БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- 1. Отлев И.А., Штейнберг Ц.Б. Справочник по древесностружечным плитам. М.: Лесная промышленность, 1983, 191 с.
- 2. А.с. 798146 СССР, МКИ³ В 29 J 5/00. Пресс-композиция/В.В. Арбузов (СССР); Заявлено 24.11.78; Опубл. 23.01.81. Бюл. № 3.

УДК 674.817-41.048

В.М. Балакин, Ю.И. Литвинец, В.Г. Бурындин, Е.В. Королева (Уральский лесотехнический институт)

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ НИТРИЛОТРИМЕТИЛЕНФОСФОНОВОЙ КИСЛОТЫ НА СВОЙСТВА ДРЕВЕСНЫХ ПЛИТ

Методом математического планирования эксперимента изучено влияние расхода и степени нейтрализации нитрилотриметиленфосфоновой кислоты (НТФ) водным раствором аммиака на физико-механические свойства древесностружечных и древесноволокнистых плит, определены их оптимальные значения. Установлено, что введение аммониевой соли НТФ обеспечивает получение трудногорючих древесных плит.

Проблема поиска эффективных и доступных огнезащитных средств для древесных плит является актуальной. Ранее [1] показано, что огнезащитные составы, содержащие аминометиленфосфонаты аммония, хлорид аммония и аммонийные соли фосфорной и фосфористой кислот, обладают высокой огнезащитной способностью при защите ДВП. Представляет интерес выявление вклада в огнезащитное действие одного из основных компонентов состава – нитрилотриметиленфосфоновой кислоты (НТФ), а также изучение влияния НТФ на физико-механические показатели древесностружечных (ДСтП) и древесноволокнистых плит (ДВП).

НТФ имеет следующую химическую структуру:

$$N \stackrel{\mathit{CH_2PO_3H_2}}{=} \underset{\mathit{CH_2PO_3H_2}}{\mathit{CH_2PO_3H_2}}.$$

Как было установлено ранее [2], аминометиленфосфонаты эффективны только в виде аммонийной соли, поэтому целью исследования было определение оптимальных степени нейтрализации НТФ и расхода соли на защиту древесных плит.

Объектами исследования являлись:

НТФ (ТУ 6-09-5283-86) - белый порошок, содержание основного вещества 97,0%. Антипирен на его основе получали нейтрализацией 21%-го водного раствора концентрированным раствором аммиака до нужной степени нейтрализации;

древесное волокно производства Нововятского КДП, обработанное связующим СФЖ-3014 (4,0% от массы сухого волокна) и гачем (1,3%), влажность волокна 5,0%;

древесная стружка производства ПО "Уралдереводеталь" влажностью 9,0%. В качестве связующего при изготовлении ДСтП использовали смолу КФ-МТ в количестве 13%, отвердитель - 20%-ный раствор хлористого аммония (1%).

ДВП изготовляли сухим способом в лабораторных условиях. Волокно обрабатывали в смесителе раствором антипирена, затем высушивали до исходной влажности, формировали ковер. Прессование проводили при температуре 180 ос по обычной для сухого способа циклограмме, продолжительность прессования — 4,5 мин. Толщина изготовленных образцов ДВП составляла 3 мм.

При изготовлении однослойных ДСтП стружку сначала обрабатывали раствором антипирена, затем высушивали и осмоляли. Условия прессования: температура плит пресса – 150°С, удельное давление – 2 МПа, продолжительность прессования – 0,5 мин/мм.

Для определения влияния степени нейтрализации и количества антипирена на свойства ДСтП образцы изготовляли толщиной 5 мм, так как используемый метод оценки горючести не пригоден для материалов толщиной более 8 мм.

Физико-механические показатели образцов ДВП определяли по ГОСТ 19592-80, ДС $_{\rm T}$ П - по ГОСТ 10632-77, горючесть - по ГОСТ 17088-71 методом "огневая труба".

Исследование проводили с применением метода ортогонального планирования эксперимента типа 3^n [3]. Оптимизируемые факторы:

 X_1 - степень нейтрализации НТФ, моль NH_4OH /моль НТФ;

 X_2^- - количество антипирена, % абсолютно сухого вещества к абсолютно сухому волокну (стружке).

Исходные данные для составления матрицы планирования приведены в табл. 1.

В качестве параметров оптимизации использованы:

У1 - потеря массы при сжигании в "огневой трубе", %;

У2 - предел прочности при статическом изгибе, МПа;

У₃ - водопоглощение за 24 ч, %;

 y_4 - разбухание, %.

Матрица планирования вида 3^2 и результаты эксперимента приведены в табл. 2.

Таблица 1

Значения переменных факторов и уровни
их взаимодействия при изготовлении древесных плит

Переменный	Кодирō- вание	ние ну-	Шаг варьиро-		ение тора	фак-
фактор	фак- тора	левого уровня	вания	-1	0	+1
	Древесн	оволокни	стые пли	ты		
Степень нейтрали- зации, моль/моль Количество анти-	. x ₁	3	1	2	3	4
пирена, %	x_2	15	5	10	15	20
	Древесн	оструже	чные пли	ты		
Степень нейтрали-	. x ₁	3	1	2	3	4
Количество анти- пирена, %	x_2	7	4	3	7	11

Таблица 2

Усредненные значения параметров оптимизации древесных плит 62,3 80,9 95,4 70,7 70,07 67,4 61,2 70,4 48,7 4 90'06 94,4 68,9 99,4 79,2 88,2 85,1 ДСТП ج ع 94,2 78,8 Матрица планирования типа 3^2 и результаты эксперимента **0**,9 9,9 25,9 4,6 8 8 55,6 ලු 70,1 62,1 26,3 16,4 22,0 26,9 32,5 34,3 44,0 38,1 32,3 4 26,3 36,3 21,7 43,6 39,4 44,2 29,8 48,4 ന **JBII** 19,2 53,9 51,2 20,8 55,8 36,5 64,8 67,5 60,4 a 5,4 5,6 21,0 **4**,8 7,9 15,2 24,3 25,1 17,4 > × планирования 0 +1 +1 0 7 0 7 7 7 Матрица +1 7 0 7 0 7 0 7 + × Номер опыта ത 9 7 ∞ S ന 4 S

Для установления зависимости параметров оптимизации y_i от независимых переменных (степень нейтрализации и количество антипирена) уравнение регрессии искали в виде полинома 2-й степени [3]:

$$y_{j} = \theta_{o} + \theta_{1} X_{1} + \theta_{2} X_{2} + \theta_{11} X_{1}^{2} + \theta_{22} X_{2}^{2} + \theta_{12} X_{1} X_{2} \ .$$

Влияние факторов на параметр оптимизации оценено с помощью критерия Стьюдента, и уравнения регрессии со значимыми коэффициентами имеют следующий вид:

для ДВП

$$y_1 = 16,18 - 8,48X_2,$$
 (1)

$$y_2 = 56,68 - 18,28X_1,$$
 (2)

$$y_3 = 35,37 - 9,49X_2;$$
 (3)

для ДСтП

$$y_1 = 18,6 - 28,3x_2 + 19,8x_2.$$
 (4)

Для остальных параметров все коэффициенты уравнений регрессии оказались незначимы. Проверка полученных моделей (уравнения (1)...(4) на адекватность по критерию Фишера [3] показала, что они адекватно описывают процесс.

Анализ уравнений регрессии (1)...(3) показывает, что с увеличением количества антипирена и степени нейтрализании улучшаются огнестойкость и физико-механические свойства ДВП. Так как максимальная степень нейтрализации НТФ равна 4, дальнейшее повышение параметра X_1 невозможно. Поэтому были изготовлены ДВП при X_1 = 4, X_2 = 25. Параметры оптимизации при этом имеют следующие значения: Y_1 = 4,0; Y_2 = 63,2; Y_3 = 23,1; Y_4 = 19,3, существенного улучшения показателей не происходит. Следовательно, оптимальным для ДВП можно считать количество антипирена 20%, степень нейтрализации – 4.

Для подтверждения полученных результатов были изготовлены образцы огнезащищенных $\mathcal{L}B\Pi$, физико-механические показатели которых приведены в табл. 3.

Данные табл. З показывают, что введение 20% антипирена со степенью нейтрализации 4 моля $NH_4\mathcal{D}H$ на 1 моль $H\mathbf{T}\mathbf{\Phi}$

аначение затели затели затели затели доказате и мачение 32 V, % P, %	Физико-механические показатели ДВП при X ₁ =4, X ₂ =20% ОДВП Контр Среднее Статистические пока- Среднее С	анические 1	показатели ОДВП Статистич	оказатели ДВП при X ОДВП Статистические пока-	три X ₁ =	4, X ₂ = 2(Кол Среднее	= 20 % Контрольные е Статисти	6 рольные ДВП Статистические пока-	. пока-
показате— \$\chi^2\$ \$\rho\$, % <		эначение	ĕ	атели		значение		затели	
4,8 6,2 5,2 17,0 90,5 23,8 5,0 1,2 55,1 97,8 18,0 6,0 35,3 252,7 45,0 10,0 26,2 67,8 31,0 10,0 39,2 140,9 30,0 5,0 22,6 219,6 65,0 22,0 46,5 425,3 44,0 11,0 в показатели ДСтП 16,3 12,9 10,0 39,2 140,9 30,0 5,0 Среднее Среднее Статистические пока- затели Среднее Статистические пока- затели 10,0 3,1 17,8 15,5 1,% 1,% 10		показате-	SZ	٧,%	P, %	показате- ля		%,	
26,2 67,8 31,0 10,0 39,2 140,9 30,0 5,0 22,6 219,6 65,0 22,0 46,5 425,3 44,0 11,0 ие показатели DCrП T аблица Среднее Статистические пока- затели Среднее Статистические пока- затели Среднее Статистические пока- затели показате- ля S² V, % P, % N P, % P, % P, % 16,3 3,3 11,2 3,7 17,8 15,5 2,3 2,9 84,5 92,8 11,4 3,8 49,8 107,8 23,6 3,1 61,6 63,9 12,9 4,5 14,5 14,6 6,3 3,3	Потеря массы при сжигании, %	4,8	6,2 97.8	5,2	17,0	90,5 35,3	23,8	0.5 0.54	1,2
догователи в показатели Среднее загали Статистические показате		26,2	67,8	31,0	10,0	39,2	140,9	30,0	5,0
Т аблица Т аблица Т аблица Среднее Статистические пока-		22,6	219,6	65,0	22,0	46,5	425,3	44,0	11,0
ие показатели ДСтП (16 мм) при X ₁ = 3, X ₂ = 9,5 % ОДСтП Контрольные ДСтП Среднее затели показате показате показате показате показате да								Таб	пица 4
Среднее локазате локазате локазате ля Статистические показате ля Среднее затели ля Статистические показате затели ля Среднее затели ля Статистические показате затели ля Среднее затели ля ля Статистические показате затели ля ля Ватели затели ля ля Показате ля ля ля Ватели ля ля ля Ватели ля ля ля Ватели ля ля ля ля ля Ватели ля	Кие	показател	и ДСтП	(16 MM)	при Х	L = 3, X ₂	= 8,5%		
Среднее показанение Статистические пока- затели показате ноказате ноказ			ODCT	Ë		Конт	рольные	ДСтП	
16,3 3,3 11,2 3,7 17,8 15,5 2,3 84,5 92,8 11,4 3,8 49,8 107,8 23,6 61,6 63,9 12,9 4,5 14,5 14,6 6,3		Среднее значение	Статист	гические эатели	пока-	Среднее значение		гичес к ие затели	пока-
3,3 11,2 3,7 17,8 15,5 2,3 92,8 11,4 3,8 49,8 107,8 23,6 63,9 12,9 4,5 14,5 14,6 6,3		показате- ля	<u> </u>	%′,	ρ, %	показате- ля	S 2	7, %	P, 9
92,8 11,4 3,8 49,8 107,8 23,5 63,9 12,9 4,5 14,5 14,6 6,3	1	16,3	e, e	11,2	3,7	17,8	15,5		9,
		84,5 61,6	0 0 0 0 0	11,4 12,9	ຍ. 4. ສັຕ້	49,8 14,5	107,8 14,6		າ ເຕັ

обеспечивает эффективную защиту ДВП (потеря массы в "огневой трубе" - 4,8%), при этом улучшаются физико-механические показатели по сравнению с показателями контрольных ДВП.

Для ДСтП оптимальное количество антипирена 9,5%, степень нейтрализации 3, что обеспечивает минимальную горючесть плит. Для определения влияния этих условий на другие физико-механические свойства были изготовлены ДСтП толщиной 16 мм.

Данные табл. 4 показывают, что введение в ДСтП 9,5% раствора НТФ, нейтрализованного аммиаком до степени 3, ухудшает водостойкость плит по сравнению с водостойкостью контрольных образцов (без антипирена).

Сравнение полученных данных с результатами изучения влияния на свойства ДВП огнезащитного состава на основе маточника НТФ [1] показывает, что последний обеспечивает получение трудногорючих плит при его расходе 10%. Более высокую эффективность ему придают дополнительно содержащиеся в составе аммонийные соли (хлориды, фосфаты, фосфиты). В то же время становится очевидным, что именно аминометиленфосфонаты способствуют сохранению высоких физико-механических показателей при введении антипиренов в ДВП.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- 1. Исследование влияния огнезащитных составов из отходов химических производств на свойства древесноволокнистых плит/В.М. Балакин, Ю.И. Литвинец, В.С. Таланкин, Е.И. Титов//Технология древесных плит и пластиков: Межвуз. сб. Свердловск, 1987, Вып. 14. С. 88-94.
- 2. Исследование аминометиленфосфонатов в качестве антипиренов для древесных плит/В.М. Балакин, В.С. Таланкин, Ю.И. Литвинец и др.//Технология древесных плит и пластиков: Межвуз. сб. Свердловск, 1983, вып. 10, с. 76-79.
- 3. Ахназарова С.Л., Кафаров В.В. Методы оптимизации эксперимента в химической технологии. М.: Высшая школа, 1985. 327 с.