قابل دسترس در نشانی: http://jips.ippi.ac.ir

مجله علوم و تکنولوژی پلیمر، سال بیست و پنجم، شماره ۳. صفحه ۲۱۹–۲۰۳، ۱۳۹۱ ISSN: 1016-3255 Online ISSN: 2008-0883

چکیدہ

# واژههای کلیدی

نانوکامپوزیت، پلیاتیلن ترفتالات، نانوسیلیکای آبدوست، نانوسیلیکای آبگریز، خواص گرمایی

# اثر نوع نانوسیلیس بر خواص نانوکامپوزیت پلیاتیلن ترفتالات – سیلیس

مازیار پروینزاده گشتی<sup>ا\*</sup>، سیامک مرادیان<sup>۲</sup>، ابوسعید رشیدی<sup>۳</sup>، محمد اسماعیل یزدانشناس<sup>۲</sup>

۱\_ تهران، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شهرری، دانشکده فنی و مهندسی، گروه مهندسی نساجی، صندوق پستی ۱۵۵–۱۸۱۵ ۲\_ تهران، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، دانشکده مهندسی پلیمر و رنگ، صندوق پستی ۱۵۸۷–۱۵۸۷۵ ۳\_ تهران، دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات، دانشکده فنی و مهندسی ،گروه مهندسی نساجی، صندوق پستی ۷۷۵–۱٤۵۱ ٤\_ یزد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد یزد، دانشکده مهندسی نساجی، صندوق پستی ۱۱۵

دریافت: ۹۰/۱۱/۲۳، پذیرش: ۹۱/۵/٤

در این پژوهش، برخی از خواص نانوکامپوزیت پلیاتیلن ترفتالات به عنوان یکی از مهمترین پلیمرهای مصنوعی مورد استفاده در صنعت نساجی مطالعه شده است. نانوکامپوزیتهای بر پایه پلیاتیلن ترفتالات حاوی سه نوع ذرات سیلیس اصلام شده به روش مخلوط مذاب تهیه شدند. اثر نوع و مقدار نانوسیلیس بر خواص مختلف نانوکامپوزیت با روش های طیف سنجی زیرقرمز، میکروسکوپی الکترونی پویشی، اندازهگیری زاویه تماس، میکروسکوپی نوری، گرماسنجی پویشی تفاضلی، آزمون تجزیه گرمایی و دینامیکی گرمامکانیکی بررسی شده است. نتایج طیفسنجی ATR نشان داد، برهمکنشهای بین ذرات نانوسیلیس آب دوست عمدتا در سطح نانوکامپوزیتها ایجاد میشوند. آزمون میکروسکوپی الکترونی برای بررسی وجود سیلیس در سطح کامپوزیتها انجام شد که نشان داد خواص سطح بستگی به درجه آب دوستی سیلیس استفاده شده دارد. بررسی انرژی سطحی نانوکامیوزیتها نشان داد، نانوذرات سیلیس اصلاحشده تمایل بیشتری به باقی ماندن در بستر پلیمر در مقایسه با نوع اصلاحنشده نشان می دهند. تصاویر میکروسکوپ نوری از نانوکامپوزیت های حاوی سیلیس نشان دهنده افزایش تعداد گویچه ها در بستر پلی اتیلن ترفتالات با افزایش درصد سیلیس است. گرماسنجی پویشی تفاضلی از نانوکامپوریت های تهیه شده کاهش کمی در دمای ذوب را در مقایسه با پلیاتیلن ترفتالات خالص نشان میدهد. نتایج آزمون مقاومت گرمایی حاکی از آن است، بهبود در مقاومت گرمایی پلیاتیلن ترفتالات بستگی به نوع سیلیس به کار رفته و مقدار پراکنش ذرات در بستر پلی اتیلن ترفتالات دارد. مقدار برهم کنش بین ذرات نانوسیلیس و زنجیرهای یلی اتیلن ترفتالات در افزایش مقاومت کامیوزیت در برابر گرما مؤثر است.

> \* مسئول مكاتبات، پيامنگار: mparvinzadeh@gmail.com

> > www.SID.ir

#### مقدمه

نانوکامپوزیتهای پلیمری دستهای از موادند که در آنها نانوذرات معدنی با ساختار صفحهای یا کروی در بستر پلیمر پراکنده شدهاند. در مقایسه با پلیمرهای خالص، نانوکامپوزیتهای پلیمری خواص فیزیکی و مکانیکی متفاوتی شامل مدول، استحکام، سختی، آتشگیری، ثبات ابعادی، رسانایی الکتریکی، مقاومت گرمایی، جذب رطوبت و رنگپذیری با توجه به نوع و مقدار نانوذرات به کار رفته دارند [1-1].

فرایند تهیه نانوکامپوزیتهای پلیمری در مقایسه با پلیمر خالص متفاوت است، به این دلیل که نانوذرات به کار رفته تمایل زیادی به تجمع در بستر پلیمر دارند. برای رفع این مشکل از روشهای سل \_ ژل، پلیمرشدن در محل و پلیمرشدن مذاب استفاده می شود که روش سوم از متداول ترین روشها برای تهیه نانوکامپوزیتهای پلیمری است [۰۰–۷].

پلی اتیلن ترفتالات پلیمری نیمه بلوری است و کامپوزیت های آن به طور گسترده در بسته بندی، ساخت وساز، قطعات خودرو، تجهیزات برقی و صنعت نساجی کاربرد دارد. تلاش های زیادی برای بهبود خواص فیزیکی و مکانیکی پلی اتیلن ترفتالات با رد فرایند مخلوط کردن آن با نانوخاک رس برای تهیه نانوکامپوزیت انجام شده است [۱۸–۱۰]. بدین منظور، سایر پژوهش ها از ترکیب انواع پلی استر با نانوذرات سیلیس با استفاده از روش های مذاب انجام شده است [۱۷–۱۹].

ذرات سیلیکا با اندازه ذرات بسیار کوچک و سطح تماس زیاد کاربرد فراوانی در صنایع پلیمری و روکش های سطح دارند. سطح این ذرات دارای سه گروه شیمیایی هیدروکسی، هیدروژن متصل به گروههای هیدروکسی و گروههای سیلوکسان است. بنابراین ذرات مزبور آبدوستاند، اگرچه گروههای سیلوکسان به تنهایی آب گریزند. امکان آب گریزکردن سطح ذرات سیلیکا با استفاده از مواد آب گریز مانند پلی دی متیل سیلوکسان، دی متیل دی کلروسیلان و هگزامتیل دی سیلان وجود دارد [۲۸].

پژوهش های زیادی درباره کاربرد ذرات سیلیکا به شکل مخلوط با پلیمرهای مختلف انجام شده است، ولی تعداد کمی از آنها به مخلوط پلیاتیلن ترفتالات و سیلیکا اختصاص دارد [۳3-۲۷،۲۹–۱۹]. پژوهشگران دریافتند، ذرات سیلیکا میتواند مقدار استحکام، سختی، مدول، بلورینگی، گرانروی، مقاومت در برابر خزش و چسبندگی درون ساختاری را در پلیاتیلن، پلی پروپیلن و الاستومرهای گرمانرم با توجه به خواص سطحی ذرات نانوسیلیس بهبود دهد [۳۹–۳۵،۳۳–۳۹]. افزودن ذرات نانوسیلیس در بستر نایلونهای ۲ و ۲،۶ میتواند ضریب اصطکاک، مقاومت پوششی و سختی را در نانوکامپوزیت

افزایش دهد [۳۲،٤۰]. برهمکنش ذرات سیلیکا با پلیوینیل الکل به تغییرات pH بستگی دارد و بر خواص نهایی نانوکامپوزیت و پراکنش نانوسیلیکا در بستر پلیمر اثرگذار است [۳۰،۳۳].

در برخی از پژوهشهای انجام شده درباره نانوکامیوزیت پلیاتیلن ترفتالات و سیلیکا نشان داده است که ذرات سیلیس به عنوان مواد هسته گذار عمل نمیکنند و اثر کمی بر درجه بلورینگی پلیمر دارند، درحالی که میتوانند در تشکیل بلور در پلیمر تأخیر ایجاد کنند [۲۱،۲۲،۲۵،۲۷]. در برخی از منابع، علاوه بر اشاره به قابلیت هسته گذاری نانوسیلیس، مدول، استحکام، پایداری گرمایی و آرایش یافتگی منطقه آرایش نیافته در نانوکامپوزیت پلیاستر سیلیس بیشتر از پلیاستر خالص است. درحالی که جمع شدگی گرمایی و تحرك زنجيرها كمتر از پلىاستر خالص است كه پارامتر مهمى براى بهبود پایداری ابعادی الیاف است [۳۲–۲۷، ۲۵–۲۲]. پژوهشگران نشان دادند، ذرات نانوسیلیس آب گریز مقاومت کششی پلیاستر را افزایش ميدهند، درحالي كه ذرات آبدوست سيليس مقاومت در برابر برش و خواص رئولوژیکی پلیمر را بهبود میبخشند [۱۹]. خواص سطحی ذرات نانوسیلیس و شرایط مذاب نقش مهمی در نحوه پراکنش ذرات نانوسیلیس در پلی استر دارد [۲٦]. Chen و همکاران نشان دادند، ذرات آبدوست سیلیس تمایل بیشتری به مهاجرت به سطح تماس بين دو پليمر پلياستر و پلييورتان در نانوكامپوزيت سه جزئي پلياستر یلی بورتان نانوسیلیس دارند [28]. با توجه به اینکه نانوسیلیس با ابعاد و خواص سطحی مختلف در دسترس است و تاکنون پژوهشی درباره استفاده از انواع آن در مخلوط با پلی اتیلن ترفتالات برای بررسی خواص فیزیکی انجام نشده است، بنابراین مطالعه اثر نوع نانوسیلیس بر خواص این پلیمر ضروری بهنظر میرسد.

روش جدیدی که در این پژوهش ارائه می شود، بر استفاده از سه نوع پرکننده نانوسیلیس (دو نوع آب دوست و یک نوع آب گریز) در ساختار کامپوزیت پلی اتیلن ترفتالات متمرکز است که می تواند خواص فیزیکی آن را تغییر دهد. بنابراین، اثر نوع ذرات سیلیس آب دوست و آب گریز بر خواص سطحی و گرمایی پلی اتیلن ترفتالات بررسی شده است.

## تجربى

## مواد

گرانول پلیاتیلن ترفتالات نوع الیاف از شرکت پتروشیمی تندگویان تهیه شد. این گرانول دارای گرانروی ذاتی (IV) ۲٫۰ تا ۰/٦۲، مقدار

\*L بیشتر از ۹۰ و \*b کمتر از ۶/۲، تعداد گروههای انتهایی کربوکسیل ۲۰ mmol/kg، مقدار آب ٪۲۰(۰ و مقدار تیتانیم دیاکسید ۰/۰۳ تا ۲/۰ درصد است.

سه نوع نانوسیلیس برای اختلاط با پلی اتیلن ترفتالات با نامهای تجاری ایروسیل 200، ایروسیل TT600 و ایروسیل R972 تولیدی شرکت Degussa آلمان استفاده شده است. ایروسیل 200 و ایروسیل TT600 از نوع آب دوست اند که خواص آب دوستی آنها به دلیل وجود گروههای هیدروکسیل یا سیلانول در سطح ذرات است. ایروسیل R972 آب گریز است و در اثر عمل آوری ذرات سیلیس آب دوست با دی متیل دی کلروسیلان آب گریز شده است. این ذرات به شکل کروی بوده و بدون تخلخل اند. خواص مهم پودرهای سیلیس استفاده شده در جدول ۱ آمده است.

#### دستگاهها

مخلوط کن داخلی گرمایی Brabender PL 2000 Plasticorder ساخت کشور آلمان برای تهیه مخلوط های پلیمری به کار گرفته شد. برای تهیه فیلم های نانو کامپوزیتی از پرس آزمایشگاهی استفاده شد. ساختار سطحی نانو کامپوزیت ها و نوع برهم کنش افزودنی ها و پلی اتیلن ترفتالات با استفاده از طیف نورسنج Nicolet NEXUS 870 آمریکا متصل به نرم افزار تجزیه و تحلیل بررسی شد. دستگاه مجهز به قطعه ای (ATR) برای بررسی سطح نمونه هاست. میکروسکوپ الکترونی پویشی ILEO 440i برای برای تخمین مقدار انرژی سطحی نانو کامپوزیت ها در دمای محیط با بزرگ نمایی ۲۰۰۰,۰۰۰ برابر و دقت ۲۰۳ مارک به کار گرفته شد. از دستگاه اندازه گیری زاویه تماس ۲۵۱ مانو کامپوزیت ها در دمای محیط استفاده شد. نحوه عبور نور یا کدری در نانو کامپوزیت های تهیه شده استفاده از میکروسکوپ نوری Projectina 4014 تحت نور قطبنده انجام شد. مقدار بزرگ نمایی نمونه ها با استفاده از دوربین CCD برابر با استفاده از میکروسکوپ نوری ۱۹۵۹

خواص گرمایی پلیمر خالص و نانوکامپوزیتهای تهیه شده با استفاده از دستگاه Perkin Elmer متصل به نرمافزار Pyris 6 model بررسی شد. برای بررسی تجزیه گرمایی نمونههای نانوکامپوزیتی با این دستگاه از نرمافزار Pyris diamond SII استفاده شد. مقدار مدول کششی و مدول اتلاف تحت گرما در نمونهها با استفاده از دستگاه کششی و مدول اتلاف تحت گرما در نمونهها با استفاده از دستگاه ماخت شرکت Netzsch ساخت شرکت Netzsch اندازه گیری شد. برای ریسندگی الیاف از دستگاه ریسندگی آزمایشگاهی LME ساخت شرکت Dynisco آمریکا استفاده شد. خواص مکانیکی الیاف با دستگاه استحکام سنج Elima ساخت ایران بررسی شد.

جدول ۱- خواص نانوسیلیس های استفاده شده در این پژوهش.

ايروسيل	ايروسيل	ايروسيل	نوع نانوسيليس
ت R972	TT600 <sup>ب</sup>	200 <sup>الف</sup>	خواص
11•± 7•	7••± 0•	7••± 70	سطح تماس BET) (m²/g)
١٦	٤٠	١٢	اندازه ذرات (nm)
<b>≤۲</b>	≤Y/0	≤١	کاهش وزن در احتراق (٪)
٣/٦-٥/٥	٣/٦-٤/٥	Ψ/V-٤/V	pH در ٤٪ از محلول
در حدود ۵۰	در حدود ٦٠	در حدود ۵۰	چگالی (g/cm <sup>3</sup> )
≤•/ <b>0</b>	≤Y/0	≤1/ <b>0</b>	رطوبت (٪)
$\geq$ ۹۹/۸	$\geq$ ۹۹/ $\Lambda$	≥ <b>٩</b> ٩/٨	خلوص (درصد نانوسیلیس)
۰/V-۱/۳	-	_	مقدار کربن (٪)
<•/•0	<•/•0	<•/•0	مقدار Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (٪)
<•/•٣	<•/•٣	<•/•٣	مقدار Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (٪)
<•/•٣	<•/•٣	<•/•٣	مقدار <sub>2</sub> TiO (./`)
<•/•70	<•/•70	<•/•70	مقدار HCl (٪)
<•/•0	<•/•0	<•/•0	مقدار ناخالصی (٪)

(الف) آبدوست ۱، (ب) آبدوست ۲ و (ج) آبگریز.

#### روشها

گرانول یلی اتیلن ترفتالات و ذرات نانوسیلیس هریک به طور جداگانه در گرمخانه به مدت ۲٤ h در ۲۰°C خشک شدند. سه غلظت متفاوت شامل ۱، ۳ و ٪۵ از نانوسیلیس ها نسبت به وزن پلی اتیلن ترفتالات خالص براى تهيه نانوكامپوزيت هاى پلى اتيلن ترفتالات -سیلیس استفاده شد. برای ایجاد گرانروی مناسب در مخلوط ها، دمای ذوب در C°۲۵۵ تنظیم شد. با توجه به ظرفیت دستگاه، وزن کلی هر مخلوط g ٤٠ بوده است. سپس، نمونه ها در فشار ٤٠٠٠ به فیلم تبدیل شدند. دمای صفحات بالا و پایین دستگاه پرس در ۲۹۰°C تنظیم شد. ضخامت تمام فیلمهای تهیه شده در حدود ۱٤ µm بود. برای بررسی تغییرات شیمیایی طیفهای ATR نمونهها نرمال شده و سیس از طیف پلی استر خالص کسر شدند. پیش از تصویربرداری میکروسکوپی عمل روکش دادن سطح فیلمها با تبخیر عنصر طلا در خلأ انجام شد. سپس، عکسبرداری از فیلمها با میکروسکوپ در خلاً انجام شد. برای محاسبه انرژی سطحی از روش Owens-Wendt استفاده شد. این نظریه چسبندگی بین جامدات و مایعات را از راه انرژیهای آزاد سطح قطبی (۹<sup>p</sup>) و غیر قطبی (۹<sup>p</sup>) بیان میکند. آب و دی یدومتان برای اندازه گیری انرژی های سطحی استفاده شدند و آزمون در C°۲۳ و ٪۲۰ رطوبت نسبی انجام شد. میانگین زاویه های تماس در ٦ نقطه مختلف در فیلمها محاسبه شد و انحراف معیار

داده ها تا ۲ درجه متغیر بود. برای بررسی خواص گرمایی نمونه ها تحت گاز نیتروژن از ۳۰ تا ۲۰۰۰ با سرعت گرمادهی ۲۰°۲۰ با گرما داده شدند. برای بررسی آثار نانوسیلیس بر درجه بلورینگی بستر پلی اتیلن ترفتالات (<sub>۲</sub>)، مقادیر نرمال شده <sub>۲</sub> در نمونه ها طبق معادله (۱) محاسبه شد [10–۲۰]:

$$X_{c} = (\Delta H_{m} / \Delta H_{m}^{0}) \times 100 \tag{1}$$

که  $\Delta H_m^0$  آنتالپی ذوب نمونه ٪۱۰۰ بلوری پلی اتیلن ترفتالات  $\Delta H_m^0$  مورد آزمون است. ( $\Delta H_m^0 = 1.00/4V J/g$ ) و  $\Delta H_m^0$  آنتالپی ذوب نمونه های مورد آزمون است. برای تجزیه گرمایی mg ۵ از نمونه ها تحت گاز نیتروژن با سرعت C/min گرما داده شدند. دمای شروع عملیات از دمای محیط تا  $2^\circ \cdot 7$  بود. برای بررسی مدول کششی و مدول اتلاف، سرعت گرمادهی نمونه ها C/min و بسامد عملیات در Hz ثابت نگه داشته شد. دمای شروع عملیات از ۱۰۰- تا  $2^\circ \cdot 7$  متغیر بود.

برای انجام آزمون مکانیکی از مخلوطهای نانوکامپوزیت ها الیاف تهیه شد و مورد آزمون استحکام سنجی قرار گرفت. سرعت رو تور دستگاه ریسندگی ۱۹ ۲۳ و سرعت غلتک جمع کننده الیاف ۱۹۰ به ملت تنظیم شد. پیش از ریسندگی، نمونه ها در گرم خانه در ۲۰۰۲ به ملت ۸ ۲۶ قرار داده شدند و نمونه ها با غلظت های مشابه نانوسیلیس ها در فیلم های پلیمری ریسیده شدند. برای استحکام سنجی الیاف، فاصله فک ها cm ۵ و سرعت حرکت فک ها om/min ۷۰/۰ تنظیم شد. برای بررسی استحکام هر نوع لیف، میانگین مقادیر کششی از ۵ نمونه به دست آمد. تمام اندازه گیری ها ۵ مرتبه تکرار شد و ضریب تغییرات کمتر از ٪۵ در تمام نمونه هاست.

## نتايج و بحث

## طيفسنجى زيرقرمز

طیف زیرقرمز دو نوع پودر نانوسیلیس آبدوست و یک نوع نانوسیلیس آبگریز که در این پژوهش استفاده شدند، در شکل ۱ نشان داده شده است. وجود پیوندهای Si-O-Si (گروههای سیلوکسان) در ذرات نانوسیلیس با ارتعاش خمشی قوی در محدوده ۱۰۰۰-۱۲۰۰ cm<sup>-1</sup> و ارتعاش های کششی در عددهای موجی ۸۱۳ و ۱۰۰۰ cm<sup>-1</sup> مشاهده می شود. واضح است، شدت گروههای سیلوکسان در نانوسیلیس آبگریز کمتر از نوع آبدوست است. این کاهش به دلیل قرارگیری گروههای متیل در ساختار نانوسیلیس آبگریز است

که پس از اصلاح ساختار آبدوست نانوسیلیس آن را به ساختار آبگریز تغییر داده و شدت گروههای هیدروکسیل را کاهش داده است. به علاوه، ارتعاش پهن در <sup>۱</sup>-۳۵ cm می تواند به گروههای هیدروکسیل سطحی و مولکولهای آب پیوندی در سطح نانوسیلیس آبدوست ۲ نسبت داده شود. وجود این پیک پهن در پودر نانوسیلیس ۲ آبدوستی بیشتر را در مقایسه با پودر نانوسیلیس ۱ مشخص می کند.



www.SID.ir

برهم کنشهای ممکن در سطح نانوکامپوزیتهای پلی اتیلن ترفتالات، با طیف ATR مطالعه شد. شکل ۲ طیفهای ATR پلی اتیلن ترفتالات خالص و نانوکامپوزیتهای پلی اتیلن ترفتالات – سیلیس را نشان میدهد. در پلی اتیلن ترفتالات خالص، پیک پهن در <sup>۱</sup>-۳۲۰۰ سان محدوده عددهای موجی <sup>۱</sup>-۲۰۰ متال به ترتیب مربوط به پیوندهای بین مولکولی <sub>2</sub>-Ch اسک ۲۰۰۰ می نامتقارن و C=C یا ارتعاشات خمشی O=C است.

در طیف زیرقرمز نانوکامپوزیتهای آب دوست، پیک ارتعاش کششی H-O کمی پهن تر شده است که ناشی از پیوندهای هیدروژنی است. این پهن ترشدن در محدوده ۲۰۰ ۳۲۰۰-۳۲۰۰ برای ذرات آب دوست نانوسیلیس مخلوط شده در بستر پلیاستر دیده شده است که این روند در نانوکامپوزیت آب گریز دیده نمی شود. سایر پیکهای تیز در محدوده های ۲۰۱۰ ۲۰۰۰ او ۲۰۰۰ ۳۰۰ ۹۰۰۰ به ارتعاشات خمشی C=C و خمشی صفحه H-C در حلقه های بنزنی نسبت داده می شود. شکل ۲ ـ ب و ج نشان می دهد، شدت ارتعاشات پیوندهای بین مولکولی H-O و خمشی <sub>2</sub>HD پس از افزودن ذرات آب دوست نانوسیلیس به بستر پلیاستر افزایش یافته است. افزایش در پیوندهای C-۲ در کامپوزیت های پلیاتیلن ترفتالات نانوسیلیس شدت پیکها در محدوده ۲۰۰۰ ۲۰۰۰ مربوط به برهم کنش های

همان طور که در شکل ۲\_د مشاهده می شود، پیک پهن مربوط به پیوند O-H حذف شده است که ممکن است، ناشی از برهم کنش یکنواخت ذرات نانوسیلیس آب گریز با پلی اتیلن ترفتالات باشد که از مهاجرت ذرات سیلیس به سطح نانوکامپوزیت ممانعت کرده است. از طیفهای ATR می توان نتیجه گرفت، برهم کنش ذرات نانوسیلیس آب دوست با زنجیرهای پلی اتیلن ترفتالات به نحوی است که این ذرات در سطح کامپوزیت قرار می گیرند و پراکنش یکنواختی در ماتریس پلی اتیلن ترفتالات ندارند. این در حالی است که ذرات آب گریز نانوسیلیس سازگاری بیشتری با زنجیرهای پلی اتیلن ترفتالات دارند و پراکنش یکنواخت تری در بستر پلی اتیلن ترفتالات دارند.

## بررسي سطح نانوكامپوزيتها با ميكروسكوپ الكتروني

شکل ۳ تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح فیلم پلیاتیلن ترفتالات خالص و نانوکامپوزیتهای پلیاتیلن ترفتالات ـ سیلیس را نشان میدهد. دیده میشود، برخلاف فیلمهای پلیاتیلن ترفتالات خالص و پلیاتیلن ترفتالات ـ سیلیس آبگریز با سطحی نسبتا یکنواخت، در سطح نانوکامپوزیتهای پلیاتیلن ترفتالات ـ سیلیس



مازیار پروینزاده گشتی و همکاران

شکل ۲- طیف ATR: (الف) پلی اتیلن ترفتالات خالص و نانوکامپوزیتهای پلی اتیلن ترفتالات تهیه شده با ٪٥ نانوسیلیس های (ب) آبدوست ۱، (ج) آبدوست ۲ و (د) آبگریز.

آبدوست ذرات سیلیس به تجمع تمایل دارند که با نتایج حاصل از آزمون ATR مطابقت دارد. این نتیجه نشان می دهد، نانوسیلیس آب گریز تجمع کمتری در سطح دارد و عمدتا در بستر پلی استر قرار می گیرد. در حالی که ذرات سیلیس آب دوست به علت انرژی سطحی زیاد به سطح آن مهاجرت کرده و تمایل به تجمع و جذب یکدیگر را به علت وجود گروههای آب دوست هیدروکسید دارند. این گروهها می توانند با ایجاد پیوندهای هیدروژنی سبب ایجاد تجمع در سطح پلیمر شوند. این نتیجه در بررسی انرژی سطحی نمونهها نیز تأیید شده است.

# بررسی زاویه تماس با حلالهای مختلف و انرژی سطحی در نانوکامپوزیتهای تهیهشده

از دو حلال دی یدومتان و آب برای بررسی مقدار انرژی سطحی نانوکامپوزیتهای پلی اتیلن ترفتالات \_ سیلیس استفاده شد. مقادیر کشش سطحی و انرژی آزاد سطح قطبی (۹۶) و غیرقطبی (<sup>۹</sup>γ) این حلالها در جدول ۲ آمده است. تغییرات انرژی سطح نانوکامپوزیتهای پلی اتیلن ترفتالات\_سیلیس با روش Wendt نیز در جدول ۳ آمده است.



(ز)

شکل ۳ – تصاویر میکروسکوپ الکترونی از: (الف) پلیاتیلن ترفتالات خالص و نانوکامپوزیتهای پلیاتیلن ترفتالات ـ سیلیس تهیه شده با ٪ه نانوسیلیس (ب) و (ج) آبدوست ۱ با بزرگنمایی KX ۲/۵ و ۱۰ KX (د) و (ه) آبدوست ۲ با بزرگنمایی KX ۲/۵ و KX ۱۰ و (و) و (ز) آبگریز با بزرگنمایی KX ۲/۵ و KX ۱۰ (۱۰۰۰=K).

جدول ۲- کشش سطحی حلالهای استفاده شده.

$\gamma^p (mN/m)$	$\gamma^{d}$ (mN/m)	کشش سطحی (mN/m)	حلال در سطح
•	٥•/٨	0·//	دىيدومتان آر
01	Y1/A	$\nabla Y / \Lambda$	اب

نانوسیلیس آبدوست ۱ و ۲ که در پلیمر مخلوط شدهاند، میانگین زاویه تماس را برای دی یدومتان و آب کاهش دادند، درحالی که زاویه تماس آب برای نانوکامپوزیت پلی اتیلن ترفتالات – نانوسیلیس آب گریز افزایش یافت. همچنین، نانوسیلیس های آبدوست ۱ و ۲ مقدار کل انرژی آزاد سطح پلی استر را افزایش دادند. <sup>م</sup>ر در نانوکامپوزیت پلی اتیلن ترفتالات – نانوسیلیس آب گریز در مقایسه با پلی اتیلن ترفتالات خالص و نانوکامپوزیت های سیلیس آب دوست افزایش بیشتری یافته است.

نانوسیلیس آبگریز در مقایسه با نانوسیلیسهای آبدوست با یکنواختی بیشتری در بستر پلیاتیلن ترفتالات پراکنده شده است. این موضوع سبب تغییر آرایشیافتگی زنجیرهای پلیمر در نانوکامپوزیتشده و مقدار <sup>م</sup>م در نانوکامپوزیت افزایش یافته است. دلیل دیگر افزایش انرژی آزاد سطح غیرقطبی در پلیمر حاوی این نانوسیلیس میتواند به دلیل وجود گروههای آبگریز در سطح نانوسیلیس باشد که سبب افزایش این انرژی می شود.

همان طورکه اشاره شد، نانوسیلیس آب گریز به کار رفته در این پژوهش با دی متیل دی کلروسیلان عمل آوری شده است. ذرات نانوسیلیس معمولا دارای انرژی سطحی زیادی هستند. زیرا، حاوی گروههای هیدروکسیل زیادی در سطح است. جذب و دفع آب از ذرات سیلیس به غلظت و نوع گروههای فعال سطحی، سطح تماس ویژه، میانگین اندازه ذرات و نحوه آرایش یافتگی آنها در تودهها بستگی دارد. به دلیل محدود بودن تعداد گروههای انتهایی زنجیرهای

پلی اتیلن ترفتالات، ذرات با انرژی سطحی زیاد و ابعاد بزرگ تر به طور یکنواخت در بستر پلی اتیلن ترفتالات پراکنده نمی شوند. در حالی که نانوذرات سیلیس اصلاح شده تمایل بیشتری به باقی ماندن در بستر پلیمر نشان می دهند. با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی و طیف سنجی زیرقرمز، ذرات سیلیس آب دوست ۱ و ۲ در سطح نانوکامپوزیت پلی اتیلن ترفتالات تجمع کرده و زاویه تماس قطره آب کاهش یافته است. افزایش زاویه تماس قطره آب در نانوکامپوزیت آب گریز سیلیس به دلیل خاصیت آب گریزی سیلیس اصلاح شده با دی متیل دی کلروسیلان است [۵۳–٤۹].

بررسی نانو کامپوزیت ها با میکروسکوپ نوری

شکل ٤ تصاویر میکروسکوپ نوری از پلیاتیلن ترفتالات خالص و نانوکامپوزیتهای پلیاتیلن ترفتالات ـ سیلیس را نشان میدهد.

همان طور که در این شکل مشاهده می شود، گویچه های تشکیل شده در پلی اتیلن ترفتالات خالص ابعادی بزرگ تا μμ ۱۰۰۰ دارند. درحالی که گویچه های تشکیل شده در نانو کامپوزیت های حاوی ٪۱ از نانوسیلیس توزیعی نسبتا یکنواخت با اندازه بلورهای کوچک تر از پلی اتیلن ترفتالات خالص را نشان می دهد. با توجه به این شکل، در مقدار ٪۱ از ذرات امکان پراکندگی یکنواخت آنها در پلیمر وجود می یابد و ذرات فضای کمتری برای پراکنش یکنواخت در بستر می یابد و ذرات فضای کمتری برای پراکنش یکنواخت در بستر می یابد و ذرات فضای کمتری برای پراکنش یکنواخت در بستر می اید و ذرات فضای کمتری برای پراکنش یکنواخت در بستر ایلیم دارند. بنابراین امکان افزایش تجمع در غلظت ٪۵ از نانوسیلیس مراز بلی اییلن ترفتالات وجود دارد. با نزدیک شدن ذرات به یکدیگر امکان ایجاد پیوندهای هیدروژنی نیز بین ذرات سیلیس در بستر از پلیمرهای حاوی ٪۵ از ذرات به دست آمده بودند که این نتیجه را تأیید می کنند. با توجه به تصاویر میکروسکوپ نوری، در مقدار ٪۵ از هر دو نوع ذرات نانوسیلیس آب دوست، تجمع گسترده آنها در پلیمر

جدول ۳– تغییرات کشش سطحی نانوکامپوزیتهای تهیهشده با استفاده از روش Owens-Wendt (ضریب تغییرات پس از ۵ مرتبه تکرار برای هر نمونه کمتر از ٪۵ است).

$\gamma^t$	$\gamma^{\mathrm{p}}$	$\gamma^{\mathrm{d}}$	میانگین زاویه تماس (°)		
$(mJ/m^2)$	$(mJ/m^2)$	$(mJ/m^2)$	آب	دىيدومتان	لمونه
٣٤/٦٥	۲/۱۳	٣٢/٥٢	٨٩/٠	٥٣/١	پلىاتيلن ترفتالات خالص
۳٥/١٨	2/22	37/17	AV/V	0Y/V	پلىاتيلن ترفتالات-٪٥ نانوسيليس آبدوست ١
٣٦/٣٠	۲/۳۱	۳۳/۹۸	AV/E	0 • / 0	پلىاتيلن ترفتالات-٪٥ نانوسيليس آبدوست٢
۳۸/۱٦	•/٩٤	WV/88	۹١/٦	٤٤/٦	پلىاتيلن ترفتالات-٪٥ نانوسيليس أبگريز



شکل ٤- تصاویر میکروسکوپ نوری با بزرگنمایی ٥٠٠٠ میکرون: (الف) پلیاتیلن ترفتالات خالص و نانوکامپوزیتهای تهیه شده با نانوسیلیس آبدوست ۱ (ب) ٪۱، (ج) ٪۳ و (د) ٪۵، با نانوسیلیس آبدوست ۲ (ه) ٪۱، (و) ٪۳، (ز) ٪۵ و با نانوسیلیس آبگریز (ح) ٪۱، (ط) ٪۳ و (ی) ٪۵.

وجود دارد. این رفتار در پلیمر حاوی ٪۵ از نانوسیلیس آبگریز 🤍 با ذرات آبدوست یکنواخت ر است که در تصاویر میکروسکوپ با شدت کمتری مشاهده می شود و پراکنش ذرات آن در مقایسه 🦳 الکترونی و انرژی سطحی نیز این روند تأیید شده است (تجمع ذرات

آبگریز نیز در برخی نقاط فیلم مشاهده می شود). اندازه کوچک بلورها در نانوکامپوزیتهای سیلیس می تواند در نتیجه وجود ذرات نانوسیلیس در بستر پلی اتیلن ترفتالات باشد که می توانند به عنوان هسته در تشکیل بلورها عمل کنند. به عبارت دیگر، برهم کنش های بین ذرات نانوسیلیس و پلی اتیلن ترفتالات سبب شده است که زنجیرهای پلیمر محدودیت بیشتری در تشکیل بلورها داشته باشند و اندازه بلورها کوچک تر باشد. این نتیجه توسط سایر پژوهشگران نیز در نانوکامپوزیتهای پلی اتیلن ترفتالات – سیلیس حاصل شده است [۸۳–۵۵].

با توجه به تصاویر میکروسکوپ نوری مشاهده می شود، شکل بلورها در نانوکامپوزیتهای حاوی نانوذرات آب دوست و آب گریز متفاوت است. تصاویر نانوکامپوزیت سیلیس آب گریز نیز نشان می دهد، اصلاح سطحی نانوسیلیس سبب تشکیل بلورهایی با چگالی های متفاوت در مقایسه با نانوسیلیس های آب دوست شده است. با افزایش درصد نانوذرات سیلیس به ۳۸ و ۵۰ تمایل به تشکیل تودههای ذرات و خوشههای بزرگ در بستر پلیمر وجود دارد که به دلیل برهم کنش متقابل و نیروی جاذبه بین ذرات نانوسیلیس است. ایجاد این تودهها در پلیمر حاوی ذرات آب دوست می تواند در نتیجه تشکیل پیوندهای هیدروژنی بین گروههای هیدروکسیل در سطح ذرات نانوسیلیس باشد [۵۵].

در حالی که در پلی اتیلن ترفتالات حاوی ذرات آب گریز، برهم کنش ذرات سیلیس با یکدیگر تنها می تواند از نوع واندوالسی باشد (به دلیل وجود گروههای متیل در سطح آنها) که ضعیف تر از پیوندهای هیدروژنی در ذرات آب دوست است. بنابراین، این موضوع در نهایت سبب ایجاد تجمع کمتر شده است. این روند توسط سایر پژوهشگران نیز در تصاویر میکروسکوپ نوری از پلی بوتیلن ترفتالات و پلی تری متیلن ترفتالات حاوی ذرات سیلیس مشاهده شده است [۲۰–۵۰]. شکل ۵، نحوه تجمع و برهم کنش های گروههای آب دوست سیلیس را با زنجیرهای پلیمر نشان می دهد.



شکل ۵- نحوه تجمع و برهم کنشهای گروههای آبدوست سیلیس با زنجیرهای پلیمر.

## بررسی خواص گرمایی نمونه ها با آزمون DSC

نتایج آزمون DSC از فیلم پلی اتیلن ترفتالات خالص و نانو کامپوزیت های تهیه شده پلی اتیلن ترفتالات حاوی مقادیر .0 از نانو ذرات سیلیس در جدول ٤ آمده است. در دمای انتقال شیشه ای زنجیرهای مولکولی در پلی اتیلن ترفتالات آزادی حرکت دارند. کاهش دمای Tg در تمام نانو کامپوزیت های پلی اتیلن ترفتالات – سیلیس مشاهده می شود. این نتیجه نشان می دهد، زنجیرهای پلی اتیلن ترفتالات متصل دیگر کاهش دمای انتقال شیشه ای نانو کامپوزیت ها می تواند در اثر نواحی آرایش نیافته به ذرات سیلیس باشد که در دمای کمتری آزادی نواحی آرایش نیافته به ذرات سیلیس باشد که در دمای کمتری آزادی نانو کامپوزیت ها از ۲۸ تا 200 نشان می دهد، دمای ذوب نواحی آرایش نیافته به درات میلیس باشد که در دمای کمتری آزادی نواحی آرایش نیافته به درات میلیس باشد که در دمای کمتری آزادی نواحی آرایش نیافته به درات میلیس باشد که در دمای کمتری آزادی نواحی آرایش نیافته به درات میلیس باشد که در دمای کمتری آزادی نواحی آرایش نیافته به درات میلیس باشد که در دمای کمتری آزادی نواحی آرایش نیافته به درات میلیس باشد که در دمای کمتری آزادی نواحی آرایش نیافتا از ۲۳۸ تا 2017 است. کاهش مقدار آنتالیی و ترفتالات خالص با دمای ذوب ۲۲۵ ایت ایک ایلن

جدول ٤- خواص گرمایی نانوکامپوزیتهای پلیاتیلن ترفتالات ـ سیلیس بهدست آمده از DSC (ضریب تغییرات پس از ٥ مرتبه تکرار برای هر نمونه کمتر از ٪٥ است).

T <sub>g</sub> (°C)	T <sub>m</sub> (°C)	$\Delta H_m$	X <sub>c</sub> (%)	نمونه
۹۳/۸	727	٤١/٦	٣٩	پلىاتيلن ترفتالات خالص
٩١/٢	۲۳۸	۳۳/٥	٣١	پلىاتيلن ترفتالات-٪٥ نانوسيليس آبدوست ١
٨٥/٦	75.	۳۷/۹	٣٥	پلىاتيلن ترفتالات-٪٥ نانوسيليس آبدوست٢
٨٨	751	٣٩/٥	٣٧	پلىاتيلن ترفتالات-٪٥ نانوسيليس آبگريز

T <sup>i</sup> <sub>D</sub> (°C)	$T_{D}^{5}(^{\circ}C)$	$\operatorname{Wt}^{600^{\circ}}_{R}({ m /})$	نمونه
310/2	<b>۳۹۳/۲</b>	١٣	پلىاتيلن ترفتالات خالص
ret/v	<b>ma</b> 4/v	١٨	پلىاتيلن ترفتالات-٪٥ نانوسيليس آبدوست ١
<b>m</b> m/1	٤ • • /٤	١٦	پلىاتيلن ترفتالات-٪٥ نانوسيليس آبدوست٢
377/2	٣٩٤/٨	٢٢	پلىاتىلىن ترفتالات-٪٥ نانوسىلىس آبگرىز

جدول ۵- خواص گرمایی نانوکامپوزیتهای پلیاتیلن ترفتالات ـ سیلیس بهدست آمده از TGA (ضریب تغییرات پس از ۵ مرتبه تکرار برای هر نمونه کمتر از ٪۵ است).

> درصد بلورینگی در تمام نانوکامپوزیتهای پلی اتیلن ترفتالات \_ سیلیس مشاهده می شود. این نتایج نشان می دهد، ذرات نانوسیلیس به عنوان هسته گذار در بستر پلی اتیلن ترفتالات عمل می کنند و سبب هسته گذاری نایکنواخت و تشکیل گویچه هایی ناقص و کوچک می شوند که این نتیجه در ساختار نانوکامپوزیتهای سیلیس آب دوست مشاهده می شود. همچنین، ابعاد بلورهای تشکیل شده در نانوکامپوزیت های سیلیس کوچک تر از فیلم پلی اتیلن ترفتالات خالص است. این نتیجه در تصاویر به دست آمده از میکروسکوپ نوری نیز مشاهده شده است. سایر پژوه شگران نیز ثابت کرده اند، ذرات سیلیس علاوه بر تغییر درصد بلورینگی در پلی اتیلن ترفتالات می توانند موجب افزایش سرعت بلورینگی نیز شوند [۳٤،۳٦].

پژوهش پیشین مؤلفان نشان داد، برهم کنشهای بین نانوسیلیس آب گریز و پلی استر در گروههای انتهایی هیدروکسیل و کربوکسیل پلی استر اتفاق می افتد. نتایج نشان داد، پیوندهای جدیدی (Si-O-C) در ساختار نانوکامپوزیت پلی استر سیلیس ایجاد می شود. بررسی انرژی سطحی نیز نشان دهنده تجمع کمتر ذرات سیلیس آب گریز در سطح پلی اتیلن ترفتالات در مقایسه با ذرات سیلیس آب دوست بوده است [۳۵]. این رفتار به شکل مشابه در پلی اتیلن ترفتالات حاوی پلیمرهای شاخه ای نیز مشاهده شده است [۳۸].

#### بررسی مقاومت گرمایی

نتایج جدول ٥ و شکل ٦ نشان دهند، تجزیه گرمایی نانو کامپوزیتهای پلی اتیلن ترفتالات – سیلیس در مقدار ٪٥ از نانو ذرات در دماهای مختلف است. کاهش وزن در نانو کامپوزیتهای پلی اتیلن ترفتالات تا دمای  $^{\circ}$  ۳۱۵° مشابه پلی اتیلن ترفتالات خالص است و تا این دما تغییر چندانی در منحنی ها مشاهده نمی شود. پس از این دما، دمای تجزیه اولیه پلی اتیلن ترفتالات ( $^{i}$ T) در اثر افزودن نانو سیلیس افزایش یافته است که نوع نانو سیلیس به کار رفته نقش مهمی در چگونگی تجزیه گرمایی پلیمر دارد. دمای اولیه تجزیه پلی اتیلن

ترفتالات و دمای بهدست آمده در ٪۵ (T<sup>5</sup><sub>D</sub>) از کاهش وزن به ترتیب بین C°۳۲۸−۳۲۲ و C°۶۰۰−۳۹۳ است که بستگی به آبدوستی یا آبگریزی نانوذرات سیلیس دارد. نانوکامپوزیتهای پلیاتیلن ترفتالات ـ سیلیس آبدوست در دماهای نزدیک کاهش وزن نشان دادند. وزن باقی مانده نانو کامپوزیت در ۲۰۰° ((٪) (Wt<sup>600°</sup> ((٪)) در تمام نانوكاميوزيتهاي پلي اتيلن ترفتالات \_ سيليس نسبت به پلي اتيلن ترفتالات خالص افزایش یافت که از ۱۸ تا ٪۲۲ متغیر است. افزایش مقدار خاكستر باقى مانده يليمر مي تواند نشان دهنده افزايش مقاومت گرمایی نانوکامپوزیتهای پلیاتیلن ترفتالات \_ سیلیس باشد که در نتيجه وجود ذرات نانوسيليس است. نانوسيليس آبدوست ۲ در مقایسه با نانوسیلیس آبدوست ۱ جذب رطوبت بیشتری دارد و در نتيجه در اثر گرمادهي، نمونه حاوي اين نوع سيليس درصد رطوبت بیشتری را از دست می دهد و در مقایسه با نمونه حاوی نانوسیلیس آبدوست ۱ کاهش وزن بیشتری دارد. نمونههای حاوی سیلیس آب دوست دارای درصد جذب رطوبت بیشتری نسبت به نمونه حاوی سیلیس آب گریز هستند. در نتیجه در اثر گرمادهی، این نمونه ها کاهش وزن بیشتری در مقایسه با نمونه حاوی سیلیس آبگریز دارند و درصد خاکستر باقی مانده در آنها کاهش می یابد. مقدار بهبود مقاومت



گرمایی پلی اتیلن ترفتالات بستگی به نوع سیلیس به کار رفته و مقدار پراکنش ذرات در بستر پلی استر دارد. مقدار برهم کنش بین ذرات نانوسیلیس و زنجیرهای پلی اتیلن ترفتالات در افزایش مقاومت کامپوزیت در برابر گرما مؤثر است [۵۵–2۹].

## آزمون دینامیکی گرمامکانیکی

آزمون خواص گرمایی مکانیکی برای بررسی برهم کنشهای درون ساختاری نانوکامپوزیتها به کار میرود و نتایج مربوط به مدول ذخیره در برابر دما در نانوکامپوزیتهای پلی اتیلن ترفتالات-./٥ سیلیس در شکل های ۷ و ۸ مشاهده می شود.

مدول ذخیره در پلی اتیلن ترفتالات خالص و نانو کامپوزیت های سیلیس در ناحیه گرمایی ۱۰۰-تا ۲۰۰۰ کاملا متفاوت است. این مدول در پلی اتیلن ترفتالات خالص و نانو کامپوزیت پلی اتیلن ترفتالات \_ ٪٥ سیلیس آب دوست ۱ در مقایسه با نانو کامپوزیت های پلی اتیلن ترفتالات \_ ٪٥ سیلیس آب دوست ۲ و پلی اتیلن ترفتالات \_ ٪٥ سیلیس آب گریز کاهش تدریجی نشان می دهد. این موضوع نمایانگر آسودگی تنش در ناحیه آرایش نیافته در این نانو کامپوزیت هاست. کاهش ناگهانی در مقدار مدول ذخیره در دمای کمتر از ۲۰۰۵ در تمام نانو کامپوزیت ها ناشی از دمای انتقال شیشه ای است. افزایش مقدار مدول در دمای حدود ۲۰۱۶ در پلی اتیلن ترفتالات خالص. نانو کامپوزیت های پلی ایلن ترفتالات \_ نانوسیلیس آب دوست ۱ و ساختار پلی اتیلن ترفتالات است.

کاهش مقدار مدول ذخیره در دماهای بیش از C°۱٤۰ در نانوکامپوزیتهای سیلیس مربوط به ناحیه پیش از ذوبشدن پلیمر است. اما، در دماهای بیش از C°۱٤۰ تغییر متفاوتی در مدول ذخیره برای نانوکامپوزیت پلیاتیلن ترفتالات \_ سیلیس آبدوست ۲



مشاهده شده است که نشاندهنده نیروهای واندروالس بین نانوسیلیس آبگریز و زنجیرهای پلیاتیلن ترفتالات است. به عبارت دیگر، نانوسیلیس های آبدوست پراکنش نایکنواختی در بستر پلیاتیلن ترفتالات در مقایسه با نانوسیلیس آبگریز دارند و شدت برهم کنش های هیدروژنی بین آنها با زنجیرهای پلی اتیلن ترفتالات سبب عدم تشکیل هستههای بلور و رشد هسته شده است. در نتیجه، تمایل به تشکیل تودهها در این نانوکامپوزیتها بیشتر مشاهده می شود. به دلیل خاصیت هسته گذاری قوی نانوسیلیس، فضای کمی در بستر نانوکامیوزیتها برای رشد گویچهها وجود دارد. در نانوكاميوزيتهاي سيليس أبدوست گويچههايي تكميلنشده بەوجود مى آيد كە بر خواص گرمايى مكانيكى نانو كاميوزيت حاصل اثر می گذارد. آبدوستی یا آب گریزی نانوسیلیس نیز عامل دیگری است که بر خواص نانو کامیوزیت ها مؤثر است. مطابق توصیه شرکت توليدكننده نانوسيليس هاي استفاده شده در اين يژوهش، نانوسيليس آبدوست ۲ تمایل زیادی به ایجاد توده در بستر پلیمرها دارد و خاصیت آبدوستی آن در مقایسه با نانوسیلیس ۱ بیشتر است. میانگین اندازه اولیه ذرات نانوسیلیس آبدوست ۲، برابر با ٤٠ nm است، درحالی که اندازه ذرات نانوسیلیس ۱، ۱۲ nm است.

منحنی مدول ذخیره نانوسیلیس آبدوست ۲ روند متفاوتی نسبت به سایر کامپوزیتهای حاوی سیلیس داشته است. آبدوستی نانوسیلیس ۲ بیشتر از ذرات نانوسیلیس ۱ است. در نمونه حاوی این نوع سیلیس به دلیل برهمکنش بیشتر بین زنجیرهای پلی اتیلن ترفتالات و نانوذرات سیلیس از راه پیوندهای هیدروژنی امکان تشکیل هستههای بلور و انتقال زنجیرها به هسته و رشد آنها مشکل شده است. این روند سبب شده است که در محدوده دمایی ۱۰۰ تا امکان افزایش درصد بلورینگی نانوکامپوزیت سیلیس آبدوست ۲ وجود نداشته و افزایش مقدار مدول ذخیره پس از



دمای C°۰۰ در این نوع کامپوزیت دیده نمی شود.

نتایج حاصل از این آزمون نتایج آزمون گرمایی TGA را تأیید میکند. با توجه به این آزمون میتوان نتیجه گرفت، برهمکنشهای قوی بین ذرات آبدوست سیلیس با زنجیرهای پلیاتیلن ترفتالات مانع از تشکیل بلورهای کامل در کامپوزیت و حصول خواص مناسب گرمایی است، در حالی که خواص گرمایی مناسبی در نانوکامپوزیت حاوی سیلیس آب گریز مشاهده شده است.

در نانوکامپوزیتهای سیلیس بیشترین مقدار δ tanδ در دمای °°۹ حاصل شده است که مربوط به <sub>g</sub> T است. مقادیر δ tanδ در ناحیه برای نانوکامپوزیتهای پلی اتیلن ترفتالات – سیلیس آب دوست ۱ و پلی اتیلن ترفتالات – سیلیس آب گریز بیشتر از فیلم پلی اتیلن ترفتالات خالص و نانوکامپوزیت پلی اتیلن ترفتالات – سیلیس آب دوست ۲ است. این افزایش می تواند در نتیجه رفتار کشسانی نانوسیلیس ۱ و خواص سطحی نانوسیلیس آب گریز باشد که روی برهم کنشهای پلی اتیلن ترفتالات و سیلیس اثر گذاشته و سبب کاهش حرکت زنجیرهای پلی اتیلن ترفتالات در نواحی آرایش نیافته شده است. باریک ترشدن پیک δ tan برای نمونه کامپوزیت حاوی نانوسیلیس با آب دوستی بیشتر به معنی کاهش حرکات شبه گرانرو زنجیرهای

با عدم امکان بلورینگی آن نیز مطابقت دارد. سایر پیکهای ظاهرشده در دماهای بیشتر در ناحیه گرمایی ۱۲۰ تا ۲۵۰۵ در اثر افزایش مقدار اتلاف مکانیکی ناشی از بلورینگی در ساختار پلیاتیلن ترفتالات است. شدت و دمای پیکها با توجه به نوع نانوسیلیس به کار رفته در نانوکامپوزیتها با یکدیگر متفاوت است [۲۵–۵۸،۲۱–۵۰].

#### بررسي استحكام الياف

جدول ٦ مقادیر مدول، استحکام، نیرو در نقطه پارگی و ازدیاد طول تا پارگی الیاف پلی اتیلن ترفتالات خام و الیاف تهیهشده از مخلوط پلی اتیلن ترفتالات با نانوسیلیس های استفاده شده را نشان می دهد. با توجه به نتایج مدول، نیرو در نقطه پارگی و استحکام پلیمر حاوی ٪۳ از نانوسیلیس آبدوست ۱ در مقایسه با پلی اتیلن ترفتالات خالص افزایش می یابد. افزایش آرایش یافتگی زنجیرهای پلی اتیلن ترفتالات در مناطق آرایش نیافته در اثر ورود سیلیس به بستر پلیمر، استحکام الیاف را افزایش می دهد. برهم کنش بین گروههای انتهایی زنجیرهای پلی اتیلن ترفتالات با گروههای هیدروکسیل سیلیس سبب بهبود خواص مکانیکی الیاف شده است. با توجه به تصاویر میکروسکوپ نوری مشاهده شد، ذرات نانوسیلیس به عنوان هسته گذار در رشد

جدول ٦- مقادیر مدول، استحکام، نیرو تا پارگی و ازدیاد طول تا پارگی لیف پلیاتیلن ترفتالات خام و الیاف تهیهشده از مخلوط پلیاتیلن ترفتالات با نانوسیلیس ها.

استحکام (CN/tex)	نیرو در نقطه پارگی (CN/tex)	ازدیاد طول تا پارگی (٪)	مدول اوليه (CN/tex)	٩	نموز	
۳۸/۳۸	0/٨0	١٤٤/٩	22/91	ات خالص	پلىاتيلن ترفتال	
				ت- نانوسيليس	پلى اتيلن ترفتالات- نانوسيليس	
				مقدار (./)	نوع نانوسيليس	
۱۷/۵	٦/٨٦	TV/AJ	۷۳/۲٥	١		
00/14	١/٨٦	٤٤/٠٢	22/12	٣	آبدوست ۱	
۱۰/۲٦	١/٣٣	TT/VV	۲۰/۱۳	٥		
1./22	• /٧٦	٥/٣٧	۱۲/۸۳	١		
٤/٣٧	• /VA	V/NA	٩/٥٤	٣	آبدوست ۲	
٤/٢٤	• /٧٦	V/9٣	٨/٣٢	٥		
٤٠/٦	٦/•٧	25/22	٤٦/٢٣	١		
٤٥/٠٦	٦/٦٥	1 9/V	١٨/•٩	٣	آب گريز	
٣٨/•٣	0/V٦	١٦/٣٨	10/• 2	٥		

افزایش می یابد.

با افزایش مقدار نانوسیلیس آبدوست ۱ به ٪۳ و ٪۵، خواص مكانيكي الياف كاهش يافته و روندي نزولي مي يابد. اين كاهش مي تواند در نتيجه افزايش تجمع ذرات نانوسيليس و پراکنش نايكنواخت أنها در بستر يليمر باشد كه استحكام الياف را كاهش داده است. خواص مكانيكي الياف حاوى نانوسيليس أبدوست ٢ نشان می دهد، در اثر ورود این ذرات با مقدار ٪۱ در بستر پلیمر استحکام کاهش می یابد. با افزایش درصد نانوسیلیس به ٪۳ و ٪٥، این کاهش ادامه يبدا مي كند. يا توجه به اينكه اندازه ذرات نانو سيليس آب دو ست ۲ بزرگتر و سطح تماس بیشتری نسبت به نانوسیلیس آبدوست ۱ دارند، احتمال تجمع آنها در بستر پلی اتیلن ترفتالات بیشتر و در نتیجه پراكنش أنها نايكنواخت است. نتايج بررسي استحكام اين الياف، نتايج بەدست آمدە از خواص گرمايى نانوكاميوزيتھاي يلى اتيلن ترفتالات \_ سیلیس آبدوست ۲ را تأیید می کند. با توجه به نتایج حاصل از استحكام الياف حاوى نانوسيليس أبگريز مشاهده مي شود، اين ذرات برهمکنش مناسبی با زنجیرهای پلی اتیلن ترفتالات در مقدار .// دارند که موجب افزایش استحکام الیاف شده است. با افزایش مقدار نانوسیلیس آب گریز به ٪۳ استحکام در مقایسه با الیاف حاوی ٪۱ نانو سیلیس آب گریز افزایش بیشتری داشته و از پلی اتیلن تر فتالات خالص نیز بیشتر است. با افزایش غلظت نانوسیلیس آب گریز به ٪٥، استحكام نانوكامپوزيت مشابه پلياتيلن ترفتالات خالص شده است. نتایج حاصل از خواص مکانیکی نانوکامپوزیتهای سیلیس نشان می دهد که مقادیر ٪۱ از نانوسیلیس آب دوست ۱ و نانوسیلیس

آب گریز برای بهبود خواص مکانیکی الیاف پلیاتیلن ترفتالات مناسم هستند.

## نتيجه گيري

این پژوهش به منظور اصلاح خواص مختلف پلیاتیلن ترفتالات و مخلوط آن با نانوسيليس ها انجام شد. با توجه به نتايج، خواص سطحي و ميكروسكويي يليمر يس از تركيب با نانومواد تغيير يافت. نتایج طیفسنجی ATR-FTIR نشان داد، برهم کنشهای بین ذرات نانوسیلیس آبدوست در سطح در مقایسه با درون ساختار کامپوزیت بیشتر است. مقدار زبری سطح با ورود ذرات نانوسیلیس افزایش یافته است. مقدار این افزایش به نوع نانومواد و خواص سطحی آنها و در نهایت درجه آبدوستی آنها بستگی دارد. نتایج حاصل از زاویههای تماس حلالها در سطح نانوكاميوزيتها نشان داد، خواص سطحي این مخلوط ها به نوع نانومواد و خواص سطحی این مواد بستگی دارد. زاویه تماس آب در سطح کامپوزیت با ورود ذرات آبدوست سیلیس به دلیل افزایش زبری سطح کاهش یافته است. این فرایند نشان می دهد، نانو سیلیس های آب دوست می توانند در پلی استر برای افزایش آب دوستی پلیمر استفاده شوند. این کاربری با توجه به جذب رطوبت کم الیاف پلی استر در یوشاک می تواند کاربرد مفیدی داشته باشد. اما، برای دست یابی به خواص فیزیکی بهتر و سازگاری بیشتر ذرات و پلیمر، استفاده از ذرات آب گریز سیلیس پیشنهاد می شود.

## مراجع

- Soon K., Jones E.H., Rajeev R.S., Menary G., Martin P.J., and Armstrong C.G., Morphology, Barrier, and Mechanical Properties of Biaxially Deformed Poly(ethylene terephthalate)-Mica Nanocomposites, *Polym. Eng. Sci.*, **52**, 532–548, 2012.
- Leszczy'nska A., Njuguna J., Pielichowski K., and Banerjee J.R., Polymer/Montmorillonite Nanocomposites with Improved Thermal Properties: Part I. Factors Influencing Thermal Stability and Mechanisms of Thermal Stability Improvement, *Thermochim. Acta*, 453, 75–96, 2007.
- Leszczy'nska A., Njuguna J., Pielichowski K., and Banerjee J.R., Polymer/Montmorillonite Nanocomposites with Improved Thermal Properties: Part II. Thermal Stability of Montmoril-

lonite Nanocomposites based on Different Polymeric Matrixes, *Thermochim. Acta*, **454**, 1–22, 2007.

- Pesetskii S.S., Bogdanovich S.P., and Myshkin N.K., Tribological Behavior of Nanocomposites Produced by the Dispersion of Nanofillers in Polymer Melts, J. Fric. Wear, 28, 457–475, 2007.
- Bhat G., Hegde R.R., Kamath M.G., and Deshpande B., Nanoclay Reinforced Fibers and Nonwovens, *J. Eng. Fiber Fabric*, 3, 22-34, 2008.
- Njuguna J., Pielichowski K., and Desai S., Nanofiller-Reinforced Polymer Nanocomposites, *Polym. Adv. Technol.*, 19, 947-959, 2008.
- 7. Du J., Xu L., Tang J., and Chen Y., Surface Modification of Na-

no-Silica and Its Application in Holographic Coatings, *Adv. Sci. Lett.*, **10**, 264-266, 2012.

- Burgentzlé D., Duchet J., Gérard J.F., Jupin A., and Fillon B., Solvent-based Nanocomposite Coatings I. Dispersion of Organophilic Montmorillonite in Organic Solvents, *J. Colloid Interf. Sci.*, 278, 26-39, 2004.
- Modesti M., Besco S., Lorenzetti A., Causin V., Marega C., Gilman J.W., Fox D.M., Trulove P.C., De Long H.C., and Zammarano M., ABS/Clay Nanocomposites Obtained by a Solution Technique: Influence of Clay Organic Modifiers, *Polym. Degrad. Stabil.*, **92**, 2206-2213, 2007.
- Calcagno C.I.W., Mariani C.M., Teixeira S.R., and Mauler R.S., The Effect of Organic Modifier of the Clay on Morphology and Crystallization Properties of PET Nanocomposites, *Polymer*, 48, 966-974, 2007.
- Davis C.H., Mathias L.J., Gilman J.W., Schiraldi D.A., Shields J.R., Trulove P., Sutto T.E., and Delong H.C., Effects of Melt-Processing Conditions on the Quality of Poly(ethylene terephthalate) Montmorillonite Clay Nanocomposites, *J. Polym. Sci., Polym. Phys.*, 40, 2661–2666, 2002.
- Phang Y., Pramoda K.P., Liu T., and He C., Crystallization and Melting Behavior of Polyester/Clay Nanocomposites, *Polym. Int.*, 53, 1282–1289, 2004.
- Chang J.H., Kim S.J., Joo Y.L., and Im S., Poly(ethylene terephthalate) Nanocomposites by In Situ Interlayer Polymerization: The Thermo-Mechanical Properties and Morphology of the Hybrid Fibers, *Polymer*, 45, 919–926 ,2004.
- Chang J.H., Mun M.K., and Lee I.C., Poly(ethylene terephthalate) Nanocomposite Fibers by In Situ Polymerization: The Thermomechanical Properties and Morphology, *J. Appl. Polym. Sci.*, 98, 2009–2016, 2005.
- Jawahar P., Gnanamoorthy R., and Balasubramanian M., Flexural and Tribological Properties of Polyester-Clay Nanocomposites, *J. Mater. Sci.*, 40, 4391-4393, 2005.
- Kim S.H., Park S.H., and Kim S.C., Novel Clay Treatment and Preparation of Poly(ethylene terephthalate)/Clay Nanocomposite by In-Situ Polymerization, *Polym. Bull.*, 53, 285–292, 2005.
- Barber G.D., Calhoun B.H., and Moore R.B., Poly(ethylene terephthalate) Ionomer based Clay Nanocomposites Produced Via Melt Extrusion, *Polymer*, 46, 6706–6714, 2005.
- Al-Khanbashi A., El-Gamal M., and Moet A., Reduced Shrinkage Polyester–Montmorillonite Nanocomposite, J. Appl. Polym.

Sci., 98, 767-773, 2005.

- Chung S.C., Hahm W.G., and Im S.S., Poly(ethylene terephthalate)(PET) Nanocomposites Filled with Fumed Silicas by Melt Compounding, *Macromol. Res.*, 10, 221-229, 2002.
- Liu W., Tian X., Cui P., Li Y., Zhang K., and Yang Y., Preparation and Characterization of PET/Silica Nanocomposites, *J. Appl. Polym. Sci.*, **91**, 1229-1232, 2004.
- Bikiaris D., Karavelidis V., and Karayannidis G., A New Approach to Prepare Poly(ethylene terephthalate)/Silica Nanocomposites with Increased Molecular Weight and Fully Adjustable Branching or Crosslinking by SSP, *Macromol. Rapid Commun.*, 27, 1199–1205, 2006.
- Tian X., Zhang X., Liu W., Zheng J., Ruan C., and Cui P., Preparation and Properties of Poly(ethylene terephthalate)–Silica Nanocomposites, *J. Macromol. Sci. Phys.*, 45, 507-513, 2006.
- He J.P., Li H.M., Wang X.Y., and Gao Y., In Situ Preparation of Poly(ethylene terephthalate)–SiO<sub>2</sub> Nanocomposites, *Eur. Polym. J.*, 42, 1128–1134, 2006.
- Zheng H. and Wu J., Preparation, Crystallization and Spinnability of Poly(ethylene terephthalate)/Silica Nanocomposites, *J. Appl. Polym. Sci.*, **103**, 2564-2568, 2007.
- Chae D.W. and Kim B.C., Effects of Introducing Silica Particles on the Rheological Properties and Crystallization Behavior of Poly(ethylene terephthalate), *J. Mater. Sci.*, **42**, 1238–1244, 2007.
- Bula K., Jesionowski T., Krysztafkiewicz A., and Janik J.. The Effect of Filler Surface Modification and Processing Conditions on Distribution Behaviour of Silica Nanofillers in Polyesters, *Colloid Polym. Sci.*, 285, 1267–1273, 2007.
- Zhang X., Tian X., Zheng J., Yao X., Liu W., Cui P., and Li Y., Relationship between Microstructure and Tensile Properties of PET/Silica Nanocomposite Fibers, *J. Macromol. Sci. Phys.*, 47, 368–377, 2008.
- Xanthos M., Functional Fillers for Plastics, Wiley, Weinheim, 2005.
- Zhang M.Q., Rong M.Z., Zhang H.B., and Rich K.F., Mechanical Properties of Low Nano-Silica Filled High Density Polyethylene Composites, *Polym. Eng. Sci.*, 43, 490-500, 2003.
- Oburoğlu N., Ercan N., Durmus A., and Kaşgöz A., Effects of Halloysite Nanotube on the Mechanical Properties and Nonisothermal Crystallization Kinetics of Poly(butylene terephthalate) (PBT), *J. Macromol. Sci., Part B: Phys.*, **51**, 860-879, 2012.

- Zhang L., Tam K.C., Gan L.H., Yue C.Y., Lam Y.C., and Hu X., Effect of Nano-Silica Filler on the Rheological and Morphological Properties of Polypropylene/Liquid-Crystalline Polymer Blends, *J. Appl. Polym. Sci.*, 87, 1484–1492, 2003.
- 32. Liu X.Q., Wang Y., Yang W., Liu Z.Y., Luo Y., Xie B.H., and Yang M.B.,Control of Morphology and Properties by the Selective Distribution of Nano-Silica Particles with Different Surface Characteristics in PA6/ABS Blends, *J. Mater. Sci.*, 47, 4620-4631, 2012.
- Rong M.Z., Zhang M.Q., Pan S.L., Lehmann B., and Friedrich K., Analysis of the Interfacial Interactions in Polypropylene/ Silica Nanocomposites, *Polym. Int.*, 53, 176–183, 2004.
- Rong M.Z., Zhang M.Q., Pan S.L., Lehmann B., and Friedrich K., Interfacial Effects in Polypropylene–Silica Nanocomposites, *J. Appl. Polym. Sci.*, **92**, 1771–1781, 2004.
- Parvinzadeh M., Moradian S., Rashidi A., and Yazdanshenas M.E., Surface Characterization of Polyethylene Terephthalate/ Silica Nanocomposites, *Appl. Surf. Sci.*, 256, 2792-2802, 2010.
- Yang Y. and Gu H., Preparation and Properties of Deep Dye Fibers from Poly(ethylene terephthalate)/SiO<sub>2</sub> Nanocomposites by In Situ Polymerization, J. Appl. Polym. Sci., 105, 2363–2369, 2007.
- Khatibzadeh M., Mohseni M., and Moradian S., Studying the Dyeing of Fiber Grade PET Using a Hyperbranched Polymeric Additive, J. Color Sci. Technol. (In Persian), 4, 25-32, 2010.
- Xu N., Zhou W., and Shi W., Preparation and Enhanced Properties of Poly(propylene)/Silica-Grafted-Hyperbranched Polyester Nanocomposites, *Polym. Adv. Technol.*, 15, 654–661, 2004.
- Guyard A., Persello J., Boisvert J.P., and Cabane B., Relationship between the Polymer/Silica Interaction and Properties of Silica Composite Materials, *J. Polym. Sci., Polym. Phys.*, 44, 1134–1146, 2006.
- Rottstegge J. (Qiao Y.K.), Zhang X., Zhou Y., Xu D., Han C.C., and Wang D., Polymer Nanocomposite Powders and Melt Spun Fibers Filled with Silica Nanoparticles, *J. Appl. Polym. Sci.*, 103, 218–227, 2007.
- Aso O., Eguiaza'bal J.I., and Naza'bal J., The Influence of Surface Modification on the Structure and Properties of a Nanosilica Filled Thermoplastic Elastomer, *Compos. Sci. Technol.*, 67, 2854–2863, 2007.
- 42. Lin O.H., Akil H.M., and Ishak Z.A.M., Characterization and Properties of Activated Nanosilica/Polypropylene Composites

with Coupling Agents, Polym. Compos., 30, 1693-1700, 2009.

- 43. Xu X., Li B., Lu H., Zhang Z., and Wang H., The Effect of the Interface Structure of Different Surface-Modified Nano-SiO<sub>2</sub> on the Mechanical Properties of Nylon 66 Composites, *J. Appl. Polym. Sci.*, **107**, 2007–2014, 2008.
- Chen X., You B., Zhou S., and Wu L., Surface and Interface Characterization of Polyester-based Polyurethane/Nano-silica Composites, *Surf. Interf. Anal.*, 35, 369–374, 2003.
- Stamm M., Polymer Surfaces and Interfaces, Springer, Dresden, 2008.
- Brezinski D.R., An Infrared Spectroscopy Atlas for the Coatings Industry, Pennsylvania, 1991.
- 47. Dastmalchian H., Moradian S., Jalili M.M., and Mirabedini S.M., Investigating Changes in Electrochemical Properties When Nano-silica is Incorporated Into an Acrylic-based Polyurethane Clearcoat, J. Coat. Technol. Res., 9, 195-201, 2012.
- Yao C. and Yang G., Poly(trimethylene terephthalate)/Silica Nanocomposites Prepared by Dual In Situ Polymerization: Synthesis, Morphology, Crystallization Behavior and Mechanical Properties, *Polym. Int.*, **59**, 492–500, 2010.
- 49. Yao X., Tian X., Zhang X., Zheng K., Zheng J., Wang R., Kang S., and Cui P., Preparation and Characterization of Poly(butylenes terephthalate)/Silica Nanocomposites, *Polym. Eng. Sci.*, 49, 799–807, 2009.
- Mohan J., Organic Spectroscopy: Principle and Application, Mehra, New Delhi, 2000.
- Pouchert C., *The Aldrich Library FTIR Spectra*, Aldrich Chemical Company, Milwaukee, 1985.
- 52. Schmid G.H., Organic Chemistry, McGraw Hill, USA, 1996.
- Lamy R., Zunic E., Steding R., and Aamodt A., Preparation of Stable Slurries of Spherically Shaped Silica for Coatings, *Prog. Org. Coat.*, 72, 96-101, 2011.
- 54. Kang Y., Chen X., Song S., Yu L., and Zhang P., Friction and Wear Behavior of Nanosilica-Filled Epoxy Resin Composite Coatings, *Appl. Surf. Sci.*, 258, 6384-6390, 2012.
- Hajiraissi R. and Parvinzadeh M., Preparation of polybutylene Terephthalate/Silica Nanocomposites by Melt Compounding: Evaluation of surface Properties, *Appl. Surf. Sci.*, 257, 8443-8450, 2011.
- Stamm M., Polymer Surfaces and Interfaces, Springer, Dresden, 2008.
- 57. Brezinski D.R., An Infrared Spectroscopy Atlas for the Coatings

Industry, Pennsylvania, 1991.

- Dastmalchian H., Moradian S., Jalili M.M., and Mirabedini S.M., Investigating Changes in Electrochemical Properties When Nano-silica is Incorporated Into an Acrylic-based Polyurethane Clearcoat, *J. Coat. Technol. Res.*, 9, 195-201, 2012.
- Yao C. and Yang G., Poly(trimethylene terephthalate)/Silica Nanocomposites Prepared by Dual In Situ Polymerization: Synthesis, Morphology, Crystallization Behavior and Mechanical Properties, *Polym. Int.*, **59**, 492–500, 2010.
- Yao X., Tian X., Zhang X., Zheng K., Zheng J., Wang R., Kang S., and Cui P., Preparation and Characterization of Poly(butylenes terephthalate)/Silica Nanocomposites, *Polym. Eng. Sci.*, **49**, 799–807, 2009.

- 61. Mohan J., Organic Spectroscopy: Principle and Application, Mehra, New Delhi, 2000.
- 62. Pouchert C., *The Aldrich Library FTIR Spectra*, Aldrich Chemical Company, Milwaukee, 1985.
- 63. Schmid G.H., Organic Chemistry, McGraw Hill, USA, 1996.
- Lamy R., Zunic E., Steding R., and Aamodt A., Preparation of Stable Slurries of Spherically Shaped Silica for Coatings, *Prog. Org. Coat.*, 72, 96-101, 2011.
- 65. Kang Y., Chen X., Song S., Yu L., and Zhang P., Friction and Wear Behavior of Nanosilica-Filled Epoxy Resin Composite Coatings, *Appl. Surf. Sci.*, **258**, 6384-6390, 2012.

219

#### Available in: http://jips.ippi.ac.ir

Iranian Journal of Polymer Science and Technology Vol. 25, No. 3, 203-219 August - September 2012 ISSN: 1016-3255 Online ISSN: 2008-0883

# Effect of Nanosilica Type on Properties of Polyethylene Terephthalane/Silica Nanocomposite

Mazeyar Parvinzadeh Gashti<sup>1</sup>\*, Siamak Moradian<sup>2</sup>, Abosaeed Rashidi<sup>3</sup>, and Mohamad-Esmail Yazdanshenas<sup>4</sup>

 Department of Textile Engineering, Faculty of Engineering, Azad University, Shahre Rey Branch, P.O. Box: 18155-144, Tehran, Iran

2. Department of Polymer Engineering and Color Technology, Amirkabir University of Technology,

P.O. Box: 15875-4413, Tehran, Iran

3. Department of Textile Engineering, Islamic Azad University, Science and Research Branch,

P.O. Box: 14515-775, Tehran, Iran

4. Department of Textile Engineering, Islamic Azad University, Yazd Branch, P.O. Box: 115, Yazd, Iran

Received 12 February 2012, accepted 25 July 2012

# **ABSTRACT**

his research is carried out to study some properties of polyethylene terephthalate (PET) as one of the most important synthetic polymers used in textile industry. PET based nanocomposites containing three differently modified silica particles were prepared by melt compounding. The influence of type and amount of nanosilica on various properties of nanocomposite was studied by Fourier transform infrared spectroscopy, scanning electron microscopy, contact angle determination, optical microscopy, differential scanning calorimetry, thermal gravimetry analyzer and dynamic mechanical thermal analyzer. ATR results indicated that the interactions of hydrophilic nanosilica mainly occur at the surface of nanocomposites. SEM was used to confirm the presence of silica on the surface of nanocomposites and it showed that surface properties depend on hydrophilicity of nanosilica. Studies on surface tension of nanocomposites showed that modified nanosilica particles have higher tendency to remain in bulk polymer as compared with unmodified one. Optical microscopy images from nanocomposites-containing silica illustrated the increment of the number of spherulites in the PET matrix with increases in silica percentage which were dependent on nano-silica type and content. Differential scanning calorimetry results of the nanocomposites showed a slight drop in the melting temperature compared to pure PET. The results obtained from thermal stability test showed that any improvement in thermal stability depends on the type of silica and dispersion of particles in polyethylene terephthalate. Moreover, the extent of interactions between nanosilica particles and polyethylene terephthatale chains affects on thermal stability of the composite.

(\*)To whom correspondence should be addressed. E-mail: mparvinzadeh@gmail.com

nanocomposite, polyethylene terephthalate, hydrophilic nanosilica, hydrophobic nanosilica, thermal properties