



C₆₀/Al(OH)₃复配用于HDPE阻燃的研究

韩黎刚^[1,2], 赵丽萍^[1,2], 郭正虹^[2], 方征平^[1,2]

1. 浙江大学高分子科学与工程学系, 高分子合成与功能构造教育部重点实验室, 杭州 310027
2. 浙江大学宁波理工学院高分子材料与工程研究所, 宁波 315100

研究背景

- 1、HDPE是一种性能优良的热塑性材料, 但是易燃烧; Al(OH)₃是一种较好的阻燃剂, 但是存在填充量大、相容性差等缺点。
- 2、C₆₀具有超高的自由基捕捉能力, 能对聚烯烃的热性能以及燃烧性能产生很大的影响
- 3、硅烷偶联剂KH-550是一种简单有效的化学表面改性剂, 在阻燃剂和基体间形成了一种良好的界面, 同时又提高了Al(OH)₃和C₆₀的分散性, 从而产生较好的协同效果。

改进实验

在此基础上, 使用KH-550作为相容剂改善C₆₀的分散性。在Al(OH)₃乙醇悬浮液中加入一定比例的KH-550乙醇溶液和C₆₀, 在70℃下搅拌1.5 h, 抽滤烘干得到所需阻燃复配体系。然后按原方法进行共混制样, 具体配方如表2所示。

Table 2 HDPE / Al(OH)₃/C₆₀/KH-550 formulation

编号	HDPE	Al(OH) ₃	C ₆₀	KH-550
1	100	120	/	/
2	100	118	1	1
3	100	116	2	2
4	100	114	3	3

初步实验

前期选用HDPE与Al(OH)₃共混测试垂直燃烧以及氧指数变化, 确定较为有效的比例为100:120, 在此基础上进一步添加不同比例的C₆₀进行测试。各样品的配方以及垂直燃烧和氧指数测试结果如表1所示。

Table 1 HDPE / Al(OH)₃/C₆₀ formulation and vertical combustion, limiting oxygen index test

编号	HDPE	Al(OH) ₃	C ₆₀	垂直燃烧 (UL-94)	氧指数 (%)
1	100	120	/	/	26.7
2	100	119.4	0.6	V-0	27.7
3	100	118.8	1.2	V-0	28.2
4	100	118.2	1.8	V-1	28.0
5	100	117.6	2.4	V-1	28.4

随着极少量C₆₀的加入, 体系的垂直燃烧结果明显提高, 主要体现在燃烧时间的缩短, 由无等级上升至V-0级, 随着加入量的增多降至V-1级。氧指数的变化趋势也是在极少量C₆₀的加入下提高比较明显, 而后逐渐稳定在28.2上下。从表观上来看, C₆₀的加入正如之前所预想, 在较大程度上捕捉了聚合物降解产生的大量自由基, 形成较稳定的交联网络, 从而提高体系的阻燃性能。

燃烧测试

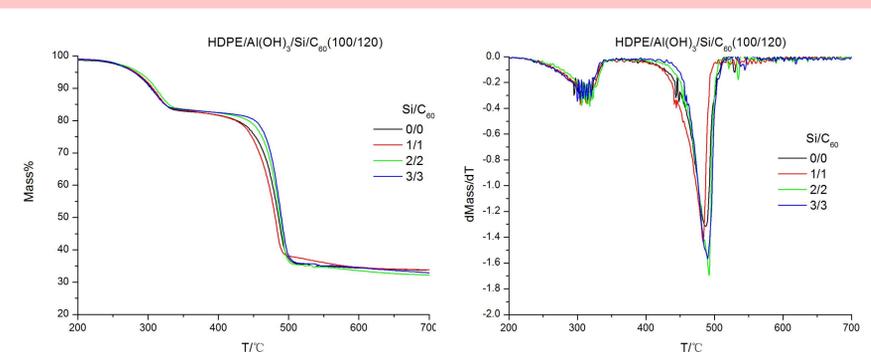
Table 3 vertical combustion and limiting oxygen index test

Si-C60	0/0	1/1	2/2	3/3
垂直燃烧	/	V-0	V-0	V-0
LOI	26.6	27.9	28.0	28.0

加入KH-550后, 垂直燃烧的结果又有了较大的提高, 加入3份C₆₀后仍能保持V-0级别, 这个提高主要体现在燃烧时间的进一步缩短, 而氧指数则基本与原来持平。可见利用KH-550后HDPE / Al(OH)₃/C₆₀的分散性有了一定的提升。

热重分析

Fig. 2. TG and DTG curves of KH-550 modified HDPE / Al(OH)₃/C₆₀ blend samples



从图2中可以发现, 通过KH-550改性后, 加入C₆₀可以使HDPE的初始分解温度明显提高, 在加入3/3份的KH-550和C₆₀后初始分解温度由原来的436℃提高到456℃, 可见C₆₀的加入使得初期分解产生的自由基被大量捕捉限制在固相内, 形成交联结构, 起到了一定的阻隔作用, 从而在较大程度上提高了体系的阻燃性能。后期由于高温下交联结构被破坏, 阻燃失效, 基体大量分解, 从而在DTG上产生了比纯样更大的分解峰峰值。

热重分析

Fig. 1. TG and DTG curves of direct mixing samples of HDPE / Al(OH)₃/C₆₀

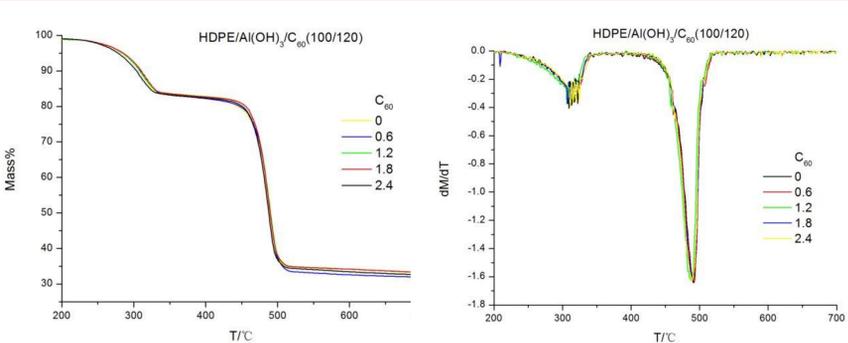


图1为N₂氛围下的热失重曲线。图中300℃左右的失重峰为Al(OH)₃的脱水, 500℃左右的失重峰为HDPE的分解。5个样品的TG曲线和DTG曲线都高度的重合, 很难发现C₆₀的加入对基体热分解的影响。宏观效果显著但微观取样效果不明显, 极有可能是因为C₆₀混合不均匀, 分散性较差。