

**(19) 대한민국특허청(KR)**
(12) 공개특허공보(A)**(11) 공개번호** 10-2023-0096971
(43) 공개일자 2023년06월30일

- | | |
|---|---|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08L 27/18 (2006.01) C08J 3/02 (2006.01)
C08J 3/12 (2006.01) C08J 3/205 (2006.01)
C08L 101/00 (2006.01) C08L 101/02 (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류
C08L 27/18 (2013.01)
C08J 3/02 (2021.05)</p> <p>(21) 출원번호 10-2023-7008947</p> <p>(22) 출원일자(국제) 2021년10월25일
심사청구일자 없음</p> <p>(85) 번역문제출일자 2023년03월14일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/JP2021/039342</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2022/092036
국제공개일자 2022년05월05일</p> <p>(30) 우선권주장
JP-P-2020-181771 2020년10월29일 일본(JP)
JP-P-2021-051437 2021년03월25일 일본(JP)</p> | <p>(71) 출원인
에이지씨 가부시키키가이샤
일본 도쿄도 지요다쿠 마루노우치 1초메 5방 1고</p> <p>(72) 발명자
유키 소타
일본 도쿄도 지요다쿠 마루노우치 1초메 5방 1고
에이지씨 가부시키키가이샤 나이
미츠나가 아츠미
일본 도쿄도 지요다쿠 마루노우치 1초메 5방 1고
에이지씨 가부시키키가이샤 나이</p> <p>(74) 대리인
특허법인코리아나</p> |
|---|---|

전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더 입자를 포함하는 조성물, 그 제조 방법, 그 조성물로부터의 분산액의 제조 방법**(57) 요약**

테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더 입자와 액상 매체를 함유하는 고점도의 조성물, 이러한 조성물의 제조 방법, 및 조성물로부터의 분산 안정성이 우수한 분산액의 제조 방법의 제공.

비표면적이 25 m²/g 이하인 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더에서 유래하는 입자와 액상 매체와 임의로 이러한 액상 매체에 용해된 다른 폴리머를 포함하는 조성물로서, 온도를 25 °C, 회전수를 30 rpm 으로 하여 B 형 점도계로 측정되는 점도가 8000 ~ 100000 mPa·s 이거나, 또는, 온도를 25 °C, 전단 속도를 1 s⁻¹ 로 하는 캐필로그래프 측정에 의한 점도가 10000 ~ 100000 Pa·s 인 조성물. 그리고, 상기 조성물의 성분의 혼합물을 혼련함과 함께, 이러한 혼련 중 혹은 혼련 후의 탈기 및 혼련 후의 정치의 적어도 어느 것을 실시하는, 상기 조성물의 제조 방법, 및, 상기 조성물을 액상 매체로 희석하는, 액상 매체 중에 상기 파우더에서 유래하는 입자가 분산된 분산액의 제조 방법.

(52) CPC특허분류

C08J 3/124 (2021.05)

C08J 3/205 (2013.01)

C08L 101/00 (2013.01)

C08L 101/02 (2013.01)

C08J 2327/18 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

비표면적이 25 m²/g 이하인 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더에서 유래하는 입자와 액상 매체를 함유하고, 고형분 농도가 40 질량% 이상이며, 온도를 25 °C, 회전수를 30 rpm 으로 하여 B 형 점도계로 측정되는 점도가 8000 ~ 100000 mPa·s 인, 조성물.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

추가로 상기 액상 매체에 용해성의, 상기 테트라플루오로에틸렌계 폴리머 이외의 폴리머 또는 수지를 포함하는, 조성물.

청구항 3

비표면적이 25 m²/g 이하인 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더에서 유래하는 입자, 극성 폴리머 또는 그 전구체, 및 이러한 극성 폴리머 또는 그 전구체를 용해할 수 있는 극성을 갖는 액상 매체를 포함하고, 온도를 25 °C, 전단 속도를 1 s⁻¹ 로 하는 캐필로그래프 측정에 의한 점도가 10000 ~ 100000 Pa·s 인, 조성물.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 입자의 함유량과 상기 극성 폴리머 또는 그 전구체의 함유량의 합계가 50 질량% 초과이며, 상기 극성을 갖는 액상 매체의 함유량이 40 질량% 이하이며, 상기 입자의 함유량에 대한 상기 극성 폴리머 또는 그 전구체의 함유량의 비가 0.001 이상 0.5 미만인, 조성물.

청구항 5

제 3 항 또는 제 4 항에 있어서,

상기 극성 폴리머 또는 그 전구체가, 이미드계 폴리머, 이미드계 폴리머의 전구체, 비닐계 폴리머 또는 다당류인, 조성물.

청구항 6

제 3 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 극성을 갖는 액상 매체가, 물, 아미드, 케톤 및 에스테르로 이루어지는 군에서 선택되는 액상 매체인, 조성물.

청구항 7

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 테트라플루오로에틸렌계 폴리머가 카르보닐기 함유기 또는 수산기 함유기를 갖는 폴리머인, 조성물.

청구항 8

제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 불소 함유량이 70 질량% 이상인, 조성물.

청구항 9

제 1 항 내지 제 8 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 용융 온도가 180 ~ 325 °C 인, 조성물.

청구항 10

제 1 항 내지 제 9 항 중 어느 한 항에 있어서,
 상기 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더를 구성하는 입자의 평균 입자경이 0.1 ~ 20 μm 인, 조성물.

청구항 11

제 1 항 내지 제 10 항 중 어느 한 항에 있어서,
 추가로 무기 필러를 포함하는, 조성물.

청구항 12

비표면적이 25 m^2/g 이하인 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더에서 유래하는 입자와 액상 매체를 포함하는 혼합물을 혼련함과 함께, 이러한 혼련 중 혹은 혼련 후의 탈기 및 혼련 후의 정치의 적어도 어느 것을 실시함으로써 제 1 항 내지 제 11 항 중 어느 한 항에 기재된 조성물을 제조하는, 조성물의 제조 방법.

청구항 13

제 12 항에 있어서,
 상기 탈기 및 상기 정치의 양방을 실시하는, 제조 방법.

청구항 14

제 1 항 내지 제 11 항 중 어느 한 항에 기재된 조성물을 제 2 액상 매체로 희석하여 분산액을 얻는, 분산액의 제조 방법.

청구항 15

비표면적이 25 m^2/g 이하인 카르보닐기 함유기 또는 수산기 함유기를 갖는 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더에서 유래하는 입자와, 카르보닐기 함유기 또는 수산기 함유기를 갖는 극성 폴리머 또는 그 전구체와, 아미드, 케톤 및 에스테르로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1 종의 극성을 갖는 액상 매체를 포함하는, 웨트 파우더.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더 입자와 액상 매체를 포함하는 고점도의 조성물, 이러한 고점도의 조성물의 제조 방법, 및, 이러한 고점도의 조성물로부터 테트라플루오로에틸렌계 폴리머 입자가 분산된 분산액을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 테트라플루오로에틸렌계 폴리머는, 전기 절연성, 발수 발유성, 내약품성, 내열성 등의 물성이 우수하다. 이 때문에, 그 파우더를 물이나 유성 용제 중에 분산시킨 분산액은, 레지스트, 접착제, 전기 절연층, 윤활제, 잉크, 도료 등을 형성하기 위한 재료로서 유용하다. 그러나, 테트라플루오로에틸렌계 폴리머는, 표면 에너지가 낮고, 그 파우더를 구성하고 있는 입자 (이하, 「파우더 입자」라고도 한다.) 끼리는 응집하기 쉽다. 이 때문에, 분산 안정성이 우수한, 저점성의 분산액을 얻는 것은 어렵다.

[0003] 예를 들어, 특허문헌 1 에는, 분산액의 분산성을 향상시키고, 그 액 물성을 조정하는 관점에서, 첨가제를 사용한 비수계 분산액이 개시되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0004] (특허문헌 0001) 국제 공개 2016/159102호

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0005] 그러나 특허문헌 1 에 기재된 분산액도 분산 안정성이라는 점에서는 아직 충분하지 않다.
- [0006] 특히 불소 함유량이 많고 비표면적이 작은 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더의 경우, 그 분산액의 조제 시에 기포 발생이 심해져, 응집에 의해 분산 안정성이 저하되는 경우가 있었다. 또 그러한 분산액으로부터 얻어지는 도막이나 성형물은, 그 표면 평활성이 저하되는 경우가 있었다.
- [0007] 본 발명자들은, 비표면적이 작은 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더로부터 그 파우더 입자의 분산 안정성이 우수한 분산액을 얻고자, 이러한 분산액의 제조 방법을 검토하여, 본 발명의 완성에 이르렀다.
- [0008] 또, 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더 입자를 포함하고, 또 다른 기능성 재료 (무기 필러, 테트라플루오로에틸렌계 폴리머와는 상이한 폴리머나 수지 등) 를 포함하는 분산액은, 그것으로부터 형성하는 도막이나 성형물에 있어서, 다른 기능성 재료의 물성도 부여할 수 있을 가능성이 있다.
- [0009] 그러나, 테트라플루오로에틸렌계 폴리머와 다른 기능성 재료의 친화성은, 대체로 낮고, 이러한 분산액에 있어서는, 그 분산 안정성이 더욱 저하되는 경향이 있다.
- [0010] 다른 기능성 재료를 첨가할 때에, 고전단을 가해 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더를 분산시키고자 하면, 공기의 혼입, 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 변질 등에 의해, 발포나 응집이 발생하기 쉽다.
- [0011] 그 결과, 상기 분산액으로부터 얻어지는 도막이나 성형물에 있어서의, 성분 분포의 균일성의 저하나 공극의 발생에 의한 내수성의 저하가 발생하기 쉽다.
- [0012] 본 발명은, 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더 입자와 액상 매체를 함유하는, 분산액의 전구체가 되는 페이스트상 등의 고점성의 조성물, 및 그 제조 방법의 제공을 목적으로 한다.
- [0013] 또 본 발명은, 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더 입자와 극성 폴리머와, 극성을 갖는 액상 매체를 함유하는, 분산액의 전구체가 되는 웨트 파우더상 등의 더 고점성의 조성물, 및 그 제조 방법의 제공을 목적으로 한다.
- [0014] 또한 본 발명은, 상기 고점도의 조성물을 액상 매체로 희석함으로써, 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더 입자가 분산된 분산액을 제조하는, 분산 안정성이 우수한 분산액의 제공을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0015] 본 발명은, 하기 양태를 갖는다.
- [0016] [1] 비표면적이 25 m²/g 이하인 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더에서 유래하는 입자와 액상 매체를 함유하고, 고형분 농도가 40 질량% 이상이며, 온도를 25 ℃, 회전수를 30 rpm 으로 하여 B 형 점도계로 측정되는 점도가 8000 ~ 100000 mPa · s 인, 조성물.
- [0017] [2] 추가로 상기 액상 매체에 용해성의, 상기 테트라플루오로에틸렌계 폴리머 이외의 폴리머 또는 수지를 포함하는, [1] 의 조성물.
- [0018] [3] 비표면적이 25 m²/g 이하인 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더에서 유래하는 입자, 극성 폴리머 또는 그 전구체, 및 이러한 극성 폴리머 또는 그 전구체를 용해할 수 있는 극성을 갖는 액상 매체를 포함하고, 온도를 25 ℃, 전단 속도를 1 s⁻¹ 로 하는 캐필로그래프 측정에 의한 점도가 10000 ~ 100000 Pa · s 인, 조성물.
- [0019] [4] 상기 입자의 함유량과 상기 극성 폴리머 또는 그 전구체의 함유량의 합계가 50 질량% 초과이며, 상기 극성을 갖는 액상 매체의 함유량이 40 질량% 이하이며, 상기 입자의 함유량에 대한 상기 극성 폴리머 또는 그 전구체의 함유량의 비가 0.001 이상 0.5 미만인, [3] 의 조성물.
- [0020] [5] 상기 극성 폴리머 또는 그 전구체가, 이미드계 폴리머, 이미드계 폴리머의 전구체, 비닐계 폴리머 또는 다

당류인, [3] 또는 [4] 의 조성물.

- [0021] [6] 상기 극성을 갖는 액상 매체가, 물, 아마이드, 케톤 및 에스테르로 이루어지는 군에서 선택되는 액상 매체인, [3] ~ [5] 의 어느 것의 조성물.
- [0022] [7] 상기 테트라플루오로에틸렌계 폴리머가 카르보닐기 함유기 또는 수산기 함유기를 갖는 폴리머인, [1] ~ [6] 의 어느 것의 조성물.
- [0023] [8] 상기 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 불소 함유량이 70 질량% 이상인, [1] ~ [7] 의 어느 것의 조성물.
- [0024] [9] 상기 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 용융 온도가 180 ~ 325 °C 인, [1] ~ [8] 의 어느 것의 조성물.
- [0025] [10] 상기 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더를 구성하는 입자의 평균 입자경이 0.1 ~ 20 μm 인, [1] ~ [9] 의 어느 것의 조성물.
- [0026] [11] 추가로 무기 필러를 포함하는, [1] ~ [10] 의 어느 것의 조성물.
- [0027] [12] 비표면적이 25 m²/g 이하인 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더에서 유래하는 입자와 액상 매체를 포함하는 혼합물을 혼련함과 함께, 이러한 혼련 중 혹은 혼련 후의 탈기 및 혼련 후의 정치의 적어도 어느 것을 실시함으로써 [1] ~ [11] 의 어느 것의 조성물을 제조하는, 조성물의 제조 방법.
- [0028] [13] 상기 탈기 및 상기 정치의 양방을 실시하는, [12] 의 제조 방법.
- [0029] [14] [1] ~ [11] 의 어느 것의 조성물을 제 2 액상 매체로 희석하여 분산액을 얻는, 분산액의 제조 방법.
- [0030] [15] 비표면적이 25 m²/g 이하인 카르보닐기 함유기 또는 수산기 함유기를 갖는 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더에서 유래하는 입자와, 카르보닐기 함유기 또는 수산기 함유기를 갖는 극성 폴리머 또는 그 전구체와, 아마이드, 케톤 및 에스테르로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1 종의 극성을 갖는 액상 매체를 포함하는, 웨트 파우더.

발명의 효과

- [0031] 본 발명의 고점도의 조성물을 사용함으로써, 비표면적이 작은 테트라플루오로에틸렌계 폴리머의 파우더에서 유래하는 입자를 함유하는 분산 안정성이 우수한 분산액을 제조할 수 있다. 이러한 제조 방법에 의해 얻어지는 분산액을 사용함으로써, 얻어지는 도막이나 성형물은, 그 표면 평활성이 우수한 외관이 된다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0032] 이하의 용어는, 이하의 의미를 갖는다.
- [0033] 「테트라플루오로에틸렌계 폴리머」란, 테트라플루오로에틸렌 (이하, TFE 라고도 기재한다) 에 기초하는 단위 (이하, TFE 단위라고도 기재한다) 를 함유하는 폴리머이다.
- [0034] 「폴리머의 유리 전이점 (Tg)」은, 동적 점탄성 측정 (DMA) 법으로 폴리머를 분석하여 측정되는 값이다.
- [0035] 「폴리머의 용융 온도 (융점)」는, 시차 주사 열량 측정 (DSC) 법으로 측정된 융해 피크의 최대치에 대응하는 온도이다.
- [0036] 「D50」은, 파우더 또는 무기 필러 등의 측정 대상물을 구성하는 입자의 평균 입자경이며, 레이저 회절·산란법에 의해 구해지는 측정 대상물을 구성하는 입자의 체적 기준 누적 50 % 직경이다. 즉, 레이저 회절·산란법에 의해 측정 대상물을 구성하는 입자의 입도 분포를 측정하고, 측정 대상물의 전체 체적을 100 % 로 하여 누적 커브를 구하고, 그 누적 커브 상에서 누적 체적이 50 % 가 되는 점의 입자경이다.
- [0037] 「D90」은, 측정 대상물을 구성하는 입자의 누적 체적 입경이며, 「D50」과 동일하게 하여 구해지는 입자의 체적 기준 누적 90 % 직경이다.
- [0038] 「캐필로그래프 측정에 의한 점도」는 캐필러리 길이가 10 mm, 캐필러리 반경이 1 mm 인 캐필러리를 사용하여, 노체 직경이 9.55 mm, 로드 셀 용량을 2 t 으로 하여 측정된 점도이다.
- [0039] 「B 형 점도계로 측정되는 점도」는, B 형 점도계를 사용하여, 실온하 (25 °C) 에서 회전수가 30 rpm 인 조건하에서 측정되는 값이다. 측정을 3 회 반복하고, 3 회분의 측정치의 평균치로 한다.
- [0040] 「틱소비」란, B 형 점도계를 사용하여, 실온하 (25 °C) 에서 회전수가 30 rpm 인 조건에서 측정하여 구해지는

점도 η_1 을 회전수가 60 rpm 인 조건에서 측정하여 구해지는 점도 η_2 로 나누어 산출되는 값 (η_1/η_2) 이다.

- [0041] 폴리머에 있어서의 「모노머에 기초하는 단위」란, 중합에 의해 모노머 1 분자로부터 직접 형성된 원자단, 및, 상기 폴리머를 처리함으로써 상기 원자단의 일부가 다른 구조로 변환되어 이루어지는 원자단을 의미한다. 이하, 모노머 a 에 기초하는 단위를, 간단히 「모노머 a 단위」라고도 기재한다.
- [0042] 이하, 본 발명에 있어서의 테트라플루오로에틸렌계 폴리머를 「F 폴리머」라고도 기재한다. 또, 비표면적이 25 m²/g 이하인 F 폴리머의 파우더를 「본 파우더」라고도 기재한다.
- [0043] 또, 이하, 액상 매체 가운데, 극성을 갖는 액상 매체를 「액상 극성 매체」라고도 기재한다.
- [0044] 본 발명의 조성물의 하나는, 본 파우더에서 유래하는 입자와 액상 매체를 함유하고, 고형분 농도가 40 질량% 이상이며, 온도를 25 ℃, 회전수를 30 rpm 으로 하여 B 형 점도계로 측정되는 점도 (이하, 간단히 「B 형 점도계로 측정되는 점도」라고 한다.) 가 8000 ~ 100000 mPa·s 인, 조성물이다. 이하, 이 발명의 조성물을 「본 조성물 (1)」이라고 한다.
- [0045] 본 발명의 조성물의 다른 하나는, 본 파우더에서 유래하는 입자, 극성 폴리머 또는 그 전구체, 및 액상 극성 매체를 포함하고, 전단 속도를 1 s⁻¹ 로 하는 캐필로그래프 측정에 의한 점도 (이하, 간단히 「캐필로그래프 측정에 의한 점도」라고 한다.) 가 10000 ~ 100000 Pa·s 인, 조성물이다. 이하, 이 발명의 조성물을 「본 조성물 (2)」라고 한다.
- [0046] 또, 상기 본 조성물 (1) 및 본 조성물 (2) 를 총칭하여 「본 조성물」이라고도 한다.
- [0047] 본 조성물은, 본 파우더에서 유래하는 입자가 액상 매체에 분산된 분산액을 얻기 위한 중간체로서 적합하다. 본 조성물을 액상 매체로 희석함으로써 이러한 분산액을 얻을 수 있다.
- [0048] 또한, 본 조성물의 희석에 사용되는 제 2 액상 매체와 구별하기 위해서, 필요에 따라, 본 조성물 중의 액상 매체를 「제 1 액상 매체」라고도 한다.
- [0049] 이하, 먼저, 본 조성물과 관계되는 F 폴리머, 본 파우더, 액상 매체 및 극성 폴리머와 그 전구체에 대해 설명한다.
- [0050] 본 조성물에 있어서의 F 폴리머는, 테트라플루오로에틸렌 (이하, 「TFE」라고도 기재한다) 에 기초하는 단위 (이하, 「TFE 단위」라고도 기재한다) 를 포함하는 폴리머이다.
- [0051] F 폴리머의 불소 함유량은, 70 질량% 이상이 바람직하다. 이러한 불소 함유량이 많은 F 폴리머는, F 폴리머의 전기 물성 등의 물성이 우수한 반면, 액상 매체와의 친화성이 현저하게 낮다. 그 때문에, 이러한 F 폴리머의 입자의 분산성이 더욱 저하된다. 본 조성물에 의하면, 그것을 사용하여 얻어지는 이러한 F 폴리머의 입자의 분산액에 있어서도, 전체의 F 폴리머의 물성이 손상되지 않고, 분산성이 우수한 분산액이 얻어진다.
- [0052] F 폴리머의 불소 함유량은, 76 질량% 이하가 바람직하다.
- [0053] F 폴리머는 열용융성이어도 되고, 비열용융성이어도 된다.
- [0054] 열용융성의 폴리머란, 하중 49 N 의 조건하, 용융 흐름 속도가 1 ~ 1000 g/10 분이 되는 온도가 존재하는 폴리머를 의미한다.
- [0055] 비열용융성의 폴리머란, 하중 49 N 의 조건하, 용융 흐름 속도가 1 ~ 1000 g/10 분이 되는 온도가 존재하지 않는 폴리머를 의미한다.
- [0056] 열용융성인 F 폴리머의 용융 온도는, 180 ℃ 이상이 바람직하고, 200 ℃ 이상이 보다 바람직하고, 260 ℃ 이상이 더욱 바람직하다. F 폴리머의 용융 온도는, 325 ℃ 이하가 바람직하고, 320 ℃ 이하가 보다 바람직하다. F 폴리머의 용융 온도는, 180 ~ 325 ℃ 가 특히 바람직하다.
- [0057] F 폴리머의 유리 전이점은, 50 ℃ 이상이 바람직하고, 75 ℃ 이상이 보다 바람직하다. F 폴리머의 유리 전이점은, 150 ℃ 이하가 바람직하고, 125 ℃ 이하가 보다 바람직하다.
- [0058] F 폴리머로는, 폴리테트라플루오로에틸렌 (이하, 「PTFE」라고도 기재한다), TFE 단위와 퍼플루오로 (알킬비닐에테르) (이하, 「PAVE」라고도 기재한다) 에 기초하는 단위 (이하, 「PAVE 단위」라고도 기재한다) 를 포함하는 폴리머 (이하, 「PFA」라고도 기재한다) 또는 TFE 와 헥사플루오로프로필렌에 기초하는 단위를 포함하는 코폴리머 (이하, 「FEP」라고도 기재한다) 가 바람직하고, PFA 또는 FEP 가 보다 바람직하고, PFA 가 더욱 바람직하다.

이들 폴리머에는, 또 다른 코모노머에 기초하는 단위가 포함되어 있어도 된다.

- [0059] PAVE 로는, $CF_2=CFOCF_3$, $CF_2=CFOCF_2CF_3$ 또는 $CF_2=CFOCF_2CF_2CF_3$ (이하, PPVE 라고도 기재한다) 이 바람직하고, PPVE 가 보다 바람직하다.
- [0060] F 폴리머는, 극성 관능기를 갖는 것이 바람직하다. 이 경우, 본 파우더와 액상 매체의 친화성이 향상되기 쉽다. F 폴리머는, 2 종 이상의 극성 관능기를 가지고 있어도 된다.
- [0061] 극성 관능기로는, 카르보닐기 함유기, 수산기 함유기 및 포스포노기 함유기가 바람직하고, 본 파우더의 분산성 등의 물성이 높아지기 쉬운 관점에서, F 폴리머는 카르보닐기 함유기 또는 수산기 함유기를 갖는 F 폴리머가 보다 바람직하다.
- [0062] 극성 관능기는, F 폴리머 중의 모노머 단위에 포함되어 있어도 되고, 폴리머의 주사슬의 말단기에 포함되어 있어도 된다. 후자의 양태로는, 중합 개시제, 연쇄 이동제 등에서 유래하는 말단기로서 극성 관능기를 갖는 F 폴리머를 들 수 있다.
- [0063] F 폴리머가 카르보닐기 함유기를 갖는 경우, F 폴리머 중의 카르보닐기 함유기의 수는, 주사슬 탄소수 1×10^6 개당, 10 개 이상 5000 개 이하가 바람직하고, 50 개 이상 2000 개 이하가 더욱 바람직하다. 이 경우, F 폴리머의 입자와 액상 매체의 친화성이 향상되기 쉽다. 또한, F 폴리머에 있어서의 카르보닐기 함유기의 수는, 폴리머의 조성 또는 국제 공개 2020/145133호에 기재된 방법에 의해 정량할 수 있다.
- [0064] 카르보닐기 함유기로는, 카르복실기, 알콕시카르보닐기, 아미드기, 이소시아네이트기, 카르바메이트기 ($-OC(O)NH_2$), 산 무수물 잔기 ($-C(O)OC(O)-$), 이미드 잔기 ($-C(O)NHC(O)-$ 등) 및 카보네이트기 ($-OC(O)O-$) 가 바람직하고, 산 무수물 잔기가 보다 바람직하다. 수산기 함유기로는, 알코올성 수산기 함유기가 바람직하고, $-CF_2CH_2OH$, $-C(CF_3)_2OH$ 및 1,2-글리콜기 ($-CH(OH)CH_2OH$) 가 보다 바람직하다.
- [0065] F 폴리머의 바람직한 양태로는, TFE 단위 및 PAVE 단위를 포함하고, 카르보닐기 함유기 또는 수산기를 갖는 폴리머 (1), 또는, TFE 단위 및 PAVE 단위를 포함하고, 전체 모노머 단위에 대해 PAVE 단위를 2 ~ 5 몰% 포함하고, 카르보닐기 함유기 및 수산기 함유기 중 어느 것도 갖지 않는 폴리머 (2) 를 들 수 있다. 이들 폴리머는, 도막이나 성형물에 있어서 미소 구멍을 형성하기 때문에, 얻어지는 도막이나 성형물의 특성이 향상되기 쉽다.
- [0066] 폴리머 (1) 로는, TFE 단위와, PAVE 단위와, 수산기 함유기 또는 카르보닐기 함유기를 갖는 모노머에 기초하는 단위를 포함하는 폴리머가 바람직하다. 폴리머 (1) 로는, 전체 단위에 대해, TFE 단위를 90 ~ 99 몰%, PAVE 단위를 0.5 ~ 9.97 몰%, 및 상기 모노머에 기초하는 단위를 0.01 ~ 3 몰%, 각각 포함하는 폴리머가 보다 바람직하다.
- [0067] 또, 상기 수산기 함유기 또는 카르보닐기 함유기를 갖는 모노머로는, 무수 이타콘산, 무수 시트라콘산 및 5-노르보르넨-2,3-디카르복실산 무수물 (별칭 : 무수 하이믹산 ; 이하, 「NAH」 라고도 기재한다.) 이 바람직하다.
- [0068] 폴리머 (1) 의 구체예로는, 국제 공개 제2018/16644호에 기재되는 폴리머를 들 수 있다.
- [0069] 폴리머 (2) 로는, TFE 단위 및 PAVE 단위만으로 이루어지고, 전체 모노머 단위에 대해, TFE 단위를 95 에서 98 몰%, PAVE 단위를 2 ~ 5 몰% 함유하는 폴리머가 바람직하다.
- [0070] 상기 바람직한 폴리머 (2) 에 있어서의 PAVE 단위의 함유량은, 전체 모노머 단위에 대해, 2.1 몰% 이상이 바람직하고, 2.2 몰% 이상이 보다 바람직하다.
- [0071] 또한, 폴리머 (2) 가 카르보닐기 함유기 및 수산기 함유기 중 어느 것도 갖지 않는다는 것은, 폴리머 주사슬을 구성하는 탄소 원자수의 1×10^6 개당에 대해, 폴리머가 갖는 카르보닐기 함유기 또는 수산기 함유기의 수가, 500 개 미만인 것을 의미한다. 카르보닐기 함유기 또는 수산기 함유기의 수는, 100 개 이하가 바람직하고, 50 개 미만이 보다 바람직하다. 카르보닐기 함유기 또는 수산기 함유기의 수의 하한은, 통상, 0 개이다.
- [0072] 폴리머 (2) 는, 폴리머 사슬의 말단기로서 극성 관능기를 일으키지 않는, 중합 개시제나 연쇄 이동제 등을 사용하여 제조해도 되고, 중합 개시제에서 유래하는 극성 관능기를 폴리머 사슬의 말단기에 갖는 폴리머 등의 극성 관능기를 갖는 폴리머를 불소화 처리하여 제조해도 된다.
- [0073] 불소화 처리의 방법으로는, 불소 가스를 사용하는 방법 (일본 공개특허공보 2019-194314호 등을 참조) 을 들 수

있다.

- [0074] 본 파우더는 F 폴리머의 입자로 이루어진다.
- [0075] 본 파우더의 비표면적은, 8 m²/g 이하가 바람직하고, 5 m²/g 이하가 보다 바람직하고, 3 m²/g 이하가 특히 바람직하다. 본 파우더의 비표면적은 1 m²/g 이상이 바람직하다.
- [0076] 본 파우더의 D50 은, 20 μm 이하가 바람직하고, 8 μm 이하가 더욱 바람직하다. 본 파우더의 D50 은, 0.1 μm 이상이 바람직하고, 0.3 μm 이상이 보다 바람직하고, 1 μm 이상이 더욱 바람직하다. 또, 본 파우더의 D90 은, 100 μm 미만이 바람직하고, 90 μm 이하가 보다 바람직하다. 본 파우더의 D50 및 D90 이, 이러한 범위에 있으면, 그 표면적이 커져, 본 파우더의 분산성이 더욱 개량되기 쉽다.
- [0077] 본 파우더는, 2 종 이상의 F 폴리머의 혼합물로 이루어지는 입자로 구성되는 파우더여도 되고, F 폴리머로 이루어지는 입자의 2 종 이상으로 구성되는 파우더여도 된다. 후자는 어느 F 폴리머로 이루어지는 입자와 그것과는 상이한 F 폴리머로 이루어지는 입자로 구성되는 파우더이며, 통상 어느 F 폴리머의 파우더와 그것과는 상이한 F 폴리머의 파우더의 혼합물 (즉, 파우더 혼합물) 이다.
- [0078] 파우더 혼합물로는, 열용융성 F 폴리머의 파우더 (TFE 단위 및 PAVE 단위를 포함하는, 카르보닐기 함유기를 갖는 열용융성 F 폴리머의 파우더 등.) 와 비열용융성 F 폴리머의 파우더 (비열용융성 PTFE 의 파우더 등.) 의 혼합물이 바람직하다.
- [0079] 본 파우더가 상기 2 종의 파우더의 혼합물인 경우, 본 파우더의 총량에서 차지하는 전자의 입자 (열용융성 F 폴리머의 입자) 의 비율은, 50 질량% 이하가 바람직하고, 25 질량% 이하가 보다 바람직하다. 또, 상기 비율은, 0.1 질량% 이상이 바람직하고, 1 질량% 이상이 보다 바람직하다. 또, 전자의 입자의 D50 은 1 ~ 4 μm 이며, 또한, 후자의 입자 (비열용융성 F 폴리머의 입자) 의 D50 은 0.1 ~ 1 μm 인 것이 바람직하다.
- [0080] 본 파우더를 구성하는 입자는, F 폴리머와 상이한 폴리머 혹은 수지 또는 무기물을 함유해도 된다. 단, 이 경우의 F 폴리머와 상이한 폴리머 혹은 수지 또는 무기물은 본 조성물 중의 액상 매체에 용해되지 않는 것이다.
- [0081] F 폴리머와 상이한 폴리머 또는 수지의 구체예로는, 방향족 폴리아미드, 방향족 말레이미드, 스티렌 엘라스토머와 같은 방향족 엘라스토머, 방향족 폴리아미산 등의 폴리머나 경화성 수지의 경화물을 들 수 있다. 단, 이들 중에는 후술하는 본 조성물 (2) 의 경우와 같이, 본 조성물 중의 액상 매체에 따라서는 액상 매체에 용해성을 갖고, 본 파우더를 구성하는 입자의 성분으로는 되지 않는 것이 있다.
- [0082] 무기물의 구체예로는, 산화규소 (실리카), 금속 산화물 (산화베릴륨, 산화세륨, 알루미늄, 소다 알루미늄, 산화마그네슘, 산화아연, 산화티탄 등), 질화붕소, 메타규산마그네슘 (스테아타이트) 을 들 수 있다.
- [0083] F 폴리머와, F 폴리머와 상이한 폴리머 혹은 수지 또는 무기물을 포함하는 입자를 포함하는 본 파우더로는, 예를 들어, F 폴리머와 F 폴리머와 상이한 폴리머 혹은 수지 또는 무기물의 미립자와의 혼합물로 이루어지는 입자로 구성된 파우더, F 폴리머를 코어로 하고, F 폴리머와 상이한 폴리머 혹은 수지 또는 무기물 미립자를 셸로 하거나, 또는, F 폴리머를 셸로 하고 F 폴리머와 상이한 폴리머 혹은 수지 또는 무기물 미립자를 코어로 하는, 코어 셸 구조를 갖는 입자로 구성된 본 파우더를 들 수 있다. 후자의 본 파우더로는, 예를 들어, F 폴리머의 파우더와 F 폴리머와 상이한 폴리머 혹은 수지의 파우더 또는 무기물 미립자로 이루어지는 파우더를 충출, 응집시키거나 하여, 합착시켜 얻어지는 파우더를 들 수 있다.
- [0084] 액상 매체는 본 파우더를 구성하는 F 폴리머의 입자 (이하, 「본 파우더 입자」 라고도 한다.) 를 용해하지 않는, 25 °C 에서 액상인 불활성인 액체이다. 액상 매체는, F 폴리머 입자와 친화성을 갖는 것이 바람직하고, 예를 들어 액상 극성 매체는 통상 카르보닐기 함유기 또는 수산기 함유기를 갖는 F 폴리머의 입자와 친화성을 갖는다. 본 조성물에 있어서의 액상 매체로는, 저점도인 것이어도 고점도인 것이어도 된다. 본 조성물에 있어서의 액상 매체로는, 저점도의 액상 매체가 바람직하다.
- [0085] 이하, 저점도의 액상 매체란, 25 °C 에 있어서의 B 형 점도계로 측정되는 점도가 10 mPa·s 이하인 액상 매체를 말하고, 고점도의 액상 매체란, 25 °C 에 있어서의 B 형 점도계로 측정되는 점도가 10 mPa·s 초과인 액상 매체를 말한다.
- [0086] 저점도의 액상 매체의 비점은, 75 °C 이상이 바람직하고, 100 °C 이상이 보다 바람직하다. 저점도의 액상 매체의 비점은, 300 °C 이하가 바람직하고, 250 °C 이하가 보다 바람직하다.
- [0087] 저점도의 액상 매체는, 액상 극성 매체여도 되고, 탄화수소계 액상 매체 등의 비극성의 액상 매체여도 된다.

액상 극성 매체는 극성기를 갖는 액상 매체이며, 아미드기, 카르보닐기, 카르보닐옥시기 등의 극성기를 갖는 유기 화합물로 이루어지는 액상 매체, 및 물 등의 극성을 갖는 무기 화합물로 이루어지는 액상 매체를 말한다.

상기 극성기를 갖는 유기 화합물로는, 아미드, 케톤 및 에스테르가 바람직하고, 상기 극성을 갖는 무기 화합물로는, 물이 바람직하다.

- [0088] 본 조성물 (2) 에 있어서의 액상 극성 매체로는, 저점도의 액상 매체인, 물, 아미드, 케톤 및 에스테르로부터 선택되는 액상 극성 매체가 바람직하다.
- [0089] 저점도의 액상 매체인 아미드의 구체예로는, N-메틸-2-피롤리돈, N,N-디메틸포름아미드, N,N-디메틸아세트아미드, N,N-디메틸프로판아미드, 3-메톡시-N,N-디메틸프로판아미드, 3-부톡시-N,N-디메틸프로판아미드, N,N-디에틸포름아미드, 헥사메틸포스포리크트리아미드, 1,3-디메틸-2-이미다졸리디논을 들 수 있다.
- [0090] 저점도의 액상 매체인 케톤의 구체예로는, 아세톤, 메틸에틸케톤, 메틸이소프로필케톤, 메틸이소부틸케톤, 메틸 n-펜틸케톤, 메틸이소펜틸케톤, 2-헵타논, 시클로펜타논, 시클로헥사논, 시클로헵타논을 들 수 있다.
- [0091] 저점도의 액상 매체인 에스테르의 구체예로는, 아세트산메틸, 아세트산에틸, 아세트산부틸, 락트산메틸, 락트산에틸, 피루브산메틸, 피루브산에틸, 메톡시프로피온산메틸, 에톡시프로피온산에틸, 3-에톡시프로피온산에틸, γ -부티로락톤, γ -발레로락톤을 들 수 있다.
- [0092] 저점도의 액상 매체로는, 물, N-메틸-2-피롤리돈, γ -부티로락톤, 시클로헥사논, 시클로펜타논이 바람직하다.
- [0093] 고점도의 액상 매체의 비점은, 100 °C 이상이 바람직하다. 고점도의 액상 매체의 비점은, 350 °C 이하가 바람직하고, 300 °C 이하가 보다 바람직하다.
- [0094] 고점도의 액상 매체로는, 에틸렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 트리에틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 디프로필렌글리콜, 트리프로필렌글리콜 등의 글리콜, 이러한 글리콜의 에테르나 에스테르 등의 유도체가 바람직하다. 이러한 글리콜의 에테르의 유도체로는, 글리콜모노알킬에테르, 글리콜모노아릴에테르, 글리콜모노알킬에테르알킬에스테르, 글리콜모노아릴에테르알킬에스테르, 글리콜다알킬에테르가 보다 바람직하고, 글리콜모노알킬에테르가 더욱 바람직하다.
- [0095] 고점도의 액상 매체의 구체예로는, 에틸렌글리콜모노-2-에틸헥실에테르, 디에틸렌글리콜모노메틸에테르, 디에틸렌글리콜모노에틸에테르, 디에틸렌글리콜모노부틸에테르, 디프로필렌글리콜모노부틸에테르, 트리에틸렌글리콜모노메틸에테르, 트리프로필렌글리콜모노부틸에테르, 프로필렌글리콜모노페닐에테르, 디에틸렌글리콜모노에틸에테르아세테이트, 디에틸렌글리콜모노부틸에테르아세테이트를 들 수 있다.
- [0096] 본 조성물 (1) 은 F 폴리머 이외의 폴리머나 수지를 포함하고 있어도 된다. 단, 이 본 조성물 (1) 이 포함하고 있어도 된다는 것은, 상기한 본 과우더를 구성하는 입자 이외의 부분에 포함하고 있어도 된다는 것을 의미한다. 본 조성물 (1) 에 있어서의 F 폴리머 이외의 폴리머나 수지는, 액상 매체에 용해되어 있어도 되고, 용해되지 않고 무기 필러와 동일한 입자로서 포함되어 있어도 되고, 액상 매체를 포함하여 팽윤한 입자로서 포함되어 있어도 된다.
- [0097] 한편, 본 조성물 (2) 는, F 폴리머 이외의 폴리머나 수지인 극성 폴리머 또는 그 전구체를 포함한다.
- [0098] 이하, 먼저 본 조성물 (1) 에 포함되어 있어도 되는 F 폴리머 이외의 폴리머나 수지를 설명하고, 이어서, 그 중의 본 조성물 (2) 에 포함되는 극성 폴리머 및 그 전구체에 대해 설명한다.
- [0099] 상기 F 폴리머 이외의 폴리머나 수지란, F 폴리머와는 상이한 것으로서, 폴리머나 그 전구체 (중합이나 가교 등에 의해 그 폴리머가 될 수 있는 저분자 화합물이나 올리고머를 의미한다), 축합 등의 반응에 의해 폴리머가 될 수 있는 2 종 이상의 화합물의 조합 등을 의미한다. 예를 들어, 열가소성 수지로 불리고 있는 수지는 통상 폴리머이며, 경화성 수지로 불리고 있는 수지는 통상 반응 경화하여 폴리머가 되는 저분자 화합물, 올리고머, 저분자 화합물의 조합이다. 또, 폴리머의 물성에 따라, 엘라스토머나 고무로 불리는 것이어도 된다. 이하, F 폴리머 이외의 폴리머나 수지를 총칭하여, 「다른 수지」라고도 한다.
- [0100] 다른 수지로는 방향족 폴리에스테르, 방향족 폴리이미드, 방향족 폴리아믹산, 방향족 폴리아미드이미드, 방향족 폴리아미드이미드의 전구체, 에폭시 수지, 말레이미드 수지, 우레탄 수지, 열가소성 엘라스토머, 폴리아미드이미드, 폴리페닐렌에테르, 폴리페닐렌옥사이드, 액정 폴리에스테르, 다당류, 나일론, 아크릴 수지, 메타크릴 수지, 부티랄, 시안산에스테르 수지, ABR 고무, 셀룰로오스, PVA 아크릴메타크릴, 폴리알킬렌에테르, 폴리옥시에틸렌알킬에테르, F 폴리머 이외의 플루오로 폴리머를 들 수 있다.

- [0101] 다른 수지로는, 방향족 폴리에스테르, 방향족 폴리이미드, 방향족 폴리아믹산, 방향족 폴리아미드이미드, 방향족 폴리아미드이미드의 전구체, 폴리페닐렌에테르, 에폭시 수지, 말레이미드 수지 및 열가소성 엘라스토머가 바람직하다. 방향족 폴리이미드는, 열가소성이어도 되고, 열경화성이어도 된다.
- [0102] 방향족 폴리이미드의 구체예로는, 「네오프럼 (등록상표)」 시리즈 (미즈비시 가스 화학사 제조), 「스피크세리아 (등록상표)」 시리즈 (소말사 제조), 「Q-PILON (등록상표)」 시리즈 (피아이 기술 연구소 제조), 「WINGO」 시리즈 (원고테크놀로지사 제조), 「토마이드 (등록상표)」 시리즈 (T & K TOKA 사 제조), 「KPI-MX」 시리즈 (카와무라 산업사 제조), 「유피아 (등록상표) -AT」 시리즈 (우베 흥산사 제조) 를 들 수 있다.
- [0103] 방향족 폴리아미드이미드 및 방향족 폴리아미드이미드의 전구체의 구체예로는, 「HPC-1000」, 「HPC-2100D」 (모두 쇼와전공 머티리얼즈사 제조) 를 들 수 있다.
- [0104] 스티렌 엘라스토머로는, 스티렌-부타디엔 공중합체, 수소 첨가-스티렌-부타디엔 공중합체, 수소 첨가-스티렌-이소프렌 공중합체, 스티렌-부타디엔-스티렌 블록 공중합체, 스티렌-이소프렌-스티렌 블록 공중합체, 스티렌-부타디엔-스티렌 블록 공중합체의 수소 첨가물, 및 스티렌-이소프렌-스티렌 블록 공중합체의 수소 첨가물을 들 수 있다.
- [0105] 우레탄 수지로는, 예를 들어, 아크릴 성분이 포함되는 우레탄 미립자, 또, 호모폴리머여도, 코폴리머여도 된다. 구체적으로는, 시판되는 다이믹 비드 CM (다이이치세이카 공업주식회사 제조), 아트 펄 (네가미공업 주식회사 제조), 그린 펄 (아이카 공업 주식회사 제조) 를 들 수 있다.
- [0106] 다당류로는, 글리코젠, 아밀로스, 아가로스, 아밀로펙틴, 셀룰로스, 텍스트린, 글루칸, 프룩탄, 잔탄검, 구아검, 카세인, 아라비아검, 젤라틴, 아가로펙틴, 아라비난, 커들란, 카로스, 카르복시메틸 전분, 키틴, 키토산, 퀴스 씨드, 글루코만난, 젤란검, 타마린시드검, 텍스트란, 니게란, 히알루론산, 푸스톨란, 푸노란, 펙틴, 포르피란, 라미나란, 리케난, 카라기난, 알긴산, 트레거캔스검, 알카시검, 로커스트빈검을 들 수 있다.
- [0107] 아크릴 수지, 메타크릴 수지로는, 폴리아크릴레이트, 폴리메타크릴레이트, 에틸렌-메틸메타크릴레이트 공중합체, 에틸렌-메틸아크릴레이트 공중합체, 에틸렌-에틸아크릴레이트 공중합체, 에틸렌-부틸아크릴레이트 공중합체, 에틸렌-아세트산비닐 공중합체를 들 수 있다.
- [0108] 아크릴 수지, 메타크릴 수지로는, 예를 들어, 시판품에서는, 쿠스모토 화성 사 제조 Neocryl 시리즈를 들 수 있다.
- [0109] 나일론으로는, 나일론 6, 나일론 11, 및 나일론 12 를 들 수 있다.
- [0110] 부티랄 수지의 시판품으로는, 세키스이 화학공업사 제조 에스텍 (등록상표) B 시리즈, K (KS) 시리즈, SV 시리즈, 쿠라레사 제조 모비탈 (등록상표) 시리즈를 들 수 있다.
- [0111] 시안산에스테르 수지로는, 비스페놀 A 형 시안산, 비스페놀 F 형 시안산에스테르 수지, 6F 비스페놀 A 디시안산에스테르 수지, 비스페놀 E 형 디시안산에스테르 수지, 테트라메틸비스페놀 F 디시안산에스테르 수지, 비스페놀 M 디시안산에스테르 수지, 디시클로펜타디엔비스페놀디시안산에스테르 수지, 및 시안산노볼락 수지를 들 수 있다.
- [0112] 에폭시 수지로는, 비스페놀 A 형 에폭시 수지, 비스페놀 F 형 에폭시 수지, 페놀노볼락형 에폭시 수지, tert-부틸-카테콜형 에폭시 수지, 나프탈렌형 에폭시 수지, 나프틸렌에테르형 에폭시 수지, 글리시딜아민형 에폭시 수지, 크레졸노볼락형 에폭시 수지, 비페닐형 에폭시 수지, 선상 지방족 에폭시 수지, 지환식 에폭시 수지, 복소고리형 에폭시 수지, 스피로 고리 함유 에폭시 수지, 시클로헥산디메탄올형 에폭시 수지, 트리메틸올형 에폭시 수지, 할로겐화에폭시 수지를 들 수 있다.
- [0113] 열가소성 엘라스토머의 시판품으로는, TR 시리즈 (스티렌·부타디엔 열가소성 엘라스토머, JSR 주식회사 제조), RB 시리즈 (폴리부타디엔계 열가소성 엘라스토머, JSR 주식회사 제조), JSR EXELINK (올레핀계 열가소성 엘라스토머, JSR 주식회사 제조), DYNARON (등록상표) 시리즈 (수소 첨가 열가소성 엘라스토머, JSR 주식회사 제조), 서모란 (등록상표) (올레핀계 열가소성 엘라스토머, 미즈비시 화학 주식회사 제조), 에폭스 TPE 시리즈 (올레핀계 열가소성 엘라스토머, 스미토모화학 주식회사 제조), 세프톤 (등록상표) 시리즈 (수소 첨가 스티렌계 열가소성 엘라스토머, 주식회사 쿠라레 제조), 터프텍 (등록상표) (수소 첨가 스티렌계 열가소성 엘라스토머, 아사히화학 주식회사 제조) 을 들 수 있다.
- [0114] F 폴리머 이외의 플루오로 폴리머로는, 폴리불화비닐, 폴리불화비닐리덴, 폴리클로로트리플루오로에틸렌 등을

들 수 있다.

- [0115] 상기와 같이, 본 조성물 (2) 는, 상기 다른 수치로서 극성 폴리머 또는 그 전구체를 포함한다.
- [0116] 본 조성물 (2) 에 있어서의 극성 폴리머는, 폴리머의 주사슬 또는 측사슬에 극성 관능기를 갖는 폴리머이며, 이러한 극성 폴리머의 전구체는, 가열 등에 의해 중합이 진행되어 극성 폴리머가 될 수 있는 전구체이다. 극성 관능기는 통상, 헤테로 원자 또는 헤테로 원자를 포함하는 원자단이다. 헤테로 원자는 예를 들어 산소, 황, 질소, 불소 이외의 할로겐 원자를 들 수 있다. 극성 폴리머의 전구체는, 이와 같은 극성 관능기 또는 중합에 의해 이와 같은 극성 관능기가 될 수 있는 기를 갖는 전구체이다.
- [0117] 폴리머의 주사슬에 극성 관능기를 갖는 폴리머로는, 주사슬에 에테르 결합, 에스테르 결합, 아미드 결합, 이미드 결합, 티오에테르 결합, 술폰아이드 결합 또는 디술폰아이드 결합을 갖는 폴리머를 들 수 있다.
- [0118] 폴리머의 측사슬에 극성 관능기를 갖는 폴리머에 있어서의 극성 관능기로는, 상기 카르보닐기 함유기, 상기 수산기 함유기, 티올기, 술폰아이드기, 술폰닐기, 술폰실기, 아미노기, 아미드기 등을 들 수 있고, 카르보닐기 함유기 및 수산기 함유기가 바람직하다. 이 경우, F 폴리머와 극성 폴리머 (또는 그 전구체) 및 액상 매체와의 상호 작용이 향상되기 쉬워, 상기 서술한 작용 기구가 현저하게 발현되기 쉬워진다.
- [0119] 극성 폴리머 및 그 전구체의 분자량은 3000 이상이 바람직하고, 5000 이상이 보다 바람직하고, 10000 이상이 보다 바람직하다. 극성 폴리머 및 그 전구체의 분자량은 50000 이하가 바람직하고, 30000 이하가 보다 바람직하다. 이 경우, 극성 폴리머 및 그 전구체가 F 폴리머 및 액상 극성 매체와 상호 작용하기 쉬워, 본 조성물 (2) 가 분산 안정성 등의 물성이 우수하기 쉽다.
- [0120] 극성 폴리머 및 그 전구체는, 액상 극성 매체에 용해되는 것인 것이 바람직하다.
- [0121] 극성 폴리머로는, 폴리아세탈, 폴리알킬렌글리콜, 폴리에테르케톤, 폴리에테르에테르케톤, 폴리에테르술폰 등의 에테르계 폴리머, 폴리알킬렌테레프탈레이트, 폴리알킬렌나프탈레이트 등의 에스테르계 폴리머, 나일론, 아라미드 등의 아미드계 폴리머, 폴리이미드, 폴리아미드이미드 등의 이미드계 폴리머, 폴리티올, 폴리술폰아이드, 폴리디술폰아이드 등의 술폰아이드계 폴리머, 폴리에테르술폰, 폴리페닐술폰 등의 술폰계 폴리머, 폴리비닐알코올, 폴리아크릴레이트, 폴리메타크릴레이트, 폴리비닐피롤리돈, 폴리아세트산비닐, 카르복시비닐 폴리머, F 폴리머 이외의 폴리할로겐화비닐, 폴리할로겐화비닐렌 등의 비닐계 폴리머, 다당류 및 이들의 전구체를 들 수 있다. 또 극성 폴리머로서 폴리올레핀에 상기 극성 관능기가 도입된 폴리머도 들 수 있다. 또한, 다당류로는, 상기 다른 수치로서 든 다당류를 들 수 있다.
- [0122] 이들 극성 폴리머는 복수종의 단량체로 이루어지는 공중합체여도 된다.
- [0123] 상기 극성 폴리머 및 그 전구체로는, 이미드계 폴리머, 이미드계 폴리머의 전구체, 비닐계 폴리머 및 다당류가 바람직하다.
- [0124] 바람직한 이미드계 폴리머 및 그 전구체로는, 폴리이미드, 폴리아미드이미드, 폴리아믹산, 폴리아미드이미드 전구체를 들 수 있고, 방향족 폴리이미드, 방향족 폴리아미드이미드, 방향족 폴리아믹산, 방향족 폴리아미드이미드 전구체가 보다 바람직하다.
- [0125] 이미드계 폴리머의 구체예로는, 「네오프럼 (등록상표)」 시리즈 (미츠비시 가스 화학사 제조), 「스피크세리아 (등록상표)」 시리즈 (소말사 제조), 「Q-PILON (등록상표)」 시리즈 (피아이 기술 연구소 제조), 「WINGO」 시리즈 (원고테크놀로지사 제조), 「토마이드 (등록상표)」 시리즈 (T & K TOKA 사 제조), 「KPI-MX」 시리즈 (카와무라 산업사 제조), 「유피아 (등록상표) -AT」 시리즈 (우베 흥산사 제조), 「HPC-1000」, 「HPC-2100D」 (이상, 쇼와전공 머티리얼즈사 제조) 를 들 수 있다.
- [0126] 바람직한 비닐계 폴리머로는, 폴리비닐알코올 등의 비닐알코올계 폴리머, 폴리비닐피롤리돈 등의 비닐피롤리돈계 폴리머, 폴리아크릴산 등의 아크릴산계 폴리머, 카르복시비닐 폴리머 등의 카르복시비닐계 폴리머를 들 수 있고, 비닐알코올계 폴리머가 보다 바람직하다.
- [0127] 비닐알코올계 폴리머로는, 폴리비닐알코올, 폴리아세트산비닐, 폴리비닐알코올의 부분 아세틸화물, 폴리비닐알코올의 부분 아세탈화물, 비닐알코올과 비닐부티랄과 아세트산비닐의 공중합체가 바람직하다.
- [0128] 비닐알코올계 폴리머의 구체예로는, 「에스텍 (등록상표) B」 시리즈, 「에스텍 (등록상표) K (KS)」 시리즈, 「에스텍 (등록상표) SV」 시리즈 (이상, 세키스이 화학공업사 제조), 「모비탈 (등록상표)」 시리즈 (쿠라레사 제조) 를 들 수 있다.

- [0129] 아크릴산계 폴리머로는, 폴리아크릴산, 폴리아크릴산메틸, 폴리아크릴산에틸 등의 폴리아크릴레이트, 폴리- α -할로아크릴레이트, 폴리- α -시아노아크릴레이트, 폴리아크릴아미드, 폴리아크릴산나트륨을 들 수 있다.
- [0130] 바람직한 다당류로는, 상기 다당류 가운데, 글리코젠, 아밀로스, 아가로스, 아밀로펙틴, 셀룰로오스, 텍스트린, 글루칸, 프룩탄, 키틴을 들 수 있다. 셀룰로오스로는 카르복시메틸셀룰로오스가 바람직하다. 카르복시메틸셀룰로오스는, 카르복시메틸셀룰로오스나트륨, 카르복시메틸셀룰로오스암모늄 등의 카르복시메틸셀룰로오스 염이어도 된다.
- [0131] 본 조성물이 F 폴리머 이외의 폴리머 등의 다른 수지를 포함하는 경우, 본 조성물 중의 다른 수지는 액상 매체에 용해되어 있거나 또는 액상 매체에 의해 팽윤되어 있는 것이 바람직하고, 특히 극성 폴리머나 그 전구체는 액상 매체에 용해되어 있는 것이 바람직하다.
- [0132] 액상 매체에 용해되지 않는 다른 수지는, 하기 무기 필러의 입자와 동일한 입자로서 본 조성물에 포함되어 있는 것이 바람직하다. 무기 필러의 입자와 동일한 입자로는 경화성 수지의 경화물로 이루어지는 입자가 바람직하다.
- [0133] 본 조성물은, 무기 필러의 입자를 포함하고 있어도 된다.
- [0134] 무기 필러는, 본 조성물이나 본 조성물을 희석하여 얻어지는 분산액을 각종 도막이나 성형물의 형성에 사용했을 때, 얻어지는 도막이나 성형물의 물성을 향상시키기 위해서 사용되고, 그 종류는, 도막이나 성형물의 목적에 따라 적절히 선택된다.
- [0135] 예를 들어, 도막이나 성형물의 유전율을 향상시키는 목적의 경우에는, 무기 필러로는, 페로브스카이트형 강유전체 필러 및 비스무트층상 페로브스카이트형 강유전체 필러가 바람직하다.
- [0136] 페로브스카이트형 강유전체로는, 티탄산바륨, 지르콘산티탄산납, 티탄산납, 산화지르코늄, 산화티탄을 들 수 있다. 한편, 비스무트층상 페로브스카이트형 강유전체로는, 탄탈산비스무트스트론튬, 니오브산비스무트스트론튬, 티탄산비스무트를 들 수 있다.
- [0137] 예를 들어, 도막이나 성형물의 유전율 및 유전 정점, 혹은 선팽창률을 저하시키는 목적의 경우에는, 무기 필러로는, 저유전율, 저유전 정점 또는 저선팽창률의 무기 필러가 사용된다.
- [0138] 이러한 무기 필러로는, 질화붕소 필러, 산화베릴륨 필러 (베릴리아 필러), 산화규소 필러 (실리카 필러), 윌라스토나이트 필러, 및 메타규산마그네슘 필러 (스테아타이트 필러) 가 바람직하다.
- [0139] 예를 들어, 도막이나 성형물의 열전도성 또는 내찰상성을 향상시키는 목적의 경우에는, 무기 필러로는, 금속 산화물의 필러가 사용된다.
- [0140] 금속 산화물로는, 산화알루미늄, 산화납, 산화철, 산화주석, 산화마그네슘, 산화티탄, 산화아연, 5 산화안티몬, 산화지르코늄, 산화란탄, 산화네오듐, 산화세륨 및 산화니오브가 바람직하고, 산화알루미늄이 보다 바람직하다.
- [0141] 또, 이들 이외의 무기 필러로서, 유리 섬유 필러나 카본 필러를 사용해도 된다.
- [0142] 카본 필러로는, 탄소 섬유 (카본 파이버), 카본 블랙, 그래핀, 그래핀옥사이드, 풀러렌, 그래파이트 및 그래핀이트옥사이드를 들 수 있다. 탄소 섬유로는, 폴리아크릴로니트릴계 탄소 섬유, 피치계 탄소 섬유, 기상 성장 탄소 섬유, 카본 나노 튜브 (싱글 월, 더블 월, 멀티 월, 컵 적층형 등) 를 들 수 있다.
- [0143] 분산성의 관점에서, 무기 필러로는, 질화붕소 필러, 실리카 필러 및 메타규산마그네슘 필러가 바람직하고, 실리카 필러가 보다 바람직하다. 이들 필러는, 소성된 세라믹스 필러여도 된다.
- [0144] 무기 필러 입자 (즉, 무기 필러를 구성하는 입자) 의 형상은, 목적에 따라 적절히 선정되고, 피상 입자여도 섬유상 입자여도 된다. 피상 입자로 이루어지는 필러를 사용하면, 도막이나 성형물의 표면 평탄성이 향상되고, 그 표면의 슬라이딩성이 양호해져, 내찰상성이 향상되기 쉽다. 한편, 섬유상 입자로 이루어지는 무기 필러를 사용하면, 도막이나 성형물의 표면에 필러 입자의 일부가 노출되고, 예를 들어 제품 표면의 내마모성과 내찰상성을 개량하기 쉽다.
- [0145] 피상 입자로 이루어지는 무기 필러의 경우, 그 평균 입자경 (D50) 은, 0.02 ~ 200 μm 가 바람직하다. 또, 섬유상 입자로 이루어지는 무기 필러의 경우, 그 평균 섬유 길이는, 0.05 ~ 300 μm 가 바람직하다. 섬유상의 무기 필러의 평균 섬유 직경은, 0.01 ~ 15 μm 가 바람직하다. 또 상기 형상에 더해 상기 무기 필러를 구성하는 입자는 판상, 중공상, 허니콤상 등의 여러 형상을 가져도 된다.

- [0146] 상기 무기 필러 입자는, 그 표면의 적어도 일부가, 표면 처리되어 있는 것이 바람직하다.
- [0147] 상기 무기 필러는, 실란 커플링제로 표면 처리되어 있는 무기 필러 입자로 이루어지는 것이 바람직하다. 이러한 무기 필러는, 본 파우더와의 친화성이 우수하여, 본 분산액의 분산성을 향상시키기 쉽다.
- [0148] 실란 커플링제로는, 3-아미노프로필트리에톡시실란, 비닐트리메톡시실란, 3-메르캅토프로필트리에톡시실란, 3-글리시독시프로필메틸디에톡시실란, 3-메타크릴옥시프로필트리에톡시실란 및 3-이소시아네이트프로필트리에톡시실란이 바람직하다.
- [0149] 무기 필러의 바람직한 구체예로는, 실리카 필러 (아드마텍스사 제조의 「아드마파인 (등록상표)」 시리즈 등), 디카프르산프로필렌글리콜 등의 에스테르로 표면 처리된 산화아연 필러 (사카이 화학공업 주식회사 제조의 「FINEX (등록상표)」 시리즈 등), 구상 용융 실리카 필러 (덴카사 제조의 「SFP (등록상표)」 시리즈 등), 다가 알코올 및 무기물로 피복 처리된 산화티탄 필러 (이시하라산업사 제조의 「타이페이크 (등록상표)」 시리즈 등), 알킬실란으로 표면 처리된 루틸형 산화티탄 필러 (테이카사 제조의 「JMT (등록상표)」 시리즈 등), 중공상 실리카 필러 (타이헤이요 시멘트사 제조의 「E-SPHERES」 시리즈, 닛테츠 광업사 제조의 「시리낙스」 시리즈, 에머슨·앤드·카밍사 제조 「에코코스푸이아」 시리즈 등), 탭크 필러 (닛폰 탭크사 제조의 「SG」 시리즈 등), 스테아타이트 필러 (닛폰 탭크사 제조의 「BST」 시리즈 등, 질화붕소 필러 (쇼와전공사 제조의 「UHP」 시리즈, 덴카 제조의 「HGP」 시리즈, 「GP」 시리즈 등)) 를 들 수 있다.
- [0150] 또한 본 조성물에 있어서는, 상기 본 파우더 입자, 액상 매체, 다른 수지 및 무기 필러 이외의 성분을 포함하고 있어도 된다. 다른 성분의 예로는, 분산 안정성과 헨들링성을 향상시키는 관점에서 계면 활성제를 들 수 있다.
- [0151] 계면 활성제는, 논이온성 계면 활성제가 바람직하다.
- [0152] 계면 활성제의 친수 부위는, 옥시알킬렌기 또는 알코올성 수산기를 갖는 것이 바람직하다.
- [0153] 옥시알킬렌기는, 1 종으로 구성되어 있어도 되고, 2 종 이상으로 구성되어 있어도 된다. 후자의 경우, 종류가 다른 옥시알킬렌기는, 랜덤상으로 배치되어 있어도 되고, 블록상으로 배치되어 있어도 된다.
- [0154] 옥시알킬렌기로는, 옥시에틸렌기가 바람직하다.
- [0155] 계면 활성제의 소수 부위는, 아세틸렌기, 폴리실록산기, 퍼플루오로알킬기 또는 퍼플루오로알케닐기를 갖는 것이 바람직하다. 바꾸어 말하면, 계면 활성제는, 아세틸렌계 계면 활성제, 실리콘계 계면 활성제 또는 불소계 계면 활성제가 바람직하고, 실리콘계 계면 활성제가 보다 바람직하다.
- [0156] 불소계 계면 활성제로는, 수산기, 특히, 알코올성 수산기, 또는 옥시알킬렌기와 퍼플루오로알킬기 또는 퍼플루오로알케닐기를 갖는 불소계 계면 활성제가 바람직하다.
- [0157] 계면 활성제의 구체예로는, 「프타젠트」 시리즈 (네오스사 제조), 「서프론」 시리즈 (AGC 세이미 케미컬사 제조), 「메가팍」 시리즈 (DIC 사 제조), 「유니다인」 시리즈 (다이킨공업사 제조), 「BYK-347」, 「BYK-349」, 「BYK-378」, 「BYK-3450」, 「BYK-3451」, 「BYK-3455」, 「BYK-3456」 (빅크케미·제팬사 제조), 「KF-6011」, 「KF-6043」 (신에츠 화학공업사 제조), 「Tergitol」 시리즈 (다우 케미컬사 제조, 「Tergitol TMN-100 X」 등.) 를 들 수 있다.
- [0158] 본 조성물이 계면 활성제를 포함하는 경우 (단, 무기 필러가 미리 계면 활성제로 처리된 무기 필러인 경우, 그 무기 필러에 부착된 계면 활성제를 제외한다), 그 양은 본 조성물이 제 2 액상 매체로 희석되어 얻어지는 후술하는 본 분산액에 있어서, 본 분산액 중의 함유량은, 1 에서 15 질량% 가 바람직하다. 이 경우, 성분간의 친화성이 증가하여, 본 분산액의 분산 안정성이 보다 향상되기 쉽다.
- [0159] 본 조성물은, 상기 성분 이외에도, 틱소성 부여제, 점도 조절제, 소포제, 실란 커플링제, 탈수제, 가소제, 내후제, 산화 방지제, 열안정제, 활제, 대전 방지제, 증백제, 착색제, 도전제, 이형제, 표면 처리제, 난연제, 각종 필러 등의 첨가제를 추가로 포함하고 있어도 된다.
- [0160] 본 조성물 (1) 은, F 폴리머의 파우더에서 유래하는 입자와 액상 매체를 함유하고, 고형분 농도가 40 질량% 이상이며, B 형 점도계로 측정되는 점도가 8000 ~ 100000 mPa·s 인, 조성물이다. 본 조성물 (1) 은 슬러리상, 페이스트상 또는 겔상의 조성물이며, 페이스트라고 불리는 고점도의 조성물인 것이 바람직하다.
- [0161] 본 조성물 (1) 의 고형분 농도는, 50 질량% 이상인 것이 바람직하다. 본 조성물 (1) 의 고형분 농도는, 90

질량% 이하인 것이 바람직하고, 80 질량% 이하인 것이 보다 바람직하다.

- [0162] 본 조성물 (1) 의 B 형 점도계로 측정되는 점도는, 10000 mPa · s 이상이 바람직하다. 상기 점도는, 80000 mPa · s 이하가 바람직하고, 40000 mPa · s 이하가 보다 바람직하고, 20000 mPa · s 이하가 더욱 바람직하다.
- [0163] 본 조성물 (1) 에 있어서의 액상 매체는 저점도의 액상 매체인 것이 바람직하고, 또, 본 조성물 (1) 은 2 종 이상의 액상 매체를 포함하고 있어도 된다.
- [0164] 본 조성물 (1) 은, 상기 다른 수지나 무기 필러 등의 다른 성분을 포함하고 있어도 된다. 다른 수지가 극성 폴리머나 그 전구체 이외의 다른 수지인 경우, 다른 수지는 액상 매체에 용해되어 있는 것이 바람직하고, 그 경우 다른 수지를 용해한 액상 매체로는 액상 극성 매체 이외의 액상 매체여도 된다.
- [0165] 본 조성물 (1) 로는, 그 포말 체적 비율이 10 % 이하인 것이 바람직하다.
- [0166] 포말 체적 비율은, 표준 대기압 또한 20 ℃ 에 있어서의 본 조성물 (1) 의 체적 (V_N) 과, 그것을 0.003 MPa 까지 감압했을 때의 기포를 합친 체적 (V_V) 을 측정하여, 이하의 산출식으로 구해지는 값이다.
- [0167] 포말 체적 비율 [%] = $100 \times (V_V - V_N) / V_N$
- [0168] 본 조성물 (1) 은, 예를 들어, F 폴리머의 파우더와 액상 매체를 포함하는 혼합물을 혼련함과 함께, 이러한 혼련 중 혹은 혼련 후의 탈기 또는 혼련 후의 정지의 적어도 어느 것을 실시함으로써 얻을 수 있다.
- [0169] 이러한 방법으로 본 조성물 (1) 을 제조하면 포말 체적 비율을 상기 범위로 할 수 있다.
- [0170] 본 조성물 (1) 중의 액상 매체의 함유량은, 10 질량% 이상이 바람직하다. 액상 매체의 함유량은, 60 질량% 이하가 바람직하고, 25 질량% 이하가 보다 바람직하다. 이로써, 본 파우더를 구성하는 개개의 입자가 항상 액상 매체에 접한 상태에서 액상 매체와의 혼련이 진행되어, 본 파우더 입자 및 액상 매체가 균일하게 혼합된다.
- [0171] 본 조성물 (1) 의 고형분 농도는 F 폴리머 및 액상 매체의 양을 적절히 설정함으로써 상기 범위로 할 수 있다. 다른 수지나 무기 필러를 포함하는 경우에도, 마찬가지로 적절히 설정함으로써 본 조성물 (1) 중의 고형분 농도를 상기 범위로 할 수 있다.
- [0172] 또 액상 매체의 점도를 선정함으로써 본 조성물 (1) 의 점도를 상기 범위로 할 수 있다.
- [0173] 본 조성물 (1) 이 다른 수지를 포함하는 경우, 본 파우더 입자와 다른 수지의 질량비는, 본 파우더 입자의 질량을 1 로 하여, 다른 수지의 질량이 0.01 ~ 0.5 의 비율이 바람직하고, 0.1 ~ 0.3 의 비율이 보다 바람직하다.
- [0174] 본 조성물 (1) 이 무기 필러를 포함하는 경우, 고형분 중의 무기 필러의 함유량은 25 질량% 이상이 바람직하고, 50 질량% 이상이 보다 바람직하다. 또, 무기 필러는, 75 질량% 이하가 바람직하고, 60 질량% 이하가 보다 바람직하다.
- [0175] 본 조성물 (1) 을 제 2 액상 매체로 희석하여 얻어지는 분산액의 포말 체적 비율은, 본 조성물 (1) 의 포말 체적 비율과 동일한 범위로 하는 것이 용이하다. 따라서 이러한 분산액으로부터 얻어지는 도막이나 성형물의 성분 분포의 균일성의 저하나 공극의 역제가 가능해진다.
- [0176] 본 조성물 (2) 는, F 폴리머의 파우더에서 유래하는 입자, 극성 폴리머 또는 그 전구체 및 액상 극성 매체를 포함하고, 캐필로그래프 측정에 의한 점도가 10000 ~ 100000 Pa · s 인, 조성물이다. 본 조성물 (2) 로는, 웨트 파우더라고도 불리는, 고점도의 조성물인 것이 바람직하다.
- [0177] 본 조성물 (2) 는, 추가로, 무기 필러, 계면 활성제 등의 다른 성분을 포함하고 있어도 된다.
- [0178] 본 조성물 (2) 에 있어서의, 본 파우더 입자와 극성 폴리머의 합계 질량의 비율은, 본 조성물 (2) 의 전체 질량을 100 질량% 로 하여, 50 질량% 초과가 바람직하고, 60 질량% 이상이 보다 바람직하고, 80 질량% 이상이 더욱 바람직하다. 이러한 합계 질량의 비율은, 99 질량% 이하가 바람직하고, 90 질량% 이하가 보다 바람직하다.
- [0179] 본 조성물 (2) 에 있어서의, 액상 극성 매체의 질량 비율은, 본 조성물 (2) 의 전체 질량을 100 질량% 로 하여, 40 질량% 이하가 바람직하고, 20 질량% 이하가 보다 바람직하다. 이러한 질량 비율은, 1 질량% 이상이 바람직하고, 5 질량% 이상이 보다 바람직하다.

- [0180] 본 조성물 (2) 에 있어서의, 본 파우더 입자의 함유량에 대한 극성 폴리머의 함유량의 비는, 본 파우더 입자의 함유량을 1 로 하여, 0.001 이상, 0.5 미만이 바람직하다. 이러한 비는, 0.005 이상이 보다 바람직하고, 0.01 이상이 더욱 바람직하다. 또 이러한 비는, 0.25 이하가 보다 바람직하고, 0.1 미만이 더욱 바람직하다.
- [0181] 본 조성물 (2) 의 캐필로그래프 측정에 의한 점도는 15000 Pa·s 이상이 보다 바람직하다. 또 본 조성물 (2) 의 점도는 50000 Pa·s 이하가 보다 바람직하고, 30000 Pa·s 이하가 더욱 바람직하다.
- [0182] 이러한 범위의 캐필로그래프 측정에 의한 점도를 갖는 본 조성물 (2) 의 상태는, 충분히 극성 폴리머 (또는 그 전구체) 를 용해한 액상 극성 매체에 젖은 본 파우더 입자를 포함하는 조성물이며, 그 중 피상 또는 점토상의 것은 웨트 파우더라고도 불리는 조성물이다. 본 조성물 (2) 에 있어서, 본 조성물 (2) 중의 본 파우더 입자는, 소량의, 극성 폴리머 (또는 그 전구체) 를 용해한 액상 극성 매체 중에 분산되어 있는 상태에 있거나, 또는, 본 조성물 (2) 중의 본 파우더 입자가 서로 접하고, 그 입자 간극에 극성 폴리머 (또는 그 전구체) 를 용해한 액상 극성 매체가 존재하고 있는 상태에 있다고 생각된다.
- [0183] 또, 본 조성물 (2) 는 계면 활성제를 포함하는 것이 바람직하다.
- [0184] 요컨대, 본 조성물 (2) 의 구체예로는, 비표면적이 25 m²/g 이하인, 상기 카르보닐기 함유기 또는 수산기 함유기를 갖는 F 폴리머의 파우더에서 유래하는 입자와, 카르보닐기 함유기 또는 수산기 함유기를 갖는 극성 폴리머 또는 그 전구체와, 아미드, 케톤 및 에스테르로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1 종의 액상 극성 매체를 포함하는 웨트 파우더를 들 수 있다.
- [0185] 본 조성물 (2) 의 고형분 농도는, 50 질량% 초과가 바람직하고, 60 질량% 이상이 보다 바람직하다. 고형분 농도는, 99 질량% 이하가 바람직하고, 95 질량% 이하가 보다 바람직하다. 이 경우, 본 조성물 (2) 이 제 2 액상 매체에 대해 분산성이 우수하고, 얻어지는 분산액이 분산 안정성이 우수하다.
- [0186] 또한, 본 조성물 (2) 에 있어서의 고형분이란, 본 조성물 (2) 또는 얻어지는 분산액으로부터 형성되는 도막이나 성형물에 있어서 고형분을 형성하는 물질의 총량을 의미한다. 예를 들어, 본 조성물 (2) 가, F 폴리머와 극성 폴리머와, 무기 필러를 포함하는 경우에는, 이들 성분의 총함유량이 본 조성물 (2) 에 있어서의 고형분량이 된다.
- [0187] 본 조성물 (2) 가 무기 필러를 포함하는 경우, 본 파우더 입자에 대한 무기 필러의 질량비는, 0.5 ~ 2 가 바람직하고, 0.6 ~ 1.5 가 보다 바람직하고, 0.7 ~ 1 이 더욱 바람직하다.
- [0188] 본 조성물 (2) 에 있어서, 고형분에서 차지하는 본 파우더 입자의 함유량은, 25 질량% 이상이 바람직하고, 30 질량% 이상이 보다 바람직하다. 또, 본 파우더 입자의 함유량은, 60 질량% 이하가 바람직하고, 50 질량% 이하가 보다 바람직하다.
- [0189] 본 조성물 (2) 가 무기 필러를 포함하는 경우, 고형분에서 차지하는 무기 필러의 함유량은, 10 질량% 이상이 바람직하고, 25 질량% 이상이 보다 바람직하다. 무기 필러의 함유량은, 75 질량% 이하가 바람직하고, 60 질량% 이하가 보다 바람직하다.
- [0190] F 폴리머는, 저표면장력 또한 강직성의 폴리머이기 때문에, 그 파우더를 액상 분산매에 분산시킨 분산액에 있어서는 F 폴리머 입자끼리는 응집하기 쉽다. 따라서 가공성과 분산 안정성이 우수한 분산액을 얻는 것은 곤란하였다. 분산성을 개량하기 위해서 일반적으로 실시되는 바와 같은 전단을 가해 F 폴리머의 파우더와 분산매를 혼합하는 방법에서는, 분산액의 조제시에, 기포 발생이 심해져, 응집에 의해 분산 안정성이 저하되는 경우가 있었다.
- [0191] 또, 이 F 폴리머의 특성 때문에, 그 파우더 입자와 다른 성분을 포함하는 분산액에 있어서, 본 파우더와 다른 성분이 상호 작용하기 어렵다. 그 때문에, 전단을 가해 양자를 분산매 중에서 혼합하는 방법에서는, 반드시 성분간의 상호 작용이 높아지지 않아, F 폴리머 입자의 응집이 발생하여 치밀하고 균일한 분산액을 형성하기 어렵다. 특히 F 폴리머를 극성 폴리머와 혼합하여 균일한 분산액을 얻고자 하는 경우, 이 경향은 현저하였다.
- [0192] 본 발명에 있어서는, 본 조성물을 사용함으로써, 본 파우더의 젖음 및 성분간의 상호 작용을 촉진할 수 있어, 상기와 같은 문제가 없는 분산액을 얻을 수 있다.
- [0193] 또, 본 조성물 (2) 에 있어서는, 극성 폴리머는, 동일하게 극성을 갖는 액상 극성 매체와 상호 작용하여, 그 적어도 일부가 용해된다. 그 결과, 극성 폴리머의 분자 운동의 자유도가 높아져, 극성 폴리머와 본 파우더 입

자의 상호 작용이 촉진된다고 생각된다. 그리고, 이로써, 극성 폴리머를 용해하고 있는 액상 극성 매체와 본 파우더 입자의 상호 작용도 촉진되어, 본 파우더 입자가 젖기 쉬워진다고 생각된다. 그 결과, 3 성분이 치밀 또한 균일하게 혼합된 소정의 점도 범위에 있는 조성물인 본 조성물 (2) 가 형성된다고 생각된다.

- [0194] 본 조성물 (2) 는 본 파우더 입자와 극성 폴리머와 액상 극성 매체가 고도로 상호 작용하고 있기 때문에, 본 조성물 (2) 를 제 2 극성 용매로 희석하여 얻어지는 분산액에 있어서도 분산 안정성이 향상되었다고 생각된다.
- [0195] 본 조성물 (2) 는, 본 조성물 (1) 과 마찬가지로, 바람직하게는, F 폴리머의 파우더와 상기 액상 극성 매체를 포함하는 혼합물을 혼련함과 함께, 이러한 혼련 중 혹은 혼련 후의 탈기 또는 혼련 후의 정치의 적어도 어느 것을 실시함으로써 얻는 것이 바람직하다.
- [0196] 본 발명은 또 상기 본 조성물의 제조 방법이며, 본 파우더와 액상 매체를 포함하는 혼합물 (이하, 「본 혼합물」이라고도 한다.) 을 혼련함과 함께, 이러한 혼련 중 혹은 혼련 후의 탈기 및 혼련 후의 정치의 적어도 어느 것을 실시함으로써 본 조성물을 제조하는 방법이다. 본 파우더와 함께 극성 폴리머를 사용하고, 액상 매체로서 액상 극성 매체를 사용함으로써, 이 방법으로 본 조성물 (2) 를 제조할 수 있다.
- [0197] 혼련 중 혹은 혼련 후의 혼련물의 탈기는, 본 파우더의 입자 간극에 존재하는 공기 등의 가스나 본 조성물의 조제시에 반입된 분위기 가스의 효율적인 제거를 촉진하여, 본 파우더 입자의 젖음성을 향상시킨다. 또, 혼련 후의 혼련물의 정치는, 액상 매체의 본 파우더 입자간으로의 침투를 촉진하여, 본 파우더 입자의 젖음을 촉진한다.
- [0198] 상기 탈기와 정치는 양방 실시하는 것이 바람직하다.
- [0199] 혼련기 내의 본 혼합물은, 혼련기 밖에서 각 성분을 혼합하여 얻어진 본 혼합물을 혼련기에 도입한 것이어도 되고, 혼련기 내에 각 성분이나 그 일부의 혼합물을 혼련기에 도입하여 혼련기 내에서 본 혼합물로 한 것이어도 된다. 또, 각 성분의 일부는 각 성분의 혼련 중에 혼련기에 도입해도 된다. 예를 들어, 혼련 중인 혼련물 (액상 매체를 포함한다) 에 액상 매체를 더 추가해도 된다.
- [0200] 또, 극성 폴리머는 액상 극성 매체에 용해시킨 용액을 본 혼합물 형성에 사용하는 것이 바람직하다. 또한, 액상 매체 등의 액상 성분은, 본 혼합물 형성전에 탈기하여 사용하는 것도 바람직하다.
- [0201] 본 혼합물의 혼련시에는, 본 혼합물의 질량이 실질적으로 변화하지 않도록 혼련하는 것이 바람직하고, 폐쇄계로 혼련하는 것이 바람직하다. 바꿔 말하면, 혼련 중에 본 혼합물의 액상 성분이 증발하지 않도록 혼련하는 것이 바람직하다.
- [0202] 혼련시에는, 교반조와, 일축 혹은 다축의 교반 날개를 구비한 혼련기를 사용하는 것이 바람직하다. 교반 날개의 개수는, 높은 혼련 작용을 얻기 위해서는 두 개 이상의 교반 날개인 것이 바람직하다. 혼련 방법은 배치식, 연속식 어느 것이어도 된다.
- [0203] 배치식 혼련에 사용되는 혼련기로는 헨셀 믹서, 가압 니더, 뱅버리 믹서, 자전 공전 교반기 또는 플래너터리 믹서가 바람직하고, 플래너터리 믹서가 보다 바람직하다. 플래너터리 믹서는, 서로 자전과 공전을 실시하는 2 축의 교반 날개를 갖고, 교반조 내의 혼련물을 교반, 혼련하는 구조를 가지고 있다. 그 때문에, 교반조 내에 교반 날개가 도달하지 않는 데드 스페이스가 적다. 날개의 형상이 두꺼운 두께로 고부하를 가할 수 있지만, 교반 날개를 교반조 내에서 돌리는 통상적인 교반기와 같이 사용할 수도 있다. 그 때문에, 교반조 내에 교반 날개가 도달하지 않는 데드 스페이스가 적고, 날개의 부하를 경감하여, 고도로 본 혼합물을 혼련할 수 있다.
- [0204] 본 혼합물의 혼련은, 냉각하면서 실시하는 것이 바람직하다. 이 경우, 액상 매체의 기화가 억제됨과 함께, 본 혼합물이 점조해져, 혼련기의 교반 날개에 부하가 가해지고, 그 결과 본 혼합물에 대한 전단력이 커진다. 특히, 복수의 교반 날개를 사용한 경우, 교반 날개끼리, 또는 교반 날개와 교반조의 사이에서, 재료에 전단력이 인가되기 쉬워진다. 그 결과, 본 파우더가 F 폴리머 입자의 응집 덩어리를 포함하고 있던 경우에는 그 응집 덩어리의 해응집이 효율적으로 실시됨과 함께, 본 파우더와 액상 매체는 충분히 혼합된다.
- [0205] 혼련에 있어서의 온도는, 액상 매체의 비점 이하가 바람직하고, 30 °C 이하가 바람직하다. 혼련에 있어서의 온도는, 0 °C 이상이 바람직하고, 10 °C 이상이 보다 바람직하다.
- [0206] 본 조성물 (2) 를 얻기 위한 혼련은, 온도를 25 °C, 전단 속도를 1 s⁻¹ 로 하여 케필로그래프를 측정했을 때, 혼련물의 점도의 변동폭이 ±5 % 이하가 될 때까지 실시하는 것이 바람직하다. 변동폭은 ±3 % 이하가 보다

바람직하다.

- [0207] 점도의 변동폭은, 혼련하면서 10 분마다, 혼련물을 혼련기로부터 샘플링하고, 상기 상한으로 캐필로그래프 측정에 의한 점도를 측정함으로써 확인할 수 있다. n 번째의 측정의 점도를 n_n , $(n + 1)$ 회째의 측정의 점도를 n_{n+1} 로 했을 때, 하기 식 (1) 에 의해 얻어지는 n 회째의 변동폭 r_n 이 연속 3 회, 상기 범위 내가 되면 된다.
- [0208] $(n_{n+1}/n_n) \times 100 = r_n(1)$
- [0209] 혼련의 중점은, 혼련의 진행에 수반하여, 교반 날개에 가해지는 부하가 작아져, 혼련기의 소비 전류가 감소하기 때문에, 소비 전류의 모니터에 의해 판단할 수 있다.
- [0210] 또, 혼련기의 부하 전류를 혼련기의 전단 속도로 나눈 값을 혼련물에 부여하는 힘 및 에너지로 하여, 혼련을 제어해도 된다. 구체적으로는, 혼련 개시로부터 부하 전류를 증대시키고, 서서히 감소시키는 것이 바람직하다.
- [0211] 연속식 혼련기로는 2 축형 압출 혼련기나 석구형 혼련기를 들 수 있다.
- [0212] 2 축형 압출 혼련기관, 예를 들어 피혼련물을 평행하게 근접 배치된 2 개의 스크루 사이의 전단력에 의해 혼련하는 2 축 스크루식의 연속 혼련 장치이다.
- [0213] 석구형 혼련기관, 예를 들어 피혼련물이 통과 가능한 내부 공간을 구비하는 통 형상의 고정부와, 고정부의 내부 공간에 배치되어, 회전함으로써 내부 공간을 통과하는 피혼련물을 연속적으로 혼련하면서 회전축 방향으로 반송하는 회전부를 갖는 혼련기이다.
- [0214] 탈기는 상기 혼련 중에 행해도 되고, 상기 혼련 후에 행해도 되고, 상기 혼련과 교대로 복수회 행해도 된다. 탈기는 연속적으로 행해도 되고, 간헐적으로 행해도 된다.
- [0215] 탈기는 본 혼합물의 질량이 실질적으로 변화하지 않도록 실시하는 것이 바람직하다. 탈기의 방법은 예를 들어, 액상 조성물을 감압 상태로 하는 방법, 액상 조성물을 가온 상태로 하는 방법, 액상 조성물을 동결하는 방법, 본 혼합물에 초음파를 조사하는 방법, 및 이들 방법을 조합한 방법을 들 수 있다. 이들 방법 중, 본 혼합물을 감압 상태로 하는 방법 또는 본 혼합물을 가온 상태로 하는 방법이 조작의 간편성에서 바람직하고, 양자를 조합한 방법이 탈기 효율의 관점에서 보다 바람직하다. 또한, 상기와 같이, 냉각하면서 실시하는 것이 특히 바람직하다.
- [0216] 본 혼합물을 감압 또는 가온 상태로 하는 경우, 탈기시의 온도 및 압력은 액상 조성물 중의 본 혼합물에 따라 적절히 설정되고, 본 혼합물이 비등하지 않는 압력 및 온도가 선정된다. 예를 들어 압력은 0 Pa 에서 0.01 MPa 정도, 온도는 본 혼합물 중의 액상 매체의 비점보다 100 °C 에서 250 °C 낮은 온도가 바람직하다.
- [0217] 탈기 시간은 특별히 제한은 없지만, 탈기 시간이 지나치게 길어도 탈기 효과는 크게 다르지 않기 때문에, 통상, 10 분간에서 6 시간이다.
- [0218] 탈기시에, 돌비를 방지하기 위해 교반 등의 조작을 실시해도 된다.
- [0219] 혼련물의 정치는 통상, 상기 혼련 후에 실시된다. 혼련 후의 혼련물을 용기 내에서 일정 시간 정치한다. 정치는 상기 혼련물의 질량이 실질적으로 변화하지 않도록 실시하는 것이 바람직하고, 밀폐된 용기 내와 같은 밀폐계로 정치하는 것이 바람직하다.
- [0220] 혼련물을 정치하는 분위기의 온도 및 압력은 통상, 10 에서 30 °C, 1 기압 정도이며, 항온 항습하가 바람직하다. 경우에 따라서는, 정치하는 동안, 혼련물 중의 본 파우더 입자가 응집 침강하지 않을 정도로 교반해도 된다.
- [0221] 정치 시간은 24 시간 이상이 바람직하고, 48 시간 이상이 보다 바람직하다. 정치 시간은, 정치 시간이 지나치게 길어도 얻어지는 효과는 크게 다르지 않기 때문에, 168 시간 이하가 바람직하다.
- [0222] 본 조성물 (1) 을 얻기 위한 정치시의 혼련물의 점도는, 40000 mPa·s 이하가 바람직하고, 20000 mPa·s 이하가 보다 바람직하다. 상기 점도는, 8000 mPa·s 이상이 바람직하다. 이 경우, 액상 매체의 본 파우더 입자간으로의 침투가 더욱 촉진되어, 상기 서술한 작용 기구가 항진되기 쉽다. 정치시의 혼련물의 점도는, 그 온도, 또는, 혼련물에 대한 액상 극성 매체 등의 액상 매체의 첨가에 의해 조정해도 된다.

- [0223] 본 법에 있어서, 상기 탈기 및 정치는 어느 일방을 실시하면 되지만, 본 조성물을 희석하여 얻어지는 분산액의 분산 안정성의 관점에서, 양자를 실시하는 것이 바람직하다.
- [0224] 양자를 실시하는 양태로는, 예를 들어, 본 혼합물을 혼련하고, 그 후 탈기를 연속적 또는 단속적으로 실시하고, 계속하여 탈기를 하지 않고 정치하는 양태, 본 혼합물을 연속적 또는 단속적으로 탈기하면서 혼련하고, 얻어진 혼련물의 정치를 실시하는 양태, 본 혼합물을 연속적 또는 단속적으로 탈기하면서 혼련하고, 얻어진 혼련물의 정치를 실시하고, 정치 후 추가로 탈기하는 양태, 본 혼합물을 혼련하고, 혼련 후에 탈기하면서 정치를 실시하고, 추가로 탈기를 실시하지 않고 정치하는 양태, 상기 액상 조성물을 혼련하고, 혼련 후에 정치를 실시하고, 추가로 정치 후 연속적 또는 단속적으로 탈기하는 양태를 들 수 있다. 이들 복수의 양태를 조합해도 되고, 하나의 양태를 반복해도 된다.
- [0225] 상기 탈기 또는 정치의 적어도 어느 것을 상기 혼련 및 상기 혼합의 사이의 어느 단계에서 실시함으로써, 본 파우더 입자의 응집이 억제되고, 본 조성물과 제 2 액상 매체를 혼합할 때의 기포 발생이 억제된다. 그 결과, 얻어지는 도막이나 성형물의 표면 평활성이 우수하다.
- [0226] 본 조성물은 제 2 액상 매체로 희석하여 본 조성물보다 저점도의 분산액으로서 이용되는 것이 바람직하다. 본 조성물은, 또, 다른 용도에 사용할 수도 있다.
- [0227] 본 조성물을 제 2 액상 매체로 희석하여 얻어지는 분산액 (이하, 「본 분산액」이라고도 한다.) 은, 코팅제나 도료 등의 용도에 적합하다.
- [0228] 제 2 액상 매체는 상기 제 1 액상 매체와 상용성의 액상 매체이며, 상기 제 1 액상 매체와 동일한 액상 매체여도 된다. 또, 제 2 액상 매체는, 본 조성물의 희석에 의해 본 조성물 중의 본 파우더 입자나 무기 필러 등의 비용해 성분을 용해시키지 않는 액상 매체이며, 제 1 액상 매체 중에 용해되어 있는 성분을 석출시키지 않는 액상 매체인 것이 바람직하다. 단, 본 조성물에 있어서 제 1 액상 매체의 양이 적어 제 1 액상 매체에 그 전체량이 충분히 용해되어 있지 않은 성분이 있는 경우, 예를 들어, 본 조성물 (2) 에 있어서 극성 폴리머가 팽윤되어 있어도 용해된 상태가 아닌 경우, 제 2 액상 매체에 의한 희석에 의해 그 성분의 전체량이 용해된 상태로 되는 경우가 있어도 된다. 제 2 액상 매체로는, 희석되는 본 조성물 중의 제 1 액상 매체와 동일한 액상 매체인 것이 특히 바람직하다.
- [0229] 제 2 액상 매체로는, 제 1 액상 매체로서 사용해도 되는 액상 매체를 들 수 있고, 그 중에서도, 저점도의 액상 매체가 바람직하다.
- [0230] 제 2 액상 매체로 희석하기 위한 본 조성물과 제 2 액상 매체의 혼합은, 얻어지는 분산액의 분산성과 분산 안정성의 관점에서, 예를 들어 분산기를 사용한 혼합이 바람직하다. 분산기로는, 미디어를 사용한 것으로는, 초음파 호모지나이저 페인트 셰이커, 볼 밀, 아트라이터, 바스켓 밀, 샌드 밀, 샌드 그라인더, 다이노 밀, 디스퍼 매트, SC 밀, 스파이크 밀, 아지테이터 밀 등을 들 수 있다. 또 미디어를 사용하지 않는 것으로는, 초음파 호모지나이저, 나노마이저, 디졸버, 디스퍼, 고속 임펠러 분산기, 자전 공전 교반기, 박막 선회형 고속 믹서 등을 들 수 있다. 이들 중에서도 미디어를 사용한 분산기는 분산 능력이 높기 때문에 바람직하다.
- [0231] 또 충돌식 분산기를 사용하여 혼합을 실시하면 분산 안정성이 향상되므로, 제 2 액상 매체와의 혼합은 충돌식 분산기를 사용한 혼합이 바람직하다.
- [0232] 충돌식 분산기관, 고압 펌프로 한 번 가압한 액매체를 충돌시켜 이 때의 충격력 등에 의해 분산을 실시하는 분산기이다. 충돌형 분산기는 충돌시키는 대상에 따라 크게 2 종류로 나눌 수 있다. 액매체끼리를 충돌시키는 방식과, 충돌 대상물에 액매체를 충돌시키는 방식이다. 액매체끼리를 충돌시키는 방식의 예로서, 나노마이저, 지너스 PY, 알티마이저, Aqua, 마이크로 플루이다이저 등을 들 수 있다. 충돌 대상물에 액매체를 충돌시키는 방식의 예로서 호모지나이저 등을 들 수 있다.
- [0233] 또 상기 분산기를 사용한 혼합 이외에, 본 조성물과 제 2 액상 매체를 혼합하는 방법으로서, 상기 혼련에 사용한 교반조와 교반 날개를 갖는 혼련기 내에서 본 조성물과 제 2 액상 매체를 혼합하는 방법, 상이한 혼련기에 의해 본 조성물과 제 2 액상 매체와 혼합하는 방법 등을 들 수 있다. 혼련기는 상기 배치식 및 연속식의 혼련기와 동일한 것을 들 수 있다.
- [0234] 본 분산액의 제조에 있어서, 필요에 따라 또 다른 수지, 무기 필러, 계면 활성제 등을 첨가해도 된다. 다른 수지와 무기 필러의 양방을 첨가하는 경우, 다른 수지와 무기 필러는 따로 따로 첨가해도 되고, 함께 첨가해도 되고, 미리 다른 수지와 무기 필러를 혼합한 마스터 배치를 제작하여, 이 마스터 배치를 첨가해도 된다.

- [0235] 본 분산액 중의 고형분 농도는 40 질량% 이상이 바람직하고, 50 질량% 이상이 보다 바람직하다. 또 본 분산액의 분산성의 관점에서, 고형분 농도는 90 질량% 이하가 바람직하고, 75 질량% 이하가 보다 바람직하다. 또한, 본 분산액의 고형분이란 본 분산액으로부터 모든 액상 매체를 제외한 성분을 의미하고, 통상 본 분산액으로부터 형성되는 도막이나 성형물에 있어서 고형 성분을 형성하는 물질의 총량을 의미한다.
- [0236] 본 분산액의 분산 안정성의 관점에서, 본 분산액 중의 고형분량에 대한 본 파우더 입자의 함유량은, 20 질량% 이상이 바람직하고, 30 질량% 이상이 보다 바람직하다. 본 파우더 입자의 함유량은, 70 질량% 이하가 바람직하고, 50 질량% 이하가 보다 바람직하다.
- [0237] 본 분산액의 B 형 점도계로 측정되는 점도는, 50 mPa·s 이상이 바람직하고, 75 mPa·s 이상이 보다 바람직하고, 100 mPa·s 이상이 더욱 바람직하다. 상기 점도는, 8000 mPa·s 미만이 바람직하고, 5000 mPa·s 이하가 보다 바람직하고, 1000 mPa·s 이하가 더욱 바람직하다. 이러한 점도를 갖는 분산액은 도공성이 우수하다.
- [0238] 또 본 분산액의 틱소비는, 1 에서 10 이 바람직하다.
- [0239] 본 분산액으로부터 얻어지는 도막이나 성형물의 성분 분포의 균일성의 저하나 공극의 억제에 관점에서, 분산액 중의 포말 체적 비율은, 10 % 미만이 바람직하고, 5 % 미만이 보다 바람직하다. 포말 체적 비율은, 0 % 이상이 바람직하다.
- [0240] 상기 서술한 작용 기구에 의해, 본 법에 의하면, 이러한 액 물성이 우수한 분산액이 용이하게 얻어진다.
- [0241] 본 분산액을, 기재의 표면에 도포하고, 가열하여, F 폴리머로 이루어지는 층 (이하, 「F 층」이라고도 기재한다)을 형성하면, 기재와 F 층을 갖는 적층체를 제조할 수 있다. 분산액은, 그 사용시, 추가로 정치해도 된다.
- [0242] 적층체의 바람직한 양태로는, 금속박과 그 적어도 일방의 표면에 형성된 F 층을 갖는 금속 피복 적층체, 수지 필름과 그 적어도 일방의 표면에 형성된 F 층을 갖는 다층 필름을 들 수 있다.
- [0243] 금속 피복 적층체에 있어서의 금속박은, 동박인 것이 바람직하다. 이러한 금속 피복 적층체는, 프린트 기관 재료로서 특히 유용하다.
- [0244] 다층 필름에 있어서의 수지 필름은, 폴리이미드 필름인 것이 바람직하다. 이러한 다층 필름은, 전선 피복 재료, 프린트 기관 재료로서 유용하다.
- [0245] 상기 적층체의 제조에 있어서는, 기재의 표면의 적어도 편면에 F 층이 형성되면 되고, 기재의 편면에만 F 층이 형성되어도 되고, 기재의 양면에 F 층이 형성되어도 된다. 기재의 표면은, 실란 커플링제 등에 의해 표면 처리되어 있어도 된다. 본 분산액의 도포시에는, 스프레이법, 롤 코트법, 스핀 코트법, 그라비아 코트법, 마이크로 그라비아 코트법, 그라비아 오프셋법, 나이프 코트법, 키스 코트법, 바 코트법, 다이 코트법, 파운틴 메이어 바법, 슬롯 다이 코트법, 딥 코트법의 도포 방법을 사용할 수 있다.
- [0246] F 층은, 본 분산액으로부터 가열에 의해 액상 매체를 제거한 후에, 나아가 가열에 의해 폴리머를 소성하여 형성하는 것이 바람직하다. 액상 매체의 제거 온도는, 가능한 한 저온이 바람직하고, 액상 매체의 비점보다 50 에서 150 °C 낮은 온도가 바람직하다. 예를 들어 비점이 약 200 °C 인 N-메틸-2-피롤리돈을 사용한 경우, 180 °C 이하, 바람직하게는 100 에서 150 °C 에서 가열하는 것이 바람직하다. 액상 매체를 제거하는 공정에서 공기를 내뿜는 것이 바람직하다.
- [0247] 액상 매체를 제거 후, 기재를 폴리머가 소성되는 온도 영역으로 가열하여 형성하는 것이 바람직하고, 예를 들어 300 에서 400 °C 의 범위에서 폴리머를 소성하는 것이 바람직하다. F 층은, F 폴리머의 소성물을 포함하는 것이 바람직하다.
- [0248] F 층은, 상기 서술한 바와 같이 본 분산액의 도포, 건조, 소성의 공정을 거쳐 형성된다. 이들 공정은 1 회 여도 2 회 이상이어도 된다. 예를 들어, F 층은, 기재의 표면에 본 분산액을 도포하고, 가열에 의해 액상 매체를 제거하여 막을 형성하는 공정을 2 회 반복하고, 두께를 크게 한 막을 가열하여, F 폴리머를 소성하여 형성해도 된다. 평활성이 우수한 두꺼운 F 층을 얻기 쉬운 관점에서, 본 분산액의 도포, 건조의 공정을 2 회 이상 실시해도 된다.
- [0249] F 층의 두께는, 0.1 μm 이상이 바람직하고, 1 μm 이상이 보다 바람직하다. 두께의 상한은, 100 μm 이다. 이 범위에 있어서, 내크랙성이 우수한 F 층을 용이하게 형성할 수 있다. F 층과 기재층의 박리 강도는, 10 N/cm 이상이 바람직하고, 15 N/cm 이상이 보다 바람직하다. 상기 박리 강도는, 100 N/cm 이하가 바람직

하다. 본 분산액을 이용하면, F 층에 있어서의 F 폴리머의 물성을 저해하지 않고, 이러한 적층체를 용이하게 형성할 수 있다.

- [0250] F 층의 공극률은, 5 % 이하가 바람직하고, 4 % 이하가 보다 바람직하다. 공극률은, 0.01 % 이상이 바람직하고, 0.1 % 이상이 보다 바람직하다. 또한, 공극률은, 주사형 전자 현미경 (SEM) 을 사용하여 관찰되는 도막이나 성형물의 단면에 있어서의, 공극 부분의 면적의 비율 (%) 이다.
- [0251] 기재의 재질로는, 금속 기관 (구리, 니켈, 알루미늄, 티탄, 그들의 합금 등의 금속박 등), 수지 필름 (폴리이미드, 폴리아릴레이트, 폴리술폰, 폴리알릴술폰, 폴리아미드, 폴리에테르아미드, 폴리페닐렌술폰, 폴리알릴에테르케톤, 폴리아미드이미드, 액정성 폴리에스테르, 액정성 폴리에스테르아미드 등의 필름), 프리프레그 (섬유 강화 수지 기관의 전구체), 세라믹스 기관, 유리 기관을 들 수 있다. 기재의 형상으로는, 평면상, 곡면상, 요철상을 들 수 있고, 또한, 박상, 판상, 막상, 섬유상 중 어느 것이어도 된다.
- [0252] 기재의 표면의 10 점 평균 조도는, 0.01 ~ 0.05 μm 가 바람직하다.
- [0253] 적층체의 바람직한 양태로는, 금속박과 그 적어도 일방의 표면에 형성된 F 층을 갖는 금속 피복 적층체, 수지 필름과 그 적어도 일방의 표면에 형성된 F 층을 갖는 다층 필름을 들 수 있다.
- [0254] 금속 피복 적층체에 있어서의 금속박은, 동박인 것이 바람직하다. 이러한 금속 피복 적층체는, 프린트 기관 재료로서 특히 유용하다.
- [0255] 다층 필름에 있어서의 수지 필름은, 폴리이미드 필름인 것이 바람직하다. 이러한 다층 필름은, 전선 피복 재료, 프린트 기관 재료로서 유용하다.
- [0256] 폴리이미드 필름의 구체예로는, 「카프톤 50EN-S」 (도레이·듀퐁 주식회사 제조), 「카프톤 100EN」 (도레이·듀퐁 주식회사 제조), 「카프톤 100H」 (도레이·듀퐁 주식회사 제조), 「카프톤 100KJ」 (듀퐁사 제조), 「카프톤 100JP」 (미국 듀퐁사 제조), 「카프톤 100LK」 (도레이·듀퐁 주식회사 제조) 를 들 수 있다.
- [0257] 또한, 프린트 기관에는, 플렉시블 프린트 기관, 리지드 프린트 기관이 포함된다.
- [0258] F 층의 기재와 반대측에는, 또 다른 기재를 적층하여, 다층 적층체로 해도 된다. 적층은, 예를 들어, 열압착에 의해 실시할 수 있다.
- [0259] 이러한 다층 적층체의 구성으로는, 기재/F 층/다른 기재/F 층/기재, 금속 기관층/다른 기재층/F 층/다른 기재층/금속 기관층 등을 들 수 있다. 각각의 층에는, 추가로 유리 크로스나 필러가 포함되어 있어도 된다.
- [0260] 이러한 적층체는, 안테나 부품, 프린트 기관, 항공기용 부품, 자동차용 부품, 스포츠 용구, 식품 공업 용품, 도료, 화장품 등으로서 유용하고, 구체적으로는, 항공기용 전선 등의 전선 피복재, 전기 절연성 테이프, 석유 굴착용 절연 테이프, 프린트 기관용 재료, 정밀 여과막, 한외 여과막, 역침투막, 이온 교환막, 투석막, 기체 분리막 등의 분리막, 리튬 이차 전지용, 연료 전지용 등의 전극 바인더, 카피 롤, 가구, 자동차 대시보드, 가전 제품 등의 커버, 하중 베어링, 미끄럼축, 밸브, 베어링, 기어, 캠, 벨트 킨베이어, 식품 반송용 벨트 등의 슬라이딩 부재, 셔블, 줄, 송곳, 톱 등의 공구, 보일러, 호퍼, 파이프, 오븐, 구이틀, 슈트, 다이스, 변기, 컨테이너 피복재, 이형 필름으로서 유용하다.
- [0261] 본 분산액을, 직포에 함침시켜, 가열에 의해 건조시키면, F 폴리머가 직포에 함침된 함침 직포가 얻어진다. 함침 직포는, 직포가 F 층으로 피복된 피복 직포라고도 할 수 있다. 직포는, 유리 섬유 직포, 카본 섬유 직포, 아라미드 섬유 직포 또는 금속 섬유 직포가 바람직하고, 유리 섬유 직포 또는 카본 섬유 직포가 보다 바람직하다. 직포는, F 층과의 밀착 접착성을 높이는 관점에서, 실란 커플링제로 처리되어 있어도 된다.
- [0262] 함침 직포에 있어서의, F 폴리머의 함유량은, 30 에서 80 질량% 가 바람직하다. 분산액을 직포에 함침시키는 방법은, 분산액에 직포를 침지하는 방법, 분산액을 직포에 도포하는 방법을 들 수 있다.
- [0263] 직포를 건조시킨 후에, F 폴리머를 소성시켜도 된다. F 폴리머를 소성시키는 방법은, 직포를 300 에서 400 $^{\circ}\text{C}$ 의 분위기에 있는 통풍 건조조에 통과시키는 방법을 들 수 있다. 또한, 직포의 건조와 폴리머의 소성은, 일단계로 실시해도 된다. 이와 같이 하여 얻어진 직포는, F 층과 직포의 밀착성 또는 접착성이 높은, 표면의 평활성이 높은, 변형이 적은 등의 특성이 우수하다. 이러한 직포와 금속박을 열압착시키면, 박리 강도가 높고, 휘기 어려운 금속 피복 적층체가 얻어져, 프린트 기관 재료로서 바람직하게 사용할 수 있다.
- [0264] 또, 함침 직포의 제조에 있어서, 분산액을 함침시킨 직포를, 기재의 표면에 첩착 등에 의해 배치하고, 가열시켜

건조시킴으로써, F 폴리머와 직포를 포함하는 함침 직포층을 형성하고, 기재와 함침 직포층이, 이 순서로 적층된 적층체를 제조해도 된다. 그 양태도, 특별히 한정되지 않고, 예를 들어 조, 배관, 용기 등의 부재의 내벽면의 일부 또는 전부에 본 분산액을 함침시킨 직포를 배치하고, 상기 부재를 회전시키면서 가열하면, 부재의 내벽면의 일부 또는 전부에 함침 직포층을 형성할 수 있다. 이 제조 방법은, 조, 배관, 용기 등의 부재의 내벽면의 라이닝 방법으로도 유용하다.

[0265] 본 분산액은, 상기 서술한 바와 같이, 분산 안정성이 우수하고, 다공질 또는 섬유상의 재료 중에, 효율적으로 함침할 수 있다. 이러한 다공질 또는 섬유상의 재료로는, 상기 서술한 직포 이외의 재료, 구체적으로는, 판상, 기둥상 또는 섬유상의 재료도 들 수 있다. 이들 재료는, 경화성 수지, 실란 커플링제 등으로 미리 전처리되어 있어도 되고, 무기 필러나 다른 수지 등이 추가로 충전되어 있어도 된다. 또, 이들 재료는, 서로 꼬아, 실, 케이블, 와이어를 형성하고 있어도 된다. 서로 꼬을 때에는, 폴리에틸렌 등의 다른 폴리머로 이루어지는 개재층을 배치해도 된다. 이러한 재료에 분산액을 함침시켜 성형물을 제조하는 양태로는, 경화성 수지 또는 그 경화물이 담지된 섬유상의 재료에 분산액을 함침시키는 양태를 들 수 있다.

[0266] 섬유상의 재료로는, 탄소 섬유, 아라미드 섬유, 탄화규소 섬유 등의 고강도 또한 저신도의 섬유를 들 수 있다. 경화성 수지로는, 에폭시 수지, 불포화 폴리에스테르수지, 폴리우레탄 수지 등의 열경화성 수지가 바람직하다. 이러한 양태의 구체예로는, 열경화성 수지가 담지된 탄소 섬유를 꼬아 함침 케이블에 분산액을 함침시키고, 추가로 가열하여 F 폴리머를 소성시켜 형성되는 복합 케이블을 들 수 있다. 이러한 복합 케이블은, 대형 구조물용, 그라운드 앵커용, 석유 굴착용, 크레인용, 삭도용, 엘리베이터용, 농림 수산용, 와이어 로프용의 케이블로서 유용하다.

[0267] 상기 서술한 바와 같이 본 조성물의 회석에 의해 분산성과 분산 안정성이 우수한 본 분산액이 얻어진다. 이러한 본 분산액은 F 폴리머 입자의 응집이 억제되어, 본 분산액의 제조나 사용시의 기포 발생이 억제된다. 그 결과, 얻어지는 도막이나 성형물의 표면 평활성이 우수하다.

[0268] 이상, 본 조성물, 본 조성물의 제법, 본 조성물로부터의 본 분산액의 제법에 대해 설명했지만, 본 발명은, 상기 서술한 실시형태의 구성으로 한정되지 않는다.

[0269] 예를 들어, 본 조성물이나 본 분산액의 제법은, 상기 실시형태의 구성에 있어서, 다른 임의의 공정을 추가로 가져도 되고, 동일한 작용을 일으키는 임의의 공정과 치환되어 있어도 된다. 또, 본 조성물 및 본 분산액은 상기 실시형태의 구성에 있어서, 다른 임의의 구성을 추가해도 되고, 동일한 기능을 발휘하는 임의의 구성과 치환되어 있어도 된다.

[0270] 실시예

[0271] 이하, 실시예에 의해 본 발명을 상세하게 설명하지만, 본 발명은 이들로 한정되지 않는다.

[0272] [예 1]

[0273] 1-1. 각 성분의 준비

[0274] [파우더]

[0275] 파우더 11 : TFE 단위, NAH 단위 및 PPVE 단위를, 이 순서로 97.9 몰%, 0.1 몰%, 2.0 몰% 포함하고, 카르보닐기 함유기를 주사슬 탄소수 1×10^6 개당 1000 개 갖는 폴리머 (불소 함유량 : 76 질량%) 로 이루어지는 파우더 (D50 : 2.0 μm , 비표면적 : 3 m^2/g)

[0276] 파우더 12 : TFE 단위 및 PPVE 단위로 이루어지는, 카르보닐기 함유기를 주사슬 탄소수 1×10^6 개당 40 개 갖는 폴리머 (불소 함유량 : 76 질량%) 로 이루어지는 파우더 (D50 : 2.4 μm , 비표면적 : 4 m^2/g)

[0277] [방향족 폴리머]

[0278] 바니시 1 : 열가소성의 방향족 폴리아미드 (PI1) 가 NMP 에 용해된 바니시

[0279] [계면 활성제]

[0280] 계면 활성제 1 : $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)\text{C}(\text{O})\text{OCH}_2\text{CH}_2(\text{CF}_2)_6\text{F}$ 와 $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)\text{C}(\text{O})(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{23}\text{OH}$ 의 코폴리머이며, 불소 함유량이, 35 질량% 인 논이온성 폴리머

- [0281] [액상 매체]
- [0282] NMP : N-메틸-2-피롤리돈
- [0283] [점도]
- [0284] 이하의 예 1 에 있어서의 점도는, 온도를 25 ℃, 회전수를 30 rpm 으로 하여 B 형 점도계로 측정되는 점도를 말한다.
- [0285] 1-2. 분산액의 제조예
- [0286] [예 1-1]
- [0287] 플래너터리 믹서에, 파우더 11, 바니시 1, 계면 활성제 1, NMP 를 혼합하여 얻어진, 파우더 11 (70 질량부), PI1 (1.8 질량부), 계면 활성제 1 (3.5 질량부) 및 NMP (30 질량부) 를 포함하는 액상 조성물을 투입하고, 플래너터리 믹서 내를 감압 유지하여 탈기하면서 액상 조성물을 혼련하고, NMP 를 첨가하여 점도가 10000 mPa·s 로 점도 조정된 페이스트상의 조성물 1 을 얻었다. 조성물 1 을, 대기압하, 25 ℃ 에서 48 시간 정치한 후, 전체로서 NMP 가 70 질량부가 되도록, 조성물 1 에 NMP 를 복수회로 나누어 투입하고, 교반하여 혼합하고, 점도가 1000 mPa·s 인 분산액 11 을 얻었다.
- [0288] [예 1-2 에서 예 1-6]
- [0289] 파우더의 종류와, 탈기 또는 정치의 유무와, 정치시의 점도 조정, 즉 페이스트상 조성물을 제조할 때의 NMP 의 추가 첨가의 유무를, 표 1 에 기재된 바와 같이 변경한 것 이외에는 예 1-1 과 동일하게 실시하여 페이스트상의 조성물 2 에서 6 을 얻었다. 얻어진 페이스트 2 에서 6 을 사용하고, 예 1-1 과 동일하게 하여 분산액 12 ~ 16 을 얻었다. 또한, 표 1 중의 「정치」란에 있어서의 괄호 내의 수치는, 정치 시간 (단위 : hr) 을 나타낸다.
- [0290] 또한, 조성물 1, 조성물 3, 분산액 11, 분산액 13 의 포말 체적 비율은 0 % 이상 5 % 미만이며, 조성물 2, 조성물 4, 조성물 6, 분산액 12, 분산액 14, 분산액 16 의 포말 체적 비율은 5 % 초과 10 % 미만이었다. 조성물 5, 분산액 15 의 포말 체적 비율은 10 % 이상이었다.
- [0291] 1-3. 분산액의 평가
- [0292] 희석한 분산액을 2 개의 석영 유리 사이에 끼워, 광학 현미경의 투광 모드를 사용하여 투광 이미지를 관찰하고, 분산액 중의 파우더의 분산 상태를, 이하의 평가 기준으로 평가하였다. 또한, 투광 이미지는, 콘트라스트 또는 모양이 없을수록, 분산액의 유동성과 분산성이 높은 것을 나타낸다.
- [0293] <평가 기준>
- [0294] ○ : 투광 이미지에 콘트라스트와 망목상의 모양이 없다.
- [0295] △ : 투광 이미지에 콘트라스트가 있지만, 망목상의 모양이 없다.
- [0296] × : 투광 이미지에 콘트라스트와 망목상의 모양이 있다.

표 1

	파우더 종류	탈기 실시	정치		평가 결과
			실시	점도 조정	
분산액 11	파우더 1	있음	있음(48)	있음	○
분산액 12	파우더 1	있음	없음	—	△
분산액 13	파우더 1	없음	있음(168)	있음	○
분산액 14	파우더 1	없음	있음(168)	없음	△
분산액 15	파우더 1	없음	없음	—	×
분산액 16	파우더 2	있음	있음(48)	있음	△

[0297]

[0298] 1-4. 적층체의 제조예

- [0299] [적층체 1]
- [0300] 두께 18 μm 의 긴 동박의 표면에, 바코터를 사용하여 분산액 11 을 도포하고, 웨트막을 형성하였다. 이어서, 이 웨트막이 형성된 금속박을, 110 $^{\circ}\text{C}$ 에서 5 분간, 건조로에 통과시켜, 가열에 의해 건조시키고, 드라이막을 얻었다. 그 후, 질소 오븐 속에서, 드라이막을 380 $^{\circ}\text{C}$ 에서 3 분간, 가열하였다. 이로써, 금속 박과, 그 표면에 파우더 11 의 용융 소성물 및 PI1 을 포함하는, 성형물로서 두께 20 μm 의 폴리머층을 갖는 적층체 11 을 제조하였다.
- [0301] [적층체 2 ~ 6]
- [0302] 적층체 1 의 제조에 있어서, 분산액 11 을 분산액 12 에서 16 으로 변경하여, 동일하게 적층체를 제조하고, 각각 적층체 2 ~ 6 을 얻었다.
- [0303] 1-5. 적층체의 평가
- [0304] 얻어진 적층체 1 ~ 6 의 도공 불균일과 유전 정접을 하기 기준에 따라 평가하였다.
- [0305] 결과를 표 2 에 나타냈다.
- [0306] 1-5-1. 적층체의 도공 불균일의 평가
- [0307] <평가 기준>
- [0308] ○ : 폴리머층의 표면에 돌기가 시인되지 않고, 면 전체적으로도 평활하다.
- [0309] △ : 폴리머층의 일부에 돌기가 시인되지만, 면 전체적으로는 평활하다.
- [0310] × : 폴리머층의 전체면에 돌기가 시인되고, 면 전체적으로 요철이 있다.
- [0311] 1-5-2. 적층체의 유전 정접의 평가
- [0312] 각각의 적층체에 대해, 적층체의 동박을 염화 제 2 철 수용액으로 에칭에 의해 제거하여 단독의 폴리머층을 제작하고, SPDR (스플릿 포스트 유전체 공진) 법으로, 상기 폴리머층의 유전 정접을 측정 주파수 10 GHz 로 측정하고, 하기 기준에 따라 평가하였다.
- [0313] <평가 기준>
- [0314] ○ : 그 유전 정접이 0.0010 미만이다.
- [0315] △ : 그 유전 정접이 0.0010 이상 0.0025 이하이다.
- [0316] × : 그 유전 정접이 0.0025 초과이다.

표 2

	도공 불균일	유전 정접
적층체 1	○	○
적층체 2	○	△
적층체 3	○	○
적층체 4	○	△
적층체 5	×	×
적층체 6	△	△

- [0317]
- [0318] [예 2]
- [0319] 2-1. 각 성분의 준비
- [0320] [파우더]
- [0321] 파우더 21 : TFE 단위, NAH 단위 및 PPVE 단위를, 이 순서로 97.9 몰%, 0.1 몰%, 2.0 몰% 포함하고, 카르보닐기를 주사슬 탄소수 1×10^6 개당 1000 개 갖고, 용융 온도가 300 $^{\circ}\text{C}$ 인 폴리머로 이루어지는 파우더 (D50 :

2.1 μm)

- [0322] [극성 폴리머]
- [0323] 극성 폴리머 1 : 방향족 폴리이미드 (우베 흥산사 제조, 「U-바니시」)
- [0324] 극성 폴리머 2 : 카르복시메틸셀룰로오스 (닛폰 제지사 제조, 「산로즈 MAC 시리즈 200HC」)
- [0325] 극성 폴리머 3 : 폴리비닐알코올 (세키스이 화학공업사 제조, 「에스렉 BL-1」)
- [0326] [무기 필러]
- [0327] 무기 필러 1 : 아미노실란 커플링제로 표면 처리되어 있는 실리카 필러 (D50 : 0.2 μm)
- [0328] [액상 매체]
- [0329] NMP : N-메틸-2-피롤리돈
- [0330] [점도]
- [0331] 이하의 예 2 에 있어서의 조성물의 점도는, 온도를 25 $^{\circ}\text{C}$, 전단 속도를 1 s^{-1} 로 하는 캐필로그래프 측정에 의한 점도를 말하고, 분산액의 점도는, 온도를 25 $^{\circ}\text{C}$, 회전수를 30 rpm 으로 하여 B 형 점도계로 측정되는 점도를 말한다.
- [0332] 2-2. 조성물의 제조예
- [0333] [예 2-1]
- [0334] 포트에, 극성 폴리머 1 의 바니시 (용매 : NMP) 와 NMP 를 투입하여 혼합하였다. 또한, 포트에, 파우더 21 과 무기 필러 1 의 분체 혼합물을 투입하여 혼합하고, 혼합물을 조제하였다. 이 혼합물을 플라네타리 믹서 내에서 혼련하고 나서 꺼내어, 파우더 21 (50 질량부), 무기 필러 1 (40 질량부) 및 극성 폴리머 1 (10 질량부), NMP (30 질량부) 를 포함하는 조성물 21 을 얻었다. 조성물 21 은, 괴상 또한 점토상이며, 웨트 파우더였다.
- [0335] 온도를 25 $^{\circ}\text{C}$, 전단 속도를 1 s^{-1} 로 하여 캐필로그래프를 측정했을 때의, 조성물 21 의 점도는 18000 Pa \cdot s 이며, 또한 조성물 21 을 혼련해도, 그 점도의 변동폭은 $\pm 3 \%$ 이내였다.
- [0336] 조성물 21 에, NMP 를 복수회로 나누어 첨가하면서, 자전 공전 교반기로 2000 rpm 으로 탈기하면서 교반하였다. 또한 NMP 를, 복수회로 나누어 첨가하면서 교반하고, 전체로서 80 질량부의 NMP 를 조성물 21 에 첨가하여 분산액을 조제하고, 분산액 21 을 얻었다. 분산액 21 의 점도는, 300 mPa \cdot s 였다.
- [0337] [예 2-2]
- [0338] 극성 폴리머 1 을 극성 폴리머 2 로 변경한 것 이외에는 예 2-1 과 동일하게 하여 조성물 22 와 분산액 22 를 얻었다. 조성물 22 의 점도는, 20000 Pa \cdot s 이며, 또한 조성물 22 를 혼련해도, 그 점도의 변동폭은 $\pm 3 \%$ 이내였다. 분산액 22 의 점도는 400 mPa \cdot s 였다.
- [0339] [예 2-3]
- [0340] 극성 폴리머 1 을 극성 폴리머 3 으로 변경한 것 이외에는 예 2-1 과 동일하게 하여 조성물 23 과 분산액 23 을 얻었다. 조성물 23 의 점도는, 21000 Pa \cdot s 이며, 또한 조성물 23 을 혼련해도, 그 점도의 변동폭은 $\pm 3 \%$ 이내였다. 분산액 23 의 점도는 400 mPa \cdot s 였다.
- [0341] [예 2-4]
- [0342] 혼련 시간을 반으로 한 것 이외에는, 예 2-1 과 동일하게 하여 조성물 24 와 분산액 24 를 얻었다. 조성물 24 의 점도는 60000 Pa \cdot s 이며, 또한 조성물 24 를 혼련하면, 그 점도는 $\pm 5 \%$ 를 초과하여 변동하였다. 분산액 24 의 점도는 800 mPa \cdot s 였다.
- [0343] [예 2-5]
- [0344] 파우더 21 의 양을 25 질량부로, 극성 폴리머 1 의 양을 5 질량부로 변경한 것 이외에는, 예 2-1 과 동일하게 하여 조성물 25 와 분산액 25 를 얻었다. 조성물 25 의 점도는 8000 Pa \cdot s 였다. 분산액 25 의 점도는

400 mPa · s 였다.

[0345] [예 2-6]

[0346] NMP 를 n-데칸으로 변경한 것 이외에는 예 2-1 과 동일하게 하여 조성물 26 과 분산액 26 을 얻었다. 조성물 26 의 점도는, 80000 Pa · s 이며, 또한 조성물 26 을 혼련해도, 그 점도의 변동폭은 ±3 % 이내였다. 분산액 26 의 점도는 3000 mPa · s 였다.

[0347] 2-3. 평가

[0348] 2-3-1. 분산액의 분산 안정성의 평가

[0349] 각각의 분산액을 용기 속에 25 ℃ 에서 장기 보관 보존 후, 그 분산성을 육안으로 확인하고, 하기 기준에 따라 분산 안정성을 평가하였다.

[0350] [평가 기준]

[0351] ○ : 응집물이 시인되지 않는다.

[0352] △ : 용기 측벽에 미세한 응집물의 부착이 시인된다. 가볍게 교반하면 균일하게 재분산되었다.

[0353] × : 용기 저부에도 응집물이 침전되어 있는 것이 시인된다. 재분산에는 강한 전단 교반을 필요로 하였다.

[0354] 2-3-2. 분산액의 틱소 안정성의 평가

[0355] 각각의 분산액을 용기 속에 25 ℃ 에서 30 일 보관하고, 보관 전후에 있어서의 틱소비의 변동폭을 측정하고, 하기 기준에 따라 틱소 안정성을 평가하였다.

[0356] [평가 기준]

[0357] ○ : 틱소비의 변동폭이, 절대치로 1 미만이다

[0358] △ : 틱소비의 변동폭이, 절대치로 1 이상 3 이하이다

[0359] × : 틱소비의 변동폭이, 절대치로 3 초과이다

[0360] 각각의 평가 결과를, 정리하여 아래 표 3 에 나타낸다.

표 3

	분산 안정성	틱소 안정성
분산액 21	○	○
분산액 22	○	○
분산액 23	○	○
분산액 24	△	△
분산액 25	△	△
분산액 26	×	×

[0361]

[0362] 산업상 이용가능성

[0363] 상기 결과로 분명한 바와 같이, 본 범으로 제조한 분산액은 분산성, 분산 안정성, 틱소 안정성이 우수하고, 따라서 본 범에 의해 얻어진 분산액을 사용한 적층체는 성분 분포의 균일성이 우수하여, 제반 물성이 우수하였다.

[0364] 또한, 2020년 10월 29일에 출원된 일본 특허출원 2020-181771호 및 2021년 03월 25일에 출원된 일본 특허출원 2021-051437호의 명세서, 특허 청구의 범위 및 요약서의 전체 내용을 여기에 인용하고, 본 발명의 명세서의 개시로서 받아들이는 것이다.