

Анализ изготовления ПТФЕ-изделий

Основная проблема, которая возникает при изготовлении седельного кольца и сальника штока на участке ПТФЕ (политетрафторэтилен – кристаллический полимер, химическое название фторопласта-4, Teflon) это неконтролируемый разброс линейных и диаметральных размеров, деформация и малая прочность готовых изделий.

Тефлон (фторопласт-4) - белое, в тонком слое прозрачное вещество, по виду напоминающее парафин или полиэтилен. Плотность по ГОСТ 10007-80 от 2,18 до 2,21 г/см³.

При анализе изготовления ПТФЕ-изделий были проведены исследования, а также использована научно-техническая и патентная литература.

Основной трудностью при прямом прессовании изделий является достижение равномерной плотности во всех его частях. При нагревании изделий из фторопласта-4 в них часто возникают внутренние напряжения, вызывающие необратимое изменение размеров. Иногда вместо ожидаемого при нагревании удлинения образца он сокращается.

Для понимания процессов которые происходят в данном материале нужно понимать его физико-химические свойства, которые приведены ниже.

Неспеченный **Фторопласт-4 (в виде порошка)** имеет степень кристалличности 95-98%, **после спекания** - от 50% (закаленный) и до 68-70% (незакаленный). Ниже 19,6°C элементарная ячейка кристалла фторопласта-4 состоит из 13 групп CF₂ (полимер), выше 19,6°C - из 15 групп CF₂. При 19,6°C трехклинномерная упаковка переходит в менее упорядоченную, гексагональную, что сопровождается увеличением объема кристаллитов на 0,0058 см³/г (1,2 объемн. %), или увеличением объема образца при степени кристалличности 68% на 0,74%. При наличии внешнего давления точка перехода понижается на 0,013°C на каждую атмосферу. При 30°C имеет место второй переход кристаллической структуры, но изменение объема составляет едва 1/10 часть изменения объема при 19,6°C. Под высоким давлением (4500 кгс/см² при 70°C) возникает третий переход.

При 327°C кристаллиты фторопласта-4 плавятся, и он становится полностью аморфным, совершенно прозрачным (при отсутствии пористости), высокоэластичным, но не течет. Объем возрастает на 20%.

Точка плавления зависит от внешнего давления - на каждую атмосферу повышается на 0,154 °C. При остывании расплава ниже 327°C образец мутнеет и становится непрозрачным - молочно-белым. Скорость кристаллизации зависит от температуры (максимальная скорость при 310-315°C), от продолжительности выдержки в расплавленном состоянии при 370-390°C (чем больше время спекания, тем быстрее кристаллизуется образец) и от среднего молекулярного веса полимера (чем ниже молекулярный вес полимера, тем быстрее он кристаллизуется). На этом основан метод косвенной оценки молекулярного веса фторопласта-4: образец в виде диска толщиной 2 мм спекают при 370°C в течение 13 ч и охлаждают от 370 до 250°C в течение 5 ч. По плотности полученного образца при 23°C можно оценить молекулярный вес: 2,16-2,19 г/см³- для высокомолекулярного полимера, 2,20-2,22 г/см³- для низкомолекулярного.

При изготовлении изделий из фторопласта-4 методом прессования и последующего спекания, наблюдаются существенные колебания конечных размеров – усадка и дополнительная усадка (после спекания).

Усадка - уменьшение объема или изменение линейных размеров в результате их охлаждения. Величина усадки зависит от физико-химических свойств, от природы и количества наполнителя, свойств связующего, давления прессования, температуры и скорости спекания, скорости охлаждения, содержания влаги в материале, характера течения. Исследования показали, что *усадка увеличивается с ростом диаметра изделия тем больше, чем тоньше изготавливаемое кольцо и снижается с увеличением высоты изделия при постоянном диаметре* (рис.1).

В технологии используется *расчетная усадка* (по ГОСТ 18616-80), которая определяется из соотношения:

$$MS = \frac{L_0 - L_1}{L_0} \cdot 100\%$$

где L₀ - размер пресс-формы, при температуре 20-25°C;

L₁ - размер отформованного образца, при температуре 20-25°C.

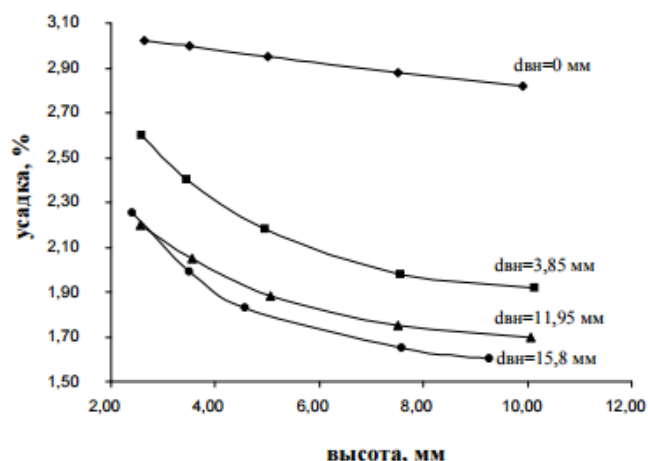


Рисунок 1 - Зависимость величины усадки от высоты изделия из Ф-4 Д=20 мм

Дополнительная усадка (по ГОСТ 18616-80), определяется из соотношения:

$$PS = \frac{L_1 - L_2}{L_1} \cdot 100\%$$

где L_1 - размер образца перед термообработкой, при температуре 20-25°C;

L_2 - размер образца после термообработки, при температуре 20-25°C.

Анизотропия усадки (a) или *дополнительной усадки* (a') (по ГОСТ 18616-80), определяется из соотношения:

$$a = \frac{MS_b}{MS_l}; \quad a' = \frac{PS_b}{PS_l}$$

где MS_l , PS_l – величина усадки или дополнительной усадки вдоль направления формования, %;

MS_b , PS_b – величина усадки или дополнительной усадки перпендикулярно направлению формования, %;

Таким образом, с ростом размеров (массы) деталей из фторопласта–4 усадка колеблется от 2,5 – 3,0 %, а на ее величину сильное влияние оказывает плотность прессованных изделий.

Усадка заготовок в разных направлениях (анизотропия)

Показатели по усадке стандартных образцов в разных направлениях прессования для каждой партии порошка могут отличаться. Нужно знать зависимость величины усадки от давления и скорости прессования порошка. Здесь проявляется зависимость размеров частиц, возникающих при высокой температуре и очень большой скорости перемешивания в процессе полимеризации. Есть зарубежные патенты, в которых указаны способы определения напряженного состояния частиц РТФЕ. Усадка заготовок может быть сведена к минимуму, если подобрать необходимые для этого условия прессования и спекания заготовок, хотя бы в начале прессования, но для этого в порошке должны отсутствовать частицы с высокой степенью тяжелого состояния.

Последующее охлаждение вызывает изменение линейных размеров изделия, т.е. появление усадки. Вследствие того что большинство изделий формуется за счет сдвигового течения, появляется *анизотропия усадки*, т.е. размеры по различным направлениям изменяются неодинаково (отношение величины усадки перпендикулярно направлению формования к величине усадки вдоль направления формования). Кроме того в изделии могут появиться остаточные напряжения.

Уменьшение линейных размеров изделий и анизотропия усадки зависят от строения полимера и условий формования.

Измерение размеров готового изделия

Измерение размеров изделий проводится после выдержки их с момента изготовления не менее 16 ч и не более 20 ч, при температуре $23 \pm 2^\circ\text{C}$ с точностью до 0,01 мм (ГОСТ 18616-80).

Вследствие действия различных факторов *усадка не постоянна, она колеблется*. Поэтому на точность изготовления изделия влияет не столько величина усадки, сколько ее колебания. Именно колебания усадки являются тем фактором, который трудно учесть и компенсировать при изготовлении пресс-формы и на стадии формования изделия.

Зависимость усадки от давления прессования

Отношение линейной усадки с увеличением размера частиц порошка растет. Это говорит о том, что усадочное отношение зависит не только от размера частиц, но также и от давления при прессовании порошка. С приложением давления в деформированных частицах возникают напряжения. Вполне вероятно, что именно напряжения определяют направление перемещения вакансий и атомов в процессе спекания. Возможно также, что приложение давления вызывает некоторую определенную структурную ориентацию в порошковом теле, например ориентацию поверхностей частиц, границ зерен, направления пор. Наибольшая объемная усадка наблюдается при спекании свободно насыпанных порошков; по мере роста давления прессования объемная усадка брикетов уменьшается. *Анизотропия линейной усадки, с увеличением давления возрастает: отношение радиальной и осевой усадок несколько меньше единицы (0,88) для свободно насыпанных порошков и больше единицы (1,07-1,29) для образцов, спрессованных под давлением.* Чем больше приложенное давление, тем больше радиальная усадка по сравнению с осевой. В направлении действия силы тяжести усадка почти на 15% больше, чем в направлении, перпендикулярном действию силы тяжести, независимо от того, было ли это направление радиальным или осевым по отношению к форме.

Зависимость усадки и скорости отверждения от влаги

При повышенном содержании влаги увеличивается усадка и коробление изделий, снижаются их физико-механические свойства. Величина усадки зависит от содержания влаги в материале, которая вносится в материал с наполнителями на стадии приготовления материала при вальцевом методе приготовления пресс-порошков, при хранении и транспортировке. Согласно ГОСТ 10007-80 массовая доля влаги, должна быть не более 0,02%.

На скорость отверждения оказывает влияние содержание влаги в пресс-материале. Чем больше влаги, тем медленнее происходит отверждение. Содержание летучих и влаги может быть снижено предварительным нагревом или сушкой пресс-материала перед прессованием.

Влияние скорости прессования

Скорость прессования, под которой понимают *скорость движения прессующего пуансона*, существенно влияет на величину давления прессования. Физическая природа явлений, происходящих при прессовании сыпучего материала с высокими скоростями, очень сложна. При этом могут изменяться физические свойства частиц материалов: пределы прочности и текучести материала, коэффициенты внешнего и внутреннего трения частиц, характер деформаций. Помимо этого, *на процесс прессования оказывает влияние воздух*, запрессованный между частицами порошка таблетки.

С увеличением скорости прессования возрастает сопротивление материала таблетки деформации, т.е. увеличивается доля упругих деформаций контактов. Доля пластических деформаций контактов, развитие которых происходит во времени, уменьшается.

Скорость движения пуансона (регулируется специальным приспособлением) не должна быть слишком высокой, так как при этом трудно точно регулировать давление в полости формы даже при наличии предохранительных пневматических клапанов. Значительное снижение скорости движения плунжера в момент окончания замыкания прессформы устраняет выбрасывание материала из её

гнезд (уменьшение пылеобразования) и обеспечивает работу без толчков, что сокращает удельный расход прессовочного материала и уменьшает выпрессовки (заусенцы).

Скорость движения пуансона до соприкосновения с прессматериалом должна быть достаточно велика, чтобы сократить продолжительность операции. Как только пуансон достигнет прессматериала, его надо опускать медленнее, чтобы не произошло удара пуансона по материалу и матрице, что может вызвать поломку тонких деталей прессформы и смещение арматуры. В итоге это приводит к быстрому износу прессформы. При ударе из прессформы часто выбрасывается часть нетаблетированного материала и изделие получается бракованным, с недопрессовкой.

Скорость движения пуансона при прессовании не должна превышать 6 - 7 см/мин (60-70 мм/мин). Пример - лучше увеличивать давление в течение 5 мин и выдержать 1 мин, чем повысить давление за 1 мин и выдерживать его в течение 5 - 10 мин. Если высота таблетки более 2 - 3 см, необходимо применять пресс-формы с двусторонним сжатием, так как иначе получаются таблетки с неравномерной плотностью.

Оператор должен иметь возможность регулировать **скорость движения пуансона** в интервале от одного до нескольких миллиметров в секунду.

Возможность регулировки хода пуансона позволяет изменять при необходимости массу таблеток и степень уплотнения пресс-порошка. На практике особенно удобны таблетки одного диаметра с различной высотой.

Зависимость усадки от температуры

При повышении температуры формования усадка изделия увеличивается.

Стадии процесса изготовления PTFE - изделий

Процесс состоит из следующих стадий: подготовка порошка к формованию, холодное прессование заготовок, спекание и охлаждение заготовок.

Подготовка к формованию

Порошок фторопласта Ф-4, нужно выдержать в помещении не менее 3 суток (при переработке Ф-4, взятого из холодного помещения, происходит коробление и даже растрескивание образцов).

Загружаемый в форму порошок должен быть легкосыпучим. Для обеспечения равномерной плотности порошок перед прессованием необходимо разрыхлять и просеивать для удаления комков, а при загрузке пресс-формы тщательно разравнивать. Порошок фторопласта-4 всегда сильно наэлектризован и притягивает пыль из воздуха.

Во избежание снижения текучести сушку пресс-порошков (для удаления избыточной влаги) целесообразно проводить при умеренных температурах под вакуумом, используя для этого полочные или барабанные вакуум-сушилки.

Холодное прессование (формование)

Для получения сплошного, непористого изделия необходимо обеспечить достаточное уплотнение порошка, которое повышается с увеличением давления прессования (для Ф-4 вплоть до 40 МПа). В процессе спекания *изделие дополнительно уплотняется тем больше, чем меньше плотность заготовки*, что объясняется возрастанием контактной поверхности частиц полимера, нагретого до высокоэластического состояния.

Давление пуансона должно развиваться медленно и по достижении максимального значения выдерживаться в течение определённого времени. Плотность фторопласта в отформованной заготовке должна составлять 1,83-1,85 г/см³. Такая плотность практически достигается при давлении 30 МПа. Пресс-формы можно изготавливать из обычных малоуглеродистых сталей, поверхности которых должны быть хромированы и отполированы до Ra 0,160 - 0,125 мкм.

В зависимости от насыпной плотности ПТФЭ высота формы должна быть в 3,5-7 раз больше высоты отпрессованной заготовки.

Различные марки ПТФЭ должны прессоваться при различном давлении. Обычно для чистого полимера давление составляет 25-42 МПа (250-420 кгс/см²) и для композиций 35-100 МПа (350-1000 кгс/см²). *Большое значение для качества изделий имеет равномерное распределение порошка в форме*. Температура прессования заготовки должна быть не менее 21°C (т. е. выше температуры перехода при 19°C) и не выше 28°C. Скорость смыкания формы не должна быть слишком большой (оптимально 10-120 мм/мин) *для обеспечения удаления воздуха*. Время выдержки под давлением

зависит от массы и формы заготовки. Поскольку порошок ПТФЭ легко электризуется и притягивает пыль из воздуха, *помещение для прессования ПТФЭ отделяется от других стадий переработки и снабжается чистым отфильтрованным воздухом.*

Формование заготовок проводят в съемных пресс-формах при давлении 20-40 МПа без нагревания. Увеличение давления выше 40 МПа может привести к холодной вытяжке и в дальнейшем - к появлению трещин в изделии, а при низком давлении получаются изделия с недостаточно плотной структурой, что может привести в дальнейшем к понижению **их механической прочности и повышенной усадке.**

Поскольку различные свойства материала достигают своих максимальных значений при разных величинах времени отверждения, то их выбор в известной степени определяется назначением прессуемых изделий. С другой стороны, увеличение продолжительности выдержки не всегда ведет к дальнейшему улучшению свойств, а иногда дает и противоположный результат. Кроме того, это наиболее продолжительная операция цикла прессования, и потому снижение выдержки имеет большое значение для повышения производительности процесса.

Чем выше давление при прессовании, тем меньше усадка при спекании, но при давлении выше 40 МПа таблетка практически не уплотняется.

С целью равномерного уплотнения порошка в пресс-форме и предотвращение появления трещин в заготовке давление при прессовании следует поднимать равномерно и медленно.

Продолжительность выдержки заготовки под давлением также влияет на усадку, плотность и механические свойства материала и определяется высотой и диаметром заготовки.

Температура пресс-формы должна быть $23 \pm 2^\circ\text{C}$.

Объем загрузочной камеры пресс-формы должен в 5 раз превышать объем образца, поскольку при прессовании порошок Ф-4 (насыпная плотность $0,4-0,5 \text{ г/см}^3$) уплотняется в 4-5 раз (плотность таблеток равна приблизительно $1,83 \text{ г/см}^3$, т. е. на 25% больше плотности порошка).

Навеска Ф-4 должна равняться произведению плотности Ф-4 на заданный объем изделия. Навеску равномерно распределяют в полости пресс-формы. Утрамбовка Ф-4 и дополнительное дозирование порошка недопустимы, так как они могут вызвать растрескивание изделия во время спекания. Сразу же после распределения порошка пресс-форму закрывают. *При закрывании пресс-формы скорость опускания пуансона снижают до 10 мм/мин, чтобы удалить часть воздуха из таблетлируемого порошка.*

Спекание заготовок

Спекание заготовок выполняется в специальных печах с многосторонним электрическим нагревом и воздушной циркуляцией, выравнивающей температуру. Нагрев ступенчатый, с выдержкой при температуре 342°C (происходит плавление кристаллитов и полимер расширяется на 25%) и при $360-380^\circ\text{C}$ («сплавление» частиц полимера в монолитный блок, при этом заготовка становится прозрачной и даёт усадку). Плотность спеченной заготовки повышается до 2200 кг/м^3 , и её усадка достигает **4-9%**. Продолжительность спекания составляет от 2 до 50 ч в зависимости от размеров заготовки: примерно 1 ч на 3 мм (20 мин на 1 мм) толщины заготовки. Слишком длительное нагревание или перегрев выше 390°C вызывает частичную деструкцию полимера, появление пористости, что ухудшает механические свойства изделий.

*Время выдержки колец при спекании определяется экспериментально (опытным путём) и зависит от габаритов изделия и свойств полимера. Не следует выдерживать заготовки в печах дольше, чем это требуется для достижения полной прозрачности, т.к. увеличивается степень кристалличности изделий, что влечет за собой **снижение ударной вязкости и удлинение заготовок.***

При свободном спекании отформованную заготовку осторожно извлекают из формы и помещают в печь для спекания. При спекании заготовок при температурах выше 385°C снижается механическая прочность изделия, а ниже 370°C продолжительность спекания увеличивается.

Температура, при которой заготовки помещают в печь, *не должна превышать 90°C* (за исключением тонких изделий). При этой температуре заготовки выдерживают в течение часа. Затем температура повышается медленно ($10-25^\circ\text{C/ч}$) или ступенчато (с выдержкой при постоянной температуре в диапазоне $288-349^\circ\text{C}$). Выдержка в печи на 1 мм толщины изделия при максимальной температуре составляет примерно 5-10 мин для тонких и около 5 мин для толстостенных изделий. Максимальная температура спекания не должна превышать 382°C .

Колебания температуры в разных точках внутри термошкафа не должны превышать $\pm 5^{\circ}\text{C}$, поэтому рекомендуется пользоваться печами с рециркуляцией воздуха и вращающимся подом. При этом исключается неравномерный нагрев образцов.

Для наблюдения за ходом спекания заготовок дверца термошкафа должна быть застеклена, а внутри него предусмотрено освещение. **Процесс спекания заканчивается после достижения полной прозрачности образцов**, что свидетельствует о сплавлении частиц материала.

Таким образом, продолжительность спекания определяет степень кристалличности и, как следствие этого, показатели физико-механических свойств материала.

Охлаждение заготовок

В зависимости от скорости охлаждения (до температуры ниже 250°C) после спекания можно получить закаленные изделия со степенью кристалличности около 50 % и плотностью примерно $2,15 \text{ г/см}^3$ или незакаленные со степенью кристалличности более 65 % плотностью выше $2,20 \text{ г/см}^3$ (табл.1).

Охлаждение заготовок является наиболее ответственной операцией, так как от скорости и равномерности охлаждения зависят структура полимера и следовательно свойства изделий.

В зависимости от скорости охлаждения в изделии формируется преимущественно аморфная (без кристаллической) или кристаллическая структуры, которые определяют такие свойства, как эластичность, газонепроницаемость, твердость, жесткость. Аморфная структура формируется при быстром охлаждении изделия в интервале температур от температуры спекания до 250°C . При закалке содержание кристаллической фазы в изделии не превышает 50%. При этом аморфная фаза успевает перейти в кристаллическую в значительно меньшей степени, чем при медленном охлаждении, и материал становится более эластичным. Закалка производится быстрым погружением заготовок в воду. Кристаллическая структура (степень кристалличности до 70%) формируется при медленном охлаждении спеченных изделий непосредственно в остывающей печи.

Таблица 1 - Зависимость плотности Ф-4 от его степени кристалличности

Степень кристалличности, %	Плотность при 23°C , г/см^3	Степень кристалличности, %	Плотность при 23°C , г/см^3
40.0	2.12	69.4	2.21
43.2	2.13	72.8	2.22
46.5	2.14	75.2	2.23
49.7	2.15	78.0	2.24
53.0	2.16	80.7	2.25
56.3	2.17	82.6	2.26
59.7	2.18	85.2	2.27
63.1	2.19	89.0	2.28
66.5	2.20	-	-

Обычно при закалке изделия получают более гибкими и прочными, а при медленном охлаждении - более жесткими и менее газопроницаемыми.

Рекомендуемая скорость охлаждения от 8 до 14°C/ч при охлаждении заготовок до 200°C и 50°C/ч при температурах ниже 200°C . **Извлекать заготовки из печи можно при температуре не выше 90°C .**

Наибольшая степень кристалличности фторопласта-4 достигается при 315°C . Если кольцо после спекания охлаждается медленно и длительное время выдерживается при 300°C , содержание кристаллов становится большим и твердость кольца возрастает. Если быстро охладить кольцо, то оно в следствии сохранения аморфной формы приобретает „закалку,, и хрупкость его уменьшается.

При снижении степени кристалличности ПТФЭ, достигаемом закалкой, улучшаются многие свойства, кроме жесткости и проницаемости. Однако закалка используется нечасто, так как форсирование режима охлаждения, приводит к растрескиванию изделий.

Степень кристалличности полимера зависит также от скорости снижения температуры до определенного уровня: у Ф-4 ниже 250°C кристаллизация практически прекращается, а максимальная скорость кристаллизации наблюдается при температуре около 315°C. Поэтому при быстром охлаждении от температуры спекания (360-390°C) Ф-4 приобретает мелкокристаллическую структуру. Наоборот, при медленном снижении температуры размер кристаллов Ф-4 увеличивается, а объем кристаллической фазы возрастает до 93-97%, придавая материалу повышенную хрупкость. Следовательно, варьируя условия выполнения технологических операций, можно регулировать надмолекулярную структуру полимера (тип, размер и содержание кристаллических образований).

Зависимость термического коэффициента линейного расширения от температуры

Относительное изменение линейных размеров тела с увеличением температуры на 1°C при постоянном давлении характеризует термический коэффициент линейного расширения.

На практике удобнее пользоваться средними значениями термического коэффициента линейного расширения для определенных интервалов температур (табл.2).

При определении дополнительной усадки необходимо учитывать коэффициент линейного расширения.

Таблица 2 - Зависимость термического коэффициента линейного расширения от температуры (данные приведенные в таблице, относятся к образцам, в которых полностью отсутствуют внутренние напряжения)

Температура, °С	Термический коэффициент линейного расширения α : 10^{-5} , 1/°С	Изменение размеров изделия*, %	Температура, °С	Термический коэффициент линейного расширения α : 10^{-5} , 1/°С	Изменение размеров изделия*, %
от -193 до +25	8,6	-1,85	от +25 до +100	12,4	+0,93
от -150 до +25	9,6	-1,68	от +25 до +150	13,5	+1,59
от -100 до +25	11,2	-1,40	от +25 до +200	15,1	+2,64
от -50 до +25	13,5	-1,01	от +25 до +250	17,4	+3,92
от 0 до +25	20,0	-0,50	от +25 до +300	21,8	+5,99
от +25 до +50	12,4	+0,31	от +25 до +300	21,8	+5,99

* От размера при 25°C.

ВЫВОДЫ И РЕКОМЕНДАЦИИ

- Установку седельных колец в корпуса (при сборке крана) следует производить через 2-3 дня после спекания, так как за это время наблюдается некоторое изменение их размеров;
- Температура хранения должна поддерживаться в пределах от 21 до 26°C (в противном случае изменяется плотность Ф-4 из-за неустойчивости кристаллических модификаций);
- На участке ПТФЭ работу с фторопластом-4 следует проводить в соответствии с принятыми санитарными правилами в помещениях, оборудованных приточно-вытяжной вентиляцией. Помимо общей вентиляции должна быть предусмотрена местная, поскольку процесс переработки сопровождается выделением токсичных продуктов и пыли;
- Добавление вторичного сырья при производстве фторопласта-4 вдвое ухудшает его износостойкость;
- Качество изделий зависит от структуры полимера, которая зависит от режимов охлаждения;
- Усадка линейных и диаметральных размеров после таблетирования и спекания составляет 4-9% (усадка увеличивается с ростом диаметра изделия тем больше, чем тоньше изготавливаемое кольцо и снижается с увеличением высоты изделия при постоянном диаметре);
- При изготовлении изделий из фторопласта-4 в них часто возникают внутренние напряжения, что вызывает необратимое изменение размеров, как удлинение, так и сокращение;
- Усадочное отношение зависит не только от размера частиц, но также и от давления при прессовании порошка;
- Измерение размеров изделий нужно производить после выдержки их с момента изготовления не менее 16 ч и не более 20 ч, при температуре $23 \pm 2^\circ\text{C}$ и атмосферном давлении, с точностью до 0,01 мм (ГОСТ 18616-80) включая время кондиционирования по ГОСТ 12423-86;
- При формовании изделия появляется анизотропия линейной усадки, т.е. размеры по различным направлениям изменяются неодинаково. Анизотропия линейной усадки, с увеличением давления возрастает: отношение радиальной и осевой усадок 0,88 для свободно насыпанных порошков и 1,07-1,29 для образцов, спрессованных под давлением. Чем больше приложенное давление, тем больше радиальная усадка по сравнению с осевой. В направлении действия силы тяжести усадка почти на 15% больше, чем в направлении, перпендикулярном действию силы тяжести, независимо от того, было ли это направление радиальным или осевым по отношению к форме;
- При повышенном содержании влаги увеличивается усадка и коробление изделий, снижаются их физико-механические свойства;
- Скорость прессования (скорость движения прессующего пуансона) существенно влияет на величину давления прессования, и не должна превышать 6 - 7 см/мин (60-70 мм/мин);
- На процесс прессования оказывает влияние воздух, запрессованный между частицами порошка изделия;
- Порошок фторопласта Ф-4, нужно выдерживать в помещении не менее 3 суток (так как при переработке Ф-4, взятого из холодного помещения, происходит коробление и даже растрескивание образцов);
- Загружаемый в форму порошок должен быть легкосыпучим;
- Поскольку порошок ПТФЭ легко электризуется и притягивает пыль из воздуха, помещение для прессования ПТФЭ отделяется от других стадий переработки и снабжается чистым отфильтрованным воздухом;
- Большое значение для качества изделий имеет равномерное распределение порошка в форме;
- Температура прессования заготовки должна быть не менее 21°C (т. е. выше температуры перехода при 19°C) и не выше 28°C. Скорость смыкания формы не должна быть слишком большой (оптимально 10-120 мм/мин) для обеспечения удаления воздуха. При закрывании пресс-формы скорость опускания пуансона снижают до 10 мм/мин, чтобы удалить часть воздуха из таблетлируемого порошка;
- Значительное снижение скорости движения плунжера в момент окончания замыкания прессформы устраняет выбрасывание материала из её гнезд (уменьшение пылеобразования) и обеспечивает работу без толчков, что сокращает удельный расход прессовочного материала и уменьшает выпрессовки (заусенцы);

- Чем выше давление при прессовании, тем меньше усадка при спекании, но при давлении выше 40 МПа таблетка практически не уплотняется. Продолжительность выдержки заготовки под давлением также влияет на усадку, плотность и механические свойства материала и определяется высотой и диаметром заготовки. Формование заготовок проводят при давлении 20-40 МПа без нагревания. Увеличение давления выше 40 МПа может привести к появлению трещин в изделии, а при низком давлении получают изделия с недостаточно плотной структурой;

- Объем загрузочной камеры пресс-формы должен в 5 раз превышать объем образца, поскольку при прессовании порошок Ф-4 (насыпная плотность 0,4-0,5 г/см³) уплотняется в 4-5 раз (плотность таблеток равна приблизительно 1,83 г/см³, т. е. на 25% больше плотности порошка). Навеска Ф-4 должна равняться произведению плотности Ф-4 на заданный объем изделия;

- Продолжительность спекания составляет от 2 до 50 ч в зависимости от размеров заготовки: примерно 1 ч на 3 мм (20 мин на 1 мм) толщины заготовки;

- Время выдержки колец при спекании определяется экспериментально (опытным путём) и зависит от габаритов изделия и свойств полимера. Не следует выдерживать заготовки в печах дольше, чем это требуется для достижения полной прозрачности, т.к. увеличивается степень кристалличности изделий, что влечет за собой удлинение заготовок;

- Температура, при которой заготовки помещают в печь, не должна превышать 90°C (за исключением тонких изделий);

- Максимальная температура спекания не должна превышать 382°C;

- Колебания температуры в разных точках внутри термошкафа не должны превышать ±5°C, поэтому рекомендуется пользоваться печами с рециркуляцией воздуха и вращающимся подом. При этом исключается неравномерный нагрев образцов;

- Кристаллическая структура (степень кристалличности до 70%) формируется при медленном охлаждении спеченных изделий непосредственно в остывающей печи;

- Рекомендуемая скорость охлаждения от 8 до 14°C/ч при охлаждении заготовок до 200°C и 50°C/ч при температурах ниже 200°C;

- Извлекать заготовки из печи можно при температуре не выше 90°C;

- Периодически производить контроль размеров пресс-форм, но не реже одного раза в три месяца;

- Для определения колебания усадки необходимо учитывать поле рассеивания усадки, анизотропию усадки, неравномерность усадки детали (при нескольких точных размерах);

- При определении полей рассеивания усадки, экспериментальные методы незаменимы.