



## اثر نانوسیلیکا در افزایش چسبندگی چسب‌های فشار حساس اکریلیکی بر روی سطح پلی پروپیلن آمایش شده با روش پلاسما در نقطه بهینه

عباسعلی موذن<sup>۱</sup>، محمدرضا کلائی<sup>۲\*</sup>، منوچهر خراسانی<sup>۲</sup>

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه مهندسی پلیمر، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران جنوب، تهران، ایران، صندوق پستی: ۴۴۳۵-۱۱۳۶۵

۲- استادیار، گروه مهندسی پلیمر، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران جنوب، تهران، ایران، صندوق پستی: ۴۴۳۵-۱۱۳۶۵

۳- استادیار، دانشکده مهندسی پلیمر و رنگ، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۵۸۷۵-۴۴۱۳

تاریخ دریافت: ۹۳/۷/۹ تاریخ پذیرش: ۹۴/۱۰/۱۴ در دسترس به صورت الکترونیکی از: ۱۳۹۵/۶/۲۰

### چکیده

در این تحقیق تاثیر عملیات پلاسما و درصد نانو ذرات سیلیکا با استفاده از روش آماری تاگوچی بر روی چسبندگی چسب‌های فشار حساس بر روی فیلم‌های پلی پروپیلن بررسی شد. متغیرهای انتخابی در عملیات پلاسما شامل زمان، توان و نوع گاز هر کدام در سه سطح در نظر گرفته شدند. گروه‌های عاملی ایجاد شده بر روی سطح با استفاده از روش FTIR-ATR شناسایی شد. همچنین میزان حکاکی حاصله بر روی سطوح توسط آزمون‌های SEM و AFM مورد بررسی قرار گرفت. آمایش سطحی انجام شده توسط روش تاگوچی تحلیل و بالاترین استحکام چسبندگی در زمان ۷ دقیقه، توان ۱۰۰ وات و گاز آرگون به دست آمد. سپس مقادیر مختلفی از نانو ذرات سیلیکا به چسب اکریلیکی اضافه و بر روی سطح مورد نظر اعمال شد. آزمون استحکام چسبندگی با روش استحکام پوستی بررسی و نتایج حاصله حاکی از آن بود که بهترین استحکام مربوط به افزایش ۰.۵ درصد ذرات نانوسیلیکا به چسب می‌باشد.

واژه‌های کلیدی: پلاسما، پلی پروپیلن، چسب فشار حساس، بهینه سازی، نانوسیلیکا.

## Effect of Nano Silica on Acrylic Pressure Sensitive Adhesive Applied on Plasma Treated PP Surface Using Taguchi Method

A. Moazen<sup>1</sup>, M. Kalaei<sup>2\*</sup>, M. Khorasani<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Department of Polymer Engineering, Islamic Azad University, Tehran South Branch, P. O. Box: 4435-11365, Tehran, Iran

<sup>2</sup> Department of Polymer Engineering & Color Technology, Amirkabir University of Technology, P. O. Box: 15875-4413, Tehran, Iran.

Received: 01-10-2014

Accepted: 04-01-2016

Available online: 10-09-2016

### Abstract

This study was designed to investigate the effect of nano silica particles on the pressure-sensitive acrylic adhesive bonding on polypropylene film. In this work, the effect of plasma treatment on polypropylene films was examined. Selected variables including plasma treatment time, power and gas type at three levels were considered. Results were analyzed by Taguchi method and optimum condition of high adhesive strength at 7 minutes, power of 100 W and argon gas was obtained. Then varying amounts of silica nanoparticles were added to the acrylic adhesive. Adhesion strength test method was evaluated and the results showed that the strength increases to maximum value at 5.0 weight of nano silica. Functional groups on PP surface following plasma treatment were also detected using ATR- FTIR method; moreover, the etching condition of the surface was examined by both SEM and AFM methods. *J. Color Sci. Tech.* 10(2016), 79-87©. Institute for Color Science and Technology.

**Keywords:** Plasma, Polypropylene, Pressure-sensitive adhesive, Optimization, Nano-Silica.

## ۱- مقدمه

در دهه‌های اخیر کاربردهای پوشش‌دهی پلی‌اولفین‌ها، در حال رشد در صنایع خودرو، هوافضا، دریایی و صنایع غذایی می‌باشد. پلی‌اولفین‌ها از قبیل پلی‌پروپیلن، چسبندگی سطح خوبی که عمدتاً به دلیل کمبود گروه‌های قطبی بر سطح پلی‌پروپیلن<sup>۱</sup> است را ندارند. برای اصلاح سطح پلیمر از روش‌های مختلفی که عمدتاً اصلاح شیمیایی و فیزیکی (از قبیل پلاسما و کرونا) می‌باشد، استفاده می‌شود.

پلی‌پروپیلن خواص مکانیکی خوب، چگالی کم و شفافیت بالایی را از خود نشان می‌دهد و به همین منظور دارای کاربردهای گوناگون در صنایع مختلف از جمله چسب می‌باشد. یکی از موارد پرمصرف و عمومی آن اعمال چسب‌های فشار- حساس بر روی سطوح است. فیلم‌های پلی‌پروپیلن از طرفی به دلیل غیرقطبی بودن و پایین بودن سطح انرژی آزاد نیاز به آمایش سطح و بالابردن انرژی سطحی دارند [۱-۳]. استفاده از پلی‌پروپیلن به عنوان زیرآیند چسب‌های فشار حساس دارای صنعت بزرگی در دنیای چسب می‌باشد.

چسب‌های فشار حساس<sup>۲</sup> یک دسته از موادی هستند که توانایی چسبیدن به هر سطحی تحت حداقل فشار را دارند به همین دلیل چسبندگی این دسته از چسب‌ها به شدت به سطح موادی که بر روی آن می‌چسبند بستگی دارند که با اصلاح سطح می‌توان چسبندگی را افزایش داد. جزئیات به کارگیری نانوسیلیکا و اثرات کمی آن بر روی زیرآیند پلی‌پروپیلن با پلاسما تاکنون همزمان بررسی نشده است.

در دهه‌های اخیر کاربرد عملیات پلاسما<sup>۳</sup> در زمینه‌های مختلف از قبیل اصلاح سطحی پلیمرها، پلیمریزاسیون پلاسمایی و سنتز ساختاری پلیمری جدید رشد چشمگیری داشته است [۴، ۵]. پلاسما یک منبع انرژی برای اصلاح سطحی پلیمرهاست که باعث ایجاد ذرات یونیزه فوتون‌ها و رادیکال‌ها می‌شود. عملیات پلاسما به عنوان یک فرآیند مفید برای اصلاح خصوصیات سطحی مواد پلیمری شناخته می‌شود بنابراین دوست‌دار محیط زیست بودن، تمیز و اقتصادی‌تر بودن آن از مزیت‌های آن بشمار می‌آید [۶-۸]. پلاسما با گازهای مختلف موجب حکاکی بر روی سطح پلیمر می‌گردد که باعث به وجود آمدن سطحی زبرتر می‌شود. تخلیه تابش پلاسما می‌تواند با حکاکی سطح و ایجاد گروه‌های عاملی استحکام چسبندگی خوبی بین پلی‌پروپیلن و چسب‌های فشار حساس ایجاد کند [۹-۱۲]. پاندیراجا<sup>۴</sup> سطح فیلم‌های پلی‌پروپیلن را با عملیات پلاسمای DC اصلاح کرد و گروه‌های عاملی و حکاکی بر روی سطح را تأیید کرد و نشان داد که چسبندگی آن‌ها، بعد عملیات پلاسما

افزایش یافته است که متغیرهای توان و زمان نیز نقش بسزایی در آن داشتند [۹].

انسیناس<sup>۵</sup> و همکارانش تأثیر عملیات پلاسما را بر روی سطح پلی‌پروپیلن به منظور میزان تغییرات سایشی ایجاد شده بررسی کردند و به این نتیجه رسیدند که هر چقدر توان عملیات پلاسما افزایش یابد زبری سطح افزایش یافته که باعث چسبندگی بیشتر می‌شود [۱۳]. شهیدزاده و همکارانش طی اصلاح فیلم پلی‌پروپیلن به این نتیجه دست یافتند که خصوصیات سطحی لایه در اثر پلاسما تغییر می‌کند. اکسایش لایه یکی از مهم‌ترین این فرآیندهاست. این واکنش‌ها به طور قابل توجهی به شدت تابش و زمان بستگی دارند [۱۴]. افزایش در ترپذیری فیلم باعث می‌شود خصوصیات چسبندگی نیز بهبود یابد [۱۵، ۱۶].

در این تحقیق متغیرهای عملیات پلاسما شامل زمان، توان و نوع گاز با استفاده از جدول  $L_9$  تاگوچی در نظر گرفته شد و بر روی فیلم پلی‌پروپیلن اعمال گردید. سپس چسب اکریلیک فشار حساس بر روی فیلم‌ها اعمال و استحکام چسبندگی مورد آزمون آنالیز واریانس قرار گرفت و به نقطه بهینه بدست آمده از این روش درصدهای ۰،۵، ۰،۷۵ درصد نانوسیلیکا به چسب اضافه و تغییر در استحکام چسبندگی بررسی شد.

## ۲- بخش تجربی

## ۲-۱- مواد

فیلم پلی‌پروپیلن با ضخامت ۵۰ میکرون که در صنایع چسب‌سازی به کار می‌رود از شرکت پوشینه تهیه شد. نانوسیلیکا آبدوست با گرید تجاری اروزیل R-202 با اندازه ذرات ۵۰-۲۰ نانومتر از شرکت ایونیک آلمان استفاده گردید که به عنوان تقویت کننده فعال برای بهبود خواص رئولوژیکی و مکانیکی این چسب‌ها به کار می‌رود که در صورت عدم استفاده از آن خاصیت چسبندگی به سطح کاهش می‌یابد و همچنین بهبود فرآیند گسترش رزین روی زیرآیند را به دنبال داشته و در نتیجه چشم‌ماهی شدن با افت مواجه خواهد شد. چسب‌های فشار حساس اکریلیکی با نام‌های تجاری TC-103 توسط شرکت سیماب رزین اهدا شد که یک محلول فشار حساس یک کopolymer اکریلات با اکریلونیتریل است که می‌تواند در هر دو شکل کراسلینگ شده و نشده به کار برده شود. ایجاد اتصالات عرضی در PH پایین زیر ۸ اتفاق می‌افتد اما در حالت بازی بالاتر افزایش می‌یابد.

TC-130 در تولید چسب‌های فشار حساس برای کالای خود چسب شونده، برچسب‌ها، نوارها، فیلم‌ها و برای انواع پوشش‌های کفی قابل انعطاف به کار می‌رود. خصوصیات آن در جدول ۱ گزارش شده است.

- 1- Polypropylene
- 2- Pressure-sensitive adhesive
- 3- Plasma
- 4- Pandiyaraja

5- Encians

۲-۳-۲- میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)<sup>۲</sup>

جهت بررسی ریخت‌شناسی و اثر حکاکی ایجاد شده از پلاسما از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل Vegall ساخت کمپانی Tescan استفاده شد.

۲-۳-۲- آزمون میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM)<sup>۳</sup>

از دستگاه AFM مدل Duclsoop C-21 ساخت کشور آلمان برای مشخص کردن تاثیرات پلاسما بر روی سطح و اثر حکاکی استفاده گردید. این آزمون حکاکی بر روی سطح را در حالت ۳ بعدی نشان می‌دهد که علاوه بر بافت سطح، متوسط زبری و کنده‌کاری‌های ایجاد شده را به خوبی نمایش می‌دهد.

۲-۳-۴- استحکام پوستی<sup>۴</sup>

یکی از مهم‌ترین مشخصه چسب‌های حساس به فشار مقاومت پوستی آن است که عبارت است از نیروی لازم برای پوست کردن (جدا کردن) یک نوار چسب از یک سطح سخت است در این پژوهش آزمون استحکام پوستی به وسیله دستگاه Adhesion/Release Tester مدل Ar-1000 ساخت شرکت Chem instruments fair filed آمریکا انجام شد.

## ۲-۴- تجزیه و تحلیل آماری

همه تجزیه و تحلیل بر پایه روش تاگوچی با استفاده از نرم‌افزار Qualitek-4 انجام می‌شود تا تاثیر اصلی متغیرهای مختلف فرآیند بر انجام آنالیز واریانس (ANOVA) و ایجاد شرایط بهینه تعیین شود.

## ۲-۴-۱- روش کار

در این پژوهش متغیرهای عملیات پلاسما شامل زمان، توان و نوع گاز هریک در سه سطح مطابق با جدول ۲ با استفاده از روش تاگوچی در نظر گرفته شد.

جدول ۲: مشخصه‌ها و سطوح پلاسما.

مشخصه‌ها	سطوح		
	۱	۲	۳
نوع گاز= مشخصه A	اکسیژن	آرگن	اکسیژن-آرگن
توان (وات)= مشخصه B	۱۰۰	۵۰۰	۱۰۰۰
زمان (دقیقه)= مشخصه C	۱	۳	۷

2-Scanning electron microscope

3-Atomic force microscopy

4-Peel Strength

جدول ۱: خصوصیات رزین TC-130.

ظاهر	مایع سفید شیری
سیستم امولسیون	غیریونی
درصد جامد	۵۰±۱
pH	۴-۵
Tg(°C)	۴۰
ویسکوزیته	۵۰۰-۱۵۰۰
پایداری مکانیکی	خوب
شرایط نگهداری	از یخ زدگی محافظت شود

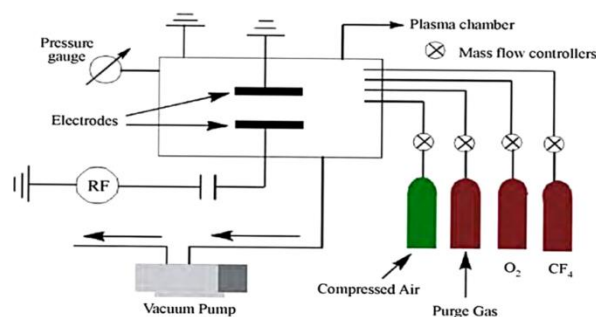
## ۲-۲- دستگاه پلاسما سرد فشار پایین

دستگاه پلاسما استفاده شده در این تحقیق از نوع LF (بسامد پایین) که از شرکت DIENER Electronic GmbH آلمان می‌باشد که از نوع پلاسما AC بوده و بیشینه بسامد دستگاه برابر ۴۰ کیلو هرتز تحت فشار گاز ۰,۲ bar و سرعت جریان گاز  $50 \frac{cm^3}{min}$  می‌باشد. این دستگاه بواسطه دارا بودن سینی‌ها و روتاتور مخصوص قادر است سطوح نمونه‌های مختلف از جمله نمونه‌های پودری و فیلم را تحت یک یا چند گاز Ar, CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub> و O<sub>2</sub> اصلاح نماید. این سیستم در توان‌های ۱۰۰ تا ۱۰۰۰ وات و زمان‌های مختلف قابل تنظیم است. در این تحقیق گازهای آرگن، اکسیژن و اکسیژن-آرگن به نسبت (۳۰-۷۰) به راکتور تغذیه شد. در شکل ۱ شمایی از فرآیند پلاسما نشان داده شده است.

## ۳-۲- روش‌های شناسایی

۳-۲-۱- آزمون طیف‌سنجی تبدیل فوریه زیر قرمز (FTIR)<sup>۱</sup>

برای تجزیه و تحلیل گروه‌های عاملی ایجاد شده بر روی سطح در اثر عملیات پلاسما از این آزمون استفاده می‌شود. برای این تحقیق از ATR-FTIR مدل IFS 48 ساخت شرکت BRUKER استفاده گردید.



شکل ۱: شمایی از دستگاه پلاسما استفاده شده در این تحقیق.

1- Fourier transform infrared spectroscopy

جدول ۳: آرایه متعامد  $L_9$  تاگوچی.

شماره آزمایش	مشخصه‌ها		
	A	B	C
۱	۱	۱	۱
۲	۱	۲	۲
۳	۱	۳	۳
۴	۲	۱	۲
۵	۲	۲	۳
۶	۲	۳	۱
۷	۳	۱	۳
۸	۳	۲	۱
۹	۳	۳	۲

سپس چسب‌های فشارحساس اکریلیکی به ۹ نمونه آمایش شده اعمال و استحکام پوستی به عنوان پاسخ نهایی مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفت. پس از تعیین نقطه بهینه، اثر افزودن میزان ذرات نانوسیلیکا به چسب بررسی و با نقطه بهینه مقایسه گردید. نحوه انتخاب عوامل جدول ۲ طی فرآیندهای آزمون و خطا و به صورت تجربی می‌باشد. دلیل نسبت اختلاط اکسیژن و آرگن این می‌باشد که اثر ناهموازی سطح در چسبندگی بیشتر بوده و اکسایش با توجه به آسیب‌هایی که به جرم مولکولی و خاصیت شیمیایی سطح وارد می‌سازد مقدار آن را در حداقل اثربخشی حفظ می‌کنیم.

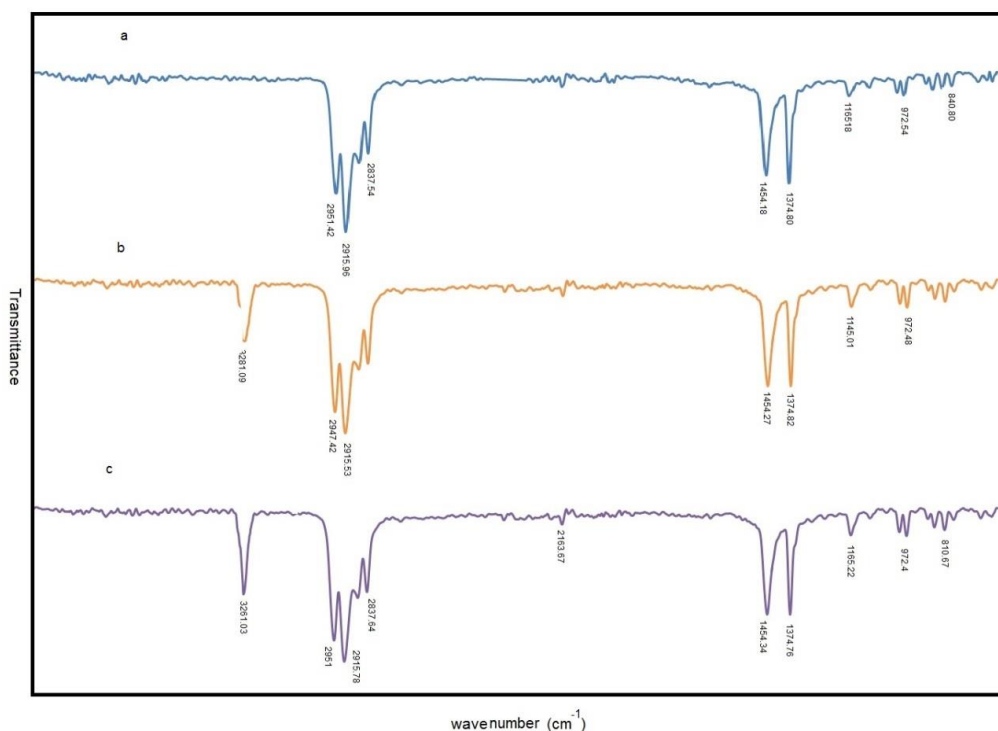
### ۲-۴-۲- طراحی آرایه‌های متعامد تاگوچی

طرح آرایه متعامد تاگوچی، روشی هدایتی است که تعداد آزمایشات کمتر را تصریح می‌کند که می‌تواند اطلاعات کاملی از همه متغیرهایی بدهد که بر روی متغیرهای فرآیند تاثیر می‌گذارد. که شامل یک آرایه درونی و یک آرایه بیرونی است. آرایه درونی از آرایه متعامد ساخته شده است که از تمام ترکیبات ممکن عوامل قابل کنترل انتخاب شده است. آرایه بیرونی شامل ترکیبی از عوامل غیرقابل کنترل است. آرایه متعامد  $L_9$  برای تحقیق حاضر پیشنهاد شده است. آزمایش به درک تاثیر سه متغیر مستقل در سه سطح می‌پردازد. جدول ۳ آرایه متعامد  $L_9$  را نشان می‌دهد.

## ۳- نتایج و بحث

### ۳-۱- تجزیه و تحلیل FTIR

برای مشاهده گروه‌های عاملی به وجود آمده از طریق تخلیه پلاسما بر روی سطوح از نمونه‌ها این آزمون گرفته می‌شود تا نوع گروه‌های عاملی به وجود آمده بر روی سطح را تأیید کند.



شکل ۴: مقایسه طیف FTIR-ATR (a) پلاسما نشده (b) پلاسما شده با اکسیژن (c) پلاسما شده با اکسیژن-آرگن.

### ۳-۳- تجزیه و تحلیل آزمون AFM

برای مشاهده بهتر حکاکی سطح و زبری سطح از این آزمون استفاده گردید. از آنجا که پلازما حکاکی در حد میکرون و یا نانومتر بر روی سطح ایجاد می‌کند مطالعه زبری و تغییرات بافت سطح با این آزمون ضروری می‌باشد. نتایج آن در شکل ۳ و جدول ۴ نشان داده شده است.

مشخصه‌های زبری از جدول ۳ به صورت زیر تعریف می‌شوند:

$S_z$ : متوسط زبری،  $S_q$ : انحراف معیار و  $S_d$ : بافت صفحات را نشان می‌دهد مقادیر آنها از رابطه‌های ۳-۱ به دست می‌آید.

$$S_a = \iint_a |Z(x, y)| dx dy \quad (1)$$

$$S_q = \sqrt{\iint_a (Z(x, y))^2 dx dy} \quad (2)$$

$$S_z = \frac{\sum_1^5 |peak\ heights| + \sum_1^5 |valley\ depths|}{5} \quad (3)$$

مقایسه تصاویر AFM از فیلم‌های PP را نشان داده می‌دهد که برای شکل a نشان می‌دهد برای سطح اصلاح نشده، ناهمواری و زبری سطح خیلی کم است و بعد از عملیات پلازما با اکسیژن، سطح زبرتر و ناهمواری‌های آن بیشتر نمایان می‌شود به طوری که  $S_z$  برای نمونه پلازما نشده از ۴۲۸ نانومتر به ۷۲۱ نانومتر برای نمونه‌های پلازما شده با اکسیژن می‌رسد. اما بیشترین حکاکی و زبری سطح به نمونه پلازما شده با آرگون بر می‌گردد که  $S_z$  برای آن ۱۰۰۲ میکرومتر می‌باشد. برای نمونه پلازما شده ترکیبی آرگون-اکسیژن با نسبت ۳۰،۷۰ زبری و ناهمواری سطح بین نمونه پلازما شده با اکسیژن و آرگون می‌باشد.  $S_z$  برای آن ۷۸۸ نانومتر بوده است. این نشان می‌دهد که عملیات پلازما باعث حکاکی و ناهمواری بیشتری بر روی سطح PP می‌شود که زبری آن در بهبود چسبندگی بین سطح و چسب مناسب است. از طرف دیگر نمونه پلازما شده با گازهای مختلف نشان می‌دهد که گاز آرگون سطح ناهموارتری را نسبت به سطح پلازما شده با گاز اکسیژن ایجاد می‌کند. پس می‌توان استنباط کرد زبری و میزان کنده‌کاری ایجاد شده با نوع گاز ارتباط مستقیم دارد. گازهایی مثل آرگون باعث اصلاح بیشتر سطح می‌شود.

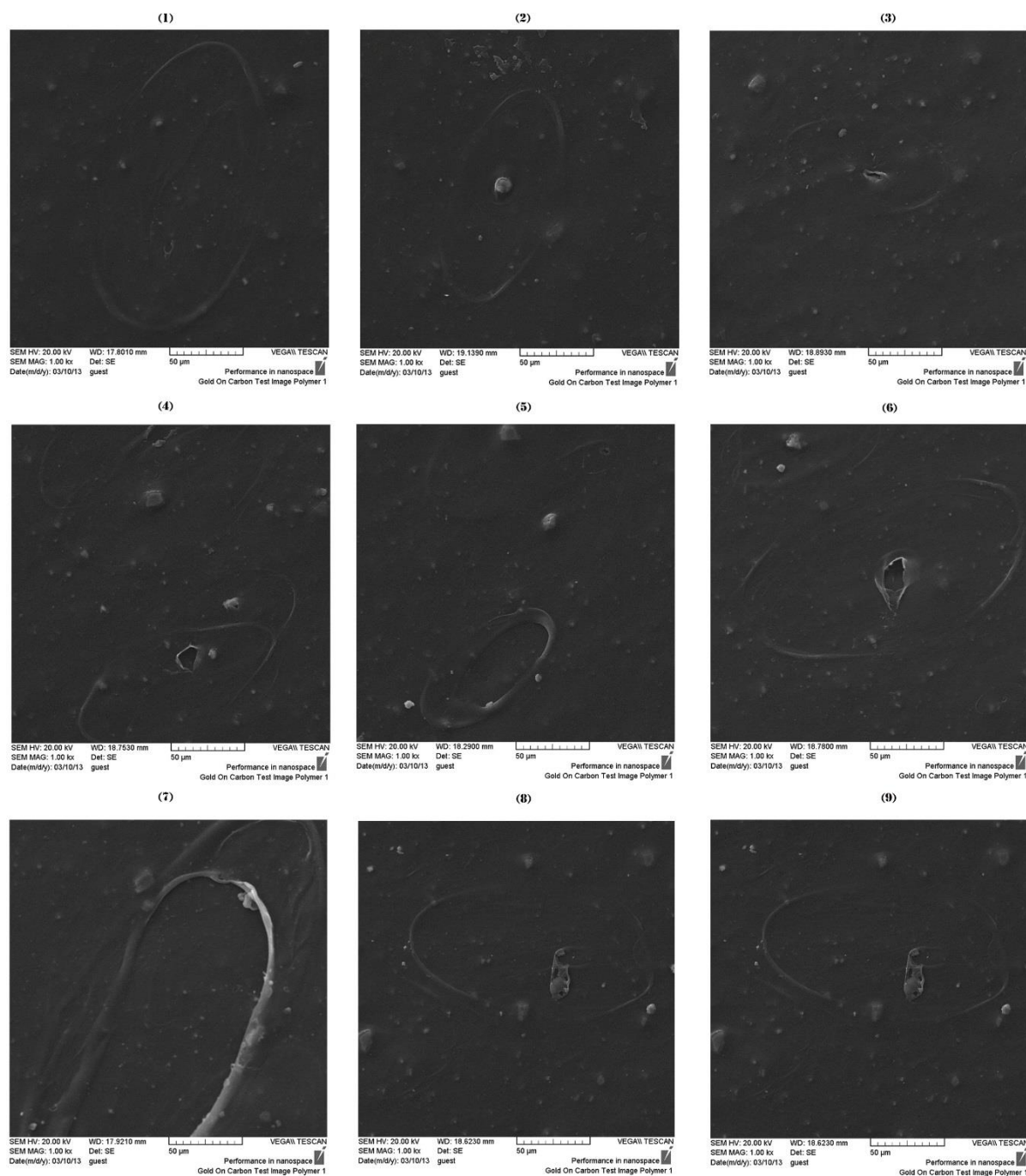
پیک‌های مشاهده شده در  $2915\text{cm}^{-1}$ ،  $2951$  به ترتیب نشان دهنده  $\text{CH}_2$  و  $\text{CH}_3$  ارتعاشی و پیک‌های  $2837\text{cm}^{-1}$ ،  $2869$  به ترتیب مربوط به پیک‌های  $\text{CH}_3$  متقارن و  $\text{CH}_3\text{O}$  می‌باشد. پیک‌های  $1178$  و  $848\text{cm}^{-1}$  مربوط به C-C کششی می‌باشد. تغییرات طیف‌ها در این پیک‌ها خیلی کم می‌باشد. بیشترین اختلاف در محدوده  $3400\text{cm}^{-1}$  تا  $3200$  برای نمونه‌های پلازما شده با اکسیژن می‌باشد. در طیف‌های گرفته شده پیک‌هایی در این محدوده ظاهر می‌گردد که برای نمونه پلازما نشده این طیف غایب است این پیک‌ها مربوط به گروه O-H می‌باشد که اثبات می‌کند گروه‌های عاملی هیدروکسیل بر روی سطح قرار گرفته است. با مقایسه طیف‌ها پلازما شده با اکسیژن و نمونه ترکیب گازها مشخص می‌شود که شدت پیک در این محدوده برای نمونه‌های ترکیبی کمتر است و این نشان‌دهنده این است که هر چه میزان بیشتری از گاز بر روی سطح اعمال شود گروه‌های هیدروکسیل قوی‌تری بر روی سطح تشکیل می‌گردد. شبیه بودن طیف‌های نمونه اکسیژن و اکسیژن-آرگون به دلیل استفاده از نسبت اکسیژن نسبت به آرگون (۳۰-۷۰) در تغذیه گاز به راکتور بوده و از طرفی چون آرگون تاثیر بیشتری بر کندگی سطح تا ایجاد گروه‌های فعال دارد بنابراین پیک آنها شباهت‌هایی باهم ایجاد می‌کند.

### ۳-۲- تجزیه و تحلیل تصاویر آزمون SEM

برای بررسی ریخت‌شناسی اصلاح سطح PP با عملیات پلازما برای نمونه‌های جدول ۲ تاگوچی، از سطح نمونه‌ها آزمون SEM گرفته شد تا تاثیرات حکاکی ایجاد شده اثبات شود تصاویر SEM گرفته شده از نمونه‌ها در شکل ۲ نشان داده شده است. همان‌طور که از شکل ۲ مشاهده می‌شود برای نمونه پلازما نشده هیچ کنده‌کاری بر روی سطح وجود ندارد و سطح تقریباً صاف می‌باشد. برای نمونه‌ای که با اکسیژن پلازما شده‌اند کنده‌کاری ضعیفی ایجاد کرده و برای نمونه‌هایی با گاز آرگون پلازما شده‌اند نشان می‌دهد کاملاً سطح را کنده و بیشترین حکاکی را بر روی سطح ایجاد می‌کند. برای نمونه‌هایی ترکیبی اکسیژن-آرگون حکاکی بین این دو ایجاد می‌کند. این اثبات می‌کند که آرگون بیشترین کنده‌کاری و افزایش زبری سطح را ایجاد می‌کند.

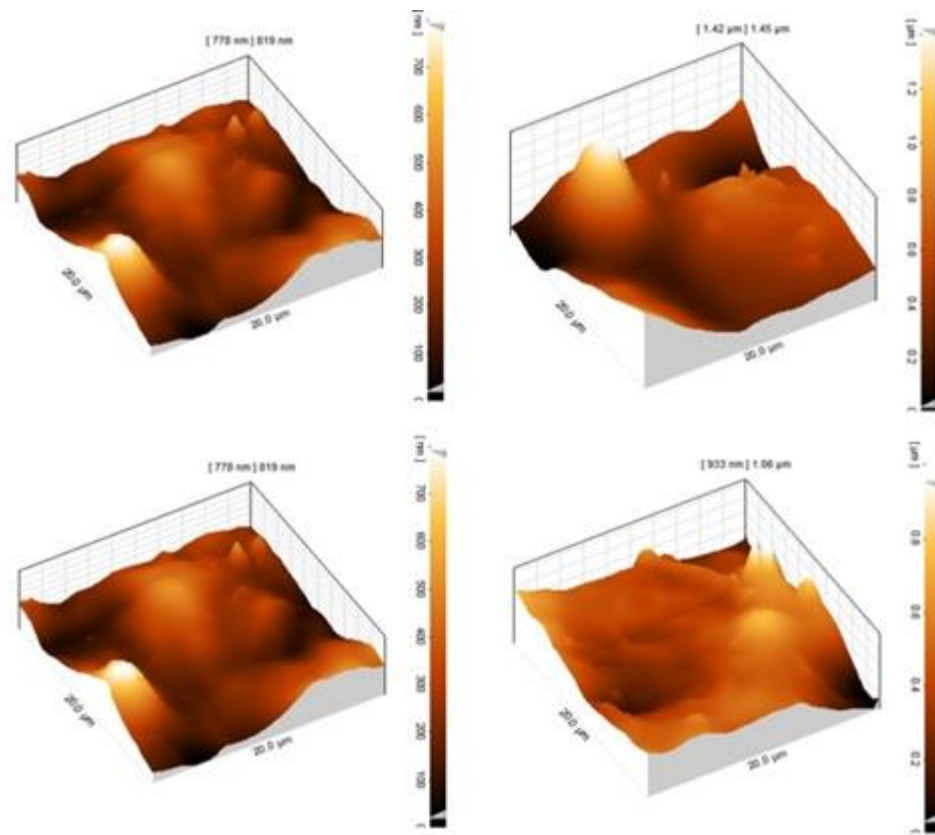
جدول ۴: نتایج بدست آمده از آزمون AFM.

مشخصه	پلازما نشده (نانومتر)	پلازما شده با اکسیژن (نانومتر)	پلازما شده با آرگون (نانومتر)	پلازما شده با آرگون-اکسیژن (نانومتر)
$S_z$	۴۲۸	۷۲۱	۱۰۰۲	۷۸۸
$S_d$	۵۳،۸	۹۴،۳	۱۶۳	۱۰۱
$S_q$	۷۱،۶	۱۲۴	۲۱۹	۱۳۱



شکل ۲: تصاویر SEM نمونه‌های پلازما شده براساس جدول ۱ و  $L$  تاگوچی

نمونه (۱) گاز آرگون، توان ۱۰۰، زمان ۱ (نمونه ۲) گاز آرگون، توان ۵۰۰، زمان ۳ (نمونه ۳) گاز آرگون، توان ۱۰۰۰، زمان ۷  
 نمونه (۴) گاز اکسیژن، توان ۱۰۰، زمان ۳ (نمونه ۵) گاز اکسیژن، توان ۵۰۰، زمان ۷ (نمونه ۶) گاز اکسیژن، توان ۱۰۰۰، زمان ۱ (نمونه ۷) گاز  
 اکسیژن-آرگون، توان ۱۰۰، زمان ۷ (نمونه ۸) گاز اکسیژن-آرگون، توان ۵۰۰، زمان ۱ (نمونه ۹) گاز اکسیژن-آرگون، توان ۱۰۰۰، زمان ۳،  
 زمان=دقیقه).



شکل ۳: مقایسه تصاویر AFM (a) پلازما نشده، (b) پلازما شده با آرگن (نمونه ۶)، (c) پلازما شده با اکسیژن (نمونه ۳) و (d) پلازما شده با اکسیژن-آرگن (نمونه ۹).

### ۳-۴- استحکام چسبندگی

جدول ۵ استحکام پوستی نمونه‌های پلازما شده را بر اساس جدول تاگچی نشان می‌دهد. می‌توان دریافت که بیشترین استحکام برای نمونه‌هایی که با آرگن پلازما شدند به دست آمد که در تطابق خوبی با نتایج به دست آمده از آزمون‌های AFM و SEM می‌باشد. دلیل آن ناهمواری بیشتر سطح می‌باشد که از طریق پلازما ایجاد شده و رزین به راحتی در ناهمواری‌های سطح قرار می‌گیرد و موجب افزایش بیشتر چسبندگی نسبت به نمونه‌هایی پلازما نشده و پلازما شده با اکسیژن و ترکیبی می‌شود بنابراین افزایش استحکام چسبندگی با زبری سطح ارتباط دارد و هرچه زبری بیشتری ایجاد شود چسبیدن چسب بر روی سطح بیشتر می‌گردد.

### ۳-۵- تجزیه و تحلیل واریانس و تعیین شرایط بهینه

بعد از انجام عملیات پلازما با استفاده از جدول آرایه متعامد و استحکام چسبندگی که قبلاً به دست آمده بود به تجزیه و تحلیل داده‌ها می‌پردازیم. تا تاثیر اصلی مشخصه‌های مختلف فرآیند بر انجام آنالیز واریانس (ANOVA) و ایجاد شرایط بهینه تعیین شود. اثرات اصلی از مشخصه‌های به دست آمده در جدول ۶ داده شده است. [۱۷]

جدول ۵: استحکام پوستی برای نمونه‌ها.

نمونه	استحکام پوستی ( $\frac{KN}{M}$ )
۱	۶۲,۹
۲	۶۵,۰۹
۳	۶۵,۸۷
۴	۶۸,۰۲
۵	۶۵,۴۵
۶	۶۸,۴
۷	۶۶,۳
۸	۶۵,۸
۹	۶۳,۹۴

جدول ۶: تاثیرات اصلی متغیرها.

مشخصه‌ها	سطح ۱	سطح ۲	سطح ۳
نوع گاز = مشخصه A	۶۳,۱۴۶	۶۵,۳۵۶	۶۳,۶۷۶
توان (وات) = مشخصه B	۶۳,۷۴	۶۴,۰۷۳	۶۴,۳۶۶
زمان (دقیقه) = مشخصه C	۶۴,۰۹۶	۶۳,۹۷۹	۶۴,۱۰۳

جدول ۷: آنالیز واریانس ANOVA.

مشخصه‌ها	f	SS	V	P%
A	۲	۷,۹۸۷	۳,۹۹۳	۹۲,۶۷۱
B	۲	۰,۵۹۱	۰,۲۹۵	۶,۷۷
C	۲	۰,۰۳	۰,۱۵	۰,۲۶
ERROR	۲	۰,۰۰۶	۰,۰۰۳	۰,۳۶۹

جدول ۸: جدول شرایط بهینه.

مشخصه‌ها	شرح بخش	بخش	مقدار تاثیر
A	مشخصه A - بخش ۲	۲	۱,۲۹۶
B	مشخصه B - بخش ۳	۳	۰,۳۰۶
C	مشخصه C - بخش ۳	۳	۰,۴۳

جدول ۹: استحکام پوستی برای نمونه‌ها با درصدهای نانوهای مختلف در شرایط بهینه.

درصد نانو ذره	استحکام پوستی ( $\frac{KN}{M}$ )
۰	۶۵,۷۱
۰,۵	۶۸,۴
۰,۷۵	۶۸,۵۳

#### ۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش خصوصیات سطحی فیلم پلی‌پروپیلن با عملیات پلاسما تغییر داده شد و گروه‌های عاملی هیدروکسیلی ایجاد شده بر روی آن توسط آزمون FTIR شناسایی شد. همچنین ریخت‌شناسی سطح آن توسط آزمون SEM مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفت و میزان حکاکی آن توسط آزمون AFM تأیید گردید. نتایج حاصله نشان داد در بین متغیرهای زمان، توان و نوع گاز، بیشترین حکاکی ناشی از تغییر نوع گاز می‌باشد که پس از اعمال چسب فشارحساس بالاترین استحکام پوستی را به دنبال داشت. همچنین پس از افزودن میزان ۰,۵ درصد از ذرات نانوسیلیکا به چسب و اعمال آن بر روی PP آمایش شده در شرایط بهینه، افزایش استحکام چسبی را به دنبال داشت. شایان ذکر است افزودن درصد ذرات نانو بیشتر از ۰,۵ درصد تغییر چندانی در افزایش استحکام چسبی ایجاد نمود.

اعداد به دست آمده از جدول ۵ برای عامل A، سطوح ۲,۱ و ۳ به ترتیب برای تاثیر هر کدام از گازها که شامل اکسیژن، آرگون و اکسیژن-آرگون و برای عامل‌های B و C، سطوح ۱, ۲ و ۳ به ترتیب برای میزان تاثیر هر یک از توان‌های ۱۰۰, ۵۰۰, ۱۰۰۰ و زمان عملیات ۱, ۳ و ۷ دقیقه می‌باشد.

تجزیه و تحلیل اثرات اصلی به منظور مطالعه روند اثرات هر یک از عوامل می‌باشد. گام بعدی در تجزیه و تحلیل داده‌ها به منظور برآورد شرایط بهینه هر یک از عوامل کنترل ANOVA است. درصد سهم نشان‌دهنده سهم تاثیر هر یک از عوامل پاسخ می‌باشد. [۱۹-۱۷] جدول آنالیز واریانس در جدول ۷ داده شده است.

در جدول ۶، SS جمع مجذور داده‌ها، f درجه آزادی، V واریانس و P درصد سهم تاثیرگذار هر یک از فاکتورها می‌باشد. جدول آنالیز واریانس نشان می‌دهد که سهم فاکتور A که نوع گاز می‌باشد بیشتر از همه و حدود ۹۲,۶ درصد می‌باشد و به ترتیب B و C که توان و زمان عملیات می‌باشند ۶,۷۷ و ۰,۲۶ بوده که این نتایج تأیید می‌کند که تاثیر نوع گاز بر کندگی سطح و متعاقب آن استحکام چسبندگی با چسب‌های آکرلیک خیلی بیشتر از زمان و توان می‌باشد.

یک مزیت بزرگ انجام روش تاگوچی تعیین حالت بهینه برای متغیرها برای تعیین حداکثر چسبندگی می‌باشد. این شرایط بهینه در جدول ۸ آورده شده است [۱۹-۱۷].

از جدول بهینه می‌توان دریافت که حالت بهینه برای استحکام چسبندگی رزین‌های آکرلیکی بر روی سطح پلی‌پروپیلن در شرایط گاز آرگن، توان ۱۰۰۰ وات و زمان ۷ دقیقه می‌باشد که می‌توان استنباط کرد که در استحکام چسبندگی بخش حکاکی در پلازما تاثیر آن چشمگیرتر است و متعاقب آن هر چقدر توان و زمان افزایش می‌یافت استحکام چسبندگی نیز افزایش پیدا می‌کرد.

#### ۳-۶- بررسی اثر نانو ذرات سیلیکا

برای نشان دادن تاثیر نانو و متعاقب آن استحکام چسبندگی برای نمونه‌ها، با استفاده از آزمون استحکام پوستی بر روی شرایط بهینه تعیین می‌شود. نتایج استحکام چسبندگی برای نمونه بهینه در جدول ۹ آورده شده است.

نتایج جدول ۷ نشان می‌دهد که با افزایش نیم درصد نانو در داخل چسب، استحکام پوستی افزایش یافته و به طوری که برای نمونه بهینه، بدون نانو استحکام پوستی برابر ۶۵,۷۱ نیوتن بوده که با اضافه کردن نیم درصد نانو استحکام پوستی آن به ۶۸,۴ رسیده که تاثیر نانو بر چسبندگی را اثبات می‌کند. همچنین دیده می‌شود که افزودن بیش از ۰,۵ درصد نانو، تاثیر چندانی بر روی استحکام پوستی نداشته است که نشان دهنده حالت بهینه برای نیم درصد نانو می‌باشد.



## ۵- مراجع

1. L. Carrino, G. Moroni, W. Polini, Cold plasma treatment of polypropylene surface :a study on wettability and adhesion. *J. Mater. Process. Technol.* 121 (2002), 373-382.
2. V. Sciarratta, U. Vohrer, D. Hegemann, M. Muller, C. Oehr, Plasma functionalization of polypropylene with acrylic acid. *Surf. Coat. Technol.* 174-175 (2003), 805-810.
3. K. Navaneetha Pandiyaraja, V. Selvarajan, R. R. Deshmukh, Changyou Gao , Adhesive properties of polypropylene (PP) and polyethylene terephthalate (PET) film surfaces treated by DC glow discharge plasma. *Vacuum.* 83(2009), 332-339.
4. B. Akhavan, K. Jarvis, P. Majewsk, Plasma polymerization of sulfur-rich and water-stable coatings on silica particles. *Surf. Coat. Technol.* 264(2015), 72-79.
5. V. M. Giacon, G. Padilhab, J. R. Bartolic, Fabrication and characterization of polymeric optical by plasma fluorination process. *Opt. Int. J. Light Electron Opt.* 126(2015), 74-76.
6. M. R. Sanchis, V. Blanes, M. Blanes, D. Garcia, R. Balart, Surface modification of low density polyethylene (LDPE) film by low pressure  $O_2$  plasma treatment. *Eur. Polym. J.* 42 (2006), 1558-1568.
7. Yang Liu, Yan Tao, Xinying Lv, Yanhua Zhang, Mingwei Di, Study on the surface properties of wood/polyethylene composites treated under plasma. *Appl. Surf. Sci.* 257(2010), 1112-1118.
8. C. Borcia, I. L. Punga, G. Borcia ,Surface properties and hydrophobic recovery of polymers treated by atmospheric-pressure plasma. *Appl. Surf. Sci.* 317(2014), 103-110.
9. K. Navaneetha Pandiyaraj, V. Selvarajan , R. R. Deshmukh, Changyou Gao, Modification of surface properties of polypropylene (PP) film using DC glow discharge air plasma. *Appl. Surf. Sci.* 255(2009), 3965-3971.
10. C. Miihlhan, H. Nowack, Plasma pretreatment of polypropylene for improved adhesive bonding. *Surf. Coat. Technol.* 98(1998), 1107-1111.
11. C. Muhlhhan, St. Weidner, J. Friedrich, H. Nowack, Improvement of bonding properties of polypropylene by low pressure plasma treatment. *Surf. Coat. Technol.* 116-119 (1999), 783-787.
12. L. Carrino, G. Moroni, W. Polini, Cold plasma treatment of polypropylene surface: a study on wettability and adhesion. *J. Mater. Process. Technol.* 121 (2002), 373-382.
13. N. Encinas, J. Abenojar, M. A. Marti'nez, Development of improved polypropylene adhesive bonding by abrasion and atmospheric plasma surface modifications. *Int. J. Adhes. Adhes.* 33(2012), 1-6.
14. N. Shahidzadeh-Ahmadi, M. M. Chehimi, F. Arefi-Khonsari, A physicochemical study of oxygen plasma-modified Polypropylene. *Colloids Surf. A.* 105(1995), 277-289.
15. R. Mahlberg!, H. E. M. Niemi, F. Denes, R. M. Rowell, Effect of oxygen and hexamethyldisiloxane plasma on morphology, wettability and adhesion properties of polypropylene and lignocellulosics. *Int. J. Adhes. Adhes.* 18 (1998), 283-297.
16. V. Selvarajan, R. R. Deshmukh, Changyou Gao, Modification of surface properties of polypropylene (PP) film using DC glow discharge air plasma. *Appl. Surf. Sci.* 255 (2009), 3965-3971.
17. M. Hafezi, S. Nouri Khorasani, F. Ziaei, Application of Taguchi method in determining optimum level of curing system of NBR/PVC blend. *J. Appl. Polym. Sci.* 102(2006), 5358-5362.
18. N. Amini, M. Kalae, S. Mazinani, S. Pilevar, S. O. Ranaei-Siadat, Morphological optimization of electrospun polyacrylamide/MWCNTs nanocomposite nanofibers using Taguchi's experimental design. *Int. J. Adv. Manuf. Tech.* 69(2013), 139-146.
19. H. Taghavian, S. O. Ranaei-Siadat, M. R. Kalae, S. Mazinani, S.-E. Ranaei-Siadat, J. Harati, Optimizing the activity of immobilized phytase on starch blended polyacrylamide nanofibers-nanomembranes by response surface methodology. *Fiber Polym.* 16(2015), 1048-1056.