



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 202428362 A

(43)公開日：中華民國 113 (2024) 年 07 月 16 日

(21)申請案號：112134277

(22)申請日：中華民國 112 (2023) 年 09 月 08 日

(51)Int. Cl. : B02C7/02 (2006.01)

B02C7/17 (2006.01)

C08F14/26 (2006.01)

(30)優先權：2022/09/27 日本

2022-153635

(71)申請人：日商大金工業股份有限公司 (日本) DAIKIN INDUSTRIES, LTD. (JP)

日本

(72)發明人：迎弘文 MUKAE, HIROFUMI (JP) ; 石井健二 ISHII, KENJI (JP) ; 仲上綾音

NAKAUE, AYANE (JP)

(74)代理人：閻啓泰；林景郁

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：13 項 圖式數：0 共 23 頁

(54)名稱

聚四氟乙烯粉末之製造方法、及聚四氟乙烯粉末

(57)摘要

本發明之目的在於提供一種無需乾燥等後處理而可對聚四氟乙烯進行微粉碎之聚四氟乙烯粉末之製造方法、及該聚四氟乙烯粉末。本發明為一種聚四氟乙烯粉末之製造方法，其包括粉碎步驟：其使用粉碎機，將上述粉碎機所具備之粉碎構件之表面溫度設為未達 35℃，對聚四氟乙烯進行粉碎。

無



【發明摘要】

【中文發明名稱】 聚四氟乙烯粉末之製造方法、及聚四氟乙烯粉末

【英文發明名稱】 無

【中文】

本發明之目的在於提供一種無需乾燥等後處理而可對聚四氟乙烯進行微粉碎之聚四氟乙烯粉末之製造方法、及該聚四氟乙烯粉末。本發明為一種聚四氟乙烯粉末之製造方法，其包括粉碎步驟：其使用粉碎機，將上述粉碎機所具備之粉碎構件之表面溫度設為未達35°C，對聚四氟乙烯進行粉碎。

【英文】

無

【指定代表圖】 無

【代表圖之符號簡單說明】

無

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】 聚四氟乙烯粉末之製造方法、及聚四氟乙烯粉末

【英文發明名稱】 無

【技術領域】

【0001】 本發明係關於一種聚四氟乙烯粉末之製造方法、及聚四氟乙烯粉末。

【先前技術】

【0002】 作為對氟樹脂進行粉碎之方法，已知一種藉由濕式臼式法對分散於含有分散助劑之水中之氟樹脂之粗粉進行粉碎的方法（例如參照專利文獻1）。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0003】 專利文獻1：日本特開2020-006578號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

【0004】 本發明之目的在於提供一種無需乾燥等後處理而可對聚四氟乙烯進行微粉碎之聚四氟乙烯粉末之製造方法、及該聚四氟乙烯粉末。

[解決課題之技術手段]

【0005】 本發明（1）係一種聚四氟乙烯粉末之製造方法，其包括粉碎步驟：其使用粉碎機，將上述粉碎機所具備之粉碎構件之表面溫度設為未達35℃，對聚四氟乙烯進行粉碎。

【0006】 本發明（2）係如本發明（1）記載之製造方法，其中，上述粉碎

構件係可將上述聚四氟乙烯磨碎之磨碎構件。

【0007】 本發明（3）係如本發明（2）記載之製造方法，其中，於上述粉碎步驟中，藉由對向配置之至少一對上述磨碎構件將上述聚四氟乙烯磨碎。

【0008】 本發明（4）係與本發明（1）至（3）中任一項之任意組合之製造方法，其中，上述聚四氟乙烯係具有加熱至熔點以上之溫度之歷程之聚四氟乙烯。

【0009】 本發明（5）係與本發明（1）至（4）中任一項之任意組合之製造方法，其以乾式實施上述粉碎步驟。

【0010】 本發明（6）係與本發明（1）至（5）中任一項之任意組合之製造方法，其中，上述粉碎機具有投入口及排出口，且連續實施上述粉碎步驟。

【0011】 本發明（7）係與本發明（1）至（6）中任一項之任意組合之製造方法，其反覆進行複數次上述粉碎步驟。

【0012】 本發明（8）係與本發明（1）至（7）中任一項之任意組合之製造方法，其進而包括對聚四氟乙烯進行粗粉碎之粗粉碎步驟，將粗粉碎步驟中所得之粗粉供於上述粉碎步驟。

【0013】 本發明（9）係一種聚四氟乙烯粉末，其包含鱗片狀之聚四氟乙烯粒子。

【0014】 本發明（10）係如本發明（9）記載之聚四氟乙烯粉末，其於未達333°C之溫度範圍具有1個以上之熔點。

【0015】 本發明（11）係如本發明（9）或（10）記載之聚四氟乙烯粉末，其中值粒徑為110 μm 以下。

【0016】 本發明（12）係與本發明（9）至（11）中任一項之任意組合之聚四氟乙烯粉末，其藉由於下述條件成形所得之試驗片測得之 $L^*a^*b^*$ 表色系中之 L^* 為70以上，

(成形條件)

向 $\phi 120$ mm之模具中投入54 g聚四氟乙烯粉末，藉由熱壓機於370°C保持30分鐘，使聚四氟乙烯為熔融狀態後，施加3 MPa之負載1分鐘，進行壓縮成形，使模具冷卻，藉此製作試驗片。

【0017】 本發明(13)係與本發明(9)至(12)中任一項之任意組合之聚四氟乙烯粉末，其藉由於下述條件成形所得之試驗片測得之 $L^*a^*b^*$ 表色系中之 L^* 相對於藉由上述聚四氟乙烯粉末測得之 L^* 的變化率為25%以下，

(成形條件)

向 $\phi 120$ mm之模具中投入54 g聚四氟乙烯粉末，藉由熱壓機於370°C保持30分鐘，使聚四氟乙烯為熔融狀態後，施加3 MPa之負載1分鐘，進行壓縮成形，使模具冷卻，藉此製作試驗片。

[發明之效果]

【0018】 根據本發明，可提供一種無需乾燥等後處理而可對聚四氟乙烯進行微粉碎之聚四氟乙烯粉末之製造方法、及該聚四氟乙烯粉末。

【圖式簡單說明】

無

【實施方式】

【0019】 以下對本發明具體地進行說明。

【0020】 本發明提供一種聚四氟乙烯粉末之製造方法，其包括粉碎步驟：其使用粉碎機，將上述粉碎機所具備之粉碎構件之表面溫度設為未達35°C，對聚四氟乙烯進行粉碎。

【0021】 聚四氟乙烯(PTFE)於30°C附近具有儲存模數發生變化之轉變

點，於超過轉變點之溫度時彈性模數下降，因此難以進行微粉碎。於本發明之製造方法中，藉由使粉碎構件之表面溫度設為未達35°C，可容易地進行微粉碎。又，本發明之製造方法由於可以乾式實施，故而無需乾燥等後處理，工業生產上有利。進而，由於無需使用分散助劑，故而亦具有不易產生由分散助劑引起之著色等不良情況之優點。

【0022】 於上述粉碎步驟中，使上述粉碎機所具備之粉碎構件之表面溫度設為未達35°C，對PTFE進行粉碎。上述表面溫度較佳為30°C以下，更佳為25°C以下，進而較佳為20°C以下。又，上述表面溫度較佳為1°C以上，更佳為5°C以上，進而較佳為10°C以上。

上述表面溫度較佳為上述粉碎構件之與上述PTFE相接之部分之溫度。

【0023】 上述粉碎步驟中使用之粉碎機具備粉碎構件。上述粉碎構件係可粉碎上述PTFE之構件。

【0024】 上述粉碎構件可為金屬製、陶瓷製等，基於容易進行調溫之方面而言，較佳為金屬製。

【0025】 基於容易進行微粉碎之方面而言，上述粉碎構件較佳為可將上述PTFE磨碎之磨碎構件。

作為上述磨碎構件，較佳為利用藉由上下的臼（砥石）之摩擦將被粉碎物磨碎（磨碎）之石磨機之原理者，尤佳為利用使臼旋轉進行磨碎之旋轉式石磨機之原理者。

上述磨碎構件之形狀較佳為圓盤狀，更佳為臼狀。

【0026】 於上述粉碎構件為上述磨碎構件之情形時，較佳為藉由對向配置之至少一對上述磨碎構件，將上述PTFE磨碎。於該形態下，較佳為將上述PTFE投入一對磨碎構件之間隙，使一磨碎構件旋轉，藉由與另一磨碎構件之摩擦，將上述PTFE磨碎。此時，上述另一磨碎構件可固定，亦可旋轉。

【0027】 上述粉碎機較佳為具有可調節上述粉碎構件之溫度之調溫功能，更佳為具備可使上述粉碎構件冷卻之冷卻機構。作為上述冷卻機構，可採用水冷式、空氣冷卻式等公知者。

【0028】 作為上述粉碎機，較佳為臼式粉碎機，例如可例舉日本特開2016-215115號公報、日本特開2016-209813號公報、日本特開2003-047867號公報等中記載之具有調溫功能之臼式粉碎機。

【0029】 上述粉碎機較佳為具有投入要粉碎之材料之投入口、及排出經粉碎之材料之排出口。上述粉碎機藉由具有投入口及排出口，可連續進行上述粉碎步驟。投入口及排出口之形狀及大小並無限定，只要可充分進行材料之投入及排出即可。

【0030】 於上述粉碎步驟中，於使上述粉碎構件旋轉進行粉碎之情形時，轉速較佳為45 rpm以上，更佳為50 rpm以上，進而較佳為60 rpm以上，又，較佳為120 rpm以下，更佳為110 rpm以下，進而較佳為100 rpm以下。

【0031】 於使用上述至少一對磨碎構件之情形時，其間隙之大小可根據目標PTFE粉末之粒徑進行設定，例如較佳為10 μm 以下，更佳為5 μm 以下，進而較佳為2 μm 以下。

下限並無特別限定，亦可於磨碎構件彼此接觸之狀態下進行磨碎。於該情形時，較佳為於磨碎構件不產生磨耗之範圍內接觸。

【0032】 於上述粉碎步驟中，經粉碎之PTFE自上述粉碎機之噴出量較佳為0.5 kg/h以上，更佳為1 kg/h以上，進而較佳為1.5 kg/h以上，又，較佳為20 kg/h以下，更佳為10 kg/h以下，進而較佳為5 kg/h以下。

【0033】 上述粉碎步驟較佳為以乾式實施。以乾式實施意指於實質上不存在液體（例如水）之情況下實施。實質上不存在液體意指液體之存在量相對於上述PTFE為5質量%以下。上述液體之存在量較佳為3質量%以下，更佳為1質量%

以下，進而較佳為0.1質量%以下。

【0034】 上述粉碎步驟較佳為於實質上不存在分散助劑之情況下實施。實質上不存在分散助劑意指分散助劑之存在量相對於上述PTFE為0.5質量%以下。上述分散助劑之存在量較佳為0.1質量%以下，更佳為0.01質量%以下，進而較佳為0.001質量%以下。

【0035】 上述分散助劑係可使上述PTFE分散於水中之化合物。作為上述分散助劑，例如可例舉醇、陰離子（anion）系界面活性劑、非離子（nonion）系界面活性劑。

【0036】 上述粉碎步驟可僅進行1次，亦可反覆進行複數次。於反覆進行複數次之情形時，可將上述PTFE進一步微粉碎。重複次數並無特別限定，可根據目標粒徑決定，例如可為2次以上，又，可為5次以下。

再者，將自將PTFE投入上述粉碎機至經粉碎之PTFE噴出為止計為1次（1個行程）。

【0037】 亦較佳為使用具有投入口及排出口之粉碎機，且連續實施上述粉碎步驟。亦可藉由將複數個具有投入口及排出口之粉碎機串聯排列，而連續進行上述重複操作。

【0038】 上述粉碎步驟中粉碎之PTFE可為高分子量PTFE。

【0039】 上述PTFE可為四氟乙烯（TFE）之均聚物，亦可為包含99.0質量%以上之基於TFE之聚合單元（TFE單元）、及1.0質量%以下之基於改質單體之聚合單元（改質單體單元）的改質PTFE。上述改質PTFE可僅由TFE單元及改質單體單元所構成。

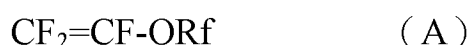
【0040】 上述改質PTFE較佳為改質單體單元之含量相對於全部聚合單元為0.00001～1.0質量%之範圍。作為改質單體單元之含量之下限，更佳為0.0001質量%，進而較佳為0.001質量%，進而更佳為0.005質量%，特佳為0.010質量%。作

為改質單體單元之含量之上限，較佳為0.90質量%，更佳為0.50質量%，進而較佳為0.40質量%，進而更佳為0.30質量%，特佳為0.20質量%，尤佳為0.10質量%。

於本說明書中，上述改質單體單元意指為PTFE之分子結構之一部分且來自改質單體之部分。

【0041】 作為上述改質單體，並無特別限定，只要可與TFE共聚即可，例如，可例舉：六氟丙烯[HFP]等全氟烯烴；三氟乙烯、偏二氟乙烯[VDF]等含氫氟烯烴；三氟氯乙烯等全鹵烯烴（perhaloolefin）；全氟乙烯醚；全氟烯丙基醚；（全氟烷基）乙烯、乙烯等。又，使用之改質單體可為1種，亦可為複數種。

【0042】 作為上述全氟乙烯醚，並無特別限定，例如，可例舉下述通式（A）：



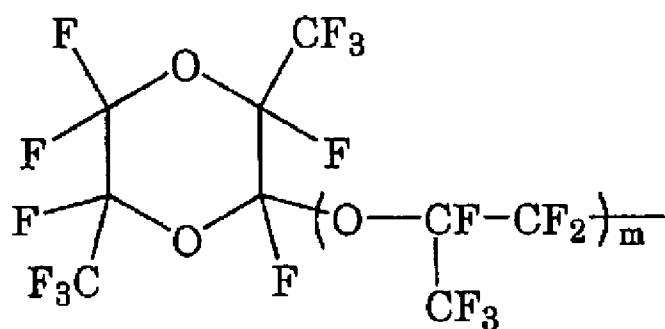
（式中，Rf表示全氟有機基）所表示之全氟不飽和化合物等。於本說明書中，上述「全氟有機基」意指與碳原子鍵結之氫原子全部取代為氟原子而成之有機基。上述全氟有機基可具有醚氧。

【0043】 作為上述全氟乙烯醚，例如，可例舉上述通式（A）中Rf為碳數1～10之全氟烷基之全氟（烷基乙烯醚）[PAVE]。上述全氟烷基之碳數較佳為1～5。

【0044】 作為上述PAVE中之全氟烷基，例如，可例舉全氟甲基、全氟乙基、全氟丙基、全氟丁基、全氟戊基、全氟己基等。

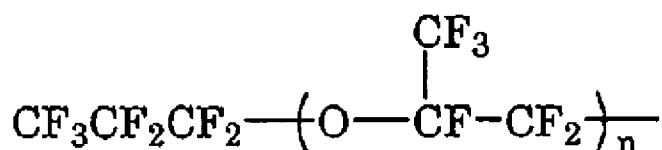
【0045】 作為上述全氟乙烯醚，進而可例舉上述通式（A）中Rf為碳數4～9之全氟（烷氧基烷基）者、

【0046】 Rf為下述式：



【0047】 (式中，m表示0或1~4之整數)所表示之基者、

【0048】 Rf為下述式：



【0049】 (式中，n表示1~4之整數)所表示之基者等。

【0050】 作為(全氟烷基)乙烯(PFAE)，並無特別限定，例如，可例舉(全氟丁基)乙烯(PFBE)、(全氟己基)乙烯等。

【0051】 作為全氟烯丙基醚，例如，可例舉通式(B)所表示之含氟單體。



(式中，Rf¹表示全氟有機基)。

【0052】 上述Rf¹較佳為碳數1~10之全氟烷基或碳數1~10之全氟烷氧基烷基。作為上述全氟烯丙基醚，較佳為選自由CF₂=CF-CF₂-O-CF₃、CF₂=CF-CF₂-O-C₂F₅、CF₂=CF-CF₂-O-C₃F₇、及CF₂=CF-CF₂-O-C₄F₉所組成之群中之至少1種，更佳為選自由CF₂=CF-CF₂-O-C₂F₅、CF₂=CF-CF₂-O-C₃F₇、及CF₂=CF-CF₂-O-C₄F₉所組成之群中之至少1種，進而較佳為CF₂=CF-CF₂-O-CF₂CF₂CF₃。

【0053】 上述PTFE之標準比重(SSG)較佳為2.280以下，更佳為2.10以下。又，較佳為1.50以上，更佳為1.60以上。上述SSG係使用依據ASTM D 4895所成形之樣品，藉由依據ASTM D-792之水置換法進行測定。

【0054】 上述PTFE通常具有非熔融二次加工性。上述非熔融二次加工性意指無法依據ASTM D-1238及D-2116於高於熔點之溫度測定熔體流動速率之性

質，換言之，意指於熔融溫度範圍亦不容易流動之性質。

【0055】 上述PTFE較佳為具有加熱至熔點以上之溫度之歷程。一般而言，將具有加熱至熔點以上之溫度之歷程之PTFE於維持高分子量之狀態直接粉碎較為困難。根據本發明之製造方法，即便為具有加熱至熔點以上之溫度之歷程之PTFE，亦可藉由簡便步驟進行微粉碎。

作為上述加熱，可例舉用於成形加工、加熱處理等之加熱等。

【0056】 上述PTFE之熔點之一較佳為310°C以上，更佳為320°C以上，又，較佳為未達333°C。可於333°C以上之溫度範圍亦具有熔點。

熔點位於上述範圍內表示具有加熱至熔點以上之溫度之歷程。

於本說明書中，熔點係與熔解熱曲線上之極小點對應之溫度，該熔解熱曲線係使用X-DSC7000（Hitachi High-Tech Science股份有限公司製造），以10°C/分鐘之升溫速度進行示差掃描熱量測定[DSC]而得。於1個熔解峰中存在2個以上極小點之情形時，將各者作為熔點。

【0057】 上述PTFE較佳為未經交聯。上述交聯可為藉由游離輻射之照射進行之交聯，例如於PTFE之熔點以上之溫度藉由游離輻射之照射進行之交聯。

【0058】 上述PTFE可進而包含填充材。

作為上述填充材，例如，可例舉選自由玻璃纖維、玻璃珠、碳纖維、球狀碳、碳黑、石墨、氧化矽、氧化鋁、雲母、碳化矽、氮化硼、氧化鈦、氧化鋇、氧化鈷、二硫化鋁、青銅、金、銀、銅、及鎳所組成之群中之至少1種。

其中，較佳為選自由玻璃纖維、碳纖維、碳黑、及青銅所組成之群中之至少1種。

【0059】 上述粉碎步驟中使用之PTFE可為粉體狀。

【0060】 上述粉碎步驟中使用之PTFE之大小並無特別限制，只要可投入粉碎機中即可，粒子之最大直徑可為10 mm左右，亦可為5 mm左右。又，還可為

1 mm以下。

然而，基於粉碎後獲得粒徑更小之粉末之觀點而言，投入時之粒徑較佳為較小。

上述粉碎步驟中使用之PTFE之粒子之最大直徑可為10 mm以下，亦可為5 mm以下，還可為1 mm以下。

於本說明書中，關於粒子之最大直徑，對於1 mm以上之粒子，使用數位顯微鏡進行測定。於未達1 mm之粒子之情形時，藉由中值粒徑進行評價。

使用Beckman Coulter製造之雷射繞射式粒度分佈測定裝置（LS13 320），以乾式在真空壓力20 mH₂O進行測定，中值粒徑係設為等於與粒度分佈累計（體積基準）之50%對應之粒徑。

【0061】 上述粉碎步驟中使用之PTFE可為預先經粗粉碎者。本發明之製造方法較佳為進而包括對PTFE進行粗粉碎之粗粉碎步驟，將上述粗粉碎步驟中所得之粗粉供於上述粉碎步驟。

【0062】 作為上述粗粉碎步驟中粗粉碎之PTFE，例如可使用使不具有加熱至熔點以上之溫度之歷程之PTFE成形並進行燒成所得的成形品或其切削屑或切削後之成形品之邊角材料。成形之形狀並無特別限定。作為上述粗粉碎之PTFE，亦可使用未成形而加熱至熔點以上之PTFE。

【0063】 上述粗粉碎可藉由粉碎機等進行。粉碎機並無特別限定，只要可在一定程度上粉碎PTFE即可。例如可例舉切碎機、空氣噴射磨機、鎚磨機、強力研磨機（forcemill）、冷凍粉碎機等。

【0064】 本發明之製造方法可進而包括將上述粉碎步驟中所得之PTFE粉末於100～340℃之溫度進行熱處理之步驟。藉由進行上述熱處理，可消除因粉碎產生之粒子之變形。

【0065】 本發明之製造方法較佳為不包括藉由游離輻射之照射進行之脆

化處理。

【0066】 於本發明之製造方法中，可藉由實施上述粉碎步驟，而獲得粒徑較小之PTFE粉末。

【0067】 於本發明之製造方法中，由於可連續進行上述粉碎步驟，故而與藉由冷凍粉碎等進行之方法相比，可以更高之生產性提供粒徑較小之PTFE粉末。

【0068】 藉由本發明之製造方法所得之PTFE粉末之D10較佳為50 μm 以下，更佳為40 μm 以下，進而較佳為30 μm 以下，又，較佳為5 μm 以上，更佳為10 μm 以上，進而較佳為20 μm 以上。

使用Beckman Coulter製造之雷射繞射式粒度分佈測定裝置（LS13 320），以乾式在真空壓力20 mH_2O 進行測定，D10係設為等於與粒度分佈累計（體積基準）之10%對應之粒徑。

【0069】 藉由本發明之製造方法所得之PTFE粉末之中值粒徑（D50）較佳為150 μm 以下，更佳為110 μm 以下，進而較佳為100 μm 以下，進而更佳為90 μm 以下，進而更佳為80 μm 以下，進而更佳為70 μm 以下，尤佳為50 μm 以下。下限並無特別限定，例如可為1 μm ，亦可為10 μm 。

使用Beckman Coulter製造之雷射繞射式粒度分佈測定裝置（LS13 320），以乾式在真空壓力20 mH_2O 進行測定，中值粒徑係設為等於與粒度分佈累計（體積基準）之50%對應之粒徑。

【0070】 藉由本發明之製造方法所得之PTFE粉末之D90較佳為300 μm 以下，更佳為250 μm 以下，進而較佳為200 μm 以下，進而更佳為150 μm 以下，又，較佳為50 μm 以上，更佳為60 μm 以上，進而較佳為70 μm 以上。

使用Beckman Coulter製造之雷射繞射式粒度分佈測定裝置（LS13 320），以乾式在真空壓力20 mH_2O 進行測定，D90係設為等於與粒度分佈累計（體積基準）之90%對應之粒徑。

【0071】 本發明亦提供一種包含鱗片狀之PTFE粒子之PTFE粉末。

【0072】 上述鱗片狀之PTFE粒子之直徑與厚度之比（直徑/厚度）較佳為3.0以上，更佳為4.0以上，進而較佳為5.0以上，又，較佳為20以下，更佳為15以下，進而較佳為10以下。

上述比係藉由掃描式電子顯微鏡（SEM）觀察PTFE粒子並進行圖像處理，根據其直徑及厚度而求出。對20個粒子求出上述比，採用其平均值。

【0073】 本發明之PTFE粉末較佳為具有加熱至熔點以上之溫度之歷程。

本發明之PTFE粉末較佳為於未達333°C之溫度範圍具有1個以上之熔點。上述溫度範圍較佳為310°C以上，更佳為320°C以上。於上述溫度範圍具有熔點表示具有加熱至熔點以上之溫度之歷程。

本發明之PTFE粉末可於333°C以上之溫度範圍亦具有熔點。

【0074】 本發明之PTFE粉末之D10較佳為50 μm 以下，更佳為40 μm 以下，進而較佳為30 μm 以下，又，較佳為5 μm 以上，更佳為10 μm 以上，進而較佳為20 μm 以上。

【0075】 本發明之PTFE粉末之中值粒徑（D50）較佳為150 μm 以下，更佳為110 μm 以下，進而較佳為100 μm 以下，進而更佳為90 μm 以下，進而更佳為80 μm 以下，進而更佳為70 μm 以下，尤佳為50 μm 以下。下限並無特別限定，例如可為1 μm ，亦可為10 μm 。

【0076】 本發明之PTFE粉末之D90較佳為300 μm 以下，更佳為250 μm 以下，進而較佳為200 μm 以下，進而更佳為150 μm 以下，又，較佳為50 μm 以上，更佳為60 μm 以上，進而較佳為70 μm 以上。

【0077】 本發明之PTFE粉末較佳為藉由於下述條件成形所得之試驗片測得之 $L^*a^*b^*$ 表色系中之 L^* 為70以上。

（成形條件）

向 $\phi 120$ mm之模具中投入54 g聚四氟乙烯粉末，藉由熱壓機於370°C保持30分鐘，使聚四氟乙烯為熔融狀態後，施加3 MPa之負載1分鐘，進行壓縮成形，使模具冷卻，藉此製作試驗片。

【0078】 若 L^* 處於上述範圍內，則成形時之著色降低，可獲得優異之外觀。上述 L^* 更佳為75以上，進而較佳為80以上。上限並無特別限定，例如可為90。

上述 L^* 係使用Konica Minolta製造之分光測色計CM-5，設為C光源、視野2°，藉由SCI方式測定對於反射光之 $L^*a^*b^*$ 而求出。

【0079】 本發明之PTFE粉末較佳為藉由於下述條件成形所得之試驗片測得之 $L^*a^*b^*$ 表色系中之 L^* 相對於藉由上述PTFE粉末測得之 L^* 的變化率（減少率）為25%以下。

（成形條件）

向 $\phi 120$ mm之模具中投入54 g聚四氟乙烯粉末，藉由熱壓機於370°C保持30分鐘，使聚四氟乙烯為熔融狀態後，施加3 MPa之負載1分鐘，進行壓縮成形，使模具冷卻，藉此製作試驗片。

【0080】 若上述 L^* 之變化率處於上述範圍內，則成形時之著色進一步降低，可獲得更優異之外觀。上述 L^* 之變化率更佳為20%以下。下限並無特別限定，例如可為5%。

上述 L^* 之變化率係藉由下述方法求出。

對於PTFE粉末，使用Konica Minolta製造之分光測色計CM-5，填充於 $\phi 30$ mm之CM-5專用培養皿（schale）中，設為C光源、視野2°，藉由SCI方式測定對於反射光之 $L^*a^*b^*$ ，求出 L^* 。又，對於使上述PTFE粉末於上述條件成形所得之試驗片，以相同之方式測定 L^* 。使用成形前後之 L^* 之測定值，根據下述式求出變化率。

L^* 之變化率(%) = $|\{(\text{成形後之試驗片之}L^*) - (\text{成形前之PTFE粉末之}L^*)\} / (\text{成形前之PTFE粉末之}L^*) \times 100|$

【0081】 構成本發明之PTFE粉末之PTFE可為高分子量PTFE，標準比重(SSG)較佳為2.280以下，更佳為2.10以下。又，較佳為1.50以上，更佳為1.60以上。

【0082】 構成本發明之PTFE粉末之PTFE較佳為未經交聯。

【0083】 構成本發明之PTFE粉末之PTFE可具有與本發明之製造方法中之PTFE相同之組成及物性。

【0084】 考慮到成形後之物性、或作為添加劑之耐磨耗性、耐熱性，構成本發明之PTFE粉末之PTFE較佳為不表現出熔融流動性。不表現出熔融流動性意指即便對粒子進行加熱而超過熔點，亦維持粒子形狀。上述PTFE不表現出熔融流動性可藉由利用具備高溫載台之顯微鏡等進行觀察而確認。

【0085】 本發明之PTFE粉末可進而包含填充材。

作為上述填充材，例如，可例舉選自由玻璃纖維、玻璃珠、碳纖維、球狀碳、碳黑、石墨、氧化矽、氧化鋁、雲母、碳化矽、氮化硼、氧化鈦、氧化鉍、氧化鈷、二硫化鉬、青銅、金、銀、銅、及鎳所組成之群中之至少1種。

其中，較佳為選自由玻璃纖維、碳纖維、碳黑、及青銅所組成之群中之至少1種。

【0086】 本發明之PTFE粉末較佳為未受到藉由游離輻射之照射進行之脆化處理。

【0087】 本發明之PTFE粉末可藉由上述本發明之製造方法適宜地製造。

【0088】 藉由本發明之製造方法所得之PTFE粉末、及本發明之PTFE粉末可適宜地用作成形材料。作為使上述PTFE粉末成形之方法，並無特別限定，可例舉壓縮成形、柱塞擠製成形、熱壓印成形、等靜壓成形等。其中，較佳為柱塞

擠製成形、熱壓印成形。

【0089】 由藉由本發明之製造方法所得之PTFE粉末而獲得之成形體、及由本發明之PTFE粉末所得之成形體可良好地用於襯片（lining sheet）、墊料、墊片、隔膜閥、耐熱電線、車輛馬達/發電機等之耐熱絕緣帶、脫模片材、密封材、外殼、套筒、風箱、軟管、活塞環、蝶形閥、角槽、晶圓載具等。

【0090】 藉由本發明之製造方法所得之PTFE粉末、及本發明之PTFE粉末由於可不伴隨「藉由游離輻射之照射進行之脆化處理」而製造，故而可保持耐磨耗性等習知PTFE所具有之特性。因此，亦可適宜地用作用於賦予耐磨耗性或耐熱性等之添加劑。

【0091】 以上對實施形態進行了說明，但應當理解，可不脫離申請專利範圍之主旨及範圍而對形態或細節進行各種變更。

[實施例]

【0092】 其次，舉出實施例對本發明更詳細地進行說明，然而，本發明並不僅限於該等實施例。

【0093】 各種物性係藉由下述方法進行測定。

【0094】 （熔點）

熔點係作為與熔解熱曲線上之極小點對應之溫度而求出，該熔解熱曲線係使用X-DSC7000（Hitachi High-Tech Science股份有限公司製造），以10°C/分鐘之升溫速度進行示差掃描熱量測定[DSC]而得。於1個熔解峰中存在2個以上極小點之情形時，將各者作為熔點。

【0095】 （標準比重（SSG））

使用依據ASTM D4895所成形之樣品，藉由依據ASTM D 792之水置換法進行測定。

【0096】 （粒度分佈）

使用Beckman Coulter製造之雷射繞射式粒度分佈測定裝置 (LS13 320)，以乾式在真空壓力20 mH₂O進行測定，基於所得之粒度分佈（體積基準）求出。將與粒度分佈累計之10%對應之粒徑設為D10，將與粒度分佈累計之50%對應之粒徑設為D50（中值粒徑），將與粒度分佈累計之90%對應之粒徑設為D90。

【0097】 （直徑/厚度比）

藉由掃描式電子顯微鏡（SEM）觀察粉末中之PTFE粒子並進行圖像處理，根據其直徑及厚度求出直徑/厚度比。對20個粒子求出直徑/厚度比，採用其平均值。

【0098】 （L*值）

向φ120 mm之模具中投入PTFE粉末54 g，藉由熱壓機於370°C保持30分鐘，使PTFE為熔融狀態後，施加3 MPa之負載1分鐘，進行壓縮成形，使模具冷卻，藉此獲得試驗片，使用所得之試驗片，使用Konica Minolta製造之分光測色計CM-5，設為C光源、視野2°，藉由SCI方式測定對於反射光之L*a*b*，求出L*值。

關於所得之PTFE粉末之L*值，將該PTFE粉末填充於φ30 mm之CM-5專用培養皿中，使用Konica Minolta製造之分光測色計CM-5，於與上述試驗片相同之條件進行測定。

【0099】 （L*值之變化率（減少率））

使用藉由上述方法測得之成形前之PTFE粉末之L*值及成形後之試驗片之L*值，根據下述式求出L*值之變化率。

$$L^* \text{之變化率}(\%) = \left| \left\{ (\text{成形後之試驗片之} L^*) - (\text{成形前之PTFE粉末之} L^*) \right\} / (\text{成形前之PTFE粉末之} L^*) \times 100 \right|$$

【0100】 製造例1（PTFE粉末A-1之製作）

使用粉碎機對藉由僅TFE單體之懸浮聚合而獲得之均聚PTFE之粗粉末進行粉碎，使用所獲得之PTFE模製粉（標準比重（SSG）：2.159，熔點：345.0°C）35

g，利用 $\phi 100$ mm之模具於30 MPa、1分鐘之條件進行壓縮成形，於370°C進行3小時燒成，藉此獲得成形品。藉由粉碎機對所得之成形品進行粉碎，獲得PTFE粉末A-1。PTFE粉末A-1之熔點為328°C，使用顯微鏡確認粒子之最大直徑，結果為1~5 mm，粉末之 L^* 為97。

【0101】 製造例2（PTFE粉末A-2之製作）

以與製造例1相同之方式獲得成形品，藉由粉碎機進行粉碎，藉此獲得PTFE粉末A-2。PTFE粉末A-2之熔點為328°C，中值粒徑為208 μm ，粉末之 L^* 為97。

【0102】 實施例1

使用石臼式粉碎機，對PTFE粉末A-1進行粉碎，該石臼式粉碎機具有投入口及排出口，可旋轉之磨碎部之直徑為 $\phi 250$ mm，於上下的磨碎部內具有水路，且水溫可調節。向粉碎機之臼中流入冷卻水，藉由接觸溫度計測定臼表面溫度，於溫度成為20°C之狀態下，使上下的臼接觸，於該狀態（間隙0 mm）下，將臼之轉速設定為75 rpm，以2.3 kg/h之噴出量供給PTFE粉末A-1，進行粉碎操作，獲得PTFE樹脂粉末B-1。對所得之PTFE粉末之各種物性進行測定。將結果示於表1中。

【0103】 實施例2

將粉碎步驟反覆進行3個行程，除此以外，以與實施例1相同之方式獲得PTFE粉末。對所得之PTFE粉末之各種物性進行測定。將結果示於表1中。

【0104】 實施例3

將臼之轉速變更為120 rpm，除此以外，以與實施例1相同之方式獲得PTFE粉末。對所得之PTFE粉末之各種物性進行測定。將結果示於表1中。

【0105】 實施例4

將臼之設定溫度變更為10°C，將臼之轉速變更為120 rpm，除此以外，以與實施例1相同之方式獲得PTFE粉末。對所得之PTFE粉末之各種物性進行測定。將結果示於表1中。

【0106】 實施例5

將臼之轉速變更為45 rpm，除此以外，以與實施例1相同之方式獲得PTFE粉末。對所得之PTFE粉末之各種物性進行測定。將結果示於表1中。

【0107】 實施例6

將臼之設定溫度變更為25°C，將臼之轉速變更為45 rpm，除此以外，以與實施例1相同之方式獲得PTFE粉末。對所得之PTFE粉末之各種物性進行測定。將結果示於表1中。

【0108】 比較例1

使用石臼式粉碎機作為粉碎機，將臼之設定溫度變更為35°C，將噴出量變更為2.2 kg/h，除此以外，以與實施例1相同之方式獲得PTFE粉末，該石臼式粉碎機具有投入口及排出口，可旋轉之磨碎部之直徑為 $\phi 250$ mm，且可藉由加熱器對上側之磨碎部內進行加熱。對所得之PTFE粉末之各種物性進行測定。將結果示於表1中。

【0109】 比較例2

將臼之設定溫度變更為100°C，除此以外，以與比較例1相同之方式獲得PTFE粉末。對所得之PTFE粉末之各種物性進行測定。將結果示於表1中。

【0110】 比較例3

將臼之設定溫度變更為150°C，除此以外，以與比較例1相同之方式獲得PTFE粉末。對所得之PTFE粉末之各種物性進行測定。將結果示於表1中。

【0111】 比較例4

將PTFE粉末A-2 1 kg、純水4 kg、及界面活性劑（Lion Specialty Chemicals公司製造之CADENAX DM10D-W）10 g加以混合，而製作被處理液。

使用具有投入口及排出口且可旋轉之磨碎部之直徑為 $\phi 250$ mm之石臼式粉碎機，將靠近直至上下的臼之表面相接處設為間隙0 mm，投入上述被處理液，

將臼之轉速設為1500 rpm進行粉碎，進行3個行程處理，藉此獲得包含PTFE粉末之懸浮液。對所得之懸浮液進行過濾，取出PTFE濕潤粉末，於150°C乾燥15小時，藉此獲得PTFE粉末。對所得之PTFE粉末之各種物性進行測定。將結果示於表2中。

【0112】 [表1]

	設定溫度 (°C)	試驗後之臼之表面溫度 (°C)	轉速 (rpm)	噴出量 (kg/h)	臼間隙 (mm)	重複數 (行程)	粒度分佈 (μm)			後處理	直徑/厚度	成形品之L*	L*變化率 (%)
							D10	D50	D90				
實施例 1	20	23	75	2.3	0	1	27	78	189	-	20	81	17
實施例 2	20	23	75	2.3	0	3	17	41	76	-	6.9	80	18
實施例 3	20	26	120	2.3	0	1	32	85	199	-	20	78	20
實施例 4	10	17	120	2.3	0	1	29	87	255	-	-	79	19
實施例 5	20	22	45	2.3	0	1	34	108	233	-	-	82	16
實施例 6	25	29	45	2.3	0	1	44	134	289	-	19	81	17
比較例 1	35	38	75	2.2	0	1	59	156	335	-		80	18
比較例 2	100	108	75	2.2	0	1	133	438	841	-		78	20
比較例 3	150	159	75	2.2	0	1	128	354	826	-		81	17

【0113】 [表2]

	比較例 4
間隙 (μm)	-50
轉速 (rpm)	1500
處理時間 (秒)	143
D10 (μm)	37
D50 (μm)	102
D90 (μm)	190
後處理	過濾 150°C×15 h 乾燥
直徑/厚度	2.0
成形品之 L*	63
L*變化率 (%)	35

【符號說明】

無

【發明申請專利範圍】

【請求項1】一種聚四氟乙烯粉末之製造方法，其包括粉碎步驟：其使用粉碎機，將上述粉碎機所具備之粉碎構件之表面溫度設為未達35°C，對聚四氟乙烯進行粉碎。

【請求項2】如請求項1之製造方法，其中，上述粉碎構件係可將上述聚四氟乙烯磨碎之磨碎構件。

【請求項3】如請求項2之製造方法，其中，於上述粉碎步驟中，藉由對向配置之至少一對上述磨碎構件將上述聚四氟乙烯磨碎。

【請求項4】如請求項1至3中任一項之製造方法，其中，上述聚四氟乙烯係具有加熱至熔點以上之溫度之歷程之聚四氟乙烯。

【請求項5】如請求項1至4中任一項之製造方法，其以乾式實施上述粉碎步驟。

【請求項6】如請求項1至5中任一項之製造方法，其中，上述粉碎機具有投入口及排出口，且連續實施上述粉碎步驟。

【請求項7】如請求項1至6中任一項之製造方法，其反覆進行複數次上述粉碎步驟。

【請求項8】如請求項1至7中任一項之製造方法，其進而包括對聚四氟乙烯進行粗粉碎之粗粉碎步驟，將粗粉碎步驟中所得之粗粉供於上述粉碎步驟。

【請求項9】一種聚四氟乙烯粉末，其包含鱗片狀之聚四氟乙烯粒子。

【請求項10】如請求項9之聚四氟乙烯粉末，其於未達333°C之溫度範圍具有1個以上之熔點。

【請求項11】如請求項9或10之聚四氟乙烯粉末，其中值粒徑為110 μm 以下。

【請求項12】如請求項9至11中任一項之聚四氟乙烯粉末，其藉由於下述條件成形所得之試驗片測得之 $L^*a^*b^*$ 表色系中之 L^* 為70以上，

（成形條件）

向 $\phi 120$ mm之模具中投入54 g聚四氟乙烯粉末，藉由熱壓機於370°C保持30分鐘，使聚四氟乙烯為熔融狀態後，施加3 MPa之負載1分鐘，進行壓縮成形，使模具冷卻，藉此製作試驗片。

【請求項13】如請求項9至12中任一項之聚四氟乙烯粉末，其藉由於下述條件成形所得之試驗片測得之 $L^*a^*b^*$ 表色系中之 L^* 相對於藉由上述聚四氟乙烯粉末測得之 L^* 的變化率為25%以下，

（成形條件）

向 $\phi 120$ mm之模具中投入54 g聚四氟乙烯粉末，藉由熱壓機於370°C保持30分鐘，使聚四氟乙烯為熔融狀態後，施加3 MPa之負載1分鐘，進行壓縮成形，使模具冷卻，藉此製作試驗片。