

مطالعه خواص خوردگی پوشش های پلیمری اپوکسی حاوی نانو ذرات رس

نویسنده اول: میلاد ادراکی¹، دانشگاه آزاد تهران جنوب، دانشکده مهندسی پلیمر (دانشجو کارشناسی ارشد)

نویسنده دوم: داود زارعی، دانشگاه آزاد تهران جنوب، دانشکده مهندسی پلیمر (استادیار)

نویسنده سوم: محمد بنی مهد کیوانی، جهاد دانشگاهی رشت، دانشکده شیمی، (استادیار)

چکیده

اخیراً بعضی از انواع رس ها، خصوصاً «مونت موریلونیت» به خاطر ساختار لایه ای در اندازه نانومترش، ظرفیت مبادله کاتیون بالا و قابل دسترس بودن با قیمت پایین، توجه زیادی را به خود جلب کرده است. رزین ها اپوکسی که در این تحقیق استفاده شد، اپون 828 عامل پخت اپی کیور 8290 Y-60 (استفاده شده بعنوان لایه آستری برای جلوگیری از فرسایش در پوشش ها) و اپون 862 عامل پخت W (رزین اپوکسی فضا) و اپون 828 (D400). مورفولوژی نانوکامپوزیت ها با استفاده از انکسار اشعه ایکس با زاویه گسترده (WAXD)، انکسار اشعه ایکس با زاویه کوچک (SAXD) و میکروسکوپ انتقال الکترونی (TEM) مشخص شده، پیشرفت مورفولوژی برای نانو کامپوزیت ارگانوس اپوکسی فضایی از طریق محل اصلی SAXS کنترل و تجزیه و تحلیل شد جذب حلال نانوکامپوزیت ارگانوس - اپوکسی فضایی ورقه ورقه شده در استون بررسی شد و ضرایب انتشار حلال در اپون / ارگانوس برای ساخت پوشش ها بر روی سطح آلومینیوم مورد استفاده قرار گرفتند. خواص غیر سایشی پوشش نانوکامپوزیت بررسی و مورد بحث قرار گرفت.

کلمات کلیدی: مونت موریلونیت- پوشش اپوکسی- امپدانس الکتروشیمیایی- خوردگی.

1- مقدمه

حال نانوکامپوزیت های پلیمری حاوی سیلیکات - لایه ای مواد پلیمری جدیدی با سیلیکات های لایه ای به شکل صفحات با ورقه های از یک یا چندین نانو متر ضخامت و هزاران نانومتر بلند و طویل هستند بخاطر گسترش اندازه نانومتر سیلیکات های لایه ای با نسبت ابعاد بالا مساحت سطح بالا و قدرت بالا در ماتریکس پلیمر، نانوکامپوزیت ها در کل پیشرفت هایی را در خواص مواد پلیمری حتی در بار گذاری ذره با حجم خیلی کم (1/5 درصد) سیلیکات هایی لایه ای بر عکس بار گذاری ذره با حجم بالا (50٪) در ترکیب پیشرفته قدیمی نشان می دهند. این خواص می توانند شامل عملکرد مکانیکی، پایداری گرمایی، عملکرد مانع و تأخیر در وقفه در اشتغال [1-7] باشند. بارگذاری کم، ذرات غیرآلی، شفاف و وضوح هزینه پلیمری را حفظ کرده همچنین برای جریان پلیمر رایج و مرسوم جایز می باشد.

چندین نوع مورفولوژی زمانی بروز می کند که پلیمر با سیلیکات های لایه ای ترکیب می شود. [2، 8]

الف) پوشش های غیر قابل امتزاج، پلیمر و سیلیکات لایه ای کاملاً جدا می شود، هیچ زنجیره پلیمری در داخل فضای درون لایه لایه های سیلیکات نفوذ نمی کند.

¹ - Edraki5228@yahoo.com

ب) پوشش نانو حاوی رس لایه ای، پلیمر قابل رقابت با سیلکات های لایه ای است و زنجیره های پلیمری (رشته های پلیمری) در داخل فضای درون لایه نفوذ کرده تا حدی صفحات و ورقه های نانو را گسترش می دهند در حالی که ساختار لایه ای سیلیکات هنوز در بایگانی است¹.

پ) پوشش نانو حاوی رس پوسته پوسته ای، بسط و گستردگی سیلیکات لایه ای بقدری زیاد است که تقابل بین لایه به قدر کافی برای نگه داشتن بایگانی کپه ای شکل و جمعی قوی نیست و به طور مطلوب تک تک لایه های سیلیکات به طور کامل در ماتریکس مداوم پلیمر پراکنده و منتشر می شوند. ترکیبی که دارای ریخت و شکل غیر قابل امتزاج است ترکیب قدیمی است در حالی که ترکیب هایی که ریخت و شکل ورقه ورقه شده و پوسته پوسته دارند در کل نانوکامپوزیت ها یا ترکیبات نانو نامیده می شوند. اگرچه ریخت و ترکیب ورقه ورقه شده مطلوب این است تک تک لایه های سیلیکات به طور کامل در یک ماتریکس مداوم و جدا پراکنده شوند، این امر در کل زمانی ورقه ورقه شده پذیرفته می شود که فاصله درون صفحات بین لایه ها بیش از 100 \AA باشد چون فاصله درون صفحات سیلیکات لایه ای و ارگانو سیلیکات لایه ای به صورت $10-30 \text{ \AA}$ هستند، و در آنجا مقدار زیادی پلیمر وجود خواهد داشت که در داخل فضای درون لایه نفوذ می کنند.

انواع زیادی از سیلیکات های صفحه ای (ورقه ای) مثل مواد معدنی رسی وجود دارند. وسیع ترین سیلیکات لایه ای استفاده شده برای نانوکامپوزیت ها مونت موریلونیت است. مونت موریلونیت با ساختار سه لایه ای تکراری متشکل از دو صفحه یا ورق چهار وجهی سیلیکات که در یک صفحه هشت وجهی با لبه مشترک آلومینیوم آمیخته، درست شده [9-11/8] ابعاد برای این صفحات سیلیکات از نظر ضخامت $0/96$ نانومتر و تقریباً یکصد تا چند نانومتر بلندی می باشند [9 و 8 و 1]. سیلیکات های لایه ای آبدوست ساختار بایگانی کپه ای شکل دارند که آنها را قابل مقایسه با پلیمر آلی آگریز می سازد. در کل، سطح خاک رس باید برای پیشرفت قابلیت خیس بودن و قابل انتشار بودن خاک رس آگریزی اصلاح شود و تغییر کند، بخاطر جایگزینی ایزومورفی با اتم هایی با ظرفیت پایین، شالوده صفحه بارهای منفی به وجود می آورد که با چندین کاتیون در فضای درون لایه تعادل ایجاد می کند. این کاتیون ها را می توان به آسانی با سورفاکتانت هایی مثل کاتیون های آکلید آمونیوم مبادله کرد. گروه آلی معلق در سطح صفحات سیلیکات انرژی سطحی لایه های سیلیکات را پایین آورده سیلیکات لایه ای را با ماتریکس پلیمر قابل مقایسه می کند.

از زمان آغازین درباره نانوکامپوزیت ها توسط محققان تویاتو [10]، تحقیقات گسترده ای در مورد نانو کامپوزیت های سیلیکات لایه ای پلیمر انجام شده و اکثر تحقیقات بر آماده سازی نانوکامپوزیت متمرکز است [7-1]. اگرچه اکثر نانوکامپوزیت های ارگانورس که تاکنون گزارش شده اند، واسطه هستند (لایه لایه)، ساختارهای ورقه ورقه در پیشرفت خاصیت مواد پلیمری مطلوب ترند. مکانیسم ورقه ورقه شدن مهم است و اخیراً مورد توجه بوده [15-11]، اما هنوز روشن نیست، تأکید بر نانوکامپوزیت های سیلیکات لایه ای اپوکسی فضایی و نانوکامپوزیت های سیلیکات لایه ای اپوکسی مقدماتی می باشد. پیشرفت ریخت و شکل نانوکامپوزیت های اپوکسی فضایی و مکانیسم های ورقه ورقه شدن در طی فرآیند از طریق انکسار اشعه ایکس با زاویه کوچک (SAXS) و کالریمتری اسکن تفکیکی (DSC) مورد مطالعه قرار گرفت. خواص انتقال حلال ها در نانوکامپوزیت های اپوکسی فضایی بررسی شدند و خواص پوشش به عنوان حفظ ضد سایش نانوکامپوزیت ها با اسپکتروسکوپی امپدانس الکتروشیمیایی (EIS) مطالعه شد. اپوکسی فضایی که در اینجا مطالعه شد، مربوط به اپون 862 شیل (دیگلیسید بیس فنل F) با عامل پخت اپی کیور (دی اتیل تولوران دیامین) است. این سیستم اپوکسی، $(\sim 150^\circ\text{C})$ های انتقال از حالت شیشه ای بالا، خصوصیات عملکرد خوب اپوکسی، آمین های آروماتیک غیر MOA را درگیر می کند و ویسکوزیته پایین آن برای مدل انتقال رزین جایز است. رزین اپوکسی دوم که در این تحقیق استفاده شد مربوط به اپون 828 (دی گلیسیدیل بیسفنول) با عامل پخت Y-60-8290 این رزین در کل به عنوان لایه اولیه برای پوشش های هواپیما استفاده می شوند. سومین سیستم اپوکسی از اپون 828 با $MW \sim 400$ ، $n-NH_2$ ، $[-O-CH_2CH(CH_3)-]_n$ ، $NH_2CH_2CH(CH_3)-$ ، D400، جفآمین کجا می رود که همچنین به عنوان پوششی برای پوشش ضد فرسایش استفاده می شود.

¹ -registry

این تحقیق قسمتی از چنین طرح کلی است که انتظار می رود در آنجا خاصیت پوشش ضد و سایش پلیمر اولیه تقریباً ده بار تا نانوکامپوزیت های در حال پیشرفت سیلیکات لایه ای اپوکسی پیشرفت کند.

2- آزمایشی

2-1- مواد

اپون 862 (شیل، اپوکسی، بیس فنول F)، اپون 828 (شیل، اپوکسی - بیسفنول A)، اپی کیور عامل پخت W (شیل)، اپی کیور عامل پخت 60 - Y 8260، (شیل) 400 جفامین D400، (هانستمن) اسید هیدروکلریک و n- دسیل آمین و n- هگزا دسیل آمین (آلدریج)، SNA (محصولات رسی جنوب) و (نان آکور) E 1/30.

2-2- ارگانورس ها

SC10 (مونت موریلونیت - $(C_{11}H_{11}NH_3^+)$ ، SC16 (مونت موریلونیت $(C_{16}H_{13}NH_3^+)$ و SC18 (مونت موریلونیت $(C_{18}H_{17}NH_3^+)$ - از کلوزیت Na با ظرفیت تبادل کاتیون (92 meq/ 100 g) به ترتیب با n - دسیل آمین و کلرید هیدروژن، n - هگزا دسیل آمین و شیوه زیر پرداخت شدند: SNA به محلول اضافه شد. تعلیق مخلوط به مدت 6 ساعت در $65^\circ C$ ~ به جوش آمد. سوسپانسیون از صافی رد شد و جامد با مخلوط آب گرم و اتانول شسته شده و در طول شب در خلأ خشک شد.

2-3- پردازش

مقدار مطلوب ارگانورس به رزین اپوکسی اضافه شد مخلوط در دمای بالا به جوش آمد در حالی که عامل درمان استیو چمستریک به مخلوط اضافه شد، مخلوط حاصله در قالب ریخته و پخته شد. چرخه پخت برای رزین اپوکسی فضایی به شرح زیر است. قالب را در کوره تا $121^\circ C$ طی 30 دقیقه گرم کرده و به مدت 2 ساعت نگه دارید سپس تا $177^\circ C$ به مدت 30 دقیقه گرم کنید و برای 2 ساعت دیگر در $177^\circ C$ نگهدارید و در نهایت تا دمای محیط خنک کنید. برای عامل پخت 60- 8290Y اپون 828، به مدت 1 هفته در دمای اتاق یا در 100 درجه به مدت 1 ساعت پخت می شود. D400 جفامین - اپون 828 در دمای اتاق به مدت 1 هفته پخت شد.

2-4- پوشش

در مورد سیستم اپون 828 / Y-60، اپون 828 (32٪ وزنی) ابتدا به طور کامل با زایلن (10٪ وزنی) و تولوئن (10٪ وزنی) مخلوط و سپس کاملاً با عامل پخت 60- Y 8290- مخلوط شد (48٪ وزنی). فرمول فعال 30 دقیقه زمان القا باقی مانده و فیلم در AA2024- T3 تمیز به شکل مطلوب با استفاده از اپلیکاتور پایین آوردن Bird - style قرار گرفت. فیلم به مدت یک هفته در معرض جو محیط قرار گرفت تا پخت کامل حاصل شود. برای سیستم اپون 828 / D400 اپون 828، کاملاً با D400 جفامین (درصد وزنی 100:55) مخلوط و در AA2024 - T3 تمیز با استفاده از اپلیکاتور پایین آوردن Bird - style قرار گرفت: به مدت یک هفته در معرض جو محیط قرار گرفت تا پخت کامل حاصل شود.

2-5- توصیف

انکسار اشعه ایکس با زاویه پهن (WAXD) در انکسار سنج پودری اشعه ایکس ریگاکو انجام شد. قدرت ژنراتور 40 KV و 150 ma بود. و حالت اسکن با میزان اسکن 0/8 min مداوم بود و ردیف اسکن 2θ از 2° تا 10° بود. کمی SAXS در منبع نوری سینکروترون در آزمایشگاه شرکت نانوکفا در X27C پرتو خطی با کمک نشانگر یک بعدی ($\lambda = 1/366\text{\AA}$)، چند SAXS

دیگر با استفاده از دوربین استاتون فیلم سطح در یک RU-200 ریگاکو با $CuK\alpha$ به عنوان پرتو آن با طول موج $1/5418\text{\AA}$ گرفته شد. نیروی 50 کیلو وات و MA 150 بود و زمان در معرض نور بودن حدود 20 ساعت بود. آزمایش SAXS در جای خود همچنین در منبع نوری سینکروتون در آزمایشگاه نانوکفا انجام شد (X27 C پرتوخطی با نشانگر کل بُعدی) مخلوط یا ترکیب ارگانورس با اپوکسی و عامل پخت در یک سلول مسی با پنجره های نوار کاپیتون سوار شد و در سلول کوره قابل برنامه ریزی در داخل پرتو اشعه ایکس قرار گرفت. نمونه تا 20 C/Min گرم شد و داده ها هر دقیقه ثبت شده نمونه ها برای میکروسکوپ انتقال الکترونی (TEM) در یک میکروتوم آلتراکات جونگ- ریچرت میکروتوم شد و بر روی 200 شبکه مسی توری سوار شد. TEM با استفاده از CM200 TEM فیلیپس با فیلامنت LaB_6 که در 200 کیلووات عمل می کند انجام شد. DSC در یک کالری متر اسکن تفکیکی ابزارهای TA با مدل DSC در 2°C/min با گاز عبور هوا انجام شد. تأثیر اضافه کردن خاک رس در خواص جذب حلال 862/ W اپون امتحان شد. هفت نپل بها/ 862 اپون با صفر درصد سیلیکات لایه ای، 1/ SC16 ، 3/ SC16 ، 6/ SC16 ، 1 درصد 1/30E ، 3/ 1/30 E و 6/ 1/30E ساخته شدند. سه ک.پن از هر نمونه در استون در دمای اتاق قرار گرفت و کوپن ها از ظرف های حلال برداشته شده، خشک، وزن و در ظرف های حلال در چندین زمان قرار گرفتند. پلاریزاسیون و EIS با استفاده از یک سیستم الکتروشیمیایی CMS100 که از ابزار گامری به دست آمد انجام شده اسکن پلاریزاسیون در 0/2 mv/s انجام شد و در کل ردیف اسکن در تقریباً 100mv کاتری پتانسیل مدار باز شروع و تقریباً 1500 mv عالی پتانسیل مدار باز پایان یافت طیف امپرانس در ردیف فرکانس 5٪ هر تری تا 100 کیلوهرتز جمع آوری شد.

3- نتایج و بحث

آماده سازی ارگانورس براساس واکنش یون مبادله شده است. ارگانورس های سنتز شده (SC 18 ، SC 16 ، SC10) با سدیم مونت موریلونیت (کلوزیت Na) با یون های آمونیوم اولیه، ساخته می شوند. توصیف مربوط به WAXD در جدول 1 نشان داده شده است. افزایش فاصله بین صفحه ای بخاطر مبادله کاتیون ها با آمونیوم با یک رشته آلکیل بلند است.

جدول 1: داده های WAXD و SAXS نانوکامپوزیت ها و سیلیکات ها لایه ای

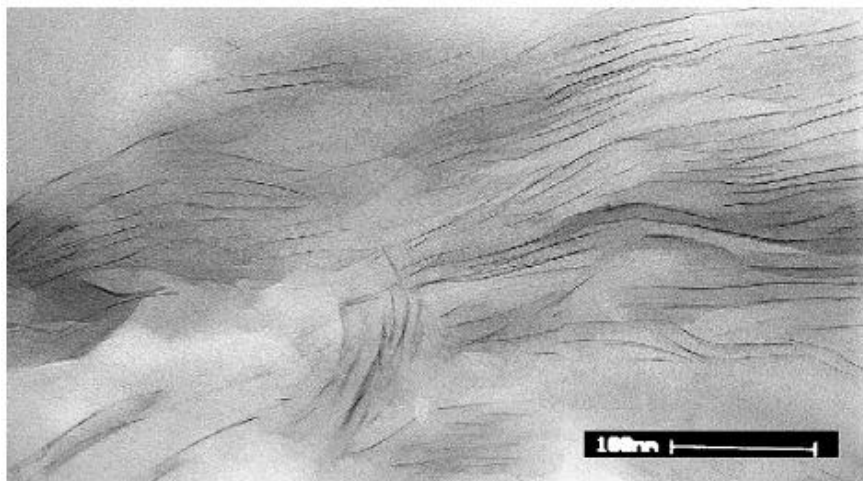
فاصله بین صفحات (Å)			ترکیب
Rigaku	NSLS	WAXD	
		11/2	SNA
		13/4	مونت موریلونیت - $C_1.HH_2.NH_4^+$
	13/6		3 درصد (SC10) / اپون 862 W
33		33	3 درصد (SC10) / اپون 828 Y60
		18	مونت موریلونیت - $C_{16}.H_{33}.NH_4^+$ (SC16)
	23/8		1 درصد (SC16) / اپون 862 W
151		156	3 درصد (SC16) / اپون 862 W
	141	150	6 درصد (SC16) / اپون 862 W
		18	مونت موریلونیت - $C_{18}.H_{37}.NH_4^+$
>200			2/5 درصد (SC18) / اپون 828 D400
	249		1 درصد (SC18) / اپون 862 W
135		135	3 درصد (SC18) / اپون 862 W
		129	6 درصد (SC18) / اپون 862 W
		114	8 درصد (SC18) / اپون 862 W
89/44		90	10 درصد (SC18) / اپون 862 W
		22/8	E 1/30 (نان آکور)
		172	1 درصد E 1/30 / اپون 862 W
125		126	3 درصد E 1/30 / اپون 862 W

100/48 100/49
88/44

W/862 I/30 E درصد 6
W/862 I/30 E درصد 9

هر دو ارگانورس I/30E که از نظر تجاری معروفند موجودند و ارگانورس سنتز شده SC10، SC16 و SC18 به خوبی با رزین های اپوکسی (W اپون 862 رزین اپوکسی فضایی) عامل پخت Y-60-8290 اپون 828 و D400 جفامین 828 اپون) استفاده شده در این تحقیق قابل مقایسه اند. ارگانورس ها را می توان به خوبی با اپون 828 و اپون 862 مخلوط کرد. سپس مخلوط با عامل پخت ترکیب می شود تا نانوکامپوزیت ها صنعت انبوه یا پوشش شفاف است. اطلاعات SAXS این نانوکامپوزیت ها در جدول 1 نشان داده شده. فاصله بین صفحه ای نانوکامپوزیت های اپوکسی فضایی (W اپون 862 ارگانورس) در بارگذاری ارگانورس کمتر از 8 درصد بیش از 100 Å است. فاصله های بین صفحه ای برای ارگانورس ها در ردیف 22/6-13/4 است. بنابراین مقدار فراوانی رزین اپوکسی وجود دارد که در داخل گالری ارگانورس نفوذ می کنند. این نانوکامپوزیت ها را می توان به عنوان ساختار ورقه ورقه شده در نظر داشت به نظر می رسد طول کربن کاتیون آمونیوم در گروه معلق ارگانورس تأثیری بر انتشار ورقه ورقه شدن نانورس در این رزین اپوکسی فضایی ندارد.

با این وجود فاصله بین صفحه ای برای نانوکامپوزیت های Y60/اپون SC10/828 3/0 درصد 33/0 Å است. افزایش Å ~20 فاصله بین صفحه ای از SC10 (13/4 Å) تا نانوکامپوزیت ش به خاطر نفوذ رزین اپوکسی به داخل گالری ارگانورس است. 60 Y/اپون SC10/828 3/0 درصد ساختار واسطه ای از نوع شاخص با فاصله بین صفحه ای 33 Å~ دارد در حالی که فاصله بین صفحه ای برای نانوکامپوزیت W/اپون SC10/826 3/0 درصد 136 Å است. دلیل احتمالی برای این مسئله بعداً بحث خواهد شد. به طور هم زمان، WAXD فاصله بین صفحه ای مشابه را برای نمونه کلی و انبوه که در 100°C به مدت 1 ساعت پخت شده یا به طور کامل در دمای اتاق به مدت 1 هفته پخت شده نشان می دهد. همچنین دریافته ام که هیچ تفاوت فاصله بین صفحه ای برای نمونه پوشش و نمونه های انبوه وجود ندارد. SAXS همچنین به ساختار نانوی ورقه ورقه شده اش را برای نانوکامپوزیت D400 / اپون 828 / 18/5SC 2٪ اشاره می کند. (جدول 1).



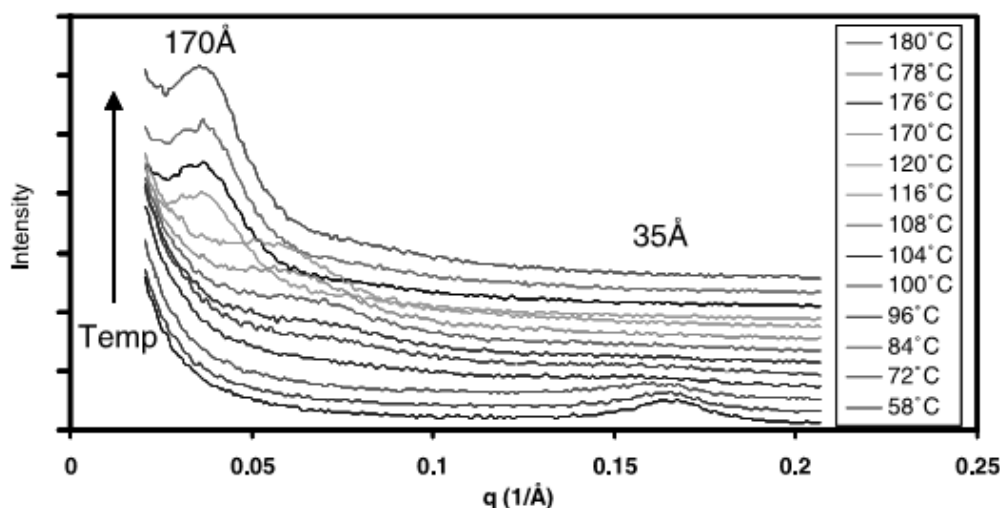
شکل 1: تصویر TEM نانوکامپوزیت اپوکسی از نانوکامپوزیت W/اپون 826 / I/30E 3٪

چندین تصویر TEM از این نانوکامپوزیت ها گرفته شده. TEM، W/826 / E 31/35٪ در شکل 1 نشان داده شده خطوط سیاه به شکل های متقاطع ورقه های سیلیکات با معنی نانومتر هستند. توده های اصلی ورقه های سیلیکاتی پراکنده شدند. تعدادی از تک تک ورقه ها تخریب شدند در حالی که بقیه هنوز ساختار منظم را در یک بایگانی به جدایی 12nm بین ورقه های نانو حفظ می کنند. این امر با نتایج SAXS (جدول 1، 125 Å) پایدار و ثابت است. تصویر دیگر TEM نانو کامپوزیت 828/Y60 اپون/SC 10/3 درصد در شکل 2 نشان داده شده.



شکل 2: تصویر TEM نانوکامپوزیت اپوکسی نانوکامپوزیت Y-60 / اپون 10SC/828 3/

این تصویر نشان می دهد که اکثر تراکم های ورقه های نانوی سیلیکات هنوز در بایگانی هستند و چندین رزین اپوکسی در داخل گالری نفوذ کردند. فاصله بین صفحه ای بین ورقه های نانوی سیلیکات 3 nm است که با داده های (33\AA) به دست آمده از WAXD و SAXS تناقضی ندارند.



شکل 3: SAXS های در جای خود W / اپون 4SC18 / 862 در 2°C/min

SAXS در جای اصلی خود می تواند اطلاعاتی رادر مورد پیشرفت ریختی و ترکیبی نانوکامپوزیت در طی پردازش (پروسه) بدهد. 862 اپون/SC18 با عامل پخت، W مخلوط و ترکیب شد و مخلوط در یک سلول مسی نصب و در 2°C/min گرم شد داده های SAXS نانوکامپوزیت در طی گرم شدن هر دقیقه ثبت شد. برای اهداف روشن، چند خطوط مهم پخش و انتشار اشعه ایکس انتخاب و در شکل 3 نشان داده شدند. اولین خط داده های SAXS نشان می دهد که فاصله بین صفحه ای مخلوط 35\AA بود، در حالی که فاصله بین صفحه ای اصلی ارگانوس 18\AA است. این به خاطر قابل رقابت بودن 862 اپون و عامل پخت W در بایگانی ارگانوس و بسط و گسترش فضای درون لایه ارگانوس است. وقتی دما از 58 تا 84 درجه سانتی گراد بالا رفت اوج مربوط به فاصله بین صفحه ای بین ورقه های نانو تغییر تدریجی تا یک زاویه پایین تر داشت. این تغییر خیلی محدود بود. تا 96 درجه سانتی گراد، جایی که اوج تقریباً ناپدید شد. این اشاره به آن داشت که ساختار منظم تقریباً متلاشی شد و ورقه ورقه شدن اتفاق افتاد. در 100 درجه سانتی گراد، یک اوج جدید اما گسترده و وسیع و خیلی ضعیف دوباره با فاصله بین صفحه ای حدود 85\AA پدیدار شد. با افزایش دما از 104 تا 130°C ، این اوج به تدریج از 90 تا

130\AA تغییر کرد. شدت اوج ها به تدریج افزایش اما باز هم خیلی ضعیف و گسترده بود بعد اوج با افزایش دما شدیدتر می شود و در نهایت فاصله بین صفحه ای بین ورقه های نانوحود 170\AA در 180°C می شود. تغییر در داده های SAXS به ارزیابی ساختاری نانوکامپوزیت در طی پخت مربوط است. براساس مطالعات DSC، دمای شروع برای پخت مربوط است. براساس مطالعات DSC، دمای شروع برای پخت نانوکامپوزیت 826/W اپون / SC18، 90°C است که به طور قابل ملاحظه ای کمتر از دمای 120°C (862W) است. شاید این امر به خاطر تأثیر کاتالیتی ناشی از اسیدیت آمونیم در گالری ارگانوکیلی [11] باشد. در آغاز گرم شدن، هیچ پختی صورت نمی گیرد. افزایش در دما فقط به گسترش گالری ارگانوکیلی تا حد خیلی محدود کمک می کند. مقعیتی که دما بالاتر 90 درجه سانتی گراد است. پخت برای رزین اپوکسی در داخل گالری ارگانوکیلی صورت می گیرد. گرمای اگزودرمی ناشی از پخت در 90°C انرژی مازاد را برای کمک به بسط ورقه های نانوکیلی فراهم می کند. به طور هم زمان هیچ پختی وجود ندارد که برای رزین اپوکسی در داخل گالری ارگانورس اتفاق بیفتد و رزین اپوکسی یک وضعیت مایع و سیال با ویسکوزیته خیلی پایین در 90°C است بنابراین رزین اپوکسی خارج فضای درون لایه در داخل فضای درون لایه ارگانورس نفوذ می کند. ویسکوزیته رزین های اپوکسی از خارج گالری مهاجرت کردند و ویسکوزیته داخل گالری پایین است چون پخت داخل گالری فقط در حال شروع کردن است. این محیط خیلی قابل تغییر برای ورقه های نانوی سیلیکات است و انرژی حاصل از گرم شده و گرمای اگزودرمی باعث می شود ورقه های نانو با انعطاف پذیری جابجا شوند ساختار منظم سیلیکات لایه ای به هم می خورد و تقریباً هیچ اوجی از SAXS در 96°C وجود ندارد، با افزایش در دمای ناشی از 96 تا 120 درجه سانتی گراد، پخت بیشتر و بیشتری برای رزین اپوکسی در داخل گالری صورت می گیرد و رزین اپوکسی بیشتری خارج فضای درون لایه به داخل فضای درون لایه مهاجرت می کند. ویسکوزیته رزین در داخل گالری زیاد می شود و انعطاف پذیری و تغییر ورقه های نانوی سیلیکات به تدریج کم می شود اما هنوزم ضعیف است. به طور هم زمان، مهاجرت رزین اپوکسی بیرونی در داخل گالری فاصله بین صفحه ای آن را زیاد می کند. پس از 120°C رزین اپوکسی در خارج از گالری شروع به پخت می کند. در شروع پخت، ویسکوزیته رزین اپوکسی در داخل گالری هنوز پایین و انعطاف پذیر است و می تواند هنوز هم به داخل گالری مهاجرت کند. فاصله بین صفحه ای گالری باز هم بالا می رود و ساختار منظم سیلیکات لایه ای منظم تر و منظم تر خواهد شد. شدت اوج در SAXS بیشتر است و فاصله بین صفحه ای تا زمان ی زیاد می شود که اپوکسی تقریباً کاملاً پخت می شود و اپوکسی در اطراف ورقه های نانوی سیلیکات لایه ای محکم شده و یک ساختار منظم ثابتی دارد. در مورد سیستم Y-60 / اپون 828 / اگانوکیلی یک ساختار واسطه بجای یک ساختار ورقه ورقه شده حاصل می شود. رزین اپوکسی در داخل گالری و خارج گالری احتمالاً در یک زمان پخت می شود و هیچ مهاجرت رزین اپوکسی به خارج گالری در گالری وجود نداشت. ترکیب نامشخص Y-60 - 8290 عامل پخت اپی - کیور همچنین دارای مشکلی بدون توضیح ساده دارد و تحقیقات بیشتری برای رسیدن به دیدگاه پدیده و ساخت نانوکامپوزیت ورقه ورقه شده با ارگانورس های سنتز شده جدید در دست اقدام است. در مورد سیستم D400 جفامین اپون 828، وقتی اپون 828 با SC18 ارگانورس ترکیب شد، اپون 828، در داخل گالری ارگانوکیلی نفوذ کرد این ساختار واسطه خیلی منظم با فاصله بین صفحه ای (35\AA) در مقایسه با فاصله بین صفحه ای اصلی 18\AA ~SC18 است. وقتی ترتیب اپون 828 / SC18 با D400 جفامین مخلوط شد و به مدت 1 ساعت در دمای اتاق ماند، SAXS هیچ اوجی را نشان نداد، و اشاره به این داشت که نفوذ D400 جفامین به داخل گالری ارگانوکیلی و موجب ورقه ورقه شدن خیلی آسان است. به علاوه، حتی وقتی نانوکامپوزیت D400 / اپون 828 / SC18 پس از یک ساعت در دمای اتاق پخت شد، SAXS همچنین یک ساختار ورقه ورقه شده را نشان می دهد.

جذب حلال برای این رزین اپوکسی فضایی در آستون آزمایش شد. درصد حاصل و سود توده نمونه در برابر ریشه جذر زمان غوطه وری W / اپون 862، 3، 1 و W / اپون SC16 / 862 و 6% و 1/3 و W / اپون 862 / E 1/30 6% در آستون در شکل 4 نشان داده می شود. برای درصد داده های توده حاصل - زمان کوپن های نانوکامپوزیت، یک ضریب انتشار دو طرفه یک بعدی براساس رابطه زیر محاسبه شد [16].

$$D = \pi \left[\frac{\gamma h}{(\gamma M \max)} \right]^2 \left(\frac{\Delta M}{\Delta t \cdot / \delta} \right)^2 \quad (1)$$

در اینجا D ، ضریب انتشار دو طرفه یک بُعدی، h نیمه کلفتی، M_{\max} حداکثر درصد حاصل توده و $\Delta M / \Delta t \cdot / \delta$ شیب اولیه درصد حاصل توده در برابر طرح زمانی ریشه جذر است. اقتباس این رابطه براساس فرض انتشار یک بُعدی است. شیب اولیه درصد حاصل از توده در برابر ریشه جذر طرح های زمان با استفاده از بازگشت خطی محاسبه می شدند. مقادیر برای متوسط ضریب انتشار دو طرفه یک بُعدی آستون به شکل زیر فهرست شدند: $11/3 \times 10^{-15} m^2 / s$ (رزین 826/W اپون خالص)، $9/10 \times 10^{-15} m^2 / s$ (نانوکامپوزیت 826/W اپون/ 1/3 OE درصد) $4/63 \times 10^{-15} m^2 / s$

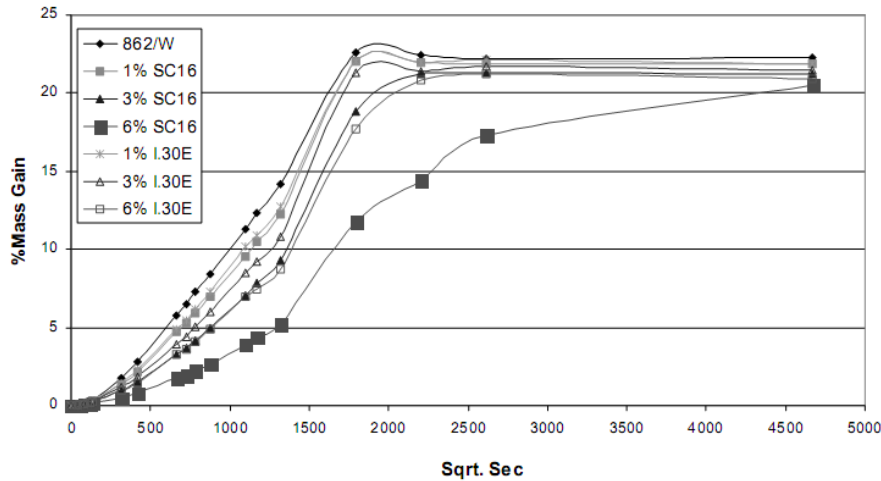
(نانوکامپوزیت 862/W اپون/ 1 SC16 درصد) $8/33 \times 10^{-15} m^2 / s$

(نانوکامپوزیت 862/W اپون/ 3 SC16 درصد) $4/85 \times 10^{-15} m^2 / s$

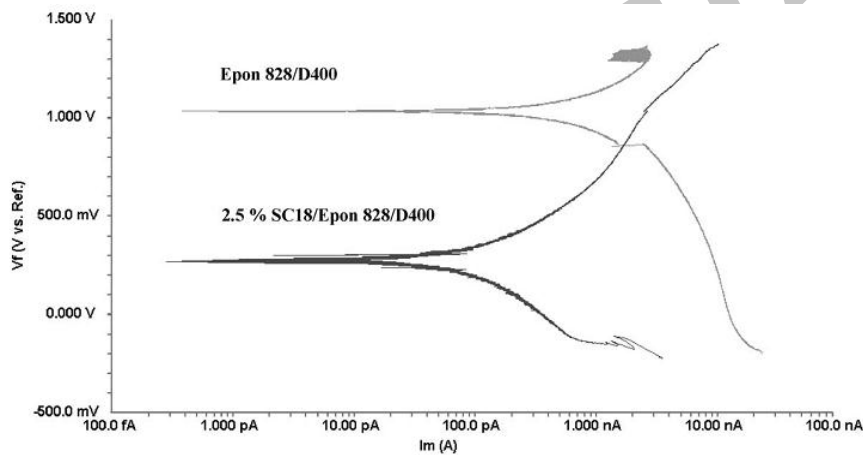
(نانوکامپوزیت 862/W اپون/ 6 SC16 درصد) $1/60 \times 10^{-15} m^2 / s$

نانوکامپوزیت ها در برابر جذب حلال مقاوم تر بودند و ارگانو رُس ها تأثیر واقعی بر توانایی انواع حلال برای نشر و انتشار به داخل عامل پخت 862/W اپون داشتند. زمان اشباع برای رزین خالص 40 ~ روز است در حالی که زمان اشباع برای نمونه 862/W اپون/ 6 SC16 درصد بیش از 8 ماه است. داده ها همگی زمانی به مقدار تعادل یکسان نزدیک می شوند که اشباع شود همان طوری که در شکل 4 نشان داده شده اگر تفاوت در مکانیسم های پخت پلیمر به پلیمر نامتجانس و ناهمگون منجر شود، در نتیجه نمی توان انتظار داشت که مقادیر تعادل یکسان است. کاهش و افت در ضرایب انتشار حلال به خاطر ریخت و شکل مرحله پلیمر نیست. مسیرهای انتشار به تعویق افتاده با انتشار تک تک ورقه های نانوی سیلیکات لایه ای در نانو کامپوزیت ها شاید علتی برای کاهش ضریب انتشار حلال باشند. در کل ارگانو رُس SD 16 باعث کاهش قابل ملاحظه تر در ضریب انتشار شده این شاید مربوط به پراکندگی بهتر ارگانو رُس در ماتریکس اپوکسی برای 862/W اپون باشد به گونه ای که SAXS اشاره می کند. (جدول 1)

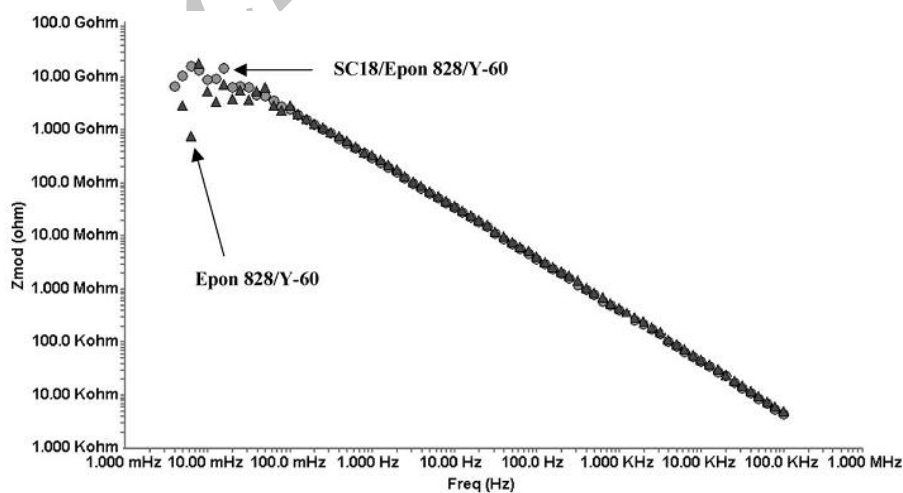
پیشرفت رفتار در مقاومت - سایش اپوکسی ها (D400 / اپون 828، Y-60 / اپون 828) با معرفی یک بخش حجم کوچک (3/0 - 0/5 درصد) سیلیکات لایه ای هم با اسکن پلاریزاسیون پوتن تیودینامیک (pos) و هم EIS مطالعه و بررسی شد. پنل ها در یک محلول رقیق هریسون (مخلوطی از کلرید سدیم 0/05 درصد و سولفات آمونیوم 0/35 درصد) غوطه ور شدند. پلاریزاسیون و اسکن ها امیدانس ابتدا پس از در معرض بودنیک ساعته، به دنبال آن 24 ساعت، 1 هفته و 1 ماه گرفته شد. مطالعات اولیه چند پیشرفت را در رفتار سایشی D400 / اپون 828 / SC18 / 2/5 درصد به گونه ای که با کنترل مقایسه شد نشان می دهند (D400 / اپون 828). شکل 5 اسکن های D400 - PDS / اپون 828 و D400 / اپون 828 / SC18 / 2/5 درصد را که در معرض محلول رقیق هریسون به مدت 24 ساعت بوده، نشان می دهند. جریان سایش کمی کاهش را برای D400 / اپون 828 / SC18 / 2/5 درصد نشان می دهد. تقریباً مقاومت مانع یکسانی را به وجود می آورند. نتایج مشابهی از Y-60 / اپون 828 و Y-60 / اپون 828 / SC10 / 3/0 درصد حاصل شده انتشار ناچیزی در داده های امیدانس وجود دارد این مسئله در معرض بودن کم 24 ساعته انتظار می رود. در این نقطه، سیستم هنوز در جریان پایدار شدن است. پتانسیل موقعی که متزلزل می شود که سیستم برای چنین مدت کوتاهی در معرض بوده و در یک فرکانس کوتاه چرخه طولانی دارد. به علاوه، الکتروود معرفی در امیدانس خیلی بالا حساس نیست ما تصور می کنیم تمام این عوامل می توانند مسئول انتشار جزیی باشند و انتظار داریم این عوامل با تداوم در معرض بودن به حداقل برسند.



شکل 4: درصد حاصل توده در برابر ریشه جذر زمان بخاطر انتشار استون بداخل /W اپون 862 که با ارگانورس 0٪، 6٪، 3٪ و 1٪ SC16 و 0٪، 3٪، 1٪ I30E بارگذاری شده.



شکل 5: اسکن های پلاریزاسیون برای اپون 828 /D400 و اپون 2/5 SC18/828 /D400 که 24 ساعت در معرض محلول رقیق هریسون بوده.



شکل 6: اسکن های امپدانس نماینده که حالت سایش مشابه را برای /Y-60 اپون 828 و نانوکامپوزیت /Y-60 /SC18 /828 را نشان می دهند. پیشرفت کم در خواص مانع پوشش /D400 /اپون/SC18 شاید مربوط به انتشار بهتر ورقه های نانو در ماتریکس اپوکسی باشد. اپوکسی استفاده شده در این مطالعه مقاومت در برابر مانع خیلی بالایی دارد و توضیح تفاوت در مقاومت در برابر سایش با

ورود خاک رس دشوار می شود. تاکنون نتایج خیلی قطعی هستند و به نظر می رسد که یک مقاومت در برابر مانع کمتر یا نفوذ پذیری بالاتر در تشخیص حالت سایش با ورود خاک رس به داخل ماتریکس کمک کننده و مفید باشد. ما قصد داریم تا این مطالعه را با انتخاب یک پلیمر اولیه ادامه دهیم که نسبت به اپوکسی اخیری که استفاده شد، متخلخل تر است.

4- نتیجه گیری

نانوکامپوزیت عامل پخت W/ اپون 862 ورقه ورقه شده (اپوکسی فضایی)، نانوکامپوزیت D400 جفامین / اپون 828 ورقه ورقه شده و نانوکامپوزیت عامل پخت 60-Y-8290/ اپون 828 واسطه به طور موفقیت آمیزی آماده و با TEM, SAXS, WAXD مشخص شدند. پیشرفت ریختی یا مورفولوژیکی نانوکامپوزیت اپوکسی فضایی با SAXS در جای اصلی خود کنترل شده واکنش سریع تر رزین اپوکسی داخل فضای درون لایه برای مهاجرت رزین اپوکسی خارج فضای درون لایه بداخل فضای درون لایه مهم است و همچنین برای ورقه ورقه شدن مهم است. ناپدید شدن ساختار منظم سیلیکات لایه ای در آغاز جریان پخت، و ظهور مجدد ساختار منظم لایه سیلیکات، به جریان پخت رزین اپوکسی در اطراف ورقه های نانوی سیلیکات مربوط می شود. جذب حلال برای نانوکامپوزیت بطور قابل توجهی در مقایسه با پلیمر پرستین پایین است و ضرایب انتشار دو طرفه یک بعدی آستون در نانوکامپوزیت ها خیلی پایین هستند. پوشش های نانوکامپوزیتی D400 جفامین / اپون 828 و اپون 828 عامل پخت 60-Y-8290 در AL با PDS و EIS ارزیابی شدند. پیشرفت کلی در خواص ضد سایشی برای پوشش های نانوکامپوزیت D400 / اپون 828 / SC18 وجود دارد و هیچ پیشرفتی برای نانوکامپوزیت 60-Y-828 اپون / ارگانو رس واسطه وجود ندارد. این شاید به انتشار بهتر ورقه نانوی سیلیکات در ماتریکس اپوکسی برای نانوکامپوزیت D400 / اپون SC18/828 مربوط باشد.

5- مراجع

- [1] E.P. Giannelis, Polymer layered-silicate nanocomposites, Adv. Mater. 8 (1996) 29-35.
- [2] P.C. LeBaron, Z. Wang, T.J. Pinnavaia, Polymer layered – silicate nanocomposites: an overview, Appl. Clay Sci. 15 (1999) 11-29.
- [3] J. W. Gilman, Flammability and thermal stability studies of polymer layered- silicate (clay) nanocomposites, Appl. Clay Sci. 15 (1999) 31-49.
- [4] R.A. Vaia, G. Price, P.N. Ruth, H. Nguyen, J. Lichtenhan, Polymer layered- silicate nanocomposites as high performance ablative materials, Appl. Clay Sci. 15 (1999) 67-92.
- [5] M. Alexandre, P. Dubois, Polymer layered – silicate nanocomposites: preparation, properties and use of a new class of materials, Mater. Sci. Eng. R. Report 28 (2000) 1-63.
- [6] T.J. Pinnavaia, G.W. Beall, Polymer- Clay Nanocomposites, Wiley, Chichester, UK, 2000.
- [7] R. Krishnamoorti, R.A. Vaia, Polymer Nanocomposites: Synthesis, characterization and Modeling, ACS Symposium Series 804, American Chemical Society, Washington, DC, 2002.
- [8] R.A. Vaia, Structural characterization of polymer layered – silicate nanocomposite, in: T.J. Pinnavaia, G.W. Beall (Eds.) Polymer- Clay Nanocomposites, Wiley, Chichester, UK, 2000, pp.1 229-266.
- [9] T.J. Pinnavaia, Intercalated clay catalyst, Science 220 (1983) 365-371.
- [10] A. Usuki, Y. Kojima, A. Okada, Y. Fukushima, T. Kurauchi, O. Kamigaito, Synthesis of nylon 6- clay hybrid, J. Mater. Res. 8 (1993) 1179-1184.
- [11] T. Lan, P.D. Kavirayna, T.J. Pinnavaia, Epoxy self- polymerization in smectite clays, J. Phys. Chem. Solids 57 (1996) 1005-1010.
- [12] T. Lan, P.D. Kavirayna, T.J. Pinnavaia, Mechanism of clay tactoid exfoliation in epoxy- clay nanocomposites, Chem. Mater. 7 (1995) 2144-2150.
- [13] R.A. Vaia, K.D. Jandt, E.J. Krammer, E.P. Giannelis, Microstructural evolution of melt intercalated polymer-organically modified layered silicates nanocomposites, Chem. Mater. 8 (1996) 2628- 2635.
- [14] I. J. Chin, t. Thurn- Albrecht, H. C. Kim, T.P. Russell, J. Wang, On exfoliation of montmorillonite in epoxy, Polymer 42 (2001) 5947-5952.
- [15] X. Kornmann, H. Lindberg, L. Berglund, Synthesis of epoxy – clay nanocomposites. Influence of the nature of the curing agent on structure, Polymer 42 (2001) 4493 - 4499.
- [16] C.S. Kress, Comparison of experimental, analytical, and numerical solutions for water diffusion in composite materials, Masters Degree Thesis, University of Dayton, 1991.