقدار انعکاس نانوکامپوزیت ۱/PBT٪ سیلیکا در ناحیه



شکل ۱۲ منحنیهای انعکاس PBT خالص به همراه کامپوزیتهای متفاوت PBT / نانو سیلیکا

طيفي افزايش يافته است كه با افزايش درصد نانو سيليكا در نانو كامپوزيت اين مقدار بيشتر شده است. اين امر ممكن است بهدليل ابعاد بزرگتر ذره نانو سیلیکا باشد که باعث افزایش پراکندگی در گستره مربی شده است [۳۳ و ۳۴]. ماده غیر آلی در این مطالعه سیلیکا بودہ است که به عنوان یک عنصر نیم رسانای نوری با ضريب شكست به نسبت بالاست. سطح اين ذرات بخش زيادي از تابش تشعشع در گستره طیف ۳۰۰ و ۸۰۰ نانو متر را منعکس می کند. هنگامی که نانو سیلیکا به پلیمر PBT افزوده می شود، شدت نور منعکس شده در ناحیه مریی افزایش می یابد. با این حال، حتی در طول موجهای کوتاهتر مریی، افزایش انعکاس برای PBT حاوی ۱٪ نانو سیلیکا نیز برجسته است. نتیجههای مشابهی در مطالعه قبلي ما بهدست آمده است که مي تواند به افزايش تدريجي یراکنش در طول موجهای کوتاهتر بهوسیلهی نانو ذرههای بزرگتر نسبت داده شود. افزون بر این، برخی پژوهش گران اظهار داشتند که افزایش در پراکندگی تشعشع در نتیجه حضور گروههای OH روی سطح سیلیکا در پوششهای متفاوت آلی و سىلىكاست [۴۴ تا ۴۷].

ویژگی سطحی کامپوزیتهای PBT یکی دیگر از عوامل مؤثر بر انعکاس این قبیل کامپوزیتهاست. با توجه به نتیجههای بهدست آمده، حضور نانو سیلیکا در سطح PBT موجب افزایش زبری سطح بهدلیل ابعاد بزرگ ذره و همچنین افزایش تجمع در سطح میشود که بر رفتار انعکاسی موثر است. این نتیجه در راستای نتیجههای بهدست آمده از آزمایشهای SEM، AFM و EDX در این پژوهش است.

### نتيجه گيرى

در این مطالعه، نانو کامپوزیتهای PBT/سیلیکا تهیه شده است و اثرات ذرات سیلیکا روی ویژگیهای سطح کامپوزیتها بررسی شده است. کاهش در شدت باندها در مطالعات طیف سنجی FTIR-ATR میتواند بهدلیل برهم کنش بین گروههای منجی PBT میتواند بهدلیل برهم کنش مین گروههای کربوکسیلیک در زنجیرهای PBT و گروههای سطح ذرههای میلیکا باشد. مشاهده نتیجههای آزمونهای زاویه تماس، AFM

### مازیار پروین زاده گشتی و آرش الماسیان

نوری نشان میدهد که سطوح نانوکامپوزیت PBT / سیلیکا بخش عظیمی از فوتونهای تابیده شده را منعکس میکند که میتواند بهدلیل پراکندگی تجمع نانو ذرههای سیلیکا بزرگتر باشد.

- Sinha Ray, S.; Okamoto, M.; Progress in Polymer Science, 28, p.p 1539-1641, 2003.
- [2] Leszczy'nska, A.; Njuguna, J.; Pielichowski, K.; Banerjee, J.R.; Thermochimica Acta, 453, p.p 75-96, 2007.
- [3] Leszczy'nska, A.; Njuguna, J.; Pielichowski, K.; Banerjee, J.R.; Thermochimica Acta, 454, p.p 1-22, 2007.
- [4] Pesetskii, S.S.; Bogdanovich, S.P.; Myshkin, N.K.; J. Friction and Wear, 28, p.p 457-475, 2007.
- [5] Bhat, G.; Hegde, R.R.; Kamath, M.G.; Deshpande, B.; J. Engineered Fibers and Fabrics, 3, p.p 22-34, 2008.
- [6] Njuguna, J.; Pielichowski, K.; Desai, S.; Polymers for Advanced Technologies, 19, p.p 947-959, 2008.
- [7] Ma, J.; Xu, J.; Ren, J.H.; Yu, Z.Z.; Mai, Y.W.; Polymer, 44, p.p 4619-4624, 2003.
- [8] Burgentzlé, D.; Duchet, J.; Gérard, J.F.; Jupin, A.; Fillon, B.; J. Colloid and Interface Science, 278, p.p 26-39, 2004.
- [9] Modesti, M.; Besco, S.; Lorenzetti, A.; Causin,
  V.; Marega, C.; Gilman, J.W.; Fox, D.M.;
  Trulove, P.C.; De Long, H.C.; Zammarano,
  M.; Polymer Degrad. Stabil., 92, p.p 2206, 2007.
- [10]Calcagno, C.I.W.; Mariani, C.M.; Teixeira, S.R.; Mauler, R.S.; Polymer, 48, p.p 966-974, 2007.
- [11] Xiao, J.; Hu, Y.; Kong, Q.; Song, L.; Wang,Z.; Chen, Z.; Fan, W.; Polym. Bull., 54, p.p

و SEM نشان میدهد که نانو ذرههای سیلیکا تمایل به مهاجرت به سطح کامپوزیتهای PBT دارند و با زنجیرهای مولکولی پلیمر کمتر سازگارند. نتیجههای بهدست آمده از اندازه گیریهای

### مراجع

271, 2005.

- [12]Xiao, J.; Hu, Y.; Wang, Z.; Tang, Y.; Chen, Z.; Fan, W.; European Polymer Journal, 41, p.p 1030-1035, 2005.
- [13]Wu, D.; Zhou, C.; Fan, X.; Mao, D.; Bian, Z.; Polym. Degrad. Stabil., 87, p.p 511, 2005.
- [14]Wu, D.; Zhou, C.; Hong, Z.; Mao, D.; Bian, Z.; European Polymer Journal, 41, p.p 2199, 2005.
- [15]Al-Mulla, A.; Mathew, J.; Yeh, S.K.; Gupta, R.; Applied Science and Manufacturing, 39, p.p 204-217, 2008.
- [16]Nirukhe, A.B.; Shertukde, V.V.; J. Applied Polymer Science, 113, p.p 585-592, 2009.
- [17]Chang, J.H.; Mun, M.K.; Kim, J.C.; J. Applied Polymer Science, 106, p.p 1248-1255, 2007.
- [18]Hwang, S.S.; Liu, S.P.; Hsu, P.P.; Yeh, J.M.; Chang, K.C.; Lai, Y.Z.; Int. Commun. Heat Mass. Tans., 37, p.p 1036, 2010.
- [19] Wu, F.; Yang, G.; Mater. Let. 63, p.p 1686, 2009.
- [20]Berti, C.; Fiorini, M.; Sisti, L.; European Polymer Journal, 45, p.p 70, 2009.
- [21]Chang, J.H.; An, Y.U.; Ryul, S.C.; Giannelis, E.P.; Polymer Bulletin, 51, p.p 69 -75, 2003.
- [22]Hong, J.S.; Kim, Y.K.; Ahn, K.H.; Lee, S.J.; Kim, C.; Rheol. Acta, 46, p.p 469, 2007.
- [23]Hong, J.S.; Kim, Y.K.; Ahn, K.H.; Lee, S.J.; Kim, C.; Polymer, 47, p.p 3967-3975, 2006.
- [24]Risbud, M.; Nabi-Saheb, D.; Jog, J.; Bhonde, R.; Biomaterials, 22, p.p 1591-1597, 2001.
- [25]Xanthos, M.; Wiley, Weinheim, 2005.
- [26]Bikiaris, D.; Karavelidis, V.; Karayannidis,

G.; Macromolecular Rapid Communications., 27, p.p 1199 -1205, 2006.

- [27]Tian, X.; Zhang, X.; Liu, W.; Zheng, J.; Ruan, C.; Cui, P.; J. Macromol. Sci. Phys., 45, p.p 507, 2006.
- [28]Chae, D.W.; Kim, B.C.; J. Materials Science, 42, p.p 1238-1244, 2007.
- [29]Zhang, X.; Tian, X.; Zheng, J.; Yao, X.; Liu,
   W.; Cui, P.; Li, Y.; J. Macromol. Sci. Phys.,
   47, p.p 368, 2008.
- [30]Che, J.; Luan, B.; Yang, X.; Lu, L.; Wang, X.; Materials Letters, 59, p.p 1603-1609, 2005.
- [31]Jiang, Z.; Siengchin, S.; Zhou, L.M.; Steeg, M.; Karger-Kocsis, J.; Man, H.C.; Applied Science and Manufacturing, 40, p.p 273-278, 2009.
- [32] Wang, F.; Meng, X.; Xu, X.; Wen, B.; Qian, Z.; Gao, X.; Ding, Y.; Zhang, S.; Yang, M.; Polymer Degradation and Stability, 93, p.p 1397-1404, 2008.
- [33]Parvinzadeh, M.; Moradian, S.; Rashidi, A.; Yazdanshenas, M.E.; AppliedSurfaceScience., 256, p.p 2792-2802, 2010.
- [34] M. Parvinzadeh, Moradian, S.; Rashidi, A.; Yazdanshenas, M.E.; Polymer-plastics technology and engineering, 49, p.p 874-884, 2010.
- [35]Stamm, M.; "Polymer surfaces and interfaces", Springer, Dresden, 2008.
- [36]Pouchert, C.J.; "The Aldrich library FT-IR

spectra", Milwaukee, 1985.

- [37]Schmid, G.H.; "Organic chemistry", St. Louis, 1996.
- [38]Mohan, J.; "Organic spectroscopy: principles and application", New Delhi, 2000.
- [39]Hinder, S.J.; Loweb, C.; Maxted, J.T.; Watts, J.F.; J. Coatings Technology and Research., 54, p.p 104, 2005.
- [40] Jalili, M.M.; Moradian, S.; Progress in Organic Coatings., 66, p.p 359-366, 2009.
- [41]Jalili, M.M.; Moradian, S.; Dastmalchian, H.;Karbasi, A.; Progress in Organic Coatings., 59, p.p 81-87, 2007.
- [42]Lee, Y.G.; Oh, C.; Kim, D.W.; Jun, Y.D.; O, S.G.; J. Ceram. Process. Res., 9, p.p 302, 2008.
- [43]Rahman, I.A.; Vejayakumaran, P.; Sipaut, C.S.; Ismail, J.; Abu-Bakar, M.; Adnan. R.; Chee, C.K.; Ceramic Inter., 32, p.p 691-699, 2006.
- [44]Houa, Y.D.; Wanga, X.C.; Wua, L.; Chena, X.F.; Dinga, Z.X.; Wanga, X.X.; Fu, X.Z.; Chemosphere, 72, p.p 414, 2008.
- [45]Parvinzadeh, M.; Ebrahimi, I.; Appl. Surf. Sci., 257, p.p 4062, 2011.
- [46]Parvinzadeh, M.; Hajiraissi, R.; J. Surfactants and Detergents., 11, p.p 269-273, 2008.
- [47]Parvinzadeh, M.; Hajiraissi, R.; Tenside Surfactant Deterg., 45, p.p 254, 2008.