

Электронный архив УГЛТУ

пензии 7,5% свободное истечение воды практически отсутствует. Резкое возрастание тангенса угла прямой фильтрации, а следовательно, и замедление процесса водоотдачи приходится на диапазон концентрации от 3 до 4,5%.

Таким образом, проведенные исследования процесса фильтрации древесноволокнистой массы показывают, что увеличение концентрации ДВМ отрицательно сказывается на процессе водоотдачи. Повышение концентрации древесноволокнистой массы до 6% требует увеличения движущей силы процесса обезвоживания на 3 порядка при неизменных остальных условиях. Следовательно, использование высококонцентрированной ДВМ делает необходимым применение вакуума или механического обезвоживания уже на начальной стадии обезвоживания.

Библиографический список

1. Жужиков В.А. Фильтрование. Теория и практика разделения суспензий. М.: Химия, 1971. 440 с.
2. Храмов Ю.В. Исследование кинетики фильтрации через слой несжимаемого осадка и расчет промышленной фильтровальной установки: Метод. указ. к выполнению лаб. работ. Л.: ЛТА. 1974. 14 с.

Материал поступил в
редколлегия 05.02.91.

УДК 674.815-41

В.М. Балакин, Т.С. Выдрина, М.В. Ейзова, Н.Н. Кислицина, Н.Ф. Грушина
(Уральский лесотехнический институт).

ОГНЕЗАЩИТНЫЕ СОСТАВЫ НА ОСНОВЕ КУБОВЫХ ОСТАТКОВ ПРОИЗВОДСТВА КАПРОЛАКТАМА

Исследован состав кубового остатка ректификации капролактама и получены на его основе антипирены, содержащие карбоксильные и аминотилефосфоновые группы. Изучен состав антипиренов и влияние их количества на горючесть и физико-механические свойства древесноволокнистых плит. Показана целесообразность использования антипиренов вследствие их эффективности и низкой стоимости.

Анализ ранее выполненных исследований свидетельствует о высокой огнезащитной способности азотфосфорсодержащих соединений, в частности полиэтиленполиаминполиизопропанолполиаминометиленфосфонатов [1,2]. Однако сырьевые ресурсы для получения указанных антипиренов ограничены, и стоимость этих соединений достаточно высока (≈ 1350 руб/т). В связи с этим поиск новых огнезащитных составов с высокой эффективностью и малой себестоимостью является актуальным.

В настоящей работе впервые изучена возможность получения и использования в качестве антипиренов карбоксилсодержащих аминоалкиленфосфонатов на основе кубовых остатков производства капролактама.

Кубовые остатки в виде 50%-й дисперсии в воде являются отходами производства и имеют низкую стоимость – 60 руб/т.

Предположение об эффективности данного типа соединений было основано на имеющихся сведениях о том, что выделяющийся при разложении карбоксилсодержащих веществ CO_2 также оказывает огнезащитное действие на материалы [3].

Предварительно нами были проведены исследования по определению состава кубового остатка (плава капролактама), образующегося при ректификации нейтрализованного капролактама на Дзержинском ПО "Капролактама".

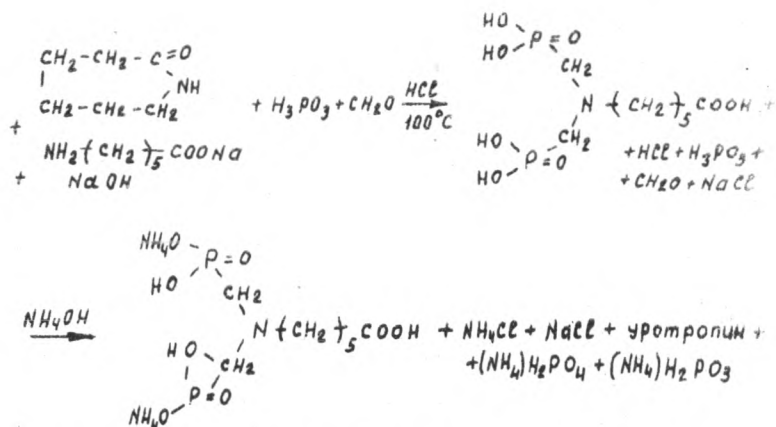
Методами экстракции, кислотно-основного, потенциометрического титрования, прокаливания и определения молекулярных масс соединений криоскопией выявлен состав плава капролактама:

	Содержание компонентов, %
ξ - капролактама	20...22
NaOH	8...10
неорганические соли и окислы	0,3...1,1
Na - соль аминокaproновой кислоты ..	68...72

Выделенные из плава ξ -капролактама и Na-соль аминокaproновой кислоты были идентифицированы по ИК-спектрам и температурам плавления.

Огнезащитные составы были получены фосфорилированием плава капролактама соединениями трехвалентного фосфора и формальдегидом в солянокислой среде и последующей нейтрализацией продуктов фосфорилирования аммиаком до pH = 4...5. Протекающие при этом реакции могут быть представлены следующей схемой:

Электронный архив УГЛТУ



В качестве фосфорилирующего агента были использованы техническая фосфористая кислота (H_3PO_3 техн) производства ПО "Оргсинтез" (г.Казань), треххлористый фосфор (PCl_3) производства ЧПО "Химпром" (г.Чебоксары), а также очищенная от примесей высших жирных кислот техническая H_3PO_3 . С использованием весового метода, методов argentометрического и потенциометрического титрования была предпринята попытка определить содержание компонентов в полученных огнезащитных составах. Результаты исследования приведены в таблице.

Характеристика огнезащитных составов на основе плава капролактама

Ан-ти-пи-рен агент	Фосфорилирующий агент	Сухой остаток, %	Аммониевая соль N-бис-аминометилен-фосфон-N-аминокапроновой кислоты, %	Хлорид Na и NH ₄ , %	Фосфаты и фосфиты аммония, уротропин, %	Вода
А I	H_3PO_3 техн.	45,8	16,0	6,0	23,8	ос-
А II	PCl_3	58,5	18,6	10,9	29,0	таль-
А III	очищен. H_3PO_3	44,2	15,8	9,4	19,0	ное

Огнезащитные составы были испытаны в качестве антипиренов твердых древесноволокнистых плит (ДВП) сухого способа производ-

ства. Для изготовления ДВП использовано древесное волокно промышленного производства, осмоленное связующим СФЖ-3014 (4%) с влажностью 6...7%. Огнезащитные составы наносились на волокно распылением сжатым воздухом в количестве 5, 10, 15, 20, 30% по сухому остатку в смесителе периодического действия. Из подсушенного до исходной влажности волокна были отпрессованы плиты с расчетной плотностью 800...850 кг/м³ толщиной 3,2 мм в условиях, описанных в работе [2].

Для сравнения в тех же условиях были изготовлены контрольные образцы без добавки антипиренов.

Горючесть плит оценивалась по ГОСТ 17088-71 методом огневой трубы, физико-механические свойства - по ГОСТ 4598-81. Результаты нескольких параллельных испытаний были обработаны методами математической статистики с использованием ЭВМ "Искра-1256" [4]. С целью подбора математических функций, адекватно описывающих экспериментальные зависимости, была осуществлена аппроксимация кривых полиномами 1, 2, 3 степеней с использованием ЭВМ ЕС-1841. Оценка адекватности выполнена по критерию Фишера [4]. Результаты испытаний и расчетов приведены на рис. 1-3. Анализ представленных данных показывает, что при увеличении концентрации антипиренов потеря массы снижается. Трудногорючие плиты (с потерей массы $\leq 20\%$) получаются при расходе антипирена А1 - 10, А2, А3 - 16...18%. Положительным моментом при этом является то, что при добавках антипиренов в указанных количествах не ухудшаются, а в ряде случаев и улучшаются физико-механические показатели плит.

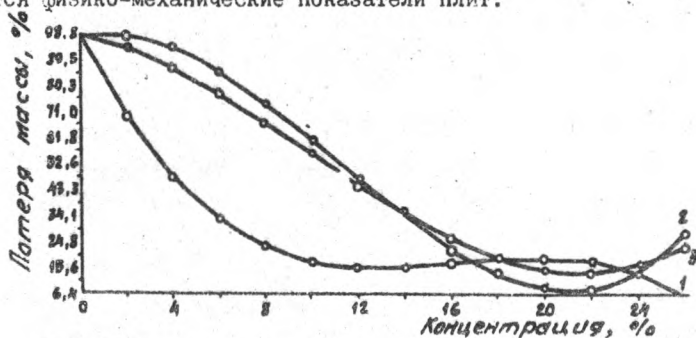


Рис. 1. Потеря массы ДВП в зависимости от концентрации антипирена: 1 - А1; 2 - А2; 3 - А3

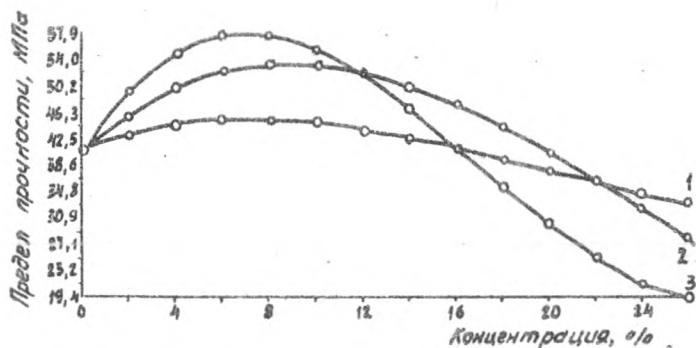


Рис. 2. Влияние концентрации антипирена (1 - А 1, 2 - А 2, 3 - А 3) на прочность ДВП

Прочность ДВП на изгиб возрастает в сравнении с прочностью контрольных плит; причем прослеживается некоторая аналогия в изменении показателя прочности плит с содержанием в огнезащитных составах хлоридов NH_4 и Na . По-видимому, эти соединения играют роль дополнительных отвердителей связующего и при умеренных добавках антипиренов (10...18%) способствуют лучшему отверждению и упрочнению ДВП. При значительных добавках антипиренов (> 20%) и указанных выше компонентов прочность плит падает, что, вероятно, связано с чисто механическим разрушением структуры смолы, вызванным избытком компонентов. Высказанные

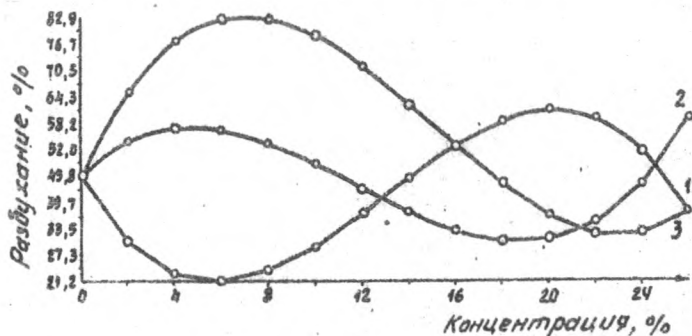


Рис. 3. Влияние концентрации антипирена (1 - А 1, 2 - А 2, 3 - А 3) на разбухание ДВП

предположения подтверждаются величинами плотности рассматриваемых плит. В интервале концентраций, необходимых и достаточных для получения трудногорючих плит (10, 16, 18%), наблюдаются меньшие или сопоставимые с контрольными значения водопоглощения и разбухания плит.

Оценка адекватности зависимостей экспериментальных данных (см. рис. 1 - 3) полиномам 1-3 степеней показала, что процессы изменения прочности, плотности, водопоглощения и разбухания плит в зависимости от концентрации антипиренов могут быть описаны адекватно полиномам 3-й степени. Зависимость потери массы огнезащитенных ДВП следует аппроксимировать другой функцией, в частности, по виду кривой имеет смысл провести аппроксимацию экспоненциальной функцией.

Таким образом, выполненные исследования показали, что отход производства капролактама (плав) может быть с успехом использован для получения антипиренов, которые при невысоком расходе обеспечивают огнестойкость ДВП и не ухудшают их физико-механических свойств.

Существенным преимуществом новых составов является значительно меньшая их стоимость (500...600 руб/т) по сравнению со стоимостью полиэтиленполиаминметилефосфонатов (1350 руб/т.).

Библиографический список

1. А.с. 1074886 СССР, МКИ³ С09 К 3/28. Антипирен для древесных материалов/ В.М. Балакин, В.С. Таланкин, Ю.И. Литвинец и др. (СССР)// Открытия. Изобретения. 1984. №7. С.90.
2. Исследование огнезащитных составов на основе полиизопропанолполиаминометилефосфонатов/ В.М. Балакин, Ю.И. Литвинец, М.А. Токина и др.// Технология древесных плит и пластиков: Мек-вуз. сб. Свердловск, 1989. С.76-81.
3. Леонович А.А., Шалун Г.Б. Огнезащита древесных плит и слоистых пластиков. М.: Лесн. пром-сть, 1974. 128 с.
4. Ахназарова С.Л., Кафаров В.В. Методы оптимизации эксперимента в химической технологии. М.: Высшая школа, 1985. 327 с.

Материал поступил в
редколлегия 29.01.91.