

## ПОЛУЧЕНИЕ ЦЕЛЛЮЛОЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ С ОГНЕЗАЩИТНЫМИ СВОЙСТВАМИ С ПРИМЕНЕНИЕМ СИЛИКАТА НАТРИЯ И АЗОТ-ФОСФОРСОДЕРЖАЩИХ СОЕДИНЕНИЙ

---

---

**Аннотация.** В статье изложены исследования по применению нового состава на основе силиката натрия, гуанидина и гидрофосфата натрия для придания огнезащитных свойств целлюлозным текстильным материалам. Изучено влияние концентрации исходных компонентов, температуры и времени термообработки на огнестойкость ткани. Изменение огнезащитных свойств хлопчатобумажной ткани проводили для трех режимов термообработки: при 100°C, 120°C и 140°C. Установлены оптимальные условия обработки целлюлозных материалов предлагаемой композицией на основе силиката натрия, гуанидина и гидрофосфата натрия. С увеличением концентрации огнезащитного состава, и температуры термообработки потеря прочности материала, разрывная нагрузка, внешний вид ткани меняется незначительно. Предлагаемые композиции обеспечивают достижение более высоких показателей огнестойкости. Обработка может быть осуществлена на стандартном оборудовании отделочных предприятий без стадии высокотемпературной фиксации препарата.

**Ключевые слова:** целлюлозные материалы, огнезащитные свойства, гидрофосфат натрия, силикат натрия, гуанидин, золь-гель технология.



**Түйіндеме.** Мақалада целлюлозды тоқыма материалдарына отқа төзімділік қасиет беру үшін натрий силикаты, гуанидин және натрий гидрофосфаты негізіндегі жаңа құрамды пайдалану бойынша зерттеулер баяндалады. Матаның отқа төзімділігіне бастапқы компоненттердің концентрациясының, термоөңдеудің температурасы мен уақытының әсері зерттелді. Мақта-матаның отқа төзімділік қасиетінің өзгерісін термоөңдеудің үш режимінде жүргіздік: 100°C, 120°C және 140°C. Целлюлозды материалдардың натрий силикаты, гуанидин және натрий гидрофосфаты негізінде ұсынылатын құрамын өңдеудің оңтайлы шарттары белгіленді. Отқа төзімді құрамының концентрациясын және термоөңдеудің температурасын жоғарылатқан сайын, матаның беріктігін жоғалту, айырылу жүктемесі, матаның сыртқы түрі айтарлықтай өзгермейді. Ұсынылатын құрамдар отқа төзімділіктің неғұрлым жоғары көрсеткіштеріне жетуді қамтамасыз етеді. Өңдеу жұмысы өрлеу кәсіпорындары-

ның стандартты жабдықтарында препаратты жоғары температуралық бекіту деңгейінсіз жүзеге асырылуы мүмкін.

**Түйінді сөздер:** целлюлозды материалдар, отқа тезімді қасиет, натрий гид-рофосфаты, натрий силикаты, гуанидин, золь-гель технологиясы.

• • •

**Abstract.** This article presents the research on the use of new sodium silicate-, guanidine-, and sodium hydrogen phosphate-based compounds to impart the fire-retardant properties to cellulosic textile materials. We studied the influence of the concentration of the initial components, temperature, and heat treatment time on the fire resistance of the fabric, where the fire-retardant properties of the cotton fabric were changed in three heat treatment modes: at 100°C, 120°C and 140°C. Then the optimal conditions for the treatment of cellulosic materials by the proposed sodium silicate-, guanidine-, and sodium hydrogen phosphate-based compounds were established. With an increase in the concentration of the fire-protectiveness, and the temperature of the heat treatment, as well as the loss of material strength, and its breaking load, the appearance of the fabric changed only slightly. The proposed compounds allow achieving higher fire-retardant properties. The treatment can be carried out on standard equipment of finishing enterprises without the stage of high-temperature fixation.

**Keywords:** cellulosic materials, fire retardant properties, sodium hydrogen phosphate, sodium silicate, guanidine, sol-gel technology.

**Введение.** Текстильные материалы имеют широкую область применения: в быту, технике, общественных зданиях, на транспорте, используются в качестве штор, драпировок, занавесей, материалов при изготовлении мягкой мебели, спальных принадлежностей, специальной защитной одежды и изделий, декоративной отделки различных по функциональному назначению помещений, в качестве отделочных и обивочных в строительстве, производстве мебели, машиностроение и других отраслях. Однако они наряду с многочисленными достоинствами, являются серьезным источником опасности во время пожаров, легко воспламеняется, способствует распространению пламени и при горении выделяют большое количество дыма и газов и представляют большую угрозу для жизни человека.

В мировом производстве отмечается рост ёмкости рынка огнестойких текстильных материалов как для изделий бытового, так и технического и специального назначения. 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 [1-4]. Для снижения пожарной опасности текстильных материалов используются замедлители горения различного состава неорганические и органические вещества, галоген- и фосфорсодержащие соединения. С учетом экологических требований указанным критериям в наибольшей степени отвечают азот- и фосфорсодержащие соединения [5-7]. Для инновационной отделки текстильных материалов в настоящее время широко используется золь-гель технология. Золь-гель методом можно придать текстильным материалам различные свойства: гидрофобные, оптические, антимикробные огнезащитные, антистатические и другие [8-13]. С применением золь-гель композиции на основе силиката натрия и полифосфата аммония и мочевины [14-16] получены целлюлозные материалы с улучшенными огнезащитными свойствами. Исследования, посвященные получению текстильных материалов с огнезащитными свойствами с применением золь - гель технологии, а также изучению свойств, имеют большое научное и практическое значение. Целью настоящего исследования является получение целлюлозных материалов с огнезащитными свойствами с применением силиката натрия, гуанидина и гидрофосфата натрия.

**Материал и методы исследований.** Объектом исследования в работе явилась отбеленная, не аппретированная, хлопчатобумажная ткань арт. – 1030. Структурная характеристика хлопчатобумажной ткани: ширина ткани 220 см, поверхностная плотность 125 г/м<sup>2</sup>, переплетение – полотняное, состав – 100% хлопок.

*Жидкое стекло* – водный щелочной раствор силикатов натрия  $\text{Na}_2\text{O}(\text{SiO}_2)_n$  и (или) калия  $\text{K}_2\text{O}(\text{SiO}_2)_n$ .

*Натрия гидрофосфат* неорганическое соединение,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  безводный, не имеющий запаха, порошок белого цвета с плотностью 2,44 хорошо растворяется в воде.

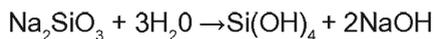
*Гуанидин* — бесцветное кристаллическое вещество, расплывается на воздухе вследствие поглощения влаги. Сильное одноосновное основание  $\text{pK}_a=12.5$ . Обладает фунгицидной и бактерицидной активностью.

*Уксусная кислота* – слабая, предельная одноосновная карбоновая кислота. Бесцветная жидкость с резким запахом и кислым вкусом. Температура плавления 16,75°С, температура кипения – 118,1°С.

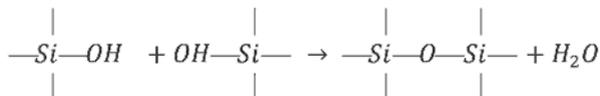
Использование водорастворимых силикатов (жидкое стекло) в качестве пленкообразующей основы отвечает экологическим требо-

ваниям. Силикатное покрытие не способствует развитию микроорганизмов, обладает высокой воздухопроницаемостью, устойчивостью к УФ-излучению и не имеет запаха. Обработку исходных материалов осуществляли двухстадийно: сначала образцы материалов пропитывали в ванне с силикатом натрия в течение 1 мин., отжим составил 90%, далее следовала сушка при температуре 75-85°C в течении 8-10 мин, затем обработанная ткань подвергалась термообработке при 100, 120, 140°C в течении 1 мин., с последующей промывкой в большом количестве дистиллированной воды и сушкой. Испытания огнезащитной эффективности разработанных составов проводились в соответствии с ГОСТ Р 50810-95, который устанавливает метод определения способности текстильных материалов (тканей, нетканых полотен) сопротивляться воспламенению, устойчивому горению, а также оценки их огнезащитных свойств. Стандарт применяется для всех горючих декоративных текстильных материалов, поставляемых потребителю. Воздухопроницаемость материалов определяли на приборе МТ-160, ГОСТ 12088-77, разрывные характеристики на разрывной машине МТ-150, ГОСТ 3813-72.

**Результаты исследования.** Обработку целлюлозных материалов проводили огнестойкой золь-гель композицией на основе силиката натрия с добавлением гуанидина и натрия гидрофосфата. Применение золь-гель процесса в химической отделке тканей и текстильных изделий состоит из пропитки текстильных волокон золь-гель раствором, сушки и термообработки при соответствующих условиях. Во время золь-гель процесса сначала происходит гидролиз затем реакция конденсации, которая приводит к образованию –Si-O-Si- связей [17]. Реакция гидролиза силиката натрия в водном растворе протекает по схеме:



Выделяющаяся в результате гидролиза кремниевая кислота содержит в своем составе силанольные группы способные к реакции поликонденсации с образованием полимерных кислот.



На второй стадии на поверхности целлюлозного волокна между гидроксильными группами и золь-гель композицией формируется

трехмерная сетка за счет образования водородных, ионных и координационных связей. Максимальные значения привеса (таблица 1), показывают присутствие кремнеземного покрытия, с высокой степенью фиксации.

**Таблица 1 – Масса образцов ткани до и после обработки антипиреном**

№ образцов	Содержание веществ, г		Масса ткани, г	
	Na <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	CH <sub>5</sub> N <sub>3</sub>	До обработки	После обработки
1	20	5	5,160	6,910
2	30	10	5,256	9,440
3	40	15	5,212	9,567
4	20	10	5,255	8,999
5	40	10	5,121	9,676
6	30	5	5,163	10,010
7	40	5	5,257	9,440
8	20	15	5,200	9,696
9	30	15	5,107	10,009

Изменение огнезащитных свойств хлопчатобумажной ткани проведены для трех режимов термообработки: при 100, 120 и 140°С. Результаты исследования огнезащитной отделки с применением предлагаемых композиций показали, что необработанная хлопчатобумажная ткань при испытании на воспламеняемость при времени зажигания 15 с полностью сгорает за 60 с. У образцов, обработанных огнезащитным составом, при времени зажигания 15 с время тления значительно уменьшается (таблица 1). Полученные данные показывают, что с повышением концентрации составов время самостоятельного горения целлюлозных материалов обработанных композициями уменьшилось от 60 до 2 сек.

Исследования показали, что с повышением концентрации гидрофосфата натрия длина обугленного участка уменьшился с 220 до 15 мм (рисунок 1). С увеличением концентрации огнезащитного состава, и температуры термообработки потеря прочности материала уменьшается незначительно, разрывная нагрузка контрольного образца составляет 335 Н, после обработки огнезащитной композицией колеблется в небольших пределах – от 340 до 318 Н (рисунок 2), внешний вид ткани меняется незначительно.

Таблица 2 - Результаты исследования образцов, пропитанных огнезащитным составом

№ образцов	Концентрация веществ, г/л			Время самостоятельного горения, с.			Длина обугленного участка, мм			Разрывная нагрузка, Н		
	Na <sub>2</sub> O*SO <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> N <sub>3</sub>	NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	Температура термообработки, °С								
				100	120	140	100	120	140	100	120	140
	Исходный образец			60	60	60	220	220	220	335	335	335
1	15	5	20	40	36	33	200	190	180	340	340	340
2	15	10	30	15	13	9	119	130	100	340	340	340
3	15	15	40	7	6	5	76	85	75	335	335	330
4	15	10	20	38	36	36	121	120	100	330	330	328
5	15	10	40	2	1	1	15	17	15	318	318	318
6	15	5	30	24	22	20	130	119	100	320	320	320
7	15	5	40	3	3	2	25	26	25	319	320	318
8	15	15	20	17	16	15	120	106	98	320	325	320
9	15	15	30	10	9	9	35	35	33	322	320	320

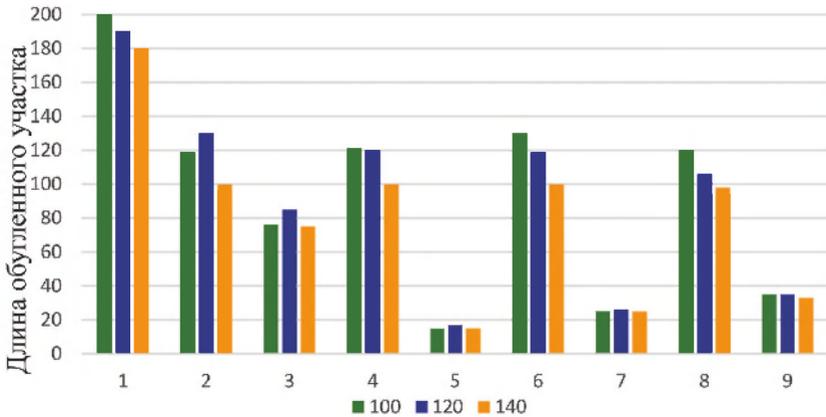


Рисунок 1 - Зависимость длины обугленного участка (мм), при испытании с поверхности, от концентрации веществ в огнезащитном составе: 1-100°C; 2 - 120°C; 3 - 140°C; (нумерация образцов согласно таблице 1)

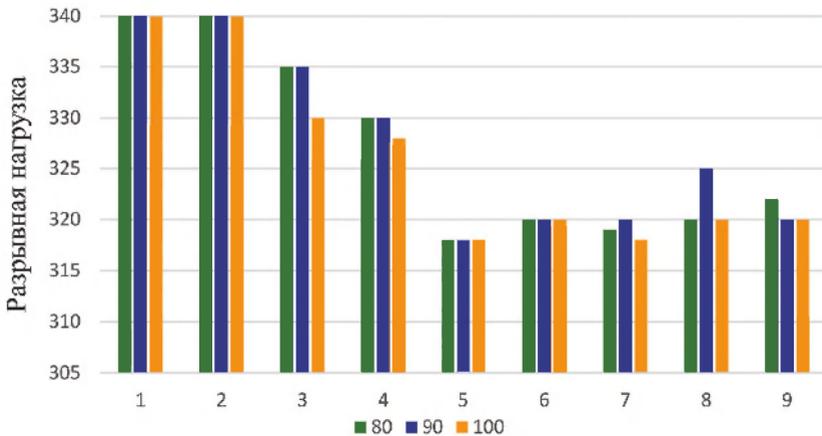


Рисунок 2 - Зависимость разрывной нагрузки (Н) от температуры обработки: 1-80°C; 2 - 90°C; 3 - 100°C; (нумерация образцов согласно таблице 1)

С увеличением концентрации огнезащитного состава, и температуры термообработки потеря прочности материала уменьшается незначительно, разрывная нагрузка контрольного образца составляет 345 Н, после обработки при температуре 100°C колеблется в не-

больших пределах – от 345 до 318 Н (рисунок 2), внешний вид ткани меняется незначительно.

**Выводы.** Разработана новая огнезащитная композиция на основе силиката натрия, гуанидина и гидрофосфата натрия. Изучено влияние концентрации рабочего раствора, температуры и времени термообработки на огнестойкость ткани. Определены оптимальные режимы обработки текстильных материалов, для придания огнестойких свойств. Показано, что у образцов, обработанных новой композицией, по сравнению с необработанной тканью, показатели огнестойкости намного улучшаются.

### Список литературы

1 *Alongi J., Carosio F., Kiekens P.* Recent Advances in the Design of Water Based-Flame Retardant Coatings for Polyester and Polyester-Cotton Blends. *Polymers*. 2016. - 8. - P. 357-380.

2 *Shah A.U.R., Prabhakar M.N., Song J.* Current Advances in the Fire Retardancy of Natural Fiber and Bio-Based Composites – A Review.// *International journal of precision engineering and manufacturing-green technology*. - 2017. - P. 242-262.

3 *Salmeia K.A. Gaan S., Malucelli G.* Recent Advances for Flame Retardancy of Textiles Based on Phosphorus Chemistry.// *Polymers*. 2016.8. 319.

4 *Qin R., Song V., Niu M. et al.* Construction of flame retardant coating on polyester fabric with ammonium polyphosphate and carbon microspheres//*Polymer Degradation and Stability*.2020.V.171.109028.

5 *Faheem S., Baheti V., Maros Tunak M. et al.* Flame resistance behavior of cotton fabrics coated with bilayer assemblies of ammonium polyphosphate and casein// *Cellulose* 2019. - V. 26, - P.3557–3574.

6 *Faheem S., Baheti V., Tunak M., Wiener J., Militky J.* Flame resistance behavior of cotton fabrics coated with bilayer assemblies of ammonium polyphosphate and casein//*Cellulose* 2019. 26, - P. 3557 3574.

7 *Taussarova B.R., Abilkasova S.O.* Flame-retardant modification of cellulose materials by n- and p-containing composites. *Fibre Chemistry*, 2017, vol. 49, no. 4, pp. 242–245.

8 *Ismail W.N.W.* Sol-gel technology for innovative fabric finishing—A Review//*J Sol-Gel Sci. Technol.* 2016. - 78, P. 698–707.

9 *Malucelli G.* Surface-Engineered Fire Protective Coatings for Fabrics through Sol-Gel and Layer-by-Layer Methods: An Overview// *Coating*. 2016. 6. 33.

10 *Zhang D., Williams B.L., Shrestha S.B., Nasir Z., Becher E.M., Lofink B.J., Santos V.H., Patel H., Peng X., Sun L.* Flame retardant and hydrophobic coatings on cotton fabrics via sol-gel and self-assembly

techniques.// Journal of Colloid and Interface Science. 2017.505. P. 892–899.

11 *Lin D., Zeng X., Li H., Lai X., Wu T.* One-pot fabrication of superhydrophobic and flame-retardant coatings on cotton fabrics via sol-gel reaction //Journal of Colloid and Interface Science. 2019.533. P. 198-206.

12 *Rosace G., Castellano A., Trovato V., Iacono G., Malucelli G.* Thermal and flame retardant behaviour of cotton fabrics treated with a novel nitrogen-containing carboxyl-functionalized organophosphorus system // Carbohydrate Polymers. 2018.196. P. 348–358.

13 *Grancaric A.M., Colleoni G., Guido E., Botteri L., Rosace G.* Thermal behaviour and flame retardancy of monoethanolamine-doped sol-gel coatings of cotton fabric.//Progress in Organic Coatings.2016. P. 174-181.

14 *Таусарова Б.Р. Такей Е.* Золь-гель технология придания огнезащитных свойств целлюлозным текстильным материалам. Нано индустрия. 2018. - 80. №1. - с. 68-73.

15 *Таусарова, Б.Р., Стасенко, А.Ю.* Придание огнезащитных свойств целлюлозным текстильным материалам с применением золь - гель технологии. Химия растительного сырья. 2019. - №4. - с. 365-372.

16 *Такей Е., Алтынбаева А.Т., Таусарова Б.Р.* Огнестойкие целлюлозные текстильные материалы на основе силиката натрия и азот- и фосфорсодержащих соединений //Известия высших учебных заведений, 2018, № 5 (377), С.116-120.

17 *Шабанова Н.А. Попов В.В., Саркисов П.Д.* Химия и технология нанодисперсных оксидов. М. Академкнига. 2006. 309с.

**Таусарова Б.Р.** - доктор химических наук, профессор,

e-mail: birtausarova@mail.ru

**Абилкасова С.О.** - кандидат технических наук, и.о.доцента,

e-mail: : sandy\_ao@mail.ru

**Жайлханова А.А.** - магистр, e-mail: j.almagul.a@gmail.com