

ICS 29.035.99  
CCS K 15

# 团 体 标 准

T

T/TMAC ×××—202X

## 聚酰亚胺薄膜制备方法

### Preparation method of polyimide film

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

已授权的专利证明材料为专利证书复印件或扉页，已公开但尚未授权的专利申请证明材料为专利公开通知书复印件或扉页，未公开的专利申请的证明材料为专利申请号和申请日期。

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中国技术市场协会 发布

中国技术市场协会（TMAC）是科技领域内国家一级社团，以宣传和促进科技创新，推动科技成果转移转化，规范交易行为，维护技术市场运行秩序为使命。为满足市场需要，做大做强科技服务业，依据《中华人民共和国标准化法》《团体标准管理规定》，中国技术市场协会有序开展标准化工作。本团体成员和相关领域组织及个人，均可提出修订 TMAC 标准的建议并参与有关工作。TMAC 标准按《中国技术市场协会团体标准管理办法》《中国技术市场协会团体标准工作程序》制定和管理。TMAC 标准草案经向社会公开征求意见，并得到参加审定会议多数专家、成员的同意，方可予以发布。

在本文件实施过程中，如发现需要修改或补充之处，请将意见和有关资料反馈至中国技术市场协会，以便修订时参考。

本作品著作权归中国技术市场协会所有。除了用于国家法律或事先得到中国技术市场协会正式授权或许可外，不许以任何形式复制本文件。第三方机构依据本文件开展认证、评价业务，须向中国技术市场协会提出申请并取得授权。

中国技术市场协会地址：北京市海淀区复兴路甲 23 号城乡华懋大厦 12 层 1217。

邮政编码：100036 电话：010-68270447 传真：010-68270453

网址：[www.ctm.org.cn](http://www.ctm.org.cn) 电子信箱：[136162004@qq.com](mailto:136162004@qq.com)

# 目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 基本要求	1
4.1 环境要求	2
4.2 设备要求	2
4.3 原材料要求	2
4.4 人员要求	2
5 制备流程	2
5.1 制备流程	2
5.2 制备流程各阶段说明	3
6 技术要求	3
6.1 过程技术要求	3
6.2 成品性能要求	4
7 质量控制	4
7.1 过程质量控制	4
7.2 成品质量控制	4
8 过程记录	5

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国技术市场协会提出并归口。

本文件起草单位：无锡理奇智能装备股份有限公司、北京中研博采技术服务有限公司、北京六只猫创意科技有限公司、北京彬诚科技有限公司、郑州桐晟技术服务有限公司。

本文件主要起草人：孙振德、乐志斌、夏卫彬、杨笛、乐佳雨。

# 聚酰亚胺薄膜制备方法

## 1 范围

本文件规定了聚酰亚胺（PI）薄膜制备的基本要求、制备流程、技术要求、质量控制、过程记录。本文件适用于以二酐类、二胺类为主要单体，采用溶液法制备的聚酰亚胺薄膜，其他制备方法可参照执行。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 511 石油和石油产品及添加剂机械杂质测定法
- GB/T 1036 塑料-30°C~30°C线膨胀系数的测定 石英膨胀计法
- GB/T 1040.3 塑料 拉伸性能的测定 第3部分：薄膜和薄片的试验条件
- GB/T 1408.1 绝缘材料 电气强度试验方法 第1部分：工频下试验
- GB/T 1409 测量电气绝缘材料在工频、音频、高频（包括米波波长在内）下电容率和介质损耗因数的推荐方法
- GB/T 6672 塑料薄膜和薄片厚度测定 机械测量法
- GB/T 10668 工业乙酸酐
- GB/T 12027 塑料 薄膜和薄片 加热尺寸变化率试验方法
- GB/T 13542.6 电气绝缘用薄膜 第6部分：电气绝缘用聚酰亚胺薄膜
- GB/T 27563 工业用N-甲基-2-吡咯烷酮
- GB/T 31838.2 固体绝缘材料 介电和电阻特性 第2部分：电阻特性（DC方法） 体积电阻和体积电阻率

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**聚酰胺酸** polyamic acid（PAA）

二酐类与二胺类单体在极性溶剂中低温聚合生成可溶性前驱体，是制备聚酰亚胺薄膜的中间产物。

### 3.2

**亚胺化** imine formation

聚酰胺酸通过加热或化学方式脱水闭环，形成酰亚胺环结构，转化为不溶聚酰亚胺的过程。

### 3.3

**特性黏度** intrinsic viscosity

表征聚酰胺酸分子量大小的关键指标，直接影响最终薄膜的力学性能。

## 4 基本要求

#### 4.1 环境要求

聚酰亚胺薄膜制备的环境条件应符合下列规定：

- a) 聚合车间：环境相对湿度 $\leq 45\%$ ，温度控制在 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，避免粉尘污染，空气中颗粒物浓度 $\leq 0.5\text{ mg/m}^3$ ；
- b) 成膜及亚胺化车间：环境洁净度达到10万级，通风良好，尾气排放符合国家工业废气排放标准；
- c) 检测车间：温度 $(23\pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $(50\pm 5)\%$ ，无电磁干扰及振动影响。

#### 4.2 设备要求

制备聚酰亚胺薄膜的设备应符合下列规定：

- a) 聚合反应釜：应具备温控（精度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）、搅拌（转速可调范围 $200\text{ r/min}\sim 300\text{ r/min}$ ）、氮气保护及真空脱气功能，密封性能良好，无溶剂泄漏；
- b) 流延机：基带（不锈钢带或PI基带）表面粗糙度 $R_a\leq 0.1\text{ }\mu\text{m}$ ，运行速度稳定 $(1\text{ m/min}\sim 5\text{ m/min})$ ，精度 $\pm 0.1\text{ m/min}$ ，刮刀间隙可调（精度 $\pm 0.01\text{ mm}$ ）；
- c) 亚胺化炉：具备阶梯式升温功能，温度范围 $80\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，升温速率可调 $(5\text{ }^{\circ}\text{C/min}\sim 10\text{ }^{\circ}\text{C/min})$ ，温度均匀性 $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，配备热风循环及尾气处理系统；
- d) 检测设备：厚度测量仪精度 $\geq 0.001\text{ mm}$ ，拉伸试验机力值精度 $\pm 1\%$ ，介电强度测试仪符合GB/T 1408.1要求，均应定期校准，校准周期不超过1年。

#### 4.3 原材料要求

核心原材料质量应符合表1规定，进场时需附供应商检验报告，每批次抽样检验，合格后方可使用。

表1 原材料要求

类别	具体材料	关键指标要求	检验依据
单体原料	均苯四甲酸二酐（PMDA）	纯度 $\geq 99.5\%$ ，含水量 $\leq 0.1\%$ ，无机械杂质	GB/T 511
	4,4'-二氨基二苯醚（ODA）	纯度 $\geq 99.5\%$ ，熔点稳定，无氧化变质	供应商内控标准
辅助原料	N-甲基吡咯烷酮（NMP）	纯度 $\geq 99.8\%$ ，含水量 $\leq 0.05\%$	GB/T 27563
	乙酸酐（脱水剂）	纯度 $\geq 99\%$ ，与溶剂相容性良好	GB/T 10668
功能性添加剂	氧化铝纳米颗粒	粒径 $50\sim 200\text{ nm}$ ，分散性好，与PI相容性佳	供应商内控标准

#### 4.4 人员要求

人员应符合下列规定：

- a) 操作人员应经专业培训合格后上岗，熟悉操作规程、设备性能及安全注意事项，掌握关键参数的调控方法；
- b) 检验人员应具备相应的检测资质，熟练掌握试验方法及仪器设备的使用、校准流程，确保检测数据准确可靠；
- c) 技术人员应定期对生产过程进行监控，及时处理生产中发生的异常，每月至少开展1次异常处理情况总结。

### 5 制备流程

#### 5.1 制备流程

聚酰亚胺薄膜制备系统由以下各阶段组成，通用阶段如图1所示。

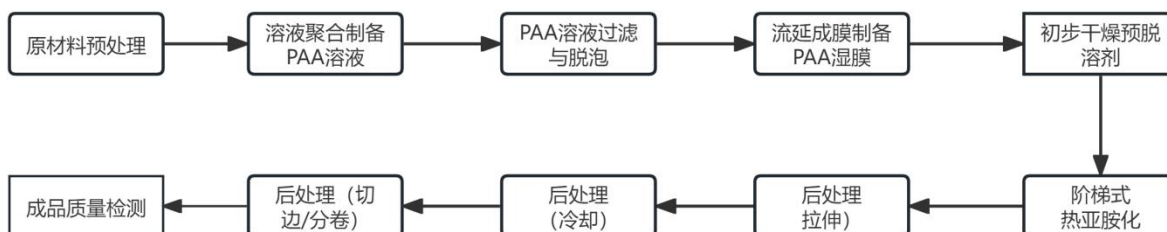


图1 聚酰亚胺薄膜制备阶段图

## 5.2 制备流程各阶段说明

各阶段说明应符合表2的要求。

表2 各阶段说明

阶段	功能描述
原材料预处理	主要功能为溶剂脱水（NMP含水量 $\leq 0.05\%$ 以下）、单体提纯及干燥，配备真空干燥箱、精密过滤装置，防止单体水解及杂质引入
PAA合成	由聚合反应釜、温控装置、氮气保护装置组成，功能为在惰性气体（氧气含量 $\leq 0.1\%$ ）保护下，控制低温环境使二酐与二胺按比例聚合，生成特性黏度合格的PAA溶液，同时通过搅拌确保反应均匀
PAA溶液过滤与脱泡	包含 $1\sim 5\ \mu\text{m}$ 精度聚丙烯滤膜过滤装置和真空脱泡罐，功能为去除PAA溶液中的机械杂质和气泡，避免成品薄膜出现针孔、气泡缺陷，脱泡罐真空度控制在 $\sim 0.095\ \text{MPa}$
流延成膜	由流延机、储料槽、刮刀及基带组成，功能为将脱泡后的PAA溶液均匀涂覆在基带上，通过调节刮刀间隙和基带速度，控制湿膜厚度，确保湿膜表面平整、厚度均匀
干燥与热亚胺化	由多段式干燥烘箱和亚胺化炉组成，干燥烘箱实现梯度升温预脱溶剂，亚胺化炉通过阶梯式升温完成PAA脱水环化，赋予薄膜耐高温、高强度性能，同时配备尾气处理装置净化挥发物
后处理（拉伸）	包含双向拉伸装置，功能为通过定向拉伸使薄膜分子链沿纵、横向取向，从而提升力学强度和尺寸稳定性
后处理（冷却）	由冷却辊组、风冷系统等组成，拉伸后需立即进入冷却阶段，功能是通过快速均匀降温“锁定”分子链的取向结构，使薄膜性能和尺寸稳定
后处理（切边/分卷）	包含切边机、分卷机，切除边缘不规则部分，分卷为标准尺寸膜卷，控制分卷张力避免薄膜褶皱
质量检测	配备全套性能检测设备，功能为对成品薄膜进行全项指标检测，合格产品按规格入库存储，存储环境需干燥、阴凉，避免阳光直射

## 6 技术要求

### 6.1 过程技术要求

制备过程中关键参数应符合表3规定。

表3 过程技术要求

阶段	关键参数	控制范围	允许偏差	监控频率
原料预处理	溶剂（NMP）含水量	$\leq 0.05\%$	$\leq 0.01\%$	每批次1次
	单体干燥温度	$80\ ^\circ\text{C}\sim 120\ ^\circ\text{C}$	$\pm 5\ ^\circ\text{C}$	连续监控
	单体干燥时间	4 h $\sim$ 8 h	$\pm 0.5\ \text{h}$	每批次1次
	过滤精度	$\leq 1\ \mu\text{m}$	—	每批次1次
溶液聚合	反应温度	$30\ ^\circ\text{C}\sim 40\ ^\circ\text{C}$ （二酐投料）； $50\ ^\circ\text{C}\sim 60\ ^\circ\text{C}$ （熟化）	$\pm 1\ ^\circ\text{C}$	连续监控
	搅拌转速	200 r/min $\sim$ 300 r/min	$\pm 10\ \text{r/min}$	每30min记录1次
	单体摩尔比（二胺：二酐）	1:1	$\pm 0.02$	每批次1次
	PAA特性黏度	1.5 dL/g $\sim$ 3.0 dL/g	$\pm 0.2\ \text{dL/g}$	每批次1次
PAA溶液过滤与脱泡	过滤精度	1 $\mu\text{m}\sim 5\ \mu\text{m}$	—	连续监控
	脱泡罐真空度	$\sim 0.095\ \text{MPa}$	$\pm 0.005\ \text{MPa}$	每批次1次

	脱泡时间	30 min~60 min	±5 min	连续监控
流延成膜	基带速度	1 m/min~5 m/min	±0.1 m/min	连续监控
	湿膜厚度	目标干膜厚度的5~10倍	±5%	每10min检测1次
	干燥与热亚胺化	干燥段梯度温度	80 °C~150 °C (分段升温)	±5 °C
	热亚胺化升温速率	5 °C/min~10 °C/min	±1 °C/min	连续监控
	高温段温度	350 °C~400 °C	±5 °C	连续监控
	亚胺化度	≥95%	±2%	每批次1次
	高温保温时间	30 min~60 min	±5 min	每批次1次
后处理 (拉伸)	拉伸倍数(纵/横向)	1.2~1.5倍	±0.05倍	每30min检测1次
	拉伸温度	150 °C~200 °C	±5 °C	连续监控
	拉伸速率	1 50%/min~100%/min	±10%/min	每30min记录1次
后处理(冷却 定型)	冷却温度	40 °C~60 °C	±5 °C	连续监控
	冷却时间	10 min~20 min	±2 min	每批次1次
后处理(切边 /分卷)	分卷张力	50 N~100 N	±10 N	每30min记录1次
	分卷宽度	标准尺寸(如500mm、1000mm等)	±2 mm	每卷检测1次
	边缘切割精度	≤1 mm	—	每批次1次

## 6.2 成品性能要求

聚酰亚胺薄膜成品性能应符合表4规定，适用于电气绝缘及通用领域。

表4 聚酰亚胺薄膜成品性能要求

性能项目	单位	指标要求	执行标准
厚度及公差	μm	12~175，公差±5%（厚度<2 μm）； ±3%（厚度≥25 μm）	GB/T 6672
拉伸强度(纵/横向)	MPa	≥150	GB/T 1040.3
断裂伸长率(纵/横向)	%	≥40	GB/T 1040.3
电气强度	kV/mm	≥100	GB/T 1408.1
体积电阻率	Ω·m	≥1×10 <sup>15</sup>	GB/T 31838.2
相对电容率(1MHz)	—	3.0~3.5	GB/T 1409
介质损耗因数(1MHz)	—	≤0.01	GB/T 1409
热收缩率(200°C×1h, 纵/横向)	%	≤1.0	GB/T 12027
线性膨胀系数(20~400°C)	×10 <sup>-6</sup> /°C	15~25	GB/T 1036
耐热温度指数	°C	≥220	GB/T 13542.6

## 7 质量控制

### 7.1 过程质量控制

过程质量控制应按照以下内容进行：

- 原材料控制：每批次原材料进场后，按表1指标抽样检验，不合格原材料严禁入库，存储过程中做好防潮、防氧化措施，存储期不超过6个月。
- 聚合过程控制：实时监控反应温度、搅拌转速，每批次检测PAA特性黏度，粘度超出范围时，可通过补加单体或溶剂调整，调整后需重新检测。
- 成膜过程控制：定期检查基带表面平整度，每10 min检测1次湿膜厚度，发现偏差及时调整刮刀间隙或基带速度；干燥烘箱温度需均匀，避免局部过热导致湿膜开裂。
- 亚胺化过程控制：严格执行阶梯式升温功能，监控升温速率及各阶段温度，每批次检测亚胺化度，未达标的薄膜需重新进入亚胺化炉补处理。

### 7.2 成品质量控制

成品质量控制应符合下列规定：

- 抽样规则：每批次成品随机抽取3卷，每卷截取3个试样，分别进行外观、尺寸及性能检测。

- b) 外观检验：薄膜表面应平整、光滑，无针孔、气泡、划痕、杂质等缺陷，边缘整齐，无裂口，每平方米缺陷数 $\leq 2$ 个。
- c) 合格判定：所有检测指标均符合表3要求时，判定该批次合格；若有1项指标不合格，加倍抽样复检，复检仍不合格则判定该批次不合格，需返工或报废。
- d) 不合格处理：不合格薄膜需标识隔离，并分析原因，制定整改措施后返工，返工后需重新检测，合格后方可入库。

## 8 过程记录

生产过程中应如实记录以下内容，确保全程可追溯：

- a) 原材料记录：包括原材料名称、规格、供应商、批次号、进场日期、检验结果及检验人员；
  - b) 数据记录：按表3要求，记录各阶段关键参数（温度、转速、压力、时间、粘度等），包括调整情况及调整原因；
  - c) 设备运行记录：记录设备开机时间、运行状态、维护保养情况、故障及处理结果，包括校准日期及校准结果；
  - d) 质量检测记录：记录过程检验及成品检验的所有数据、试样信息、检测仪器、检测人员及检测日期；
  - e) 不合格品记录：记录不合格品批次、数量、不合格项目、原因分析、处理措施及处理结果。
-