

بررسی تغییرات بلورینگی الیاف پلی استر عمل آوری شده با آمین به روشهای پراش پرتو ایکس و طیف سنجی زیر قرمز تبدیل فوریه

Investigation on Crystallinity Changes of Amine-treated Polyester Fibers Using XRD and FTIR

مصطفی یوسفی^{*}، صدیقه برهانی

اصفهان، دانشگاه صنعتی اصفهان، دانشکده نساجی، کدپستی ۸۴۱۵۶/۸۳۱۱۱

دریافت: ۸۳/۷/۲۸، پذیرش: ۸۳/۹/۱۶

چکیده

به منظور تغییر خواص الیاف پلی استر مواد شیمیایی گوناگونی استفاده می‌شوند. گروهی از این مواد آمینها هستند که توسط پژوهشگران برای مطالعه ساختار داخلی و تغییر خواص الیاف پلی استر بکار رفته‌اند. در این پژوهش، ساختار الیاف پلی استر نیمه آرایش یافته و کاملاً آرایش یافته عمل آوری شده با آمین با استفاده از روشهای پراش پرتو ایکس و طیف سنجی زیر قرمز تبدیل فوریه مطالعه شده است. نتایج بدست آمده در این پژوهش نشان می‌دهد که عمل آوری با آمین باعث افزایش شاخص بلورینگی، شاخص نظم بلوری و همچنین در زمانهای طولانی باعث افزایش اندازه بلور در الیاف پلی استر می‌شود. همچنین، روش پراش پرتو ایکس تغییرات بلورینگی و آرایش بلوری الیاف پلی استر را به خوبی نشان می‌دهد و در زمانهای کوتاه آمین کافت، واکنش با سرعت بیشتری روی می‌دهد.

واژه‌های کلیدی

پلی اتیلن ترفتالات، آمین کافت،
تخریب، تجزیه شیمیایی،
بلورینگی

مقدمه

روغن دوستی و قابلیت ایجاد پرز در سطح را دارند که برای بهبود آنها پژوهشهای وسیعی انجام گرفته و روشهای گوناگونی استفاده شده است. مواد شیمیایی مختلفی برای تغییر خواص پلی استر استفاده می‌شوند. گروهی از این مواد آمینها هستند که برای مطالعه ساختار داخلی و

الیاف پلی استر یا پلی اتیلن ترفتالات (PET) از نظر میزان تولید در جهان مهمترین لیف مصنوعی به شمار می‌روند. این الیاف در صنعت نساجی دارای خصوصیات فیزیکی مانند اتوپذیری، استحکام و دوام بسیار خوبند اما معایبی چون جذب رطوبت کم، خصوصیت

Key Words

poly(ethylene terephthalate), aminolysis,
degradation, chemical analysis,
crystallinity

حین خشک شدن سبب ایجاد تنش هیدروستاتیکی می شود که به عنوان منبع تولید تنشهای داخلی عمل می کند [۱۰، ۱۱]. خصوصیات شیمیایی و فیزیکی پلی استر آمین کافت شده توسط پژوهشگران مختلف بررسی شده است [۴]. در مورد پلی استر آمین کافت شده تغییر در رطوبت بازیافتی، جذب قطره و برخی خواص دیگر گزارش شده است و اعتقاد بر این است که افزایش جذب رطوبت در نتیجه افزایش قابلیت دسترسی لیف به آب و وجود گروههای آمیدی است. وجود آمید در لیف پلی استر رنگری آن را با انواع دیگر رنگها ممکن می سازد. الیاف پلی استر عمل آوری شده با آمین نه تنها با رنگهای اسیدی، بلکه با رنگهای پراکنده و در دمای محیط نیز می توانند رنگری شوند [۱۲]. همچنین گروههای آمید محلهایی را برای تشکیل پیوندهای شیمیایی کووالانسی فراهم می کنند و قادرند با اپوکسیدها، ایزوسیاناتها و ترکیبات متیلول واکنش دهند [۲]. در مورد خصوصیات مکانیکی این الیاف پژوهشهای کمتری انجام گرفته و کاهش محسوسی در استحکام و قابلیت کشیده شدن الیاف پلی استر عمل آوری شده با آمین گزارش شده است [۱۰].

یکی از قابلیت‌های پرتو ایکس در مطالعه مواد جامد، توانایی آن در تمایز حالت‌های منظم و بی نظم است. پرتوهای ایکس در برخورد با گازها، مایعات و جامدات بی شکل مانند شیشه پراکنده شده و طرح مشخصی روی فیلم به وجود نمی آورند، در حالی که این پرتوها در برخورد با مواد بلوری متفرق شده، طرحهای مشخصی با نقاط یا دایره‌های مشخص و تیز روی فیلم ایجاد می کنند. این ویژگی، پراش پرتو ایکس را به ابزاری مناسب برای تشخیص بلورینگی در اجسام تبدیل کرده است. نظریه‌های متفاوتی در زمینه ساختار پلیمرها وجود دارد که مهمترین آنها نظریه‌های نقص بلور و دو فازی است. در نظریه نقص بلور، پراکنده شدن پرتو ایکس به نقایص موجود در بلور نسبت داده می شود که بطور کلی با نظریه دو فازی و اندازه گیری درجه بلورینگی متفاوت است. باید در نظر داشت که اندازه گیری درجه بلورینگی مواد پلیمری با روشهای مختلف فیزیکی مانند پراش پرتو ایکس، چگالی، جذب در ناحیه زیرقرمز نتایج متفاوتی بدست می دهد. بنابراین، مشخص می شود که درجه بلورینگی پلیمر نمی تواند به شکل کاملاً دقیق و روشن تعریف شود و مقادیر عددی آن یا درصد مناطق بی شکل، حتی در صورت اندازه گیری با دقیق ترین دستگاهها به شکل مقادیر مطلق در نظر گرفته نمی شود. اغلب ترجیح داده می شود تا درجه نظم سه بعدی یا بلورینگی به شکل نسبی (شاخص بلورینگی) محاسبه و بیان شود. خواص فیزیکی و مکانیکی پلیمرها صرف نظر از اینکه چگونه اندازه گیری یا بیان شوند به مقدار زیادی به درجه بلورینگی آنها بستگی دارد. به عنوان مثال خواص کششی و سختی الیاف مستقیماً به میزان آرایش یافتگی مولکولهای پلیمری و بلورینگی

تغییر خواص پلی استر مورد توجه پژوهشگران مختلف قرار گرفته اند. آمینها نیتروژنی دارند که دارای جفت الکترونی غیر مشترک است، در نتیجه خواص شیمیایی آنها شباهت زیادی به خواص شیمیایی آمونیاک دارد. تمایل ازت برای به اشتراک گذاشتن این جفت الکترون، کلیه خواص شیمیایی آمینها را تحت تأثیر قرار می دهد. آنها در واکنش حمله هسته دوستی روی کربن گروه کربنیل که دارای کمبود الکترون است شرکت می کنند و گروه الکوکسی -OR- به وسیله -NH₂- جابه جا شده و آمید تولید می شود [۱]. این واکنش، به شکل استخلافی دوگانه است و منجر به قطع زنجیر در محل واکنش و تشکیل آمید می شود. آمین در واکنش آمین کافت استرها به شکل طرح ۱ شرکت می کند [۲]:



الکل آمید آمین استر

طرح ۱ واکنش آمین کافت استر.

در پژوهشهای انجام شده توسط پژوهشگران مختلف [۳، ۴] اظهار شده است که چند عامل بر سرعت واکنش با آمین مؤثرند. این عوامل عبارتند از: میزان قلیایی بودن آمین یعنی تراکم الکترون روی نیتروژن، وجود کاتالیزور، میزان ممانعت فضایی که به وسیله گروههای استخلاف شده روی آمین پدید می آید، پارامتر انحلال پذیری و وزن مولکولی ترکیب، غلظت معرف و گرمای واکنش.

آرنت و همکاران [۵] ترتیب فعالیت بعضی از آمینهای آلیفاتیک در واکنش آمین کافت را از زیاد به کم به ترتیب متیل آمین، اتیلن دی آمین، اتانول آمین، بوتیل آمین نرمال، پروپیل آمین نرمال، ایزوبوتیل آمین، β فنیل اتیل آمین، آلکیل آمین، بنزیل آمین، آمونیاک، ایزو پروپیل آمین، سیس بوتیل آمین و ترانس بوتیل آمین گزارش کرده اند.

در مطالعه و بررسی شکل شناسی الیاف پلی استر پس از خوردگی شیمیایی به وسیله آمین، شکافهایی بر سطح الیاف مشاهده شده است [۶-۸]. شکاف در حین تجزیه فقط زمانی ایجاد می شود که تنش خارجی بر نمونه اعمال شود. علاوه بر آن شکافها وقتی مشاهده می شوند که کاهش وزن محسوسی در نمونه مشاهده شود. شکل هندسی شکاف نیز به وسیله تنشهای باقیمانده داخلی تأثیرپذیر است و شکافهای ماریچی ناشی از تنشهای باقیمانده طولی و عرضی در لیف اند [۷]. شکل شکافها علاوه بر تنش با شرایط آرایش یافتگی و بلورینگی ناشی از گرما نیز تغییر می کند [۹]. همچنین، گزارش شده است که بر سطح نمونه‌های عمل آوری شده با آمین قبل از خشک شدن هیچ گونه شکافی مشاهده نمی شود و شکافها در حین خشک شدن بر سطح نمونه تشکیل می شود. فرایند آزدایی سبب شروع و پیشرفت شکاف می شود. زدودن آب در

نمونه ها به خوبی در آب مقطر شسته و خشک شدند و خواص مورد نظر اندازه گیری شد. لازم به ذکر است که در تمامی نمونه ها L/R ثابت انتخاب شد.

پراش پرتو ایکس با زاویه زیاد (WAXS)

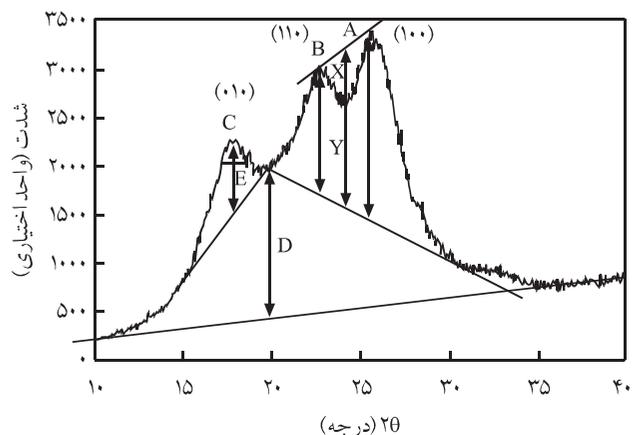
برای کار با دستگاه پراش پرتو ایکس، ابتدا الیاف به دور قابی از جنس مقوا پیچیده شده و به مدت ۲۴h در شرایط استاندارد قرار گرفتند سپس، در جهت استوایی در محل مخصوص نگهداری نمونه در دستگاه XRD قرار داده شدند. شرایط دستگاه شامل: اندازه پله 0.3° ، 40° ، $2\theta = 10^\circ$ هر پله ۲s، سرعت پویش $0.15^\circ/s$ ؛ زمان پویش $33/33$ min، جریان 30 mA و ولتاژ 40 kV بود.

از روش ارائه شده توسط کولرتون و همکاران [۱۴] برای بررسی ساختار الیاف پلی استر عمل آوری شده با آمین استفاده شد. در این روش نمودار پراش پرتو ایکس به دو قسمت بلوری و بی شکل تقسیم و سعی می شود تا به جای بدست آوردن مقادیر مطلق درصد بلورینگی، شاخص بلورینگی اندازه گیری شود. شاخص بلورینگی (CI) به شکل نسبت جزء بلوری به کل قسمتهای بلوری و بی شکل از معادله (۱) بدست می آید:

$$CI = \frac{A+B+C}{3D+(A+B+C)} \times 100 \quad (1)$$

در این معادله، CI شاخص بلورینگی و مقادیر A، B و C ارتفاع سه پیک بلوری و D ارتفاع قسمت بی شکل در نمودار پراش پرتو ایکس در شکل ۱ است.

پارامتر دیگر شاخص نظم بلوری (COI) است. شاخص نظم بلوری



شکل ۱ نمودار پراش پرتو ایکس الیاف پلی استر.

آنها بستگی دارد. همچنین، تنش تسلیم الیاف با افزایش درجه بلورینگی افزایش می یابد. روشهای مختلفی برای اندازه گیری درجه بلورینگی پلیمرها وجود دارد. در روش رولند مورد اشاره در مرجع [۱۳] بر پایه مجموعه ای از معادلات و با در نظر گرفتن نواقص شبکه، نسبت بلورینگی و ضریب نقص شبکه بدست می آید. این روش برای دو نوع پلیمر بکار رفته است. اول در مورد پلی پروپیلن که نیروهای بین مولکولی آن بیشتر از نوع واندروالس است و دوم در مورد پلی آمیدها که در آنها نیروهای بین مولکولی از نوع پیوندهای نسبتاً قوی هیدروژنی است. در روش هرمانز و ویدینگر مورد استفاده در مرجع [۱۳] با استفاده از شدت پراکندگی پرتو ایکس و منحنی رگراسیون و بدون در نظر گرفتن نقص بلور و در غیاب پلیمر ۱۰۰ درصد بی شکل، درجه بلورینگی معین می شود. در این روش باید نمونه های مختلف از پلیمر با درجات مختلف بلورینگی در دسترس باشد. این روش ابتدا برای سلولوز بکار رفت ولی بعداً برای پلیمرهای مصنوعی دیگر هم استفاده شد.

در این پژوهش، عمل آوری با آمین به وسیله متیل آمین در زمانهای متفاوت روی الیاف پلی استر انجام گرفت. سپس، بلورینگی و آرایش یافتگی بلوری نمونه ها به کمک یکی از روشهای موجود برای تجزیه و تحلیل داده های پراش پرتو ایکس اندازه گیری و با یکدیگر مقایسه شد.

تجربی

مواد

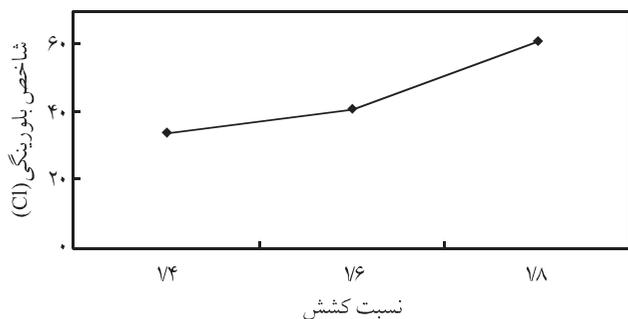
در این پژوهش، از متیل آمین ۴۰ درصد محصول شرکت مرک و الیاف پلی استر نیمه جهت یافته (POY) و کاملاً جهت یافته (FOY) تولید شده در کارخانه پلی آکریل اصفهان استفاده شد.

دستگاهها

در این پژوهش، دستگاه پراش پرتو ایکس (XRD) فیلیپس مدل Xpert و دستگاه طیف سنجی FTIR مدل Bomem بکار گرفته شد.

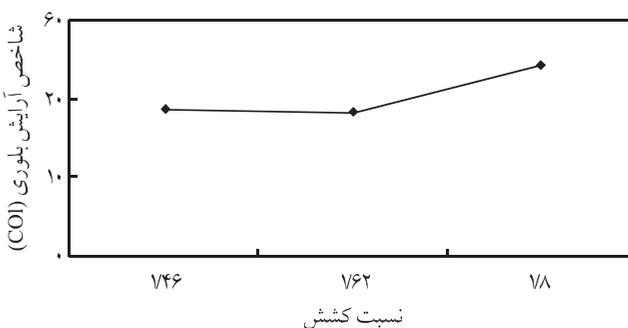
روشها

برای آمین کافت کردن الیاف پلی استر، الیاف به طولهای کوتاه بریده شدند و در ظرف سر بسته محتوی متیل آمین ۴۰ درصد قرار گرفتند. دمای عمل آوری $30^\circ C$ و زمان آن ۹۰، ۶۰، ۳۰، ۱۲۰min برای الیاف POY و ۱۲۰، ۱۸۰، ۲۴۰ و ۳۰۰min برای الیاف FOY بود. در انتها



شکل ۲ شاخص بلورینگی (CI) در مقابل نسبت کشش با استفاده از پراش پرتو ایکس.

بلورینگی شده است (شکل ۲). همچنین، افزایش نسبت کشش به میزان ۱/۸ افزایش محسوسی در شاخص آرایش بلوری را نشان می دهد (شکل ۳). این نتایج نشان می دهد که کشش بیشتر باعث افزایش احتمال ایجاد بلورینگی و آرایش یافتگی بهتر بلورها در جهت محور لیف می شود. همچنین، کشش بیشتر باعث کاهش ضخامت بلور در صفحات (۰۱۰) نیز شده است (شکل ۴). نتایج بدست آمده از طیف سنجی FTIR (شکل ۵) نتایج یکنواختی را در مورد شاخص بلورینگی الیاف POY کشیده شده با نسبتهای مختلف نسبت به نمونه خام نشان نمی دهد. طبق نظر وارد [۱۵] بیشتر تغییراتی که در شدت پیکها بدست می آید، در اثر ایجاد بلورینگی نیست، بلکه در اثر تغییر پیکربندی گروههای -O-CH₂-CH₂-O است. نتایج حاصل از پراش پرتو ایکس نشان داده است پیکربندی این گروهها در مناطق بلوری ترانس است، در حالی که در مناطق بی شکل پیکربندی ترانس و کج (gauche) وجود دارد و نسبت آنها نیز با عملیات مختلف که روی لیف انجام می شود می تواند تغییر کند. بنابراین، در بکار بردن طیف سنجی IR برای اندازه گیری شاخص بلورینگی باید دقت و احتیاط بیشتری بکار برد و حتماً از شواهد دیگری نیز استفاده کرد. شکل



شکل ۳ شاخص آرایش بلوری (COI) در مقابل نسبت کشش با استفاده از پراش پرتو ایکس.

با استفاده از معادله (۲) بدست می آید [۱۴]:

$$COI = \frac{CI \times \frac{X}{Y}}{E} \quad (2)$$

X، Y و E از نمودار پراش پرتو ایکس (شکل ۱) بدست می آیند. پهنای پیکهای بلوری (بر حسب رادیان) در نیمه ارتفاع پیک است. با کاهش عرض هر پیک ضخامت بلور در آن جهت افزایش می یابد. در اندازه گیری این کمیت باید اثرات شرایط دستگاه بر پهن شدن پیک را در نظر گرفت. ضخامت بلور با استفاده از معادله (۳) بدست می آید:

$$CS_{(hkl)} = \frac{K\lambda}{E \cos \theta} \quad (3)$$

در این معادله CS ضخامت بلور، ثابت K تقریباً برابر با ۱، λ طول موج پرتو ایکس و θ زاویه تفرق مطابق با قانون Bragg است [۱۴].

طیف سنجی زیرقرمز (FTIR)

طیف زیرقرمز الیاف قبل و بعد از عمل آوری با آمین به کمک دستگاه FTIR تهیه شد. شاخص بلورینگی (CI) نمونه ها با استفاده از نوار جذبی ۱۴۱۰ به عنوان استاندارد داخلی و نوار جذبی ۸۶۸ به عنوان نوار جذب بلور با استفاده از معادله (۴) محاسبه شد:

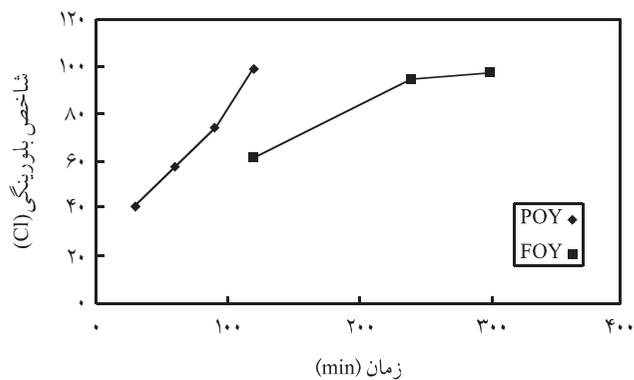
$$CI = \frac{A_{868}}{A_{1410}} \quad (4)$$

در این معادله A_{۸۶۸} و A_{۱۴۱۰} به ترتیب شدت جذب در ۸۶۸ و ۱۴۱۰ cm⁻¹ است [۶].

برای اینکه نتیجه اندازه گیریهای بلورینگی روی نمونه های آمین کافت شده با نمونه های دیگر هم مقایسه شود، نمونه هایی از الیاف POY، در دمای ۱۴۰°C به وسیله دستگاه کشش به نسبتهای ۱/۶۲، ۱/۷ و ۱/۸ کشیده شد و نمودار پراش پرتو ایکس و طیف سنجی زیرقرمز آنها به روش پیش گفته تهیه شد.

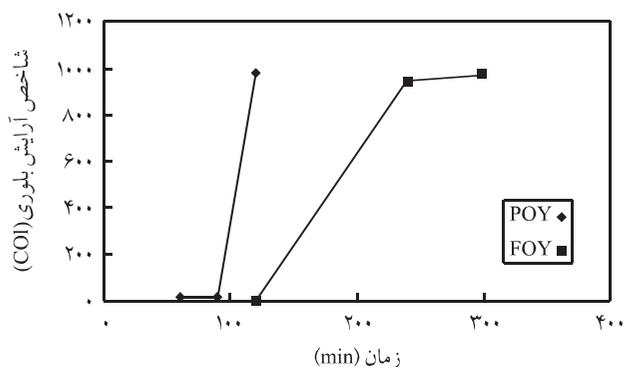
نتایج و بحث

نتایج بدست آمده در مورد اثر نسبت کشش بر شاخصهای بلورینگی، آرایش بلوری و اندازه بلور در شکلهای ۲-۵ آورده شده است. همان طور که مشاهده می شود افزایش نسبت کشش باعث افزایش شاخص

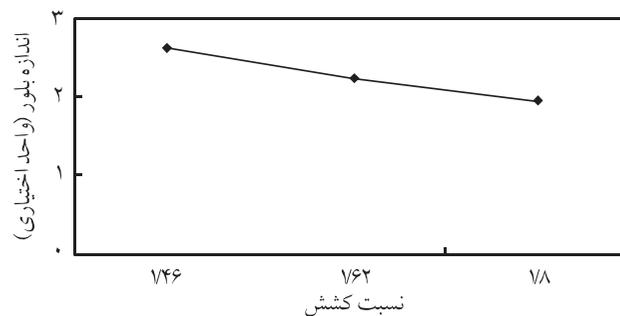


شکل ۶ شاخص بلورینگی (CI) در مقابل زمان واکنش با استفاده از پراش پرتو ایکس.

طولانی تر، آرایش بلورها افزایش می یابد چون با خارج شدن مواد باقیمانده از قسمتهای بی نظم، بلورهای باقیمانده فضای بیشتری برای تغییر جهت و آرایش یافتگی در اختیار دارند. این نتایج با پژوهشهای قبلی [۱۱،۱۶] که در آن ضریب شکست مضاعف و چگالی نمونه های آمین کافت شده افزایش یافته بود مطابقت دارد. در این مورد مشاهده می شود که افزایش آرایش بلوری در اثر آمین کافت کردن در الیاف POY سریعتر اتفاق می افتد که این پدیده را نیز می توان به بیشتر بودن مناطق بی نظم در الیاف POY نسبت داد که باعث افزایش آرایش بلوری در زمان عملیات کمتر می شود. در شکل ۸ دیده می شود که اندازه بلور تا زمان حدود ۷۵h برای الیاف POY و ۲h برای الیاف FOY، تغییر چندانی را نشان نمی دهد ولی با افزایش زمان تجزیه شیمیایی اندازه بلور بطور محسوسی افزایش یافته است. بنابراین، می توان نتیجه گرفت در زمانهای کوتاهتر عملیات، واکنشها با سرعت بیشتری در مناطق بی نظم انجام می گیرد و در نتیجه تغییر چندانی در اندازه بلورها پدید نمی آید

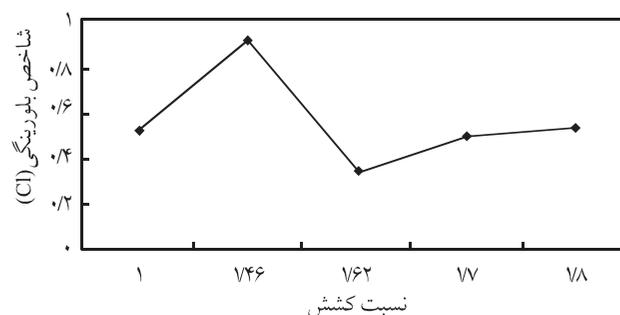


شکل ۷ شاخص آرایش بلوری (COI) در مقابل زمان واکنش با استفاده از پراش پرتو ایکس.



شکل ۴ اندازه بلور (CS) در مقابل نسبت کشش با استفاده از پراش پرتو ایکس.

۶ اثر زمان آمین کافت کردن بر شاخص بلورینگی الیاف POY و FOY را نشان می دهد. همان طور که مشاهده می شود آمین کافت کردن باعث افزایش بلورینگی می شود. برهانی [۱۶] نشان داد که سرعت واکنش آمین در مناطق بی نظم نسبت به مناطق بلوری بیشتر است بنابراین، این مناطق سریعتر در معرض تخریب و تجزیه به وسیله آمین قرار می گیرند. با افزایش زمان عملیات، بلورهای کوچکتر نیز به کلی تجزیه شده، با خارج شدن بقایای آنها، میزان بلورینگی افزایش می یابد. شاخص بلورینگی الیاف POY پس از گذشت ۲h به حدود ۱۰۰ رسیده است در حالی که در الیاف FOY همین پارامتر پس از گذشت ۵h به ۱۰۰ رسیده است. این نشان می دهد که در الیاف POY که دارای مناطق بی نظم بیشتری اند بلورینگی سریعتر افزایش می یابد و دلیل آن می تواند سرعت بیشتر واکنش در مناطق بی نظم باشد و در نتیجه در الیاف POY که دارای مناطق بی نظم بیشتری اند واکنش در این مناطق سریعتر اتفاق می افتد و زنجیرها سریعتر تخریب و از لیف خارج می شوند که باعث بیشتر شدن نسبت مناطق بلوری و در نتیجه شاخص بلورینگی می شود. در شکل ۷ دیده می شود که در زمانهای کوتاهتر عملیات (کمتر از ۲h)، تغییری در آرایش بلوری مشاهده نمی شود ولی در زمانهای



شکل ۵ شاخص بلورینگی (CI) در مقابل نسبت کشش با استفاده از طیف سنجی FTIR.

نیز (شکل ۹) نشان دهنده افزایش شاخص بلورینگی در نمونه های POY و FOY آمین کافت شده است. همچنین، افزایش زمان عملیات آمین کافت کردن با افزایش شاخص بلورینگی الیاف همراه است.

نتیجه گیری

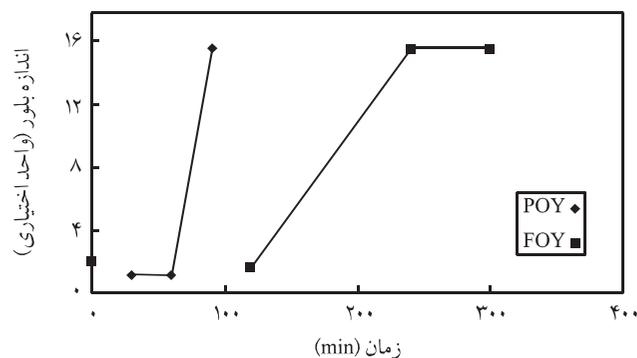
پراش پرتو ایکس روشی بسیار مناسب برای مطالعه ساختار الیاف است. با استفاده از این روش، تغییرات ایجاد شده در ساختار لیف پلی استر در اثر آمین کافت شدن بخوبی آشکار می شود. نتایج بدست آمده از این روش و روشهای دیگر مانند اندازه گیری خواص نوری و چگالی می تواند برای ایجاد درک بهتری از ساختار الیاف کمک کنند. با توجه به نتایج بدست آمده به نظر می رسد که می توان واکنش آمین با الیاف پلی استر FOY را به دو مرحله تقسیم کرد. در زمانهای کمتر عملیات، واکنش با سرعت بیشتری در مناطق بی نظم انجام می گیرد و بلورینگی به میزان کمی افزایش می یابد. همان طور که قبلاً اشاره شد می توان آنرا به خارج شدن مولکولهای تخریب شده از لیف و بیشتر شدن نسبت مناطق بلوری نسبت داد. البته احتمال القای بلورینگی به میزان کم در اثر آب و آمین در مناطق بی نظم هم وجود دارد. در زمانهای طولانی تر (بیش از ۲h عمل آوری)، مناطق بلوری کوچکتر هم تخریب شده و از لیف خارج می شوند و همین باعث می شود افزایش بلورینگی با سرعت بسیار بیشتری روی دهد. همچنین، خارج شدن بقایای مولکولهای تخریب شده در مناطق بی نظم می تواند شرایط را برای آرایش بیشتر بلورها فراهم کند. افزایش متوسط ابعاد بلورها را نیز می توان به تخریب بلورهای کوچک در زمانهای زیاد عمل آوری نسبت داد.

قردانی

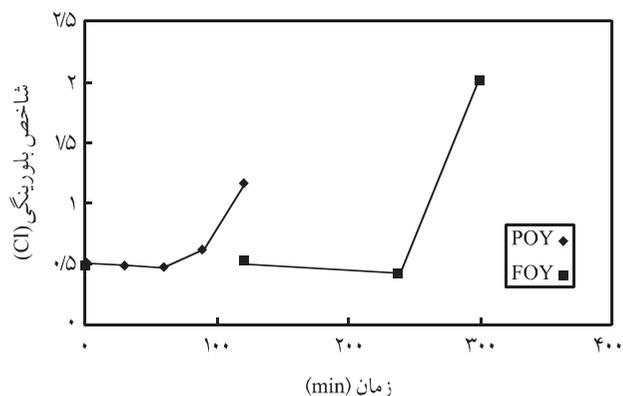
بدین وسیله از حمایت مالی معاونت محترم پژوهشی دانشگاه صنعتی اصفهان در انجام این طرح پژوهشی و آقایان مهندس اکبری دوگلستر و مهندس الشریف و خانم مهندس صرامی برای انجام آزمایشها تشکر و قردانی می شود.

مراجع

- Morrison R.T. and Boyd R. N., *Organic Chemistry*, 5 th ed., Boston Allyn and Bacom, USA, 912, 1987.
- Avny Y. and Rebenfeld L., *Chemical Modification of Polyester Fiber Surfaces by Amination Reactions with Multifunctional*



شکل ۸ اندازه بلور (CS) در مقابل زمان واکنش با استفاده از پراش پرتو ایکس.



شکل ۹ شاخص بلورینگی (CI) در مقابل زمان واکنش با استفاده از طیف سنجی FTIR.

ولی در زمانهای طولانی تر مناطق بلوری، به ویژه بلورهای کوچکتر مورد حمله آمین قرار می گیرند. در مقایسه الیاف POY و FOY مشاهده می شود که ضخامت بلور در زمان عملیات ۲h در الیاف POY افزایش زیادی را نشان می دهد، ولی در همین زمان ضخامت بلور در الیاف FOY تغییر چندانی نمی کند و افزایش ناگهانی در این پارامتر در زمان ۴h مشاهده می شود و این امر باز هم مؤید این است که در الیاف POY که دارای مناطق بی نظم بیشتری اند واکنش سریعتر به مناطق بلوری کوچک سرایت می کند که در نهایت منجر به افزایش نسبت مناطق بلوری بزرگ در لیف می شود. نتایج بدست آمده از طیفهای FTIR

Amines, *J. Appl. Polym. Sci.*, **32**, 4009-4025, 1986.

- Popoola V.A., Polyester Formation: Aminolytic Degradation and Proposed Mechanisms of the Reaction, *J. Appl. Polym. Sci.*, **36**, 1677-1683, 1988.