

doi:10.3969/j.issn.1001-3539.2020.09.011

烧结工艺对 PTFE 烧结程度影响

叶素娟, 郭云龙, 李国一, 袁佳宇, 黄兴

(广州机械科学研究院有限公司, 国家橡塑密封工程技术研究中心, 广州 510700)

摘要: 采用差示扫描量热 (DSC) 法, 研究烧结过程中不同烧结温度、保温时间和升温速率对聚四氟乙烯 (PTFE) 坯料烧结程度的影响。DSC 分析表明, 烧结温度过低, 坯料表面区域的熔融曲线上出现低温和高温双重熔融峰且结晶度较高, 此时坯料烧结程度不足。烧结温度过高或者保温时间过长, 坯料表面区域的数均分子量显著降低, 此时坯料过度烧结。升温速率过高, 在熔融曲线上出现高温熔融峰且结晶度较高, 此时坯料内部区域烧结程度不足。烧结程度的过低或过高, 均会导致坯料结晶度和数均分子量的异常变化, 造成坯料拉伸性能下降。当烧结温度为 370℃、保温时间为 20~140 min、升温速率为 50~100℃/h 时, 坯料的结晶度和数均分子量降低率保持在较低水平, 此时坯料烧结程度较理想。

关键词: 差示扫描量热法; 聚四氟乙烯; 烧结程度; 结晶度; 分子量

中图分类号: TQ325.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3539(2020)09-0061-06

Effects of Sintering Process on Sintering Degree of PTFE

Ye Sujuan, Guo Yunlong, Li Guoyi, Yuan Jiayu, Huang Xing

(Guangzhou Mechanical Engineering Research Institute Co., Ltd., National Engineering Research Center of Rubber and Plastic Sealing, Guangzhou 510700, China)

Abstract : By means of differential scanning calorimetry (DSC), the effects of different sintering temperature, holding time and heating rate on the sintering degree of the polytetrafluoroethylene (PTFE) billets were studied. DSC analysis show that when the sintering temperature is too low, the melting curve of the surface area of the billet shows a double melting peak at low temperature and high temperature, and the crystallinity is high at the same time, so it can be considered that the degree of sintering of the billet is insufficient. When sintering temperature is too high or holding time is too long, the number average molecular weight of the surface area of the billet is significantly reduced, because the billet is over-sintered. If the heating rate is too high, the melting peak appears at a high temperature on the melting curve and the crystallinity is high, the degree of sintering inside the billet can be considered insufficient. Abnormal changes in the crystallinity and number average molecular weight of the billet will appear with too low or too high degree of sintering, resulting in a decrease in the tensile properties of the billet. When the sintering temperature is 370℃, the holding time is 20–140 minutes, and the heating rate is 50–100℃/h, the crystallinity and number average molecular weight reduction rate are kept at a low level. It can be considered that the sintering degree of the billet is ideal.

Keywords : differential scanning calorimetry ; polytetrafluoroethylene ; sintering degree ; crystallinity ; molecular weight

聚四氟乙烯 (PTFE) 是一种应用极为广泛的工程塑料, 具有优异的耐介质、低摩擦系数、使用温度范围宽等优良特性^[1], 在密封润滑等领域发挥着重要作用^[2-4]。由于 PTFE 熔融温度和熔体黏度高, 不易加工, 所以常见的一种加工手段是通过类似金属粉末冶金的冷压烧结方式进行加工^[5]。在实际生产

过程中, 烧结是 PTFE 成型加工的一个重要环节, 烧结温度、保温时间、升温 / 冷却速率等工艺条件直接影响坯料的烧结程度, 进而影响制品的最终性能。

李国一等^[6]研究了 PTFE 烧结过程中冷却速率对填充 PTFE 结晶度和性能的影响, 发现骤冷可以降低 PTFE 复合材料的结晶度和硬度, 提高拉伸强

基金项目: 国家重点研发计划项目 (2018YFB200065-04), 中国机械工业集团项目 (SINOMAST-ZDZX-2018-05)

通讯作者: 叶素娟, 工学博士, 主要从事橡塑密封复合材料研发工作 E-mail : yesujuan100@163.com

收稿日期: 2020-06-16

引用格式: 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.

度。V. F. Sciuti 等^[7]研究了 PTFE 原料和冷压成型所得坯料在烧结前后以及不同烧结时间下材料表面微观形貌的差别。Wang Haifu 等^[8]研究了不同烧结工艺和冷却条件对 PTFE 复合材料力学性能的影响。但是,对于生产中常见的坯料烧结程度过低或者过高的情况,这些研究并没有给出有效的评价依据。因此,实现对 PTFE 坯料烧结程度相关指标的有效监控,对于批量生产中最终制品的质量控制至关重要。

笔者使用差示扫描量热 (DSC) 法,研究不同烧结工艺条件下,坯料的熔融和结晶曲线,利用结晶度和分子量降低率两个参数,作为衡量 PTFE 烧结程度的依据,研究烧结温度、保温时间和升温速率对坯料烧结程度的影响。

1 实验部分

1.1 主要原材料

PTFE: CGM-16(F), 平均粒径 25 μm , 中昊晨光化工研究院有限公司。

1.2 主要设备及仪器

液压机: PCH-25-PCD 型, 磐石油压工业(安徽)有限公司;

烧结炉: HMP 型, 宁波志圣烘箱有限公司;

车床: CA8240 型, 济南二机床集团有限公司;

万能材料试验机: BTC-ExOPTIC 型, 德国 Zwick/Roell 公司;

DSC 仪: 204F1 型, 德国 Netzsch 公司;

X 射线衍射 (XRD) 仪: DMAX 2200VPC 型, 日本 Rigaku 公司。

1.3 试样制备

在温度 $\leq 21^\circ\text{C}$ 、湿度 $\leq 65\%$ 的环境下, 称取 PTFE 原料。在 40 MPa 压力下, 用 $\varnothing 29\text{ mm}$ 的模具冷压成型, 压制高度为 35 mm, 双向保压 4 min, 所得坯料静置 1 h 后置于烧结炉进行烧结, 程序为从室温以 $100^\circ\text{C}/\text{h}$ 的升温速率升温至 370°C , 保温 20 min 后随炉冷却至室温。在上述工艺条件的基础上, 仅改变其中一个条件, 保持其它工艺条件不变, 研究不同烧结工艺对 PTFE 坯料烧结程度的影响, 烧结温度分别为 $350, 370, 390, 410^\circ\text{C}$, 保温时间分别为 20, 80, 140, 200, 380 min, 升温速率分别为 50, 100, 150, $200^\circ\text{C}/\text{h}$ 。

用于拉伸测试的试样, 在 40 MPa 压力下, 用 $\varnothing 50\text{ mm} \times 35\text{ mm}$ 的模具冷压成型, 压制高度为 20 mm。然后按照与上述坯料相同的工艺进行烧

结, 烧结后的坯料经车削加工制成所需的试样尺寸。

1.4 性能测试与表征

(1) DSC 分析。

在氮气气氛中以 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率从室温升到 390°C , 保温 5 min 后, 以 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率从 390°C 降温至 30°C , 分别得到 PTFE 的熔融和结晶曲线。PTFE 的结晶度根据式 (1) 计算得到:

$$X_c = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_{f0}} \times 100\% \quad (1)$$

式中: X_c ——材料的结晶度, %;

ΔH_f ——材料的熔融热焓, J/g;

ΔH_{f0} ——100% 结晶的 PTFE 熔融热焓, J/g, PTFE 的 ΔH_{f0} 为 80 J/g ^[6]。

PTFE 的数均分子量根据式 (2) 计算得到^[9]:

$$M_n = 2.1 \times 10^{10} \times \left(\frac{\Delta H_c}{4.184} \right)^{-5.16} \quad (2)$$

式中: M_n ——材料的数均分子量;

ΔH_c ——材料的结晶热焓, J/g。

(2) 拉伸性能测试。

拉伸性能按 GB/T 1040-2018 测试, 试样厚度为 2 mm, 拉伸速率为 $50\text{ mm}/\text{min}$ 。

(3) XRD 分析。

X 射线源为 $\text{Cu K}\alpha$ 射线, 波长为 1.5406 nm , 扫描范围为 $10^\circ \sim 70^\circ$, 扫描速率为 $10^\circ/\text{min}$ 。

2 结果与讨论

2.1 烧结温度对 PTFE 烧结程度的影响

PTFE 坯料在烧结温度 $350, 370, 390, 410^\circ\text{C}$ 下所制得样品表面区域的 DSC 熔融曲线和结晶曲线如图 1 所示, 相应的分析结果列于表 1。

由图 1a 和表 1 可知, PTFE 原料的熔融温度为 343.8°C , 结晶度为 77.56%, 远高于烧结后坯料的熔融温度和结晶度, 这之前文献[10]报道的相一致。原因是烧结前后两者的结晶形态不同, 前者是在聚合反应过程中形成的, PTFE 分子链呈伸展链带状结构, 因此结晶度很高; 后者是在熔融重结晶过程中形成的, PTFE 分子链重新排列形成片晶, 导致结晶度大幅度下降。随着 PTFE 从原料经熔融重结晶形成坯料, 其结晶度随之下降, 导致熔融温度随之降低^[11]。

当烧结温度为 350°C 时, 在熔融曲线上同时出现高温熔融峰和低温熔融峰, 高温熔融峰和 PTFE 原料的熔融峰相对应, 表明由于烧结温度过低, 部分坯料未充分烧结, 同时坯料保持较高的结晶度。随

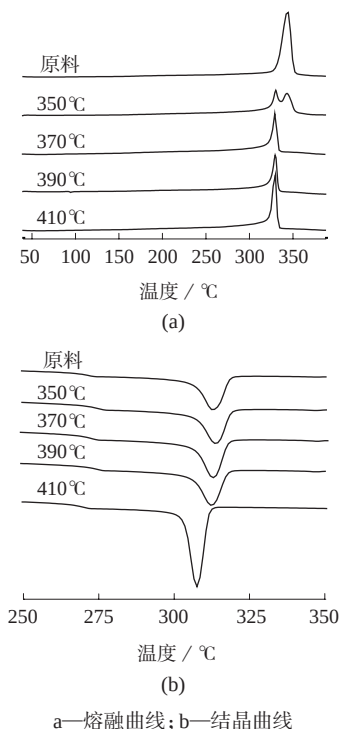


图1 不同烧结温度下坯料表面区域的 DSC 熔融曲线和结晶曲线

表1 不同烧结温度下坯料表面区域 DSC 分析结果

样品	烧结温度 / °C	T_m / °C	ΔH_f / (J·g ⁻¹)	X_c / %	T_c / °C	ΔH_c / (J·g ⁻¹)	M_n	M_n 降低率 / %
原料		343.8	62.05	77.56	312.8	23.24	3.02×10^6	
坯料	350	330.2, 343.1	37.13	46.41	313.9	23.93	2.59×10^6	14.01
	370	330.1	27.9	34.88	313.6	24.06	2.52×10^6	16.38
	390	330.3	28.08	35.10	312.2	25.62	1.82×10^6	39.53
	410	329.4	35	43.75	307.6	33.66	4.46×10^5	85.21

注: T_m 为坯料的熔融温度, T_c 为坯料的结晶温度, M_n 降低率以 PTFE 原料的数均分子量为基准计算得到。

随着烧结温度的上升,烧结程度提高,PTFE 坯料的高温熔融峰消失,结晶度明显下降,但继续升高烧结温度,坯料表面区域的结晶度却有增大的趋势。烧结温度为 370℃ 时,表面结晶度为 34.88%,烧结温度上升至 410℃ 时,表面结晶度为 43.75%。这是因为随着烧结温度的提高,坯料表面区域过度烧结,PTFE 分子链的分解加剧,分子量下降,分子内和分子间的相互纠缠影响就越小,分子链的活动性越强,结晶能力增强,导致结晶度反而有所上升^[12-13]。

由图 1b 和表 1 可知,随着烧结温度的提高,结晶峰的面积有增大的趋势,结晶峰的面积增大意味着 PTFE 分子量降低,文献 [14-15] 指出,在温度仅为 230℃ 时,PTFE 以极低的速率发生分解反应,分子量随之下降,随着温度的升高,PTFE 的热分解作用更为明显。烧结温度为 410℃ 时,与 PTFE 原料相比,坯料表面的分子量降低率高达 85.21%,表明

此时由于烧结温度过高而导致过度烧结。

为了进一步证明 350℃ 烧结温度下,坯料的 DSC 熔融曲线出现双重熔融峰是由于烧结程度过低导致的两种结晶形态同时存在,分别对 PTFE 原料、烧结温度为 350℃ 和 370℃ 的 PTFE 坯料进行 XRD 测试,结果如图 2 所示。

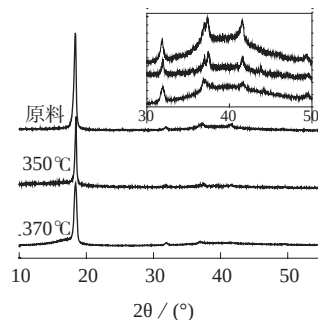


图2 PTFE 原料、烧结温度为 350℃ 和 370℃ 坯料的 XRD 谱图

由图 2 可以看出,PTFE 原料的主衍射峰的面积远高于烧结后的坯料,表明烧结后坯料的结晶度明显下降,这与 DSC 曲线的分析结果一致。在 2θ 为 31.8°, 36.9°, 37.3°, 41.5°, 49.4° 处出现较弱的衍射峰,其分别对应 (110), (200), (107), (108) 和 (210) 晶面衍射峰。烧结温度 370℃ 下所制得坯料在 37.3° 的衍射峰相较于原料几乎完全消失,表明 PTFE 在烧结前后的结晶形态发生改变,而 350℃ 烧结温度下所制得坯料在该位置依然存在衍射峰,但是衍射峰的强度相对有所下降,表明 350℃ 烧结温度下,由于烧结程度过低导致烧结完成后坯料中依然存在部分和 PTFE 原料粉相同的结晶形态^[16]。

上述分析表明,随着烧结温度的提高,坯料经历了由“欠烧”(即烧结程度过低)到“过烧”(即烧结程度过高)的变化,不同烧结温度下坯料的拉伸性能如图 3 所示。

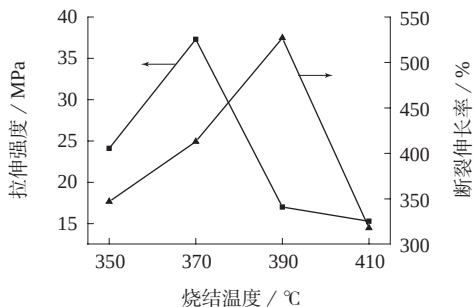


图3 不同烧结温度下坯料的拉伸性能

分析表明,烧结温度为 350℃ 时, DSC 熔融曲线出现双重熔融峰,且坯料的结晶度较高,表明 PTFE 坯料烧结程度过低。由图 3 可知,烧结温度为 350℃ 时,坯料的拉伸强度为 24.1 MPa,断裂伸长率为

347%,拉伸性能处于较低水平。随着烧结温度升高,坯料的拉伸性能改善,烧结温度为 370℃时,坯料表面的结晶度和数均分子量降低率均处于较低水平,拉伸性能提高,拉伸强度为 37.3 MPa,断裂伸长率为 413%。过高的烧结温度导致 PTFE 分解,出现“过烧”现象,拉伸性能显著降低,这与坯料 DSC 曲线所反映的数均分子量和结晶度变化规律一致。分析表明,在 PTFE 烧结工艺中,烧结温度为 370℃时,PTFE 坯料的烧结程度较理想,综合拉伸性能较佳。

2.2 保温时间对 PTFE 烧结程度的影响

在保温时间 20,80,140,200,380 min 下 PTFE 坯料表面区域的 DSC 结晶曲线如图 4 所示,相应的分析结果列于表 2。

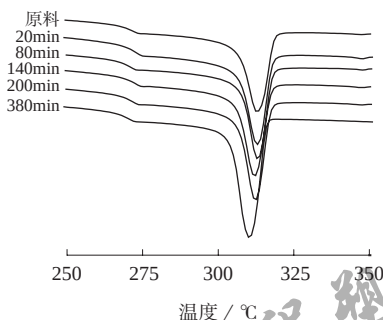


图 4 不同保温时间下坯料表面区域的 DSC 结晶曲线

表 2 不同保温时间下坯料表面区域的 DSC 分析结果

样品	保温时间 / min	$T_c / ^\circ\text{C}$	$\Delta H_f / (\text{J} \cdot \text{g}^{-1})$	M_n	M_n 降低率 / %
原料		312.8	23.24	3.02×10^6	—
	20	313.6	24.06	2.52×10^6	16.38
	80	313.1	24.87	2.13×10^6	29.51
坯料	140	312.0	24.6	2.25×10^6	25.43
	200	312.4	26.1	1.66×10^6	45.06
	380	310.4	31.35	6.44×10^5	78.66

由图 4 和表 2 可知,随着保温时间的增加,坯料的结晶热焓总体呈增大趋势,适当延长保温时间可以提高烧结程度^[17],可以发现,随着保温时间的延长,PTFE 坯料表面区域的数均分子量出现明显下降,保温 20 min 时,数均分子量的降低率为 16.38%,而保温时间延长至 380 min 时,数均分子量的下降率高达 78.66%。表明随着保温时间的延长,同样会出现过度烧结的现象,PTFE 坯料表面区域的分子链因热老化导致断裂分解,从而引起分子量的降低。分子量低的 PTFE 分子链越短,其空间排列和取向越简单,因此分子链从熔融时的无序排列状态转变为结晶时的有序排列状态的能力越好,导致结晶热焓增大。同时,随着保温时间的增加,PTFE 的结晶温度呈现下降的趋势,在保温 380 min 后,坯料的结晶温度下降至 310.4℃,和原料相比下

降 2.4℃。这是因为保温时间过长导致过度烧结,PTFE 分子量下降,结晶过程中晶粒尺寸降低,所以结晶温度向低温处移动。

不同保温时间下坯料的拉伸性能如图 5 所示。

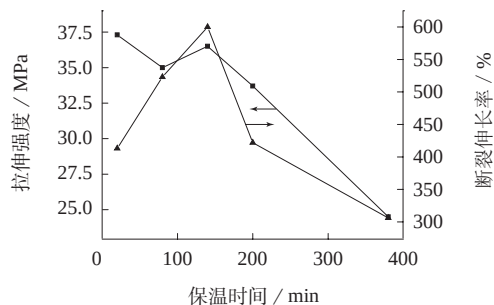


图 5 不同保温时间下坯料的拉伸性能

由图 5 可知,在一定范围内,保温时间的延长可以提高烧结程度,进而提高坯料的拉伸性能。保温 140 min 时,坯料表面的数均分子量降低率仍处于较低水平,其拉伸性能较优,此时,拉伸强度为 36.5 MPa,断裂伸长率为 600%。继续延长保温时间则会出现过度烧结,PTFE 分解加剧,导致坯料的拉伸强度和断裂伸长率均有所降低;保温时间延长至 380 min 时,拉伸强度为 24.5 MPa,断裂伸长率为 306%,拉伸性能显著降低,这和坯料的 DSC 结晶曲线所反映出的分子量随着保温时间的延长而降低的趋势相一致。分析表明,在 PTFE 烧结工艺中,保温时间为 20~140 min 时,PTFE 坯料的烧结程度较理想,综合拉伸性能较优。

2.3 升温速率对 PTFE 烧结程度的影响

在升温速率 50,100,150,200℃/h 下,PTFE 坯料中心区域的 DSC 熔融曲线如图 6 所示,相应的分析结果列于表 3。

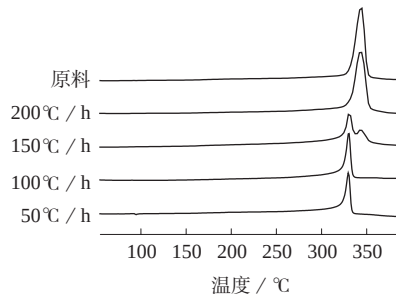


图 6 不同升温速率下坯料中心区域的 DSC 熔融曲线

表 3 不同升温速率下坯料中心区域的 DSC 分析结果

样品	升温速率 / (°C · h ⁻¹)	$T_m / ^\circ\text{C}$	$\Delta H_f / (\text{J} \cdot \text{g}^{-1})$	$X_c / \%$
原料		343.8	62.05	77.56
坯料	50	329.8	26.3	32.87
	100	330.1	27.9	34.88
	150	330.8, 343.5	34.15	42.69
	200	343.3	58.79	73.48

由图 6 和表 3 可知,在烧结过程中,当升温速率过快时,坯料中心区域会出现烧结程度不足的情况,升温速率为 $200^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 时,坯料中心区域的熔融峰和原料熔融峰位置相近,且保持较高的结晶度,为 73.48%,但相较于原料有一定的下降。这是因为坯料中心区域的分子链随温度的升高由冻结状态变为开始运动的状态,但是依然保持 PTFE 原料在制备过程中形成的结晶形态。升温速率为 $150^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 时,由于升温速率降低,坯料中心区域的烧结程度有所好转,但依然不足,在 DSC 熔融曲线上表现为出现双重熔融峰,高温熔融峰和 PTFE 原料熔融峰相对应,表明该部分未充分烧结。继续放缓升温速率,以 $100^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 和 $50^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 的升温速率对 PTFE 坯料进行烧结, DSC 熔融曲线上仅出现低温熔融峰,且结晶度进一步下降,表明坯料已经烧结完全,仅存在一种结晶形态。

为了进一步研究过高的升温速率下,坯料不同厚度区域的烧结程度,对升温速率 $200^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 下烧结的坯料,在烧结结束后分别从坯料中心到表面沿径向取样,依次为距表面约 7 mm 处的 a 区域即中心区域、约 3.5 mm 处的 b 区域和 0 mm 处的 c 区域即表面区域,如图 7 所示, PTFE 坯料在不同厚度区域中取样的 DSC 熔融曲线如图 8 所示,相应的分析结果列于表 4。

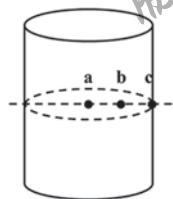


图 7 坯料不同区域取样示意图

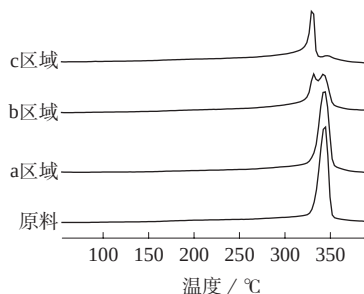


图 8 坯料不同区域的 DSC 熔融曲线

表 4 坯料不同区域的 DSC 分析结果

样品	坯料区域	$T_m / ^{\circ}\text{C}$	$\Delta H_f / (\text{J} \cdot \text{g}^{-1})$	$X_c / \%$
原料		343.8	62.05	77.56
坯料	a 区域	343.3	58.79	73.48
	b 区域	331.0, 342.5	41.97	52.46
	c 区域	330.4	29.36	36.70

由图 8 和表 4 可知,坯料不同厚度区域的 DSC 熔融曲线有类似的变化规律,由于 PTFE 的导热系数低,不同厚度区域中材料吸收的热量不一致,坯料中心区域由于烧结程度低,所以仅出现与原料接近的高温熔融峰,表现为与 PTFE 原料相同的结晶形态。表面区域烧结完全,结晶形态改变,所以仅出现低温熔融峰。在介于两者中间的区域,由于熔融重结晶程度并不完善,所以同时出现低温熔融峰和高温熔融峰。由此可以表明,坯料沿径向方向自内向外,结晶度逐渐降低,坯料的烧结程度逐渐提高。

不同升温速率下坯料的拉伸性能如图 9 所示。

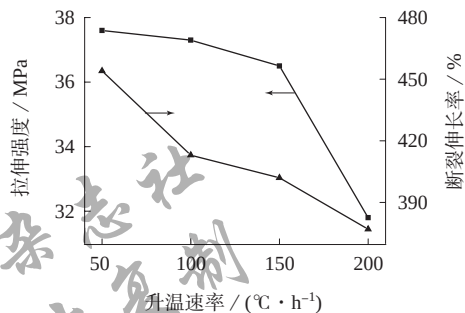


图 9 不同升温速率对坯料拉伸性能的影响

由图 9 可知,在升温速率 $50^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 下,烧结程度最为理想,坯料的拉伸性能最好,此时拉伸强度为 37.6 MPa,断裂伸长率为 454%。随着升温速率的提高,坯料的拉伸强度和断裂伸长率均有一定程度的下降,升温速率提高至 $200^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 时,坯料的拉伸强度下降至 31.8 MPa,断裂伸长率下降至 377%。结合上述对坯料不同区域的 DSC 分析结果可知,由于 PTFE 传热性能差,在过高的升温速率下,坯料各部分烧结程度不一致,烧结过程中膨胀不均,导致拉伸性能下降。分析表明,在 PTFE 烧结工艺中,升温速率为 $50 \sim 100^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 时, PTFE 坯料的烧结程度较理想,综合拉伸性能较优。

3 结论

PTFE 坯料的 DSC 分析表明,不同的烧结工艺对坯料的烧结程度有较大的影响。烧结温度过低,坯料表面区域的熔融曲线出现低温和高温双重熔融峰且结晶度较高,此时坯料烧结程度不足。坯料烧结温度过高或者保温时间过长,坯料表面区域的结晶热焓增大,数均分子量显著降低,此时坯料出现过度烧结。升温速率过高,在熔融曲线上出现高温熔融峰且结晶度较高,此时坯料内部的烧结程度不足。同时,升温速率过高时坯料各区域烧结程度有显著差别,从坯料中心到表面区域沿径向方向,结晶度逐

渐降低,烧结程度逐渐提高。

烧结程度对于 PTFE 材料性能具有较大影响,烧结程度过低或过高,均会导致坯料结晶度和数均分子量的异常变化,造成坯料拉伸性能的下降。DSC 分析表明,较理想的 PTFE 烧结工艺参数为:烧结温度 370℃,保温时间 20~140 min,升温速率 50~100℃/h。此时,材料的结晶度和数均分子量降低率均保持在较低水平,坯料烧结程度较理想,不会出现“欠烧”或“过烧”现象。

参考文献

- [1] 钱知勉,包永忠.氟塑料加工与应用[M].北京:化学工业出版社,2010.
Qian Zhimian, Bao Yongzhong. Fluorine plastics processing and application[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2010.
- [2] Ye Sujuan, Yu Quan, Li Kunquan, et al. The tribological and sealing properties of PFA composites[J]. International Journal of Polymer Science, 2018, 2018, doi:10.1155/2018/2302407.
- [3] 叶素娟,禹权,李国一,等.密封用 PTFE 复合材料的压缩蠕变性能[J].工程塑料应用,2019,47(2):88-92.
Ye Sujuan, Yu Quan, Li Guoyi, et al. Research on compressive creep properties of PTFE composites used for sealing[J]. Engineering Plastics Application, 2019, 47(2):88-92.
- [4] 李红波,赖亮庆,黄艳华,等.聚酰亚胺填充聚四氟乙烯密封材料的性能[J].工程塑料应用,2019,47(11):30-35.
Li Hongbo, Lai Liangqing, Huang Yanhua, et al. Performance of PI filled PTFE sealing materials[J]. Engineering Plastics Application, 2019, 47(11):30-35.
- [5] 柏栋予,白红伟,傅强.高分子材料烧结成型研究进展[J].高分子通报,2017(10):13-22.
Bai Dongyu, Bai Hongwei, Fu Qiang. Research progress of polymer material sintering[J]. Polymer Bulletin, 2017(10):13-22.
- [6] 李国一,涂刚,赵开贤,等.冷却工艺对填充聚四氟乙烯结晶度和性能的影响[J].润滑与密封,2017,42(2):111-115,123.
Li Guoyi, Tu Gang, Zhao Kaixian, et al. Effect of cooling process on degree of crystallinity and properties of filled polytetrafluoroethylene composites[J]. Lubrication Engineering, 2017, 42(2):111-115, 123.
- [7] Sciuti V F, Melo C, Canto L B, et al. Influence of surface crystalline structures on DSC analysis of PTFE[J]. Materials Research, 2017, doi:10.1590/1980-5373-mr-2017-0326.
- [8] Wang Haifu, Geng Baoqun, Guo Huanguo, et al. The effect of sintering and cooling process on geometry distortion and mechanical properties transition of PTFE / Al reactive materials[J]. Defence Technology, 2020, 16(3):720-730.
- [9] Takeshi Suwa, Masaaki Takehisa, Sueo Machi. Melting and crystallization behavior of poly(tetrafluoroethylene). New method for molecular weight measurement of poly(tetrafluoroethylene) using a differential scanning calorimeter[J]. Journal of Applied Polymer Science, 1973, 17(11):3 253-3 257.
- [10] Canto R B, Schmitt N, De Carvalho J, et al. Experimental identification of the deformation mechanisms during sintering of cold compacted polytetrafluoroethylene powders[J]. Polymer Engineering & Science, 2011, 51(11):2 220-2 235.
- [11] Radusch H J. Analysis of reversible melting in polytetrafluoroethylene[J]. Journal of Thermal Analysis & Calorimetry, 2005, 79(3): 615-621.
- [12] do Vale J L, da Silva C H, da Silva Cruz C M G. Assessment of tribological behavior and physicochemical properties alterations of polytetrafluoroethylene imposed by wear test[J]. Industrial Lubrication and Tribology, 2017, 69(4):550-558.
- [13] Sciuti V F, Melo C C, Canto L B, et al. Influence of surface crystalline structures on DSC analysis of PTFE[J]. Materials Research, 2017, 20(5):1 350-1 359.
- [14] Zattini G, Mazzocchetti L. Investigating the degradation phenomena of teflon exposed to acidic environment[J]. Key Engineering Materials, 2017, 754:7-10.
- [15] 崔毓仁,钟朝位,袁颖. PTFE / SiO₂ 复合材料的 DSC 分析及其结晶行为研究[J].材料开发与应用,2013(6):29-33.
Cui Yuren, Zhong Chaowei, Yuan Ying. DSC analysis and crystallization behavior of the PTFE / SiO₂ composites[J]. Development and Application of Materials, 2013(6):29-33.
- [16] Song Fuzhi, Wang Qihua, Wang Tingmei. The effects of crystallinity on the mechanical properties and the limiting PV (pressure × velocity) value of PTFE[J]. Tribology International, 2016, 93:1-10.
- [17] 蒋中原,王峰,朱海霖,等.热处理工艺对 PTFE 微孔带蠕变性能的影响研究[J].浙江理工大学学报:自然科学版,2018, 39(3):273-277.
Jiang Zhongyuan, Wang Feng, Zhu Hailin, et al. Study on influence of heat treatment on creep behavior of PTFE microporous zone[J]. Journal of Zhejiang Sci-Tech University: Natural Sciences Edition, 2018, 39(3):273-277.

(上接第 60 页)

Technology & Material, 2019(9):21-24.

- [13] 樊志国,王冰,章坚.有机硅光扩散剂的制备及表征[J].有机硅材料,2015,29(5):389-391.
Fan Zhiguo, Wang Bing, Zhang Jian. Preparation and characteristics of silicone light scattering agent[J]. Silicon Materials, 2015, 29(5):389-391.
- [14] 沈超,高跃生,聂鑫,等.有机硅微球粒径对 PC 光扩散板性能的影响[J].塑料工业,2018,46(6):120-123.

影响[J].塑料工业,2018,46(6):120-123.

- Shen Chao, Gao Yuesheng, Nie Chu, et al. The Effect of organic silicon microspheres on the properties of PC light diffusion slab[J]. China Plastics Industry, 2018, v.46 ; No.373(6):120-123.
- [15] Lamnatou C, Moreno A, Chemisana D, et al. Ethylene tetrafluoroethylene (ETFE) material: Critical issues and applications with emphasis on buildings[J]. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 2018, 82:2 186-2 201.