**Improvement of combustion resistance epoxy resin using inorganic additives**

**تحسين خواص مقاومة الاحتراق لراتنج الايبوكسي باستخدام مضافات لاعضوية**

د.جليل رهيف عكال عباس حسن فارس

كلية العلوم للبنات / جامعة بغداد وزارة العلوم والتكنولوجيا

|  |
| --- |
| **الخلاصة** في هذا البحث تم استخدام مجموعة من المضافات في تثبيط لهوبيه وزيادة مقاومة اشتعال راتنج الايبوكسي وهذه المضافات هي فوسفات الصوديوم(I)، بارافين مكلور (II)و 50%فوسفات الصوديوم + 50%بارا فين مكلور (III). حيث تم اختيارثلاث طرق قياسية لبيان مدى كفاءة المضافات في اعاقة لهوبية راتنج الايبوكسي وهذه الطرق معتمدة من قبل الجمعية الأمريكية للفحص والمواد (ASTM) وهذه الطرق هي1- طريقة قياس معامل الأوكسجين المحدد (LOI) باستخدام طريقة الفحص المعتمــدة 2863-D : ASTM2- طريقة قياس سرعة الاحتراق (R.B) ومدى الاحتراق (B.E) والزمن اللازم للاحتراق من خلال طريقة الفحص المعتمدة 635-D : ASTM3- قياس أقصى ارتفاع للهب باستخدام طريقة الفحص المعتمدة ASTM:D-3014 . ومن خلال نتائج القياسات أعلاه تبين بان للمضافات ((III, II, I فعالية كبيرة في تثبيط لهوبية وزيادة مقاومة الاشتعال لراتنج الايبوكسي. وكانت كفاءة المضافات في تثبيط اللهوبية ومنع الاحتراق وفقاً للترتيب التالي:- III>II>I وتم في هذا البحث دراسة الفعل التآ زري لفوسفات الصوديوم مع البرافين المكلور.**Abstract**In this work three additives were used as flame retardants in different weight percentage (0,1,3,5,75,10) with epoxy resin and they.1- sodium phosphate ( I)2- Chlorinated paraffin( II )3-sodium phosphate with chlorinated paraffin (50:50) ( III). The study included the following tests in order to know the effectiveness of the used additives to increase the combustion resistance and decrease the flammability of epoxy resin.1-Measurment of limiting oxygen index (LOI) according to ASTM: D-28632-Measurment of rate of burning (R.B) , burning extent (E.B) and burning time(T.B) according to ASTM: D-635 . 3- Measurement of maximum flame height and the residue percentage after burning according to ASTM: D-3014 The reported results indicated that the additives (I,II,III,) were active to inhibit burning and reduce the flammability of epoxy resin. Their effectiveness follows the following order:III> II>I***Keyword:*** Additives; Flammability; Inorganic additives; Epoxy resin; Synergistic action . |

**المقدمة**

خلال العقود القليلة الماضية أصبحللمواد البوليمرية تطبيقات واسعة جداً حيث امتد استعمال هذه المواد والمواد المتراكبةإلىإن شمل معظم جوانب الحياة، ويعد هذا الامتداد والانتشار السريع ظاهرة استثنائية تدل على استمرار وزيادة استخدام هذه المواد مستقبلاً ، وبما إن قسماً من هذه التطبيقات تتضمن التعرض إلى خطر الاشتعال أو الحرائق بوجود نسبة كافية من الحرارة أو وجود مصدر حراري إضافةإلىوجود نسبة كافية من أوكسجين الجو ممـا يزيد مــن مخاطر الحريـق الناشئـة عنهــا. كمــا تختلـف البوليمرات في درجة اشتعالها وقد يعتمد هذا الاختلاف على نوع المادة البوليمرية ومكوناتها ودرجة تعرضها الى مصدرالاشتعال. إن عملية احتراق المواد البوليمرية بوجود مصدر حراري وكمية كافية من أوكسجين الجو تتضمن سلسلة من التغيرات الفيزيائية والكيميائية التي تحدث لكل من البوليمر والمحيط. يمكن تمثيل دوره عملية احتراق البوليمر بالشكل التالي(1).

Polymer

### Pyrolysis

**Non flammablegases :- CO2 , H2O , HBr**

**Flammable**

**gases**

**Combusition**

**Product**

### Conbusition

**Carbonaceous char**

Thermal feed back

+ Q2

- Q1

#### Schematic representation of the flammability cycle

إن الغازات الغير قابلة للاشتعال Non Flammable Gases تخفف من المواد المتطايرة Volatile Materials القابلة للاشتعال وتوفر جواً خاملاً Inert Atmosphere يشكل غطاءاً غازياً بين الأوكسجين والمنطقة المحترقة. أما الفحم Char المتكـون من خلال عملية التحلل الحراري فأنه يشكل عازلً مستقر حرارياً يحمي البوليمر من الحرارة(2،3).

أن عملية الاحتراق تتضمن سلسلة تفاعلات جذور حرة Free-Radical Chain Reaction التي تتضمن خطوات الابتداء Initiation والنمو Propagation والانتهاء Termination . وعلى الرغم من حدوث أنواع مختلفة من التفاعلات أثناء احتراق المادة البوليمرية فأن تفاعلات الجذور الحرة هي السائدة والمعادلات التالية توضح أهم التفاعلات المتسلسلة أثناء الاحتراق(4).

Hydrocarbon Fragment (RH) +

(1-3)

(1-4)

(1-5)

(1-7)

(1-6)

إن الجذور الحرة ( ) تكون الأساس في استمرار اللهب.

وعلى الرغم من إن معظم المواد البوليمرية تمتلك مقاومة ذاتية للاحتراق تحت ظروف معينة من تدفق Flux الحرارة والأوكسجين ، فأنه لتقليل لهوبية البوليمرات بصورة عامة تم استخدام مواد كيماوية كمعوقات للهب Flame - Retardant وهذه المواد أما تكون بشكل مضافات Additives والتي تسمى أيضا بمعوقات اللهب الخارجية External-Flame Retardant وهي عبارة عن مواد كيمياوية غير فعالة تضاف وتمزج مع المواد البوليمرية دون حدوث أي تفاعل كيميائي معها **،**أو تكون كجزء أساسي من تركيب البوليمر وهذا مايطلق عليه بمعوقات اللهب الداخلية(5)Internal-Flame retardant.

## الجزء العملي Experimental

**المواد المستخدمةMaterials**

 **-Aالبوليمر Polymer**

 تم في هذا البحث استخدام راتنج الايبوكسي السائل Epoxy Resin مــن نــوع CY223 وهو من النوع التجاري ، المجهز من شركة سيبا كايكا.

**B- مادة التقسية(المصلب) Curing Reagent (Hardener)**

 تم استخدام مصلب (Hardener) من نوع HY 956المجهز من شركة سيبا كايكا.

**C- معوقات اللهب Flame-Retardant**

تم استخدام مجموعة من المضافات Additives كمعوقات للهب لتثبيط لهوبية راتنج الايبوكسي السائل CY223وهي كما يأتي:-

1- فوسفات الصوديوم Sodium Phosphate Na3PO4. 12H2O مضافI))

 مجهز من قبل الشركة العامة لصناعة الفوسفات في عكاشات وكانت النقاوة هي(96%)

2. بارافين مكلورChlorinated Paraffin مضاف (II)

 مجهز من مركز البحث والتطوير النفطي التابع إلى وزارة النفط وهـي تحتوي على نسبة (70%) كلور.

3. إجراء فعل تآزريSynergistic Effect باستخدام فوسفات الصوديوم والبارافين المكلور مضاف (III)بنسبة (50%:50%)

**تحضير النماذج البوليمرية Preparation Of Polymer Specimen**

 تم تحضير النماذج البوليمرية لراتنج الايبوكسي السائل CY223 والمصلبHY956 والمضافات على شكل ألواح أو رقائق بأبعاد (0.3×13×13) سم من خلال صب Casting هذه المواد في قالب مصنوع من البلاستك وبالأبعاد المذكورة وهذا القالب مستند على قاعدة مصنوعة من البلاستك أيضا.

**تحضير الخلائط البوليمرية مع المضافات:-**

 **راتنج الايبوكسي مع فوسفات الصوديوم**

 تم في البداية تجفيف المادة من الرطوبة من خلال وضعها في فرن(Oven) لمدة ساعتين عند درجة حرارة 120C° ثم أخذت نسب مئوية وزنية معينة%(10 ,7.5,5,3,1,0) من هذه المادة نسبة إلى وزن راتنج الايبوكسي السائل المستخدم قبل إضافة المادة المصلبة. بعد ذلك تضاف هذه النسب من فوسفات الصوديوم تدريجياً إلى نسبة راتنج الايبوكسي السائل ويتم خلطها جيداً باستخدام خلاط ميكانيكي وبعد نهاية الإضافة تستمر عملية الخلط او المزج بالخلاط الميكانيكي لمدة نصف ساعة تقريباً إلى أن يتم الحصول على التجانس المطلوب،وإثناء عملية الخلط يتم إضافة المصلب Hardener المحسوب وزنه إلــى الخليــط (راتنج : مصلب)مع استمرار عملية الخلط لمدة دقائق معدودة وبعد الانتهاء من عملية الخلط يتم صب النموذج في القالب المخصص لذلك وبالتالي نحصل على ألواح أو رقائــق بإبعاد (13 × 13 × 0.3 ) سم جاهزة لأجراء الفحوصات.

**راتنج الايبوكسي مع البارافين المكلور**

 تستخدم نفس الطريقة المستخدمة مع **فوسفات الصوديوم**

**راتنج الايبوكسي مع فوسفات الصوديوم + بارفين مكلور**

 إجراء فعل تآزري باستخدام مضاف مكون من 50%فوسفات الصوديوم و 50% بارافين مكلور وبنسب مئوية وظنية%(10, 7.5, 5, 3, 1, 0) وبإتباع نفس الخطوات المستخدمة في الفقرات السابقة.

طرق الفحص القياسية المستخدمة لقياس إعاقة اللهوبية

 تم اختيار ثلاث طرق قياسية لفحص وقياس كفاءة المواد المستخدمة كمضافات Additives لغرض إعاقة لهوبية Flam Retardance راتنج الايبوكسي السائـل CY223 وهـذه الطــرق معتمـدة مـن قبـل الجمعيـة الأمريكيـة للفحـص والمواد وهذه الطرق هي:-

قياس معامل الأوكسجين المحدد(LOI) باستخدام طريقة الفحص(6)ASTM:D-2863-74

تحضير نماذج الفحص

 تم اخذ ثلاث عينات لكل نموذج من النماذج المحضرة وكــانت هــذه العينات بطول(130±5) ملم وعرض (6.5±0.5) ملم وسمك(3.0± 0.1) ملم.

حساب معامل الأوكسجين المحدد بطريقة الفحص (ASTM: D2863-74

 يتم حساب معامل الأوكسجين المحدد (LOI) اللازم لإنجاز الاختبار من المعادلة التالية:

***N % =*** معامل الأوكسجين المحدد

O2 = سرعة الجريان الحجمية لغاز الأوكسجين سم3 / دقيقة

N2 = سرعة الجريان الحجمية لغاز النتروجين سم3 / دقيقة

**قياس معاملات سرعة الاحتراق – مدى الاحتراق – الزمن اللازم للاحتراق لحين حصول إطفاء ذاتي باستخدام طريقة(8،7) الفحصASTM:D-635**

**تهيئة نموذج الفحص**

 تم اختيار ثلاث عينات على الأقل لكل نموذج وكانت كل عينة بطول 5 ± 125 ملم وعرض 12.5 – 13 ملم وقطر 0.1 ± 3 ملم وجعلت حافات العينة ملساء بعد عملية القطع.


# No. of samples

**المتغيرات المحسوبة بطريقة الفحص(ASTM:D-635)(9)**

1. معدل زمن الاحتراق/ دقيقة Average Time Of Burning (ATB)

 حيث تمثل ∑ المجموع الجبري

1. معدل الحد المحترق/سم Average Extent Of Burning(AEB)

# No.Of Samples

1. سرعة الاحتراق سم/ دقيقة Rate Of Burning (RB)Cm /Min

1. احتمالية حدوث إطفاء ذاتي Self – Extinguishing (SE)
2. عدم استمرار الاشتعال في النموذج بعد إبعاد المصدر الحراري Non Burning (NB) .

6- قياس طول الجزء غيير المحترق (المتبقي) من النموذج عند حصول اطفاء ذاتي (X).

7- الزمن اللازم لاحتراق 100 ملم طولا من النموذج او عند حصول اطفاء ذاتي في النموذج المحترق((T

**قياس ارتفاع اللهب باستخدام طريقة الفحص(10)ASTM:D-3014**

**نموذج الفحص**

 أخـذت عينتان لكــل نموذج بطول 5 ± 125 ملم وعرض 0.1 ± 10 ملم وسمك 0.1± 0.3 ملم وجعلت العينة ملساء بعد عملية القطع.

**المتغيرات المحسوبة**

1. W1 وزن العينة قبل الاحتراق.
2. W2 وزن المادة المفقودة.
3. PWR النسبة المئوية الوزنية المتبقية من الاحتراق.
4. H أقصى ارتفاع يصل إليه اللهب سم.

**النتائج والمناقشة**

 تعتبر الراتنجات الايبوكسيديه من البوليمرات المتصلبة حرارياً سريعة الالتهاب والاشتعال مقارنة مع بعض البوليمرات الأخرى من نفس الصنف ، حيث تشير الأدبياتبأن معامل الأوكسجين المحدد (LOI) لراتنج الايبوكسي يبلغ (19.8) مقارنة مع راتنج ميلامين - فورمالدهايد Melamin - Formaldehyde Resin الذي يعتبر بطيء الاشتعال ويبلغ معامـل الأوكسجين المحدد (LOI) له (42.8) وراتنج الفينول - فورمالدهايد Phenol - Formaldehyde Resin الــذي يبلــــغ إل (LOI) له (35.0 ) والبولـــي استــر (20.6)(11).

إن راتنج الايبوكسي يمتاز بلهوبية Flammability اقل من بعض البوليمرات المطاوعة للحرارة مثل البولي اثلين الذي يبلغ معامل الأوكسجين المحدد له (LOI) (17.4) والبولي ستايرين (18.1)(11).

 ونظراً للاستخدامات المتعددة والواسعة وفي كل جوانب الحياة لراتنج الايبوكسي استخدمت الكثير من المركبات الكيميائية لزيادة مقاومته للاحتراق مثــل مركبات الهالوجين المختلفـةكمركبات البروم والكلور وبالتاكيد فأن مركبات البروم اكثر كفاءة من مركبات الكلور على الرغم من النسبة المئوية الوزنيه للكلور بحدود %26-30 بينما تكون النسبة المئوية الوزنية للبروم هي بحدود %13-15 . وقد تستخدم مركبات الهالوجين بمفردها او مــن خلال العمل ألتآزري مع ثالث اوكسيد الانتيمون. كذلك استخدمـت مركبات الفسفوربمفردها او من خلال العمل التازري مع المركبات النايتروجينية او المركبات الهالوجينية. عموماً يمكن زيادة الاستقرارية الحرارية لراتنج الايبوكسي من خلال زيادة الاروماتية (Aromaticity) او التراكيب الحلقية (Cyclic Ring Stricture) فــي سلسلة الراتنج(12).وفي بحثنا هذا فقد أظهرت نتائج الفحوصات القياسية ASTM بان للمضافات (I،II،III )كفاءة جيدة في إعاقة وتثبيط لهوبية راتنج الايبوكسي.

**الظروف المثلى لاعلى كفاءة في اعاقة احتراق راتنج الايبوكسي**

 لغرض معرفة الظروف المثلى التي تظهرها المضافات( I ، II ، III )في تثبيط لهوبية وزيادة مقاومة احتراق راتنج الايبوكسي لابد من استعراض النتائج التي تم الحصول عليها من إجراء الفحوصات القياسية وكما يأتي:-

**Measurement of Limiting Oxygen Index (LOI) قياس معامل الأوكسجين المحدد**

 تعتبر هذه الطريقة من طرق الفحص القياسية المهمة والتي تستخدم بشكل واسع في قياس كفاءة معوقات اللهب ويمثل معامل الأوكسجين المحدد (LOI) ، نسبة الأوكسجين في مزيج غازي الأوكسجينوالنتروجين الموجهة إلى عمود النموذج المحترق واللازمة لاستمرار اشتعال النموذج لفترة أكثر من ثلاث دقائق او لمسافة50 ملم على الاقل. وقد اوجد كل من فينمور Fennimore ومارتن Martin هذه الطريقة في أواخر عام1960 م(13).

ويبين الشكل رقم(1) العلاقة بين LOIوالنسبة الوزنية للمظافاتزيادة معامل الأوكسجين المحدد (LOI) مع زيادة النسبة المئوية الوزنية للمضافات في راتنج الايبوكسي وان زيادة معامل الأوكسجين المحدد (LOI)تدل على انخفاض لهوبية راتنج الايبوكسي حيث تعمل المضافان على تكوين جو خامل في منطقة

الجدول رقم 1 يبين نتائج فحوصات معامل الأوكسجين المحدد بطريقةالفحص القياسية ASTM:D-2863 لراتنج الايبوكسي مع نسب مختلفة من المضافات

مختلفة من المضافات

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| III | II | I | Types Of Additives Additives % |
| 21.13 | 20.95 | 20.05 | 1 |
| 22.45 | 22.00 | 21.55 | 3 |
| 23.54 | 22.86 | 22.51 | 5 |
| 25.11 | 23.93 | 22.99 | 7.5 |
| 25.53 | 25.00 | 24.95 | 10 |

 LOI FOR Epoxy Resin Without Additives =19.5



شكل (3-1)

العلاقة بين معامل الأوكسجين المحدد (LOI) والنسبة المئوية الوزنية للمضافات

اللهب بسب تكون غازات مثل CO2 وH2O يؤدي إلى تقليل ومنع وصول الأوكسجين اللازم لاستمرار الاشتعال. ويبين الجدول رقم (1) نتائج قياس معامل الأوكسجين المحدد LOI)) لراتنج الايبوكسي باستخدام المضافات المختلفة وعند نسب مئوية وزنية تتراوح من %1 - %10 والتي من خلالها يمكن الاستنتاج على إن كفاءة المركبات المضافة في زيادة معامل الأوكسجين المحدد (LOI) تكون وفق الترتيب التالي

III >II>I

إن النتائج المدونة في الجدول تتطابق مع استنتاجات كل من فرتز Fretz وكرين Green حيث لوحظ إن معامل الأوكسجين المحددة (LOI) لراتنج الايبوكسي بدون استخدام أي مضافات هو 19.8 ، وعند استخدام مضاف بنسبة %50 ألومينا(Al2O3) فأن معامل الأوكسجين المحدد هو 25 . وان استخدام بعض مركبات الفسفور العضوية وبنسب مئوية وزنية تتراوح من % 5-%26 فأن معامل الأوكسجين المحــدد يتراوح بين 30.4 -34.3 (14),(15). يتضح من نتائج فحوصات معامل الأوكسجين المحدد لراتنج الايبوكسي وباستخدام المضافات (( III, II , Iفي بحثنا هذا بأن فعاليتها في تثبيط لهوبية وزيادة مقاومة اشتعال راتنج الايبوكسي ومن خلال كمية الأوكسجين اللازمة لاستمرار اشتعال راتنج الايبوكسي لمدة ثلاث دقائق أو استمرار اشتعال النموذج بطول 50 ملم على الأقل تزداد بزيادة النسبة المئوية الوزنية للمضافات مما يدل على فعالية هذه المركبات في الاعاقة مقارنة بما مدون في الأدبيات. فمعامل الأوكسجين المحدد لراتنج الايبوكسي لوحدة يبلغ 19.5 ، في حين أصبح معامل الأوكسجين المحدد (LOI)25.53عند استخدام %10 من المركب IIIكمضاف لتثبيط اللهب. ان زيادة معامل الأوكسجين المحددة (LOI) لراتنج الايبوكسي الحاوي على نسب مختلفة من المضافات. يمكن أن تعزى إلى تحرير هاليد الهيدروجين (HCl) الذي يعمل على إزالة الجذور الحرة الفعالة في سلسلة اللهب وكذلك يعمل على تثبيط عملية التجزئة الحرارية التي تحدث في مقدمة اللهب بسبب فعلها المؤثر في التقليل من كمية الحرارة المتولدة من اللهب. بالإضافة إلى ذلك تكوين مجموعة مـن الغــازات الغير قابلــة للاشتعال Non-Flammable Gases مثل H2O ، CO2 ، و CO التي تخفف من المواد المتطايرة القابلة للاشتعال وتوفير جو خامل يشكل غطاء بين الأوكسجين والمنطقة المحترقة. أما الفحم Char المتكون من التحلل الحراري Thermal Analysis فانــه يشكـل عازلاً يحمـي البوليمر من الحرارة.

**قياس سرعة انتشار اللهب بطريقة ASTM: D-635**

**Measurment Of Rate Of Burning (R.B) ,According To ASTM: D-635**

أظهرت نتائج قياس سرعة انتشار اللهب انخفاضاً كبيراً في سرعة الاشتعال (RB) بالنسبة لراتنج الايبوكسي ، وهذا ماهو واضح فـي الجــداول (2)، (3) و (4) وتم قياس سرعة انتشار اللهب لنماذج راتنج الايبوكسي بدون مضافات وباستخدام المضافات وحسب طريقة الفحص القياسية ASTM:D-635 وهذا الانخفاض في سرعة انتشار اللهب يتناسب عكسياً مع زيادة النسبة المئوية الوزنية للمواد المضافة الى راتنج الايبوكسي أي انها تنخفض بشكل ملحوظ مع زيادة نسبة هذه المضافات وهذا مايشير إليه الشكل رقم (2).

لقد أثبتت القياسات التي تم اجراوءها بان أفضل نسبة فعالة للمواد المضافة لتثبيط لهوبية راتنج الايبوكسي كانت %10 بالنسبة للمركب I والمركبII ، حيث إن هذه النسبة أدتإلى حدوث إطفاء ذاتي لراتنج الايبوكسي بعد (2.00) دقيقة للمضافI من إبعاد المصدر الحراري . وكانت سرعة انتشار اللهب 1.26 سم / دقيقة للمركب I وكما موضح بالجدول رقم (2).

أما بالنسبة للمضافIIفكانت النسبة 10%أيضا هي الفعالة حيث حدث إطفاء ذاتي للنموذج بعد1.44 دقيقة وكانت سرعة انتشار اللهب 1.07سم/دقيقة وكما موضح بالجدول رقم(3)، أما المركب III فقد اظهر فعالية عالية في تثبيطلهوبية راتنج الايبوكسي عند نسبة 7.5% و10.%فقد حدث إطفاء ذاتي للنموذج عند نسبة7.5% بعد 2.03 دقيقة من إبعاد المصدر الحراري وكانت سرعة الاشتعال 1.01 سم /دقيقة وكذلك عند النسبة 10%أيضا حصل إطفاء ذاتي للنموذج بعد 2.11 دقيقة من إبعاد المصدر الحراري وكانت سرعة الاشتعال 0.90 سم/دقيقة وكما موضح بالجدول رقم(4). مما تقدم يمكن القول بان كفاءة المضافات المستخدمة في تثبيط سرعة انتشار اللهب في راتنج الايبوكسي التسلسل التالي:

III > II > I

وهذه النتائج تتفق مع النتائج التي تم الحصول عليها من قياس معامل الأوكسجين المحــدد ( LOI). يمكن تفسير ذلك اعتماداً على تركيب هذه المضافات حيث نلاحظ إن فعالية المضاف IIIيمكن أن تعزى إلى الفعل التازري للبرافين الكلور مع فوسفات الصوديوم حيث يعتمد ذلك على وجود نسبة عالية من الهالوجين (70% كلور) ، إضافةإلى تحرير مجموعة من الغازات الغير قابلة للاشتعال H2O,CO,CO2 والفحم الكربونيCarbonaceous Char وكــل ذلك يؤدي إلى حجز الأوكسجين عن المادة البوليمرية وبالتالي يساهم في إيقاف الاشتعال أو تقليل اللهوبية.

 ومن خلال تجارب قياس سرعة انتشار اللهب فأن هناك مجموعة من العوامل التي تؤثر على دقة نتائج حساب سرعة انتشار اللهب بطريقة الفحص القياسية ASTM: D - 635 ومن أهمها :-

1. حجم وشكل النموذج.
2. مقدار الطاقة الحرارية المتولدة من المصدر الحراري وزاوية تسليط اللهب.
3. دقة حساب الوقت وحساب طول الجزء المحترق.



الجدول( 2) نتائج فحوصات سرعة الاحتراق ، مدى الاحتراق ، الزمن اللازم للاحتراق بطريقة الفحص القياسية ASTM:D-635 لراتنج الايبوكسي مع نسب مختلفة من فوسفات الصوديوم(I)

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 10 | 75 | 5 | 3 | 1 | NON | Additives% |
| 2.50 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | AE B cm |
| 2.00 | 7.0 | 6.55 | 5.91 | 5.53 | 5.12 | ATB min |
| 1.26 | 1.428 | 1.53 | 1.69 | 1.81 | 1.95 | R.B cm/min |
| Yes | - | - | - | - | - | S.E |
| - | - | - | - | - | - | N.B |

لجدول(3) نتائج فحوصات سرعة الاحتراق ، مدى الاحتراق ، الزمن اللازم للاحتراف بطريقة الفحص القياسية ASTM: D - 635 لراتنج الايبوكسي مع نسب مختلفة من البرافين المكلور(II)

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 10% | 7.5% | 5% | 3% | 1% | NON | Additives% |
| 2.14 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | AE B cm |
| 1.44 | 7.45 | 6.93 | 6.11 | 5.84 | 5.12 | ATB min |
| 1.07 | 1.34 | 1.44 | 1.63 | 1.71 | 1.45 | R.B cm/min |
| Yes | - | - | - | - | - | S.E |
| - | - | - | - | - | - | N.B |

الجدول (4) نتائج الفحوصات سرعة الاحتراق ، مدى الاحتراق ، الزمن اللازم للاحتراق بطريقة الفحص القياسية ASTM: D - 635 لراتنج الايبوكسي مع نسب مختلفة 50%فوسفات الصوديوم + %50 بارفين مكلور III)).

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 10 | 7.5 | 5 | 3 | 1 | NON | Additives% |
| 1.4 | 2.02 | 10 | 10 | 10 | 10 | AE B cm |
| 2.11 | 2.03 | 7.14 | 6.81 | 6.12 | 5.12 | ATB min |
| 0.90 | 1.01 | 1.40 | 1.46 | 1.63 | 1.95 | R.B cm/min |
| Yes | Yes | - | - | - | - | S.E |
| - | - | - | - | - | - | N.B |

جدول (5) بعض الصفات الفيزيائية لراتنج الايبوكسي

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Type of Resin | DGEBA | DGEBF |
| Color | Pale yellow | White |
| Epoxy equiv wt | 189.3 | 254 |
| n | 0.13 | 0.11 |
| Tg C° | -24 | 38 |
| Tm C° | - | 137 |
| Char yield at 700C° N2% | 2.4 | 21.4 |

**قياس أقصى ارتفاع للهب بطريقة الفحص ASTM:D-3014**

##### Measurment Of Flame Highet (H), According To ASTM:D-3014

يعتبر قياس أقصى ارتفاع يصل أليه اللهب إثناء الاحتراق وحساب النسبة المئوية ألوزنية للمادة المتبقية من الاشتعال من طرق الاختبار القياسية المستخدمة لمعرفة كفاءة المواد المضافة(16). ويظهر الشكل رقم (3) قياسات ارتفاع اللهب الناتج من احتراق نماذج راتنج الايبوكسي مع نسب مختلفة من المضافاتIII, II , I يتناسب عكسياً مع زيادة النسبة المئوية للمضافات المستخدمة مع راتنج الايبوكسي.

إن الانخفاض في ارتفاع اللهب هو نتيجة لفعالية المضافات المستخدمة في تثبيط تفاعلات سلسلة اللهب من خلال إعاقة سلسلة تفاعلات الأكسدة وذلك بإزالة الجذور الحرة الفعالة (HOO, O , OH , H) والتي تعتبر مهمة في استمرار اشتعال المادة البوليمرية بالإضافةإلى ذلك فعاليتها في تقليل كمية الأجزاء الهيدروكاربونية المتدفقة إلى منطقة اللهب والناتجة إثناء التجزئة الحرارية لراتنج الايبوكسي. ان هذه العوامل مجتمعة سوف تعمل على منع انتشارا للهب وخفض ارتفاعه وحدوث إطفاء ذاتي للمادة المحترقة. كذلك تمت ملاحظة بأن النسبة المئوية للمادة المتبقية من احتراق نماذج راتنج الايبوكسي تكون اكبر ما يمكن عند النسبة %1 من المضافات ثم تبدأ بالانخفاض عند النسبة المئوية الأعلى ، ولكن بصورة عامة تكون النسبة المئوية للمادة المتبقية من احتراق راتنج الايبوكسي مع المضافات عند كافة النسب أعلى من النسبة المئوية للمادة المتبقية من احتراق راتج الايبوكسي بدون مضاف وسبب ذلك ان المضافات في البحث تتجزأ حرارياً وتتطاير الى منطقة اللهب. مما تقدم إن الجداول(6),(7)و(8) يمكن الاستنتاج على إن كفاءة المضافات في إعاقة وتثبيط لهوبية راتنج الايبوكسي يتبع الترتيب الأتي :-

 III > II>I

 وهذا يتطابق مع الفحوصات الأخرى التي تمت مناقشتها.



شكل (3-3) العلاقة بين ارتفاع اللهب (H) والنسبة المئوية الوزنية للمضافات

الجدول (6) نتائج فحوصات أقصى ارتفاع للهب في راتنج الايبوكسي بطريقة الفحص القياسية ASTM :D : 3014 مع نسب مختلفة من المركب I

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| H | PWR | W2 | W1 | TestAdditives% |
| 12 | 67.85 | 1.45 | 4.51 | NON |
| 11 | 73.21 | 1.37 | 5.11 | 1 |
| 10.5 | 73.87 | 1.35 | 5.19 | 3 |
| 9.0 | 72.77 | 1.44 | 5.28 | 5 |
| 8.5 | 70.89 | 1.56 | 5.36 | 7.5 |
| 7.0 | 68.93 | 1.69 | 5.44 | 10 |

الجدول (7) نتائج فحوصات أقصى ارتفاع للهب في راتنج الايبوكسي بطريقة الفحص القياسية ASTM :D : 3014 مع نسب مختلفة من المركبII.

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| H | PWR | W2 | W1 | TestAdditives% |
| 12 | 67.85 | 1.45 | 4.51 | NON |
| 10.5 | 73.90 | 1.24 | 4.92 | 1 |
| 10 | 73.42 | 1.33 | 5.00 | 3 |
| 9.0 | 72.47 | 1.40 | 5.08 | 5 |
| 8.5 | 71.77 | 1.45 | 5.15 | 7.5 |
| 6.5 | 70.46 | 1.55 | 5.24 | 10 |

الجدول (8) نتائج فحوصات أقصى ارتفاع للهب في راتنج الايبوكسي بطريقة الفحص القياسية ASTM :D : 3014 مع نسب مختلفة من المركب III .

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| H | PWR | W2 | W1 | TestAdditives% |
| 12 | 67.85 | 1.450 | 4.51 | NON |
| 9.5 | 77.13 | 1.19 | 5.22 | 1 |
| 7 | 76.23 | 1.26 | 5.30 | 3 |
| 6.5 | 75.59 | 1.33 | 5.45 | 5 |
| 4.5 | 74.37 | 1.42 | 5.54 | 7.5 |
| 3.5 | 73.01 | 1.52 | 5.62 | 10 |

**الاستنتاجات Conclusions**

1- ان المضافات (, III , II , I) المستخدمة كانت كفوءة بشكل كبير في اعاقة لهوبية ومنع احتراق راتنج الايبوكسي وان هذه الكفاءة تتبع الترتيب التالي :-

III > II > I

2- ان الفعل التآزري Synergstic Action بين فوسفات الصوديوم والبرافين المكلور اعطى نتائج جيدة في اعاقة لهوبية راتنج الايبوكسي مقارنة مع المضافين الاخرين

3- يزداد معامل الاوكسجين المحدد (LOI) لراتنج الايبوكسي بصورة اضطرادية بزيادة النسبة المئوية الوزنية للمضافات.

1. تقل سرعة الاشتعال (R.B) لراتنج الايبوكسي بزيادة النسبة المئوية الوزنية للمضافات.
2. ينخفض ارتفاع أللهب بزيادة النسبة المئوية الوزنية للمظافات.

**Refrence**

1. A.R. Harrocks , D. price , and M.thne , J. Appl. Polym. Sci, 34, 1901(1987).
2. B.G. Factor, J. Chem .Educ , 51, 453 (1974
3. Y. P. Khanna and E.M. pearce,AcsSymp. Ser, 285, 305 (1985).
4. E.G. Yaqup; Fire Protection HandBook",16thEdn,National Protection Association Quiney Mass (1986).
5. Jha . N.K. ,misra , A.C. and bajaj, p., flame retadanants for Polypropylene Jms. Rev Macromol. Chem. Phys , C24(1),69-116 (1984).
6. Anuual Book Of Astm , Part , 35 (1983).
7. AnuualBook Of ASTM Standard , Vol 08-04 (1984)
8. AnuualBoolkOf ASTM Standard Part. , 35 , (1983)
9. AnuualBook Of ASTM Standard Vol. 08-02 , (1986)
10. Anuual Book Of ASTM Part., 35 (1976)

11-A.C. Small, M. Rogers, L. Sterner, T. Amos, and A.Johnson, “A Novel Non-Halogenated Flame Retardantfor Composite Materials”, Composites Research Journal,1, 12, (2007).

12-A.C. Small, T. Plaisted, M. Rogers, F. Davis, and L.Sterner, “A Non-Halogenated Flame Retardant Additive for Pultrusion”, Composites Research Journal, 2, 15,(2008).

13-J. Sheu and J. Meeks, “Methods for flame-retarding and products produced therefrom”, U.S. Pat.6,290,887 (2001).

14-J. Reilly, W. Grilliot,& M. Grilliot, “Protective pad for protective garment”, U.S. Pat.6,317,889 (2001).

15-Sorathia, “Fire Performance of Composites”,SAMPE 2006 (May 2006).

16-U. Sorathia and I. Perez, “Navy R&D Programs for Improving the Fire Safety of Composite Materials”, in Fire and Polymers - IV, C. Wilkie and G. L. Nelson Eds.(2006).