



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102241864 A

(43) 申请公布日 2011. 11. 16

(21) 申请号 201010170238. 0

F16L 9/147(2006. 01)

(22) 申请日 2010. 05. 12

(71) 申请人 黄山景江科技有限公司

地址 245000 安徽省黄山市经济开发区科技  
企业孵化器

(72) 发明人 段景宽 江文斌 江建云

(51) Int. Cl.

C08L 51/06(2006. 01)

C08L 23/06(2006. 01)

C08K 5/524(2006. 01)

F16L 9/12(2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 9 页

### (54) 发明名称

一种硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联专用料的制备方法

### (57) 摘要

一种硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联专用料的制备方法,其主要制备工艺为两步法:第一步制备高密度聚乙烯硅烷接枝料(A料);第二步制备室温交联催化料(B料)。A料组成包括:高密度聚乙烯70-90重量份、载体树脂10-30重量份、不饱和硅烷1-3重量份、引发剂0.05-0.3重量份、抗氧剂0.1-0.5重量份、助交联剂1-3重量份。B料组成包括:高密度聚乙烯70-90重量份、载体树脂10-30重量份、催化剂1-4重量份、助催化剂1-3重量份、抗氧剂0.1-0.5重量份。上述所用原料充分混合经双螺杆挤出机造粒得到A料和B料,专用料由A料和B料按90:10-95:5的比例组成。利用该专用料制备的管材,室温下放置72小时后,即可自动完成交联过程,交联度达到65%以上。本发明简化了硅烷交联聚乙烯制品在热水中蒸煮的步骤,节约了生产成本、提高了产品交联均匀性以及专用料的储存稳定性。

1. 一种硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联专用料的制备方法,包括两步法的制备工艺路线。其特征在于两步法分别制备高密度聚乙烯硅烷接枝料(A料)和硅烷交联催化料(B料),其中在A料和B料中同时含有硅烷室温助交联剂。

2. 一种硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联专用料的制备方法,其组成为:A料组成包括:高密度聚乙烯70-90重量份、载体树脂10-30重量份、不饱和硅烷1-3重量份、引发剂0.05-0.3重量份、抗氧化剂0.1-0.5重量份、助交联剂1-3重量份。B料组成包括:高密度聚乙烯70-90重量份、载体树脂10-30重量份、催化剂1-4重量份、助催化剂1-3重量份、抗氧化剂0.1-0.5重量份。上述所用原料充分混合经双螺杆挤出机造粒得到A料和B料,专用料由A料和B料按90:10-95:5的比例组成。

3. 根据权利要求2所述的硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联专用料的制备方法,其特征在于:高密度聚乙烯熔融指数为2-5g/10min(190°C,2.16Kg)。

4. 根据权利要求2所述的硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联专用料的制备方法,其特征在于:所述的载体树脂是指马来酸酐接枝聚合物,如PE-g-MAH、PP-g-MAH、POE-g-MHA。

5. 根据权利要求2所述的硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联专用料的制备方法,其特征在于:所述乙烯基三乙氧基硅烷、乙烯基三甲氧基硅烷、乙烯基甲乙氧基硅烷或者其混合物。

6. 根据权利要求2所述的硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联专用料的制备方法,其特征在于:所述的引发剂为自由基引发剂,如过氧化二异丙苯、过氧化叔丁基-3,5,5-三甲基己酸酯或者共混物。

根据权利要求2所述的硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联专用料的制备方法,其特征在于:所述的A料中助交联剂为酰胺类聚合物。

7. 根据权利要求2所述的硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联专用料的制备方法,其特征在于:所述的A料中的抗氧化剂为亚磷酸酯类抗氧化剂,如抗氧化剂168。

8. 根据权利要求2所述的硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联专用料的制备方法,其特征在于:所述的B料催化剂为有机锡衍生物,选择二月桂酸二丁基锡、二月桂酸二辛基锡。

9. 根据权利要求2所述的硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联专用料的制备方法,其特征在于:所述的B料助催化剂为脂肪胺类,如三乙醇胺、三乙胺。

## 一种硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联专用料的制备方法

### 技术领域：

[0001] 本发明涉及一种用来制备塑料管材和金属复合管材的硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联专用料的方法，其尤其是一种添加室温交联助剂来制备硅烷接枝高密度聚乙烯的方法。

### 技术背景：

[0002] 特殊流体，如热水、石油以及天然气的输送一般采用各种金属管材，而金属管材不但笨重，而且可能因腐蚀或者结垢等引起第二次污染，造成资源浪费。目前代替金属管材的材料主要是 PPR、HDPE、硅烷交联 HDPE 或者金属塑料复合管材，其中硅烷交联 HDPE 是最具有竞争潜力的一种管材。生产硅烷交联 HDPE 管材主要有两步法：第一种是两步法。专利 ZL02151548.4 介绍了一种硅烷交联高密度聚乙烯组合物及其制备方法，本专利采用两步法硅烷交联技术制备聚乙烯组合物，该组合物可用于交联聚乙烯管材、交联聚乙烯铝塑复合管材等的生产。通过选择复配交联剂、增加一种复配阻聚剂以防止接枝料过早交联，解决了现有技术中贮存时间短的问题，采用 HDPE 解决了材料强度低的问题，并选择了合适的载体树脂，解决了硅烷等液体助剂损失的问题，得到了一种新型硅烷交联聚乙烯组合物，其制备的铝塑复合管材和交联聚乙烯管材加工适应性强，产品性能优异。第二种是一步法制备硅烷交联管材，如专利 CN1306016 介绍了一种固态一步法生产硅烷交联聚烯烃的方法，其特征在于：将含有有机不饱和硅烷和自由基产生剂、含有硅烷醇缩合催化剂和抗氧化剂等配合剂捏合到基本上不含水的多元复合微粉固体中后，再与聚烯烃基础复合成为待加工的材料，然后在基础聚合物的晶体熔点以上一步完成应挤出成型的接枝，再在低于 100℃ 温水或热蒸气中完成交联。无论是两步法生产硅烷交联聚乙烯，还是一步法制备硅烷交联聚乙烯，在制品出厂以前都要经过温水蒸煮，使产品的凝胶含量达到 65% 以上，这样得到的产品性能最佳。但是产品温水后处理给生产厂家带来了成本的增加和工艺上的复杂等问题，所以，现在很多研究人员热衷于开发室温下免水煮硅烷交联聚乙烯材料。CN1900130 提供了一种室温交联制备硅烷交联聚乙烯的方法，所述方法是以接枝料：烯基烷氧基硅烷接枝的聚乙烯树脂，与催化料：含有催化剂、产水剂的聚乙烯树脂，以 5 ~ 20 : 1 质量比混合，室温下进行交联，即得交联聚乙烯；制备所述接枝料与催化料的原料质量组成如下：接枝料：聚乙烯树脂 100 份，烯基烷氧基硅烷 0.5 ~ 5 份，烷基三甲氧基硅烷 0.5 ~ 3 份，钛烷氧化物螯合物 0.5 ~ 3 份，自由基引发剂 0.01 ~ 2 份，催化料：聚乙烯树脂 100 份，产水剂 0.5 ~ 30 份，交联催化剂 1 ~ 5 份。这个专利给出的方法有个最大的缺点是产水剂的释水温度较低，不适用于 HDPE。另外，本专利给出的晶体产水剂失去结晶水一般是分步进行的，所以在较低的温度下也会释水，这就造成产品质量不稳定，效率低下。专利 CN101255247 是免水煮硅烷交联聚烯烃组合物，包括基料 A 和催化剂母料 B，其重量比 100 : 4 ~ 6，所述的基料 A 中各组分及其重量配比为：聚烯烃树脂 100 份，第一抗氧剂 0.2 ~ 0.3 份，硅烷 2.0 ~ 4.0 份，引发剂 0.1 ~ 1.0 份，润滑剂 1.0 ~ 3.0 份，脂肪酸 0.1 ~ 0.5 份；所述的催化剂母料 B 中各组分及其重量配比为：聚烯烃树脂 100 份，第二抗氧剂 1.0 ~ 5.0 份，催化剂 2.0 ~ 5.0 份，

酯类化合物 2.0 ~ 5.0 份,

[0003] 金属氧化物 2.0 ~ 5.0 份。这个专利采用硬脂酸和金属氧化物通过化学反应来产生水,但是本方法对这两种材料分散均匀性要求较高,而且金属氧化物的加入,对管材的耐静水压等性能影响非常大,所以本技术也不适合用于生产 HDPE 管材或者金属复合管材。CN101608031 介绍了种快速硅烷交联聚乙烯专用料的制备方法,其专用料组成包括:聚乙烯 60-95 重量份、乙烯-乙酸乙烯酯共聚物 0-35 重量份、不饱和硅烷 1-5 重量份、吸水剂 0.1 ~ 1 重量份、交联助剂 0.5-5 重量份、抗氧剂 0.1-0.5 重量份、润滑剂 0.5-2 重量份,将上述所有原料充分混合经挤出机造粒得到专用料。该专用料挤出制成管道,在 23℃ 室温下放置 24 小时,即可自动完成交联过程,交联度达 65% 以上。本专利提供的技术最大的缺点是专用料储存时间比较短。

### 发明内容:

[0004] 针对以上硅烷交联聚乙烯存在的缺陷,本发明的目的是提供一种性能稳定,室温交联效率高,专用料储存时间长的硅烷交联 HDPE 管材专用料。为了实现上述目的,本发明通过以下技术方案实现:

[0005] 本专利采用两步法来制备一种硅烷接枝高密度聚乙烯室温交联管材专用料:第一步制备高密度聚乙烯硅烷接枝料(A料);第二步制备室温交联催化料(B料)。A料组成包括:高密度聚乙烯 70-90 重量份、以马来酸酐接枝聚烯烃聚合物为载体树脂 10-30 重量份、不饱和硅烷 1-3 重量份、引发剂 0.05-0.3 重量份、抗氧剂 0.1-0.5 重量份、以酰胺类低合物为助交联剂 1-3 重量份。B料组成包括:高密度聚乙烯 70-90 重量份、以马来酸酐接枝聚烯烃聚合物为载体树脂 10-30 重量份、催化剂 1-4 重量份、以脂肪胺类物质为助催化剂 1-3 重量份、抗氧剂 0.1-0.5 重量份。上述所用原料充分混合经双螺杆挤出机造粒得到 A 料和 B 料,专用料由 A 料和 B 料按 90 : 10-95 : 5 的比例组成。

[0006] 本发明制备的专用料生产的管材,室温下放置 72 小时后,即可自动完成交联过程,交联度达到 65% 以上。本发明简化了硅烷交联聚乙烯制品在热水中蒸煮的步骤,节约了生产成本、提高了产品交联均匀性以及专用料的储存稳定性。

### 具体实施方式:

[0007] 对比例:

[0008] 本发明对比例所述的硅烷交联高密度聚乙烯专用料的制备方法,主要是包括如下步骤:(1) 硅烷接枝高密度聚乙烯(A料)的制备:

[0009] (i) 配方:

[0010]	HDPE	90
[0011]	PE-g-MAH	10
[0012]	过氧化二异丙苯	0.15
[0013]	乙烯基三甲氧基硅烷	2.5
[0014]	抗氧剂 168	0.2

[0015] (ii) 制备路线:把配方中的所有原材料放入高速搅拌机中室温下高速搅拌 5 分钟,得混合料,

[0016] 混合料在  $\Phi 65$  同向双螺杆挤出机（长径比  $L/D = 44 : 1$ ）中造粒。得到粒料在  $80^{\circ}\text{C}$  下干燥 2 小时后铝塑复合袋真空包装为成品。

[0017] (iii) 同向双螺杆的参数设定：

[0018] 第一段温度  $110^{\circ}\text{C}$ ；第二段温度  $140^{\circ}\text{C}$ ；第三段温度  $160^{\circ}\text{C}$ ；第四段温度  $170^{\circ}\text{C}$ ；第五段温度  $185^{\circ}\text{C}$ ；第六段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第七段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第八段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第九段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第十段温度  $200^{\circ}\text{C}$ ；口模温度  $190^{\circ}\text{C}$ 。

[0019] (2) 催化料（B 料）的制备：

[0020] (i) 配方：

[0021] HDPE 90

[0022] PE-g-MAH 10

[0023] 二月桂酸二丁基锡 2

[0024] 抗氧剂 1010 0.2

[0025] 抗氧剂 168 0.2

[0026] (ii) 制备路线：把配方中的所有原材料放入高速搅拌机中室温下高速搅拌 5 分钟，得混合料，混合料在  $\Phi 65$  同向双螺杆挤出机（长径比  $L/D = 44 : 1$ ）中造粒。得到粒料在  $80^{\circ}\text{C}$  下干燥 2 小时后铝塑复合袋真空包装为成品。

[0027] (iii) 同向双螺杆的参数设定：

[0028] 第一段温度  $110^{\circ}\text{C}$ ；第二段温度  $140^{\circ}\text{C}$ ；第三段温度  $160^{\circ}\text{C}$ ；第四段温度  $170^{\circ}\text{C}$ ；第五段温度  $185^{\circ}\text{C}$ ；第六段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第七段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第八段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第九段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第十段温度  $200^{\circ}\text{C}$ ；口模温度  $190^{\circ}\text{C}$ 。

[0029] (3) 专用料配方：

[0030] A 料 90

[0031] B 料 10

[0032] 上述方法得到的管材， $80^{\circ}\text{C}$  下热水蒸煮 6 小时，交联度为 65.9%。

[0033] 实施例 1

[0034] 本发明对比例所述的硅烷交联高密度聚乙烯专用料的制备方法，主要是包括如下步骤：(1) 硅烷接枝高密度聚乙烯（A 料）的制备：

[0035] (i) 配方：

[0036] HDPE 90

[0037] PE-g-MAH 10

[0038] 过氧化二异丙苯 0.15

[0039] 乙烯基三甲氧基硅烷 2.5

[0040] 抗氧剂 168 0.2

[0041] 低分子硬脂酰胺 1.5

[0042] (ii) 制备路线：把配方中的所有原材料放入高速搅拌机中室温下高速搅拌 5 分钟，得混合料，混合料在  $\Phi 65$  同向双螺杆挤出机（长径比  $L/D = 44 : 1$ ）中造粒。得到粒料在  $80^{\circ}\text{C}$  下干燥 2 小时后铝塑复合袋真空包装为成品。

[0043] (iii) 同向双螺杆的参数设定：

[0044] 第一段温度  $110^{\circ}\text{C}$ ；第二段温度  $140^{\circ}\text{C}$ ；第三段温度  $160^{\circ}\text{C}$ ；第四段温度  $170^{\circ}\text{C}$ ；第五

段温度 185℃;第六段温度 195℃;第七段温度 195℃;第八段温度 195℃;第九段温度 195℃;第十段温度 200℃;口模温度 190℃。

[0045] (2) 催化料 (B 料) 的制备:

[0046] (i) 配方:

[0047] HDPE 90

[0048] PE-g-MAH 10

[0049] 二月桂酸二丁基锡 2

[0050] 抗氧剂 1010 0.2

[0051] 抗氧剂 168 0.2

[0052] 三乙醇胺 2

[0053] (ii) 制备路线:把配方中的所有原材料放入高速搅拌机中室温下高速搅拌 5 分钟,得混合料,混合料在  $\Phi 65$  同向双螺杆挤出机(长径比  $L/D = 44 : 1$ )中造粒。得到粒料在 80℃下干燥 2 小时后铝塑复合袋真空包装为成品。

[0054] (iii) 同向双螺杆的参数设定:

[0055] 第一段温度 110℃;第二段温度 140℃;第三段温度 160℃;第四段温度 170℃;第五段温度 185℃;第六段温度 195℃;第七段温度 195℃;第八段温度 195℃;第九段温度 195℃;第十段温度 200℃;口模温度 190℃。

[0056] (3) 专用料配方:

[0057] A 料 90

[0058] B 料 10

[0059] 上述方法得到的管材,室温放置 3 天后,交联度为 66.4%。

[0060] 实施例 2

[0061] 本发明对比例所述的硅烷交联高密度聚乙烯专用料的制备方法,主要是包括如下步骤:(1) 硅烷接枝高密度聚乙烯 (A 料) 的制备:

[0062] (i) 配方:

[0063] HDPE 90

[0064] POE-g-MAH 10

[0065] 过氧化二异丙苯 0.15

[0066] 乙烯基三甲氧基硅烷 2.5

[0067] 抗氧剂 168 0.2

[0068] 低分子硬脂酰胺 1.5

[0069] (ii) 制备路线:把配方中的所有原材料放入高速搅拌机中室温下高速搅拌 5 分钟,得混合料,混合料在  $\Phi 65$  同向双螺杆挤出机(长径比  $L/D = 44 : 1$ )中造粒。得到粒料在 80℃下干燥 2 小时后铝塑复合袋真空包装为成品。

[0070] (iii) 同向双螺杆的参数设定:

[0071] 第一段温度 110℃;第二段温度 140℃;第三段温度 160℃;第四段温度 170℃;第五段温度 185℃;第六段温度 195℃;第七段温度 195℃;第八段温度 195℃;第九段温度 195℃;第十段温度 200℃;口模温度 190℃。

[0072] (2) 催化料 (B 料) 的制备:

[0073] (i) 配方：

[0074] HDPE 90

[0075] POE-g-MAH 10

[0076] 二月桂酸二丁基锡 2

[0077] 抗氧化剂 1010 0.2

[0078] 抗氧化剂 168 0.2

[0079] 三乙醇胺 2

[0080] (ii) 制备路线：把配方中的所有原材料放入高速搅拌机中室温下高速搅拌 5 分钟，得混合料，混合料在  $\Phi 65$  同向双螺杆挤出机（长径比  $L/D = 44 : 1$ ）中造粒。得到粒料在  $80^{\circ}\text{C}$  下干燥 2 小时后铝塑复合袋真空包装为成品。

[0081] (iii) 同向双螺杆的参数设定：

[0082] 第一段温度  $110^{\circ}\text{C}$ ；第二段温度  $140^{\circ}\text{C}$ ；第三段温度  $160^{\circ}\text{C}$ ；第四段温度  $170^{\circ}\text{C}$ ；第五段温度  $185^{\circ}\text{C}$ ；第六段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第七段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第八段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第九段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第十段温度  $200^{\circ}\text{C}$ ；口模温度  $190^{\circ}\text{C}$ 。

[0083] (3) 专用料配方：

[0084] A 料 90

[0085] B 料 10

[0086] 上述方法得到的管材，室温放置 3 天后，交联度为 68.7%。

[0087] 实施例 3

[0088] 本发明对比例所述的硅烷交联高密度聚乙烯专用料的制备方法，主要是包括如下步骤：(1) 硅烷接

[0089] 枝高密度聚乙烯（A 料）的制备：

[0090] (i) 配方：

[0091] HDPE 90

[0092] PE-g-MAH 10

[0093] 过氧化叔丁基 -3,5,5- 三甲基己酸酯 0.10

[0094] 乙烯基三甲氧基硅烷 2.5

[0095] 抗氧化剂 168 0.2

[0096] 低分子硬脂酰胺 1.5

[0097] (ii) 制备路线：把配方中的所有原材料放入高速搅拌机中室温下高速搅拌 5 分钟，得混合料，混合料在  $\Phi 65$  同向双螺杆挤出机（长径比  $L/D = 44 : 1$ ）中造粒。得到粒料在  $80^{\circ}\text{C}$  下干燥 2 小时后铝塑复合袋真空包装为成品。

[0098] (iii) 同向双螺杆的参数设定：

[0099] 第一段温度  $110^{\circ}\text{C}$ ；第二段温度  $140^{\circ}\text{C}$ ；第三段温度  $160^{\circ}\text{C}$ ；第四段温度  $170^{\circ}\text{C}$ ；第五段温度  $185^{\circ}\text{C}$ ；第六段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第七段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第八段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第九段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ；第十段温度  $200^{\circ}\text{C}$ ；口模温度  $190^{\circ}\text{C}$ 。

[0100] (2) 催化料（B 料）的制备：

[0101] (i) 配方：

[0102] HDPE 90

[0103]	POE-g-MAH	10
[0104]	二月桂酸二丁基锡	2
[0105]	抗氧化剂 1010	0.2
[0106]	抗氧化剂 168	0.2
[0107]	三乙醇胺	2

[0108] (ii) 制备路线:把配方中的所有原材料放入高速搅拌机中室温下高速搅拌 5 分钟,得混合料,混合料在  $\Phi 65$  同向双螺杆挤出机(长径比  $L/D = 44 : 1$ )中造粒。得到粒料在  $80^{\circ}\text{C}$  下干燥 2 小时后铝塑复合袋真空包装为成品。

[0109] (iii) 同向双螺杆的参数设定:

[0110] 第一段温度  $110^{\circ}\text{C}$ ;第二段温度  $140^{\circ}\text{C}$ ;第三段温度  $160^{\circ}\text{C}$ ;第四段温度  $170^{\circ}\text{C}$ ;第五段温度  $185^{\circ}\text{C}$ ;第六段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第七段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第八段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第九段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第十段温度  $200^{\circ}\text{C}$ ;口模温度  $190^{\circ}\text{C}$ 。

[0111] (3) 专用料配方:

[0112]	A 料	90
[0113]	B 料	10

[0114] 上述方法得到的管材,室温放置 3 天后,交联度为 69.3%。

[0115] 实施例 4

[0116] 本发明对比例所述的硅烷交联高密度聚乙烯专用料的制备方法,主要是包括如下步骤:(1) 硅烷接枝高密度聚乙烯(A料)的制备:

[0117] (i) 配方:

[0118]	HDPE	90
[0119]	PE-g-MAH	10
[0120]	过氧化叔丁基-3,5,5-三甲基己酸酯	0.10
[0121]	乙烯基三甲氧基硅烷	2.5
[0122]	抗氧化剂 168	0.2
[0123]	低分子硬脂酰胺	1.5

[0124] (ii) 制备路线:把配方中的所有原材料放入高速搅拌机中室温下高速搅拌 5 分钟,得混合料,混合料在  $\Phi 65$  同向双螺杆挤出机(长径比  $L/D = 44 : 1$ )中造粒。得到粒料在  $80^{\circ}\text{C}$  下干燥 2 小时后铝塑复合袋真空包装为成品。

[0125] (iii) 同向双螺杆的参数设定:

[0126] 第一段温度  $110^{\circ}\text{C}$ ;第二段温度  $140^{\circ}\text{C}$ ;第三段温度  $160^{\circ}\text{C}$ ;第四段温度  $170^{\circ}\text{C}$ ;第五段温度  $185^{\circ}\text{C}$ ;第六段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第七段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第八段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第九段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第十段温度  $200^{\circ}\text{C}$ ;口模温度  $190^{\circ}\text{C}$ 。

[0127] (2) 催化料(B料)的制备:

[0128] (i) 配方:

[0129]	HDPE	90
[0130]	POE-g-MAH	10
[0131]	二月桂酸二丁基锡	2
[0132]	抗氧化剂 1010	0.2



[0133] 抗氧剂 168 0.2

[0134] 三乙醇胺 2

[0135] (ii) 制备路线:把配方中的所有原材料放入高速搅拌机中室温下高速搅拌 5 分钟,得混合料,混合料在  $\Phi 65$  同向双螺杆挤出机(长径比  $L/D = 44 : 1$ )中造粒。得到粒料在  $80^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 小时后铝塑复合袋真空包装为成品。

[0136] (iii) 同向双螺杆的参数设定:

[0137] 第一段温度  $110^{\circ}\text{C}$ ;第二段温度  $140^{\circ}\text{C}$ ;第三段温度  $160^{\circ}\text{C}$ ;第四段温度  $170^{\circ}\text{C}$ ;第五段温度  $185^{\circ}\text{C}$ ;第六段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第七段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第八段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第九段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第十段温度  $200^{\circ}\text{C}$ ;口模温度  $190^{\circ}\text{C}$ 。

[0138] (3) 专用料配方:

[0139] A 料 95

[0140] B 料 5

[0141] 上述方法得到的管材,室温放置 3 天后,交联度为 70.0%。

[0142] 实施例 5

[0143] 本发明对比例所述的硅烷交联高密度聚乙烯专用料的制备方法,主要是包括如下步骤:(1) 硅烷接枝高密度聚乙烯(A 料)的制备:

[0144] (i) 配方:

[0145] HDPE 90

[0146] PE-g-MAH 10

[0147] 过氧化叔丁基-3,5,5-三甲基己酸酯 0.10

[0148] 乙烯基三甲氧基硅烷 2.5

[0149] 抗氧剂 168 0.2

[0150] 低分子硬脂酰胺 1.0

[0151] (ii) 制备路线:把配方中的所有原材料放入高速搅拌机中室温下高速搅拌 5 分钟,得混合料,混合料在  $\Phi 65$  同向双螺杆挤出机(长径比  $L/D = 44 : 1$ )中造粒。得到粒料在  $80^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 小时后铝塑复合袋真空包装为成品。

[0152] (iii) 同向双螺杆的参数设定:

[0153] 第一段温度  $110^{\circ}\text{C}$ ;第二段温度  $140^{\circ}\text{C}$ ;第三段温度  $160^{\circ}\text{C}$ ;第四段温度  $170^{\circ}\text{C}$ ;第五段温度  $185^{\circ}\text{C}$ ;第六段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第七段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第八段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第九段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第十段温度  $200^{\circ}\text{C}$ ;口模温度  $190^{\circ}\text{C}$ 。

[0154] (2) 催化料(B 料)的制备:

[0155] (i) 配方:

[0156] HDPE 90

[0157] POE-g-MAH 10

[0158] 二月桂酸二丁基锡 2

[0159] 抗氧剂 1010 0.2

[0160] 抗氧剂 168 0.2

[0161] 三乙醇胺 1

[0162] (ii) 制备路线:把配方中的所有原材料放入高速搅拌机中室温下高速搅拌 5 分

钟,得混合料,混合料在  $\Phi 65$  同向双螺杆挤出机(长径比  $L/D = 44 : 1$ )中造粒。得到粒料在  $80^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 小时后铝塑复合袋真空包装为成品。

[0163] (iii) 同向双螺杆的参数设定:

[0164] 第一段温度  $110^{\circ}\text{C}$ ;第二段温度  $140^{\circ}\text{C}$ ;第三段温度  $160^{\circ}\text{C}$ ;第四段温度  $170^{\circ}\text{C}$ ;第五段温度  $185^{\circ}\text{C}$ ;第六段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第七段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第八段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第九段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第十段温度  $200^{\circ}\text{C}$ ;口模温度  $190^{\circ}\text{C}$ 。

[0165] (3) 专用料配方:

[0166] A 料 95

[0167] B 料 5

[0168] 上述方法得到的管材,室温放置 3 天后,交联度为 65.8%。

[0169] 实施例 6

[0170] 本发明对比例所述的硅烷交联高密度聚乙烯专用料的制备方法,主要是包括如下步骤:(1) 硅烷接枝高密度聚乙烯(A 料)的制备:

[0171] (i) 配方:

[0172] HDPE 90

[0173] PE-g-MAH 10

[0174] 过氧化叔丁基-3,5,5-三甲基己酸酯 0.10

[0175] 乙烯基三甲氧基硅烷 2.5

[0176] 抗氧化剂 168 0.2

[0177] 低分子硬脂酰胺 1.5

[0178] (ii) 制备路线:把配方中的所有原材料放入高速搅拌机中室温下高速搅拌 5 分钟,得混合料,混合料在  $\Phi 65$  同向双螺杆挤出机(长径比  $L/D = 44 : 1$ )中造粒。得到粒料在  $80^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 小时后铝塑复合袋真空包装为成品。

[0179] (iii) 同向双螺杆的参数设定:

[0180] 第一段温度  $110^{\circ}\text{C}$ ;第二段温度  $140^{\circ}\text{C}$ ;第三段温度  $160^{\circ}\text{C}$ ;第四段温度  $170^{\circ}\text{C}$ ;第五段温度  $185^{\circ}\text{C}$ ;第六段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第七段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第八段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第九段温度  $195^{\circ}\text{C}$ ;第十段温度  $200^{\circ}\text{C}$ ;口模温度  $190^{\circ}\text{C}$ 。

[0181] (2) 催化料(B 料)的制备:

[0182] (i) 配方:

[0183] HDPE 90

[0184] POE-g-MAH 10

[0185] 二月桂酸二丁基锡 2

[0186] 抗氧化剂 1010 0.2

[0187] 抗氧化剂 168 0.2

[0188] 三乙胺 3

[0189] (ii) 制备路线:把配方中的所有原材料放入高速搅拌机中室温下高速搅拌 5 分钟,得混合料,混合料在  $\Phi 65$  同向双螺杆挤出机(长径比  $L/D = 44 : 1$ )中造粒。得到粒料在  $80^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 小时后铝塑复合袋真空包装为成品。

[0190] (iii) 同向双螺杆的参数设定:

[0191] 第一段温度 110℃;第二段温度 140℃;第三段温度 160℃;第四段温度 170℃;第五段温度 185℃;第六段温度 195℃;第七段温度 195℃;第八段温度 195℃;第九段温度 195℃;第十段温度 200℃;口模温度 190℃。

[0192] (3) 专用料配方:

[0193] A 料 95

[0194] B 料 5

[0195] 上述方法得到的管材,室温放置 3 天后,交联度为 66.0%。