

Всего
16 листов

На правах рукописи

Аид Алаа Ибрахим Ахмад

**и СТРУКТУРА И СВОЙСТВА
СЛОИСТОСТЛИКАТНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ
ПОЛИЭТИЛЕНТЕРЕФТАЛАТА**

Специальность 02.00.06 – Высокомолекулярные соединения

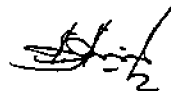
Автореферат

диссертации на соискание ученой степени
кандидата химических наук

Москва – 2006

Работа выполнена в Российском химико-технологическом университете
им. Д.И. Менделеева.

Научный руководитель: доктор химических наук, профессор
Микитаев Абдулах Касбулатович



Официальные оппоненты: доктор химических наук, профессор
Русанов Александр Львович

доктор химических наук, профессор
Гроздов Александр Григорьевич

Ведущая организация: Институт биохимической физики им.
Н.М.Эмануэля, РАН.

Защита состоится "15 ноября" 2006 г. в 14⁰⁰ заседании Диссертационного
совета Д 212.204.01 при РХТУ им. Д.И. Менделеева по адресу: 125047,
г. Москва, Миусская площадь, д.9.

С диссертацией можно ознакомиться в Научно-информационном центре
РХТУ им. Д.И. Менделеева.

Автореферат разослан "___" октября 2006 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Клабукова Л.Ф.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. В настоящее время полимерные материалы находят широкое применение в самых разнообразных областях человеческой деятельности. Степень их использования является одним из важнейших показателей уровня научно-технического прогресса страны.

Для изделий, эксплуатируемых в конкретных условиях, нужны материалы с заданным комплексом свойств. Проблему их разработки решают посредством направленной модификации уже имеющихся крупнотоннажных полимеров. Одним из способов регулирования свойств полимерных материалов является получение композитных материалов, в которых за счет направленного сочетания компонентов достигается требуемый комплекс свойств в конечном изделии. Такие системы создаются посредством поиска оптимальных полимерных комбинаций, или смешением полимера с наполнителями различной природы.

За последние годы повышенный интерес у исследователей различных областей науки вызывает новый тип композитных материалов, основанный на полимерах, модифицированных наномерными частицами слоистых силикатов. Это связано с тем, что такие композитные материалы обладают рядом существенных преимуществ. При введении в полимерную матрицу слоистых силикатов происходит увеличение модуля упругости, прочности, повышение термической стабильности и устойчивости к горению, снижение газопроницаемости материала. Из группы промышленных инженерных пластиков полиалкилентерефталаты занимают важное место во многих отраслях производства. Особый интерес из этой группы полиэфиров представляет полиэтилентерефталат (ПЭТ). Рост объема производства ПЭТ обусловлен широким применением последнего в изготовлении тары, волокон, пленок, изделий конструкционного назначения. Особое значение в указанных областях применения имеет повышение термической стабильности, деформационно-прочностных и барьерных свойств ПЭТ путем введения слоистых силикатов.

В связи с изложенным, разработка и изучение свойств нанокompозитных материалов на основе ПЭТ и органо-модифицированных слоистых силикатов (ОМСС) является весьма актуальной задачей, решение которой позволит еще в большей степени расширить области применения последнего.

Целью работы является исследование возможности получения нанокompозитных полимерных материалов в процессе двухстадийного синтеза ПЭТ и в процессе смешения в расплаве с использованием органо-модифицированных слоистых силикатов на основе Na⁺-монтмориллонита; изучение некоторых свойств ПЭТ в зависимости от природы и количества вводимого в полимерную матрицу органо-модифицированного слоистого силиката.

Для достижения указанных целей были поставлены следующие задачи.

- ✓ Разработать способ получения нанокompозитов:
 - а) в процессе двухстадийного синтеза ПЭТ;
 - б) в процессе смешения в расплаве.
- ✓ Изучить влияние способа получения нанокompозитов, структуры и количество nanoмерного наполнителя на структуру и основные физические свойства полученных нанокompозитов.
- ✓ Модифицировать свойства вторичного ПЭТ путём создания нанокompозитов на его основе.

Научная новизна. Впервые получены нанокompозиты в процессе двухстадийного синтеза и в процессе смешения в расплаве ПЭТ и органо-модифицированного монтмориллонита выделенного из бентонитовой глины месторождения Герпегеж (Россия, КБР).

Установлено, что в процессе получения нанокompозитов непосредственно при синтезе ПЭТ образуются нанокompозиты эксфолиированной структуры с большим содержанием органо-модифицированного слоистого силиката, чем в случае смешения в расплаве. Малоугловым рентгеноструктурным анализом подтверждено распределение органо-модифицированного слоистого силиката в композите на nanoмерном уровне.

Показано, что при использовании ОМСС на основе монтмориллонита российского происхождения с содержанием до 25% органомодификатора достигается улучшение физических свойств нанокompозитов, соответствующее нанокompозитам, полученным с использованием известных промышленных органоглин (Бентонит-128, Бентонит-160), содержащих до 35% органомодификатора. Установлена корреляция между термическими свойствами и содержанием наномерных частиц в ПЭТ. Впервые показано, что нанокompозиты на основе полиэтилентерефталата и слоистых силикатов имеют более высокую скорость и степень кристаллизации.

Практическая значимость. Полученные опытные образцы нанокompозитов на основе ПЭТ и органомодифицированных слоистых силикатов (нальчикит-М) обладают повышенными значениями модуля упругости, прочности, термической стабильности и устойчивости к горению. Нанокompозиты также обладают повышенными барьерными свойствами (проницаемость по кислороду на порядок ниже по сравнению с ПЭТ). Результаты работы могут быть рекомендованы для использования в опытно-промышленном производстве нанокompозитного ПЭТ на ОАО РУП "Химволокно" (Беларусь) и ЗАО «Сибур-Химпром» (Россия).

Апробация работы. Основные результаты диссертационной работы были представлены на Малом полимерном конгрессе (Москва, 2005), «The first Afro-Asian Conference on Advanced Materials Science and Technology (AMSAT 06), » (Египет, 2006).

Публикации. По материалам диссертации опубликовано 6 работ, в том числе 4 статьи, 2 тезиса доклада на конференциях.

Структура и объем работы. Диссертация включает в себя введение, литературный обзор, обсуждение результатов, экспериментальную часть, выводы и список использованной литературы.

Работа изложена на 121 странице машинописного текста, содержит 32 рисунка, 20 таблиц и список литературы, включающий 130 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении дается обоснование целесообразности и актуальности темы диссертационной работы. Сформулированы цель и задачи, научная новизна, практическая значимость и основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе осуществлен анализ имеющихся литературных данных по разработке новых полимерных материалов с использованием наномерных частиц неорганической природы. Дан анализ основных методов получения полимерных нанокомпозитов. Рассмотрены барьерные, термические и механические свойства полимерных нанокомпозитов. Анализ литературы позволил сформулировать цели и задачи исследования.

Во второй главе даны использованные и разработанные методики получения нанокомпозитов на основе ПЭТ, а также представлены методы исследования физико-химических характеристик нанокомпозитов.

В третьей главе «Обсуждение результатов» представлены основные результаты проведенных исследований.

В выводах сформулированы основные результаты диссертационной работы.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

1- Получение слоистосиликатных нанокомпозитов на основе ПЭТ

Для получения полимерных нанокомпозитов на основе органомодифицированных слоистых силикатов используют три основных метода: получение в растворе полимера, в расплаве полимера (экструзионный метод) и в процессе синтеза полимера (*in situ*). Среди этих методов, последние два являются наиболее часто используемыми для получения полимерных слоистосиликатных нанокомпозитов.

In situ метод основан на том, что мономеры или олигомеры проникают в межслойное пространство силиката и уже в процессе роста полимерной цепи происходит расширение галерей между силикатными пластинами.

Синтез слоистосиликатных нанокомпозитов на основе полиэтилентерефталата проводили с использованием в качестве мономеров диметилтерефталата и этиленгликоля и органомодифицированных слоистых силикатов в качестве наномерных наполнителей. В настоящей работе использовались три вида органомодифицированного слоистого силиката:

- ✓ органомодифицированный монтмориллонит, выделенный из бентонитовой глины месторождения Герпегеж – нальчикит-М;
- ✓ промышленный образец органомодифицированного монтмориллонита – бентонит-128;
- ✓ промышленный образец органомодифицированного монтмориллонита – бентонит-160 (табл. 1).

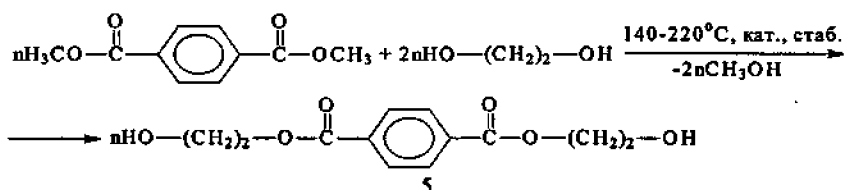
Таблица 1

Органомодифицированные слоистые силикаты (ОМСС)

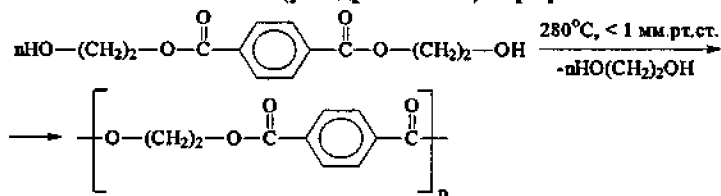
Название	Свойства		
	Органический Модификатор	Катионнообменная емкость	Потеря массы при 600°C, %
нальчикит-М		95 мг-экв/100 г глины	24
бентонит-128		90 мг-экв/100 г глины	35
бентонит-160		92 мг-экв/100 г глины	32

Получение нанокомпозитов в процесс синтеза полиэтилентерефталата включает стадии переэтерификации и поликонденсации.

1. Переэтерификация диметилтерефталата этиленгликолем:



2. Поликонденсация бис (β-гидроксипропил)-терефталата:



Реакцию перэтерификации диметилтерефталата с этиленгликолем осуществляли при 140-220°C в токе инертного газа, при этом процесс сопровождался выделением метанола.

Перед переходом ко второй стадии в реакционную смесь загружалось необходимое количество ОМСС. Поликонденсация осуществлялась при 220-280°C и остаточном давлении < 1 мм.рт.ст. Процесс сопровождался удалением избыточного количества этиленгликоля. Характеристические вязкости полиэфиров приведены в таблице 2. Значения вязкостей растворов в работе определены при 25°C в дихлоруксусной кислоте.

Таблица 2

Характеристические вязкости полученных полиэтилентерефталатов

Полимер	ОМСС	Количество ОМСС, мас. %	$[\eta]$, дл/г
ПЭТ	---	---	0,75
	нальчикит-М	1	0,77
		3	0,73
		5	0,80
		7	0,74
		10	0,69
	бентонит-128	1	0,72
		3	0,76
		5	0,73
		7	0,77
		10	0,72
ПЭТ	бентонит-160	1	0,76
		3	0,79
		5	0,71
		7	0,75
		10	0,73

Синтез полиэтилентерефталата проводили в присутствии ранее установленных систем стабилизаторов с применением в качестве катализатора – тетрабутоксититана. Количество стабилизаторов ирганокса, иргафоса и

гипофосфита натрия составляет 0,15:0,45:0,05% соответственно, от количества синтезированного полиэтилентерефталата. Количество катализатора (тетрабутоксититана) составляет 0,075% от количества синтезированного полиэтилентерефталата.

Так же нами методом смешения в расплаве были получены слоистосиликатные нанокompозиты на основе первичного и вторичного полиэтилентерефталата с содержанием в них от 1 до 7 мас. % и от 1 до 3 мас. % слоистых силикатов, соответственно.

Исследование свойств полученных нанокompозитов

1. Структура полиэтилентерефталат-слоистосиликатных нанокompозитов

При изучении свойств полученных нанокompозитов уделяли особое внимание изучению распределения органоимодифицированных слоистых силикатов в композите. Распределение органоимодифицированных слоистых силикатов в полимерной матрице имеет большое значение, так как свойства получаемых композитов напрямую зависят от их распределения.

Одним из основных методов изучения распределения органоимодифицированных слоистых силикатов в нанокompозите является метод рентгено-лучевой дифракции. На рисунке 1 представлены данные рентгено-лучевой дифракции, полученные для нальчикита, нальчикита-М и полиэтилентерефталата с различным содержанием нальчикита-М.

Из рисунка 1, видно, что для нальчикита наблюдается характерный пик в области $2\Theta = 7,0^\circ$ ($d = 1,19$ нм), пик соответствующий нальчикиту-М лежит в области $2\Theta = 3,5^\circ$ ($d = 2,47$ нм). При введении в полимерную матрицу полибутилентерефталата нальчикита-М в количестве до 5 мас. % включительно характерный пик для нальчикита отсутствует, что свидетельствует о разделении пластинок нальчикита на отдельные силикатные слои. Результаты анализа дифрактограмм позволяют говорить о полной эксфолиации глины.

При увеличении содержания нальчикита-М до 7 мас. % на дифрактограммах в области $2\Theta = 6^\circ$ появился пик, интенсивность которого очень мала. Максимум интенсивности этого пика соответствует $d = 1,76$ нм.

Это говорит о том, что в полученном композите области, в которых произошла полная эксфолиация нальчикита-М, сосуществуют с областями, сохранившими частичную упорядоченность в расположении слоевых пакетов. Увеличение содержания нальчикита-М до 10 мас. % приводит к появлению интенсивного пика в области $2\Theta = 6^\circ$.

Появление этого пика свидетельствует о наличии слоистого силиката, который образуется в виде агломератов. ависимость межплоскостного расстояния от содержания органомодифицированного слоистого силиката в композитах, полученных двухстадийной поликонденсацией в расплаве с использованием в качестве наномерной добавки бентонита-128 и бентонита-160, примерно такая же, что и в композитах, полученных с использованием нальчикита-М (рис. 2).

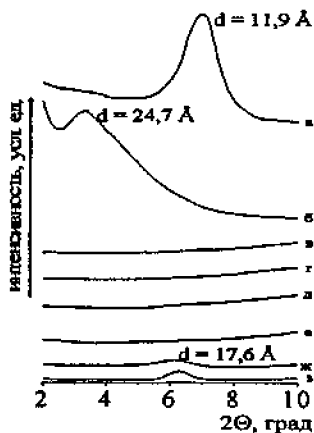
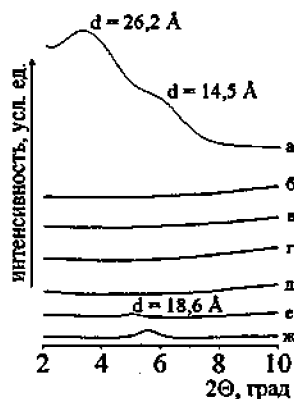
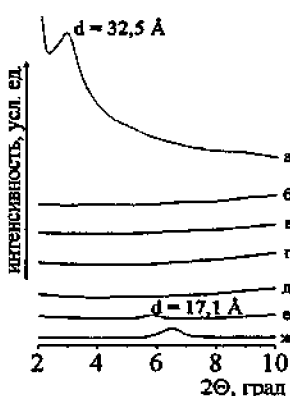


Рис. 1. Данные рентгено-лучевой дифракции:

а – нальчикита; б – нальчикита-М; полиэтилентерефталатов, полученных в процессе синтеза с х% содержанием нальчикита-М: в – 0%; г – 1%; д – 3%; е – 5%; ж – 7%; з – 10%.

Для нанокompозитов, полученных смешением в расплаве, образование композита смешанного типа наблюдается уже при введении 5 мас. % слоистого силиката в полиэтилентерефталат. Данные рентгеноструктурного анализа представлены на рисунке 3.



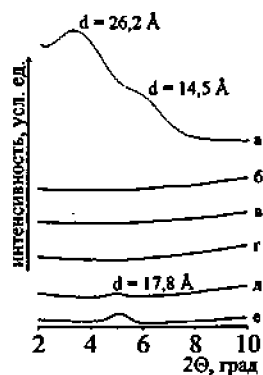
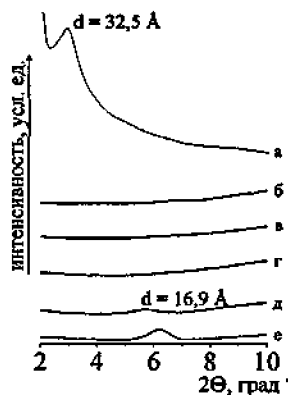
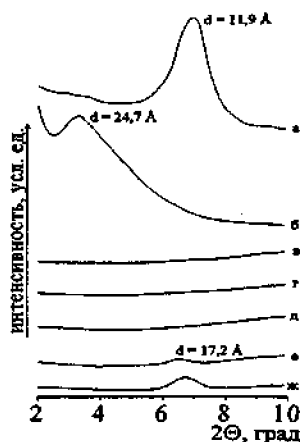
I

II

Рис. 2. Данные рентгено-лучевой дифракции:

I: а – бентонит-128; полиэтилентерефталаты, полученные в процессе синтеза с $x\%$ содержанием бентонита-128: б – 0%; в – 1%; г – 3%; д – 5%; е – 7%; ж – 10%.

II: а – бентонит-160; полиэтилентерефталаты, полученные в процессе синтеза с $x\%$ содержанием бентонита-160: б – 0%; в – 1%; г – 3%; д – 5%; е – 7%; ж – 10%.



I

II

III

Рис. 3. Данные рентгено-лучевой дифракции:

I: а – нальчикит; б – нальчикит-М; полиэтилентерефталаты, полученные в процессе смешения в расплаве с $x\%$ содержанием нальчикита-М: в – 0%; г – 1%; д – 3%; е – 5%; ж – 7%.

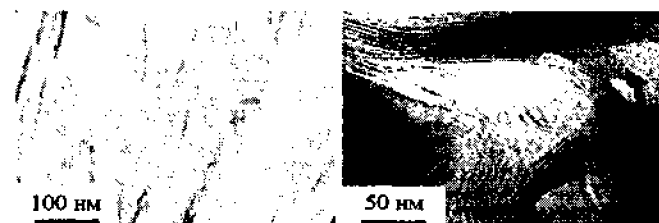
II: а – бентонит-128; полиэтилентерефталаты, полученные в процессе смешения в расплаве с $x\%$ содержанием бентонита-128: б – 0%; в – 1%; г – 3%; д – 5%; е – 7%.

III: а – бентонит-160; полиэтилентерефталаты, полученные в процессе смешения в расплаве с $x\%$ содержанием бентонита-160: б – 0%; в – 1%; г – 3%; д – 5%; е – 7%.

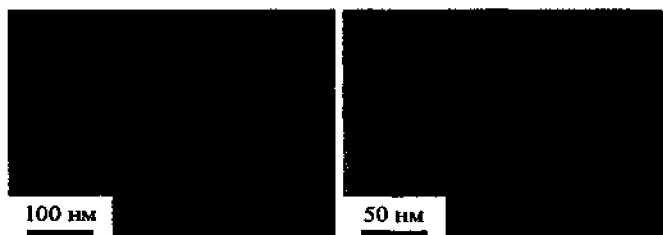
Для подтверждения структуры нанокompозитов, а именно равномерности распределения частиц органомодифицированного слоистого силиката, нами была использована трансмиссионная электронная микроскопия. На рисунке 4 представлены микрофотографии для слоистосиликатных нанокompозитов, полученных в процессе синтеза полиэтилентерфталата.

Анализ микрофотографий позволяет заключить, что при содержании 3 мас. % нальчикита-М структура нанокompозита является эксфолиированной. Об этом свидетельствует видимое отсутствие упорядоченной структуры самого слоистого силиката, которое проявляется при содержании 7 мас. % нальчикита-М в виде темных полос на микрофотографиях. Образование агломератов в случае нанокompозитов с содержанием 10 мас. % нальчикита-М проявляется в виде темных пятен на фотографиях.

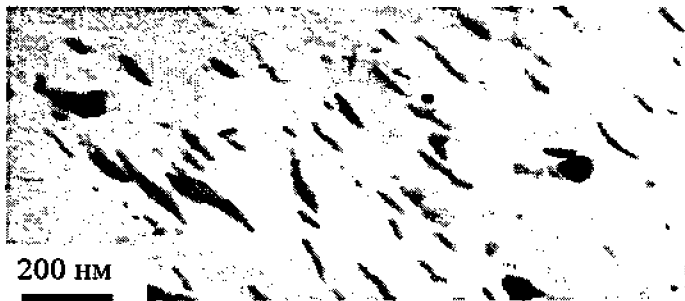
Полученные результаты, по-видимому, свидетельствуют о том, что существует пороговая концентрация, при которой органомодифицированный слоистый силикат способен распределиться на наномерном уровне в полимере данной природы, образуя нанокompозит эксфолиированной структуры.



I



II



III

Рис. 4. Микрофотографии поверхностей нанокомпозитов, полученные трансмиссионной электронной микроскопией:
I – 3 мас. % нальчикита-М; II – 7 мас. % нальчикита-М; III – 10 мас. % нальчикита-М.

Однако, при этом пороговая концентрация органоимодифицированного слоистого силиката несколько выше при введении его в синтезе на стадии образования олигомеров, чем в процессе смешения в расплаве. Это может быть объяснено тем, что увеличение расстояния между силикатными пластинами (межслоевое пространство - галерея) в процессе синтеза происходит преимущественно вследствие проникновения в пространство между ними растущих полимерных цепей, образующихся при синтезе.

2. Термические свойства полученных нанокомпозитов

Введение в полимерную матрицу органоимодифицированных слоистых силикатов приводит к изменению термической стабильности полимера. Для оценки термической стабильности расплавов полученных полиэтилентерефталат-слоистосиликатных нанокомпозитов использовались известные методы: определение коэффициента термостабильности расплава (К), термогравиметрический анализ (ТГА) и дифференциально-сканирующая калориметрия (ДСК). В таблице 3 приведены результаты исследования термостабильности расплава полиэтилентерефталат-слоистосиликатных нанокомпозитов.

Таблица 3

Термическая стабильность расплавов полиэтилентерефталат-слоистосиликатных нанокомпозитов, при 255 °С и 2.16 кг

Состав композита	ПТР ₅ , ^{*)} г/10 мин.	ПТР ₁₅ , ^{**)} г/10 мин.	ПТР ₃₀ , ^{***)} г/10 мин.	K _{15/5} ^{****)}	K _{30/5} ^{*****)}
ПЭТ	35	44	62	1,26	1,77
ПЭТ + 1 % нальчикит-М	34	35	33	1,02	0,97
ПЭТ + 3 % нальчикит-М	37	33	41	0,9	1,11
ПЭТ + 5% нальчикит-М	32	39	34	1,21	1,06
ПЭТ + 7% нальчикит-М	38	43	50	1,13	1,32
ПЭТ + 10% нальчикит-М	42	49	61	1,16	1,45

^{*)} - значение ПТР после 5 -минутной экспозиции в камере прибора;

^{**) - значение ПТР после 15 -минутной экспозиции в камере прибора;}

^{***) - значение ПТР после 30 -минутной экспозиции в камере прибора;}

^{****)} - K_{15/5} - отношение ПТР₁₅ к ПТР₅.

^{*****)} - K_{30/5} - отношение ПТР₃₀ к ПТР₅.

Повышение термостабильности расплавов ПЭТ при введении органоимодифицированных слоистых силикатов может быть объяснено двумя путями, с одной стороны увеличение термической стабильности ПЭТ связано с барьерными свойствами самого слоистого силиката, с другой стороны - пластинка слоистого силиката может выступить в роли связующего мостика между двумя макромолекулами полимера, что может фиксировать концевые группы и понизить их активность в гидролитических процессах.

Данные термогравиметрического анализа (ТГА) приведены на рисунке 5 и таблице 4.

Таблица 4

Результаты термогравиметрического анализа* полиэтилентерефталата и нанокомпозитов на его основе, полученных в процессе синтеза

Нальчикит-М, мас. %	Температура начала деструкции, °С	Величина коксового остатка при 600°С, %
0	380	1
1	398	8
3	400	19
5	400	24
7	394	26
10	390	20

* на воздухе

На основании данных термогравиметрического анализа было установлено, что температура начала деструкции увеличивается для всех полученных нанокомпозитов до 5 мас. % включительно. В отличие от исходного полиэтилентерефталата, все нанокомпозиты деструктируют с образованием коксового остатка, количество которого увеличивается с увеличением содержания слоистого силиката. Наличие коксового остатка говорит о более сложном характере термодеструкции нанокомпозитов. Сложность процесса термодеструкции может быть результатом того, что добавка слоистого силиката играет роль инициатора коксообразования вследствие оказываемых барьерных эффектов на летучие продукты, образующихся в результате термической деструкции, а также и других явлений, связанных с изменением энтропии цепей макромолекул приповерхностного слоя нанокомпозитов.

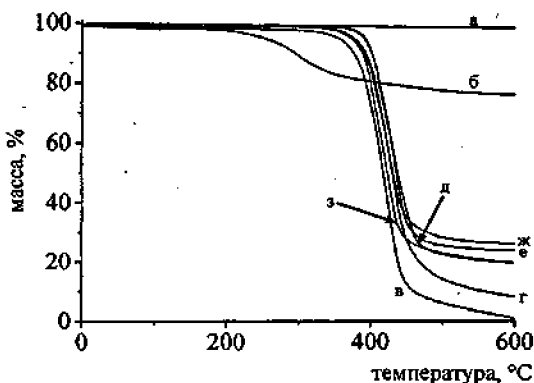


Рис. 5. Кривые термогравиметрического анализа (на воздухе, 20 °С/мин.): а – нальчикит; б – нальчикит-М; в – полиэтилентерефталат; нанокомпозиты с х% содержанием нальчикит-М полученные в процессе синтеза: г – 1%; д – 3%; е – 5%; ж – 7%, з – 10%.

По данным дифференциально-сканирующей калориметрии (ДСК) было установлено, что в присутствии наномерных частиц слоистого силиката происходит увеличение скорости кристаллизации полиэтилентерефталата. Это подтверждается результатами расчета времени полупериода кристаллизации при охлаждении расплавов.

Также обнаружено, что температуры начала кристаллизации нанокomпозитов выше (204-207°C), чем у полиэтилентерефталата (190°C). В свою очередь, температуры плавления для нанокomпозитов ниже, чем температура плавления полиэтилентерефталата. Понижение температуры плавления можно объяснить уменьшением размеров кристаллитов. Уменьшение ширины пика плавления указывает на более узкое распределение кристаллов по размерам в нанокomпозитах полиэтилентерефталата. Величина $\Delta H_{пл}$ для всех нанокomпозитов выше, чем для полиэтилентерефталата (42 Дж/г) и увеличивается с увеличением содержания нальчикита-М. Этот факт указывает на то, что степень кристалличности полиэтилентерефталата увеличивается в присутствии нальчикита-М.

3. Физико-механические свойства полученных нанокomпозитов

Нами были изучены некоторые физико-механические свойства полученных нанокomпозитов. Результаты измерений приведены в таблице 5.

Таблица 5

Некоторые свойства полиэтилентерефталата и нанокomпозитов на его основе, полученных в процессе синтеза

Состав композита		Свойства	
		Разрушающее напряжение при растяжении, МПа	Модуль упругости, ГПа
ПЭТ + нальчикит-М	0	65	3,00
	1	73	3,52
	3	85	3,81
	5	94	3,98
	7	87	4,15
	10	78	4,26
% увеличения		от 12 до 44 %	от 17 до 42 %
ПЭТ + бентонит-128	1	71	3,48
	3	84	3,82
	5	93	4,01
	7	88	4,17
	10	80	4,23
% увеличения		от 9 до 31 %	от 16 до 41%

Как видно из таблицы 5 предел прочности при растяжении и модуль упругости увеличиваются с повышением содержания органомодифицированного слоистого силиката. Это может быть связано с ориентированием полимерных цепочек в силикатных слоях. Относительное удлинение при разрыве для всех составов нанокомпозитов составило 4 – 8 %.

Нанокомпозиты на основе вторичного ПЭТ

Для повышения свойств вторичного полиэтилентерефталата в качестве модификаторов были использованы органомодифицированные слоистые силикаты, введение которых осуществлялось на стадии экструзии.

Нанокомпозиты, полученные на основе вторичного полиэтилентерефталата обладают улучшенными деформационно-прочностными свойствами (табл. 6).

Таблица 6

Некоторые свойства вторичного ПЭТ нанокомпозитов на его основе

Состав композита		Свойства	
		Разрушающее напряжение при растяжении, МПа	Модуль упругости, ГПа
ПЭТ + нальчикит-М	0	47	2,56
	1	58	2,82
	3	62	3,10
ПЭТ + бентонит-128	1	56	2,75
	3	61	2,96

Как можно заметить из таблицы 6, при введении 3-х % органомодифицированной глины, модуль упругости и разрушающее напряжение вторичного ПЭТ приближаются к значениям, характерным для первичного ПЭТ.

Полученные результаты, свидетельствуют о том, что органомодифицированные слоистые силикаты в количестве до 3 мас. % могут быть использованы в качестве модифицирующей добавки к вторичному полиэтилентерефталату, с целью улучшения его эксплуатационных характеристик.

ВЫВОДЫ

1. Разработаны способы получения слоистосиликатных нанокомпозитов - в процессе двухстадийного синтеза полиэтилентерефталата и смешением в расплаве полиэтилентерефталата со слоистыми силикатами, изучены некоторые свойства полученных нанокомпозитов.
2. Двухстадийной поликонденсацией в расплаве с использованием на первой стадии (перезтерификация) в качестве мономеров диметилтерефталата и этиленгликоля, на второй стадии (поликонденсация) - органомодифицированного слоистого силиката в качестве наномерной добавки, получены новые нанокомпозиты полиэтилентерефталата и определены оптимальные условия их получения.
3. Малоугловым рентгеноструктурным анализом идентифицирована структура полученных нанокомпозитов. Установлено, что нанокомпозиты полученные *in situ* являются эксфолиированными при содержании слоистого силиката менее 7 мас. %, а полученные смешением в расплаве - при содержании слоистого силиката менее 5 мас. %. При более высоких содержаниях слоистого силиката – и в первом, и во втором случаях формируются нанокомпозиты смешанного типа.
4. Исследованы термические свойства полученных нанокомпозитов. Установлена корреляция между потерей массы, коксовым остатком и содержанием наномерных частиц в нанокомпозите. Показано, что коксовый остаток существенно превосходит количество введенного слоистого силиката, что объяснено особенностями термодеструкции нанокомпозитного полиэтилентерефталата.
5. Установлено, что степень кристалличности и скорость кристаллизации слоистосиликатных нанокомпозитов полиэтилентерефталата увеличиваются с повышением содержания слоистого силиката, что может быть объяснено зародышеобразовательной ролью наноразмерного слоистого силиката.
6. Показана возможность существенного повышения свойств вторичного полиэтилентерефталата путем получения нанокомпозитов, содержащих до 3-х % органомодифицированных глин, что может служить новым способом рециклинга вторичного ПЭТ.

7. Комплекс физико-химических свойств полученных слоистосиликатных нанокompозитов позволяет рекомендовать их в производстве различных материалов, основанных на полиэтилентерефталате а разработанный способ получения нанокompозитов может быть рекомендован для апробации в опытно-промышленном производстве полиэтилентерефталата на Могилевском ОАО РУП "Химволокно" (Беларусь) и ЗАО «Сибур-Химпром» (Россия).

Основное содержание работы изложено в следующих публикациях:

1. Аларханова З.З., Шаов А.Х., Микитаев М.А., Аид Алаа Ибрахим Ахмад, Леднев О.Б. Твердофазная поликонденсация полиэфиров // Электронный журнал "Исследовано в России", 29, стр. 320-333, 2004 г. <http://zhurnal.apc.relarn.ru/articles/2004/029.pdf>
2. А.И.А. Аид, А.Ю. Беданокв, О.Б. Леднев. Способы рециклинга полиэтилентерефталата // Малый полимерный конгресс, Москва, 2005, с. 57.
3. Musaev Yu.I., Kharaev A.M., Musaeva E.B., Kvashin V.A., Dzaekmukhove A.B., Mikitaev M.A., Eid A. I., Korshak Yu.V. Polyarylate oximates (PAO), their physico-chemical properties and stabilizing influence on Polyalkylene terephthalate (PAT) // Polymers, Polymer Blends, Polymer Composites and Filled Polymers. Synthesis, Properties, Application, Nova Science Publishers, New York, 2006, P. 56.
4. Mikitaev M.A., Musaev Yu.I., Musaeva E.B., Kvashin V.A., Fotov R.B., Eid A. I., Korshak Yu.V. Thermostable Polybutylene terephthalate (PBT) modified with Polyformal oximates (PFO). // Polymers, Polymer Blends, Polymer Composites and Filled Polymers. Synthesis, Properties, Application, Nova Science Publishers, New York, 2006, P. 64.
5. Eid A., Mikitaev M.A., Mikitaev A.K. Recycled Polyethylene Terephthalate/Organo-Montmorillonite Nanocomposites, Formation And Properties // The first Afro-Asian Conference on Advanced Materials Science and Technology (AMSAT 06), Egypt, 2006.
6. Микитаев А.К., Беданокв А.Ю., Дорошенко Ю.Е., Аид Алаа Ибрахим Ахмад, Микитаев М.А., Борисов В.А. „Керефов Т.О.Состояние и перспективы производства полиэтилентерефталата, Химическая промышленность сегодня, 12, 2006.

