



## Comparison on the Effect of Diammonium Phosphate and Sodium Silicate as Coating Materials on Fire and Strength Properties of Paper Made from Bagasse Soda Pulp

Soleiman Zaheri<sup>1\*</sup>, Ali Ghasemian<sup>2</sup>, Mohammadreza Dehghani  
Firouzabadi<sup>3</sup>, Ghasem Asdpour<sup>4</sup>

1- Corresponding Author, Ph.D. Graduate in Wood and Cellulosic Products Engineering – Cellulosic Industries, Department of Paper Sciences and Engineering, Faculty of Wood and Paper Engineering, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran, Email: soleiman.aheri@yahoo.com

2- Professor, Department of Paper Sciences and Engineering, Faculty of Wood and Paper Engineering, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran

3- Associate Prof., Department of Paper Sciences and Engineering, Faculty of Wood and Paper Engineering, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran

4- Associate Prof., Department of, Paper Sciences and Engineering, Faculty of Wood and Paper Engineering, Sari University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Sari, Iran

Received: January 2025

Accepted: March 2025

### Abstract

**Problem definition and objectives:** Paper products are inherently flammable and easily burn, which poses serious risks in applications such as wallpaper, door coatings, prefabricated walls, and electrical cable insulation. Therefore, applying flame-retardant treatments is essential to enhance safety and durability. In this study, diammonium phosphate (DAP) and sodium silicate (SS) were employed as halogen- and formaldehyde-free coating materials, along with cationic starch, to improve the fire resistance and mechanical properties of paper made from bagasse soda pulp. The main objective was to evaluate the effects of these coatings on the mechanical and thermal properties of the paper and to propose a simple, low-cost method for producing flame-resistant paper.

**Methodology:** In the first stage, bagasse soda pulp paper with a basis weight of  $125 \pm 5$  g/m<sup>2</sup> and a thickness of  $0.185 \pm 0.05$  mm was prepared. Diammonium phosphate and sodium silicate were applied at three concentrations (10, 20, and 30%) together with 10% cationic starch. Coating was carried out in single- and double-sided modes with a coating weight of 25–30 g/m<sup>2</sup>. In the second stage, mechanical properties (tensile, burst, tear), water resistance (Cobb test), and fire resistance (thermal stability, combustion, and vertical flammability) were evaluated, and the results were statistically analyzed and interpreted.

**Results:** Coating the paper with diammonium phosphate (DAP) and sodium silicate (SS) in the presence of cationic starch improved mechanical properties, water resistance, and fire performance. DAP-coated papers showed superior performance compared to SS, particularly at 20% concentration where tensile strength increased, and at 30% concentration where char yield and

thermal stability were significantly enhanced. Vertical flammability tests indicated self-extinguishing behavior in DAP-treated samples. FTIR results confirmed the flame-retardant mechanism in the condensed phase. Thermogravimetric analysis (TGA) showed the highest char residue in treated samples compared to the untreated control. Flame spread analysis also demonstrated improved fire resistance in treated papers. Overall, both materials reduced thermal decomposition temperature and increased char residue, but DAP was more effective in simultaneously enhancing mechanical and thermal properties.

**Conclusion:** Overall, DAP-coated paper outperformed SC-coated paper, demonstrating superior properties in fire resistance and mechanical strength. This research confirms that bagasse paper, modified through this method, can achieve excellent fire properties, high flame-retardant efficiency, and halogen/formaldehyde-free emissions. Treated paper sheets produced based on the method in this study can be used as fire-resistant materials.

**Keywords:** Fire-retardancy, Coating, Fire properties, Bagasse.

## مقایسه تأثیر دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم به عنوان مواد پوششی بر مقاومت به آتش و ویژگی‌های مقاومتی کاغذ حاصل از خمیر سودای باگاس

سلیمان ظاهری<sup>۱\*</sup>، علی قاسمیان<sup>۲</sup>، محمدرضا دهقانی فیروز آبادی<sup>۳</sup>، قاسم اسدپور<sup>۴</sup>

- ۱- نویسنده مسئول، دانش آموخته دکتری صنایع چوب و فراورده های سلولزی\_ صنایع سلولزی، گروه علوم و مهندسی کاغذ، دانشکده مهندسی چوب و کاغذ، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، ایران. پست الکترونیک: [soleiman.taheri@yahoo.com](mailto:soleiman.taheri@yahoo.com)
- ۲- استاد، گروه علوم و مهندسی کاغذ، دانشکده مهندسی چوب و کاغذ، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، ایران
- ۳- دانشیار، گروه علوم و مهندسی کاغذ، دانشکده مهندسی چوب و کاغذ، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، ایران
- ۴- دانشیار، گروه علوم و مهندسی کاغذ، دانشکده مهندسی چوب و کاغذ، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی ساری، ایران

تاریخ دریافت: دی ۱۴۰۳

تاریخ پذیرش: اسفند ۱۴۰۳

### چکیده

**بیان مساله و اهداف:** فرآورده‌های کاغذی ذاتاً در برابر آتش بسیار آسیب‌پذیرند و به راحتی می‌سوزند. این موضوع در کاربردهایی مانند کاغذدیواری، روکش درب، دیوارهای پیش‌ساخته و عایق کابل‌های برق، خطرناک است. به همین دلیل، استفاده از مواد کندسوز برای ارتقای ایمنی و افزایش دوام کاغذ ضروری است. در این پژوهش، از دی‌آمونیم فسفات و سیلیکات سدیم به عنوان مواد پوششی بدون هالوژن و فرمالدئید، همراه با نشاسته کاتیونی، برای بهبود مقاومت به آتش و ویژگی‌های مقاومتی کاغذ حاصل از خمیر سودای باگاس استفاده شد. هدف اصلی تحقیق، ارزیابی اثر این پوشش‌ها بر ویژگی‌های مکانیکی و حرارتی کاغذ و دستیابی به روشی ساده و کم‌هزینه برای تولید کاغذ مقاوم در برابر شعله است.

**مواد و روشها:** در مرحله اول، کاغذ ساخته‌شده از خمیر کاغذ سودای باگاس داخلی با درجه روانی ۴۰۰ میلی لیتر CSF، وزن پایه  $125 \pm 5 \text{ g/m}^2$  و ضخامت میانگین  $0.185 \pm 0.005 \text{ mm}$  تهیه و سپس دی‌آمونیم فسفات و سیلیکات سدیم در سه غلظت (۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد) به عنوان مواد بازدارنده آتش به همراه ۱۰ درصد نشاسته کاتیونی به کار گرفته شد. تهیه شد. پوشش دهی در دو حالت یک طرفه و دو طرفه با وزن پوشش  $30-25 \text{ g/m}^2$  انجام شد. در مرحله دوم، خواص مکانیکی (کشش، ترک‌شدن و پاره شدن)، مقاومت کاغذ در برابر نفوذ آب (Cobb) و ویژگی‌های مقاومتی به آتش (پایداری حرارتی، سوختن و اشتعال‌پذیری عمودی) اندازه‌گیری و نتایج حاصل از هر مرحله، آنالیز آماری شده و مورد بحث و نتیجه‌گیری قرار گرفت.

**نتایج:** پوشش دهی کاغذ با دی‌آمونیم فسفات و سیلیکات سدیم در حضور نشاسته کاتیونی موجب بهبود خواص مکانیکی، آب‌گریزی و مقاومت در برابر آتش شد. کاغذهای پوشش داده‌شده با دی‌آمونیم فسفات عملکرد بهتری نسبت به سیلیکات سدیم داشتند؛ به ویژه در غلظت ۲۰٪ که مقاومت کششی افزایش و در غلظت ۳۰٪ بازده زغال و پایداری حرارتی به‌طور چشمگیری بهبود یافت. آزمون اشتعال‌پذیری نشان داد که کاغذهای تیمار شده با دی‌آمونیم فسفات رفتار خودخاموش‌شوندگی داشتند. نتایج آنالیز طیف سنجی تبدیل فوریه (FTIR)، سازوکار بازدارنده شعله در فاز متراکم را تأیید کرد. آنالیز وزن سنجی حرارتی (TGA) نمونه‌ها، بیشترین درصد باقی‌مانده زغال را نسبت به نمونه تیمار نشده نشان داد. بر اساس مطالعه شکل گسترش شعله، ویژگی‌های مقاومتی به آتش برای نمونه‌های تیمار شده در مقایسه با نمونه تیمار نشده بهبود یافتند. در مجموع، هر دو ماده سبب کاهش دمای تجزیه حرارتی و افزایش باقی‌مانده زغال شدند، اما دی‌آمونیم فسفات در بهبود هم‌زمان خواص مقاومتی و حرارتی مؤثرتر بود.

**نتیجه گیری:** به طور کلی کاغذهای پوشش داده شده با دی آمونیوم فسفات در مقایسه با سیلیکات سدیم ویژگی‌های نسبتاً بهتری را نشان دادند. لذا نتایج پژوهش حاضر تأیید می‌کنند که با این اصلاح می‌توان کاغذ حاصل از خمیر کاغذ سودای باگاس را با ویژگی‌های مقاومت به آتش بسیار خوب، بازده بالای بازدارندگی شعله و بدون انتشار هالوژن یا فرمالدئید تولید کرد. از ورق‌های کاغذ تیمار شده بر اساس روش مورد مطالعه در پژوهش حاضر می‌توان به‌عنوان مواد مقاوم در برابر آتش استفاده کرد.

**واژه های کلیدی:** کند سوزی، پوشش دهی، مقاومت به آتش کاغذ.

## مقدمه

کاغذ سلولزی یک منبع مهم تجدیدپذیر است و از سلولز، همی سلولزها و لیگنین تشکیل شده است [۱]، که به طور گسترده‌ای در بسته‌بندی، ساخت‌وساز، دکوراسیون داخلی، کشاورزی و نیازهای روزانه صنایع، به دلیل مزایای آن در سبک‌وزن و کم‌هزینه استفاده می‌شود [۲].

با این حال، کاغذ سلولزی به طور ذاتی قابل اشتعال و سوختن است [۳]. در نتیجه، اصلاح کاغذ با مواد کندسوز کننده آلی برای کاهش خطر آتش‌سوزی متداول است. استفاده از کاغذهای کندسوز شده به‌عنوان یک مانع حرارتی و محافظ در برابر گرمای خارجی در کاربردهایی مانند کاغذ دیواری، دیوارهای دوجداره پیش‌ساخته، عایق کابل برق و به طور گسترده در بسته‌بندی، تزیینات و دکوراسیون داخلی رایج می‌باشد. سازوکار سوختن کاغذ از شکستن پیوندهای هیدروژنی موجود در ساختار سلولز سرچشمه می‌گیرد [۴].

نقش تعیین‌کننده کندسوزکننده‌ها از طریق تداخل در فرایند احتراق و جلوگیری از گسترش حرارت انجام می‌شود. این مواد می‌توانند با مکانیسم‌های مختلف، مانند رقیق‌سازی فاز گازی، تشکیل لایه محافظ در فاز جامد، یا کاهش دمای تجزیه حرارتی، موجب بهبود مقاومت در برابر آتش شوند. نتایج پژوهش Mazela و همکاران (۲۰۲۰) نشان داد که اصلاح فرآیند پیرولیز، کاهش مواد فرآر اشتعال‌پذیر و افزایش گازهای با قابلیت اشتعال کمتر که به‌عنوان یک لایه ممانعتی بین پلیمر و لایه‌های زیرین عمل می‌کند، توسط جدا کردن حرارت و شعله از اکسیژن موجود در هوا، استفاده از کندسوزکننده‌ها و یا عوامل رقیق‌کننده امکان‌پذیر است [۵]. Silva و همکاران (۲۰۱۲) نتیجه گرفتند که وجود گروه‌های فسفات در ساختار نانو الیاف سلولزی یا به بیانی دیگر، نانو الیاف سلولزی فسفریله شده با استفاده از دی آمونیوم فسفات و اوره به‌عنوان کندسوزکننده، می‌تواند سبب بهبود قابل‌توجه ویژگی‌های بازدارندگی حرارتی نانو الیاف سلولزی شود. دی آمونیوم فسفات (DAP) یکی از پرمصرف‌ترین مواد بازدارنده آتش بر پایه نمک آمونیوم است. با قرار گرفتن در معرض گرما به آمونیاک و اسید فسفریک تجزیه می‌شود. اسید فسفریک آب آزاد می‌کند که همراه با

آمونیاک باعث رقیق شدن گازهای فرار در پیرولیز می‌شود [۶]. اگرچه بازدارنده‌های آتش حاوی هالوژن کاملاً مؤثر هستند، اما ممکن است به دیوکسین سمی تبدیل شوند [۷]. از این رو، این گروه از بازدارنده‌های آتش به دلیل چالش‌های زیست‌محیطی کاملاً کنار گذاشته‌اند [۸].

دی آمونیوم فسفات یکی از پرمصرف‌ترین مواد بازدارنده آتش بر پایه نمک آمونیوم است، که با قرار گرفتن در معرض گرما به آمونیاک و اسید فسفریک تجزیه می‌شود. اسید فسفریک آب آزاد می‌کند که همراه با آمونیاک باعث رقیق شدن گازهای فرار در پیرولیز می‌شود [۹]. آب‌گریزی از طریق اصلاح شیمیایی سطح و انتقال تر شونده‌گی (برهم‌کنش مایع - جامد) بر روی سطوح سلولزی به دست می‌آید. افزون بر این، آب‌گریزی را می‌توان توسط اصلاح سطحی با میکروذرات و نانوذرات نیز به دست آورد [۱۰]. در دمای بیشتر از ۲۵۰°C، فعال شدن گروه O-H، سبب تجزیه سلولز به لووگلوکوزان می‌شود. در حدود ۳۰۰°C، سلولز شروع به خودسوزی می‌کند. برای جلوگیری از سوختن کاغذ از کلئید سیلیکات سدیم-SiO<sub>2</sub> به‌عنوان بازدارنده شعله استفاده می‌شود. این پیش‌سازها شبکه سیلیکات را تشکیل می‌دهند که با پیوندهای کووالانسی به کاغذ متصل می‌شوند. شبکه سیلیکات به‌عنوان لایه محافظ برای محافظت از ساختار سلولز از طریق مکانیزم سرامیکی شدن عمل کرده و در عین حال ظاهر کاغذ را حفظ می‌کند. در نتیجه، خودسوزی کاغذ ۱ به دماهای بالاتر منتقل می‌شود [۱۱، ۱۲، ۱۳].

علاوه بر مواد مذکور، نشاسته کاتیونی به‌عنوان یک کمک‌کننده، بهبوددهنده مقاومت خشک کاغذ و عامل تشکیل زغال استفاده می‌شود. نشاسته کاتیونی از طریق دو سازوکار باعث بهبود مقاومت می‌شود، اول، نشاسته پیوندهای بین الیاف را افزایش می‌دهد، زیرا یون هیدروکسیل آزاد گلوکز آن در تقویت و ایجاد پیوندهای هیدروژنی شرکت می‌کند. دوم، نشاسته کاتیونی دارای بار مثبت است و با اتصال مؤثر به الیاف دارای بار منفی، به صورت یک پل الکترونیکی عمل نموده و موجب بهبود قدرت پیوند بین الیاف می‌گردد [۱۴].

<sup>1</sup> self-ignition

<sup>2</sup> ceramification

کلوئیدی  $\text{SiO}_2$  می‌تواند به‌طور مؤثری خواص بازدارندگی شعله در مواد کاغذی مبتنی بر سلولز را بهبود بخشد. نتایج طیف‌سنجی مادون‌قرمز (FTIR) نشان داد که پیوندهای سیلوکسان ( $\text{Si-O-Si}$ ) در  $1072 \text{ cm}^{-1}$  تشکیل شده‌اند که حضور  $\text{SiO}_2$  در کاغذ را تأیید می‌کند. کاغذ تیمار شده با زمان غوطه‌وری ۱ ساعت، بیشترین افزایش وزن (WPG) را با ۴۰ درصد نشان داد و زمان کل احتراق به ۱۴ ثانیه بهبود یافت [۱۶].

Oliveira و همکاران (۲۰۰۴) اثر اصلاح‌کننده‌های رئولوژیک (CMC و MHPC) بر ویژگی‌های کاغذهای پوشش‌دار را بررسی کردند. ویژگی‌های رئولوژیک پوشش (شامل ویسکوزیته و رفتار جریان)، توزیع یکنواخت پوشش روی سطح کاغذ و تأثیر آن بر کیفیت نهایی کاغذ اندازه‌گیری و مطالعه شدند. نتایج نشان داد که نوع اصلاح‌کننده رئولوژیک می‌تواند به‌طور قابل توجهی بر رفتار جریان پوشش، کیفیت سطح و ویژگی‌های چاپ تأثیر بگذارد. به‌طور خاص، استفاده از CMC و MHPC تغییرات متفاوتی در یکنواختی پوشش و ویژگی‌های مکانیکی کاغذ ایجاد کرد [۱۷].

Zaheri و همکاران (۲۰۱۹) پس از بررسی فناوری‌های نوین و مواد زیست‌تخریب‌پذیر برای بهبود عملکرد و پایداری بسته‌بندی‌های کاغذی، عنوان کردند که این فناوری به کاهش وابستگی به پلاستیک‌های نفتی و کاهش اثرات منفی زیست‌محیطی بسته‌بندی‌ها کمک می‌کند. پوشش دهی علاوه بر بهبود ویژگی‌های مقاومتی و نفوذپذیری، به‌منظور بهبود ویژگی‌های ظاهری نیز انجام می‌شود [۱۸].

هدف این پژوهش، استفاده از یک فرآیند ساده و کم‌هزینه، شامل ایجاد پوشش‌های جدید با استفاده از مواد شیمیایی تجاری در دسترس، سازگار با محیط‌زیست، بدون هالوژن یا فرمالدئید برای بهبود کندسوز شونده‌ی کاغذ بود و ویژگی‌های کاغذ اصلاح‌شده مورد ارزیابی قرار گرفت.

#### مواد و روش‌ها:

##### مواد

مواد شیمیایی مورد استفاده در این تحقیق به شرح جدول ۱ بوده است.

Xu و همکاران (۲۰۱۹) به‌منظور بهبود مقاومت در برابر شعله کاغذ کرافت، از یک ماده بازدارنده شعله سازگار با محیط‌زیست و حاوی فسفر به نام فسفیت آمونیوم استفاده نموده‌اند. این ماده از طریق روش پد-پخت به کاغذ کرافت پیوند داده شد. نتایج نشان داد که شاخص اکسیژن محدود کاغذ کرافت اصلاح‌شده از ۱۹/۱ درصد به ۴۸/۳ درصد افزایش یافت. همچنین، در آزمون‌های اشتعال‌پذیری عمودی، طول زغال نمونه‌های اصلاح‌شده از ۲۱۰ میلی‌متر به ۴۵ میلی‌متر کاهش یافت. آنالیز پایداری حرارتی نشان داد که کاغذ کرافت اصلاح‌شده دمای تجزیه اولیه کمتری داشته و باقی‌مانده بیشتری نسبت به نمونه کنترل دارد. طیف‌سنجی مادون‌قرمز تبدیل فوریه (FTIR) نشان داد که فسفیت آمونیوم از طریق پیوندهای کووالانسی P-O-C به مولکول‌های سلولز متصل شده و بازدارنده شعله در فاز متراکم فعال است. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نشان داد که این اصلاح تأثیر کمی بر سطح کاغذ کرافت داشته و چارچوب کربنی باقی‌مانده پس از احتراق، شکل الیاف را حفظ کرده است. نتایج آنالیز EDX نشان داد که بازدارنده شعله مقدار قابل توجهی فسفر و نیتروژن به کاغذ کرافت وارد کرده است. همچنین، پراش اشعه ایکس (XRD) نشان داد که این اصلاح ساختار کریستالی کاغذ کرافت را به‌طور قابل توجهی تحت تأثیر قرار نداده است. استحکام کاغذهای کرافت پس از اصلاح کمی کاهش یافت، اما همچنان در حد مطلوب باقی ماند [۱۵].

Suttipintu و همکاران (۲۰۲۲) کاغذ مبتنی بر سلولز با استفاده از سیلیکات سدیم و ذرات کلوئیدی دی‌اکسید سیلیکون ( $\text{SiO}_2$ ) به‌منظور بهبود خواص بازدارندگی شعله، از طریق فرآیند غوطه‌وری ساده، اصلاح نمودند. کاغذهای سلولزی ابتدا در دمای ۹۰ درجه سانتی‌گراد گرمادهی اولیه شدند تا سطح آن‌ها آماده شود. سپس، این کاغذها در محلول سیلیکات سدیم- $\text{SiO}_2$  به مدت‌های مختلف، از ۱۵ دقیقه تا ۲۴ ساعت، غوطه‌ور شدند. محلول مورد استفاده به درون ساختار میکروسکوپی کاغذ نفوذ کرده و الیاف کاغذ را پوشش داد و فضاهای خالی را پر کرد. پس از غوطه‌وری، کاغذهای تیمار شده در دمای ۹۰ درجه سانتی‌گراد حرارت داده شدند تا ماده اولیه سیلیکات سدیم- $\text{SiO}_2$  به ساختار سیلیکاتی تبدیل شود. این مطالعه نشان می‌دهد که استفاده از سیلیکات سدیم و ذرات

جدول ۱- مواد شیمیایی مورد استفاده

کشور و شرکت تولیدکننده	نام	ردیف
سیگماآدریج سوئیس	دی آمونیوم فسفات	۱
مرک آلمان	سیلیکات سدیم	۲
سامیانگ کره جنوبی	نشاسته کاتیونی	۳

## روش‌ها

## آماده‌سازی دی آمونیوم فسفات و سیلیکات

## سدیم

محلول‌هایی با غلظت‌های مختلف (۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد) با حل کردن دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم در آب مقطر تهیه شد.

## آماده‌سازی محلول پوشش دهی

کاغذ ساخته‌شده از خمیر کاغذ سودای باگاس داخلی با درجه روانی CSF400 میلی لیتر، وزن پایه 2/m<sup>2</sup> و ضخامت میانگین 125±5 mm ±0.185 تهیه و از دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم به‌عنوان مواد بازدارنده آتش استفاده شد. برای آماده‌سازی ترکیب پوشش، ۱۰ گرم نشاسته کاتیونی داخلی با رطوبت ۱۸

درصد، pH = ۶/۹ و درجه استخلاف ۰/۰۳۵ در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل و به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۹۰°C پخته شد. مقدار ۱۰، ۲۰ و ۳۰ گرم دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم (غلظت‌های ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد) به‌صورت جداگانه در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل شده و به‌صورت دو ترکیب مجزا به محلول نشاسته اضافه گردید. ترکیب حاصل در دستگاه التراسونیک Qsonica-q700 به مدت ۶ دقیقه تحت تیمار فراصوت قرار گرفت. ۲۵ میلی‌لیتر از ترکیب حاصل برای پوشش دهی کاغذ با سطح ۰/۲۵ مترمربع استفاده گردید. از این روش برای تولید سوسپانسیون پوشش از ترکیب ۵ میلی‌لیتر نشاسته، ۵ میلی‌لیتر دی آمونیوم فسفات و ۵ میلی‌لیتر سیلیکات سدیم به‌طور جداگانه در غلظت‌های مختلف استفاده گردید.

جدول ۲- تیمارهای آزمایش برای اصلاح ویژگی‌های مقاومت به آتش کاغذ حاصل از خمیر دست اول باگاس

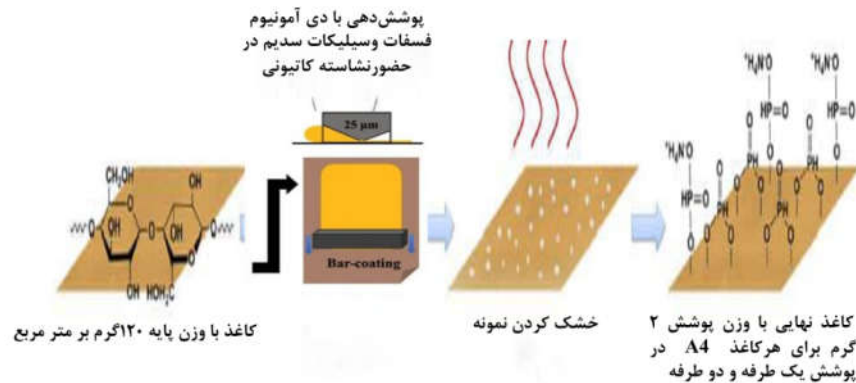
ردیف	کد تیمار	غلظت (%)	نشاسته کاتیونی (%)
۱	شاهد	-	-
۲	محلول پوشش دهی دی آمونیوم فسفات ۱۰ درصد	۱۰	۱۰
۳	محلول پوشش دهی دی آمونیوم فسفات ۲۰ درصد	۲۰	۱۰
۴	محلول پوشش دهی دی آمونیوم فسفات ۳۰ درصد	۳۰	۱۰
۵	محلول پوشش دهی سیلیکات سدیم ۱۰ درصد	۱۰	۱۰
۶	محلول پوشش دهی سیلیکات سدیم ۲۰ درصد	۲۰	۲۰
۷	محلول پوشش دهی سیلیکات سدیم ۳۰ درصد	۳۰	۳۰

## تهیه کاغذ مقاوم به شعله

## عملیات پوشش دهی کاغذ

عملیات پوشش دهی توسط پوشش‌دهنده میله‌ای Auto Bar Coater, No. 2 rods و در سطح وزنی ۲-g.m-۲۵-۳۰ بر روی مقواهای پایه حاصل از خمیر باگاس رنگ‌بری شده، با وزن پایه ۲-g.m 125±5 (جدول ۲) انجام شد. ۶ میلی‌لیتر از محلول پوشش دهی بر روی کاغذ

به ابعاد A4 ریخته شد و توسط میله پوشش دهی با سرعت ۲۵ میلی‌متر بر ثانیه و فشار ثابت روی کاغذ پخش گردید. بعد از پوشش دهی، نمونه‌ها به آون با دمای ۶۵-۶۰ °C به مدت ۱۰ دقیقه انتقال یافتند [۱۹]. نهایتاً کاغذهای پوشش دهی شده به مدت ۲ روز در دمای محیط قرار گرفتند تا کاملاً خشک شوند. (شکل ۱)



شکل ۱- فرآیند اصلاح کاغذ توسط مواد پوشش دهنده

ارزیابی قرار گرفت. همان طور که پیش از این ذکر شد، سطوح دارای زاویه تماس بیش تر از ۹۰ درجه، به سطوح آب گریز اطلاق می شود [۲۰].

برای تعیین ویژگی های مقاومتی کاغذ، اندازه گیری مقاومت به کشش نمونه های کاغذ پوشش دهی شده و کنترل با دستگاه SANTAM مدل STM-20 و استاندارد TAPPI T 404 om-98، مقاومت به ترکیدن با دستگاه Regmed مدل BT21P- و استاندارد TAPPI T403 om-02 و مقاومت به پاره شدن با دستگاه Sanatazma و استاندارد TAPPI T414 om-04 انجام شد [۲۱]. سپس مقادیر شاخص برای هر یک از ویژگی های یاد شده محاسبه شد.

### آزمون های اندازه گیری و تعیین ویژگی های مقاومت به آتش

#### ۱- آنالیز جرمی-حرارتی<sup>۲</sup>

آزمون تجزیه حرارتی کاغذ توسط دستگاه آنالیز حرارتی (TGA) و طبق روش استاندارد ASTM E1131 انجام شد دستگاه STA 449 F3 Jupiter از شرکت NETZSCH یک آنالیزور حرارتی هم زمان ۳ (STA) است که امکان اندازه گیری تغییرات جرم (TGA) و اثرات حرارتی<sup>۴</sup> (DSC) را در محدوده دمایی ۱۵۰- تا ۲۴۰۰ °C فراهم می کند [۲۲].

### تعیین ویژگی های فیزیکی و مقاومتی

برای تعیین ویژگی های فیزیکی کاغذ، نمونه ها در شرایط کلیما (رطوبت نسبی  $\pm 2$  و  $50 \pm 1$  °C) به مدت ۲۴ ساعت مطابق با استاندارد TAPPI T 402 sp- 98 قرار گرفتند. درصد رطوبت بر اساس استاندارد TAPPI T 240 om-02 بر مبنای وزن خشک نمونه اندازه گیری شد. تعیین وزن پایه کاغذ (گراماژ) مطابق با دستورالعمل استاندارد TAPPI T 410 om-02 با استفاده از ترازوی آزمایشگاهی با دقت ۰/۰۱ گرم انجام شد. مقاومت به نفوذ مایعات (آزمون کاب)، میزان جذب آب مطابق با دستورالعمل استاندارد TAPPI T 441 om-09 اندازه گیری و محاسبه شد. ضخامت کاغذها با استفاده از ضخامت سنج Mitutoyo ساخت کشور ژاپن با دقت  $0.01 \text{ mm}$  و بر اساس استاندارد TAPPI T411 om- 97 اندازه گیری شد. زاویه تماس قطرات آب در شرایط استاندارد، دمایی  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  و رطوبت محیطی ۵۰ درصد، توسط دستگاه اندازه گیری زاویه تماس مدل Kruss ساخت آلمان به منظور اندازه گیری مطالعه رفتار تر شوندگی سطح، استفاده شد. به این منظور پس از قرار گرفتن قطره آب مقطر با حجم  $1/6 \text{ } \mu\text{L}$  بر روی سطح نمونه مورد نظر، هر ۲۵ ثانیه یکبار (مجموعاً ۱ دقیقه) عکس توسط دوربین گرفته و ثبت شد. هر نمونه در ۳ تکرار مورد

<sup>2</sup> Thermogravimetric Analysis

<sup>3</sup> Simultaneous Thermal Analysis

<sup>4</sup> Differential Scanning Calorimetry

## ۲- اشتعال پذیری عمودی<sup>۵</sup>

برای بررسی مقاومت به آتش کاغذ مطابق با روش TAPPI T461os-79 از آزمونگر عمودی مقاوم در برابر آتش استفاده شد. ابعاد نمونه‌های مورد ارزیابی در این آزمون ( ۱- طول نمونه، ۲۱۰ میلی‌متر-۲ عرض نمونه، ۵۰ میلی‌متر ۳- قطر مشعل بونزن، ۱۰ میلی‌متر-۴ فاصله زیرلبه نمونه تا بالای مشعل، ۱۹ میلی‌متر ۵- ارتفاع شعله، ۴۰ میلی‌متر-۶ طول نگه‌دارنده کاغذ ۲۵۰ میلی‌متر ۷- عرض نگه‌دارنده کاغذ ۷۰ میلی‌متر می‌باشد [۲۳].

## ۳- طیف‌سنجی زیر قرمز تبدیل فوریه<sup>۶</sup>

این بررسی‌ها به وسیله دستگاه FTIR مدل Cary 630 ساخت شرکت Agilent کشور ایالات متحده آمریکا در بازه  $4000 \text{ cm}^{-1}$  الی  $648 \text{ cm}^{-1}$  با وضوح  $4 \text{ cm}^{-1}$  انجام شد.

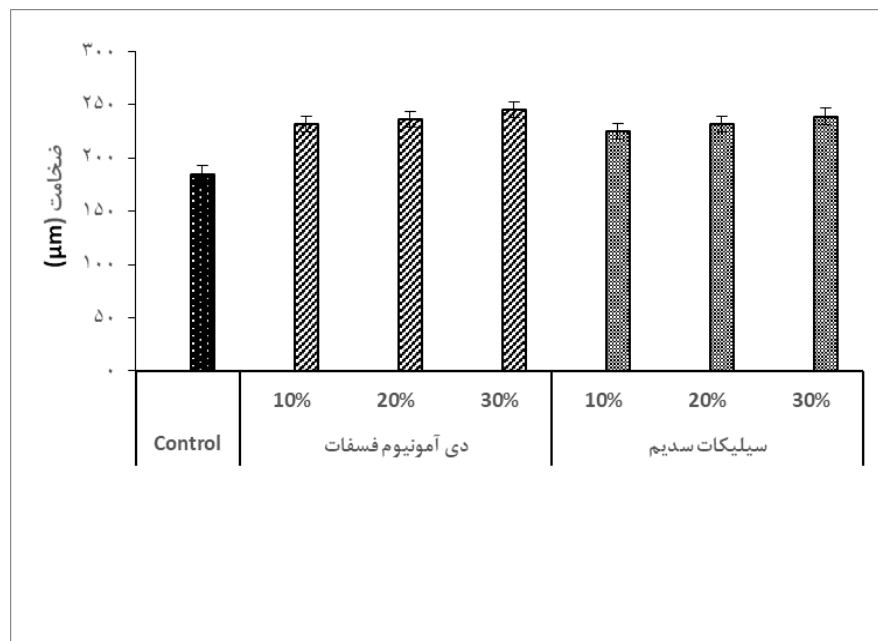
## روش آماری

تجزیه و تحلیل داده‌ها با استفاده از نرم‌افزار آماری SPSS از طرح کاملاً تصادفی با آنالیز واریانس یک‌طرفه و در نهایت، گروه‌بندی میانگین‌ها به کمک آزمون دانکن (در سطح ۵ درصد) صورت گرفت.

## نتایج و بحث

### ارزیابی ویژگی‌های فیزیکی ضخامت<sup>۷</sup>

به‌طور کلی با افزودن دی‌آمونیم فسفات و سیلیکات سدیم به همراه نشاسته کاتیونی، ضخامت کاغذهای حاصل از خمیر باگاس افزایش یافت، به‌طوری‌که در بین سه سطح ضخامت پوشش ۲۴۵، ۲۳۶، ۲۳۲ میکرومتر، بیشترین ضخامت در کاغذ حاصل از افزودن ۳۰ درصد دی‌آمونیم فسفات، حدود ۳۲ درصد بیشتر از نمونه کنترل، مشاهده شد (شکل ۲). همچنین، با افزودن نشاسته کاتیونی و سیلیکات سدیم، ضخامت کاغذ حاصل از خمیر کاغذ باگاس افزایش یافت. در بین سه سطح ضخامت پوشش ۲۳۹، ۲۳۲، ۲۲۵ میکرومتر، بیشترین ضخامت در کاغذ حاصل از افزودن ۳۰ درصد سیلیکات سدیم (حدود ۲۹ درصد بیشتر از نمونه کنترل) مشاهده شد. با افزایش مقدار ضخامت پوشش، مقادیر ویژگی‌های مقاومتی نمونه‌ها افزایش یافتند [۲۴].

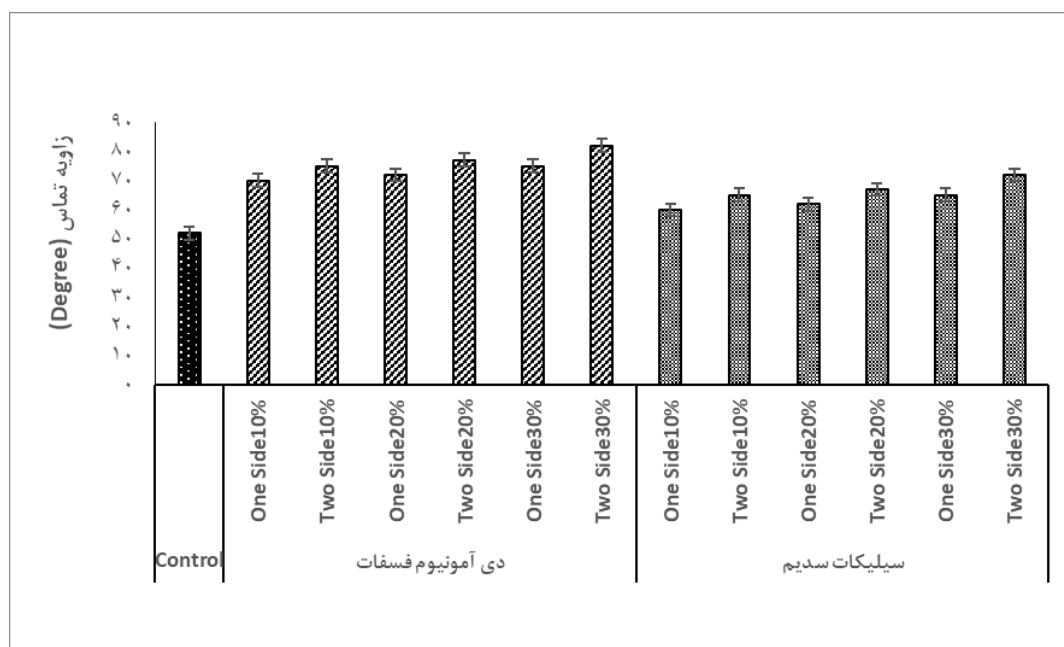


شکل ۲- تغییرات ضخامت کاغذ در مقادیر مختلف دی‌آمونیم فسفات و سیلیکات سدیم به‌عنوان عامل پوشش‌دهنده

<sup>5</sup> Vertical Flame

<sup>6</sup> Fourier Transform Infrared Spectroscopy

<sup>7</sup> Thickness



شکل ۳- تغییرات مقدار زاویه تماس قطره در مقادیر مختلف دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم به عنوان عامل پوشش دهنده

تیمارهای مختلف، بیشترین زاویه تماس در غلظت ۳۰ درصد پوشش دوطرفه به میزان حدود ۳۸ درصد و در همین غلظت در پوشش یکطرفه به میزان حدود ۲۷ درصد بیشتر از نمونه کنترل مشاهده شد.

#### جذب آب<sup>۹</sup>

در آزمون کاب، مقدار آبی که توسط سطح معینی از کاغذ در یک فاصله زمانی مشخص جذب می‌شود، اندازه‌گیری می‌گردد. نتایج حاصل از آزمون کاب (شکل ۴) نشان داد که با افزایش مقدار مصرف دی آمونیوم فسفات در ترکیب پوشش، میزان جذب آب کاغذها کاهش می‌یابد [۲۶]. کاغذ پوشش دهی شده با دی آمونیوم فسفات در غلظت ۳۰ درصد کمترین میزان جذب آب را نسبت به کاغذ پوشش دهی شده در غلظت ۲۰ درصد داشت. همچنین، منجر به کاهش جذب آب به میزان حدود ۵۵ درصد نسبت به نمونه کنترل شد.

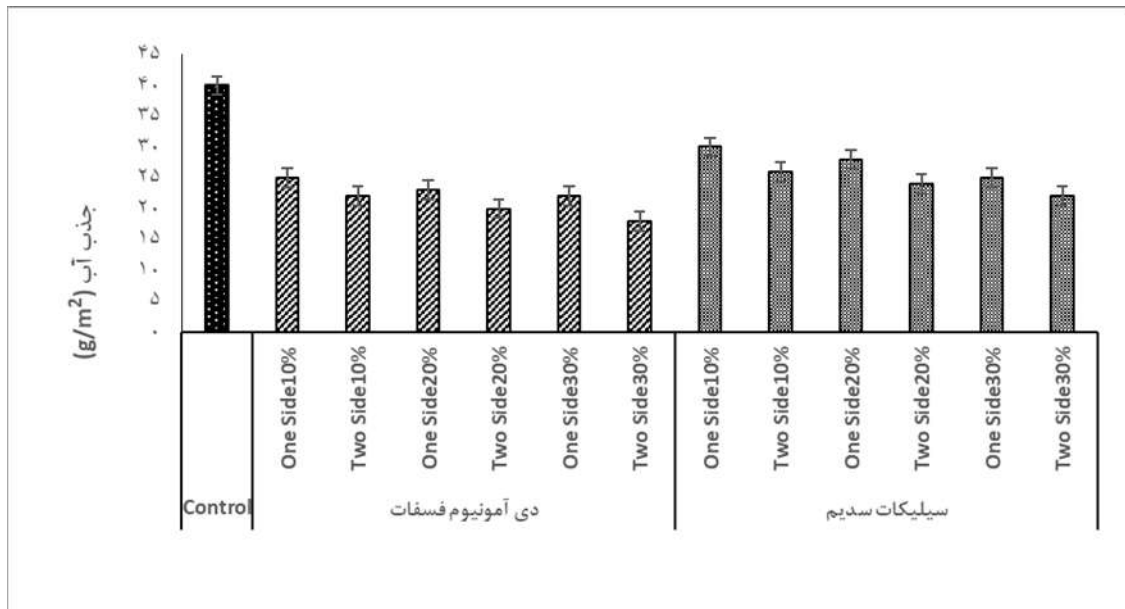
#### زاویه تماس قطره<sup>۸</sup>

زاویه تماس قطره معیاری از آب‌گریزی سطح است و افزایش مقدار آن نشان‌گر افزایش مقدار آب‌گریزی سطح کاغذ است. به‌طور کلی با افزایش زاویه تماس، جذب آب توسط کاغذها کاهش یافت (شکل ۳)، که این امر می‌تواند منجر به افزایش استحکام و دوام کاغذ شود [۲۵].

بررسی اثر پوشش دهی کاغذ با دی آمونیوم فسفات در غلظت‌های مختلف (۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد) در ترکیب با نشاسته کاتیونی (۱۰ درصد) بر مقدار زاویه تماس کاغذ حاصل از خمیر باگاس نشان داد که با افزودن این مواد، زاویه تماس کاغذ افزایش یافت (شکل ۳). بیشترین مقدار زاویه تماس در غلظت ۳۰ درصد پوشش دوطرفه به میزان حدود ۵۸ درصد و در همین غلظت در پوشش یکطرفه به میزان حدود ۴۳ درصد بیشتر از نمونه کنترل مشاهده شد. در مورد افزودن سیلیکات سدیم و نشاسته کاتیونی نیز مقادیر زاویه تماس افزایش یافت، به نحوی که در بین

<sup>9</sup> Water Absorption / Cobb Value

<sup>8</sup> Contact Angle



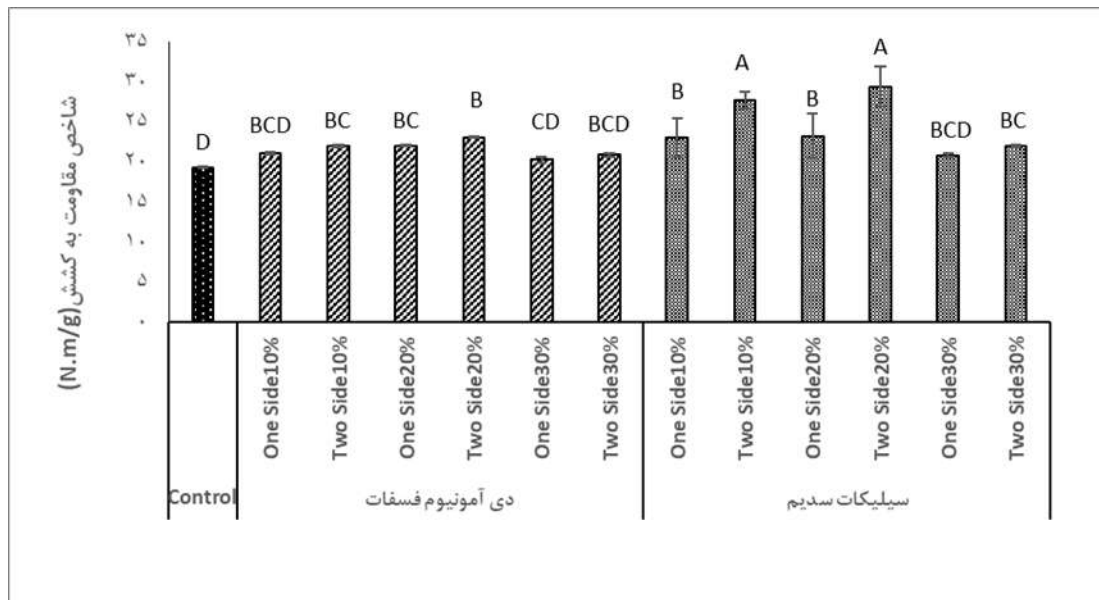
شکل ۴- تغییرات مقدار جذب آب در مقادیر مختلف دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم به عنوان عامل پوشش دهنده

درصد، بیشترین بهبود (۲۶ درصد) در مقاومت به کشش ایجاد کرد و افزایش غلظت به ۳۰ درصد تأثیر کمتری داشت، زیرا تجمع زیاد مواد در سطح کاغذ، یکنواختی را کاهش داده و مقاومت را کاهش داد. سیلیکات سدیم نیز رفتار مشابهی نشان داد. در غلظت ۲۰ درصد، مقاومت به کشش نسبت به نمونه کنترل بهتر بود (حدود ۲۲ درصد)، اما در غلظت ۳۰ درصد به دلیل تشکیل لایه‌های ضخیم‌تر و تجمع مواد، اثر معکوس مشاهده شد. در مجموع، هر دو ماده توانسته‌اند در غلظت‌های ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد مقاومت به کشش کاغذ را نسبت به نمونه شاهد بهبود دهند، اما دی آمونیوم فسفات به دلیل توانایی بهتر در بهبود پیوندهای بین الیاف و توزیع یکنواخت‌تر مواد در ساختار کاغذ، عملکرد کلی بهتری نسبت به سیلیکات سدیم داشت. سیلیکات سدیم به دلیل خاصیت سخت‌کنندگی بالا در غلظت‌های ۳۰ درصد، نسبت به شاهد معنادار و در غلظت ۲۰ درصد معنادار نبوده است. این نتیجه مشابه با پژوهش انجام‌شده توسط Castvan و همکاران (۲۰۱۵) است [۲۳] (شکل ۵).

در مورد سیلیکات سدیم، کاهش جذب آب در مقایسه با دی آمونیوم فسفات (۴۵ درصد) مشاهده شد (شکل ۴). استفاده از سیلیکات سدیم منجر به کاهش تخلخل سطحی کاغذ شده و این ماده با پر کردن منافذ و فضاهای خالی میان الیاف، مسیرهای نفوذ آب به درون بافت کاغذ را مسدود می‌کند. همچنین، سیلیکات سدیم پس از خشک شدن به صورت یک لایه نازک و پیوسته روی سطح کاغذ باقی می‌ماند و از تماس مستقیم آب با الیاف جلوگیری می‌کند. افزون بر این، سیلیکات سدیم دارای خواص هیدروفوبیک (آب‌گریز) است که باعث می‌شود آب به‌سختی بتواند به سطح کاغذ نفوذ کند و در نتیجه جذب آب کاهش می‌یابد. این نتایج با نتایج پژوهش Mark و همکاران (۲۰۰۲) مطابقت دارد [۲۷].

### ارزیابی ویژگی‌های مقاومتی مقاومت به کشش<sup>۱۰</sup>

به‌طور کلی افزودن مواد بازدارنده آتش (دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم) به کاغذ حاصل از خمیر باگاس باعث بهبود مقاومت به کشش آن نسبت به نمونه کنترل (شاهد) شد. بررسی اثر در غلظت‌های مختلف مواد بازدارنده نشان داد که دی آمونیوم فسفات در غلظت ۲۰



شکل ۵- تغییرات شاخص مقاومت به کشش در مقادیر مختلف دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم به عنوان عامل پوشش دهنده

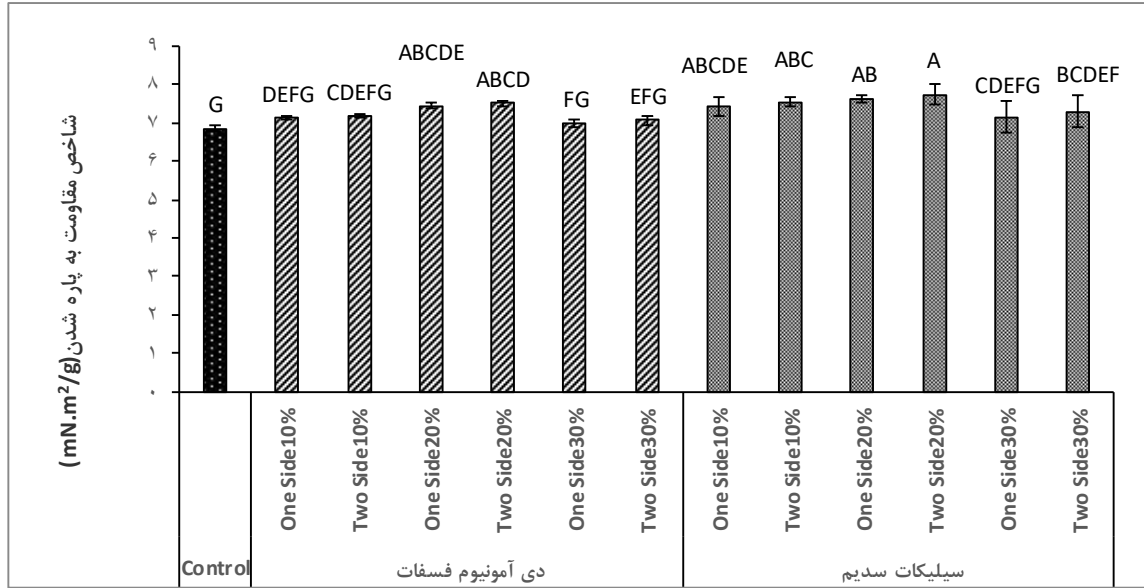
آمونیوم فسفات به دلیل خواص شیمیایی خود بهتر می-تواند پیوندهای بین الیاف را تقویت کند. این نتیجه مشابه با پژوهش انجام شده توسط Castvan و همکاران (۲۰۱۵) است [۲۳].

#### مقاومت به ترکیدن<sup>۱۱</sup>

آزمایش‌ها نشان دادند که هر دو ماده دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم باعث بهبود مقاومت به ترکیدن در مقایسه با نمونه کنترل شده‌اند. بهبود مقاومت به ترکیدن ناشی از تأثیر این مواد در تقویت پیوندهای بین الیاف و پر کردن فضاهای خالی در ساختار کاغذ است. عملکرد دی آمونیوم فسفات: در غلظت ۲۰ درصد، دی آمونیوم فسفات بهترین عملکرد را نشان داده و مقاومت به ترکیدن را حدود ۶۴ درصد نسبت به نمونه کنترل افزایش داد. در غلظت ۳۰ درصد، کاهش اندکی در مقاومت به ترکیدن مشاهده شده، اما همچنان مقاومت بالاتری نسبت به سیلیکات سدیم در این غلظت ارائه داد.

#### مقاومت به پاره شدن<sup>۱۱</sup>

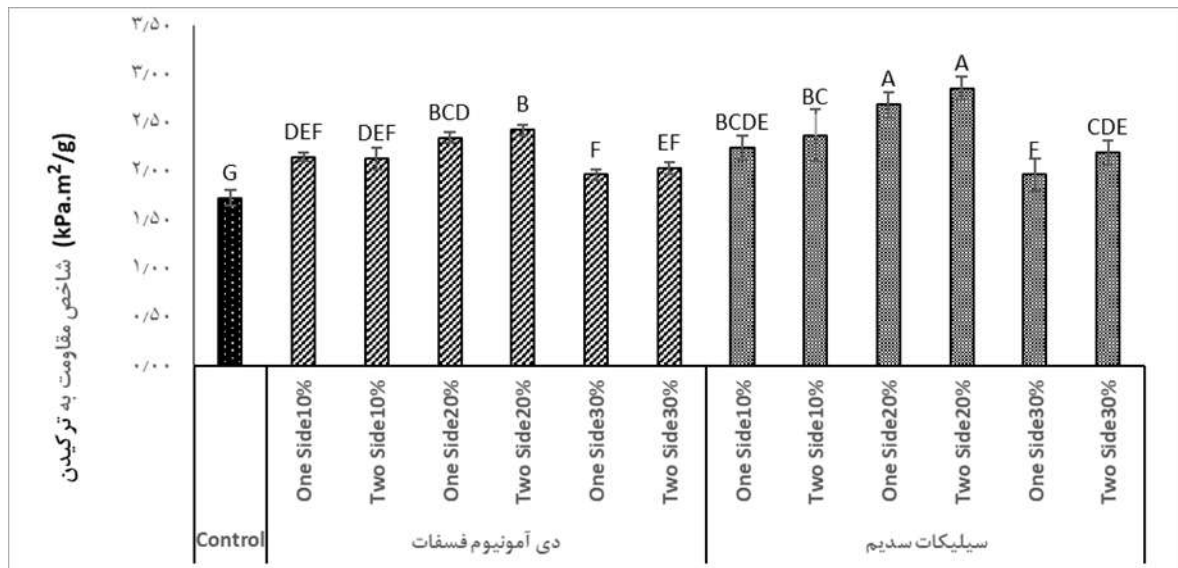
به‌طور کلی افزودن هر دو ماده دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم، موجب بهبود مقاومت به پاره شدن کاغذ در مقایسه با نمونه کنترل شد. در مورد دی آمونیوم فسفات: بهترین نتیجه در غلظت ۲۰ درصد به دست آمد که حدود ۱۴ درصد بیشتر از نمونه کنترل بود. در غلظت ۳۰ درصد، به دلیل سختی و شکنندگی ایجاد شده ناشی از تجمع بیش از حد ماده، مقدار این ویژگی کاهش یافت. در مورد سیلیکات سدیم: در غلظت ۲۰ درصد، مقاومت به پاره شدن ۱۳ درصد بیشتر از نمونه کنترل بود و در غلظت ۳۰ درصد، به دلیل افزایش ضخامت و کاهش انعطاف‌پذیری، مقاومت کاهش یافت و تغییر ملموسی نسبت به غلظت ۲۰ درصد مشاهده نشد (شکل ۶). در مجموع، در غلظت ۲۰ درصد، هر دو ماده عملکرد مشابهی داشته‌اند و تفاوت معنی‌داری بین آن‌ها وجود ندارد. با این حال، در غلظت ۳۰ درصد، کاهش عملکرد دی آمونیوم فسفات کمتر از سیلیکات سدیم بود، زیرا دی



شکل ۶- تغییرات شاخص مقاومت به پاره شدن در مقادیر مختلف دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم به عنوان عامل پوشش دهنده

ماده: دی آمونیوم فسفات در هر دو غلظت عملکرد بهتری نسبت به سیلیکات سدیم داشت. دلیل این برتری، تأثیر بیشتر دی آمونیوم فسفات در بهبود پیوندهای بین الیافی و ایجاد ساختاری پایدارتر است. در غلظت‌های بالاتر (۳۰ درصد)، کاهش عملکرد دی آمونیوم فسفات کمتر از سیلیکات سدیم بوده و ساختار کاغذ کمتر تحت تأثیر منفی قرار گرفت. (شکل ۷)

عملکرد سیلیکات سدیم: در غلظت ۲۰ درصد، مقاومت به ترکیدن کاغذ با استفاده از سیلیکات سدیم حدود ۴۱ درصد افزایش یافت. در غلظت ۳۰ درصد، کاهش مقاومت بیشتر بوده که به دلیل شکنندگی ناشی از تجمع بیش از حد مواد و کاهش یکنواختی ساختار کاغذ رخ داد. این نتیجه مشابه با پژوهش انجام شده توسط Tavakoli و همکاران، ۲۰۲۲ است [۲۴]. مقایسه کلی دو



شکل ۷- تغییرات شاخص مقاومت به ترکیدن در مقادیر مختلف دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم به عنوان عامل پوشش دهنده

نمونه‌های شاهد با نمونه‌های پوشش دهی شده اختلاف معنی‌دار آماری در سطح ۹۵ درصد مشاهده گردید. هم-چنین نتایج آزمون دانکن نشان داد که افزایش مقاومت ناشی از افزایش مقدار غلظت ماده پوشش در مقایسه با نمونه شاهد قابل ملاحظه بود.

جدول ۳- نتایج آنالیز واریانس یک‌طرفه ویژگی‌های کاغذهای حاصل از خمیر کاغذ باگاس تیمار شده با دی آمونیوم

فسفات، سیلیکات سدیم و نشاسته کاتیونی

مشخصه	مقاومت به کشش	مقاومت به پاره شدن	مقاومت به ترکیدن
متغیر	Sig F	Sig F	Sig F
تیمارها	۰/۰۰۰ ۱۵/۱۱۳	۰/۰۰۰ ۴/۸۷۴	۰/۰۰۰ ۱۹/۲۱۷

\*در سطح ۹۵ درصد معنی‌دار است.

اندازه‌گیری و تعیین ویژگی‌های مقاومت به آتش

کاغذ

اشتعال پذیری عمودی کاغذ

نتایج مربوط به این آزمایش‌ها در جدول ۴ و شکل ۸















نشان داده شده است. پس از مشتعل شدن نمونه از مرکز لبه پایینی، آتش به سمت بالا گسترش یافت. رفتار نمونه-های مشتعل شده مورد بررسی قرار گرفت. شکل ۸ جهت و شکل آتش را در طول سوختن نمونه نشان می‌دهد.

جدول ۴- نتایج آزمایش اشتعال پذیری عمودی نمونه‌های کاغذ پوشش داده شده و نمونه کنترل

نمونه	غلظت مواد (درصد)	زمان اشتعال (ثانیه)	زمان سوختن (ثانیه)	طول سوختن (میلی‌متر)	طول زغال (میلی‌متر)	زمان پس شعله (ثانیه)	نتیجه
شاهد	----	۱۲	۲	۲۱۰	بدون باقی مانده	۰	کاملاً سوخت
پوشش یکطرفه با دی آمونیوم فسفات ۱۰ درصد	۱۰	۱۲	۱۱	۸۹	۷۰	۰	تا حدی سوخت
پوشش یکطرفه با دی آمونیوم فسفات ۲۰ درصد	۲۰	۱۲	۹	۶۷	۵۲	۰	تا حدی سوخت
پوشش یکطرفه با دی آمونیوم فسفات ۳۰ درصد	۳۰	۱۲	۶	۵۴	۴۵	۰	نسوخت
پوشش دو طرفه با دی آمونیوم فسفات ۱۰ درصد	۱۰	۱۲	۸	۶۶	۴۸	۰	تا حدی سوخت
پوشش دو طرفه با دی آمونیوم فسفات ۲۰ درصد	۲۰	۱۲	۵	۴۸	۳۵	۰	تا حدی سوخت
پوشش دو طرفه با دی آمونیوم فسفات ۳۰ درصد	۳۰	۱۲	۳	۳۷	۲۹	۰	نسوخت
پوشش یکطرفه با سیلیکات سدیم ۱۰ درصد	۱۰	۱۲	۱۲	۱۴۰	۹۱	۰	تا حدی سوخت
پوشش یکطرفه با سیلیکات سدیم ۲۰ درصد	۲۰	۱۲	۱۰	۹۳	۶۹	۰	تا حدی سوخت
پوشش یکطرفه با سیلیکات سدیم ۳۰ درصد	۳۰	۱۲	۷	۷۹	۵۵	۰	نسوخت
پوشش دو طرفه با سیلیکات سدیم ۱۰ درصد	۱۰	۱۲	۹	۹۶	۷۲	۰	تا حدی سوخت
پوشش دو طرفه با سیلیکات سدیم ۲۰ درصد	۲۰	۱۲	۷	۷۶	۶۲	۰	تا حدی سوخت
پوشش دو طرفه با سیلیکات سدیم ۳۰ درصد	۳۰	۱۲	۴	۶۴	۴۸	۰	نسوخت

حاوی سیلیکات سدیم نیز اشتعال پذیری کاهش یافت، اما مقدار آن در مقایسه با دی آمونیوم فسفات کمتر بود. در غلظت‌های بالاتر سیلیکات سدیم، زغال ایجاد شده یکنواخت نبوده و سبب کاهش اثربخشی آن در جلوگیری از انتشار شعله شد. با ایجاد لایه محافظ توسط سیلیکات سدیم، دسترسی اکسیژن به سطح کاغذ محدود می‌شود که این امر باعث کاهش نرخ سوختن می‌گردد. نتایج پژوهش Blasi Di و همکاران (۲۰۰۷) نشان داد که این لایه‌های محافظ می‌توانند به‌عنوان موانع فیزیکی و شیمیایی عمل کرده و از گسترش شعله و انتقال حرارت به بخش‌های داخلی بافت کاغذ جلوگیری کنند [۲۹]. در مجموع، دی آمونیوم فسفات در مقایسه با سیلیکات سدیم عملکرد بهتری در کاهش اشتعال پذیری کاغذ و افزایش پایداری حرارتی نشان داد. در واقع بازدارنده آتش، پایداری کاغذ در مقابل حرارت و شعله را ایجاد می‌کند که این اصلاح می‌تواند کاغذ حاصل از خمیر باگاس را با راندمان بازدارنده شعله بالا، بدون انتشار هالوژن یا فرمالدئید ایجاد کند.

مطابق جدول ۴ و شکل ۸: کاغذهای پوشش دهی شده به‌صورت پوشش‌های یک‌طرفه (کد ۱۰٪ - DAP - OSC/۲۰، DAP - OSC/۳۰) و دوطرفه (کد ۱۰٪ - DAP - TSC/۲۰، DAP - TSC/۳۰) با دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم نسبت به نمونه کنترل، کندسوزی خوبی نشان دادند. بررسی نتایج نشان داد که تیمارهای مختلف پوشش دهی با دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم تأثیر مثبتی بر کاهش اشتعال پذیری عمودی کاغذ داشته‌اند. در کاغذهای تیمار شده با دی آمونیوم فسفات، زمان سوختن و طول زغال باقی‌مانده بهبود قابل‌توجهی داشت و رفتار خود - خاموش شونده مشاهده شد، به‌ویژه در غلظت ۳۰ درصد که شعله پس از حذف منبع حرارت متوقف شد. دی آمونیوم فسفات از طریق ایجاد لایه‌ای از زغال متراکم روی سطح کاغذ، از گسترش شعله جلوگیری کرده و این احتمال وجود دارد که بازدارنده شعله در فاز متراکم واکنش پذیر باشد و کارایی را در تغییر ویژگی‌های مقاومت به آتش و تشکیل زغال داشته باشد [۲۸]. در تیمارهای

دی آمونیوم فسفات	شاهد	پوشش یک‌طرفه			پوشش دوطرفه		
							
سیلیکات سدیم							
	بدون تیمار	غلظت ۱۰٪	غلظت ۲۰٪	غلظت ۳۰٪	غلظت ۱۰٪	غلظت ۲۰٪	غلظت ۳۰٪

شکل ۸- تصاویر پس از آزمایش‌های اشتعال پذیری عمودی نمونه‌های کاغذ پوشش داده شده و نمونه کنترل

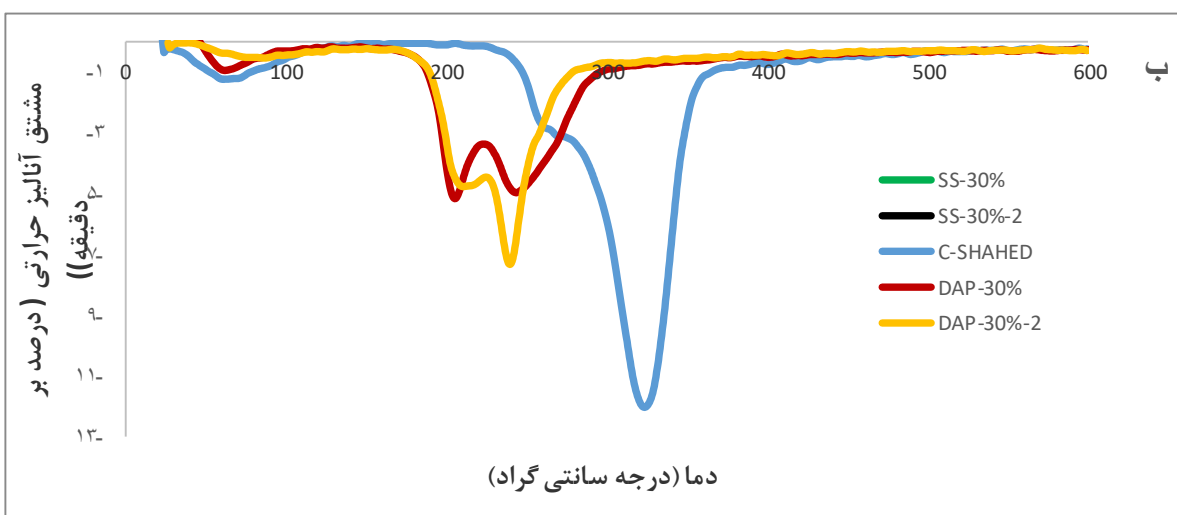
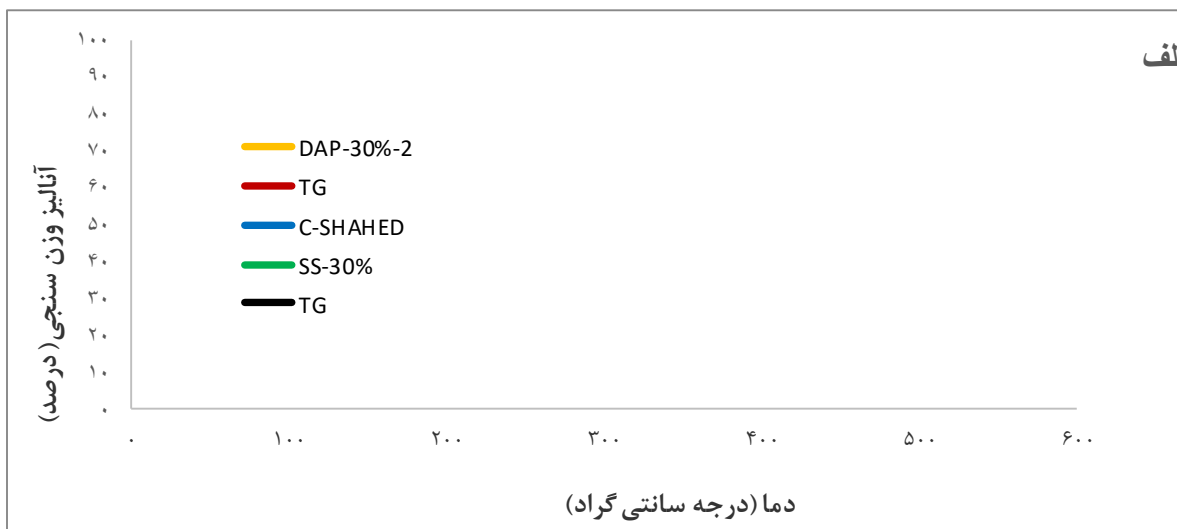
قرار گرفت. منحنی‌های TG و DTG در شکل ۹ به ترتیب با (a) و (b) مشخص شده است. در جدول ۵ داده‌های TG و DTG، شامل دمای از دست دادن جرم ۱۰ درصد وزنی

#### وزن سنجی حرارتی (TGA)

پایداری حرارتی نمونه‌های کاغذ کنترل و پوشش دهی شده توسط آزمون TG در اتمسفر نیتروژن مورد ارزیابی

تجزیه<sup>۴</sup> (Tmax) و بازده زغال در ۶۰۰°C (CY۶۰۰) نشان داده شده است.

یا دمای تجزیه برای کاهش وزن (۱۰٪T)، دما در حداکثر نرخ کاهش جرمی یا دما در حداکثر سرعت



شکل ۹: منحنی‌های TGA و DTG نمونه‌های کاغذ پوشش دهی شده و کاغذ کنترل

جدول ۵: داده‌های TGA نمونه‌های کاغذ با پوشش دهی یک‌طرفه و دوطرفه و کاغذ کنترل

نمونه	بازده زغال‌دها در حداکثر سرعت تجزیه‌دهی از دست دادن جرم ۱۰ درصد وزنی		
	(درصد)	(درجه سانتی‌گراد)	(درجه سانتی‌گراد)
شاهد	۲۰/۸۲۰	۳۴۲	۲۴۱/۱۷۰
پوشش یک‌طرفه با دی‌آمونیم فسفات ۳۰ درصد	۴۰/۵۷۶	۲۷۷/۶۲۰	۲۱۲/۸۶۳
پوشش دو طرفه با دی‌آمونیم فسفات ۳۰ درصد	۴۸/۱۶۵	۲۵۹/۱۸۰	۱۹۴/۹۲
پوشش یک‌طرفه با سیلیکات سدیم ۳۰ درصد	۳۴/۲۳۵	۳۳۴/۲۹۸	۲۳۲/۳۰۷
پوشش دوطرفه با سیلیکات سدیم ۳۰ درصد	۴۴/۵۰۴	۳۴۸/۱۸۰	۲۶۴/۱۷۹

پایداری حرارتی و بازده زغال نسبت به سیلیکات سدیم عملکرد بهتری دارد و این ویژگی به کاهش اشتعال‌پذیری کمک می‌کند.

#### طیف‌سنجی فروسرخ با تبدیل فوریه (FTIR)

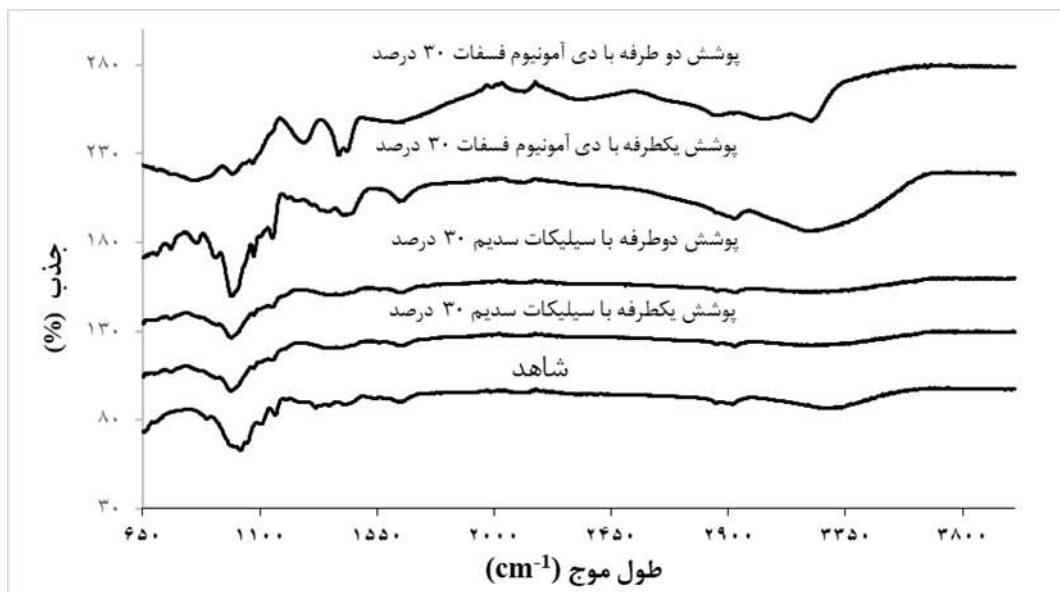
برای مطالعه بیشتر سازوکار بازدارندگی شعله در فاز متراکم، FTIR کاغذهای پوشش داده‌شده و باقیمانده‌های زغال مورد بررسی قرار گرفت باقی‌مانده زغال پوشش یک‌طرفه با کد OSC(30%) و دوطرفه با کد TSC(30%) در شکل ۱۰ نشان داده شده است.

طیف‌سنجی FTIR نشان داد که تیمارهای مختلف با دی‌آمونیم فسفات و سیلیکات سدیم تغییرات قابل‌توجهی در ساختار شیمیایی سطح کاغذ ایجاد کرده‌اند. در نمونه‌های تیمار شده با دی‌آمونیم فسفات، باندهای جذبی جدیدی در ناحیه  $1250-1200 \text{ cm}^{-1}$  مشاهده شد که نشان‌دهنده حضور گروه‌های فسفات ( $P=O$ ) است. این گروه‌ها نقش مهمی در ایجاد لایه محافظ و تقویت اتصال مواد پوششی به سطح کاغذ دارند. همچنین، در نمونه‌های حاوی سیلیکات سدیم، افزایش شدت باندهای جذبی در ناحیه  $1100-1000 \text{ cm}^{-1}$  مشاهده شد که به پیوندهای Si-O-C و Si-O-Si مربوط است. این پیوندها نشان‌دهنده حضور سیلیکا در ساختار سطحی کاغذ و تقویت لایه پوشش هستند. در مقایسه با نمونه کنترل، هر دو تیمار باعث کاهش باندهای OH در ناحیه  $3300-3200 \text{ cm}^{-1}$  شدند که نشان‌دهنده کاهش جذب آب و بهبود خاصیت آب‌دوستی سطح کاغذ است.

آزمون وزن سنجی حرارتی (TGA) برای بررسی رفتار حرارتی و میزان زغال باقی‌مانده در کاغذهای اصلاح‌شده و نمونه کنترل انجام شد. نتایج نشان داد که نمونه‌های تیمار شده با دی‌آمونیم فسفات و سیلیکات سدیم در مقایسه با نمونه کنترل، میزان زغال بیشتری در دماهای بالا تولید می‌کنند [۳۰]. نمونه‌های تیمار شده با دی‌آمونیم فسفات در غلظت ۳۰ درصد بهترین عملکرد را نشان دادند، به طوری که دمای تجزیه اولیه (T10%) کاهش یافت و وزن زغال باقی‌مانده (CY600%) در دمای  $600^\circ\text{C}$  به‌طور قابل‌توجهی افزایش یافت [۳۱]. نتایج پژوهش Ghiyasiyan-Arani و همکاران (۲۰۱۶) نشان داد که این رفتار به دلیل تشکیل لایه‌ای از زغال متراکم است که از انتقال حرارت به لایه‌های زیرین جلوگیری کرده و سوختن کاغذ را کند می‌کند [۳۲]. نمونه‌های حاوی سیلیکات سدیم نیز رفتار حرارتی مشابهی داشتند، اما مقدار زغال باقی‌مانده در آن‌ها کمتر از دی‌آمونیم فسفات بود. نتایج پژوهش Fu و همکاران (۲۰۱۶) و Xiao و همکاران (۲۰۱۷) نشان داد که این تفاوت ناشی از اثر کاتالیزوری فسفات‌ها در تشکیل زغال و جلوگیری از تولید گازهای فرار است. [۳۳، ۳۴]. در مجموع، آزمون TGA نشان داد که دی‌آمونیم فسفات در افزایش

مثبتی داشتند، دی آمونیوم فسفات به دلیل اثر قوی تر در تقویت پیوندها و ایجاد ساختار یکنواخت تر، عملکرد بهتری نشان داده است.

در مجموع، نتایج FTIR تأیید می کند که دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم با ایجاد تغییرات شیمیایی در سطح کاغذ، باعث بهبود عملکرد پوشش دهی و افزایش مقاومت های مکانیکی شده اند. اگرچه هر دو ماده اثرات



شکل ۱۰- طیف FTIR نمونه های کاغذ پوشش داده شده و نمونه کنترل

با دی آمونیوم فسفات به دلیل تشکیل لایه زغال متراکم و کربنی، بازده حرارتی و مقاومت به اشتعال بهتری دارند. در آزمون اشتعال عمودی، کاغذهای تیمار شده با دی آمونیوم فسفات رفتار خود خاموش شوندگی داشتند و شعله پس از حذف منبع حرارت متوقف شد، در حالی که سیلیکات سدیم تأثیر کمتری بر کاهش اشتعال پذیری داشت. به طور کلی دی آمونیوم فسفات در ایجاد پیوندهای قوی تر، بهبود ساختار زغال و بازده حرارتی برتری داشت، در حالی که سیلیکات سدیم در تقویت مکانیکی نقش داشت اما در غلظت های بالا دچار محدودیت شد. در مجموع، دی آمونیوم فسفات در بهبود ویژگی های مقاومتی و حرارتی کاغذ عملکرد بهتری نسبت به سیلیکات سدیم داشت و گزینه مؤثرتری برای افزایش پایداری و کندسوزکنندگی کاغذ است. نتایج FTIR نیز سازوکار بازدارنده شعله در فاز متراکم را تأیید می کند. به طور کلی نتایج تأیید می کنند که با این اصلاح می توان کاغذ حاصل از خمیر سودای باگاس را با راندمان بازدارنده شعله بالا و بدون انتشار هالوژن یا فرمالدئید تولید کرد.

#### نتیجه گیری

بررسی ویژگی های مختلف کاغذهای تیمار شده نشان داد که هر دو ماده دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم بهبودهای قابل توجهی در مقاومت های مکانیکی و ویژگی های مقاومت به آتش کاغذهای پوشش دهی شده ایجاد کرده اند، اما عملکرد آن ها در برخی جنبه ها متفاوت بود: مقاومت به کشش و ترکیدن هر دو ماده در غلظت ۲۰ درصد بهترین عملکرد را داشتند، اما دی آمونیوم فسفات با افزایش پیوندهای بین الیاف و یکنواخت تر کردن ساختار کاغذ، مقاومت بیشتری نسبت به سیلیکات سدیم نشان داد. در غلظت های بالاتر (۳۰ درصد)، تجمع ذرات سیلیکات سدیم باعث کاهش یکنواختی و افت مقاومت شد، در حالی که کاهش عملکرد دی آمونیوم فسفات محدودتر بود. در بحث مقاومت به پاره شدن، عملکرد دی آمونیوم فسفات و سیلیکات سدیم در غلظت ۲۰ درصد مشابه بود، اما در غلظت ۳۰ درصد، دی آمونیوم فسفات به دلیل ایجاد ساختاری پایدارتر، برتری داشت. آزمون وزن سنجی حرارتی (TGA) نشان داد که نمونه های تیمار شده

- [13] Whitney, R.S. (2009) System and method for programming a weighing scale using a key signal to enter a programming mode. United States Patent, 1(12), pp. 14.
- [14] Tavakoli, M., Ghasemian, A., Dehghani-Firouzabadi, M.R. and Mazela, B. (2021) 'Cellulose and its nano-derivatives as a water-repellent and fire-resistant surface: a review', *Materials*, 15(1), pp. 82–90.
- [15] Xu, F., Zhong, L., Xu, Y., Feng, S., Zhang, C., Zhang, F. and Zhang, G. (2019) 'Highly efficient flame-retardant kraft paper', *Journal of Materials Science*, 54(2), pp. 1884–1897.
- [16] Suttipintu, T., Lhosupasirirat, S., Osotchan, T. and Sriksirin, T. (2022) 'Development of flame retardant property on sodium silicate treated paper-based materials', *Journal of Physics: Conference Series*, 2175(1), p. 012035. IOP Publishing.
- [17] Oliveira, P., Conceição, S., Santos, N.F., Velho, J. and Ferreira, P. (2004) 'The influence of rheological modifiers on coated papers: a comparison between CMC and MHPC', in *Proceedings of III CIADICYP Congress, Madrid/Cordoba, Spain*, pp. 354–359.
- [18] Zaheri, S. and Asadpur, G. (2019) 'Feasibility study of using different types of bio-polymer coatings on paper packaging materials', *Packaging Science and Art*, 10(38), pp. 18–27. (In Persian).
- [19] Song, Z., Xiao, H. and Zhao, Y. (2014) 'Hydrophobic-modified nano-cellulose fiber/PLA biodegradable composites for lowering water vapor transmission rate (WVTR) of paper', *Carbohydrate Polymers*, 111, pp. 442–448.
- Dr.Soleiman Zaheri, [۲۰۰۸، ۲۵ ۱۳:۵۶]
- [20] Wang, Q., Xiong, J., Chen, G., Xinping, O., Yu, Z., Chen, Q. and Yu, M. (2019) 'Facile approach to develop hierarchical roughness fiber@SiO<sub>2</sub> blocks for superhydrophobic paper', *Materials*, 12(9), p. 1393.
- [21] TAPPI (2013) Standard conditioning and testing atmospheres for paperboard pulp handsheets and related products. TAPPI Test Methods, T 402 sp-08.
- [22] ASTM (2020) Standard test method for compositional analysis by thermogravimetry. ASTM E1131-20.
- [23] TAPPI (1979) Testing procedure using YG815B vertical fabric flame-retardant tester. TAPPI T461OS-79.
- [24] Castvan, S., Lazarevic, D., Stojanovic, P., Ivkovic, Z., Petrovic, R. and Kovic, J. (2015) 'Improvement of the mechanical properties of paper by starch coatings modified with sepiolite nanoparticles', *Starch*, 67, pp. 373–380.
- [25] Tavakoli, M., Ghasemian, A., Dehghani-Firouzabadi, M.R. and Mazela, B. (2022) 'Cellulose and its nano-derivatives as a water-repellent and fire-resistant surface: a review', *Materials*, 15(1), p. 82.

## منابع

- [1] Kazuaki, N., Megumi, A. and Takayuki, T. (2018) 'Lignocellulose nanofibers prepared by ionic liquid pretreatment and subsequent mechanical nanofibrillation of bagasse powder: application to esterified bagasse/polypropylene composites', *Carbohydrate Polymers*, 182, pp. 8–14.
- [2] Dong, L.Y. and Zhu, Y.J. (2017) 'A new kind of fireproof flexible inorganic nanocomposite paper and its application to the protection layer in flame-retardant fiber-optic cables', *Chemistry – A European Journal*, 23, pp. 4597–4604.
- [3] Basak, S., Samanta, K.K., Chattopadhyay, S.K. and Narkar, R. (2015) 'Thermally stable cellulosic paper made using banana pseudostem sap a wasted by-product', *Cellulose*, 22, pp. 2767–2776.
- [4] Browne, F. (1958) Theories of the combustion of wood and its control. United States Department of Agriculture Forest Service Report, 2136, pp. 1–72.
- [5] Mazela, B., Perdoch, W., Peplińska, B. and Zieliński, M. (2020) 'Influence of chemical pre-treatments and ultrasonication on the dimensions and appearance of cellulose fibers', *Materials*, 13(22), p. 5274. doi: 10.3390/ma13225274.
- [6] Silva, T.C.F., Habibi, Y., Colodette, J.L., Elder, T. and Lucia, L.A. (2012) 'A fundamental investigation of the microarchitecture and mechanical properties of tempo-oxidized nanofibrillated cellulose (NFC)-based aerogels', *Cellulose*, 19(6), pp. 1945–1956.
- [7] Zhang, T., Wu, M., Kuga, S., Ewulonu, C.M. and Huang, Y. (2020) 'Cellulose nanofibril-based flame retardant and its application to paper', *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 8(27), pp. 10222–10229.
- [8] Howell, B.A., Lienhart, G.W., Livingstone, V.J. and Aulakh, D. (2020) '1-Dopyl-12-(4-hydroxyphenyl) ethene: a flame retardant hardener for epoxy resin', *Polymer Degradation and Stability*, 175, p. 109110.
- [9] Weil, E.D. and Levchik, S.V. (2015) Flame retardants for plastics and textiles: practical applications. Munich: Hanser, pp. 303–333.
- [10] Tavakoli, M., Ghasemian, A., Dehghani-Firouzabadi, M.R. and Mazela, B. (2021) 'Cellulose and its nano-derivatives as a water-repellent and fire-resistant surface: a review', *Materials*, 15(1), p. 82.
- [11] Sandberg, D., Kutnar, A. and Mantanis, G. (2017) 'Wood modification technologies – A review', *iForest*, 10(6), pp. 895–908.
- [12] Li, P., Zhang, Y., Zuo, Y., Lu, J., Yuan, G. and Wu, Y. (2020) 'Preparation and characterization of sodium silicate impregnated Chinese fir wood with high strength, water resistance, flame retardant and smoke suppression', *Journal of Materials Research and Technology*, 9(1), pp. 1043–1053.

- [32] Jia, Y.L., Lu, Y., Zhang, G.X., Liang, Y. and Zhang, F. (2017) 'Facile synthesis of an eco-friendly nitrogen-phosphorus ammonium salt to enhance the durability and flame retardancy of cotton', *Journal of Materials Chemistry A*, 5, pp. 9970–9981.
- [33] Riva, A., Camino, G., Fomperie, I. and Amigouet, P. (2003) 'Fire retardant mechanism in intumescent ethylene vinyl acetate compositions', *Polymer Degradation and Stability*, 82(2), pp. 341–346.
- [34] Ghiyasiyan-Arani, M., Masjedi-Arani, M., Ghanbari, D., Bagheri, S. and Salavati-Niasari, M. (2016) 'Novel chemical synthesis and characterization of copper pyrovanadate nanoparticles and its influence on the flame retardancy of polymeric nanocomposites', *Scientific Reports*, 6, pp. 1–9.
- [35] Davies, P.J., Horrocks, A.R. and Alderson, A. (2005) 'The sensitization of thermal decomposition of ammonium polyphosphate by selected metal ions and their potential for improved cotton fabric flame retardancy', *Polymer Degradation and Stability*, 88, pp. 114–122.
- [36] Li, P., Wang, B., Xu, Y.J., Jiang, Z., Dong, C., Liu, Y. and Zhu, P. (2019) Ecofriendly flame-retardant cotton fabrics: preparation. In: Papaspyrides, C.D. and Kiliaris, P. (eds.) *Polymer Green Flame Retardants*. Amsterdam: Elsevier, pp. 3–6.
- [26] Ding, Y., Huang, K., Li, W., Du, K., Lu, Y. and Zhang, T. (2020) 'Thermal interaction analysis of isolated hemicellulose and cellulose by kinetic parameters during biomass pyrolysis', *Energy*, 195, p. 117010.
- [27] Oliveira, P., Conceição, S., Santos, N.F., Velho, J. and Ferreira, P. (2004) 'The influence of rheological modifiers on coated papers: a comparison between CMC and MHPC', in *Proceedings of III CIADICYP Congress, Madrid/Cordoba, Spain*, pp. 354–359.
- [28] Sharifi, N. and Taghavinia, N. (2009) 'Silver nano-islands on glass fibers using heat segregation method', *Materials Chemistry and Physics*, 113, pp. 63–66.
- [29] Mark, R.E. Jr., Habeger, C.C., Borch, J., Lyne, M.B. and Decker, M. (2002) *Handbook of physical testing of Paper*. 1st edn. pp. 562–873.
- [30] Li, P., Wang, B., Xu, Y.J., Jiang, Z., Dong, C., Liu, Y. and Zhu, P. (2019) 'Ecofriendly flame-retardant cotton fabrics: preparation, flame retardancy, thermal degradation properties and mechanism', *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 7, pp. 19246–19256.
- [31] Di Blasi, C., Branca, C. and Galgano, A. (2007) 'Effects of diammonium phosphate on the yields and composition of products from wood pyrolysis', *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 46, pp. 430–438.