

聚氯乙烯挤出制品中塑化问题排查

孔阳, 张广华, 朱琦

(镇江联成化学工业有限公司, 江苏 镇江 212006)

摘要: 本文根据实际应用中出现的塑化问题, 利用实验室气相色谱 (GC)、凝胶渗透色谱 (GPC)、热重分析 (TGA)、差示扫描量热 (DSC) 等测试仪器, 分别对 PVC 塑料制品的原料、配方、工艺等因素进行分析排查, 最终确定 PVC 塑料制品出现塑化问题的原因。

关键词: 机械设计; 施工; 数字化转型; 路径

中图分类号: TQ330.493

文献标识码: B

文章编号: 1009-797X(2024)12-0055-04

DOI: 10.13520/j.cnki.rpte.2024.12.011

聚氯乙烯塑料是最早工业化的塑料品种之一, 具有耐磨损、耐溶剂、耐臭氧、强度高、阻燃和化学性质稳定性好等一些列优点, 广泛应用在许多领域^[1-2]。但是由于聚氯乙烯本身分子结构的特点及聚合生产过程中的问题, 其热稳定性差、黏度大、溶体强度差、塑化性能较差^[3]。

聚氯乙烯挤出加工成型过程中, 塑化质量将直接影响 PVC 塑料制品质量。因此研究聚氯乙烯挤出加工成型过程中, 塑化质量的影响因素是确保 PVC 塑料制品质量的关键之一, 对 PVC 塑料制品加工有着十分重要的意义^[4]。

本文根据实际应用中出现的塑化问题, 利用实验室气相色谱 (GC)、凝胶液相色谱 (GPC)、热重分析 (TGA)、差示扫描量热 (DSC) 等测试仪器, 分别对 PVC 塑料制品的原料、配方、工艺等因素进行分析排查, 最终确定 PVC 塑料制品出现塑化问题的原因, 是配方的改变所导致。

1 试验部分

1.1 试验仪器

凝胶渗透色谱 (GPC); 气相色谱 (GC); 热重分析 (TGA); 差示扫描量热 (DSC) 测试; 双辊开炼机; 电子天平; 电动压片机; 透光率仪。

2 结果与讨论

2.1 问题简述

车间在生产某规格聚氯乙烯产品时, 发现拉出坯

料表面不平整, 详细图片如下图 1。更换不同批次增塑剂 (DHPH, 邻苯二甲酸二丙基庚酯) 后, 此问题解决, 车间初步怀疑增塑剂品质存在问题。根据车间所反映现象, 现场对正常、异常的样品进行取样 (包括增塑剂、PVC 塑料粒、塑料胚料)。实验室利用气相色谱 (GC)、凝胶液相色谱 (GPC)、热重分析 (TGA)、差示扫描量热 (DSC) 等测试仪器, 分别对 PVC 塑料制品的原料、配方、工艺等因素进行分析排查。

从图 1 中可以看出, 问题样品胚料表面不光滑, 凹凸不平, 同时对凸出位置进行切片, 观察凸出点下层样貌。从图中可以看出, 凸出位置下层颜色均匀, 没有明显透明白点, 说明凸起物不是由 PVC 树脂粉没有塑化颗粒或者鱼眼所导致。

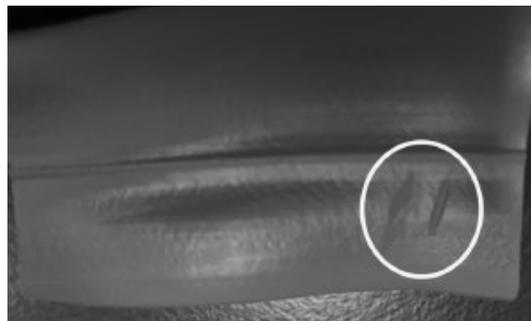


图 1 问题 PVC 制品表现图

2.2 原料影响排查

此种规格聚氯乙烯产品中, 主要原料为 PVC 树脂

作者简介: 孔阳 (1985-), 男, 高级工程师, 硕士, 主要从事 PVC 材料及其助剂的研究。

收稿日期: 2023-07-27

粉、增塑剂、颜料、钙粉、稳定剂，其中PVC树脂粉以及增塑剂为主要原料，其余均为辅料。实验室主要对PVC树脂粉以及增塑剂进行排查比较。根据车间反映，初步怀疑增塑剂问题，所以原料排查先从增塑剂着手。

2.2.1 增塑剂排查

(1) 外观测试

出现PVC胚料表面不光滑现象，首先怀疑增塑剂里面，是不是存在不明凝胶物质，与PVC材料塑化温度不同，所以导致PVC胚料上不光滑。实验室首先对增塑剂的外观进行测试观察，结果显示，增塑剂样品中，没有发现凝胶物质。增塑剂外观，清澈、透明、均匀。详细见下图2。



图2 问题增塑剂外观图

(2) 塑化制片测试

为了进一步证明两批次增塑剂塑化能力没有差异，实验室对增塑剂进行加工抽片，观察试片有无凹凸物。

方法参考GB/T 4611—2008通用型聚氯乙烯树脂鱼眼的测定方法，测试配方及条件如下表1，测试图片如下图3。

表1 试片测试配方及条件

配方/份			温度/℃	转速比	厚度/mm
5型粉	DPHP	硬脂酸钡			
100	50	2	165	1.3:1	0.2±0.02

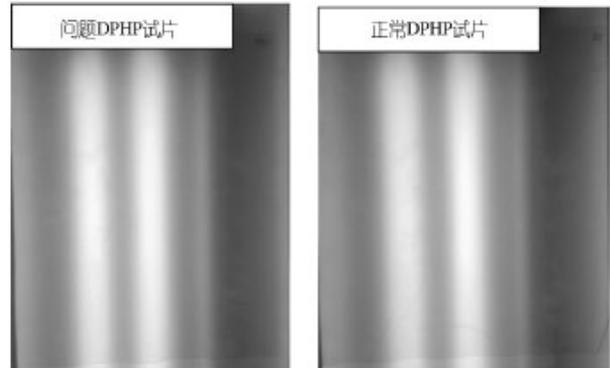


图3 PVC试片外观图

从图3中试片外观可以看出，两批DHPH所制成试片，没有明显区别，而且表面光滑，没有明显凹凸物。

(3) 气相色谱(GC)测试

为了探测增塑剂样品中，是否掺混其它相容性较好，但是塑化能力较差的液体，此种物质若存在，很难从外观区分出来，所以实验室对车间取回增塑剂样品(DPHP)进行气相色谱的分析，分析谱图如下图4。

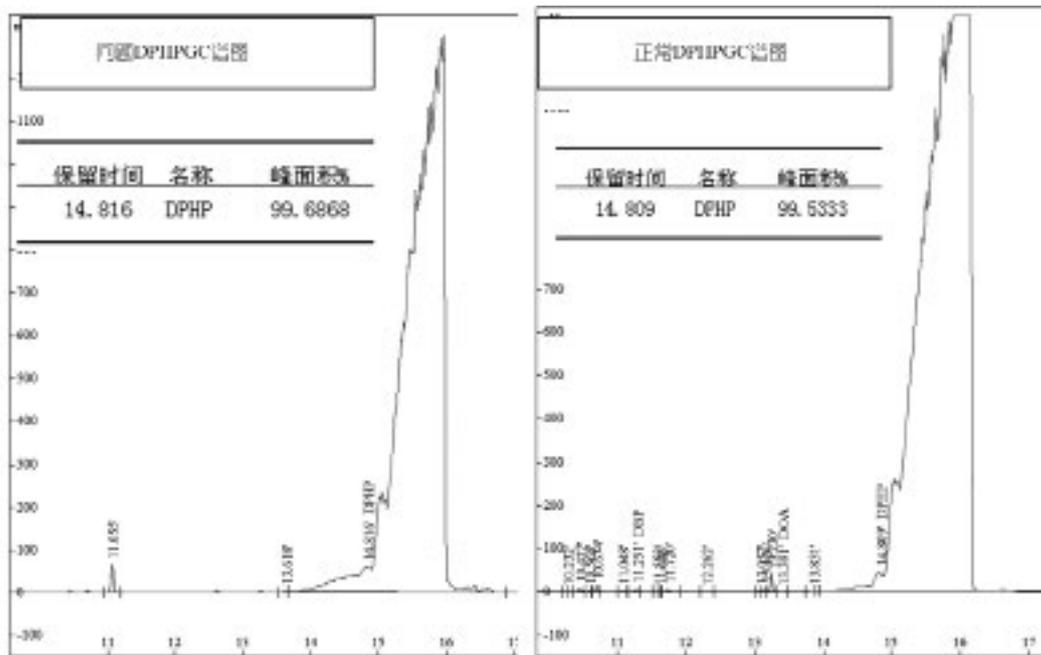


图4 DPHP GC测试

从图4中图谱以及数据可以看出，问题样品DPHP酯含量约99.7%，没有检测到其他杂质峰，而且问题DPHP样品的GC谱图峰形与正常样品基本相同。说明问题DPHP样品中没有掺混其它液体。

综上所述分析结果显示，车间所怀疑的问题增塑剂样品，是没有问题的。排除增塑剂问题。

(1) 聚氯乙烯树脂粉排查

2.2.2 凝胶渗透色谱(GPC)测试

在聚氯乙烯产品加工中，除了增塑剂的种类、添加量影响产品塑化之外，聚氯乙烯树脂粉的分子量大小、分子量分布的宽窄同时也是影响产品塑化的因素之一。所以实验室对车间塑料粒中的聚氯乙烯树脂粉进行萃取，利用凝胶渗透色谱(GPC)测试其分子量大小及分布情况。测试数据如下表2。

表2 PVC塑料粒GPC测试

	问题塑料粒	正常塑料粒
重均分子量(Mw)	3.9×10^5	3.9×10^5
分布常数(D)	3.3	3.5

从表2中的数据可看出，问题聚氯乙烯塑料粒所使用的聚氯乙烯树脂粉的分子量与正常批次相同，而且分布常数比正常批次还低，这说明此问题聚氯乙烯塑料粒所使用聚氯乙烯树脂粉没有问题。可排除聚氯

乙烯树脂粉的问题。

2.2 配方影响排查

根据原料的分析排查，已基本可排除主要原料所带来的塑化不良问题。接下来，实验室对聚氯乙烯制品的配方进行分析。

(1) 软硬度测试

首先对聚氯乙烯塑料粒软硬度进行测试，来初步衡量产品中聚氯乙烯树脂粉与增塑剂的比例是否存在问题。测试数据如下表3。

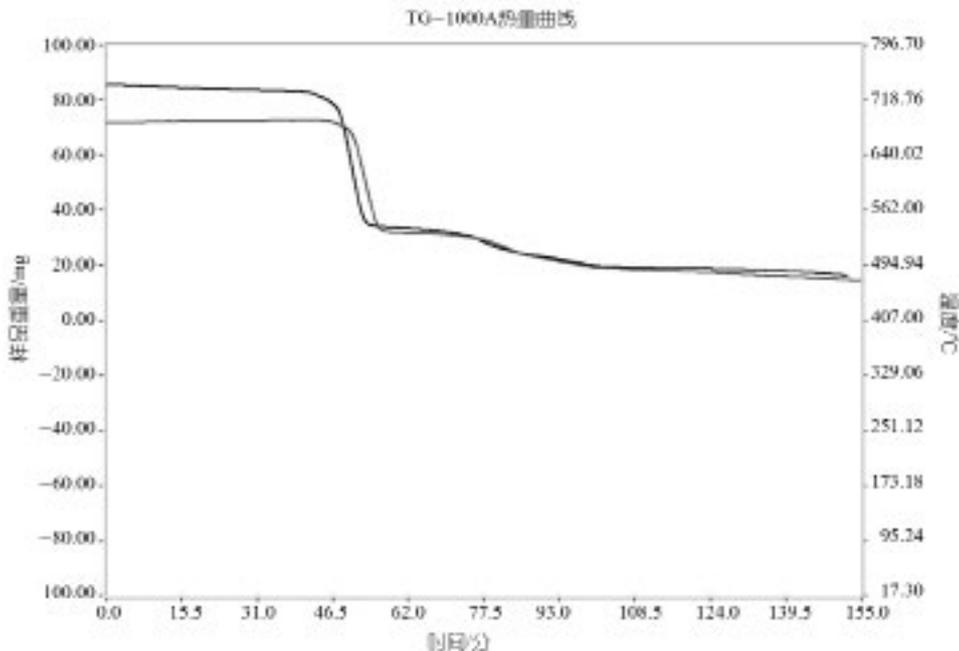
表3 软硬度测试(邵氏硬度)

	问题塑料粒	正常塑料粒
软硬度/(Shore A)	62.5	63.2

从表3中数据可以看出，问题塑料粒与正常塑料粒的软硬度基本相似，初步可以判断塑料粒中聚氯乙烯树脂粉与增塑剂的比例相似(前提是配方体系中增塑剂种类相同)。

(2) 热重分析(TGA)测试

为了进一步比对问题塑料粒和正常塑料粒配方体系，实验室对两种塑料粒进行了热重分析，若配方体系不同，热重谱图上便会出现不同的失重峰。热重分析谱图如下图5。



	问题塑料粒	正常塑料粒
失重台阶一/%	57.9	58.3
失重台阶二/%	23.3	19.8

图5 PVC塑料粒TGA测试

从图 5 热重分析谱图中可以看出, 问题塑料粒和正常塑料粒有相似的失重峰和位置, 这说明两批塑料粒中含有相似的成分和比例。

2.3 PVC 塑料粒工艺影响排查

差示扫描量热 (DSC) 测试

根据配方的分析排查得知, 塑料粒之间的配方差异导致的塑化问题已基本可排除。目前原料、配方等原因已基本排除, 所以出现塑化问题的原因很可能是两批塑料粒的塑化加工条件不同, 导致后续 PVC 制品加工时, 出现塑化不良问题。

本文通过差示扫描量热仪 (DSC) 来测试塑胶粒的塑化程度, 来间接推断前期的塑化加工条件。塑化不完全, 主要看 DSC 谱图中的后凝胶化峰, 峰面积越大, 证明塑化越不完全。测试谱图如下图 6。

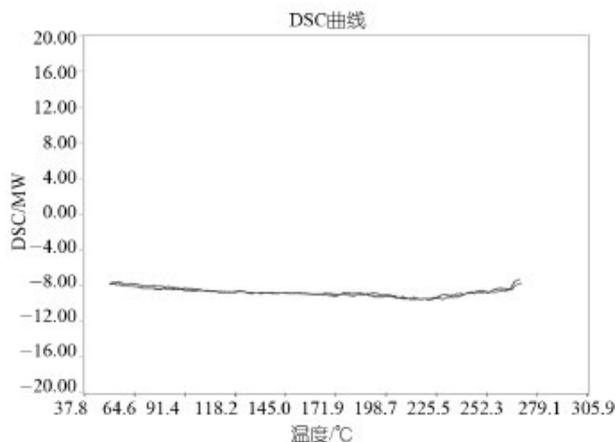


图 6 PVC 塑料粒 DSC 测试

从图 6 中 DSC 测试谱图可以看出, 问题塑料粒和正常塑料粒有相似放热曲线, 说明两批塑料粒有相同的热履历, 也就是说两批塑料粒的加工条件是相似的。

2.4 PVC 制品工艺排查

根据对塑料粒的分析得知, 问题批和正常品的塑料粒, 有相似的配方、相似的加工条件, 所以两批塑胶粒在后续加工中, 不可能出现塑化不同的问题。为了进一步排查问题的根源, 实验室对 PVC 制品生产的工艺条件进行排查, 发现出现问题的 PVC 制品生产工艺参数出现了波动, 塑化段温度明显偏低低于正常品生产条件。

通过以上问题排查, 最终排除生产原料的问题, 确定问题原因为生产工艺参数的波动所导致, 后续对工艺参数文件进行修改, 对塑化段温度进行适当提高, 同时缩小了工艺温度的控制范围, 来避免问题的进一步发生。

3 结语

聚氯乙烯产品在加工生产中, 经常会出现制品塑化不良的问题, 本文为解决、排查聚氯乙烯制品塑化不良的问题, 提供了分析检测的思路及方法。出现聚氯乙烯制品塑化不良的问题, 可以从原料、配方、工艺三个方面进行排查, 可通过追踪生产来排查, 也可以通过本文测试方法进行实验室排查。

参考文献:

- [1] 李晓东. 硬质聚氯乙烯低发泡管粒料塑化行为的研究 [J]. 聚氯乙烯 1999 (02).
- [2] 刘亚群, 张超灿. 聚氯乙烯结晶行为的 DSC 研究 [J]. 武汉理工大学学报 2008(08).
- [3] 杨中文, 刘西文, 罗承友. 聚氯乙烯塑化性能改善的研究 [J]. 国外塑料. 2007(06).
- [4] 王英, 刘红霞. 讨论影响聚氯乙烯塑化质量的因素 [J]. 塑料制造. 2011(04).

Investigation of plasticization problems in PVC extruded products

Kong Yang, Zhang Guanghua, Zhu Qi

(Zhenjiang Liancheng Chemical Industry Co. LTD., Zhenjiang 212006, Jiangsu, China)

Abstract: According to the plasticization problems in practical application, this paper analyzes and checks the raw materials, formulas, processes and other factors of PVC plastic products by using laboratory gas chromatography (GC), gel permeation chromatography (GPC), thermogravimetric analysis (TGA), differential scanning calorimetry (DSC) and other test instruments, and finally determines the reasons for the plasticization problems of PVC plastic products.

Key words: plasticization; squeeze; influencing factors; troubleshooting

(R-03)