



ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ТЕХНОЛОГИЯ ПРИДАНИЯ ОГНЕЗАЩИТНЫХ СВОЙСТВ ЦЕЛЛЮЛОЗНЫМ ТЕКСТИЛЬНЫМ МАТЕРИАЛАМ

SOL-GEL TECHNOLOGY FOR PROVIDING FLAME-RETARDANT PROPERTIES OF CELLULOSE TEXTILE MATERIALS

УДК 677.027.625; ВАК 05.16.09; DOI: 10.22184/1993-8578.2018.80.1.68.73

Б.Таусарова*, д.х.н.; Е.Такей* / brtaussarova@gmail.com
B.Taussarova*, D.Sc.; Ye.Takey*

Рассмотрено применение силиката натрия и фосфорсодержащих антипиренов для придания огнезащитных свойств целлюлозным текстильным материалам. Исследовано влияние концентрации исходных компонентов, температуры и времени термообработки на огнезащитные свойства.

The article considers the use of sodium silicate and phosphorus-containing flame retardants to impart flame retardant properties to cellulose textile materials. The effect of the concentration of the initial components, the temperature and the time of heat treatment on the flame retardant properties was studied.

Проблема придания огнезащитных свойств текстильным материалам различной природы и назначения приобретает все большую актуальность. Это обусловлено тем, что они являются серьезным источником опасности во время пожаров, легко воспламеняются, способствуют распространению пламени, а при горении выделяют большое количество дыма и газов. Текстильные материалы имеют широкую область применения в быту, промышленности, на транспорте и как специальные защитные средства. Они используются в качестве штор, драпировок, занавесей, материалов при изготовлении мягкой мебели, спальных принадлежностей, специальной защитной одежды и изделий, для декоративной отделки различных по функциональному назначению помещений.

В настоящее время в области создания 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 [1–6]. Активно внедряется в производство огнестойких покрытий и волокон золь-гель технология [7–12]. Поэтому исследования, посвященные получению огнезащитных текстильных материалов методами золь-гель технологии, а также изучению их свойств, имеют как научное, так и практическое значение.

Целью настоящего исследования является получение целлюлозных материалов с огнезащитными свойствами с применением золь-гель технологии. В качестве основного компонента для приготовления золя предлагается использовать силикат натрия, в качестве катализатора гидролиза – уксусную кислоту, также целесообразно применить химические вещества, способные снизить горючесть текстиля.

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Обработку хлопчатобумажной ткани артикула 1030 золь-гель композицией осуществляли в две стадии. Сначала образцы хлопка пропитывали в

* Алматинский технологический университет / Almaty Technological University.

ванне с силикатом натрия в течение 1 мин с последующим отжимом до влажности 90%, далее следовала сушка при температуре 75–85 °С в течение 8–10 мин, затем ткань подвергалась термообработке при температурах 110, 130 или 150 °С в течение 1 мин с последующей промывкой в большом количестве дистиллированной воды и сушкой. После обработки силикатом натрия, на второй стадии, образцы пропитывали в растворе для снижения горючести текстиля (антипирене) в течение 1 мин, отжимали до влажности 90%, высушивали в термощкафу при 75 °С в течение 3 мин с последующей промывкой в дистиллированной воде и сушкой при комнатной температуре.

Испытания огнезащитной эффективности разработанных составов проводились в соответствии

с ГОСТ Р 50810-95, который регламентирует методы определения способности текстильных материалов (тканей, нетканых полотен) сопротивляться воспламенению, устойчивому горению, а также оценки их огнезащитности. Стандарт применяется для всех горючих декоративных текстильных материалов, поставляемых потребителю.

Способность образцов противостоять растягивающим усилиям до разрыва определяли на разрывной машине с постоянной скоростью опускания нижнего зажима РТ-250М-2. Испытание проводилось согласно ГОСТ 8847-85.

Электронно-микроскопическое изучение образцов проводилось с помощью низковакуумного растрового электронного микроскопа JSM-6510LA.

The problem of giving flame retardant properties to textile materials of various nature and purpose is becoming increasingly important. This is caused by the fact that they are a serious source of danger during fires, easily ignite, contribute to the spread of the flame, and when burning produce a large amount of smoke and gases. Textile materials have a wide range of applications in everyday life, industry, transport and as special protective aids. They are used as curtains, draperies, curtains, materials for the manufacture of upholstered furniture, sleeping accessories, special protective clothing and products, for decorative finishing of variously premises.

At present, certain achievements have been achieved in the field of creating textile materials with flame retardant properties. In various countries, research is being widely carried out to increase the flame retardant properties of both natural and synthetic fibers [1–6]. Sol-gel technology is actively introduced into the production of flame

retardant coatings and fibers [7–12]. Therefore, studies on the creation of flame retardant textile materials using sol-gel technology, as well as the study of their properties, have both scientific and practical significance.

The purpose of this study is to produce cellulose materials with flame retardant properties using sol-gel technology. As the main component for the preparation of sol, it is proposed to use sodium silicate, as hydrolysis catalyst – acetic acid, and it is also advisable to use chemicals that can reduce the combustibility of textiles.

METHODOLOGY OF RESEARCH

The processing of the cotton fabric of article 1030 using a sol-gel composition was carried out in two stages. First, cotton samples were impregnated in sodium silicate for 1 minute followed by wringing to a humidity of 90%, drying at 75–85 °С for 8–10 minutes, then the fabric was heat treated at temperatures of 110, 130 or 150 °С for 1 minute followed by washing in a large amount of distilled water and drying. After

treatment with sodium silicate, in the second stage, the samples were impregnated in a flame retardant solution for 1 minute, wringed to a humidity of 90%, dried in an oven at 75 °С for 3 minutes followed by washing in distilled water and drying at room temperature.

Tests on the flame retardant efficiency of the developed compositions were carried out in accordance with GOST R 50810-95, which regulates methods for determining the ability of textile materials (fabrics, non-woven fabrics) to resist inflammation, sustainable burning, and also for assessment of their fire retardancy. The standard is applied to all combustible decorative textile materials supplied to the consumers.

The ability of the specimens to withstand tensile forces prior to rupture was determined on a tensile-testing machine with a constant lowering speed of the lower clamp РТ-250М-2. The test was carried out in accordance with GOST 8847-85.

Electron microscopy of the samples was carried out using a



Таблица 1. Результаты исследования обработанных целлюлозных текстильных материалов

Table 1. Results of study of processed cellulose textile materials

№	Концентрация веществ, г/л Concentration of substances, g/l			Длина обугленного участка, мм Length of charred area, mm	Разрывная нагрузка, Н Breaking load, N	Воздухопроницаемость, $\text{дм}^3/\text{м}^2 \cdot \text{с}$ Air permeability, $\text{dm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{s}$						
	Na_2SiO_3	$\text{CS}(\text{NH}_2)_2$	Антипирен Fire-retardant			Температура термообработки, °C Heat treatment temperature, °C						
				110	130	150	110	130	150	110	130	150
1	Исходный образец Original sample			220	220	220	202	202	202	170	170	170
2	50	60	200	116	144	136	203	201	201	169	167	169
3	50	60	300	109	115	128	199	202	200	168	169	166
4	50	60	400	98	111	107	205	200	196	170	168	167

Таблица 2. Средний элементный состав необработанных и модифицированных хлопчатобумажных тканей, полученный с использованием энергодисперсионного микроанализа

Table 2. Average elemental composition of untreated and modified cotton fabrics obtained using energy-dispersive microanalysis

№	Антипирен Fire-retardant	Массовая доля, % Weight fraction, %				
		C	O	Si	P	S
	Исходный образец Original sample	69,95	30,05			
1	20	45,54	41,05	6,91	4,25	2,26
2	30	42,81	41,25	7,62	5,18	3,13
3	40	43,20	42,17	4,74	6,16	3,73

low-vacuum scanning electron microscope JSM-6510LA.

RESEARCH RESULTS

Measurement of the flame retardant properties of cotton fabric was carried out for three heat treatment modes: 110, 130 and 150 °C. Studies of fire retardant finishing using the proposed compositions showed that the untreated cotton fabric, when tested for flammability at the ignition time of 15 seconds, completely burned in 60 seconds. For samples treated with a flame retardant composition, at the ignition time of 15 seconds,

the smoldering time is close to zero. Studies have shown that increasing the concentration of fire retardant leads to a change in the properties of the tissue: with increasing concentration, the length of the charred area decreased from 220 to 98 mm (Table 1, Fig.1).

All the studied modifying compositions at optimal concentrations provide a high fireproofing effect of the tissue. A study of the change in the tensile strength of the tissue showed that the tensile strength of the control sample is 202 N, and after processing at a temperature of 150 °C it

fluctuates within a small range, from 202 to 196 N (Fig.2). An increase in the concentration of fire retardant leads to a slight decrease in the strength of the tissue, and its appearance varies insignificantly. The breathability indices of cotton fabric treated with the proposed composition vary slightly and meet the regulatory requirements of hygienic safety for this group of materials (Table 1).

Electron microscopic images (Fig.3) confirm the formation of a thin polymer film on the surface of the fibers. The results of scanning electron microscopy

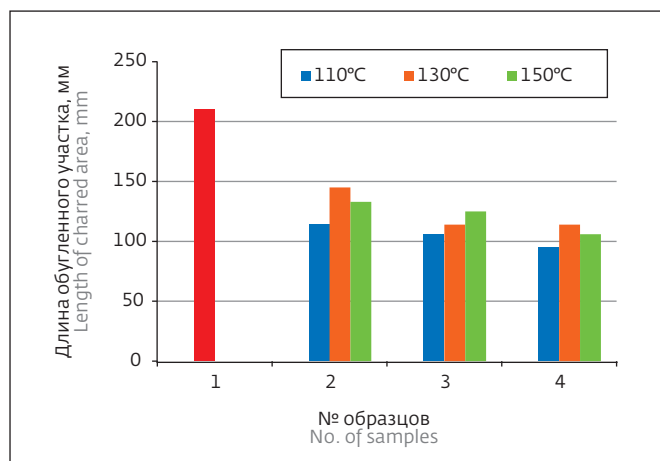


Рис.1. Зависимость длины обугленного участка от концентрации веществ в огнезащитном составе при зажигании с поверхности. Нумерация образцов согласно табл.1.
 Fig.1. Dependence of length of charred area on concentration of substances in flame retardant composition when ignited from the surface. Numbering of samples according to Table 1.

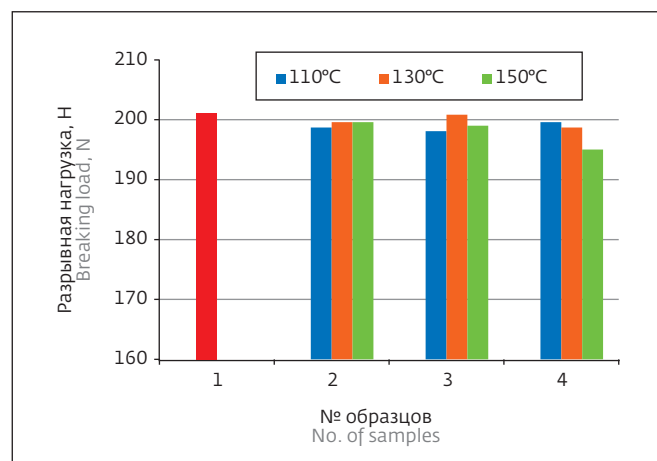


Рис.2. Зависимость разрывной нагрузки от концентрации веществ в огнезащитном составе. Нумерация образцов согласно табл.1.
 Fig.2. Dependence of breaking load on concentration of substances in flame retardant composition. Numbering of samples according to Table 1.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Измерение огнезащитных свойств хлопчатобумажной ткани проведены для трех вариантов режимов термообработки: 110, 130 и 150 °С. 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 близко к нулю. Исследования показали, что повышение концентрации антипирена приводит к изменению свойств ткани: с ростом концентрации длина обугленного участка уменьшалась с 220 до 98 мм (табл.1, рис.1).

Все исследованные модифицирующие составы в оптимальных концентрациях обеспечивают высокий эффект огнезащиты ткани. Изучение изменения прочности ткани на

show a change in the morphology of the surface of the treated samples compared to the untreated samples.

According to the data of scanning electron microscopy and energy dispersive microanalysis (Table 2), pure cotton fabric contains 69.95% carbon and 30.05% oxygen. After the modification, the particles of Si (6.91%), P (4.25%), S (2.26%) are formed on the surface of the treated fabric, which are distributed rather unevenly. It was shown that with increasing of the concentration of the flame retardant in the modifying composition,

the content of phosphorus and sulfur in the processed samples increases to 6.16% and 3.73%, respectively.

The results of energy-dispersive microanalysis (Table 2) give an information about the quantitative content of elements in processed and untreated samples.

CONCLUSION

New compositions based on sodium silicate and flame retardant have been developed to impart flame retardant properties to cellulosic materials. Optimal conditions for tissue

treatment were determined, the influence of the concentration of the working solution, the impregnation temperature, and thermal fixation on the flame retardant properties of the tissue was studied. It has been shown that cellulose materials modified with compositions based on sodium silicate and flame retardant have increased flame retardant properties. The proposed compositions provide improved fire resistance. Processing can be carried out on standard industrial equipment without the need for high-temperature fixation. ■

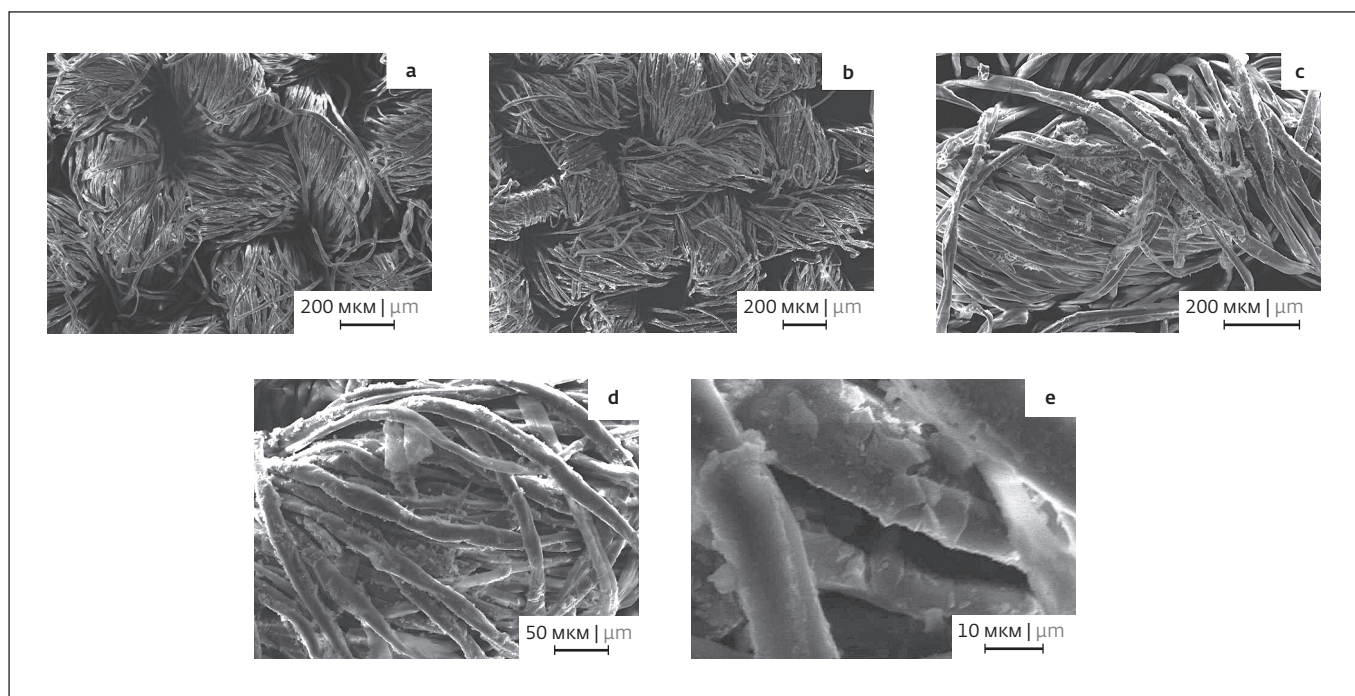


Рис.3. Электронно-микроскопические снимки образцов хлопчатобумажной ткани (а), обработанных огнезащитной композицией (b, c, d, e)

Fig.3. Electron microscopic images of samples of cotton fabric (a) treated with flame retardant composition (b, c, d, e)

разрыв показало, что разрывная нагрузка контрольного образца составляет 202 Н, а после обработки при температуре 150 °С колеблется в небольших пределах – от 202 до 196 Н (рис.2). Повышение концентрации антипирена приводит к незначительному снижению прочности ткани, а ее внешний вид изменяется незначительно. Показатели воздухопроницаемости хлопчатобумажной ткани, обработанной предлагаемой композицией, изменяются незначительно и соответствуют нормативным требованиям гигиенической безопасности для данной группы материалов (табл.1).

Электронно-микроскопические снимки (рис.3) подтверждают образование тонкой полимерной пленки на поверхности волокон. Результаты сканирующей электронной микроскопии показывают изменение морфологии поверхности обработанных образцов по сравнению с необработанными образцами.

Согласно данным сканирующей электронной микроскопии и энергодисперсионного микроанализа (табл.2), чистая хлопковая ткань содержит 69,95% углерода и 30,05% кислорода. После модификации на поверхности обработанной ткани образуются частицы Si (6,91%), P (4,25%), S (2,26%), которые распределены

достаточно неравномерно. Показано, что с повышением концентрации антипирена в модифицирующем составе содержание фосфора и серы в обработанных образцах возрастает до 6,16 и 3,73% соответственно.

Результаты энергодисперсионного микроанализа (табл.2) дают представление о количественном содержании элементов в обработанных и необработанных образцах.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработаны новые составы на основе силиката натрия и антипирена 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 композициями на основе силиката натрия и антипирена, повышаются огнезащитные свойства. Предлагаемые композиции обеспечивают улучшение огнестойкости. Обработка может быть осуществлена на стандартном промышленном оборудовании без необходимости высокотемпературной фиксации.

REFERENCES

1. Liang S., N. Neisius M., Gaan S. Recent developments in flame retardant polymeric coatings. Progress in organic coatings. 2013. 76. P. 1642-1665.
2. Visakh P. M., Arao Yoshihiko. Flame Retardants. Polymer Blends, Composites and Nanocomposites. 2015. P. 247.
3. Tausarova B., Kutzhanova A., Kanlybaeva G. Decrease in combustibility of textile materials: achievements and prospects. Chemical Journal of Kazakhstan. 2015. No. 1. P. 287-303.
4. Taussarova B.R., Kanlybayeva G.S., Birimzhanova Z.S. Application of polyethylene polyamines and potassium hydrogen phosphate to impart flame-retardant properties to cellulosic materials. Chemical Journal of Kazakhstan. 2016. 2. P. 201-207.
5. Salmeia K., Gaan S., Malucelli G. Recent advances for flame retardancy of textiles based on phosphorus chemistry. Polymers. 2016. V. 8. P. 1-36.
6. Alongi J., Carosio F., Malucelli G. Current emerging techniques to impart flame retardancy to fabrics: an overview. Polymer Degradation and Stability. 2014. 106. P. 138-149.
7. 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. 2011. V. 85. P. 599-608.
8. Colleoni C., Donelli I., Freddi G., Guido E., Migani V., Rosace G. A Novel sol-gel multi-layer approach for cotton fabric finishing by tetraethoxysilane precursor. Surface and Coatings technology. 2013. V. 235. P. 192-203.
9. Alongi J., Colleoni C., Rosace G., Malucelli G. Sol-gel derived architectures for enhancing cotton flame retardancy: effect of pure and phosphorus-doped silica phases. Polymer degradation and stability. 2014. V. 99. P. 92-98.
10. Zhang D. et al. 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. Tang X., Yan X. Dip-coating for fibrous materials: mechanism, methods and applications. J Sol-Gel Sci. Technol. 2017. 81. P. 378-404.
12. Rena Y., Zhang Y., Gu Y., Zeng Q. Flame retardant polyacrylonitrile fabrics prepared by organic-inorganic hybrid silica coating via sol-gel technique. Progress in Organic Coatings. 2017. 112. P. 225-233.



СВАРКА и РЕЗКА

18-я международная специализированная
выставка оборудования, приборов
и инструментов для сварки и резки

10-13.04.2018



МАШИНОСТРОЕНИЕ
Международная специализированная выставка



ЗАЩИТА ОТ КОРРОЗИИ. ПОКРЫТИЯ
Международный специализированный салон



ЛИТМЕТЭКСПО
международная специализированная выставка

Беларусь, Минск,
пр-т Победителей, 20/2
Футбольный манеж



Организатор:
МИНСКЭКСПО

Тел.: +375 17 226 98 58
+375 17 226 90 83
Факс: + 375 17 226 98 58
+375 17 226 99 36

E-mail: e_fedorova@solo.by

Генеральный
информационный
партнер:

Сварщик
в Беларуси