

职业技术教育教材

塑料工艺实验指南

吴清鹤 主编

SULIAO GONGYI SHIYAN ZHINAN



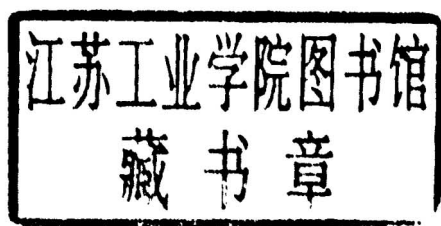
 中国轻工业出版社

职业技术教育教材

塑料工艺实验指南

吴清鹤 主编

王玫瑰 郑式光 吴清鹤 合编



中国轻工业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

塑料工艺实验指南/吴清鹤主编. —北京: 中国轻工业出版社, 2000. 1

职业技术教育教材

ISBN 7-5019-2693-X

I. 塑… II. 吴… III. 塑料-生产工艺-检测-技术教育-教材 N. TQ320.6

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (1999) 第 65092 号

责任编辑: 王 淳 责任终审: 滕炎福 封面设计: 赵小云
版式设计: 刘 静 责任校对: 燕 杰 责任监印: 崔 科

*

出版发行: 中国轻工业出版社 (北京东长安街 6 号, 邮编: 100740)

网 址: //www.chlip.com.cn

印 刷: 中国人民警官大学印刷厂

经 销: 各地新华书店

版 次: 2000 年 1 月第 1 版 2000 年 1 月第 1 次印刷

开 本: 850×1168 1/32 印张: 4

字 数: 103 千字 印数: 1—4000

书 号: ISBN 7-5019-2693-X/TQ·195 定价: 10.00 元

· 如发现图书残缺请直接与我社发行部联系调换 ·

前 言

本教材是根据全国大、中专业学校塑料成型专业教学计划中“高分子化学及物理学”、“塑料原材料分析及塑料性能测试”和“塑料成型工艺学”三门课程的教学大纲编写的，本书不仅适合大、中专和职业技术教育用教材，亦可作为从事塑料工程的技术人员自学。

本教材共分三部分。第一部分高分子化学及物理学实验，主要介绍酚醛树脂的制备等六个试验。第二部分塑料原材料分析及塑料性能测试，主要介绍塑料熔体流动速率测定等十一个试验。第三部分塑料成型工艺学试验，主要介绍热固性塑料模压成型等十一个试验。根据课程教学大纲的要求必须开出下列试验：酚醛树脂（或脲甲醛树脂）的制备、甲基丙烯酸甲酯的本体聚合。粘度法测定聚合物的相对分子质量；塑料熔体流动速率测定、塑料标准试样的制备、塑料拉伸试验、塑料简支梁冲击试验、塑料维卡软化点测定；热固性塑料模压成型、硬聚氯乙烯配制、塑料板材层压、挤出吹塑聚乙烯薄膜、热塑性塑料注射成型、聚氨酯泡沫塑料的制造等。其他试验各自选择，这里不作硬性规定。

本教材可作为中专及职业技术学校塑料成型专业的实验指导书，也可作为塑料成型制品厂技术人员培训、专业技术人员的参考书。

本书编写分工如下：第一部分由王玫瑰编写；第二部分由郑式光编写；第三部分由吴清鹤编写；全书由吴清鹤担任主编，黄英强担任主审。

在编写过程中，得到原轻工总会教育司中专处及常州轻工业学校、广州轻工业学校的大力支持，在此致以衷心感谢。在定稿前，天津轻工塑料学校、常州轻工业学校、安徽省轻工业学校、湖南省轻工业学校、广西二轻工业管理学校、青岛高级职业学校、广州轻工业学校部

分教师参与了审稿工作，并提出了宝贵意见，特此表示感谢。

由于水平有限，书中难免有不妥或错误之处，我们诚恳希望使用本书的教师及读者批评指正。

编 者

1999 年 10 月

目 录

第一部分	高分子化学及物理学试验	(1)
实验一	酚醛树脂的制备.....	(1)
	〔附〕脲甲醛树脂的制备.....	(5)
实验二	甲基丙烯酸甲酯的本体聚合.....	(7)
	〔附 1〕片状物成型模具的制备	(10)
	〔附 2〕有机玻璃废料的重复利用	(11)
实验三	甲基丙烯酸甲酯的悬浮聚合	(14)
实验四	聚合物温度-形变曲线的测定	(17)
实验五	聚合物的蠕变实验	(22)
实验六	粘度法测定聚合物的相对分子质量	(25)
第二部分	塑料原材料分析及塑料性能测试	(32)
实验七	热塑性塑料熔体流动速率测定	(32)
实验八	塑料标准试样的制备	(38)
实验九	塑料拉伸试验	(44)
实验十	塑料球压痕硬度试验	(49)
实验十一	塑料简支梁冲击试验	(54)
实验十二	塑料热变形温度的测定	(60)
实验十三	塑料维卡软化点的测定	(64)
实验十四	塑料耐热性 (马丁) 试验	(68)
实验十五	塑料燃烧的氧指数测定	(71)
实验十六	聚氯乙烯热稳定性的测定	(74)
实验十七	电阻率的测定	(82)
第三部分	塑料成型工艺试验	(87)
实验十八	塑料的简易鉴别	(87)

实验十九	热固性塑料模压成型	(91)
实验二十	硬聚氯乙烯塑料的配制	(93)
实验二十一	硬聚氯乙烯塑料板材层压	(97)
	〔附〕脲甲醛板材层压成型	(99)
实验二十二	挤出吹塑聚乙烯薄膜	(100)
实验二十三	热塑性塑料注射成型	(103)
实验二十四	聚氨酯泡沫塑料的制造	(107)
实验二十五	搪塑成型	(110)
实验二十六	手糊法玻璃钢的制造	(112)
实验二十七	硬聚氯乙烯塑料板的热气焊接	(115)
实验二十八	塑料丝网印刷	(117)

第一部分 高分子化学及物理学试验

实验一 酚醛树脂的制备

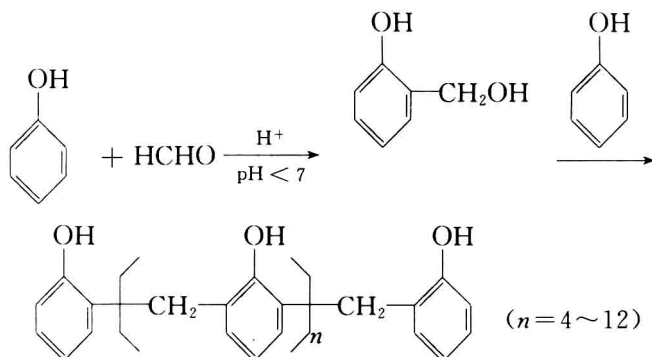
(一) 实验目的

- (1) 了解酚醛树脂的聚合方法及工艺条件。
- (2) 了解酚醛压塑粉的生产工艺过程及控制条件。

(二) 实验原理

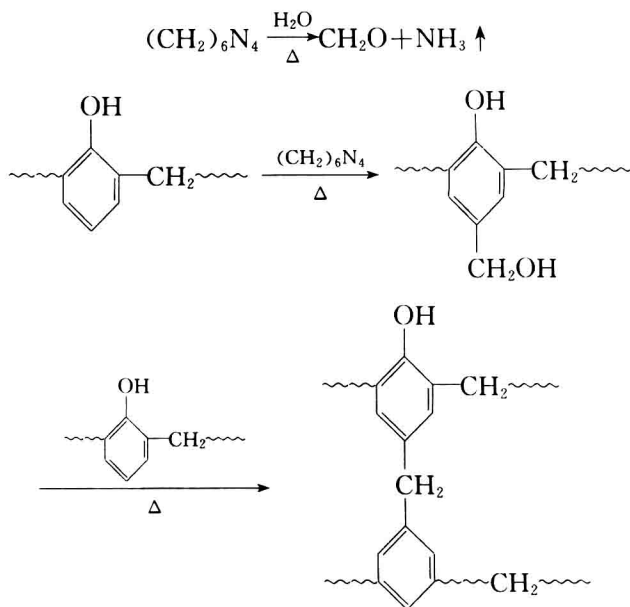
酚醛树脂 (PF) 是由酚类与醛类缩聚制得的聚合物, PF 的合成与所使用的催化剂类型、苯酚与甲醛的比例均有很大关系, 通过控制这两个因素, 可获得两类不同的 PF。一类称为线型 PF, 它是在酸性催化剂存在下, 由过量苯酚与甲醛缩聚而制得的热塑性 PF, 又称酸法 PF。在进一步的固化过程中必须加入固化剂; 另一类是体型 PF, 它是在碱性催化剂存在下, 由过量甲醛与苯酚缩聚而制得的热固性 PF, 又称碱法 PF。本实验采用制备热塑性 PF 的方法。

本实验的反应原理如下:



缩聚反应制得的线型 PF 还需加入固化剂制成酚醛塑料粉, 供成型加工使用。

如采用六亚甲基四胺为固化剂，其固化反应大概如下：



(三) 实验药品与仪器

1. 药品

苯酚	(工业用, 99%)	100g
甲醛	(工业用, 35%~37%)	74g
盐酸	(1/mol/L)	10mL
六亚甲基四胺		10g
氧化镁		2g
硬脂酸钙		1.5g
木粉		60g
颜料		适量

2. 仪器设备

三口烧瓶	(500mL)	1 个
温度计	(100℃ 1 支, 300℃ 2 支)	3 支
直管冷凝器	(300mm)	1 支

电动搅拌器（连搅拌桨）	1 套
水浴锅	2 个
电炉（1kW）（可调温）	1 台
烘箱	1 台
电热板	1 块
研钵	1 个
广口瓶	1 个

（四）实验步骤

1. 酚醛树脂的制备

按图 1-1 安装仪器。

称 100g 苯酚及 74g 甲醛置于三口瓶中混合，然后加 1mol/L 的盐酸，调节 $\text{pH}=1.6\sim 2$ （约 10mL 随情况而定，记录加入的酸量）开始用水浴加热，达 $65\sim 70^{\circ}\text{C}$ 即停止加热，使之自动升温至沸腾 98°C ，若自动升温较慢可稍稍加热至沸，或用 $100\sim 110^{\circ}\text{C}$ 的油浴保持微沸，冷凝器出现回流（记录反应时间及现象）。观察是否出现混浊及粘度变化的情况，若沸腾 20min 后仍无混浊，可用滴管再加入少许 1mol/L 的盐酸，反应至停下搅拌后混合物明显的分为水层及树脂层（必要时用玻璃棒蘸取树脂于表面皿上在室温下至变硬）为止（大约 $1\sim 1.5\text{h}$ ）。反应停止后，倒出上层水，

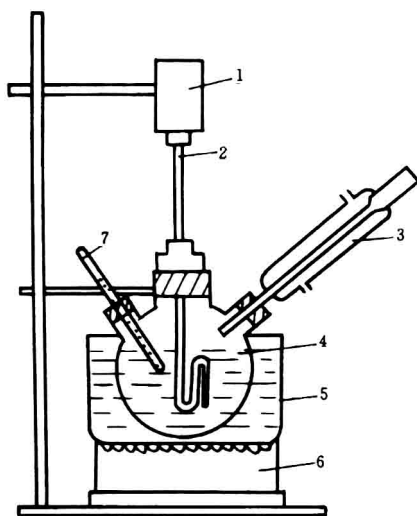


图 1-1 酚醛树脂的制备仪器安装图

- 1—马达 2—搅拌器 3—冷凝器
4—三口烧瓶 5—水浴锅 6—电炉
7—温度计

然后将树脂层倒入蒸发皿置于烘箱脱水干燥，干燥温度可调在 $120\sim 130^{\circ}\text{C}$ 左右，也可把蒸发皿直接在电炉上蒸发，使树脂变为褐色透明状（注意控制，即观察树脂蒸发时无气泡），趁热倒在铁盘中冷却，冷却

后的树脂打碎称量，备用。

2. 酚醛压塑粉的制备

称取一定量的树脂，在研钵中粉碎，然后置于广口瓶中，加入与树脂等量的工业酒精使之溶解，随时用玻璃棒搅拌，密闭放置 12h 后，备用。

按如下配方称取物料

配方：

热塑性酚醛树脂（用工业酒精溶解后的溶液）	60g
木粉	60g
六亚甲基四胺	10g
氧化镁	2g
硬脂酸钙	1.5g
颜料	适量

将上述组分称好后于广口瓶中混合均匀，然后倒入已溶解的树脂调成糊状，放于事先加热 55~60℃ 的电热板上，用铁管不断辊压（电热板上垫有镀锌薄铁板），使酒精慢慢自行挥发，至物料变得不粘辊疏散发脆为止（大约 1h 左右）。将塑粉冷至常温，用研钵粉碎后过筛，备用。

如果实验室具备有捏合机及开炼机，则可采用干法制备压塑粉。根据配方称取各种原料（可把几个小组合成的酸法酚醛树脂原料合在一块制备压塑粉），在捏合机中混合，再在开炼机上加热混炼，使树脂受热熔融，借助于辊筒产生的剪切力，使其与填料等充分浸渍、混合，并使树脂进一步缩聚，部分达到乙阶段，混炼温度约为 100~150℃，时间约 3~4min。混炼后经冷却、粉碎、过筛，保存待压制用。

（五）注意事项

（1）注意反应物 pH 值的调节，用 HCl 调节时，一次加入量不能太多。

（2）如用电炉直接蒸发干燥，必须经常翻动物料，避免产生局部过热。

（3）如用开炼机加热混炼制造压塑粉，应严格控制混炼时间，避

(六) 思考题

- (1) 为什么生产热塑性酚醛树脂要控制苯酚过量?

- (2) 制备压塑粉时加入六亚甲基四胺起什么作用？它的用量对制品有何影响？

- (3) 干燥好的物料为何要置于干燥器中保存? 否则在成型时制品会出现什么现象?

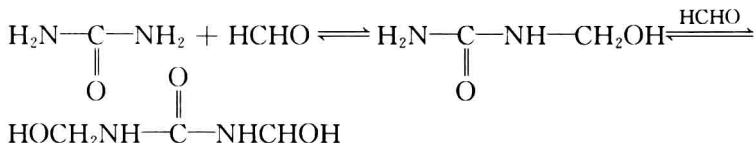
〔附〕 脲甲醛树脂的制备

(一) 实验目的

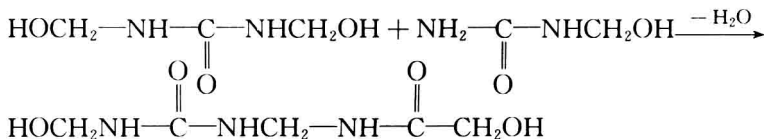
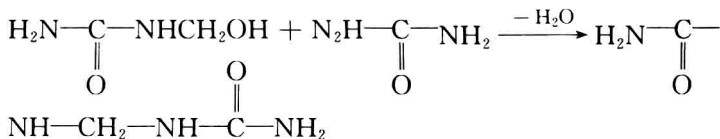
- (1) 了解脲甲醛树脂的聚合方法及工艺条件。
- (2) 了解脲甲醛附胶材料的生产工艺过程及控制条件。

(二) 实验原理

尿素与甲醛在弱酸性或弱碱性条件下，先生成一羟甲基脲和二羟甲基脲：



然后,这些羟甲基衍生物通过羟甲基间或胺基缩合,生成亚甲基键。



进一步缩聚成初聚物（即低相对分子质量缩聚物，是线型或枝型的水溶性树脂）。最后在加热、加压或在酸性催化剂作用下，生成不溶不熔的网状结构聚合物。

在生产过程中一般先将尿素和甲醛缩合成低相对分子质量的树脂水溶液，然后将其浸渍填料，浸有树脂的填料在干燥时，树脂会进一步缩聚，在成型时，树脂又进一步缩聚，最后生成不溶不熔的固体脲甲醛树脂。

（三）实验药品与仪器

1. 药品

尿素（工业品）	100g
甲醛（工业品，含量为 35%~37%）	220g
六亚甲基四胺（化学品）	15g
草酸（化学品）	0.5g
硬脂酸钡（工业品）	1g
石蜡（工业品）	若干
纸浆板（100mm×120mm）	10~20 块

2. 仪器设备

见酚醛树脂制备的仪器

（四）实验步骤

1. 脲甲醛树脂的合成

仪器安装与酚醛树脂的制备相同。将甲醛水溶液加入装有温度计、冷凝器、搅拌器的三口瓶中，然后加入六亚甲基四胺，搅拌 15min，使 pH 值为 7~8。在搅拌的情况下，分批加入尿素，使其溶解，并将温度控制在 35~40℃，反应 60min 后，再加入草酸，检验 pH 值，使反应完全的脲甲醛树脂水溶液的 pH 值应为 5.5~6.5。

2. 脲甲醛附胶材料的制备

将纸浆板裁成所需形样（为计算含胶量应称取其重量）放于搪瓷盆中浸渍脲甲醛树脂水溶液（可两面翻动），浸渍时应注意，作为外层料应浸渍时间长一些，使其含有的树脂量多些，压出的制品表面光洁度较高。内层则浸渍时间稍短，树脂含量相对较少。浸渍好的纸浆板用夹子夹好挂在温度为 50~60℃的烘箱内进行干燥，干燥后（用手摸不发粘，且纸浆板发脆，将纸浆板放于干燥器内备用（为计算含胶量应称取重量）。

（五）注意事项

（1）在脲甲醛树脂缩聚中要严格控制 pH 值在 5.5~6.5 之间。每隔 10min 应用玻璃棒蘸取反应液观察 pH 值。在 50~55℃ 下，反应约 1h，当 pH 值接近 5.5 时，应立刻停止反应。

（2）干燥温度必须控制在 50~60℃，过高会使脲甲醛树脂交联度变大，从而使在压制时失去流动性。干燥时必须经常翻动物料，避免其产生局部过热。

（六）思考题

（1）干燥好的物料为何要置于干燥器中保存？否则在成型时制品会出现什么现象？

（2）制取附胶材料时，面层料与内层料的浸渍时间为何不同？

实验二 甲基丙烯酸甲酯的本体聚合

（一）实验目的

熟悉本体聚合的原理，了解各种因素对本体聚合的影响。

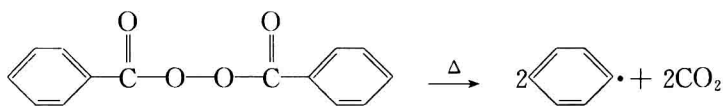
（二）实验原理

本体聚合又称块状聚合，在没有任何介质存在的情况下，单体在微量引发剂的引发下进行聚合，或者直接用热、光、辐射引发聚合。此法的优点：生产过程比较简单，聚合物无需后处理，产品较纯净。缺点：聚合反应是一连锁反应，反应速度较快，反应放热比较集中，又因反应体系粘稠，传热效率很低，所以聚合反应热不易排出，因而易造成局部过热，使产品变黄，出现泡孔，更严重者会引起单体沸腾爆聚，因此，在聚合过程中，严格控制各阶段反应温度，及时排热是很重要的。

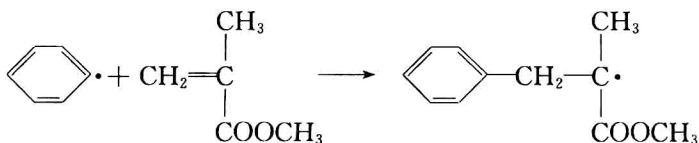
本实验采用过氧化二苯甲酰为引发剂，引发甲基丙烯酸甲酯单体发生自由基型反应，其反应方程式如下。

1. 链引发

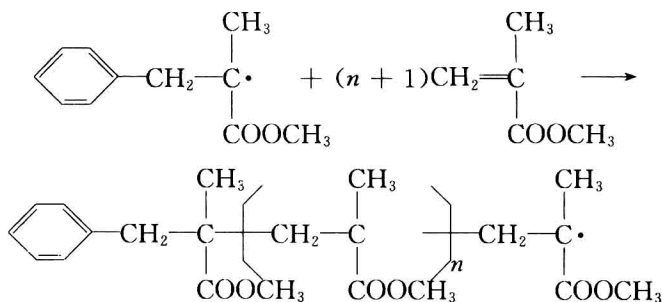
引发剂分解：



引发剂引发单体：

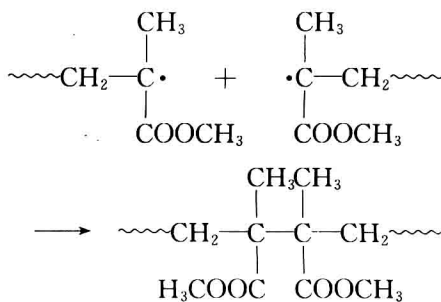


2. 链增长

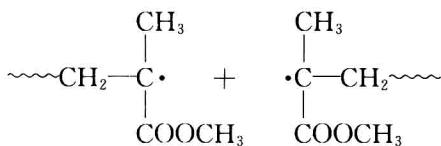


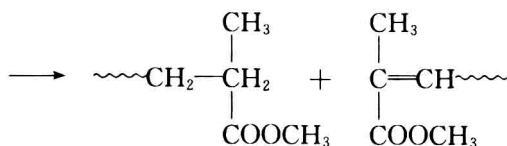
3. 链终止

(1) 双基偶合终止：



(2) 双基歧化终止：





(三) 实验药品与仪器

1. 药品

甲基丙烯酸甲酯 MMA (自制)	100mL
过氧化二苯甲酰 BPO (化学品)	1.0g
邻苯二甲酸二正丁酯 DBP (工业品)	3mL
硬脂酸 (工业品)	0.5g

2. 仪器

调温电炉 (1kW)	1 台
水浴锅	1 个
温度计 (100℃)	1 支
锥形瓶 (200mL)	1 个
自制模具	1 个
电烘箱	1 台

(四) 实验步骤

1. 仪器安装

将盛有水的水浴锅置于电炉上。

2. 加料和预聚合

(1) 按药品所标份量称好各种药品，将 MMA 单体、BPO、DBP 和硬脂酸等加入 200mL 锥形瓶中，搅匀，用塞子轻轻塞上。

(2) 将上述锥形瓶置于 70℃ 水浴锅中，逐步升温至 85~90℃，保持 25min 左右，加热时轻摇锥形瓶，仔细观察聚合情况。

(3) 当锥形瓶内的物料粘度增大至似甘油状时，即可取出锥形瓶，将其迅速冷却至 40℃ 左右，待用。

3. 灌浆成型

(1) 将上述制得的预聚物，小心地灌入向上开口的模具内，灌浆完毕，用胶粘纸贴封模具开口处防止单体挥发散失。

(2) 将灌好浆的模具置于 50℃烘箱中, 让其继续聚合, 直至成为固体 (约 2~5h)。

(3) 模具内物料固化后, 将烘箱升温至 90~100℃, 再烘 2h 左右, 然后, 缓慢冷至室温。

4. 脱模

将模具取出, 除下夹子, 置于 70℃水浴中, 浸泡 1h, 然后撕出胶粘纸, 取下平板硅玻璃片和软橡胶片, 即可得片状物的有机玻璃。

(五) 注意事项

(1) 聚合后期, 一方面要严格控制水温, 另一方面要注意观察反应物粘度, 以防爆聚。

(2) 烘箱必须待物料固化后才升至 90~100℃, 否则易在模具里产生爆聚。

(六) 思考题

(1) 本体聚合与其他聚合方法相比, 有何特点?

(2) 采用预聚合的目的是什么?

(3) 在本体聚合中为何要在低温下聚合, 然后再升温?

(4) 分析实验中的不正常现象。

〔附 1〕 片状物成型模具的制备

(一) 制作模具材料及工具

平板硅玻璃片 (130mm×120mm×2mm)	2 块
软橡胶片 (130mm×120mm×2mm)	1 块
聚四氟乙烯生料带	1 卷
夹子	8~10 个
粘胶纸	1 卷
剪刀	1 把
聚乙烯醇水溶液 (15%) (胶水)	20mL

(二) 制模步骤

(1) 将两块平板硅玻璃片洗净、烘干。

(2) 将软橡胶片剪成“凹”字形, 边宽约 10mm。