有机蒙脱土对环氧树脂阻燃性能的影响

王 志[1,2]，孙 冬[1,2]，张 旭[1,2]，曲 芳[1,2]，陈 健[1,2]

（1.沈阳航空航天大学 辽宁省飞机火爆防控及可靠性适航技术重点实验室，辽宁 沈阳 110136；
2.沈阳航空航天大学 安全工程学院，辽宁 沈阳 110136）

摘 要：以环氧树脂（EP）为基体，蒙脱土（MMT）为添加剂，使用溶液共混法制备了有机蒙脱土改性环氧树脂（OMMT/EP）材料，研究了OMMT的含量对环氧树脂阻燃性能的影响。实验结果显示：在环氧树脂中添加一定质量分数的蒙脱土，材料的阻燃性能得到了提高。OMMT质量分数为5%时，氧指数较基体材料提高了7.6%。OMMT质量分数3%为时，材料的热释放速率峰值较纯环氧树脂材料降低了40.9%；OMMT的加入对材料的生烟速率也有一定的抑制作用。OMMT质量分数为1%时，材料的终止分解温度较纯环氧树脂材料提高了7%，600 ℃下的残碳率为4.97%，而纯环氧树脂的残炭率为0.55%，表明OMMT的加入显著地提升了其材料的成炭能力。

关键词：OMMT；EP；锥形量热分析；热重分析；阻燃性能

中图分类号：X932，TQ314.248 **文献标志码**：A

文章编号：1009-0029(2018)10-1404-03

环氧树脂是一种热固性树脂，其化学性质稳定、电绝缘性能良好、收缩率极低、生产成本比较低，在涂料、轻工、建筑、机械、航天航空等领域得到广泛使用。由于环氧树脂属于易燃材料，使用前要对其进行阻燃处理。

蒙脱土是具有天然纳米结构的硅酸盐，生产成本较低，获取渠道广泛，且具有良好的力学性能和热稳定性。蒙脱土可以促进炭层的形成，使燃烧后的降解产物不容易从环氧树脂中释放，避免燃料持续向燃烧区域输送。有关研究表明，蒙脱土可以提高环氧树脂的阻燃性能。

笔者采用溶液共混工艺制备了不同蒙脱土含量的环氧树脂材料，通过氧指数、锥形量热和热重测试方法，分析了蒙脱土的含量对环氧树脂阻燃性能的影响。

1 实验部分

1.1 主要原料

十二烷基苯磺酸钠，分析纯；浓硝酸，分析纯；有机蒙脱土（OMMT），硅烷偶联剂（KH-550），分析纯；Araldite LY1564SP环氧树脂。

1.2 主要设备及仪器

FTT0242型锥形量热仪；FTT型氧指数仪。DGX-9243型鼓风干燥箱；XMTD-204型数显式电热恒温水浴锅；FA2204B型电子天平；SB-5200DNT型超声波清洗机；DZX-6090B型真空干燥箱；DTG-60AH型热重分析仪。

1.3 试样制备

称取一定量的OMMT（钠基）、硅烷偶联剂（KH-550）、分散剂（十二烷基苯磺酸钠）、无水乙醇，倒入烧杯中，超声分散30 min，然后称取一定量的环氧树脂，加入之前的烧杯中，并搅拌均匀，继续超声分散30 min。将混合溶液放于90 ℃的电热恒温水浴锅中煮沸，直至无水乙醇挥发较为完全时取出烧杯。观察混合液是否含有较多气泡，如果溶液中出现较多气泡则需要真空脱泡。经过1 h真空脱泡后，再以环氧树脂与固化剂的质量比为100∶34称取固化剂，向溶液中加入固化剂并慢慢搅拌均匀，将混合液浇注到涂好脱模蜡并预热的模具中，放入80 ℃的鼓风干燥箱中，干燥5 h脱模。添加OMMT的质量分数分别为0、1%、3%、5%、7%。

1.4 性能测试

氧指数测试，测试材料的阻燃性能，样品尺寸为80 mm×10 mm×4 mm。锥形量热测试，测试材料的阻燃性能，样品尺寸为100 mm×100 mm×4 mm。热重分析测试，测试材料的热稳定性，样品质量为3～5 mg；每组取3个试样，并计算平均值。

2 结果与讨论

2.1 锥形量热分析

2.2.1 热释放速率

采用热辐射功率为25 kW/m^{2}的热辐射强度对不同样品的燃烧特性进行测试，得到了不同样品的热释放速率（HRR），如图1所示。

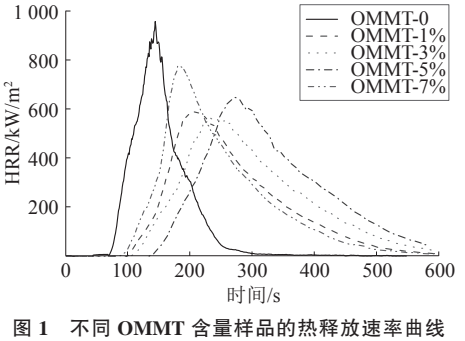

图1 不同OMMT含量样品的热释放速率曲线

由图1可以看出，纯环氧树脂的HRR在点然后迅速升高，并在140 s左右达到峰值948 kW/m^2。与纯环氧树脂相比，OMMT改性环氧树脂的点燃的时间明显变长，并且在点然后达到HRR的峰值的时间也是相应加长，而且

基金项目：辽宁省自然科学基金项目

HRR 的峰值明显出现下降，OMMT 的质量分数为 1%时，其 HRR 为 586 kW/m²。OMMT 的质量分数为 3%时，其 HRR 的峰值为 560 kW/m²，是所有组份里峰值最低的，与纯环氧树脂的峰值相比下降了 40.9%，但当 OMMT 的质量分数继续增加时，其 HRR 的峰值又继续增大。这可能是由于随着 OMMT 含量的增多，使其在体树脂中的分散性变差，产生团聚，一方面影响了其成炭性，同时也阻碍了其燃烧后在纳米材料表面无机残留物的生成。

2.2.2　生烟速率

生烟速率是评价材料阻燃性能优劣的重要参数，图 2 为不同 OMMT 含量样品的生烟速率曲线。由图 2 可以看出，纯环氧树脂的生烟速率最高，为 0.252 1 m²/s。添加 OMMT 后，材料的生烟速率有所下降，并且随着 OMMT 质量分数增加，生烟速率有所下降，在 OMMT 质量分数为 5%时，表现为最小的生烟速率为 0.190 2 m²/s，与纯环氧树脂相比下降了 24.2%。

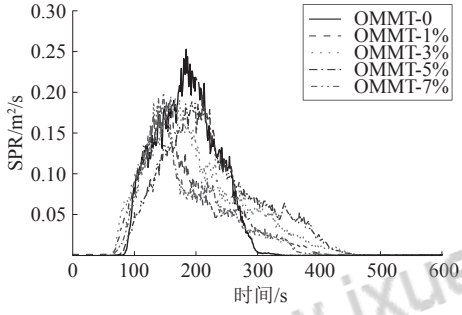

图 2　不同 OMMT 含量样品的生烟速率曲线

2.2　热失重分析

使用差热热重仪器分析样品的热稳定性，以 10 ℃/min 的升温速率，将样品从 35 ℃升到 800 ℃进行实验分析，图 3 为热失重曲线，由其得出的初始分解温度（$T_{5\%}$）和终止分解温度（$T_{95\%}$），见表 1 所示。

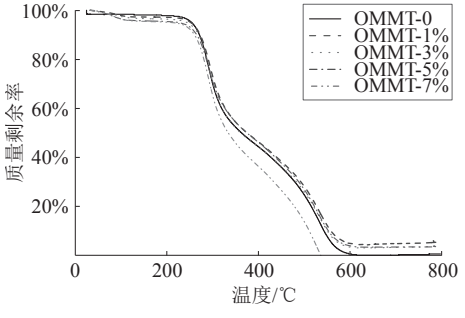

图 3　不同 OMMT 含量样品的热失重曲线

表 1　不同 OMMT 含量样品的 $T_{5\%}$、$T_{95\%}$

样品	0	1%	3%	5%	7%
$T_{5\%}$/℃	251	252	243	225	209
$T_{95\%}$/℃	560	599	576	582	525

由图 3 可以看出，随着温度和时间的增加，材料的质量呈现逐渐下降的趋势，分析样品的初始分解温度和终止分解温度可知，在环氧树脂里添加 OMMT 的质量分数在 1%～3%对其初始分解温度影响不大。但是，当 OMMT 添加量大于 3%时其初始分解温度会下降。而对其终止分解温度的提升较为明显，在 OMMT 质量分数为 1%时，$T_{95\%}$提高了 7%。OMMT 质量分数在 0%～7%时，复合材料 600 ℃下的残炭率分别为 0.55%、4.97%、3.90%、3.37%、0。说明随着 OMMT 的含量增加其残炭率在下降，在上述添加比例中，含 1%OMMT 时样品的残炭率最高，达到 4.97%。这表明添加适量的 OMMT 将有效增强环氧树脂的成炭能力。

2.3　氧指数分析（LOI）

表 2 为样品的氧指数数据。由表 2 可以得知，随着 OMMT 添加量的增加，样品的氧指数出现先逐渐增加而后趋近平缓的趋势。与纯环氧树脂对比，氧指数均有所上升，并且当 OMMT 的质量分数为 5%时，样品的氧指数最大，比纯环氧树脂提高了 7.6%，继续增加 OMMT 对环氧树脂的氧指数影响不大。

表 2　样品氧指数（LOI）测试数据

样品	0	1%	3%	5%	7%
LOI	19.8	20.7	21.2	21.3	21.2

3　结　论

（1）OMMT 的添加使环氧树脂材料的氧指数有所提高，在 OMMT 含量为 5%时，氧指数最大。

（2）OMMT 的添加量为 3%时，环氧树脂材料的 HRR 最低，并且随着 OMMT 含量的增加，复合材料的生烟速率有所降低，在 OMMT 质量分数为 5%时，生烟速率最小。OMMT 的加入增强了材料的阻燃性能，且 OMMT 的质量分数在 3%～5%时，材料表现出来的阻燃性能最为显著。

（3）OMMT 的加入对材料的初始分解温度的提升的效果改变很小，但是和纯环氧树脂相比，对材料的终止分解温度提高较为明显，在 OMMT 质量分数为 1%时，$T_{95\%}$提高了 7%。从材料的残炭率分析可得，OMMT 的加入明显提高了其材料的成炭能力。

参考文献：

[1] SCHADLER L S, GIANNARIS S C. Load transfer in carbon nanotube epoxy composites[J]. Applied Physics Letters, 1998, 73: 3842–3844.

[2] COOPER C A, YOUNG R J. Investigation into the deformation of carbon nanotubes and their composites through the use of Raman spectroscopy[J]. Composite Part A, 2000, 32:401–411.

[3] 付东升，朱光明，韩娟妮. 环氧树脂的改性研究进展[J]. 热固性树脂，2002，(17):31–38.

[4] 张杰，宁荣昌，李红，等. 碳纤维增强环氧树脂基复合材料的性能研究[J]. 中国胶粘剂，2009，(18):21–25.

[5] JAIN P, CHOUDHARY V. Effect of structure on thermal behavior of epoxy resins[J]. European Polymer Journal, 2003, 39:181–187.

（下接第 1445 页）

http://www.ixueshu.com

断电源。

(4)科学配置自备发电机。一方面要核准自备发电机的容量,保证切换到自备发电系统时,应能满足消防用电负荷要求;另一方面,自备发电机应设置电压监控设备,以实现自动互投。

参考文献:

[1] 卢文俊,封大辉. 广西区气象局省级中心机房UPS供电设计方案探讨[J]. 气象研究与应用,2013,34(3):114-116.

[2] 张军. UPS电源的使用和维护[J]. 有线电视技术,2005,12(21):101-103.

[3] 中国电力企业联合会. 电力设备典型消防规程:Typical extinguishing and protection regulation of electrical equipment[M]. 北京:中国电力出版社,2015.

[4] HAMADA M,SAITO T,FUKUYAMA H,*et al*. 23241 Structural performance of RC high-rise buildings under long period seismic ground motion:part 3 discussion on t-shaped beams[C]//Architectural Institute of Japan,2009:503-504.

[5] 周志敏,纪爱华. 数据中心UPS供电系统设计与故障处理[M]. 北京:电子工业出版社,2012.

[6] 周卫新. 低压配电设计规范有关问题探讨[J]. 建筑电气,2012,31(8):39-42.

[7] 刘咏梅. 浅析高层建筑消防供电存在的问题及对策[J]. 消防科学与技术,2003,22(3):232-233.

[8] 罗飞,郝晓晓. 高层建筑消防负荷供电方案研究[J]. 华北电力技术,2012,(9):7-10.

Discussion on fire load design for class A high-rise buildings

WU Li-zhen

(Shanxi General Fire Brigade, Shanxi Taiyuan 030001, China)

Abstract: Discusses the nonstandard phenomena in the design, construction and operation of fire load of class A high-rise buildings, combined with the investigation of major information security event of "11·2" Shanxi Securities Co., Ltd., this article analyzes and discusses from aspects of operating principles and disaster causes, and puts forward the improvement opinions and methods for fire load of class A high-rise buildings.

Key words: high-rise building; fire load; fire accident

作者简介:武丽珍(1978-),女,山西太原人,山西省消防总队防火监督部高级工程师,主要从事消防监督及消防工程设计审核验收工作,山西省太原市桃园南路59号,030001。

收稿日期:2018-06-02

(上接第1405页)

[6] MIMURA K,ITO H. Characteristics of epoxy resin cured with in situ polymerized curing agent[J]. Polymer,2002,43:7559-7566.

[7] 张小华,张志森,徐伟箭. 电子塑封用脂环族环氧树脂研究进展[J]. 热固性树脂,2006,21(3):47-51.

[8] 刘治国,钟柳,欧育湘. 阻燃环氧树脂/有机蒙脱土纳米复合材料制备及阻燃性能[J]. 塑料,2006,35(1):34-37.

[9] YANG D G,JANSEN K M. Effect of filler concentration of rubbery shear and bulk modulusof molding compounds[J]. Microelectronics Reliability,2007,47(2-3):233-239.

[10] 何洪,傅仁利,沈源,等. 高导热聚合物基复合封装材料及其应用[J]. 电子与封装. 2007,7(2):7-10.

[11] 李娟. 阻燃环氧树脂研究进展[J]. 合成树脂及塑料,2016,(6):76-80.

The effect of chopped OMMT on the flame retardancy of epoxy resin composites

WANG Zhi[1,2], SUN Dong[1,2],
ZHANG Xu[1,2], QU Fang[1,2], CHEN Jian[1,2]

(1.Liaoning Key Laboratory of Aircraft Safety and Airworthiness, Shenyang Aerospace University, Liaoning Shenyang 110136, China; 2.School of Safety Engineering, Shenyang Aerospace University, Liaoning Shenyang 110136, China)

Abstract: OMMT/epoxy resin (OMMT/EP) composites were prepared by solution blending method using epoxy resin (EP) as matrix and modified MMT as additive, and the effect of OMMT content on the properties of flame retardant epoxy resin composite materials was studied. The results showed that adding certain amount of OMMT, the flame retardant properties of the composites was improved. The oxygen index was improved by 7.6% compared with the pure materials when the OMMT content was 5%. The heat release rate peak was reduced by 40.9% compared with the pure materials when the OMMT content was 3%. The addition of OMMT had a certain inhibitory effect on the smoke generation rate. The decomposition temperature of the composites increased by 7% when the content of OMMT was 1%;the residual carbon rate at 600 ℃ was 4.97% ,and the pure epoxy resin residual carbon rate was 0.55% when the content of OMMT was 1%, it meant that the addition of OMMT enhanced the carbon forming ability of the compositessignificantly.

Key words: OMMT; EP; cone calorimeter; thermogravimetric analysis; flame retardancy

作者简介:王　志,男,沈阳航空航天大学安全工程学院教授,博士,主要从事阻燃材料的研究工作,辽宁省沈阳市沈北新区道义南大街,110136。

收稿日期:2018-06-16

http://www.ixueshu.com



免费论文查重：http://www.paperyy.com

3亿免费文献下载：http://www.ixueshu.com

超值论文自动降重：http://www.paperyy.com/reduce_repetition

PPT免费模版下载：http://ppt.ixueshu.com