

doi:10.3969/j.issn.1001-3539.2021.03.010

网带炉烧结工艺对 PTFE 基三层复合材料摩擦学性能的影响

杨兆方,郑合静,丁晓龙,章然,马少波

(合肥波林新材料股份有限公司,合肥 230088)

摘要:通过湿法压轧复合工艺制备了聚四氟乙烯 (PTFE) 基三层复合材料,采用网带炉对复合材料试样进行了烧结,对试样分别进行了油循环和干摩擦两种端面摩擦磨损试验,研究了网带炉不同烧结温度和烧结频率对 PTFE 基三层复合材料摩擦学性能的影响,对试样承载能力、摩擦系数、磨痕深度及磨痕形貌进行了表征。结果表明,随着烧结温度和烧结频率在一定范围内增加,试样的承载能力、减摩性和耐磨性都先增加后减小,试样露铜及剥落程度则先减小后增大。当烧结温度为 365℃,烧结频率为 25 Hz 时,PTFE 基三层复合材料的综合摩擦学性能最佳。

关键词:网带炉;烧结温度;烧结频率;聚四氟乙烯;摩擦磨损性能

中图分类号:TQ327 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-3539(2021)03-0053-05

Effect of Sintering Process in Mesh Belt Furnace on Tribological Properties of PTFE Based Three-layer Composites

Yang Zhaofang, Zheng Hejing, Ding Xiaolong, Zhang Ran, Ma Shaobo

(Hefei Bolin Advanced Materials Co., Ltd., Hefei 230088, China)

Abstract : PTFE based three-layer composite samples were prepared by wet rolling process, the composite samples were sintered in a mesh belt furnace. Two kinds of end face friction and wear tests were carried out on the samples, including oil circulation test and dry friction test. The effects of different sintering temperature and frequency on the tribological properties of PTFE based three-layer composites were studied. The bearing capacity, friction coefficient, wear scar depth and wear scar morphology of the samples were characterized. The results show that with the increase of sintering temperature and sintering frequency in a certain range, the bearing capacity, friction reduction and wear resistance of the samples first increase and then decrease, while the copper exposure and spalling degree of the sample first decrease and then increase. When the sintering temperature is 365℃ and the sintering frequency is 25 Hz, the comprehensive tribological properties of PTFE based three-layer composites are the best.

Keywords : mesh belt furnace ; sintering temperature ; sintering frequency ; PTFE ; friction and wear property

聚四氟乙烯 (PTFE) 具有优异的耐腐蚀性、自润滑性、耐热性以及极低的摩擦系数等优点,广泛应用于化工防腐材料、机械摩擦材料和电工行业绝缘材料等,是具有丰富应用前景的特种工程塑料^[1-4]。由于其优异的自润滑性,人们深入研究了以 PTFE 为基础的复合材料,使其在摩擦学领域得到了广泛发展和应用^[5-10]。目前,PTFE 基三层复合材料生产设备多采用传统的箱式炉,箱式炉为通保护气氛的密闭烧结设备,关闭炉门后等待升温、烧结和冷却需要花费大量时间,且其炉膛空间有限,因而采用箱式炉烧结效率低下。为了提高生产效率,企业开始逐步采用更能适应流水线的网带炉。网带炉具有控温精

度高、气氛均匀性好以及成本低的优点^[11]。网带炉结构如图 1 所示,主要由加热炉体、传动机构、温度及频率控制箱组成。网带炉进出料口较小且处于常开状态,通过保护气氛填充避免烧结氧化。上一工序结束后样品经进料口进入炉体烧结,通过耐热钢网带传送至出料口后立刻进入下一工序,极大地节

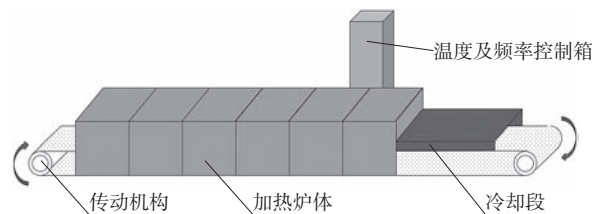


图 1 气氛保护网带式电阻炉

通信作者:杨兆方,硕士,主要进行自润滑复合材料的研发 E-mail: yangzf2009@163.com

收稿日期:2020-12-24

引用格式:杨兆方,郑合静,丁晓龙,等.网带炉烧结工艺对 PTFE 基三层复合材料摩擦学性能的影响[J].工程塑料应用,2021,49(3):53-57.

Yang Zhaofang, Zheng Hejing, Ding Xiaolong, et al. Effect of sintering process in mesh belt furnace on tribological properties of PTFE based three-layer composites[J]. Engineering Plastics Application, 2021, 49(3): 53-57.

约了等待时间。

目前有关网带炉介绍的论述较多,但研究利用网带炉烧结复合材料的文献较少。笔者采用气氛保护网带式电阻炉,通过改变烧结工艺参数获得不同烧结温度和烧结频率(即传动机构运行频率,用于控制试样在炉内的时间)下的PTFE基三层复合材料试样,通过摩擦学性能的对比,确定合适的烧结工艺参数,希求提高生产效率以及经济效益。

1 实验部分

1.1 主要原材料

PTFE乳液:FR303A,固体含量58%~62%,上海华谊三爱富新材料股份有限公司;

二硫化钼(MoS_2)粉:325目(约45 μm),天津高科新材料科技有限公司;

芳纶粉:目数 ≥ 300 目(约48 μm),深圳市特力新材料科技有限公司;

无水乙醇:分析纯,西安天茂化工有限公司;

球粉板:9006型,球形铜粉粒度140目(约109 μm)~160目(约96 μm),合肥波林新材料股份有限公司。

1.2 主要仪器与设备

分析天平:JY102型,精度0.01 g,上海浦春计量仪器有限公司;

立辊轧机:SP-50-17型,合肥鼎聚精密制造有限责任公司;

网带炉:RSH-60-6型,长兴嘉诚炉业有限公司;

端面摩擦磨损试验机:HDM-20型,合肥工业大学;

表面轮廓仪:SP2201S型,陕西威尔机电科技有限公司;

立式金相显微镜:XJL-02A型,国营江南仪器厂。

1.3 PTFE基三层复合材料试样制备

PTFE基三层复合材料组织结构如图2所示,以钢板为下层,中间层为在钢板上烧结的球形铜粉(钢板与其上烧结的球形铜粉共同组成球粉板),最

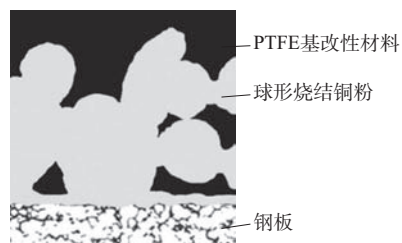


图2 PTFE基三层复合材料组织结构

上层为PTFE基改性材料(含 MoS_2 和芳纶)。

用分析天平称取定量的固体原料(MoS_2 和芳纶)并充分混合后,倒入称量的PTFE乳液中并持续搅拌,待固液混合体均匀后加入无水乙醇破乳得到PTFE复合泥料。将泥料搅拌打碎后均匀撒在球粉板上,通过调整好间隙的立辊轧机,轧制出合适厚度的三层复合材料板材。

1.4 烧结工艺

PTFE熔融温度为320~345 $^{\circ}\text{C}$,但在该温度区间下,PTFE熔体流动性极差,颗粒间无法有效渗透融合,所以一般实际烧结温度要更高^[12-14]。为了达到良好的烧结效果,需要确定合适的网带炉烧结温度及烧结频率。图3是网带炉在20 Hz时全区设定值均为380 $^{\circ}\text{C}$ 时的温度分布图,可以看到,实际的内部温度分布与箱式炉差异很大,并非是在设定温度附近上下略微波动的直线,而是类似于箱式炉烧结的分段逐步升温曲线^[8]。由于网带炉进出口均为开口设计,临近进出口附近的温度较低,至网带炉中间部位时温度才逐渐上升,处于设定温度的区域要比全区小。烧结温度及烧结频率的选择需要综合考量这方面的影响。

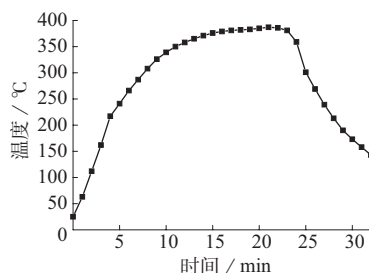


图3 网带炉在20 Hz时运行时间下的温度分布图

烧结工艺确定:经过前期的试验,取网带炉烧结频率为25 Hz,选择烧结温度分别为360,365,370,375 $^{\circ}\text{C}$;取烧结温度为365 $^{\circ}\text{C}$,改变网带炉烧结频率分别为15,20,25,30 Hz。

1.5 测试与表征

试样摩擦磨损试验分别采用油循环和干摩擦的方式进行。油循环摩擦试验用于评判不同烧结条件下试样在接近实际工况条件下的摩擦系数和最大承载能力,干摩擦试验用于评判不同烧结条件下试样的磨损量以及相应的摩擦系数。

油循环摩擦试验:试样制成38 mm $\times$ 38 mm的正方形下试样,对磨件采用内径22 mm、外径30 mm、材质为Cr12的环形上试样;试验采用逐级加载的方式进行,加载方案如图4所示,线速度

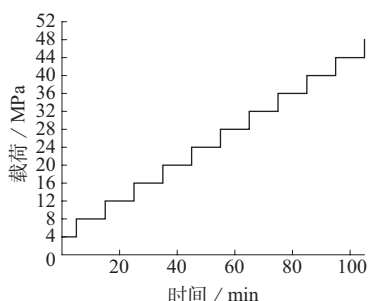


图4 油循环摩擦试验方案

2.5 m/s,停机条件为摩擦力矩达到 $5 \text{ N} \cdot \text{m}$ 或下试样温度达到 200°C 。

干摩擦试验:采用定速定载方式进行试验,条件为线速度 0.4 m/s ,载荷 12 MPa ,持续 60 min 。

摩擦系数由端面摩擦磨损试验机程序自动获得。

磨损量大小用磨痕深度表示,将干摩擦试验结束后的试样放在轮廓仪上,选取试样的四边分别测量,结果取平均值。试验前需用带有丙酮的棉球将试样表面清理干净。

磨痕形貌观察:取干摩擦试验结束后的试样在金相显微镜上对磨痕形貌进行观察。试验前需用带有丙酮的棉球将试样表面清理干净。

2 结果及讨论

2.1 烧结温度对试样摩擦磨损性能的影响

图5是试样在网带炉中以不同温度烧结后进行端面油循环逐级加载摩擦试验的摩擦系数曲线图。

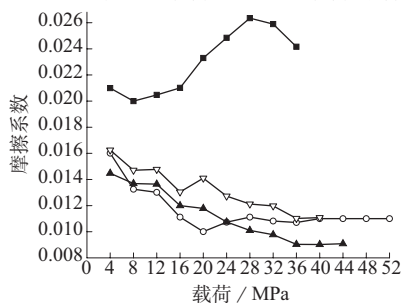


图5 油循环条件下不同温度烧结试样摩擦系数随载荷变化曲线

由图5看出,在 $365\sim 375^\circ\text{C}$ 的烧结温度区间内,试样的摩擦系数随载荷的增大而逐渐降低,一般来说,PTFE基复合材料具有这样的特性^[15-16],但烧结温度为 360°C 时试样的摩擦系数出现了先减小后增大的趋势,摩擦系数波动很大,这可能与烧结温度过低,试样“欠烧”有关^[16]。随着烧结温度的升高, $365, 370, 375^\circ\text{C}$ 烧结的三个试样摩擦系数均较 360°C 小,其中,烧结温度为 375°C 时试样摩擦系数最大,且承载能力最低,试样可能“过烧”导致性能

下降^[17]。 370°C 时试样摩擦系数随载荷增大而降低,但承载能力稍弱。只有 365°C 烧结的试样具有相对较低的摩擦系数和最高的承载能力, 365°C 烧结试样在低载荷下显示出较低的摩擦系数,但在载荷逐渐增大后又有所回升,然后趋于平稳,最终结束载荷达到 52 MPa 。

图6是干摩擦条件下不同温度烧结试样的磨痕深度和摩擦系数曲线。由图6可以看到,磨痕最深的是 360°C 烧结试样,最浅的是 365°C 烧结试样, 370°C 和 375°C 烧结试样的磨痕深度依次增加。此外,干摩擦条件下的摩擦系数在不同烧结温度下的变化情况与磨痕深度保持一致。在端面定时定载试验条件下,摩擦系数越高,摩擦时会产生更高的热量,一般树脂材料在高温下的耐磨性也会随之减弱,表现出更大的磨损量。

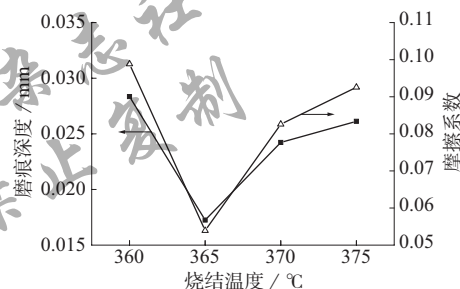


图6 干摩擦条件下试样磨痕深度及摩擦系数随烧结温度变化趋势

图7是干摩擦条件下不同温度烧结试样的磨痕表面形貌。从图7a可以看到,烧结温度为 360°C 时磨痕表面主要有些许铜粉裸露,存在少量表层材料剥落的情况,此外相较于其它烧结温度,图7a中磨痕表面还存在着贯通的犁沟痕迹,可能是试样“欠

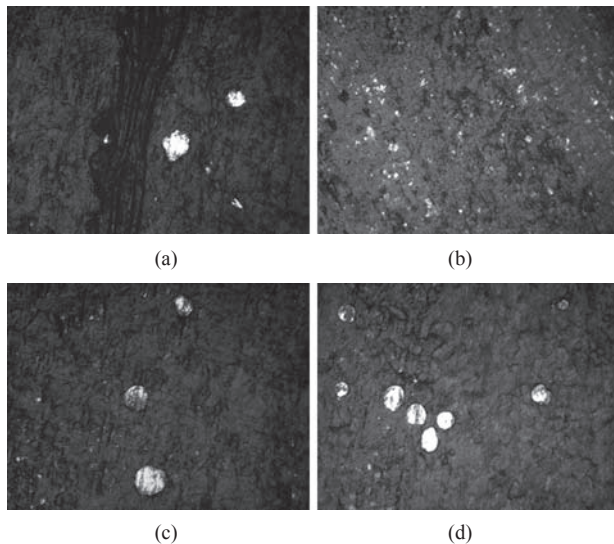


图7 干摩擦条件下不同温度烧结试样磨痕表面形貌

烧”导致摩擦系数较高,该试样在进行定速定载干摩擦试验时产生的热量很大,使 PTFE 基体软化,被剥落的颗粒或对磨件的硬质凸峰刮伤形成犁沟。从图 7b~图 7d 可以看到,烧结温度为 365℃ 时磨痕表面有少量剥落现象,铜粉裸露较少;烧结温度继续升高到 370℃,此时磨痕表面露铜增多,当烧结温度升到 375℃ 时,磨损量继续加大,更多铜粉裸露,磨损较大。

2.2 烧结频率对试样摩擦磨损性能的影响

图 8 是试样在网带炉中以不同频率烧结后进行端面油循环逐级加载摩擦试验的摩擦系数曲线图。由图 8 可以看出,烧结频率为 30 Hz 时试样具有最高的摩擦系数,同时承载能力也较低。从图 3 网带炉内部温度分布图中可以推测,烧结频率为 30 Hz 时,试样在最适温度 365℃ 下时间太短,因而未能充分烧熟,从而出现与 2.1 节中 360℃ 烧结试样相似的摩擦系数。当烧结频率为 15 Hz 时,试样具有最低的摩擦系数,但承载能力不够。烧结频率为 20~25 Hz 比较合适,该工艺下的试样摩擦系数较低,且具有一定的承载能力。其中,频率为 20 Hz 时,试样总体摩擦系数较低,逐级变化幅度较为稳定。频率为 25 Hz 时,试样在 20 MPa 前摩擦系数一直随载荷增加而降低,然后略有上升并趋于稳定,该频率下试样总体摩擦系数比低频率时高,但其拥有最高的承载能力。

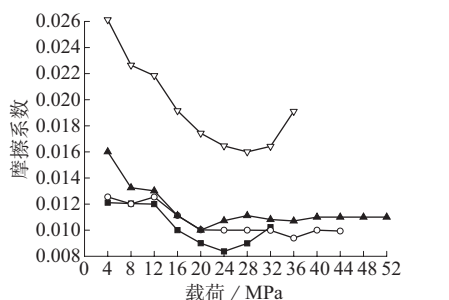


图 8 油循环条件下不同频率烧结试样摩擦系数随载荷变化曲线

图 9 是干摩擦条件下不同频率烧结试样的磨痕深度和摩擦系数曲线。由图 9 可以看到,烧结频率为 30 Hz 时试样磨痕最深,磨痕深度几乎是 2.1 节 360℃ 烧结试样的 2 倍。磨痕最浅的是 25 Hz 烧结试样,之后随着烧结频率的降低,试样的磨痕有所加深,但低于 30 Hz 烧结的试样。干摩擦条件下不同烧结频率对应的摩擦系数规律也和磨痕深度保持一致。

图 10 是干摩擦条件下不同频率烧结试样的

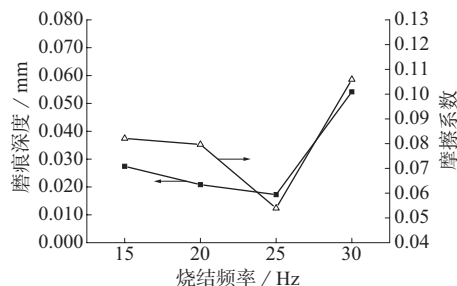


图 9 干摩擦条件下试样磨痕深度及摩擦系数随烧结频率变化趋势

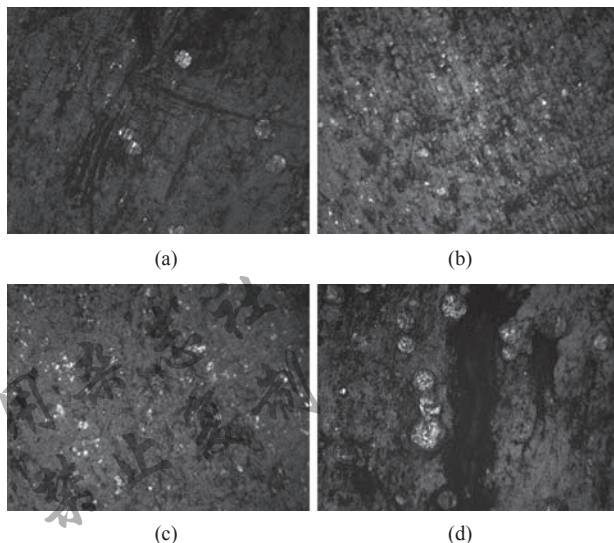


图 10 干摩擦条件下不同频率烧结试样磨痕表面形貌

磨痕表面形貌。从图 10a 可以看到,烧结频率为 15 Hz 时磨痕表面主要有明显的微犁沟,存在些许铜粉裸露、少量表层材料剥落的情况。随着频率升高,情况有所改善,裸露的铜粉数有所减少,烧结频率到达 20 Hz 时,已基本无裸露的大颗粒铜粉,主要存在一些剥落现象。烧结频率为 25 Hz 时,试样剥落进一步减少,试样具有良好的耐磨性。而当烧结频率到达 30 Hz 时,大颗粒铜粉裸露增加,而且犁沟非常明显,与 2.1 节 360℃ 烧结试样相比,铜粉裸露明显增多,因而具有最高的磨损量。

3 结论

(1) 油循环条件下,随着网带炉烧结温度和烧结频率的增加,PTFE 基三层复合材料试样的承载能力和减摩性先增加后减小。

(2) 干摩擦条件下,随着网带炉烧结温度和烧结频率的增加,PTFE 基三层复合材料试样的耐磨性先增加后减小,试样露铜及剥落程度则先减小后增大。

(3) 当烧结温度为 365℃,烧结频率为 25 Hz 时,PTFE 基三层复合材料的综合摩擦学性能最佳。

参考文献

- [1] 周红成,郭永信,卞达,等. 六方氮化硼改性聚四氟乙烯/聚酰胺酰亚胺复合涂层摩擦磨损性能的研究[J]. 塑料工业,2020,48(9):154-158.
Zhou Hongcheng, Guo Yongxin, Bian Da, et al. Friction and wear characteristics of h-BN modified PTFE/PAI composite coating[J]. China Plastics Industry, 2020, 48(9):154-158.
- [2] 孙丹,金石磊. 聚四氟乙烯改性聚酮摩擦磨损性能的研究[J]. 上海塑料,2020(3):46-51.
Sun Dan, Jin Shilei. The study on friction and wear properties of polyketone modified by polytetrafluoroethylene[J]. Shanghai Plastics, 2020(3):46-51.
- [3] Lee J Y, Lim D P, Lim D S. Tribological behavior of PTFE nanocomposite films reinforced with carbon nanoparticles[J]. Composites Part B:Engineering, 2007, 38(7-8):810-816.
- [4] Friedrich K. Friction and wear of polymer composites[M]. Amsterdam:Elsevier, 1986.
- [5] 刘勇,蒋斌,郝明凤,等. 滑动轴承聚合物基自润滑材料的开发与应用进展[J]. 工程塑料应用,2010,38(1):80-84.
Liu Yong, Jiang Bin, Hao Mingfeng, et al. Progress in development and application of polymer based self-lubricating materials in sliding bearings[J]. Engineering Plastics Application, 2010, 38(1):80-84.
- [6] 裴高林,李红波,苏正涛. 不同固体润滑填料对聚四氟乙烯性能的影响[J]. 工程塑料应用,2020,48(6):122-127.
Pei Gaolin, Li Hongbo, Su Zhengtao. Effect of solid lubricant fillers on the performance of PTFE[J]. Engineering Plastics Application, 2020, 48(6):122-127.
- [7] Qu S, Lo K H, Wang S S. Effect of transfer films on friction of PTFE / PEEK composite[J]. Journal of Tribology, 2020, 143(4). DOI:10.1115/1.4048273.
- [8] 栗小茜,葛正浩. 无机材料填充改性 PTFE 复合材料研究进展[J]. 中国塑料,2020,34(1):92-101.
Li Xiaoqian, Ge Zhenghao. A review on PTFE composites filled with inorganic materials[J]. China Plastics, 2020, 34(1):92-101.
- [9] Yuan Qi, Jun Gong, Cao Wenhan, et al. Tribological behaviours of PTFE composites filled with PEEK and nano-ZrO₂ based on pin-on-flat reciprocating friction model[J]. Journal of Wuhan University of Technology:Materials Science, 2020, 35(1):87-98.
- [10] Yang Mingming, Zhang Zhaozhu, Yuan Junya, et al. Enhanced mechanical and tribological properties of Kevlar / PTFE-phenolic composites by improving interfacial properties by aramid nanofibers[J]. Polymer Composites, 2020, 41(10):4 192-4 201.
- [11] 林凤英. 网带炉热处理技术进展及其现场校准[J]. 中国新技术新产品,2016,4(8):89-90.
Lin Fengying. Progress of heat treatment technology of mesh belt furnace and its field calibration[J]. New Technology & New Products of China, 2016, 4(8):89-90.
- [12] 徐闻婷,杭思羽,李亚宁,等. PTFE 含量和烧结温度对 Al / PTFE 复合粒子形貌与燃烧性能的影响[J]. 含能材料,2020,28(11):1 061-1 067.
Xu Wenting, Hang Siyu, Li Yaning, et al. Effects of PTFE content and sintering temperature on the morphology and combustion performances of Al / PTFE composites[J]. Chinese Journal of Energetic Materials, 2020, 28(11):1 061-1 067.
- [13] 黄丽. 高分子材料[M]. 北京:化学工业出版社,2010.
Huang Li. Polymer materials[M]. BeiJing:Chemical Industry Press, 2010.
- [14] 叶素娟,郭云龙,李国一等. 烧结工艺对 PTFE 烧结程度影响[J]. 工程塑料应用,2020,48(9):61-66.
Ye Sujuan, Guo Yunlong, Li Guoyi, et al. Effects of sintering process on sintering degree of PTFE[J]. Engineering Plastics Application, 2020, 48(9):61-66.
- [15] 温丹丹. 环保型三层复合材料及其摩擦磨损性能研究[D]. 合肥:合肥工业大学,2010.
Wen Dandan. Design and tribological properties of the environment-friendly three-layer composites[D]. Hefei:Hefei University of Technology, 2010.
- [16] 许振兴. 不同填料在聚合物摩擦转移中的作用[D]. 合肥:合肥工业大学,2012.
Xu Zhenxing. Performances of different fillers in polymer composites during frictional transfer[D]. Hefei:Hefei University of Technology, 2012.
- [17] 焦明华,温丹丹,田明,等. 塑化烧结对无铅 PTFE 3 层复合材料减摩耐磨性能影响[J]. 轴承,2010(9):28-31.
Jiao Minghua, Wen Dandan, Tian Ming, et al. Effect of sintering process on tribological properties of lead-free PTFE three-layer composites[J]. Bearing, 2010(9):28-31.