

文章编号:1673-9981(2022)02-0275-07

微胶囊膨胀石墨对 EPDM/PP 阻燃性能影响的研究

陈胜,岑兰,李泽洋,陈伟杰,杜兵华,张二帅

(广东工业大学材料与能源学院,广东 广州 510000)

摘要: 为了提高可膨胀石墨在聚合物中的阻燃效率及其与聚合物的界面相容性,含磷聚氨酯可作为可膨胀石墨的有效界面改性剂。以三羟甲基氧化磷和甲苯-2,4-二异氰酸酯为反应原料,采用溶剂法制备了含磷聚氨酯微胶囊膨胀石墨。利用红外光谱和扫描电镜表征含磷聚氨酯微胶囊膨胀石墨的结构。采用极限氧指数和 UL-94 垂直燃烧、热重分析及电子拉力机等表征手段,研究了含磷聚氨酯微胶囊膨胀石墨对 EPDM/PP 热塑性弹性体阻燃性能、热稳定性和力学性能的影响。实验结果表明:含磷聚氨酯成功包覆在可膨胀石墨表面形成微胶囊膨胀石墨,含磷聚氨酯微胶囊膨胀石墨能明显提高 EPDM/PP 的阻燃性能;当含磷聚氨酯微胶囊膨胀石墨的添加量为 30% 时,氧指数约达 25%,UL-94 垂直燃烧达到 V-0 等级,700 °C 时的残碳率约为 20.4%;相比可膨胀石墨,添加 30% 的含磷聚氨酯微胶囊膨胀石墨后的 EPDM/PP 复合材料的最大热分解温度达 450 °C,提高了约 8%。含磷聚氨酯微胶囊膨胀石墨的加入能有效降低阻燃剂对 EPDM/PP 热塑性弹性体的力学性能的破坏,添加了 30% 的含磷聚氨酯微胶囊膨胀石墨复合材料的综合性能最好。

关键词: 三羟甲基氧化磷;聚氨酯;膨胀石墨;阻燃性能;力学性能

中图分类号: TB324

文献标志码: A

引文格式: 陈胜,岑兰,李泽洋,等. 微胶囊膨胀石墨对 EPDM/PP 阻燃性能影响的研究[J]. 材料研究与应用,2022,16(2): 275-281.

CHEN Sheng, CEN Lan, LI Zeyang, et al. Effect of Microencapsulated Expandable Graphite on the Flame Retardant Properties of EPDM/PP[J]. Materials Research and Application, 2022, 16(2): 275-281.

乙烯-丙烯-二烯共聚物/聚丙烯(EPDM/PP)热塑性弹性体是弹性体市场增长最快的部分,其兼具热固性弹性体的弹性及机械性能,同时还兼顾热塑性的塑料熔融加工性^[1]。因其质轻、成本低、容易快速成型且可以回收利用,所以广泛应用于汽车、线缆、建筑、家用电器等行业中。但是由于 EPDM/PP 为烯烃结构,极易燃烧并产生大量烟雾和有害气体,从而限制了其应用范围,因此提高其阻燃性非常关键^[2]。

目前,关于 EPDM/PP 热塑性弹性体的阻燃体系主要包括无机阻燃体系、膨胀阻燃协效体系等^[3]。膨胀石墨(EG)是一种高效的膨胀型阻燃剂,在聚合物中常用作发泡剂^[4]。膨胀石墨(EG)是一种特殊的石墨层间化合物,在高温下 EG 的层间化合物会

分解,沿轴向对石墨层产生排斥力,导致 EG 在轴向上剧烈膨胀数百倍,形成“蠕虫状”膨胀石墨^[5-6]。虽然膨胀石墨有良好的阻燃效果,但其松散的炭层结构不能有效发挥物理保护作用。大多数添加型阻燃剂与聚合物基体相容性差,造成力学性能降低,通常用有机聚合物改性包覆阻燃剂以改善其与聚合物基体之间的相容性^[7-8]。现在越来越多的研究人员^[9]关注含磷阻燃剂与 EG 配合使用,目的是为了消除 EG 膨胀的“爆米花效应”,提高阻燃性能。一些文献^[10-11]也报道了膨胀石墨和磷系阻燃剂之间有着协同阻燃作用。Qi 等^[12]研究发现,用 9,10-二氢-9-氧杂-10-磷杂菲-10-氧化物(DOPO)对膨胀石墨(EG)进行表面改性,形成有机界面改性的膨胀石墨(MEG),从而制备了一系列不同 MEG 含量的阻燃

收稿日期:2021-11-24

基金项目:东莞市引进创新科研团队计划项目

作者简介:陈胜(1993-),男,湖北仙桃人,硕士研究生,主要研究方向为高分子材料阻燃改性应用研究,E-mail:cs909251373@163.com。

聚丙烯(PP)复合材料,研究表明,添加30%的MEG到PP中后氧指数达到25.3%,UL-94垂直燃烧符合V-0等级,同时改善了界面相容性,提高了力学性能。到目前为止,很少有文献报道通过含磷聚合物微胶囊包覆膨胀石墨(EG)来提高阻燃性能和改善与聚合物基体的相容性。

通过三羟甲基氧化磷(THPO)和甲苯-2,4-二异氰酸酯(TDI)反应包覆可膨胀石墨(EG),制备了含磷聚氨酯微胶囊膨胀石墨(MEG),同时研究了MEG对EPDM/PP热塑性弹性体的性能影响。通过红外光谱(FTIR)、扫描电子显微镜(SEM)表征MEG结构,通过垂直燃烧(UL-94)、氧指数(LOI)、热重分析(TG)研究了EPDM/PP复合材料的阻燃性能和热稳定性。采用电子拉伸试验机和SEM,研究了EPDM/PP复合材料的力学性能及断面形貌。

1 实验部分

1.1 实验原料

热塑性弹性体TPV(EPDM/PP)为实验室自制。可膨胀石墨(EG),粒径为178 μm ,青岛富瑞特石墨有限公司生产。三羟甲基氧化磷(THPO),纯度94%,湖北鑫润德化工有限公司生产;甲苯-2,4-二异氰酸酯(TDI),纯度98%,广东银旭科技有限公司生产。1,4-二氧六环和烷基酚聚氧乙烯醚(OP-10),均为大茂化学试剂厂生产;二月桂酸二丁基锡(DBTDL),阿拉丁公司生产。

1.2 设备、仪器

设备:转矩流变仪,XSS-300,上海科创橡塑机械设备有限公司;平板硫化机,HY-25TS,上海恒驭仪器有限公司;电热恒温鼓风干燥箱,9076A,精宏设备公司;高精度拉力试验机,A1-7000M,高铁检测仪器有限公司。

仪器:傅里叶红外光谱仪,IS10,梅特勒托利多有限公司;热重分析仪,TGA-2,梅特勒托利多有限公司;垂直燃烧测试仪,CZF-3,炯雷仪器公司;极限氧指数测试仪,PDF-60B,德瑞克仪器公司;扫描电镜,S-3400N-II,日立高新技术公司。

1.3 含磷聚氨酯微胶囊膨胀石墨(MEG)的制备

在装有搅拌器、温度计和冷凝管的500 mL四口烧瓶中分别加入40 g的烘干的膨胀石墨(EG)、150 mL的1,4-二氧六环、3.28 g的三羟甲基氧化磷

(THPO)和0.8 g的烷基酚聚氧乙烯醚(OP-10),升温至60 $^{\circ}\text{C}$ 搅拌15~20 min,再缓慢滴加6.72 g的甲苯-2,4-二异氰酸酯(TDI)和0.3 g的二月桂酸二丁基锡(DBTDL),待反应5~8 h后冷却至室温,然后过滤并用去离子水洗涤,最后在100 $^{\circ}\text{C}$ 鼓风干燥箱烘干12 h,得到含磷聚氨酯微胶囊膨胀石墨(MEG),其中含磷聚氨酯记为PU。

1.4 EPDM/PP复合材料的制备

将EPDM/PP,EG(或MEG)和抗氧剂1010,按一定比例加入转矩流变仪中熔融共混(共混温度180 $^{\circ}\text{C}$ 、转矩转速50 $\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$ 、共混时间10 min),然后将共混物在平板硫化机上模压成型(温度180 $^{\circ}\text{C}$,压力20 MPa),再冷压开模得到试样,最后制得不同规格的标准测试样条。制备EPDM/PP复合材料所用配方的比例列于表1。

表1 EPDM/PP复合材料的配方
Table 1 The formulation of EPDM/PP composites

样品	含量 $w/\%$			
	EPDM/PP	EG	MEG	1010
EP-TPV	100	0	0	0.3
EP-TPV-EG20	80	20	0	0.3
EP-TPV-EG25	75	25	0	0.3
EP-TPV-EG30	70	30	0	0.3
EP-TPV-MEG20	80	0	20	0.3
EP-TPV-MEG25	75	0	25	0.3
EP-TPV-MEG30	70	0	30	0.3

1.5 性能测试与结构表征

红外光谱(FTIR)分析,将适量干燥样品与KBr混合压片进行测试,扫描波数为4000~400 cm^{-1} 。热重(TG)分析,在 N_2 气体流速为20 $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 下,称取样品质量5~10 mg置于坩埚中,测试温度范围40~700 $^{\circ}\text{C}$,升温速度20 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 。垂直燃烧测试(UL-94),根据ASTM D3801标准进行测试,样品尺寸130 mm \times 13 mm \times 3 mm,每组配方测五个样品。极限氧指数测试(LOI),根据ASTM D2863标准进行测试,样品尺寸100 mm \times 6.5 mm \times 3 mm,每组配方测五个样品。通过扫描电镜观察试品的断裂表面,利用X射线能谱仪(SEM-EDS)对试品表面进行元素能谱扫描。力学性能测试,根据GB/T 528-2009标准进行测试,测试速度为500 $\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$,每组样品测试5根,然后取平均值。

2 结果与讨论

2.1 膨胀石墨微胶囊前后的红外分析

为了验证膨胀石墨表面是否存在含磷聚氨酯, PU, MEG 和 EG 的红外光谱图如图 1 所示。从图 1 可见:在 3420 cm^{-1} 处主要是 EG 表面的 O—H 的吸收峰;微胶囊改性后的膨胀石墨(MEG)出现了一些新峰,在 1730 cm^{-1} 处是聚氨酯中的羰基(C=O)伸缩振动吸收峰, 1535 cm^{-1} 处是氨基甲酸酯基(—NHCOO—)中—NH 弯曲振动吸收峰,在 1220 和 1065 cm^{-1} 处是 P=O 伸缩振动吸收峰, 757 cm^{-1} 处是 P—C 伸缩振动吸收峰。以上结果表明,含磷聚氨酯存在于膨胀石墨的表面。

2.2 膨胀石墨微胶囊前后的表面微观形貌

膨胀石墨(EG)和含磷聚氨酯微胶囊膨胀石墨(MEG)在不同放大倍数下的微观表面形态如图 2 所示。从图 2(a)和图 2(b)可见,EG 的形状为椭圆

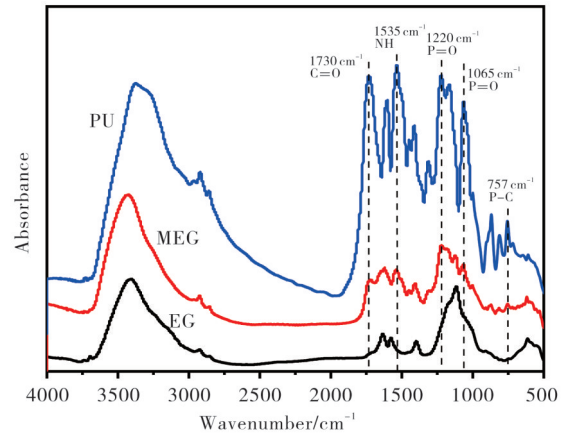
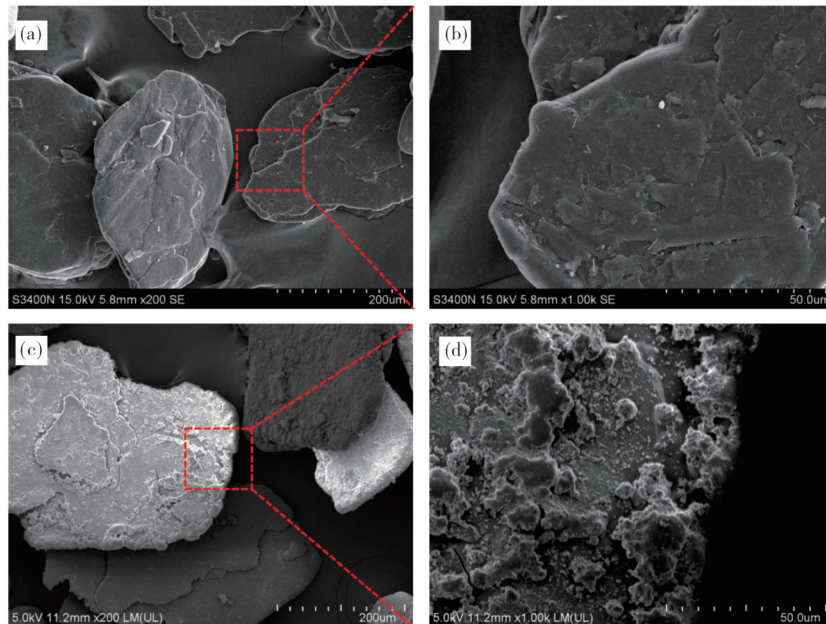


图 1 PU、MEG 和 EG 的红外光谱图

Fig. 1 Infrared spectrum of PU, MEG and EG

片状,表面有一些更小石墨碎片,整体表面比较光滑。从图 2(c)和图 2(d)可见,经含磷聚氨酯包覆后的 MEG,其颗粒形状不规则、表面粗糙,大量细小的含磷聚氨酯颗粒粘附在表面。



(a)及(b)分别为EG微观形貌和局部放大图;(c)及(d)分别为MEG微观形貌和局部放大图。
(a), (b) micromorphology and local magnification of EG; (c), (d) micromorphology and local magnification of MEG.

图 2 EG 和 MEG 的微观形貌及局部放大图

Fig. 2 Micromorphology and local magnification of EG and MEG

通过 EDS 对 EG 和 MEG 表面进行元素分析,各元素含量列于表 2。由表 2 可知:膨胀石墨(EG)除了含有 C 元素外,还含有 N 和 O 元素;MEG 除了 C、N 和 O 元素外,还含有 P 元素,且 C 元素含量大幅降低,N 和 O 元素有一定升高。以上结果也说明,含磷聚氨酯存在于膨胀石墨表面。

表 2 EG 和 MEG 的表面元素分析

Table 2 Analysis of surface elements of EG and MEG

样品	w/%			
	P	N	O	C
EG	0	0.441	16.387	83.172
MEG	7.537	8.448	25.135	58.879

2.3 EPDM/PP复合材料的阻燃性能

复合材料 EP-TPV/EG 和 EP-TPV/MEG 随 EG 或 MEG 含量变化,极限氧指数(LOI)和 UL-94 垂直燃烧等级列于表 3。从表 3 可以看出:纯 EP-TPV 的氧指数仅为 17.5%,极易燃烧,燃烧时伴随大量浓烟和熔滴,没有达到任何垂直燃烧等级;随着 EG 或 MEG 含量的增加,复合材料 EP-TPV/EG 和 EP-TPV/MEG 的氧指数不断提高,当 MEG 和 EG 分别添加等量份数时,复合材料 EP-TPV/MEG 的氧指数和垂直燃烧等级比复合材料 EP-TPV/EG 要

高,其中 EP-TPV-EG30 及 EP-TPV-MEG30 的氧指数分别为 23.6% 和 25%,而 UL-94 垂直燃烧级别分别为 V-1 和 V-0 等级。这主要是由于复合材料中 EG 受热会形成膨胀“蠕虫”炭层,阻止热量的传递和可燃气体的释放,同时由于 MEG 表面的含磷聚氨酯在受热时分解产生磷酸类物质会促进炭的生成,并且磷酸类物质会使石墨“蠕虫”粘附在一起,使得覆盖在复合材料表面的炭层更加连续紧密,从而进一步提高炭层的隔热隔氧的效果,表明添加 MEG 能更加有效改善 EPDM/PP 热塑性弹性体的阻燃性能。

表 3 EPDM/PP 复合材料的氧指数和垂直燃烧数据

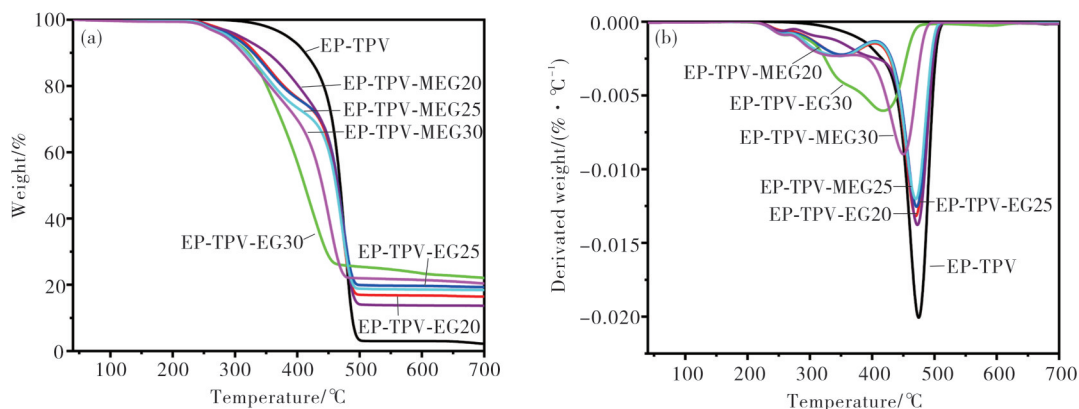
Table 3 Oxygen index and vertical combustion data of EPDM/PP composites

样品	LOI/%	UL-94(样条厚度 3 mm)	是否有熔滴
EP-TPV	17.5	NR	有
EP-TPV-EG20	22.5	NR	有
EP-TPV-EG25	23.0	NR	有
EP-TPV-EG30	23.6	V-1	无
EP-TPV-MEG20	23.1	NR	有
EP-TPV-MEG25	24.5	V-1	无
EP-TPV-MEG30	25.0	V-0	无

2.4 复合材料 EPDM/PP 的热稳定性

不同 EG 含量和 MEG 含量的复合材料 EPDM/PP 在 N_2 气氛中的 TG 曲线和 DTG 曲线如图 3 所示。从图 3 可见:EP-TPV 的最大热失重率对应温度为 474 $^{\circ}C$,在 700 $^{\circ}C$ 下的残炭仅为 2.2%;当添加 EG 或 MEG 时,复合材料 EPDM/PP 的残炭率明显提高,并且随着 EG 或 MEG 添加量的增加,复合材

料 EPDM/PP 的质量损失 5% 对应的温度 $T_{(5\%)}$ 逐渐降低,其中 MEG 与 EG 等量添加时,EPDM/PP/MEG 体系质量损失 5% 对应的温度略低,主要是由于 MEG 表面包覆的含磷聚氨酯初始分解温度要先于 EG 的分解。复合材料 EPDM/PP 热失重大致可分为两个过程:第一阶段, T_{max} 为 340~355 $^{\circ}C$,主要是 EG 受热后分解出 SO_2 和 CO_2 气体及 H_2O 导致的失



(a) TG 曲线; (b) DTG 曲线。
(a) TG curves; (b) DTG curves.

图 3 EPDM/PP 复合材料的热稳定性

Fig. 3 Thermal stabilities of EPDM/PP composites

重;第二阶段, T_{\max} 为 470 °C 左右, 主要为聚合物 EPDM/PP 基体的分解, 其中 EP-TPV-EG30 只有一个明显最大热失重速率的温度, 可能是由于 EG 添加量大, EG 分解与 EPDM/PP 分解界线不够明显。EPDM/PP/MEG 体系第一热失重阶段, EP-TPV-MEG20 的第一阶热失重峰不够明显, 可能由于 MEG 添加量少时含磷聚氨酯与 EG 的缓慢分解协同形成炭层, 同时还未大量开始分解的熔融 EPDM/PP 基体有吸收热量作用, 从而延迟快速分解; 当 MEG 添加量为 20% 和 30% 时, 第一阶热失重峰稍微明显一些, 可能是由于含磷聚氨酯分解形成的炭层不足以抑制大量 EG 热分解产生的气体的释放。

复合材料 EPDM/PP 的热失重相关详细数据列于表 4, 其中 $T_{(5\%)}$ 为复合材料热失重率 5% 时所对应的温度, T_{\max} 为复合材料热失重率达到极大值时所对应的温度。由表 4 可知, 复合材料 EP-TPV-MEG30 的最大热分解温度 T_{\max} 比复合材料 EP-TPV-EG30 明显要高, 说明添加足够量 MEG 后在燃烧时能形成足够的有效炭层保护, 提高 EPDM/PP 复合材料的热稳定性。添加 MEG 的复合材料在 700 °C 下的残炭率比添加 EG 的复合材料略低, 由于最终的残留物主要贡献还是来自于无机粒子 EG。

2.5 EPDM/PP 复合材料的力学性能

EPDM/PP 添加 EG 和 MEG 后的复合材料 EPDM/PP 力学性能列于表 5。由表 5 可知, EG 和

表 4 EPDM/PP 复合材料的热失重数据

Table 4 Thermal weightlessness data for EPDM/PP composites

样品	$T_{(5\%)}/^{\circ}\text{C}$	$T_{\max}/^{\circ}\text{C}$	Residue at 700 °C/%
EP-TPV	384	474	2.2
EP-TPV-EG20	308	353,470	16.4
EP-TPV-EG25	296	351,471	19.3
EP-TPV-EG30	286	418	22.1
EP-TPV-MEG20	303	473	13.7
EP-TPV-MEG25	290	349,470	18.4
EP-TPV-MEG30	283	344,450	20.4

MEG 阻燃剂的加入对 EPDM/PP 的力学性能有较大影响, 随着 EG 或 MEG 含量的增加, EPDM/PP 复合材料的拉伸强度、100% 定伸强度、断裂伸长率和撕裂强度逐渐降低, 主要由于无机粒子 EG 尺寸大, 与聚合物基体相容性差且容易出现团聚, 导致聚合物形成应力集中, 使力学性能大幅下降; 纯 EP-TPV 的拉伸强度为 8.2 MPa, 当 EG 添加量为 20%、25% 和 30% 时, 拉伸强度分别下降了 32%、41% 和 57%; 当 MEG 添加量为 20%、25% 和 30% 时, 拉伸强度分别下降了 28%、39% 和 45%。相比 EG, 添加 MEG 对 EPDM/PP 基体材料的力学性能的破坏程度要小, 主要由于 MEG 表面包覆的含磷聚氨酯和聚合物基体有一定的相容性, 使得 MEG 在 EPDM/PP 基体中分散性也会更好。

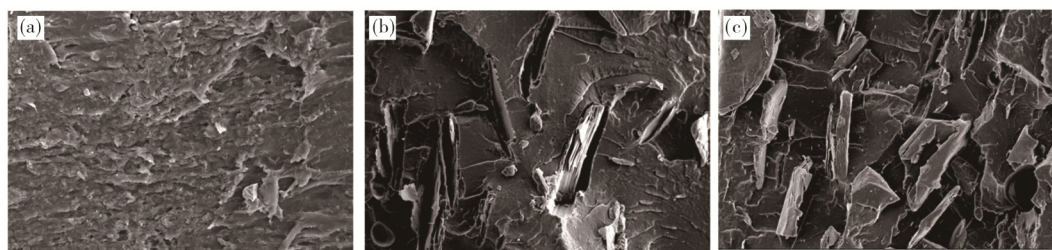
表 5 EPDM/PP 复合材料的力学性能

Table 5 Mechanical properties of EPDM/PP composites

样品	拉伸强度/MPa	100% 定伸/MPa	断裂伸长率/%	撕裂强度/(N·mm ⁻¹)
EP-TPV	8.2	6.2	603	25.2
EP-TPV-EG20	5.6	3.8	484	18.9
EP-TPV-EG25	4.8	3.1	392	15.2
EP-TPV-EG30	3.5	2.1	281	10.3
EP-TPV-MEG20	5.9	3.8	496	19.2
EP-TPV-MEG25	5.0	3.4	401	16.0
EP-TPV-MEG30	4.5	2.9	312	11.4

图 4 为 EPDM/PP 及其复合材料的断面微观形貌图。从图 4(a) 纯 EP-TPV 的断面微观形貌可以看出, 聚合物两相连续相容性好。从图 4(b) 和图 4(c) 可见: EG 与聚合物基体相容性较差, 形成很多

EG 粒子被拔出孔洞; 相比 EG 来说, MEG 与聚合物基体相容性会更好, 牢牢地嵌入与基体紧密结合, 表明加入 MEG 对 EPDM/PP 复合材料的力学性能损失程度比添加 EG 要略小一些。



(a)EP-TPV;(b) EP-TPV-EG30;(c) EP-TPV-MEG30.

图4 EPDM/PP及其复合材料的断面微观形貌

Fig. 4 The section morphology of EPDM/PP and its composites

3 结论

(1)以三羟甲基氧化磷(THPO)和甲苯-2,4-二异氰酸酯(TDI)反应形成的含磷聚氨酯成功包覆在EG表面。相比未包覆的膨胀石墨(EG),微胶囊化膨胀石墨(MEG)能很好提高EPDM/PP热塑性弹性体的阻燃性能,MEG添加量30%时EPDM/PP复合材料的极限氧指数(LOI)约为25%,UL-94垂直燃烧达到V-0等级。

(2)EG添加量30%时,EPDM/PP复合材料的最大热分解温度为418℃;MEG添加量为30%时,EPDM/PP复合材料的最大热分解温度为450℃,表明添加一定量的MEG能提高聚合物基体热稳定性。

(3)相比EG,添加MEG能适当减缓膨胀石墨阻燃剂对EPDM/PP基体的力学性能的破坏程度。

参考文献:

- [1] LOPATTANANON N, WALONG A, SAKAI T. Influence of incorporation methods of ATH on microstructure, elastomeric properties, flammability, and thermal decomposition of dynamically vulcanized NR/PP blends[J]. *Journal of Applied Polymer Science*, 2018, 135(18):46231-46244.
- [2] WANG Z, ZHAO Y, JIANG J. Study on flame retardancy of EPDM/PP thermoplastic vulcanizates[J]. *Henan Chem Ind*, 2012, 20: 14-15.
- [3] WANG N, XU G, WU Y, et al. The influence of expandable graphite on double-layered microcapsules in intumescent flame-retardant natural rubber composites [J]. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2016, 123(2): 1239-1251.
- [4] CHEN X, ZHUO J, SONG W, et al. Flame retardant effects of organic inorganic hybrid intumescent flame retardant based on expandable graphite in silicone rubber composites[J]. *Polymers for Advanced Technologies*, 2014, 25(12): 1530-1537.
- [5] XI W, QIAN L, HUANG Z, et al. Continuous flame-retardant actions of two phosphate esters with expandable graphite in rigid polyurethane foams [J]. *Polymer Degradation and Stability*, 2016, 130: 97-102.
- [6] SOBOLCIAK P, KARKRI M, AL-MAADED M A, et al. Thermal characterization of phase change materials based on linear low-density polyethylene, paraffin wax and expanded graphite [J]. *Renewable Energy*, 2016, 88: 372-382.
- [7] WANG B, SHENG H, SHI Y, et al. Recent advances for microencapsulation of flame retardant [J]. *Polymer Degradation and Stability*, 2015, 113: 96-109.
- [8] WANG N, WU Y, MI L, et al. The influence of silicone shell on double-layered microcapsules in intumescent flame-retardant natural rubber composites [J]. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2014, 118(1): 349-357.
- [9] ZHENG Z, LIU Y, DAI B, et al. Fabrication of cellulose-based halogen-free flame retardant and its synergistic effect with expandable graphite in polypropylene [J]. *Carbohydrate Polymers*, 2019, 213: 257-265.
- [10] ACUNA P, LIN X, SANTIAGO CALVO M, et al. Synergistic effect of expandable graphite and phenylphosphonic-aniline salt on flame retardancy of rigid polyurethane foam [J]. *Polymer Degradation and Stability*, 2020, 179: 109274-109283.
- [11] XI W, QIAN L, CHEN Y, et al. Addition flame-retardant behaviors of expandable graphite and [bis-(2-hydroxyethyl) aminol-methyl-phosphonic acid dimethyl ester in rigid polyurethane foams [J]. *Polymer Degradation and Stability*, 2015, 122: 36-43.
- [12] QI F, TANG M, WANG N, et al. Efficient organic-inorganic intumescent interfacial flame retardants to prepare flame retarded polypropylene with excellent performance [J]. *Rsc Advances*, 2017, 7(50): 31696-31706.

Effect of Microencapsulated Expandable Graphite on the Flame Retardant Properties of EPDM/PP

CHEN Sheng, CEN Lan, LI Zeyang, CHEN Weijie, DU Binghua, ZHANG Ershuai
(School of Materials and Energy, Guangdong University of Technology, Guangzhou 510000, China)

Abstract: In order to improve the flame retardant efficiency of expandable graphite in the polymer and its interface compatibility with the polymer, phosphorous polyurethane can be used as an effective interface modifier of expandable graphite. Phosphorous polyurethane microencapsulated expanded graphite was prepared by solvent method using tris (hydroxymethyl) phosphine oxide and toluene 2, 4-diisocyanate as reaction materials. The structure of microencapsulated expanded graphite was characterized by infrared spectroscopy and scanning electron microscopy. The effects of phosphorous polyurethane microencapsulated expanded graphite on flame retardancy, thermal stability and mechanical property of EPDM/PP thermoplastic elastomers were studied by limiting oxygen index, UL-94 vertical combustion, thermogravimetric analysis and electronic tensile machine. The experimental results showed that phosphorus polyurethane was successfully coated on the surface of expandable graphite to form the microencapsulated expandable graphite, which could significantly improve the flame retardant of EPDM/PP. With addition of 30 wt. % of microencapsulated expandable graphite, the oxygen index reached around 25%, the vertical combustion of UL-94 reached V-0 grade, and the char residue rate was around 20.4% at 700 °C. Compared with the expandable graphite, the maximum thermal decomposition temperature of EPDM/PP composite with 30 wt. % of microencapsulated expandable graphite was 450 °C, which was increased by around 8%. The mechanical properties of EPDM/PP thermoplastic elastomer could be effectively reduced by adding microencapsulated expandable graphite. Comprehensive analysis of flame retardant and mechanical properties of composite materials showed that, the composite materials could achieve the best performance when 30 wt. % of microencapsulated expandable graphite was added.

Key words: tris (hydroxymethyl) phosphine oxide; polyurethane; expanded graphite; flame retardant performance; mechanical property

(学术编辑:孙文)