

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁷

C08L 47/00

B29D 23/00

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 01143498.8

[43]公开日 2002年7月10日

[11]公开号 CN 1357572A

[22]申请日 2001.12.29 [21]申请号 01143498.8

[71]申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街159号

[72]发明人 莫志深 于黎 那天海

张宏放 曾宝华

权利要求书1页 说明书4页 附图页数0页

[54]发明名称 反式聚异戊二烯共混物制备热收缩管

[57]摘要

本发明属于反式聚异戊二烯与乙烯-醋酸乙烯共聚物共混制备热收缩管的方法。该方法采用反式聚异戊二烯(TPI)和乙烯-醋酸乙烯共聚物(EVA30/10)添加抗氧化剂、阻燃剂、加工助剂共混,挤出管子经钴60辐照,在经过扩张,冷却定型。所制备的热缩管在70℃就可完全收缩,长期使用温度达到105℃。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

知识产权出版社出版

权 利 要 求 书

1. 一种反式聚异戊二烯共混物制备热收缩管的方法，是经塑炼、拉片、切粒、造粒、挤出、辐照、扩张，其特征在于按重量比，选择反式聚异戊二烯 50~70%，乙烯-醋酸乙烯共聚物 10~20%，碳酸钙 5~30%，氧化锌 2~5%，四[β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯 1.0~1.5，硬脂酸锌 1.0~1.5%，硬脂酸 0.5~1.0%为原料；将开炼机的温度调整到 100~150℃，首先开炼反式聚异戊二烯，然后依次加入乙烯-醋酸乙烯共聚物、抗氧剂 1010、硬脂酸锌、硬脂酸、碳酸钙、氧化锌，塑炼均匀后拉成片，冷却后切粒，经双螺杆挤出机挤出造粒，挤出温度：第一段进料口 50~70℃，第二段 70~90℃，第三段 90~110℃，第四段 110~130℃，单螺杆挤出机挤成管子，挤出温度：第一段进料口 60~80℃，第二段 80~100℃，第三段 100~120℃，第四段 120~150℃；管子经钴 60 照射，照射剂量为 110~150Kgy；辐照后的管子在 80~105℃的温度下扩张到原管直径的 100~150%，冷却定型。

说 明 书

反式聚异戊二烯共混物制备热收缩管

技术领域：本发明属于反式聚异戊二烯共混物制备热收缩管的方法。

背景技术：高分子热收缩材料是一种形状记忆材料，主要利用结晶或部分结晶的高分子材料通过高能射线辐照或化学方法使其交联，从而使材料具有特殊功能。将线性结构的高分子转变为具有高弹态特性的网状结构。未交联高分子材料在其熔点以上呈现粘流态，而交联高分子材料在熔点以上为高弹态，此状态下可施加外力扩张，然后快速冷却定型。这种材料具有记忆效应，即当将其加热到结晶熔点以上时，材料会恢复到扩张前的形状。中国专利 00122353 公开了题为“一种热收缩管件的制造方法”，该方法以聚乙烯为主要原料，制造的热收缩管必须在 100℃ 甚至更高的温度才能收缩，其应用范围受到限制。

发明内容：本发明的目的是提供一种反式聚异戊二烯共混物制备热收缩管方法。采用反式聚异戊二烯（TPI）、乙烯-醋酸乙烯共聚物（EVA30/10）、四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯（抗氧剂 1010）、硬脂酸锌、硬脂酸、氧化锌、碳酸钙在开炼机上共混。制得的热缩管能在 70℃ 温度下完全收缩。它可广泛应用于通讯、医疗卫生、机械制造等行业，可在 105℃ 长期使用。

制备过程如下：按重量比，反式聚异戊二烯 50~70%，乙烯-醋酸

乙烯共聚物 10~20%，碳酸钙 5~30%，氧化锌 2~5%，抗氧剂 1010 1.0~1.5，硬脂酸锌 1.0~1.5%，硬脂酸 0.5~1.0%；

将开炼机的温度调整到 100~150℃，首先开炼反式聚异戊二烯，然后依次加入乙烯-醋酸乙烯共聚物、抗氧剂 1010、硬脂酸锌、硬脂酸、碳酸钙、氧化锌，塑炼均匀后拉成片，冷却后切粒，经双螺杆挤出机挤出造粒，挤出温度：第一段进料口 50~70℃，第二段 70~90℃，第三段 90~110℃，第四段 110~130℃，单螺杆挤出机挤成管子，挤出温度：第一段进料口 60~80℃，第二段 80~100℃，第三段 100~120℃，第四段 120~150℃；管子经钴 60 照射，照射剂量为 110~150Kgy；辐照后的管子在 80~105℃的温度下扩张到原管直径的 100~150%，冷却定型。

本发明所制备的热收缩管力学性能：抗张强度 11~19Mpa，伸长率 350~850%，热老化 136±2℃/168 小时以后抗张强度 10~18MPa，伸长率 300~800%，电性能：击穿强度 13~18KV/mm，体积电阻率 $5.8 \times 10^{13} \sim 1.5 \times 10^{15} \Omega \cdot \text{cm}$ 。

具体实施方式如下：

实施例 1

在开炼机 120℃下，加入反式聚异戊二烯 70 份，塑炼后依次加入乙烯-醋酸乙烯共聚物（30/10）20 份，抗氧剂 1010 1 份，硬脂酸锌 1 份，氧化锌 3 份，碳酸钙 5 份，塑炼均匀后拉成片，冷却后切粒，经双螺杆挤出机挤出造粒，单螺杆挤出机挤成管子，管子经钴 60 照射，照射剂量为 130 KGy。辐照后的管子在 80℃的温度下扩张到原管

直径的 100%，冷却定型。

实施例 2

在开炼机 120℃下，加入反式聚异戊二烯 50 份，塑炼后依次加入乙烯-醋酸乙烯共聚物（30/10）20 份，抗氧剂 1010 1 份，硬脂酸锌 1 份，氧化锌 5 份，碳酸钙 23 份，塑炼均匀后拉成片，冷却后切粒，经双螺杆挤出机挤出造粒，单螺杆挤出机挤成管子，管子经钴 60 照射，照射剂量为 110KGy。辐照后的管子在 105℃的温度下扩张到原管直径的 150%，冷却定型。

实施例 3

在开炼机 145℃下，加入反式聚异戊二烯 60 份，塑炼后依次加入乙烯-醋酸乙烯共聚物（30/10）10 份，抗氧剂 1010 1 份，硬脂酸锌 1 份，硬脂酸 1 份，氧化锌 2 份，碳酸钙 25 份，塑炼均匀后拉成片，冷却后切粒，经双螺杆挤出机挤出造粒，单螺杆挤出机挤成管子，管子经钴 60 照射，照射剂量为 150KGy。辐照后的管子在 90℃的温度下扩张到原管直径的 120%，冷却定型。

实施例 4

在开炼机 150℃下，加入反式聚异戊二烯 55 份，塑炼后依次加入乙烯-醋酸乙烯共聚物（30/10）10 份，抗氧剂 1010 1 份，硬脂酸锌 1.5 份，硬脂酸 0.5 份，氧化锌 2 份，碳酸钙 30 份，塑炼均匀后拉成片，冷却后切粒，经双螺杆挤出机挤出造粒，单螺杆挤出机挤成管子，管子经钴 60 照射，照射剂量为 150KGy 辐照后的管子在 90℃的温度下扩张到原管直径的 100%，冷却定型。

实施例 5

在开炼机 150℃下，加入反式聚异戊二烯 55 份，塑炼后依次加入乙烯-醋酸乙烯共聚物（30/10）10 份，抗氧化剂 1010 1.5 份，硬脂酸锌 1 份，硬脂酸 0.5 份，碳酸钙 30 份，氧化锌 2 份，塑炼均匀后拉成片，冷却后切粒，经双螺杆挤出机挤出造粒，单螺杆挤出机挤成管子，管子经钴 60 照射，照射剂量为 150K Gy。辐照后的管子在 90℃的温度下扩张到原管直径的 100%，冷却定型。