

浅析 XLPE 热延伸非正常断裂原因

王文渊 姚亮 张海艳 巫春生
(安徽科顺电缆智能科技有限公司 安徽 池州 247126)

摘要 本文根据作者多年来致力于关于化学物质硅烷交联聚乙烯所具备的绝缘热延伸性能检测经验和不断实践改进结果,复现了该化学物质绝缘热延伸性能试验断裂的具体现象,通过采取提高交联水温和时间,改变交联方式及更换原材料供货厂家等方法,进行了比较分析,最后得出了影响该化学物质绝缘热延伸试验时断裂的原因,并针对原因进行了具体的分析,提出了相应的改进建议,且通过实施效果良好,顺利解决了此类问题。

关键词: 聚乙烯;硅烷交联;断裂;措施;原因

0 引言

交联聚乙烯化学材料以其自身良好的便于加工、电学性能以及机械性能等物理属性而被广泛应用于低压电力系统中的电缆绝缘主要材料。交联聚乙烯化学材料的热延伸性能是生产电缆材料中的一项非常重要的指标,因此在该化学材料进行热延伸性能测试的时候,必须保证其测量数据准确、可靠。热延伸测量数值对电缆的交联度起着直接的影响作用,测试过程中,交联聚乙烯经常会发现有断裂现象的发生,此时就不能够仅仅依靠测试数据来判断交联聚乙烯化学材料是否合格了,必须依据实际情况进行进一步的深入分析,寻找其断裂根本原因。

1 热延伸标准试验流程

1.1 取样

在交联聚乙烯试样样品中截取两段,一个作为绝缘样段,一个作为护套样段,并且按 GB/T2951.11 第 9 章规定的试验方法制备试样及测量截面积后进行试验。哑铃试件应在除去所有凸脊和或半导体层后从绝缘和护套内层制取。试片厚度应不小于 0.8mm,不大于 2.0mm。如果不能制备 0.8mm 厚的试片,则允许其最小厚度为 0.6mm。在每个大哑铃试件中部标上 20mm 的标志线,在每个小哑铃试件中部标上 10mm 的标志线。

1.2 实验步骤

- (1) 试件悬挂在烘箱中(我司产品热延伸均为 200℃),在下夹头的位置加上适量的重物,重物的悬挂过程标准是以最短时间打开烘箱门为准。
- (2) 烘箱的温度达到所规定的温度之后,使试件再在烘箱内保持十分钟,并且对通过测量标记线之间的间距来对伸长率进行精准计算。
- (3) 将拉力从试件上面进行解除,同时使其在烘箱内进行恢复,持续时间大约五分钟,或者等到烘箱温度回升到规定的温度,取较长时间。将试件取出并逐渐冷却达到室温后再次对标记线间距进行精准测量。

1.3 试验结果的判定

- (1) 在所规定的合理时间范围之内负重大约十分钟以后,伸长率的中间值以不大于所生产电缆的标准规格为准(我司现有产品热延伸标准为:175%,永久变形标准为:

- 15%)。
- (2) 试件取出等待慢慢冷却后,其标记线间距增加部分的中间数值相对试件放入烤箱之前的百分比不大于所生产电缆标准规定。

2 存在的问题及分析

热延伸试验是一种快速测定交联聚乙烯交联度的试验方法,是一个频次很高的检验项目,是电缆产品质量判定和制定工艺参数的重要依据。热延伸数值与生产采用工艺参数紧密相关,但在原材料质量、工艺参数、设备性能等保证的前提下,进行硅烷交联聚乙烯热延伸测试时常出现断裂现象,电缆生产企业需要准确检测判断该类产品热延伸性能。对于硅烷交联聚乙烯热延伸试验要求条件,见表 1。

表 1 硅烷交联聚乙烯热延伸试验要求

指标	试验温度	载荷	负载时间	最大伸长率	冷却后最大永久变形
单位	℃	N/cm ²	min	%	%
要求	200±3	20	15	175	15

在做热延伸检测时会遇到:试样在试验过程中出现在负载下轻微伸长时便产生断裂的现象,根据试验标准要求加倍取样,用同批次的试样再次进行复检,结果还是没大的变化。影响交联聚乙烯热延伸的因素主要有:

- (1) 基础树脂所产生的影响:树脂有很多种类型,且往往会由于其内部大分子结构的不同而影响到树脂的交联性能,通常情况下使用熔体指数(MI)为 2 的低密度聚乙烯(LDPE)树脂。
- (2) 引发剂用量造成的影响:常用的作为引发剂的化学材料过氧化二异丙苯(DCP)的用量大小是重点环节,如果该化学材料用量不足会导致硅烷接枝不充分,如果该化学材料用量超标则会导致树脂的过度交联现象。
- (3) 硅烷用量所造成的影响:通常情况下都是选择乙烯基不饱和的硅烷来进行交联聚乙烯的制作,由于大多数情况下硅烷是进口的,所有每个厂商都力求将硅烷的数量在保证达到用量规定的范围内使其用量最少,以降低成本。
- (4) 挤出温度及色母粒、蒸汽温度、时间的影响:硅烷 XLPE 的挤出温度是由一定的范围限制的,如果温度太低

则会引发热延伸不达标。

若按其他常规材料检验规范，可以作出合格与否的检验结论。但因为硅烷交联聚乙烯材料的特殊性，交其联过程受蒸汽时间、温度、湿度及厚度等因素影响很大，不宜根据当时检测数据轻易的做出不合格的检验结论。

硅烷交联聚乙烯材料热延伸试验试样出现断裂现象的问题，按照以前的经验，开始分析认为是交联不足，便采取提高水温，延长交联时间的方法，但复测结果与先前对照没有明显变化；后又改变了为蒸房蒸气交联，工艺设定为：正常气压饱和蒸气，时间设定为工艺规定 4h、超标准交联时间 50%、线芯置于蒸气中直至导体表面氧化变色三个时间段对比，测试结果依然如故。这说明此热延伸试验出现的断裂现象与交联工艺无太大关联。为了查找原因，又更换另外一家合格供方的硅烷交联聚乙烯料进行挤出，温水交联后取样检测，测试结果还是无明显改善。试验人员对前后批次、不同厂家材料的试验结果重新进行了认真分析比较，归纳总结了以下共同点：

(1) 同时时间制备、测试的试样，热延伸试验其试样均为不合格断裂，而非正常检测时的断裂状态，是试样在负载下短时间或轻微伸长时便产生断裂；

(2) 通过采取提高交联蒸汽温度、延长交联时间、改变交联方式以及更换材料厂家等手段，可是对合格率并无明显影响。

从以上分析得出以下推论：①不合格试样均为断裂，而未出现类似于交联不足时伸长率超标所产生的断裂，说明断裂原因并非交联不足，而是其它因素的作用；②出现断裂现象与原材料无明显关联，且原定温水交联工艺参数可以满足材料要求，是合适的。

3 解决措施

硅烷交联聚乙烯的交联方式是在一定的温度和机械作用力之下，将含有不饱和乙烯基和易于水解的烷氧基多官能团的硅烷接枝到聚乙烯的主链上，发生水解，并缩合形成交联键从而得到。排除正常产生不合格的有关因素，可分析判断：刚从硅烷交联材料上制备的试样放入标准规定温度的烘箱中后，因分子链间有水分子的积聚，在材料内部迅速汽化、

表 2 温水交联后试验

序号	厚度 (mm)	负重 (g)	原始标距 (mm)	负载下标距 (mm)	负载下伸长率 (%)	备 注
1	1.22	100	20			2 分钟断裂
2	1.17	95	20	50	150	符合
3	1.15	94	20	50	150	符合
4	1.23	100	20			2 分钟断裂
5	1.20	98	20	48	140	符合

膨胀，使试样内部产生细微裂纹，导致试样过早断裂。通过分析，在相同试样条件下 重新设计了试验：在同一产品的相邻处同时采集两组试样共 10 个样，第 1 组取 5 个试样立即进行热延伸试验，见表 2。

第 2 组取 5 个样放置 24 小时后再进行热延伸试验，见表 3。

表 3 温水交联 24 小时后试验

序号	厚度 (mm)	负重 (g)	原始标距 (mm)	负载下标距 (mm)	负载下伸长率 (%)	备 注
1	1.28	104	20	35	75	符合
2	1.33	109	20	30	50	符合
3	1.36	111	20	35	75	符合
4	1.20	98	20	30	50	符合
5	1.25	102	20	34	70	符合

通过两组试样数据，可以发现第 2 组试样的合格率明显高于第 1 组，可初步验证我们推论的方向正确。为了严谨证明推论的正确性，再从在已放置一段时间的前次产品中重新取样进行测试，结果全部合格，见表 4。

表 4 以前断裂的样品重新取样试验（第 1 组）

序号	厚度 (mm)	负重 (g)	原标距 (mm)	负载标距 (mm)	负载下伸长率 (%)	备 注
1	1.29	105	20	30	50	符合
2	1.26	103	20	35	75	符合
3	1.27	104	20	30	50	符合
4	1.21	99	20	35	75	符合
5	1.23	100	20	30	50	符合

按上述要求对硅烷交联聚乙烯绝缘热延伸实施检验，均未出现上述现象的再发生，严格控制了半成品和成品的质量，确保半成品一次交检合格率达 100%，成品一次交付合格率达 100%的要求，提高了试验人员自身的检测技术水平。

4 结语

由上述的几组对比数据可以得出以下结论：

(1) 热延伸试验时断裂是因为材料中含有因接枝残留水份，在烘箱的高温环境下，水份被汽化、膨胀，而使试样产生早期微裂纹，导致试样断裂，而非其它原因。

(2) 热延伸测试要得到可靠的检测结果，须试样在完成交联后自然环境中预处理至少 24 小时，待分子间残留水份充分参与交联反应和挥发后再进行项目试验。

参考文献：

[1] 王卫东. 硅烷交联聚乙烯热延伸试样断裂原因分析 [J]. 河南机电高等专科学校学报, 2008, 16(06): 12-14.

作者简介：王文渊 (1979.09-), 男, 汉族, 安徽巢湖人, 专科, 研究方向：电线电缆。