

基于 DOE 的 PTFE 基复合材料 涂布工艺优化研究

杜钟思, 李攀

(中国电子科技集团公司第四十六研究所, 天津 300220)

摘要: 聚四氟乙烯 (PTFE) 基复合材料因其优异的耐化学性、低摩擦系数和良好的热稳定性, 在涂层领域具有广泛应用。然而, 涂布工艺参数的优化对涂层的厚度均匀性、拉伸强度和弹性模量至关重要。本研究采用实验设计 (DOE) 方法, 系统考察了涂布速度、固化温度和 PTFE 含量对涂性能的影响。通过建立数学模型, 优化工艺参数组合。实验结果表明, 最优工艺参数可显著提高涂层的厚度均匀性和力学性能, 优化后, 厚度均匀性 (极差) 可以达到 $0.050 \text{ mm} \pm 0.003 \text{ mm}$, 拉伸强度达到 9.0 MPa 以上、弹性模量达到 2800 MPa 以上, 为 PTFE 基复合材料的工业化应用提供理论依据。

关键词: PTFE; 复合材料; 涂布工艺; 实验设计 (DOE); 拉伸强度; 弹性模量

中图分类号: TQ325.4

文献标识码: B

文章编号: 1009-797X(2025)07-0032-06

DOI: 10.13520/j.cnki.rpte.2025.07.007

0 引言

聚四氟乙烯 (PTFE) 是一种具有优异化学稳定性、低摩擦系数和良好耐热性的高分子材料, 广泛应用于不粘涂层、防腐涂层和摩擦材料等领域。然而, 纯 PTFE 涂层的机械强度较低, 且与基材的附着力较差, 限制了其在某些高负荷工况下的应用^[1]。为了改善 PTFE 涂层的性能, 通常通过添加增强相 (如碳纤维、石墨、 SiO_2 等) 形成复合材料, 以提高其机械性能和耐磨性^[2-6]。涂布工艺是制作涂层材料的主要方法之一, 其工艺参数是影响 PTFE 基复合材料性能的关键因素^[7]。厚度均匀性直接影响涂层的防护性能 (如防腐、耐磨) 和界面结合强度, 不均匀涂层可能导致局部应力集中, 加速失效^[8]。拉伸强度决定涂层在机械载荷下的抗断裂能力, 高拉伸强度可提升复合材料在动态工况中的耐久性^[9]。弹性模量反映涂层的刚性, 高模量适用于需抗形变的场景 (如密封材料), 但需与基材模量匹配以避免界面剥离。涂布速度、固化温度和 PTFE 含量等参数均会影响涂层的厚度均匀性、拉伸强度和弹性模量。传统的单因素实验法难以全面考察多因素的交互作用, 而实验设计 (DOE) 方法能够高效地分析多变量对涂层性能的影响, 并优化工艺参数。本研究旨在通过 DOE 方法, 结合响应优化器的仿真, 系统研究 PTFE 基复合材料涂布工艺的关键参数,

建立数学模型, 优化工艺条件, 以提高涂层的厚度均匀性、拉伸强度和弹性模量。研究结果可为 PTFE 基复合材料的工业化涂布工艺提供理论指导和技术支持。

1 实验部分

1.1 材料与设备

1.1.1 实验材料

(1) 基材: 不锈钢卷材 (宽度 500 mm , 厚度 $100 \mu\text{m}$), 表面经丙酮清洗去除油污。

(2) 涂层材料: PTFE 乳液 (固含量 60% , 浙江巨化)、纳米 SiO_2 (平均粒径 30 nm , 用作增强相)、分散剂 (非离子型表面活性剂, 提高浆料稳定性)。

1.1.2 实验设备

(1) 涂布机 (可调速度范围 $0.1 \sim 5 \text{ m/min}$)。

(2) 高温烘箱 (最高温度 $400 \text{ }^\circ\text{C}$, 控温精度 $\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$)。

(3) 扫描电子显微镜 (SEM, 日本日立公司, 型号 SU8010)。

1.2 实验设计

1.2.1 实验因素与水平

采用统计分析软件设计三因素 DOE 实验, 各因

作者简介: 杜钟思 (1998-), 女, 助理工程师, 本科, 主要从事 PTFE 材料加工工艺工作。

素的水平设计如下：

- (1) 涂布速度 (A) : 0.2、0.9、1.6 m/min。
- (2) 固化温度 (B) : 340、370、400 °C。
- (3) PTFE 含量 (C) : 20%、30%、40%。

1.2.2 响应变量

(1) 厚度均匀性:非接触式动态测量仪(蓝丝莱),用于评价厚度均匀性(极差),扫描速度 50 mm/s,测试精度 $\pm 0.5 \mu\text{m}$ 。

(2) 拉伸强度和弹性模量:万能拉力机(文腾试验),测试方法 ASTM D638(塑料)。

1.3 涂布工艺与性能测试

1.3.1 涂布工艺步骤

(1) 浆料制备:将 PTFE 乳液、纳米 SiO_2 和分散剂按比例混合,超声分散 30 min。

(2) 涂布过程:使用辊式涂布机,控制涂布厚度 $0.050 \pm 0.002 \mu\text{m}$ 。

(3) 固化:在设定温度下固化 60 min,升温速率 $2.5 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 。

1.3.2 性能测试方法

(1) 厚度均匀性测试:测厚仪沿涂布方向扫描,扫描速度 50 mm/s。

(2) 拉伸强度测试:采用万能拉力机在卷材的头、中、尾各取一个样品,测试后取均值。

(3) 弹性模量测试:采用万能拉力机在卷材的头、中、尾各取一个样品,测试后取均值。

(4) 微观形貌分析:采用 SEM 观察涂层表面和截面形貌。

2 结果与讨论

2.1 拟合均值分析

2.1.1 涂层厚度影响分析

(1) 涂布速度对涂层厚度的影响(图 1):涂布速度对涂层厚度和均匀性有显著影响,涂布速度增加,涂层厚度均值下降。速度过低($< 0.2 \text{ m/min}$)时,涂层过厚($> 65 \mu\text{m}$),过厚涂层在固化时收缩不均,内部易形成微裂纹或剥离如图 2(a)、(b);柔韧性降低,厚涂层脆性增加,弯曲或拉伸时易断裂;当速度过高($> 1.6 \text{ m/min}$)时,涂层不均匀,局部出现漏涂现象,严重影响产品的性能、可靠性和外观;最佳速度为 0.9 m/min ,此时涂层厚度为 $0.05 \mu\text{m}$,表面光滑如图 2(d)。

(2) 固化温度对涂层厚度的影响:固化温度对于

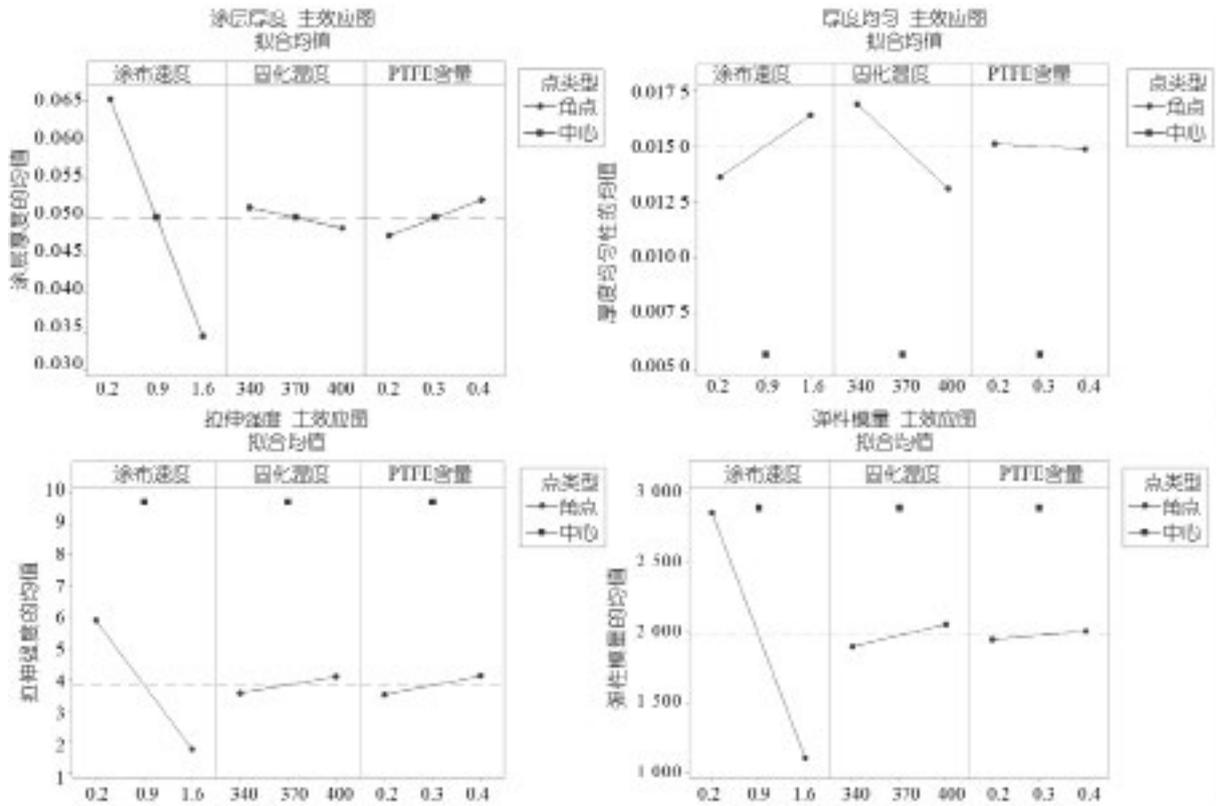


图 1 不同条件下的拟合均值结果

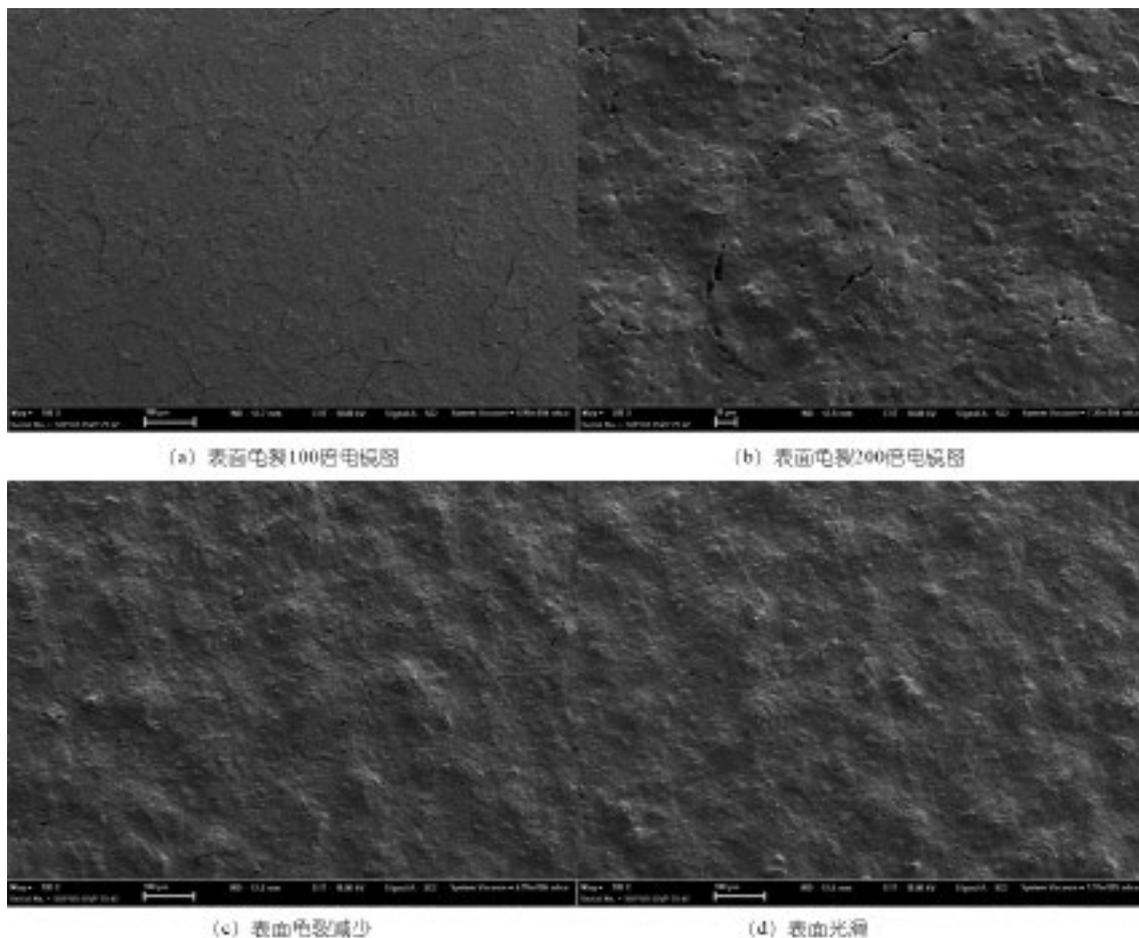


图2 涂层表面电镜结果

涂层厚度影响较轻, 固化温度增加, 涂层厚度均值下降。固化温度过低 ($<340\text{ }^{\circ}\text{C}$) 时, 涂层较厚 ($>51\text{ }\mu\text{m}$), 易导致溶剂挥发慢; 固化温度过高 ($>400\text{ }^{\circ}\text{C}$) 时, 快速固化导致加剧收缩; 最佳固化温度为 $370\text{ }^{\circ}\text{C}$, 此时涂层厚度为 $0.05\text{ }\mu\text{m}$, 表面光滑。

(3) PTFE 含量对涂层厚度的影响: PTFE 含量与涂层厚度成反比关系, PTFE 含量上升, 涂层厚度均值增加。PTFE 含量过低 ($<20\%$) 时, 涂层过薄 ($<47\text{ }\mu\text{m}$); PTFE 含量过高 ($>40\%$) 时, 涂层过厚 ($>52\text{ }\mu\text{m}$); 最佳 PTFE 含量为 30% , 此时涂层厚度为 $0.05\text{ }\mu\text{m}$, 表面光滑。

2.1.2 厚度均匀性影响分析

(1) 涂布速度对厚度均匀性的影响: 速度过低 ($<0.2\text{ m/min}$) 时, 厚度均匀性 $\leq 0.016\text{ mm}$, 可能导致涂层保护功能不均匀, 局部区域防护性能不足; 速度过高 ($>1.6\text{ m/min}$) 时, 涂层不均匀, 厚度均匀性过高 ($\geq 0.016\text{ mm}$), 单位面积涂层材料用量上升,

直接导致原料成本提高, 厚度不均易导致固化不均匀; 最佳涂布速度为 0.9 m/min 。

(2) 固化温度直接影响 PTFE 的熔融和烧结程度: 温度低于 $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, PTFE 未完全熔融, 厚度均匀性差 ($\geq 0.016\text{ mm}$); 温度高于 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, 纳米 SiO_2 可能发生团聚, 导致涂层脆性增加, 拉伸强度降低、弹性模量降低; 最佳固化温度为 $360\sim 380\text{ }^{\circ}\text{C}$, 此时 PTFE 充分熔融, 涂层厚度均匀, 表面无空洞, 拉伸强度和弹性模量均提高。

(3) PTFE 含量对厚度均匀性的影响: PTFE 含量对于涂层厚度均匀性均值影响较轻, 含量在 $20\%\sim 40\%$ 之间厚度均匀性均值基本持平。

2.1.3 拉伸强度影响因素分析

(1) 涂布速度对拉伸强度的影响: 涂布速度对拉伸强度有较大影响, 随着涂布速度加快, 拉伸强度变低。当涂布速度过高 ($>1.6\text{ m/min}$) 时, 拉伸强度低于 1.5 MPa , 在承受外力时容易发生断裂或形变。

(2) 固化温度对拉伸强度的影响：固化温度对于拉伸强度影响较小，固化温度越高，拉伸强度越高。

(3) PTFE 含量对拉伸强度的影响：PTFE 含量对于拉伸强度影响较小，PTFE 含量越高，拉伸强度越高。最佳 PTFE 含量为 30%~35%，此时拉伸强度均值约为 3.9~4.2 MPa。

2.1.4 弹性模量影响因素分析

(1) 涂布速度对弹性模量的影响：涂布速度对弹性模量有较大影响，随着涂布速度加快，弹性模量变低。当涂布速度过高 (>1.6 m/min) 时，弹性模量低于 1 000 MPa，材料易发生弹性形变。最佳涂布速度为 0.9 m/min，此时弹性模量约为 2 000 MPa。

(2) 固化温度对弹性模量的影响：固化温度对于拉伸强度影响较小，固化温度越高，弹性模量越高。

(3) PTFE 含量对弹性模量的影响：PTFE 含量对于拉伸强度影响较小，PTFE 含量越高，弹性模量越高。最佳 PTFE 含量为 35%~40%，此时拉伸强度和弹性模量均较高。

2.2 交互作用分析

2.2.1 涂层厚度交互作用分析

(1) 涂布速度与固化温度交互作用明显 (如图 3)。高固化温度 + 高涂布速度易导致涂层厚度均值下降，可能出现漏涂现象。

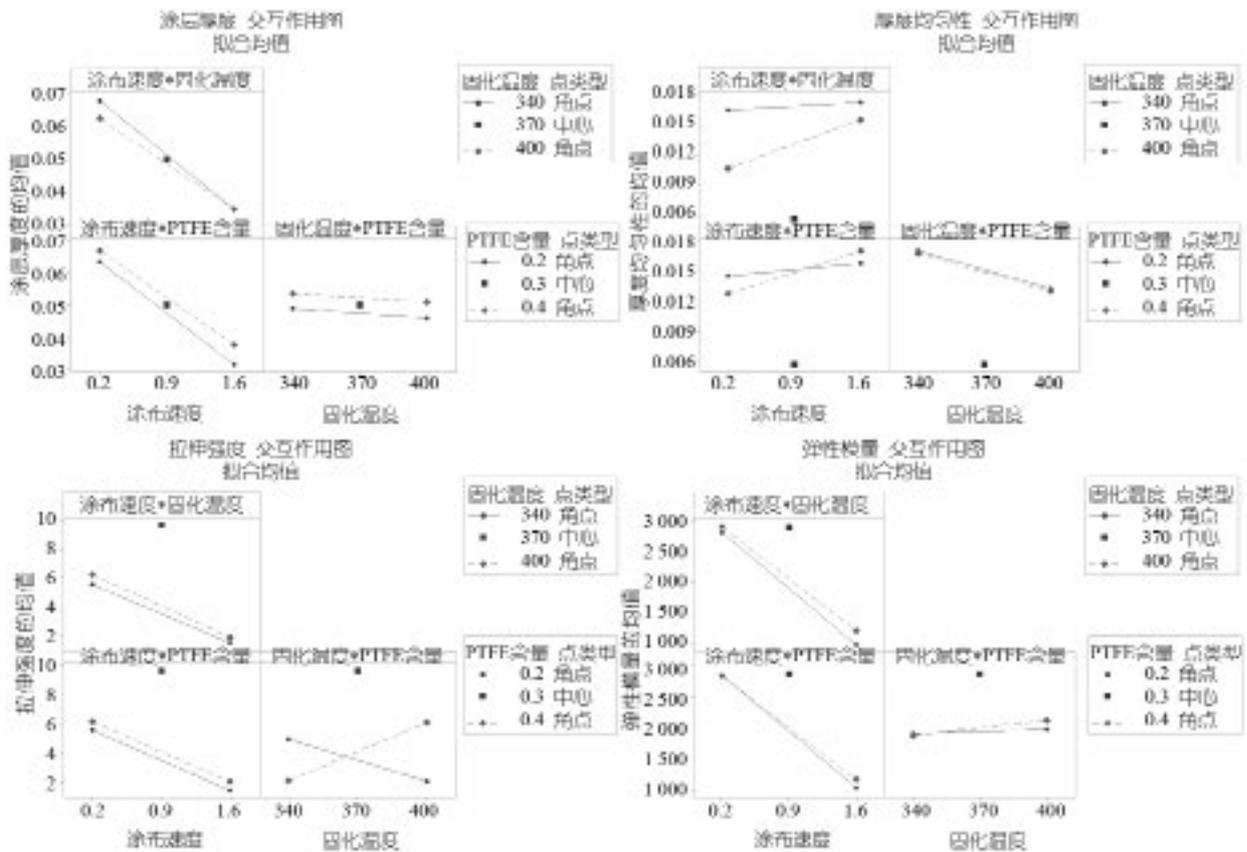


图 3 不同条件交互作用的拟合均值结果

(2) 涂布速度与 PTFE 含量交互作用较小，PTFE 会提高浆料粘度，高 PTFE 含量 + 低涂布速度易导致涂布阻力增加，可能形成较厚但不均匀涂层。低 PTFE 含量 + 高涂布速度：低粘度易铺展，但可能导致厚度低于预期。

(3) 固化温度与 PTFE 含量之间几乎无交互作用。

2.2.2 厚度均匀性交互作用分析

(1) 涂布速度与固化温度的交互作用：高涂布速度 (1.6 m/min) + 高固化温度 (400 °C) 会导致快速固化导致表面结皮，内层溶剂残留，增加分层风险。低涂布速度 + 低固化温度会导致溶剂挥发慢，流平时间长，均匀性上升但涂布效率降低。

(2) 涂布速度与 PTFE 含量的交互作用明显：低速 (0.2 m/min) + 高 PTFE 含量 (40%) 会由于高粘

度导致流平性差，均匀性降低。高涂布速度（1.6 m/min）+ 低 PTFE 含量（20%）：低粘度易铺展，但可能因剪切稀化导致边缘增厚，均匀性波动。

优化点：中速（0.9 m/min）与适中 PTFE 含量可能平衡流平与剪切效应。

（3）固化温度与 PTFE 含量的交互作用：高固化温度（400 °C）+ 高 PTFE 含量：基体过度固化，PTFE 润滑作用失效，有龟裂风险导致均匀性降低。

2.2.3 拉伸强度交互作用分析

（1）涂布速度与固化温度的交互作用：低涂布速度（0.2 m/min）+ 高固化温度（340 °C）时固化不充分但分子取向保留。中涂布速度（0.9 m/min）+ 中固化温度（370 °C）拉伸强度最优（4.0 MPa），熔融充分。高涂布速度（1.6 m/min）+ 高固化温度（400 °C）时拉伸强度降低。

（2）涂布速度与 PTFE 含量的交互作用：低 PTFE 含量（20%）+ 高涂布速度（1.6 m/min）时拉伸强度最低（<2 MPa），PTFE 不足导致界面结合弱，高速剪切加剧缺陷。高 PTFE 含量（40%）+ 低涂布速度（0.2 m/min）时拉伸强度较高（>6 MPa）：PTFE 纤维充分取向且分散均匀，但速度过低可能降低生产效率。中速（0.9 m/min）+ 中 PTFE（30%）能达到 5 MPa，平衡取向与分散性。

（3）固化温度与 PTFE 含量的交互作用明显：低 PTFE 含量（20%）+ 高固化温度（400 °C）时拉伸强度低（<2 MPa），PTFE 不足以覆盖全部界面。高 PTFE 含量（40%）+ 高固化温度（400 °C）时拉伸强度中等（6 MPa），此时 PTFE 熔融形成网络，但高温可能导致基体降解。

2.2.4 弹性模量交互作用分析

（1）涂布速度与固化温度的交互作用：随着涂布速度增加，不同固化温度对应的弹性模量均值均呈下降趋势。且固化温度越高，弹性模量均值整体越高。高固化温度（340 °C）+ 低涂布速度（0.2 m/min）时弹性模量较高（>2 800 MPa），低固化温度（340 °C）+ 高涂布速度（1.6 m/min）时树脂未充分固化，PTFE 未熔融，界面结合弱。

（2）涂布速度与 PTFE 含量的交互作用：随着涂布速度上升，不同 PTFE 含量对应的弹性模量均值显著下降。

（3）固化温度与 PTFE 含量的交互作用：随着固化温度升高，不同 PTFE 含量对应的弹性模量均值整

体呈上升趋势。PTFE 含量为 40% 时，弹性模量随固化温度升高而增加更明显。

2.3 响应优化器

如图 4 所示，当涂布速度为 0.9 m/min、固化温度为 370 °C、PTFE 含量为 30 % 时，涂层厚度为 0.05 μm、弹性模量为 288.7MPa、拉伸强度为 9.7 MPa、厚度均匀性（极差）为 0.005 8 mm。

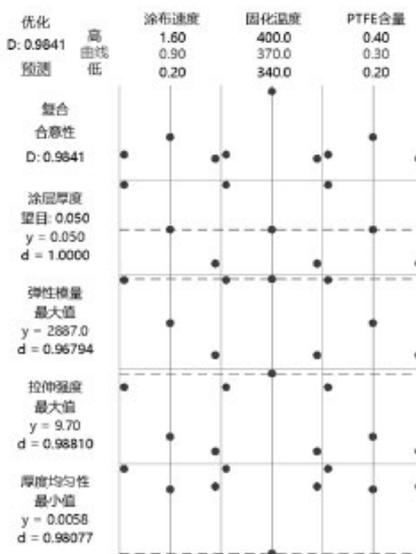


图 4 相应优化器结果

2.4 模型验证与优化

采用优化后的工艺参数实施多次涂布：

（1）涂布速度：0.9 m/min。

（2）固化温度：370 °C。

（3）PTFE 含量：30 %；验证实验表明，厚度均匀性可以达到 0.050 mm±0.003 mm，拉伸强度达到 9.0 MPa 以上、弹性模量达到 2 800 MPa 以上，连续涂布 100 m，可以保持稳定状态。

3 结论

（1）DOE 方法可有效优化 PTFE 基复合材料涂布工艺，最佳参数组合为：涂布速度：0.9 m/min、固化温度：370 °C、PTFE 含量：30%。

（2）涂布速度和固化温度的交互作用对涂层附着力影响显著，需严格控制工艺窗口。

（3）优化后的涂层具有优异的厚度均匀性和力学性能，厚度均匀性（极差）可以达到 0.050 mm±0.003 mm，拉伸强度达到 9.0 MPa 以上、弹性模量达到 2 800 MPa 以上，该条件可以稳定连续涂布 100 m，适用于工业应用。

参考文献：

- [1] 崔锦峰, 文泽东, 白常宁, 等. 聚四氟乙烯改性研究进展 [J]. 塑料工业. 2020,48 (11): 8-13.
- [2] 文怀兴, 曹蕾, 高飒飒. PTFE 改性研究进展 [J]. 工程塑料应用. 2019,47 (06):133-138.
- [3] 陈鸿, 李晨曦, 姚权卫, 等. 通过复配填料制备高导热、高耐磨和低介电聚四氟乙烯复合材料 [J]. 塑料工业. 2021,49 (06):148-152.
- [4] 金霞, 张立欣, 鲁思如, 等. 低吸水性率和低介电损耗 PTFE/SiO₂ 复合材料制备 [J]. 工程塑料应用. 2020,48 (07):33-37.
- [5] 刘洪, 黄娇娇, 王鸿鼎. 不同填料对 PTFE 力学及摩擦学性能的影响 [J]. 塑料. 2025,54 (02):34-39+45.
- [6] 杨丽君, 王齐华, 宁丽萍, 等. 碳纤维及石墨填充聚四氟乙烯复合材料的摩擦学性能研究 [J]. 材料科学与工程学报. 2004 (05):705-708.
- [7] 张守玉, 张刚, 王孝军, 等. 纤维增强 PPA/PTFE 复合材料性能研究 [J]. 塑料科技. 2022,50 (02):39-42.
- [8] 邱尚煌. 复合材料在涂布中的翘曲因素分析 [J]. 电镀与精饰. 2021,43 (04):48-51.
- [9] 金霞, 冯春明, 贾倩倩, 等. 高介电常数超薄 PTFE/TiO₂ 复合薄膜的厚度均匀性研究 [J]. 塑料科技. 2023 ,51(04): 59-63.
- [10] 樊学峰, 许永坤, 李萌. 不同混合工艺对 PTFE 复合材料性能的影响 [J]. 工程塑料应用. 2022 ,50 (04): 65-69+75.

Research on the optimization of PTFE-based composite material coating process based on DOE

Du Zhongsi, Li Pan

(The 46th Research Institute of China Electronics Technology Group Corporation, Tianjin 300220, China)

Abstract: Polytetrafluoroethylene (PTFE)-based composite materials have found widespread application in coating applications due to their exceptional chemical resistance, low friction coefficient, and excellent thermal stability. However, optimizing coating process parameters is critical for enhancing coating thickness uniformity, tensile strength, and elastic modulus. This study employed a design of experiments (DOE) methodology to systematically investigate the effects of coating speed, curing temperature, and PTFE content on coating performance. By establishing a mathematical model, the optimal combination of process parameters was determined. Experimental results demonstrated that the optimized process parameters significantly improved coating thickness uniformity and mechanical properties. After optimization, the coating thickness uniformity (range) reached $0.050 \text{ mm} \pm 0.003 \text{ mm}$, tensile strength exceeded 9.0 MPa, and elastic modulus exceeded 2800 MPa, providing a theoretical basis for the industrial application of PTFE-based composite materials.

Key words: PTFE; composite materials; coating process; experimental design (DOE); tensile strength; elastic modulus

(R-03)

