

Научная статья
УДК 678

ВЛИЯНИЕ АНТИПИРЕНА DOPO НА ОГНЕСТОЙКОСТЬ ЛИГНИНСОДЕРЖАЩЕЙ ФЕНОЛЬНОЙ ПЕНЫ

Илья Владимирович Тычинкин¹, Олег Федорович Шишлов², Виктор Владимирович Глухих³

^{1,2,3} Уральский государственный лесотехнический университет,
Екатеринбург, Россия.

¹ ilya.ty4inkin@yandex.ru

² o.shishlov@ucp.ru

³ gluhihvv@m.usfeu.ru

Аннотация. Содержатся сведения об исследовании влияния органического фосфорсодержащего соединения DOPO на огнестойкость лигнинсодержащей фенольной пены. Приведены результаты испытания на огнестойкость фенольной пены с введением в нее 1 %-ного антипирена, а также без него. Отмечено, что фенольная пена карбонизируется в процессе горения, выделяя небольшое количество дыма. Введение антипирена не оказывает значительного влияния на огнестойкость готового материала.

Ключевые слова: фенолформальдегидные смолы, антипирен, DOPO, лигнин, фенольная пена, огнестойкость

Scientific article

THE EFFECT OF DOPO FLAME RETARDANT ON THE FIRE RESISTANCE OF LIGNIN-CONTAINING PHENOLIC FOAM

Ilya V. Tychinkin¹, Oleg F. Shishlov², Viktor V. Glukhikh³

^{1,2,3} Ural State Forest Engineering University, Yekaterinburg, Russia

¹ ilya.ty4inkin@yandex.ru

² o.shishlov@ucp.ru

³ gluhihvv@m.usfeu.ru

Abstract. The article contains information about the study of the effect of the organic phosphorus-containing compound DOPO on the fire resistance of lignin-containing phenolic foam. Fire resistance tests of phenolic foam were carried out with the introduction of 1 % flame retardant into it, as well as without it. It is noted that phenolic foam is carbonized during burn, emits a small amount of smoke. The introduction of 1% flame retardant does not significantly affect the fire resistance of the finished material.

Keywords: phenolformaldehyde resins, flame retardant, DOPO, lignin, phenolic foam, fire resistance

В настоящее время теплоизоляционные материалы, используемые для теплоизоляции наружных стен зданий, в основном включают термопластичные пены, представленные полистиролом, и терморезактивные пены, представленные полиуретаном и фенольной пеной [1].

Фенольная пена – популярный полимерный материал, который используется для теплоизоляции. Благодаря таким качествам, как трудновоспламеняемость с низким содержанием дыма, устойчивость к проникновению пламени, низкая теплопроводность, фенольные пены стали пользоваться большим спросом на рынке в области строительства, нефтехимической промышленности, транспортных средств, судов и аэрокосмической промышленности [2].

Однако фенольная пена имеет низкую механическую прочность, которая является важной характеристикой теплоизоляционного материала. В рамках исследований по повышению механической прочности в пену вводят различные модифицирующие добавки. Так, например, лигнин способен повысить механическую прочность готовой фенольной пены, а также стать заменой дорогостоящего фенола с целью удешевления производства и повышения экологичности готового продукта в рамках «зеленой химии».

Стоит отметить, что введение лигнина способно повысить горючесть фенольной пены, и поэтому целесообразно использование огнезащитных добавок, что является наиболее экономичным подходом для уменьшения горючести фенольной пены.

В последние годы изучение антипиренов, не содержащих галогенпроизводных, становится одним из востребованных направлений использования их в качестве модифицирующих добавок для теплоизоляционных материалов [3].

Среди широкого спектра антипиренов, не содержащих галогенпроизводных, наиболее перспективными считаются антипирены на основе фосфора благодаря их низкой горючести. Антипирен DOPO (9-, 10-дигидро-9-окса-10-фосфафенантрен-10-оксид) является одним из наиболее известных соединений на основе фосфора в качестве антипирена для фенолформальдегидной и эпоксидной смолы [4].

В работе использовали антипирен DOPO (9-, 10-дигидро-9-окса-10-фосфафенантрен-10-оксид). Антипирен представлен в виде белого кристаллического порошка или хлопьев. Он легко растворим в метаноле, этаноле, хлороформе, бензоле, толуоле, хлорбензоле, нерастворим в воде. Основные характеристики антипирена DOPO представлены в табл. 1.

Для того чтобы оценить влияние антипирена на огнестойкость фенольной пены, была выбрана резольная фенолформальдегидная смола, содержащая в своем составе 5 % лигнина, которая используется в производстве вспененных композиционных материалов.

Таблица 1

Показатели антипирена DOPO

Наименование показателя	Концентрация
Содержание Р, %, не менее	14
Чистота, %, не менее	99
Температура плавления, °С	116
Хлор, мг/кг, не более	20
Натрий, мг/кг, не более	30
Цинк, мг/кг, не более	5
Железо, мг/кг, не более	5

Основные характеристики резольной фенолформальдегидной смолы представлены в табл. 2.

Таблица 2

Показатели резольной фенолформальдегидной смолы

Наименование показателя	Концентрация
Условная вязкость при 25 °С, сПз	2150
Массовая доля щелочи, %	0,59
Массовая доля нелетучих веществ (сухой остаток), %	80,4
Массовая доля свободного формальдегида, %	0,82
Массовая доля свободного фенола, %	1,75
Кислотность, рН	6,9–7,1

Для получения фенольной пены использовали резольную фенолформальдегидную смолу, вспенивающий агент и отвердитель. Антипирен в количестве 1 % от общей массы смолы вводили последним на стадии перемешивания. Все компоненты перемешивали в смесителе, а затем загружали в термостатированный ящик и выдерживали при температуре 84 °С в течение 30 минут. Готовый блок фенольной пены оставляли на сутки под вытяжной вентиляцией для устранения запаха и окончательного отверждения.

Для изучения влияния антипирена на огнестойкость фенольной пены из готового блока вырезали образцы размером 250×250×40 мм в количестве трех штук.

Огнестойкость образца оценивали по ГОСТ 30244–94 «Методы испытаний на горючесть». В соответствии с этим стандартом было разработано испытательное устройство для нанесения пламени на поверхность образцов, которые были установлены и надежно закреплены в вертикальном положении с помощью опорной конструкции. Источником воспламенения была стандартная бутановая горелка с регулируемым пламенем, которое подавалось от газового баллона. Горелку помещали на подвижную опору, наклоненную под углом 45° и выровненную по центру испытуемого образца. Опору придвигали ближе к образцу до тех пор, пока горелка не окажется на высоте 4 см от нижнего края образца и на

расстоянии 5 мм от его поверхности. Горелку придвигали к образцу и включали секундомер для фиксирования времени прогорания материала насквозь. Во время испытания визуально отслеживали воспламеняемость и выделение дыма при горении. Данный опыт повторяли для каждого образца [5].

В результате эксперимента было выявлено, что введение небольшого количества антипирена DOPO (1%) не оказывает значительного влияния на огнестойкость фенольной пены. Также было отмечено, что введение антипирена на стадии перемешивания увеличивает вязкость смолы и затрудняет перемешивание всех компонентов.

В ходе испытания трех одинаковых образцов было рассчитано среднее арифметическое время прогорания фенольной пены насквозь. Время прогорания фенольной пены с антипиреном насквозь в сравнении с образцом стандартной фенольной пены представлено в табл. 3.

Таблица 3

Показатели времени до полного прогорания фенольной пены

Наименование показателя	Время, с
Стандартная фенольная пена	85
Фенольная пена с 1 % антипирена	86

Полученные данные свидетельствуют о том, что введение 1 % антипирена не оказывает значительного влияния на огнестойкость фенольной пены.

Список источников

1. Kaihong T., Xiaofeng H., Guiqiu X. Effect of formaldehyde to phenol molar ratio on combustion behavior of phenolic foam // Polymer Testing. 2022. 111 p. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2022.107626>.
2. Pattaraporn S., Sutasinee N.S.T. Comparison of dehydration methods for untreated lignin resole by hot air oven and vacuum rotary evaporator to synthesize lignin-based phenolic foam // Heliyon. 2022, p. 8. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e08769>.
3. Lu X., Yu M., Wang D. Flame-retardant effect of a functional DOPO-based compound on lignin-based epoxy resins/ Materials Today Chemistry. 2021. P. 22. <https://doi.org/10.1016/j.mtchem.2021.100562>.
4. Peng W., Nie S., Xu Y. A tetra-DOPO derivative as highly efficient flame retardant for epoxy resins / Polymer Degradation and Stability. 2021. P. 193. [109715.https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2022.107626](https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2022.107626).
5. Тычинкин И. В., Шишлов О. Ф., Глухих В. В. Влияние полифосфата аммония на огнестойкость лигнинсодержащей фенольной пены // Деревообработка: технологии, оборудование, менеджмент XXI века: труды XVII Международного евразийского симпозиума 13–16 сентября 2022 г. Екатеринбург, 2022. С. 157–161.