

# تهیه و شناسایی رزین اپوکسی مایع دی گلیسیدیل اتربیس فنول A (DGEBA)

## Preparation and Characterization of Liquid Epoxy Resin DGEBA

فرحناز شیران<sup>۱</sup>، اعظم رحیمی\*<sup>۲</sup>، فرامرز افشار طارمی<sup>۱</sup>

۱- تهران، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، دانشکده مهندسی پلیمر، صندوق پستی ۱۵۸۱۷۵/۴۴۱۳

۲- تهران، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران، پژوهشکده علوم، صندوق پستی ۱۴۹۶۵/۱۱۵

دریافت: ۸۱/۸/۲۹، پذیرش: ۸۱/۱۱/۲

### چکیده

رزینهای اپوکسی به علت چسبندگی عالی، چقرمگی و عایق بودن و خواص شیمیایی و فیزیکی خوب کاربردهای فراوانی در صنایع گوناگون دارند. در این پژوهش، از واکنش پلیمر شدن اپی کلروهیدرین و بیس فنول A با نسبت مولی ۱۲ به ۱ در مجاورت کاتالیزور سود رزین اپوکسی مایع با توزیع وزن مولکولی باریک سنتز شد. رزین حاصل، که به رنگ زرد روشن بود، به کمک روشهای IR، <sup>1</sup>H NMR، DSC و GPC شناسایی و اکی والان اپوکسی و محتوای کلر آن به وسیله تجزیه شیمیایی معین شد. برای بالا بردن خلوص محصول نحوه اضافه کردن سود و سیستم واکنش تغییر داده شد و در نهایت با اضافه کردن سود به شکل محلول ۴۰ درصد وزنی و تقطیر همزمان اپی کلروهیدرین در واکنش و جدا کردن آب از آن، محصولی با محتوای اپوکسی ۰/۵۲ اکی والان به ۱۰۰ g و محتوای کلر ۰/۲۵ درصد بدست آمد. گرانروی محصول در دماهای مختلف اندازه گیری و از روش TLC برای مطالعه اجزای تشکیل دهنده رزین اپوکسی مایع استفاده شد.

### واژه های کلیدی

اپی کلروهیدرین، بیس فنول A، سدیم هیدروکسید، شناسایی، کوپلیمر

### مقدمه

کاربردهای فراوانی در پوششها و صنایع الکترونیک یافته اند [۳]. با اینکه امروزه انواع متفاوت رزینهای اپوکسی تهیه می شوند، رزینهای متداول مورد استفاده از اپی کلروهیدرین و بیس فنول A سنتز می شوند [۴].

رزینهای اپوکسی از جمله پلیمرهای پرمصرف در صنایع مختلف اند [۱]. چسبندگی عالی رزینهای اپوکسی موجب مصرف این رزینها در صنایع چسب سازی شده است [۲]. انواع این رزینها به علت مقاومت خوب در برابر قلیا، چقرمگی و بالا بودن ضریب دی الکتریک

### Key Words

epichlorohydrin, bisphenol A, sodium hydroxide, characterization, copolymer

\* مسئول مکاتبات، پیام نگار: A.Rahimi@ippi.ac.ir

روشهای گوناگونی برای تهیه رزینهای اپوکسی مایع پیشنهاد شده که اساس همه آنها یکسان است. در همه این روشها، ابتدا بیس فنول A در اپی کلروهیدرین حل می گردد و پس از رسیدن مخلوط به دمایی که در آن رفلاکس حلال صورت می گیرد سود افزوده می شود. سود می تواند به شکل جامد [9] یا محلول اضافه شود [10]. اپی کلروهیدرین واکنش نداده را بعد از انجام واکنش می توان تقطیر کرد. در صورتی که تقطیر اپی کلروهیدرین در حین واکنش صورت گیرد، در یک مبرد اپی کلروهیدرین و آب از یکدیگر جدا شده و اپی کلروهیدرین به ظرف واکنش برگردانده می شود که بدین ترتیب نتایج بهتری بدست می آید [11]. امروزه با استفاده از پلی اترهای حلقوی با وزن مولکولی ۴۵۰۰ می توان مقدار اپوکسی محصول را به  $0.549 \text{ eq/g}$  در  $100 \text{ g}$  رساند [12]. استفاده از روی آکریلات به هنگام سنتز رزین اپوکسی باعث افزایش مقاومت شیمیایی و گرمایی رزین پخت شده می گردد [13].

بازهایی که به عنوان کاتالیزور مورد استفاده قرار می گیرند عبارتند از: نمکهای فلزات قلیایی که معمولاً نمکهای لیتیم یا پتاسیم بکار گرفته می شوند، ترکیبات فسفین یا فسفونیوم، تیواترها، بازهای لوئیس مانند آمینهای نوع سوم یا ترکیبات آمونیوم و در نهایت هیدروکسیدهای سدیم و پتاسیم که بیشترین مصرف را دارند [14].

معمولاً از سدیم هیدروکسید به عنوان کاتالیزور واکنش استفاده می شود. سود مصرفی به میزان ۲ تا ۲/۳ مول به ازای هر مول بیس فنول A است. عمل خالص سازی دی گلیسیدیل اتر بیس فنول A (DGEBA) با متبلور کردن آن در یک حلال مناسب انجام می گیرد [15]. برای متبلور کردن از حلالهای گلیسیدیل اتر که دارای یک گروه اپوکسی اند استفاده می شود. حلال مورد استفاده مرسوم در متبلور کردن، بوتیل گلیسیدیل اتر است. برای خالص سازی به محلول ۹۰ درصد از رزین تقریباً خالص در بوتیل گلیسیدیل اتر دانه های بلور DGEBA اضافه می گردد که مقدار آن ۰/۳ درصد است. سپس، محلول در دمای پایین برای مدت ۳ روز نگهداری می شود. بعد از سه روز ۶۶ درصد از DGEBA خالص به صورت متبلور بدست می آید که وزن مولکولی آن ۳۸۰ است.

## تجربی

### مواد

مواد مصرفی در سنتز رزین اپوکسی مایع (DGEBA) عبارتند از: اپی کلروهیدرین ساخت شرکت مرک، بیس فنول A فنول زدایی شده ساخت پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران، سدیم هیدروکسید ساخت

رزین اپوکسی در سال ۱۹۰۹ توسط یک شیمیدان روسی به نام پریشاژو تهیه شد. وی نخستین کسی بود که واکنش بین اولفینها و پروکسی بنزوئیک اسیدها را که تشکیل اپوکسید می دادند گزارش کرد. در سال ۱۹۳۰ فاررز در سوئیس و رینولد در آمریکا یک رزین بیس فنول A با دمای ذوب پایین تولید کردند که در واکنش با فتالیک انیدرید تولید کامپوزیتی گرما سخت می کرد. اولین ثبت اختراع در مورد ترکیبات اپوکسی در سال ۱۹۳۴ ارائه شد. این ثبت اختراع شامل تولید محصولی از واکنش اپی کلروهیدرین و دی فنیل ال پروپان بود. در سال ۱۹۴۰ کستان، دی گلیسیدیل اتر بیس فنول A را از واکنش اپی کلروهیدرین با بیس فنول A تولید کرد. سیبا نخستین شرکتی بود که تولید تجاری رزینهای اپوکسی را آغاز کرد و هم اکنون شرکتهای دیگری نیز این رزین را به شکل تجاری تولید می کنند [5].

خواص برجسته رزینهای اپوکسی عبارتند از: چسبندگی عالی به سطوح مختلف، مقاومت عالی در برابر خوردگی و مواد شیمیایی، استحکام کششی زیاد، مقاومت در برابر ضربه و خواص مکانیکی خوب، چقرمگی قابل توجه، خواص دی الکتریکی بسیار عالی، مقاومت گرمایی زیاد به علت وجود ساختارهای آروماتیک، تنوع محصول به صورت مایع و جامد و با توجه به واکنش گروههای اپوکسی یا گروههای هیدروکسیل در برابر واکنشهای هسته دوستی و الکترون دوستی دامنه وسیعی از واکنشها را ارائه می دهند و همچنین عدم تولید مواد فرار به هنگام پخت.

رزین اپوکسی مایع از واکنش بیس فنول A و اپی کلروهیدرین در مجاورت یک باز بدست می آید. مرحله اول واکنش ترکیب بیس فنول A و اپی کلروهیدرین کاتالیز شده در مجاورت باز است که تولید یک کلروهیدرین می کند. در مرحله هیدروهالوژن زدایی، که در نتیجه واکنش واسطه کلروهیدرین با یک مقدار استوکیومتری از باز رخ می دهد، دی گلیسیدیل اتر تولید می شود [6].

واکنشهای جانبی دیگری نیز علاوه بر واکنش اصلی ممکن است رخ دهند که باعث کاهش محتوای اپوکسی می شوند [7]. سینتیک این واکنش مورد مطالعه قرار گرفته است [8]. نتایج حاصل از این مطالعه نشان می دهد که در مرحله اول، تمام باز مصرف شده گروههای هیدروکسیل موجود در بیس فنول A را به یونهای فنولات تبدیل می کند. همه گروههای هیدروکسیل فنولی واکنش پذیری یکسان دارند، ولی واکنش پذیری اپی کلروهیدرین بیشتر از گلیسیدیل اتر است. مرحله سریع واکنش مرحله حذف هیدروژن هالید از اترهای کلروهیدرین است. اضافه کردن دو مرحله ای باز نسبت به اضافه کردن یک مرحله ای آن نتایج بهتری را ارائه می دهد.

شرکت مرک، تولوئن و استون صنعتی.

#### دستگاهها

دستگاههای مورد استفاده در تجزیه و شناسایی رزین حاصل عبارتند از: طیف سنج زیرقرمز تبدیل فوریه (FTIR) فیلیپس مدل ۹۷۱۲ PU، دستگاه رزونانس مغناطیسی هسته  $^1\text{H}$  NMR Jeol مدل SI ۶۰ PMX-JNM، گرماسنج پویشی تفاضلی (DSC) پلیمر لاب مدل STA ۶۲۵، کروماتوگراف ژل تراوای واترز مدل ۱۵۰ ساخت آمریکا و گرانروی سنج بروکفیلد.

#### روشها

به یک بالن سه دهانه مجهز به مبرد همراه با جداکننده دین استارک مقدار معینی از اپی کلروهیدرین منتقل و سپس بیس فنول A به آن اضافه شد. برای مدتی اپی کلروهیدرین و بیس فنول A (در نسبت مولی ۱۰ به ۱) به وسیله یک همزن مغناطیسی با یکدیگر مخلوط شدند تا تمام بیس فنول A در اپی کلروهیدرین حل گردید. پس از رسیدن دما به  $115^\circ\text{C}$  و انجام رفلاکس بطور کامل مقداری از محلول سود ۴۰ درصد به وسیله قطره چکان به محصول اضافه گردید. اضافه کردن محلول سود بطور تدریجی و در فاصله زمانی ۱۵ دقیقه انجام گرفت. طی انجام واکنش، اپی کلروهیدرین تقطیر شد که پس از سرد شدن در داخل جداکننده دین استارک و جدا کردن آب از آن به داخل ظرف واکنش بازگردانده شد. بعد از اضافه کردن آخرین قسمت از سود و گذشتن ۱۵ دقیقه اپی کلروهیدرین اضافی با تقطیر در خلاء از مخلوط رزین و نمک جدا گردید. مخلوط رزین و نمک با تولوئن رقیق شده و به وسیله کاغذ صافی نمک از آن جداسازی شد. سپس، به کمک تقطیر، تولوئن از رزین جدا شده و رزین در آون خلاء قرار داده شد تا کاملاً خشک شود.

#### تعیین اکی والان اپوکسی

برای تعیین اکی والان اپوکسی (معادله ۱) از روش پتاسیم یدید استفاده شد. بعد از حل کردن رزین در ایزوپروپانول مقدار ۳ g پتاسیم یدید حل شده در ۵ g آب مقطر به آن اضافه گردید و پس از رفلاکس حلال مقدار ۲۰ قطره معرف برومو فنول آبی به آن افزوده شد و محلول نهایی با اسید ۰/۱ نرمال تا مشاهده نقطه زرد نهایی تیترا گردید.

$$\text{اکی والان اپوکسی} = \frac{V_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}}}{\text{وزن نمونه برحسب g در کیلوگرم رزین}} \quad (1)$$

که در آن  $V_{\text{HCl}}$  حجم اسید مصرف شده برحسب میلی لیتر و  $N_{\text{HCl}}$  نرمالیت اسید است.

#### تعیین محتوای کلر قابل هیدرولیز

برای این منظور محلول رزین همراه با KOH الکلی گرم شد و سپس محلول با HCl ۰/۱ نرمال تیترا گردید. معرف فنول فتالین در این تجزیه مورد استفاده قرار گرفت و نقطه پایانی تغییر رنگ فنول فتالین از صورتی به بی رنگ بود. برای محاسبه درصد محتوای کلر قابل هیدرولیز از معادله (۲) استفاده شد:

$$\text{درصد محتوای کلر قابل هیدرولیز} = \frac{(B-A) \times N \times 3.55}{W_t} \quad (2)$$

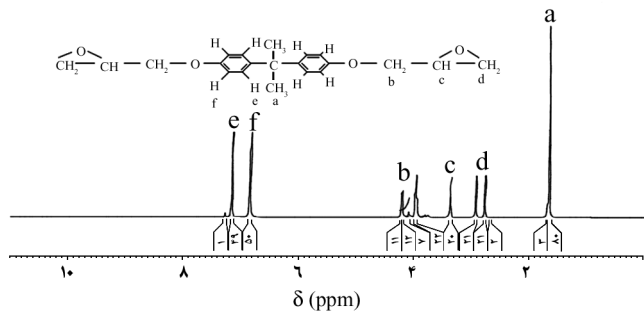
که در آن B مقدار اسید لازم برای تیتراسیون شاهد، A مقدار اسید لازم برای تیتراسیون نمونه، N نرمالیت اسید مصرفی و  $W_t$  وزن نمونه برحسب گرم است.

#### نتایج و بحث

همان طور که اشاره شد، رزین اپوکسی مایع (DGEBA) از واکنش بیس فنول A و اپی کلروهیدرین در مجاورت کاتالیزور بازی سدیم هیدروکسید به عنوان عامل تراکم تهیه می شود. محصول واکنش رزینی شفاف با رنگ زرد روشن است. برای شناسایی محصول بدست آمده از روشهای طیف سنجی زیرقرمز تبدیل فوریه، رزونانس مغناطیسی هسته، گرماسنجی پویشی تفاضلی و تجزیه گرماوزنی استفاده شد. همچنین، با روشهای کروماتوگرافی ژل تراوایی (GPC) و لایه نازک (TLC) رزین مورد بررسی قرار گرفت.

#### طیف FTIR رزین

طیف FTIR نمونه سنتز شده در شکل ۱ نشان داده شده و نتایج مربوط به این طیف در جدول ۱ آمده است. ناحیه  $3057 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاش کششی C-H آروماتیک و ناحیه  $2966$  و  $2930 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاش کششی C-H آلیفاتیک است. جذب موجود در نواحی  $1510$  و  $1655 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاش C=C حلقه بنزن است. جذب مشاهده شده در ناحیه  $1458 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاش خمشی گروه متیلن و جذب ناحیه  $1414 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاش خمشی گروه متیل است. سه پیک جذبی نواحی  $1184$ ،  $1148$  و  $1298 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاش کششی C-O اتری است. جذب ناحیه  $1107 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به C-O متصل به فنیل و ناحیه  $916 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به گروه اپوکسی است. دو پیک جذبی مشاهده شده در نواحی  $1890$  و  $2068 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به حلقه دو استخلافی از نوع پاراست.



شکل ۲- طیف  $^1\text{H NMR}$  رزین سنتز شده.

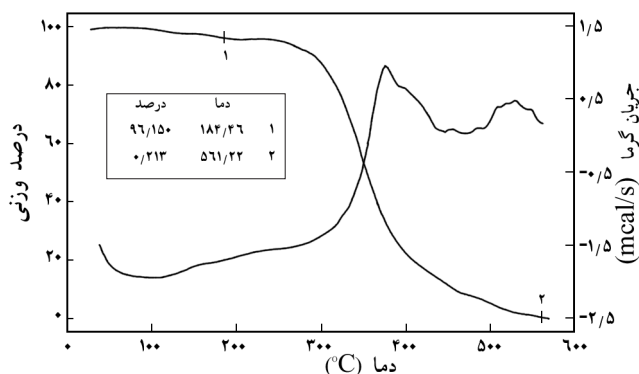
شیمیایی عبارتند از: ۸۰، ۲۱، ۲۰، ۲۲، ۱۲ و ۵۰. با تقسیم این مقادیر بر کوچکترین مقدار، نسبت تعداد هیدروژنهای بدست آمده به ترتیب عبارت است از: ۶، ۴، ۲، ۴ و ۸.

#### بورسی DSC رزین

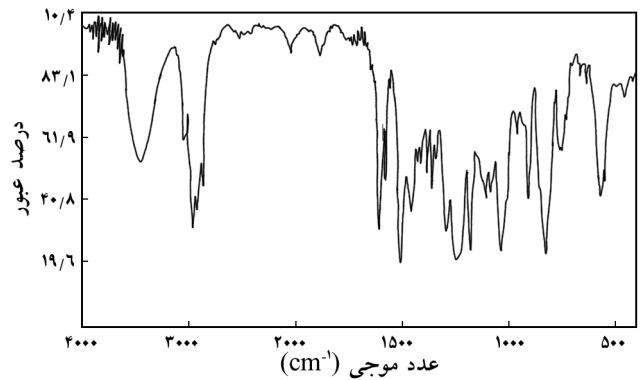
گرمانگاشت DSC-TG رزین اپوکسی تهیه شده در شکل ۳ نشان داده شده است. بررسی منحنی TG رزین ساخته شده خلوص بالای رزین را نشان می دهد. شیب مربوط به ناحیه ۱۰۰ تا  $184/46^\circ\text{C}$  مربوط به خارج شدن رطوبت موجود در رزین است. شروع تخریب رزین در دمای  $184/46^\circ\text{C}$  است که در این دما ۹۶/۱۵ درصد ماده باقیمانده است و پایان تخریب در دمای  $561/22^\circ\text{C}$  است، بطوری که ۰/۲۳۱ درصد از ماده باقی می ماند. بررسی منحنی DSC نشان می دهد تجزیه گرمایی رزین فرایندی گرماده است.

#### کروماتوگرافی ژل تراوایی

پیک GPC رزین تهیه شده که در شکل ۴ نشان داده شده است از حل



شکل ۳- گرمانگاشت DSC و TGA رزین سنتز شده.



شکل ۱- طیف FTIR رزین سنتز شده.

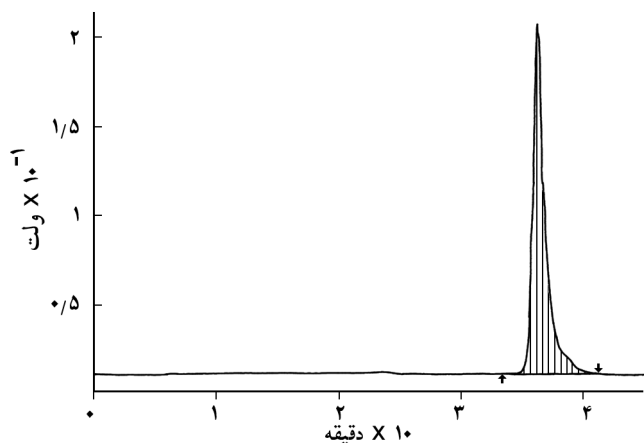
جذب ناحیه  $3454\text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاش کششی O-H و جذب  $831\text{ cm}^{-1}$  مربوط به استخلافهای آروماتیک است.

#### طیف $^1\text{H NMR}$ رزین اپوکسی

طیف  $^1\text{H NMR}$  رزین اپوکسی حل شده در  $\text{CDCl}_3$  در شکل ۲ نشان داده شده است. پیک یکتایی مشاهده شده در ناحیه ۱۷ ppm مربوط به هیدروژنهای گروه متیل و پیک دوتایی مشاهده شده در ناحیه ۲/۷ تا ۲/۹ ppm مربوط به هیدروژنهای  $\text{CH}_2$  حلقه اپوکسی است. پیک یکتایی موجود در ناحیه ۳/۳ ppm مربوط به CH حلقه اپوکسی است و پیک دوتایی در ناحیه ۳/۹ تا ۴/۲ ppm مربوط به هیدروژنهای  $\text{CH}_2$  اپوکسی متصل به حلقه است و پیکهای ناحیه ۶/۸ تا ۷/۱ ppm مربوط به هیدروژنهای حلقه بنزن است. شدت پیکهای بدست آمده به ترتیب افزایش جابه جایی

جدول ۱- نواحی طیف FTIR مربوط به جذب گروههای عاملی نمونه سنتز شده.

نواحی جذب ( $\text{cm}^{-1}$ )	گروه عاملی
۳۰۵۷	ارتعاش کششی C-H آروماتیک
۲۹۳۰ و ۲۹۶۶	ارتعاش کششی C-H آلیفاتیک
۱۶۵۵ و ۱۵۱۰	ارتعاش کششی C=C حلقه بنزن
۱۴۵۸	ارتعاش خمشی گروه $\text{CH}_2$
۱۴۱۴	ارتعاش خمشی گروه متیل
۱۲۹۸ و ۱۲۴۸، ۱۱۸۴	ارتعاش کششی C-O اتری
۱۱۰۷	ارتعاش کششی C-O متصل به فنیل
۹۱۶	گروه عاملی اپوکسی
۲۰۶۸ و ۱۸۹۰، ۸۳۱	استخلافهای فنیل از نوع پارا
۳۴۵۴	ارتعاش کششی O-H



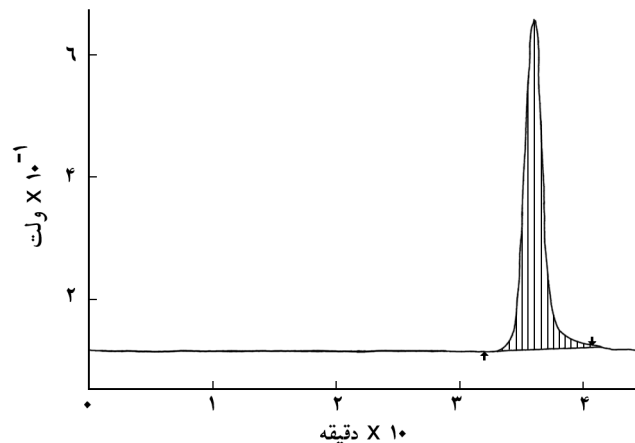
شکل ۵- پیک GPC رزین سنتز شده به روش افزودن سود به شکل جامد.

مربوط به دو نمونه وجود نداشت، بجز اینکه فقط جزء مربوط به کلروهیدرین در نمونه سنتز شده مشاهده شد. با حل کردن بیس فنول A در استون و نقطه گذاری پس از ریختن  $\text{CCl}_4$  و  $\text{CH}_3\text{Cl}$  به نسبت حجمی برابر ۲ به ۱ در بشر مربوط هیچ گونه تغییری در نقطه گذاشته شده مشاهده نشد و تنها این نقطه کمی به سمت بالا پیشروی داشت.

با توجه به نتایج بالا معلوم می شود که با استفاده از روش ارائه شده برای سنتز، رزینی با محتوای کلر کمتر و شفافیت بیشتر سنتز می شود که مقدار اپوکسی آن  $0.529 \text{ eq}$  در  $100 \text{ g}$  و محتوای کلر رزین حاصل  $0.25$  درصد است. گرانی رزین بدست آمده در دمای  $25^\circ\text{C}$  اندازه گیری و مقدار آن برابر  $10860 \text{ cP}$  است. با بررسی روشهای دیگر سنتز مشخص شد که ابتدا باید بیس فنول A در اپی کلروهیدرین بطور کامل حل شود و سرعت همزدن نقش بسیار مهمی در کیفیت محصول نهایی دارد. برای کنترل جرم مولکولی رزین حاصل نسبت مولی مناسب اپی کلروهیدرین به بیس فنول A برابر ۱۲ به ۱ است. کنترل دما و درصد آب موجود در محتوای واکنش بسیار مهم است. دما نباید بیشتر از  $150^\circ\text{C}$  باشد و درصد وزنی آب موجود در محتوای واکنش نباید بیشتر از یک تا ۵ درصد شود. اضافه کردن تدریجی محلول ۴۰ درصد سود باعث بالا رفتن کیفیت محصول نهایی می گردد. همچنین، باز مصرف شده به عنوان کاتالیزور باید دارای خلوص زیاد باشد. در صورتی که از  $2/1$  مول سود به ازای هر مول بیس فنول A استفاده شود، محصول نهایی دارای محتوای کلر کمتری خواهد بود.

#### بررسی گرانی رزین اپوکسی

نتایج حاصل از اندازه گیری گرانی رزین حاصل در دمای  $25^\circ\text{C}$  در جدول ۲ ارائه شده است. مطالعه نتایج نشان می دهد که رزین اپوکسی



شکل ۴- پیک GPC رزین سنتز شده به روش افزودن محلول سود.

کردن رزین سنتز شده در THF با چند توزیعی ۷۲، در شرایط زیر بدست آمد:

- نوع ذرات پرکننده ستون اولترا استایراژل به قطر  $10^4$ ،  $10^5$  و  $10^6 \text{ \AA}$ ،
- دما  $30^\circ\text{C}$ ،
- نوع آشکارساز RI (ضریب شکست)،
- سرعت جریان یک میلی لیتر بر دقیقه،
- حجم تزریق  $100 \mu\text{L}$ ،
- نوع استاندارد پلی استیرین ( $M_w$   $3 \times 10^6 - 2000$ )،
- زمان تجزیه ۴۵ دقیقه،
- غلظت محلولها  $0.5 \text{ g}$  در  $100 \text{ cc}$  حلال و
- تزریق بطور اتوماتیک انجام می شود.

حضور یک پیک GPC نسبتاً تیز نشان دهنده توزیع وزن مولکولی باریک نمونه سنتز شده است و خلوص زیاد نمونه را نشان می دهد. مقایسه این پیک با پیک نمونه ای که به روش افزودن سود به صورت جامد و بدون تقطیر اپی کلروهیدرین در زمان واکنش تهیه شده، نشان می دهد که با افزودن تدریجی سود نتایج بهتری بدست می آید. پیک این نمونه در شکل ۵ مشاهده می شود.

#### کروماتوگرافی لایه نازک

در این روش با بکار بردن مخلوط حلالهای  $\text{CCl}_4$  و  $\text{CH}_3\text{Cl}$  و استفاده از نمونه رزین در حلال استون روی صفحه مورد نظر سه جزء مشاهده شد که نشان دهنده دی گلیسیدیل اتریس فنول A و پلیمری با جرم مولکولی بیشتر و کلروهیدرین است که جزء کلروهیدرین در میان دو جزء دی گلیسیدیل اتریس فنول A و کلروهیدرین قرار می گیرد. با مقایسه TLC نمونه مورد نظر با نمونه مرجع که دارای محتوای کلروهیدرین بسیار ناچیز است، تغییر چندانی بین لکه های مشاهده شده

جدول ۲ - تغییرات گرانی روی نمونه رزین اپوکسی بر حسب دما.

گرانی روی (cP)	دما (°C)	صحت (%)	دور اسپیندل (rpm)	نوع اسپیندل
۱۰۸۶۰	۲۵	۸۶/۶	۴	TR <sub>۸</sub>
۵۹۵۰	۳۰	۷۷/۴	۶	TR <sub>۸</sub>
۱۹۸۰	۴۰	۷۹/۵	۲۰	TR <sub>۸</sub>
۷۶۰	۵۰	۷۵	۵۰	TR <sub>۸</sub>
۴۰۲۰	۳۰	۸۰	۶۰	TR <sub>۸</sub>
۲۷۰	۶۰	۵۴/۷	۱۰۰	TR <sub>۸</sub>

مجاورت کاتالیزور سدیم هیدروکسید بدست آمد. این رزین به کمک طیف سنجی زیر قرمز و رزونانس مغناطیسی هسته شناسایی شد. گرمانگاشت DSC نشان دهنده گرماده بودن تجزیه گرمایی این ماده است. نتایج حاصل از گرمانگاشت TGA نشان دهنده مقاوم بودن این ماده در برابر تجزیه گرمایی است. بررسی به کمک کروماتوگرافی ژل تراوایی درجه خلوص بالای محصول مشخص می شود. کروماتوگرافی لایه نازک سه جزئی بودن محصول را نشان می دهد. مقایسه نتایج کروماتوگرافی لایه نازک این رزین با نمونه متبلور شده نشان می دهد که این رزین از درجه خلوص بالایی برخوردار است.

بدست آمده یک ماده گرمانرم است، چون در اثر افزایش دما گرانی روی آن کاهش می یابد. در نتیجه با افزودن ماده پخت مناسب به این رزین گرمانرم می توان آن را به صورت گرماسخت درآورد که در اثر افزایش گرما، گرانی روی آن افزایش می یابد.

### نتیجه گیری

رزین اپوکسی مایع با توزیع وزن مولکولی باریک از واکنش بیس فنول A ساخت پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران با اپی کلروهیدرین در

### مراجع

- Henk S., Epoxy Resins, Production, Properties, Applications, *Eur. Coat. J.*; **6**, 458-459, 461-463, 1995.
- Emrick T., Tingchang H., Frechet J.M.J., Noodf J. and Baccei L., Hyperbranched Aromatic Epoxies in the Design of Adhesive Materials, *Polym. Bull.*; **45**, 1, 0001-0007, 2000.
- Batog A. E., Petko I. and Penczek P., Polymer Latexes Epoxide Resins-Polyampholytes, *Adv. Polym. Sci.*; **144**, 49-115, 1999.
- Laszlo S., Novel Epoxy Resin Formulations and Their Industrial Application, *Polym. Polym. Compos.*; **1**, 1, 71-79, 1993.
- Bhatnagar M.S., Epoxy Resins from 1980 to Date, Part 1, *Polym. Plast. Technol. Eng.*; **32**, 1&2, 53-113, 1993.
- Lee-etal H.; *Handbook of Epoxy Resins*; Mc-Graw Hill, New York, 2-4, 1967.
- Gerhartz W. and Stephen Y.; *Ulman's Encyclopedia of Industrial Chemistry*; VCH, Germany, **A9**, 547-562, 1987.
- Sakhoneko L.S., Rogovina S.Z. and Oshmyan V.C., Kinetics of Epoxide Resin Formulation, *J. Polym. Sci., Polym. Chem. Ed.*; **20**, 1231-1245, 1982.
- Dannenberg H., Curing Resin-Forming Compositions with Sufonic Acids, *US Pat. 2,631,138*; 10 March, 1953.
- Johan M. and Amsterdam G., Process for Manufacture of Glycidyl Ethers of Polyhydric Phenols, *US Pat. 2,995,583*; 1957.
- Barrymore T., Larkin S. and William E., Method of Preparation of Glycidyl Ether of Polyhydric Phenols, *US Pat. 2,995,583*; 1961.
- Penczek P., Rejdych J., Szczepaiak B. and Boncza Tomaszewski Z., Effect of Poly(oxyethylene)diols on the Synthesis and Properties of a Bisphenol A Based Liquid Epoxy Resins, *Int. Polym. Sci. Technol.*; **25**, 11, 89-95, 1998.

13. Manjid A. and Srivastava A.K., Synthesis of Zinc Containing Epoxy Resin , *J. Appl. Polym. Sci.*; **51**, 203-211, 1994.
14. Douglas R. S., Epoxidation Process , *US Pat. 3, 372, 142*; 1967.
15. Robert W., Fourie H. and Kenneth B., Production of High Purity Diepoxides , *US Pat. 3,093,66*; 11 June, 1963.

Archive of SID