

【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 08 G 75/02 (2016.01)

【F I】

C 08 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】0055

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0055】

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350Torrの初期反応条件から始まって、最終反応温度は300、圧力は1Torr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-Iodo benzoinic acid 51gを添加し、10分間窒素雰囲気下で反応を進行させた後、0.5Torr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】0057

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0057】

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-ニトロベンゼンメルカプトベンゾチアゾール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

より 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-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 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-Iodoaniline 25gを添加し、10分間窒素雰囲気下で反応を進行させた後、0.5Torr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350Torrの初期反応条件から始まって、最終反応温度は300、圧力は1Torr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'-dithiodibenzoinic acid 51gを添加し、10分間窒素雰囲気下で反応を進行させた後、0.5Torr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350Torrの初期反応条件から始まって、最終反応温度は300、圧力は1Torr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'-diiodianiline 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350Torrの初期反応条件から始まって、最終反応温度は300、圧力は1Torr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'-diiodobenzoic 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、0.5Torr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350Torrの初期反応条件から始まって、最終反応温度は300、圧力は1Torr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'-diiodianiline 25gを添加し、10分間窒素雰囲気下で反応を進行させた後、0.5Torr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-ニトロベンゼンメルカプトベンゾチアゾール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350Torrrの初期反応条件から始まって、最終反応温度は300、圧力は1Torrr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、10分間窒素雰囲気下で反応を進行させた後、0.5Torrr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。