

ХИМИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ

МРНТИ 61.39.81, 64.29.23

Е. Такей¹, Б.Р. Таусарова¹

¹Алматинский технологический университет, г. Алматы, Казахстан

РАЗРАБОТКА ЦЕЛЛЮЛОЗНЫХ ТЕКСТИЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ С ОГНЕЗАЩИТНЫМИ СВОЙСТВАМИ С ПРИМЕНЕНИЕМ ТЕТРОЭТОКСИСИЛАНА И АЗОТ- ФОСФОРСОДЕРЖАЩИХ СОЕДИНЕНИЙ

Аннотация. В статье изложены исследования по применению тетроэтоксисилана, азот-фосфорсодержащих антипиренов для придания огнезащитных свойств целлюлозным текстильным материалам Цель исследования - получение целлюлозных материалов с огнезащитными свойствами с применением золь гель технологии.. Исследовано влияния концентрации исходных компонентов, температуры и времени термообработки на огнезащитные свойства.

Ключевые слова: целлюлозные текстильные материалы, огнестойкость, золь гель, тетроэтоксисилан, азот-фосфорсодержащие соединения.

• • •

Түйіндеме. Мақалада целлюлозалы материалдарға отқа төзімділік қасиетін беру үшін тетроэтоксисилан, азот-фосфорлы қосылыстарды қолдана отырып жасалған зерттеу жұмысының нәтижелері сипатталған. Зерттеу жұмысының мақсаты – золь гель әдісін қолдана отырып, отқа төзімді қасиеті бар целлюлозалық текстиль материалын алу. Термоөңдеудің температурасы мен уақытының, бастапқы компоненттер концентрациясының отқа төзімділігіне әсері зерттелген.

Түйінді сөздер: целлюлозалық текстильдік материалдар, отқа тезімділік, золь-гель, тетроэтоксисилан, азот-фосфор құрамдас қосылыстар.

• • •

Abstract. Article The aim of the study is to obtain a cellulosic materials with flame-retardant properties using the sol gel method. In the article expounded research on application of tetraetoksisilan, nitrogen-phosphorus-containing compounds for flame-retardant properties cellulose textile materials. Influence of concentrations of initial components is investigational, temperature and time of heat treatment on flame-retardant properties.

Keywords: cellulosic textile materials, fire resistance, sol gel, tetraetoksisilan, nitrogen-phosphorus-containing compounds.

Работа проведена в рамках выполнения диссертационной работы

Введение. Текстильные материалы, используемые в одежде, в обустройстве дома, в технике изготавливают из натуральных и химических волокон. Изделия легкой промышленности обладают большим недостатком – они легко воспламеняются и поэтому их применение во многих случаях является виновником пожаров. Как показывает статистика, пожары, связанные с воспламенением текстильных материалов, являются причиной возгорания жилых домов и общественных зданий [1-2].

В настоящее время в области текстильных материалов с огнезащитными свойствами достигнуты определенные успехи. В различных странах широко проводятся исследования, направленные на повышение огнезащитных свойств как природных, так и синтетических волокон [3-8]. В связи с этим актуальной является разработка новых методов придания огнестойкости текстильным материалам, который позволил бы значительно повысить устойчивость полученных эффектов. Для придания огнезащитных свойств целлюлозным текстильным материалам в работе был использован золь-гель метод. Основное преимущество золь-гель метода перед другими состоит в том, что он позволяет контролировать структуру получаемых материалов, размер частиц, величину и объем пор, площадь поверхности пленок и получить материал с заданными свойствами. Этот метод не требует уникального оборудования и дорогих исходных реагентов и поэтому является сравнительно дешевым методом синтеза. Покрытия, получаемые золь-гель методом, подходящий инструмент для модификации большого количества материалов, таких как стекло, бумага, синтетические полимеры, дерево, металл и текстиль.

Цель исследования - получение целлюлозных материалов с огнезащитными свойствами с применением золь-гель технологии. В качестве основного компонента для приготовления золя используют тетраэтоксисилан, как растворители вода и этиловый спирт, катализатор гидролиза уксусная кислота, хлопчатобумажная ткань артикула 1030.

Методы исследования. Обработку хлопчатобумажной ткани золь-гель композицией осуществляли двухстадийно: сначала образцы хлопка пропитывали в ванне с тетраэтоксисиланом (в концентрации 1:1:8) в течение 1 мин., отжим составил 90 %, далее сушка при 75-85°C в течении 8-10 мин., затем обработанная ткань подвергалась

термообработке при 110°C, 130°C, 150°C в течении 2 мин., с последующей промывкой в большом количестве дистиллированной воды и затем сушка [9-10].

На второй стадии после обработки тетрозтоксисилоном, образцы пропитывали в растворе способном снизить горючесть текстиля (антиперен) в течении 1 мин. После отжима 90%, высушивали при температуре 75°C в течении 3 мин. в термошкафу, с последующей промывкой в дистиллированной воде и высушивании при комнатной температуре.

Результаты исследования. Результаты испытания огнезащитной эффективности, разрывной нагрузки и показателя длины обугленного участка после 5-ти стирок показаны в таблице 1. Как видно из таблицы, применяемая золь-гель композиция обеспечивает высокую степень огнестойкости, и не влияет на физико-механические показатели целлюлозных текстильных материалов. Что и свидетельствует о наличии SiO₂ покрытия и фиксации антиперена.

Таблица 1 - Результаты испытания огнезащитной эффективности и разрывной нагрузки обработанных целлюлозных материалов.

№	Концентрация веществ, г/л			Длина обугленного участка, мм			Разрывная нагрузка, Н			Длина обугленного участка (после 5-ти стирок), мм		
	(C ₂ H ₅ O) ₄ Si	CS(NH ₂) ₂	Неодимовый ангидрид	Температура термообработки, °C								
				110°	130°	150°	110°	130°	150°	110°	130°	150°
1	Исходный образец			220	220	220	202	202	202	220	220	220
2	100	60	200	110	123	124	203	199	198	135	182	166
3	100	60	300	102	109	113	201	202	199	121	139	165
4	100	60	400	95	105	112	205	200	196	112	139	124

Результаты исследования огнезащитной отделки с применением предлагаемых композиций показали, что с повышением концентрации составов длина обугленного участка уменьшается и при повышении температуры термообработки до 150°C степень закрепления композиции с волокном увеличивается.

Необработанная хлопчатобумажная ткань при испытании на воспламеняемость при времени зажигания 15 с полностью сгорает за 60 с. У образцов, обработанных огнезащитным составом, с повыше-

нием концентрации антипирена в составе длина обугленного участка уменьшилось от 220 до 95 мм (рисунок 1). Так же предполагаемый огнезащитный состав не значительно влияет на показатели прочности обработанных текстильных материалов (рисунок 2). Внешний вид ткани меняется значительно.

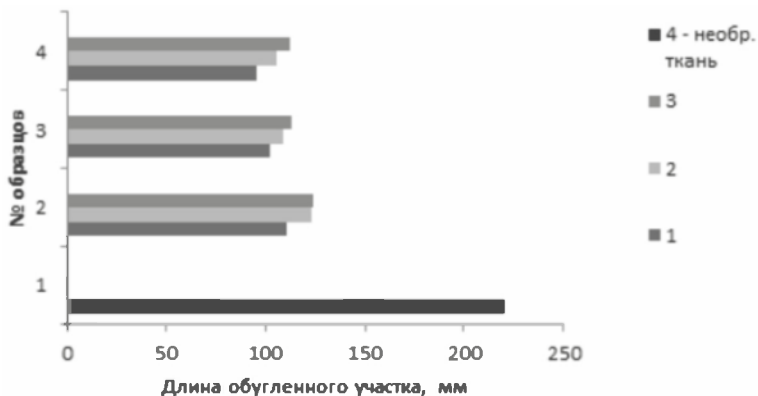


Рисунок 1 - Зависимость длины обугленного участка, при испытании с поверхности, от концентрации веществ в огнезащитном составе : 1-110°С; 2 - 130°С; 3 - 150°С; 4- необр. ткань (нумерация образцов согласно таблице 1)

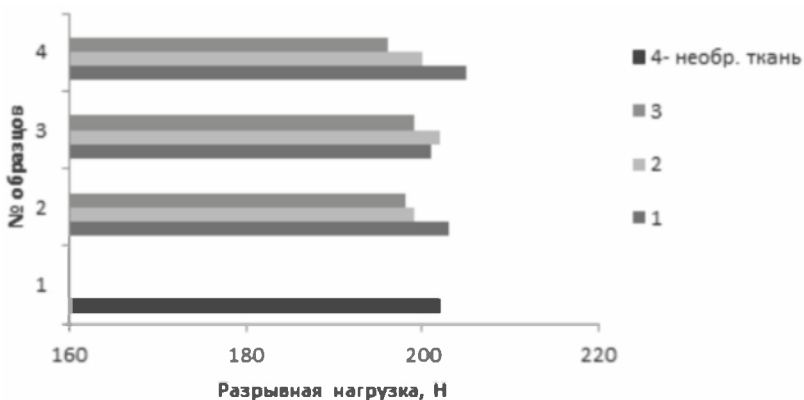


Рисунок 2 - Зависимость разрывной нагрузки от температуры обработки: 1-110°С; 2 - 130°С; 3 - 150°С; 4-необр. ткань (нумерация образцов согласно таблице 1)

Электронно-микроскопические снимки подтверждают образование тонкой полимерной пленки на поверхности волокна. Результаты электронно-сканирующей микроскопии показывают (рисунок 3) изменение морфологической поверхности обработанных образцов по сравнению с необработанными образцами.

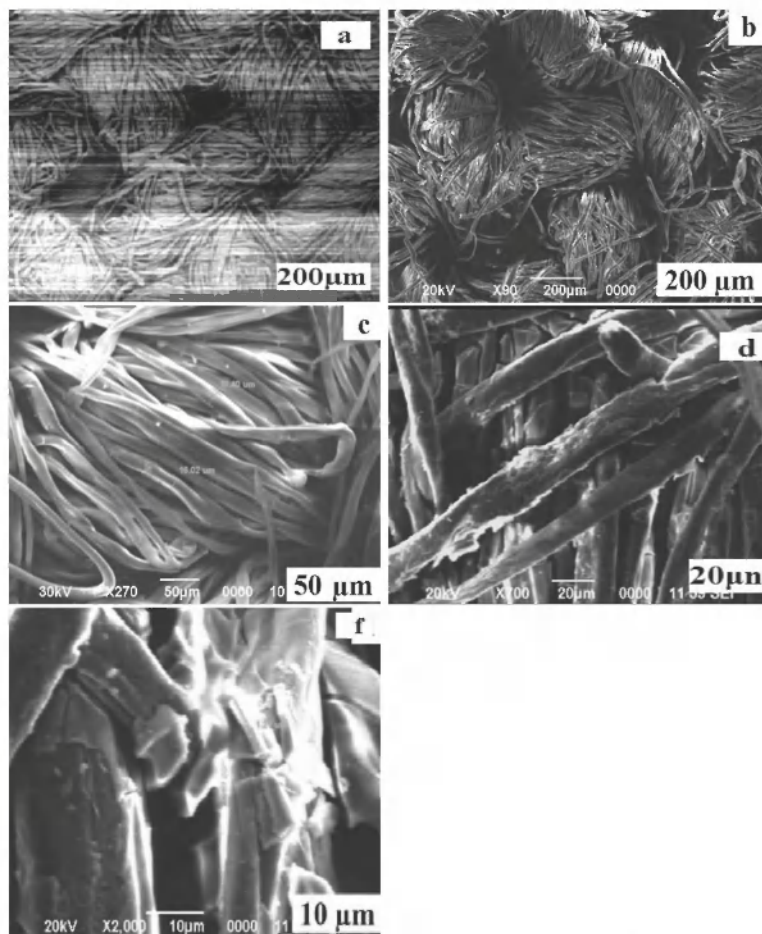


Рисунок 3 - Электронно-микроскопические снимки хлопчатобумажной ткани (a) обработанных огнезащитной композицией с различным разрешением (b,c,d,f)

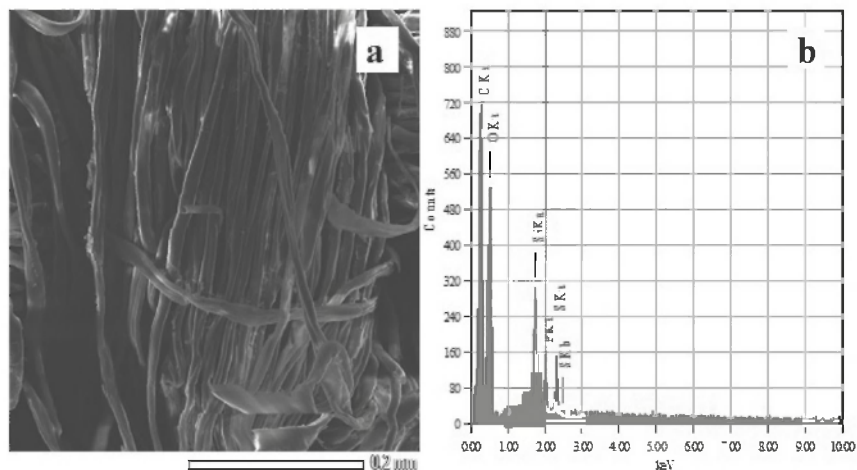


Рисунок 4 - Электронно-микроскопические снимки хлопчатобумажной ткани обработанных огнезащитной композицией (а), энергодисперсионный микроанализ (b)

Установлено, что на поверхности обработанных тканей образуется полимерный слой в виде оксидокремниевой матрицы. На рисунке 3 отчетливо видно, что частицы антиперена присутствуют на обработанном волокне, размер варьируется в пределах от 1,21 до 5,405 μm , на поверхности волокна заметны пластинки антиперена различной формы.

Согласно электронно-сканирующей микроскопии и проведенному энергодисперсионному микроанализу (таблица 2) чистая хлопковая ткань содержит С - 69.95% О – 30.05%. После модификации на поверхности обработанной ткани образуются частицы: Si - 6.82%, P – 2.18%, S - 2.03% (рисунок 4) которые распределены достаточно неравномерно.

Таблица 2 - Результаты энергодисперсионного микроанализа обработанных целлюлозных материалов.

№	Антиперен	Массовая доля, %				
		C	O	Si	P	S
	Контроль	69.95	30.05			
1	20	48.15	40.83	6.82	2.18	2.03
2	30	45.75	40.20	8.92	2.1	3.04
3	40	42.52	41.37	6.92	6.88	2.31

Показано, что с повышением концентрации антипирена в модифицирующем составе в обработанных образцах содержание фосфора и серы возрастает до 6.88% и 3.04% соответственно. Результаты энергодисперсионного микроанализа (таблица 2) дают количественное представление о содержании элементов в обработанных и необработанных образцах.

Выводы. Разработан состав на основе тетроэтоксисилана, и азот-фосфорсодержащих соединений для придания целлюлозным материалам огнезащитных свойств. Определены оптимальные условия обработки тканей, исследовано влияние концентрации рабочего раствора, температуры пропитки и термофиксации на огнезащитные свойства ткани. Показано, что у целлюлозных материалов модифицированных полимерными композициями улучшаются огнезащитные свойства.

Методом электронно-сканирующей микроскопии установлено, что обработка тканей с разработанными композициями приводит к изменению морфологии поверхности волокон.

Список литературы

- 1 Таусарова Б. Р., Кутжанова А. Ж., Абдрахманова Г.С. Снижение горючести текстильных материалов: достижения и перспективы.// Химический журнал Казахстана. - 2015. №1 (49). - С. 287-303.
- 2 Visakh, P. M. Arao Yoshihiko. Flame Retardants.// Polymer Blends, Composites and Nanocomposites. - 2015.- 247 p.
- 3 Jelena Vasiljevic, Samira Hadzic, Ivan Jerman, Lidlja Cerne, Brigita Tomsic, Jozef Medved, Matja Godec, Boris Orel, Barbara Simon. Study of flame-retardant finishing of cellulose fibres: Organiceinorganic hybrid versus conventional organophosphonate. Polymer Degradation and Stability. - 2013. № 98. - P 2602-2608.
- 4 Malucelli G., Carosio F., Alongi J., Fina A., Frache A., Camino G. Materials engineering for surface-confined flame retardancy. // Materials Science and Engineering R. - 2014. - Vol. 84. P.1-20.
- 5 Alongi J., Ciobanu M., Malucelli G. Novel flame retardant finishing systems for cotton fabrics based on phosphorus-containing compounds and silica derived from sol-gel processes. Carbohydrate Polymers 85. - 2011. - P. 599-608.
- 6 Khalifah A. Salmeia, Gan S., Malucelli G. Recent Advances for Flame Retardancy of Textiles Based on Phosphorus.// Polymers. 2016.- Vol. 8. - 319 p.

7 *Stęplewski W., Wawro D., Kazimierzczak J.* Novel Method of Preparing Flame Retardant Cellulose-Silicate Fibres. *Fibres & Textiles in Eastern Europe.* - 2010. - Vol. 18, - No. 3 (80).- P. 24-32.

8 *Ralf S. Kappes , Tobias Urbainczyk , Ulrike Artz , Torsten Textor, Jochen S. Gutmann.* Flame retardants based on amino silanes and phenylphosphonic acid. // *Polymer Degradation and Stability.* 2016. - Vol. 129. - P. 168-179.

9 *Такей Е., Таусарова Б.Р.* Золь-гель технология получения текстильных материалов с огнезащитными свойствами // Тез. докл. XI всероссийская школа-конференция молодых ученых «Теоретическая и экспериментальная химия жидкофазных систем (Крестовские чтения)» 30 октября- 4 ноября 2017.- 180 с.

10 *Такей Е., Таусарова Б.Р.* Разработка целлюлозных материалов с огнезащитными свойствами с применением золь-гель технологии // Тез. докл. Инновационное развитие легкой и текстильной промышленности: сборник материалов Всероссийской научной студенческой конференции. - М.: ФГБОУ ВО «РГУ им. А.Н. Косыгина», 2017. Часть 2. - С. 63-66.

Такей Е., докторант PhD, e-mail: ergengul@list.ru

Таусарова Б.Р., доктор химических наук, профессор,
e-mail: birtausarova@mail.ru