

【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28年9月8日(2016.9.8)

【公表番号】特表2015-524510(P2015-524510A)

【公表日】平成27年8月24日(2015.8.24)

【年通号数】公開・登録公報2015-053

【出願番号】特願2015-526463(P2015-526463)

【国際特許分類】

C 0 8 G 75/02 (2016.01)

【 F I 】

C 0 8 G 75/02

【手続補正書】

【提出日】平成28年7月19日(2016.7.19)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 5 5

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 5 5 】

実施例 1：カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィドの合成

反応器の内温測定が可能なサーモカップル、そして窒素充填および真空をかけられる真空ライン付き 5 L 反応器に、パラジヨードベンゼン (p - D I B) 5 1 3 0 g、硫黄 4 5 0 g、反応開始剤として 1, 3 - ジヨード - 4 - ニトロベンゼン 4 g を含む反応物を、1 8 0 に加熱して完全に溶融および混合した後、2 2 0 および 3 5 0 T o r r の初期反応条件から始まって、最終反応温度は 3 0 0、圧力は 1 T o r r 以下まで段階的に温度上昇および圧力降下を行いながら、重合反応を進行させた。前記重合反応が 8 0 % 進行した時 (このような重合反応の進行程度は、「(現在粘度 / 目標粘度) * 1 0 0 %」の式で、目標粘度に対する現在粘度の相対割合として測定し、現在粘度は、重合進行中のサンプルを採取して粘度計で測定した。)、重合中止剤として 2, 2' - ジチオビスベンゾチアゾール (2, 2' - d i t h i o b i s b e n z o t h i a z o l e) を 2 5 g 添加し、1 時間反応を進行させた。次に、前記重合反応が 9 0 % 進行した時、4 - I o d o b e n z o i c a c i d 5 1 g を添加し、1 0 分間窒素雰囲気下で反応を進行させた後、0 . 5 T o r r 以下に徐々に真空を加えて 1 時間反応を進行させた後、終了して、カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィド樹脂を合成した。反応が完了した樹脂を、小型ストランドカッター機を用いてペレット形態で製造した。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 5 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 5 7 】

実施例 2：カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィドの合成

反応器の内温測定が可能なサーモカップル、そして窒素充填および真空をかけられる真空ライン付き 5 L 反応器に、パラジヨードベンゼン (p - D I B) 5 1 3 0 g、硫黄 4 5 0 g、反応開始剤として 1, 3 - ジヨード - 4 - ニトロベンゼンメルカプトベンゾチアゾール 4 g を含む反応物を、1 8 0 に加熱して完全に溶融および混合した後、2 2 0 お

よび350 Torrの初期反応条件から始まって、最終反応温度は300、圧力は1 Torr以下まで段階的に温度上昇および圧力降下を行いながら、重合反応を進行させた。前記重合反応が80%進行した時(このような重合反応の進行程度は、「(現在粘度/目標粘度)*100%」の式で、目標粘度に対する現在粘度の相対割合として測定し、現在粘度は、重合進行中のサンプルを採取して粘度計で測定した。)、重合中止剤として2, 2'-ジチオビスベンゾチアゾール(2, 2'-dithiobisbenzothiazole)を25 g添加し、1時間反応を進行させた。次に、前記重合反応が90%進行した時、4-Iodoanilineを51 g添加し、10分間窒素雰囲気下で反応を進行させた後、0.5 Torr以下に徐々に真空を加えて1時間反応を進行させた後、終了して、カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィド樹脂を合成した。反応が完了した樹脂を、小型ストランドカッター機を用いてペレット形態で製造した。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0059

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0059】

実施例3：カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィドの合成

反応器の内温測定が可能なサーモカップル、そして窒素充填および真空をかけられる真空ライン付き5 L反応器に、パラジヨードベンゼン(p-DIB)5130 g、硫黄450 g、反応開始剤として1, 3-ジヨード-4-ニトロベンゼン4 gを含む反応物を、180に加熱して完全に溶融および混合した後、220および350 Torrの初期反応条件から始まって、最終反応温度は300、圧力は1 Torr以下まで段階的に温度上昇および圧力降下を行いながら、重合反応を進行させた。前記重合反応が80%進行した時(このような重合反応の進行程度は、「(現在粘度/目標粘度)*100%」の式で、目標粘度に対する現在粘度の相対割合として測定し、現在粘度は、重合進行中のサンプルを採取して粘度計で測定した。)、重合中止剤として2, 2'-ジチオビスベンゾチアゾール(2, 2'-dithiobisbenzothiazole)を25 g添加し、1時間反応を進行させた。次に、前記重合反応が90%進行した時、4-Iodobenzonic acid25 gを添加し、10分間窒素雰囲気下で反応を進行させた後、0.5 Torr以下に徐々に真空を加えて1時間反応を進行させた後、終了して、カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィド樹脂を合成した。反応が完了した樹脂を、小型ストランドカッター機を用いてペレット形態で製造した。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0061

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0061】

実施例4：カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィドの合成

反応器の内温測定が可能なサーモカップル、そして窒素充填および真空をかけられる真空ライン付き5 L反応器に、パラジヨードベンゼン(p-DIB)5130 g、硫黄450 g、反応開始剤として1, 3-ジヨード-4-ニトロベンゼン4 gを含む反応物を、180に加熱して完全に溶融および混合した後、220および350 Torrの初期反応条件から始まって、最終反応温度は300、圧力は1 Torr以下まで段階的に温度上昇および圧力降下を行いながら、重合反応を進行させた。前記重合反応が80%進行した時(このような重合反応の進行程度は、「(現在粘度/目標粘度)*100%」の式で

、目標粘度に対する現在粘度の相対割合として測定し、現在粘度は、重合進行中のサンプルを採取して粘度計で測定した。)、重合中止剤として2, 2'-ジチオビスベンゾチアゾール(2, 2'-dithiobisbenzothiazole)を25 g添加し、1時間反応を進行させた。次に、前記重合反応が90%進行した時、4-Iodoaniline 25 gを添加し、10分間窒素雰囲気下で反応を進行させた後、0.5 Torr以下に徐々に真空を加えて1時間反応を進行させた後、終了して、カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィド樹脂を合成した。反応が完了した樹脂を、小型ストランドカッター機を用いてペレット形態で製造した。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0063

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0063】

実施例5：カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィドの合成

反応器の内温測定が可能なサーモカップル、そして窒素充填および真空をかけられる真空ライン付き5 L反応器に、パラジヨードベンゼン(p-DIB) 5130 g、硫黄450 g、反応開始剤として1, 3-ジヨード-4-ニトロベンゼン4 gを含む反応物を、180 に加熱して完全に溶融および混合した後、220 および350 Torrの初期反応条件から始まって、最終反応温度は300、圧力は1 Torr以下まで段階的に温度上昇および圧力降下を行いながら、重合反応を進行させた。前記重合反応が80%進行した時(このような重合反応の進行程度は、「(現在粘度/目標粘度)*100%」の式で、目標粘度に対する現在粘度の相対割合として測定し、現在粘度は、重合進行中のサンプルを採取して粘度計で測定した。)、重合中止剤として2, 2'-ジチオビスベンゾチアゾール(2, 2'-dithiobisbenzothiazole)を25 g添加し、1時間反応を進行させた。次に、前記重合反応が90%進行した時、2, 2'-dithiodibenzoic acid 51 gを添加し、10分間窒素雰囲気下で反応を進行させた後、0.5 Torr以下に徐々に真空を加えて1時間反応を進行させた後、終了して、カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィド樹脂を合成した。反応が完了した樹脂を、小型ストランドカッター機を用いてペレット形態で製造した。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0065

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0065】

実施例6：カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィドの合成

反応器の内温測定が可能なサーモカップル、そして窒素充填および真空をかけられる真空ライン付き5 L反応器に、パラジヨードベンゼン(p-DIB) 5130 g、硫黄450 g、反応開始剤として1, 3-ジヨード-4-ニトロベンゼン4 gを含む反応物を、180 に加熱して完全に溶融および混合した後、220 および350 Torrの初期反応条件から始まって、最終反応温度は300、圧力は1 Torr以下まで段階的に温度上昇および圧力降下を行いながら、重合反応を進行させた。前記重合反応が80%進行した時(このような重合反応の進行程度は、「(現在粘度/目標粘度)*100%」の式で、目標粘度に対する現在粘度の相対割合として測定し、現在粘度は、重合進行中のサンプルを採取して粘度計で測定した。)、重合中止剤として2, 2'-ジチオビスベンゾチアゾール(2, 2'-dithiobisbenzothiazole)を25 g添加し、

1時間反応を進行させた。次に、前記重合反応が90%進行した時、4,4'-dithiodianiline 51gを添加し、10分間窒素雰囲気下で反応を進行させた後、0.5 Torr以下に徐々に真空を加えて1時間反応を進行させた後、終了して、カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィド樹脂を合成した。反応が完了した樹脂を、小型ストランドカッター機を用いてペレット形態で製造した。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0067

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0067】

実施例7：カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィドの合成

反応器の内温測定が可能なサーモカップル、そして窒素充填および真空をかけられる真空ライン付き5L反応器に、パラジヨードベンゼン(p-DIB) 5130g、硫黄450g、反応開始剤として1,3-ジヨード-4-ニトロベンゼン4gを含む反応物を、180℃に加熱して完全に溶融および混合した後、220℃および350 Torrの初期反応条件から始まって、最終反応温度は300℃、圧力は1 Torr以下まで段階的に温度上昇および圧力降下を行いながら、重合反応を進行させた。前記重合反応が80%進行した時(このような重合反応の進行程度は、「(現在粘度/目標粘度)*100%」の式で、目標粘度に対する現在粘度の相対割合として測定し、現在粘度は、重合進行中のサンプルを採取して粘度計で測定した。)、重合中止剤として2,2'-ジチオビスベンゾチアゾール(2,2'-dithiobisbenzothiazole)を25g添加し、1時間反応を進行させた。次に、前記重合反応が90%進行した時、2,2'-dithiodibenzonic acid 25gを添加し、10分間窒素雰囲気下で反応を進行させた後、0.5 Torr以下に徐々に真空を加えて1時間反応を進行させた後、終了して、カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィド樹脂を合成した。反応が完了した樹脂を、小型ストランドカッター機を用いてペレット形態で製造した。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0069

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0069】

実施例8：カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィドの合成

反応器の内温測定が可能なサーモカップル、そして窒素充填および真空をかけられる真空ライン付き5L反応器に、パラジヨードベンゼン(p-DIB) 5130g、硫黄450g、反応開始剤として1,3-ジヨード-4-ニトロベンゼン4gを含む反応物を、180℃に加熱して完全に溶融および混合した後、220℃および350 Torrの初期反応条件から始まって、最終反応温度は300℃、圧力は1 Torr以下まで段階的に温度上昇および圧力降下を行いながら、重合反応を進行させた。前記重合反応が80%進行した時(このような重合反応の進行程度は、「(現在粘度/目標粘度)*100%」の式で、目標粘度に対する現在粘度の相対割合として測定し、現在粘度は、重合進行中のサンプルを採取して粘度計で測定した。)、重合中止剤として2,2'-ジチオビスベンゾチアゾール(2,2'-dithiobisbenzothiazole)を25g添加し、1時間反応を進行させた。次に、前記重合反応が90%進行した時、4,4'-dithiodianiline 25gを添加し、10分間窒素雰囲気下で反応を進行させた後、0.5 Torr以下に徐々に真空を加えて1時間反応を進行させた後、終了して、カルボ

キシ基またはアミノ基を主鎖末端に含むポリアリーレンスルフィド樹脂を合成した。反応が完了した樹脂を、小型ストランドカッター機を用いてペレット形態で製造した。

【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0071

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0071】

比較例 1

反応器の内温測定が可能なサーモカップル、そして窒素充填および真空をかけられる真空ライン付き 5 L 反応器に、パラジヨードベンゼン (p - D I B) 5130 g、硫黄 450 g、反応開始剤として 1, 3 - ジヨード - 4 - ニトロベンゼンメルカプトベンゾチアゾール 4 g を含む反応物を、180 に加熱して完全に溶融および混合した後、220 および 350 T o r r の初期反応条件から始まって、最終反応温度は 300 、圧力は 1 T o r r 以下まで段階的に温度上昇および圧力降下を行いながら、重合反応を進行させた。前記重合反応が 80 % 進行した時 (このような重合反応の進行程度は、「(現在粘度 / 目標粘度) * 100 %」の式で、目標粘度に対する現在粘度の相対割合として測定し、現在粘度は、重合進行中のサンプルを採取して粘度計で測定した。)、重合中止剤として 2, 2' - ジチオビスベンゾチアゾール (2, 2' - d i t h i o b i s b e n z o t h i a z o l e) を 25 g 添加し、10 分間窒素雰囲気下で反応を進行させた後、0.5 T o r r 以下に徐々に真空を加えて目標粘度に到達した後、反応を終了して、カルボキシ基またはアミノ基を主鎖末端に含まないポリアリーレンスルフィド樹脂を合成した。反応が完了した樹脂を、小型ストランドカッター機を用いてペレット形態で製造した。