

کاربرد روش تاگوچی برای بهینه سازی خواص مکانیکی نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید - مونت موریلونیت

مسعود قاسمی^۱، مریم فربودی^{۲*}

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه شیمی، واحد تبریز، دانشگاه آزاد اسلامی، تبریز، ایران

۲- استادیار، گروه شیمی، واحد تبریز، دانشگاه آزاد اسلامی، تبریز، ایران

*m.farbodi@iaut.ac.ir

(تاریخ دریافت: ۹۳/۰۲/۱۷، تاریخ پذیرش: ۹۳/۰۸/۲۲)

چکیده

نانوساختار مونت موریلونیت به عنوان عامل تقویت کننده جهت بهبود خواص مکانیکی پلی وینیل کلراید، انتخاب گردید. نانو کامپوزیت پلی وینیل-کلراید-مونت موریلونیت از طریق اختلاط مونت موریلونیت با محلول پلی وینیل کلراید تهیه گردید. روش طراحی آزمایش تاگوچی جهت تعیین شرایط بهینه تهیه نانو کامپوزیت بکار گرفته شد. اثر ۵ فاکتور شامل درصد مونت موریلونیت، نوع حلال، روش اضافه کردن مونت موریلونیت، دمای خشک شدن فیلم و مدت زمان همزدن در سطوح مختلف بررسی گردید. حالت بهینه با به کارگیری روش آنالیز استاندارد تعیین گردید. نتایج مشخص کرد که سه فاکتور درصد مونت موریلونیت، نوع حلال و دمای خشک شدن در سطح اطمینان ۹۵٪ معنی دار هستند. طیف سنجی FTIR و SEM برای مشخص کردن ترکیب و ساختار نانو کامپوزیت حالت بهینه مورد استفاده قرار گرفت. در آزمون دیگر، آنالیز گرماوزن سنجی (TGA) بهبود پایداری حرارتی نانو کامپوزیت را نشان داد.

کلمات کلیدی:

پلی وینیل کلراید، مونت موریلونیت، نانو کامپوزیت، تاگوچی، آنالیز استاندارد.

۱- مقدمه

می باشد [۱]. یکی از اقتصادی ترین راهها جهت بهبود خواص پلی وینیل کلراید بخصوص خواص مکانیکی و افزایش پایداری حرارتی تهیه نانو کامپوزیت این پلیمر با نانوساختار مونت موریلونیت می باشد. مونت موریلونیت علاوه بر دارا بودن مزایایی چون ارزانی و در دسترس بودن باعث بهبود فوق العاده خواصی نظیر استحکام کششی، پایداری حرارتی، مقاومت شیمیایی، نفوذ ناپذیری در برابر گازها، کاهش اشتعال پذیری و غیره می شود [۲-۵]. گزارشات متعددی در زمینه تهیه

یکی از پر مصرفترین ترموپلاستیک های تجاری پلی وینیل کلراید یا به اختصار پی وی سی می باشد. بطوریکه پس از پلی اتیلن و پلی پروپیلن سومین پلیمر از نظر مقدار تولید می باشد. به دلیل تنوع نسبتا زیاد گونه های مختلف آن (سخت، منعطف، کوپلیمر و فومی) و نیز قابلیت بسیار بالای آمیزه سازی آن از نظر سازگاری مطلوب با تعداد قابل توجهی از مواد معدنی و آلی، در صنایع مختلف بویژه صنعت ساختمان سازی دارای کاربرد وسیع

در وقت و هزینه ترجیح داده می شود [۱۱-۱۳]. از آنجائیکه بهینه سازی فرایند تهیه نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید - مونت موریلونیت نیازمند انجام آزمایشات متعدد بعلاوه تعدد پارامترهای مؤثر در فرایند تولید می باشد، از این رو استفاده از روش تاگوچی جهت طراحی آزمایش مورد نظر است. روش تاگوچی یک فرایند طراحی جدید جهت بهبود کیفیت در محصول یا فرایند تولید می باشد. این روش علاوه بر طراحی آزمایش، شامل تجزیه و تحلیل نتایج حاصل نیز می باشد. روش طراحی آزمایش تاگوچی اثر فاکتورها را بر پاسخ بطور همزمان بررسی کرده و یکی از مهمترین روشهای ترکیب فاکتورها می باشد. از این رو تعداد آزمایشات را بطور چشمگیری کاهش می دهد [۱۱-۱۳]. به همین دلیل، در کار پژوهشی حاضر تهیه نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید تقویت شده با مونت موریلونیت با بکارگیری روش تاگوچی جهت بهینه سازی پارامترهای مؤثر مد نظر می باشد.

۲- بخش تجربی

۲-۱- مواد شیمیایی

پلی وینیل کلراید (PVC)، متیل اتیل کتون (MEK)، تترا هیدرو فوران (THF)، همه به استثنای PVC در گزید آزمایشگاهی بوده و از شرکت مرک (Merck) تهیه شده اند. PVC گرید تجاری S-6558 (k-value 65) از شرکت پتروشیمی بندر امام خمینی (ره) تهیه شده است. مونت موریلونیت (MMT)، با نام تجاری cloisite 30B، محصول شرکت Southern Clay کشور آمریکا می باشد.

۲-۲- بررسی خواص

جهت ثبت طیف های FTIR مونت موریلونیت، پلی وینیل کلراید و نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید-مونت موریلونیت از دستگاه اسپکترومتر مدل Tensor 27 -Bruker استفاده شد. جهت مطالعه موفولوژی سطح نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید-مونت موریلونیت میکروسکوپ الکترون روبشی مدل Vegall شرکت Tescan مورد استفاده قرار گرفت. آنالیز

نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید - مونت موریلونیت به روشهای مختلف و با هدف بهبود خواص فرآورده مورد نظر وجود دارد. از جمله نانو کامپوزیت پی وی سی - مونت موریلونیت از طریق پخش کردن نانو ساختار مونت موریلونیت در زمینه پی وی سی تهیه شده و فیلمهای نانو کامپوزیت پی وی سی - مونت موریلونیت به روش محلول و با درصدهای وزنی مختلف تهیه گردیده است. اطلاعات بدست آمده از منحنی های تنش کرنش موید تقویت خواص مکانیکی نانو کامپوزیت در حضور نانو ساختار مونت موریلونیت بوده است [۲]. همچنین با هدف انجام بررسیهای مورفولوژیکی، نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید - مونت موریلونیت تهیه شده و ساختار سطحی آن با ساختار سطحی نانو کامپوزیت پی وی سی - خاک رس اورگانوفیلک 30B با استفاده از تکنیکهای SEM، AFM، TEM و پراش اشعه ایکس مقایسه شده است [۳]. نتایج بدست آمده از کار پژوهشی دیگر نشان داده است که در حضور مونت موریلونیت دمای انتقال شیشه ای نانو کامپوزیت پی وی سی - مونت موریلونیت به مقدار جزئی نسبت به پی وی سی افزایش یافته است. همچنین افزایش نانو ساختار مونت موریلونیت باعث افزایش دمای تجزیه و کاهش سرعت تجزیه نانو کامپوزیت پی وی سی - مونت موریلونیت در مقایسه با پی وی سی خالص شده است [۴]. در کار پژوهشی دیگر پلی وینیل کلراید به روش سوسپانسیونی به حالت خالص تهیه شده، سپس از اکسترودر، جهت اختلاط آن با مواد افزودنی استفاده شده است. انجام تستهای مکانیکی بر روی نمونه های تهیه شده، نشانگر تقویت این خواص با افزایش نانو ساختار مونت موریلونیت به ساختار پلیمر بوده است [۵]. بررسی منابع نشان می دهد تعیین شرایط بهینه از طریق بررسی تاثیر فاکتورهای مؤثر بر روی خواص نانو کامپوزیت تهیه شده بخش اعظم کار تحقیقاتی را به خود اختصاص می دهد [۶-۱۰]. امروزه استفاده از روشهای کارآمد طراحی آزمایش به ویژه روش طراحی آزمایش تاگوچی، که قادر به کاهش تعداد آزمایشات مورد نیاز از طریق ترکیب متغیرها و بررسی همزمان اثر آنها بوده و نیز بعلاوه صرفه جویی

است. جهت تجزیه و تحلیل نتایج ضروری است اثر اصلی هر یک از فاکتورها در تمامی سطوح تعیین گردند. به عنوان مثال مطابق رابطه (۱) اثر اصلی فاکتور A برابر است با:

$$\bar{A}_L = \frac{\sum Y_i}{N} \quad (1)$$

که در آن Y_i مقدار پاسخ در آزمون آزمایش در سطح L و N تعداد پاسخ ها می باشد. از اختلاف قدر مطلق کمترین و بیشترین تاثیر هر فاکتور، فاکتوری که بیشترین سهم را دارد مشخص می شود. در روش تاگوچی جهت تحلیل نتایج از آنالیز واریانس استفاده می شود که در آن، بسیاری از کمیتها مانند درجه آزادی، مجموع مربعات، میانگین مربعات و غیره به شکل یک جدول استاندارد اندازه گیری و طبقه بندی می شود. این کمیت ها و روابط ما بین آنها، بصورت زیر تعریف می شود [۱۴].

مجموع مربعات فاکتور A (S_A) بصورت زیر محاسبه می شود که در آن Y_{An} و N_{An} به ترتیب مقدار پاسخ و تعداد آزمایشاتی است که در آن فاکتور A در n امین سطح خود قرار دارد.

$$S_A = \frac{\sum_{i=1}^{N_{A1}} Y_{A1}^2}{N_{A1}} + \frac{\sum_{i=1}^{N_{A2}} Y_{A2}^2}{N_{A2}} + \dots + CF \quad (2)$$

تابع تصحیح CF مطابق رابطه (۲) محاسبه می شود که در آن N تعداد کل آزمایشات مطابق آرایه اورتوگونال و Y_i مقدار پاسخ در آزمون آزمایش می باشد.

$$CF = \frac{\sum_{i=1}^N Y_i^2}{N} \quad (3)$$

با در نظر گرفتن f_A به عنوان درجه آزادی فاکتور A، واریانس فاکتور A (V_A) به صورت زیر بدست می آید:

$$V_A = \frac{S_A}{f_A} \quad (4)$$

بنابراین درصد مشارکت فاکتور A (P_A) با استفاده از روابط زیر قابل محاسبه است.

$$P_A(\%) = \frac{S_{A'}}{S_T} \quad (5)$$

$$S_{A'} = S_A - (V_e \times f_A) \quad (6)$$

$$S_T = \sum_{i=1}^N (Y_i - \bar{Y})^2 \quad (7)$$

ترموگراویمتری برای نمونه های مونت موریلونیت، پلی وینیل کلراید و نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید- مونت موریلونیت بوسیله دستگاه TGA مدل PL-TGA شرکت Polymer Laboratories آلمان انجام شد. برای ثبت منحنی های تنش - کرنش از دستگاه کشش مدل ۶۳۸ Zwick/Roell-ASTM، ساخت کشور آلمان استفاده شد.

۲-۳- طراحی آزمایش

در پژوهش حاضر با هدف بهبود خواص مکانیکی پلی وینیل کلراید از طریق تهیه نانو کامپوزیت آن با مونت موریلونیت، بررسی اثر ۵ فاکتور، درصد وزنی مونت موریلونیت (A) در سه سطح، نوع حلال (B)، روش اضافه کردن مونت موریلونیت (C)، دمای خشک شدن فیلم (D)، مدت زمان هم زدن بعد از اضافه کردن مونت موریلونیت (E) هر کدام در دو سطح، طبق جدول (۱) در دستور کار قرار گرفت. معیار آنالیز استاندارد در روش طراحی آزمایش تاگوچی، استفاده از میانگین داده ها است. به طوری که در این روش، مقدار میانگین و انحراف از حول آن، به اثر فاکتورهای اصلی و آنالیز واریانس ارتباط داده می شود.

جدول (۱): فاکتورها و سطوح آنها در طراحی آزمایش

فاکتور	سطح ۱	سطح ۲	سطح ۳
A	۲٪	۳/۵٪	۵٪
B	MEK	THF	-
C	یکجا	تدریجی	-
D	۲۵°C	۴۰°C	-
E	۱ ساعت	۲ ساعت	-

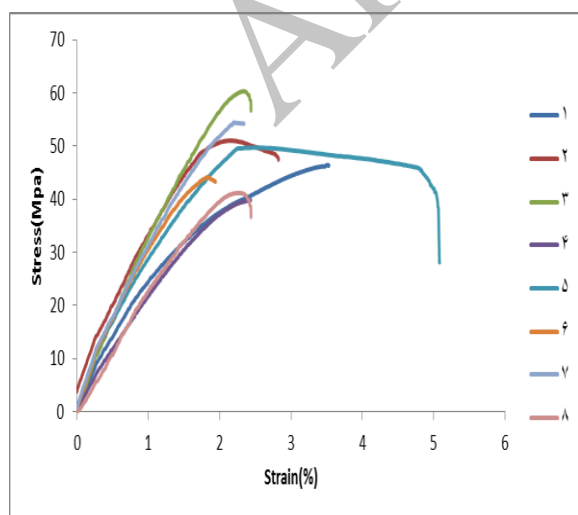
با توجه به آرایه اورتوگونال انتخاب شده آزمایشات مطابق با چیدمان آرایه انجام شده و نتایج جمع آوری می گردد. به منظور تجزیه و تحلیل نتایج بدست آمده از نسخه DEMO نرم افزار (version 7.2.0) Qualitek 4 استفاده شده است که در ادامه، روابط مورد استفاده جهت محاسبه کمیت های لازم آورده شده

به منظور تهیه فیلم های نانو کامپوزیتی، محلول تهیه شده مطابق قسمت (۲-۴) را در قالب های شیشه ای تراز شده ریخته و در دمای مشخص (۲۵ یا ۴۰) درجه سانتی گراد خشک گردید و در نهایت فیلم جامد تشکیل شده به آرامی از سطح شیشه جدا گردید.

۳- بحث و نتایج

۳-۱- بررسی خواص مکانیکی نانو کامپوزیت

برای تعیین خواص مکانیکی، فیلم های نانو کامپوزیتی پلی وینیل کلراید- مونت موریلونیت تهیه شده تحت آزمون مکانیکی مطابق روش ارائه شده در ASTM-d638 با دو بار تکرار قرار گرفت [۱۵]. از داده های بدست آمده، منحنی های تنش - کرنش فیلم ها رسم گردید (شکل ۱)، که از اطلاعات خروجی این نمودارها می توان میانگین پارامترهای ازدیاد طول تا نقطه پارگی، استحکام کششی و مدول یانگ را برای دو بار تکرار استخراج کرد (جدول ۳). با توجه به مقادیر جدول فوق، مقدار مدول یانگ از ۲۰/۱ MPa برای فیلم شماره ۸ تا مقدار MPa ۳۲/۲ برای فیلم شماره ۲ متغیر است. بزرگ بودن مدول یانگ نشان دهنده سختی و صلیبت فیلم بوده و چنین فیلمی در مقابل کشش و افزایش طول مقاومت می کند. بطوریکه کمترین مقدار ازدیاد طول تا نقطه پارگی نیز متعلق به فیلم شماره ۲ می باشد.



شکل (۱): منحنی تنش- کرنش فیلم های نانو کامپوزیتی

که در این روابط V_e واریانس خطا و \bar{Y} میانگین پاسخ می باشد.

$$F_A = \frac{V_A}{V_E} \quad (8)$$

نسبت واریانس (ضریب فشر) F_A که جهت بررسی معنی دار بودن اثر فاکتورها استفاده می شود نیز مطابق رابطه (۸) بدست می آید. با توجه به متغیرها و سطوح انتخاب شده، آرایه اورتوگونال L_8 برای طراحی این آزمایش طبق جدول (۲) انتخاب گردید. این آرایه نشان می دهد باید تعداد ۸ آزمایش، مطابق با سطوح مشخص شده در جدول (۲) انجام گیرد.

جدول (۲): آرایه اورتوگونال L_8

تعداد آزمایشات	A	B	C	D	E
۱	۱	۱	۱	۱	۱
۲	۱	۲	۲	۲	۲
۳	۲	۱	۱	۲	۲
۴	۲	۲	۲	۱	۱
۵	۳	۱	۲	۱	۲
۶	۳	۲	۱	۲	۱
۷	۱	۱	۲	۲	۱
۸	۱	۲	۱	۱	۲

۲-۴- تهیه نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید- مونت

موریلونیت

برای تهیه نانو کامپوزیت از روش محلول استفاده شد. به این منظور مقدار ثابت ۰/۶ گرم پلی وینیل کلراید در ۴۰ میلی لیتر حلال (MEK یا THF) حل گردید. سپس مونت موریلونیت (با درصدهای وزنی مختلف) به صورت یکجا یا به صورت تدریجی (در مدت زمان ۳۰ دقیقه) به محلول پلی وینیل کلراید اضافه شد، و به مدت مشخص (۱ یا ۲ ساعت) توسط همزن مغناطیسی هم زده شد.

۲-۵- تهیه فیلم نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید- مونت

موریلونیت

جدول (۳): اطلاعات استخراج شده از منحنی های تنش- کرنش

شماره نمونه	میانگین استحکام کششی (MPa)	میانگین ازدیاد طول تا نقطه پارگی (%)	میانگین مدول یانگ (MPa)
۱	۴۹	۳/۴	۲۳/۲
۲	۴۶/۵	۲	۳۲/۲
۳	۶۰/۵	۲/۲	۳۰/۳
۴	۴۲	۲/۲	۲۰/۷
۵	۴۷	۲/۱	۲۵/۹
۶	۴۵/۵	۲/۶	۲۹/۱
۷	۵۳	۲/۱	۲۸/۸
۸	۴۳	۲/۱	۲۰/۱

جدول (۵): اثر اصلی فاکتور ها در سطوح مربوطه

فاکتور	سطح ۱ (L ₁)	سطح ۲ (L ₂)	سطح ۳ (L ₃)	L _۲ -L ₁
A	۴۷/۸۷	۵۱/۲۵	۴۶/۷۵	۴/۵
B	۵۲/۳۷	۴۴/۲۵	-	-۸/۱۲
C	۴۹/۵	۴۷/۱۲	-	۴/۲۵
D	۴۵/۲۵	۵۱/۳۷	-	۵/۸۷۵
E	۴۷/۳۷	۴۹/۲۵	-	۱/۸۷۵

همچنین با توجه به مقادیر جدول ۳، استحکام کششی فیلم ها از مقدار ۴۲ MPa برای فیلم ۴ تا مقدار ۶۰/۵ MPa برای فیلم شماره ۳ متغیر است. بنابراین فیلم شماره ۳ با دارا بودن بیشترین استحکام کششی نسبت به سایر فیلم ها از خواص مکانیکی بهتری برخوردار است.

۳-۲- روش آنالیز استاندارد

استحکام کششی فیلم های تهیه شده مطابق بخش (۲-۵) با دو بار تکرار بدست آمد، که در جدول (۴) آورده شده است. در روش آنالیز استاندارد از میانگین داده ها برای آنالیز استفاده می شود که در ستون ۴ جدول فوق برای هر یک از نمونه های آزمایشی محاسبه و آورده شده است.

جدول (۴): استحکام کششی نمونه ها برای دو بار تکرار و میانگین داده ها

برای هر یک از آزمایشات

شماره نمونه	استحکام کششی (تکرار اول)	استحکام کششی (تکرار دوم)	میانگین
۱	۴۸	۵۰	۴۹
۲	۵۰	۴۳	۴۶/۵
۳	۶۱	۶۰	۶۰/۵
۴	۴۰	۴۴	۴۲
۵	۴۹	۴۷	۴۷
۶	۴۵	۴۶	۴۵/۵
۷	۵۴	۵۲	۵۳
۸	۴۲	۴۴	۴۳

۳-۳- بررسی اثر اصلی فاکتور ها

مطابق رابطه (۱) اثر اصلی فاکتور ها در ۳ سطح برای فاکتور A و در ۲ سطح برای فاکتورهای B، C، D، E محاسبه شد که مقادیر آنها در جدول (۵) گزارش شده است.

با توجه به ستون آخر این جدول مقادیر اختلاف (L_۲-L_۱) (با در نظر گرفتن قدر مطلق اعداد) فاکتوری که بیشترین سهم را دارد، مشخص می کند. مطابق مقادیر بدست آمده در این ستون رابطه B>D>A>C>E برقرار است. یعنی سهم اثر فاکتور B از همه بیشتر و سهم اثر فاکتور E از همه کمتر است. لازم به ذکر است که برای فاکتور شماره ۱ مقدار (L_۲-L_۳) محاسبه شده، که بیشترین اختلاف بین مقادیر محاسبه شده برای اثر اصلی در ۳ سطح از فاکتور A بوده است. همچنین با استفاده از جدول فوق سطح بهینه فاکتورها بر اساس نوع پاسخ مشخص می شود، و چون پاسخ ها از نوع بیشتر بهتر هستند، بنابراین هر ستونی که از

مجموع مربعات فاکتورهای C و E از ۱۰٪ بزرگترین مجموع مربعات (۲۸۰/۵۶۲) مربوط به فاکتور B کمتر است. بنابراین این فاکتورها حذف شده درجه آزادی آنها به خطا اضافه می شود. محاسبات جدول واریانس دوباره تحت شرایط جدید انجام شده و در جدول (۸) تحت عنوان آنالیز واریانس ادغام شده آورده شده است.

۳-۵- بررسی معنی دار بودن اثر فاکتورها

مقادیر نسبت واریانس (F) با توجه به رابطه (۸) برای تک تک فاکتورها محاسبه و در جدول (۷) آورده شده است. این مقادیر با مقادیر نسبت واریانس استخراج شده از جداول استاندارد (ضریب فیشر) در سطح اطمینان ۹۵٪ مقایسه و معنی دار بودن اثر فاکتورها مشخص گردید. $F_{0.95,1,9}=5.1174$ و $F_{0.95,2,9}=4.2565$ مقادیر نسبت واریانس استخراج شده از جداول فیشر هستند که در زیر نویس F، اولین عدد از سمت چپ درصد اطمینان، عدد دوم درجه آزادی فاکتور و عدد سوم، درجه آزادی خطا را نشان می دهد. چون مقادیر محاسبه شده در جدول (۷) برای فاکتورهای (A، B، D) از مقادیر استخراج شده از جدول فیشر بزرگتر هستند پس اثر این فاکتورها با معنی است. ولی در سطح اطمینان ۹۹٪ $F_{0.99,1,9}=10.561$ و $F_{0.99,2,9}=8.0215$ ، فقط اثر فاکتورهای B و D معنی دار می باشد.

بین (L_1 و L_2) برای فاکتورهای دو سطحی و از بین (L_1 و L_2 و L_3) برای فاکتور ۳ سطحی عدد بزرگتری داشته باشد، سطح فاکتور در آن بهینه است.

بنابراین شرایط بهینه بصورت $A_2B_1C_1D_2E_2$ می باشد که در جدول (۶) نیز گزارش شده است. مقایسه شرایط بهینه بدست آمده با آرایه ارتوگونال مورد استفاده در طراحی آزمایش نشان می دهد، شرایط بدست آمده در واقع همان شرایط آزمایش ۳ می باشد.

جدول (۶): تعیین شرایط بهینه در روش آنالیز استاندارد

فاکتورها	شرح سطوح	سطح ها
A	۳/۵	۲
B	MEK	۱
C	یکجا	۱
D	۴۰°C	۲
E	۲ ساعت	۲

۳-۴- آنالیز واریانس

به منظور بررسی معنی دار بودن اثر فاکتورهای مورد بررسی و تعیین درصد مشارکت آنها در توزیع پراکندگی پاسخها، از روش آنالیز واریانس استفاده گردید که محاسبات مربوطه با استفاده از روابط (۲) تا (۸) انجام و در جدول (۷) آورده شده است. مطابق مقادیر بدست آمده در ستون سوم جدول (۷)،

جدول (۷): آنالیز واریانس در روش آنالیز استاندارد

فاکتورها	درجه آزادی (f)	مجموع مربعات (S)	واریانس (V)	نسبت واریانس (F)	مجموع مربعات خالص (S')	درصد مشارکت (P)
A	۲	۴۵/۵۶۲	۲۲/۷۸۱	۴/۹۲۵	۳۶/۳۱۲	۶/۷
B	۱	۲۸۰/۵۶۲	۲۸۰/۵۶۲	۶۰/۶۶۲	۲۷۵/۹۳۷	۵۰/۹۱۶
C	۱	۱۸/۰۶۲	۱۸/۰۶۲	۳/۹۰۵	۱۳/۴۳۷	۲/۴۷۹
D	۱	۱۳۸/۰۶۲	۱۳۸/۰۶۲	۲۹/۸۵۱	۱۳۳/۴۳۷	۲۴/۶۲۲
E	۱	۱۸/۰۶۲	۱۸/۰۶۲	۳/۹۰۵	۱۳/۴۳۷	۲/۴۷۹
خطا	۹	۴۱/۶۲۴	۴/۶۲۴			۱۲/۸۰۴
کل آزمایش	۱۵	۵۴۱/۹۳۷				۱۰۰٪

جدول (۸): آنالیز واریانس ادغام شده در روش آنالیز استاندارد

فاکتورها	درجه آزادی (f)	مجموع مربعات (S)	واریانس (V)	نسبت واریانس (F)	مجموع مربعات خالص (S')	درصد مشارکت (P)
A	۲	۴۵/۵۶۲	۲۲/۷۸۱	۴/۲۲۳	۳۱/۴۲۶	۵/۷۹۸
B	۱	۲۸۰/۵۶۲	۲۸۰/۵۶۲	۳۹/۶۹۳	۲۷۳/۴۹۴	۵۰/۴۶۶
C	(۱)	(۱۸/۰۶۲)	حذف	حذف	-----	-----
D	۱	۱۳۸/۰۶۲	۱۳۸/۰۶۲	۱۹/۵۳۲	۱۳۰/۹۹۴	۲۴/۱۷۱
E	(۱)	(۱۸/۰۶۲)	حذف	حذف	-----	-----
خطا	۱۱	۴۱/۶۲۴	۳/۹			۱۹/۵۶۵
کل آزمایش	۱۵	۵۴۱/۹۳۷				٪۱۰۰

مقایسه نسبت واریانس محاسبه شده در جدول آنالیز واریانس ادغام شده (جدول ۸) با مقادیر استخراج شده از جداول فیشر ($F_{0.95, 2, 11}=3.9823$ و $F_{0.95, 1, 11}=4.8443$) نیز نشان می دهد اثر هر سه فاکتور A, B و D معنی دار است.

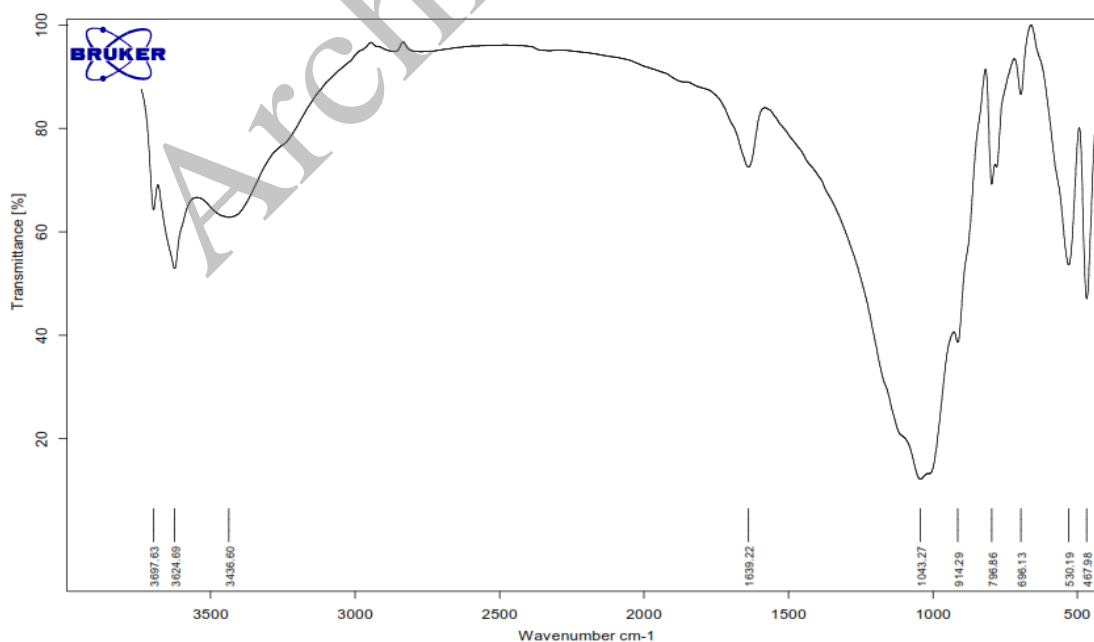
۳-۶- درصد مشارکت فاکتورها

از پارامتر درصد مشارکت فاکتورها (ستون آخر جدول ۷)، درصد سهم فاکتورها در توزیع پراکندگی پاسخ مشخص می شود. با توجه به این ستون، سهم مربوط به خطا در آزمایش

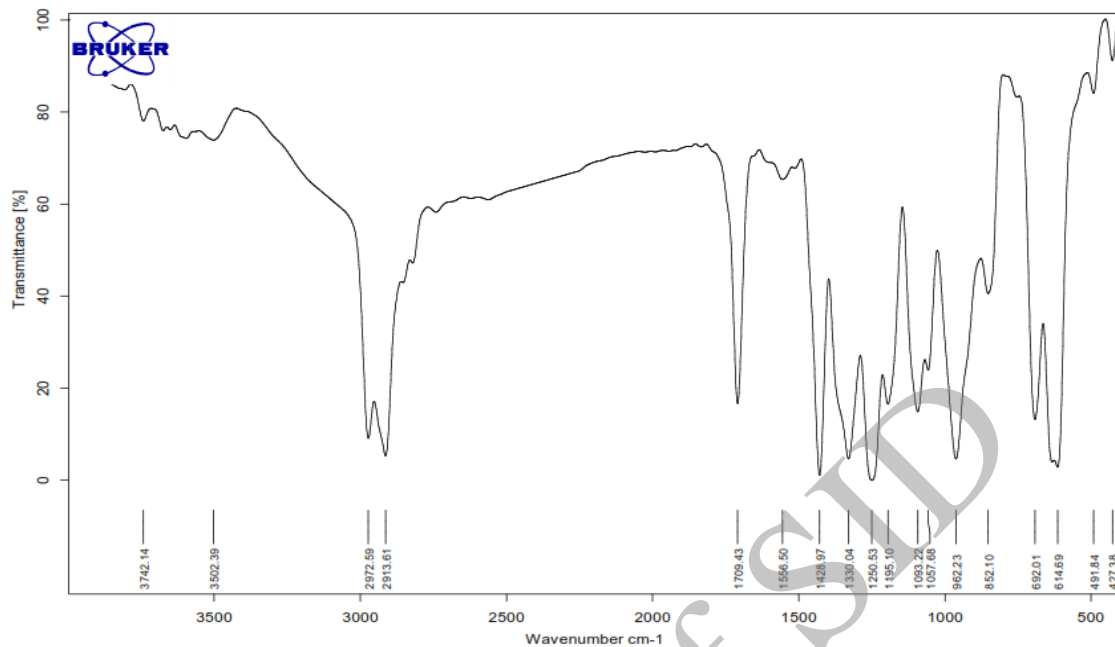
۱۲/۸۰۴٪ (کمتر از ۱۵٪) می باشد. بنابراین طراحی آزمایش قابل قبول است و نشان می دهد که در طراحی آزمایش فاکتور مهمی نادیده گرفته نشده است. مطابق این ستون درصد مشارکت فاکتورها بصورت $B>D>A>C>E$ است. در جدول آنالیز واریانس ادغام شده نیز، که با حذف فاکتورهای E و C بدست آمده، ترتیب درصد مشارکت فاکتورها بطور مشابه بصورت $B>D>A$ می باشد.

۳-۶- درصد مشارکت فاکتورها

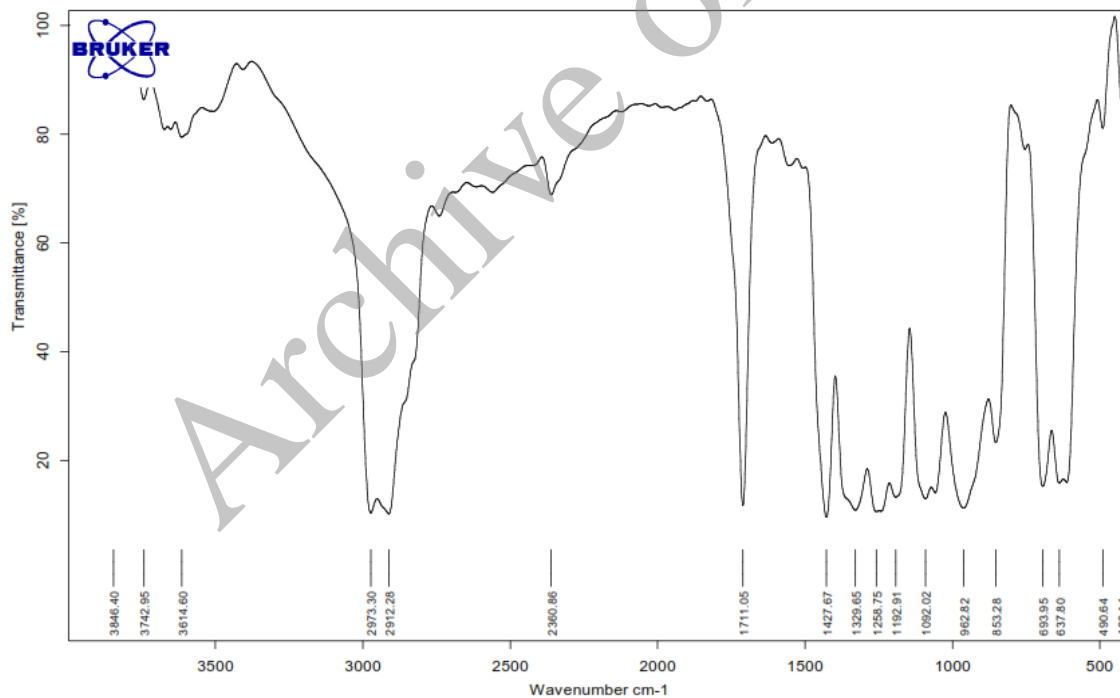
از پارامتر درصد مشارکت فاکتورها (ستون آخر جدول ۷)، درصد سهم فاکتورها در توزیع پراکندگی پاسخ مشخص می شود. با توجه به این ستون، سهم مربوط به خطا در آزمایش



شکل (۲): طیف FT-IR مونت موریلونیت



شکل (۳): طیف FT-IR پلی وینیل کلراید خالص



شکل (۴): طیف FT-IR نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید-مونت موریلونیت حالت بهینه

۳-۷- بررسی طیف سنجی FT-IR

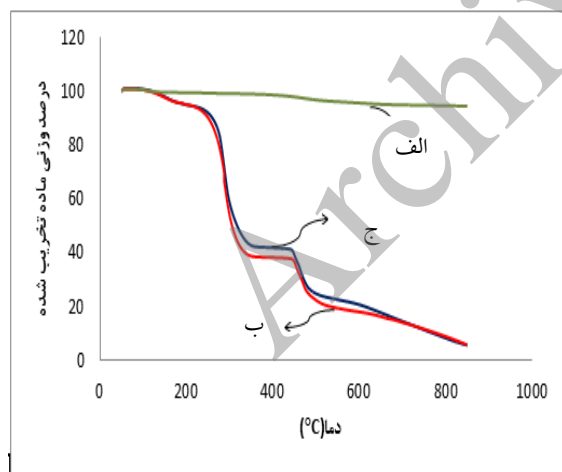
درصد وزنی به ترتیب در شکل های (۲)، (۳)، (۴)، نشان داده شده است. قابل ذکر است که این نانو کامپوزیت همان فیلم بدست آمده از آزمایش شماره ۳ (جدول ۲) می باشد که با بهره

طیف های FT-IR، مونت موریلونیت، پلی وینیل کلراید خالص و نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید-مونت موریلونیت (۳/۵)

مطابق جدول پیک جذبی در محدوده $650-600 \text{ cm}^{-1}$ مربوط به ارتعاش C-Cl بوده که از ویژگی های PVC می باشد. پیک جذبی قابل مشاهده در 1064 cm^{-1} مربوط به ارتعاش پیوند Si-O، مونت موریلونیت می باشد. نتایج بدست آمده نشان می دهد، دو جز تشکیل دهنده نانو کامپوزیت به صورت سازگار در ساختار نانو کامپوزیت حضور دارند.

۳-۸- بررسی پایداری حرارتی (TGA)

شکل (۵) منحنی آنالیز ترموگراویمتری (TGA)، مونت موریلونیت خالص، فیلم PVC خالص و فیلم نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید-مونت موریلونیت شماره ۳ (حالت بهینه) را نشان می دهد. با توجه به منحنی های ترموگراویمتری در شکل (۵)، مونت موریلونیت از پایداری حرارتی بسیار بالایی برخوردار بوده و ساختار آنها حتی در دماهای بالا دستخوش تخریب نمی گردد. تخریب حرارتی پلی وینیل کلراید خالص در ۳ مرحله صورت می گیرد.



شکل (۵): منحنی (TGA) مربوط به: (الف): نانو ذره مونت موریلونیت، (ب): پلی وینیل کلراید خالص و (ج): نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید-مونت موریلونیت حالت بهینه

مرحله اول که در حوالی دمای $200-300$ درجه سانتی گراد رخ می دهد و ۵۰ تا ۶۰ درصد پلیمر تخریب می شود، مربوط به

گیری از نتایج روش آنالیز استاندارد ارائه شده در بخش ۳-۳ به عنوان نانو کامپوزیت حالت بهینه انتخاب گردیده است.

در طیف FT-IR پلی وینیل کلراید پیک جذبی در محدوده $3000-2800 \text{ cm}^{-1}$ به ارتعاش کششی پیوند C-H مربوط است. پیک جذبی در طول موج های بالای این محدوده به ارتعاش کششی نامتقارن C-H و پیک جذبی در طول موج های پایین این محدوده به ارتعاش کششی متقارن C-H نسبت داده می شود. پیک در حوالی 1400 cm^{-1} مربوط به باند خمشی C-H آلیفاتیک است. باند کششی پیوند C-C زنجیره اصلی پلی وینیل کلراید در محدوده $1100-1000 \text{ cm}^{-1}$ دیده می شود. در نهایت پیک در محدوده $650-600 \text{ cm}^{-1}$ به باند C-Cl مربوط است که از ویژگی های PVC می باشد [۱۶].

آنالیز طیف FT-IR مونت موریلونیت در جدول (۹) آورده شده است که همگی از ویژگی های مونت موریلونیت می باشد [۱۷]. آنالیز طیف FT-IR نانو کامپوزیت PVC-مونت موریلونیت با در نظر گرفتن پیک های شاخص برای اجزای سازنده نانو کامپوزیت در جدول (۱۰) آورده شده است.

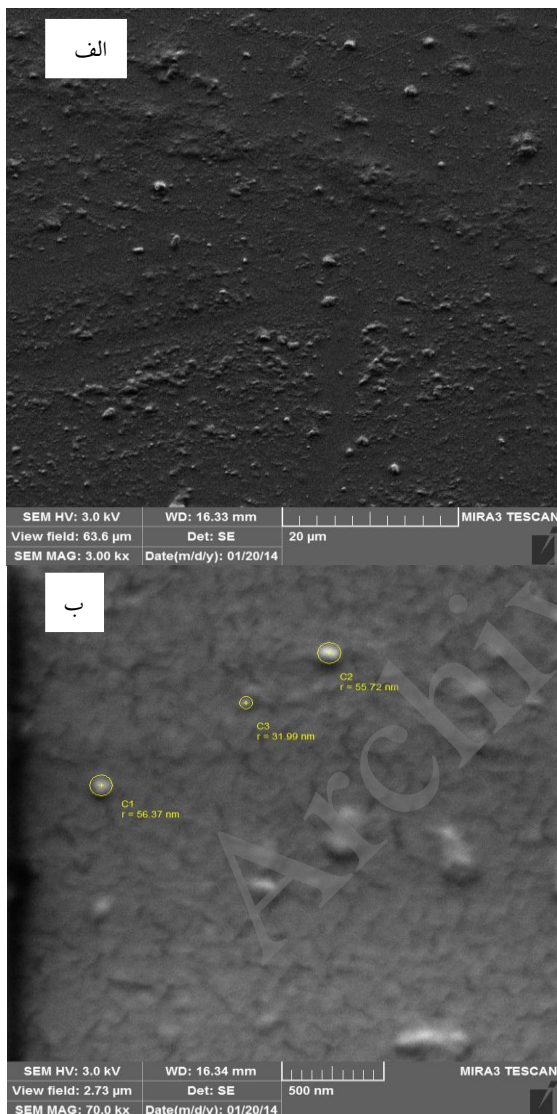
جدول (۹): آنالیز طیف FT-IR مونت موریلونیت

مکانیسم	اعداد موج cm^{-1} (۱)
باند کششی گروه O-H ساختار مونت موریلونیت	۳۳۰۰-۳۶۵۰
باند کششی گروه O-H آب	۳۴۵۰
باند کششی گروه Si-O	۱۰۳۱-۱۰۶۶
باند کششی AlAlOH	۹۱۸
پیک جذبی مربوط به ارتعاش کوپل Al-O و Si-O	۶۲۰
پیک جذبی مربوط به ارتعاش دگرشکلی Al-O-Si	۵۲۹

جدول (۱۰): آنالیز طیف FT-IR نانو کامپوزیت PVC-مونت موریلونیت

مکانیسم	اعداد موج cm^{-1} (۱)
پیک جذبی مربوط به ارتعاش C-Cl	۶۰۰-۶۵۰
پیک جذبی مربوط به ارتعاش Si-O	۱۰۶۴

مورد استفاده قرار گرفت. با استفاده از این روش حالت بهینه با شرایط زیر بدست آمد: (درصد مونت موریلونیت: ۳/۵٪، نوع حلال: MEK، روش اضافه کردن مونت موریلونیت: یکجا، دمای خشک شدن فیلم: ۴۰ درجه سانتی گراد و مدت زمان همزدن: ۲ ساعت).



شکل (۶): تصاویر SEM نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید/مونت موریلونیت حالت بهینه: (الف): بزرگنمایی ۲۰ میکرومتر (ب): بزرگنمایی ۵۰۰ نانومتر

درصد سهم یا مشارکت فاکتورها در بهبود خواص مکانیکی نانو کامپوزیت بصورت نوع حلال (۵۰/۹٪) دمای خشک

دهیدروکلریناسیون PVC می باشد. افت دوم در حوالی دمای ۴۵۰-۵۰۰ درجه سانتی گراد رخ می دهد و به تجزیه حرارتی زنجیرهای پلی ان تشکیل شده، نسبت داده می شود. مرحله سوم نیز در دمای بالاتر از ۵۰۰ درجه سانتی گراد رخ می دهد و در نتیجه پیرولیز ثانویه PVC می باشد [۱۸].

همچنین مقایسه منحنی های ترموگراویمتری در شکل (۵) نشان می دهد که پایداری حرارتی نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید-مونت موریلونیت نسبت به پلی وینیل کلراید خالص مقداری بهبود یافته است. از آنجائیکه مونت موریلونیت دارای ساختار لایه لایه ای می باشد باعث برهمکنش بیشتر صفحات مونت موریلونیت با ماتریکس پلیمری می گردد. بنابراین، افزایش دمای تخریب احتمالاً به علت فشردگی ساختار پلی وینیل کلراید به وسیله نانو صفحات مونت موریلونیت می باشد.

۳-۹- بررسی تصاویر SEM

در شکل (۶)، تصاویر SEM برای نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید-مونت موریلونیت شماره ۳ (حالت بهینه) نشان داده شده است. با توجه به تصاویر ثبت شده، نانو ساختار مونت موریلونیت بصورت یکنواخت در ماتریس پلی وینیل کلراید پخش شده و با ابعاد ۳۲-۵۶ nm در ساختار سطحی نانو کامپوزیت قابل مشاهده می باشد.

۴- نتیجه گیری

به منظور بهبود خواص مکانیکی PVC تهیه نانو کامپوزیت پلی وینیل کلراید-مونت موریلونیت با در نظر گرفتن تاثیر ۵ فاکتور (درصد مونت موریلونیت، نوع حلال، روش اضافه کردن مونت موریلونیت، دمای خشک شدن فیلم، مدت زمان همزدن) در سطوح مختلف با استفاده از روش تاگوچی و مطابق با آرایه اورتوگونال L_8 انجام گرفت. خواص مکانیکی نانو کامپوزیت تهیه شده بررسی و مقادیر بدست آمده برای استحکام کششی (دو بار تکرار) فیلم های نانو کامپوزیتی به عنوان نتایج مورد استفاده برای تجزیه و تحلیل داده ها با استفاده از روش آنالیز استاندارد

- nanocomposites via insitu suspension polymerization”, *Polymer Testing*, Vol. 23, pp. 847-853, 2004.
- [6] D. I. J. Sudarisman, “The effect of processing parameters on the flexural properties of unidirectional carbon fibre reinforced polymer (CFRP) composites”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 498, pp. 65-68, 2008.
- [7] Y. Wan, C. Xiong, J. Yu & D. Wen, “Effect of processing parameters on electrical resistivity and thermo-sensitive properties of carbon-black/styrene-butadiene-rubber composite membranes”, *Composites Science and Technology*, Vol. 65, pp. 1769-1779, 2005.
- [8] F. D. P. Cota, T. H. Panzera, M. A. Schiavon, A. L. Christoforo, P. H. R. Borges, C. Bowen & F. Scarpa, “Full factorial design analysis of carbon nanotube polymer-cement composites”, *Materials Research*, Vol. 15, pp. 573-580, 2012.
- [9] F. P. C. Oliveira, S. R. Cremm, G. H. S. Cruz & J. M. Guilhermino, “Photostabilization of polystyrene/montmorillonite nanocomposite. A factorial experimental design 2⁴”, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 128, pp. 188-198, 2013.
- [10] S. T. Olalekan, M. F. Alkathib, F. Yusof, Q. H. Shah & S. A. Muyibi, “Effect of Processing Conditions in the Preparation of PP-Ternary Nanocomposite Using MWCNT as Secondary Filler”, *Journal of Materials Science and Engineering*, Vol. 5, pp. 139-144, 2011.
- [11] S. S. Mahapatra & A. Patnaik, “Study on mechanical and erosion wear behavior of hybrid composites using Taguchi experimental design Original Research Article”, *Materials & Design*, Vol. 30, pp. 2791-2801, 2009.
- [12] T. Canel, A. U. Kaya & B. Çelik, “Parameter optimization of nanosecond laser for microdrilling on PVC by Taguchi method Original Research Article” *Optics & Laser Technology*, Vol. 44, pp. 2347-2353, 2012.
- [13] E. Hakimian & A. B. Sulong, “Analysis of warpage and shrinkage properties of injection-molded micro gears polymer composites using numerical simulations assisted by the Taguchi method”, *Materials & Design*, Vol. 42, pp. 62-71, 2012.
- شدن (۲۴/۶٪) MMT (۶/۷٪)، روش اضافه کردن MMT (۲/۴٪) و مدت زمان همزدن (۲/۴٪) است. همچنین مقایسه نسبت واریانس محاسبه شده با مقادیر استخراج شده از جداول فیشر نیز نشان می دهد در سطح اطمینان ۹۵٪ اثر سه فاکتور درصد مونت موریلونیت، نوع حلال و دمای خشک شدن معنی دار است.
- نتایج حاصل از طیف سنجی (FT-IR) و تحلیل پیک های مربوطه نشان داد که پیک های شاخص PVC خالص و مونت موریلونیت در طیف نانو کامپوزیت حالت بهینه قابل تشخیص بوده و این امر نشان دهنده وجود سازگاری بین اجزای سازنده نانو کامپوزیت می باشد. بررسی پایداری حرارتی با استفاده از تکنیک TGA نشان داد که نانو کامپوزیت بهینه دارای پایداری حرارتی بیشتری نسبت به پلی وینیل کلراید خالص است. از بررسی تصاویر SEM نانو کامپوزیت حالت بهینه، می توان دریافت که مونت موریلونیت به طور یکنواخت در ماتریس پلی وینیل کلراید پخش شده است.

۵- مراجع

[۱] م. ابراهیمی و ر. خاکباز، "مبانی علوم و تکنولوژی پلی وینیل کلراید (پی وی سی)"، انتشارات دانشگاه صنعتی امیر کبیر، ایران، ۱۳۸۹.

[2] Sarfraz, M. Warsi, M. Sarwar & M. Ishaq, “Improvement in tensile properties of PVC-montmorillonite nanocomposites through controlled uniaxial stretching”, *Bulletin of Materials Science*, Vol. 35, pp. 539-544, 2012.

[3] Kalendova & et al, “Morphological study of PVC / montmorillonite nanocomposite”, *nanokon*, Olomouc, Czech Republic, 2010.

[4] F. Gong, M. Feng, C. Zhao, S. Zhang & M. Yang, “Thermal properties of poly(vinyl chloride)/montmorillonite Nanocomposites”, *Polymer Degradation and Stability*, Vol. 84, pp. 289-294, 2004.

[5] F. Gong, M. Feng, C. Zhao, S. Zhang & M. Yang, “Particle configuration and mechanical properties of poly (vinylchloride) / montmorillonite

- [17] S. U. Adikary & D. D. Wanasinghe, "Characterization of Locally available Montmorillonite clay using FTIR technique", Annual Transactions of Institution of Engineers Sri Lanka, Vol. 1 – part B, pp 140-145, 2012.
- [18] K. W. Park & J. H. Jung, "Preparation of Transparent PVC-Titanosilicate Nanocomposites by Interlamellar Silylation of Layered Titanosilicate", J Inorg Organomet Polym, Vol. 22, pp. 119–124, 2012.
- [14] R. Khoie, I. Maters & D. T. Gethin, "Design optimization of aluminium recycling processes using Taguchi technique", J Mater Process Technol, Vol. 127, pp. 96-106, 2002.
- [15] ASTM D 638-99: Standard Test Method for Tensile Strength of Plastics, Annual Book of ASTM Standards, ASTM International, West Conshohocken, PA, 1999.
- [16] A. Hasan, A. A. Hasan & D. A. Umran, "AC electrical conductivity analysis of (PVC-PS) blend films", International Journal of Application or Innovation in Engineering & Management (IJAIEM), Vol. 2, pp. 86-95, 2013.

Archive of SID