

90年4月30日

修正頁

申請日期：88.7.23

案號：88112528

類別：C08J5/12

90.4.30 修正
年 月 日 補充

(以上各欄由本局填註)

公 告 本

發明專利說明書

475940

一、 發明名稱	中 文	四氟化聚乙烯層壓物以及其製造方法
	英 文	POLYTETRAFLUOROETHYLENE LAMINATED ARTICLE AND THE METHOD OF MANUFACTURING THE SAME
二、 發明人	姓 名 (中文)	1. 石割和夫 2. 內田達郎 3. 山田雅彥
	姓 名 (英文)	1. 2. 3.
	國 籍	1. 日本 2. 日本 3. 日本
	住、居所	1. 日本國大阪府攝津市西一津屋1番1號 2. 日本國大阪府攝津市西一津屋1番1號 3. 日本國大阪府攝津市西一津屋1番1號
三、 申請人	姓 名 (名稱) (中文)	1. 大金工業股份有限公司
	姓 名 (名稱) (英文)	1.
	國 籍	1. 日本
	住、居所 (事務所)	1. 日本國大阪府大阪市北區中崎西2丁目4番12號梅田中心
	代表人 姓 名 (中文)	1. 井上禮之
	代表人 姓 名 (英文)	1.



本案已向

國(地區)申請專利

日本 JP

申請日期

1998/08/18 10-231336

案號

主張優先權

有

另有修正頁
90年4月30日

有關微生物已寄存於

寄存日期

寄存號碼

無



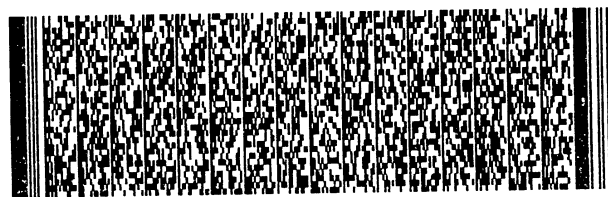
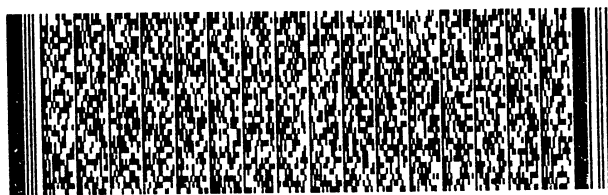
五、發明說明 (1)

本發明係有關於一種四氟化聚乙烯 (polytetrafluoroethylene) (PTFE) 層壓物，該層壓物之藥液透過性很小，亦即具有優良之低藥液透過性。上述層壓物在藥液貯藏用容器或槽 (tank)、管樁 (pipe) 之加襯 (lining) 用等所使用之背襯片 (backing sheet) 上非常有用。

【習知技術】

自半導體之製造開始後，作為原料、洗淨劑之各種藥液在各種化學工廠設備中被廣泛的使用。上述之藥液中反應性高者也同時具有腐蝕性，因而在此種藥液之貯藏或輸送用容器、配管中通常貼附有被稱為背襯片之層壓物。背襯片之藥液接觸面必須為耐藥品性強之材料，通常是使用耐藥品性優良之氟樹脂，特別是以PTFE製之背襯片。

習知所使用之典型的背襯片，為將玻璃纖維織布及碳纖維織布等耐熱性織布接著於PTFE片上而成，但是因為PTFE與其他材料接著困難，所以在耐熱性織布與PTFE片之間介設一具有熱熔融性的四氟化乙烯 - 對-氟 (烷基乙烯醚) (tetrafluoroethylene- p-fluoro (alkylvinyl ether)) 共聚合物 (PFA) 薄膜，並以PTFE熔點以上的溫度進行加熱熔融粘著。在該加熱熔融粘著之時，PTFE不可避免地也會熔融，結果造成了結晶性降低，亦即比重整個降低下來。另一方面，PTFE的藥液透過性以結晶性高 (比重大) 者較優良，所以若能避免進行使PTFE結晶性降低之加熱步驟則較佳。但是，若使PTFE的結晶性在某程度



五、發明說明 (2)

的殘餘狀態下停止加熱，卻得不到例如介設之PFA所必須的接著強度。

在此處，習知以來亦未謀求進一步改進，不是使用結晶性低、比重小的PTFE片作為原料，就是容忍作為原料使用之高結晶性、高比重的PTFE片因加熱而導致PTFE片的結晶性降低。

無論如何，習知以來並未得到PTFE平均比重在2.175以上並具有實用層次(level)接著強度之背襯片或PTFE層壓物。

【發明之揭示】

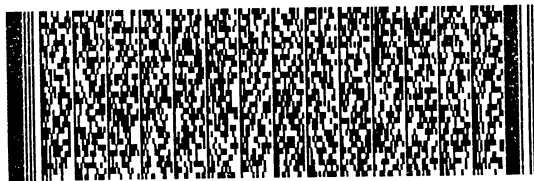
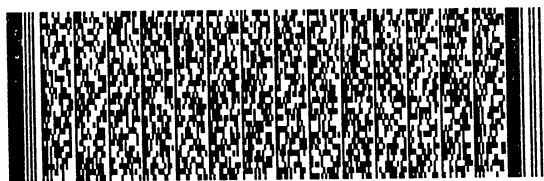
本發明之第1目的係提供一種具有優良低藥液透過性之PTFE層壓物。

又，本發明目的亦提供一種具有充分的接著強度及優良低藥液透過性之背襯片。

更進一步，本發明目的係提供一種可將加熱時間縮短及作業製程簡略化並具有優良低藥液透過性之PTFE層壓物之製造法。

上述目的，可藉著含有由平均比重2.175以上的PTFE片及熱熔融性樹脂層所層壓構成之構造，或者是含有在平均比重2.175以上的PTFE片與耐熱性織布之間介設有熱熔融性樹脂層所層壓構成之構造之層壓物來達成。

所得到之層壓物，其PTFE片與熱熔融性樹脂層之接著強度以剝離強度測之為2kgf/cm以上，與PTFE片平均比重未滿2.175之習知層壓物具有相同或更高之強度。



五、發明說明 (3)

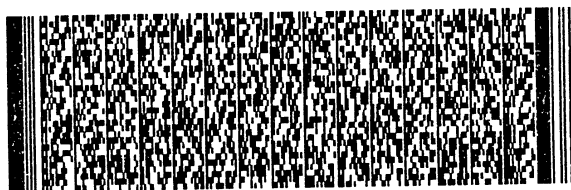
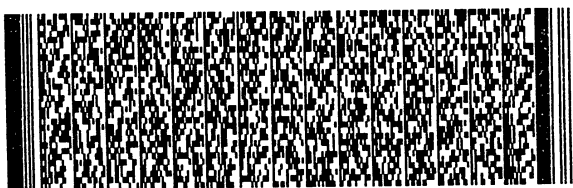
此處之平均比重，係指包含低比重層在內之全體比重而言，而該低比重層係因加熱結果在PTFE片所生成之比重降低的部份（層）。

使用本發明之層壓物作為例如背襯片使用時，為了使最外層的PTFE片之自由表面平滑化，以將PTFE片之自由表面進行PTFE熔點以上溫度之加熱處理較佳。該表面平滑化處理之PTFE片以利用對-氟（烷基乙烯醚）（PAVE）改質之PTFE片較佳。

上述本發明之層壓物，可在PTFE片與熱熔融性樹脂膜（film）或板（sheet）之間，介設以熔融能（energy）在65J/g以下之未烘烤PTFE進行改質之PTFE微粒子層後，加熱熔融粘著即可製得。上述PTFE片以比重超過2.175之PTFE片較佳，而上述熔融能（energy）在65J/g以下之未烘烤PTFE可舉例如PTFE均聚物或六氟化丙烯（hexafluoropropylene）（HFP）及/或對-氟（烷基乙烯醚）（PAVE）共聚物。

PTFE之微粒子層，無論是以乳化聚合所得到之分散體（dispersion）型態，或是以將該分散體乾燥成粉末後薄膜化所得到之薄膜型態皆可適用。

另外，也可利用不存在PTFE微粒子層之PTFE片與熱熔融性樹脂膜進行加熱熔融粘著來製造，此情形下，為了使PTFE片的比重變高，必須在加熱熔融粘著後防止溫度急遽的下降。藉著上述之防止策略，可促進熔融之PTFE充分結晶化，而成為高比重之物質。



五、發明說明 (4)

所謂防止溫度急遽下降之計策，可舉例如將溫度適當保持在 300°C 以上未滿PTFE熔點之範圍內之方法。保持時間以能充分促進熔融之PTFE結晶化者較佳，可為5~20分鐘之間。

另外，該溫度急遽下降之防止法，在介設有PTFE微粒子層之情形下也可施行。

加熱，以從耐熱性織布側，亦即從熱熔融性樹脂膜或片側開始進行較佳；而停止加熱，則以在PTFE片中殘留有未熔融層時停止較佳。

又，特別是作為背襯片使用時，以將PTFE片層壓面之反面，亦即與藥液接觸之面，利用PTFE熔點以上的溫度進行加熱處理以使表面平滑化較佳。該加熱處理，可施於層壓物加熱熔融粘著之前、同時或之後。

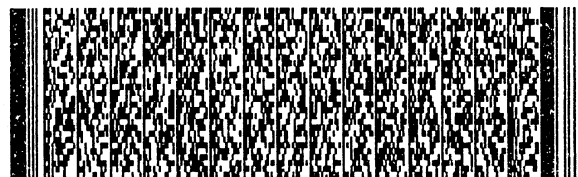
【圖式簡單說明】

第1圖係用以說明本發明之PTFE層壓物製造方法之1實施例之概略剖面圖。

第2圖係用以說明本發明之PTFE層壓物製造方法之其他實施例之概略剖面圖。

【發明之最佳實施例】

本發明之PTFE層壓物為如上述般，在PTFE片與熱熔融性樹脂之膜或板間使介在熔融能為 65J/g 以下之未烘烤PTFE（以下未預先特別限定時稱為「未烘烤PTFE」）之微粒子層後藉著加熱熔融粘著即可製造（第1製造法）。接著就該第1製造法之製造製程進行更詳細之說明，但本發



五、發明說明 (5)

明並不限定於以下之具體的製造法。

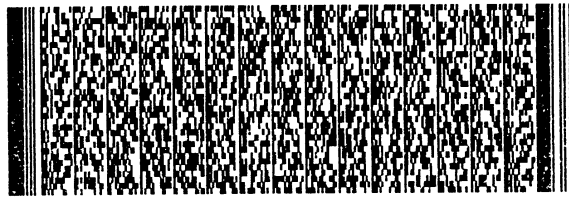
首先，在厚度約1~4mm之PTFE片上塗佈未烘烤PTFE之分散液 (dispersion)，乾燥後即於PTFE片上形成未烘烤PTFE之微粒子層。未烘烤PTFE之微粒子粒徑，若由熔融能愈小熱傳導性愈高之觀點來看約為0.1~5 μm ，並以0.1~0.5 μm 較佳。未烘烤PTFE分散液的濃度，若由分散液之高安定塗佈性的觀點來看約為30~70重量%（以下稱為「%」），並以約30~65%較佳。塗佈量以乾燥重量而言約為10~160g/m²，並以15~100g/m²較佳。若太少的話容易生成塗佈斑點，若過多的話則容易產生微粒子脫落的現象，兩者皆不佳。

塗佈方法未特別加以限定，可採用例如噴霧 (spray) 塗佈法、刷毛塗佈法等。乾燥則可以採用自然乾燥或加熱強制乾燥。

也可以使用未熔融的四氟乙烯-對-氟（烷基乙烯醚）共聚合體（PFA）之分散液來取代未烘烤PTFE之分散液，又亦可配合未烘烤PTFE之膜。未烘烤PTFE之膜可將例如PTFE之分散液凝結析出成微細粉末（fine powder）後，再利用輥子（roll）將該微細粉末進行壓延而製成。

其次，在該PTFE片之未烘烤PTFE微粒子層（膜）形成面上層疊熱熔融性樹脂膜或片，更進一步若必要的話再層疊耐熱性織布等，之後從熱熔融性樹脂側進行加熱。在本發明中，該加熱至為重要。

加熱溫度為PTFE的熔點（約327~345℃）以上，並以



五、發明說明 (6)

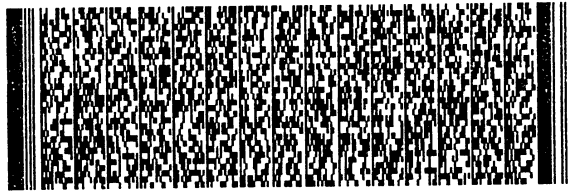
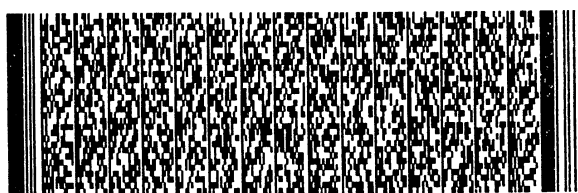
約360~390℃較佳，並且在該溫度下加熱至PTFE片中殘存未熔融部份（層）之狀態即停止加熱是非常重要的。亦即所施加的熱量以可以在PTFE片中殘存結晶之量較佳。結晶若完全熔融的話，比重將大幅降低而在2.175以下，藥物透過性也因而變大。

加熱時間則因加熱溫度、PTFE片的厚度、熱熔融性樹脂的種類或厚度以及耐熱性織布的厚度等因素而異，可依實驗而決定，也可從結晶化程度等計算而得。例如比重為2.189之PTFE片，在厚度3mm、加熱溫度380℃之情形下，就以加熱3~5分鐘間較佳。

部份未熔融部份之殘存狀態如何，看到PTFE片的橫切剖面的話就可知道。亦即，結晶化程度高之加熱前的PTFE片為白色不透明，但是結晶熔融後就變成透明的。因此橫切剖面會變成在熱熔融性樹脂側存在透明的部份（層），而在非加熱面側殘存有白色不透明層之狀態。

加熱熔融粘著方法，可舉例如第1圖所示般依照PTFE片1、未烘烤PTFE微粒子層2、熱熔融性樹脂膜或片3以及必要時加入之耐熱性織布4的順序進行配置，同時在耐熱性織布4側配置加熱板5，PTFE片1側配置按壓板6，接著將加熱板5及按壓板6一起加壓，加熱板5並加溫至PTFE熔點以上。

另外，也可如第2圖所示般，在加熱至PTFE熔點以上的加熱輥柱（roller）7上，將依照PTFE片1、未烘烤PTFE微粒子層2、熱熔融性樹脂膜或片3以及必要時加入之耐熱



五、發明說明 (7)

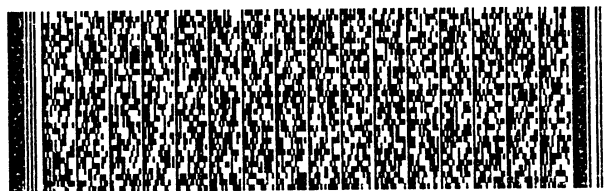
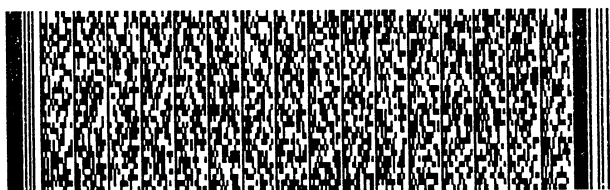
性織布4的順序配置的層壓物中之耐熱性織布4側與加熱輥柱7之表面相接觸而捲繞，同時一邊以按壓輥柱8進行壓附，一邊連續的進行加熱熔融粘著而製造。在第2圖中，10為結晶化區域，11為加熱器。

使用未烘烤PTFE分散液時，未烘烤PTFE微粒子層2可如上述般在PTFE片1上塗佈未烘烤PTFE分散液再乾燥之，也可在熱熔融性樹脂膜或片3側上塗佈未烘烤PTFE分散液再乾燥之。

進行加壓時之壓力，可選擇例如在0.1~0.15MPa程度之範圍內。又，加熱後將壓力釋放並慢慢冷卻至室溫對於提高結晶化程度之觀點而言會較佳。基本上而言，按壓板6及按壓輥柱8雖然沒有加熱的必要，但是從消除層壓物的歪翹之觀點來看，也可以以未滿PTFE的熔點，特別是低於PTFE熔點15~35℃之溫度進行加熱較佳。

其次就各材料進行說明。

在本發明中所使用之PTFE片必須為比重超過2.175之高結晶化程度物質，特別是比重2.178以上，更佳為2.178~2.210者較為合適。比重太小藥液透過性就會變大，而本發明之目的就無法達成。上述高結晶化程度之PTFE片，可舉例如在PCT/JP98/01116號說明書中所述之方法，亦即，將藉著一面旋轉由PTFE粉末壓縮成形之PTFE成形品一面進行烘烤之旋轉烘烤法所得到之烘烤物切割成片即可得到。從利用習知法所得的PTFE烘烤物上切割而得之PTFE片，為了弄平大的皺折，在作成層壓物之前必須先將



五、發明說明 (8)

PTFE 片進行加熱平坦化，因此在層壓前PTFE之結晶化程度就已經降低了。但是根據該旋轉烘烤法的話，可得到均質且高結晶化程度之PTFE片，且切割所得之片因為很平坦，所以與其他材料之層壓很容易，特別是不需要藉由加熱來進行平坦化處理，因此不必擔心層壓前結晶化程度會降低。

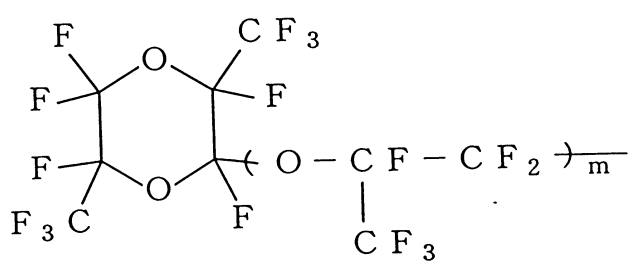
作為原料之PTFE粉末，為四氟化聚乙烯 (TFE) 之均聚物或使用其他氟單體改質之PTFE。在改質之PTFE中，TFE與其他氟單體之莫耳比可以為95：5~99.999：0.001。

所謂改質之PTFE，可舉例如以對-氟 (烷基乙烯醚) (PAVE) 進行改質之PAVE改質PTFE或是以六氟化丙烯 (HFP) 進行改質之HFP改質PTFE等。所謂對-氟 (烷基乙烯醚) (PAVE)，可為如式 (I) 所示之化合物：



[R_f 為必須含有碳原子及氟原子、不含氫原子及可含有氧原子之有機基]。

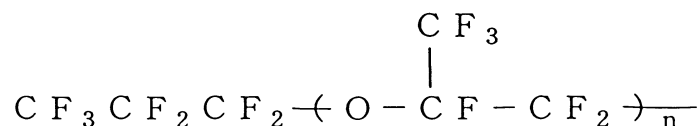
在對-氟 (烷基乙烯醚) (I) 中之R_f基，也可以為碳原子數1~10的對-氟烷基、碳原子數4~9的對-氟 (烷氧基烷基) 基、式 (II)：



五、發明說明 (9)

[式中，m 為0~4 之整數]

或是式 (III)：



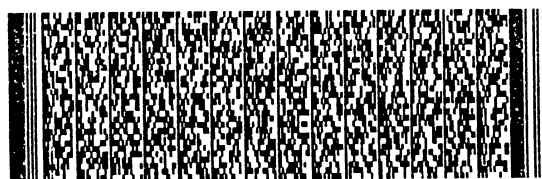
[式中，n 為0~4 之整數] 中所示之基。

上述中之PAVE改質PTFE，以結晶化程度大，比重也超過2.175，藥液透過性小者較佳。

PTFE片之厚度因目的用途而異，但是通常為1~4mm，若使用於背襯片時則約為2~4mm的程度。

形成未烘烤PTFE微粒子層之未烘烤PTFE分散液，可藉著與單獨的TFE或少量的PAVE及/或HFP共存而進行乳化聚合而得。上述之中若從高熱傳導性之觀點來看，以熔融能為65J/g以下，特別是30~50J/g者較佳。尤其若以熱熔融粘著性優良之觀點來看，則以PAVE改質PTFE為較佳。

所謂熱熔融性樹脂膜或片，以可在PTFE片上熱熔融粘著而得到膜或片者較佳，可舉例如具有接近PTFE熔點之熔點的烯烴系樹脂；PPS、PES、PEEK等之芳香族系樹脂；以及TFE-PAVE共聚合物(PFA)、TFE-六氟化丙烯共聚合物(FEP)等之熱熔融性氟樹脂等等。上述之中，若從與PTFE具有同樣的性質且與PTFE接著性佳之觀點來看，以熱熔融性氟樹脂較佳，特別是在作為背襯片用時以PFA、FEP



五、發明說明 (10)

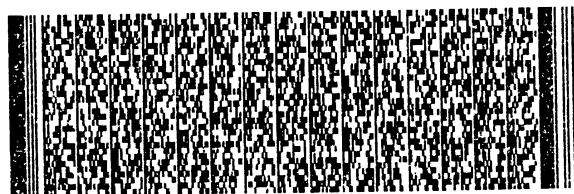
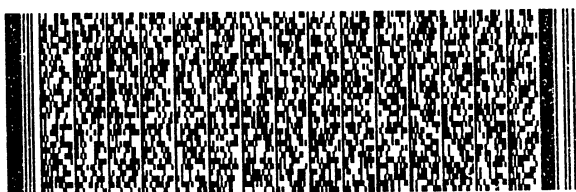
等較佳。

該熱熔融性樹脂一般作為用以接著PTFE片與其他材料（例如耐熱性織布等）之接著層。但是，也可以用作在熱熔融性樹脂片上接著了PTFE片之層壓物，亦可以用作在PTFE片上層壓了熱熔融性樹脂膜之機能性層壓物。所以，厚度以依照目的適當選定較佳，例如於背襯片中作為接著層使用時，以約10~300 μm 較佳。

接著，就關於將PTFE片與熱熔融性樹脂膜之間直接或介在PTFE微粒子層後進行加熱熔融粘著之預備層壓物置於不會產生溫度急遽降低之狀態下，而得到促進熔融的PTFE結晶化之層壓物之方法（第2製造法）進行描述。

PTFE片與熱熔融性樹脂膜之加熱熔融粘著處理可以與第1製造法相同，也可以將加熱時間延長若干。該第2製造法之特徵在於可使經加熱熔融粘著處理之熔融PTFE片中的熔融PTFE充分進行再結晶化。藉著充分地進行PTFE之再結晶化，可回復高比重之PTFE片。即若將已熔融之PTFE急速冷卻並照原樣放置，已熔融之PTFE是不會更進一步結晶化的，又所生成之結晶也會變得不完全，結果比重就無法往上提昇。

在該處，以第2製造法加熱熔融粘著後，可防止比重下降及不產生急遽的溫度降低。該防止方法，可舉例如滯留在低於PTFE之熔點（約327~345℃）、高於300℃以上之溫度範圍內使結晶化有充分進行之時間的方法。所謂的滯留時間，因加熱熔融粘著時之溫度、PTFE片之厚度以及原



五、發明說明 (11)

料PTFE片之比重等而有所差異，但是以選定在5~20分鐘間的範圍內，特別是5~10分鐘間的範圍較佳。例如在比重為2.189、厚度為3mm之PTFE片於380℃下進行加熱熔融粘著時，若在300~310℃的溫度下保持7~9分鐘的話，可防止PTFE片之比重降到比2.175還低。

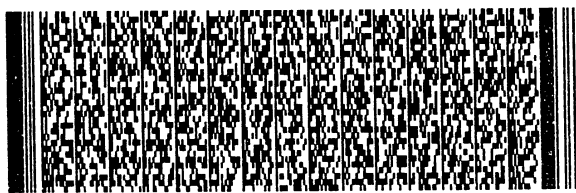
該防止溫度急遽降低之具體裝置，可舉例如第2圖所示般，在符號10中所示之結晶化區域中，藉由設置在加熱滾柱7往下流之PTFE片1側與耐熱性織布4側兩邊且位於加熱熔融粘著PTFE片1之結晶化區域10中之加熱器11來進行溫度控制使不產生溫度急遽降低之情形較佳。另外雖然未圖示，但也可將層壓體全體被覆以作為結晶化腔(chamber)之型態。

結晶化區域之溫度控制，可維持在一定溫度，也可作連續的降溫，亦可作階段性（例如350℃之區域，330℃之區域，其次為310℃之區域）的降溫。

又，從熱熔融性樹脂膜側（耐熱性織布側）進行加熱熔融粘著時，也可以將防止溫度急遽降低之裝置配置在熱熔融性樹脂膜側。

本發明之層壓物，基本上可為包含了PTFE片及熱熔融性樹脂膜或片之2層構造，但是若如上述般更進一步將熱熔融性樹脂作為接著層而與其他材料形成複合化層壓物時效果會特別顯著。

所謂的其他材料，為可使PTFE產生耐熱性之用途，例如用作背襯片時之耐熱性織布，另可舉例如玻璃織布、碳



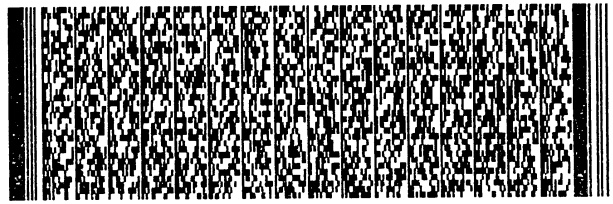
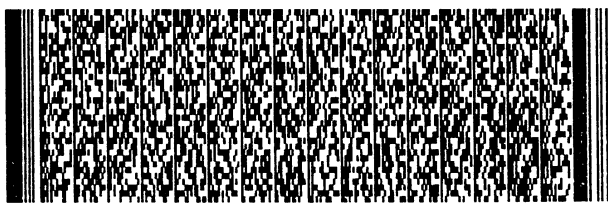
五、發明說明 (12)

織布、聚醯胺亞胺 (polyamidoimide) 織布及硼氮化物 (boronnitride) 織布等。

本發明之層壓物具有優異的低藥液透過性，在作為各種貯藏用或輸送用容器、槽 (tank) 以及管路 (pipeline) 等加襯 (lining) 用之背襯片 (backing sheet) 上非常有用。除此之外，利用PTFE的非粘著性及低摩擦性等性質而應用於脫模用途及滑動用途上也很合適。

特別是使用於要求極高潔淨度之半導體製造領域中時，光是使藥液不會透過滲出是不夠的，還必須保護藥液本身不受污染。例如在以本發明之PTFE層壓物 (藥液接觸面為PTFE片之表面) 形成藥液容器的內表面之情況下，切割所得之PTFE片表面若粗糙的話，僅對容器內進行單純的洗淨還是會有污染殘存，特別是微小的粒子 (後稱為微粒 (particle))，最後藥液因而被污染。故本發明中於該處即針對PTFE片之藥液接觸面形成側，在進行層壓化前、層壓時或層壓後施以PTFE融點以上溫度之加熱處理，該溫度為例如 $340 \sim 390^{\circ}\text{C}$ 。

該平滑化處理之方法，可藉由在無負重或輕負重下以PTFE融點以上的溫度進行短時間加熱來實施。但是，應該注意勿使最終層壓物中之PTFE片的平均比重降到 2.175 以下。加熱方法也可使用燃燒器 (burner) 等而藉由表面烘烤來進行。另外，亦可藉由將在層壓化時所使用的熱壓機 (例如第1圖) 之按壓板之溫度短時間提升至PTFE融點以上溫度來進行。更進一步，也可以採用在加熱輥子 (roll



五、發明說明 (13)

) 上短時間通過之方法。加熱時間在加熱溫度為 380°C 之情形下通常為6~60秒之間。藉由該平滑化處理可得到表面粗糙度(Ra) 350nm以下，通常為100~250nm之PTFE片。

以下就本發明層壓物之較佳具體實施例進行說明，但下述之實施例並非用以限定本發明。

(1) PTFE片：以PAVE改質之PTFE

平均比重比2.175更大

未烘烤PTFE微粒子層：以PAVE改質PTFE分散體
塗佈

平均粒徑 $0.1\sim0.5\ \mu\text{m}$

塗佈量(乾燥) $15\sim100\text{g}/\text{m}^2$

熔融能 $50\text{J}/\text{g}$ 以下

熱熔融性樹脂膜：PFA膜(熔點 310°C) 厚度 $10\sim300\ \mu$

m

其他的材料：耐熱性玻璃織布、碳織布、

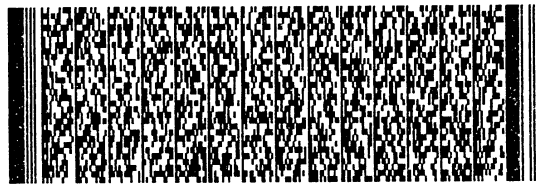
聚醯胺亞胺織布、硼氮化物織布

其他的處理：表面平滑化處理

用途：藥液貯藏·輸送用容器、槽(tank)、管樁(pipe)等加襯(lining)用之背襯片(backing sheet)。特別是與半導體製造相關聯之藥液輸送、貯藏容器等。

效果：因為藥液之透過性小且表面平滑，所以微粒(particle)等之附著很少。

(2) PTFE片：以PAVE改質之PTFE



五、發明說明 (14)

平均比重2.178~2.210

未烘烤PTFE微粒子層：以PAVE改質之PTFE微粒子膜

平均粒徑0.1~0.5 μm

膜厚10~100 μm

熔融能50J/g以下

熱熔融性樹脂膜：PFA膜（熔點310℃）厚度10~300 μ

mm

其他的材料：耐熱性玻璃織布、碳織布、聚醯胺亞胺織布、硼氮化物織布

其他的處理：表面平滑化處理

用途：藥液貯藏、輸送用容器、槽、管樁等加襯用之背襯片。特別是與半導體製造相關聯之藥液輸送、貯藏容器等。

效果：因為藥液之透過性小且表面平滑，所以微粒等之附著很少。

(3) PTFE片：以PAVE改質之PTFE

平均比重2.178~2.210

未烘烤PTFE微粒子層：以PAVE改質之PTFE分散液塗佈

平均粒徑0.1~0.5 μm

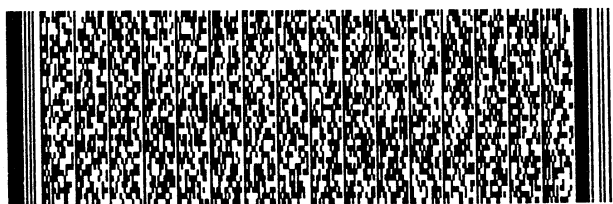
塗佈量（乾燥）15~100 g/m²

熔融能50J/g以下

熱熔融性樹脂膜：PFA膜（熔點310℃）厚度10~300 μ

mm

其他的材料：耐熱性玻璃織布、碳織布、聚醯胺亞胺



五、發明說明 (15)

織布、硼氮化物織布

其他的處理：表面平滑化處理

用途：藥液貯藏・輸送用容器、槽、管樁等加襯用之背襯片。特別是與半導體製造相關聯之藥液輸送、貯藏容器等。

效果：因為藥液之透過性小且表面平滑，所以微粒等之附著很少。

(4) PTFE 片：未改質之PTFE

平均比重2.178~2.210

未烘烤PTFE微粒子層：以PAVE改質之PTFE分散液塗佈

平均粒徑0.1~0.5 μm

塗佈量(乾燥)15~100 g/m²

熔融能50J/g以下

熱熔融性樹脂膜：PFA膜(熔點310℃)厚度10~300 μm

m

其他的材料：耐熱性玻璃織布、碳織布、聚醯胺亞胺織布、硼氮化物織布

用途：藥液貯藏・輸送用容器、槽、管樁等加襯用之背襯片。

效果：藥液透過性小

(5) PTFE 片：未改質之PTFE

平均比重2.178~2.210

未烘烤PTFE微粒子層：以PAVE改質之PTFE微粒子膜

平均粒徑0.1~0.5 μm



五、發明說明 (16)

膜厚 $10\sim100\ \mu\text{m}$

熔融能 50J/g 以下

熱熔融性樹脂膜：PFA膜（熔點 310°C ）厚度 $10\sim300\ \mu\text{m}$

其他的材料：耐熱性玻璃織布、碳織布、聚醯胺亞胺織布、硼氮化物織布

用途：藥液貯藏・輸送用容器、槽、管樁等加襯用之背襯片。

效果：藥液透過性小

(6) PTFE片：以PAVE改質之PTFE

平均比重 $2.178\sim2.210$

未烘烤PTFE微粒子層：以未改質之PTFE分散液塗佈

平均粒徑 $0.1\sim0.5\ \mu\text{m}$

塗佈量（乾燥） $15\sim100\text{g/m}^2$

熔融能 50J/g 以下

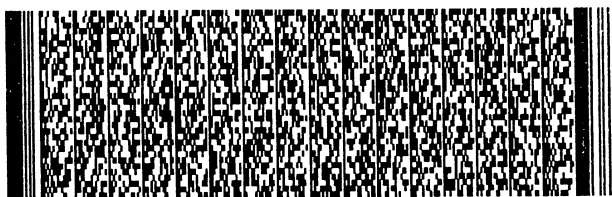
熱熔融性樹脂膜：PFA膜（熔點 310°C ）厚度 $10\sim300\ \mu\text{m}$

其他的材料：耐熱性玻璃織布、碳織布、聚醯胺亞胺織布、硼氮化物織布

其他的處理：表面平滑化處理

用途：藥液貯藏・輸送用容器、槽、管樁等加襯用之背襯片。特別是與半導體製造相關聯之藥液輸送、貯藏容器等。

效果：因為藥液之透過性小且表面平滑，所以微粒等



五、發明說明 (17)

之附著很少。

(7) PTFE 片：以PAVE改質之PTFE

平均比重2.178~2.210

未烘烤PTFE微粒子層：未改質之PTFE微粒子膜

平均粒徑0.1~0.5 μm

膜厚10~100 μm

熔融能50J/g 以下

熱熔融性樹脂膜：PFA膜（熔點310℃）厚度10~300 μm

其他的材料：耐熱性玻璃織布、碳織布、聚醯胺亞胺織布、硼氮化物織布

其他的處理：表面平滑化處理

用途：藥液貯藏・輸送用容器、槽、管椿等加襯用之背襯片。特別是與半導體製造相關聯之藥液輸送、貯藏容器等。

效果：因為藥液之透過性小且表面平滑，所以微粒等之附著很少。

(8) PTFE 片：未改質之PTFE

平均比重2.178~2.210

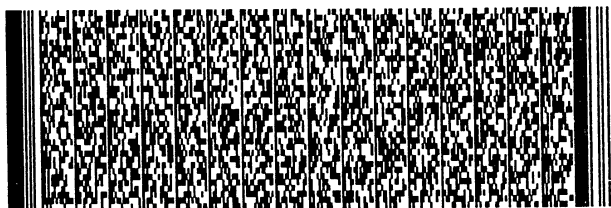
未烘烤PTFE微粒子層：未改質之PTFE分散液塗佈

平均粒徑0.1~0.5 μm

塗佈量（乾燥）15~100 g/m²

熔融能50J/g 以下

熱熔融性樹脂膜：PFA膜（熔點310℃）厚度10~300 μm



五、發明說明 (18)

m

其他的材料：耐熱性玻璃織布、碳織布、聚醯胺亞胺織布、硼氮化物織布

用途：藥液貯藏·輸送用容器、槽、管樁等加襯用之背襯片。

效果：藥液透過性小

(9) PTFE 片：未改質之PTFE

平均比重2.178~2.210

未烘烤PTFE微粒子層：未改質之PTFE微粒子膜

平均粒徑0.1~0.5 μm

膜厚10~100 μm

熔融能50J/g 以下

熱熔融性樹脂膜：PFA膜（熔點310℃）厚度10~300 μm

m

其他的材料：耐熱性玻璃織布、碳織布、聚醯胺亞胺織布、硼氮化物織布

用途：藥液貯藏·輸送用容器、槽、管樁等加襯用之背襯片。

效果：藥液透過性小

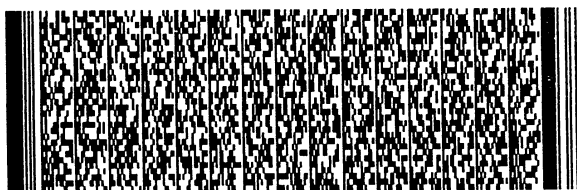
(10) PTFE 片：以PAVE改質之PTFE

均比重2.178~2.210

未熔融PFA微粒子層：以PFA分散液塗佈

均粒徑0.1~0.5 μm

佈量（乾燥）15~100 g/m²



五、發明說明 (19)

融能50J/g 以下

熱熔融性樹脂膜：PFA膜（熔點310℃）厚度10~300 μ m

其他的材料：耐熱性玻璃織布、碳織布、聚醯胺亞胺織布、硼氮化物織布

其他的處理：表面平滑化處理

用途：藥液貯藏・輸送用容器、槽、管樁等加襯用之背襯片。特別是與半導體製造相關聯之藥液輸送、貯藏容器等。

效果：因為藥液之透過性小且表面平滑，所以微粒等之附著很少。

(11) PTFE片：未改質之PTFE

平均比重2.178~2.210

未熔融PFA微粒子層：以PFA分散液塗佈

平均粒徑0.1~0.5 μ m

塗佈量（乾燥）15~100g/m²

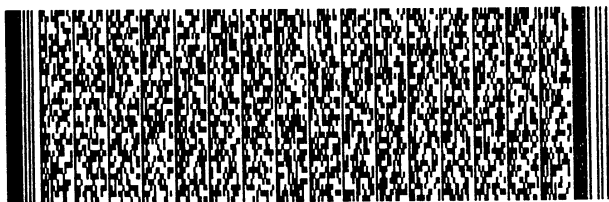
熔融能50J/g 以下

熱熔融性樹脂膜：PFA膜（熔點310℃）厚度10~300 μ m

其他的材料：耐熱性玻璃織布、碳織布、聚醯胺亞胺織布、硼氮化物織布

其他的處理：表面平滑化處理

用途：藥液貯藏・輸送用容器、槽、管樁等加襯用之背襯片。



五、發明說明 (20)

效果：藥液透過性小。

(12) PTFE 片：以PAVE改質之PTFE

平均比重比2.175更大

熱熔融性樹脂膜：PFA膜（熔點 310°C ）厚度 $10\sim 300\mu$

m

其他的材料：耐熱性玻璃織布、碳織布、聚醯胺亞胺織布、硼氮化物織布

其他的處理：加熱熔融粘著後防止溫度急遽降低之處理

用途：藥液貯藏・輸送用容器、槽、管樁等加襯用之背襯片。特別是與半導體製造相關聯之藥液輸送、貯藏容器等。

效果：因為藥液之透過性小且表面平滑，所以微粒等之附著很少。

(13) PTFE 片：以PAVE改質之PTFE

平均比重 $2.178\sim 2.210$

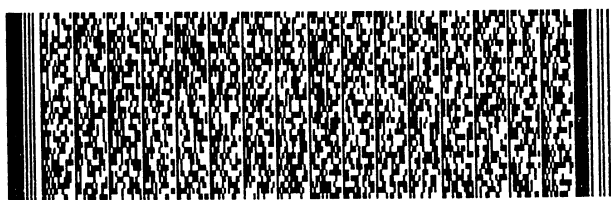
熱熔融性樹脂膜：PFA膜（熔點 310°C ）厚度 $10\sim 300\mu$

m

其他的材料：耐熱性玻璃織布、碳織布、聚醯胺亞胺織布、硼氮化物織布

其他的處理：加熱熔融粘著後，在 300°C ～未滿PTFE熔點溫度之間維持 $5\sim 20$ 分鐘

用途：藥液貯藏・輸送用容器、槽、管樁等加襯用之背襯片。特別是與半導體製造相關聯之藥液輸送、貯藏容



五、發明說明 (21)

器等。

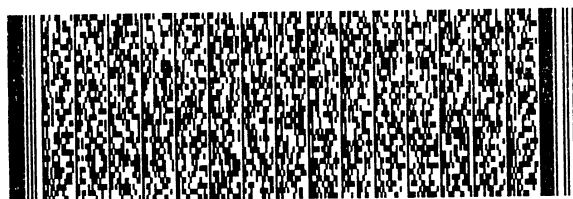
效果：因為藥液之透過性小且表面平滑，所以微粒等之附著很少。

接著基於本發明之實施例而進行說明，但是本發明並不限定於以下實施例中所述者。

實施例1

在利用旋轉烘烤法（在PCT/JP98/01116號說明書之實施例2中所述的方法）烘烤後切割所得到之PTFE片（比重2.191之PAVE改質PTFE片。寬度200mm、長度200mm、厚度3mm）的一邊表面上，利用刷毛塗佈法將藉由乳化聚合所製造之PAVE改質PTFE分散液（dispersion）（熔融能40J/g，平均粒徑 $0.3\mu\text{m}$ ，濃度65%）塗佈成乾燥後的PTFE微粒子塗佈量為 $30\text{g}/\text{m}^2$ 的狀態再乾燥之。接著將PFA薄膜（寬度200mm、長度200mm、厚度0.25mm）配置於PTFE微粒子層側，更進一步將配置有耐熱鉻玻璃（glass chromium）（寬度200mm、長度200mm、厚度3mm）之層壓物置於如圖1所示的加熱板5及按壓板6之間，在加熱板溫度 380°C 、按壓板溫度 300°C 及加壓壓力 $1\text{kgf}/\text{cm}^2$ 的條件下進行加熱。4分鐘後將加熱板之壓力釋放，以2~3分鐘慢慢冷卻至室溫，本發明之層壓體（背襯片）於是製成。

由該層壓體切出寬度30mm、長度150mm之樣品（sample），依照JIS K 6772-9-5中PTFE片與PFA薄膜間之接著強度（剝離強度）進行測定時，得到 $3.0\text{kgf}/\text{cm}$ 。又，PTFE片全體的平均比重為2.184。觀察PTFE片橫剖面



五、發明說明 (22)

時，從PFA膜側開始約30%由於熔融而變透明。

更進一步將所得之層壓體以熱壓機在360℃下進行1分鐘加熱處理使PTFE片的表面平滑化之後，PTFE片的平均比重仍維持在很高的2.183。

實施例2

利用習知法烘烤、切割而製作出PAVE改質PTFE片（平均比重2.191），為了將該板之皺折處弄平而在360℃下進行5分鐘加熱加壓之平坦化處理後，平均比重卻降低至2.178。除了使用該經平坦化處理的PTFE片之外，進行與實施例1同樣的步驟將未烘烤PTFE微粒子、PFA薄膜及耐熱鉻玻璃層壓後，在相同條件下加熱加壓2分鐘而製成層壓體。該層壓體中PTFE片的平均比重為2.177，接著強度（剝離強度）為3.2kgf/cm，橫剖面之透明層比例為10%。

更進一步進行與實施例1同樣的步驟而將PTFE片的表面平滑化後，平均比重幾乎降低到為2.176。

實施例3

除了使用利用旋轉烘烤法製成之未改質PTFE片（平均比重2.178）之外，進行與實施例1同樣的步驟將未烘烤PTFE微粒子、PFA薄膜及耐熱鉻層壓後，在相同條件下加熱加壓2分鐘而製成層壓體。該層壓體中PTFE片的平均比重為2.177，接著強度（剝離強度）為3.2kgf/cm，橫剖面之透明層比例為10%。

實施例4



五、發明說明 (23)

除了在實施例1中不塗佈未烘烤PTFE分散液並延長加熱加壓時間為8分鐘，在305℃的熱壓機上移動且保持8分鐘之後將壓力釋放，並於2~3分鐘間慢慢冷卻至室溫之外，進行與實施例1同樣的步驟而製成層壓體。所得到之層壓體中PTFE片的平均比重為2.177，接著強度（剝離強度）為3.2kgf/cm。

比較例1

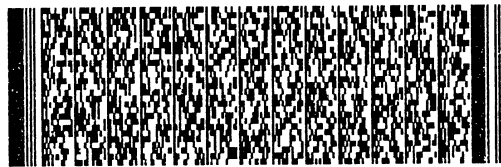
除了在實施例1中不塗佈未烘烤PTFE分散液之外，進行同樣地層壓及加熱加壓步驟而製成比較用之層壓體後，PFA薄膜與PTFE片可用手簡單地剝開。

比較例2

除了在比較例1中的加熱時間延長為8分鐘之外，進行同樣地步驟而製成層壓體後，得到接著強度（剝離強度）為3.5kgf/cm的層壓體。但是PTFE片的透明化小且平均比重降到2.170。

【產業上的利用可能性】

依據本發明的話，可得到能維持高比重值之PTFE片及具有充分的接著強度之PTFE層壓物，同時可提供具有優良低藥液透過性之PTFE系背襯片。



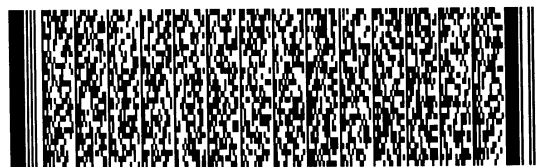
四、中文發明摘要 (發明之名稱：四氟化聚乙烯層壓物)

90. 4. 30 修正
年 月 日 補充

提供一種可維持高比重值之PTFE片且具有充分的接著強度之PTFE層壓物以及具有優良低藥液透過性之PTFE系背襯片 (backing sheet)。藉著在PTFE片與PFA等熱熔融性樹脂膜或片之間介設PTFE微粒子層後進行加熱熔融粘著或是在不介設PTFE微粒子層下進行加熱熔融粘著之後，施予防止溫度急遽下降之處理，可維持PTFE片的平均比重在2.175以上。

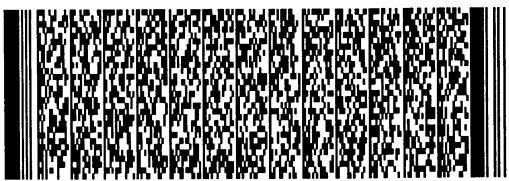
英文發明摘要 (發明之名稱：POLYTETRAFLUOROETHYLENE LAMINATED ARTICLE AND THE METHOD OF MANUFACTURING THE SAME)

To provide a PTFE laminated article being capable of maintaining a specific weight of a PFE sheet at high value and having a sufficient adhesive strength, and a PTFE packing sheet being excellent because its penetration of chemicals is low. An average specific weight of the PTFE sheet is maintained at 2.175 or higher by thermo-processing after a layer of PTFE fine particles is put between the PTFE sheet and a heat-melting resin film or sheet of PFA or the like.



六、申請專利範圍

1. 一種層壓物，該層壓物含有由平均比重2.175以上的四氟化聚乙烯板及熱熔融性樹脂層所層壓構成之構造。
2. 一種層壓物，該層壓物含有在平均比重2.175以上的四氟化聚乙烯板與耐熱性織布之間介設有熱熔融性氟樹脂層所層壓構成之構造。
3. 如申請專利範圍第1項或第2項所述之層壓物，其中上述四氟化聚乙烯板及熱熔融性氟樹脂層之接著強度以剝離強度測之為2kgf/cm以上，其中上述剝離強度測試是以寬度30mm、長度150之層壓物以JIS K3772-9-5測得。
4. 如申請專利範圍第1項或第2項所述之層壓物，其中上述四氟化聚乙烯板為由比重超過2.175之高比重層及比重低於該高比重層之低比重層之2層結構所構成。
5. 如申請專利範圍第1項或2項所述之層壓物，其中上述熱熔融性氟樹脂為四氟化乙烯 - 對-氟（烷基乙烯醚）共聚合物。
6. 如申請專利範圍第1項或第2項所述之層壓物，其中上述四氟化聚乙烯為以對-氟（烷基乙烯醚）進行改質之四氟化聚乙烯。
7. 如申請專利範圍第1項或第2項所述之層壓物，其中上述四氟化聚乙烯板具有自由表面且該自由表面為利用四氟化聚乙烯熔點以上的溫度進行加熱處理。
8. 如申請專利範圍第2項所述之層壓物，其中該層壓物為背襯片。
9. 一種四氟化聚乙烯層壓物之製造法，其特徵在於：在四氟化聚乙烯板與熱熔融性氟樹脂膜或片之間，介設以



六、申請專利範圍

熔融能在 65J/g 以下之未烘烤四氟化聚乙烯微粒子層或未熔融之四氟化乙烯－對-氟（烷基乙烯醚）共聚合物之以塗佈層或薄膜的型態形成之微粒子層後，再以四氟化聚乙烯之熔點以上的溫度進行加熱熔融粘著。

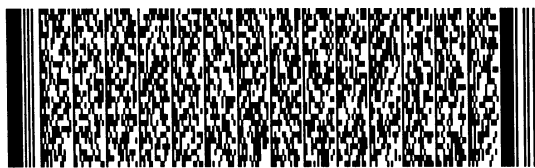
10. 如申請專利範圍第9項所述之製造法，其中上述未烘烤四氟化聚乙烯微粒子適合利用以乳化聚合所得到之分散體型態，或是將該分散體乾燥成粉末後薄膜化所得到之薄膜型態。

11. 如申請專利範圍第9項或第10項所述之製造法，其中上述未烘烤四氟化聚乙烯微粒子為以對-氟（烷基乙烯醚）及/或六氟化丙烯進行改質之四氟化聚乙烯。

12. 如申請專利範圍第9項或第10項所述之製造法，其中將四氟化聚乙烯板與熱熔融性氟樹脂膜或片以熱熔融性氟樹脂的融點以上的溫度加熱熔融粘著後，再以將溫度保持在 300°C 以上未滿四氟化聚乙烯熔點的範圍內防止溫度急遽下降之方式使熔融之四氟化聚乙烯充分地結晶化。

13. 一種四氟化聚乙烯層壓物之製造法，其特徵在於：將四氟化聚乙烯板與熱熔融性氟樹脂膜或片以熱熔融性氟樹脂的融點以上的溫度直接加熱熔融粘著後，再將溫度保持在 300°C 以上未滿四氟化聚乙烯熔點的範圍內防止溫度急遽下降之方式使熔融之四氟化聚乙烯充分地結晶化。

14. 如申請專利範圍第9項、第10項或第13項所述之製造法，其中上述四氟化聚乙烯板為使用比重超過2.175之四氟化聚乙烯板。



六、申請專利範圍

15. 如申請專利範圍第9項、第10項或第13項所述之製造法，其中在上述熱熔融性氟樹脂膜或片與四氟化聚乙烯板接觸面之反面疊上耐熱性織布，並進行該熱熔融性氟樹脂膜或片與耐熱性織布之加熱熔融粘著。

16. 如申請專利範圍第15項所述之製造法，其中加熱為從耐熱性織布側進行。

17. 如申請專利範圍第9項、第10項或第13項所述之製造法，其中上述四氟化聚乙烯板係使用比重超過2.175之四氟化聚乙烯板，而製造如申請專利範圍第1項或第2項所述之層壓物者。

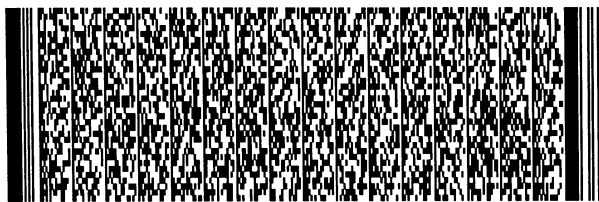
18. 如申請專利範圍第9項、第10項或第13項所述之製造法，其中在上述四氟化聚乙烯板中殘留有未熔融層時停止加熱。

19. 如申請專利範圍第9項、第10項或第13項所述之製造法，其中在上述加熱熔融粘著之前、同時或之後於上述四氟化聚乙烯板層壓面之反面表面上以四氟化聚乙烯板熔點以上的溫度進行加熱處理。

20. 如申請專利範圍第9項、第10項或第13項所述之背襯片之製造法，其中該層壓物為背襯片。

21. 一種四氟化聚乙烯層壓物，該層壓物為利用如申請專利範圍第9項、第10項或第13項所述之製造法所製成。

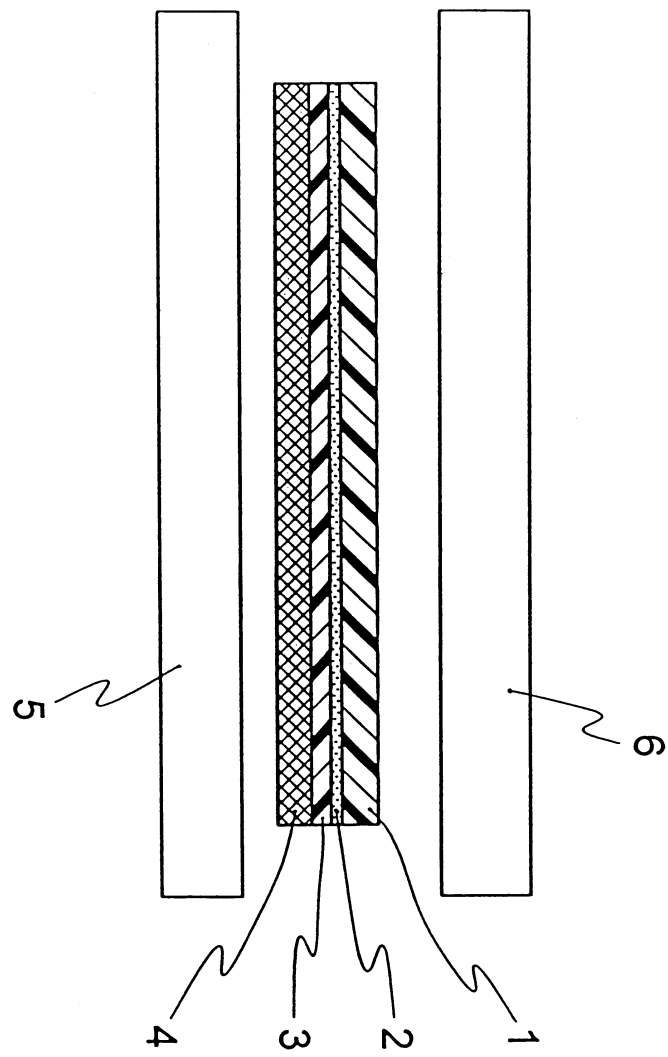
22. 如申請專利範圍第9項、第10項或第13項所述之製造法，其中所製得之層壓物為如申請專利範圍第1項或第2項所述之層壓物。

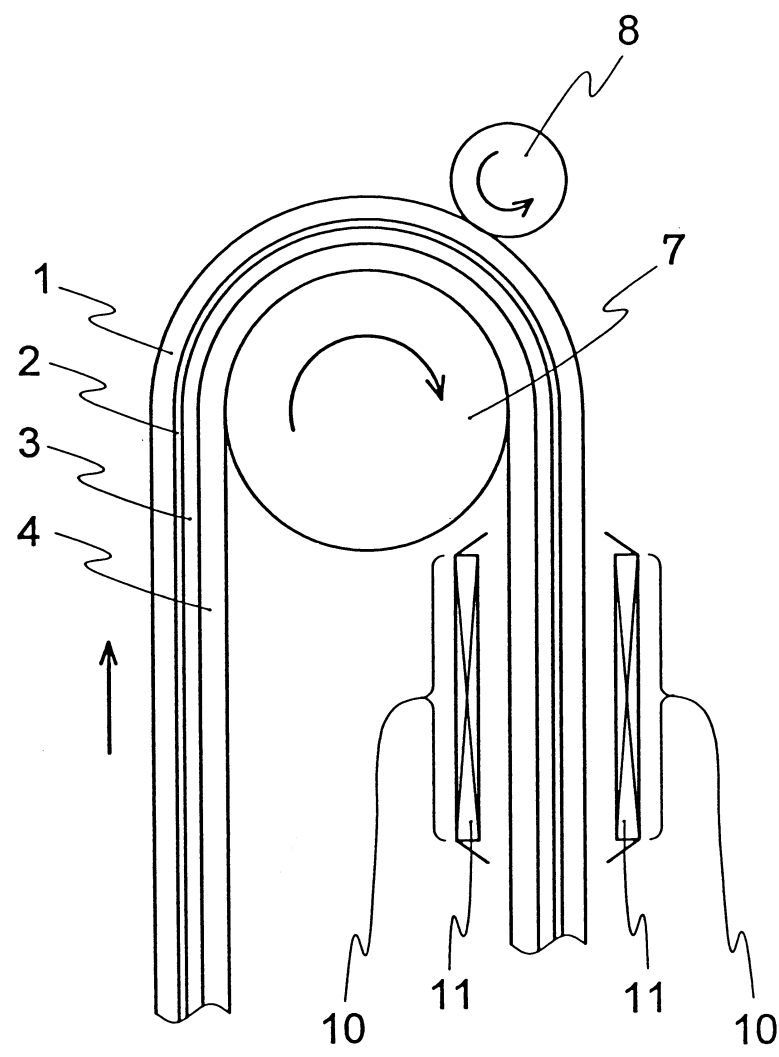


公告本

88 1 12 5 2 6

第1圖





第 2 圖