



شیمی  
نساجی

## پایداری حرارتی، تاخیر اشتعال و خواص مکانیکی پارچه‌های پنبه‌ای ترکیب شده با پوشش غیر آکسید کننده به روش سل-ژل

مترجم: محسن عادلی

چکیده

جهت ایجاد پایداری حرارتی و قابلیت ضد اشتعال در منسوجات پنبه‌ای بدون تغییر در خواص مکانیکی آن، الیاف پنبه، با چند آلکوکسید فلزی (به نام های تترا اتیل ارتو سیلیکات، تیتانات، زیرکونات و آلومینیوم ایزوپروپیلات) در معرض سل-ژل قرار گرفت. در واقع بعد از عمل سل-ژل سطح لیف/پارچه از نظر مورفولوژیکی اصلاح شد. پس از بررسی روش های مختلف، مشاهده شد که یک فیلم همگن و متراکم در فواصل الیاف (تار و پود) قرار گرفته و دیواره های آنها را پوشانده است. به نظر می رسد که در زمان یکسان، خواص مکانیکی اولیه پنبه شسته شده یعنی استحکام کششی و تغییر شکل ثابت، این پوشش ها موجب پایداری آتش و حرارت پارچه های محافظت شده می باشند. به علاوه، این پوشش های غیر آلی به نحو قابل توجهی مقاومت سایشی پنبه را نیز افزایش داده است.

۱. مقدمه

در دو دهه اخیر، جهت افزایش ارزش افزوده الیاف مانند پنبه، پلی استر و پلی آمید، رقابت جهانی منجر به فعالیت های تحقیقاتی صنعتی و آکادمیک در زمینه کاربردها و محلول های جدید در رشته نساجی شده است. امکان ارائه ویژگی های چند کاربرده برای لیف، یکی از اهداف اصلی این تحقیقات است.

چندین تحقیق جدید نشان داده اند که می توان برخی از ویژگی های پنبه مانند دفع آب، ضد میکروب بودن، محافظت در برابر UV، خاصیت ضد الکتریسیته ساکن، خواص مکانیکی، پایداری حرارتی و تاخیر در اشتعال را با روش های مختلف بهبود بخشید، اگر چه محدودیت هایی خصوصاً در مورد ثبات شستشویی پارچه ها یا الیاف عمل شده وجود خواهد داشت.

اساساً می توان محدودیت های فوق را با استفاده از روش سل-ژل که یک مسیر تطبیق پذیر بر اساس یک واکنش دو مرحله ای (هیدرولیز و چگالش)، شروع شونده از آلکوکسیدهای (نیمه) فلزی ارائه می دهد، کاهش داد: بنابراین فازهای نانو/میکرو غیر آلی یا ساختارهای آلی-غیر آلی هیبریدی تشکیل شده است. این فاز ها که می توانند به فرم ذرات (میکرو یا نانو) یا پوشش های تشکیل شوند، قبلاً نشان داده شده است که قادرند با تشکیل یک سد فیزیکی در برابر حرارت و انتشار اکسیژن، سطح پلیمر را در مقابل احتراق محافظت کنند و به عنوان عایق عمل کنند. همانطور که در این نوشته

نشان داده شده است، می توان با استفاده از روش سل-ژل فازهایی با خواص مطلوب تشکیل شود. در واقع اخیراً پارچه های پنبه ای به منظور بهبود محافظت در برابر اشعه UV، خود تمیز شوندگی و تاخیر در اشتعال، با سل-ژل هیدرولیزول های تیتانیا آزمایش شده اند. به طور مشابه پوشش هایی بر پایه زیرکونیا و آلومینا جهت افزایش قابلیت خود تمیز شوندگی الیاف پنبه و پشم و همینطور افزایش جذب رطوبت پارچه های پلی استری، به کار برده شده است. به علاوه مطالعات قبلی ما به طور واضح نشان داد که مواد آلکوکسی سیلان می توانند به عنوان تاخیر اندازهای موثر اشتعال برای پارچه های پلی استری، پنبه ای و مخلوطی از این دو پارچه، استفاده شوند. در مقابل این دستاورد، زمانی که روش سل-ژل برای پیوند تکمیل های شیمیایی روی منسوجات به کار برده می شود، اصلاح خواص سطحی لیف ممکن است باعث بروز مشکلاتی از قبیل زرد شدن یا کاهش استحکام کششی پارچه شود و بنابراین امکان کاربرد این مواد را محدود می کند.

علی رغم تلاش های فراوانی که صورت گرفته، مطالعه مفصلی مطابق با بهترین دانش ما در مورد اثر پوشش های غیر آلی مشتق شده از آلکوکسیدهای فلزی مختلف، افزایش پایداری حرارتی و آتش و محافظت (یا بهبود بخش) خواص مکانیکی پنبه را هنوز ارزیابی نکرده است.

به این منظور در این کار پارچه های پنبه ای با استفاده



از مواد مختلفی بر پایه سیلیکون، تیتانیوم، زیرکونیوم و آلومینیوم سل-ژل شدند تا پایداری آتش و شعله، رفتار مکانیکی و مقاومت سایشی مواد بدست آمده بررسی شود. مورفولوژی فازهای غیرآلی ترکیب شده روی پنبه، توسط میکروسکوپ الکترونی کوپل شده با آنالیزگر عنصری، ارزیابی شدند و نتایج بدست آمده با خواص نتایج نهایی پنبه یعنی پایداری اکسیداسیون حرارتی (آنالیز اندازه گیری حرارتی در هوا)، اشتعال پذیری (تست های شاخص اکسیژن حدی و شعله عمودی) و رفتار احتراق (گرماسنجی مخروطی)، همبستگی مستقیم داشتند. خواص مکانیکی (استحکام کششی و مقاومت سایشی)، نیز بررسی شدند.

## ۲. آزمایش

### ۲.۱. مواد

پارچه های پنبه ای با تراکم  $200 \text{ g/m}^2$  (CO)، از Fratelli Ballesio, Torino, Italy خریداری شده (است) استفاده شده است. تترا اتیل ارتو سیلیکات، تترا اتیل ارتو تیتانات، تترا اتیل ارتو زیرکونات و آلومینیوم ایزوپروپیلات، آب، اتانول، پروپانول، استیک اسید و دی بوتیل تیندی استات (همه درجات معرف) از Sigma-Aldrich خریداری شده و بدون هیچگونه خالص سازی استفاده شدند.

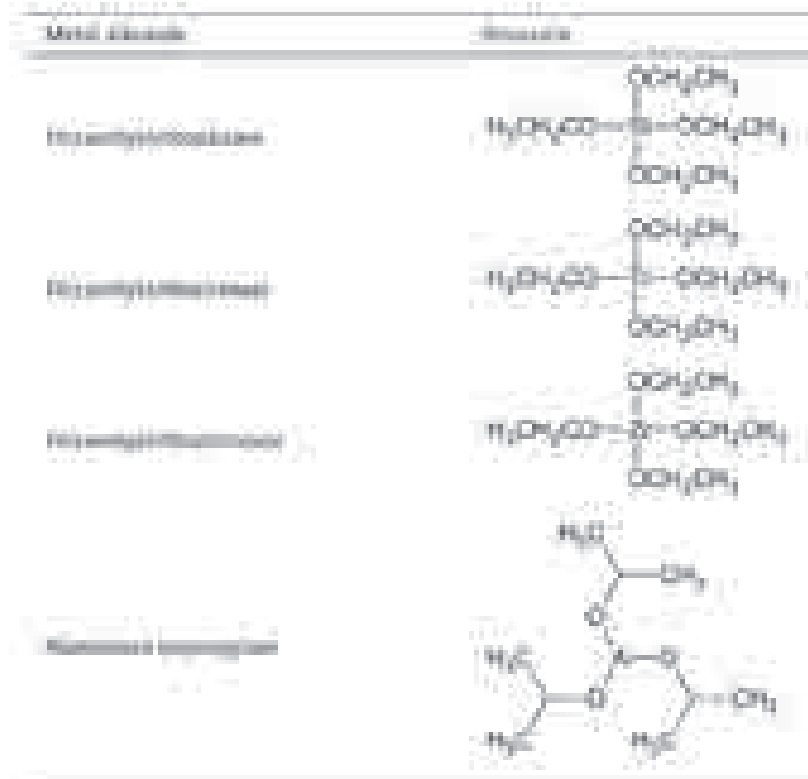
### ۲.۲. رفتارهای سل-ژل انجام شده روی پنبه

پوشش های غیرآلی مختلفی با استفاده از فرآیند سل-ژل روی پنبه ترکیب شده است. قبل از همه چیز، فازهای سیلیکای خالص از یک مخلوط شامل تترا اتیل ارتو سیلیکات، آب مقطر (ماده سازنده: نسبت مولی آب - ۱:۱)، اتانول و دی بوتیل تیندی استات (۹۰ درصد وزنی)، که به مدت ۱۰ دقیقه در دمای اتاق هم زده شد، بدست آمد. پارچه های پنبه ای به مدت ۱۰ دقیقه داخل محلول سل قرار گرفته و سپس با استفاده از یک آون انتقال حرارت وزنی به مدت ۱۵ ساعت در دمای ۸۰ درجه سلسیوس تحت عمل حرارتی قرار گرفتند. سرانجام به منظور حذف مواد واکنش نداده، پارچه ها به مدت ۱ ساعت در آب مقطر  $60^\circ\text{C}$  شسته شدند. سل های آلومینا مطابق روش Yolda آماده شدند (Wong & Aziz, 2007). مقدار مورد نیاز آلومینیوم ایزوپروپیلات به آب دی یونیزه شده اضافه شده و به مدت ۱ ساعت در  $80^\circ\text{C}$  هم زده شد. سپس ۱ M محلول استیک اسید به عنوان کاتالیست به مخلوط اضافه شد، تنظیم نسبت مولی آلومینیوم ایزو

پروپیلات: آب: اسید استیک به صورت ۱:۱۰۰:۰.۷ می باشد. محلول آماده شده سپس تا  $90^\circ\text{C}$  گرم شده و به مدت ۲۴ ساعت در شرایط رفلکس قرار گرفت تا یک سل کاملاً شفاف به دست آید. سل های تیتانیا با شروع از مخلوطی شامل تترا اتیل ارتو تیتانات، استیک اسید و آب (نسبت مولی ۱:۱۰۰:۱) تهیه شدند. بنابراین ۶۰ میلی لیتر آب به صورت قطره ای به مخلوطی شامل تترا اتیل ارتو تیتانات و استیک اسید اضافه شده و به مدت ۲ ساعت به شدت هم زده شد تا یک سل کاملاً شفاف حاصل گردد. در نهایت، سل های زیرکونیا از تترا اتیل ارتو زیرکونات، که به یک محلول پروپانول و استیک اسید اضافه شده و سپس با محلول دیگری شامل آب و پروپانول مخلوط شده و ۲ ساعت هم زده شده، بدست آمد. نسبت مولی تترا اتیل ارتو زیرکونات: پروپانول: استیک اسید: آب به صورت ۱:۲:۴۰:۲۰ بود.

ساختارهای آلکوکسیدهای فلزی مختلف به صورت شماتیک در جدول ۱ نشان داده شده است. برای اینکه اجازه بدهیم پوشش غیرآلی تشکیل شود، پارچه های پنبه ای به مدت ۱۰ دقیقه در هر محلول غوطه ور شدند، سپس ابتدا به مدت ۳۰ دقیقه در  $100^\circ\text{C}$  و در مرحله بعد به مدت ۱۵ دقیقه در دمای

جدول ۱ ساختار آلکوکسیدهای فلزی استفاده شده



$120^\circ\text{C}$  حرارت دیدند.

از این به بعد هر نمونه با نماد XCO مشخص خواهد شد، که X فلز عامل آلکوکسید به کار برده شده می باشد؛ به عنوان مثال SiCO به معنی پارچه پنبه ای عمل شده با سل سیلیکای می باشد.

### ۳.۲. تکنیک های اختصاصی

مقدار فازهای آلکوکسید فلزی اعمال شده روی نمونه های پنبه ای (A درصد وزنی) با وزن کردن هر نمونه قبل (Wi) و بعد از اشباع شدن در محلول سل و عمل حرارتی (Wf)، با استفاده از یک ترازوی Sartorius ( $\pm 10-4\text{g}$ ) بدست آمد. آپلود در جدول ۲ جمع آوری شده است که بر طبق فرمول زیر محاسبه شده است:



تصاویر SEM نمونه های عمل شده با استفاده از یک میکروسکوپ الکترونی پوششی (20kV) INCA (LEO-1450VP) که به اشعه ایکس (Cu-K\_X-ray source, Energy Oxford) مجهز بود، بدست آمد که این تصاویر برای آنالیز عنصری مورد استفاده



قرار گرفت. پارچه‌های پنبه‌ای به قطعات کوچک (0.5mm×0.5mm) بریده شده و روی محل نمونه یک SEM استاندارد با تبرسانای دوبار پوشانده شده با کربن، فیکس شده و سپس با طلا فلز پوشی شدند. پایداری حرارتی پارچه‌ها که با روش TG (thermogravimetric) بدست آمده است با آنالیزکننده Pyris\TGAQ500 ارزیابی شد. اندازه گیری ها با قرار دادن نمونه ها در گیره های آلومینا (ca.10mg) در هوای اتمسفر (60ml/min) انجام شد و با نرخ حرارتی 10°C/min از 50 تا 800 درجه سلسیوس گرم شدند. تست های دیگری با قرار دادن پارچه ها در دمای 1100°C و به مدت 1 ساعت، انجام شدند. به منظور تعیین مقدار آب پارچه های پنبه ای تمیز و تکمیل شده، که به مقدار قابل توجهی می تواند روی رفتار احتراق مواد تاثیر گذارد، از تیترا کننده Karl-Fisher (Fisher) Mettler Toledo, model V20 استفاده شده است: قطعات کوچک تا دمای 100°C حرارت دیدند و مقدار آب توسط مخلوطی از متانول، پنتاسیم متابی سولفیت و ید به عنوان سیستم تیتراسیون، اندازه گیری شد. خواص تاخیر اشتعال نمونه‌های مورد آزمایش با تست‌های احتراق و اشتعال پذیری اندازه‌گیری شد.

همانطور که قبلاً گزارش شده است (Alongi et al., 2011b)، این تست‌ها انجام شدند تا به طور کامل این سناریوی آتش را توصیف کنند. تست اشتعال‌پذیری در یک پیکربندی عمودی و با یک بار اعمال کردن شعله پروپان به مدت 5 ثانیه در قسمت پایین نمونه پارچه‌ای (20mm×100mm)، انجام شد. این تست برای هر دستورالعمل 5 مرتبه انجام شد و زمان و نرخ سوختن و همینطور باقی‌مانده اندازه‌گیری شد. هدف این تست تقلید کردن از استاندارد ISO 15025 که معمولاً برای پوشاک محافظ استفاده می‌شود، بود با این تفاوت که اندازه نمونه‌ها در استاندارد بزرگتر (200mm×16mm) (vs. 100mm×20mm) می‌باشد. به علاوه تست‌های شاخص اکسیژن حدی (LOI) توسط یک دستگاه شاخص اکسیژن FIRE و بر طبق استاندارد ISO

4589 انجام شد. رفتار احتراق نمونه‌های پارچه‌ای چهار گوش (100mm×100mm×0.5mm) با استفاده از گرماسنجی مخروطی (Fire Testing Technology, FTT) بررسی شد. بر طبق روشی که در جای دیگر (Tata et al., 2011) توصیف شده است، اندازه گیری‌ها تحت یک جریان حرارتی روشنی‌دهنده kW/m<sup>2</sup> و در حالت افقی انجام شده است. پارامترهایی مانند زمان اشتعال (TTI, s)، کل گرمای آزاد شده (THR, kW/m<sup>2</sup>)، نرخ آزادسازی گرما (HRR, kW/m<sup>2</sup>) و ماکزیمم (PHRR, kW/m<sup>2</sup>)، اندازه‌گیری شده و شاخص کارایی آتش (kW/FPI, s m<sup>2</sup>) با نسبت TTI به PHRR محاسبه شد. FPI بزرگتر به این معنی است که کارایی تاخیر اشتعال بهتر است (Schartel, Bartholmai, & Knoll, 2006). همینطور، مقدار کل دود آزاد شده (TSR, m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>) و مساحت خاموشی ویژه (Kg/SEA, m<sup>2</sup>) نیز ارزیابی شدند. برای هر فلز مورد بررسی، آزمایشات چهار مرتبه تکرار شدند تا داده‌های مهم و تجدید پذیر تضمین گردد؛ خطای آزمایشگاهی در حد 2٪ بود. قبل از انجام تست های اشتعال پذیری و احتراق تمام نمونه‌ها به مدت 24 ساعت در یک محفظه با دمای 100±23°C و رطوبت 50٪ قرار گرفتند. خواص مکانیکی پارچه‌های پنبه‌ای خام و عمل شده توسط یک دستگاه Zwick Z100، در حالت کششی بررسی شدند. نمونه‌ها (50mm×350mm) بر طبق استاندارد ISO 13934 آماده گردیدند: فاصله گیره‌ها 200 میلی‌متر بود و نرخ کشش ظاهری روی 10mm/min تنظیم شده بود. از هر دستورالعمل پنج نمونه تست شدند؛ خطای آزمایشگاهی حدوداً 5٪ بود. نهایتاً جهت ارزیابی مقاومت سایشی پارچه‌های خام و عمل شده، نمونه‌ها بر طبق استاندارد ISO 12947 تست شدند (روش مارتیندل).

### ۳. نتایج و بحث

#### ۳.۱. پایداری حرارتی در هوا

منحنی گرماسنجی نمونه‌ها در هوا، در شکل ۱ رسم شده است. همانطور که قبلاً گزارش شده است (Price



شکل ۱ منحنی‌های TG پارچه‌های پنبه‌ای خالص و عمل شده با سل-ژل در هوا

همانطور که در شکل ۱ و جدول ۲ نشان داده شده است، بر خلاف سیلیکا، اکسیدهای دیگر (TiO<sub>2</sub>,

جدول ۲ داده TGA در هوا

Sample	Weight loss (%)	Temperature (°C)	Residual (%)
Control	0	0	100
Control	10	100	90
Control	20	200	80
Control	30	300	70
Control	40	400	60
Control	50	500	50
Control	60	600	40
Control	70	700	30
Control	80	800	20
Control	90	900	10
Control	100	1000	0
Treated	0	0	100
Treated	10	100	90
Treated	20	200	80
Treated	30	300	70
Treated	40	400	60
Treated	50	500	50
Treated	60	600	40
Treated	70	700	30
Treated	80	800	20
Treated	90	900	10
Treated	100	1000	0

a تفاوت وزنی پارچه های پنبه ای قبل و بعد از رفتار اشباع / حرارت

b گرفته شده از منحنی های مشتق

c باقی مانده بعد از رفتار حرارتی در 1100°C



پروژه قبلی نشان داده‌ایم که پوشش‌های سیلیکاتی به دست آمده به وسیله فرایند سل-ژل، توسط (۱) کاهش شعله‌پذیری پنبه‌زمانی که در معرض شعله قرار می‌گیرد. (۲) کاهش سوختن آن و (۳) افزایش زمان سوختن کل، قادرند که اشتعال‌پذیری پنبه را در حالت عمودی اصلاح کنند. بنابراین تمام پوشش‌های غیر آلی قادرند که از پارچه‌های پنبه‌ای در مقابل یک شعله پروپان مستقیم محافظت کنند. در واقع زمان سوختن کل افزایش یافته، سرعت سوختن به طور قابل توجهی پایین آمده و باقی مانده نهایی در پایان تست از پنبه خالص بیشتر بوده است. به علاوه، در مقایسه با کارایی نمونه‌های عمل شده، می‌توان نتیجه گرفت که تمام پوشش‌های غیرآلی تأخیراندازهای اشتعال موثری برای پنبه هستند و اینکه زیرکونیا به خاطر باقی مانده نهایی، کارایی کمتری نسبت به تیتانیا، سیلیکا و آلومینا دارد. این داده‌ها که در جدول ۳ آمده است، با افزایش جزئی مقادیر LOI برای پارچه‌های عمل شده تایید شده است. بر اساس این نتایج می‌توان یک رده بندی محافظت برای پوشش‌های آلکوکسید به کار برده شده روی پنبه، با شروع از کارآمدترین تا کمترین تاثیر، نوشت:



با مرتبط کردن اشتعال‌پذیری با خواص حرارتی این پارچه‌ها، می‌توان مشاهده کرد که یون‌های Ti راندمان دی‌هیدراسیون سلولز پنبه بالاتری نسبت به Si و Al و Zr نشان می‌دهند، و از بین یون‌هایی که در مطالعه بررسی شده است بهترین تأخیرانداز اشتعال می‌باشد. همانطور که در قسمت بعدی بحث خواهد شد، اگر چه یون‌های Zr در طی تخریب حرارتی پنبه در هوا مانند Ti رفتار می‌کنند، اما به خاطر سطح توزیع روی الیاف، احتمالاً بدترین کارایی را به عنوان تأخیر انداز اشتعال دارند.

شده است. نتایج مشابهی برای دیگر یون‌های فلزی مانند Cu(II), Zn(II), Fe(II), Co(II), Cr(III), Ce(IV), La(III), Y(III), Ho(III), Mn(II), (Pb(II), Bi(III) در ترکیب با سلولز آمونیوم فسفات مشاهده شده است (Dahiya & Kumar, 2009; Tian, Guo, Zhang, Xu, & Shi, 1995; Tian et al., 2003).

در واقع Tian et al (1995, 2003) مشاهده کرده است که دمای تخریب سلولز در حضور کمپلکس‌های فلزی آمونیوم فسفات نسبت به نمونه‌های عمل نشده با یون‌های فلزی، پایین‌تر آمده است. به علاوه مقادیر تولید زغال برای نمونه‌های عمل شده با  $\text{Mn}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Pb}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (Tian et al, 2003) و  $\text{Ce}_2\text{O}_3$  (Tian et al, 1995) نسبت به نمونه‌های عمل نشده بیشتر بود.

همانطور که توسط باقی مانده در  $360^\circ\text{C}$  و  $500^\circ\text{C}$  (جدول ۲) نشان داده شده است، در این پروژه تمام اکسید‌های تشکیل شده به این منظور تولید شده‌اند که نسبت به پنبه خالص مقدار زغال بیشتری تولید کنند. به خصوص  $\text{Ti}$  و  $\text{Zr}$  در مقایسه با  $\text{Al}$  و  $\text{Si}$ ، باعث تولید زغال بیشتری می‌شوند. بر اساس مطالعات قبلی که منتشر شده است، می‌توان فرض کرد که یون‌های  $\text{Ti}$  و  $\text{Zr}$  تخریب پنبه را از  $\text{Al}$  و  $\text{Si}$  سریع‌تر کاتالیز می‌کنند، دی‌هیدراسیون را جلو انداخته، اما در زمان یکسان تمایل بیشتری به تشکیل زغال دارد. همانطور که در قسمت بعدی بحث شده است، پایداری حرارتی در هوای اینگونه پارچه‌های عمل شده، برای افزایش پایداری حرارتی این پارچه‌ها خیلی مفید است.

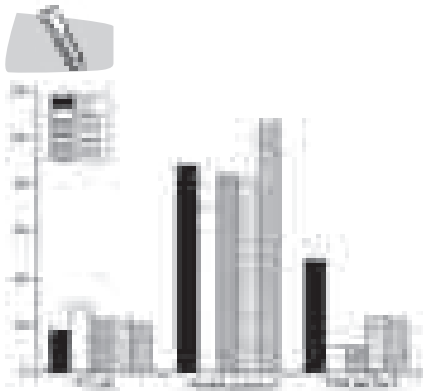
### ۲.۳. اشتعال پذیری

به منظور شناسایی مشخصات سوختن نمونه‌ها، تست‌های اشتعال‌پذیری انجام شده است؛ نتایج به دست آمده در جدول ۳ گردآوری شده است. در یک

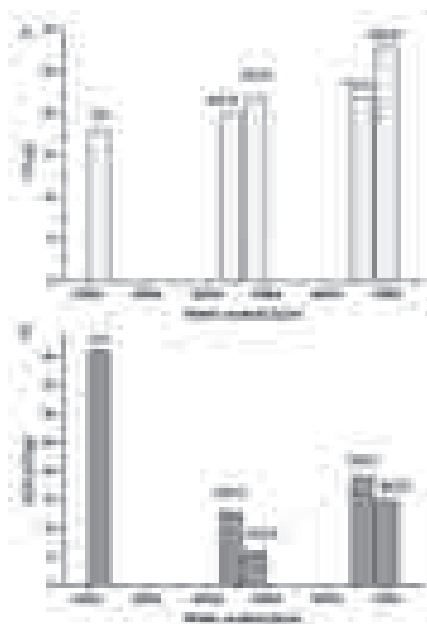
$\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ، سینتیک و مکانیسم تخریب سلولز را تغییر می‌دهند، به این معنی که به مقدار قابل توجهی دمای شروع واکنش (Tonset): ۲۹۳، ۲۸۴، ۲۹۶ به ترتیب، در برابر  $316^\circ\text{C}$  برای پنبه خالص) و مرحله اول تجزیه را کاهش می‌دهند. در واقع همانطور که در نوشته نشان داده شده است، یون‌های فلزی می‌توانند روی تخریب اکسید حرارتی سلولز پنبه تأثیر بگذارند چونکه قادرند واکنش تخریب/دی‌هیدراسیون سلولز را کاتالیز کرده و مقدار زغال زیادی تولید کنند. در کل، این اثر هم زمانی که یون‌های فلزی به صورت منفرد استفاده شده‌اند مشاهده شده است و هم زمانی که به صورت ترکیب با تأخیر انداز اشتعال بر پایه فسفر به کار برده شده‌اند (Tian, Xie, Guo, & Xu, 2003). به عنوان مثال Camino et al (Soares, Camino, & Levchik, 1998) دریافت که افزودنی‌هایی با ساختمان فلزی مانند روی-اتیل هگزانوات، پتاسیم-اتیل هگزانوات و کبالت-اتیل هگزانوات، چونکه میزان زغال را افزایش و تشکیل قیر را کاهش می‌دهند، فرایند تجزیه سلولز را به مقدار زیادی اصلاح کرده‌اند. همچنین مشاهده شده است که یون‌های  $\text{Zn}_2\text{O}_3$  و  $\text{Co}_2\text{O}_3$  قادرند تشکیل زغال آروماتیک را افزایش دهند، در حالیکه یون‌های  $\text{K}^+$  زغال آلیفاتیک تولید می‌کنند. مکانیسم عملکرد یون‌های فلزی زمانی که با گونه‌هایی بر پایه ی فسفر ترکیب شده‌اند، تغییر کرده است چون که گونه‌های فسفری قادرند پایداری حرارتی آن‌ها را افزایش دهند. در واقع، فراربت اکسید‌های تشکیل شده طی پیرولیز کاهش یافته و بنابراین این مواد هنوز موجود هستند که سلولز را فسفریلاته کرده و باعث تشکیل زغال شوند. Horrocks و Davies (coworkers, Horrocks, & Alderson, 2005) به ویژه نشان داده‌اند که  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  و  $\text{Zn}_2\text{O}_3$  تخریب حرارتی آمونیوم پلی فسفات را به دمای پایین تری شیف‌ت داده‌اند، بنابراین تأخیر اشتعال در دماهای پایین تری واقع



شکل ۲ باقی مانده‌های پارچه‌های پنبه‌ای خالص و عمل شده با سل-ژل (نمونه‌ها وزن اولیه یکسان دارند) بعد از رفتار حرارتی در مافل



شکل ۴. مقادیر PHRR، TTI و TSR برای پارچه های پنبه ای خالص و عمل شده با سل-ژل



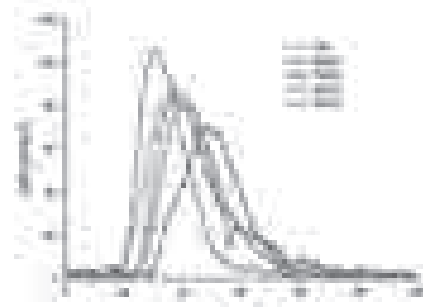
شکل ۵. a (TTI) و b (SEA) به عنوان تابعی از مقدار آب برای پوشش های آلکوکسید مختلف

۳.۴. مورفولوژی پارچه های عمل شده برخی از میکروگراف های SEM پارچه های پنبه ای

(جدول ۴، شکل های ۳ و ۴). همانطور که با تیتراسیون Karl-Fisher (جدول ۴) تعیین شده است، این خاصیت احتمالاً به خاطر محتوای آب جذب شده توسط پوشش، می باشد. بر خلاف پنبه خالص، همه پارچه های عمل شده با سل-ژل محتوای آب بیشتری نشان می دهند.

طی تخریب اولیه پنبه درست قبل از احتراق، آب یک نقش مهم ایفا می کند، چونکه می تواند با رقیق کردن فرآورده های فرار تولید شده از تخریب، اشتعال سلولز را به تاخیر اندازد؛ بنابراین می توان فرض کرد که محتوای آب بیشتر باعث TTI بیشتر می شود (۲۸، ۲۲، ۲۰ و ۲۰ در برابر ۱۸ به ترتیب برای  $\text{SiCO}$ ،  $\text{TiCO}$ ،  $\text{ZrCO}$ ،  $\text{AICO}$  و  $\text{CO}$ ). رابطه بین TTI و محتوای آب به خوبی در شکل ۵a نشان داده شده است.

به علاوه کاهش TSR مشاهده شده نیز می تواند با محتوای آب مرتبط باشد. در واقع، نمونه های  $\text{SiCO}$  و  $\text{TiCO}$  که بیشترین محتوای آب را دارند (۷۱۰۰۰ و ۶۸۰۰۰ در برابر ۴۶۰۰۰ ppm)، کمترین مقدار TSR (۱۱،۳ و ۱۰،۹ در برابر  $۴۷۶ \text{ m}^2/\text{m}^2$ ) و در نتیجه تولید دود کمتری نشان می دهند. به طور مشابه همانطور که در شکل ۵b و جدول ۴ نشان داده شده است، با افزایش محتوای آب دانسیته نوری دودها (مقادیر SEA) کاهش می یابد. باید توجه کرد که این کاهش دود برای اعمال سل-ژل به عنوان یک تکمیل صنعتی خیلی سودمند می باشد. در نهایت خوب است ببینیم که ساختار نهایی باقیمانده در پایان احتراق، همانطور که در شکل ۶ نشان داده شده است، به نوع رفتار سل-ژل اعمال شده بستگی دارد. سیلیکا و آلومینا قادرند که باقیمانده ضخیم، متراکم و چگال تشکیل دهند در صورتی که تیتانیا و زیرکونیا یک فیلم شفاف تشکیل می دهند. در هر مورد، فاز های آلکوکسید، با افزایش تشکیل باقی مانده، ساختار اصلی پارچه را حفظ می کنند.



شکل ۳. منحنی های HRR پارچه های پنبه ای خالص و عمل شده با سل-ژل

### ۳.۳. رفتار احتراق

داده های احتراق پارچه پنبه ای خالص و عمل شده با سل-ژل که توسط کالریمتر مخروطی به دست آمده، در جدول ۴ آمده است: در شکل ۳ سینتیک احتراق هر نمونه به صورت منحنی های HRR بر حسب زمان، رسم شده است. همانطور که در کار های قبلی نشان داده شده است (Alongi, Ciobanu, Carosio, et al., 2011; Alongi et al., 2011a, 2011b, 2011c, in press)، سیلیکا یک تکمیل تاخیر اشتعال کارآمد روی پنبه می باشد.

در واقع در مقایسه پنبه با  $\text{SiCO}$ ،  $\text{TiCO}$ ،  $\text{ZrCO}$  و  $\text{AICO}$  واضح است که این پوشش های غیر آلی روی سطح منسوج به مقدار قابل توجهی رفتار احتراق پنبه را اصلاح می کند (شکل ۴). در کل، برای همه سیستم ها یک کاهش شدید برای THR و PHRR ثبت شده است (۷۰، ۸۴، ۸۲ و ۱۰۶ در برابر  $۸ \text{ kW/m}^2$  و  $\text{CO}$ ، به ترتیب برای  $\text{SiCO}$ ،  $\text{TiCO}$ ،  $\text{ZrCO}$ ،  $\text{AICO}$  و  $\text{CO}$ ).

به علاوه این اکسیدها با افزایش TTI و در نتیجه مقادیر FPI قادرند که اشتعال نمونه را به تاخیر اندازند

جدول ۳. داده های اشتعال پذیری

Sample	PHRR (kW/m²)	THR (kJ/m²)	TTI (min)	FPI (min)
CO	8.0	106	11.3	20
SiCO	11.3	70	28	22
TiCO	10.9	84	22	20
ZrCO	11.3	82	20	20
AICO	11.3	82	20	20

جدول ۴. داده های احتراق به دست آمده توسط کالریمتری مخروطی

Sample	PHRR (kW/m²)	THR (kJ/m²)	TTI (min)	FPI (min)	SEA (g)	TSR (m²/m²)
CO	8.0	106	11.3	20	71000	476
SiCO	11.3	70	28	22	68000	476
TiCO	10.9	84	22	20	71000	476
ZrCO	11.3	82	20	20	71000	476
AICO	11.3	82	20	20	71000	476





جدول ۵. داده های کشش

پارچه	تعداد	مقاومت	پاره شدن
۱	۱۱۵۰	۱۰۲۵	۱۰۰٪
۲	۱۱۵۰	۱۰۲۵	۱۰۰٪
۳	۱۱۵۰	۱۰۲۵	۱۰۰٪
۴	۱۱۵۰	۱۰۲۵	۱۰۰٪
۵	۱۱۵۰	۱۰۲۵	۱۰۰٪
۶	۱۱۵۰	۱۰۲۵	۱۰۰٪
۷	۱۱۵۰	۱۰۲۵	۱۰۰٪
۸	۱۱۵۰	۱۰۲۵	۱۰۰٪
۹	۱۱۵۰	۱۰۲۵	۱۰۰٪
۱۰	۱۱۵۰	۱۰۲۵	۱۰۰٪

عمل شده با روش سل-ژل، در شکل ۷ گزارش شده است. در کل، یک فیلم مترکم و همگن در فواصل الیاف (تار و پود) قرار گرفته است و برای همه سیستم های مورد بررسی، مشاهده شده که تقریباً دیواره های آن ها را پوشانده است: به علاوه در نمونه های SiCO و TiCO، روزنه های کمی قابل مشاهده است.

همانطور که در نقشه های عنصری (شکل ۷) نشان داده شده است، یکنواختی توزیع پوشش های غیر آلی، به ماده آلیکوکسید فلزی به کار برده شده در فرآیند سل-ژل بستگی دارد. به طور کلی، بهترین مزیت تیتانیا نسبت به پوشش های غیر آلی دیگر، می تواند توزیع یکنواخت Ti باشد. در عوض، به نظر می رسد که Zr نسبت به فلزهای دیگر کمترین یکنواختی و تراکم را دارا باشد.

### ۳.۵. خواص مکانیکی و مقاومت سایشی

معمولاً بیشتر تکمیل های شیمیایی اعمال شده روی پارچه ها، به خاطر ضخامت و سختی پوشش به کار برده شده، می توانند خواص مکانیکی یعنی مقاومت، صافی سطح و بافت را به صورت ناخواسته تغییر دهند. در حضور یک نیروی اعمال شده، اگر پوشش سخت باشد، نخ های پارچه یکی پس از دیگری ریش ریش شده و استحکام پارگی کمتری در این حالت ثبت شده است. به این دلیل، به منظور تحقیق در مورد اثر عمل سل-ژل روی استحکام مکانیکی پارچه ها، تست های کششی و سایشی انجام شده است. جدول ۵ داده های به دست آمده را خلاصه می کند:

بعد از عمل سل-ژل، نیروی ماکزیمم مقداری افزایش می یابد (۱۱۷۵، ۱۱۵۰ و ۱۱۰۰ در برابر ۱۰۲۵ به ترتیب برای AlCO، TiCO، SiCO و CO)، به جز در مورد ZrCO که نسبت به پنبه خالص مقدار کمی کاهش یافته است. به علاوه، تغییر شکل ماکزیمم به دست آمده برای نمونه های عمل شده با روش سل-ژل، به صورت اساسی تغییر نکرده است.

بنابراین این داده های مکانیکی نشان می دهند که اثر عمل سل-ژل روی رفتار مکانیکی پنبه تقریباً ناچیز است. شکل ۸ تاثیر پوشش های آلیکوکسید متفاوت را روی مقاومت سایشی پنبه که با روش مارتیندل به دست آمده، نشان می دهد. پنبه خالص تا ۲۱۰۰ چرخه سایش مقاومت می کند که به نقطه پایان یعنی زمانی که یک خسارت (یعنی یک سوراخ) روی سطح نمونه ظاهر می شود. وقتی پنبه سل-ژل شده است، تعداد چرخه های سایش لازم برای ظهور خسارت، به مقدار قابل توجهی افزایش یافته است و این زمان برای نمونه های TiCO و AlCO به سه مرتبه طول یافته است. این نتایج به طور واضح نشان می دهند که پوشش های غیر آلی می توانند مقاومت سایشی پارچه را به شدت

افزایش دهند. به علاوه این تست ها نشان می دهد که کارایی زیرکونیا در مقایسه با اکسید های فلزی دیگر خیلی پایین است، چون همانطور که توسط میکروسکوپ الکترونی (شکل ۷) نشان داده شده است، احتمالاً زیرکونیا به خوبی توزیع نشده است. در نتیجه، در حالی که سیستم های منتهی از سل-ژل که به عنوان تکمیل پیشنهاد شده است باعث تغییرات نامطلوب مکانیکی در مقایسه با پنبه عمل نشده در زمان یکسان نمی شود، پوشش های آلیکوکسید قادرند که مقاومت سایشی پارچه را به شدت بهبود بخشند.



شکل ۸. مقاومت سایشی پارچه های پنبه ای خالص و عمل شده با سل-ژل

### ۴. نتیجه گیری

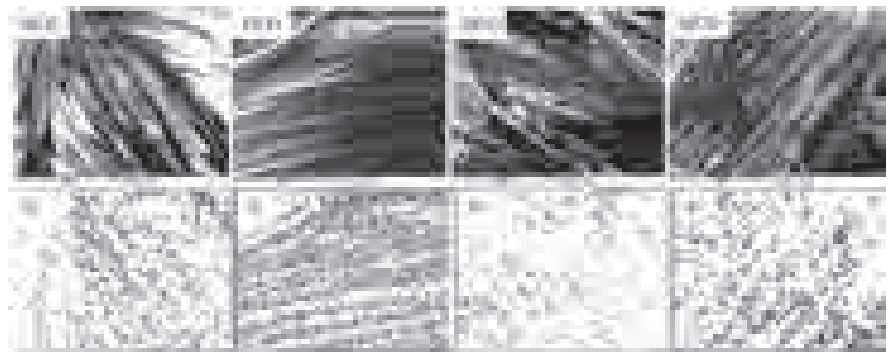
پارچه های پنبه ای با استفاده از مواد آلیکوکسیدی مختلف (تترا اتیل ارتو-سیلیکات،-تیتانات،-زیرکونات و آلومینیوم ایزوپرو پیلات) با روش سل-ژل عمل شده اند. کارایی آتش پارچه های عمل شده مانند رفتار مکانیکی و مقاومت سایشی ارزیابی شده است. پوشش های اعمال شده عامل اصلی افزایش پایداری آتش و حرارتی پارچه های عمل شده می باشد، که به مورفولوژی پوشش های غیر آلی روی سطح پارچه و محتوای آب منسوجات عمل شده نسبت داده می شود.

در زمان یکسان، تاثیر عمل سل-ژل روی رفتار مکانیکی پنبه تقریباً ناچیز بود، در حالی که یک افزایش جزئی در مقاومت سایشی حاصل شده است. این ویژگی ها ممکن است بر این امر دلالت کند که عمل سل-ژل با یون های غیر آلی می تواند مقاومت آتش را حداقل در حد پارچه پنبه ای دارای سطح پایه ی مشخصه تاخیر اشتعال، افزایش دهد.

منابع در دفتر مجله موجود است.



شکل ۶. باقی مانده های پارچه های پنبه ای خالص و عمل شده با سل-ژل بعد از تست های کالریمتری مخروطی



شکل ۷. میکروگراف های SEM پارچه های پنبه ای عمل شده با سل-ژل و نقشه های عنصری متناظر