

УДК 678.049.91+677.494.4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНОГО МЕТОДА СОЗДАНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ КОМПОЗИЦИЙ НА ОСНОВЕ ПОЛИЭФИРНЫХ МАТРИЦ, ОБЛАДАЮЩИХ ПЕРМАНЕНТНОЙ ОГНЕСТОЙКОСТЬЮ

Рева О.В., к.х.н., доцент, Лукьянов А.С.

Командно-инженерный институт МЧС Республики Беларусь

e-mail: lukas_kii@mail.ru

Разработан метод закрепления неорганических нетоксичных огнезащитных композиций на поверхности полиэфирных волокнистых материалов посредством создания на поверхности полиэфира адгезионных нанослоев. Определены оптимальные условия предварительной подготовки поверхности полимера для обеспечения химического взаимодействия неорганического модификатора с полиэфирной матрицей.

Detected a method for fixing the inorganic non-toxic fire retardant compositions on the surface of the polyester fiber material by creating on the surface of a polyester adhesive nanolayer. To receive the optimal conditions for the pre-treatment of the polymer to provide a chemical interaction with inorganic modifier polyester matrix.

(Поступила в редакцию 9 июля 2015 г.)

Введение. Ввиду стремительного увеличения объема полиэфирных материалов, используемых на производствах легкой промышленности: изготовление одежды, мебели, предметов интерьера, обивки салонов автомобилей и прочего, сегодня актуален вопрос о снижении горючести полиэфирных материалов (ПЭМ). Классическими методами придания огнестойкости тканым и волокнистым полимерным материалам являются пропитка или спрейная обработка растворами и суспензиями антипиренов и пленкообразователей, а также введение в состав исходных полимеров соединений галогенов, сурьмы, висмута, цинка или бора [1-4]. Весьма эффективно использование органических фосфорсодержащих соединений, поскольку фосфор ингибирует процесс горения как в твердой, так и в газовой фазе; предотвращает тление горючих материалов уменьшая тем самым возможность вторичного их загорания. Несмотря на то, что все вышеперечисленные соединения существенно повышают огнестойкость полиэфира, они в масштабных высокотемпературных пожарах превращаются в едкие и ядовитые соединения. Хорошим огнегасящим эффектом обладают комплексные нестехиометрические рентгеноаморфные металлофосфаты аммония [5], однако они не совмещаются с расплавом ПЭ и существенно ухудшают физико-механические свойства ПЭМ, тем самым препятствуя их последующему применению по прямому назначению.

Придание огнестойкости ПЭМ может быть осуществлено несколькими способами [1-6]: 1) введение замедлителя горения в реакционную смесь на стадии синтеза полимера с модификацией его химического состава; 2) добавлением в расплав ПЭМ синергических смесей антипиренов (АП); 3) пропитка или спрейная обработка волокна или войлока водными растворами АП с пленкообразующими агентами; 4) ориентационное вытягивание в адсорбционно-активных жидких средах (крейзинг); 5) облучение ультрафиолетовыми лучами, рентгеновским и γ -излучением материала, находящегося в растворе антипирена; 6) лазерное облучение импульсами различной длительности и импульсивности по всей поверхности войлока, с последующим введением наночастиц благородных металлов, а также наночастиц драгоценных и полудрагоценных металлов, с закреплением вышеперечисленных посредством воздействия ультразвука во время или после воздействия СВЧ. Однако использование большинства этих способов либо существенно снижают физико-механические свойства получаемых волокон, а из огнезащищенного на стадии переработки материала из-за высокого содержания АП (до 30 масс. %) не удается получить волокна с требуемыми прочностными свойствами, либо являются крайне сложными с технической точки зрения и ресурсоемкими с экономической. Техническая удобная поверхностная обработка волокон значительно осложнена из-за высокой химической инертности ПЭМ, в результате чего огнезащитная композиция вымывается при первой стирке. В связи с этим

проблема закрепления огнезамедлительных систем на поверхности инертных полимеров до настоящего времени остается открытой.

Одним из возможных путей достижения водостойкости огнезащитной обработки может быть создание на поверхности полимера активных функциональных групп или привитых интермедиативных слоев по методу химической микросборки [7,8], обеспечивающих химическое взаимодействие полимер - ингибитор горения. Однако технология обработки каждого из типов полимера и вида его поверхности требует индивидуальной проработки. Ранее было доказано [9-11], что в случае использования для создания на поверхности волокон адгезионных подслоев из коллоидных растворов хлорида олова происходит хемопривязка фосфор и азотсодержащих огнезащитных композиций к поверхности полиэфирного волокна. Предварительно установлено [11], что наилучшую равномерность и прочность привязки к полимерной матрице функционального неорганического слоя обеспечивают равномерно сорбирующиеся на ее поверхности частицы оксо- и гидроксохлоридов олова с размерами 3-15 нм, формирующиеся в спиртовых растворах в присутствии аминоксоединений. Методами рентгенофотоэлектронного сканирования доказано, что в результате проводимых обработок происходит изменение химического состава приповерхностного слоя полимера [9,11], с формированием зоны химического взаимодействия «полимер - адгезив - антипирен». Тем не менее, результаты, достигнутые при обработке тканей плотного плетения, далеко не всегда удается воспроизвести в случае рыхлых волокнистых материалов, огнестойкость которых не достигает требуемых значений. Для каждого типа материала требуется индивидуальная проработка оптимальных условий каждой из стадий ступенчатой огнезащитной обработки, в том числе химического состава закрепляемого антипирена.

Целью работы являлось исследование устойчивости к стиркам огнезащищенного азот-фосфорсодержащими замедлителями горения полиэфирного нетканого материала в зависимости от условий предварительной подготовки ПЭ волокнистого утеплителя и состава огнезащитной композиции.

Методы исследований. Всего для определения оптимальной методики огнезащитной обработки полиэфирного полотна было проведено четыре серии экспериментов. Для удобства описания методики проведения экспериментов, каждой серии было присвоено условное обозначение: А, В, С и D соответственно. В каждом из экспериментов варьировались основные показатели, влияющие на результат закрепления антипирена и огнестойкость ПЭМ: 1) время выдерживания ПЭМ в составах; 2) состав раствора травления; 3) температура и время сушки обработанного ПЭМ; 4) состав огнезащитной композиции; 5) наличие термофиксации.

Для нанесения интермедиативного адгезионного подслоя соединений Sn(II) использовали пропанольные коллоидные растворы Sn(II), оптимального состава и срока хранения (15-20 суток) по результатам предыдущих исследований, таблица 1.

Таблица 1 – Составы экспериментальных растворов для промежуточной обработки волокна

Обозначение раствора	SnCl ₂ Моль/л	Добавка г/л
а	0,15	-
б	0,15	ФАТ
с	0,15	ЭДА

В качестве огнезащитных композиций использовали 10 % грубодисперсную суспензию плохо растворимых аммонийных металлофосфатов АН-10 с размерами частиц твердой фазы до 15-20 мкм и 10 % этанольный раствор фосфата 5-аминотетразола (ФАТ), известного как перспективный антипирен, не образующий токсичных продуктов разложения замедлитель горения синергетического действия, содержащий одновременно и фосфор и азот, что для органических веществ достаточно редко и трудно синтезируется [14].

Выбор данных композиций для исследований обусловлен их нетоксичностью и высоким огнезащитным эффектом.

Основной задачей первой серии экспериментов, проведенной на базе КИИ МЧС РБ, являлось определение наиболее эффективного антипирена для ПЭМ. Основным критерием для

определения эффективности того или иного АП являлось соответствие требованию СТБ 11.03.02-2010 [15] при отнесении ПЭМ к классификации как «трудновоспламеняемый».

Серия экспериментов под условным обозначением «А» включала в себя следующие этапы:

1. *Подготовка материала.* Нетканый утеплитель типа «войлок» предварительно стирают в растворе моющего средства с целью удаления возможных загрязнений и посторонних агентов. Высушивают. Вырезают образцы размером или 80×200 мм [15]. На каждый опыт следует делать не менее трех образцов. Образцы нумеруют и взвешивают на поверенных аналитических весах ВРЛ-200 с погрешностью +/- 0,01 мг.

2. *Травление образцов в 8 % растворе КОН.* Помещение образцов в емкость с раствором щелочи КОН на срок 5 минут, при комнатной температуре. После чего образцы отжимают и промывают.

4. *Обработка образцов в растворе SnCl₂ (а).* Далее помещение образцов в емкость с коллоидным раствором на срок 20 минут, при комнатной температуре. Затем следует отжим валиком.

5. *Обработка образцов антипиренами.* Шесть образцов утеплителя погружают в ванну с суспензией антипирена АН-10, шесть образцов погружают в емкость с раствором ФАТ-10 и выдерживают обе партии 15-20 мин до полной пропитки. Затем образцы отжимают посредством прокатывания валика (степень отжима около 200 %). Отжатый образец накалывают на деревянную рамку, так как сушка должна проводиться в расправленном состоянии.

6. *Сушка образцов.* Сушка проводится в сушильном шкафу, заранее нагретом до требуемой температуры, до полного высыхания войлока (обычно 10-15 мин). Температура сушки 130-150 °С.

7. *Термофиксация.* Термофиксация не проводилась. Следует отметить, что при отсутствии в серии этапа термофиксации, после первой стирки весь антипирен, предварительно нанесенный на поверхность ПЭМ, полностью вымывается.

8. *Стирка и отжим образцов.* Не проводилась.

9. *Проведением огневых испытаний в соответствии с требованием* [15].

10. *Измерение привеса.* Содержание огнезащитной композиции на ПЭМ на единице площади поверхности определяли с помощью аналитических весов ВРЛ-200 в расчете мг/см², удельный привес и изменение массы привеса в процентном соотношении определяли по следующим формулам:

$$m_{y\partial} = \frac{m_2 - m_0}{S_{yч}}, \quad (1)$$

$$\Delta m\% = \frac{m_2 - m_0}{m_0} \cdot 100\%, \quad (2)$$

где m_2 – масса образца после финишной обработки; m_0 – исходная масса образца, (мг); $S_{yч}$ – площадь участка ПЭМ, мм²; $m_{y\partial}$ – привес удельной массы АН к ПЭМ после обработки, (мг/мм²); $\Delta m\%$ – общий привес АН в процентном соотношении к ПЭМ после обработки.

Результат серии экспериментов под условным обозначением «А»: в среднем, привес массы для АН-10 равен 16,48 % для ФАТ-10 16,44 % от первоначальной массы образца, значения приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Данные привеса состава после обработки ПЭМ по методике «А» эксперимента

р-р Sn(II)	АН-10 $m_{y\partial} \cdot 10^{-3}$ мг/см ²	АН-10 $\Delta m\%$	ФАТ-10 $m_{y\partial} \cdot 10^{-3}$ мг/см ²	ФАТ-10 $\Delta m\%$
а	1,02	15,37	1,20	1,38
-	1,16	19,05	1,36	1,56
-	1,03	16,71	1,27	1,50
-	1,21	16,78	1,43	1,67
-	1,09	15,84	1,38	1,58
-	0,95	15,15	1,35	1,62
Среднее значение	1,08	16,48	1,09	16,44

С целью увеличения количества огнезащитных композиций, закрепленных на поверхности ПЭМ, была проведена вторая серия экспериментов, где были модифицированы условия травления ПЭМ, заменен исходный травитель (8 % KOH) на смесь 10 % CH₃COOH и H₂SO₄, увеличено время травления на 10 минут, добавлен этап термофиксации в печи, добавлен этап стирки обработанного ПЭМ.

Серия экспериментов под условным обозначением «В» включала в себя следующие этапы:

1. *Подготовка материала.* Утеплитель предварительно стирают в растворе моющего средства с целью удаления возможных загрязнений и посторонних агентов. Высушивают. Вырезают образцы размером 80×200 мм. На каждый опыт следует делать не менее трех образцов. Образцы нумеруют и взвешивают.

2. *Обработка образцов в смеси 10%-ных CH₃COOH и H₂SO₄.* Помещение образцов в емкость с раствором кислот на срок 5 минут, при комнатной температуре, после чего образцы отжимают и промывают в проточной воде 2-3 минуты.

3. *Обработка образцов в коллоидном растворе SnCl₂.* Помещение отжатых образцов в емкость с раствором SnCl₂ (в) на срок 20 минут, при комнатной температуре.

4. *Обработка образцов антипиреном.* Образцы войлока погружают в ванну с антипиренами АН-10 и ФАТ-10, где выдерживают 15 мин до полной пропитки. Затем образец отжимают (степень отжима около 200 %). Отжатый образец накалывают на деревянную рамку.

5. *Термофиксация.* Термофиксация образцов проводится в муфельной печи при t = 210 °С. Рамки с образцами помещаются в печь для термофиксации, где выдерживаются 15-20 минут до полного высыхания. Затем образцы подносят к трубе вытяжного шкафа, чтобы охладить их в потоке воздуха (тяга должна быть заранее включена). Поскольку даже в отжатом нетканом утеплителе содержится много влаги, при высокотемпературной сушке наблюдается очень интенсивное парообразование, в результате которого возможен механический унос частиц антипирена.

6. *Стирка образцов.* Стирку обработанной войлока осуществляли по СТБ 11.03.02-2011 (30 мин при 60 °С со стиральным порошком 5 г/л). Геометрические параметры и механические свойства материала в ходе и после пропитки, просушки и стирки не изменились. Готовят 1 л раствора моющего средства (5 г/л), нагревают его до 40 °С. Погружают в раствор образцы войлока и стирают 30 мин, периодически переворачивая их. Затем прополаскивают в течение 15 мин сначала в теплой, потом в холодной воде. После этого образцы отжимают и сушат на чистых листах бумаги в муфельной печи или на воздухе.

7. *Проведение огневых испытаний в соответствии с требованием [15].*

Результат серии экспериментов с обозначением «В»: в среднем, привес массы образцов после многостадийной обработки равен: по антипирену АН-10 = 0,33 %, что составляет 0,13·10⁻³ мг/см² от первоначальной массы образца, по антипирену ФАТ-10 = 1,23 %, от первоначальной массы образца, что составляет 0,44·10⁻³ мг/см² значения приведены в таблице 3. Полученные данные свидетельствуют об очень незначительном взаимодействии ПЭМ с огнезащитной композицией, что может быть следствием недостаточного формирования активных функциональных групп на стадии травления или недостаточной сорбции активирующих коллоидных частиц SnCl₂, либо их дезактивацией на длительной стадии термофиксации.

Таблица 3 – Данные привеса состава после обработки ПЭМ по методике серии «В»

р-р Sn(II)	АН-10 m _{уд} · 10 ⁻³ мг/см ²	АН-10 Δm%	ФАТ-10 m _{уд} · 10 ⁻³ мг/см ²	ФАТ-10 Δm%
в	0,21	0,54	1,68	4,44
-	0,13	0,35	0,42	1,10
-	0,04	0,11	0,61	1,74
Среднее значение	0,13	0,33	0,46	1,23

Поскольку количество АН и ФАТ, закрепившихся на ПЭМ, весьма незначительно, основной задачей в третьей серии экспериментов являлось изменение условий травления ПЭМ, с целью более эффективного закрепления ЗГ на поверхности ПЭМ, при условии уве-

личения значения температуры раствора травления и использование другого раствора SnCl_2 с большей концентрацией коллоидных частиц (с).

Серия экспериментов под условным обозначением «С» включала в себя следующие этапы:

1. *Подготовка материала.* Утеплитель предварительно стирают в растворе моющего средства с целью удаления возможных загрязнений и посторонних агентов. Высушивают. Вырезают образцы размером или 80×200 мм. Не менее трех образцов на каждый опыт. Образцы нумеруют и взвешивают.

2. *Обработка образцов в смеси 10%-ных CH_3COOH и H_2SO_4 .* Помещение образцов в емкость с раствором кислот на срок 5 минут, при $t=50$ °С. Далее образец промывается и отжимается.

3. *Обработка образцов в растворе SnCl_2 (с).* Помещение образцов в емкость с коллоидным раствором SnCl_2 на срок 20 минут, при комнатной температуре. Далее образец промывается и отжимается валиком.

4. *Обработка образцов антипиреном.* Образцы войлока погружают в ванны с суспензией антипиренов АН-10, ФАТ-10 и выдерживают 15 мин до полной пропитки. Затем образец отжимают (степень отжима около 200 %). Отжатый образец накалывают на деревянную рамку. После чего образцы отжимают валиком и высушивают.

5. *Сушка образцов.* Образцы вывешиваются в лаборатории, температура сушки равна комнатной.

6. *Термостатирование.* Термофиксация образцов проводится в другом сушильном шкафу, нагретом до 210 °С. Рамки с образцами войлока достают из шкафа, где они сушились, и сразу же, не допуская охлаждения, помещаются в шкаф для термофиксации, где выдерживаются 2 мин. Затем образцы достают и немедленно подносят к трубе вытяжного шкафа, чтобы охладить их в потоке воздуха (тяга должна быть заранее включена).

7. *Стирка образцов.* Готовят 1 л раствора моющего средства (5 г/л), нагревают его до 40 °С. Погружают в раствор образцы войлока и стирают 30 мин, периодически переворачивая их. Затем прополаскивают в течение 15 мин сначала в теплой, потом в холодной воде. После этого образцы отжимают и сушат на чистых листах бумаги в сушильном шкафу или на воздухе.

8. *Проведение огневых испытаний в соответствии с требованием [15].*

Результат серии экспериментов под условным обозначением «С»: в среднем, привес массы образцов равен: при обработке ФАТ-10 $\Delta m\% = 0,25\%$ что составляет $8,22 \cdot 10^{-5}$ мг/см² от первоначальной массы образца, тогда как при обработке АН-60 наблюдается уменьшение массы образца $\Delta m\% = -0,01\%$ что составляет $-0,43 \cdot 10^{-5}$ мг/см². Данный факт объясняется деструктивным действием нагретого кислотного раствора на поверхность ПЭМ, а уменьшение массы образцов объясняется последующим уносом частично разрушенного ПЭ в промывные воды в процессе промывки и отжима материала. Предположительно, закрепление ЗГ на чрезмерно деструктурированной поверхности будет недостаточным для обеспечения перманентной огнестойкости, что подтвердилось результатами огневых испытаний.

Таблица 4 – Данные привеса состава после обработки ПЭМ по методике эксперимента «С»

р-р Sn(II)	АН-10 $m_{уд} \cdot 10^{-5}$ мг/см ²	АН-10 $\Delta m\%$	ФАТ-10 $m_{уд} \cdot 10^{-5}$ мг/см ²	ФАТ-10 $\Delta m\%$
с	5,56	0,01	4,62	0,13
-	5,17	0,13	9,55	0,28
-	-0,49	-1,45	0,0001	0,33
Среднее значение	-0,01	-0,43	8,22	0,25

Основной задачей четвертой серии экспериментов являлась дальнейшая модификация условий травления ПЭМ, с целью определения оптимального метода нанесения АП на поверхность ПЭМ; также определялись оптимальные условия, необходимые для обеспечения правильности протекания всех реакций и процессов и их последовательность. Были изменены значения температуры кислотного раствора травления, оставлен этап термофиксации в печи и включение финишной стирки и отжима ПЭМ, после припекания и сушки ПЭМ.

Серия экспериментов под условным обозначением «D» включала в себя следующие этапы:

1. *Подготовка материала.* Утеплитель предварительно стирают в растворе моющего средства с целью удаления возможных загрязнений и посторонних агентов. Высушивают. Вырезают образцы размером 80×200 мм. На каждый опыт следует делать не менее трех образцов. Образцы нумеруют и взвешивают.

2. *Обработка образцов в смеси 10%-ных CH_3COOH и H_2SO_4 .* Помещение образцов в емкость с раствором кислот на срок 5 минут, при $t=25^\circ\text{C}$.

3. *Обработка образцов в растворе $\text{SnCl}_2(\text{в})$.* Помещение образцов в емкость с коллоидным раствором SnCl_2 на срок 20 минут, при комнатной температуре. После чего образцы отжимают валиком.

4. *Обработка образцов антипиреном.* Образцы войлока погружают в ванны с антипиренами АН-10 и ФАТ-10, где выдерживают 15 мин до полной пропитки. Затем образец отжимают (степень отжима около 200 %). Отжатый образец накалывают на деревянную рамку.

5. *Сушка образцов.* Проводится в сушильном шкафу, заранее нагретом до требуемой температуры, до полного высыхания войлока (обычно 10-15 мин). Температура сушки 130-140 °С.

6. *Термостатирование.* Термофиксация образцов проводится в другом сушильном шкафу, нагретом до 200 °С. Рамки с образцами войлока достают из шкафа, где они сушились, и сразу же, не допуская охлаждения, помещаются в шкаф для термофиксации, где выдерживаются 2 мин. Затем образцы достают и немедленно подносят к трубе вытяжного шкафа, чтобы охладить их в потоке воздуха (тяга должна быть заранее включена).

7. *Стирка образцов.* Готовят 1 л раствора моющего средства (5 г/л), нагревают его до 40 °С. Погружают в раствор образцы войлока после их полной просушки по окончании финишной обработки и стирают 30 мин, периодически переворачивают. Затем прополаскивают в течение 15 мин сначала в теплой, потом в холодной воде. После этого образцы отжимают и сушат на чистых листах бумаги в сушильном шкафу или на воздухе.

8. *Проведение огневых испытаний в соответствии с требованием [15].*

Результат экспериментов серии «D»: в среднем, привес массы образцов после многостадийной обработки в рамках последнего эксперимента равен: при обработке ФАТ-10 $\Delta m\% = 0,11\%$, что составляет $3,13 \cdot 10^{-5} \text{ мг/см}^2$ от первоначальной массы образца, а при обработке АН-10 $\Delta m\% = -0,49\%$ что составляет $0,16 \cdot 10^{-3} \text{ мг/см}^2$, что также вызвано деструкцией материала в процессе обработки, однако это не значит, что антипирен на поверхности ПЭМ отсутствует.

Таблица 5 – Данные привеса состава после обработки ПЭМ по методике эксперимента «D»

р-р Sn(II)	АН-10 $m_{\text{уд}} \cdot 10^{-3}$ мг/см ²	АН-10 $\Delta m\%$	ФАТ-10 $m_{\text{уд}} \cdot 10^{-5}$ мг/см ²	ФАТ-10 $\Delta m\%$
в	0,11	0,32	1,82	0,06
-	0,18	0,61	2,85	0,11
-	0,19	0,54	4,77	0,16
Среднее значение	0,16	0,49	3,13	0,11

Обсуждение результатов. Ранее изучение огнестойкости полиэфирных образцов, обработанных суспензиями неорганических аммонийных металлофосфатов, без нанесения промежуточных подслоев показало, что хотя их устойчивость к возгоранию существенно повышается по сравнению с исходными – не обработанные образцы полиэфирных материалов такого же размера полностью сгорают за 3-4 секунды – тем не менее, она не достигает требуемых показателей. В связи с этим стадия обработки полиэфира коллоидным раствором SnCl_2 является обязательной и для нее следует применять органозоли с аминокислотами сроком хранения не менее 15 суток. Оптимальные условия всех других стадий огнезащитной обработки определялись по результатам огневых испытаний, табл. 6.

Таблица 6 – Результаты огневых испытаний огнезащитного полиэфирного материала типа «войлок»

Эксперимент	Стирка полоскание и отжим образцов	Количество поджогов / общее время воздействия огня, с	Время горения, с	Образование капель, с	Изменение T ⁰ C адгезива	Диаметр прогара, см	Вскипание образца	Усредненное наблюдение по каждому из экспериментов
Необработанный образец	-	1/5	35	11	-	8x15	+	Образец полностью сгорел
«А»	-	2/15	-	-	-	1,5x3	+	После второго поднесения горелки самостоятельное горение практически не поддерживает, отсутствует образование капель и вскипания мат-ла, можно классифицировать по СТБ как «трудновоспламеняемый»
«В»	+	2/9	7	-	-	2x4	+	После первого поднесения горелки самостоятельное горение на протяжении 33 с, образец практически сгорел
«С»	+	1/5	32	10	+	5x10	+	После первого поднесения горелки самостоятельное горение на протяжении 36 с, образец практически сгорел, образец (деформировался)
«D»	+	2/9	5	-	-	2x3,5	+	После 2-ого поднесения горелки происходит горение на протяжении 9 с, после чего образец самозатух, в большинстве случаев не происходит существенной деструкции, образования капель и увеличения диаметра прогара

Выводы о проведенных огневых испытаний:

- по результатам огневых испытаний серии «А», образцы ПЭМ прошедшие многостадийную обработку соответствуют классификации как «трудновоспламеняемым» [15]. Однако, данные образцы не обладают перманентной водостойкой огнезащитой, устойчивой к многократным стиркам, то есть состав травителя для предварительной обработки поверхности не оптимален.

- по результатам огневых испытаний серии «Б», образцы ПЭМ, прошедшие многостадийную обработку, нельзя отнести по критерию классификации к «трудновоспламеняемым» [15]. В этой серии отсутствует этап низкотемпературной сушки за счет увеличения времени термофиксации. Данное изменение методики обработки отрицательно сказалось на закреплении двух исследуемых огнезащитных композициях.

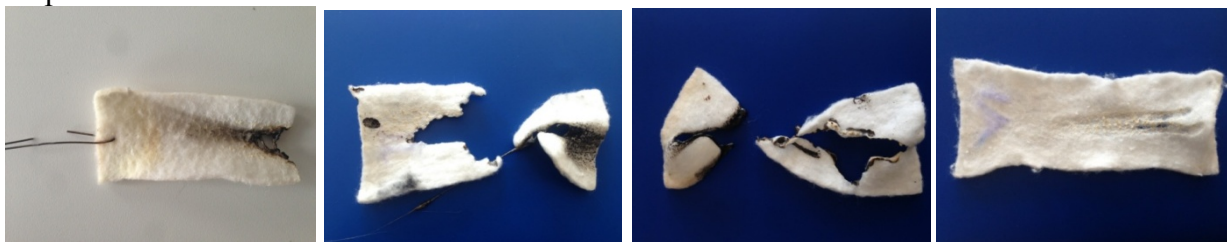
- по результатам огневых испытаний «С» серии, где соблюдены оптимальные условия сушки, образцы ПЭМ прошедшие многостадийную обработку не соответствуют классификации как «трудновоспламеняемым» [15], так как при повышении температуры травления происходит чрезмерная деструкция ПЭМ, препятствующая закреплению ЗГ.

- по результатам огневых испытаний «D» серии образцы ПЭМ прошедшие многостадийную обработку показали результаты наиболее приближенные классификации как «трудновоспламеняемым» в отличие от серий «Б,С» [15], при этом они характеризуются перманентной водостойкой огнезащитой, устойчивой к стирке.

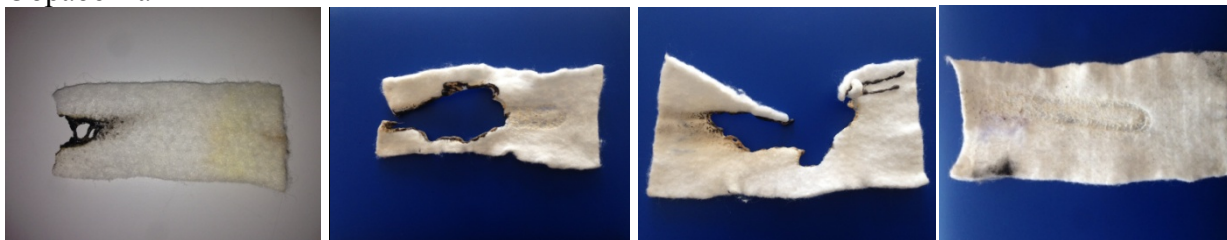
Таким образом, наилучшей огнестойкостью характеризуются образцы полиэфирного утеплителя обработанные по методике серии экспериментов «D», где был учтен опыт предыдущих экспериментов, и в ходе которого были определены оптимальные температуры и состав раствора предварительного травления ПЭМ (10-% р-р кислот, с температурой 20 °С, в течении 5 минут); условия сушки и термофиксации (последовательно в 2-е стадии, когда термофиксации подвергается сухой образец утеплителя в течении 2-х минут). При соблюдении оптимальных условий каждой стадии обработки и органическая и неорганическая огнезащитные композиции, закрепляются на ПЭМ, обеспечивая его огнестойкость, рис. 1.

Таким образом, практически все образцы полиэфирного войлока, прошедшие промежуточную обработку по методике эксперимента «D», согласно СТБ 11.03.02-2011, соответствуют классу «трудногорючий», что является надежной защитой от возгорания их от случайных низкокалорийных источников огня.

Обработка АН



Обработка ФАТ



А

В

С

Д

Рисунок 1 – Фотографии образцов полиэфирного утеплителя после многостадийной обработки по методикам А, В, С, D экспериментов и проведенных огневых испытаний

Также можно сделать вывод, что для многостадийной огнезащитной обработки гравиметрический метод определения количества антипирена на обработанном материале не является надежным, так как разрушение и унос в промывные воды ПЭМ на стадии травления и активации в SnCl_2 плохо поддается учету. Следовательно, необходимо аналитическое определение количества ЗГ на уже обработанном материале.

Выводы. В результате проведенных исследований разработана ступенчатая методика огнезащитной обработки нетканого полиэфирного материала. Экспериментально выявлены оптимальные условия стадий предварительного травления и сушки/термофиксации обработанного материала, обеспечивающие закрепление на поверхности ПЭМ как неорганических, так и органических огнезащитных композиций устойчивых к обработке и стирке.

Доказано прямое влияние на эффективность огнезащитной обработки и огнестойкости ПЭМ таких показателей, как: 1) состав и температура раствора травления; 2) наличие стадии обработки в SnCl_2 ; 3) температура, время и условия сушки обработанного ПЭМ; 4) наличие термофиксации огнезащитной композиции.

Огневыми испытаниями огнезащищенных полиэфирных утеплителей, обработанных в соответствии с оптимальной методикой, доказано, что пламенное горение полиэфира после прекращения прямого воздействия пламени практически отсутствует, образец сразу же самозатухает без увеличения поврежденного пламенем участка и растекания, что соответствует классу «трудногорючий».

ЛИТЕРАТУРА

1. Кодолов, В.И. Замедлители горения полимерных материалов. / Химия: учебное пособие В.И. Кодолов. – Москва, 1980. – 250 с.
2. Разработка устойчивой к стиркам огнезащитной отделки волокна и войлока на основе оксидазольного полимера // Богданова В.В., [и др.]. Тезисы докл. IV Межд. научно-практ. конф. «Чрезвычайные ситуации: предупреждение и ликвидация». – Мн.: МЧС РБ, Минск 2007. – С. 153-155.
3. Кричевский, Г.Е. Химическая технология текстильных материалов. – М.: Химия. – 2001. – Т. 2. С.
4. Малотоксичные борсодержащие добавки для покрытий пониженной горючести // Белоусова Р.Г. [и др.]. Журн. Прикл. Химии. Т. 83, Вып. 2. 2010. С. 329-333.
5. Исследования огнезащитной эффективности составов на основе аммонийных фосфатов двух- и трехвалентных металлов в зависимости от условий получения / Богданова, В.В., Кобец, О.И. – Вестник БГУ, Серия 2. – № 1.– 2009. – С. 34-39.
6. Белошапошникова, В.И. Технология текстильной промышленности. // Белошапошникова В.И. [и др.]. – Изв. Вузов. 2005, № 3. С. 21-24.
7. Химия привитых поверхностных соединений / под. ред. Г.В. Лисичкина. М.: Физматлит. 2003. 589 с.
8. Алесковский, В.Б. Химико-информационный синтез. С.Петербург / Алесковский В.Б. Изд. С.Петербургского ун-та. 1998. 71 с.
9. Рева, О.В. Химическая прививка неорганических функциональных слоев к полимерам. // Материалы. Технологии. Инструменты. Рева О.В. [и др.]. – 2011, Т. 16. – № 3. – С. 90-94.
10. Рева, О.В. «Придание огнестойкости полиэфирным волокнам методом химической микросборки» // Рева О.В. [и др.]. Сборник тезисов докладов международной научно-технической конференции «Поликомтриб-2011», 27-20 июня, г. Гомель; ИММС НАНРБ. – 2011. – 262 с.; С. 188-189.
11. Рева, О.В. «Интермедиативные реагенты для химической привязки неорганических функциональных слоев к инертным полимерам» // Рева О.В. [и др.]. Сборник тезисов докладов международной научно-технической конференции «Поликомтриб-2011», 27-20 июня, г. Гомель; ИММС НАНРБ. – 2011. – 262 с.; С.189.
12. Рева, О.В., Воробьева Т.Н. / Журн. прикл. химии. 1998. № 3. С. 498–502.
13. Химическое осаждение металлов из водных растворов / Под ред. Свиридова В.В. Мн.: изд-во Университетское, Свиридов В.В. [и др.], – Минск, 1987. 270 с.
14. Reva O.V., Luk`yanov A.S. The effective fire protection of nonwoven polyether material // Sviridov Readings 2015: 7th Intern. Conf. on Chemistry and Chemical Education, Reva O.V., Luk`yanov A.S. [и др.]. Minsk, Belarus 7-11 April, 2015: Book of Abstr.– Minsk: Krasico-Print, BGU 2015. – 204 p.– p. 94-95.
15. СТБ 11.03.02-2010 Средства огнезащитные. Общие технические требования и методы испытаний.