

تهیه و شناسایی نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت

مرتضی سلطان دهقان*، ناصر شریفی سنجانی

تهران، دانشگاه تهران، پردیس علوم پایه، گروه شیمی، صندوق پستی ۶۴۵۵-۱۴۱۵۵

دریافت: ۹۰/۳/۲۴، پذیرش: ۹۱/۳/۲۷

چکیده

رزین‌های فنولی با خاصیت فداشوندگی بسیار عالی، پایداری گرمایی و ساختاری زیاد از جمله مواد منحصر به فرد در کاربردهای با فناوری پیشرفته از قبیل عایق‌های گرمایی، مواد قالب‌گیری، پوشش‌ها و مواد کامپوزیتی هستند. نانوکامپوزیت‌های پلیمری سیلیکات لایه‌ای بر پایه مونت موریلونیت مورد توجه زیادی قرار گرفته است، زیرا وجود مونت موریلونیت باعث بهبود خواص مکانیکی، گرمایی، نفوذپذیری و شفافیت کامپوزیت، بدون افزایش قابل توجهی در چگالی می‌شوند. در این پژوهش، نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت (Cloisite 15A) از روش ترکیبی پلیمرشدن درجا و روش در محلول تهیه شده است. برای به دست آوردن شرایط بهینه تهیه نانوکامپوزیت، پارامترهایی از قبیل فرایند ساخت نانوکامپوزیت (هم‌زن مکانیکی، پراکنده‌ساز با سرعت زیاد و سامانه فراصوت‌دهی)، مدت زمان اختلاط (۰/۵، ۱، ۳، ۱۰، ۲۴، ۴۸، ۷۲ و ۹۶ h) و درصد‌های مختلف مونت موریلونیت (۵ و ۱۰ درصد وزنی مونت موریلونیت نسبت به رزول) بررسی شده است. تشکیل نانوکامپوزیت با آزمون پراش پرتو X (XRD) تأیید شد. بررسی پایداری گرمایی نانوکامپوزیت با گرماوزن‌سنجی (TGA) حاکی از آن است که شرایط بهینه تهیه نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت، اختلاط ۵ درصد وزنی خاکرس با رزین فنولی، به روش فراصوت‌دهی در مدت ۳۰ min است. پایداری گرمایی نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت نسبت به رزین فنولی ۲۷ درصد افزایش نشان می‌دهد.

واژه‌های کلیدی

نانوکامپوزیت
رزین فنولی - مونت موریلونیت،
فراصوت‌دهی،
پراکنده‌ساز،
هم‌زن مکانیکی،
پراش پرتو X

* مسئول مکاتبات، پیام‌نگار:

msd1356@yahoo.com

مقدمه

رزین های فنولی با خاصیت فداشوندگی بسیار عالی، پایداری گرمایی زیاد و مقاومت در برابر مواد شیمیایی، یکی از مواد منحصر به فرد قابل استفاده در کاربردهای با فناوری پیشرفته و شرایط سخت هستند. استفاده از این رزین ها روز به روز در حال گسترش است. رزین های فنولی در زمینه عایق های گرمایی، قالب گیری، ریخته گری، پوشش ها و ساخت کامپوزیت ها به طور گسترده به کار برده می شوند. این رزین ها به عنوان رزین های گرماسخت که مقاومت و پایداری شیمیایی و گرمایی خوبی نشان می دهند، ماتریس مناسبی برای استفاده از خاک رس هستند. زیرا، با وارد کردن نانوخاک رس در ماتریس رزین فنولی، پایداری گرمایی و خواص مکانیکی بهبود می یابد و در کاربردهای حساس و بحرانی مانند پوشش لوله ها در صنعت نفت و کامپوزیت هایی با کاربردهای ساختاری استفاده می شوند [۱،۲].

در چند دهه گذشته برای بهبود خواص مکانیکی و گرمایی کامپوزیت ها، از پرکننده های متداول از قبیل پرکننده های معدنی، فلزات یا الیاف استفاده شده است. در سال های اخیر، توجه خاصی به نانوکامپوزیت هایی معطوف شده است که حاوی پرکننده های در اندازه نانو هستند. این پرکننده ها با مقدار درصد کمتر از پرکننده های میکرو، بهبود چشمگیری در خواص کامپوزیت ها ایجاد می کنند [۳]. نانوکامپوزیت های پلیمری سیلیکات لایه ای بر پایه مونت موریلونیت مورد توجه زیادی قرار گرفته اند، زیرا وجود مونت موریلونیت باعث بهبود خواص مکانیکی، گرمایی، نفوذپذیری و شفافیت کامپوزیت، بدون افزایش قابل توجه در چگالی می شوند. در سال های اخیر نیز نانوکامپوزیت پلیمرهای گرماسخت - خاک رس بیشتر مورد توجه قرار گرفته اند [۴]. مطالعه روی نانوکامپوزیت رزین های فنولی شامل رزول و نووالاک بوده است. در نانوکامپوزیت رزول - خاک رس، حالت ساختار بین لایه ای یا ورقه ای به سختی تشکیل می شود، زیرا رزین های فنولی، به ویژه نوع رزول، حتی پیش از پخت به دلیل آنکه از چند حلقه فنولی متصل به هم تشکیل شده اند، ساختار سه بعدی گسترده، حجیم و شبیه حالت شبکه ای دارند. بنابراین، رزین به سختی وارد فضای بین لایه ای خاک رس می شود و دستیابی به ساختار بین لایه ای یا ورقه ای مشکل است [۳،۵].

Lee و Giannelis [۶] از جمله اولین کسانی بودند که توانستند نانوکامپوزیت نووالاک - خاک رس را به روش مذاب تهیه کنند. Choi و همکاران [۷،۸] نیز نانوکامپوزیت نووالاک - خاک رس را به روش مذاب تهیه و خواص مکانیکی و پایداری گرمایی آنها را بررسی کردند. Wang و همکاران [۹] نانوکامپوزیت فنولی - سیلیکات لایه ای را به روش پلیمر شدن تراکمی تهیه کردند. در تهیه نانوکامپوزیت رزول - سیلیکات لایه ای از راه پلیمر شدن درجا مطالب زیادی چاپ

نشده است [۱۰،۱۱]. به طور مثال، Wu و همکاران نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت را به روش پلیمر شدن تراکمی تعلیقی تهیه و شکل شناسی آن را بررسی کرده اند [۱۱].

Jiang و همکاران نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت را تهیه و پایداری گرمایی آن را بررسی کرده اند. در این پژوهش، چند سیلیکات لایه ای اصلاح شده به کار رفته که در همه موارد پایداری گرمایی بهبود یافته است، به طوری که دمای تخریب رزین فنولی بررسی شده، 53°C افزایش یافته است [۱۲].

برای ساخت نانوکامپوزیت سیلیکات لایه ای بر حسب نوع حالت فیزیکی پلیمر، یکی از روش های بین لایه ای شدن در محلول، بین لایه ای شدن در حالت مذاب و پلیمر شدن درجا به کار می رود [۱۳].

روش پلیمر شدن درجا، روشی مناسب برای تهیه نانوکامپوزیت های رزین گرماسخت - خاک رس است. این روش مشابه روش در محلول است. اما با این تفاوت که مونومر در روش پلیمر شدن درجا، جایگزین حلال در روش محلول شده است. در این روش خاک رس آلی در مونومر متورم شده و سپس عامل پخت رزین به سامانه اضافه می شود. خاک رس، به علت داشتن انرژی سطح زیاد، مولکول های مونومر را جذب می کند. واکنش پلیمر شدن در بین لایه های خاک رس انجام می شود [۱۴]. در پژوهش حاضر، ترکیبی از روش های پلیمر شدن درجا و روش در محلول استفاده شده است.

برای تعیین مشخصات نانوکامپوزیت های سیلیکات لایه ای از فنون مدرن و پیشرفته استفاده می شود. متداول ترین روش برای تعیین درجه پراکنش ذرات نانوخاک رس در ماتریس پلیمر، روش پراش پرتو X است. در این روش فاصله بین لایه های خاک رس که در ماتریس پلیمر وارد شده اند، اندازه گیری می شود. سپس، به کمک معادله مربوط (قانون براگ) زاویه پیک مربوط به خاک رس نیز محاسبه و شناسایی می شود. پراش پرتو X روشی غیرمخرب بوده و نمونه سازی مواد برای شناسایی در این روش آسان است و نیاز به روش های پیچیده ندارد [۱۵]. تغییر در اندازه فاصله بین لایه های خاک رس که با روش پراش پرتو X اندازه گیری می شود، نوع نانوکامپوزیت را می تواند مشخص کند و چهار حالت زیر را می توان تصور شد:

- اگر فاصله بین لایه ای خاک رس پراکنده شده در ماتریس پلیمر، تغییری نکند، نشان دهنده این است که نانوکامپوزیت تشکیل نشده و خاک رس مانند پرکننده میکرو عمل کرده است.

- اگر فاصله بین لایه ای خاک رس پراکنده شده در ماتریس پلیمر، کاهش یابد، بدین معنی است که فرایند تجزیه اتفاق افتاده است. در این حالت طبق معادله براگ، پیک مربوط به خاک رس به سمت زاویه

جدول ۱- فرمول بندی نمونه های نانوکامپوزیت رزول- مونت موریلونیت.

مقدار رس (g)	مقدار خاک رس (%wt)
۹۵	۵
۹۰	۱۰

در زمینه پلیمر به طور هم زمان استفاده شده است. بدین منظور باید خاک رس اصلاح شده مناسب و سازگار با زمینه پلیمری انتخاب شده، سپس در فرایند ساخت نانوکامپوزیت از آن استفاده شود. برای ساخت نانوکامپوزیت رزول - خاک رس سه روش اختلاط شامل هم زدن مکانیکی، پراکنش با سرعت بسیار زیاد و فراصوت دهی به کار گرفته شده است.

مراحل تهیه نانوکامپوزیت

مراحل تهیه نانوکامپوزیت رزول - خاک رس مونت موریلونیت با استفاده از هم زدن مکانیکی، پراکنش با سرعت بسیار زیاد و فراصوت دهی به شرح زیر است:

۱- تهیه محلول یکنواخت خاک رس اصلاح شده در اتیل الکل (نسبت ۱ به ۵)،

۲- تهیه محلول یکنواخت رزین فنولی در اتیل الکل (نسبت ۵ به ۱)،

۳- اختلاط دو محلول به دست آمده از مراحل (۱) و (۲) و

۴- پخت محلول به دست آمده از مرحله ۳ در گرم خانه در دمای 170°C برای آزمون پراش پرتو X. شایان ذکر است، شرایط چرخه پخت رزین فنولی (ذکر شده در بند ۴) در جدول ۲ آمده است.

مدت زمان اختلاط

مدت زمان اختلاط در مراحل ۱ و ۳ مربوط به هریک از فرایندهای تهیه نانوکامپوزیت رزول - خاک رس مونت موریلونیت در جدول ۳ آمده است.

شناسایی ساختار نمونه های نانوکامپوزیت رزول - خاک رس

برای مطالعه ساختار بلورهای لایه ای و همچنین ارزیابی تغییر اندازه و ساختار آنها از آزمون پراش پرتو X با استفاده از پراش سنج در محدوده زاویه ۰ تا 90° و با زمان اقامت $1^{\circ}/\text{min}$ استفاده شده است.

جدول ۲- چرخه پخت رزین فنولی.

زمان (h)	۲۴	۲۴	۱۲	۲	۱۲	۵	۱	۱
دما ($^{\circ}\text{C}$)	۸۰	۹۰	۱۱۰	۱۲۰	۱۳۰	۱۴۰	۱۵۰	۱۷۰

بیشتر جابه جا می شود.

- اگر فاصله بین لایه ای خاک رس پراکنده شده در ماتریس پلیمر افزایش یابد، نانوکامپوزیت ساختار بین لایه ای پیدا کرده است. در این حالت طبق معادله براگ، پیک مربوط به خاک رس به سمت زاویه کمتر جابه جا می شود.

- اگر فاصله بین لایه ای خاک رس پراکنده شده در ماتریس پلیمر، بسیار زیاد شده باشد، طوری که پیک بسیار پهنی حاصل شود، آنگاه نانوکامپوزیت ساختار ورقه ای پیدا می کند که این ساختار بهترین حالت تشکیل نانوکامپوزیت سیلیکات های لایه ای است و در این حالت پیکی مشاهده نمی شود [۱۶، ۱۷].

تجربی

مواد

برای تهیه نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت، از رزین فنولی تجاری نوع IL-800 ساخت شرکت ایرانی رزیتان، نانوکامپوزیت مونت موریلونیت نوع Cloisite 15A ساخت شرکت Southern آمریکا و اتیل الکل خالص ساخت شرکت Merck استفاده شده است.

دستگاه ها

در ساخت نمونه های نانوکامپوزیتی، هم زن مکانیکی ساخت ایران، 1500 rpm و توان 350 V پراکنده ساز ساخت آلمان، مدل ULTRA-TURRAX/T25 رقمی، 24000 rpm - 34000 rpm ، توان 500 V و دستگاه فراصوت کاونده ای با امواج مکانیکی فراصوت LABSONIC® P 22kHz, 400W ساخت آلمان به کار گرفته شد.

برای انجام آزمون پراش پرتو X (XRD) از پراش سنج Mini flex مدل STA625 ساخت سوئد و برای آزمون گرماوزن سنجی (TGA) از گرماوزن سنج مدل Q50V6.3 ساخت آلمان استفاده شد.

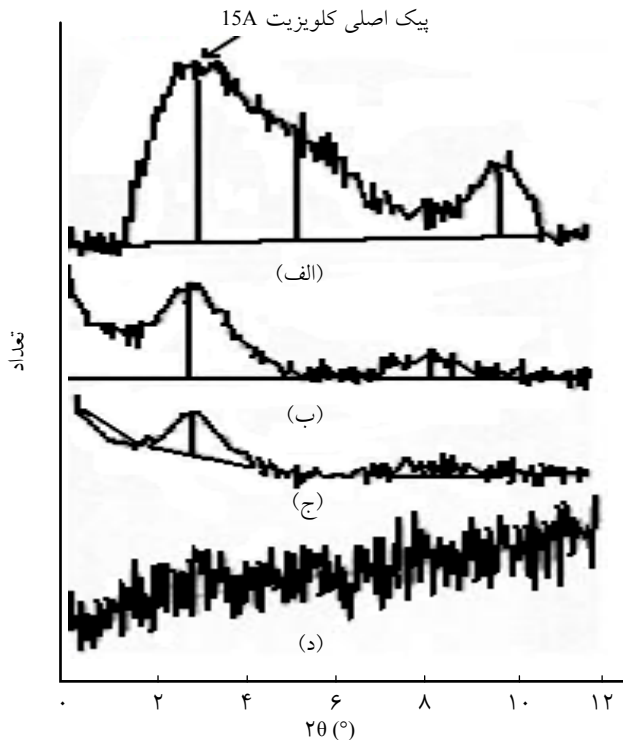
روش ها

فرمول بندی نمونه های نانوکامپوزیت

فرمول بندی نمونه های نانوکامپوزیت رزول - خاک رس ۵ و ۱۰ درصد مطابق جدول ۱ تهیه شده است.

فرایند ساخت نانوکامپوزیت

برای تهیه نانوکامپوزیت های رزول - خاک رس از روش های در محلول، پلیمر شدن درجا و پراکنش یکنواخت لایه های خاک رس



شکل ۱- طیف XRD: (الف) کلویزیت 15A و نانوکامپوزیت رزول - مونت موریلونیت با ۵ درصد وزنی نانوحاک رس تهیه شده به روش هم زدن مکانیکی در زمان های اختلاط متفاوت (ب) ۲۴ h، (ج) ۴۸ h و (د) ۷۲ h.

خاک رس نسبت به شکل ۱- ب کاهش یافته، اما هنوز هم محو نشده است. این موضوع نشان می دهد، زمان اختلاط برای تشکیل نانوکامپوزیت با ساختار ورقه ای کافی نیست و اختلاط باید ادامه یابد. با ادامه اختلاط به مدت ۷۲ h و بررسی الگوی پراش پرتو X مربوط در شکل ۱- د، مشاهده می شود که پیک اصلی کاملاً محو شده و بهترین حالت تشکیل نانوکامپوزیت به دست آمده است.

شکل های ۲- ب تا ه، الگوی پراش پرتو X مربوط به نمونه های نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت است که به روش پراکنش با سرعت زیاد و به ترتیب در زمان های ۱، ۳، ۶ و ۱۰ h تهیه شده اند. در این شکل ها نیز با افزایش مدت زمان اختلاط، پیک اصلی خاک رس کاملاً محو می شود.

شکل ۳، الگوی پراش پرتو X مربوط به نمونه نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت است که به روش فراصوت دهی و در مدت ۳۰ min تهیه شده است. در این شکل پیک اصلی خاک رس کاملاً محو شده و نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت با ساختار ورقه ای که بهترین حالت تشکیل نانوکامپوزیت است، حاصل شده است. در جدول ۴ داده های الگوی پراش پرتو X مربوط به شکل های مورد نظر ارائه شده است.

جدول ۳- مدت زمان اختلاط برای تهیه نانوکامپوزیت رزول - خاک رس مونت موریلونیت.

فرایند ساخت	مقدار نانو خاک رس (%)	مدت زمان مرحله ۱ (h)	مدت زمان مرحله ۳ (h)
هم زدن مکانیکی	۵	۲۴	۲۴
		۷۲	۷۲
		۹۶	۹۶
پراکنش با سرعت بسیار زیاد	۵	۱	۱
		۳	۳
		۶	۶
		۱۰	۱۰
فراصوت دهی	۵	۰/۵	۰/۵

گرمایز سنجی

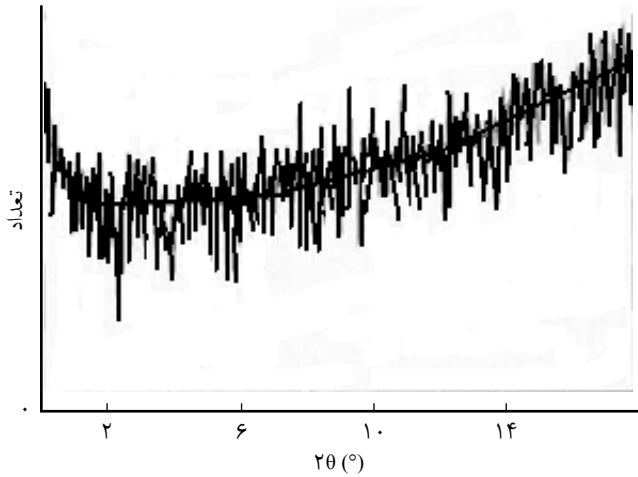
در آزمون گرمایز سنجی برای بررسی رفتار تخریب گرمایی مقدار تغییر جرم نمونه به شکل تابعی از دما اندازه گیری می شود. این آزمون با استفاده از گرمایز سنج در محیط نیتروژن با سرعت گرمادهی $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ انجام شده است.

نتایج و بحث

ارزیابی ساختار بلوری نانوکامپوزیت رزول - خاک رس

پیک اصلی مربوط به خاک رس کلویزیت 15A در زاویه 2θ برابر $3/09^{\circ}$ (در طول موج برابر $1/054 \text{ \AA}$) ظاهر می شود (شکل ۱- الف). کاهش ارتفاع این پیک و در نهایت محو شدن آن نشان دهنده تشکیل نانوکامپوزیت است. اگر این پیک کاملاً محو شود، می توان ادعا کرد که نانوکامپوزیت با ساختار بین لایه ای تشکیل شده که بهترین وضعیت تشکیل نانوکامپوزیت است و بهینه بودن شرایط اختلاط را نشان می دهد.

شکل های ۱- ب تا د، الگوی پراش پرتو X مربوط به نمونه های نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت است که به روش هم زدن مکانیکی به ترتیب، در زمان های ۲۴، ۴۸ و ۷۲ h تهیه شده اند. همان طور که در شکل های ۱- ب و ج مشاهده می شود، پیک اصلی خاک رس کاملاً محو نشده است. در شکل ۱- ج ارتفاع پیک اصلی



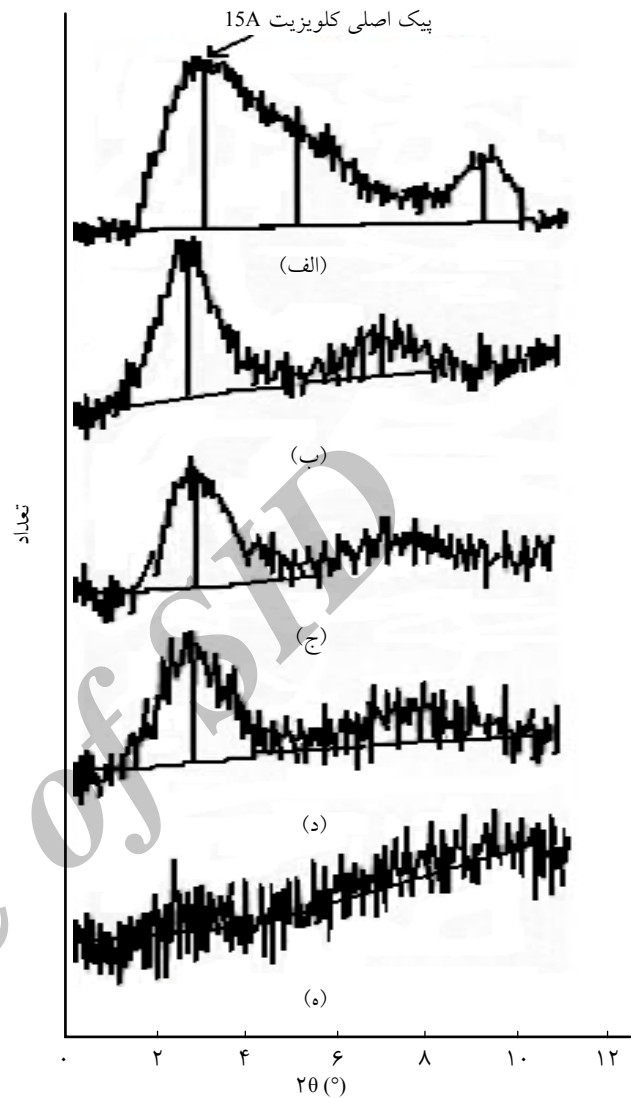
شکل ۳- طیف XRD مربوط به نانوکامپوزیت رزول- مونت موریلونیت با ۵ درصد وزنی خاک رس تهیه شده به روش فراصوت دهی.

غلظت خاک رس، امکان تشکیل توده خاک رس زیادتر می شود. در این حالت جدا شدن لایه های خاک رس به دشواری انجام می شود یا حتی ممکن است، این لایه ها از هم جدا نشوند (حالت اختلاط نشده) و در نهایت درصد تشکیل نانوکامپوزیت نیز کم شده و امکان تشکیل میکروکامپوزیت نیز زیاد می شود. برای رفع این مشکل تصمیم گرفته شد تا زمان اختلاط زیاد شود.

سپس، نمونه ای با زمان اختلاط ۹۶ h (۴ روز) تهیه شد. الگوی پراش پرتو X این نمونه در شکل ۴ - ج نشان داده شده است. در شکل ۴ - ج پیک اصلی خاک رس حذف نشده است و با شکل ۴

جدول ۴- نتایج پراش پرتو X مربوط به شکل های ا تا ۴.

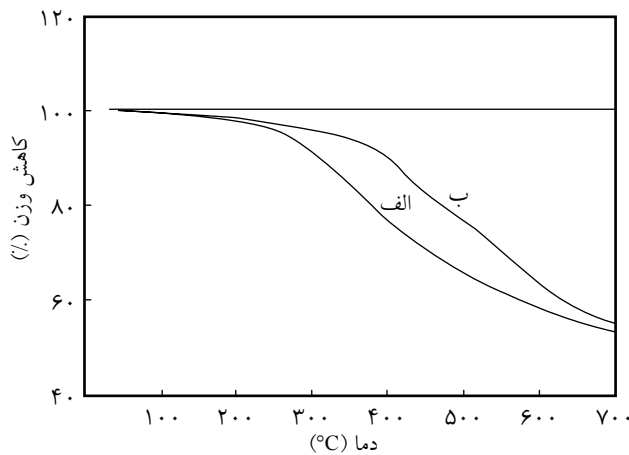
فاصله Basal (Å)	ارتفاع پیک (cts)	زاویه ۲θ مربوط به کلویزیت 15A	شماره شکل
۲۸/۵۷۴۶۷	۲۴۱/۱۶	۳/۰۸۹۵	الف-۱
۳۱/۸۳۹۲۱	۱۶۴/۸۹	۲/۷۷۲۶	ب-۱
۳۱/۴۷۴۹۶	۸۳/۶۵	۲/۸۰۴۷	ج-۱
۲۹/۷۴۹۳۶	۴/۴۹	۲/۹۶۷۴	د-۱
۳۲/۴۴۹۹۰	۸۴/۴۲	۲/۷۲۰۴	ب-۲
۳۱/۴۱۲۴۷	۶۶/۶۷	۲/۸۱۰۳	ج-۲
۳۱/۸۳۴۶۳	۴۷/۶۹	۲/۷۸۱۷	د-۲
۳۰/۶۲۳۵۴	۲/۳	۲/۸۰۲۸	ه-۲
۳۰/۶۳۱۲۰	۲/۷	۲/۷۹۵۶	۳
۳۲/۲۸۸۸	۱۶۶/۶۷	۲/۷۳۴۰	ب-۴
۳۲/۴۹۸۲۰	۱۶۶/۲۴	۲/۷۱۶۴	ج-۴



شکل ۲- طیف XRD: (الف) کلویزیت 15A و نانوکامپوزیت رزول- مونت موریلونیت با ۵ درصد وزنی خاک رس تهیه شده به روش پراکنش در زمان های اختلاط متفاوت (ب) ۱ h، (ج) ۳ h، (د) ۶ h و (ه) ۱۰ h.

درصد بهینه نانوذرات مونت موریلونیت برای تهیه نانوکامپوزیت

الگوی پراش پرتو X مربوط به نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت ۱۰ درصد که به روش هم زدن مکانیکی در زمان های ۷۲ و ۹۶ h تهیه شده اند، به ترتیب در شکل های ۴ - ب و ج مشاهده می شود. شرایط اختلاط برای نمونه ای که الگوی پراش پرتو X آن در شکل ۴ - ب نشان داده شده، شرایط بهینه انجام اختلاط برای ساخت نانوکامپوزیت ۵ درصد است (شرایط ذکر شده برای شکل ۱ - د). همان طور که مشاهده می شود، پیک اصلی خاک رس کلویزیت 15A در شکل ۴ - ب، محو نشده است. بدین معنی که وقتی مقدار خاک رس از ۵ به ۱۰ درصد وزنی افزایش می یابد، به علت زیاد شدن

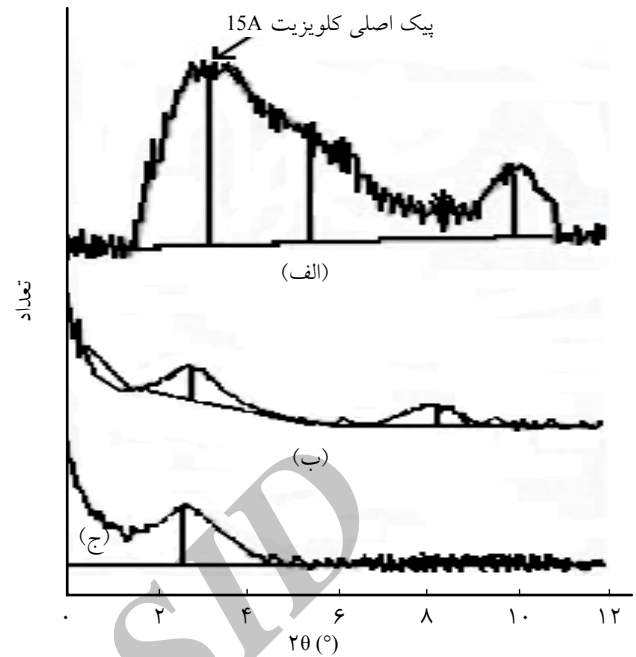


شکل ۵- نمودار TGA: (الف) رزین فنولی پخت شده و (ب) نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت پخت شده در محیط نیتروژن و در سرعت گرمادهی $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

نانوکامپوزیت از دمای 380°C آغاز می شود (شکل ۵- ب). با مقایسه منحنی های الف و ب در شکل ۵ می توان گفت، تخریب گرمایی نانوکامپوزیت در دماهای بالاتری در مقایسه با رزین خالص انجام شده و دمای تخریب نانوکامپوزیت به مقدار 80°C نسبت به رزین افزایش نشان داده است.

نتیجه گیری

برای تهیه نانوکامپوزیت رزول - مونت موریلونیت، درصد بهینه نانوخاک رس به مقدار ۵ درصد وزنی نسبت به رزین فنولی و همچنین مدت زمان بهینه اختلاط با روش های هم زدن مکانیکی، پراکنش و فراصوت دهی به ترتیب، ۷۲ h و ۱۰ h و ۳۰ min است. با به کارگیری روش فراصوت دهی به جای هم زدن مکانیکی یا پراکنش، زمان اختلاط کم می شود، به طوری که این زمان از ۷۲ h به ۳۰ min کاهش می یابد. در آزمون گرماوزن سنجی نشان داده شده است که دمای تخریب نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت به مقدار 80°C نسبت به رزین فنولی افزایش یافته و به عبارت بهتر نانوکامپوزیت نسبت به رزین، پایداری گرمایی بهتری نشان داده است. با توجه به نتایج به دست آمده، نانوکامپوزیت رزول - مونت موریلونیت تهیه شده رزینی مناسب برای ساخت عایق های گرمایی در سامانه های پرنده های هوایی، برای محافظت پیشران پرتابه ها در مقابل گازهای مشتعل خروجی است.



شکل ۴- طیف XRD (الف) کلوزیت 15A و نانوکامپوزیت رزول - مونت موریلونیت با ۱۰ درصد وزنی خاک رس تهیه شده به روش هم زدن مکانیکی در زمان های اختلاط متفاوت (ب) ۷۲ h و (ج) ۹۶ h. - ب تفاوت زیادی ندارد. در نتیجه با افزایش زمان نیز نانوکامپوزیت تشکیل نمی شود. از این رو می توان گفت، ۵ درصد وزنی مقدار بهینه نانوذرات مونت موریلونیت برای تهیه نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت است.

مدت زمان بهینه انجام اختلاط

برای تهیه نانوکامپوزیت های رزول - مونت موریلونیت، به روش هم زمان در محلول، پلیمر شدن درجا و پراکنش یکنواخت لایه های خاک رس در زمینه پلیمری، از سه روش هم زدن مکانیکی، پراکنش و فراصوت دهی استفاده شده است. با بررسی الگوی پراش پرتو X مزبور در شکل های ۱-د، ۲-ه و ۳-و، مدت زمان بهینه اختلاط سه روش به ترتیب ۷۲ h و ۱۰ h و ۳۰ min است. حذف پیک اصلی مربوط به مونت موریلونیت (نمونه مرجع) نشان دهنده تشکیل نانوکامپوزیت است.

تخریب گرمایی رزین فنولی

در شکل ۵، منحنی گرماوزن سنجی رزین فنولی پخت شده و نانوکامپوزیت رزین فنولی - مونت موریلونیت پخت شده در محیط نیتروژن با سرعت گرمادهی $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ نشان داده شده است. شکل ۵-الف نشان می دهد، تخریب گرمایی رزین فنولی در محیط نیتروژن از دمای حدود 300°C شروع می شود، در حالی تخریب گرمایی

مراجع

- Maurizio N., Kenny J., and Luigi T., Phenolic Matrix Nanocomposites: Synthesis and Characterization, *Compos. Sci. Technol.*, **70**, 571-577, 2010.
- Knop A. and Scheib W., *Chemistry and Application of Phenolic Resins*, Springer-Verlag, Berlin, 1979.
- Lopez M., Blanco M., and Ramos J.A., Synthesis and Characterization of Resol-Layered Silicate Nanocomposites, *J. Appl. Polym. Sci.*, **106**, 2800-2807, 2007.
- Naderi G., Beheshty M.H., and Baba Mohammadi M., Effect of Composition and Type of Phenolic Resin on Mechanical Properties and Morphology of Phenolic Nanocomposites, *Iran. J. Polym. Sci. Technol. (In Persian)*, **22**, 421-428, 2010.
- Liliana B., Debora P., and Annalisa T., Influence of Clay Modification on the Properties of Resol Nanocomposites, *Macromol. Mater. Eng.*, **293**, 878-886, 2008.
- Lee J.D. and Giannelis E.P., Production of Novolac type phenolic Resin/Layered Silicate Nanocomposites., *Polym. Mater. Sci. Eng.*, **77**, 605-614, 1997.
- Choi M.H., Chaung J., and Lee D.J., Morphology and Curing Behaviors of Phenolic Resin-Layered Silicate Nanocomposites Prepared by Melt Intercalation, *Chem. Mater.*, **12**, 2977-2990, 2000.
- Choi M.H. and Chaung J., Mechanical and Thermal Properties of Phenolic Resin-layered Silicate Nanocomposites Synthesized by Melt Intercalation, *J. Appl. Polym. Sci.*, **90**, 2316-2325, 2003.
- Wang H., Zhao T., and Zhi L., Synthesis of Novolac/Layered Silicate Nanocomposites by Reaction Exfoliation Using Acid-Modified Montmorillonite, *Macromol. Rapid Commun.*, **23**, 44-52, 2002.
- Wang H., Zhao T., and Yan Y., Synthesis of Resol-Layered Silicate Nanocomposites by Reaction Exfoliation with Acid-modified Montmorillonite, *J. Appl. Polym. Sci.*, **92**, 791-803, 2004.
- Wu Z., Zhou C., and Qi R., The Preparation of Phenolic Resin/Montmorillonite Nanocomposites by Suspension Condensation Polymerization and their Morphology, *Polym. Compos.*, **23**, 634-645, 2002.
- Jiang W., Chen S., and Chen Y., Nanocomposites from Phenolic Resin and Various Organo-Modified Montmorillonites: Preparation and Thermal Stability, *J. Appl. Polym. Sci.*, **102**, 5336-5342, 2006.
- Yuanxin Z., Farhana P., Vijaya K., and Shaik J., Fabrication and Characterization of Montmorillonite Clay-filled SC-15, *Mater. Lett.*, **60**, 869-873, 2006.
- Leszczyńska A., Njugun J., Pielichowski K., and Banerjee J. R., Polymer/Montmorillonite Nanocomposites with Improved Thermal Properties, *Thermochimica Acta*, **454**, 1-22, 2007.
- Chiang C. and Maa C.M., Synthesis, Characterization, Thermal Properties and Flame Retardance of Novel Phenolic Resin/Silica Nanocomposites, *Polym. Degrad. Stab.*, **83**, 207-214, 2004.
- Singh A., Kojimo L., and Gilaro J., High-Temperature Polymer/Inorganic Nanocomposites, *US Pat.*, **6,057,035**, 2000.
- Marlene R., Christopher J.G., and La'szlo' G., Hyperbranched-polymer/Montmorillonite Clay Nanocomposites, *Polymer*, **45**, 949-960, 2004.

Preparation and Characterization of Phenolic Resin/ Montmorillonite Nanocomposite

Morteza Soltan-Dehghan* and Naser Sharifi-Sanjani

Faculty of Science, Department of Chemistry, Tehran University, P.O. Box: 14155-6455, Tehran, Iran

Received 14 June 2011, accepted 16 June 2012

ABSTRACT

Phenolic resins have been widely used for selective high technology applications due to their excellent ablative properties, structural integrity and thermal stability that make them appropriate for thermal insulation materials, wood products industry, coatings, moulding compounds and composite materials. Polymer layered silicate nanocomposites based on montmorillonite (MMT) have attracted a great deal of attention because of enhanced properties in mechanical, thermal, barrier and clarity properties without a significant increase in density, which is not possible with conventional fillers. Phenolic resin/montmorillonite (Cloisite 15A) nanocomposite was prepared by a combined route of solution blending and in-situ polymerization. The optimized conditions for preparation of nanocomposite were achieved by evaluation of various processing parameters (mechanical mixer, high speed disperser and high energy ultrasonic source), mixing time (0.5, 1, 3, 10, 24, 48, 72, and 96 h) and different amounts of montmorillonite (5 and 10 weight percents of montmorillonite relative to resol). X-Ray Diffractometer and thermal gravimetric analyzer were used accordingly to show the degree of nanodispersions of organomontmorillonite in polymeric matrix and the effect of nanofiller on thermal stability of nanocomposite with respect to neat resol. The results of high energy ultrasonic source show that a nanocomposite of phenolic resin with 5 wt% montmorillonite displays the best dispersion of clay layers. Thermal stability of nanocomposite was increased by 27% in comparison with neat resol.

Keywords:

phenolic resin/montmorillonite nanocomposite
ultrasonic,
disperser,
mechanical mixer,
X-ray diffraction

(*To whom correspondence should be addressed.

E-mail: msd1356@yahoo.com