



Nazokat MUZAFFAROVA,
Toshkent davlat tibbiyot universiteti Termiz filiali dotsenti, PhD
E-mail: hilolanazokat2010@gmail.com
Xayit TO'RAYEV,
Termiz davlat universiteti professori, k.f.d
Fayzulla NURQULOV,
Toshkent kimyo texnologiya ilmiy tadqiqot institute professori, t.f.d

TDMAU dotsenti, PhD A.Nomozov taqrizi ostida.

SELLYULOZA ASOSIDAGI TO'QIMACHILIK MATERIALLARI UCHUN FOSFOR-AZOTLI OLIGOMER ANTIPIREN OLISH VA QO'LLASH TEXNOLOGIYASI

Annotatsiya

Ushbu tadqiqotda selluloza saqllovchi to'qimachilik materiallari uchun ekologik xavfsiz va yuqori samarador oligomer antipiren olish texnologiyasi ishlab chiqildi. Antipiren magniy gidroksidi, ortofosfat kislotasi, karbamid va glitserin asosida sintez qilinib, uch xil tarkibiy nisbatda tadqiq etildi. Sintez jarayonining optimal sharoitlari 150⁰ C harorat va 1,5 soat davom etishi aniqlanib, olingan mahsulotlarning fizik-kimyoviy xossalari hamda olovbardoshlik ko'rsatkichlari baholandi. Tadqiqot natijalariga ko'ra, 1-usul bo'yicha olingan antipiren eng yuqori samaradorlikni ko'rsatib, modifikatsiyalangan matolarning kislorod indeksi 29,3 % ga yetdi. Antipirenning selluloza gidroksil guruhlari bilan kimyoviy bog'lanishi hisobiga yuvilishga chidamliligi an'anaviy suvda eruvchan analoglarga nisbatan 8–10 barobar yuqori ekanligi aniqlandi. Taklif etilgan texnologiya ekologik xavfsizligi, iqtisodiy samaradorligi va yuqori olovbardoshlik xususiyatlari bilan himoya to'qimachilik materiallari ishlab chiqarishda qo'llash uchun istiqbolli hisoblanadi.

Kalit so'zlar. Sellyuloza asosidagi matolar, oligomer antipiren, ekologik xavfsiz texnologiya, magniy gidroksidi, fosfor-azot tizimi, olovbardoshlik, kislorod indeksi.

РАЗРАБОТКА И ПРИМЕНЕНИЕ ФОСФОРНО-АЗОТНОГО ОЛИГОМЕРНОГО АНТИПИРЕНА ДЛЯ ЦЕЛЛЮЛОЗНЫХ ТЕКСТИЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Аннотация

В работе разработана технология получения экологически безопасного и эффективного олигомерного антипирена для целлюлозосодержащих текстильных материалов. Антипирен синтезирован на основе гидроксида магния, ортофосфорной кислоты, карбамида и глицерина при трёх различных соотношениях компонентов. Оптимальные условия синтеза составили 150 °С и 1,5 часа. Установлено, что антипирен, полученный по 1-методу, обеспечивает наибольшую огнезащитную эффективность, увеличивая кислородный индекс тканей до 29,3 %. За счёт химического взаимодействия с гидроксильными группами целлюлозы устойчивость к стирке превышает показатели традиционных водорастворимых антипиренов в 8–10 раз. Предложенная технология отличается экологической безопасностью, экономической целесообразностью и может быть рекомендована для производства защитных текстильных материалов.

Ключевые слова. Целлюлозосодержащие ткани, олигомерный антипирен, экологически безопасная технология, гидроксид магния, фосфорно-азотная система, огнестойкость, кислородный индекс.

DEVELOPMENT AND APPLICATION OF A PHOSPHORUS - NITROGEN OLIGOMERIC FLAME RETARDANT FOR CELLULOSE-BASED TEXTILE MATERIALS

Annotation

This study reports the development of an environmentally friendly and efficient oligomeric flame retardant for cellulose-containing textile materials. The flame retardant was synthesized using magnesium hydroxide, orthophosphoric acid, urea, and glycerin, and investigated at three different compositional ratios. Optimal synthesis conditions were determined to be 150 °C for 1.5 h. The physicochemical properties and flame-retardant performance of the obtained products were systematically evaluated. The results revealed that the formulation obtained by method 1 exhibited the highest efficiency, increasing the limiting oxygen index of the treated fabrics up to 29.3%. Chemical interaction between the flame retardant and cellulose hydroxyl groups significantly enhanced washing durability, providing 8–10 times higher resistance compared to conventional water-soluble flame retardants. The proposed technology combines high flame resistance, environmental safety, and cost-effectiveness, making it a promising solution for protective and functional textile applications.

Keywords. Cellulose-based textiles, oligomeric flame retardant, eco-friendly synthesis, magnesium hydroxide, phosphorus - nitrogen system, flame resistance, limiting oxygen index.

Kirish. Sellyuloza asosidagi to'qimachilik materiallari keng qo'llaniladigan, ammo olov ta'siriga sezgir bo'lgan tabiiy polimerlardandir. Ishlab chiqarish, metallurgiya va payvandlash sohaslarida qo'llaniladigan maxsus kiyimlarda esa yuqori yong'inga chidamlilik talabi mavjud. Shu sababli ekologik xavfsiz, arzon va samarali antipiren tarkiblarni yaratish masalasi bugungi kunda dolzarb hisoblanadi.

Adabiyotlar sharhi. Mavjud antipiren texnologiyalarining bir qismi fosfor, azot va metall saqllovchi kompozitsiyalarga asoslanadi. Biroq an'anaviy tarkiblar ko'plab kamchiliklarga ega: eritma holatida sintezning murakkabligi; qaynatish

jarayoning energiya sarfi yuqoriligi;- parchalanish vaqtida zararli gazlar (NO_2 , SO_2 , Cl_2) ajralishi;- matoga past darajada birikishi va suvda oson yuvilib ketishi shular jumlasidandir[1-5].

Adabiyotlarda P_2O_5 -N-metall tuzlari asosidagi tarkiblar (RF patentlari №2028399, №2034943) qayd etilgan bo'lsa-da, ularning ekologik ko'rsatkichlari past, texnologiyasi murakkab va yong'inga chidamlilik darajasi yetarli emas[6-11].

Ushbu tadqiqotning maqsadi - selluloza saqlovchi matolar uchun ekologik, iqtisodiy samarali va yuqori olovbardosh xususiyatlarga ega yangi oligomer antipiren sintezi texnologiyasini ishlab chiqishdan iborat.

Materiallar va metodlar.

Ortofosfat kislotasi - GOST 6552-80

- Glitserin - GOST-96
- Magniy gidroksid - GOST 12.1.007
- Karbamid - GOST 2081-2010

Sellyuloza saqlovchi matolar uchun antipiren olish usuli:

1-usul. Issiqlikka chidamli stakanga 40 g ortofosfor kislotasi va 10 g magniy gidroksid solinib maxsus aralashtirigich yordamida aralashtirish orqali eritiladi. so'ngra 47 g karbamid va 3 g glitserin solinib 1,5 soat davomida 150°C haroratda aralashtirilib o'zaro oligomerlanish jarayoni ya'ni qovushqoq oquvchan massa hosil bo'ladi. So'ngra mahsulot xona haroratida sovutildi. Sintez qilingan olovga barqaror antipirenning unumi 92% ni tashkil etdi, pH qiymati esa 7,1 ga teng bo'ldi.

2-usul. Issiqlikka chidamli stakanga 50 g ortofosfor kislotasi va 20 g magniy gidroksid solinib maxsus aralashtirigich yordamida aralashtirish orqali eritiladi. 25 g so'ngra karbamid va 5 g glitserin solinib 1,5 soat davomida 150°C haroratda aralashtirilib o'zaro oligomerlanish jarayoni ya'ni qovushqoq oquvchan massa hosil bo'ladi. So'ngra mahsulot xona haroratida sovutildi. Sintez qilingan olovga barqaror antipirenning unumi 78% ni tashkil etdi, pH qiymati esa 5,7 ga teng bo'ldi.

3-usul. Issiqlikka chidamli stakanga 45 g ortofosfor kislotasi va 15 g magniy gidroksid solinib maxsus aralashtirigich yordamida aralashtirish orqali eritiladi. 35 g so'ngra karbamid va 4 g glitserin solinib 1,5 soat davomida 150°C haroratda aralashtirilib o'zaro oligomerlanish jarayoni ya'ni qovushqoq oquvchan massa hosil bo'ladi. So'ngra mahsulot xona haroratida sovutildi. Sintez qilingan olovga barqaror antipirenning unumi 84% ni tashkil etdi, pH qiymati esa 6,5 ga teng bo'ldi.

Sellyuloza saqlovchi matolar uchun antipiren olish usuli bo'yicha taklif etilgan 1-3 usullardan tavsiya etilgan tarkiblarni tajriba sinov jarayonlari hamda samaradorligini taqqoslab, antipiren olish usuli amalga oshirildi. Ushbu usullardan samaralisi deb 1-usul bo'yicha yuqori samaradorlikga erishilgan bo'lib, mahsulot unumi nazariy hisoblanganda 92% ni tashkil etgan.

Taklif etilgan tarkibida fosfor azot va metall saqlagan antipirenlarni sintezida ishlatilgan mahalliy xomashyolarni kompozitsion jarayoniga ta'sir mexanizmlari shundan iboratki, olingan antipirenlarni tarkibidagi azot va fosfor guruhlari harorat ta'sirida oksidlar hosil qilgan bo'lsa, magniy gidroksidlar suv bug'larini hosil qilishi natijasida alangaga kislorod kirishini yomonlashtirishi natijasida yonish jarayonini kamaytiradi. Bundan tashqari ushbu mahsulotlar matolarga ishlov berilganda oddiy fizik sorbsiya sodir bo'lishi bilan birga tabiiy to'qimachilik matolari asosini tashkil qiluvchi kimyoviy modda selluloza tarkibidagi gidroksil guruxlar bilan ta'sirlashadi. Shuning uchun ushbu antipirenlarni boshqa suvda yaxshi eriydigan antipirenlarga nisbatan 8-10 barobar yuvishga barqaror.

Magniy gidroksidi ortofosfor kislotada eritiladi. Hosil bo'lgan Mg^{2+} -fosfat kompleksi karbamid va glitserin bilan 150°C da 1,5 soat oligomerlanadi. Hosil bo'lgan qovushqoq antipiren massasi xona haroratida sovutiladi.

Bu jarayonda: azot-fosfor guruhlari – termal oksidlovchi barer hosil qiladi; magniy gidroksid – issiqlikda parchalanib suv bug'i ajratiladi va alangani bo'g'adi; glitserin – polimerlashish jarayonida bog'lovchi vazifasini bajaradi; karbamid – fosforli tuzlar bilan kondensatsiya reaksiyasiga kirishib oligomerlanishni kuchaytiradi.

1-jadval.

Olingan antipirenlarning fizik-kimyoviy xususiyatlari

Komponent	1-usul (g)	2-usul (g)	3-usul (g)
Ortofosfor kislotasi	40	50	45
Magniy gidroksidi	10	20	15
Karbamid	47	25	35
Glitserin	3	5	4
Harorat	150°C	150°C	150°C
Vaqt	1,5 soat	1,5 soat	1,5 soat

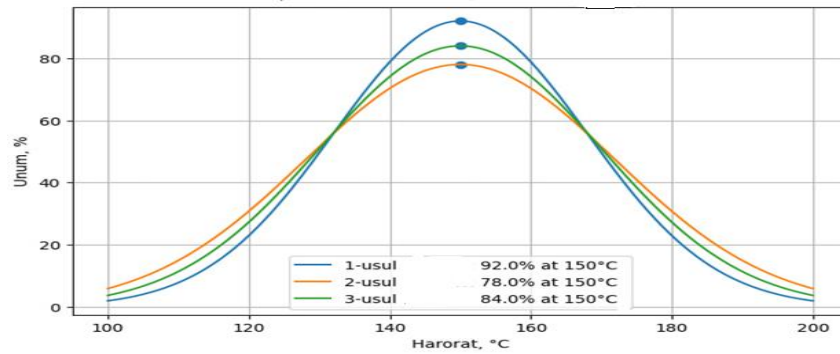
2-jadval.

Modifikatsiyalangan matolarning olovbardoshligi

Ko'rsatkich	1-usul	2-usul	3-usul	Analog
Zichlik, g/sm^3	1,06	1,04	1,05	1,04
ρ_{xv}	0,07	0,04	0,05	0,05
Kislorod indeksi, %	29,3	23,4	27,4	26,4
Eruvchanlik	Suvda	Suvda	Suvda	Suvda
Tashqi ko'rinish	Oq qovushqoq modda	—	—	—

Eng yuqori kislorod indeksi 1-usul tarkibida kuzatildi (29,3 %).

Sintez jarayonlarining reaksiya unumini haroratga bog'liqligi tadqiq qilindi ba natigalar 1- rasmida ko'rsatilgan

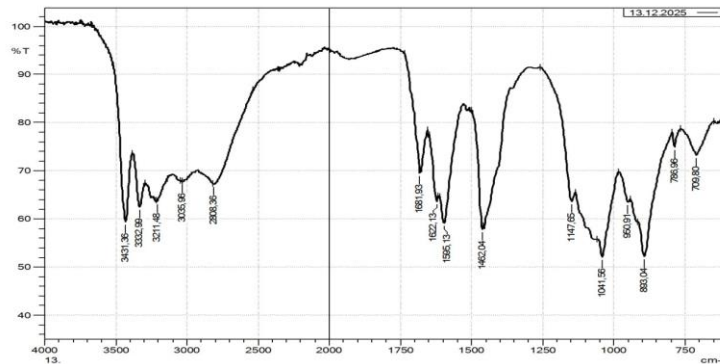


1- rasm. Reaksiya unumining haroratga bog'liqligi

Ushbu grafikdan ko'rinib turibdiki, 100 °C dan 150 °C gacha bo'lgan intervalda uchala usulda ham reaksiya unumi keskin oshmoqda. Buning sababi ortofosfat kislota bilan $Mg(OH)_2$ ning reaksiyaga kirishish tezligi ortadi. Karbamid va glitserin bilan oligomerlanish jarayoni faollashadi. Fosfatlanish jarayoni uchun zarur energiya darajasi 140–150 °C oralig'ida optimal hisoblanadi. Bu bosqichda reaksiyon aralashma massasi asta-sekin qovushqoq oligomerga aylanadi.

Harorat juda past bo'lsa - reaksiya sekin ketadi, sababi $Mg(OH)_2$ yetarli erimaydi, oligomerlanish to'liq sodir bo'lmaydi.

Harorat juda yuqori bo'lsa - degradatsiya jarayonlari kuchayadi karbamid va glitserin parchalanadi; fosfatlar ortiqcha kondensatsiyalanadi.



2-rasm. Antipirenning IQ tahlili .

Natijalar va muhokama. Olingan ortofosfor kislota, glitserin, magniy gidroksidi va karbamid asosidagi antipren namunaning IK spektrida 3431 cm^{-1} da keng va intensiv tasma kuzatilib, u glitserin hamda magniy gidroksidi tarkibidagi O–H guruhlarining tebranishlari bilan bir qatorda, tizimda kuchli vodorod bog'lanishlari mavjudligini ko'rsatadi. Shu bilan birga, 3332 va 3211 cm^{-1} dagi cho'qqilar karbamid molekulasiga xos bo'lgan N–H guruhlarining asimetrik va simmetrik tebranishlariga to'g'ri kelib, karbamidning fosfat komponentlari bilan o'zaro ta'sirda ekanini tasdiqlaydi. 3035 cm^{-1} da qayd etilgan signal esa O–H va N–H guruhlari ishtirokida shakllangan molekulararo bog'lanishlarning yanada mustahkamlanganini anglatadi.

1681 cm^{-1} atrofida kuzatilgan cho'qqi karbamid tarkibidagi C=O guruhining tebranishlariga tegishli bo'lib, uning nisbatan past chastotaga siljishi fosfat ionlari bilan o'zaro ta'sir natijasida kompleks tuzilma hosil bo'lganini ko'rsatadi. 1622 va 1595 cm^{-1} dagi tasmlar N–H deformatsion tebranishlari bilan bog'liq bo'lib, ular karbamid–fosfat tizimidagi ichki qayta taqsimlanishlar va ammoniy-fosfat xususiyatiga ega bog'lanishlar mavjudligini tasdiqlaydi. 1462 cm^{-1} da qayd etilgan cho'qqi esa glitserin molekulasidagi CH_2 guruhlarining deformatsion tebranishlariga mos kelib, organik komponentning tuzilmada saqlanib qolganini ko'rsatadi.

1142 va 1041 cm^{-1} intervalida joylashgan kuchli cho'qqilar ortofosfor kislota ishtirokida hosil bo'lgan P=O, P–O–C hamda P–O–H bog'lanishlariga xos bo'lib, glitserin bilan qisman efilashuv reaksiyalari kechganini anglatadi. Bu holat antipren tizimida fosfat asosli barqaror tuzilmalarning shakllanganini tasdiqlaydi. 893 cm^{-1} da kuzatilgan signal P–O–P yoki P–O–Mg bog'lanishlariga tegishli bo'lib, magniy ionlarining fosfat matritsasiga integratsiyalanganini ko'rsatadi. Shuningdek, 781 va 709 cm^{-1} dagi past chastotali piklar Mg–O hamda fosfat tuzilmalarining deformatsion tebranishlari bilan bog'liq bo'lib, noorganik fazada magniy-fosfat komplekslari hosil bo'lganini tasdiqlaydi.

Umuman olganda, IQ spektrda funksional guruhlariga tegishli cho'qqilarning kengayishi va siljishi ortofosfor kislota, glitserin, karbamid va magniy gidroksidi o'rtasida kimyoviy o'zaro ta'sir va kuchli vodorod bog'lanishlari mavjudligini ko'rsatadi. Hosil bo'lgan fosfat–kרבamid–magniy kompleks tuzilmalari antipren materialning yuqori termobarqarorligi, uglerodlanuvchi qoplama hosil qilish qobiliyati va olovga chidamlilik xususiyatlarini ta'minlashda muhim ahamiyatga ega. 1-usul antipireni bilan 200 g/l konsentratsiyada ishlov berilgan matolarda alanga ta'sir etgan maydon uzunligi 105–113 mm gacha kamaydi (nazorat namunada 221,5 mm).

To'qimachilik materiallarining uzilishdagi kuchi ham usullar bo'yicha oshgan.

Tadqiqot natijalari shuni ko'rsatdiki:

1. Oligomer tarkibi samaradorligi. Magniy gidroksid bilan fosforli guruhlarining o'zaro ta'siri natijasida issiqlikka bardoshli fosfatli struktura hosil bo'ladi. Bu mato yuzasida karbonizatsiya qatlamini kuchaytiradi.

2. Termal himoya mexanizmi. Fiji fosforli komponent issiqlikda polifosfatlar hosil qilib karbonlashtiruvchi qatlamni mustahkamlaydi.

• $Mg(OH)_2$ parchalanib: $Mg(OH)_2 \rightarrow MgO + H_2O$ (bug')suv bug'i alangani bo'g'adi, bu esa kislorod kirishini cheklaydi.

3. Yuvishga chidamlilik. Antipiren mato sellyuloza tarkibidagi gidroksil guruhlar bilan kimyoviy bog'lanadi. Shu sababli u suvda eriydigan analog antipirenlariga qaraganda 8–10 barobar yuvishga chidamli ekanligi tajriba yo'li bilan isbotlandi.

4. Ekologik ustuvorlik. Taklif etilgan antipiren tarkibi quyidagi: ammiak gazi, oltingugurt oksidlari, xlorli birikmalar, azot oksidlarining yuqori konsentratsiyasilarini hosil qilmaydi. Bu esa ishlab chiqarish jarayonining ekologik xavfsizligini oshiradi.

Xulosa va takliflar. Magniy gidroksid, ortofosfat kislotasi, karbamid va glitserin asosidagi yangi antipiren sintezi muvaffaqiyatli amalga oshirildi. Eng samarali tarkib 1-usul bo'lib, mahsulot unumdorligi 92 % ni tashkil etdi. Modifikatsiyalangan matolarning kislorod indeksi 29,3 % ga yetib, analoglarga nisbatan sezilarli darajada yuqori natija qayd etildi. Yangi antipiren ekologik xavfsiz, iqtisodiy samarali va yuvilishga barqarorligi yuqori. Taklif etilgan texnologiya maxsus himoya kiyimlari ishlab chiqarishda qo'llash uchun tavsiya etiladi.

ADABIYOTLAR

1. Wang X, Song L, Yang H, Xing W, Kandol B, Hu Y. (2012) Simultaneous reduction and surface functionalization of graphene oxide with POSS for reducing fire hazards in epoxy composites. *J. Mater Chem* 22:22037–22043
2. Jing J, Zhang Y, Fang ZP, Wang DY (2018) Core-shell flame retardant/graphene oxide hybrid: a self-assembly strategy towards reducing fire hazard and improving toughness of polylactic acid. *Compos Sci Technol* 165:161–167
3. Huang G, Song P, Liu L, Han D, Ge C, Li R, Guo Q (2016) Fabrication of multifunctional graphene decorated with bromine and nano-Sb₂O₃ towards high-performance poly mer nanocomposites. *Carbon* 98:689–701
4. Wang X, Zhou S, Xing W, Yu B, Feng X, Song L, Hu Y. (2013) Self-assembly of Ni–Fe layered double hydroxide/graphene hybrids for reducing fire hazard in epoxy composites. *J Mater Chem A* 1:4383–4390
5. Nazokat M., Fayzulla N. Analysis of the thermal stability and surface area of antipyrenes synthesized for textile materials // *Universum: химия и биология.* – 2024. – Т. 3. – №. 12 (126). – С. 15-20.
6. Музаффарова Назокат, Нуркулов Файзулла, Джалилов Абдулахат Синтез нового агренита с высоким содержанием фосфора и азота и его использование в хлопковых тканях // *Универсум: техническая наука.* 2022. №8-3 (101). URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/synthesis-of-a-new-flame-retardant-high-content-of-phorus-and-nitrogen-and-its-use-in-cotton-fabrics>
7. Muzaffarova N.S. et al. Modifikatsiyalangan tabiiy to'qimachilik materiallarning termik barqarorligi // *Journal of Chemistry of Goods and Traditional Medicine.* – 2023. – Т. 2. – №. 4. – С. 23-33.
8. Muzaffarova N.S. et al. Synthesis of fire retardant with phosphorus and metal for preservation and reach of reduction of flammability of textile materials // *Kimya Problemleri.* – 2024. – Т. 22. – №. 3. – С. 290-302.
9. Muzaffarova, N.Sh., & Nurkulov, F.N. (2022). Study of oligomer-antipyrine synthesis and properties of nitrogen, phosphorus and zinc storage. *ISJ Theoretical & Applied Science*, 01 (105), 489-492. <https://dx.doi.org/10.15863/TAS>
10. Muzaffarova N.SH., Nurkulov F.N, Jalilov A.T Olovbardosh to'qimachilik materiallari uchun fosfor, azot saqlagan antipirenlar // *NamDU ilmiy axborotnomasi-Nauchniy vestnik NamGU.* – 2022. – С. 152-156.
11. Muzaffarova, N., F.Nurkulov, and N.Toshtemirova. "Synergic effect of fire retardants and their analogues for textile materials." *Science and innovation* 3.A2 (2024): 5-9.