

说明书

发明名称: 一种具有表面不粘性全氟橡胶制品的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及层状产品技术领域，具体涉及一种具有表面不粘性全氟橡胶制品的制备方法。

背景技术

[0002] 全氟橡胶制品具有高洁净度、耐热性、耐化学性、耐等离子体等特性，并且也被应用到半导体、液晶制造设备中，但全氟橡胶制品常黏附于与之接触的金属、硅片等材质的表面，造成无法撕离，并影响了半导体、液晶制造设备在频繁执行开关操作的位置上无法正常运行，当采用机械力进行撕离时会造成硅片、全氟橡胶制品、生产设备等产品的损坏，从而降低了生产效率和产品的良品率，并进一步影响到设备的性能。

[0003] 目前对于全氟橡胶制品进行表面不粘性处理的方法包括：(1)加入低熔点或低分子量的添加剂原料；(2)对氟橡胶制品进行等离子处理；(3)采用硅烷偶联剂、反应性硅树脂或用非结晶型氟聚合物树脂制备涂层对氟橡胶制品进行表面涂层；(4)采用全氟树脂与全氟橡胶生胶进行共混，利用最终制品表面的全氟塑料富集区域提供不粘性。采用上述处理方法会存在的问题，需进一步改进，包括加入添加剂可能会引起气体的释放或引入新的污染物，对于纯净度要求高的应用领域有致命的影响；并且也存在全氟橡胶与反应性硅树脂不同材质间的粘结问题，且表面处理层硅树脂的力学强度不高，耐溶剂性、耐油性及耐化学品性能稍差，影响全氟橡胶密封件的使用场合；并且非结晶型全氟树脂的价格十分昂贵，产量低，用非结晶系氟聚合物涂覆的方法也无法大规模使用。将全氟橡胶与全氟树脂进行共混改性的方法对氟橡胶/氟树脂的原材料厂家而言时比较容易实现，因为两类氟聚合物材料以刚聚合出时的原始形态进行共混比较容易实现，对于后端的加工厂商而言，难以实施。

[0004] 专利申请号为CN200810034222.X的中国专利公开一种不含全氟辛酸的水性聚醚砜不粘涂料组成及其制备方法，用于电饭锅的不粘涂层，并不是针对氟橡胶

制品进行表面涂层处理。因此，提供一种具有表面不粘性全氟橡胶制品的制备方法是目前需要解决的技术问题。

[0005] 发明内容

[0006] 为了解决上面问题，本发明提供了一种具有表面不粘性全氟橡胶制品的制备方法，包括以下步骤：S1.制备全氟橡胶制品：将全氟橡胶生胶与硫化剂进行混合后得到混炼胶；将混炼胶进行高温硫化得到全氟橡胶制品；

[0007] S2.表面处理：对全氟橡胶制品进行表面粗糙化和去油脂处理；

[0008] S3.一步表面处理：将FEP乳液、聚醚砜的水性分散液以及SiO₂混合均匀得到涂料a喷涂或浸渍在全氟橡胶制品的表面，进行加热后得到表面预处理的全氟橡胶制品；

[0009] S4.两步表面处理：在表面预处理的全氟橡胶制品表面进行喷涂或浸渍不粘性涂料a并进行加热，加热后得到具有表面不粘性全氟橡胶制品；

[0010] 所述S2中对全氟橡胶制品进行表面粗处理后全氟橡胶制品的表面粗糙度Ra大于5 μm；

[0011] 所述S4中加热的温度设置低于360℃。

[0012] 进一步的，所述S2中对全氟橡胶制品的表面采用喷砂、粗磨、水磨等方法进行表面粗糙化处理，刷去表面残留的颗粒物，采用有机溶剂进行脱脂。

[0013] 进一步地，所述S2中采用丙酮对全氟橡胶制品的表面脱脂。

[0014] 为了改善全氟橡胶制品表面粘性的问题，申请人在实验中意外发现，通过对全氟橡胶制品进行表面粗糙化和去油脂处理后再进行两步表面处理，特别是处理后全氟橡胶制品的表面粗糙度Ra大于5 μm时，可以提高全氟橡胶制品表面与涂层的结合牢度，并且在外力的作用下也不会出现表面涂层脱落的问题，特别是在高温水中进行外力作用时全氟橡胶制品的表面涂层不会出现脱落，不产生颗粒物的掉落，表面涂层的牢度高，并且提高了全氟橡胶制品的永久性使用寿命，并且全氟橡胶制品在使用过程中的表面不粘性效果好，特别是在受压下与金属、硅片等材质的表面进行接触时，易撕离，不会造成硅片、全氟橡胶制品、生产设备等产品的损坏，提升了生产效率和产品的良品率。

[0015] 优选地，所述S1中高温硫化为采用一次模压硫化和二次硫化的硫化工艺。

- [0016] 进一步地,所述将混炼胶放置到160–180℃下加热10–20min,同时保持在5MPa的压力下进行一次模压硫化得到硫化胶a;将硫化胶a放置到280–300℃下加热至少20h进行二次硫化得到全氟橡胶制品。
- [0017] 进一步地,将混炼胶放置到170℃下加热15min,同时保持在5MPa的压力下进行一次模压硫化得到硫化胶a;将硫化胶a放置到290℃下加热至少20h进行二次硫化得到全氟橡胶制品。
- [0018] 优选地,所述S1中采用的全氟橡胶可包含45–80mol%的四氟乙烯单体单元,15–55mol%的全氟醚单体单元,以及0.1–5mol%的全氟橡胶的交联点单体单元。
- [0019] 优选地,所述全氟橡胶的交联点单体单元含有C–X(X为碘或溴)、腈基、羧基或烷氧基羰基等官能团中的一种或几种的组合。
- [0020] 优选地,所述填料包括有机填料或无机填料。
- [0021] 进一步的,所述填料包括炭黑、二氧化硅中的一种或两种。
- [0022] 优选地,所述硫化剂包括有机金属化合物、含氨基的有机化合物或其官能化的衍生物中的一种或多种的组合。
- [0023] 进一步的,所述硫化剂为双氨基苯酚硫化剂。
- [0024] 优选地,所述S1中全氟橡胶制品的制备原料中还包括硫化促进剂。
- [0025] 优选地,所述硫化促进剂包括多官能团马来酰亚胺、N,N'-间苯撑双马来酰亚胺、三烯丙基异氰脲酸酯中的一种或多种的组合。
- [0026] 优选地,所述涂料a的制备原料选自氟树脂、氟橡胶生胶、增粘组合物、分散剂中的至少一种。
- [0027] 优选地,所述氟橡胶生胶的形态可为颗粒状、粉末或液体分散液,根据涂覆用涂层材料的形态不同,分别优选粉末和分散液形态。
- [0028] 优选地,所述氟树脂的熔点为250–350℃。
- [0029] 优选地,所述氟树脂形态可为粉末或液体分散液。
- [0030] 优选地,所述氟树脂选自聚四氟乙烯、四氟乙烯–全氟烷基醚共聚物、四氟乙烯六氟丙烯共聚物、乙烯–四氟乙烯共聚物中的一种或多种的组合。
- [0031] 优选地,所述增粘组合物包括热塑性树脂、硫化剂。

- [0032] 进一步地，所述增粘组分的含量为0.05wt%–5wt%，优选为0.1wt%–2wt%。
- [0033] 优选地，所述硫化剂选自有机过氧化物、无机过氧化物、氨基苯、双氨基苯酚类化合物、噁唑、咪唑、噻唑、三嗪类化合物中的一种或多种。
- [0034] 优选地，所述增粘组合物还可包括硫化促进剂；所述硫化促进剂选自多官能团马来酰亚胺PAPI、N,N'-间苯撑双马来酰亚胺、三烯丙基异氰脲酸酯中的一种或多种。
- [0035] 优选地，所述分散剂选自水、有机溶剂、表面活性剂、改性添加剂中的至少一种。
- [0036] 发明人在实验过程中发现，通过采用分散剂可以将采用的原料组分共同形成均匀分散的液体组合物，并能进一步调整液体组合物的粘度、固含量和表面张力，并进一步使涂料a在全氟橡胶制品表面均匀分散，并能均匀地附着在全氟橡胶制品表面，有利涂料a在进行固化时能形成厚度均匀、附着性良好的薄膜层。
- [0037] 进一步地，所述热塑性树脂的热变形温度大于200℃。
- [0038] 进一步地，所述热塑性树脂中包括酰胺基、酰亚胺基、硫醚基、砜基、醚基、次苯基中的一种或多种的组合。
- [0039] 进一步地，所述热塑性树脂选自聚酰胺酰亚胺、聚苯硫醚、聚醚砜、液晶聚合物中的一种或多种。
- [0040] 进一步地，所述热塑性树脂为聚醚砜、聚酰胺酰亚胺中的一种或两种。
- [0041] 进一步地，所述涂料a中的氟树脂选自聚四氟乙烯、四氟乙烯-全氟烷基醚共聚物、四氟乙烯六氟丙烯共聚物、乙烯-四氟乙烯共聚物中的一种或多种的组合。
- [0042] 优选地，所述氟橡胶生胶中可包含腈基。
- [0043] 作为一种优选的实例，所述氟橡胶生胶可选用的原料包括FFKM1、FFKM2。
- [0044] 所述FFKM1为含腈基全氟橡胶，其购买厂家为美国3M公司，型号为PF E-131TZ。
- [0045] 所述FFKM2为耐热型全氟橡胶，其购买厂家和型号为美国苏威(Solvay)，型号为PFR 95。
- [0046] 优选地，所述不粘性涂料a的制备原料包括熔点为250–350℃的氟树脂。
- [0047] 优选地，所述不粘性涂料a的状态为粉末状或乳液状。

- [0048] 优选地，所述氟树脂选自聚四氟乙烯、四氟乙烯-全氟烷基醚共聚物、四氟乙烯六氟丙烯共聚物、乙烯-四氟乙烯共聚物中的一种或多种的组合。
- [0049] 在一种实施方式中作为氟树脂的实例，可列举的有日本三井科慕MJ-102，粒径约5-50 μm 的PFA粉末、上海三爱富FR463的FEP乳液。
- [0050] 所述PFA为四氟乙烯-全氟烷基醚共聚物。
- [0051] 所述FEP为四氟乙烯六氟丙烯共聚物。
- [0052] 优选地，所述S4中加热的温度为大于不粘性涂料a中包含树脂材料熔点10-60℃。
- [0053] 进一步地，所述S4中加热的温度设置为高于不粘性涂层材料熔点温度20-50℃，并控制在低于氟橡胶材料开始发生降解劣化的温度。
- [0054] 为了提高对全氟橡胶制品进行两步表面处理后涂层间的结合牢度，申请人在实验中创造性的发现，通过进行一步表面处理时，采用涂料a进行一步表面处理，并且涂料a的制备原料中包括氟树脂、氟橡胶生胶、增粘组合物、分散剂时，并且树脂含量为30-95wt%、氟橡胶含量为0-40wt%、热塑性树脂0-5wt%，分散剂余量时，采用热变形温度大于200℃的聚醚砜或聚酰胺酰亚胺作为热塑性树脂对全氟橡胶制品进行一步表面处理，经过表面处理后再加热时高于氟树脂的熔点和氟橡胶的硫化温度下进行干燥，使全氟橡胶制品的外层形成中间粘结层，并通过进行两步表面处理时采用的粉末状或乳液状的氟树脂进行两步表面处理，所述氟树脂的熔点为250-350℃，并且加热的温度设置低于360℃时，可以提高全氟橡胶制品进行两步表面处理后涂层间的结合牢度，使两步表面处理后的涂层在高温下不会出现层脱落的问题。并且可以改善全氟橡胶制品在高温处理时出现黄变的问题。

附图说明

- [0055] 图1为O型圈形状图。
- [0056] 图2为实施例2制备得到的表面不粘性全氟橡胶制品表面处理层脱落状态图。
- [0057] 图3为实施例5制备得到的表面不粘性全氟橡胶制品基材黄变状态图。

有益效果

- [0058] 1.通过采用本发明中限定的表面处理方法可以改善全氟橡胶制品表面粘性的问题，在外力的作用下也不会出现表面涂层的脱落，实现永久性密封的效果。
- [0059] 2.通过采用本发明中限定的表面处理方法，使全氟橡胶制品在高温水中进行外力作用时，全氟橡胶制品的表面涂层不会出现脱落，不产生颗粒物的掉落，表面涂层的牢度高。
- [0060] 3.通过采用本发明中限定的表面处理方法，提高了全氟橡胶制品的使用寿命。
- [0061] 4.通过采用本发明中限定的表面处理方法，使全氟橡胶制品在使用过程中的表面不粘性效果好，特别是在受压下与金属、硅片等材质的表面进行接触时，易撕离，不会造成硅片、全氟橡胶制品、生产设备等产品的损坏，提升了生产效率和产品的良品率。
- [0062] 5.通过采用本发明中限定的表面处理方法，提高了全氟橡胶制品进行两步表面处理涂层间的结合牢度。

具体实施方式

- [0063] 实施例1
- [0064] 一种具有表面不粘性全氟橡胶制品的制备方法，包括以下步骤：
- [0065] S1.制备全氟橡胶制品：将1g双氨基苯酚硫化剂与100g含腈基全氟橡胶生胶在开炼机上进行混炼后得到混炼胶；将混炼胶放置到170℃下加热15min，同时保持5MPa的压力下进行一次模压硫化得到硫化胶a；将硫化胶a放置到290℃下加热20h进行二次硫化得到全氟橡胶制品；
- [0066] S2.表面处理：对全氟橡胶制品的表面采用喷砂、粗磨、水磨等方法进行表面粗糙化处理，刷去表面残留的颗粒物，采用丙酮进行脱脂，经过S2步骤的表面处理，所述全氟橡胶制品的表面粗糙度Ra大于5 μ m；
- [0067] S3.一步表面处理：取100g的PFA粉末、20gFFKM1胶粉微粉、0.3g双氨基苯酚类硫化剂混合均匀得到涂料a，将涂料a通过静电喷涂的方法喷涂在全氟橡胶制品的表面，并以2℃/min的升温速度将全氟橡胶制品加热至320℃，并在此温度下保持15min得到表面预处理的全氟橡胶制品；

- [0068] S4.两步表面处理：在表面预处理的全氟橡胶制品表面利用静电喷涂方法涂覆PFA粉末，以2°C/min的升温速度升温至330°C，并在330°C下保持10min得到具有表面不粘性全氟橡胶制品。
- [0069] 所述S1中含腈基全氟橡胶生胶的购买厂家为美国3M公司的FFKM1，型号为PFE-131TZ。
- [0070] 所述S1中双氨基苯酚硫化剂为2,2-双(3-氨基-4-羟基苯基)-六氟丙烷，CAS号为83558-87-6。
- [0071] 所述S3中一步表面处理过程中，使用涂料a的喷涂量为100g/m²。
- [0072] 所述PFA为四氟乙烯-全氟烷基醚共聚物。
- [0073] 所述S3中采用的PFA粉末的购买厂家为日本三井科慕，型号为MJ-102，粒径约5-50 μm。
- [0074] 所述S3中双氨基苯酚类硫化剂为2,2-双(3-氨基-4-羟基苯基)-六氟丙烷，CAS号为83558-87-6。
- [0075] 所述S4中两步表面处理过程中，使用PFA粉末喷涂量为100g/m²。
- [0076] 所述S4中采用的PFA粉末的购买厂家为日本三井科慕，型号为MJ-102，粒径约5-50 μm。
- [0077] 实施例2
- [0078] 一种具有表面不粘性全氟橡胶制品的制备方法，包括以下步骤：
- [0079] S1.制备全氟橡胶制品：将100g全氟橡胶生胶、20g炭黑、10g二氧化硅、3g硫化剂在开炼机上进行混炼后得到混炼胶；将混炼胶放置到170°C下加热15min，同时保持5MPa的压力下进行一次模压硫化得到硫化胶a；将硫化胶a放置到290°C下加热20h进行二次硫化得到全氟橡胶制品；
- [0080] S2.表面处理：对全氟橡胶制品的表面采用喷砂、粗磨、水磨等方法进行表面粗糙化处理，刷去表面残留的颗粒物，采用丙酮进行脱脂，经过S2步骤的表面处理，所述全氟橡胶制品的表面粗糙度Ra大于5 μm；
- [0081] S3.一步表面处理：将FEP乳液100g、全氟橡胶的生胶分散液20g、2,5-二甲基-2,5-双(叔丁基过氧)己烷1g、三烯丙基异氰脲酸酯3g、二氧化硅10g以及30g有

机溶剂，利用均质机混合均匀得到涂料a，将涂料a喷涂在全氟橡胶制品的表面，加热至280℃并保持10min得到表面预处理的全氟橡胶制品；

[0082] S4.两步表面处理：在表面预处理的全氟橡胶制品表面进行喷涂FEP乳液，并置于290℃下加热10min得到具有表面不粘性全氟橡胶制品。

[0083] 所述S1中采用全氟橡胶生胶为耐热型全氟橡胶，所述耐热型全氟橡胶的购买厂家为美国苏威(Solvay)，型号为PFR 95。

[0084] 所述S1中采用炭黑的购买厂家为美国卡博特，型号为N330。

[0085] 所述S1中采用二氧化硅的购买厂家为赢创AEROSIL®R-208。

[0086] 所述S1中采用硫化剂为2,5-二甲基-2,5-双叔丁基过氧化己烷，CAS号为78-63-7。

[0087] 所述FEP为四氟乙烯六氟丙烯共聚物。

[0088] 所述S3中采用FEP乳液的购买厂家为上海三爱富，型号为FR463。

[0089] 所述S3中采用全氟橡胶的生胶的分散液中包含30wt%全氟橡胶生胶和70wt%含有含氟表面活性剂的水溶液。

[0090] 所述含氟表面活性剂的水溶液中含氟表面活性剂与水的质量比为0.5:100。

[0091] 所述含氟表面活性剂可购买的厂家为济南齐氟新材料技术有限公司，型号全氟己基氧化胺CF386N。

[0092] 所述全氟橡胶生胶的购买厂家为美国苏威(Solvay)，型号为PFR 95。

[0093] 所述S3中采用的有机溶剂为丁醇和乙酸乙酯；所述丁醇与乙酸乙酯的重量

[0094] 比为1: 1。

[0095] 所述S4中采用FEP乳液的购买厂家为上海三爱富，型号为FR463。

[0096] 所述S3中一步表面处理过程中，使用涂料a的喷涂量为100g/m²。

[0097] 所述S4中两步表面处理过程中，使用FEP乳液喷涂量为100g/m²。

[0098] 实施例3

[0099] 一种具有表面不粘性全氟橡胶制品的制备方法，包括以下步骤：

[0100] S1.制备全氟橡胶制品：将1g双氨基苯酚硫化剂与100g含腈基全氟橡胶生胶在开炼机上进行混炼后得到混炼胶；将混炼胶放置到170℃下加热15min，同时保

持5MPa的压力下进行一次模压硫化得到硫化胶a；将硫化胶a放置到290℃下加热20h进行二次硫化得到全氟橡胶制品；

- [0101] S2.表面处理：对全氟橡胶制品的表面采用喷砂、粗磨、水磨等方法进行表面粗糙化处理，刷去表面残留的颗粒物，采用丙酮进行脱脂，经过S2步骤的表面处理，所述全氟橡胶制品的表面粗糙度Ra大于5 μm ；
- [0102] S3.一步表面处理：将100g的FEP乳液、5g聚醚砜的水性分散液以及10gSiO₂混合均匀得到涂料a，将涂料a喷涂在全氟橡胶制品的表面，加热至280℃并保持10min得到表面预处理的全氟橡胶制品；
- [0103] S4.两步表面处理：在表面预处理的全氟橡胶制品表面进行喷涂FEP乳液，并置于300℃下加热10min得到具有表面不粘性全氟橡胶制品。
- [0104] 所述S1中含腈基全氟橡胶生胶的购买厂家为美国3M公司的FFKM1，型号为PFE-131TZ。
- [0105] 所述S1中双氨基苯酚硫化剂为2,2-双(3-氨基-4-羟基苯基)-六氟丙烷，CAS号为83558-87-6。
- [0106] 所述FEP为四氟乙烯六氟丙烯共聚物。
- [0107] 所述S3中采用FEP乳液的购买厂家为上海三爱富，型号为FR463。
- [0108] 所述S3中聚醚砜的水性分散液的购买厂家为夸克WP-421。
- [0109] 所述S3中SiO₂的购买厂家和型号为赢创AEROSIL®R-208。
- [0110] 所述S4中采用FEP乳液的购买厂家为上海三爱富，型号为FR463。
- [0111] 所述S3中一步表面处理过程中，使用涂料a的喷涂量为100g/m²。
- [0112] 所述S4中两步表面处理过程中，使用FEP乳液喷涂量为100g/m²。
- [0113] 实施例4
- [0114] 一种具有表面不粘性全氟橡胶制品的制备方法，包括以下步骤：
- [0115] S1.制备全氟橡胶制品：将1g双氨基苯酚硫化剂与100g含腈基全氟橡胶生胶在开炼机上进行混炼后得到混炼胶；将混炼胶放置到170℃下加热15min，同时保持5MPa的压力下进行一次模压硫化得到硫化胶a；将硫化胶a放置到290℃下加热20h进行二次硫化得到全氟橡胶制品；

- [0116] S2.表面处理：对全氟橡胶制品的表面采用喷砂、粗磨、水磨等方法进行表面粗糙化处理，刷去表面残留的颗粒物，采用丙酮进行脱脂，经过S2步骤的表面处理，所述全氟橡胶制品的表面粗糙度 R_a 大于 $5\mu\text{m}$ ；
- [0117] S3.一步表面处理：将100g的PTFE乳液、1g聚酰胺酰亚胺水性分散液混合均匀得到涂料a，将涂料a喷涂在全氟橡胶制品的表面，放在 340°C 的烘箱加热10min得到表面预处理的全氟橡胶制品；
- [0118] S4.两步表面处理：在表面预处理的全氟橡胶制品浸渍到PTFE乳液中浸渍20s，浸渍后放在 340°C 的烘箱加热10min得到具有表面不粘性全氟橡胶制品。
- [0119] 所述S1中含腈基全氟橡胶生胶的购买厂家为美国3M公司的FFKM1，型号为PFE-131TZ。
- [0120] 所述S1中双氨基苯酚硫化剂为2,2-双(3-氨基-4-羟基苯基)-六氟丙烷，CAS号为83558-87-6。
- [0121] 所述S3中采用的PTFE乳液的购买厂家及型号为三爱富FR303A。
- [0122] 所述S3中采用的聚酰胺酰亚胺水性分散液的购买厂家及型号为夸克新材SI-308。
- [0123] 所述S4中采用的PTFE乳液的购买厂家及型号为三爱富FR303A。
- [0124] 所述S3中一步表面处理过程中，使用涂料a的喷涂量为 $100\text{g}/\text{m}^2$ 。
- [0125] 实施例5
- [0126] 一种具有表面不粘性全氟橡胶制品的制备方法，包括以下步骤：
- [0127] S1.制备全氟橡胶制品：将1g双氨基苯酚硫化剂与100g含腈基全氟橡胶生胶在开炼机上进行混炼后得到混炼胶；将混炼胶放置到 170°C 下加热15min，同时保持5MPa的压力下进行一次模压硫化得到硫化胶a；将硫化胶a放置到 290°C 下加热20h进行二次硫化得到全氟橡胶制品；
- [0128] S2.表面处理：对全氟橡胶制品的表面采用喷砂、粗磨、水磨等方法进行表面粗糙化处理，刷去表面残留的颗粒物，采用丙酮进行脱脂，经过S2步骤的表面处理，所述全氟橡胶制品的表面粗糙度 R_a 大于 $5\mu\text{m}$ ；

- [0129] S3.一步表面处理：将100g的PTFE乳液、1g聚酰胺酰亚胺水性分散液混合均匀得到涂料a，将涂料a喷涂在全氟橡胶制品的表面，放在340℃的烘箱加热10min得到表面预处理的全氟橡胶制品；
- [0130] S4.两步表面处理：在表面预处理的全氟橡胶制品浸渍到PTFE乳液中浸渍20s，浸渍后放在360℃的烘箱加热10min得到具有表面不粘性全氟橡胶制品。
- [0131] 所述S1中含腈基全氟橡胶生胶的购买厂家为美国3M公司的FFKM1，型号为PFE-131TZ。
- [0132] 所述S1中双氨基苯酚硫化剂为2,2-双(3-氨基-4-羟基苯基)-六氟丙烷，CAS号为83558-87-6。
- [0133] 所述S3中采用的PTFE乳液的购买厂家及型号为三爱富FR303A。
- [0134] 所述S3中采用的聚酰胺酰亚胺水性分散液的购买厂家及型号为夸克新材SI-308。
- [0135] 所述S4中采用的PTFE乳液的购买厂家及型号为三爱富FR303A。
- [0136] 所述S3中一步表面处理过程中，使用涂料a的喷涂量为100g/m²。
- [0137] 性能测试
- [0138] 1.涂层牢度测试：
- [0139] 取实施例1-5制备得到的具有表面不粘性全氟橡胶制品各10件，置于100g的去离子水中，在常压100℃下水煮1小时，再在70℃中超声波处理15分钟，检测去离子水中的颗粒物，粗筛过滤、干燥，测试固体掉落物质的质量及固体掉落情况，去掉最大值和最小值，取平均值，测试结果见表1。
- [0140] 所述全氟橡胶制品为全氟橡胶密封件，形状结构为O型圈，所述O型圈形状见图1。
- [0141] 通过图2可以看出实施例2制备得到的表面不粘性全氟橡胶制品的表面处理层有脱落。
- [0142] 2.粘力测试：
- [0143] 根据涂层牢度测试结果，按照无掉落固体物质的实施例中制备得到的全氟橡胶制品进行测试，具体取实施例1、实施例3、实施例5中制备得到的具有表面不粘性全氟橡胶制品各10件，置于粗糙度不大于1.0 μm的304不锈钢测试模具中，拧

紧紧固螺母使全氟橡胶制品(O型圈)的变形量为25%，在204℃放置24小时后取出，先冷却至室温，3小时后通过拉伸试验机测量从不锈钢之间模具上拉开O型圈所需要的最小拉伸力，拉伸速度为1mm/s，测得的即为此条件下O型圈的粘力值，去掉最大值和最小值，取平均值，测试结果见表1。

[0144] 3.耐等离子体测试

[0145] 使用不同的等离子体处理气体(O₂、四氟化碳CF₄、O₂与CF₄的体积比为1:1的共混物(O₂/CF₄))，在100℃的温度下，800w的功率下测试实施例1-5制备得到的具有表面不粘性全氟橡胶制品在60分钟后的质量损失率，O₂、O₂与CF₄的体积比为1:1的共混物作为等离子体处理气体进行测试时设定的真空度为15mtorr，CF₄作为等离子体处理气体进行测试时的真空度为40mtorr；等离子体处理气体的气体流量均设定为80sccm；实施例1-5制备得到的具有表面不粘性全氟橡胶制品各10件，去掉最大值和最小值，取平均值，测试结果见表1。

[0146] 表1

测试项目		实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5
固体掉落情况		无	有	无	有	无，基材变黄
掉落量 (mg)		0	0.2	0	0.5	0
表面粘力(N)		100	-	20	-	0
耐等离子体测	O ₂	15.61	23.36	13.21	25.97	20.86
	CF ₄	10.52	15.43	7.89	19.59	19.36

试的质量损失率 (%)	O ₂ /CF ₄	14.55	25.69	15.73	21.67	23.33
-------------	---------------------------------	-------	-------	-------	-------	-------

权利要求书

- [权利要求 1] 一种具有表面不粘性全氟橡胶制品的制备方法，其特征在于，包括以下步骤：
- S1.制备全氟橡胶制品：将全氟橡胶生胶与硫化剂进行混合后得到混炼胶；将混炼胶进行高温硫化得到全氟橡胶制品；
- S2.表面处理：对全氟橡胶制品进行表面粗糙化和去油脂处理；
- S3.一步表面处理：将FEP乳液、聚醚砜的水性分散液以及SiO₂混合均匀得到涂料a喷涂或浸渍在全氟橡胶制品的表面，进行加热后得到表面预处理的全氟橡胶制品；
- S4.两步表面处理：在表面预处理的全氟橡胶制品表面进行喷涂或浸渍不粘性涂料a并进行加热，加热后得到具有表面不粘性全氟橡胶制品；
- 所述S2中对全氟橡胶制品进行表面粗处理后全氟橡胶制品的表面粗糙度Ra大于5 μ m；
- 所述S4中加热的温度设置低于360℃；
- 所述不粘性涂料a的制备原料为熔点为250–350℃的氟树脂，所述不粘性涂料a的状态为粉末状或乳液状；所述氟树脂为四氟乙烯六氟丙烯共聚物。
- [权利要求 2] 如权利要求1所述的具有表面不粘性全氟橡胶制品的制备方法，其特征在于，所述硫化剂包括有机金属化合物、含氨基的有机化合物中的一种或两种的组合。
- [权利要求 3] 如权利要求1所述的具有表面不粘性全氟橡胶制品的制备方法，其特征在于，所述S4中加热的温度为大于不粘性涂料a中包含树脂材料熔点10–60℃。
- [权利要求 4] 如权利要求3所述的具有表面不粘性全氟橡胶制品的制备方法，其特征在于，所述S4中加热的温度为大于不粘性涂料a中包含树脂材料熔点20–50℃。