

تهیه نانوکریستوبالیت و بررسی اثر آن بر برخی خواص شفاف پوشه‌های دو جزئی خودرویی

مریم نیک نام^۱، سعید باغشاهی^{۲*}، زهرا رنجبار^۳، محمدعلی فقیهی ثانی^۴

۱- دانشکده مواد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۴۱۵۵/۴۹۳۳

۲- گروه مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه بین‌المللی امام خمینی^(ه)، قزوین، ایران، صندوق پستی: ۲۸۸

۳- گروه پوشش‌های سطح و خوردگی، پژوهشکده صنایع رنگ، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۶۷۶۵-۶۵۴

۴- دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف، تهران، ایران، صندوق پستی: ۸۶۳۹-۱۱۳۶۵

تاریخ دریافت: ۱۳۸۶/۱۰/۱۲ تاریخ پذیرش: ۱۳۸۷/۲/۲۲ در دسترس به صورت الکترونیکی از: ۱۳۸۷/۳/۲۸

چکیده

در تحقیق حاضر علاوه بر نانوکریستوبالیت، سیلیس آمورف اصلاح شده، سیلیس آمورف نانوذره و یک نمونه سیلیس میکرونیزه (کوارتز) به عنوان پرکننده مورد آزمایش قرار گرفت. دانه‌بندی همه پرکننده‌ها به غیر از کوارتز کمتر از ۱۰۰ نانومتر انتخاب شد. برای تهیه کریستوبالیت، سیلیس آمورف در دماهای مختلف حرارت داده شد. برای شناسایی فاز کریستوبالیت از XRD استفاده گردید. نتیجه آنالیز فازی سیلیس آمورف در 1470°C بیانگر حضور فاز کریستوبالیت در حدود ۱۰۰٪ بود. برای دانه ریز کردن پودر حاصل از نمونه سیلیس آمورف، از آسیاب‌های مختلف استفاده شد. نتایج مشاهدات میکروسکوپ الکترونی عبوری بیانگر ریز شدن ذرات کریستوبالیت در حد نانومتری بود. همه نمونه‌های پرکننده در داخل شفاف پوشه دو جزئی پراکنده شدند. آزمایش‌های انجام شده بر روی پوشش‌ها شامل آزمون‌های سختی کونینگ، مقاومت به سایش و مه‌گونی بودند. نتایج بررسی‌ها نشان داد که کاربرد پرکننده سیلیس اصلاح شده نسبت به بقیه نمونه‌ها، مقاومت به سایش را بهبود بخشیده است. سختی در حالتی که از انواع سیلیس استفاده شد، نیز افزایش یافته است. میزان نور عبوری (مه‌گونی) در حالتی که از سیلیس اصلاح شده استفاده شد بهتر از بقیه نمونه‌ها بود.

واژه‌های کلیدی: شفاف پوشه‌های خودرویی، مقاومت سایشی، سیلیس، نانوکریستوبالیت.

Preparation of Nanocrystalite and Its Effect on Some Properties of Two Component Automobile Clear Coats

M. Niknam, S. Baghshahi*, Z. Ranjbar, M. A. Faghihi Sani

Abstract

In this paper, nanocrystalite was prepared by simple heat treatment of amorphous silica at 1470°C for 2 hours. The XRD results confirmed that amorphous silica changed to cristobalite completely. The prepared cristobalite and crystalline microsilica (quartz) and two types amorphous of nanosilica (untreated and surface treated) were used to improve the mechanical properties of a two component polyurethane automotive clear coat. The effect of the nanosilicas and microsilica on the optical and mechanical properties of the clear coat was studied. It was revealed that all of the silicas added improved the hardness properties of the coatings, but some of them had a negative effect on the optical properties. Nanosilica (surface treated) improved optical property and wear resistant. *J. Color Sci. Tech.* 2(2008), 23-29. © Institute for Colorants, Paint and Coatings.

Keyword: Automobile clear coat, Abration resistant, Silica, Nanocrystalite.

۱- مقدمه

میکرونی تمایلی به حضور در سطح و فصل مشترک ندارد و بیشتر ترجیح می‌دهد داخل توده باشد [۲].

سیلیس آمورف، سیلیس غیرمتبلوری است که در طبیعت به دو صورت اوپال و شیشه سیلیسی یافت می‌شود [۵].

با بررسی پلی‌مورف‌های سیلیس مشاهده می‌شود که سیلیس بلوری دارای سه ساختار اصلی کوارتز، تری‌دیمیت و کریستوبالیت است که هر یک دارای دو یا سه شکل مختلف هستند. غالباً کوارتز دما پایین در زیر 573°C و کوارتز دما بالا در 573°C تا 867°C ، تری‌دیمیت دما بالا از 867°C تا 1470°C و کریستوبالیت دما بالا از 1470°C تا 1710°C پایدار است [۶].

به طور کلی تبدیلات فازهای سیلیس در عمل بسیار کند است و برای رسیدن به تعادل به زمان زیادی احتیاج دارد، زیرا این عمل مستلزم شکستن پیوندهای چهاروجهی و اتصال مجدد آن‌ها به صورت جدید است به همین دلیل حین سرد کردن مذاب به جای فازهای بلوری، فاز آمورف یا شیشه، و با سرد کردن کریستوبالیت دما بالا، کریستوبالیت دما پایین و با سرد کردن تری‌دیمیت دما بالا فازهای تری‌دیمیت میانی و پایینی تشکیل می‌شود. این فازها از نظر ترمودینامیکی نیمه‌پایدار هستند [۶].

از نظر خواص فیزیکی، چگالی محاسبه شده کریستوبالیت برابر با 2.33 g cm^{-3} و چگالی اندازه‌گیری شده آن $2.36-2.32 \text{ g cm}^{-3}$ ، سختی آن در محدوده ۶-۷ در واحد موهس و از لحاظ چقرمگی شکننده است [۶]. شکل کریستوبالیت دما بالا مکعبی است و با β مشخص می‌شود. شکل دما پایین تتراگونال، در اثر سرماایش در دمای زیر 250°C در فشار محیط وجود دارد و با α مشخص می‌شود. شکل مکعبی به نوسانات استاتیکی چهاروجهی‌های سیلیس وابسته است. این تبدیلات، تبدیلات دما پایین به بالا یا α به β نامیده می‌شود. شکل ۱ فازهای α و β کریستوبالیت را نشان می‌دهد [۷]. کریستوبالیت به دلیل داشتن ضریب شکست بیشتر و ساختار بازتری نسبت به کوارتز و تری‌دیمیت، به نظر می‌رسد که گزینه مناسبی باشد.

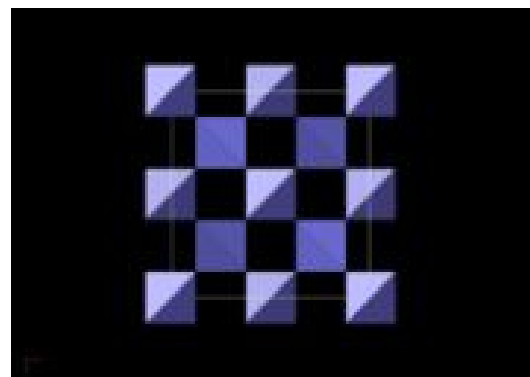
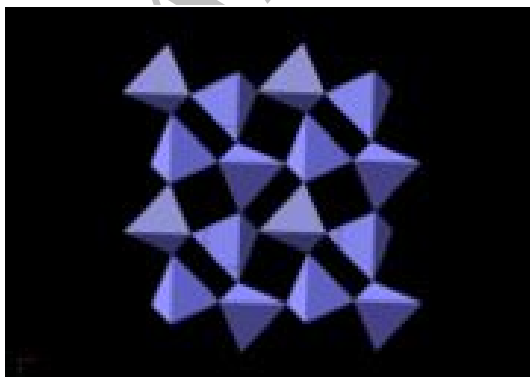
در بیشتر کشورهای صنعتی برای افزایش مقاومت پوششی خودروها از نانوذرات معدنی در شفاف پوشه خودروها استفاده می‌شود. پوشش‌های خودرویی به دلیل تماس با عوامل طبیعی نظیر باران، تگرگ، سنگریزه و عوامل غیرطبیعی نظیر کلید و ناخن لازم است دارای مقاومت سایشی بالایی باشند. لذا برای افزایش این ویژگی آنها، اغلب از نانوذراتی نظیر میکا، کائولن و انواع سیلیس استفاده می‌گردند.

مهم‌ترین خواصی که نانوذرات در لایه پلیمری به وجود می‌آورند شامل بهبود خواص مکانیکی به طوری که مقاومت در برابر نیروی خارجی که باعث تغییر شکل می‌شود را افزایش می‌دهد. همچنین خواص گرمایی پلیمرها را بهبود می‌بخشد و مقاومت در برابر نفوذ سیالات را نیز بیشتر می‌کند [۱].

بررسی‌هایی بر روی افزایش نانوذرات سیلیس در لایه پوششی انجام شده است، اما به دلیل اختلاف ضریب شکست این ذرات در حالت کوارتز (ضریب شکست کوارتز ۱.۴۵) با لایه پوششی، نیمه‌شفاف شدن لایه پوششی را موجب شده‌اند. کریستوبالیت در مقایسه با بقیه حالت‌های بلوری با داشتن ضریب شکست تقریباً برابر با ۱.۴۹ انتخاب خوبی به نظر می‌رسد.

هنگامی که ذرات سیلیس با دانه‌بندی‌های مختلف به پوشش‌های سطح اضافه شوند به دلیل سختی بالایی که دارند در درصد‌های مناسبی از سیلیس باعث بهبود خواص مکانیکی پوشش‌های سطح نظیر مقاومت به سایش و خراش می‌شوند هر چند در بیشتر موارد سبب تضعیف خواص نوری می‌شوند [۲-۴].

در بررسی خواص پلی‌ورتان بر پایه اکریلیک با افزودن انواع سیلیس شامل نانوسیلیس، میکروسیلیس و سیلیکای فوم، مشاهده شد که هر سه نوع پرکننده، مقاومت به خراش را بهبود بخشیده‌اند ولی در حالتی که سیلیس مصرفی نانوذره باشد نتایج بهتر از دو نوع دیگر است. همچنین مشاهده شده است که سیلیسیم در ابعاد نانومتری و



شکل ۱: فازهای α و β کریستوبالیت (سمت چپ α - سمت راست β) [۷].

کریستوبالیت استفاده شد از یک شرکت تأمین کننده مواد اولیه داخلی خریداری شد.

غیر از کریستوبالیت که به روش عملیات حرارتی تهیه شد مشخصات بقیه سیلیس‌ها و دستگاه‌های مورد استفاده به ترتیب در جداول ۱ و ۲ ارائه شده است.

۲-۲- روش کار

برای تبدیل سیلیس آمورف به کریستوبالیت از روش عملیات حرارتی استفاده شد. به این ترتیب که نمونه پودری در سه دمای مختلف ۱۳۵۰، ۱۴۲۰، و ۱۴۷۰ °C با شیب دمایی ۲۷۰ °C در ساعت با زمان توقف ۲ ساعت در داخل کوره حرارت داده شدند. در هر دو مرحله آسیاب، الگوی پراش اشعه ایکس برای نمونه انجام شد. دلیل ادامه عملیات حرارتی در دماهای بالا به این منظور بود که هر چه دما بالاتر می‌رفت میزان تبدیل فاز کوارتز به کریستوبالیت افزایش می‌یافت. چون هدف این تحقیق استفاده از کریستوبالیت در ابعاد نانویی بود به همین دلیل بعد از مشاهده نتایج آزمون پراش اشعه ایکس، پودر حاصله در ۱۴۷۰ °C به مدت سه ساعت در آسیاب ماهواره‌ای به صورت تر آسیاب شد. در ادامه به مدت یک ساعت آسیاب خشک و ۸ ساعت در آسیاب معمولی ساییده شد. در هر دو مرحله از نمونه XRD گرفته شد.

- 1- Metalkem
2- X-ray diffraction

سیلیس اصلاح شده که بعضی مواقع به عنوان پرکننده در پوشش‌ها استفاده می‌شود نانوذرات سیلیس کروی غیراگلومره‌ای است که معمولاً با روش‌های سل - ژل و سنتز شعله (احتراق) قابل فرآوری است [۸، ۹]. یکی از روش‌های تهیه، احتراق می‌باشد که برای تولید سیلیس اصلاح شده انجام می‌شود تا دیسپرس کردن ذرات در داخل ماتریس پلی‌اورتان بهتر انجام گیرد. در این روش سطوح ذرات پرکننده از دید شیمیایی اصلاح شده است [۱۰].

پوشش‌های خودرویی بر حسب نوع و مصرف از ۴ تا ۹ لایه و یا بیشتر قابل اعمال هستند. در این تحقیق ذرات پرکننده در لایه آخر پوشش‌های متالیکی (شفاف پوشه) جهت بهبود خواص مکانیکی با حفظ خواص نوری مورد بررسی قرار می‌گیرند.

در بررسی حاضر سعی شد تأثیر افزودن فاز دما بالای سیلیس یعنی کریستوبالیت، سیلیس آمورف نانوذره، سیلیس آمورف نانوذره اصلاح شده و سیلیس (کوارتز) میکروذره بر روی خواص سایشی پوشش‌های خودرویی مورد آزمون قرار گیرد.

۲- بخش تجربی

۲-۱- مواد شیمیایی و وسایل

شفاف پوشه‌ای که برای آزمون استفاده شد از نوع پلی‌اورتان دو جزئی پایه حلالی با نسبت اختلاط اورتان به اکریلیک ۱ به ۲ بود. سیلیس‌های نوع A و C (شرکت متالکم^۱ لهستان) و کوارتز ستبران (شرکت ستبران) و سیلیس آمورف که بعداً برای تبدیل به

جدول ۱: مشخصات سیلیس‌های افزودنی در داخل پوشش.

مشخصات افزودنی‌ها	مساحت سطح (m ² /g)	آمایش سطح	pH سطح ذرات	درصد خلوص	دانه‌بندی اولیه ذرات
A (سیلیس آمورف)	110 ± 2	دی متیل دی کلرو سیلان	3.6-4.4	>99	-
C (سیلیس آمورف)	50 ± 15	-	3.8-4.8	>99	-
کوارتز (سیلیس ستبران)	-	-	-	>99	<45 μm

جدول ۲: مشخصات دستگاه‌های استفاده شده.

نام دستگاه	مشخصات	ارزیابی
XRD	Xpert system, Philips PTS 3003 با زاویه سنج شعاع 175mm	شناسایی فازهای سیلیس بعد از انجام عملیات حرارتی
TEM	Philips EM 208	مشاهده کریستوبالیت نانوذره شده
آسیاب ماهواره‌ای	Fritsch Pulversiste 6	خردایش پودر
اسپکتروفوتومتر	Gretagmabeth color-eye 7000A	آزمون مه‌گونی
مقاومت به سایش (Taber abraser)	Brave instrument, Taber abrasive 5131	آزمون مقاومت به سایش
سختی سنجی آونگی	Pendulum hardness sheen instrument ltd	آزمون سختی آونگی
کوره 1600	آبتین 1600	انجام عملیات حرارتی برای تبدیل فازی
اولتراسونیک	فیلیپس SBCSC580	برای اختلاط

۳- نتایج و بحث

الگوی پراش اشعه ایکس برای سیلیس آمورف پس از عملیات حرارتی در شکل ۲ آورده شده است.

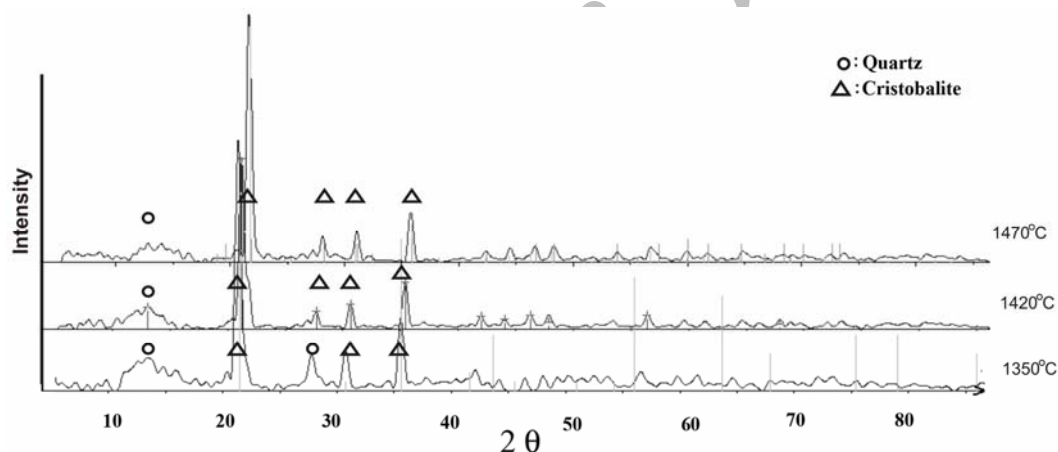
از مقایسه نتیجه الگوی پراش ایکس در 1470°C با کارت‌های موجود نمونه کریستوبالیت مشخص شد که مقدار زیادی از این فاز به کریستوبالیت تبدیل شده است.

شکل ۳ مربوط به کریستوبالیت حرارت داده شده در 1470°C در حالت بدون آسیاب، بعد از سه ساعت آسیاب ماهواره‌ای تر و نیز بعد از سه ساعت آسیاب ماهواره‌ای تر، یک ساعت خشک و ۸ ساعت آسیاب معمولی است.

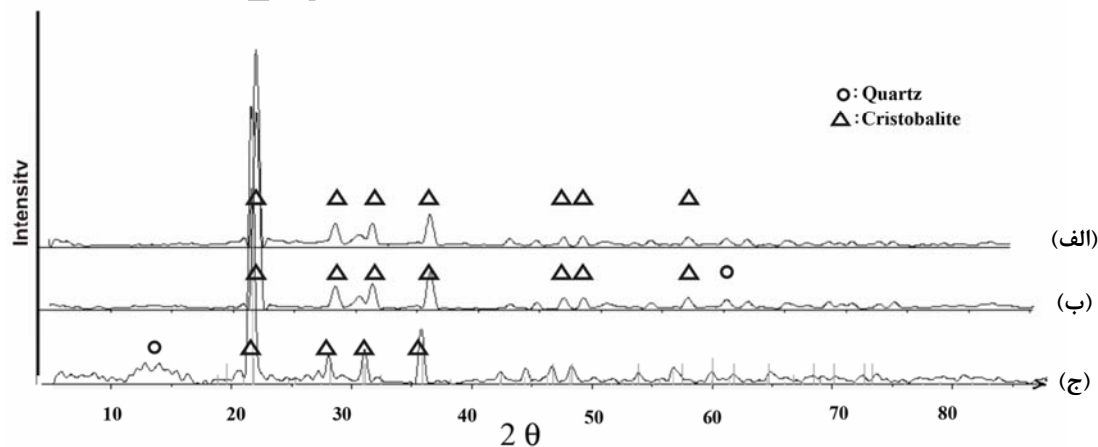
در شکل ۳ در حالتی که از هر دو آسیاب ماهواره‌ای و معمولی استفاده شود همه پیک‌ها فاز کریستوبالیت را نشان می‌دهند. این به این معنی است که تبدیلات فازی به طور کامل انجام شده است. در ادامه تحقیق از کریستوبالیتی که هم آسیاب ماهواره‌ای و هم آسیاب معمولی شده بود استفاده گردید.

با استفاده از رابطه شرر برای پیک‌های مشاهده شده در تحلیل مشخص شد که اندازه بلورک‌ها در ابعاد نانومتری است [۱۱]. در ادامه اندازه ذرات حاصله با میکروسکوپ الکترونی عبوری نیز بررسی شد. پودر کریستوبالیت در داخل آب مقطر در داخل دستگاه اولتراسونیک به مدت ۲۰ دقیقه مخلوط و توزیع و بلافاصله ذره‌ای از نمونه روی جانمونه‌ای قرار داده شد. به این ترتیب نمونه برای بررسی‌های میکروسکوپ عبوری آماده گردید. لکه‌های سیاه رنگ مشاهده شده در شکل ۴ ذرات کریستوبالیت را نشان می‌دهد.

دیسپرس کردن ذرات معدنی در داخل رزین توسط همزن آزمایشگاهی انجام شد. برای بررسی این که دانه‌بندی در حد مناسب است از دستگاه گریندومتر در زمان‌های مختلف هم‌زدن استفاده شد. نهایتاً زمانی که بیشتر از ۹۰٪ ذرات زیر دانه‌بندی ۲۰ میکرون بودند به عنوان زمان بهینه هم‌زدن انتخاب شد. همه فیلم‌ها با فیلم‌کش روی شیشه و فلز اعمال شد. ضخامت فیلم‌ها $120\ \mu\text{m}$ انتخاب شد.



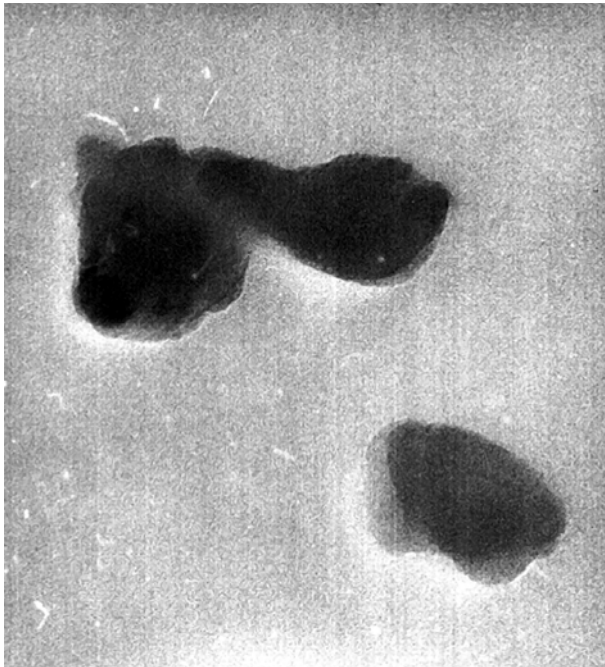
شکل ۲: الگوی پراش اشعه ایکس نمونه سیلیس آمورف پس از عملیات حرارتی.



شکل ۳: الگوی پراش اشعه ایکس کریستوبالیت قبل و بعد از آسیاب. (الف): دمای 1470°C درجه بعد از آسیاب ماهواره‌ای و فست‌میل؛ (ب): دمای 1470°C درجه بعد از آسیاب ماهواره‌ای؛ (ج): دمای 1470°C درجه

کریستوبالیت با گروه ایزوسیانات سخت کننده نسبت داد، یعنی در واقع چگالی شبکه‌ای شدن بیشتری در این نمونه در مقایسه با سایر نمونه‌ها اتفاق افتاده است و همین امر منجر به افزایش بسیار زیاد سختی شده است. در آزمون اثرگذاری نانو که یک نوع آزمون سختی‌سنجی است که با اثر فروبری، سختی لایه مورد آزمون را در ابعاد نانومتری اندازه‌گیری می‌کند در مورد همه نمونه‌ها انجام شد. مشاهده شد که همه نمونه‌های حاوی افزودنی‌های سیلیس از سختی بالاتری برخوردار هستند [۱۲].

نتایج مربوط به میزان مه‌گونی نمونه‌ها در حضور پرکننده‌های مختلف سیلیس در شکل ۶ ارائه شده است.



شکل ۴: تصویر نمونه پودری کریستوبالیت با میکروسکوپ الکترونی عبوری با بزرگنمایی ۵۰nm.

شکل ۴ مربوط به مشاهدات میکروسکوپ الکترونی عبوری می‌باشد. لکه‌های تیره مربوط به ذرات کریستوبالیت است. کاهش وزن نمونه‌ها بر حسب تعداد دور سایش معیاری برای آزمون مقاومت به سایش است که بر اساس استاندارد ASTM 4060-95 انجام شده است. نتایج مربوط به کاهش وزن در جدول ۳ گزارش شده است.

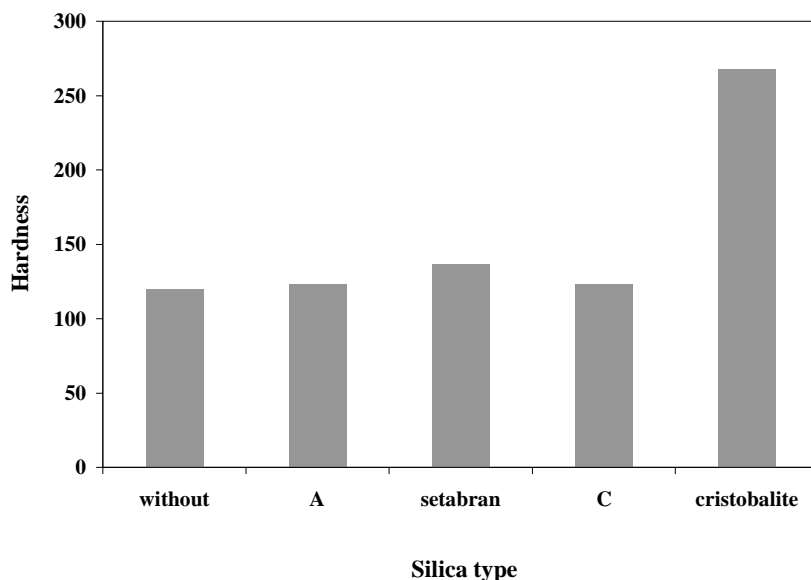
همان‌طور که در جدول ۳ ملاحظه می‌شود در نمونه‌های حاوی سیلیس A و سیلیس ستبران کاهش وزن در مقایسه با دو نوع دیگر کمتر است. این پدیده نشان می‌دهد که توزیع این ذرات به طور مناسب در داخل فاز پلیمری انجام شده است. مشاهداتی که با میکروسکوپ الکترونی پویشی انجام شد نیز این موضوع را نشان می‌دهد [۱۲]. در مورد نمونه‌های حاوی سیلیس C و کریستوبالیت عدد کاهش وزن عدد بزرگتری را به ویژه در تعداد دورهای بالا نشان می‌دهد. زمانی که تعداد دور سایش افزایش یابد به دلیل امکان کنده شدن پوشش از روی سطح، کاهش وزن بیشتر می‌شود. از طرفی با توجه به برهمکنش‌های بین ذرات سیلیس و ماده پوششی به نظر می‌رسد این ذرات تمایلی به حضور در سطح نداشته و ترجیح می‌دهند داخل توده باشند [۲]. بررسی‌های میکروسکوپی نمونه کریستوبالیت نشان داد که ذرات کریستوبالیت به طور چسبیده به هم و آگلومره در داخل لاک حضور دارند [۱۲].

شکل ۵ نتایج مربوط به آزمون سختی کونینگ مربوط به لاک حاوی ۳٪ پرکننده‌های سیلیس را نشان می‌دهد.

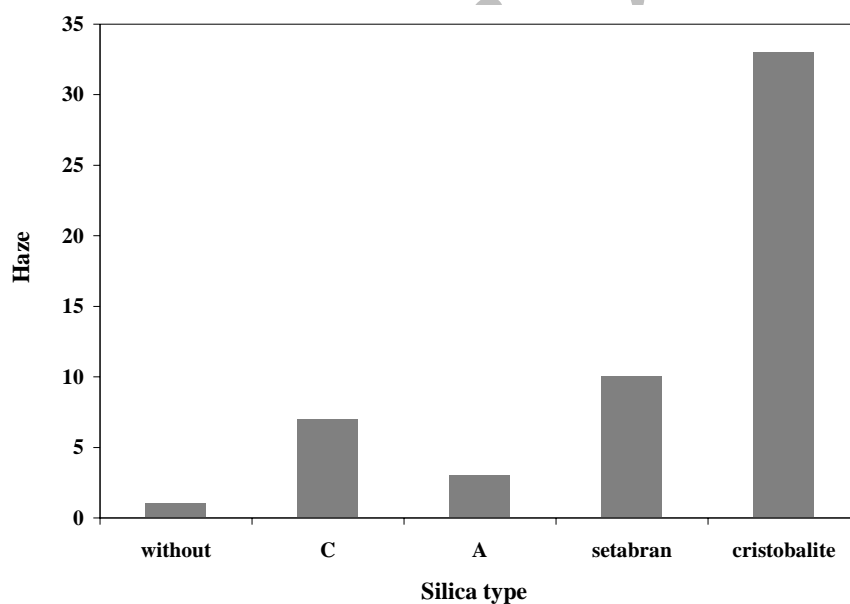
همان‌طور که ملاحظه می‌شود همه انواع سیلیس سبب افزایش سختی در مقایسه با لاک بدون افزودنی می‌شوند. به نظر می‌رسد دلیل این پدیده این است که با افزودن ذرات سخت سیلیس به فیلم پلیمری سختی کل افزایش یافته است و این افزایش در مورد نمونه‌های مختلف یکسان نیست. افزایش بسیار زیاد سختی در لاک حاوی کریستوبالیت را می‌توان به امکان واکنش گروه‌های سطحی

جدول ۳: کاهش وزن نمونه‌های لاک بر حسب گرم.

مشخصات نمونه‌ها	کاهش وزن بعد از ۲۰۰ دور (g)	کاهش وزن بعد از ۵۰۰ دور (g)	کاهش وزن بعد از ۱۰۰۰ دور (g)
لاک بدون افزودنی سیلیس	۰,۰۰۴	۰,۰۱۳	۰,۰۱۸
لاک حاوی سیلیس A	۰,۰۰۱	۰,۰۰۴	۰,۰۱۵
لاک حاوی کوارتز (سیلیس ستبران)	۰,۰۰۲	۰,۰۱۲	۰,۰۱۷
لاک حاوی سیلیس C	۰,۰۰۵	۰,۰۱۶	۰,۰۴۲
لاک حاوی کریستوبالیت	۰,۰۰۸	۰,۰۱۳	۰,۰۲۳



شکل ۵: نتایج آزمون سختی کونینگ.



شکل ۶: نتایج مربوط به آزمون مه‌گونی.

که در مقایسه با بقیه پرکننده‌ها درشت‌تر است تأثیر کمتری در پراکنده شدن داشته است در واقع ذرات دانه درشت‌تر نور را کمتر پراکنده می‌کنند و میزان نور عبوری بیشتر است. نمونه حاوی کریستوبالیت با اینکه دانه‌بندی در حد زیر ۱۰۰ نانومتر داشته است ولی احتمالاً به دلیل آگلومره شدن ذرات و چسبیدن ذرات به هم در داخل زمینه پلیمری بدترین نتیجه را در این آزمون در مقایسه با دیگر نمونه‌ها داشته است. مشاهدات میکروسکوپی نیز نشان داد که ذرات کریستوبالیت به صورت چسبیده به هم در داخل لاک پراکنده شده‌اند.

نتایج شکل ۶ نشان می‌دهد که با افزودن ذرات سیلیس به لاک میزان نور عبوری کاهش یافته است به عبارتی میزان نور انتشار یافته افزایش پیدا کرده است و فیلم کدرتر شده است. این کدری در مورد نمونه‌های مختلف متغیر است. هر چقدر نمونه نور بیشتری پراکنده کند میزان مه‌گونی آن بیشتر است یعنی در اثر عدم پراکنش مناسب نانوذرات سیلیس در لاک، میزان انتشار نور زیاد می‌شود و مه‌نمایی که در واقع کدر شدن لاک است افزایش می‌یابد. این نتیجه در مورد نمونه لاک حاوی کریستوبالیت مشخص است. ذرات سیلیس ستبران

کریستوبالیت را می‌توان به انجام برخی واکنش‌ها بین گروه‌های سطحی کریستوبالیت و گروه‌های ایزوسیانات سخت کننده نسبت داد. حضور ذرات پرکننده در لاک باعث کمتر شدن میزان نور عبوری شده است. در مورد برخی نمونه‌ها (نمونه حاوی کریستوبالیت) که ذرات به هم چسبیده بودند این میزان عبور عدد کمتری را نشان داده است که حاکی از عدم پراکنش مناسب ذرات در فاز پلیمری است. با این که برای نمونه کریستوبالیت به دلیل داشتن ضریب شکست نزدیک به شفاف پوشه انتظار بر این بود که نتیجه خوبی از این آزمون گرفته شود ولی به علت اگلومره شدن ذرات بدترین نتیجه مربوط به کریستوبالیت بود. بهترین نتیجه در این آزمون مربوط به سیلیس نوع A بود که اصلاح شده بود. اگر بتوان نمونه کریستوبالیت را اصلاح سطحی کرد به نظر می‌رسد که بتوان نتیجه خوبی را در میزان نور عبوری از این ماده گرفت. کریستوبالیت به دلیل داشتن سختی خوب در پوشش‌های خودرویی در حالتی که شفافیت مد نظر نباشد می‌تواند در پوشش‌ها استفاده شود.

۴- نتیجه‌گیری

سیلیس آمورف در محدوده دمای 1470°C با انجام عملیات حرارتی می‌تواند به فاز بلوری دما بالای کریستوبالیت تبدیل شود. مقاومت به سایش در مورد نمونه‌هایی که توزیع و پخش ذرات به خوبی انجام شده بود در کاهش وزن مشهود بود. در مورد نمونه A و سیلیس سستبران عدد کاهش وزن کمتر بود. در مورد نمونه‌هایی مثل کریستوبالیت و نمونه C چون توزیع ذرات مناسب انجام نشده بود (در مشاهدات میکروسکوپی نمونه کریستوبالیت نیز واضح بود که ذرات به صورت تجمعی و اگلومره هستند) در نتیجه کاهش وزن در این نمونه‌ها عدد بزرگتری نشان داده است، همچنین در تعداد دوره‌های زیاد چون امکان کنده شدن لایه از سطح وجود دارد و با توجه به این که ذرات معدنی در داخل توده تجمع دارند هم‌زمان با کنده شدن لایه امکان کاهش وزن بیشتری وجود دارد. حضور ذرات معدنی عدد سختی را افزایش داده است، دانه‌بندی ریز سیلیس باعث ایجاد مساحت سطحی بیشتر و در نتیجه فصل مشترک بزرگتر بین دو فاز آلی- غیر آلی شده و افزایش سختی کل مجموعه شده است. افزایش بسیار زیاد در مورد

۵- مراجع

1. R. J. Higgins, R. B. Goldsmith, Process and system production of inorganic nanocomposite. US Patent 5879715, (1997).
2. S. Zhou, L. Wu, J. Sun, W. Shen, The change of the properties of acrylic-based polyurethane via addition of nano-silica. *Prog. Org. Coat.* 45(2003), 33-42.
3. M. M. Jalili, S. Moradian, H. Dastmalchian, A. Karbasi, Investigating the variations in properties of 2-pack polyurethane clear coat through separate incorporation of hydrophilic and hydrophobic nano-silica. *Prog. Org. Coat.* 59(2007), 81-87.
4. C. W. Chou, S. H. Hsu, H. Chang, S. M. Tseng, H. R. Lin, Enhanced thermal and mechanical properties and biostability of polyurethane containing silver nanoparticles. *Polym. Degrad. Stabil.* 91(2006), 1017-1024.
5. A. Emami, Consumable refractories in glass industries. Gazvin Glass Inc. Pub., Tehran, (1991), 109-110.
6. W. D. Kingery, H. K. Bowen, D. R. Uhlmann, Introduction to ceramics. 2nd edition, John Wiley and Sons, NY. (1971), 70-73, 274.
7. M. T. Dove, D. A. Keen, A. C. Hannon, I. P. Swainson, Direct measurement of the Si-O bond length and orientational disorder in the high-temperature phase of cristobalite. *Phys. Chem. Miner.* 24(1997), 311-317.
8. A. Vital, V. Klotz, T. Gravale, R. Muller, H. Kammler, S. E. Pratsinis, Synthesis of spherical, non-aggregated silica nanoparticles. *Nato Science Series II: mathematics, physics and chemistry.* 102(2002), 203.
9. J. Adam, T. Adebar, M. Pyrlík, C. Roscher, R. Wiczorrek, Hanse chemie GmbH; EP1236765, (2002).
10. E. Barna, B. Bommer, J. Kursteiner, A. Vital, O. Trzebiatowski, W. Koch, B. Schmid, T. Graule, Innovative, scratch proof nanocomposites for clear coat. *Composites Part A.* 36(2005), 473-480.
11. B. D. Cullity, Elements of X-ray diffraction. Addison-Wesley Publishing Co., (1978).
12. M. Niknam, Investigating the effect of nano cristobalite on wear and optical properties of car paint, MSc Thesis. Islamic Azad University, Tehran, Iran, 2007.