

【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22年7月8日 (2010.7.8)

【公表番号】特表2009-538968(P2009-538968A)

【公表日】平成21年11月12日 (2009.11.12)

【年通号数】公開・登録公報2009-045

【出願番号】特願2009-513209(P2009-513209)

【国際特許分類】

C 0 8 L 27/12 (2006.01)

C 0 8 J 3/05 (2006.01)

C 0 8 L 33/02 (2006.01)

C 0 8 L 33/14 (2006.01)

C 0 8 K 3/24 (2006.01)

C 0 9 D 127/12 (2006.01)

C 0 9 D 133/00 (2006.01)

C 0 9 D 7/12 (2006.01)

C 0 9 D 5/02 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 L 27/12 Z N M

C 0 8 J 3/05 C E W

C 0 8 L 33/02

C 0 8 L 33/14

C 0 8 K 3/24

C 0 9 D 127/12

C 0 9 D 133/00

C 0 9 D 7/12

C 0 9 D 5/02

【手続補正書】

【提出日】平成22年5月21日 (2010.5.21)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0092

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0092】

実施例 8

本実施例は、例えば、化学品処理タンクの内側に塗布されるなどの工業用塗料としてフルオロポリマーを塗布するための本発明に従ったコーティング法を例示する。

実施例 6 で製造したような分散液を、炭素鋼の基材を被覆するためにさらに使用する。炭素鋼の基材を、粗いグリット (10 ~ 20 メッシュ) および 90 ~ 100 p s i (0 . 62 ~ 0 . 69 M P a) の空気圧を用いて約 75 ~ 約 125 マイクロメートルの表面粗さ R a を達成するために酸化アルミニウムでグリットブラストすることによって粗化する。実施例 6 の分散液を、オスダルに付与された米国特許第 2 , 5 6 2 , 1 1 8 号明細書に説明されているようにコーティング組成物へ調合し、プライマーとして準備完了基材に塗布する。コーティング組成物を、クロム酸およびリン酸を含有する 35 部の酸促進剤システムとブレンドされた、約 1 質量 % のラウリル硫酸ナトリウムを含有する 100 部の P T F E 分散液から形成する。プライマーを約 12 ~ 25 マイクロメートルのフィルム厚さに通常の方法によって湿式塗布する。

## 【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0093

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0093】

PFA粉末(タイプ350、デュボン・カンパニーによって製造される製品コード532-5450)の第1層を、ITWジェマ・カンパニー(ITW GEMA Company)によって供給される粉末スプレーガンを用いて湿ったプライマーに静電的に塗布する。ガン設定値は15kV、3.0搬送空気、10投与空気および6バール圧力である。第1コーティング層を、湿ったプライマー上へ塗布し、熱電対を被覆基材に取り付ける。被覆基材を加熱し、加熱しながら、基材の温度を熱電対で測定し、被覆基材を725°F~750°F(385~399)で10分間ベーキングする。基材をオープンから取り出し、第2およびそれに続く層を塗布する。各層を、被覆当たり約80~約120マイクロンDFTで塗布し、再被覆した基材を次に700°F~725°F(371~385)で10分間ベーキングする。ベーキング時間は、コーティングの完全な溶融および融合を確実にすることが望ましい場合には延長することができる。625マイクロメートルの範囲のDFTに達するまで基材をPFA粉末組成物で繰り返し被覆する。

## 【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0094

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0094】

以上、本発明を要約すると下記のとおりである。

1. 約10~約400nmの平均粒径を有するフルオロポリマー粒子を含む水性フルオロポリマー分散液であって、約35~約70質量%の固形分含有率を有し、フルオロポリマー固形分の質量を基準として約0.03質量%~約10質量%のアニオン性高分子電解質分散剤を含み、非イオン界面活性剤を実質的に含まず、そして少なくとも約100秒のゲル化時間を有する分散液。
2. 20質量%またはそれ以上の酸含有率のアクリルポリマーをさらに含む上記1に記載の分散液。
3. フルオロポリマー粒子が約100~約350nmの平均粒径を有する上記1に記載の分散液。
4. 固形分含有率が約50~約70質量%である上記1に記載の分散液。
5. アニオン性高分子電解質分散剤が、フルオロポリマー固形分の質量を基準として約0.1質量%~約10質量%の量で存在する上記1に記載の分散液。
6. 20%またはそれ以上の酸含有率のアクリルポリマーが、分散液の水性部分の質量を基準として約0.01~約0.5質量%の量で存在する上記2に記載の分散液。
7. 20%またはそれ以上の酸含有率のアクリルポリマーが、分散液の水性部分の質量を基準として約0.02~約0.4質量%の量で存在する上記2に記載の分散液。
8. 分散液の質量を基準として約300ppm未満のフルオロ界面活性剤を含有する上記1に記載の分散液。
9. 分散液が分散液の質量を基準として約100ppm未満のフルオロ界面活性剤を含有する上記1に記載の分散液。
10. 分散液が分散液の質量を基準として約50ppm未満のフルオロ界面活性剤を含有する上記1に記載の分散液。
11. 少なくとも300秒のゲル化時間を有する上記1に記載の分散液。
12. 少なくとも500秒のゲル化時間を有する上記1に記載の分散液。
13. アニオン界面活性剤をさらに含む上記1に記載の分散液。

14. アニオン界面活性剤が、フルオロポリマー固形分の質量を基準として約0.05～約10質量%の量で存在する上記13に記載の分散液。

15. 少なくとも約9.0のpHを有する上記1に記載の分散液。

16. 少なくとも約9.5のpHを有する上記1に記載の分散液。

17. 約35mS/cmより大きい表面張力を有する上記1に記載の分散液。

18. アニオン性高分子電解質分散剤が、アニオン性基がポリマー鎖に沿って分布した、線状または分岐の構造を有するアニオン性ポリマーである上記1に記載の分散液。

19. アニオン性高分子電解質分散剤が約150より大きい当量を有する上記1に記載の分散液。

20. アニオン性高分子電解質分散剤の当量が約50,000未満である上記1に記載の分散液。

21. アニオン性高分子電解質分散剤の数平均分子量が少なくとも約500である上記1に記載の分散液。

22. アニオン性高分子電解質分散剤が分子当たり少なくとも2つのアニオン性官能基を含有する上記1に記載の分散液。

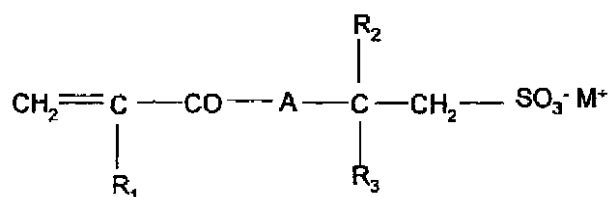
23. アニオン性高分子電解質分散剤がカルボキシレート、サルフェート、スルホネート、ホスフェート、およびホスホネートから選択されたアニオン性官能基を含有する上記1に記載の分散液。

24. アニオン性高分子電解質分散剤がフッ素原子を含有しない上記1に記載の分散液。

25. アニオン性高分子電解質分散剤が、アクリルモノマーまたはビニルモノマーから選択されたモノマーのアニオン性ホモポリマーもしくはコポリマーから選択される上記1に記載の分散液。

26. アクリルモノマーが(メタ)アクリルアミド、相当する塩の形態での(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリロニトリル、(メタ)アクリル酸の線状もしくは分岐のC<sub>1</sub>～C<sub>4</sub>ヒドロキシエステル、アルキルが線状もしくは分岐であることができる、C<sub>1</sub>～C<sub>12</sub>アルキル(メタ)アクリレート、次の一般式：

【化4】



(式中、R<sub>1</sub>はHまたはCH<sub>3</sub>であり、R<sub>2</sub>およびR<sub>3</sub>は、同一または異なっていて、Hまたは場合により分岐のC<sub>1</sub>～C<sub>8</sub>アルキルであり、Mはアルカリもしくはアルカリ土類金属またはアンモニウムであり、そしてAはNH、OまたはNCH<sub>3</sub>である)の化合物から選択される上記25に記載の分散液。

27. アニオン性高分子電解質分散剤がアクリル共重合体である上記25に記載の分散液。

28. アニオン性高分子電解質分散剤が、フルオロポリマー固形分の質量を基準として約0.5質量%～約5.5質量%の量で存在する上記27に記載の分散液。

29. アクリル共重合体分散剤が約2,000～約100,000の分子量を有する上記27に記載の分散液。

30. アクリル共重合体分散剤が疎水性である上記27に記載の分散液。

31. アクリル共重合体分散剤がメタクリル酸/ブチルメタクリレート共重合体を含む上記27に記載の分散液。

32. メタクリル酸/ブチルメタクリレート共重合体が約30～約50モル%のメタクリル酸単位と約50～約70モル%のブチルメタクリレート単位とを含む上記31に記載の分散液。

３３．ビニルモノマーがビニル芳香族モノマー、 $C_{1} \sim C_{12}$  アルキルビニルエーテル、および  $C_{1} \sim C_{18}$  脂肪族モノカルボン酸のビニルエステルから選択される上記２５に記載の分散液。

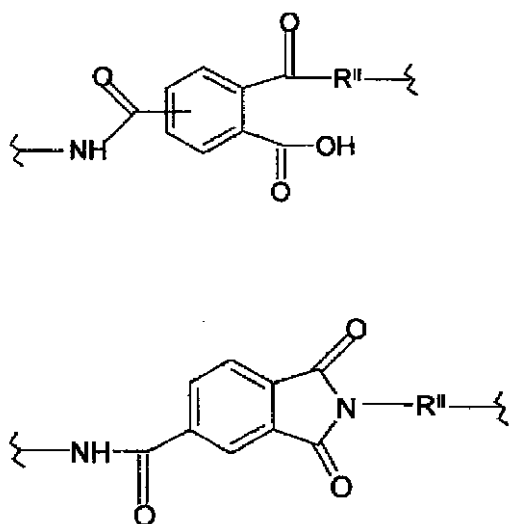
３４．ビニル芳香族モノマーがスチレン並びに芳香環の１つもしくはそれ以上の水素原子をヒドロキシルまたはメチルでおよび／またはビニルの１つもしくはそれ以上の水素原子をメチルで置換することによって得られるその誘導体から選択される上記３３に記載の分散液。

３５．アニオン性高分子電解質分散剤がポリアミド酸を含む上記１に記載の分散液。

３６．アニオン性高分子電解質分散剤が芳香族ポリアミド酸またはポリアミドアミド酸から選択されたポリアミド酸を含む上記３５に記載の分散液。

３７．ポリアミド酸が次の単位：

【化５】



（式中、 $R^{II}$  は二価アリーレン基である）

を含有する上記３５に記載の分散液。

３８．アニオン性高分子電解質分散剤が、アルキルが１～５個の炭素原子を含むカルボキシルアルキルセルロースを含む上記１に記載の分散液。

３９．約１０～約４００ｎｍの平均サイズを有するフルオロポリマー粒子と、約１５～約５５質量％の固形分含有率とを含むフルオロポリマー分散液をアニオン性高分子電解質分散剤で安定化させる工程、

該安定化フルオロ界面活性剤含有水性フルオロポリマー分散液をアニオン交換樹脂と接触させてフルオロ界面活性剤含有率を所定のレベルに下げる工程、

フルオロ界面活性剤含有率が低減フルオロ界面活性剤分散液を生成するために下げられた後に、該アニオン交換樹脂を該分散液から分離する工程、および

非イオン界面活性剤を実質的に含まない分散液を生成する方法を用いて該分散液を少なくとも約３５質量％に濃縮する工程

を含む、水性フルオロ界面活性剤含有フルオロポリマー分散液のフルオロ界面活性剤含有率を低減させ、そして該分散液を濃縮する方法。

４０．濃縮工程が、２０質量％またはそれ以上の酸含有率のアクリルポリマーを分散液の水性分を基準として約０．０１～約１質量％の量で低減フルオロ界面活性剤分散液に添加する工程、分散液をフルオロポリマー固形分が高い下相とフルオロポリマー固形分が低い上相とに分離させる条件に該分散液を供する工程、および該下相を濃縮低減フルオロ界面活性剤分散液として回収する工程とによって行われる上記３９に記載の方法。

４１．２０％またはそれ以上の酸含有率のアクリルポリマーの添加が行われるときに安定化フルオロポリマー分散液のｐＨが少なくとも約６である上記４０に記載の方法。

４２．２０％またはそれ以上の酸含有率のアクリルポリマーの添加が行われるときに安定

化フルオロポリマー分散液のpHが少なくとも約9である上記40に記載の方法。

43．20%またはそれ以上の酸含有率のアクリルポリマーの添加が行われるときに安定化フルオロポリマー分散液のpHが少なくとも約9.5である上記40に記載の方法。

44．濃縮工程がエレクトロデカンテーションによって行われる上記39に記載の方法。

45．回収された濃縮低減フルオロ界面活性剤分散液が約35～約70質量%の固形分含有率を有する上記39に記載の方法。

46．回収された濃縮低減フルオロ界面活性剤分散液が約300ppm未満のフルオロ界面活性剤を含む上記39に記載の方法。

47．フルオロポリマー粒子を含み、そして約35～約70質量%の固形分含有率を有する濃縮水性フルオロポリマー分散液であって、フルオロポリマー固形分の質量を基準として約0.03質量%～約10質量%のアニオン性高分子電解質分散剤を含み、そして該分散液の質量を基準として約300ppm未満のフルオロ界面活性剤を含有し、非イオン分散液を実質的に含まない該分散液を提供する工程、

該分散液を該基材に塗布する工程、および

分散液で被覆された該基材を加熱して該フルオロポリマー粒子を該基材上で融合させる工程

を含む、基材へのフルオロポリマーの塗布方法。

48．基材が金属である上記47に記載の方法。

49．水性分散液がクロム酸をさらに含む上記47に記載の方法。

50．基材がカテテル・ガイドワイヤである上記47に記載の方法。

51．クロム酸をさらに含む上記1に記載の分散液を含むコーティング組成物。

#### 【手続補正4】

【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】

約10～約400nmの平均粒径を有するフルオロポリマー粒子を含む水性フルオロポリマー分散液であって、約35～約70質量%の固形分含有率を有し、フルオロポリマー固形分の質量を基準として約0.03質量%～約10質量%のアニオン性高分子電解質分散剤を含み、非イオン界面活性剤を実質的に含まず、そして少なくとも約100秒のゲル化時間を有する分散液。

【請求項2】

20質量%またはそれ以上の酸含有率のアクリルポリマーをさらに含む請求項1に記載の分散液。

【請求項3】

アニオン性高分子電解質分散剤が、アニオン性基がポリマー鎖に沿って分布した、線状または分岐の構造を有するアニオン性ポリマーである請求項1に記載の分散液。

【請求項4】

アニオン性高分子電解質分散剤がカルボキシレート、サルフェート、スルホネート、ホスフェート、およびホスホネートから選択されたアニオン性官能基を含有する請求項1に記載の分散液。

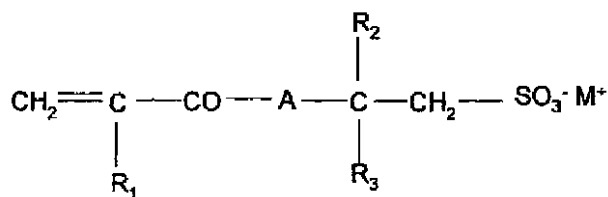
【請求項5】

アニオン性高分子電解質分散剤が、アクリルモノマーまたはビニルモノマーから選択されたモノマーのアニオン性ホモポリマーもしくはコポリマーから選択される請求項1に記載の分散液。

【請求項6】

アクリルモノマーが(メタ)アクリルアミド、相当する塩の形態での(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリロニトリル、(メタ)アクリル酸の線状もしくは分岐のC<sub>1</sub>～C<sub>4</sub>ヒ

【化 1】



**【請求項 7】**

【請求項 8】

非イオン界面活性剤を実質的に含まない分散液を生成する方法を用いて該分散液を少なくとも約 35 質量 % に濃縮する工程を含む、水性フルオロ界面活性剤含有フルオロポリマー分散液のフルオロ界面活性剤含有率を低減させ、そして該分散液を濃縮する方法。

**【請求項 9】**

を含む、基材へのフルオロポリマーの塗布方法。

【請求項 10】

クロム酸をさらに含む請求項 1 に記載の分散液を含むコーティング組成物。