

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2024年12月19日(19.12.2024)



(10) 国際公開番号

WO 2024/257571 A1

(51) 国際特許分類:

C09D 179/08 (2006.01) *C09D 7/20* (2018.01)
C09D 5/25 (2006.01) *C09D 7/61* (2018.01)
C09D 5/44 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2024/018863

(22) 国際出願日: 2024年5月22日(22.05.2024)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2023-096804 2023年6月13日(13.06.2023) JP

(71) 出願人: 株式会社 I H I (IHI CORPORATION)
[JP/JP]; 〒1358710 東京都江東区豊洲三丁目1番1号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 鎌谷 和行 (KAMAYA Kazuyuki);
〒1358710 東京都江東区豊洲三丁目1番1号
株式会社 I H I 内 Tokyo (JP). 井合 雄一 (IAI
Yuichi); 〒1358710 東京都江東区豊洲三丁目1
番1号 株式会社 I H I 内 Tokyo (JP). 齋藤 裕一
(SAITO Yuichi); 〒1358710 東京都江東区豊洲
三丁目1番1号 株式会社 I H I 内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 長谷川 芳樹, 外(HASEGAWA Yoshiki
et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内二
丁目1番1号丸の内 M Y P L A Z A
(明治安田生命ビル) 9階 創英国際特
許法律事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保
護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA,
BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN,
CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC,
EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR,
HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG,
KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU,

LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY,
MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL,
PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK,
SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保
護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS,
MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG,
ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU,
TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ,
DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS,
IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT,
RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF,
CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE,
SN, TD, TG).

添付公開書類:

一 国際調査報告(条約第21条(3))

(54) **Title:** METHOD FOR PRODUCING INSULATING ELECTRODEPOSITION COATING MATERIAL AND
INSULATING ELECTRODEPOSITION COATING MATERIAL

(54) 発明の名称: 絶縁電着塗料の製造方法及び絶縁電着塗料

(57) **Abstract:** Provided is a method for producing an insulating electrodeposition coating material that includes a step for
mixing: a resin solution containing a polyimide-based resin and a liquid medium containing water and an organic solvent;
and an acidic to weakly alkaline silica sol containing silica particles and water, to prepare an insulating electrodeposition
coating material.

(57) 要約: ポリイミド系樹脂並びに水及び有機溶媒を含む液状媒体を含む樹脂液と、シリ
カ粒子及び水を含み液性が酸性～弱アルカリ性であるシリカゾルと、を混合して絶縁電
着塗料を調製する工程を備える、絶縁電着塗料の製造方法。

WO 2024/257571 A1

明 細 書

発明の名称：絶縁電着塗料の製造方法及び絶縁電着塗料

技術分野

[0001] 本開示は、絶縁電着塗料の製造方法及び絶縁電着塗料に関する。

背景技術

[0002] 電着塗装により対象物に絶縁膜を形成するための絶縁電着塗料が知られている。特許文献1には、樹脂粒子及び耐熱性粒子が分散媒中に分散した懸濁液（電着液）が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開2016-15295号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 発明者らが鋭意検討を進めたところ、特許文献1等の従来技術に基づき調製された塗料を用いて形成された塗膜には、耐熱性及び長期に亘る絶縁安定性の両立の点において、依然改善の余地があることが分かった。

[0005] 本開示は上記事情に鑑みてなされたものであり、耐熱性を有すると共に長期に亘る絶縁安定性に優れる塗膜を形成するための絶縁電着塗料の製造方法を提供することを目的とする。また、本開示は、当該製造方法から製造される絶縁電着塗料を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0006] ポリイミド系樹脂並びに水及び有機溶媒を含む液状媒体を含む樹脂液と、シリカ粒子及び水を含み液性が酸性～弱アルカリ性であるシリカゾルと、を混合して絶縁電着塗料を調製する工程を備える、絶縁電着塗料の製造方法。

発明の効果

[0007] 本開示によれば、耐熱性を有すると共に長期に亘る絶縁安定性に優れる塗

膜を形成するための絶縁電着塗料の製造方法を提供することができる。また、本開示によれば、当該製造方法から製造される絶縁電着塗料を提供することができる。

発明を実施するための形態

[0008] 以下、本開示の実施形態について詳細に説明する。ただし、本開示は以下の実施形態に限定されない。

[0009] 本開示の一側面は、ポリイミド系樹脂並びに水及び有機溶媒を含む液状媒体を含む樹脂液と、シリカ粒子及び水を含み液性が酸性～弱アルカリ性であるシリカゾルと、を混合して絶縁電着塗料を調製する工程を備える、絶縁電着塗料の製造方法を提供する。

上記製造方法によれば、耐熱性を有すると共に長期に亘る絶縁安定性に優れる塗膜を形成するための絶縁電着塗料を提供することができる。

[0010] 一態様において、有機溶媒はN-メチル-2-ピロリドン及び1-メトキシ-2-プロパノールを含んでいてよい。これにより、ポリイミド系樹脂及びシリカ粒子の良好な分散性をより維持し易い。

[0011] 一態様において、絶縁電着塗料は、ポリイミド系樹脂100質量部に対し、シリカ粒子を0.01～22質量部含んでいてよい。これにより、ポリイミド系樹脂及びシリカ粒子の分散性をより維持し易い。

[0012] 一態様において、シリカゾルはNaOH及びNH₄OHの少なくともいずれかを含んでいてよい。これにより、ポリイミド系樹脂及びシリカ粒子の分散性をより維持し易い。

[0013] 一態様において、シリカ粒子の平均粒子径は1～60nmであってよい。これにより、シリカ粒子の分散性をより維持し易い。

[0014] 一態様において、シリカゾルのpHは2.0～10.0であってよい。これにより、シリカ粒子の分散性をより維持し易く、また、耐熱性を有すると共に長期に亘る絶縁安定性に優れる塗膜を形成し易い。

[0015] 一態様において、液状媒体は、有機溶媒を70～95質量%含んでいてよい。これにより、ポリイミド系樹脂及びシリカ粒子の分散性をより維持し易い。

い。

[0016] 本開示の他の側面は、ポリイミド系樹脂並びに水及び有機溶媒を含む液状媒体を含む樹脂液と、シリカ粒子及び水を含み液性が酸性～弱アルカリ性であるシリカゾルを混合してなる絶縁電着塗料を提供する。

上記絶縁電着塗料によれば、耐熱性を有すると共に長期に亘る絶縁安定性に優れる塗膜を形成することができる。

[0017] <絶縁電着塗料の製造方法>

本開示に係る絶縁電着塗料の製造方法は、ポリイミド系樹脂並びに水及び有機溶媒を含む液状媒体を含む樹脂液と、シリカ粒子及び水を含み液性が酸性～弱アルカリ性であるシリカゾルと、を混合して絶縁電着塗料を調製する工程を備える。

液状媒体として水及び有機溶媒を併用した系にポリイミド系樹脂を分散させ、これを液性が酸性～弱アルカリ性であるシリカゾルと混合して絶縁電着塗料（以下、単に「塗料」という場合がある）とすることで、耐熱性を有すると共に長期に亘る絶縁安定性に優れる塗膜（絶縁膜）を形成することができる。この理由は定かではないが、上記のとおり調製された塗料においてはポリイミド系樹脂及びシリカ粒子が好適に分散しており、その結果均質な塗膜が形成されるためであると、発明者らは推察している。

[0018] 上記調製する工程では、耐熱性を有すると共に長期に亘る絶縁安定性に優れる塗膜を形成し易い観点から、塗料が、ポリイミド系樹脂 100 質量部に対し、好ましくはシリカ粒子を 0.01 質量部以上、より好ましくは 0.05 質量部以上、さらに好ましくは 1 質量部以上含むように、樹脂液とシリカゾルとが混合される。また、耐熱性を有すると共に長期に亘る絶縁安定性に優れる塗膜を形成し易い観点から、塗料が、ポリイミド系樹脂 100 質量部に対し、好ましくはシリカ粒子を 22 質量部以下、より好ましくは 15 質量部以下、さらに好ましくは 8 質量部以下含むように、樹脂液とシリカゾルとが混合される。

[0019] 上記のとおり予め樹脂液とシリカゾルとを準備して両者を混合すること、

好ましくは樹脂液にシリカゾルを添加して混合することにより、ポリイミド系樹脂及びシリカ粒子が好適に分散した塗料が得易い。両者の混合方法は特に制限されないが、例えば少量であればマグネチックスターラー等で攪拌しながらビーカー内で行うことができ、大量であればホモディスパー等の乳化機での攪拌により行うことができる。

[0020] (樹脂液)

ポリイミド系樹脂としては、ポリイミド樹脂、ポリアミドイミド樹脂、ポリエーテルイミド樹脂、ポリエステルイミド樹脂等が挙げられる。これらのうち、上記塗料中での分散性、塗料の長期安定性等の観点から、ポリイミド樹脂を用いても良い。

[0021] ポリイミド系樹脂は塗料中でポリイミド系樹脂粒子として存在していてよい。ポリイミド系樹脂の平均粒子径は、均質な塗膜形成をし易い観点から10nm以上であることが好ましく、100nm以上であることがより好ましい。当該平均粒子径は、均質な塗膜形成をし易い観点から1000nm以下であることが好ましく、900nm以下であることがより好ましい。

ここでいう平均粒子径とはメジアン径(D50)であり、例えばレーザ回折／散乱式粒子径分布測定装置を用いて測定することができる。

[0022] 樹脂液の全量を基準とするポリイミド系樹脂の含有量は、耐熱性を有すると共に長期に亘る絶縁安定性に優れる塗膜を形成し易い観点から1質量%以上であることが好ましく、5質量%以上であることがより好ましい。当該含有量は、耐熱性を有すると共に長期に亘る絶縁安定性に優れる塗膜を形成し易い観点から25質量%以下であることが好ましく、10質量%以下であることがより好ましい。

[0023] 液状媒体として水及び有機溶媒を併用することで、塗液としたときのポリイミド系樹脂及びシリカ粒子の良好な分散性を維持することができる。

有機溶媒としては、ポリイミド系樹脂を含む電着用の塗料に用いられるものであれば特に限定されないが、N-メチル-2-ピロリドン、N,Nジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド等が挙げられ、ポリイミド系樹脂

及びシリカ粒子の良好な分散性の観点からはN-メチル-2-ピロリドンを用いても良い。また、有機溶媒として、これらN-メチル-2-ピロリドン等とアルコール系溶媒とを併用することで、ポリイミド系樹脂及びシリカ粒子の良好な分散性を維持し易い。アルコール系溶媒としては、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、t-ブチルアルコール、エチレングリコール、プロピレングリコール、1-メトキシ-2-プロパノール等が挙げられ、ポリイミド系樹脂及びシリカ粒子の良好な分散性の観点からは1-メトキシ-2-プロパノールが好ましい。

ポリイミド系樹脂及びシリカ粒子の分散性の観点から、有機溶媒として、水、N-メチル-2-ピロリドン及び1-メトキシ-2-プロパノールを含むものが好ましく、実質的にこれらからなるものがより好ましい。

[0024] 液状媒体は、ポリイミド系樹脂及びシリカ粒子の良好な分散性の観点から、有機溶媒を主として含むこと、すなわち水の含有量よりも有機溶媒の含有量の方が多くても良い。例えば、液状媒体は有機溶媒を70～95質量%含むことが好ましく、75～90質量%含むことがより好ましい。

[0025] 樹脂液には、ポリイミド系樹脂の他に、添加剤としてピリジン等の分散剤が含まれていてよい。

[0026] (シリカゾル)

シリカ粒子は、それ自体が耐熱性を有する粒子であると共に、塗膜中で樹脂成分と共に存在させることで樹脂成分の劣化を抑制することができる。これは、塗膜における放電により生じるシリカ粒子表面での脱水・吸熱反応が、放電による樹脂成分の劣化を抑制するためであると推察している。ポリイミド系樹脂を用いる場合、発明者らの検討によると、同じく耐熱性を有するアルミナ、ジルコニア等の金属酸化物粒子に比して、シリカ粒子はこの特性に優れている。

[0027] シリカ粒子としては、特に制限なく用いることができ、例えばアモルファス（非晶質）シリカ粒子が挙げられる。アモルファスシリカ粒子としては、例えば、溶融シリカ粒子、ヒュームドシリカ粒子、コロイダルシリカ粒子等

が挙げられる。このうちコロイダルシリカ粒子は、単分散性が高く、塗料中での凝集を抑制し易い。

[0028] シリカ粒子の形状は特に制限されず、球状、繭型、会合型等が挙げられる。これらのうち、シリカ粒子として球状の粒子を用いることにより、塗料中での凝集を抑制し易くなる。また、シリカ粒子は、中空構造、多孔質構造等を有する粒子であってもよい。

[0029] シリカ粒子の平均粒子径は、ポリイミド系樹脂及びシリカ粒子の良好な分散性をより維持し易い観点から1 nm以上であることが好ましく、5 nm以上であることがより好ましい。当該平均粒子径は、ポリイミド系樹脂及びシリカ粒子の良好な分散性をより維持し易い観点から60 nm以下であることが好ましく、30 nm以下であることがより好ましい。

ここでいう平均粒子径とはメジアン径（D50）であり、例えばレーザ回折／散乱式粒子径分布測定装置を用いて測定することができる。

[0030] シリカゾルの全量を基準とするシリカ粒子の含有量は、耐熱性を有すると共に長期に亘る絶縁安定性に優れる塗膜を形成し易い観点から5.0質量%以上であることが好ましく、10.0質量%以上であることがより好ましい。当該含有量は、耐熱性を有すると共に長期に亘る絶縁安定性に優れる塗膜を形成し易い観点から30質量%以下であることが好ましく、20質量%以下であることがより好ましい。

[0031] 均質な塗膜形成の観点、及び塗料としたときのシリカ粒子の分散性を維持する観点から、シリカゾルの液性は酸性～弱アルカリ性である。具体的にはシリカゾルのpHは、塗料中のポリイミド樹脂及びシリカ粒子の良好な分散性をより維持し易い観点から2.0以上であることが好ましく、2.5以上であることがより好ましい。当該pHは、塗料としたときのシリカ粒子の分散性を維持する観点から10.0以下であることが好ましく、9.6以下であることがより好ましい。

ここでいうpHとは、pH計を用いてJIS Z 8802に準じて25℃で測定される値である。

[0032] シリカゾルは、シリカ粒子の安定化剤としてアルカリ又は酸を含むことができる。アルカリとしては NaOH 、アンモニア(NH_4OH)等が挙げられ、酸としては乳酸、酢酸等の有機酸、硝酸等の無機酸などが挙げられる。これらのうち、塗料中のポリイミド樹脂との電気的な相互反応によるシリカ粒子の良好な分散性をより維持し易い観点から、シリカゾルは NaOH 、アンモニア(NH_4OH)等を含むことが好ましい。

[0033] <絶縁電着塗料>

本開示に係る絶縁電着塗料は、ポリイミド系樹脂並びに水及び有機溶媒を含む液状媒体を含む上述の樹脂液と、シリカ粒子及び水を含み液性が酸性〜弱アルカリ性である上述のシリカゾルと、を混合してなるものである。このような塗料を用いることで、耐熱性を有すると共に長期に亘る絶縁安定性に優れる塗膜を形成することができる。

なお、シリカゾルの液性は塗膜の当該特性の発現（所望の塗料を調製すること）に影響すると考えているが、シリカゾルと樹脂液とを混合して得られる塗料の特徴としてその液性が正しく反映されない虞がある。このことに鑑み、上記絶縁電着塗料は樹脂液とシリカゾルとを混合してなるものであるとしている。

[0034] 塗料は、上記のとおりポリイミド系樹脂100質量部に対し、好ましくはシリカ粒子を0.01〜22質量部、より好ましくは0.05〜15質量部、さらに好ましくは1〜8質量部含む。

[0035] この塗料を用いて、電着塗装装置にて対象物に塗装を施すことにより、対象物表面に耐熱性を有する塗膜（絶縁膜）を形成することができる。塗装条件は、例えば印加電圧10〜200kV、電圧印加時間1秒以上とすることができ、形成される塗膜の厚さは、例えば1〜200 μm とすることができる。

対象物としては、一般に絶縁電着塗装が施される物であれば特に制限されないが、例えば、長期に亘って耐熱性及び絶縁信頼性が求められる、電動化高出力密度型モータステータ；パワー半導体、トランジスタ等の電子部品な

どが挙げられる。

[0036] <本実施形態の概要>

[1] ポリイミド系樹脂並びに水及び有機溶媒を含む液状媒体を含む樹脂液と、シリカ粒子及び水を含み液性が酸性～弱アルカリ性であるシリカゾルと、を混合して絶縁電着塗料を調製する工程を備える、絶縁電着塗料の製造方法。

[2] 有機溶媒が、N-メチル-2-ピロリドン及び1-メトキシ-2-プロパノールを含む、[1]に記載の製造方法。

[3] 前記絶縁電着塗料は、前記ポリイミド系樹脂100質量部に対し、前記シリカ粒子を0.01～22質量部含む、[1]又は[2]に記載の製造方法。

[4] 前記シリカゾルがNaOH及びNH₄OHの少なくともいずれかを含む、[1]～[3]のいずれかに記載の製造方法。

[5] 前記シリカ粒子の平均粒子径が1～60nmである、[1]～[4]のいずれかに記載の製造方法。

[6] 前記シリカゾルのpHが2.0～10.0である、[1]～[5]のいずれかに記載の製造方法。

[7] 前記液状媒体が、前記有機溶媒を70～95質量%含む、[1]～[6]のいずれかに記載の製造方法。

[8] ポリイミド系樹脂並びに水及び有機溶媒を含む液状媒体を含む樹脂液と、シリカ粒子及び水を含み液性が酸性～弱アルカリ性であるシリカゾルと、を混合してなる絶縁電着塗料。

実施例

[0037] 本開示を以下の実施例によりさらに詳細に説明するが、本開示はこれらの例に限定されるものではない。

[0038] (樹脂液の準備)

表1に示す組成を有する樹脂液を準備した。

[0039]

[表1]

成分	含有量(質量%)
ポリイミド樹脂 (平均粒子径:700nm)	6.0
N-メチル-2-ピロリドン	79.8
1-メトキシ-2-プロパノール	7.0
水	7.0
ピリジン	0.2

[0040] (シリカゾルの準備)

表2に示すシリカゾル(日産化学株式会社製のスノーテックスシリーズ)を準備した。

[0041]

[表2]

		スノーテックス NS	スノーテックス NXS	スノーテックス C	スノーテックス CXS	スノーテックス O	スノーテックス OXS
シリカ粒子 (アモルファスシリカ)	質量%	20	15	20	15	20	10
	水	79.75	84.8	79.8	84.6	80	90
安定化剤	アンモニア (NH ₄ OH)	0.25	0.2	-	-	-	-
	NaOH	-	-	0.2	0.4	-	-
シリカ粒子 平均粒子径		9	5	12	5	12	5
pH		9.6	9.2	8.8	9.5	2.6	2.7

[0042] (アルミナゾルの準備)

表3に示すアルミナゾルを準備した。

クリアゾルN：川研ファインケミカル株式会社製。

アルミナゾルー 5 F : 川研ファインケミカル株式会社製。

アルミナゾルー 1 0 F : 川研ファインケミカル株式会社製。

アルミナゾルー 1 0 D : 川研ファインケミカル株式会社製。

[0043] [表3]

		クリアゾル N	5F	10F	10D
アルミナ粒子	質量%	15	5	10	10
水	質量%	55	1	—	1
N-メチル-2-ピロリドン	質量%	—	89	—	—
N,N-ジメチルアセトアミド	質量%	—	—	80	89
安定化剤	乳酸/アンモニア (NH ₄ OH)	質量%	30	—	—
	酢酸	質量%	—	5	10
	硝酸	質量%	—	—	微量
アルミナ粒子 平均粒子径	nm	10	5	12	—
pH	—	8.0	4.0	4.0	3.9

[0044] (電着塗料の調製)

上記樹脂液をビーカーに入れてホモディスパーで攪拌しながら、樹脂液 100 質量部に対し、上記シリカゾル又はアルミナゾルを表 4 に示すとおり 0.4 質量部添加した。攪拌時間は 5 分以上とした。

[0045] (電着塗料の分散性評価)

上記のとおり調製した塗料の分散性を以下のとおり評価した。具体的には、上記方法にて調整した電着塗料を 100 ml のガラス瓶に入れ、調整直後及び 1 日後にそれぞれの電着塗料の状態を目視観察した。結果を表 4 に示す。

A : 沈降物及び凝集物がなく、電着塗装が可能な状態であった。

B : 沈降物及び凝集物があり、電着塗装が不可能な状態であった。

[0046]

[表4]

塗料番号		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
樹脂液	質量部	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	質量部	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
ゾル	pH	2.6	2.7	8.8	9.2	9.5	9.6	8.0	4.0	4.0	3.9
	平均粒子径 nm	12	5	12	5	5	9	10	5	12	—
	安定化剤	—	—	NaOH	アンモニア	NaOH	アンモニア	乳酸/ アンモニア	酢酸	酢酸	硝酸
	種類	スノー テックス 0	スノー テックス OXS	スノー テックス C	スノー テックス NXS	スノー テックス CXS	スノー テックス NS	クリアゾル N	アルミナゾル 5F	アルミナゾル 10F	アルミナゾル 10D
ポリイミド樹脂 100 質量部に対する シリカ粒子の量 又は アルミナ粒子の量	質量部	13	7	13	10	10	13	10	3.3	7	7
	分散安定性	A	A	A	A	A	A	B	B	B	B
分散安定性	調製直後	A	A	A	A	A	A	A	B	B	B
	1日後	A	A	A	A	A	A	B	B	B	B

[0047] (塗膜付き試験片の作製)

分散安定性がA評価であった塗料番号1～6の塗料を、それぞれ500gずつビーカーに入れた。マグネチックスターラーで300rpmの条件で塗料を攪拌しながら、ビーカー内にて陽極（めっき銅試験片）、陰極（SUS対極片）を対向させて設置し、株式会社高砂製作所社製の電着塗装装置SD-E C-800-Mを用いて試験片表面に電着塗膜（絶縁膜）を形成した。電着塗装条件は、印加電圧60kV、電圧印加時間300秒とした。その後、塗膜が形成された試験片を乾燥器で乾燥させた。塗膜の厚さは50μmであった。

[0048] (耐熱性評価)

上記のとおり得られた塗膜付き試験片を300℃の乾燥炉に入れ、100時間経過後に取り出した。取り出した後の塗膜付き試験片外観を目視にて観察したところ、いずれの試験片の塗膜にも割れ、剥がれ等の不具合は認められなかった。

[0049] (絶縁破壊時間測定)

塗料番号5の塗料を用いて得られた塗膜付き試験片（長さ180mm×幅9mm×厚さ5mm、塗膜が形成された部分の長さ60mm）を2本準備した。各試験片を、塗膜が形成された部分同士が対向するように重ねて配置し、カプトンテープで固定した。そして、各試験片の塗膜が形成されていない端部に電源を接続してV-t試験（試験条件：クロック周波数1kHz、電圧±1500V、気圧1.0atm）を行ったところ、約71時間経過後にようやく塗膜が絶縁破壊した。これは、上記のとおり得られた塗膜が長期に亘り絶縁安定性に優れることを示すものである。

請求の範囲

- [請求項1] ポリイミド系樹脂並びに水及び有機溶媒を含む液状媒体を含む樹脂液と、シリカ粒子及び水を含み液性が酸性～弱アルカリ性であるシリカゾルと、を混合して絶縁電着塗料を調製する工程を備える、絶縁電着塗料の製造方法。
- [請求項2] 有機溶媒が、N-メチル-2-ピロリドン及び1-メトキシ-2-プロパノールを含む、請求項1に記載の製造方法。
- [請求項3] 前記絶縁電着塗料が、前記ポリイミド系樹脂100質量部に対し、前記シリカ粒子を0.01～22質量部含む、請求項1又は2に記載の製造方法。
- [請求項4] 前記シリカゾルが、NaOH及びNH₄OHの少なくともいずれかを含む、請求項1又は2に記載の製造方法。
- [請求項5] 前記シリカ粒子の平均粒子径が1～60nmである、請求項1又は2に記載の製造方法。
- [請求項6] 前記シリカゾルのpHが2.0～10.0である、請求項1又は2に記載の製造方法。
- [請求項7] 前記液状媒体が、前記有機溶媒を70～95質量%含む、請求項1又は2に記載の製造方法。
- [請求項8] ポリイミド系樹脂並びに水及び有機溶媒を含む液状媒体を含む樹脂液と、シリカ粒子及び水を含み液性が酸性～弱アルカリ性であるシリカゾルと、を混合してなる絶縁電着塗料。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/018863

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09D 179/08(2006.01)i; **C09D 5/25**(2006.01)i; **C09D 5/44**(2006.01)i; **C09D 7/20**(2018.01)i; **C09D 7/61**(2018.01)i
FI: C09D179/08 A; C09D5/25; C09D7/61; C09D7/20; C09D5/44

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09D; H01B3/00; H01B7/00; H01B17/00; H01B19/00; C25D9/00; C25D13/00; C25D15/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2024
Registered utility model specifications of Japan 1996-2024
Published registered utility model applications of Japan 1994-2024

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2016-15295 A (MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION) 28 January 2016 (2016-01-28) claims 1-9, paragraphs [0017], [0023], examples 24-30, 36-40	1-8
Y	JP 2004-515558 A (LAPOINT, David A.) 27 May 2004 (2004-05-27) paragraph [0028]	1-8
Y	JP 2008-137876 A (CATALYSTS & CHEM IND CO., LTD.) 19 June 2008 (2008-06-19) claims 1-5	1-8
P, X	JP 2023-168150 A (LIGNOMATERIA CO., LTD.) 24 November 2023 (2023-11-24) claims 1-4, paragraph [0014], examples 9-10	1, 3-6, 8
A	WO 2017/006999 A1 (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 12 January 2017 (2017-01-12) comparative examples	1-8



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
“D” document cited by the applicant in the international application
“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date
“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

08 July 2024

Date of mailing of the international search report

20 August 2024

Name and mailing address of the ISA/JP

Japan Patent Office (ISA/JP)
3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915
Japan

Authorized officer

Telephone No.

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2017/007000 A1 (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 12 January 2017 (2017-01-12) comparative examples	1-8
A	WO 2020/059689 A1 (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) 26 March 2020 (2020-03-26) entire text	1-8
A	JP 2022-164467 A (HIDE TECH LLC) 27 October 2022 (2022-10-27) entire text	1-8

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2024/018863

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP	2016-15295	A	28 January 2016	(Family: none)	
JP	2004-515558	A	27 May 2004	US 6696143 B1	
				p. 3, right column, lines 61-65	
				WO 2000/058024 A1	
				EP 1200201 A1	
				CN 1359315 A	
				KR 10-0848656 B1	
JP	2008-137876	A	19 June 2008	(Family: none)	
JP	2023-168150	A	24 November 2023	(Family: none)	
WO	2017/006999	A1	12 January 2017	US 2018/0204648 A1	
				comparative examples	
				EP 3321940 A1	
				CN 107710338 A	
				KR 10-2018-0028454 A	
WO	2017/007000	A1	12 January 2017	US 2018/0201804 A1	
				comparative examples	
				EP 3321941 A1	
				CN 107710339 A	
				KR 10-2018-0028453 A	
WO	2020/059689	A1	26 March 2020	US 2021/0284849 A1	
				entire text	
				EP 3854858 A1	
				CN 112639039 A	
				KR 10-2021-0065936 A	
JP	2022-164467	A	27 October 2022	(Family: none)	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

C09D 179/08(2006.01)i; C09D 5/25(2006.01)i; C09D 5/44(2006.01)i; C09D 7/20(2018.01)i;
C09D 7/61(2018.01)i
FI: C09D179/08 A; C09D5/25; C09D7/61; C09D7/20; C09D5/44

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

C09D; H01B3/00; H01B7/00; H01B17/00; H01B19/00; C25D9/00; C25D13/00; C25D15/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2024年
日本国実用新案登録公報 1996-2024年
日本国登録実用新案公報 1994-2024年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2016-15295 A（三菱マテリアル株式会社） 28.01.2016（2016 - 01 - 28） 請求項1-9, [0017], [0023], 実施例24-30, 36-40	1-8
Y	JP 2004-515558 A（ラポイント, デイビッド エー.） 27.05.2004（2004 - 05 - 27） [0028]	1-8
Y	JP 2008-137876 A（触媒化成工業株式会社） 19.06.2008（2008 - 06 - 19） 請求項1-5	1-8
P, X	JP 2023-168150 A（株式会社リグノマテリア） 24.11.2023（2023 - 11 - 24） 請求項1-4, [0014], 実施例9-10	1,3-6,8
A	WO 2017/006999 A1（住友精化株式会社） 12.01.2017（2017 - 01 - 12） 比較例	1-8
A	WO 2017/007000 A1（住友精化株式会社） 12.01.2017（2017 - 01 - 12） 比較例	1-8

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☒ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー
“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
“D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献
“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献

“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
“&” 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日
08.07.2024

国際調査報告の発送日
20.08.2024

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

権限のある職員（特許庁審査官）

井上 莉子 4Z 1971

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	WO 2020/059689 A1 (住友精化株式会社) 26.03.2020 (2020 - 03 - 26) 全文	1-8
A	JP 2022-164467 A (合同会社H i d e T e c h n o l o g y) 27.10.2022 (2022 - 10 - 27) 全文	1-8

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2024/018863

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP	2016-15295	A	28.01.2016	(ファミリーなし)	
JP	2004-515558	A	27.05.2004	US 6696143	B1
				第3頁右欄61-65行目	
				WO 2000/058024	A1
				EP 1200201	A1
				CN 1359315	A
				KR 10-0848656	B1
JP	2008-137876	A	19.06.2008	(ファミリーなし)	
JP	2023-168150	A	24.11.2023	(ファミリーなし)	
WO	2017/006999	A1	12.01.2017	US 2018/0204648	A1
				比較例	
				EP 3321940	A1
				CN 107710338	A
				KR 10-2018-0028454	A
WO	2017/007000	A1	12.01.2017	US 2018/0201804	A1
				比較例	
				EP 3321941	A1
				CN 107710339	A
				KR 10-2018-0028453	A
WO	2020/059689	A1	26.03.2020	US 2021/0284849	A1
				全文	
				EP 3854858	A1
				CN 112639039	A
				KR 10-2021-0065936	A
JP	2022-164467	A	27.10.2022	(ファミリーなし)	