



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105358618 B

(45)授权公告日 2017.04.26

(21)申请号 201480038161.8

N·巴拉苏布兰马尼安

(22)申请日 2014.01.17

S·贾甘纳坦

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105358618 A

(74)专利代理机构 广州弘邦专利商标事务所有
限公司 44236

代理人 张钊斌

(43)申请公布日 2016.02.24

(30)优先权数据

3083/CHE/2013 2013.07.10 IN

(51)Int.Cl.

C08L 9/10(2006.01)

C08J 3/20(2006.01)

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2015.12.31

(56)对比文件

CN 102975321 A,2013.03.20,

CN 101238172 A,2008.08.06,

CN 101432342 A,2009.05.13,

CN 1352593 A,2002.06.05,

RU 2103170 C1,1998.01.27,

CN 100528952 C,2009.08.19,

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/IN2014/000035 2014.01.17

(87)PCT国际申请的公布数据

W02015/004674 EN 2015.01.15

(73)专利权人 TTK防护设备有限公司

地址 印度金奈市大教堂路6号

审查员 段雅静

(72)发明人 W·D·波特

权利要求书1页 说明书12页

(54)发明名称

一种用于制备浸渍胶乳制品的二元工艺

(57)摘要

本发明提供了一种用于制备浸渍胶乳制品的二元工艺。本发明所公开的二元工艺消除了任何级别的预硫化对浸渍工艺结果的影响,不管是使用天然的还是合成的胶乳。二元工艺包括制备第一胶乳混合物配方A,包含胶乳、一种或多种促进剂、以及一种或多种表面活性剂;制备第二胶乳混合物配方B,包含胶乳、一种或多种硫化剂、以及一种或多种表面活性剂;进一步地,一个或多个模具分别浸入到配方A和配方B中,以形成配方A和配方B的多层包衣/涂层;后来硫化模具上的多层包衣/涂层以形成所述浸渍胶乳制品,它可以是避孕套、手套、气球、导管、手指套、外科手术管、婴儿奶瓶奶嘴或牙科坝。

1. 一种用于制备浸渍胶乳制品的二元工艺,所述工艺包括以下步骤:

制备第一胶乳混合物配方A,包含胶乳、一种或多种促进剂、以及一种或多种表面活性剂;制备第二胶乳混合物配方B,包含胶乳、一种或多种硫化剂、以及一种或多种表面活性剂;所述第一胶乳混合物配方A中不含有硫化剂;所述第二胶乳混合物配方B中不含有促进剂;一个或多个模具分别浸入到配方A和配方B中,以形成配方A和配方B的多层包衣/涂层;

和

硫化模具上的多层包衣/涂层以形成所述浸渍胶乳制品;

其中,配方A和配方B的pH均调节到11.5至12.5的范围;

其中,在整个工艺中,胶乳的温度保持在 $27 \pm 3^{\circ}\text{C}$;

其中,所述模具上的多层涂层/包衣在烘箱内维持 60°C 至 120°C 的温度干燥。

2. 根据权利要求1所述的二元工艺,其中,用于制备配方A的胶乳是天然胶乳、合成胶乳或者是它们的组合。

3. 根据权利要求1所述的二元工艺,其中,用于制备配方B的胶乳是天然胶乳、合成胶乳或者是它们的组合。

4. 根据权利要求1所述的二元工艺,其中,一种或多种促进剂选自:二丁基二硫代氨基甲酸锌、二乙基二硫代氨基甲酸锌、二丁基二硫代氨基甲酸钠和二乙基二硫代氨基甲酸钠。

5. 根据权利要求1所述的二元工艺,其中,一种或多种硫化剂选自:硫磺膏、聚合物硫和硫磺给予体。

6. 根据权利要求1所述的二元工艺,其中,所述一种或多种表面活性剂选自:十二烷基苯磺酸盐、浓缩磺化萘的钠盐、硫酸化油酸甲酯钠盐的氢氧化钾溶液和鲸蜡硬脂醇醚与20摩尔环氧乙烷溶液。

7. 根据权利要求1所述的二元工艺,其中,多层涂层/包衣的形成包括首先将一个或多个模具浸入配方A中以形成第一涂层/包衣,浸入深度足够得到胶乳制品成品所需长度,局部干燥或完全干燥所述第一涂层/包衣,然后将所述第一涂层/包衣浸入配方B中,以形成第二涂层/包衣,干燥所述第二涂层/包衣,然后硫化。

8. 根据权利要求1所述的二元工艺,其中,多层涂层/包衣的形成包括首先将一个或多个模具浸入配方A中以形成第一涂层/包衣,浸入深度足够得到胶乳制品成品所需长度,完全干燥所述第一涂层/包衣,然后将所述第一涂层/包衣浸入配方B中,以形成第二涂层/包衣,局部干燥或完全干燥所述第二涂层/包衣,再将所述第二涂层/包衣浸入到配方A中,以形成第三涂层/包衣,完全干燥所述第三涂层/包衣,然后硫化。

9. 根据权利要求1所述的二元工艺,其中,所述浸渍胶乳制品是避孕套、手套、气球、导管、手指套、外科手术管、婴儿奶瓶奶嘴或牙科坝。

一种用于制备浸渍胶乳制品的二元工艺

发明领域

[0001] 本发明涉及制造胶乳制品的领域。特别地,本发明涉及一种制造胶乳制品的方法,通过二元工艺,使用橡胶胶乳,例如天然胶乳包括巴西橡胶树以及银胶菊胶乳,合成胶乳包括丁腈橡胶、聚氯乙烯和聚异戊二烯。

[0002] 发明背景

[0003] 浸渍胶乳制品,例如手套、避孕套、气球以及指套,采用成熟的制造工艺制造,其中,硫化剂通常为硫磺、促进剂、催化剂、表面活性剂被加入到胶乳中以准备一种在浸渍工艺中使用的液体混合物,胶乳即:天然胶乳包括巴西橡胶树和银胶菊胶乳,以及合成胶乳包括丁腈橡胶、聚氯乙烯和合成聚异戊二烯。

[0004] 浸渍是一个将模具浸到选定的胶乳液体混合物中的过程,其中,模具指的是具有成品所需形状的物品,成品诸如手套、避孕套、气球等等。当所述模具离开混合胶乳时,一胶乳混合物薄膜仍然包覆于模具上。然后将膜干燥并加热以硫化所述聚合物,从而形成浸渍制品。

[0005] 施加连续层通常是通过多次反复地将被包覆的模具浸到胶乳混合物中来实施的。在干燥后的膜上重复上述工艺以改善成品的物理性能和/或加入颜色到该膜上。实施两次或更多次重复的浸渍,取决于混合物配方的性质、厚度及物理性质的预期水平、添加到薄膜包衣的颜色等等。当完成干燥和硫化工艺后,从所述模具上卸下所述涂覆的薄膜,呈现所需物品的形状。在大规模的生产过程中,所述浸渍工艺是自动化的,若干模具被安装于环形传送链以携带所述模具通过浸入胶乳混合物的阶段(称为浸渍),然后在加热烘箱中干燥并最终从模具上脱除制品。

[0006] 在传统的连续浸渍工艺中,所有的配料和硫化剂,通常是硫磺,还有促进剂、催化剂、表面活性剂被加入到胶乳中,在制造阶段称为混合。按照现有技术状态,所有的配料必须在胶乳中混合均匀以制造具有良好物理性能的浸渍制品。

[0007] 大部分的浸渍胶乳制品制造商广泛使用上面所描述的浸渍工艺。整体机械包括胶乳混合物存储容器以及相关的自动化实施浸渍工艺的浸渍装置。所述胶乳混合物被保存在胶乳保持容器中以使模具浸入,称为构或浸渍箱。这些构内部供给冷却以使胶乳的温度保持在预定范围内。根据装置设计和工艺要求,所述装置将具有两个或更多的构以及相应的干燥箱。例如,如果要在模具上生成两层胶乳混合物包衣,则可以有两个不同的构。在某些设计中,相同的模具反复浸入构两次。这是通过指定由环形传送链携带的模具的路线使其两次浸入同一构内实现的。多重浸渍的许多变化在工业中广泛使用。

[0008] 避孕套,由橡胶胶乳通过采用浸渍工艺制造,通常在性交过程中使用以降低怀孕几率和/或防止性传播疾病扩散。传统的避孕套由天然橡胶胶乳制成,但最近由各种合成弹性体制成的避孕套已经引入。特别是,由合成制备的聚异戊二烯制成的避孕套已被发现提供了许多优于传统的避孕套的优势。

[0009] 合成制备的聚异戊二烯适合作为用于制造避孕套的天然胶乳的替代品。然而,已知合成聚异戊二烯硫化速度非常快。因此,设计预处理生产工艺以便较好地控制硫化速率

直到通过浸渍工艺转变为避孕套。通过降低装置中的胶乳的温度来控制快速硫化。相比于天然橡胶胶乳,其混合物被保持在25℃左右,合成胶乳需要保持在15℃。因此,由合成胶乳制造浸渍胶乳制品,需要保持温度在15℃,以便实现减慢硫化(在这种情况下为预硫化)速率。

[0010] 专利出版物W02007113463中公开了一种方法,要求胶乳在低温下储存及使用,较适宜的温度为15℃或更低以减缓硫化。但冷却工艺昂贵。

[0011] 专利出版物US10/085890中公开了防止快速硫化的另一种方法,该专利需要使用不寻常的配料成分,其中一些被认为是有毒的。

[0012] 为准备浸渍胶乳产品,使用天然胶乳和合成胶乳。由于预硫化,这两种类型的胶乳都具有固有缺陷。因此,需要一种能消除任何级别的预硫化对浸渍工艺结果的影响,并促进制造浸渍胶乳制品使胶乳免受其固有缺陷约束的工艺。

[0013] 发明概述

[0014] 本发明提供了一种用于制造浸渍胶乳制品的二元工艺。所述二元工艺包括制备第一胶乳混合物配方A,其包含胶乳、一种或多种促进剂以及一种或多种表面活性剂;制备第二胶乳混合物配方B,其包含胶乳、一种或多种硫化剂以及一种或多种表面活性剂。更进一步地,分别浸渍一个或多个模具到配方A和配方B中,以形成多个配方A和B的包衣/涂层,随后硫化模具上的多层包衣/涂层,以形成浸渍胶乳制品。

[0015] 发明详述

[0016] 本发明提供一种用于制造浸渍胶乳制品的二元工艺。所公开的二元工艺无论是在使用合成胶乳还是在使用天然胶乳制造浸渍胶乳制品的情况下均是有益的。当使用来自快速硫化的合成胶乳,例如,但不限于,丁腈橡胶、氯丁橡胶以及合成聚异戊二烯来制造时,尤其有益。本发明克服了合成橡胶胶乳使用所固有的缺陷,即,快速硫化速率以及为了克服快速硫化速率的问题而要求保持在15℃或更低的温度下。

[0017] 本发明提供的用于制造浸渍胶乳制品的二元工艺包括以下步骤:

[0018] 1) 在两个不同的构中准备两份单独的胶乳混合物,各自保持在24℃至30℃的温度范围内,其中,所述第一混合物称为配方A,包括胶乳、促进剂以及表面活性剂,该促进剂例如但不限于二丁基二硫代氨基甲酸锌;所述第二混合物称为配方B,包括胶乳、硫化剂以及表面活性剂,该硫化剂例如但不限于硫磺。也可以使用硫磺给予体,例如秋兰姆硫化物和二硫代二吗啉。当发生反应所需要的材料不在同一混合物中时,不会发生显著预硫化,因此,配方A和B分开保存在不同的构内。保持低温的要求也被消除了,因为在此阶段,硫化剂与促进剂并未混合。最需要小心的是保持硫化剂与促进剂相互之间不会接触到彼此,直到有这样做意图。

[0019] 2) 相较于将模具浸入到同时混合有促进剂与硫化剂的胶乳混合物中的惯用方式,本发明提出一种设想,先将模具在第一次浸渍时采用仅仅包含促进剂组分的配方A涂覆,模具浸入的深度足够得到胶乳制品成品所需长度。然后局部干燥模具上的所述第一包衣。已经涂覆有配方A的模具在第二次浸渍时再浸入到含有硫化剂的配方B中。然后干燥第二包衣。然后加热模具到适宜温度,两涂层开始硫化形成交联。因此,命名为“二元工艺”。一旦促进剂与硫化剂组分接触到彼此时就自动启动硫化进程。随后将模具置于烘箱中加热两层包衣到60℃至120℃形成薄膜,加速硫化的进程以及发生交联以形成硫化膜。根据要生产的浸

渍胶乳制品,调整浸渍工艺,以达到所想要的厚度和长度。

[0020] 3) 制造工艺的后续步骤,如暴露于硫化炉、浸出、从模具上剥离制品等等,与那些常规浸渍胶乳制品的生产所采用的相同。

[0021] 将模具浸入到配方A和B中的顺序可以为多种多样的。在一个实施方案中,模具首先浸入到含有促进剂的配方A中,优选保持在24℃至30℃。第一浸渍阶段于模具上形成一含有促进剂混合物的配方A薄质包衣。在烘箱中干燥所述促进剂包衣。当模具浸入到含有硫化剂的配方B中,优选在该下一构中保持24℃至30℃的温度,此时,前述包衣在模具上保持一干膜的状态。当模具从第二构中出来时,于预先生成的促进剂包衣上形成一含有硫化剂组分的过包衣。进一步地,干燥所形成的包衣,并通过加热硫化。

[0022] 在另一个实施方案中,模具浸入配方A中形成的所述包衣不允许完全干燥,而且该模具浸入到配方B中形成另一层包衣,然后将所形成的两层包衣干燥并加热硫化。

[0023] 在又一个实施方案中,允许三次连续浸渍。创造一种由配方B制得的硫化复合膜置于由配方A制得的两促进剂复合膜之间所形成的夹层结构。模具首先浸入到含有促进剂组分的配方A中,以于模具上形成一配方A薄质包衣。在烘箱中干燥所述促进剂包衣。上述模具具有由配方A形成的胶乳干膜,再次浸入到配方B中以形成一薄薄的配方B过包衣,然后在烘箱中干燥。进一步地,前述模具,已经干燥了由配方A包衣和配方B包衣形成薄膜,再一次浸入到配方A中以形成一薄薄的配方A过包衣。此后,所有的包衣在烘箱中干燥并执行硫化。

[0024] 在进一步的实施方案中,三次连续浸渍被允许,通过改变由配方A和配方B形成的包衣的干燥方式。创造一种由配方B制得的硫化复合膜置于由配方A制得的两促进剂复合膜之间所形成的夹层结构。模具首先浸入到含有促进剂组分的配方A中,以于模具上形成一配方A薄质包衣。在烘箱中干燥所述促进剂包衣。上述模具具有由配方A形成的胶乳干膜,再次浸入到配方B中以形成一薄薄的配方B过包衣,不干燥由配方B形成的包衣就再次浸入到配方A中以形成一薄薄的配方A过包衣。此后,所有的包衣在烘箱中干燥并执行硫化。

[0025] 在本发明所公开的工艺中,没有明显的硫化发生直到两混合物(配方A和B)以膜的形式聚在一起。在混合物准备阶段或者是在装置的多个构中,不需要保持在15℃或更低的温度。因此,尽管合成聚异戊二烯的多个单体化合物对温度不敏感,但还是被认为保持在24℃至30℃温度比较好,类似于天然橡胶胶乳混合物。保持上述温度范围以控制物理性能,如粘度、包衣厚度等等。所公开的工艺保留了关键的反应物-硫化剂和促进剂,各自分开,当需要时才使它们接触在一起,因此,克服了快速硫化速率以及保持低温的缺陷。

[0026] 由上述公开的工艺所制造的产品,具有与用常规方法在低温下贮存的混合有硫化剂和促进剂的胶乳所制得的产品相似的物理性能。

[0027] 在使用天然橡胶胶乳制造浸渍胶乳制品的情况下,所述二元工艺显著提高了对浸渍时胶乳任意预硫化状态的控制程度。这意味着产品具有更多可再现属性和较少的批与批变异性。该工艺还可用于浸取较低的预硫化。这提高了膜集成而导致性能改进以及制品的可再现性改进。

[0028] 本发明所公开的二元工艺在制造各种各样的浸渍胶乳制品时是非常有用的,这些浸渍胶乳制品包括但不限于医用手套、避孕套、气球、男性外泌尿引流导管、外科手术管、避孕隔膜、手指套、导管球囊和护腕、子宫热去除气球、药物输入囊袋,组织提取袋、医用导管、婴儿奶瓶奶嘴、婴儿安抚奶嘴、麻醉呼吸袋、复苏袋、橡胶牙坝、以及健身带。本发明可以应

用到用于制造蘸产品的任何胶乳材料。本发明可以应用到用于制造浸渍制品的任意胶乳材料。

[0029] 由合成胶乳生产浸渍胶乳制品的一个关键优势是缺失能够导致I型过敏反应的天然胶乳蛋白。如果在同一装置中制造天然橡胶胶乳和合成橡胶胶乳制品,在转换胶乳时使用清洁措施是很有必要的,以防止合成胶乳制品与天然胶乳及其组成成分之间的交叉污染。所有设备应在制备分散体系及溶液前彻底清洗。确保清除掉所有天然胶乳和相关蛋白的残留物/痕迹。而且在整个生产过程中,负责合成胶乳装置的操作人员和技术人员均应穿戴丁腈橡胶手套。

[0030] 本发明在下面的具体实例中进一步解释,仅通过举例说明,而不应解释为限制本发明的保护范围。

[0031] 下面的例子说明了本发明的应用,用于自合成胶乳和天然胶乳制造避孕套。这些例子显示了薄膜包衣形成和干燥的不同类型、以及使用不同类型的胶乳,但都保留了二元工艺。

实施例:

[0032] 实施例1:使用合成聚异戊二烯胶乳

[0033] 步骤A:制备分散体系以及溶液

[0034] 配料以水分散体的形式加入到胶乳中。本领域公知的标准流程可用于制备这些分散体。溶液制备如下:

[0035] • 0.01%KHWS(商品名)溶液(氢氧化钾溶于水溶液中),

[0036] • 20%EMULGIN® B2溶液(表面活性剂-鲸蜡硬脂醇醚与20摩尔环氧乙烷),

[0037] • 10%油酸钾溶液,

[0038] • 15%ANILAN(商品名)溶液(表面活性剂-十二烷基苯磺酸盐),以及

[0039] • 5%的氢氧化钾溶液。

[0040] •

[0041] 同样地,分散体制备如下:

[0042] • 20%的含有ZDBC(二丁基二硫代氨基甲酸锌)的混合浆料,氧化锌(氧化锌)和阴离子分散剂,诸如DARVAN® SM0(硫酸化油酸甲酯的钠盐)/DARVAN® 1SD(浓缩磺化萘的钠盐),

[0043] • 50%的含有硫磺及DARVAN® 1SD/SM0的硫磺膏,和

[0044] • 40%STRUKTOL® LA229分散体(对甲酚和双环戊二烯的丁基化反应产物)。

[0045] 上述分散体的pH值调节至>11.5,必要时,通过加入10%的氢氧化钾溶液的方式。

[0046] 步骤B:合成胶乳的混合

[0047] 本实施例中使用合成聚异戊二烯胶乳。本发明的一个关键要素是制备两份分开的混合物,一份称为“配方A”,含有合成胶乳和促进剂混合物,其他的称为“配方B”,含有合成胶乳和硫化剂的混合物。

[0048] 这些化合物通常使用制剂量是根据下表1和表2给出的每百份橡胶含量数值(每一百份橡胶含量)计算出的。

[0049] 虽然在分开的配方A和B中,硫化剂和促进剂的用量似乎是在传统胶乳浸渍中正常使用量的两倍左右。但值得注意的是,在浸渍产品如避孕套的最终混合物中,硫化剂和促进剂的量是与在传统浸渍工艺中正常使用的量相一致。这是由于事实是配方A包含2倍促进剂但不含有硫磺,而配方B包含2倍硫磺但不含有促进剂。按照总组合物计,将成分加在一起时,平衡为1倍。

[0050] 在启动混合动作之前,在这个工艺中所使用的所有容器和设备均需确认是无污染和清洁的。

[0051] (1) 制备合成胶乳配方A

[0052] (a) 添加溶液到合成胶乳

[0053] 合成胶乳(科腾®IR401)所需要的量使用指定的泵传递到混合容器(称为“配方A”)。在传递过程中,胶乳通过40微米过滤器过滤。

[0054] 使用机械搅拌器以30到60转每分的转速搅拌胶乳。在整个工艺中,混合胶乳的温度保持在 $(27 \pm 3)^\circ\text{C}$,直到混合胶乳被转移到浸渍作业线。

[0055] 加到胶乳中的成分的数量列于表1。

[0056]	主要化学品	%TSC	每百份橡胶含量
	科腾® IR 401	65	100
	EMULGIN® B2	20	0.4
	油酸钾	10	0.33
	ANILAN NC 30	15	0.1
	氢氧化钾	5	0.1
	KHWS	0.01	无
	混合浆料	30.96	1.84
	0.01 KHWS 溶液	0.01	0.0004
	DARVAN® SMO / DARVAN ISD	100	0.019
	ZDBC	100	1.59
	氧化锌	100	0.231
	STRUKTOL® LA 229	40	1

[0057] 表1:配方A的溶液和分散体的量

[0058] 向胶乳中添加溶剂按照以下方式执行:

[0059] 20% EMULGIN®B2溶液所需量称入SS(不锈钢)容器。根据需要通过加入10%的氢氧化钾溶液来调节溶液pH在11.5至12.5的范围内。随后将EMULGIN®B2溶液以超过15

分钟的速度缓慢加入到科腾®IR-401胶乳中。然后用0.01%的KHWS溶液漂洗不锈钢容器后,加入到科腾IR-401胶乳中。然后允许胶乳混合15分钟。

[0060] 10%的油酸钾所需量称入不锈钢容器,并且以超过15分钟的速度缓慢加入到科腾IR-401胶乳中。用0.01%的KHWS溶液漂洗不锈钢容器后,加入到科腾IR-401胶乳中。然后允许胶乳持续混合45分钟。

[0061] 15%的ANILAN溶液所需量称入不锈钢容器,并且以超过15分钟的速度缓慢加入到科腾®IR-401胶乳中。用0.01%的KHWS溶液漂洗不锈钢容器后,加入到科腾®IR-401胶乳中。然后允许胶乳混合15分钟。

[0062] 5%的氢氧化钾溶液所需量称入不锈钢容器,并且以超过15分钟的速度缓慢加入到科腾®IR-401胶乳中。用0.01%的KHWS溶液漂洗不锈钢容器后,加入到科腾IR-401胶乳中。

[0063] 在加入这4种溶液后,在添加以下所示的分散体之前,使用机械搅拌器搅拌胶乳1小时。

[0064] (b) 向合成胶乳中添加分散体

[0065] 20%混合浆料所需量称入不锈钢容器。混合浆料充分混合并且均质后使用。根据需要通过加入10%的氢氧化钾溶液来调节浆料pH在11.5至12.5的范围内。随后将混合浆料溶液以超过15分钟的速度缓慢加入到科腾®IR-401胶乳中。然后用0.01%的KHWS溶液漂洗不锈钢容器后,加入到科腾®IR-401胶乳中。然后允许胶乳持续混合15分钟。

[0066] 40%STRUKTOL®LA229所需量称入不锈钢容器。STRUKTOL®LA229充分混合并且均质后使用。根据需要通过加入10%的氢氧化钾溶液来调节浆料pH在11.5至12.5的范围内。随后将浆料边搅拌边以超过15分钟的速度缓慢加入到科腾®IR-401胶乳中。然后关闭配料罐的盖子。混合胶乳持续24小时不断搅拌,随后保持下一个持续的24小时不搅拌。

[0067] 测定混合胶乳的性能,如总固体含量、总碱度、pH值以及粘度等等。

[0068] 然后将配方A转移至浸渍作业线。

[0069] (2) 制备合成胶乳配方B

[0070] (a) 添加溶液到合成胶乳

[0071] 合成胶乳(科腾®IR401)所需要的量使用指定的泵传递到混合容器(称为“配方B”)。在传递过程中,胶乳通过40微米过滤器过滤。

[0072] 使用机械搅拌器以30到60转每分的转速搅拌胶乳。在整个工艺中,混合胶乳的温度保持在 $(27 \pm 3)^\circ\text{C}$,直到混合胶乳被转移到浸渍作业线。

[0073] 加到胶乳中的成分的数量列于表2。

[0074]

主要化学品	%TSC	每百份橡胶含量
科腾® IR 401	65	100
EMULGIN®B2	20	0.4
油酸钾	10	0.33
ANILAN NC 30	15	0.1
氢氧化钾	5	0.1
KHWS	0.01	无
硫磺膏	68.07	1.64
硫磺膏 - 子成分:		
0.01 %KHWS 溶液	0.01	0.00008
DARVAN® SMO / DARVAN® 1SD	100	0.01
膨润土	100	0.01
硫磺	100	1.62
STRUKTOL® LA 229	40	1

[0075] 表2:配方B的溶液和分散体的量

[0076] 向胶乳中添加溶剂按照以下方式执行:

[0077] 20% EMULGIN®B2所需量称入不锈钢容器。根据需要通过加入10%的氢氧化钾溶液来调节溶液pH在11.5至12.5的范围内。随后将溶液以超过15分钟的速度缓慢加入到科腾® IR-401胶乳中。然后用0.01%的KHWS溶液漂洗不锈钢容器后,加入到科腾® IR-401中。然后允许胶乳持续混合15分钟。

[0078] 10%的油酸钾所需量称入不锈钢容器,并且以超过15分钟的速度缓慢加入到科腾® IR-401胶乳中。用0.01%的KHWS溶液漂洗不锈钢容器后,加入到科腾® IR-401胶乳中。然后允许胶乳持续混合45分钟。

[0079] 15%的ANILAN溶液所需量称入不锈钢容器,并且以超过15分钟的速度缓慢加入到科腾® IR-401胶乳中。用0.01%的KHWS溶液漂洗不锈钢容器后,加入到科腾® IR-401胶乳中。然后允许胶乳持续混合15分钟。

[0080] 5%的氢氧化钾溶液所需量称入不锈钢容器,并且以超过15分钟的速度缓慢加入到科腾® IR-401胶乳中。用0.01%的KHWS溶液漂洗不锈钢容器后,加入到科腾® IR-401胶乳中。

[0081] 在加入这4种溶液后,添加分散体之前,搅拌胶乳1小时。

[0082] (b) 添加分散体到合成胶乳

[0083] 50%硫磺膏分散体所需量称入不锈钢容器。硫磺膏分散体充分混合并且均质后使用。根据需要通过加入10%的氢氧化钾溶液来调节浆料pH在11.5至12.5的范围内。随后将

硫磺膏以超过15分钟的速度缓慢加入到科腾® IR-401胶乳中。然后用0.01%的KHWS溶液漂洗不锈钢容器后,加入到科腾® IR-401胶乳中。然后允许胶乳持续混合15分钟。

[0084] 40%的STRUKTOL® LA229所需量称入不锈钢容器,根据需要加入10%的氢氧化钾溶液来调节分散体pH在11.5至12.5的范围内。随后将分散体边搅拌边以超过15分钟的速度缓慢加入到科腾® IR-401胶乳中。然后关闭含有配方B的配料罐的盖子。所有的分散体加入后,混合胶乳持续24小时不断搅拌,随后保持下一个24小时不搅拌。

[0085] 测定混合胶乳的性能,如总固体含量、总碱度、pH值和粘度等等。

[0086] 然后将配方B转移至浸渍作业线。

[0087] 步骤C:避孕套浸渍工艺

[0088] 在浸渍开始前,检查浸渍槽、浸出槽、清洁刷、产品收集装置等的洁净度。

[0089] 使用3-6小时前将来自配料罐1的混合配方A与来自配料罐2的混合配方B分别转移到浸渍槽1和浸渍槽2,以使气泡从胶乳混合物中排出。

[0090] 在整个浸渍工艺中,浸渍容器及其相应的储备罐内的混合物的温度维持在(27±3)℃。这个温度调节是需要维持物理性能如粘度、总固体含量等,以及减少由于蒸发而损失水分,不是控制硫化/预硫化的关键。照此,重要的硫化/预硫化不在这个阶段发生。

[0091] 分别使用上述混合物进行浸渍,配方A在第一构中,配方B在第二构中。多个构被明显地彼此分开,以防止交叉污染。执行浸渍采用与使用传统浸渍工艺制备避孕套的在先已确定的方法相同的方式。涂覆在模具上的胶乳混合物薄膜通过设定电加热器的温度达到60℃至120℃的成膜温度的方式来干燥。促进剂组分(配方A)涂覆在含硫混合物(配方B)的过包衣上,在这个阶段开始硫化。第三次浸渍时将干燥后的薄膜浸入带有促进剂的混合浆料的1%浆液中,以防止表面粘性。湿浆中收集的避孕套进一步处理。

[0092] 然后将避孕套自模具上取下,采用与传统制造避孕套同样的方式进行洗涤和干燥处理,称为后处理。

[0093] 在典型后处理工艺中,每小时都要从模具上收集一次避孕套,在浆液中清洗,用空气加热的方式干燥。在此阶段,发生进一步的硫化赋予避孕套必要的强度。避孕套的强度可通过已建立的充气测试来测量,充气测试为向避孕套充入空气直到爆炸。空气膨胀的体积以及在爆破那个时刻达到的压力是膜/避孕套优良的指标以及与制造工艺一致性的指标。

[0094] 通过所公开的二元工艺制造避孕套获得的结果被发现是能够比得上那些通过在先创建的工艺制得的避孕套,其中,先创建的工艺中,胶乳混合物既包含促进剂又包含硫化剂,且冷却至15℃左右。

[0095] 实施例2:使用合成聚异戊二烯胶乳-不同的浸渍方法

[0096] 步骤A:制备分散体以及溶液和步骤B:合成胶乳的混合与实施例1相同。

[0097] 步骤C:避孕套浸渍工艺

[0098] 在本实施例中,分别使用上述混合物进行浸渍,配方A在第一构中,配方B在第二构中。多个构被明显地彼此分开,以防止交叉污染。执行浸渍采用与使用传统浸渍工艺制备避孕套的在先已确定的方法相同的方式。涂覆在模具上的胶乳混合物薄膜在形成下一层包衣之前不干燥。当第一包衣仍然处于接近湿润状态时,促进剂组分(配方A)包衣上得到一含硫混合物(配方B)的过包衣,在这个阶段开始硫化。以前这个工艺是浸渍1-干燥1,然后浸渍2和干燥2。但是,在此处,是浸渍1-浸渍2,然后干燥/硫化。

[0099] 本工艺的其余部分与实施例1相似。

[0100] 实施例3:使用合成胶乳-不同的浸渍法

[0101] 步骤A:制备分散体以及溶液和步骤B:合成胶乳的混合与实施例1相同。

[0102] 步骤C:避孕套浸渍工艺

[0103] 在本实施例中,分别使用上述混合物进行浸渍,一配方A在第一构中,一配方B在第二构中,又一配方A在第三构中。多个构被明显地彼此分开,以防止交叉污染。执行浸渍采用与使用传统浸渍工艺制备避孕套的在先已确定的方法相同的方式。涂覆在模具上的胶乳混合物薄膜通过设定电加热器的温度达到60℃至120℃的成膜温度的方式来干燥。促进剂组分(配方A)涂覆在含硫化合物(配方B)的过包衣上,在这个阶段开始硫化。干燥后的薄膜再次被配方A涂覆以建立一种中间为硫化合物的夹层结构。

[0104] 湿浆中收集的避孕套进一步处理。

[0105] 本工艺的其余部分类似于实施例1。

[0106] 实施例4:采用合成胶乳-不同的浸渍方法

[0107] 步骤A:制备分散体以及溶液和步骤B:合成胶乳的混合与实施例1相同。

[0108] 步骤C:避孕套浸渍工艺

[0109] 在本实施例中,分别使用上述混合物进行浸渍,一配方A在第一构中,一配方B在第二构中,又一配方A在第三构中。多个构被明显地彼此分开,以防止交叉污染。执行浸渍采用与使用传统浸渍工艺制备避孕套的在先已确定的方法相同的方式。

[0110] 改变在于在不干燥第二包衣的情况下,在第二包衣上生成第三包衣。那就是浸渍1-干燥1-浸渍2-浸渍3-干燥/硫化。优点是对不同层的厚度控制。

[0111] 湿浆中收集的避孕套进一步处理。

[0112] 本工艺的其余部分类似于实施例1。

[0113] 实施例5:采用天然橡胶胶乳

[0114] 在本实施例中,使用的天然橡胶胶乳-来源于巴西橡胶树,相对地,前面的实施例使用的是合成聚异戊二烯。

[0115] 配方A与B的概念与前文相同,不同之处在于加入的表面活性剂和其他成分的类型。

[0116] 步骤A:制备胶乳配方A

[0117] 天然橡胶胶乳所需要的量使用指定的泵传递到混合容器(称为“配方A”)。在传递过程中,胶乳通过40微米过滤器过滤。

[0118] 使用机械搅拌器以30到60转每分的转速搅拌胶乳。在整个工艺中,混合胶乳的温度保持在(27±3)℃,直到混合胶乳被转移到浸渍作业线。

[0119] 加到胶乳中的成分的数量列于表3。

[0120]

主要化学品	%TSC	每百份橡胶含量
天然橡胶胶乳	58	100
油酸钾	10	0.3
EMULGIN® B2	10	0.3
ANILAN NC 30	未使用	
乌尔太莫尔分散剂	10-30	0.05-0.6
氢氧化钾	5	0.1
KHWS	0.01	无
氨水		0.05-2
混合浆料	20.15	1.2-1.84
0.01 KHWS 溶液	未使用	无
DARVAN® SMO / DARVAN 1SD	未使用	
ZDBC	100	1.59
氧化锌	100	0.231
STRUKTOL® LA 229	40	无

[0121] 表3:配方A的溶液和分散体的量

[0122] 添加和搅拌的方法类似于前文实施例1中描述的合成聚异戊二烯的方法。

[0123] 步骤B:制备胶乳配方B

[0124] 天然橡胶胶乳所需要的量使用指定的泵传递到混合容器(称为“配方B”)。在传递过程中,胶乳通过40微米过滤器过滤。

[0125] 使用机械搅拌器以30到60转每分的转速搅拌胶乳。在整个工艺中,混合胶乳的温度保持在 $(27 \pm 3)^\circ\text{C}$,直到混合胶乳被转移到浸渍作业线。

[0126] 加到胶乳中的成分的数量列于表4。

[0127]

主要化学品	%TSC	每百份橡胶含量
天然橡胶胶乳	58	100
油酸钾	10	0.3
EMULGIN®B2	10	0.3
ANILAN NC 30	未使用	
氢氧化钾	5	0.1
KHWS	0.01	无
氨水		0.05-2
硫磺膏	68.07	1.64
硫磺膏 - 子成分:		
0.01 %KHWS 溶液	0.01	无
DARVAN® SMO / DARVAN® 1SD	100	无
膨润土	100	0-0.01
硫磺	100	1-1.8
乌尔太莫尔分散剂	100	0.05-1.8
抗氧化剂	100	0-1.5
STRUKTOL® LA 229	40	无

[0128] 表4: 配方B的溶液和分散体的量

[0129] 添加和搅拌的方法类似于前文实施例1中描述的合成聚异戊二烯的方法。

[0130] 两配方A和B是用于浸渍。

[0131] 本浸渍工艺的其余部分类似于实施例1-4中的描述。

[0132] 使用所公开的二元法制备的避孕套应在室温贮存4周以进一步熟化。在此期间, 由于胶乳膜的持续硫化而导致物理性能进一步提高。避孕套熟化后, 可以对诸如针孔等的缺陷进行电子测试, 以及隔离和处理发现的任何次品。那些被发现是没有制造缺陷的产品可以按照客户的要求用铝箔包装来包装。

[0133] 通过对采用二元工艺和常规工艺所制备的避孕套进行了对比试验, 发现两种类型的避孕套都具有相似的膨胀指数、爆破体积和爆破压力。

[0134] 术语汇编和定义。

[0135] 成品的物理性能由硫磺在聚异戊二烯链或胶乳的内部或之间所形成的交联量的多少来确定的。对于胶乳来说, 这一过程被称为“硫化”。术语“预硫化”用来指的是使用胶乳

制备液体混合物的阶段发生的硫化。术语“硫化”一般用在文档中“硫化”的位置。