

微胶囊红磷的制备及在 PP 中的阻燃应用

蒋文俊^{1,2}, 李哲², 张春祥¹, 方 劲¹, 杨绪杰^{1*}, 陆路德¹, 浦龙娟¹

1. 南京理工大学软化学与功能材料教育部重点实验室, 江苏 南京 210094
2. 常州鸿泽澜线缆有限公司, 江苏 常州 213101

摘 要 以三聚氰胺甲醛预聚体(MFP)与红磷粉末为原料,过硫酸钾(KPS)为催化剂,采用原位聚合法成功制备出具有高热稳定性的微胶囊红磷(MRP)。通过 DSC, SEM, FTIR 及 XPS 等分析手段研究了红磷微胶囊化效果。结果表明, KPS 的加入有助于提高 MFP 的反应活性,使三聚氰胺甲醛树脂有效地包覆在红磷颗粒表面,缩短了反应时间,且此时制备的 MRP 包覆效果最佳,其氧化反应峰温为 480 ,较红磷原料要高出很多,可使用范围变宽。采用熔融挤出法制备了多组不同配方的聚丙烯(PP)复合材料。研究发现, MRP 或氢氧化镁(MH)单独使用时阻燃效率低,将它们复配使用后可有效地提高材料的阻燃性能。当 PP MRP/MH = 100分(phr) 15(phr) 50(phr)时, MRP/MH/PP 复合材料的极限氧指数为 26%,垂直燃烧达到 UL-94 标准的 V-0 级。此外,还探讨了可能的阻燃机理。

关键词 过硫酸钾;三聚氰胺甲醛树脂;微胶囊红磷;阻燃性能

中图分类号: O613.6 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3964/j.issn.1000-0593(2010)05-1329-07

引 言

在无卤阻燃剂中,红磷(RP)是一种较好的阻燃剂,具有添加量少、阻燃效率高、低烟、低毒、用途广泛等优点。但普通 RP 特别是超细 RP,在制备、储存和生产过程中的稳定性和安全问题比较突出,它的着火点低、易自燃、粉尘易爆、容易吸湿歧化成酸并放出剧毒易燃气体磷化氢等问题已经受到很大的重视^[1,2]。近年来,国内外学者对 RP 表面包覆处理进行了大量的研究工作,推出了不少经过处理的 RP 品种^[3,4]。微胶囊化被认为是稳定超细红磷的一种有效技术,其中,聚合物包覆 RP 的效果最为显著。但是聚合物包覆并不是指聚合物熔融后直接包覆,因为那样可能会引起红磷着火或包覆不完全,因此,一般都是通过原位聚合的方法实现对红磷的有效包覆。已经出现的聚合物包覆材料有脲醛树脂、环氧树脂、糠醇树脂、酚醛树脂、三聚氰胺甲醛树脂(MF)及三聚氰胺氰尿酸酯等等,相比之下, MF 因其具有耐热性好、固化速度快、包覆膜的拉伸强度高以及白度化效果突出等优异性能而倍受研究工作者和商家的推崇。Wang 等^[4]采用蒙脱土为稳定剂,以 MF 包覆的 RP 的着火点能达 360 ,比 RP 原料高出 110 。目前,在 RP 的包覆制备中,

关于使用各种催化剂与稳定剂的报道有很多,但还未有选用 KPS 作为催化剂的报道。本文以 KPS 为催化剂,采用原位聚合法制备了 MF 为壁材的 MRP 阻燃剂产品,并研究了不同反应条件对包覆效果的影响。此外,还探讨了 MRP 与 MH 在 PP 中的协同阻燃应用。

1 实验部分

1.1 药品

氢氧化钠(NaOH, AR, 含量 96%)与盐酸(HCl, AR, 含量 36%~38%)为南京化学试剂有限公司生产;三聚氰胺(C₃H₆N₆, AR, 含量 98.5%)与聚乙二醇辛基苯基醚(OP-10, AR)为南京化学试剂有限公司生产;硫酸(H₂SO₄, AR, 含量 95%~98%)为上海中试化工总公司生产;红磷(赤磷, AR, 含量 99.5%)为深圳市高山化工有限公司生产;甲醛(CH₂O, AR, 含量 37%~40%)为成都市科龙化工试剂厂生产;过硫酸钾(KPS, AR, 含量 99%)与三乙醇胺(N(CH₂CH₂OH)₃, AR, 含量 78%)为国药集团化学试剂有限公司生产;氢氧化镁(MH)为江苏宜兴市化学助剂厂生产;聚丙烯(PP, 牌号 SP179)为中国石油化工股份有限公司齐鲁分公司生产。

收稿日期: 2009-05-11, 修订日期: 2009-08-16

基金项目: 国家自然科学基金项目(50772048)和江苏省高技术项目(BG2007047)资助

作者简介: 蒋文俊, 1980 年生, 南京理工大学化工学院博士研究生 e-mail: jwj80927@tom.com

*通讯联系人 e-mail: yangx@mail.njust.edu.cn

1.2 仪器与测试方法

Bruker Vector22 型红外光谱仪, KBr 压片; JEOL JSM 6380LV 型扫描电子显微镜; VG ESCALAB MK 型 X 射线光电子能谱分析仪, 以 $Mg K (h = 1\ 253.6\ eV)$ 为激发源, 功率为 240 W (12 kV \times 20 mA); Netzsch STA449C 型微分扫描量热仪, 升温速率 $5.00\ ^\circ C \cdot min^{-1}$, (50 ~ 500), 空气气氛; 江苏科亚化工装备公司 TE-35 型双螺杆挤出机; 深圳震雄有限公司 CJ50E 型精密注塑机; Renishaw Invia 型激光拉曼光谱仪; 南京江宁分析仪器厂 HC-2 型氧指数仪, 按照 GB/T 2406 - 93 标准测试; 南京江宁分析仪器厂 CZF - 2 型垂直燃烧仪, 按照 GB 4609-84 标准测试; Mettler Toledo TGA/SDTA 851^o 型热重差热分析仪, 升温速率 $20.00\ ^\circ C \cdot min^{-1}$, (50 ~ 900), 空气气氛。

1.3 RP 微胶囊及 PP 复合材料制备

1.3.1 RP 的预处理及微胶囊化

RP 的预处理: RP 粉末经无锡鑫光达粉体制造有限公司采用湿法研磨技术超细粉碎, 在 80 的 5% 硫酸溶液中浸泡 5 h, 过滤, 水洗 5 次, 接着用 80 的 5% 的氢氧化钠溶液浸泡 3 h, 过滤, 水洗 5 次, 以除去加工过程中可能带进的微量铁、硅等杂质, 80 真空烘 12 h, 冷却储存于密封干燥广口瓶中。

RP 的微胶囊化: (1) MFP 的制备: 称取质量比为 25 100 1 5 的三聚氰胺、甲醛、三乙醇胺及甲醇, 混合并加入适量的水, 控制反应温度在 80 左右, pH 值在 8 ~ 8.5, 反应约 25 min, 保存。(2) 称取 250 g 超细 RP 粉末, 加入到已装有 500 mL 水与少量分散剂 OP-10 的三口烧瓶中, 搅拌均匀, 接着将一定量的 KPS 以及 MFP 先后加入到该混合溶液中, 温度控制在 65 左右。KPS 的用量、pH 值与反应时间见表 1。所得产物经去离子水洗涤 5 次, 80 下干燥 12 h,

Table 1 Several important parameters of sample preparation

样品编号	实验条件		
	KPS/(g · L ⁻¹)	pH	反应时间/h
1	0	5.5	2.5
2	0	5.5	9
3	0	3	9
4	0.275	5.5	2.5

Table 2 Formulations of the flame retarded PP composites

配方编号	RP/phr	MH/phr	PP/phr
1	0	0	100
2	0	45	100
3	0	50	100
4	0	60	100
5	0	100	100
6	5	0	100
7	10	0	100
8	15	0	100
9	10	60	100
10	15	45	100
11	15	50	100

过筛后装瓶。此外, 样品 5 的制备条件与样品 4 类似, 不同在于未加入超细 RP 粉末, 只是 MF 的制备。

1.3.2 阻燃 PP 复合材料的制备步骤

按表 2 所示配方称取料样, 混合均匀后于 75 下干燥 12 h, 然后到双螺杆挤出机上挤出、造粒, 干燥后注塑成标准试样。

2 结果与讨论

2.1 MRP 的表征

图 1 为 RP 微胶囊化处理前后的差示扫描量热分析 (DSC) 曲线。RP 原料曲线上存在两个放热峰, 分别为 330 与 387, 即 RP 的起始氧化反应峰温为 330。随着温度的升高, RP 颗粒在空气环境下会发生两种反应: RP 先氧化成 P₂O₅, 随后 P₂O₅ 吸湿生成偏磷酸与聚偏磷酸等物质^[2], 整个反应过程是比较缓慢。RP 微胶囊化处理条件不同, 氧化反应峰温变化亦不一样。若用 HCl 作为催化剂来促使 MFP 包覆 RP, 且不使用 KPS, 在 pH 5.5, 反应 2.5 h 后制备的样品的氧化反应峰温为 388 (样品 1); 当时间延长至 9 h, 样品的氧化反应峰温能提高到 458 (样品 2), 且峰比较尖锐, 可能是由于温度较高, 氧化反应比较剧烈所引起的。若同样不使用 KPS, 且用 HCl 调 pH 值至 3, 反应 9 h, 样品的起始氧化反应峰温为 345 (样品 3), 表明 pH 值过低反而不利

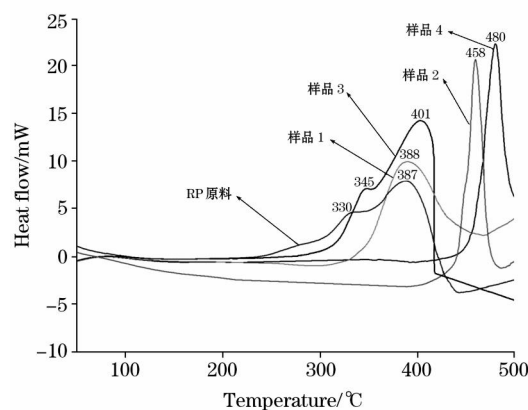


Fig 1 DSC curves at pre-and post microencapsulating for RP

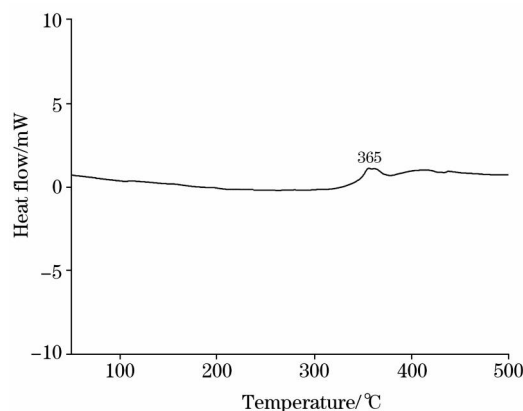


Fig 2 DSC curve of melamine formaldehyde resin (sample 5)

于 MFP 的微胶囊化反应。然而若加入适量的 KPS, pH 5.5, 只需反应 2.5 h, 就能得到微胶囊化效果较好的 MRP, 样品的氧化反应峰温能达 480 (样品 4)。因此, KPS 的加入对提高 MFP 的反应活性及改善微胶囊化效果非常有利, 并有效地缩短了反应时间。

图 2 为 MF(样品 5) 的 DSC 曲线。MF 在 365 左右有个放热宽峰, 可能是由 MF 中的羟甲基发生醚化反应引起的, 在这个过程中树脂进一步交联固化, 生成更加密实的网络状结构。温度升高至 385 以后, 又开始出现很明显的放热反应, 这应归因于交联后的 MF 发生氧化分解, 而此时的温度与样品 4(见图 1) 放热反应的起始温度基本是一致的。随着温度的继续升高, MF 不断氧化分解。正如样品 4 的 DSC 曲线显示, 在 MF 氧化分解到一定程度后, RP 颗粒与空气直接接触, 并发生剧烈的放热反应, 放热量猛增。

图 3 为 RP 微胶囊化处理前后的扫描电镜(SEM)图。经研磨得到的 RP 原料颗粒没有规则的形貌, 长度为(0.5~6) μm , 但 RP 颗粒棱角分明, 表面比较光滑, 且彼此之间的界面很清晰。与 RP 原料相比, 样品 2 和样品 4 表面明显被一层树脂包覆, 形成了微胶囊, 且颗粒之间也因包覆树脂有一定黏结性而出现不同程度的团聚, 该现象与文献报道的结果是一致的^[4]。同时也可以看到, 样品 1 与样品 3 的 RP 颗粒之间的界面非常清晰, 部分颗粒表面并不光滑, 似乎有些东西包覆在上面, 但大部分颗粒几乎看不出有包覆过的痕迹。这些电镜照片所显示的结果与前面的 DSC 分析数据相吻合。

图 4 为样品 4 的傅里叶变换红外 (FTIR) 光谱图。如图所示, 1 553 和 1 489 cm^{-1} 处强吸收峰归因于三聚氰胺中噁环 C=N 的伸缩振动峰, 3 419 cm^{-1} 处对应的是 N—H 的伸缩振动峰, 812 cm^{-1} 处特征谱带是三嗪环特征振动峰, 这些都

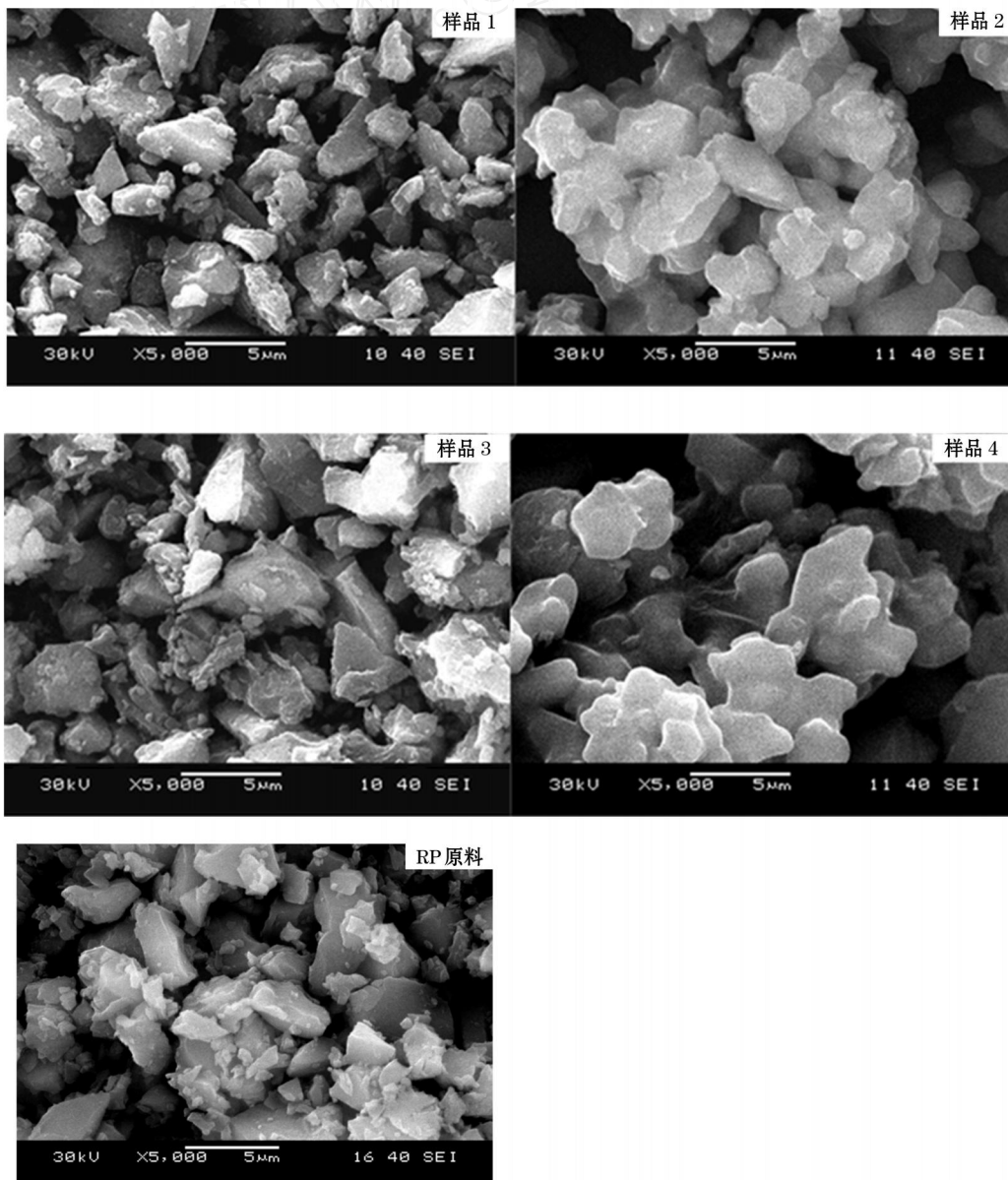


Fig 3 SEM images at pre-and post microencapsulating for RP

是三聚氰胺的结构基团^[4]。2 924 与 2 865 cm^{-1} 处为连接三聚氰胺环上的 $-\text{CH}_2-$ 的 $\text{C}-\text{H}$ 伸缩振动峰^[5]，1 200 cm^{-1} 的谱带可能是醚类 $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ 键的伸缩振动引起的，1 352 cm^{-1} 处的峰为亚甲基桥 $\text{N}-\text{CH}_2-\text{N}$ 的伸缩振动峰，990 cm^{-1} 处吸收峰为羟甲基 CH_2OH 的振动峰^[6]，而羟甲基的存在为交联固化的发生创造了可能，也为 DSC 分析提供了依据。FTIR 数据表明 RP 表面包覆的是 MF。

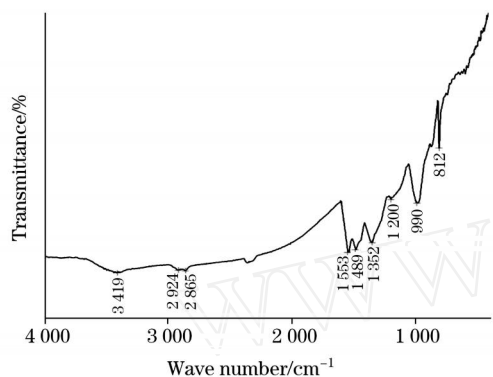
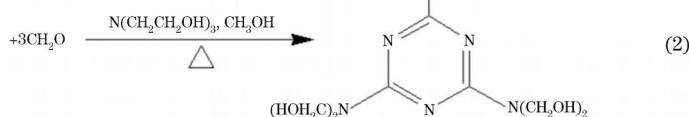
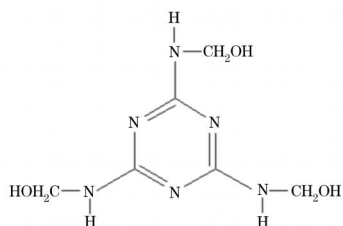
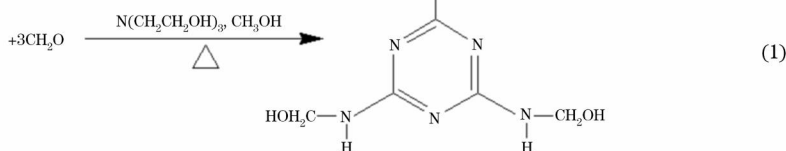
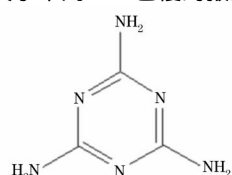


Fig 4 FTIR spectrum of microencapsulated RP (sample 4)

图 5 为 RP 微胶囊化前后的 X 射线光电子能谱 (XPS) 图。如图所示，RP 原料(图 5a) 的 $\text{P}(2p)$ 峰为 129.7 eV。在图 5b(样品 4) 中 $\text{P}(2p)$ 的峰基本消失，而在图 5b 中 399.1 eV 处出现 $\text{N}(1s)$ 的峰^[2, 4]，XPS 的结果说明 MF 已包覆在 RP 表面，与 SEM 结果相一致。

目前，关于采用 MF 包覆的报道有很多，同样，在机理



(2) MFP 的醚化缩聚反应

熊联明等提出 MFP 在酸性介质中会进一步缩合交联成网状结构，在 RP 颗粒表面包覆成膜。但通过大量实验发现，仅在酸性环境下，MFP 的反应活性难以生成交联充分的 MF，最终将会导致包覆的效果不好，甚至没包覆上。因此，需要加入一定量更高效的催化剂，来提高 MFP 反应活性。由于缩合交联的机理比较复杂，大致反应过程如式(3)所示。

2.2 MRP 的阻燃应用

表 3 为不同配方的 PP 复合材料的阻燃性能。由表可知，

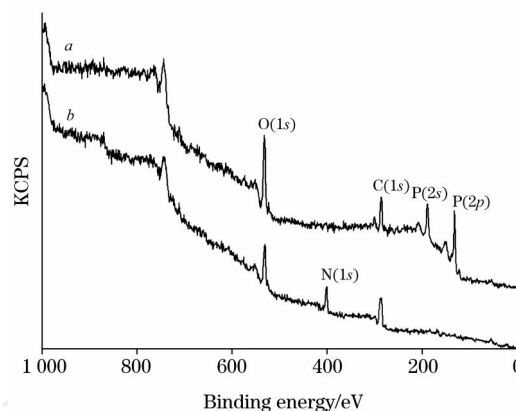


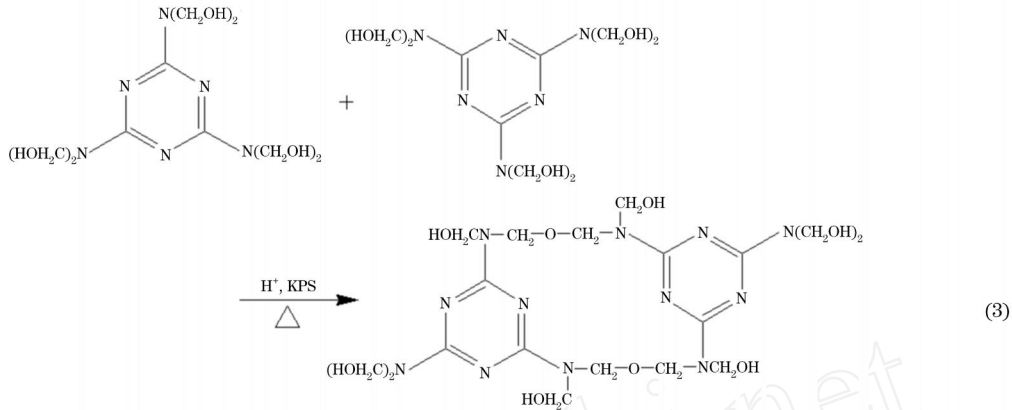
Fig 5 XPS spectra of pristine RP and microencapsulated RP: (a) pristine RP, (b) sample 4

方面的探讨也越来越深入。结合本实验，大致的反应流程可描述如下。

(1) MFP 的合成反应

大量实验表明^[7]，在加热的碱性水溶液中，三聚氰胺原子上的活泼 H 很容易跟甲醛发生可逆亲核加成反应，生成 9 种羟甲基三聚氰胺，其中三羟甲基与六羟甲基三聚氰胺最为典型，见反应式(1)和(2)。由于高浓度甲醛在强碱性条件下容易发生自聚，因而为克服这一现象，在反应中需使用弱碱性的三乙醇胺，从而避免甲醛发生自聚。此外，甲醇的加入也有助于阻止甲醛自聚。因此，在本实验中使用了三乙醇胺与甲醇。

MRP 对聚烯烃的阻燃效果不太理想。当 MH 或 MRP 单独使用时，随着用量的增加，复合材料的极限氧指数 (LOI) 不断增加，然而增加的幅度并不大，且垂直燃烧难达到 UL-94 标准的 V-2 级。当加入 15 (phr) MRP 时，MRP/PP 复合材料的 LOI 只有 22%。为此，对 MRP 与 MH 进行复配使用非常有必要。研究发现，当 PP MRP MH = 100 (phr) 10 (phr) 60 (phr) 时，复合材料的 LOI 为 24.5%，但存在熔滴现象且垂直燃烧未达到级别 (Fail)。若增加 MRP 用量，适当减少 MH 的用量，同样有较显著的协同阻燃效果，尤其是在



垂直燃烧性能方面更为突出。当 PP MRP MH = 100 (phr) 15 (phr) 45 (phr) 时, 复合材料的 LOI 为 25.5 %, 且垂直燃烧达到 V - 1 级; 若保持 MRP 用量不变, MH 增加至 50 phr 时, 复合材料的 LOI 为 26 %, 增加幅度不大, 但垂直燃烧能达到 V-0 级。这种协同作用可能的原因是: MH 在受热过程中分解生成 H₂O, 而 H₂O 能带走热量以及稀释空气; 同时, MH 在高温下脱水能提供氧, 有利于促进 RP 转化为聚偏磷酸^[2], 这主要是由于聚偏磷酸的生成离不开氢、氧等元素, 而 PP 只能提供氢, 这就需要有能提供氧的物质; 聚偏磷酸不仅可以有效地催化 PP 基材热分解时交联成炭^[8], 而且与生成的炭、氧化镁一样能起到隔绝空气的作用; 另外, 还可能有磷酸镁或焦磷酸镁等玻璃状盐生成^[9], 同样能覆盖在材料表面起到固相阻燃的作用。

缩和弯曲振动峰^[14], 1 594 cm⁻¹处可能是芳环的骨架伸缩振动峰或羧基的伸缩振动峰。此 FTIR 分析结果为前面推测的阻燃机理提供了有力的依据。

Table 3 Flame-retardant property of the PP composites with different formulations

配方编号	MRP/phr	MH/phr	PP/phr	LOI/ %	UL-94	融滴
1	0	0	100	18	Fail	有
2	0	45	100	21	Fail	有
3	0	50	100	21	Fail	有
4	0	60	100	21.5	Fail	有
5	0	100	100	23.5	Fail	有
6	5	0	100	19.5	Fail	有
7	10	0	100	20.5	Fail	有
8	15	0	100	22	Fail	有
9	10	60	100	24.5	Fail	有
10	15	45	100	25.5	V-1	无
11	15	50	100	26	V-0	无

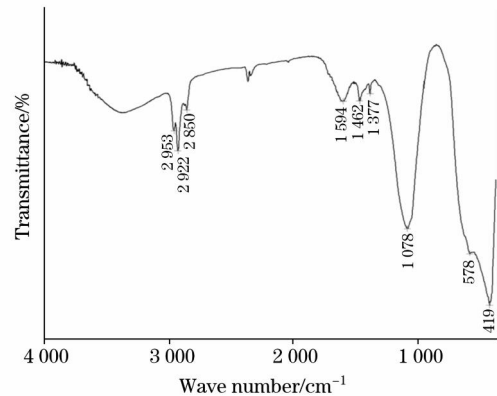


Fig 6 FTIR spectrum of the residue of formulation 11 after vertical burning test

图 6 为配方 11 的 PP 复合材料经垂直燃烧后表层残渣的 FTIR 光谱。如图所示, 1 462 cm⁻¹处对应于 -CH₂- 弯曲振动峰^[10], 2 922 与 2 850 cm⁻¹处为 -CH₂- 的伸缩振动峰^[6], 说明燃烧残渣中可能有未烧完的 PP 残片存在。1 078 cm⁻¹处的强宽峰应包含 P=O 与 P-O 的振动峰, 表明可能有磷酸盐、焦磷酸盐或聚偏磷酸等含磷化合物生成^[6]。578 与 419 cm⁻¹处分别为 Mg-O 键的伸缩和弯曲振动峰, 表明复合材料燃烧后有 MgO 或镁盐生成^[11, 12]。此外, 3 000 ~ 3 600 cm⁻¹与 1 650 cm⁻¹附近处分别为吸附水中 O-H 的伸缩和弯曲振动峰^[13], 2 953 与 1 377 cm⁻¹处应 CH₃- 的伸

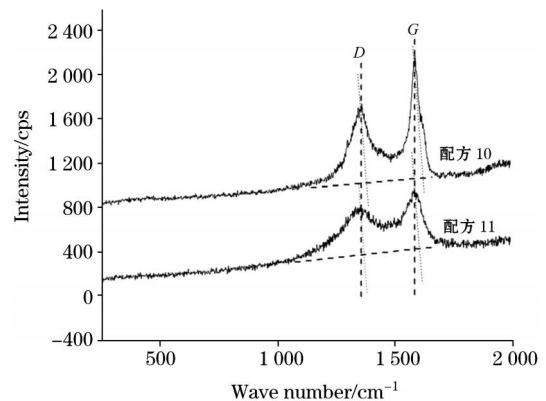


Fig 7 Raman spectra of the residue of formulation 10 and 11 after vertical burning test

图 7 为配方 10 和 11 的 PP 复合材料经垂直燃烧后表层残渣的拉曼 (Raman) 光谱图。如图所示, 2 种复合材料的燃烧残渣在 1 580 cm⁻¹ (G 峰) 和 1 355 cm⁻¹ (D 峰) 附近处都出现 2 个宽的光谱峰。1 580 cm⁻¹ 处的峰是单晶石墨的特征峰, 称为 G 峰, 这个谱峰属于石墨的芳香构型层平面上碳碳间的

振动;而在 1355 cm^{-1} 附近的谱峰是由于石墨的晶粒尺寸、无序结构和缺陷所引起的,称为D峰。这表明材料燃烧后具有类似石墨结构的炭形成。Tuinatra等^[15]提出用R表示D峰与G峰相对强度比,并发现R值与石墨内微晶尺寸大小、有序性成反比,因而可以用R值来表征碳材料中的微晶区的大小和有序性。通过测量与计算发现,配方11阻燃体系的R值为0.81,而配方10阻燃体系的R值只有0.66,因此,配方11的PP复合材料燃烧后残炭的无序度高,微晶区小,热屏蔽效率高,阻燃效果好。

3 结 论

(1)以三聚氰胺与甲醛为原料,甲醇为阻聚剂,三乙醇

胺为pH值调节剂,合成出MFP。以KPS为催化剂,采用原位聚合法制备了MRP。运用DSC,SEM,FTIR及XPS等手段研究了RP微胶囊化效果。结果表明,KPS的加入有助于提高MFP的反应活性,使三聚氰胺甲醛树脂有效地包覆在红磷颗粒表面,缩短了反应时间;且此时制备的MRP包覆效果最佳,其氧化反应峰温为480,较红磷原料要高出很多,可使用范围变宽。

(2)采用熔融挤出法制备了多组不同配方的PP复合材料。通过LOI,UL-94,FTIR及Raman等测试手段对复合材料进行了研究。研究发现,MRP或MH单独使用时阻燃效率低,将它们复配使用后能有效地提高材料的阻燃性能。当PP MRP MH=100(phr) 15(phr) 50(phr)时,MRP/MH/PP复合材料的LOI为26%,垂直燃烧达到V-0级。

参 考 文 献

- [1] CHEN Hai-qun, ZHU Jun-wu, WANG Hai-jing, et al(陈海群,朱俊武,王海靖,等). Chinese Journal of Applied Chemistry(应用化学), 2004, 21(11): 1141.
- [2] Wu Q, Lu J P, Qu B J. Polymer International, 2003, 52(8): 1326.
- [3] CHEN Hai-qun, BEI Feng-li, WANG Zhi-cheng, et al(陈海群,卑凤利,王志成,等). Chinese Journal of Organic Chemistry(无机化学学报), 2004, 20(8): 905.
- [4] Wang H T, Meng X F, Wen B, et al. Materials Letters, 2008, 62(21-22): 3745.
- [5] GUAN Ying, GUO Xi-hua, DI Li-jie, et al(关颖,郭西华,邸立杰,等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2008, 28(6): 1283.
- [6] LIU Feng-qi, MAO Kun-yuan, ZHANG De-he, et al(刘凤岐,毛坤元,张德和,等). Chinese Journal of Analytical Chemistry(分析化学), 1990, 18(5): 409.
- [7] LI Feng, ZHU Quan-shou, et al(李峰,朱铨寿,等). Formaldehyde and Its Derivation(甲醛及其衍生物). Beijing: Chemical Industry Press(北京:化学工业出版社), 2006. 248.
- [8] Bone J S. Development and Characterization of the Interlayer Chemistry of Layered Double Hydroxides. Exter: University of Exter, 1995.
- [9] Fichera M A, Braun U, Schartel B, et al. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 2007, 78(2): 378.
- [10] JIN Lan-ying, JIANG Yan-xia, LIAO Hong-gang, et al(金兰英,姜艳霞,廖宏刚,等). Chemical Journal of Chinese Universities(高等学校化学学报), 2009, 30(4): 767.
- [11] Jiang W J, Hua X, Han Q F, et al. Powder Technology, 2009, 191(3): 227.
- [12] ZHOU Jian-guo, WANG Ying-ling, ZHAO Feng-ying, et al(周建国,汪应灵,赵凤英,等). Chinese Journal of Organic Chemistry(无机化学学报), 2005, 21(2): 221.
- [13] Tian Y, Wang G, Li F, Evans D G. Materials Letters, 2007, 61(8-9): 1662.
- [14] ZHANG Li-hua, WU Di, CHEN Ya-shao, et al(张丽华,吴迪,陈亚芍,等). Chemical Journal of Chinese Universities(高等学校化学学报), 2008, 29(9): 1854.
- [15] Tuistra F, Koeing J L. Journal of Composite Materials, 1970, 4: 492.

Preparation of Microencapsulated Red Phosphorus and Its Flame-Retardant Application in PP Composites

JIANG Wen-jun^{1,2}, LI Zhe-zhao², ZHANG Chun-xiang¹, FANG Jin¹, YANG Xu-jie^{1*}, LU Lu-de¹, PU Long-juan¹

1. Key Laboratory for Soft Chemistry and Functional Materials of Ministry of Education, Nanjing University of Science and Technology, Nanjing 210094, China

2. Changzhou Hongzhelan Wire and Cable Co. Ltd., Changzhou 213101, China

Abstract In the present study, the melamine-formaldehyde prepolymer (MFP) was first synthesized at pH 8-8.5 under about 80 °C with melamine, formaldehyde, triethanolamine and methanol as the starting materials. Subsequently, the microencapsulated red phosphorus (MRP) was successfully prepared by *in situ* polymerization at pH 5.5 under 65 °C, using MFP and red phosphorus (RP) powders as raw materials, and potassium persulphate (KPS) as catalyst. The obtained products were detected by differential scan calorimetry (DSC), scanning electron microscope (SEM), Fourier transform infrared (FTIR) and X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). It was found that KPS is useful in enhancing the reaction activity of MFP, which can make RP be well encapsulated by melamine-formaldehyde resin (MF) and reduce the reaction time. The DSC, SEM and XPS results show that it won't get well-encapsulated MRP only under acidic condition and without any KPS. When a proper quantity of KPS is employed, the RP particles can be almost completely-encapsulated by MF and the peak temperature of oxidation reaction for MRP is 480 °C, which is much higher than that of RP, extending the applications for MRP. The FTIR spectrum demonstrates that the coating material on the surface of RP accurately is MF, in agreement with the reference. Polypropylene (PP) composites with different formulations were prepared by melt extrusion. It was shown that the flame-retardant efficiencies are very low when the PP composites only contain MRP or MH. However, the flame-retardant property can obviously improve if MRP and MH are both used in the PP composites. When PP/MRP/MH = 100 (phr)/15 (phr)/50 (phr), the limited oxygen index of the MRP/MH/PP composite is 26%, and vertical firing ranks UL-94 V-0. In addition, the possible flame-retardant mechanism of the PP composites has also been discussed, and further verified by FTIR and Raman spectroscopy.

Keywords Potassium persulphate; Melamine-formaldehyde resin; Microencapsulated red phosphorus; Flame-retardant property

(Received May 11, 2009; accepted Aug. 16, 2009)

*Corresponding author