



سازمان ثبت اسناد و املاک کشور

گواهی نامه ثبت اختراع

۰۰۳۶۵۲ الف / ۸۹

شخصات مالک: عباس محمدی ۲۵٪ - محمد برمرا ۲۰٪ - مهدی باریکانی ۲۵٪ - پژوهشگاه

پلیمر و پتروشیمی ایران ۳۰٪

آدرس: تهران کیلومتر ۱۵ اتوبان تهران کرج خروجی شماره ۱۷ شهرک پژوهش و فناوری بلوار پژوهش
پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

شخصات ثنتیع: عباس محمدی - محمد برمرا - مهدی باریکانی

تابعیت جمهوری اسلامی ایران

عنوان اختراع: تهیه نانو کامپوزیت الاستومرهاي پلي يورتان مغناطیسی به روش پلیمریزاسیون درجا.

طبقه‌بندی مبنی‌الملک:

حق تقدیم:

محل ثبت:

ثماره و تاریخ ثبت اختراع:

۱۳۹۱/۰۴/۲۰ - ۷۵۸۹۴

ثماره و تاریخ ثبت اختراع:

۱۳۹۱/۰۲/۱۱ - ۱۳۹۱۵۰۱۴۰۰۳۰۹۶

مدت حایت: بیست سال
۱۴۱۱/۰۲/۲۳ تا ۱۳۹۱/۰۲/۱۱

امضاء:

تاریخ: ۱۳۹۱/۰۵/۱۴

مهرداد الیاسی

اداره کل مالکیت صنعتی
رئیس اداره ثبت اختراعات

* نام گواهی نامه: توصیف ادعا، خلاصه توصیف و نظر

* دعورت تقدیم‌خواهین، مالکین و یا تغییرات برای ثبت شرح ندرج در نامه گواهی نامه می‌باشد.

۵۰۰ ریال



پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

عنوان:

تهیه نانو کامپوزیت الاستومرهای پلی یورتان مغناطیسی به روش پلیمریزاسیون در جا

اسامی پدیدآورندگان:

عباس محمدی

مهدی باریکانی

محمد برص

و پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

محل کار:

پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

بسمه تعالی

توصیف اختراع

شرح و توصیف:

الف) عنوان اختراع به گونه ای که در اظهارنامه ذکر گردیده است.

تهیه نانو کامپوزیت الاستومرهای پلی یورتان مغناطیسی به روش پلیمریزاسیون درجا

ب) زمینه فنی اختراع مربوط.

بخش ب: انجام عملیات مختلف؛ شبیه و متالوژی، زیربخش؛ فناوری ساختارهای ذرهی، نانو فناوری نانو کامپوزیت الاستومرهای پلی یورتان مغناطیسی تهیه شده امکان استفاده در بیوپزشکی به علت زیست سازگاری و تجهیزات الکترونیکی را دارد

ج) مشکل فنی و بیان اهداف.

نانو کامپوزیت الاستومرهای پلی یورتان مغناطیسی با وارد کردن نانوذرات مغناطیسی به ماتریس پلی یورتانی تهیه می شوند. یکی از مشکلات غیر قابل اجتناب نانوذرات مغناطیسی اکسید آهن، ناپایداری ذاتی آنها در طول زمان می باشد. این نانوذرات تمایل دارند برای کاهش انرژی ناشی از نسبت سطح به جسم بالا وجود نیروی دوقطبی - دو قطبی مغناطیسی تجمع یابند که در نتیجه آن اندازه ذرات بزرگتر می شود. به همین دلیل نمیتوان میزان بالایی از نانوذرات را برای افزایش خواص مغناطیسی بدون افت خواص مکانیکی جهت تهیه نانو کامپوزیت وارد ماتریس پلیمری کرد. از طرف دیگر اگر این نانوذرات پوشش داده نشوند از لحاظ شیمیایی فعالیت بالایی داشته و در هوا برآخنی اکسید می شوند که به طور کلی باعث کاهش خواص مغناطیسی آنها می شود. همچنین بدلیل ماهیت غیر قطبی این نانوذرات پوشش داده نشده، توزیع آنها در ماتریس قطبی پلی یورتان به خوبی صورت نمی گیرد.

روش تهیه نانو کامپوزیت نیز بر خواص مکانیکی و مغناطیسی آن تأثیر می گذارد بطوری که روش پلیمریزاسیون درجا به این علت که پلیمر در حضور نانوذرات تشکیل می شود، بر خلاف روشهای دیگر باعث بهبود توزیع

نانوذرات در ماتریس پلیمری می‌شود به همین منظور جهت رفع مشکلات ذکر شده، در این اختصار ناموکامپوزیت الاستومرهای پلی یورتان مغناطیسی با مقادیر متفاوتی از نانوذرات مغناطیسی اصلاح سطحی شده به روش پلیمریزاسیون درجا نهیه شد.

۵) شرح وضعیت دانش پیشین و سابقه پیشرفت هایی که در ارتباط با اختصار ادعایی وجود دارد.

مطالعات زیادی در زمینه تولید و تهیه نانوکامپوریت‌های مغناطیسی انجام گرفته است. برای این منظور از پلیمرهای مختلف همچون پلی سیلوکسان‌ها، پلی کربنات‌ها، پلی آکریلات‌ها و پلی یورتان‌ها بسته به نوع کاربری آنها استفاده شده است که ازین آنها پلی یورتان‌ها به دلیل خواص مکانیکی و زیست‌سازگاری خوبی که دارند به اشکال مختلف (الاستومر، فیلم نازک، فرم، الیاف) مورد توجه‌اند.

طبق مطالعات انجام شده در این زمینه نانوکامپوزیت‌های مغناطیسی بر پایه پلی یورتان، حاوی نانوذرات مغناطیسی اصلاح نشده و یا بدون گروههای عاملی فعال در واکنش پلیمریزاسیون می‌باشند که به دلیل تجمع نانوذرات در ماتریس پلیمر خواص مکانیکی و مغناطیسی خوبی نشان نمی‌دهند.

همچنین در گزارشات دیگری جهت تهیه این نوع نانوکامپوزیت‌ها، نانوذرات مغناطیسی یا در مرحله پلیمریزاسیون پلی یورتان وارد سیستم شده است و یا در محلول پلی یورتان از قبل آماده شده دیپرس می‌شوند.

ه) ارائه راه حل برای مشکل فنی موجود همراه با شرح دقیق.

در این اختصار جهت رفع مشکلات ذکر شده نانوکامپوزیت الاستومرهای پلی یورتان مغناطیسی طی دو مرحله به صورت زیر تهیه شدند. در مرحله نخست با استفاده از استراتژی هسته-پوسته یک لایه محافظتی آلی سطح نانوذرات را می‌پوشانند. عامل اصلاح کننده علاوه بر جلوگیری از تجمع یافتن نانوذرات، می‌تواند به خاطر داشتن گروههای عاملی فعال اسیدی در واکنش پلیمریزاسیون پلی یورتان نیز شرکت کند. همچنین به دلیل قطبی بودن لایه آلی، توزیع این نانوذرات در حلال قطبی و ماتریس پلی یورتان بہبود می‌باید. در مرحله دوم، نانوذرات اصلاح سطحی شده در مرحله قبلی وارد سیستم پلیمریزاسیون پلی یورتان می‌شوند. شرکت نانوذرات در واکنش

پلیمریزاسیون باعث توزیع بهتر آبها می شود که در این صورت می توان میزان بیشتری از این نانوذرات را بدون افت خواص وارد پلیمر کرد.

روش تهیه نانوذرات اصلاح سطحی شده

مواد اولیه لازم برای تهیه نانوذرات اکسید آهن با عامل اصلاح کننده مناسب بعد از اکسیژن زدایی در دمای مشخصی به محلول بازی تحت هم زدن شدید اضافه شد. طی مدت زمان معینی واکنش انجام شد. رسوب به دست آمده با آهربا جدا شد و بعد از خالص سازی با حلالهای مناسب، خشک گردید.

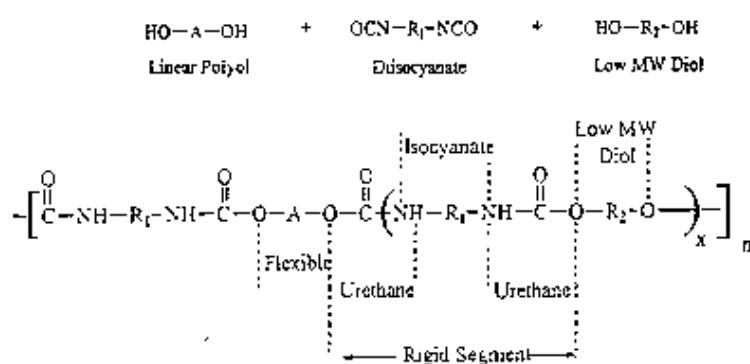
روش تهیه نانو کامپوزیت

برای تهیه نانو کامپوزیت، از روش پیش پلیمر استفاده شده است. به این صورت که ابتدا مقادیر مشخصی از ترکیبات پلی ال و ترکیبات دی ایزو سیانات در دمای $80-100^{\circ}\text{C}$ در یک راکتور یک لیتری تحت گاز نیتروزن و هم زدن مکانیکی با هم واکنش داده، سپس ترکیب دی الی به همراه مقادیر مشخصی از نانوذرات مغناطیسی اکسید آهن اصلاح سطحی شده که هردو به عنوان زنجیر افزاینده با ایزو سیانات واکنش می دهند، به سیستم اضافه شد و به مدت 30-10 دقیقه اجازه داده شد که واکنش ابساط زنجیر انجام شود. محلول حاصل، به قالب تفلوئی ریخته شد و به مدت 24 ساعت در آون معمولی واکنش پخت کامل شد.

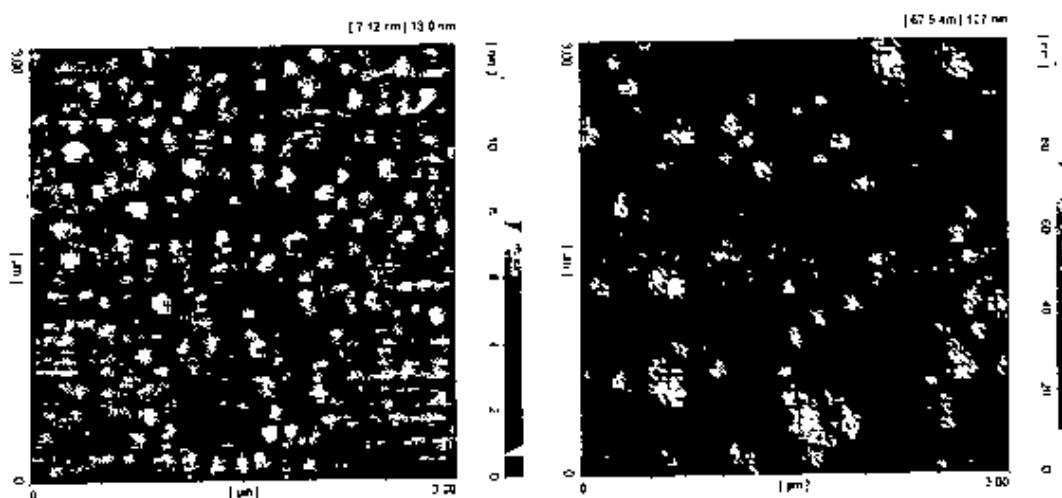
جهت شناسایی محصول نهایی از آنالیز پراش اشعه ایکس (XRD)، میکروسکوپی نیروی اتمی (AFM)، آنالیز گرمایشی (TGA)، مغناطیس سنج نمونه مرتعش (VSM) و میکروسکوپی الکترونی رویشی (SEM) استفاده شد. برای رسیدن به شرایط بهینه پارامترهای مختلفی از جمله زمان، دما، دور همزن، سرعت افزودن مواد مرحا و مقدار نانوذرات در نانو کامپوزیت بررسی شد.



و) توضیح اشکال، نقشه و نمودارها.



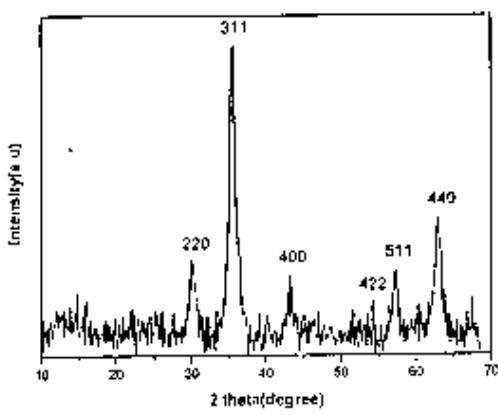
شکل 1 شماتیکی ستر نانو کامبوزیت الاستومر پلی بورنائ مغناطیسی



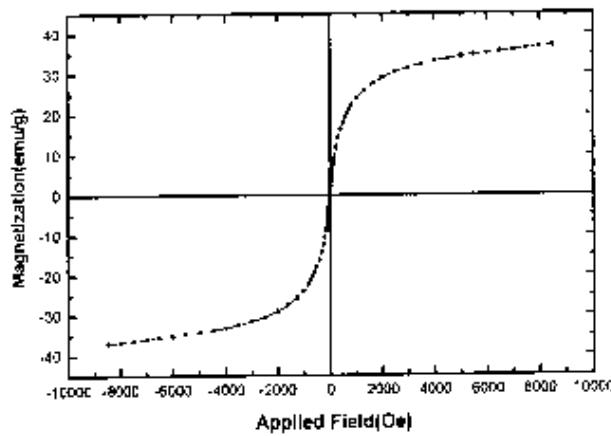
شکل 2 تصاویر توپوگرافی دوبعدی AFM. نانودرات اصلاح نشده (راست)، نانودرات اصلاح شده (چپ)

5

ج

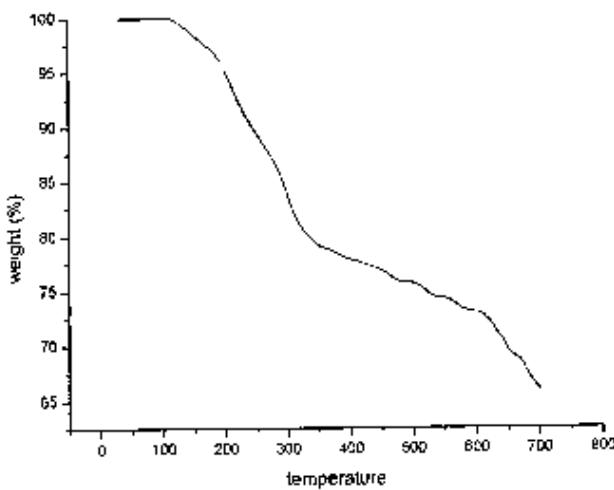


شکل ۳ الگوی پر اش اشعه ایکس نانوذرات اصلاح سطحی شده نانوذرات مغناطیسی Fe_3O_4



شکل ۴ اندازه گیری حلقه پسماند نانوذرات مغناطیسی اصلاح سطحی شده Fe_3O_4

[Handwritten signatures]



شکل ۵ منحنی آنالیز گرمایزنی نانوذرات مغناطیسی اصلاح شده Fe_3O_4

نتایج

- نتایج حاصل از AFM نشان داد که با اصلاح کردن نانوذرات ماتبودی گلایکولیک اسید، توزیع نانوذرات بهتر شده است و از میزان تجمع نانوذرات کاسته شده است.
- الگوی پر اشیعه ایکس نانوذرات نشان دهنده Fe_3O_4 با ساختار اسپینل وارون می باشد. و عامل اصلاح کننده آمورف می باشد. با استفاده از رابطه شرور ، اندازه کریستالها از طریق رابطه شرور برای نانوذرات اصلاح شده ۹.۹ بدست آمد.
- نتایج VSM نشان می دهد که نانوذرات مغناطیسی اصلاح سطحی شده دارای خاصیت ابرپارامغناطیسی می باشد.
- نتایج TGA نشان داد که حدود ۲۵٪ جرمی نانوذرات اصلاح شده را ماده اصلاح کننده تشکیل می دهد.

ز) بیان واضح و دقیق مزایای اختراع ادعایی.

در نمونه های قبلی به دلیل اینکه نانوذرات هیچ بر هم کشی با ماتریس پلی یورتان نداشتند، میران تجمع نانوذرات در ماتریس پلیمری افزایش می یافتد و خواص مکانیکی افت می کرد. اما در این اختراع به دلیل اینکه نانوذرات مغناطیسی اصلاح سطحی شده اند، امکان ایجاد بیوند شیمیایی بین گروه کربوکسیلیک اسید و ایزو سیانات و تشکیل گروه آمبدی وجود دارد. با این کار نانوذرات توزیع بهتری در ماتریس پلی یورتان داشته و همزمان با افزایش میزان نانوذرات در کثیر افزایش خواص مغناطیسی، خواص مکانیکی نانو کامپوزیت افت نمی کند.

ح) ذکر صریح کاربرد.

این نانو کامپوزیت به دلیل داشتن همزمان خواص مغناطیسی ناشی از نانوذرات و خواص مکانیکی و زیست سازگاری ناشی از ماتریس پلیمری پلی یورتان و پایداری شیمیایی خوب آن امکان استفاده در کاربردهایی نظیر بیوپزشکی جهت پوشش استنت مرای از بین بردن لخته ها در مسیر حرکتی آنها در رگ با استفاده از پدیده های پر ترمیای مغناطیسی و استفاده به عنوان مواد جاذب امواج مابکرورویو در تجهیرات الکترونیکی و دفاعی و همچنین به عنوان پوشش تجهیزات ارتباطی نظیر موبایل می تواند مورد استفاده قرار بگیرد.

ط) توضیح حداقل یک روش اجرایی برای به کارگیری اختراع

بعد از مرحله تهیه نانوذرات اصلاح سطحی شده، جهت تهیه نانو کامپوزیت ابتدا مقادیر ثابت و مشخصی از پلی کاپرولاكتون و ایزو فرود دی ایزو سیانات در دمای $C^{\circ} 90$ در یک راکتور یک لیتری تحت گاز نیتروژن با هم واکنش می دهند. سپس مقدار مشخصی از یوتان دی ال به همراه ۱-۵٪ از نانوذرات مغناطیسی اصلاح سطحی شده به سیستم اضافه شد و به مدت 30 دقیقه احازه داده شد که واکنش ابساط زنجیر انجام شود. مخلوط حاصل، به قالب تفلوئی ریخته شد و به مدت 24 ساعت در آون معمولی واکنش یخت کامل شد.

خلاصه‌ای از توصیف اختصاری:

نانوذرات مغناطیسی برای کاهش انرژی ناشی از نسبت سطح به جرم بالا و وجود نیروی دوقطبی - دوقطبی مغناطیسی تعایل به تجمع یافتن دارند و اندازه ذرات آنها افزایش می‌یابد به همین دلیل بیشتران میزان مالابی از نانوذرات را برای افزایش خواص مغناطیسی بدون افت خواص مکانیکی جهت تهیه نانو کامپوزیت وارد ماتریس پلیمری کرد. برای رفع مشکل اگلومره شدن از استراتژی هسته- پوسته که طی آن یک لایه محافظتی آلی سطح نانوذرات را می‌پوشاند، استفاده شد. استفاده از اصلاح کننده‌های سطحی می‌تواند علاوه بر جلوگیری از تجمع نانوذرات، باعث توزیع بهتر نانوذرات در ماتریس پلی یورتان شود. علت توزیع بهتر نانوذرات، شرکت آنها در واکنش پلیمریزاسیون به دلیل داشتن گروه عاملی فعال در سطحشان می‌باشد. بدین دلیل می‌توان میزان بیشتری از نانوذرات بدون افت خواص مکانیکی در کنار خواص مغناطیسی خوب وارد نانو کامپوزیت کرد. در این اختصار نانو کامپوزیت الاستomerهای پلی یورتان معناطیسی به روش پلیمریزاسیون در جا با استفاده از نانوذرات مغناطیسی اصلاح سطحی شده با درصد های متفاوتی از نانوذرات تهیه شده‌اند.

