

# 丙纶色母粒固色研究

曹人平 游革新 杭义萍 肖士民

(华南理工大学, 广州 510640)

**摘要:**在均苯四甲酸二酐与色母粒的最佳质量比为10%,与EVA的最佳质量比为1:1,最佳温度为175℃~180℃;最佳时间为9~10小时的实验条件下,用EVA与均苯四甲酸为固色剂进行了固色实验,固色后色母粒迁移性减小,并经实践检验,能够应用于丙纶着色。

**关键词:**丙纶;色母粒;固色

**中图分类号:**TQ614.2

**文献标识码:**A

**文章编号:**1672-1179(2005)06-0019-3

色母粒<sup>[1]</sup>也称为颜料浓缩物(Pigment Concentration),是一种新型高分子材料专用着色剂,是把颜料或染料,载体树脂,分散剂和添加剂等放在特殊的混和器内充分混和,然后将混和物喂入挤出螺杆,经熔融挤出带条状的熔融高聚物,经冷却固化后,再切制成含20%~60%颜料的粒状或片状物。色母粒可只含有一种颜料,也可用对应于所需色调的数种颜料的混和物制成。色母粒在聚丙烯纤维中的着色,即在抽丝前将色母粒与聚丙烯树脂以一定比例混合,经熔融抽丝制成有色纤维。

在聚丙烯纤维的着色中有时需要特定颜色的色母粒,但由于用特定颜料制造的色母粒有时容易产生颜色迁移现象,为了减少色母粒的褪色现象,本文对易褪色的色母粒进行了固色实验,其方法是先用均苯四甲酸二酐和颜料中活泼氢发生酰化反应,然后加入EVA,让EVA与均苯四甲酸二酐中另外的酸酐发生反应,又因为EVA与色母粒具有很好的相容性,所以在熔融后,色母粒中的颜料就发生不易迁移现象,把固色后的色母粒进行了生产运用检验,经实践证明,固色后的色母粒在丙纶中不会产生褪色现象。

(EVA);乙烯-丙烯酸共聚物(EAA);乙烯-丙烯酸乙酯共聚物(EEA),含颜料A的色母粒。

## 2 结果与讨论

### 2.1 固色剂优选选择

表1 用EVAL、EEA和EAA作为固色剂的固色情况

固色剂种类	固色剂比例 (色母粒:固色剂)	固色后色母粒褪色程度 (mg/g)
EVAL	4.5:0.25	$6.25 \times 10^{-2}$
	4.5:0.5	$6.22 \times 10^{-2}$
	4.5:1.0	$6.22 \times 10^{-2}$
	4.5:1.5	$6.21 \times 10^{-2}$
	4.5:2.0	$6.21 \times 10^{-2}$
	4.5:2.5	$6.23 \times 10^{-2}$
	4.5:3.0	$6.24 \times 10^{-2}$
	4.5:3.5	$6.23 \times 10^{-2}$
	4.5:4.0	$6.21 \times 10^{-2}$
	4.5:4.5	$6.22 \times 10^{-2}$
EEA	4.5:0.25	$6.05 \times 10^{-2}$
	4.5:0.5	$6.08 \times 10^{-2}$
	4.5:1.0	$6.03 \times 10^{-2}$
	4.5:1.5	$6.00 \times 10^{-2}$
	4.5:2.0	$6.02 \times 10^{-2}$
	4.5:2.5	$6.06 \times 10^{-2}$
	4.5:3.0	$6.05 \times 10^{-2}$
	4.5:3.5	$6.04 \times 10^{-2}$
	4.5:4.0	$6.01 \times 10^{-2}$
	4.5:4.5	$6.02 \times 10^{-2}$
EAA	4.5:0.25	$5.85 \times 10^{-2}$
	4.5:0.5	$5.88 \times 10^{-2}$
	4.5:1.0	$5.86 \times 10^{-2}$
	4.5:1.5	$5.83 \times 10^{-2}$
	4.5:2.0	$5.82 \times 10^{-2}$
	4.5:2.5	$5.85 \times 10^{-2}$
	4.5:3.0	$5.81 \times 10^{-2}$
	4.5:3.5	$5.80 \times 10^{-2}$
	4.5:4.0	$5.83 \times 10^{-2}$
	4.5:4.5	$5.85 \times 10^{-2}$

## 1 实验部分

### 1.1 实验仪器

高速混合机	SH-200B	国产
加料机	DSR28-50	进口
真空抽气机	Aw10/130	进口
螺杆挤出机	φ50	进口
小型试验挤出机	φ15	进口
冷却干燥机	BBC-M61	进口
切粒机	SGS100-E	进口

### 1.2 实验原料

均苯四甲酸二酐(PMDA);乙烯-醋酸乙烯共聚物

表2 用均苯四甲酸二酐和EVA作为固色剂的固色情况

固色剂	固色剂比例 (色母粒:均苯四甲酸二酐:EVA)	固色后色母粒褪色程度 (mg/g)
均苯四 甲酸二 酐和 EVA	4.5:0.25:4.5	$5.85 \times 10^{-3}$
	4.5:0.5:4.5	$3.26 \times 10^{-3}$
	4.5:1.0:4.5	$\approx 0$
	4.5:1.5:4.5	$\approx 0$

本文通过实验对各种固色剂的固色情况进行了具体的实验,对固色剂进行了优先选择,具体实验数据见表1。用均苯四甲酸二酐和EVA作为含染料A的色母粒的固色剂,固色效果较好,产品经过实验检测,固色后的色母粒难褪色,其它几种固色剂相对差些,所以本实验就选择了均苯四甲酸二酐和EVA作为实验中的固色剂。

## 2.2 均苯四甲酸二酐和EVA固色方法研究

根据均苯四甲酸二酐和EVA固色剂的加入顺序不同,本文用一步法(含染料A的色母粒与均苯四甲酸二酐和EVA同时加入)、两步法:(1)先把含染料A的色母粒和均苯四甲酸二酐反应,再与EVA反应;(2)先把含染料A的色母粒和EVA反应,再与均苯四甲酸二酐反应。实验流程进行了具体的实验并列见表3。

表3 均苯四甲酸二酐和EVA固色方法研究

研究方法	固色剂比例 (色母粒:均苯四甲酸二酐:EVA)	检测结果 (mg/g)
一步法	4.5:0.25:4.5	$6.05 \times 10^{-2}$
	4.5:0.5:4.5	$6.00 \times 10^{-2}$
	4.5:1.0:4.5	$5.90 \times 10^{-2}$
	4.5:1.5:4.5	$5.65 \times 10^{-2}$
	4.5:2.0:4.5	$5.05 \times 10^{-2}$
	4.5:2.5:4.5	$4.05 \times 10^{-2}$
	4.5:3.0:4.5	$5.05 \times 10^{-5}$
	4.5:3.5:4.5	$\approx 0$
两步法(1)	4.5:0.25:4.5	$5.85 \times 10^{-3}$
	4.5:0.5:4.5	$3.26 \times 10^{-3}$
	4.5:1.0:4.5	$\approx 0$
	4.5:1.5:4.5	$\approx 0$
两步法(2)	4.5:0.25:4.5	$6.05 \times 10^{-2}$
	4.5:0.5:4.5	$6.00 \times 10^{-2}$
	4.5:1.0:4.5	$5.95 \times 10^{-2}$
	4.5:1.5:4.5	$6.00 \times 10^{-2}$
	4.5:2.0:4.5	$5.85 \times 10^{-2}$
	4.5:2.5:4.5	$5.85 \times 10^{-2}$
	4.5:3.0:4.5	$5.95 \times 10^{-2}$
	4.5:3.5:4.5	$5.85 \times 10^{-2}$
	4.5:4.0:4.5	$5.85 \times 10^{-2}$

表3得知:在EVA过量的情况下,两步法(1)比一步法和两步法(2)都好。两步法(1)只需要加入少量的均苯四甲酸二酐和EVA固色剂,它固色后的产品就不褪

色,而一步法需要加入大量的固色剂,均苯四甲酸二酐/(均苯四甲酸二酐+色母粒)的含量达40%左右才能使产品不褪色;对于两步法(2),由于固色剂加入的顺序不同,固色剂起不到固色效果,因为染料A主要是和均苯四甲酸二酐反应,而EVA是在染料A和均苯四甲酸二酐之间起桥梁作用,如果固色剂加入的顺序相反,则EVA和染料A都会与均苯四甲酸二酐同时反应,均苯四甲酸二酐就没有起到固色作用。

## 2.3 均苯四甲酸二酐与色母粒质量比确定

在保持EVA过量条件下,本文通过实验研究了均苯四甲酸二酐与色母粒质量比确定,得出了均苯四甲酸二酐与色母粒最佳质量比,具体数据见表4。

表4 均苯四甲酸二酐与色母粒质量比确定

序号	均苯四甲 酸二酐(g)	色母 粒(g)	EVA (g)	均苯四甲酸 二酐+色母粒)%	检测 (mg/g)
1	0.1546	5.0000	2.0000	3	$2.85 \times 10^{-2}$
2	0.2632	5.0000	2.0000	5	$5.85 \times 10^{-3}$
3	0.3764	5.0000	2.0000	7	$1.85 \times 10^{-4}$
4	0.4945	5.0000	2.0000	9	$\approx 0$
5	0.6180	5.0000	2.0000	11	$\approx 0$
6	0.7471	5.0000	2.0000	13	$\approx 0$
7	0.8824	5.0000	2.0000	15	$\approx 0$

表4显示:当均苯四甲酸二酐与(均苯四甲酸二酐+色母粒)质量比小于9%时,固色后的色母粒经实验检测都褪色,如果比例太高,会增加生产成本,本文就选择均苯四甲酸二酐与(均苯四甲酸二酐+色母粒)最佳质量比为10%。

## 2.4 EVA与均苯四甲酸二酐质量比确定

在上述均苯四甲酸二酐与(均苯四甲酸二酐+色母粒)最佳质量比为10%情况下,本文通过实验研究了EVA与均苯四甲酸二酐质量比确定,并得出了EVA与均苯四甲酸二酐最佳质量比,具体数据见表5。

表5 EVA与均苯四甲酸二酐质量比确定

序号	均苯四甲 酸二酐(g)	色母粒 (g)	EVA (g)	均苯四甲酸 二酐:EVA	检测
1	0.5556	5.0000	0.1389	4:1	$3.26 \times 10^{-2}$
2	0.5556	5.0000	0.1852	3:1	$6.25 \times 10^{-3}$
3	0.5556	5.0000	0.2778	2:1	$1.20 \times 10^{-3}$
4	0.5556	5.0000	0.5556	1:1	$\approx 0$
5	0.5556	5.0000	1.1112	1:2	$\approx 0$
6	0.5556	5.0000	1.6668	1:3	$\approx 0$
7	0.5556	5.0000	2.2224	1:4	$\approx 0$

表5显示:当均苯四甲酸二酐与EVA的比大于1时,固色后的色母粒经实验检测都褪色,如果比例太小,会增加EVA的含量,从而会增大生产成本,本文就选择了均苯四甲酸二酐与EVA的最佳比为1:1。

## 2.5 温度对反应的影响

由于均苯四甲酸二酐、色母粒与EVA熔点不同,均苯四甲酸二酐熔点为280℃~290℃,色母粒的熔点为160℃~170℃,EVA的熔点为100℃~110℃,由于均苯四甲酸二酐、色母粒与EVA熔点不同,温度对色母粒固色反应具有一定的影响,均苯四甲酸二酐是粉末状,易和色母粒中的颜料反应,本文实验就不要考虑均苯四甲酸二酐熔点的影响,下面根据实验得出了温度对反应的影响情况。

表6 温度对均苯四甲酸二酐、色母粒与EVA反应的影响

序号	温度(℃)	反应现象	固色后色母粒褪色程度(mg/g)
1	115	有未溶解物质	$6.05 \times 10^{-2}$
2	135	有少量未溶解物质	$2.05 \times 10^{-2}$
3	155	溶解程度较好	$3.25 \times 10^{-3}$
4	175	溶解程度较好	$\approx 0$
5	195	溶解程度较好	$\approx 0$
6	215	溶解程度较好	$\approx 0$
7	235	反应过程中有少量炭化	$\approx 0$

表6得知:温度175℃~215℃范围时,实验效果较好,从生产成本考虑,选择最佳温度为175℃~180℃。

## 2.6 时间对反应的影响

时间对反应会产生很大影响,如时间不够,反应就不完全,本文根据实验研究了不同时间下的固色效果,具体时间对反应的影响见表7。

表7 时间对反应的影响

序号	时间(min)	固色后色母粒褪色程度(mg/g)
1	3	$2.05 \times 10^{-2}$
2	6	$3.05 \times 10^{-3}$
3	9	$\approx 0$
4	12	$\approx 0$
5	15	$\approx 0$

表7得知:在反应时间大于6分钟时,产品不褪色,由于考虑到实际生产的需要,本实验选择时间为9至10分钟。

## 2.7 固色后色母粒在不同pH水中的实验检测

当色母粒在最佳反应条件下经过固色处理后,在相同时间和温度时,分别在不同酸、碱性溶液中对固色后的色母粒进行煮沸检测实验(用紫外分光光度计测),得出的具体情况见表8。

表8 固色后的色母粒在不同酸、碱性水溶液中的检测情况

序号	pH值	固色后色母粒褪色程度(mg/g)
1	2~3	$\approx 0$
2	4~5	$\approx 0$
3	6~7	$\approx 0$
4	8~9	$\approx 0$
5	12~13	$\approx 0$

表8得知:色母粒经本实验固色后,其效果较好,能够满足丙纶工业和人们日用的需要。

## 3 小结

综上所述,含有颜料A的丙纶色母粒用固色剂均苯四甲酸二酐与EVA进行两步法(1)固色后,效果好,不褪色,可以满足丙纶生产中的应用。根据本试验得出了如下最佳工艺条件:均苯四甲酸二酐与(均苯四甲酸二酐+色母粒)最佳质量比为10%,均苯四甲酸二酐与EVA的最佳比为1:1,最佳温度为175℃~180℃,固色时间为9至10分钟。

## 参考文献

- [1] 吴立峰. 塑料着色和色母粒[M], 北京: 化学工业出版社, 1998

# A Study on the Coloration of PP Master-Batch

CAO Ren-ping YOU Ge-xin HANG Yi-ping XIAO Shi-min

(South China University of Technology, Guangzhou 510640)

**Abstract:** Polypropylene (PP) was colored with master-batch color using PMDA and EVA as fixing agents under the optimum conditions: PMDA:(PMDA + master-batch color) = 1:10; PMDA:EVA = 1:1; T = 175-180℃; t = 9-10 min. The migration tendency of the colored PP reduced.

**Key words:** Polypropylene (PP); master-batch color; coloration

(收稿日期: 2005年9月)