

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
F16C 33/20 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200480041664.7

[43] 公开日 2007年2月14日

[11] 公开号 CN 1914432A

[22] 申请日 2004.12.30

[21] 申请号 200480041664.7

[30] 优先权

[32] 2004. 2. 19 [33] US [31] 10/783,004

[86] 国际申请 PCT/US2004/044058 2004. 12. 30

[87] 国际公布 WO2005/083282 英 2005. 9. 9

[85] 进入国家阶段日期 2006. 8. 14

[71] 申请人 戈尔企业控股股份有限公司

地址 美国特拉华州

[72] 发明人 C·褚 J·R·汉拉罕

[74] 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公司
代理人 项丹

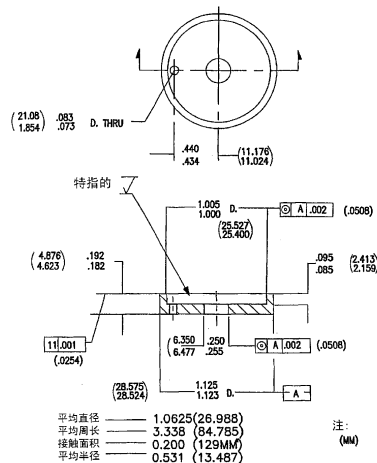
权利要求书 3 页 说明书 12 页 附图 8 页

[54] 发明名称

低摩擦的耐磨轴承材料

[57] 摘要

说明一种降低了摩擦的耐磨性轴承材料。 该材料包含一种单块多孔的聚四氟乙烯 (ePTFE)，其中分散有耐磨性的热固性或热塑性材料。



1. 一种轴承制品，该制品包含：
多孔单块 PTFE 材料，以及
至少一种选自热固性树脂和热塑性树脂的聚合物树脂，所述树脂分布在所述 PTFE 材料的孔内。
2. 如权利要求 1 所述的轴承制品，其特征在于，所述至少一种聚合物树脂包括环氧树脂。
3. 如权利要求 1 所述的轴承制品，其特征在于，所述至少一种聚合物树脂包括聚酰亚胺。
4. 如权利要求 1 所述的轴承制品，其特征在于，所述 PTFE 包含两层或更多层。
5. 如权利要求 1 所述的轴承制品，其特征在于，所述 PTFE 还包含至少一种填料。
6. 如权利要求 1 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品为片材的形式。
7. 如权利要求 1 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品为管的形式。
8. 如权利要求 1 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品还包括粘结到所述制品上的压敏粘合剂。
9. 如权利要求 1 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品还包含至少一块粘结到所述制品上的基材。
10. 如权利要求 9 所述的轴承制品，其特征在于，所述至少一块基材包含至少一种选自金属和环氧树脂的材料。
11. 一种轴承制品，该制品包含：
多孔单块 PTFE 材料，以及
至少一种耐磨性的聚合物树脂，所述树脂分布在 PTFE 材料的孔内。
12. 如权利要求 11 所述的轴承制品，其特征在于，所述至少一种聚合物树脂包括环氧树脂。
13. 如权利要求 11 所述的轴承制品，其特征在于，所述至少一种聚合物树脂包括聚酰亚胺。
14. 如权利要求 11 所述的轴承制品，其特征在于，所述 PTFE 材料包含两层

或更多层 PTFE。

15. 如权利要求 11 所述的轴承制品，其特征在于，所述 PTFE 还包含至少一种填料。

16. 如权利要求 11 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品为片材的形式。

17. 如权利要求 11 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品为管的形式。

18. 如权利要求 11 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品还包含粘结到所述制品上的压敏粘合剂。

19. 如权利要求 11 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品还包含至少一块粘结到所述制品上的基材。

20. 如权利要求 19 所述的轴承制品，其特征在于，所述至少一块基材包含至少一种选自金属和环氧树脂的材料。

21. 一种轴承制品，该制品包含：

复合物，该复合物包含多孔单块 PTFE 材料以及至少一种选自热固性树脂和热塑性树脂的聚合物树脂，所述树脂分布在所述 PTFE 材料的孔内；以及
粘结到所述复合物上的基材。

22. 如权利要求 21 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品为耐磨性的表面的形式。

23. 如权利要求 21 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品为轴承的形式。

24. 如权利要求 21 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品为垫片的形式。

25. 如权利要求 21 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品为离合器的形式。

26. 如权利要求 21 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品为张力调整器的形式。

27. 如权利要求 21 所述的轴承制品，其特征在于，所述至少一种聚合物树脂包括环氧树脂。

28. 如权利要求 21 所述的轴承制品，其特征在于，所述至少一种聚合物树脂包括聚酰亚胺。

29. 如权利要求 21 所述的轴承制品，其特征在于，所述 PTFE 包含两层或更多层 PTFE。

30. 如权利要求 21 所述的轴承制品，其特征在于，所述 PTFE 还包含至少一种填料。

31. 如权利要求 21 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品为片材的形式。

32. 如权利要求 21 所述的轴承制品，其特征在于，所述制品为管的形式。

33. 一种形成轴承材料的方法，该方法包括：

提供多孔的单块 PTFE 材料；

将至少一种选自热固性树脂和热塑性树脂的聚合物树脂吸入所述 PTFE 材料内的至少一部分孔中；

固化所述至少一种聚合物树脂；以及

将所述吸入的 PTFE 材料成形为轴承。

34. 如权利要求 33 所述的方法，其特征在于，该方法还包括将所述吸入的 PTFE 材料粘结到基材上。

低摩擦的耐磨轴承材料

发明领域

本发明涉及包含 PTFE 的改进的轴承材料。这些轴承材料适用于（例如）在航空、工业、医学和农业中的各种应用。

背景技术

本领域已知使用自润滑的轴承和材料，在承载负荷的应用中降低摩擦和磨损。人们期望这些轴承能承受使用和安装期间的损害。此外，自润滑的轴承通常在使用期间经历各种条件，如热和压力，以及来自各种物质的化学侵蚀。

选择轴承材料以满足给定的要求，取决于特定条件以及所需性能，这是一项复杂的工程任务，必须考虑到许多参数。需要考虑的条件的代表性清单包括，例如，速率、压力(包括负荷量、负荷方向以及施加负荷的速度)、动摩擦、静摩擦、温度、化学暴露、润滑、尺寸稳定性、几何相适性、反向表面的特性、对流体摩擦腐蚀(“成穴”)的易感性。

常规的控制摩擦的材料和系统包括滚柱轴承、滚球轴承以及滚动轴承。在滚动轴承领域，已知有许多不同形式的塑料轴承材料，包含有各种填充料和/或多孔结合层的塑料基质。其中许多包含聚四氟乙烯(PTFE)，PTFE 因为其低摩擦系数而广为人知。PTFE 还提供在宽温度范围稳定且对大多数化学品呈惰性的益处。然而，PTFE 的磨损特性、过度蠕变以及与基片的粘合强度都较差，因此以各种方式将不同的支撑材料与 PTFE 结合。其中一些支撑材料包括金属，据信金属能从系统吸收热量，由此改善磨损。

此外，据认为某些金属如铅有利于系统的润滑。然而，这些系统机制的科学性还未能被人们充分理解。

许多产品在本领域都能得到，并且在各种现有专利中涉及结合了聚四氟乙烯(PTFE)的轴承以及其它降低摩擦的材料。例如，许多轴承材料中结合了 PTFE 絮凝物或短纤维，这些材料被加入到树脂材料并且喷涂到基片上。美国专利 No. 3,806,216 描述了具有这种类型的结构的代表性材料。另一种类型中，从固体全密

度(full-density)PTFE 块切割出 PTFE 薄膜，然后叠加到织物或金属背衬上，并用各种树脂系统粘合在一起。美国专利 No. 4,238,137(Furchak)描述了这种结构类型的一些代表性金属。还使用由 PTFE 纤维制成的织造或非织造的片材或织物，然后用树脂浸渍(如美国专利 4,074,512)和/或叠加到环氧材料或其它背衬材料上(如，美国专利 3,950,599)作为轴承材料。PTFE 絮凝物或颗粒被加入到热塑性材料中，然后模塑和/或机加工成轴承。此外，PTFE 分散体有时与填充料混合，干燥或者粘合在烧结的金属层/金属基片或其它金属基片上(如美国专利 2,689,380; 5,498,654 和 6,548,188 以及日本未审查(Kokai)专利申请 No. 3-121135)。

美国专利 No. 5,792,525(Fuhr 等)揭示由一层或多层致密化的膨胀 PTFE 材料制成的轴承部件，将所述材料进行机械加工或者形成所需形状。这种材料在负荷下具有良好的抗蠕变性；然而，这种材料的磨损限度限制了其在许多高要求轴承应用中的使用。

由所述宽范围的含 PTFE 材料可知，对几乎每一种轴承应用已开发了某种解决方案；但是，市场仍需要能够达到低能耗和较长寿命的低摩擦、低磨损的系统。此外，有关铅的环境因素已经引起对无铅材料的研究，这种无铅材料的性能优于目前的含铅材料，或与目前的含铅材料相当。

因此，在自润滑轴承制品领域需要相对于通常可得的材料而言提高了耐磨性并且低摩擦的新颖的轴承。

发明概述

本发明是一种独特的耐磨损复合轴承材料，这种材料解决了目前自润滑轴承市场的许多问题。这种轴承材料包含与其它聚合物材料组合的单块或连续的多孔聚四氟乙烯材料，这种材料具有本领域迄今未能得到的独特构形。

有许多多孔单块形式的 PTFE 适合用作本发明的轴承材料。例如，美国专利 No. 5,677,031(Allan 等)和 No. 6,019,920(Clough)涉及单块多孔 PTFE 结构，这种结构包含熔融粒状 PTFE 颗粒的开口网，所述颗粒限定出贯通该结构的空隙的曲折网。适用于本发明轴承材料的多孔单块 PTFE 的另一个例子是膨化 PTFE，其特征是具有小纤维互连的节点结构，这种节点和纤维结构的外观可以依据材料是在一个方向(如单轴向)还是多个方向(如双轴向、多轴向等)膨胀而不同。适用于本发明的多孔单块 PTFE 材料的其它形式可包括单块 PTFE 片材以及其它网状 PTFE 形式，所述片材被穿孔或者改性以产生孔隙。

我们惊奇地发现，这类多孔单块的 PTFE 材料无论是膜、棒、管或其它合适的形式，都可以吸入包括热固性树脂或热塑性树脂的聚合物树脂(如本文详细描述)，由产生的吸入结构制成的轴承与现有技术领域制成的轴承相比，提高了耐磨性。

适合吸入 ePTFE 结构的聚合物树脂材料包括宽范围的各种热固性树脂，所述热固性树脂包括但不限于：环氧树脂及其杂化物、酚醛树脂、聚酯、丙烯酸酯类、聚酰亚胺、聚氨酯、氰酸酯、双马来酰亚胺、聚苯并咪唑等。优选的热固性树脂是具有高热稳定性的那些(如，环氧树脂、聚酰胺-酰亚胺、氰酸酯和酚醛树脂等)。此外，许多热塑性树脂也可以被吸入 ePTFE 结构，形成低摩擦的耐磨性复合材料，所述热塑性树脂包括但不限于：聚醚醚酮(PEEK)、聚醚酮(PEK)、聚芳醚酮(PAEK)、液晶聚合物(LCP)、聚酰亚胺(PI)、聚醚酰亚胺(PEI)、乙缩醛、丙烯酸类、含氟聚合物、聚酰胺、聚碳酸酯、聚烯烃、聚苯醚、聚酯、聚苯乙烯、聚砜、聚醚砜、聚苯硫、聚氯乙烯等。

根据所得复合材料的用途和目标性能，聚合物树脂的固体体积百分数以及固体的体积比值(PTFE 与聚合物树脂)可以显著变化。树脂体积百分数在 40-80%范围的材料能制成本发明的合适复合材料；然而，预期更高或更低的体积百分数也在适合于本发明的低摩擦耐磨材料的复合材料范围之内。

根据所需的特定性能，吸入的 ePTFE 复合材料还可以结合一种或多种填料，来改变或调整性能，以满足特定的性能要求。例如，可包含如石墨或氮化硼的填料，来降低复合材料的摩擦系数(COF)。此外，可以使用如氧化铝、二氧化钛、玻璃纤维或碳的填料来提高耐磨性，哪怕这种填料会提高 COF。

附图简述

结合附图阅读时，将能更好地理解前面对本发明的概述以及下面对本发明的详细描述。为说明本发明的目的，附图中所示为优选的实施方式。但是，应理解，本发明不限于所示的精确的排列和设施。附图中：

图 1 和 2 分别是旋转测试样品和测试卡具的示意图，所示旋转测试样品和测试卡具用于对本发明材料进行磨损测试；

图 3 是在磨损测试过程中测试卡具的负荷与压缩关系图。

图 4 是实施例 1 的多孔单块 PTFE 在吸入环氧树脂之前放大 250 倍的横截面透视显微照片。

图 5 是实施例 2 的膨胀 PTFE 膜在吸入环氧树脂之前放大 600 倍的横截面透视显微照片。

图 6 是实施例 2 的膨胀 PTFE 膜在吸入环氧树脂并使环氧树脂固化后放大 600 倍的横截面透视显微照片。

图 7 是实施例 5 的膨胀 PTFE 膜在吸入环氧树脂之前放大 250 倍的横截面透视显微照片。

图 8 是实施例 5 的膨胀 PTFE 膜在吸入环氧树脂并使环氧树脂固化后放大 300 倍的横截面透视显微照片。

图 9 是实施例 5 的轴承材料的膨胀系数与研磨次数的关系图。

图 10、11、12 和 13 分别是比较例 1、2、3 和 4 的轴承材料的横截面的透视显微照片。

图 14 是比较例 1 的材料的摩擦系数与研磨次数的关系图。

优选实施方式的详述

本发明中，制成的复合轴承材料的摩擦系数(COF)类似于纯 PTFE，但其磨损率明显降低。这种新颖的轴承材料通过在特定的多孔单块 PTFE 结构内吸入耐磨的聚合物树脂制成。

为了形成这种轴承材料，重要的一点是以多孔单块的 PTFE 为原料，如本文前面所述。例如，美国专利 No. 5,677,031(Allan 等)和美国专利 No. 6,019,920(Clough.)涉及单块多孔 PTFE 结构，这种结构包含熔融颗粒的 PTFE 颗粒的开口网，这些颗粒限定出贯通该结构的空隙的曲折网。适用于本发明轴承材料的多孔单块 PTFE 的另一个例子是膨化 PTFE，其特征是具有小纤维互连的节点结构，这种节点和小纤维结构的外观可以依据材料是在一个方向(如单轴向)还是多个方向(如双轴向、多轴向等)膨胀而不同。适用于本发明的多孔单块 PTFE 材料的其它合适形式可包括单块 PTFE 片材以及其它网状 PTFE 形式，所述片材被穿孔或者改性以产生孔隙。

如前面所述，适合吸入本发明的 PTFE 结构的聚合物材料包括宽范围的各种耐磨性聚合物树脂。本文所用术语“耐磨性聚合物树脂”意指聚合物树脂所具有的模量大于 PTFE 的模量(约 0.7 Gpa)，更好至少为 1.5 Gpa，最好至少为 2 Gpa 的。合适的热固性树脂包括但不限于：环氧树脂及其杂化物、酚醛树脂、聚酯、丙烯酸酯类、聚酰亚胺、聚氨酯、氰酸酯、双马来酰亚胺、聚苯并咪唑等。优选的热

固性树脂是热稳定性高的那些(如, 环氧树脂、聚酰胺-酰亚胺、氰酸酯和酚醛树脂等)。此外, 热塑性树脂也可以被吸入多孔单块 PTFE 的结构, 形成低摩擦高耐磨性的复合物, 所述热塑性树脂包括但不限于: 聚醚醚酮 (PEEK)、聚醚酮(PEK)、聚芳醚酮(PAEK)、液晶聚合物(LCP)、聚酰亚胺(PI)、聚醚酰亚胺(PEI)、乙缩醛、丙烯酸类、含氟聚合物、聚酰胺、聚碳酸酯、聚烯烃、聚苯醚、聚酯、聚苯乙烯、聚砜、聚醚砜、聚苯硫、聚氯乙烯等。

虽然热固性或热塑性聚合物树脂能提高制成的制品的耐磨性, 除了许多其它因素外, 聚合物树脂的选择对成功制成复合物也很重要, 并且根据特定应用的要求, 特定树脂的选择也会发生变化。对典型的工业轴承应用, 吸入的树脂还提供了以下有益的特征: 完全或部分填充了 PTFE 中的空隙, 提供对其它基材的粘合能力, 减少或防止在负荷下的变形(即蠕变强度), 并提供尺寸刚性(dimensional rigidity)。我们发现在一些实施方式中, 很好地综合平衡了所有这些性能的材料是一种包含环氧化物、固化剂和添加剂(即固化促进剂)的环氧树脂。在一个特别优选的实施方式中, 所述环氧化物是双酚 A、双酚 F、环氧甲酚甲醛树脂、环氧线型酚醛树脂中的任何一种, 以及许多其它可得的环氧材料。固化剂可以是(但不限于)脂族胺、芳族胺、酰氨基胺(amidoamines)、聚酰胺、胺配合物、双氰胺、脲、咪唑、多酚、酸酐和酸。但是, 重要的是注意到, 环氧化物并不一定是每一种应用都要选择的材料。例如, 如果一种应用要求对极高温(450°F)的耐受性, 聚酰亚胺能更好地适用于优选的实施方式。此外, 根据所需的最终用途, 对聚合物树脂或树脂的选择也会不同。

为将热固性或热塑性聚合物结合到 ePTFE 结构中, 通过熔化或溶剂化使聚合物成为液态。制造这种类型复合物的一种优选方法是将溶剂化的聚合物吸入 PTFE 结构的至少一部分空隙中。这种方法能够方便地控制聚合物的加入, 并且通过简单处理就能获得最终结果。这种方法将热固性或热塑性树脂的所有组分溶于溶剂。所述溶剂不仅溶解组分, 而且具有润滑剂的作用, 润滑多孔单块的 PTFE 材料。PTFE 材料吸收这种混合物。有许多种用来吸浸 PTFE 结构的方法, 如蘸涂、轻触辊涂、喷涂、刷涂、真空涂布和本领域技术人员了解的类似技术。吸入后除去溶剂, 在 PTFE 材料的空隙中留下所有固体组分。

吸浸的 ePTFE 复合材料有时称作“预浸体(pre-preg)”, 将这种复合材料制成用作轴承制品的形式。在一个优选实施方式中, 通过将“预浸体”粘合在背衬或基材上, 可获得上述形式。这种背衬材料由金属、热固性材料或其它适合粘合预

浸体的基材构成。例如，钢片和环氧树脂模具是合适基材的两种代表形式。在一个包括粘合到钢基材的优选实施方式中，可以通过以下步骤将预浸体粘合所述基材：用甲基乙基酮(MEK)清洁钢板基材；将环氧树脂/ePTFE“预浸体”放在钢板上，并在与所述钢板相对的预浸体侧面上放置一剥离膜。在该剥离片顶部放置一金属片。将该组合件置于 Carver 压制单元中，施加 40-1000 psi 的负荷，在 160-200 °C 温度下保持 30 分钟。在此加热和加压步骤中，吸入的环氧树脂在 ePTFE 结构中流动，分布到孔隙中，固化(即成为交联的)并粘合到钢板上，形成粘结在钢基材上的基本无孔的结构。结果是轴承制品具有低摩擦的表面，复合材料与基材之间形成高强度粘合，以及轴承制品具有优良的耐磨性。这种制品可以成形后直接使用，或者可以切割、冲压、卷曲、形成凸缘，或者成形为要求的几何形状。

在另一个形成本发明轴承的优选实施方式中，“预浸体”不粘合到基材，而是按照上面所述的方式在剥离层之间简单地固化，然后，形成的制品可以直接使用(如以片形、管形等几何形状)，或者进一步切割(如，垫片等)、冲压、卷曲、形成凸缘等，提供适合于特定轴承应用的形式。

另一个形成本发明轴承材料的优选实施方式是，首先切割如上所述在剥离层之间的“预浸体”，然后在该复合层上层叠一层压敏粘合剂，采用或不采用上述进一步成型的方法，因此提供一种“剥离和粘着”的轴承制品，这种制品可以在任何时间应用于任何基材。

形成本发明的轴承材料的另一种方法是，在处理 PTFE 之前，干混合至少一种环氧树脂粉与 PTFE，形成多孔单块形式，或 PTFE 分散体与各种树脂材料凝结。然后，将形成的含树脂的混合物制成各种制品，制成所需的轴承复合物。例如，美国专利 No. 4,096,227(Gore)披露了获得这种结果的例子。然后，形成的结构如上所述进行固化并被结合到本发明轴承材料的一种形式中。

制成的本发明轴承材料可用于各种工业领域，优选航天、医学、农业和其它需要低摩擦或润滑性以及耐磨性的承载轴承的有利特征的应用。示例性的预期制品包括但不限于：以三维制品、涂层、表面等形式出现的轴承、垫片、离合器、张力调整器、耐磨表面等。

按照上述方法制造的本发明轴承样品用来粘结在钢板上，然后根据下面描述的磨损试验测试其耐磨性。

测试方法

磨损试验

设备：

基本按照 ASTM D 3702 制造测试设备。该设备设计成测试自润滑材料的磨损速率，并利用推力垫片试样的构形。该测试设备测试固定的测试样品，并在负荷下相对该样品测试旋转测试的试样。所有样品在 26 磅(130 psi)负荷和 540 rpm (150 fpm)速率下进行测试。为能施加正确的负荷和速率，设计了一个卡具，安装在 J Head 型系列 II 的 Bridgeport 铣床上。该卡具用弹簧加载，当压缩到适当距离时，能施加 26 磅的负荷。该铣床能够控制压缩量以及卡具的操作速度。参见图 1 和 2，分别是旋转测试试样和测试卡具的示意图。

旋转测试试样：

旋转测试试样由 1018 不锈钢构成，光洁度为 8-12 微英寸。下面示出该试样的图表。该试样精确复制 ASTM D 3702 试验，并示意性示于图 1 中。

测试卡具：

测试卡具设计成固定旋转测试试样并施加恒定负荷。该卡具示意性示于图 2。

组装卡具后，将该卡具放在型号为 No.5567 的 INSTRON® Universal Material Test Machine(Instron Corporation, Canton, MA)上，测定对 26 磅负荷所需的压缩量。图 3 是卡具的负荷与压缩关系图。

测试方法：

按照下面的方式测试每个样品。首先，将卡具安装在铣床中，并与安装样品的基底垂直对齐。这样做可以确保旋转测试试样水平位于测试样品上。接下来，用异丙醇清洁该测试样品和旋转测试试样，去除该体系中所有的油状物。然后，将测试样品安装在铣床的基底上。每次测试一个样品时，在卡具中安装一个新的旋转试样。开始测试之前，启动该铣床并用转速计设定至 540 rpm。然后停止该机器，并使测试样品与旋转试样接触。

在测试样品上放置一个 0.001 英寸厚的金属垫片，然后降低卡具直到与该垫片正确啮合。然后除去该垫片，升高铣床的基底，以正确量压缩弹簧(0.550 英寸)。然后启动铣床，开始磨损试验。试验进行所需的时间，如实施例中指出的。

测试后，取下样品，测试已磨损的量。使用光学干涉计测定磨损“痕迹”。在四个位置测定所述样品，测定平均痕迹深度和宽度。使用 Zygo New View 5000 扫描白光干涉计(Lambda Photometrics, Hertfordshire, UK)测定磨损“痕迹”。使用

5 倍物镜(2.72 微米 lateral 分辨率)和 0.5 倍可变焦镜头(zoom)(4.53 微米相机分辨率), 具有适当双极(最大 145 微米)或扩大(最大 500 微米)扫描。Z-轴分辨率大于 $1\mu\text{m}$ 。调整镜台斜率(stage tilt)和节距(pitch), 在收集数据之前, 使磨损痕迹外的表面平行于该光学器件。

使用直方图对痕迹深度定量。因为图像相对光学器件仔细平面化, 图像的最高部分是凹槽外的表面。来自这种图像的数据产生在直方图中具有 x-轴最大值的峰。该值取作痕迹外的样品的平均位置。痕迹底部产生在直方图的下部 x-轴上的第二峰。由痕迹和该痕迹外区域测定的峰之间的距离定义为痕迹深度。

摩擦系数试验

在 Micro Photonics Inc.(位于 Irvine, CA)进行摩擦系数测试。使用的测试设备是一种盘上针(pin-on-disk)摩擦计, 按照 ASTM G 99-95a 进行测试。所得结果为平均摩擦系数。

气泡点

施加差压, 将表面自由能小于拉伸后的多孔 PTFE 的表面自由能的液体从该结构中挤出。首先在最大通道发生这种清洁。然后形成连续(bulk)空气流通过的通道。该空气流以稳定的小气泡流通过样品顶部的液层。产生第一连续空气流时的压力被称作气泡点, 气泡点取决于测试液体的表面张力以及最大开口尺寸。气泡点可用作膜结构的一个相对测定值, 并经常与某些其它类型的性能标准如过滤效率关联。

按照 ASTM F316-86 的方法测定气泡点。使用乙醇作为润湿液体, 来填充测试试样的孔。

气泡点是从测试试样的最大孔中取代乙醇以及通过上升通过覆盖单块介质的异丙醇层产生可检测到的第一连续气泡流所需的空气压力。该测定值提供了对最大孔尺寸的估算值。

空气流-GURLEY

按照 ASTM Test Method D726-58 中所述的方法, 使用 Gurley 密度计(W. & L. E. Gurley & Sons 制造), 测定样品对空气流的阻力。所得结果报道为 Gurley 数或 Gurley-秒, 是 100 cm^3 的空气 在 4.88 英寸水柱压力下通过 1 英寸² 测试样品的时

间(按秒计)。

实施例

实施例 1

从 Saint-Gobain Performance Plastics (Taunton, MA)获得 ZITEX G-108 多孔 PTFE 片材的样品, 测定其厚度为 0.008 英寸, 密度为 1.21g/cc, 乙醇的气泡点为 1.0 psi。图 4 示出该未吸浸材料的微结构。

按照下面的方式对样品进行吸浸。用 56.4% EPON™ SU-3(Resolution Performance Products)、18.8 % EPON™ SU-8 和 24.8% ARADUR® 976-1(Huntsman Advanced Materials, Basel, Switzerland)的混合物配制环氧树脂组合物。使用 MEK 作为溶剂, 将该环氧树脂混合物溶剂化为 30%固体的溶液。将该材料样品放置在一个直径 6 英寸的木制箍中。样品首先用 100% MEK 溶液润湿。然后用泡沫材料刷子将该环氧树脂溶液施涂到 PTFE 样品上。蒸发 MEK, 随后施涂环氧树脂溶液, 直到在 PTFE 微结构中填充 30 重量% (44 体积%固体)环氧树脂。然后, 将该箍放入 65°C烘箱中保持 10-15 分钟, 完全除去 MEK。这样, 样品为“预浸体”形式。从所述箍中取出“预浸体”, 修整并粘合到碳钢片(测定为 6 英寸×6 英寸×0.065 英寸厚)上。如前面所述进行粘合。然后测试样品的耐磨性, 结果列于表 1。

实施例 2

(从 W. L. Gore and Associates, Inc., Elkton, MD)获得 GORE-TEX®膨化 PTFE 膜样品, 其厚度为 3.7 密耳, 密度为 0.42 g/cc, 气泡点为 16.9 psi, Gurley 数为 13 秒。按照实施例 1 所述, 样品吸入环氧树脂。环氧树脂的吸入量为 30 重量% (44 体积%)。如前面所述, 将该样品粘合到 6×6 英寸的碳钢片上。图 5 和 6 分别是该结构在吸浸之前和之后的横截面 SEM 显微照片。

实施例 3

(从 W. L. Gore and Associates, Inc., Elkton, MD)获得在实施例 2 中使用的 GORE-TEX®膨化 PTFE 膜样品。按照实施例 1 所述, 样品吸入环氧树脂。环氧树脂的吸入量为 69 重量% (80.3 体积%)。如前面所述, 将该样品粘合到 6×6 英寸的碳钢片上, 随后测试耐磨性。测试结果列于表 1。

实施例 4

以 25 重量%石墨对 75 重量% PTFE 的比例, 凝结石墨颗粒填料(4437 型, 由 Asbury Company 获得)与 PTFE 细粉末分散体, 制得填充的 ePTFE 膜。然后, 按照美国专利 3,953,566(Gore)揭示的, 制得单轴向膨化膜。该膜以 4: 1 的比例膨胀, 膜厚度为 0.006 英寸, 密度为 0.60 g/cc。然后, 按照实施例 1, 该材料的样品进行吸浸。最后的组合物包含约 50 重量%的 PTFE、16.7 重量%的石墨和 33.3 重量%的环氧树脂(47.8 体积%的环氧树脂)。如前面所述, 将该样品粘合到 6×6 英寸的碳钢片上, 随后测试耐磨性。测试结果列于表 1。

实施例 5

(从 W. L. Gore and Associates, Inc.)获得 ePTFE 材料样品, 测得该样品为 8 英寸×8 英寸, 厚度为 0.008 英寸, 具有图 7 所示的微结构以及以下性质: 密度= 0.95g/cc, 乙醇气泡点= 2.64 psi, 拉伸强度= 4437 psi。

所述样品按照下面的方式进行吸浸。用 56.4% EPON™ SU-3(Resolution Performance Products)、18.8 % EPON™ SU-8 和 24.8% ARADUR® 976-1(Huntsman Advanced Materials, Basel, Switzerland)的混合物配制环氧树脂组合物。使用 MEK 作为溶剂, 将该环氧树脂混合物溶剂化为 30%固体的溶液。将该材料样品限制在一个直径为 6 英寸的木制箍中。样品首先用 100% MEK 溶液润湿。然后用泡沫材料刷子将该环氧树脂溶液施涂到 ePTFE 样品上。蒸发 MEK, 随后施涂环氧树脂溶液, 直到在 PTFE 微结构中填充 30 重量% (44 体积%固体)的环氧树脂。具体说来, 100 g 复合物的组成中包含 30 g 环氧树脂和 70 g PTFE。然后, 将该箍放入 65℃烘箱中保持 10-15 分钟, 完全除去 MEK。这样, 样品成为“预浸体”形式。从所述箍中取出“预浸体”, 修整并粘合到碳钢片(测定为 6 英寸×6 英寸×0.065 英寸厚)上。如前面所述进行粘合。然后测试样品的耐磨性, 结果列于表 1。图 8 示出了图 7 结构在吸入和固化后的结构的横截面。

取此实施例的材料的样品进行上面所述的摩擦系数测试, 测定该材料的摩擦系数(COF)。采用本文中前面所述的方法, 将此实施例制备的复合材料样品粘合到一个直径为 1 5/8 英寸的碳钢片上。钢片样品厚度为 1/4 英寸, 用磨轮研磨平。然后, 将该样品安装在盘上针的设备中, 在下面条件下进行测试:

负荷: 3.5N

速度: 105 cm/s

半径：17mm

室温：23℃

针型：球形

球直径：6mm

球材料：钢 440C

最大研磨次数：35,000

图 9 中所示的图线显示 COF 随研磨次数变化。平均 COF 为 0.136。

表 1

轴承实施例的耐磨性

实施例	环氧树脂 重量%	环氧树脂(固体) 体积%	24 小时磨损 (深度, 微米)
1	30	44	6
3	69	80.3	14
4	33	47.8	13.5
5	30	44	4

比较例

比较例 1-GARLOCK DU™ 轴承材料

从 Glacier Garlock Bearings Company (Heilbronn, Germany) 获得 Garlock DU™ 轴承材料的 6 英寸×6 英寸样品。如前面所述测试样品的耐磨性，结果列于表 2。图 10 是 DU™ 轴承材料的微结构横截面放大 100 倍的显微照片。

为进行比较评价，如前面所述，采用摩擦系数试验，在与实施例 1 相同的测试条件下，测试 DU™ 轴承材料的摩擦系数。图 14 中示出的图线显示 COF 随研磨次数变化。平均 COF 为 0.149。

比较例 2-RULON® LR 轴承材料

从 Tri Star Plastic Corporation (Massachusetts) 获得由 Saint-Gobain Performance Plastics (Taunton, MA) 制造的 RULON® LR 轴承材料的 4 英寸×6 英寸的样品。用 3M VHB™ 压敏粘合剂 (St. Paul, Minnesota)，将 RULON® LR 轴承材料的样品粘合到 6 英寸×6 英寸×0.0625 英寸厚的碳钢片上。如其它实施例测试样品的磨损，结果列于 2。图 11 是 RULON® LR 轴承材料微结构的横截面放大 100 倍的显微照片。

比较例 3-Skived PTFE

从 McMaster Carr (Part number 8569K12, 2 密耳厚)获得切割的 6 英寸宽×6 英寸长的全密度 PTFE 薄膜。样品的一面进行蚀刻，一面用 3M VHB™ 压敏粘合剂 (Minnesota)将该样品粘合到 6 英寸×6 英寸×0.0625 英寸宽的碳钢上。同样测试该样品的耐磨性，结果列于 2。图 12 是切割的 PTFE 轴承材料的微结构横截面的放大 100 倍的显微照片。

比较例 4-NORGLIDE® PRO 1.0 T 轴承材料

从 St. -Gobain Performance Plastics (Taunton, MA)获得 NORGLIDE® PRO 1.0 T 轴承材料的样品。由于已经粘合到金属基材上，测定粘合后的样品的耐磨性，结果列于表 2。图 13 是 NORGLIDE® PRO 1.0 T 轴承材料微结构横截面放大 50 倍的显微照片。

表 2

比较例的耐磨性

比较例	材料名称	部分#	24 小时磨损 (深度, 微米)
1	GARLOCK	DU	19.3
2	RULON	LR	53.5
3	Skived ptfе	N/a	376.3
4	NORGLIDE	Pro 1.0T	28.6

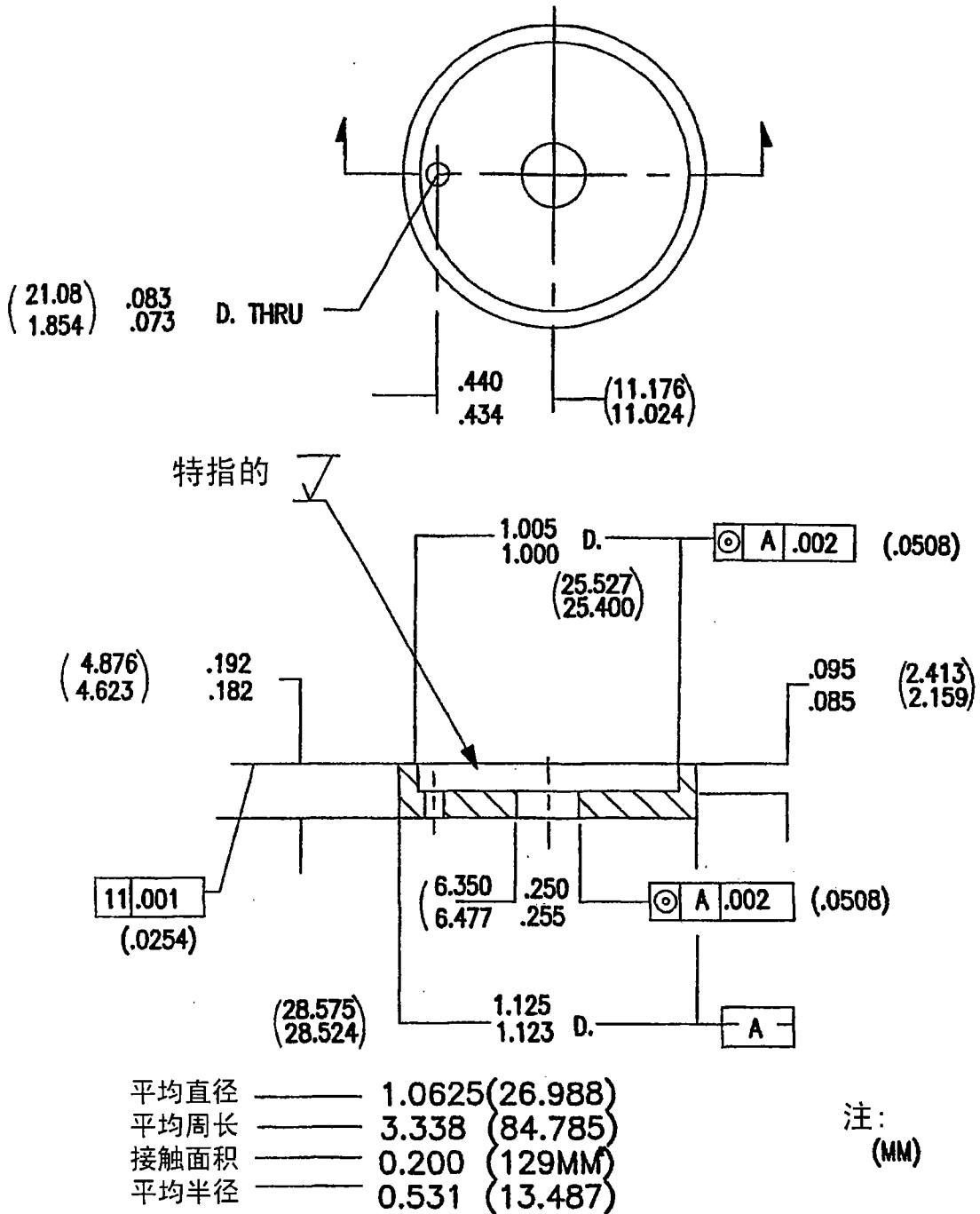


图 1

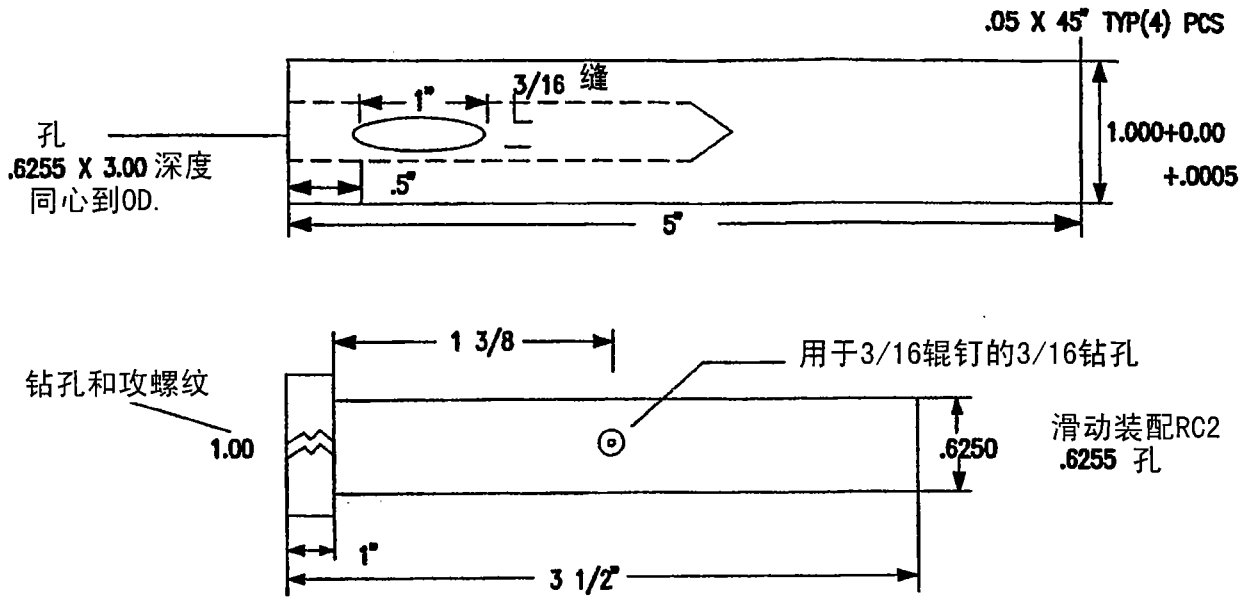


图 2

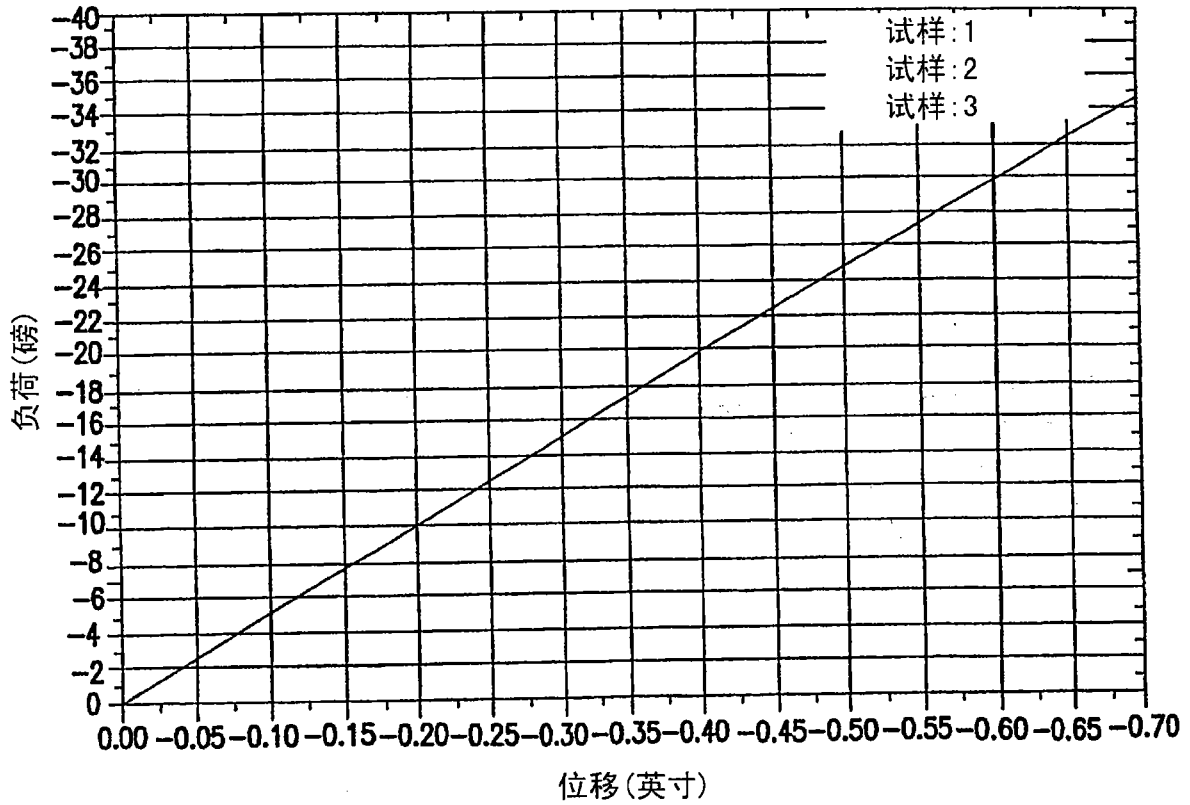


图 3

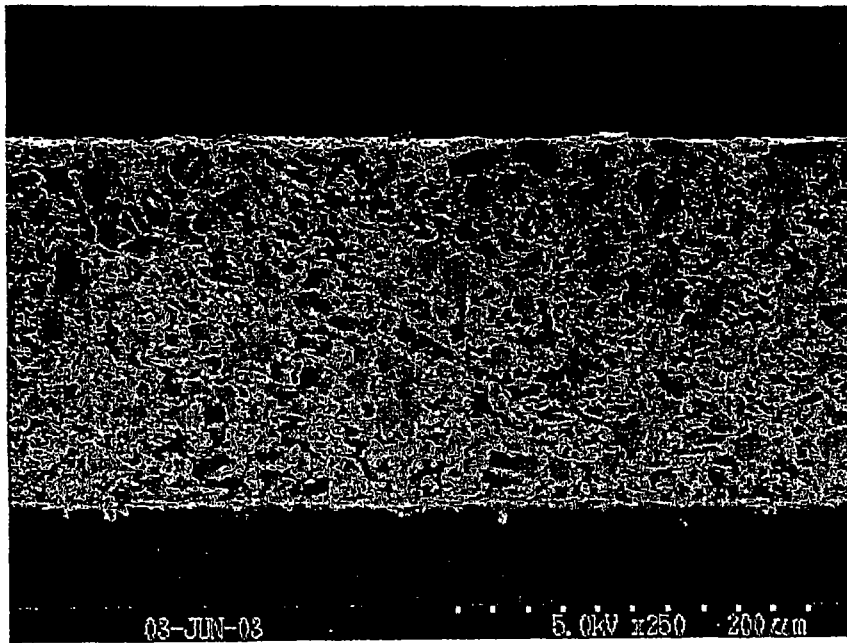


图 4

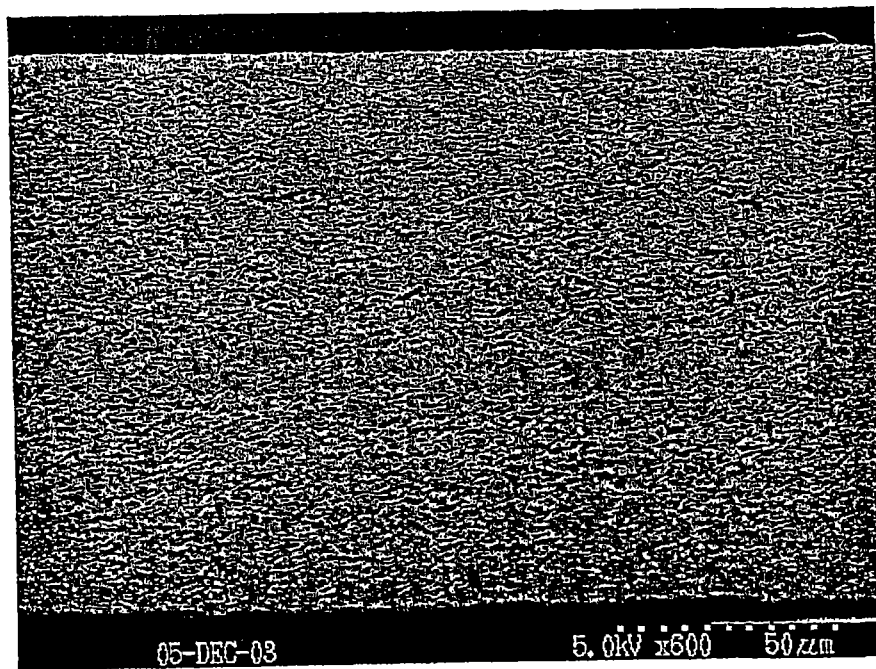


图 5

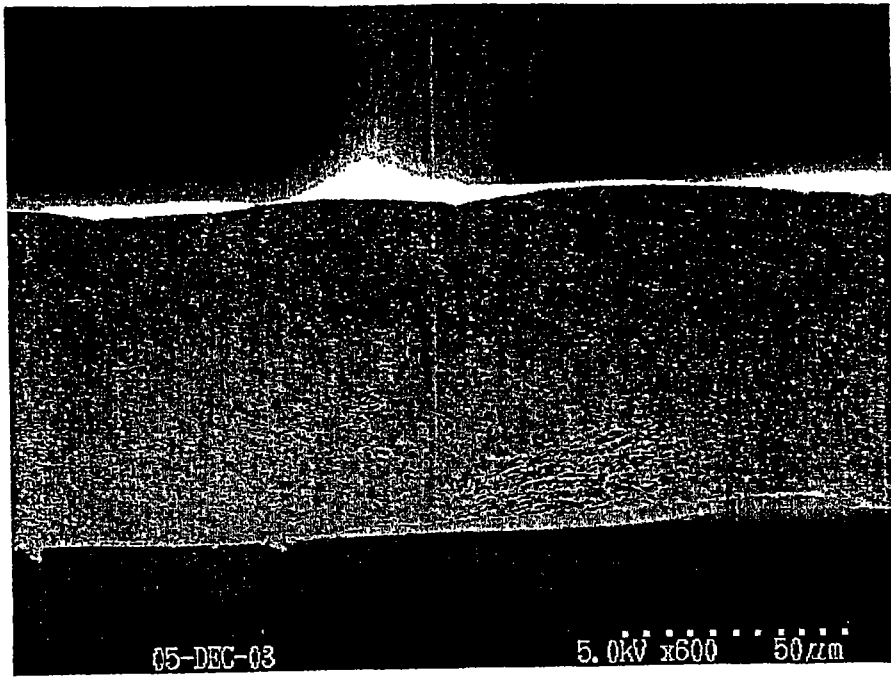


图 6

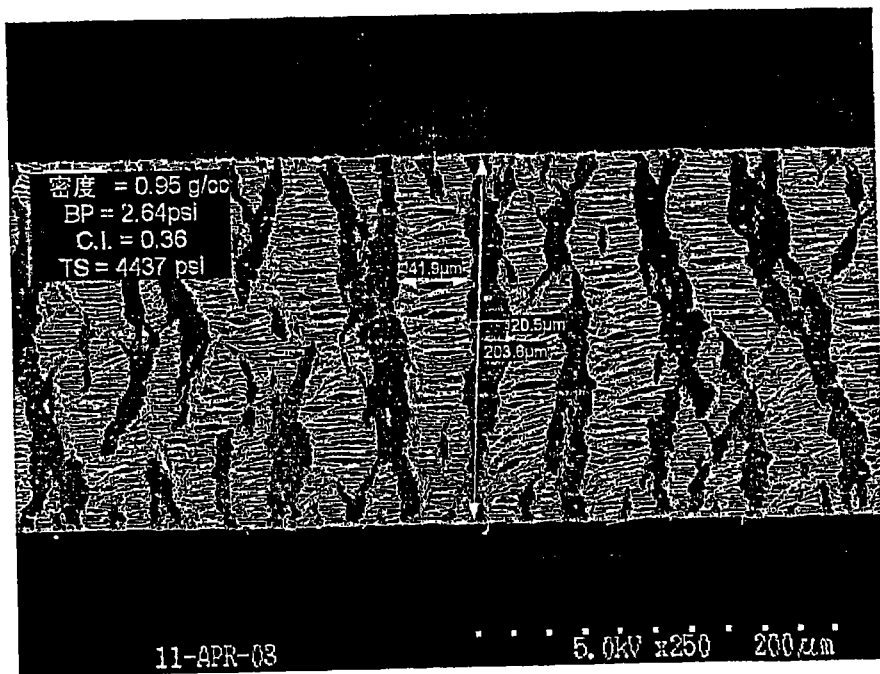


图 7

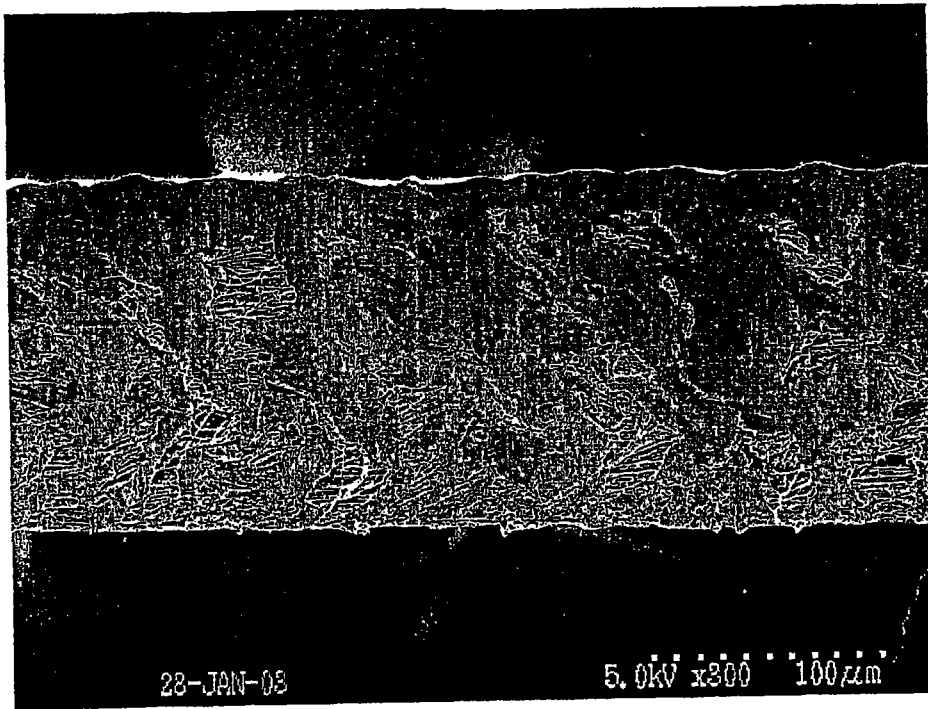


图 8

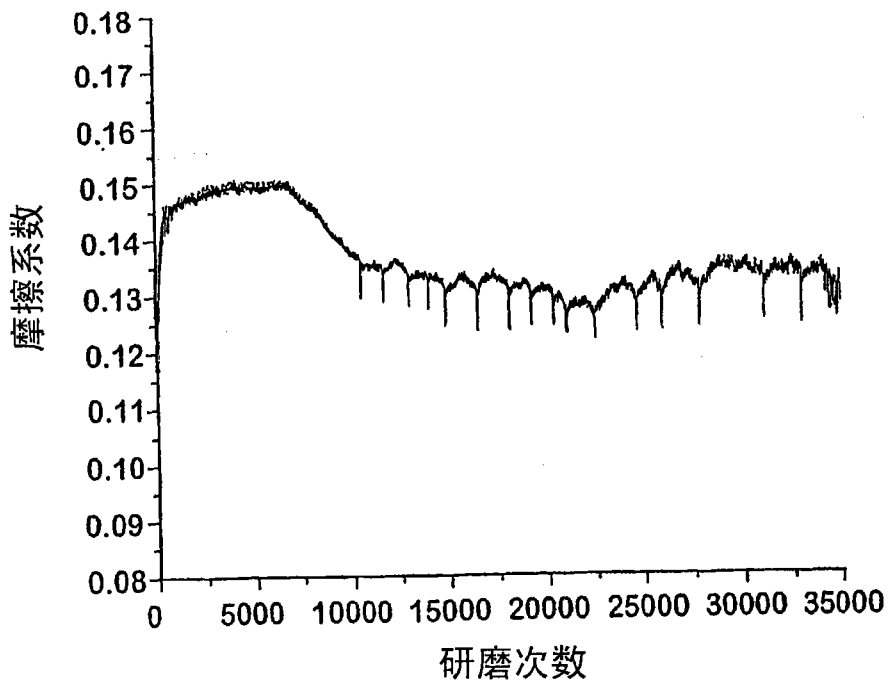


图 9

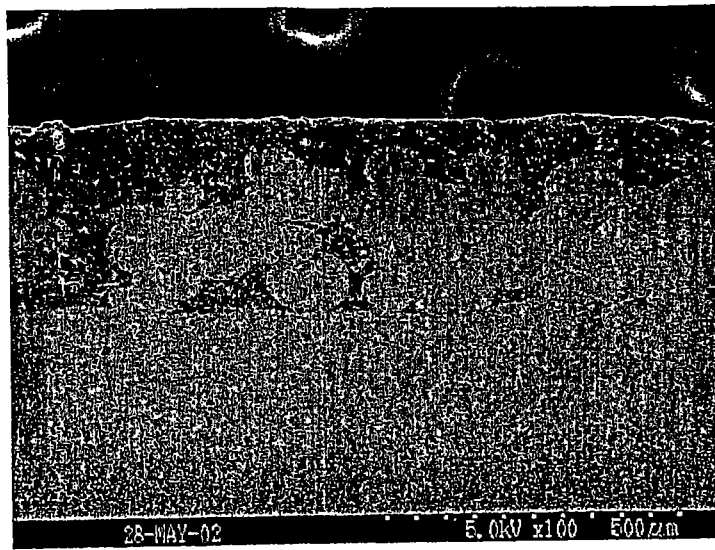


图 10

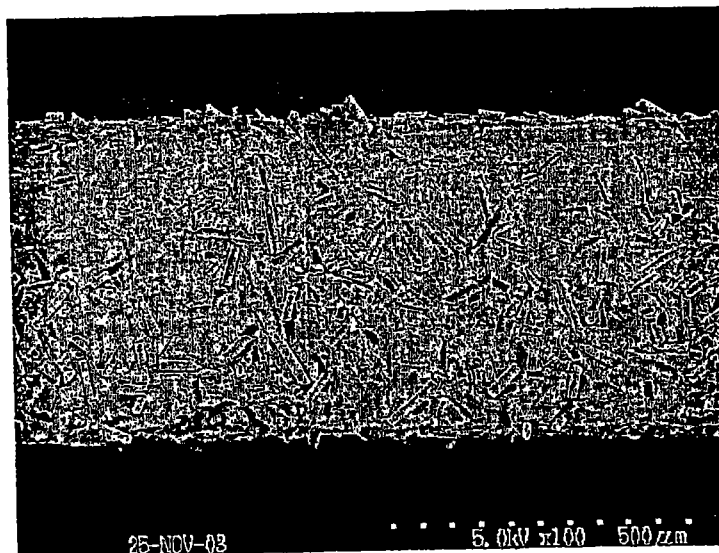


图 11

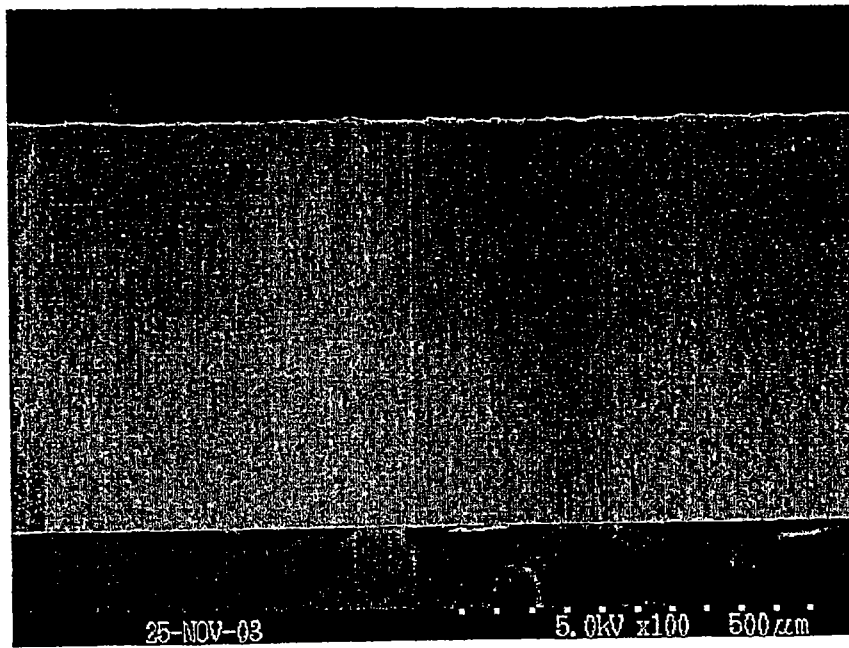


图 12

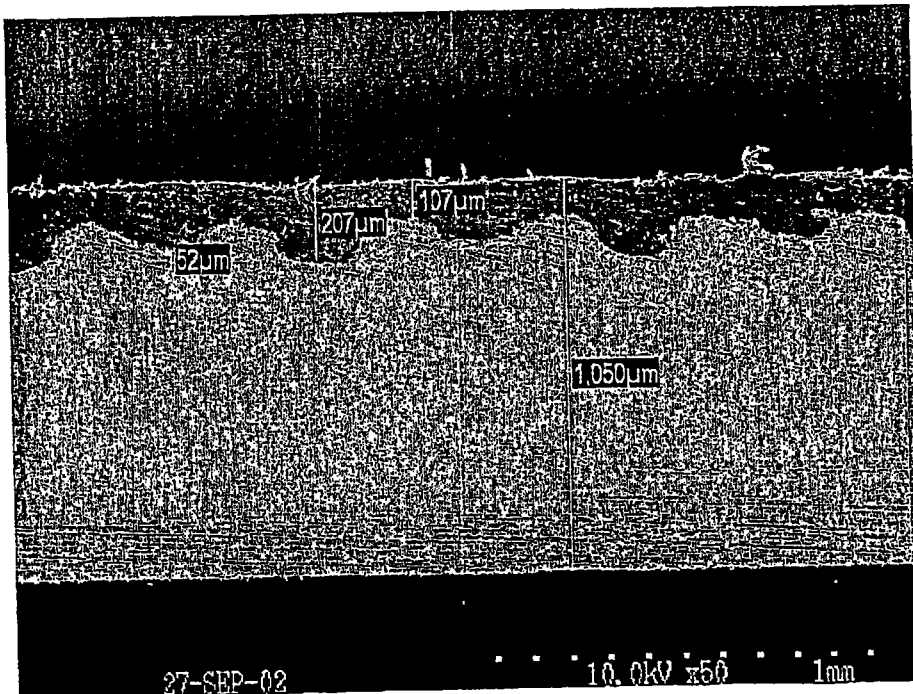


图 13

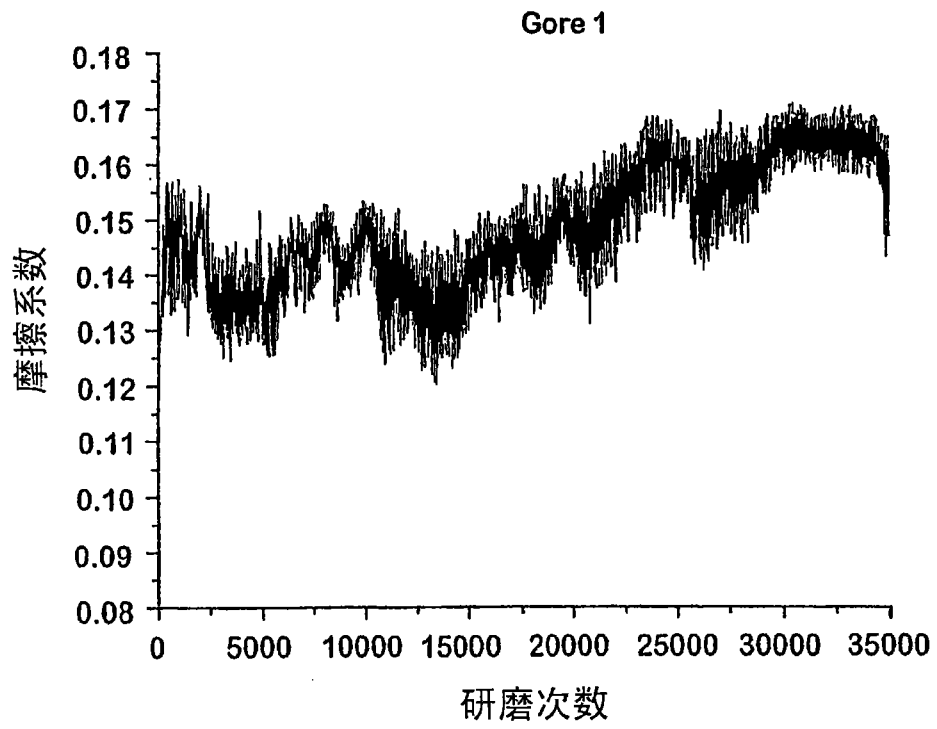


图 14