

应用技术

木粉 / PVC 复合材料挤出流动性的影响因素

徐开蒙¹, 李凯夫¹, 戴东花¹, 林锦玲¹, 谢成屏²

(1. 华南农业大学木质复合材料工程中心, 广东广州 510642;

2. 工业和信息化部电子第五研究所(中国赛宝实验室), 广东广州 510610)

摘要: 研究木粉的粒径、添加剂的种类及配比等因素, 对木塑复合材料挤出流动性的影响。结果表明: 木粉粒径越小, 复合物料在挤出过程中的流动性能越差, 所制备的木塑复合材料色差越大, 且产品材色越深。综合考虑加工特性和制品材色, 宜选用木粉粒径 45~60 目; 并添加稀土热稳定剂及铝酸酯偶联剂, 可以提高物料的挤出流动性。

关键词: 木塑复合材料; 尾巨桉; PVC; 木粉粒径; 添加剂; 熔融指数; 色差

中图分类号: S792.39; TQ325.3; TS653 文献标识码: A 文章编号: 1001-8654(2012)05-0056-04

Factors Influencing Mass Flow during the Wood Plastic Composite Extrusion Process

XU Kai-meng¹, LI Kai-fu¹, DAI Dong-hua¹, LIN Jin-ling¹, XIE Cheng-ping²

(1. Wood-based Composites Center, South China Agriculture University, Guangzhou 510642, Guangdong, China;

2. China Electronic Product Reliability and Environmental Testing Institute, Guangzhou 510610, Guangdong, China)

Abstract: The effects of wood flour size and coupling agents on the mass flow during the wood plastic composite extrusion process were studied. The result was that as the wood flour size decreased, the flow resistance increased and the wood plastic composite color become darker. Considering the manufacturing cost and the composite performance, the authors determined wood flour from 45~60 mesh should be used with a lead stabilizer and aluminate coupling agent.

Key words: wood plastic composites; *Eucalyptus urophylla* × *E. grandis*; PVC; wood flour size; additive; melting index; color aberration

木塑复合材料(Wood plastic composites, WPC)由于兼具木材高强度、高弹性和塑料高韧性、耐疲劳性等优点, 以及两者的双重加工性能, 现今已被广泛用于室内外景观、家居装饰、建筑等众多领域, 并呈现逐年递增的快速发展趋势。2011 年, 我国 WPC 的产量超过 70 万 t, 年均增长率超过 20%。预计到 2013 年, WPC 产业的年增长率可达 22%^[1-2]。

挤出成型法加工 WPC, 因具备混料均匀度高、复合效果佳、生产效率高等优势, 已成为目前最主要的生产方法。然而, WPC 的挤出加工过程比较复杂^[3-4], 木粉粒径、添加剂的种类及配比, 对挤出加工会产生较大的影响, 控制不当易发生粒料“滞流”及“烧伤”等现象, 导致制品颜色加深, 外观性能下降, 严重影响企业的生产效率和产品的质量。

本研究针对 WPC 挤出加工过程中易出现的问题, 参照生产实际, 利用珠江三角洲地区优势速生丰产树种尾巨桉木粉与聚氯乙烯(Polyvinylchlorid, PVC)树脂制备 WPC^[5], 通过选用不同粒径的木粉和

收稿日期: 2012-03-12; 修改日期: 2012-07-17

基金项目: 广东省林业科技创新专项资金项目(2011KJCX015-01)。

作者简介: 徐开蒙(1986—), 男, 华南农业大学博士研究生。

通讯作者: 李凯夫, 男, 华南农业大学教授, 博士生导师。

不同种类的添加剂(主要为偶联剂和稳定剂),以调整物料的流动性和色泽,为改善产品外观质量及提升生产效率,提供技术依据和支撑。

1 材料与方法

1.1 材料

1) PVC树脂:型号 SG-5,密度 1.35~1.45 g/cm³,聚合度 1 150~1 000,广东仁信集团公司产。

2) 尾巨桉(*Eucalyptus urophylla* × *E. grandis*)木材:取自广东省阳江市林业局,6~7年生。

3) 添加剂

偶联剂:① DL-411-A 铝酸酯;② NDZ-101 钛酸酯。

稳定剂:① 硬脂酸锌;② 三盐(三碱式硫酸铅);③ 二盐(二碱式亚磷酸铅);④ 稀土热稳定剂。

4) 其他助剂

增塑剂:邻苯二甲酸二丁酯(Dibutyl phthalate, DBP);润滑剂:单硬脂酸甘油酯(Glyceryl Monostearate, GMS),固体石蜡;抗氧化剂:2,6-二叔丁基-4-甲基苯(2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol, BHT);无机填料:轻质碳酸钙。

所有助剂均外购。

1.2 主要设备与仪器

单鼓轮长材刨片机、植物粉碎机、电热恒温干燥箱、高速混合机、锥形双螺杆挤出机、熔融指数仪、色差计、松堆密度测试仪等。

1.3 试验方法

在 WPC 制备过程中,木粉添加量远大于稳定剂和偶联剂用量,稳定剂和偶联剂大多被包裹在木粉和 PVC 树脂基体中,木粉的松堆密度、下料速度和挤出机的料筒、螺杆与木粉间的热传递和剪切作用等因素,均会影响挤出过程中物料的流动性。如果物料长时间停留在挤出机中,极易导致木粉的热氧化变色,影响制品色泽。因此,需考察木粉粒径对物料流动性和 WPC 试样色差的影响,及添加剂种类对物料流动性的影响。

1.3.1 木粉粒径对 WPC 物料流动性和试样色差的影响试验

将尾巨桉木材刨片,干燥、粉碎后筛分出 60 目以上、60 目、45 目、35 目的木粉,置于 102 ℃烘箱中干燥 24 h 至含水率为 1%~2%,采用松堆密度仪测试

并记录各种粒径的木粉的松堆密度;将不同粒径的木粉、PVC 树脂和各种填料按一定配比,在高速混合机中混合 10 min,采用锥形双螺杆挤出机制备木塑复合材料,在挤出过程中记录不同粒径木粉的加料速度、出样时间、挤出速度和总试验时间。

对每种粒径的木粉,均制备 10 个 WPC 试样;采用色差计测试色度参数 L^* 、 a^* 和 b^* ,并按公式 1 计算 WPC 与白板的色差 ΔE^* ,结果取平均值。 ΔE^* 值越大,表示被测试样和白板的色差越大^[6]。

$$\Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2} \quad (1)$$

1.3.2 添加剂对 WPC 物料流动性的影响试验

将四种稳定剂、两种偶联剂及抗氧化剂交叉组合形成十二种配比(见表 1),其中:1-1 至 1-3 组试验采用铅盐类稳定剂与抗氧化剂 BHT 配合使用;其他组别则采用稀土热稳定剂,配合不同用量的抗氧化剂 BHT。其余各种物料的配比固定不变。各种添加剂和助剂的用量相对于 100 份 PVC 树脂的质量计,以 phr (Parts per hundreds of PVC resin)法表示。

表 1 不同热稳定剂和偶联剂配比

Tab. 1 Compositions of heat stabilizer and coupling agent

组别	稳定剂			偶联剂		抗氧化剂	
	三盐	二盐	稀土	硬脂酸锌	钛酸酯	铝酸酯	BHT
1-1	3.4	1.7	0	0	0	0	0.6
1-2	3.4	1.7	0	0	1.5	0	0.6
1-3	3.4	1.7	0	0	0	1.5	0.6
2-1	0	0	5.0	0	0	0	0.6
2-2	0	0	5.0	0	1.5	0	0.6
2-3	0	0	5.0	0	0	1.5	0.6
3-1	0	0	5.0	1.0	0	0	0.6
3-2	0	0	5.0	1.0	1.5	0	0.6
3-3	0	0	5.0	1.0	0	1.5	0.6
4-1	0	0	5.0	0	0	0	0
4-2	0	0	5.0	0	1.5	0	0
4-3	0	0	5.0	0	0	1.5	0

采用熔融指数仪测试物料的流动性,参考 GB/T 3682-2000《热塑性塑料熔体质量流动速率和熔体体积流动速率的测定》与 ASTM D 1238-04a《Standard Test Method for Melt Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion Plastometer》,并结合混合物料的自身特性,设置测试条件为:负荷 2.16 kg,温度 150、190 ℃,测试并计算不同配比的物料的熔融指数(Melting index, MI)^[7]。

$MI=600\ m/t\ (2)$

式中:MI 为熔融指数,g/10 min; m 为试样质量,g;
 t 为切试样时间间隔,s。

2 结果与分析

2.1 木粉粒径对 WPC 物料流动性和试样色差的影响

试验过程中记录的木粉松堆密度、加料速度、出样时间、挤出速度等结果,列于表 2。

表 2 木粉粒径对物料挤出流动性的影响

木粉 粒径/ 目	木粉 松堆密度/ (g·cm ⁻³)	加料 速度/ (g·min ⁻¹)	出样 时间/ min	挤出 速度/ (g·min ⁻¹)	总试验 时间/ min
>60	0.223	21.7	57.5	18.2	90.7
60	0.241	27.7	49.9	20.5	84.5
45	0.259	31.1	44.0	18.7	82.3
35	0.290	32.2	39.1	16.5	81.6

由表 2 可知,随着木粉粒径增大,木粉松堆密度、加料速度增加,出样时间减小,挤出速度先增大后减小。这是因为木粉粒径较小时,其松堆密度所受重力作用较小,下料相对容易,熔融物料与机筒的摩擦力亦较小,挤出速度较慢;反之,螺杆对物料的剪切作用增强,摩擦力大,物料温度上升,黏度减小,挤出速度加快。当木粉粒径增大到一定程度时,物料与螺杆的摩擦力较大,挤出速度反又减小。

对于热敏性的 PVC 体系来说,木粉粒径的减小,延长了复合物料在挤出机中的停留时间,流动性能下降,同时导致 WPC 的颜色变深。

图 1 显示,木粉粒径越大时,WPC 试样与标准白板的色差越小,挤出成型后 WPC 的颜色变化较小。

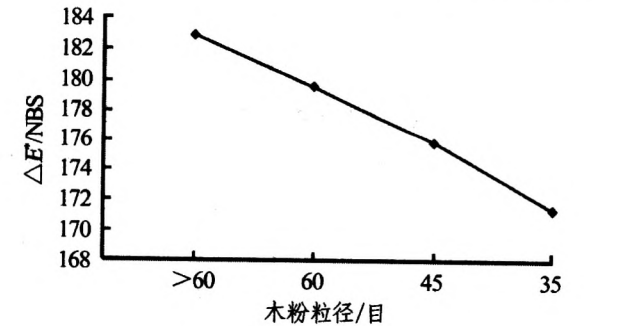


图 1 木粉粒径对 WPC 试样色差的影响
Fig. 1 Effect of wood flour size on WPC color

2.2 添加剂对 WPC 物料流动性的影响

2.2.1 稳定剂的影响

在试验中发现,在负荷 2.16 kg、150 ℃ 的条件下,1 组的三种物料都无法流出,其余物料虽可以流出,但 MI 值较小,物料流动性差;在同负荷、190 ℃ 的条件下,所有物料均可正常流出,1 组物料比 2、3、4 组物料的 MI 值分别低 18.22、15.94、22.61 g/10 min。

表 3 结果表明,与其他三组使用稀土热稳定剂的物料相比,使用铅盐为热稳定剂的物料的 MI 偏低,说明采用挤出成型法加工 WPC 时,添加稀土类热稳定剂,更有利于提高物料的流动性。

表 3 不同稳定性和偶联剂作用时物料的熔融指数

Tab. 3 Material melting index with different stabilizers and coupling agents				
(g/10 min)				
编号	MI(150 ℃)		MI(190 ℃)	
	测试值	平均值	测试值	平均值
1-1	不能流出		2.58	
1-2	不能流出		2.87	4.53
1-3	不能流出		8.14	
2-1	0.12		10.03	
2-2	0.14	0.21	20.47	22.75
2-3	0.38		37.75	
3-1	0.12		10.10	
3-2	0.19	0.29	21.17	20.47
3-3	0.57		39.14	
4-1	0.17		13.43	
4-2	0.26	0.64	25.20	27.14
4-3	1.48		42.79	

2.2.2 偶联剂的影响

图 2 显示在负荷 2.16 kg、190 ℃ 的测试条件下,偶联剂使用与否和偶联剂的种类,对 WPC 物料熔融指数的影响。

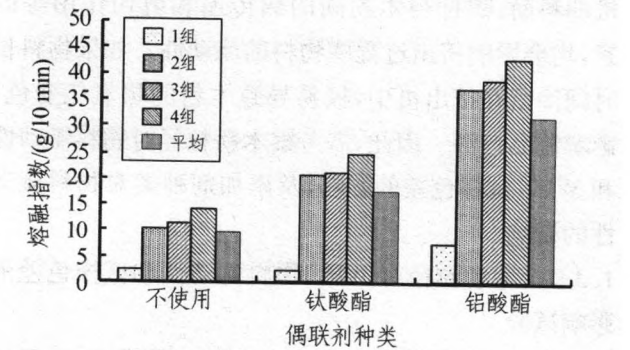


图 2 添加剂对物料流动性的影响
Fig. 2 Influence of various additives on liquidity

结果表明,对于四组物料,均以 1.5 份铝酸酯偶联剂作用时的 MI 值最高,其次为 1.5 份钛酸酯偶联剂作用的物料,两者比未使用偶联剂时的 MI 值分别提高 22.91、14.53 g/10 min。MI 高,则说明物料流动性好,有利于塑料基体覆盖木粉,或流进木材纤维的细胞腔,加强界面间的结合性^[8-9]。

3 结论

1) 在本研究的范围内,尾巨桉木粉的粒径越小,复合物料在挤出过程中的流动性能越差,制备的 WPC 试样颜色越深,色差越大。综合考虑物料的加工流动性和制品颜色,木粉粒径以 45~60 目为佳。

2) 以铅盐为热稳定剂的物料,其流动性比添加三种稀土热稳定剂的物料的流动性能差;偶联剂对物料流动性的影响排序为:铝酸酯偶联剂>钛酸酯偶联剂>未使用偶联剂。建议在生产中更多的选用稀土热稳定剂和铝酸酯偶联剂,以改善物料的流动性能,提高产品外观质量和生产效率。

参考文献:

- [1] 木塑复合材料产业现状及发展趋势分析[EB/OL]. (2012-04-13) [2012-07-15]. http://www.polymer.cn/polymernews/2012-4-13/_201241390604387.htm.
- [2] 全球木塑业增长率将达 22%[EB/OL]. (2012-04-13) [2012-07-15]. http://www.polymer.cn/polymernews/2012-4-10/_201241010215181.htm.
- [3] 施桢蓉,张中元,陈方. 木塑复合材料挤出技术研究[J]. 工程塑料应用,2007,35(8): 29-32.
- [4] 陈兴华. 木塑复合材料挤出成型研究进展[J]. 应用化工,2011,40(6): 1092-1094.
- [5] 彭万喜,李凯夫,武书彬. 木材抽提物渗透屏障原理[M]. 北京:化学工业出版社,2010: 1-3.
- [6] 段新芳,常德龙,李增超. 木材颜色调控技术[M]. 北京:中国建材工业出版社,2002: 20-23.
- [7] 周持兴. 聚合物流变实验与应用[M]. 上海:上海交通大学出版社,2003: 9-123.
- [8] 李兰杰,刘得志,陈占勋. 木粉粒径对木塑复合材料性能的影响[J]. 现代塑料加工应用,2005,17(5): 21-24.
- [9] 许家友. 木粉粒径对 PVC/木塑复合材料力学性能的影响[J]. 塑料制造,2009(5): 73-75.

(责任编辑 向 琴)

(上接第 55 页)

4) 试验结果可为木材加工中润滑冷却介质的研发、制备与使用提供参考。在具体应用时,还需结合木材本身的材质特性和实际机械加工情况,且在不影响木材后续加工的前提下,合理选择润滑冷却介质。

参考文献:

- [1] 韩荣弟. 切削难加工材料的新型绿色高效冷却润滑技术[J]. 航空制造技术,2009(13): 44-47.
- [2] 邓建新,葛培琪,艾兴. 切削加工润滑技术及展望[J]. 摩擦学报,2003,23(6): 546-550.
- [3] V Fox, A Jones, NM Renevier, et al. Hard lubricating coatings for cutting and forming tools and mechanical components[J]. Surface and Coatings Technology,2000,125(1/3): 347-353.
- [4] 郝俊英,翁立军,孙嘉奕,等. 固体-油脂复合润滑 I: 二硫化钼膜在干摩擦及空间用油脂润滑下的摩擦学性能[J]. 摩擦学学报,2010,30(2): 106-110.
- [5] 黄伊辉,李芬芳,尤建伟,等. 离子液体用作润滑剂的研究进展

[J]. 润滑油,2010,25(1): 4-10.

- [6] Ichiro Minamil, Hideto Kamimura, Shigeyuki Mori. Thermo-oxidative stability of ionic liquids as lubricating fluids [J]. Journal of Synthetic Lubrication,2007,24(3): 135-147.
- [7] Jones W R, Shogrin B A, Jansen M J. Research on liquid lubricants for space mechanisms [J]. Journal of Synthetic Lubrication,2000,17(2): 109-122.
- [8] Hideto Kamimura, Tomoo Kubo, Ichiro Minamik, et al. Effect and mechanism of additives for ionic liquids as new lubricants [J]. Technology International,2007,40(4): 620-625.
- [9] 胡萍,姜明,汪巍,等. PTFE 基固体润滑剂结晶度、冷却工艺及摩擦性能相关性研究[J]. 润滑与密封,2006(2): 96-97.
- [10] 高玉飞,葛培琪,李少杰,等. 切削液对金刚石线锯切割单晶硅片质量的影响[J]. 武汉理工大学学报,2008,30(8): 86-88.
- [11] 孙之甫. 精密润滑冷却系统在铜锯切生产中的应用[J]. 有色设备,2007(2): 33-35.
- [12] 彭政,王璐珠,蒋亦民. 颗粒物质与固体交界面静摩擦系数的测量与分析[J]. 山东大学学报,2011,46(1): 42-45.

(责任编辑 向 琴、孟凡丹)

欢迎订阅 2013 年《木材工业》杂志,邮发代号 2-311
全国各地邮局均可办理订阅,也可联系本刊办理订阅