

بررسی اثر روش‌های مختلف اختلاط بر خواص مکانیکی کامپوزیت اپوکسی - نانو خاک رس

پژوهش‌نفت

سال بیست و چهارم

شماره ۷۹

صفحه، ۱۴۷-۱۵۵ ۱۳۹۳

تاریخ دریافت مقاله: ۹۱/۱۲/۱۸

تاریخ پذیرش مقاله: ۹۲/۴/۸

مهرداد شجاعی

پژوهشکده توسعه فناوری‌های شیمیایی، پلیمری و پتروشیمیایی، تهران، ایران

چکیده

در تحقیق حاضر، نانو کامپوزیت اپوکسی رزین با نانو خاک رس از طریق اختلاط مکانیکی و با بهره‌گیری از همزن برشی الکتریکی ساخته شد و روش‌های رزین اپوکسی تقویت شده با نانو ذره خاک رس اصلاح شده مورد مطالعه قرار گرفت. پس از انتخاب روش بهینه (استفاده از حلال یک مرحله‌ای)، اثر غلظت نانو ذره، سرعت و زمان اختلاط، نقش حلال و تابش امواج ماوراء صوت بررسی و پس از آن، خواص نانو کامپوزیت ساخته شده با نمونه اپوکسی خالص مقایسه گردید. نتایج به دست آمده نشان می‌دهد که استفاده از حلال در بهبود رفتار مکانیکی محصول موثر بوده و نتیجه آزمون تفرق اشعه ایکس (XRD) موید میان لایه‌ای شدن، لایه لایه شدن و افزایش فاصله لایه‌های سیلیکاتی در نانو کامپوزیت به علت توزیع مناسب ذرات خاک رس تا غلظت ۵٪ نانو ذره می‌باشد. با افزایش ۵٪ خاک رس به رزین اپوکسی، استحکام کششی و مدول کششی به ترتیب به میزان ۱۳/۴٪ و ۲۱/۵٪ درصد و مدول خمشی ۲۷/۲٪ افزایش یافت.

واژه‌های کلیدی: رزین اپوکسی، رفتار مکانیکی، ماوراء صوت، XRD، لایه‌های سیلیکاتی

مقدمه

کاربرد وسیع و فزاینده رزین‌های ترموست اپوکسی در صنایع مختلف به ویژه صنعت کامپوزیت، اهمیت و ضرورت تقویت و بهبود خواص این نوع ترکیبات، موجب گشوده شدن افق‌های جدید و پرجاذبه در مراکز پژوهش و توسعه گردیده است.

نانوکامپوزیت‌های پلیمری درحوزه نانو مواد از جایگاه و اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. این مواد از دو یا چند جزء مجزا تشکیل می‌شود که یک یا چند جزء آن دارای ابعادی کمتر از ۱۰۰ nm است. وجود ذرات یا الیاف در ساختار پلیمری به طور معمول موجب بهبود استحکام در ماده زمینه یا ماتریس^۱ شده و به علت پراکنش ذرات و یا الیاف در داخل ماده زمینه، نیروهای اعمال شده به کامپوزیت به طور یکنواخت به ذرات منتقل می‌شود. میزان پراکندگی ذرات و چگونگی توزیع آن بر کیفیت محصول پلیمر تأثیر مستقیم دارد.

*مسئول مکاتبات

آدرس الکترونیکی

shojaeim@ripi.ir

خواص مکانیکی، فیزیکی، رئولوژیکی و نفوذ پذیری آن را تحت تاثیر قرار می‌دهد [۱].

مقاومت در برابر سایش و خراش، مقاومت در برابر نفوذ گازها و مایعات، پایداری حرارتی و ابعادی با افزایش نانو خاک رس به اپوکسی رزین مورد بررسی قرار گرفته است [۲].

نانوکامپوزیت‌های اپوکسی نانو خاک رس با روش آمیزه‌سازی دوغابی تهیه شد و با مقادیر اندک سازگارکننده آلی، پراکندگی خوب خاک رس با میزان لایه لایه شدن بالا به دست آمد [۳]. چنان و همکاران استفاده از امواج ماوراء صوت را به منظور لایه لایه شدن صفحات نانو خاک رس و تاثیر آن بر اندازه خوشه‌های خاک رس بررسی کردند [۴]. ارتباط خواص نانوکامپوزیت و میزان پراکندگی صفحات سیلیکاتی در اپوکسی و اثر آن بر سختی، دمای انتقال شیشه‌ای و ضریب انبساط حرارتی نیز مطالعه شده است [۵]. هونگ و همکاران تهیه نانوکامپوزیت‌های اپوکسی / SiO_2 و اثر دما بر مقاومت کششی را بررسی کردند [۶]. در تحقیقی دیگر، تاثیر مقدار و نوع خاک رس بر خواص فیزیکی، حرارتی و مکانیکی مورد ارزیابی قرار گرفت [۷ و ۸]. توشیواوگاساوارا و همکاران، نفوذپذیری گاز هلیوم در نانوکامپوزیت اپوکسی خاک رس را مورد مطالعه قرار دادند [۹]. خواص حرارتی و مکانیکی و تاثیر زمان اختلاط اپوکسی - نانو خاک رس [۱۰] و خواص مکانیکی و تاثیر مقدار نانو ذره بر نقطه تسلیم فشاری پیچشی و دمای انتقال شیشه‌ای نیز توسط محققین مورد بررسی قرار گرفته است [۱۱]. پاشایی و همکاران رفتار مورفولوژی اپوکسی‌های تقویت شده با خاک رس حاوی گروه‌های عاملی آلی^۲ و پارامترهای سیستیک تخریب را با مدل‌های ریاضی مطالعه نمودند [۱۲]. تاثیر نانو خاک رس بر خواص فشاری رزین اپوکسی توسط ایدا و همکاران [۱۳] و بازدهی خواص مکانیکی و خواص ترمودینامیکی نانو کامپوزیت‌های اپوکسی توسط بزرگیان و همکاران بررسی شده است [۱۴].

تجربه نشان می‌دهد با توزیع ذرات که به مواد پرکننده موسوم است، می‌توان انتظار داشت خواصی نظیر استحکام کششی مکانیکی، سختی، دانسیته، تخلخل و نفوذپذیری بهبود یابد. ماده پلیمری (ماده زمینه) می‌تواند ذرات پراکنده شده را به گونه‌ای از هم جدا نگه داشته و رشد ترک را در اثر اعمال تنشی به تاخیر بیندازد و یا از رشد آن جلوگیری نماید. به عبارتی، با توزیع مناسب ذرات درون بستر پلیمر، رشد ترک در اثر اعمال تنش، به تأخیر می‌افتد [۱].

تاثیر متقابل بین نانو ذره و پلیمر، موجب بهبود خواص نانوکامپوزیت می‌شود. نوع، میزان و چگونگی برهم‌کنش‌ها، نقش مهمی در رفتار و خواص مختلف نانوکامپوزیت نظیر خواص نوری، عبوردهی، الکتریکی، مکانیکی، فیزیکی و حلالیت دارد. خواص منحصر به فرد مکانیکی، شیمیایی و فیزیکی، استحکام، پایداری حرارتی، رسانایی الکتریکی و مقاومت شیمیایی بالا و دانسیته پایین از جمله ویژگی‌های این‌گونه کامپوزیت‌هاست که با افزودن مقدار کمی از نانو ذره به یک ماتریس پلیمری خالص حاصل می‌شود. این موضوع موجب گردیده طراحی، ساخت و کاربرد آنها در چند دهه‌های اخیر به طور چشم‌گیری در صنایع افزایش یابد و در کانون توجه مراکز دانشگاهی و تحقیق و توسعه قرار گیرد [۱].

ریز ساختار نانوکامپوزیت‌های پلیمری معمولاً با دو اصطلاح میان لایه‌ای شدن^۱ و لایه لایه شدن^۲ توصیف می‌شود. یکی از جدی‌ترین چالش‌ها در تهیه این نوع کامپوزیت‌ها، مشکل جدا شدن لایه‌های خاک رس و پراکنش یکنواخت و مناسب در پلیمر است. از سوی دیگر، ذرات خاک رس تمایل به مجتمع شدن داشته و این عامل از پراکندگی و توزیع ذرات ممانعت می‌کند.

توزیع متوازن صفحات خاک رس طی فرایند اختلاط، جدایش لایه‌ها، افزایش فواصل بین آنها و چسبندگی ماتریس پلیمر نانو ذره از موضوعات مهم در تهیه این محصول به شمار می‌رود. عواملی مانند نوع ذره، عامل دار شدن آن، روش، سرعت و زمان اختلاط، استفاده از همزن مناسب، حلال و نوع آن، زمان تابش ماوراء صوت و شرایط پخت بر کیفیت محصول نانوکامپوزیت مؤثر بوده و

1. Intercalated
2. Delamination or Exfoliation
3. Organoclay

قالب‌گیری نمونه با ابعاد ۱۵ cm x ۱۵ cm در دمای ۷۵ °C به مدت دو ساعت و در ادامه، پخت تکمیلی^۴ در دمای ۱۴۰ °C به میزان یک ساعت در آن صورت گرفت.

روش اختلاط مستقیم در دمای ۷۵ °C

فرآیند پیشین برای ساخت نمونه جدید تکرار شد. تنها تفاوت این روش با روش قبل، انجام عمل اختلاط در دمای ۷۵ °C به جای دمای محیط بوده است.

روش استفاده از حلال (یک مرحله‌ای)

بررسی‌ها نشان می‌دهد، استفاده از حلال در فرآیند اختلاط نانو خاک رس با رزین اپوکسی، به علت نفوذ حلال به درون لایه‌ها، موجب تورم خاک رس و در نتیجه منجر به افزایش فواصل بین لایه‌ها می‌شود [۶ و ۱۵-۱۹].

در این روش، ابتدا رزین در داخل استن (محلول ۲۵٪ وزنی رزین در استن) رقیق شده و بلافاصله با افزودن خاک رس به آن به مدت ۱ ساعت عمل اختلاط با سرعت ۲۰۰۰ rpm انجام و به مدت ۲ ساعت تحت تابش امواج ماوراء صوت قرار گرفت. سپس عمل گاززدایی بر روی مخلوط، انجام شد. با توجه به اینکه وجود مقادیر جزئی حلال در مرحله قالب‌گیری منجر به تولید حباب و کاهش کیفیت نمونه می‌شود، عمل تبخیر استن در مراحل مختلف انجام شد. در مرحله اول در دمای ۵۰ °C به مدت یک ساعت در آن خلا (۲۰۰ mmHg)، سپس به مدت یک ساعت در دمای ۷۵ °C و در ادامه به مدت ۱۶ ساعت تحت دمای ۱۰۰ °C عمل تبخیر حلال پایان یافت. در این مرحله پس از افزودن سخت‌کننده و اختلاط به مدت ۵ دقیقه و عمل قالب‌گیری، مخلوط به مدت ۳۰ دقیقه در آن خلا قرار گرفت. عمل پخت در دمای ۷۵ °C به مدت دو ساعت پخت نهایی در دمای ۱۴۵ °C در زمان ۲ ساعت و در ادامه، کامل شد.

روش استفاده از حلال (دو مرحله‌ای)

در این روش، نانو ذره خاک رس در داخل استن (۲۵٪ وزنی رزین) به مدت یک ساعت پراکنده شد. سپس سوسپانسیون تهیه شده در حدود دو ساعت تحت تابش

با وجود انجام مطالعات وسیع در زمینه به‌کارگیری نانوذرات خاک رس در رزین‌های اپوکسی و بررسی عوامل موثر بر خواص آن، توجه کمی به تاثیر روش‌های مختلف ساخت بر خواص نانوکامپوزیت اپوکسی / خاک رس و بررسی همزمان آنها صورت گرفته که در پژوهش حاضر، به این مهم پرداخته شده است.

بخش تجربی

مواد

برای تهیه نانوکامپوزیت‌ها، از رزین اپوکسی با متوسط جرم مولکولی ۳۷۷ (دی‌گلیکول اتر - بیس فنل EPON 828 (A) تهیه شده از شرکت Shell، عامل پخت^۱، Aradur42 - سیکلو آلیفاتیک پلی آمین از شرکت Vantico AG بازل سوییس، نانو خاک رس مونت موریلونیت از نوع کلوزیت^۲ (۳۰ B) اصلاح شده با methyl tallow bis - 2-hydroxyl ethyl quaternary ammonium chloride محصول شرکت Southern Clay Product) آمریکا و حلال استن محصول شرکت Merck آلمان استفاده شد.

روش‌ها و تجهیزات

روش‌های ساخت نمونه نانوکامپوزیت اپوکسی - نانو خاک رس

برای ساخت نانوکامپوزیت‌ها از ۴ روش زیر استفاده شد:
روش اختلاط مستقیم در دمای محیط

ابتدا خاک رس با غلظت مورد نظر به رزین اپوکسی افزوده شده و جهت اختلاط و پراکنده شدن ذرات خاک رس، با استفاده از یک همزن تحت اختلاط برشی^۳ در دمای محیط و زمان اختلاط اولیه ۱ ساعت با سرعت ۱۰۰۰ rpm فرآیند اختلاط انجام گردید. سپس مخلوط تهیه شده به منظور تکمیل اختلاط، به مدت ۲ ساعت تحت تابش امواج ماوراء صوت (درحمام اولتراسونیک ۸۰-۲۵-۳۲۵ KHz - KERRY-PUL) قرار گرفت و به منظور حذف حباب، عمل گاز زدایی به مدت نیم ساعت تحت خلا انجام شد.

با افزودن عامل سخت‌کننده به مخلوط، عملیات پخت و

1. Hardner
2. Cloisite 30 B
3. Shear Mixing
4. Post Curing

شکل ۱ نشان داده شده است. ملاحظه طیف‌های شکل ۱ نشان می‌دهد، قله مربوط به نانو ذره خاک رس خالص (کلوزیت B ۳۰) در ناحیه $\theta = 4/8^\circ$ وجود دارد. مطابق رابطه براگ^۱ با داشتن زاویه تفرق اشعه X (θ) و طول موج آن (λ)، می‌توان فاصله بین لایه‌های سیلیکاتی (d) را محاسبه کرد که برای (کلوزیت B ۳۰) معادل $1/822 \text{ nm}$ به دست می‌آید. در منحنی‌های XRD مربوط به نمونه‌های E ۷، E ۱۰ و E ۱۲ اپوکسی/خاک رس، این قله بسیار ضعیف است و به دلیل افزایش فواصل بین لایه‌ها به سمت زاویه تفرق کمتر جابه‌جا شده، اما بی‌نظمی به طور کامل ایجاد نشده است. این موضوع به ویژه در مورد نمونه‌های E ۱۰ و E ۱۲ در قالب یک پیک ضعیف قابل مشاهده است. در نمونه E ۱۱ (نمونه تهیه شده به روش حلال به صورت دو مرحله‌ای)، وضعیت متفاوت بوده و پیک به طور کامل حذف شده است که نشان دهنده جدایش کامل لایه‌ها و افزایش فواصل بین آنها در خاک رس است. به طور کلی با افزایش فاصله بین لایه‌ها، نمودارهای XRD پهن‌تر و کشیده‌تر می‌شود. در ریز ساختار میان لایه‌ای شدن به علت ورود زنجیره‌های پلیمری بین لایه‌های سیلیکاتی، فاصله بین لایه‌ها افزایش می‌یابد ولی ساختار بلوری حفظ می‌شود. به همین دلیل، نانوکامپوزیت تهیه شده در حضور حلال و دو مرحله‌ای (روش ۴) شرایط بهتری از لحاظ فواصل لایه‌ها و کیفیت توزیع نانوذرات خاک رس دارد. خواص مکانیکی نمونه‌های تهیه شده با روش‌های مختلف اختلاط در جدول ۱ درج شده است.

بررسی منابع علمی نشان می‌دهد که با افزایش سختی، خواصی مانند استحکام کششی و مدول افزایش یافته ولی درصد ازدیاد طول نمونه‌های پلیمری کاهش می‌یابد. این روند در نمونه‌های نانوکامپوزیت صادق بوده و همان‌گونه که در جدول ۱ ملاحظه می‌شود، خواص مکانیکی نمونه‌های ساخته شده با روش حلالی نسبت به روش بدون حلال از خواص بهتری برخوردار است. این نتایج با نتایج حاصل از نمودارهای XRD همخوانی دارد.

ماوراء صوت قرار گرفت. با افزودن اپوکسی رزین به این سوسپانسیون و عمل اختلاط با سرعت 1000 rpm ادامه یافت. با ۲ ساعت تابش (ماوراء صوت) این مرحله تکمیل و پس از خاتمه عمل پراکنش نانو ذره، فرآیند گاز زدایی انجام گردید. عملیات گاز زدایی مانند روش ۳، در سه مرحله به ترتیب شامل یک ساعت در دمای 50°C ، یک ساعت در دمای 70°C و ۱۶ ساعت در دمای 100°C در آن خلا (200 mmHg) انجام شد. پس از کامل شدن فرآیند گاز زدایی، سخت‌کننده^۱ به آن افزوده شد و ۵ دقیقه عمل اختلاط با سرعت 300 rpm انجام گرفت. سپس نمونه با ابعاد $15 \text{ cm} \times 15 \text{ cm}$ قالب‌گیری و در آن خلا به مدت نیم ساعت قرار گرفت با توجه به مرور منابع علمی [۷] و تجربیات قبلی، عملیات پخت به مدت ۲ ساعت در دمای 75°C و پخت نهایی به میزان ۱ ساعت در دمای 140°C انجام و صفحات نانوکامپوزیتی با ابعاد $15 \text{ cm} \times 15 \text{ cm}$ تهیه شد.

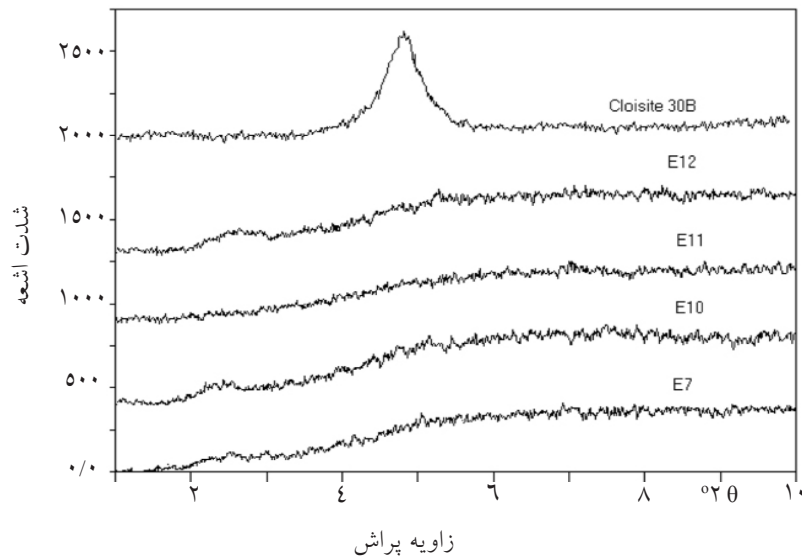
روش انجام آزمون‌ها

استحکام، مدول کششی و درصد ازدیاد طول از روش استاندارد ASTM-D ۶۳۸ و مقاومت و مدول خمشی از روش استاندارد ASTM-D ۷۹۰ و با بهره‌گیری از دستگاه اندازه‌گیری مقاومت کششی^۲ مدل Z ۳۰ ساخت شرکت Zwick/Roell آلمان، اندازه‌گیری شد. مقاومت به ضربه با روش استاندارد ASTM-D ۲۵۶ با استفاده از دستگاه Zwick/Roell- Z ۳۰ آلمان تعیین گردید. تعیین سختی نمونه‌ها با متد (shore D) و از روش استاندارد ASTM-D ۲۲۴۰ توسط دستگاه Zwick آلمان صورت گرفت. سنجش میزان زاویه تفرق و فاصله بین لایه‌های سیلیکاتی از طریق آزمون تفرق اشعه X^۳ و توسط دستگاه Philips PW ۱۸۴۰ -Cu- K α Radiation ($\lambda = 0/154 \text{ nm}$) -Nickel-Filtered در شرایط: ولتاژ 40 kV ، شدت جریان 25 mA و سرعت اسکن $5^\circ/\text{min}$ انجام شد.

نتایج و بحث

تاثیر روش ساخت بر نحوه توزیع نانوذرات خاک رس در نمونه‌های اپوکسی/خاک رس در منحنی‌های XRD در

1. Hardner
2. Tensile Testing Machine
3. X-ray Diffraction (XRD)
4. $n\lambda = 2d \sin\theta$



شکل ۱- نمودار تفرق اشعه X نانوذرات خاک رس (Cloisite 30B) و نمونه‌های اپوکسی/خاک رس تهیه شده با روش‌های مختلف اختلاط: E ۷: روش بدون حلال با دما، E ۱۰: روش با حلال به صورت یک مرحله‌ای، E ۱۱: روش با حلال به صورت دو مرحله‌ای و E ۱۲: روش بدون حلال و بدون دما

جدول ۱- خواص مکانیکی نمونه‌های تهیه شده با روش‌های مختلف اختلاط (غلظت خاک رس: ۳٪، سرعت اختلاط: ۲۰۰۰ rpm، زمان اختلاط ۱ ساعت و ماوراء صوت: ۲ ساعت)

آزمون / روش	نمونه شاهد (بدون نانوذره)	روش ۱ (اختلاط) مستقیم در دمای محیط	روش ۲ (اختلاط) مستقیم در دمای ۷۵ °C	روش ۳ (با حلال ۱) مرحله‌ای	روش ۴ (با حلال ۲) مرحله‌ای
استحکام کششی (Mpa)	۶۱/۷۰	۵۵/۰۰	۶۲/۰۰	۶۰/۰۰	۶۱/۰۰
مدول کششی (Mpa)	۲۲۱۲/۰۰	۲۰۲۲/۰۰	۲۲۵۸/۰۰	۲۳۲۹/۰۰	۲۳۶۱/۰۰
درصد ازدیاد طول در نقطه پارگی	۳/۲۰	۲/۲۰	۳/۰۰	۳/۵۰	۳/۶۰
مقاومت ضربه (kgf.cm/cm)	۱/۷۳	۲/۲۰	۱/۳۲	۳/۱۰	۲/۹۰
مقاومت خمشی (Mpa)	۸۸/۰۰	۸۰/۰۰	۴۸/۷۰	۱۰۰/۰۰	۱۰۸/۰۰
مدول خمشی (Mpa)	۲۵۳۴/۰۰	۱۷۵۸/۰۰	۱۷۶۵/۰۰	۲۶۳۷/۰۰	۳۱۳۰/۰۰
سختی (shore D)	۸۵/۰۰	۸۸/۵۰	۸۹/۰۰	۸۹/۵۰	۹۰/۰۰

شده با سرعت‌های مختلف اختلاط در جدول ۲ نشان می‌دهد که خواص نانوکامپوزیت تهیه شده با سرعت ۲۰۰۰ rpm، با غلظت و زمان یکسان، به علت توزیع مناسب‌تر نانو ذره و ورود بهتر رزین به درون لایه‌ها در این سرعت، از شرایط بهتری برخوردار است.

نقش زمان تابش ماوراء صوت

با هدف بررسی اثر زمان تابش ماوراء صوت بر خواص نانوکامپوزیت، نمونه‌هایی در غلظت، سرعت و زمان اختلاط مکانیکی ثابت و زمان تابش ماوراء صوت متفاوت تهیه شد. نتایج حاصل در جدول ۳ ملاحظه می‌شود. داده‌های جدول ۳ نشان می‌دهد که قرارگیری مخلوط اپوکسی و نانوذره تحت تابش ماوراء صوت بر خواص نانو کامپوزیت تاثیر مثبت دارد و محصول تهیه شده در زمان ۲ ساعت از خواص مکانیکی بهتری برخوردار است.

حذف قله مربوط به نانوذرات خاک رس در ناحیه $2\theta = 4/8^\circ$ در طیف‌های نمونه‌های کامپوزیتی موید جدایش، تفکیک و توزیع لایه‌ها و پراکنش آن در سطح ماتریس بوده و این تغییر ریز ساختاری و رسیدن به شرایط توزیع مناسب، منتج به بهبود خواص کامپوزیت شده است. بررسی منحنی‌های XRD حاصله نشان می‌دهد نانوذرات موجود در روش ۴، از توزیع بهتری نسبت به روش ۳ برخوردار است، با این وجود خواص مکانیکی نمونه‌های تهیه شده با این دو روش، اختلاف ناچیزی با هم دارد. به همین علت و به دلیل سهولت و سرعت فرآیند تهیه نمونه‌ها، از روش ۳ برای تهیه نمونه‌های بعدی استفاده شد.

نقش سرعت اختلاط

تاثیر سرعت اختلاط در روش ۳ بر خواص نانو کامپوزیت اپوکسی/خاک رس در جدول ۲ ارائه شده است. نتایج آزمون ارزیابی خواص مکانیکی سه محصول ساخته

جدول ۲- بررسی اثر سرعت اختلاط (غلظت خاک رس: ۵٪، زمان اختلاط ۱ ساعت و ماوراء صوت ۲ ساعت)

سرعت اختلاط (rpm)			نوع آزمون
۲۰۰۰	۱۰۰۰	۵۰۰	
۷۰/۰۰	۵۷/۵۷	۵۷/۸۲	استحکام کششی (Mpa)
۲۶۸۸/۰۰	۲۴۰۵/۰۰	۲۱۶۱/۶۰	مدول کششی (Mpa)
۳/۹۰	۳/۱۰	۳/۰۰	درصد ازدیاد طول در نقطه پارگی
۱۱۲/۰۰	۸۲/۰۰	۷۴/۱۰	مقاومت خمشی (Mpa)
۳۳۴۸/۰۰	۳۰۷۶/۰۰	۳۰۹۱/۰۰	مدول خمشی (Mpa)
۳/۱۰	۱/۸۵	۱/۲۹	مقاومت به ضربه (kgf.cm/cm)

جدول ۳- تاثیر زمان تابش ماوراء صوت (غلظت خاک رس: ۵٪، سرعت اختلاط ۲۰۰۰ rpm، زمان اختلاط: ۱ ساعت)

زمان تابش ماوراء صوت			آزمون
۲ ساعت	۱ ساعت	۰/۵ ساعت	
۷۰/۰۰	۵۸/۲۰	۵۷/۷۱	استحکام کششی (Mpa)
۲۶۸۸/۰۰	۲۲۱۸/۰۰	۲۲۰۲/۵۰	مدول کششی (Mpa)
۳/۹۰	۳/۳۰	۳/۲۰	درصد ازدیاد طول در نقطه پارگی
۱۱۲/۰۰	۷۷/۷۰	۷۴/۲۵	مقاومت خمشی (Mpa)
۳۳۴۸/۰۰	۳۱۱۲/۸۰	۲۹۵۶/۰۰	مدول خمشی (Mpa)
۳/۱۰	۱/۴۰	۱/۴۶	مقاومت به ضربه (kgf.cm/cm)

به ماتریس در مقایسه با رزین خالص فاقد نانو ذره، باعث تقویت و بهبود خواص مکانیکی شده است. میزان بهبود خواص مکانیکی از صفر تا ۵٪ سیر صعودی دارد، ولی در غلظت بالاتر، بسیاری از خواص دچار کاهش می‌شود. این موضوع می‌تواند به دلیل عدم توزیع مناسب ناشی از میل به تجمع نانوذرات در غلظت‌های بالا باشد. در نتیجه با افزودن ۵٪ خاک رس به رزین اپوکسی، خواص مکانیکی نانوکامپوزیت بهبود می‌یابد.

آزمون تفرق اشعه X (XRD) و ارزیابی مورفولوژیکی

به منظور بررسی و مطالعه نحوه توزیع نانو ذرات خاک رس و میزان پراکندگی آنها در بستر رزین و تأیید ورود رزین اپوکسی به داخل لایه‌های خاک رس، نمودار XRD مربوط به خاک رس خالص با نمونه‌های کامپوزیت حاوی ۳ و ۵٪ خاک رس مقایسه گردید. خاک رس خالص در نمودار XRD شکل ۲-الف، در ناحیه $2\theta = 4/81^\circ$ و در $d\text{-spacing} = 18/4^\circ A$ (پیک) قوی دارد، در حالی که در نمودار ۲-ب، این قله برای نمونه‌های حاوی ۳ و ۵٪ خاک رس از بین رفته که نشانه جدایش لایه‌ها در کلوزیت B ۳۰ است [۷].

در شکل ۲-الف قله مربوط به خاک رس خالص در ناحیه $2\theta = 4/8^\circ$ دیده می‌شود و در طیف‌های مربوط به نمونه‌های نانوکامپوزیت ساخته شده شکل ۲-ب حذف قله نشان دهنده وقوع بی‌نظمی و افزایش فواصل لایه‌های سیلیکاتی خاک رس و توزیع مناسب آن در ماتریس است.

عامل ماوراء صوت، امکان لایه لایه شدن و افزایش فاصله بین لایه‌های نانو ذره خاک رس و در نتیجه تسهیل نفوذ رزین اپوکسی به داخل فواصل بین لایه‌ای نانو ذرات خاک رس را موجب شده و به علت توزیع مناسب‌تر، افزایش فواصل بین لایه‌ها، پراکنش بهتر و مناسب‌تر و در نتیجه میزان برهم‌کنش بین سطحی بیشتر ایجاد می‌کند که ناشی از ساختار لایه‌ای شکل خاک رس و بالابودن نسبت طول به سطح است. بنابراین خواص مکانیکی نانوکامپوزیت مانند مدول و استحکام کششی بهبود می‌یابد.

تأثیر غلظت نانوذرات خاک رس

مطابق نتایج ارائه شده در جداول ۲ و ۳ و مشخص شدن تأثیر زمان تابش امواج ماوراء صوت و سرعت اختلاط بر خواص نانوکامپوزیت اپوکسی و همچنین تعیین شرایط مناسب فرآیند تهیه، در این مرحله، متغیرهای زمان تابش و دور همزن ثابت فرض شد و نمونه‌های مورد نظر با غلظت‌های مختلف نانو خاک رس تهیه گردید و با انجام آزمون‌های مرتبط، خواص مکانیکی و ریخت‌شناسی (مورفولوژی) نانوکامپوزیت مورد ارزیابی قرار گرفت.

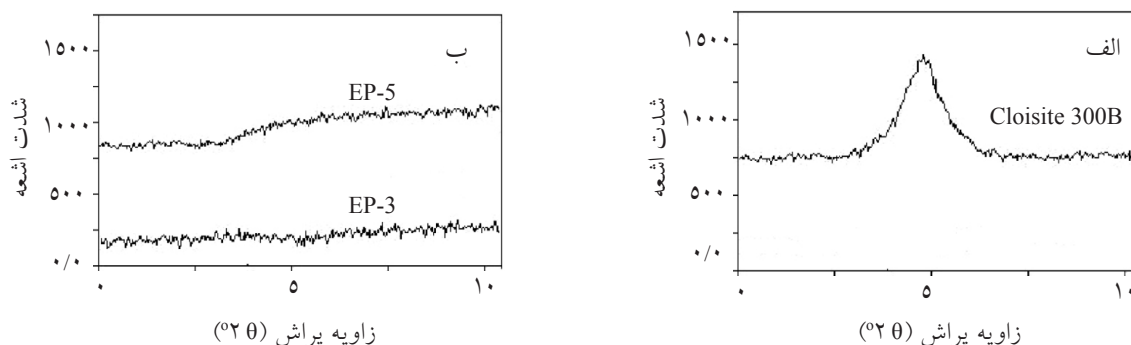
ارزیابی خواص مکانیکی

در جدول ۴ خواص نمونه‌های نانوکامپوزیت اپوکسی-خاک رس حاوی غلظت‌های مختلف با نمونه شاهد (اپوکسی رزین خالص بدون نانو ذره) مقایسه شده است.

نتایج جدول ۴ نشان می‌دهد، افزایش نانو ذره خاک رس

جدول ۴- بررسی اثر غلظت خاک رس (سرعت اختلاط ۲۰۰۰ rpm و زمان: ۳ hr)

غلظت خاک رس (wt.%)					آزمون
۰	۱	۳	۵	۷	
۶۱/۷۰	۶۶/۰۰	۶۰/۰۰	۷۰/۰۰	۶۱/۰۰	استحکام کششی (MPa)
۳/۲۰	۳/۱۰	۳/۵۰	۳/۹۰	۳/۵۰	درصد ازدیاد طول در نقطه پارگی
۲۲۱۲/۰۰	۲۲۱۹/۰۰	۲۳۲۹/۰۰	۲۶۸۸/۰۰	۲۴۰۶/۰۰	مدول کششی (MPa)
۳/۲۰	۳/۴۰	۳/۵۰	۳/۹۰	۳/۰۰	درصد ازدیاد طول در نقطه پارگی
۸۸/۰۰	۹۰/۰۰	۱۰۰/۰۰	۱۱۲/۰۰	۸۷/۰۰	مقاومت خمشی (MPa)
۲۵۳۴/۰۰	۲۸۶۳/۰۰	۲۶۳۷/۰۰	۳۳۴۸/۰۰	۳۱۸۹/۰۰	مدول خمشی (MPa)
۱/۷۳	۳/۳۰	۳/۱۰	۳/۱۰	۲/۴۰	مقاومت به ضربه (kgf.cm/cm)



شکل ۲- طیف‌های XRD- (الف)- نمونه خاک رس خالص و (ب)- نمونه‌های نانوکامپوزیت اپوکسی خاک رس: EP-3 اپوکسی حاوی ۳٪ ذره و نانو EP-5 اپوکسی حاوی ۵٪ نانوذره

خواص نانو کامپوزیت با نمونه اپوکسی خالص مقایسه شد. نتایج به دست آمده نشان داد که استفاده از حلال در بهبود خواص موثر بوده و نتیجه آزمون تفرق اشعه ایکس (XRD) نیز موید توزیع مناسب ذرات خاک رس، لایه لایه شدن و افزایش فاصله لایه‌ها تا غلظت ۵٪ نانوذره است. با افزودن ۵٪ خاک رس به رزین اپوکسی، استحکام کششی و مدول کششی به ترتیب به میزان ۱۳/۴٪ و ۲۱/۵٪ و مدول خمشی حدود ۲۷/۲٪ افزایش یافت.

نتیجه‌گیری

روش‌های مختلف تهیه و ساخت نانو کامپوزیت اپوکسی رزین ترموست با افزایش غلظت‌های مختلف نانو خاک رس مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد، وجود حلال بر خواص محصول نهایی اثر مثبت دارد. با انجام آزمون تفرق اشعه X (XRD) و مطالعه نمودارهای حاصل، روش بهینه تهیه محصول (روش ۳) انتخاب و تاثیر عوامل غلظت نانوذره، سرعت و زمان اختلاط و تابش ماوراء صوت (سونیکیشن) بر روی خواص نمونه بررسی گردید.

مراجع

- [1]. Alexandrov I. V. and Master N. A. E., Sci. Eng, Master. Sci. Eng., Vol. 286., pp. 110, 2000.
- [2]. Becker O. V., Simon R. and Morphology G., "Thermal relaxations and mechanical properties of layered silicate nanocomposites based upon high-functionality epoxy resins", Polymer. Vol. 43, pp. 4365-4373, 2002.
- [3]. Wang K., Jing Shen L.W., Ling chen W., and Chaobin H., "Preparation of highly exfoliated epoxy/clay nanocomposites by slurry compounding: Process and Mechanisms", Langmuir Vol. 21, pp. 3613-3618, 2005.
- [4]. Chun K. L., Kin-Tak L., Hoj-Yan C. and Hang- Yin L., "Effect of Ultrasound Sonication in nanoclay Clusters of Nanoclay/Epoxy Composites Materials Letters", Vol. 59, pp. 1369-1372, 2005.
- [5]. Shao-ping R. Y. X. L., Yi-quanzhen Y. D. and Man-geng L., "Curing reaction characteristics and phase behaviours of biphenol type epoxy resins with phenol novolac resins", Theymochimico acta, Vol. 440, pp. 60-67, 2006.
- [6]. Huang C. J., S. Y. F., H. Zhang Y., BLauke L. F. L. and ye I., "Cryogenic Properties of SiO_2 /Epoxy Nanocomposites", Vol. 45, No. 6, pp. 450-454, 2005.
- [7]. Khanbabaee Gh., Aalaie J., Rahmatpour A., Khoshniyat A. R. and Gharabadian M. A., "Preparation and properties of epoxy-clay nanocomposites", J. Macrom. Sci., Part B: Physics, Vol. 46, pp. 975-986, 2007.
- [8]. Cigdem B. and Goknur Bayram U. Y., "Synthesis and characterization of epoxy based nanocomposites", J.

- of Applied Polymer Sci., Vol. 98, pp. 1081-1086, 2005.
- [9]. Toshio O., Takahiro Y. I. T. I. and Toshiyuki Ogura A., "*Helium gas permeability of montmorillonite/epoxy nanocomposites*", Composites, Vol. 37, pp. 2236-2240, 2006.
- [10]. Jinwei Wang S. Q., *Study on the thermal and mechanical properties of Epoxy-Nanoclay Composites*. Materials Letters, 2007.
- [11]. Akbari B., Bagheri R., "*Deformation Mechanism of Epoxy/Clay nanocomposites*", Vol. 43, pp. 782-788, 2007.
- [12]. Pashaiee Sh. Siddaramaiah, Akheel Ahmad Seyed, APRN, Journal of Engineering and applied science. Vol.5, No.12, 2010.
- [13]. Aidah J. Costas S., Jamaluddin M., Nurulnatisya A., Procediz Engineering, Vol. 41, p p. 1607-1613, 2012 B
- [14]. Bozorgian A., Navid M., Abdolreza M., "*Engineering and Technology Word academy of science*", Vol .49, 2011.
- [15]. Guastavino E. A., *Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*, Annual Report, 2010.
- [16]. Lei Wang, K. W., Ling Ch., Yong W. Zh., and Chaobin H., "*Preparation, morphology, and thermal/ mechanical properties of epoxy/nanoclay composites*", Applied Sci. and Manufactureing, Vol. 37, No.11, 2006.
- [17]. R. Gusmin D. V., J. Cuartero A. M., Chiminelli A. and Tolossana N., "*Mechanical properties of SWNT/epoxy composites*", Macromolecular Science., Vol .37(Part B), pp. 273-277, 2006.
- [18]. Kotshiokova R., "*Processing-Structure-Properties Relationships of Mechanichally and Thermally Enhanced Smectite /Epoxy Nanocomposites*", Applied Polymer Sci., Vol. 97, pp. 2499-2510, 2005.
- [19]. S. A. J. R. A. M., POLY ETHYLENE. Macromolecular Science., Vol .46 (Part B), pp. 877-889, 2007.