



## تهیه و شناسایی پوشش‌های نانوکامپوزیتی ضد الکتروسیسته ساکن بر پایه سیلیکا با فرآیند سل-ژل

سجاد بیانلو<sup>۱</sup>، اعظم رحیمی<sup>۲\*</sup>، امیر ارشاد لنگرودی<sup>۲</sup>

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه علوم پلیمر، پژوهشکده علوم، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۴۹۶۵-۱۱۵

۲- استاد، گروه علوم پلیمر، پژوهشکده علوم، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۴۹۶۵-۱۱۵

۳- دانشیار، گروه رنگ، رزین و روکش‌های سطح، پژوهشکده فرآیند، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۴۹۶۵-۱۱۵

تاریخ دریافت: ۹۱/۵/۱ تاریخ پذیرش: ۹۲/۲/۱۷ در دسترس به صورت الکترونیکی از: ۱۳۹۲/۹/۲۰

### چکیده

در این پژوهش نانوکامپوزیت‌های هیبریدی ضدالکتروسیسته ساکن بر پایه سیلیکا با روش سل-ژل تهیه و روی بسترهای شیشه‌ای یا آلومینیمی به روش پوشش‌دهی غوطه‌وری اعمال و خواص مکانیکی و الکتریکی آنها بررسی شد. سل هیبریدی به وسیله واکنش آبکافت و تراکم پیش‌سازهای آلی - معدنی گلیسیدوکسی پروپیل تری متوکسی سیلان (GPTMS) و تترا متوکسی سیلان (TMOS) در مجاورت کاتالیزور اسیدی و اتیلن دی آمین (ED) به عنوان عامل شبکه‌ای کننده تهیه شد. از ترکیب آمینوسیلان N-(۲-آمینو اتیل)-۳-آمینوپروپیل تری متوکسی سیلان (AAPM) به عنوان عامل ضد الکتروسیسته ساکن استفاده شد. خاصیت ضد الکتروسیسته ساکن پوشش‌ها با اندازه‌گیری مقاومت الکتریکی سطحی آنها اثبات و با استفاده از طیف‌سنجی زیر قرمز انتقال فوری به پیشرفت واکنش‌های آبکافت و تراکم بررسی شد. تصاویر میکروسکوپی الکترون پویشی (SEM) و الکترون عبوری (TEM) سطح نمونه‌ها موید داشتن پوششی یکنواخت و اندازه ذرات در حدود ۱۰۰-۳۰ نانومتر بود. همچنین استحکام چسبندگی با استفاده از روش برش متقاطع بررسی شد. این نوع پوشش‌های نانوکامپوزیتی ضد الکتروسیسته ساکن را می‌توان در جاهایی که عدم تجمع بار اهمیت دارد مانند صفحه نمایشگر تلویزیون، قطعات الکترونیکی و غیره به کار برد.

واژه‌های کلیدی: نانوکامپوزیت، سل-ژل، ضد الکتروسیسته ساکن، پوشش‌های هیبریدی، آمینوسیلان.

## Preparation and Characterization of Antistatic Silica-based Nanocomposite Coating via Sol-gel Process

S. Baianlu<sup>1</sup>, A. Rahimi<sup>1\*</sup>, A. Ershad-Langroudi<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Science Department, Polymer Science, Iran Polymer and Petrochemical Institute, P.O. Box: 14965/115, Tehran, Iran.

<sup>2</sup> Polymer Processing Department, Colour, Resin & Surface Coatings, Iran Polymer and Petrochemical Institute, P.O.Box: 14965/115, Tehran, Iran.

Received: 20-05-2012

Accepted: 07-05-2013

Available online: 11-12-2013

### Abstract

In this study, Silica-based anti-static nanocomposite hybrid coatings have been developed via sol-gel process on aluminum and glass substrates using dip coating techniques for mechanical and electrical evaluations. The hybrid sols were prepared by hydrolysis and condensation of 3-glycidoxypropyl-trimethoxysilane (GPTMS) and tetra methylorthosilicate (TMOS) in the presence of acidic catalyst and ethylen diamine (ED), as cross-linking agent. N-(2-aminoethyl)-3-aminopropyltrimethoxysilane (AAPM) is used as antistatic agent and the antistatic properties of the coatings were investigated via surface resistivity measurements. The surface morphology and size of the nanoparticles in the hybrid films were observed and determined by Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM) respectively. In addition, the hydrolysis and condensation reactions were followed by fourier transform infrared spectroscopy. Also investigation of the coating mechanical properties by cross-cut test revealed that these coatings have great adhesion towards the substrate. J. Color Sci. Tech. 7(2013), 215-222©. Institute for Color Science and Technology.

**Keywords:** Nanocomposite, Sol-gel, Antistatic, Hybrid coating, Aminosilane.

## ۱- مقدمه

ایجاد بار ساکن روی سطوح پلیمرهای نارسانا موضوعی شناخته شده است. مثلاً، نمونه مواد پلاستیکی مقاومت سطحی بالا ( $10^{14}$  تا  $10^{16}$ ) اهم در دمای  $20$  درجه‌ی سانتی‌گراد و رطوبت نسبی  $50$  درصد دارند. این مواد براحتی دچار تجمع بار می‌شوند و پتانسیل تخلیه باری (در هوا) به بزرگی  $15000$  V/cm به دست آورند. ضد الکتریسیته ساکن بودن مواد نه تنها به دلیل ایمنی و جلوگیری از جذب گرد و غبار ضروری است، بلکه در سیستم‌های عایقی ولتاژ بالا روی توزیع میدان‌های الکتریکی اثر زیادی دارد. آستانه آسیب دیدن در بسیاری از وسایل در حد چند صد V/cm است. حضور چنین سطوح پلیمری باردار شده‌ای می‌تواند به مشکلات تولید و شکل‌دهی، تخریب وسایل الکترونیکی به وسیله تخلیه بار الکتریکی، افزایش خطر آتش‌گیری یا انفجار و آلودگی گرد و غبار در سطح در خلال تولید یا در زمان کاربرد محصول نهایی منجر شود [۱].

مشکلات متعددی که در اثر تجمع بار روی سطوح پلیمری ایجاد می‌شود را می‌توان با به کارگیری عوامل ضد الکتریسیته ساکن کاهش داد. میزان بار ساکن تجمع یافته روی پلیمر تابعی از قابلیت رسانایی یا مقاومت ویژه آن است. سه نوع از مواد را می‌توان به منظور افزایش قابلیت رسانایی پلاستیک‌ها و جلوگیری از تجمع بار به کار برد:

- عوامل ضد الکتریسیته ساکن خارجی

- افزودنی‌های ضد الکتریسیته ساکن داخلی

- پرکننده‌های رسانا

افزودنی‌های ضد الکتریسیته ساکن خارجی یا موضعی در یک محمل حلالی مناسب حل می‌شوند و به عنوان یک پوشش روی سطح پلاستیک به روش افشانش یا غوطه‌وری اعمال می‌گردند [۲]. افزودنی‌های ضد الکتریسیته ساکن داخلی در حین تولید وارد بستر پلیمر می‌شوند و با مهاجرت به سطح یک لایه مولکولی یکنواخت تشکیل می‌دهند. بخش غیر قطبی این مواد همچنان متصل به پلیمر باقی‌می‌ماند در حالی که بخش قطبی افزودنی به سمت سطح خارجی پلیمر رفته و با جذب رطوبت هوا یک فیلم رسانای نازک تشکیل می‌دهد. از پرکننده‌های رسانا نظیر نانوذرات اکسید قلع و تیتانیوم هم برای افزایش قابلیت رسانایی پلاستیک‌ها استفاده می‌شود [۳]. علاوه بر افزودنی‌ها و مواد فعال در سطح که به پوشش‌های نانوسل اضافه می‌شوند [۴، ۵] از پلیمرهای ذاتا رسانا مانند ترکیبات پلی‌تیوفن استفاده شده و کاربردهایی از این روش برای پوشش‌دهی سطوح پلیمرها مانند فویل‌های پلی‌استر گزارش شده است [۶]. با استفاده از پلی‌تیوفن به عنوان افزودنی، پوشش‌هایی با مقاومت سطح  $10^6$  اهم به دست آمده است. استفاده از پرکننده‌های رسانا مانند دوده در بستر پلیمری، به شرطی که مقاومت سطح پلیمر کمتر از  $10^8$  اهم باشد بسیار متداول است. این مواد به دلیل در بر داشتن دوده عیب "سیاه شدن" را به پلیمر تحمیل می‌کنند و استفاده از آن‌ها در کاربردهای

شفاف و رنگی امکان‌پذیر نیست. به طور کلی، اغلب افزودنی‌های ضد الکتریسیته ساکن معمول (هم داخلی و هم خارجی) با جذب رطوبت از هوا و تشکیل یک لایه رسانا از رطوبت بر سطح پلیمر عمل می‌کنند و برای به دست آوردن کارایی درازمدت باید ویژگی‌های ضد الکتریسیته ساکن تا پایان عمر محصول باقی بماند.

پوشش‌های هیبریدی آلی - معدنی نانو ساختار نانوکامپوزیت‌ها هستند که براساس ترکیب شدن مواد آلی و معدنی در مقیاس نانو تهیه می‌شوند. این مواد ترکیبی از خواص چون سختی، سفتی، دوام، پایداری شیمیایی و قابلیت واکنش‌پذیری خوب دارند [۷]. ترکیب کردن مواد آلی و معدنی ممکن است محصولی ترد، نرم، ناپایدار و کاملاً غیر مفید نیز بدهد که این مسئله در اثر عدم کنترل عوامل مؤثر بر فرآیند تولید این مواد می‌تواند روی دهد. جزء حجمی ترکیبات تشکیل‌دهنده، همچنین اندازه، شکل و توزیع آن‌ها از عوامل مهم و تعیین کننده خواص کامپوزیت‌ها بشمار می‌رود [۸، ۹]. برای تولید پوشش‌های نانوکامپوزیتی هیبریدی آلی - معدنی، روش سل - ژل کاربرد زیادی دارد که علت آن شرایط تهیه نسبتاً آسان و ارزانی تجهیزات و مطابقت و عمومیت آن با فرآیندهای دیگر است. عمر مؤثر و بازدهی این سیستم‌های پوششی زیاد است و بدین ترتیب هزینه تولید جبران شده و از نظر اقتصادی با صرفه می‌شوند [۸] (شکل ۱).



شکل ۱: طرح کلی فرآیند سل-ژل.

در این پژوهش پوشش‌های نانوکامپوزیتی هیبریدی ضد الکتریسیته ساکن بر پایه سیلیکا با روش سل - ژل تهیه شده و خواص مکانیکی و الکتریکی آنها بررسی شد. این پوشش‌ها با استفاده از پیش‌سازهای آلی - معدنی GPTMS و TMOS در مجاورت کاتالیزور اسیدی و اتیلن دی آمین (ED) به عنوان عامل شبکه‌ای‌کننده و ترکیب آمینوسیلان به عنوان عامل ضد الکتریسیته ساکن تهیه شد. خاصیت ضد الکتریسیته ساکن پوشش‌ها با اندازه‌گیری مقاومت الکتریکی سطحی آنها بررسی شد.

## ۲- بخش تجربی

## ۲-۱- مواد

در این پژوهش، ۳- گلیسیدوکسی پروپیل تری متوکسی سیلان (GPTMS)، اتیلن دی آمین (ED) و  $N-(2\text{-آمینواتیل})-3\text{-آمینوپروپیل تری متوکسی سیلان}$  (AAPM) از شرکت مرک و تترا متوکسی سیلان (TMOS) از شرکت فلوکا بدون هیچ‌گونه خالص‌سازی مصرف شد.

PHILIPS S-360 و Cambridge جهت تهیه تصاویر TEM از دستگاه از دستگاه مدل CM120 استفاده شد.

## ۲-۲- روش کار

در این روش GPTMS و TMOS با نسبت مولی ۱ به ۲ مخلوط می‌شوند. پس از همگن شدن، آب و کاتالیزور اسیدی با نسبت ۲ برابر استوکیومتری به همراه متانول با نسبت ۱۰ برابر استوکیومتری به تدریج و به آرامی به مخلوط در حال هم‌زدن فوق اضافه می‌شود و به مدت سه ساعت در دمای  $80^{\circ}\text{C}$  هم‌زدن ادامه می‌یابد. سرعت هم‌زدن  $300$  دور بر دقیقه است. محلول سل حاصل بعد از واکنش آبکافت به صورت یکنواخت و شفاف در می‌آید [۹، ۸]. ED با نسبت ۵۰٪ بعد AAPM در مقادیر مختلف از صفر تا ۱۰۰٪ برای افزایش آبدوستی و ایجاد خاصیت ضد الکتریسیته ساکن به محلول افزوده می‌شود. مشخصات نمونه‌های ساخته شده در جدول ۱ ذکر شده است. شیشه‌های آماده‌سازی شده به روش غوطه‌وری داخل محلول سل فرو برده شده و به مدت ۲ دقیقه غوطه‌ور و به شکل عمودی با سرعت ثابت بیرون آورده می‌شود. نمونه‌ها به مدت ۲۴ ساعت در دمای محیط خشک شده و سپس در گرمخانه در دمای  $130^{\circ}\text{C}$  به مدت یک ساعت پخت می‌شوند.

## ۲- نتایج و بحث

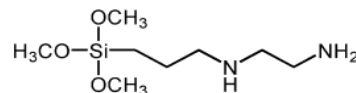
### ۲-۱- نتایج بررسی با روش طیف‌سنجی زیر قرمز انتقال فوریه (FT-IR)

در این قسمت به بررسی واکنش‌های شیمیایی انجام شده در طی مراحل آزمایش (شکل ۵) از طریق طیف‌سنجی FT-IR و ATR می‌پردازیم. پیشرفت واکنش‌های آبکافت و تراکم پس از ۲ ساعت در شکل ۶ نشان داده شده است.

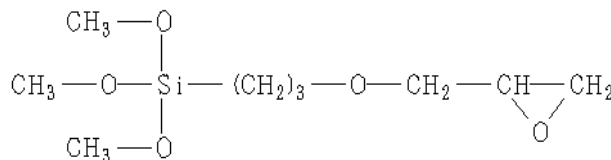
جدول ۱: نسبت‌های مولی ترکیبات به کار رفته در تهیه پوشش‌ها.

ED/GPTMS	H <sub>2</sub> O/(GPTMS+TMOS)	MeOH/(GPTMS+TMOS)	AAPM/(GPTMS+TMOS)	GPTMS/TMOS	نمونه
۰,۵	۲	۱۰	-	۲	A
۰,۵	۲	۱۰	۰,۱	۲	C <sub>1</sub>
۰,۵	۲	۱۰	۰,۲	۲	C <sub>2</sub>
۰,۵	۲	۱۰	۰,۴	۲	C <sub>3</sub>
۰,۵	۲	۱۰	۰,۶	۲	C <sub>4</sub>
۰,۵	۲	۱۰	۰,۸	۲	C <sub>5</sub>
۰,۵	۲	۱۰	۱	۲	C <sub>6</sub>

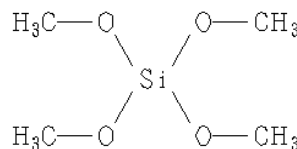
ساختار شیمیایی این مواد در شکل‌های ۲ تا ۴ آمده است.



شکل ۲: فرمول عمومی (۲-آمینواتیل)-۳-آمینوپروپیل تری‌متوکسی سیلان (AAPM).



شکل ۳: فرمول عمومی ترکیب GPTMS.



شکل ۴: فرمول عمومی ترکیب تترا‌متوکسی سیلان.

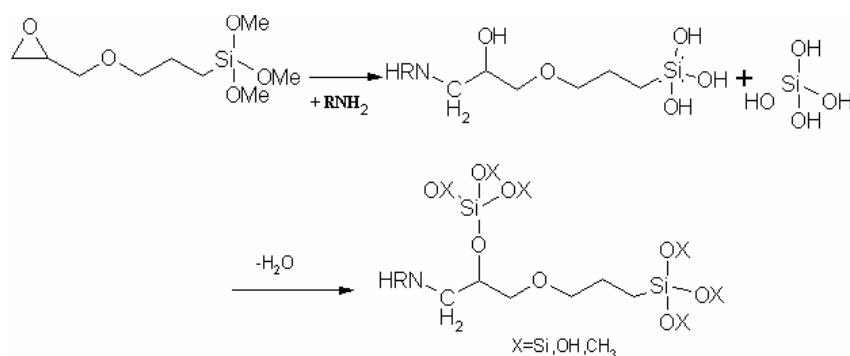
برای بررسی مقاومت الکتریکی سطحی پوشش از دستگاه Davenport و از استاندارد ASTM Standard D257 استفاده شد. برای این منظور، ولتاژی مشخص بین دو الکترود واقع بر سطح و یا دو وجه مقابل یک ورقه پلیمری برقرار می‌شود و جریان به وجود آمده در ماده اندازه‌گیری می‌شود. برای اندازه‌گیری مقاومت الکتریکی سطحی ASTM Standard D 257-99 و برای بررسی واکنش‌های انجام شده در فرآیند از دستگاه FT-IR مدل Bruker IFS 484 استفاده شد. برای چسبندگی نیز دستگاه برش متقاطع (Cross-cut) ساخت شرکت اریکسون به کار برده شد. برای تعیین توزیع اندازه ذرات در پوشش هیبریدی از میکروسکوپ الکترونی پویشی (SEM) مدل

پس از گذشت سه ساعت از شروع واکنش در  $80^{\circ}\text{C}$  مشاهده نمی‌شود تا زمانی که ED به محلول اضافه شده و موجب باز شدن حلقه اپوکسی در فاز محلول می‌شود. شکل ۸ نتایج طیف‌سنجی IR را پس از افزودن ED به محلول نشان می‌دهد [۸].

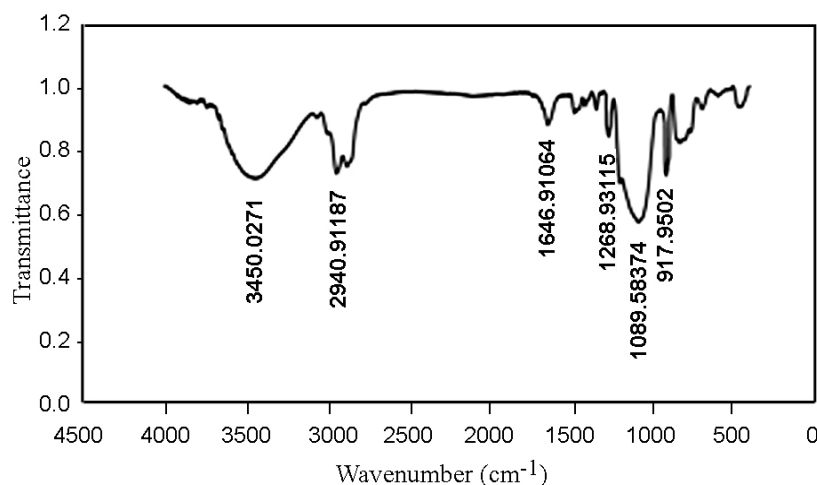
در این شکل کاهش شدت پیک اپوکسی در  $911\text{ cm}^{-1}$  پس از افزودن ED به صورت قابل ملاحظه‌ای دیده می‌شود. همچنین پیک تیز و قوی در  $1032\text{ cm}^{-1}$  نشان دهنده ایجاد پیوند C-N بین عامل آمینی ED و کربن حاصل از باز شدن حلقه اپوکسی است. افزودن AAPM علاوه بر اینکه باعث پیشرفت واکنش باز شدن حلقه اپوکسی شده، باعث افزایش واکنش تراکم در فاز محلول نیز می‌شود. شکل ۹ طیف IR را پس از افزودن AAPM به محلول سل نشان می‌دهد. در این شکل دیده می‌شود که پیک اپوکسی در  $915\text{ cm}^{-1}$  به شدت کاهش یافته است که نشان دهنده پیشرفت واکنش باز شدن حلقه اپوکسی است. همچنین تشکیل شبکه‌های Si-O-Si و C-O-Si به صورت پیک پهنی در محدوده  $1000$  تا  $1200\text{ cm}^{-1}$  که با پیک‌های C-N هم‌پوشانی کرده است، مشخص می‌شود.

جذب در ناحیه  $1090\text{ cm}^{-1}$  مربوط به Si-O-Si و Si-OH است. ارتعاش Si-OMe در ناحیه  $1268\text{ cm}^{-1}$  و ارتعاش خمشی آب در ناحیه  $1646\text{ cm}^{-1}$  و ارتعاش C-O اپوکسی در ناحیه  $917\text{ cm}^{-1}$  رخ می‌دهد. شکل ۷ پیشرفت واکنش آبکافت و تراکم را پس از ۳ ساعت نشان می‌دهد. از مقایسه شکل ۶ و ۷ می‌بینیم که پیک پهن  $1090\text{ cm}^{-1}$  در شکل ۷ تغییر کرده و دو شاخه‌ای می‌شود به طوری که پیک  $1106\text{ cm}^{-1}$  که نشان دهنده ایجاد Si-O-Si است، ظاهر می‌شود. تغییرات بیان شده نشان دهنده پیشرفت واکنش تراکم در شکل ۷ نسبت به شکل ۶ است. کاهش شدت پیک در محدوده  $1268\text{ cm}^{-1}$  نشان دهنده تبدیل عمده گروه‌های Si-OMe به Si-OH است. بنابراین، واکنش آبکافت در این مرحله پیشرفت بیشتری دارد [۷].

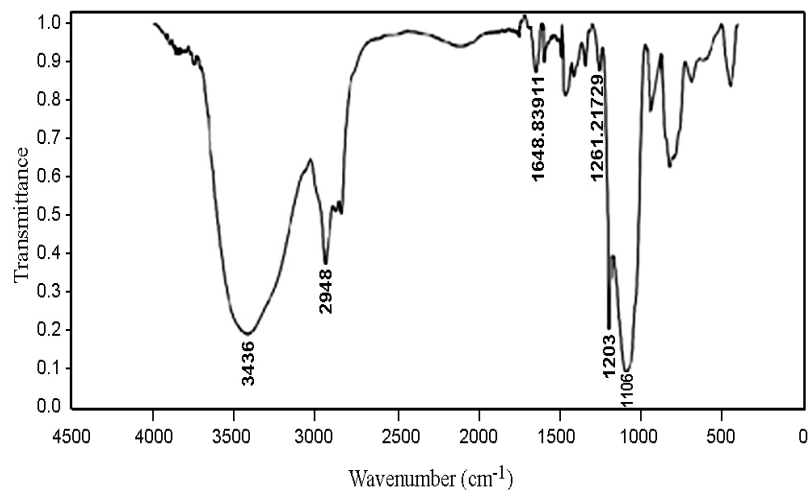
برای بررسی جلوتر بودن واکنش‌های آبکافت و تراکم نسبت به یکدیگر، تغییرات پیک آب را مورد نظر قرار می‌دهیم. همان طور که دیده می‌شود، شدت پیک  $1648\text{ cm}^{-1}$  در شکل ۶ کاهش می‌یابد. بنابراین نتیجه می‌گیریم که مصرف آب در تبدیل گروه‌های Si-OMe به Si-OH و پیشرفت آبکافت بیشتر از تولید آب در اثر تراکم است. همان طور که در شکل ۶ و ۷ دیده شد، تغییری در حلقه اپوکسی



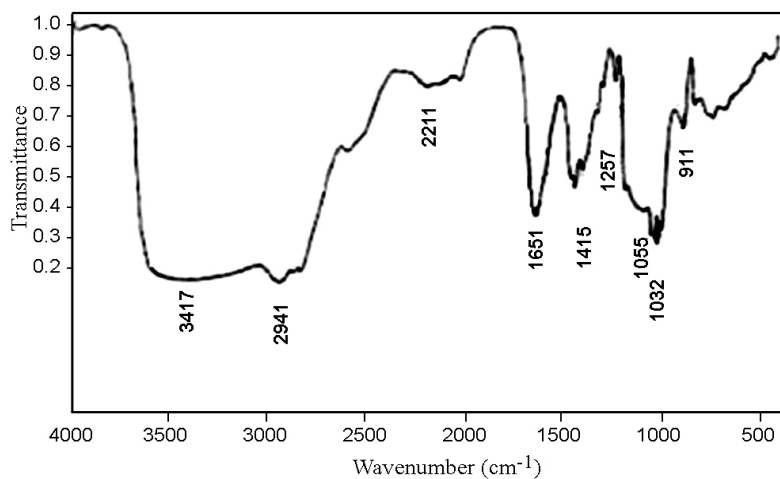
شکل ۵: واکنش‌های شیمیایی انجام شده در خلال فرآیند.



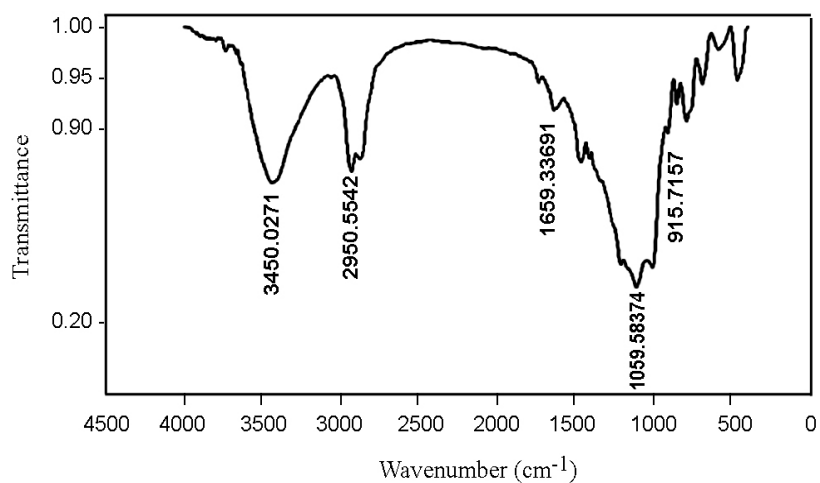
شکل ۶: طیف انتقال زیر قرمز محلول سل پس از ۲ ساعت آبکافت.



شکل ۷: طیف انتقال زیر قرمز محلول سل پس از ۳ ساعت آبکافت.



شکل ۸: طیف انتقال زیر قرمز محلول سل پس از افزودن ED.



شکل ۹: طیف انتقال زیر قرمز محلول سل پس از افزودن AEA.

این هم به این دلیل است که با افزایش نسبت این آمینوسیلان به GPTMS+TMOS گروه‌های آزاد آمینی در پوشش‌ها افزایش می‌یابد و می‌توانند رطوبت بیشتری را جذب کنند و در نتیجه مقاومت الکتریکی سطحی را بیشتر پایین بیاورند. همان‌طور که در نمودار مشاهده می‌شود در پوشش‌هایی که در آنها نسبت AAPM به GPTMS+TMOS بیش از ۰,۴ است می‌توان به خاصیت ضد الکتریسیته ساکن رسید.

### ۳-۳- بررسی چسبندگی به وسیله آزمون برش متقاطع

نمونه‌های پوشش داده شده روی بستر شیشه‌ای به منظور انجام آزمون برش متقاطع تهیه شدند. نتیجه آزمون نشان داد که چسبندگی همه پوشش‌ها خوب بوده و در حد 5B است. در تصویر SEM سطح مقطع در فصل مشترک پوشش و زمینه فاصله‌ای مشاهده نمی‌شود که نشان‌دهنده چسبندگی خوب پوشش به بستر است. دلیل این امر را می‌توان با توجه به سازوکار عملکرد بهبوددهنده‌های چسبندگی به برقراری پیوندهای شیمیایی بین لایه سیلان نفوذناپذیر (Si-O-Si) با بستر شیشه‌ای نسبت داد. پیوندهای کوالانسی ایجاد شده در برابر هجوم مولکول‌های آب نیز پایدار بوده و آبکافت نمی‌شوند [۸]. شفافیت و یکنواختی نمونه‌های پوشش با استفاده از طیف‌سنجی UV و عکس پوشش روی بستر شیشه‌ای نوشته‌دار اثبات شد (شکل ۱۱).



شکل ۱۱: عکس پوشش روی بستر شیشه‌ای دارای نوشته.

شفافیت نمونه‌ها در محدوده نور مرئی (۳۸۰-۷۸۰ nm) با استفاده از طیف‌سنجی UV مورد مطالعه قرار گرفت و مشاهده شد که اعمال پوشش، باعث کاهش شفافیت در این نمونه‌ها نشده است و نمونه‌ها از شفافیت بالایی (۹۲٪-۸۶) برخوردارند.

### ۴- بررسی ریزساختار با میکروسکوپی الکترون پویشی (SEM)

#### و میکروسکوپ الکترون عبوری (TEM)

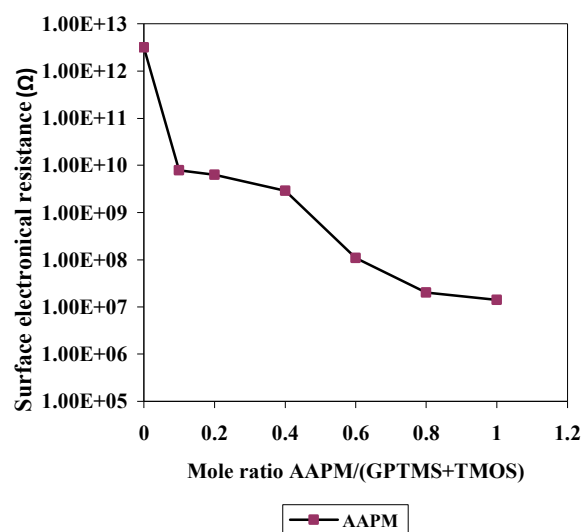
خواص مکانیکی، پایداری گرمایی و شفافیت پوشش‌های هیبریدی آلی- معدنی نانوساختار، به شدت تحت تاثیر میزان سازگاری فاز آلی (پلیمر) و فاز معدنی (نانوذرات) است. سازگاری فازهای آلی - معدنی و ریخت‌شناسی سطح به کمک SEM مورد مطالعه قرار گرفت. شکل ۱۲ تصویر SEM مربوط به نمونه A (جدول ۱) است.

### ۳-۲- بررسی مقاومت الکتریکی سطحی

خاصیت ضد الکتریسیته ساکن مواد مختلف در ۴ گروه دسته‌بندی می‌شوند. این طبقه‌بندی در جدول ۲ به طور خلاصه آمده است [۳]. می‌توان گفت که مقاومت سطحی کمتر از  $10^9$  اهم از تشکیل جرقه جلوگیری می‌کند.

جدول ۲: طبقه‌بندی خاصیت ضد الکتریسیته ساکن در ارتباط با مقاومت سطحی [۱۲].

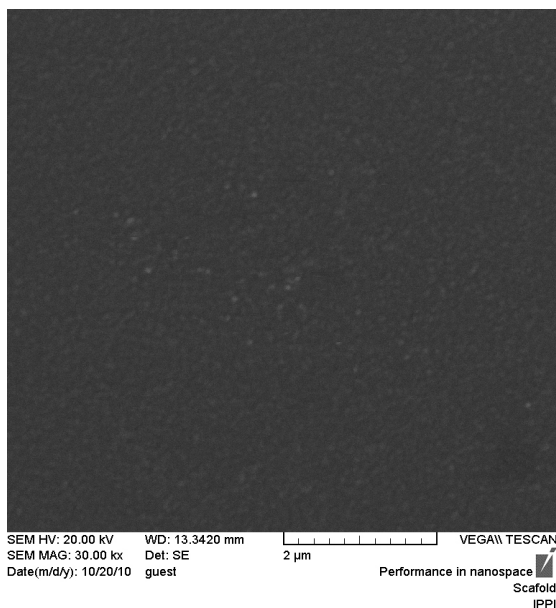
مقاومت سطح	طبقه‌بندی
$< 5 \times 10^9$	بسیار خوب
$5 \times 10^9 - 5 \times 10^{10}$	خوب
$5 \times 10^{10} - 2,5 \times 10^{11}$	متوسط
$> 2,5 \times 10^{11}$	ناکافی



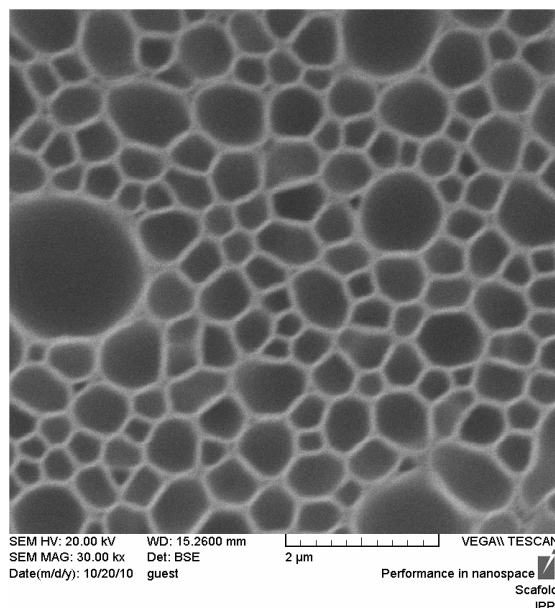
شکل ۱۰: اثر افزایش نسبت درصد مولی AAPM بر روی مقاومت الکتریکی سطحی.

گروه‌های آزاد آمینی موجود در AAPM می‌توانند رطوبت موجود در هوا را جذب کنند یعنی با مولکول‌های آب موجود در هوا می‌توانند پیوند هیدروژنی بدهند. رطوبت نیز رسانای جریان الکتریکی است، پس هرچه رطوبت بیشتری جذب شود مقاومت الکتریکی سطحی آن بیشتر پایین می‌آید و رساناتر می‌شود. رسانایی نیز با مقاومت الکتریکی سطحی رابطه عکس دارد. پس هرچه مقاومت الکتریکی سطحی کاهش یابد رسانایی افزایش می‌یابد.

همچنین از نمودار شکل ۱۰ می‌توان استنباط کرد که با افزایش نسبت مولی AAPM مقاومت الکتریکی سطحی کاهش می‌یابد.



شکل ۱۳: تصویر SEM نمونه آلیاژ آلومینیومی پوشش داده شده با فیلم هیبریدی آلی-معدنی (C<sub>2</sub>).

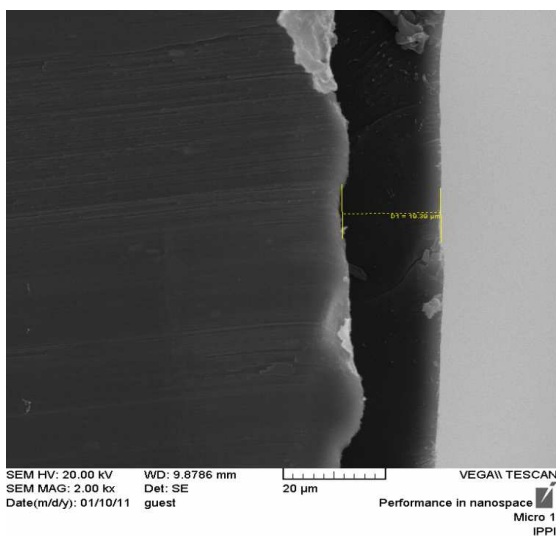


شکل ۱۲: تصاویر SEM از سطح پوشش نمونه A (بدون ترکیب آمینوسیلان)

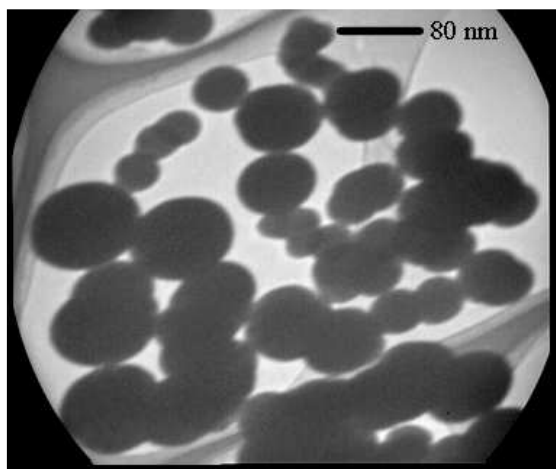
این شکل نشان می‌دهد که بدون حضور ترکیبات آمینوسیلان جزایری در سطح دیده می‌شود. مطالعه روی این جزایر نشان داد که تصاویر دیده شده ناشی از برجستگی و فرورفتگی روی سطح نیست بلکه مربوط به عدم یکنواختی محلول و محصولات واکنش نکرده است که بعداً در حین فرآیند پخت به صورت فازهای مجزا ظاهر شده‌اند.

همان‌طور که در شکل ۱۳ دیده می‌شود، افزایش AAPM می‌تواند باعث یکنواختی پوشش شود، به طوری که در محدوده مطالعه شده به علت اینکه اندازه ذرات در حد نانومتری است، پوشش روی زمینه کاملاً یکنواخت است. تصویر SEM سطح مقطع در شکل ۱۴ نشان داده شده است. همان‌طوری که در این شکل دیده می‌شود، در فصل مشترک پوشش و زمینه فاصله‌ای مشاهده نمی‌شود که نشان‌دهنده چسبندگی خوب پوشش به بستر است. همچنین ضخامت اندازه‌گیری شده به وسیله SEM از سطح مقطع این پوشش حدود ۱۹ میکرومتر است.

توزیع و ابعاد نانوذرات موجود در نانوکامپوزیت هیبریدی نهایی بعد از پخت با میکروسکوپ الکترون عبوری بررسی شد. شکل ۱۵ که مربوط به نمونه C<sub>4</sub> پس از پخت نهایی است و نشان‌دهنده ریخت و شکل نانوذرات در این پوشش است. تصاویر TEM فرضیات بحث شده در بخش‌های قبل را تایید و اثبات می‌کنند. همان‌طور که در شکل ۱۳ مشاهده می‌کنیم، نانوذرات کروی بوده و اندازه آنها ۶۰-۱۰۰ نانومتر است. همچنین این ذرات دارای توزیع اندازه تقریباً یکنواخت هستند [۱۰، ۱۱].



شکل ۱۴: تصویر SEM سطح مقطع پوشش‌های هیبریدی آلی-معدنی.



شکل ۱۵: تصاویر TEM نمونه C<sub>4</sub>.

نسبت AAPM به (GPTMS+TMOS) در آنها بیش از ۰,۴ بود مقاومت الکتریکی سطحی به کمتر از  $5 \times 10^9 \Omega$  رسید و در نتیجه پوشش C<sub>4</sub> نمونه بهینه از نظر ریخت‌شناسی سطح و اندازه نانوذرات و خاصیت ضد الکتریسیته ساکن است. تصویر SEM سطح مقطع نمونه‌ها چسبندگی خوب پوشش به بستر را اثبات کرد. سازگاری فازهای آلی - معدنی و ریخت‌شناسی سطح به کمک SEM تأیید شد و توزیع و ابعاد نانوذرات موجود در نانوکامپوزیت هیبریدی نهایی بعد از پخت با میکروسکوپ الکترون عبوری بررسی شد. اندازه ذرات ۶۰ تا ۱۰۰ نانومتر به دست آمد.

#### ۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش پوشش‌های نانوکامپوزیتی هیبریدی ضد الکتریسیته ساکن بر پایه سیلیکا با روش سل - ژل تهیه شده و خواص مکانیکی و الکتریکی آنها بررسی شد. این پوشش‌ها با استفاده از پیش‌سازهای آلی - معدنی GPTMS و TMOS در مجاورت کاتالیزور اسیدی و اتیلن دی آمین (ED) به عنوان عامل شبکه‌ای‌کننده و ترکیب آمینوسیلان به عنوان عامل ضد الکتریسیته ساکن تهیه شد. خاصیت ضد الکتریسیته ساکن پوشش‌ها با اندازه‌گیری مقاومت الکتریکی سطحی آنها بررسی و معلوم شد که مقاومت الکتریکی سطحی این پوشش‌ها با افزایش مقدار AAPM کاهش می‌یابد. در پوشش‌هایی که

#### ۵- مراجع

1. H. H. Zweifel, R. D. Maier, M. Schiller, *Plastics additives handbook*, Hanser. 2009, 655-656.
2. M. E. L. Wouters, D. P. Wolfs, M. C. Van der Linde, J. H. P. Hovens, A. H. A. Tinnemans, Transparent UV curable antistatic hybrid coatings on polycarbonate prepared by the sol-gel method. *Prog. Org. Coat.* 51(2004), 312-320.
3. I. Maksimenko, P. J. Wellmann, Low-temperature processing of transparent conductive indium tin oxide nanocomposites using polyvinyl derivatives. *Thin Solid Films.* 52(2011), 1341-1347.
4. B. Gornicka, M. Mazur, K. Sieradzka, E. Prociow, M. Lapinski, Antistatic properties of nanofilled coatings. *Acta Phys. Pol. A.* 117(2010), 869-872.
5. XU, W. Wang, S. L. Chen, Application of nanosol on the antistatic property of polyester. *Melliand International.* 11(2005), 56-59.
6. G. H. Ying, Chiang, I. L. Fung lo, j. Properties of hybrid materials derived from hydroxyl-containing linear polyester and silica through sol-gel process. i. Effect of thermal treatment. *J. App. Pol. Sci.* 78(2000), 1176-1190.
7. R. Zandi-zand, A. Ershad-langroudi, A. Rahimi, Silica based organic-inorganic hybrid nanocomposite coatings for corrosion protection. *Prog. Org. Coat.* 53(2005), 286-291.
8. A. Rahimi, A. Ershad-Langroudi, S. Gharazi, Synthesis of the nanocomposite hydrophilic coating on glass substrates 4<sup>th</sup> Int. Seminar on Polym. Sci. Tech. Tehran, Iran, (2005), 5322.
9. D. Zare-Hosseini-abadi, A. Ershad-Langroudi, A. Rahimi, Preparation of anatase nanoparticles thin film coatings by sol-gel method at low temperature and investigation of their photocatalytic activities. *J. Color Sci. Technol.* 3(2009), 121-129.
10. A. Rahimi, S. Gharazi, A. Ershad-Langroudi, D. Ghasemi, Synthesis and characterization of hydrophilic nanocomposite coating on glass substrate. *Appl. Surf. Sci.* 255(2009), 5746-5754.
11. S. Gharazi, A. Ershad-Langroudi, A. Rahimi, The influence of silica synthesis on the morphology of hydrophilic nanocomposite coating. *Sci. Iranica*, 18(2011), 785-789.