

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成 17 年 12 月 22 日 (2005.12.22)

【公表番号】特表 2004-523626 (P2004-523626A)

【公表日】平成 16 年 8 月 5 日 (2004.8.5)

【年通号数】公開・登録公報 2004-030

【出願番号】特願 2002-571558 (P2002-571558)

【国際特許分類第 7 版】

C 0 8 F 14/26

C 0 8 F 2/22

【F I】

C 0 8 F 14/26

C 0 8 F 2/22

【手続補正書】

【提出日】平成 17 年 2 月 4 日 (2005.2.4)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

水性媒質中の約 2 . 2 2 5 未満の S S G を有する非溶融加工性フルオロポリマー粒子を含む分散物であって、前記フルオロポリマー粒子が、高分子量ポリテトラフルオロエチレンのコアと、より低い分子量のポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンのシェルとを含み、前記フルオロポリマー粒子の少なくとも約 1 . 5 重量%が、約 5 よりも大きい長さ対直径比を有する実質的に棒状の粒子を含むことを特徴とする分散物。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の水性分散物を凝固させ乾燥させることによって得られることを特徴とする非溶融加工性フルオロポリマー粉末。

【請求項 3】

界面活性剤を含有する水性媒質中の約 2 . 2 2 5 未満の S S G を有する非溶融加工性フルオロポリマー粒子の濃縮分散物を含むコーティング組成物であって、前記分散物が約 3 0 ~ 約 7 0 重量%のフルオロポリマーを含有し、前記フルオロポリマー粒子が、高分子量ポリテトラフルオロエチレンのコアと、より低い分子量のポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンのシェルとを含み、前記フルオロポリマー粒子の少なくとも約 1 . 5 重量%が、約 5 を超える長さ対直径比を有する実質的に棒状の粒子からなることを特徴とするコーティング組成物。

【請求項 4】

請求項 3 に記載の組成物で被覆されたことを特徴とする基材。

【請求項 5】

請求項 1 に記載の分散物からキャストされることを特徴とする自立フィルム。

【請求項 6】

分散剤存在下で水性媒質中においてテトラフルオロエチレンを重合して、2 . 2 2 5 未満の S S G を有するフルオロポリマーを製造する工程を含む、非溶融加工性フルオロポリマー分散物を製造するためのバッチ方法であって、前記重合が、その間に第 1 の量のラジカル重合開始剤が添加される第 1 段階と、その間に第 2 の量のラジカル重合開始剤および

テロゲン剤が添加される第２段階とで実施され、前記第１の量の重合開始剤が、約 1.2×10^{10} Pa・s を超える平均溶融クリープ粘度を有するポリテトラフルオロエチレンを生じ、前記第２の量の重合開始剤が、前記第１の量の少なくとも約 10 倍であって、全テトラフルオロエチレンの約 95 % が重合される前に添加され、前記第２の量の重合開始剤が、ポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンを生じ、前記第１段階中の前記重合が、前記フルオロポリマー粒子の少なくとも約 1.5 重量 % が、約 5 を超える長さ対直径比を有する実質的に棒状の粒子を含むように実施されることを特徴とするバッチ方法。

【手続補正２】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】００５７

【補正方法】変更

【補正の内容】

【００５７】

分散物の特質は、製造の経済性を維持しながら最終用途に利点を提供する。加工の容易さは、所望されるコーティングまたはフィルム厚に達するためのパスの数を最小化することに起因する。さらに特定の厚さのために必要な界面活性剤およびアクリルフィルムフォームの量は、所望するならば減らせるので、フィルム成形における加熱および焼結工程で除去する材料の量が減らせる。高剪断安定性によって、カーテンコーティングなどの技術を使用した加工ができるようになり、より高い製造速度とより低い製造経費が可能になる。高分子量は、良好な剥離特性を示す強い耐摩耗性 PTFE コーティングフィルムを提供する。製造の経済性は、短いバッチ時間、様々な分散物の配合の複雑さの欠如、そしてより少ない材料の在庫を維持するためのより低い在庫費用に起因する。

本発明の好ましい態様を以下に示す。

- １． 水性媒質中の約 2.225 未満の SSG を有する非溶融加工性フルオロポリマー粒子を含む分散物であって、前記フルオロポリマー粒子が、高分子量ポリテトラフルオロエチレンのコアと、より低い分子量のポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンのシェルとを含み、前記フルオロポリマー粒子の少なくとも約 1.5 重量 % が、約 5 よりも大きい長さ対直径比を有する実質的に棒状の粒子を含むことを特徴とする分散物。
- ２． 前記コアのポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度が約 1.2×10^{10} Pa・s を超えることを特徴とする １．に記載の分散物。
- ３． 前記コアのポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度が約 1.3×10^{10} Pa・s を超えることを特徴とする １．に記載の分散物。
- ４． 前記コアのポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度が約 1.5×10^{10} Pa・s を超えることを特徴とする １．に記載の分散物。
- ５． 前記シェルのポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度が約 9×10^9 Pa・s を超え、前記コアのポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度よりも低いことを特徴とする １．に記載の分散物。
- ６． 前記シェルのポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度が、前記コアのポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度よりも少なくとも 0.1×10^{10} Pa・s 低いことを特徴とする １．に記載の分散物。
- ７． 前記シェルのポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度が、前記コアのポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度よりも少なくとも 0.2×10^{10} Pa・s 低いことを特徴とする １．に記載の分散物。
- ８． 前記シェルのポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度が、約 9×10^9 Pa・s ~ 約 1.3×10^{10} Pa・s であることを特徴とする １．に記載の分散物。

9. 前記シェルが前記フルオロポリマー粒子の約5～約30重量%を構成することを特徴とする1.に記載の分散物。

10. 前記フルオロポリマー粒子の少なくとも50%が略円柱状であり、約1.5を超える長さ対直径比を有することを特徴とする1.に記載の分散物。

11. 前記分散物が、約60重量%のフルオロポリマーおよび約6重量%の界面活性剤濃度で、約700秒を超えるゲル時間を有するように、シェル中のポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンの分子量が十分低いことを特徴とする1.に記載の分散物。

12. 前記フルオロポリマーが微小繊維形成性であることを特徴とする1.に記載の分散物。

13. 前記シェルがポリテトラフルオロエチレンであることを特徴とする1.に記載の分散物。

14. 前記フルオロポリマー粒子の約1.5～約25重量%が、5を超える長さ対直径比を有する実質的に棒状の粒子を含むことを特徴とする1.に記載の分散物。

15. 前記フルオロポリマー粒子の少なくとも約1.5～約20重量%が、約5を超える長さ対直径比を有する実質的に棒状の粒子を含むことを特徴とする1.に記載の分散物。

16. 前記フルオロポリマー粒子が、約 1.4×10^{10} Pa·sを超える溶融クリープ粘度を有することを特徴とする1.に記載の分散物。

17. 前記棒状分散物粒子が約150nm未満の数平均直径を有することを特徴とする1.に記載の分散物。

18. 前記フルオロポリマー粒子が、約220～約500nmの数平均長さおよび約150～約300nmの数平均直径を有することを特徴とする1.に記載の分散物。

19. 縦方向に10,000サイクルを超える、被覆されたガラス繊維のためのMIT屈曲寿命を有することを特徴とする1.に記載の分散物。

20. 横方向に10,000サイクルを超える、被覆されたガラス繊維のためのMIT屈曲寿命を有することを特徴とする1.に記載の分散物。

21. 縦方向に10,000サイクルを超える、被覆されたガラス繊維のためのMIT屈曲寿命を有し、横方向に10,000サイクルを超える、被覆されたガラス繊維のためのMIT屈曲寿命を有することを特徴とする1.に記載の分散物。

22. 1.に記載の水性分散物を凝固させ乾燥させることによって得られることを特徴とする非溶融加工性フルオロポリマー粉末。

23. 界面活性剤を含有する水性媒質中の約2.225未満のSSGを有する非溶融加工性フルオロポリマー粒子の濃縮分散物を含むコーティング組成物であって、前記分散物が約30～約70重量%のフルオロポリマーを含有し、前記フルオロポリマー粒子が、高分子量ポリテトラフルオロエチレンのコアと、より低い分子量のポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンのシェルとを含み、前記フルオロポリマー粒子の少なくとも約1.5重量%が、約5を超える長さ対直径比を有する実質的に棒状の粒子からなることを特徴とするコーティング組成物。

24. 前記濃縮分散物が約45～約65重量%のフルオロポリマーを含有することを特徴とする23.に記載のコーティング組成物。

25. 約60重量%のフルオロポリマーおよび約8重量%の界面活性剤濃度で、約24μmを超える限界亀裂厚を有することを特徴とする23.に記載のコーティング組成物。

26. 60重量%のフルオロポリマーおよび6重量%の界面活性剤濃度で、約20μmを超える限界亀裂厚を有することを特徴とする23.に記載のコーティング組成物。

27. 約60重量%のフルオロポリマーおよび約6重量%の界面活性剤濃度で、約700秒を超えるゲル時間を有することを特徴とする23.に記載のコーティング組成物。

28. 前記コアのポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度が約 1.2×10^{10} Pa·sを超えることを特徴とする23.に記載のコーティング組成物。

29. 前記コアのポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度が約 1.3×1

0¹⁰ Pa・s を超えることを特徴とする 23 . に記載のコーティング組成物。

30 . 前記コアのポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度が約 1.5×10^{10} Pa・s を超えることを特徴とする 23 . に記載のコーティング組成物。

31 . 前記シェルのポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度が約 9×10^9 Pa・s を超え、前記コアのポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度よりも低いことを特徴とする 23 . に記載のコーティング組成物。

32 . 前記シェルのポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度が、前記コアのポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度よりも少なくとも 0.1×10^{10} Pa・s 低いことを特徴とする 23 . に記載のコーティング組成物。

33 . 前記シェルのポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度が、前記コアのポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度よりも少なくとも 0.2×10^{10} Pa・s 低いことを特徴とする 23 . に記載のコーティング組成物。

34 . 前記シェルのポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度が、約 9×10^9 Pa・s ~ 約 1.3×10^{10} Pa・s であることを特徴とする 23 . に記載のコーティング組成物。

35 . 焼き付け層の形態であることを特徴とする 23 . に記載のコーティング組成物。

36 . 35 . に記載の組成物で被覆されたことを特徴とする基材。

37 . 基材が金属であることを特徴とする 36 . に記載の基材。

38 . 基材がガラス布であることを特徴とする 36 . に記載の基材。

39 . 1 . に記載の分散物からキャストされることを特徴とする自立フィルム。

40 . 分散剤存在下で水性媒質中においてテトラフルオロエチレンを重合して、2 . 225 未満の SSG を有するフルオロポリマーを製造する工程を含む、非溶融加工性フルオロポリマー分散物を製造するためのバッチ方法であって、前記重合が、その間に第 1 の量のラジカル重合開始剤が添加される第 1 段階と、その間に第 2 の量のラジカル重合開始剤およびテロゲン剤が添加される第 2 段階とで実施され、前記第 1 の量の重合開始剤が、約 1.2×10^{10} Pa・s を超える平均溶融クリープ粘度を有するポリテトラフルオロエチレンを生じ、前記第 2 の量の重合開始剤が、前記第 1 の量の少なくとも約 10 倍であって、全テトラフルオロエチレンの約 95 % が重合される前に添加され、前記第 2 の量の重合開始剤が、ポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンを生じ、前記第 1 段階中の前記重合が、前記フルオロポリマー粒子の少なくとも約 1.5 重量 % が、約 5 を超える長さ対直径比を有する実質的に棒状の粒子を含むように実施されることを特徴とするバッチ方法。

41 . 前記第 1 の量の重合開始剤が、約 1.3×10^{10} Pa・s を超える平均溶融クリープ粘度を有するポリテトラフルオロエチレンを生じることを特徴とする 40 . に記載の方法。

42 . 前記第 1 の量の重合開始剤が、約 1.5×10^{10} Pa・s を超える平均溶融クリープ粘度を有するポリテトラフルオロエチレンを生じることを特徴とする 40 . に記載の方法。

43 . 前記第 1 の量の重合開始剤が、全テトラフルオロエチレンの約 30 % が重合する前に、約 1.0×10^{10} Pa・s を超える平均溶融クリープ粘度を有するポリテトラフルオロエチレンを生じることを特徴とする 40 . に記載の方法。

44 . 前記第 2 の量の重合開始剤が、約 9×10^9 Pa・s を超え、前記コアのポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度よりも低い、平均溶融クリープ粘度を有するポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンを生じることを特徴とする 40 . に記載の方法。

45 . 前記第 2 の量の重合開始剤が、前記第 1 段階中に生じるポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度よりも少なくとも 0.1×10^{10} Pa・s 低い平均溶融クリ

ープ粘度を有する、ポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンを生じることを特徴とする４０．に記載の方法。

４６． 前記第２の量の重合開始剤が、前記第１段階中に生じるポリテトラフルオロエチレンの平均溶融クリープ粘度よりも少なくとも $0.2 \times 10^{10} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 低い平均溶融クリープ粘度を有する、ポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンを生じることを特徴とする４０．に記載の方法。

４７． 前記第２の量の重合開始剤が、約 $9 \times 10^9 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ ～ 約 $1.3 \times 10^{10} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の平均溶融クリープ粘度を有する、ポリテトラフルオロエチレンまたは改質ポリテトラフルオロエチレンを生じることを特徴とする４０．に記載の方法。

４８． 前記第２の量の重合開始剤および前記テロゲン剤が、全テトラフルオロエチレンの少なくとも約７０％が重合したときに添加されることを特徴とする４０．に記載の方法。