

塑料实验

〔英〕C. A. 雷特奋 A. 阿尔考特著

科技卫生出版社

內 容 提 要

塑料在國民經濟中已成為不可缺少的一種材料。本書詳盡地敘述了各種塑料的實驗過程，其中一部分的操作過程是符合目前國內工廠中的實際操作情形，一部分是我國正在創建的或還待發展的工業，可以作為大學及專科學生的塑料實驗指導及塑料工作者的參考讀物。

塑 料 實 驗

EXPERIMENTAL PLASTICS FOR STUDENTS

原 著 者 [英] C. A. Redfarn & A. Allcott

原出版者 Iliffe & Sons, Ltd. 1949 年版

譯 者 王 寧 海

科 技 衛 生 出 版 社 出 版

(上海南京西路 2004 號)

上海市書刊出版業營業許可證出 093 號

上海市印刷四廠印刷 新華書店上海發行所總經售

統一書號：15 · 232

(原科技版印 15,040 冊)

開本 787×1092 毫米 1/32 · 印張 3 1/16 · 字數 55,000

1958 年 10 月新 1 版

1958 年 10 月第 1 次印刷 · 印數 1—10,000

定價：(10) 0.40 元

原 序

在本書中所敘述的實驗是企圖使大學或專科學生領會塑料工業的生產和壓制中的一些原則問題。

這些課程是最近十五年來在倫敦保羅塑料工學院塑料工藝研究所中逐漸發展而得的。因此本書中所敘述的方法主要均來自保羅工學院實驗工廠中已做過的實驗；但大部分實驗亦能在一般具有普通的實驗設備及一部小滾筒機、蒸汽加熱冷水冷卻的壓機及能供給 10.5 公斤/平方公分蒸汽壓的一般化工機構。

在保羅塑料工學院中的學生，每星期經常有二小時的實習課程，這些已敘述的課程都能在二小時內完成，或部分完成以待下次實習再繼續之。

這是說明本書特別地缺少乙烯類單基物聚合試驗的理由。

本書所述的實驗已經過几年的充分試驗，假定學生具有初級有機化學的知識及熟習運用一般化學實驗室的設備，則在適當的監督下都能良好地勝任的。

如可能，先用玻璃儀器在試驗台上做實驗，使學生可以有機會觀察各種反應，使熟悉生成中間產物與最後產物的性質。然後在實驗工廠中進行小規模生產情形盡可能與工業上的操作相近似。實驗中記有五角星記號★的是表示實驗至這一階段時是可以安全停止以待下次實驗再繼續之。

一般認為在技術工作者中，只有一小部分的人富有研究性，因此能在实际工作中得出正确的結論。我們也知道参加上課的学生只有有限的时间做实验工作。因此之故，在每个实验課程中都精确地指示学生应如何做及應該得到何种結果。

在保罗塑料工学院中每年都有新的課程在增添中，經過充分的試驗而得出有条不紊的操作方法。例如現在已有挤塑机，对一系列的热塑性塑料正在收集及注意中，以备在下次出版中將詳細地叙述挤塑实习課程。并希望能及时地找出在二小时的实习時間中做好乙烯类聚合反应的实验方法。

在各个实习課程中对檢查用量及措辞已耗过許多時間，并希望很少有錯誤發現，著者將很感謝讀者們指出这些錯誤。

西·爱·雷特奇 著
爱·阿尔考特

1949 年

目 錄

原序

實驗須知	1
實驗 1 縮合反应的初步研究	3
實驗 2 一級反应的酚甲醛樹脂	5
實驗 3 强热对一級反应的酚甲醛樹脂及諾复腊型酚 甲醛樹脂的影响	8
實驗 4 諾复腊型酚甲醛樹脂	9
實驗 5 諾复腊型酚甲醛樹脂(4,500 毫升容量小規模实验)	11
實驗 6 諾复腊型酚甲醛樹脂(9,000 毫升容量小規模实验)	14
實驗 7 以木粉为填充剂的酚甲醛压塑粉(双滾筒 軋机混合)	18
實驗 8 石棉填充剂的酚甲醛压塑粉(本氏密閉式 混合机混合)	20
實驗 9 用圓盤流动度法(或名圓片流动度法)测定酚 甲醛压塑粉的流动度	25
實驗 10 在手搬式及半自动式压模中用压榨法压制酚 甲醛及脲甲醛压塑粉	26
實驗 11 用圓杯流动度法测定酚甲醛压塑粉的流动度(英國 塑料联合会及英國标准 B. S. 771:1948 方法)	30

实验 12	酚甲醛树脂鑄料	33
实验 13	凝固的酚甲醛树脂粘結剂	34
实验 14	用双滾筒机制备的脲甲醛压塑粉	36
实验 15	热对帶酸性脲甲醛树脂的影响	39
实验 16	用圓盤流动度法(或名圓片流动度法)測定脲 甲醛压塑粉的流动度	40
实验 17	測定脲甲醛压塑料的成型時間(或压塑時間)	41
实验 18	已配入隙縫填充剂的脲甲醛低温膠合剂	42
实验 19	醋酸纖維酯軟片	44
实验 20	醋酸纖維酯压塑粉(溶剂法)	45
实验 21	醋酸纖維酯压塑粉(无溶剂法)	47
实验 22	热塑性塑料的压制	48
实验 23	聚氯乙烯挤塑料(压塑料)	50
实验 24	热塑性塑料的挤塑	51
实验 25	中等冲击强度的酚甲醛压塑粉(一級反应)	55
实验 26	中等冲击强度的酚甲醛压塑粉(二級反应)	56
实验 27	三聚氰胺甲醛树脂及压塑粉	57
实验 28	酚糠醛树脂及压塑粉	59
实验 29	酚甲醛树脂積層塑料板(一級反应)	61
实验 30	酚甲醛树脂積層塑料板(二級反应)	63
实验 31	各种酚类的反应	65
实验 32	瀝青塑料	66
实验 33	压塑粉的比容与体積系数及压制品(成型物) 的比重(英标准 B. S. 771, 1948, 23 頁)	67

實驗 34	商品福美林液中所含甲醛量的測定	69
實驗 35	醇酸縮合樹脂	71
實驗 36	酪素織針	72
附錄 1	壓塑压力的計算	73
附錄 2	攝氏 (°C) 華氏 (°F) 及蒸汽压力对照表	76
附錄 3	各种塑料与各种顏料及染料的相合性	77
附錄 4	所需要的試剂表	79
附錄 5	某些試剂的近似密度、100 克重的体積及其熔 点与沸点	82
附錄 6	磅/平方吋換算成公斤/平方公分	83
	英制与公制压力換算表	83
	中英文譯名对照表	84

实验须知

在开始实验前须细读实验方法，然后收集所需的仪器及物料或至少能随时拿到。为了寻觅失去的试剂或安置一件仪器而中断实验致使树脂过度聚合或甚至毁坏产品。

实验用过的试剂应即归还原处或保存好。

盖试剂瓶的瓶塞不应放在台上，宜拿在手中，用后即再盖好。向试管倒试剂，宜用右手拿试剂瓶，左手拇指及食指拿试管。左手其他手指移去瓶盖。这样操作可以避免塞错瓶盖的可能。

当应用密闭罐子或其他容器时，尽可能在开另一罐子时盖好已开的罐子。在不可能时则应小心，不要盖错罐盖。

记牢在白色或浅色的压塑粉中含有几点深暗色的杂质会使完成的塑制品表面损坏。

当应用试验台上的仪器时，应注意所有玻璃或橡皮管或塞子宜适当地装牢。倘溶液在回流下及其后的真空蒸馏时，应确使连接在回流冷凝管及蒸馏冷凝管的橡皮塞应一样大小并稳固地装牢。

玻璃搅拌棒及玻璃管必须在本生灯上烧成圆头，以免损坏玻璃仪器或橡皮管及软木塞等。

决不可企图修剪一个软木塞或橡皮塞以装在烧瓶上。宜试

另一塞子或另一燒瓶。

鑽軟木塞的孔应采用鑽孔器向每面各鑽一半，但对橡膠塞則用湿的鑽孔器只須下墊木片而向一面鑽下即可。鑽橡膠塞或裝玻璃管于橡膠塞或接管时都是用水为滑潤剂。

在使用实验中的設備前，須使自己尽力熟悉所有管道及控制設備。

所有管道都已按照标准漆成各色如下(英國 B. S. 617: 1942 标准):

水	天藍色
蒸汽	深紅色
电	橙黃色
煤气	深乳白色
空气	白色
油	淺棕色

在一管二用时，例如蒸汽或水，則在管上間隔地漆上相应的顏色。

物料的貯存

不立即使用的压塑粉及其他压塑料应貯于密閉罐中或其他不透空气、潮气的容器中。

清洗

制过树脂的燒瓶應該在使用后立即清洗，因置于瓶中越久越难清洗。倘用少量丙酮或丙酮乙醇混合物不能除去粘結物时，可試用濃燒鹼液以除去酚醛树脂及用鹽酸以除去脲甲醛树脂。在特殊情况下还需要延長加熱時間。

實驗 1 縮合反应的初步研究

所用的原料及設備

1. 四个硬質試管
2. 水浴鍋或 400 毫升燒杯
3. 90% 石碳酸溶液(即酚)
4. 40% 福美林液(即甲醛液、蟻醛液)
5. 稀氨水(約 4N, 或 200 毫升 0.880 濃氨水加水稀釋至 1 公升)
6. 33.33% 氫氧化鈉溶液
7. 稀草酸溶液 (3%)

實驗程序

在四个試管中, 各加 9.2 毫升 90% 石碳酸溶液及 10 毫升 40% 福美林液 (分子量比为 1:1.5 并在試管口近处做好 1 号、2 号、3 号、4 号标记以便識別)。

在 1 号試管中, 不加促進剂。

在 2 号試管中, 加 4 毫升稀氨水 (4N) (并注意温度的上升)。

在 3 号試管中, 加 4 毫升氫氧化鈉溶液。

在 4 号試管中, 加 4 毫升稀草酸溶液 (3%)。

將 4 个試管放在水浴鍋上夾水加热至沸騰 (圖 1), 沸騰 60 分鐘后, 即將試管取出, 任其冷却, 則在 2 号、3 号及 4 号的試管中有水層析出。并將析出的水層傾去。

应注意每个試管的内容物的顏色及發生任何变化的時間与

性狀。在試驗時可以看到，不加促進劑的 1 號試管內，沒有顯著的作用，加稀氨水的試管中，早就發生猛烈的放熱反應，但另外

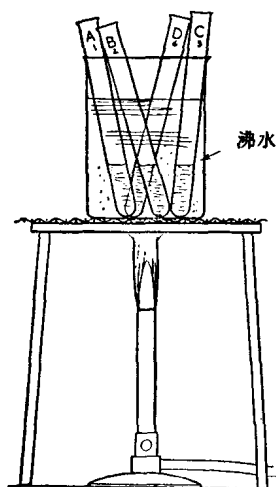


圖 1 比較縮合反應
的儀器裝置

二個放氫氧化鈉溶液及草酸溶液為促進劑的作用是比較緩慢，粘度亦比較軟。

在注意 2 號及 3 號內容物分成二層的情形中，可以看到 2 號（用氨水為促進劑）的樹脂液在冷卻後是黃色乳狀固體（即 A 期樹脂或名瑯珀 A）。這種乳狀的原因是含有水分*。如果將水分完全除去，即變成黃色透明樹脂**。

在 4 號（用酸性促進劑）試管中，可以得到白色乳狀樹脂（即“諾復腊型樹脂”）。

現在將 2 號及 3 號試管用試管夾夾住，小心地在本生燈上加熱，則固體樹脂熔融，繼續加熱則成橡膠狀的 B 期樹脂，再繼續加熱即變成硬而不熔不溶的樹脂（即 C 期樹脂）。

當用傾出法分離水層時，在 4 號試管一般終不能全部分清水分，所以不宜在本生燈上加熱，因為水氣泡的突然發生可能將內容物猛烈地射出試管。這個試管應當保存，以供實驗 3 的應用。

譯者注 *約含水分 30%

**放置日久會變深紅棕色

實驗 2 一級反应的酚甲醛樹脂

所用的原料及設備

1. 石碳酸
2. 40% 福美林
3. 0.880 氨水
4. 工業用甲醇或乙醇
5. 容量 1 公升的厚口燒瓶及直形冷凝管
6. 一盆冷水
7. 真空蒸餾設備
8. 110°C 溫度計
9. 水浴鍋
10. 平盤(搪瓷或鐵質)

實驗程序

將 250 克石碳酸, 250 毫升 40% 福美林(分子量比 1:1.25*) 及 25 毫升 0.880 氨水共同加入燒瓶中, 氨水宜最后加入, 在加入后須小心地搖蕩混和, ★ 于是將混合物在迴流裝置下小心地加熱, 加熱方法可手拿本生燈用低火焰輪轉加熱于燒瓶, 以免加熱不均(見圖 2)。當一見有細小泡沫開始升起時, 此即表示放熱反應業已開始, 應立即取去本生燈停止加熱, 利用反應液自發

* 理論分子量比是 1:1.5, 但工業上是採用較低的甲醛比, 因為可以節省材料而得具有足夠的網狀結構產物

★ 見原序說明

的热量任其沸騰，倘反应液有溢出烧瓶不易控制时，应立即用預先准备好的一盆冷水冷却它，使反应温度降低，防止溢出（見圖3）。当發热反应过去（即沸騰减弱），应即裝上三脚架及石棉網繼續加热（見圖4），直至發生乳白現象（从开始沸騰至乳白約須25~30分鐘）。在开始加热时应謹慎，因反应是猛烈的放热作用。乳白后再加热 10 分鐘然后改裝成真空蒸餾裝置（見圖5），此时內容物將必分成二層。★

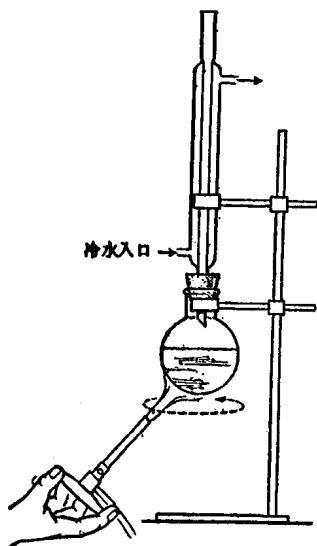


圖2 迴流裝置。燒瓶
上有裝有迴流冷凝管

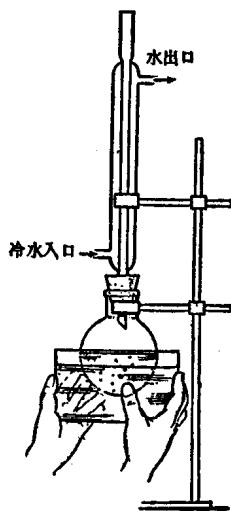


圖3 減緩放熱反
應的方法

真空蒸發在水浴鍋上進行，水浴鍋的温度約在 80°C 左右（即樹脂液的温度在 $70\sim 75^{\circ}\text{C}$ 之間），并时常开或关“螺絲橡皮

管夾”，使空气進入反应樹脂液中起攪拌作用，蒸餾繼續至所取出的样品在水中冷却后即成固体透明樹脂。在取样时应很小心地將連接受水燒瓶与真空泵間的橡皮管开放，然后关真空泵及开蒸餾燒瓶塞，用玻璃棒蘸取樹脂少許，当样品冷却后結成透明固体时，即可將其倒入平盤中冷却。

倘樹脂用于制造浸漬層膠板（層狀塑料）时（見实验29），可不必將樹脂倒入平盤中，而直接加入200毫升“工業用甲醇”于燒瓶中制成“約含60%樹脂的浸漬用假漆”。將此假漆放置一旁以供將來实验29之用。

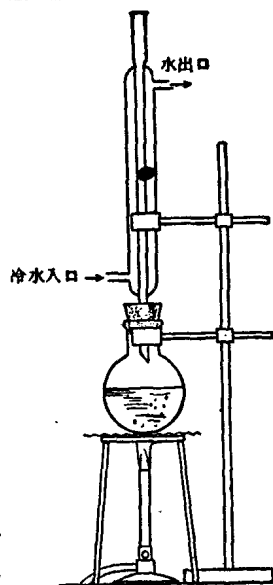


圖4 諾复膳型酚甲醛樹脂的制备，迴流是在石棉網上加熱完成

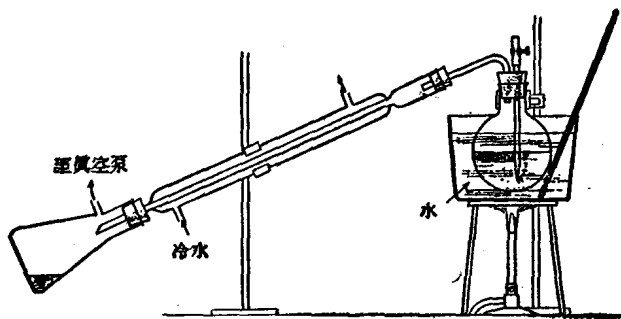


圖5 真空蒸溜。在迴流中所形成的水分，用低溫真空管蒸餾除去，以免樹脂太老

实验 3 强热对一級反应的酚甲醛樹脂 及諾复腊型酚甲醛樹脂的影响

所用的原料及設備

1. 由实验 2 制得的固体酚醛樹脂及由实验 1 用草酸做触媒的諾复腊型酚甲醛樹脂。
2. 二个硬質試管 (一个已盛有由实验 1 來的諾复腊型酚甲醛樹脂。
3. 鉄方座及二个試管夾
4. 二根圓头玻璃棒
5. 油鍋
6. 200°C 溫度計

实验程序

按圖 6 的裝置，將約 5 克的一級反应的樹脂粗略地粉碎后放入空的試管中，与实验 1 的 4 号試管共用管夾浸于油鍋中，并使樹脂部分浸在油面下。將油浴鍋徐徐加热至溫度在 120~130°C，維持此溫度，并用玻璃棒不絕地攪拌樹脂。

注意鹼性为触媒的樹脂(即 A 期樹脂，或名烈西托)先开始熔融，繼續加热則变成橡胶狀(B 期樹脂)及再繼續加热則变成坚硬不熔不溶性的樹脂(即 C 期樹脂或名烈西脫)，这些变化是典型的热硬性樹脂反应。

注意实验 1 的諾复腊型酚甲醛樹脂，有同样的变化。虽然 C 期樹脂將不会这样快的到达，这个酸性触媒樹脂是一个例外

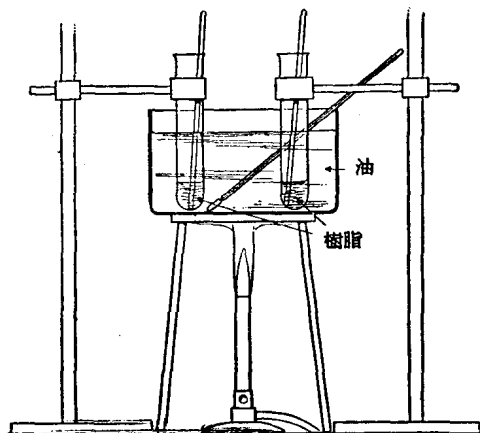


圖 6 酚甲醛樹脂(一般反应的酚甲醛樹脂及諾復腊型酚甲醛樹脂)对热的影响。在油浴鍋中加熱的情形*。

實驗 4 諾復腊型酚甲醛樹脂

所用的原料及設備

1. 石碳酸
2. 40% 福美林液
3. 結晶草酸
4. 1,000 毫升厚口燒瓶及直形冷凝管
5. 一盆冷水

譯注 * 由于甲醛含量太高，一般工厂中所制的諾復腊型酚甲醛樹脂，其酚与甲醛的克分子比在 1:0.8~0.9 之間

6. 真空蒸餾設備

7. 溫度計 (110°C)

8. 熱水浴鍋

9. 平盤

實驗程序

將石碳酸 250 克, 40% 福美林 160 毫升(分子量比 1:0.8)及 3.75 克草酸加入燒瓶中相互混合。★ 于是將混合物在迴流冷凝管下細心地加熱。加熱方法可手提本生燈用低火焰輪流加熱于燒瓶以免加熱不均(見圖 2 及譯注)。當一見有細小泡沫開始升起時, 此即表示放熱反應業已開始, 應立即移去本生燈, 停止加熱, 利用內容物的放熱反應, 任其繼續沸騰。倘反應液有溢出燒瓶不易控制時, 應立即用預先准备好的一盆冷水冷卻它(見圖 3)。當發熱反應過去(即沸騰減弱), 應立即裝上三腳架及石棉網繼續加熱(見 7 頁圖 4), 直至發生乳白現象(譯者注從開始沸騰至乳白約需 20~30 分鐘)。在開始加熱時應該謹慎, 因開始沸騰後的反應是猛烈的放熱作用, 乳白後再加熱 10 分鐘, 然後改裝成真空蒸餾裝置(見 7 頁圖 5), 此時內容物將必分成二層。★

譯注 (1) 現在國內膠木粉工廠對製造諾復腊型酚甲醛樹脂一般采用酚與甲醛分子量比例在 1:0.8 或 0.9 之間

(2) 用 800 瓦的電爐及石棉網加熱亦可

(3) 如無真空蒸餾設備, 可以將分成二層的反应物, 傾出上層水溶液將下層樹脂液傾在銅鍋中, 加熱至 130 至 160°C 立即取下冷卻, 即成固體透明酚醛樹脂, 因加熱時有濃烈的甲醛氣體發生, 所以最好在通風櫥中加熱, 或通風處