

S904高熔体指数PP专用料

鉴定报告

扬子石油化工公司
劳动技术服务公司
科技处

一九九一年五月

鉴定资料

S904高熔体指数聚丙烯专用料研制

综 合 报 告

江苏工业学院图书馆
藏书章

扬子石化公司 劳动技术服务公司
科 技 处

一九九一年五月

一、前言

为了满足丙纶纺丝工业迅速发展的需要，为了满足国内日益增长的丙纶高速纺丝专用料的需求，扬子石化公司劳动技术服务公司与科技处共同选择“5904高熔体指数聚丙烯专用料”课题，进行研制、生产熔体指数 $21 \sim 110 \text{ g/10 min}$ (可调)，丙纶纺丝专用树脂。

二、技术路线

以分子量较高的聚丙烯树脂作为基础原料，采用化学降解方法，加入适量的分子量调节剂等助剂，有效地控制降解在需要的程度上。得到熔体流动性好，分子量分布窄，有利于丙纶纺丝特别是高速纺丝的聚丙烯专用树脂。

三、主要研制内容

- 1、选择了合理的技术路线和工艺方法。确定了降解剂用量、挤出加工温度、螺杆转速等对熔体指数的影响；
- 2、系统的配方试验。包括基础树脂、降解剂配合剂等助剂的选择、用量及加工性能的研究；
- 3、工艺参数的确定。挤出温度与螺杆转速的最佳选择；
- 4、扩大生产试验。考察工艺配方与工艺参数的稳定性；
- 5、产品质量的研究。与国内外同类产品的比较；
- 6、应用试验。将试制的5904树脂提供上海合成纤维研究所，中国纺织大学、上虞化纤厂、张家港市勤联化纤有限公司、滨海县合成纤维厂、象山县合成纤维厂、平湖塑料厂等十几个厂家，分别进行了薄型纺粘法丙纶非织造布，熔喷法超细非织造布及丙纶长丝纺等应用。

四、主要性能指标

使用试验确定的配方及工艺条件得到的专用料性能指标:

序	项 目	单 位	指 标
1	清洁度	个/kg	<15
2	熔体流动速率	g/10min	20~80(可调)
3	等规指数	%	>96
4	拉伸屈服强度	N P A	>30
5	灰份	%	<0.04
6	0.8mm 鱼眼	个/1520cm ²	<10
	1.4mm		<50

五、经济效益与社会效益

1、经济效益预测

该树脂年生产能力2500吨时,生产成本6595元/吨, 当市场售价为7400元/吨时,每吨利税730元/吨,年利税182.42万元。对于3000吨/年的生产线生产成本为6535元/吨,年利税217.24万元;若市场售价7900元/吨,则每吨利税达1290元/吨, 年利税可达387万元。其经济效益十分显著。

2、社会效益

5904树脂分子量分布窄,流动性好,熔体流动速率在20~80 g/10min的范围内可方便地调节,有利于丙纶中速、高速纺丝且可纺细旦优质纤维,应用范围广。

该树脂用于纺丝降低纺丝温度,提高纺丝速度,节能降耗。

该树脂的开发对于增加纺丝品种，提高丙纶纺丝加工性能都有着积极的作用。同时用于丙纶纤维中速，特别是高速纺丝，替代进口材料，节省国家外汇。

六、结论

1、S904树脂采用有机过氧化物作为化学降解剂其生产工艺可行，已形成3000吨/年生产能力。使用的新型化学降解剂用于工业生产，国内前所未有的。

2、按确定工艺条件生产的S904树脂熔体指数稳定，各项性能指标均接近或相当国外同类产品水平。

3、通过严格控制降解剂的加入量，可有效地调节熔体指数，提供用户在20~80g/10min的范围内(甚至可更高)随意选择。填补了国内高熔体指数)50g/10min(且可调)的聚丙烯树脂专用料工业化生产的空白。

4、S904树脂的可纺性、可牵性良好，纺丝温度低，纺丝组件周期正常，完全适用于我国大部分丙纶厂现有纺丝设备的要求，对解决专用树脂国产化具有重大意义。

5、年生产能力2500~3000吨，当销售价格为7400元/吨时，年利税112.42~237.24万元；当销售价格为7900元/吨时，年利税316.17~315.74万元，具显著的经济效益。

鉴定材料之一

S904 高熔体指数聚丙烯专用料

试 制 报 告

扬子石化公司 劳动技术服务公司
科 技 处

一九九一年五月

目 录

一、前言

二、试验部分

(一)、主要设备及原料、规格性能

(二)、采用的配方及工艺过程

(三)、工艺条件试验

1、溶剂用量对PP熔体指数的影响

2、挤出时加工温度对PP熔体指数的影响

3、螺杆转速对PP熔体指数的影响

(四)、扩大试验

1、工艺条件

2、产品质量

(1)、熔体指数稳定性

(2)、物理性能

(3)、分子量分布

(4)、耐热氧老化性能

(5)、过氧化物残留量

(五)、应用试验

1、S904用于薄型纺粘法丙纶非织造布

2、S904用于纺丝

三、三废问题

四、结论

S904高熔体指数PP专用料试制报告

一、前言

随着丙纶高速纺丝工艺的开发，丙纶以其低廉的价格和优良的性能为世人瞩目，并广泛地用于农业及民用各个领域。丙纶高速纺丝工艺一般要求纺丝速度在3000米/分以上，这就对聚丙烯树脂的质量指标提出了更高要求：较低的分子量、窄的分子量分布、较高的等规度、好的熔体流动性、极低的灰份和凝胶粒子等。制造高流动性聚丙烯，关键要对树脂的流变性能进行严格的控制，这有两条途径，其一，是通过聚合工艺来控制聚合物的分子量及其流变性，但比较困难；其二，改善聚合后PP产品的流变性能。目前使用最广泛、较经济有效的是采用化学降解法。本产品S904树脂就是采用有机过氧化物作为降解剂而生产的高流动性能纺丝级PP树脂。

S904是我厂在公司领导的正确决策下，扬子公司科技处的支持下开发的高熔体指数纤维级PP树脂。该产品经十几家丙纶厂及科研单位的试纺，结果表明该树脂的可纺性、可牵性好，纺丝温度低，纺丝产品合格率和物性指标较好，受到用户好评。

扬子石化公司是聚丙烯树脂的大型生产厂家，用先进的液相本体法生产的PPF—401产品，具有分子量高、等规指数高等特点，这对提高S904产品质量、扩大品种和提高其竞争能力将起到重要作用。

二、试验部分

(一)、主要设备及原料规格性能

1. 主要设备

SIST65/28塑料挤出机

汕头机床厂

GH—200A高速混合器

北京塑料机械厂

压片机

热压机HMT—36

410×410mm

电加热

冷压机GMT—1A

410×410mm

水冷却

日本东京

TA—200型热分析仪

美国Du—Pont公司

热膨胀系数测定仪XRZ—400A

长春非金属试验机厂

2. 原料规格性能

PP, 粉状或粒状

扬子石化公司产品

等规度>96(%)

灰份(粉末)<0.04(%)

降解剂: 有机过氧化物母粉, 其中PP等规度95~98(%)

助剂: 工业级

均属国产

(二)、采用的配方及工艺过程

1. 采用的配方:

原料

质量份

PP

100

降解剂

变量

助 剂

适量

2. 工艺过程

首先，将PP、降解剂母粉及其它助剂按配方量分别加入高速混合器中，在低速下搅拌约一分钟。然后将混好的料进行挤出造粒、筛分、包装、称重、入库。

(三)、工艺条件试验：

1. 降解剂用量对PP熔体指数的影响

为了确定试制S904的配方，我们首先进行了降解剂的变量试验，通过改变降解剂的用量来考查降解剂的用量对PP熔体指数的影响。

试验条件：挤出机温度为 $190 \sim 230^{\circ}\text{C}$ ，主机螺杆转速为60转/分。

试验结果如图一和表1所示：

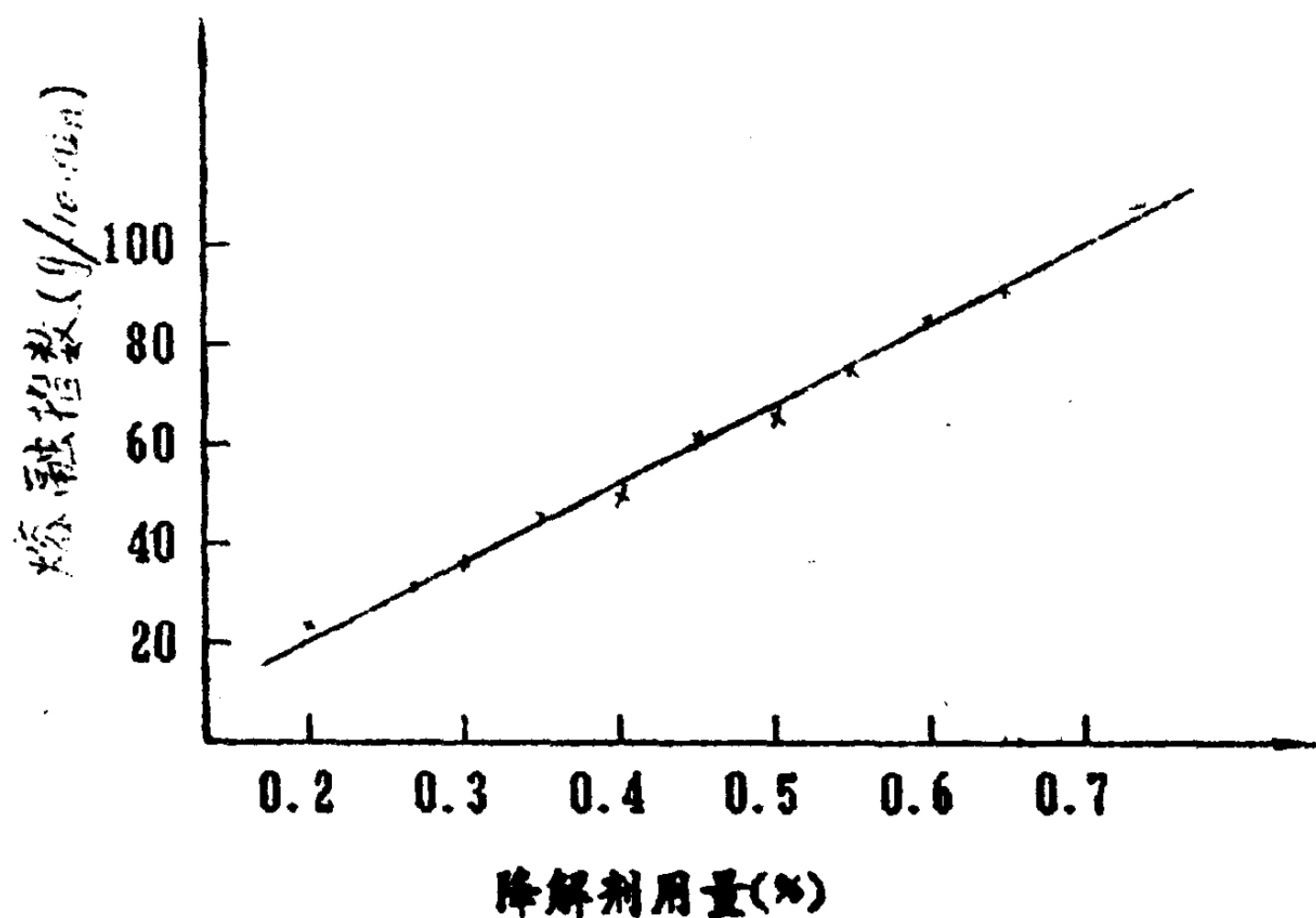


表1降解剂用量对PP熔体指数的影响(重复试验)

试验编号	降解剂用量(质量份)	MI(g/10min)
9010272 9010301	0.20	24.3 23.9
9010274 9010301	0.30	36.1 37.9
9010291 9010301	0.40	49.3 49.9
9010293 9010305	0.50	61.4 62.4

从图一可以看出, PP的熔体指数随降解剂用量的增加而提高, 当降解剂用量 ≤ 0.65 份时, PP的熔体指数与降解剂用量呈线性关系。从表1看出降解剂用量 ≤ 0.5 份时PP熔体指数值的重复性很好, 因此可根据用户对熔体指数的要求, 通过控制降解剂用量来达到调节PP熔体指数的目的。

2. 挤出温度对PP熔体指数的影响

为了确定S904在挤出时的加工温度, 我们固定其它条件, 只通过改变挤出温度, 考查挤出时的加工温度对PP熔体指数的影响, 其结果见表2。

表2挤出时加工温度对PP熔体指数的影响

试 验 编 号	挤出机各区温度(℃)				M I
	I 区	II 区	III 区	模头(仪表)	g/10min
91352—1	186	218	238	190	36.3
91352—2	176	212	230	190	31.7
91352—3	224	239	259	195	41.4

表2结果。正象我们所预料的那样 在挤出时, PP的熔体指数随着温度的提高而上升, 在挤出过程中适当提高温度, 这有利于过氧化物的完全分解, 但温度不能过高, 温度过高聚丙烯降解, 力学性能降低。所以确定挤出温度为:

I 区: $190 \pm 10^{\circ}\text{C}$ II 区: $215 \pm 5^{\circ}\text{C}$ III 区: $235 \pm 5^{\circ}\text{C}$

模头: $195 \pm 5^{\circ}\text{C}$

3. 螺杆转速对PP熔体指数的影响:

在试生产S904的同时, 我们调节螺杆转速分别为60转/分、76转/分、84转/分, 进行试验来考查螺杆转速对PP熔体指数的影响, 其结果见表3。

表3螺杆转速对PP熔体指数的影响

试验次数	试验编号	螺杆转速(转/分)	MI(g/10min)
1	9101262—1	64	38.2
	9101262—2	76	37.0
	9101262—3	84	36.6
2	9101302—1	64	33.8
	9101302—2	76	35.4
	9101302—3	84	30.5

由表3可以看出, 在实验范围内螺杆转速的变化对PP熔体指数影响不大。

(四)、扩大试验

通过前面的条件试验, 确定了试制S904的工艺条件及配方后, 试生产了S904二十吨, 发往上海、山东高密、浙江平湖等地, 今年

又生产了300多吨 有关单位， 现将该产品的主要工艺条件及该产品的性能总结

1. 工艺条件

挤出机各区温度(℃)

I 区:190±1℃ II 区:215±5℃ III 区:235±5℃

模头:195±5℃

物料在挤出机内部的停留时间2—3分钟

冷却水温50±5℃

2. 产品性能

(1)、熔体指数的稳定性

根据配 试验结果， 我先试生产了三种， 设定值为：① MI - 25g/10min ②MI- 35g/10min ③MI- 75g/10min。 不同MI的PP树脂各10吨 现将熔体指数试验结果汇总如下：

表4—1熔体指数汇总表(g/10min)

24.1	23.5	24.4	24.6	24.2	21.8
24.6	24.2	22.1	23.6	24.2	24.7
24.8	24.5	24.9	24.1	25.0	24.7
24.9	23.1	23.5	25.5	25.4	24.0
26.6	25.4	22.6	26.3	24.8	23.0
22.5	24.0	24.9	22.8	22.8	23.9
23.9	21.9	23.0	23.6	23.8	22.5
22.4	21.5	21.9	25.2	27.1	24.1
24.2	25.8	21.1	24.5		
平均值,MI- 24.0正偏差3.1负偏差2.9					

表4—2熔融指数汇总表(g/10min)

33.8	35.5	33.3	35.3	33.0	37.6
35.6	37.4	35.2	38.0	36.2	34.2
38.0	35.1	39.3	34.2	35.0	34.1
32.9	36.3	34.0	35.4	34.7	36.5
35.1	37.2	39.5	34.7	34.6	34.5
38.1	36.0	33.5	36.4	36.3	33.4
33.5	36.0	33.8	38.8	35.6	36.5
37.6	33.7	36.1	36.5	32.9	37.0
平均值, MI- 35.6g/10min 正偏差3.2 负偏差2.7					

表4—3熔融指数汇总表(g/10min)

73.9	74.7	75.3	75.5	75.8	75.1
74.6	73.8	72.4	75.5	77.1	77.0
76.8	73.2	71.6	73.7	76.2	72.5
74.0	74.0	73.9	76.1	75.5	75.5
平均值, MI- 74.7g/10min, 正偏差2.4 负偏差3.1					

由表4结果看, 用我们选用的降解剂使PP树脂在挤出机中降解生产的S904树脂, 其熔体指数相当稳定, 并且与配方试验结果相一致。

(2)、物理性能

S904树脂与美国PC966树脂及辽化70226树脂进行比较，其结果见表5。

表5 国内外树脂质量比较

项 目	树 脂	S904 1	S904 2	S904 3	美国 PC966	辽化 70266
熔体流动速率(g/10min)		26.1	30.9	30.4	25.72	23.5
清洁度(个斑点/Kg)		0	1	0	1	1
拉伸屈服强度(MPa)		34.5	34.8	35.4	34.0	37.0
断裂强度(MPa)		35.4	35.1	36.5	34.0	34.6
等规指数(%)		99.0	98.0	97.7	97.7	98.9
灰 份(%)		0.021	0.023	0.032	0.032	0.022

从表5来看，S904树脂的压片拉伸强度与辽化70226及美国PC966基本上一致，所以说S904的拉伸强度，等规度均达到了美国PC966水平，但灰份比PC966高，这与我们所用基础树脂灰份有关。

(3). 分子量分布

用过氧化物作降解剂生产的高熔体指数PP树脂与氢调节法聚合生产的高熔体指数PP树脂。其区别就是它的分子量分布窄，表6是我厂试生产的S904树脂与其他树脂的分子量分布的比较。

表6 S904树脂与其他树脂分子量分布比较

树脂牌号	批 号	M I	分子量分布	备 注
S904	901030		3.09	过氧化物降解
日本S702			5.98	氢调节法
辽化5028	820522		6.85	

从表6可以看出，采用过氧化物降解法生产的高熔体指数PP树脂分子量分布指数小于4，而通过氢调节法生产的高熔体指数PP树脂分子量分布指数在5以上。

(4)、耐热氧化性能

S904树脂与美国PC966树脂的热分解温度，氧化诱导期和氧化起始温度进行了对比，其结果见表7

表7 S904树脂与美国PC966树脂的热氧化性能比较

树脂牌号	热分解温度℃	氧化诱导期(分)	氧化起始温度(℃)
	N2气氛40ml/min	O2气氛40ml/min	O2气氛40ml/min
S904—910228	394.54	12.64	263.26
S904—910302	364.52	14.70	262.56
S904—91223	375.02	12.67	359.92
PC966	289.92	14.81	255.67

表7可以看出，S904树脂的氧化诱导期和氧化起始温度与PC966的相当，S904树脂的热分解温度比PC966树脂高。

(5)、过氧化物残留量

我们通过二次挤出造粒，测定其熔体指数的变化来考查过氧化物的残留量。

表8 S904树脂二次造粒后熔体指数的变化

熔体指数 (g/10min)	编号			
		9010303—4	9101181—2	9101183—4
造粒次数				
1		49.90	24.3	26.5
2		49.86	27.4	29.7

由表8结果可以看出，通过二次挤出造粒，熔体指数增加的幅度不大，熔体指数少量的增加只是机械及热降解所造成，这说明采用过氧化物为降解剂生产的S904树脂中残留的过氧化物已不致影响产品质量。

(五)、应用试验

我们将试制的S904高熔体指数纤维级树脂提供给上海合成纤维研究所、上海纺织大学，浙江上虞化纤厂，象山合成纤维厂等十几个厂家，分别进行了等型纺粘法丙纶非织造布，熔喷法超细非织造布及丙纶长丝纺等应用，用户普遍反映较好。

(1)、S904用于等型纺粘法丙纶非织造布

表9 物理性能测试结果

熔体指数 g/10min	密度 g/cm ³	强力 (N/5×10cm)		撕裂强度 N		伸长率 (%)	
		纵	横	纵	横	纵	横
39.254	17.3	17.4	27.5	11.9	19.3	57.6	54.9
合纤所企业标准	<18	>18	>24	>11	>13	30—70	30—70

由上表可以看出，S904用于无纺布达到了合纤所的企业标准，用户反映该材料纺丝工艺稳定，在固定工艺下基本无注头，断头，而使用其它原料注头断丝严重。

(2)、S904用于纺丝

我们将S904提供给十几家丙纶厂进行了试纺，这里仅介绍浙江上虞化纤厂的试纺情况，其余详见用户的报告。

上虞化纤厂纺丝设备系美国HILLS公司制造的CMS—4—4—76型一步法纺牵联合FOY机，纺丝情况见表10和表11。