

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3951277号

(P3951277)

(45) 発行日 平成19年8月1日(2007.8.1)

(24) 登録日 平成19年5月11日(2007.5.11)

(51) Int. Cl.

F I

C O 8 J 3/12 (2006.01)

C O 8 J 3/12 C E W A

C O 8 F 214/26 (2006.01)

C O 8 F 214/26

C O 8 F 210/02 (2006.01)

C O 8 F 210/02

C O 9 D 5/03 (2006.01)

C O 9 D 5/03

C O 9 D 127/18 (2006.01)

C O 9 D 127/18

請求項の数 3 (全 9 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平10-72670
 (22) 出願日 平成10年3月20日(1998.3.20)
 (65) 公開番号 特開平11-269274
 (43) 公開日 平成11年10月5日(1999.10.5)
 審査請求日 平成16年9月24日(2004.9.24)

(73) 特許権者 000000044
 旭硝子株式会社
 東京都千代田区有楽町一丁目12番1号
 (74) 代理人 100085947
 弁理士 小池 信夫
 (72) 発明者 小野 光史
 神奈川県川崎市幸区塚越3丁目474番地
 2 旭硝子株式会社内
 (72) 発明者 高倉 輝夫
 神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番
 地 旭硝子株式会社内

審査官 芦原 ゆりか

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 エチレン／テトラフルオロエチレン系共重合体粉末及びその成形方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

エチレン、テトラフルオロエチレン及びこれらと共重合可能な含フッ素ビニルモノマーのエチレン／テトラフルオロエチレン系共重合体であって、当該共重合体の粘弾性特性は式(1)で表されるものであり、式(1)における粘性項が $1 \times 10^4 \text{ Pa} \cdot \text{sec}$ 以下であり、かつ式(1)における \sum_i の和として式(2)で表される遅延弾性項が $5 \times 10^{-4} \text{ Pa}^{-1}$ 以下であり、当該含フッ素ビニルモノマーが、ポリ(又はモノ)フルオロエチレン類、ポリ(又はモノ)フルオロプロピレン類、(ポリ(又はモノ)フルオロアルキル)エチレン類、及びポリ(又はモノ)フルオロアルキル基の炭素数が2~10のポリ(又はモノ)フルオロアルキルフルオロエチレン類から選択されるものであり、かつ、当該エチレン／テトラフルオロエチレン系共重合体中の前記含フッ素ビニルモノマーに基づく重合単位の含有割合が、テトラフルオロエチレンに基づく重合単位及びエチレンに基づく重合単位の合計量100モルに対して、1~10モルの範囲である前記共重合体からなり、平均粒径が5~1000 μm 、見かけ比重が0.5 g/cc 以上である塗膜形成用エチレン／テトラフルオロエチレン系共重合体粉末。

【数 1】

$$J(t) = t/\psi + \sum_{i=1}^6 [\varepsilon_i (1 - \exp(-t/\tau_i))] \quad (1)$$

$$\varepsilon = \sum_{i=1}^6 \varepsilon_i \quad (2)$$

10

ただし、式(1)及び式(2)中、 $J(t)$ は一定応力下における単位応力当たりの歪み量、 ψ は粘性項、 t は時間、 τ_i は遅延弾性項、 i は1～6の整数、 ε_i は定数($\varepsilon_1 = 0.135 \text{ sec}$ 、 $\varepsilon_2 = 0.368 \text{ sec}$ 、 $\varepsilon_3 = 1.000 \text{ sec}$ 、 $\varepsilon_4 = 2.718 \text{ sec}$ 、 $\varepsilon_5 = 7.389 \text{ sec}$ 、 $\varepsilon_6 = 20.086 \text{ sec}$)である。

【請求項 2】

請求項1記載のエチレン/テトラフルオロエチレン系共重合体粉末を基体表面に付着、加熱溶融、冷却固化させて、塗膜を形成させることを特徴とするエチレン/テトラフルオロエチレン系共重合体粉末の成形方法。

20

【請求項 3】

基体表面が、あらかじめエチレン/テトラフルオロエチレン系共重合体層で被覆されている請求項2記載のエチレン/テトラフルオロエチレン系共重合体粉末の成形方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はエチレン/テトラフルオロエチレン系共重合体(以下、E T F Eともいう)粉末の成形方法に関し、詳しくは表面平滑性に優れた塗膜が得られるE T F E粉末の成形方法とそのためのE T F E粉末に関する。

【0002】

30

【従来の技術】

E T F Eは耐熱性、耐薬品性に優れることから、耐食ライニングや耐食容器等に好適な材料として広く使用されている。耐食ライニングの加工法には、E T F Eを粉末化して静電粉体塗装、流動浸漬塗装、回転成形等の公知の方法に供し、種々の基体に被覆成形させる方法がある。また、耐食容器の加工法には、E T F Eを粉末化して金型に供し、回転成形等の成形法により任意の形状のボトル成形品を得る方法がある。

しかし、粉末成形においては樹脂の溶融、固化の際に外的なせん断応力が加わらないために、塗膜表面の平滑性を高めることが困難である場合がある。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

40

本発明は、得られる塗膜の表面平滑性が著しく改善される新規なE T F E粉末の成形方法の提供を目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明は、エチレン、テトラフルオロエチレン及びこれらと共重合可能な含フッ素ビニルモノマーのエチレン/テトラフルオロエチレン系共重合体であって、当該共重合体の粘弾性特性は式(1)で表されるものであり、式(1)における粘性項が $1 \times 10^4 \text{ Pa} \cdot \text{sec}$ 以下であり、かつ式(1)における τ_i の和として式(2)で表される遅延弾性項が $5 \times 10^{-4} \text{ Pa}^{-1}$ 以下であり、当該含フッ素ビニルモノマーが、ポリ(又はモノ)フルオロエチレン類、ポリ(又はモノ)フルオロプロピレン類、(ポリ(又はモノ)フ

50

ルオロアルキル)エチレン類、及びポリ(又はモノ)フルオロアルキル基の炭素数が2~10のポリ(又はモノ)フルオロアルキルフルオロエチレン類から選択されるものであり

かつ、当該エチレン/テトラフルオロエチレン系共重合体中の前記含フッ素ビニルモノマーに基づく重合単位の含有割合が、テトラフルオロエチレンに基づく重合単位及びエチレンに基づく重合単位の合計量100モルに対して、1~10モルの範囲である前記共重合体からなり、平均粒径が5~1000 μ m、見かけ比重が0.5g/cc以上である塗膜形成用エチレン/テトラフルオロエチレン系共重合体粉末を提供する。

【0005】

【数2】

$$J(t) = t / \sum_{i=1}^6 \left[\tau_i (1 - \exp(-t / \tau_i)) \right] \quad (1)$$

$$\tau_i = \frac{1}{\sum_{i=1}^6 \tau_i} \quad (2)$$

【0006】

ただし、式(1)及び式(2)中、 $J(t)$ は一定応力下における単位応力当たりの歪み量、 τ_i は粘性項、 t は時間、 τ_i は遅延弾性項、 i は1~6の整数、 τ_i は定数($\tau_1 = 0.135$ sec、 $\tau_2 = 0.368$ sec、 $\tau_3 = 1.000$ sec、 $\tau_4 = 2.718$ sec、 $\tau_5 = 7.389$ sec、 $\tau_6 = 20.086$ sec)である。

【0007】

また、上記のエチレン/テトラフルオロエチレン系共重合体粉末を基体表面に付着、加熱溶解、冷却固化させて、塗膜を形成させることを特徴とするエチレン/テトラフルオロエチレン系共重合体粉末の成形方法を提供する。

【0008】

【発明の実施の形態】

本発明に使用するETFEは、テトラフルオロエチレン(以下、TFEという)とエチレン及びこれらと共重合可能な含フッ素ビニルモノマーを共重合して得られるものであり、TFEに基づく重合単位/エチレンに基づく重合単位の含有モル比が90~50/10~50であることが望ましい。TFEに基づく重合単位/エチレンに基づく重合単位の含有モル比が50/50より低いと分解温度が低下して成形性が損なわれる傾向がある。一方、この含有モル比が90/10より高いとETFE中に副生したポリテトラフルオロエチレンが存在し、成形した塗膜にフィッシュアイを形成しやすく、また、本発明の意図する高い表面平滑性を損ないやすい。

【0009】

本発明で用いられる含フッ素ビニルモノマーは、TFE及びエチレンと共重合可能な含フッ素ビニルモノマーであり、以下のものなどが例示される。含フッ素ビニルモノマーは、1種単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

【0010】

$CF_2 = CFC1$ 、 $CF_2 = CH_2$ などのポリ(又はモノ)フルオロエチレン類。
 $CF_2 = CFCF_3$ 、 $CF_2 = CHCF_3$ などのポリ(又はモノ)フルオロプロピレン類。
 $CH_2 = CH(CF_2)_2F$ 、 $CH_2 = CH(CF_2)_4F$ などの(ポリ(又はモノ)フルオロアルキル)エチレン類。
 $CH_2 = CF(CF_2)_4F$ 、 $CH_2 = CF(CF_2)_3H$ などのポリ(又はモノ)フルオロアルキル基の炭素数が2~10のポリ(又はモノ)フルオロアルキルフルオロエチレン類。
 $CF_2 = CFO(CF_2CFXO)_mRf$ (式中Rfは炭素数1~6のパーフルオロアル

10

20

30

40

50

キル基、Xはフッ素原子又はトリフルオロメチル基、mは0～5の整数を示す。)などのパーフルオロビニルエーテル類。

$CF_2 = CFO(CF_2)_3COOCH_3$ や $CF_2 = CFOCF_2CF(CF_3)OCF_2CF_2SO_2F$ などの容易にカルボン酸基やスルホン酸基に変換しうる基を有するビニルエーテル類。

【0011】

含フッ素ビニルモノマーに基づく重合単位の含有割合は、TFEに基づく重合単位及びエチレンに基づく重合単位の合計量100モルに対し、通常1～10モルであり、好ましくは2～7モルである。

【0012】

本発明におけるETF Eは、前記式(1)及び前記式(2)で定義される粘性項が $1 \times 10^4 Pa \cdot sec$ 以下、遅延弾性項が $5 \times 10^{-4} Pa^{-1}$ 以下であることが重要である。

10

【0013】

上記式は、重合体を融点以上に加熱した熔融状態で微小な応力をかけたときの歪みと時間の関係を示すものである。熔融液がニュートン流体の場合には時間とともに直線的に歪みが増大する。すなわち、式(2)中の $\tau = 0$ の流体と考えられる。これに対し、ETF Eは直鎖状分子の集合体であり、熔融液は分子が絡み合うことにより理想的なニュートン流体挙動をとらず、微小な応力に対して粘性的な挙動と弾性的な挙動を同時に示し、歪み-時間曲線は非直線的となる。すなわち、式(2)中の $\tau > 0$ の流体と考えられる。かかるETF Eを熔融し、静的な状態で放置した場合に、熔融液自身の自重と分子相互の自由な移動により熔融液表面が平滑な面になる一方で、直鎖状分子が絡み合うために弾性的な挙動を示し、表面が完全に平滑になることを妨げる。

20

【0014】

本発明におけるETF Eは、粘性項が $1 \times 10^4 Pa \cdot sec$ 以下であり、好ましくは $500 \sim 7000 Pa \cdot sec$ である。粘性項を $1 \times 10^4 Pa \cdot sec$ 以下にすることにより、分子相互の自由な移動を促すことができる。粘性項が $1 \times 10^4 Pa \cdot sec$ より大きいと、分子の自由な運動が抑制され、平滑な面を得るためには大きな応力と時間を要し、平滑な面を得ることが困難となる。

【0015】

また、本発明に使用するETF Eは、遅延弾性項が $5 \times 10^{-4} Pa^{-1}$ 以下であり、好ましくは $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-4} Pa^{-1}$ である。遅延弾性項を $5 \times 10^{-4} Pa^{-1}$ 以下にすることにより弾性的な抵抗を小さくできる。遅延弾性項が $5 \times 10^{-4} Pa^{-1}$ より大きいと分子相互のからみ効果が大きく、より弾性的な挙動を示し、平滑な面を得ることが困難となる。

30

【0016】

粘性項が $1 \times 10^4 Pa \cdot sec$ 以下のETF Eは、分子量を制御することにより得られる。分子量が大きすぎるとETF E分子相互のすべりが抑制されるため、粘度が大きくなり、粘性項の値を満足しない。ETF Eの分子量の制御は、具体的には、重合における温度、圧力、連鎖移動剤の添加などにより達成されうる。なお、ETF Eの分子量の指標としてメルトインデックス(MI)が用いられている。

40

【0017】

また、遅延弾性項が $5 \times 10^{-4} Pa^{-1}$ 以下のETF Eは、ETF E中の含フッ素ビニルモノマーに基づく重合単位の含有割合が、TFEに基づく重合単位及びエチレンに基づく重合単位の合計量100モルに対して、通常1～10モルの範囲とすることにより得られる。

【0018】

また、遅延弾性項が $5 \times 10^{-4} Pa^{-1}$ 以下のETF Eは、含フッ素ビニルモノマーを重合初期に一括して仕込んで重合することにより得られる。この理由は明らかでないが、側鎖を有する含フッ素ビニルモノマーに基づく重合単位の数が多いほど、また、ETF E中

50

におけるその分布が均一であるほど、E T F E分子同士のからみ効果が増大するため、遅延弾性項が大きくなると推測される。

【0019】

したがって、含フッ素ビニルモノマーを重合初期に一括して仕込んで重合することにより、重合初期に生成するE T F E中の含フッ素ビニルモノマーに基づく重合単位の割合が大きく、重合終期に近づくほど、含フッ素ビニルモノマーに基づく重合単位の割合の小さいE T F Eが生成するものと考えられる。このような含フッ素ビニルモノマーの重合単位の分布を不均一にすることにより、好適な遅延弾性項を有するE T F Eが得られる。

【0020】

本発明のE T F E粉末は、平均粒径が5 ~ 1000 μm 、好ましくは10 ~ 700 μm であり、見かけ比重が0.5 g/cc以上、好ましくは0.6 ~ 1.0 g/ccの粉末である。

10

平均粒径が5 μm より小さいと、粉末粒子の静電気的作用により、空気を内包した凝集物を形成しやすくなる。これを熔融、固化すると空気を巻き込んだ塗膜になり、外観ならびに本発明の目的である表面平滑性を損なう。平均粒径が1000 μm より大きいと、熔融、固化したときにブツの原因となりうるため、本発明の目的である表面平滑性を損なう。また、見かけ比重が0.5 g/ccより小さいと、粉末粒子間に内在する空気が多いため、熔融、固化すると空気を巻き込んだ塗膜になり、外観ならびに本発明の目的である表面平滑性を損なう。

【0021】

20

E T F Eの粉末化方法としては、公知の種々の粉末化方法を採用できる。例えば、E T F Eをピンミル、インペラーミル等の機械式粉碎機に供して衝撃、せん断力等の作用により粉末化する方法、E T F Eを溶媒に分散させた液を融点以上の雰囲気中に噴霧して粉末化する方法、E T F Eをヘンシェルミキサ、ハイスピードミキサ、メカノフュージョン等の造粒機に供して造粒することにより粉末化する方法等が挙げられる。

【0022】

本発明のE T F E粉末は、低いせん断応力下における熔融流れ性が高い特徴を有し、粉末成形のような静的な条件で熔融固化したときでもきわめて高い表面平滑性を実現する。

【0023】

本発明のE T F E粉末の成形方法においては、E T F E粉末を基体表面に付着、加熱熔融、冷却固化させて、塗膜を形成させる。

30

E T F E粉末を基体表面に付着させる具体的な方法としては、静電粉体塗装機により粉末を静電的な作用により基体表面に付着させる方法、流動浸漬槽に粉末を供して、加熱した基体表面に粉末を熔融付着させる方法、中空の基体に粉末を投入し、これを回転成形機に供して回転させることにより基体表面に粉末を付着させる方法などが例示される。

【0024】

基体表面へ付着されたE T F E粉末の加熱熔融は、公知の種々の加熱手段により行いうる。例えば、電気炉の中での加熱、ガスバーナ炉の中での加熱、直火での加熱、連続式の電気炉などが挙げられる。加熱熔融温度は、E T F E粉末が熔融できる温度であればよく、通常250 ~ 350 にすればよい。

40

また、加熱熔融されたE T F E粉末は、冷却固化されるが、冷却固化は加熱熔融されたE T F E粉末が固化できる温度であればよく、通常は融点以下、具体的には室温 ~ 200程度で行われる。

【0025】

E T F E粉末により形成された塗膜の膜厚は、通常30 μm 以上であればよく、好ましくは50 ~ 5000 μm である。

本発明により形成される塗膜は、単一層でもよく、多層でもよい。

【0026】

塗膜を多層にする方法は、例えば、基体表面に、あらかじめ本発明に使用するE T F E粉末により形成された塗膜層又は他のE T F Eにより形成された層の1層以上、又は、両者

50

の層の各々1種以上の複合多層で被覆しておき、その上に本発明のE T F E粉末を基体表面に付着、加熱溶融、冷却固化させて、塗膜を形成させる方法が挙げられる。E T F E粉末は他のE T F Eとも溶融状態で良好な相溶性を有しており、剥れにくい多層塗膜を形成できる。

【0027】

他のE T F E層は、他のE T F Eの粉末を基体表面に付着、加熱溶融、冷却固化させて、形成した塗膜であってもよく、他のE T F Eを含む塗料により基体表面に形成した塗膜であってもよく、さらに他のE T F Eのシートやフィルム等の成形物を基体表面に積層したものであってもよい。

【0028】

他のE T F Eは、本発明で用いるE T F E以外のE T F Eであり、具体的には、エチレンとT F Eとの共重合体、エチレンとT F E及びこれらと共重合可能な含フッ素ビニルモノマーとの共重合体であって、式(1)における粘性項が $1 \times 10^4 \text{ Pa} \cdot \text{sec}$ を超えるもの、式(2)の遅延弾性項が $5 \times 10^{-4} \text{ Pa}^{-1}$ を超えるもの、平均粒径が $5 \mu\text{m}$ 未満又は $1000 \mu\text{m}$ 超のもの、又は、見かけ比重が 0.5 g/cc 未満のもの等が挙げられる。共重合可能な含フッ素ビニルモノマーは、前記したものと同様なものが挙げられる。

【0029】

本発明により形成される塗膜は、表面粗さ R_a で測定される表面平滑度を $0.1 \mu\text{m}$ 以下にすることができる。

本発明に使用できる基体は、特に制限なく、例えば、金属、コンクリート、セラミックなどの無機材料、耐熱性プラスチックなどの有機材料などの種々の材質が挙げられる。

【0030】

【実施例】

以下に、実施例(例1~4)及び比較例(例5、6)を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらによって限定されない。なお、以下の例中において、E T F E、その粉末及び塗膜の物性、特性は次の方法によって測定した。

【0031】

(1) 溶融粘弾性：回転式レオメータ(B O H L I N社製、C S レオメータ)を用い、プレート径 25 mm 、プレート間隙 1 mm の当該プレート間にE T F E試料を挟み、温度 300 にて溶融させ、荷重 500 Pa にて歪み(式(1)中の $J(t)$)を測定し、式(1)のカーブフィッティングにより粘性項($\text{Ps} \cdot \text{sec}$)及び遅延弾性項(Pa^{-1})を求めた。

(2) メルトインデックス(MI)：メルトインデクサ(宝工業社製)を用い、A S T M D 3 1 5 9に従い、 297 、 5 kg 荷重にて測定した。

(3) 平均粒径：レーザー回折式の粒度分布測定器(シンパテック社製、H E L O S & R O D O S)により、乾式法にて測定した。

(4) 見かけ比重：J I S K 6 8 9 1に従い測定した。

(5) 膜厚：磁性体の基体は電磁式膜厚計を用い、非磁性体の基体は渦電流式膜厚計を用いて測定した。

(6) 表面粗さ：接触式表面粗さ計にて測定した。

【0032】

[例1]

内容積 10 リットルのステンレス製オートクレーブを真空にし、水 3360 g 、 $\text{C}_6\text{F}_{13}\text{H}$ の 5056 g 、連鎖移動剤 CClF_2 、 CF_2 、 CHClF (以下、 HCFCl_2 とbとする。) 543 g 、(パーフルオロブチル)エチレン(以下、 PFBE という) 80 g 、 T F E 743 g 、エチレン 26 g を仕込み、 400 rpm で攪拌し、 65 に昇温した。重合開始剤(tert-ブチルパーオキシソブチレート)の 50 重量% HCFCl_2 225 c b 溶液)を 50 cc 添加して重合を開始させた。圧力を 14.1 kg/cm^2 G に一定となるように T F E / エチレンの混合ガス($60/40$ (モル比))を添加した。8時間後

10

20

30

40

50

に冷却、未反応モノマーをパージ、溶媒を蒸発させて、白色E T F E 8 1 7 gを得た。

【0033】

該E T F Eは、M Iが21.9、粘性項が4285 Pa・sec、遅延弾性項が $8.38 \times 10^{-5} \text{ Pa}^{-1}$ であった。また、NMRにて分析した結果、該E T F EのT F Eに基づく重合単位/エチレンに基づく重合単位/P F B Eに基づく重合単位は、68/32/3.3(モル比)であった。

【0034】

さらに、該E T F EをインパクトミルL S - 1(ダルトン社製)にて粉碎し、平均粒径 $35 \mu\text{m}$ 、見かけ比重 0.61 g/cc の粉末を得た。

このE T F E粉末を静電塗装機(小野田製G X 3 3 0 0 S)に供し、 $150 \times 150 \times 2 \text{ mm t}$ のアルミニウム板に塗装し、電気炉にて280で20分間加熱し、熔融させた。その後、室温に冷却し固化させた。得られた塗膜の膜厚は、約 $63 \mu\text{m}$ であった。また、塗膜の表面粗さ R_a は $0.054 \mu\text{m}$ であった。

【0035】

[例2]

例1において、初期仕込みのH C F C 2 2 5 c bを435gとした以外は同様の操作を繰り返し、白色E T F E 9 2 0 gを得た。該E T F Eは、M Iが13.7、粘性項が6464 Pa・sec、遅延弾性項が $9.82 \times 10^{-5} \text{ Pa}^{-1}$ であった。また、NMRにて分析した結果、該E T F EのT F Eに基づく重合単位/エチレンに基づく重合単位/P F B Eに基づく重合単位は71/29/2.8(モル比)であった。

【0036】

さらに、該E T F EをインパクトミルL S - 1(ダルトン社製)にて粉碎し、平均粒径 $168 \mu\text{m}$ 、見かけ比重 0.73 g/cc の粉末を得た。

この粉末を供した流動浸漬槽(サメス社製)に、あらかじめ350に加熱した $50 \times 100 \times 3 \text{ mm t}$ の鋼材S S 4 0 0の平板を浸漬した後、その平板をさらに電気炉にて300で20分間加熱した。塗膜の膜厚は約 $513 \mu\text{m}$ であった。塗膜の表面粗さ R_a は $0.084 \mu\text{m}$ であった。

【0037】

[例3]

例1において、初期仕込みのH C F C 2 2 5 c bを712gとした以外は同様の操作を繰り返し、7時間で白色E T F E 8 2 0 gを得た。該E T F Eは、M Iが34.5、粘性項が2797 Pa・sec、遅延弾性項が $5.35 \times 10^{-5} \text{ Pa}^{-1}$ であった。また、NMRにて分析した結果、該E T F EのT F Eに基づく重合単位/エチレンに基づく重合単位/P F B Eに基づく重合単位は64/36/3.8(モル比)であった。

【0038】

さらに、該E T F EをパワーミルP - 3型(ダルトン社製)にて粉碎し、平均粒径 $543 \mu\text{m}$ 、見かけ比重 0.81 g/cc の粉末を得た。

この粉末を50A、長さ100mmのフランジ付き炭素鋼管のS G P配管に投入し、両フランジを専用カバーで密閉した。これを回転成形機に設置し、2軸で回転させながら300で1.5時間加熱し、熔融させた。次いで、室温に冷却し固化させた後、成形機より配管を取り外した。配管内面には該E T F Eがライニングされ、塗膜の厚さは約 2.1 mm であった。塗膜の表面粗さ R_a は $0.067 \mu\text{m}$ であった。

【0039】

[例4]

例3で得られたE T F E粉末を、あらかじめ表面がE T F E(アフロンC O P・Z L 5 2 2、旭硝子製)でライニングされ、塗膜の厚さは約 2.1 mm 、塗膜の表面粗さ R_a は $0.764 \mu\text{m}$ である50A、長さ100mmのフランジ付き炭素鋼管のS G P配管に投入し、両フランジを専用カバーで密閉した。これを回転成形機に設置し、2軸で回転させながら300で1.5時間加熱し、熔融させた。次いで、室温に冷却し固化させた後、成形機より配管を取り外した。配管内面には該E T F Eがライニングされ、塗膜の厚さは約

3.8 mmであった。塗膜の表面粗さ R_a は0.035 μm であった。

【0040】

[例5]

例1において、PFBEを初期に一括して仕込まず、PFBEの初期仕込みを53 gとし、その後TFE/エチレン/PFBEの混合ガス(60/40/3(モル比))を添加した以外は同様の操作を繰り返し、白色ETFE796 gを得た。該ETFEは、MIが19.8、粘性項が6851 Pa·sec、遅延弾性項が $6.32 \times 10^{-4} \text{ Pa}^{-1}$ であった。また、NMRにて分析した結果、該ETFEのTFEに基づく重合単位/エチレンに基づく重合単位/PFBEに基づく重合単位は64/36/3.9(モル比)であった。

10

【0041】

さらに、該ETFEをインパクトミルLS-1(ダルトン社製)にて粉碎し、平均粒径28 μm 、見かけ比重0.57 g/ccの粉末を得た。この粉末を静電塗装機(小野田製GX3300S)に供し、150×150×2 mm tのアルミ板に塗装し、電気炉にて280 で20分間加熱し、熔融させた。次いで、室温に冷却し固化させた。塗膜の膜厚は約51 μm であった。表面粗さ R_a は0.194 μm であった。

【0042】

[例6]

例1において、初期仕込みのHCFC225cbを200 gとした以外は同様の操作を繰り返して、8時間で白色ETFE820 gを得た。該ETFEは、MIが6.74、粘性項が11096 Pa·sec、遅延弾性項が $1.41 \times 10^{-5} \text{ Pa}^{-1}$ であった。また、NMRにて分析した結果、該ETFEのTFEに基づく重合単位/エチレンに基づく重合単位/PFBEに基づく重合単位は67/33/2.5(モル比)であった。

20

【0043】

さらに、該ETFEをパワーミルP-3型(ダルトン社製)にて粉碎し、平均粒径643 μm 、見かけ比重0.82 g/ccの粉末を得た。この粉末を50 A、長さ100 mmのフランジ付きSGP配管に投入し、両フランジを専用力カバーで密閉した。これを回転成形機に設置し、2軸で回転させながら300 で1.5時間加熱し、熔融させた。次いで、室温に冷却し固化させた後、成形機より配管を取り外した。配管内面には該ETFEがライニングされ、塗膜の厚さは約2.6 mmであった。表面粗さ R_a は0.678 μm であった。

30

【0044】

【発明の効果】

本発明のETFE粉末の成形方法によれば、得られる塗膜の表面平滑性を大きく改善できる。

フロントページの続き

(51) Int.Cl. F I
B 0 5 D 7/24 (2006.01) B 0 5 D 7/24 3 0 2 L

(56) 参考文献 特開平 0 1 - 1 3 9 6 5 7 (J P , A)
米国特許第 0 4 1 2 3 6 0 2 (U S , A)
米国特許第 0 3 6 2 4 2 5 0 (U S , A)

(58) 調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
C08J 3/12-16
C08F 214/18-28
C09D 5/03, 127/12-20