

【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 7 部門第 1 区分

【発行日】令和 1 年 6 月 20 日 (2019.6.20)

【公開番号】特開 2018-101519 (P2018-101519A)

【公開日】平成 30 年 6 月 28 日 (2018.6.28)

【年通号数】公開・登録公報 2018-024

【出願番号】特願 2016-246152 (P2016-246152)

【国際特許分類】

H 0 1 M 4/62 (2006.01)

H 0 1 M 4/13 (2010.01)

【F I】

H 0 1 M 4/62 Z

H 0 1 M 4/13

【手続補正書】

【提出日】令和 1 年 5 月 16 日 (2019.5.16)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 0 0

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 0 0】

(実施例 1：ポリアクリル酸 リチウム (P A A L i) / ポリアクリロニトリル (P A N) / ポリエチレングリコール (P E G) = 6 0 / 3 0 / 1 0 の合成例)

攪拌子、温度計、冷却管を装着した 2 0 0 m l の 4 つ口セパラブルフラスコ内に、蒸留水 1 1 9 g、アクリル酸 (8 0 g, 0. 8 3 3 m o l) を加えた後、ダイヤフラムポンプで内圧を 1 0 m m H g に減圧し、窒素で内圧を常圧に戻す操作を 3 回繰り返した。アクリロニトリル (3 0 g, 0. 5 6 5 m o l)、高分子アゾ開始剤 (和光純薬社製 V P E - 0 2 0 1 (P E G 鎖数平均分子量 2 0 0 0), 1 0. 0 g, 0. 0 0 5 m o l (開始剤としてのモル数)) を加え、4 0 0 r p m で攪拌した。反応液の温度が 6 5 °C ~ 7 0 °C の間で安定するように加熱を制御しつつ、4 時間、更に温度を 8 0 °C に昇温し、4 時間反応させたところ、塊状の固形物としてバインダ樹脂組成物が得られた。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 0 4

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 0 4】

(実施例 2：ポリアクリル酸 リチウム (P A A L i) / ポリアクリロニトリル (P A N) / ポリエチレングリコール (P E G) = 5 5 / 3 0 / 1 5 の合成例)

蒸留水 1 1 8 g、アクリル酸 (5 5 g, 0. 7 6 3 m o l)、アクリロニトリル (3 0 g, 0. 5 6 5 m o l)、高分子アゾ開始剤 (和光純薬社製 V P E - 0 2 0 1 (P E G 鎖数平均分子量 2 0 0 0), 1 5. 0 g, 0. 0 0 7 5 m o l (開始剤としてのモル数))、水酸化リチウム 1 水和物 (3 1. 4 g, アクリル酸に対して 0. 9 8 当量) を用いた以外は、全て実施例 1 と同様にして合成した。反応液の不揮発分 (N V) の質量を測定したところ 1 3. 2 質量% (理論値 1 3. 5 質量%) であった。また T g は、- 5 5 °C 付近と 2 3 5 °C 付近の 2 ヶ所に観測された。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0105

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【0105】

（実施例3：ポリアクリル酸リチウム（PAA Li）／ポリアクリロニトリル（PAN）／ポリエチレングリコール（PEG）＝50／30／20の合成例）

蒸留水116 g、アクリル酸（50 g, 0.694 mol）、アクリロニトリル（30 g, 0.565 mol）、高分子アゾ開始剤（和光純薬社製 VPE-0201（PEG鎖数平均分子量2000）、20.0 g, 0.01 mol（開始剤としてのモル数））、水酸化リチウム1水和物（28.5 g, アクリル酸に対して0.98当量）を用いた以外は、全て実施例1と同様にして合成した。反応液の不揮発分（NV）を測定したところ13.0質量%（理論値13.5質量%）であった。またTgは、-55℃付近と235℃付近の2ヶ所に観測された。

【手続補正4】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0106

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【0106】

（実施例4：ポリアクリル酸リチウム（PAA Li）／ポリアクリロニトリル（PAN）／ポリエチレングリコール（PEG）＝50／20／30の合成例）

蒸留水116 g、アクリル酸（50 g, 0.694 mol）、アクリロニトリル（20 g, 0.377 mol）、高分子アゾ開始剤（和光純薬社製 VPE-0201（PEG鎖数平均分子量2000）、30.0 g, 0.015 mol（開始剤としてのモル数））、水酸化リチウム1水和物（28.5 g, アクリル酸に対して0.98当量）を用いた以外は、全て実施例1と同様にして合成した。反応液の不揮発分（NV）の質量を測定したところ13.0質量%（理論値13.5質量%）であった。またTgは、-55℃付近と235℃付近の2ヶ所に観測された。

【手続補正5】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0107

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【0107】

（実施例5：ポリアクリル酸リチウム（PAA Li）／ポリアクリロニトリル（PAN）／ポリシロキサン（Polysiloxan）＝60／30／10の合成例）

蒸留水119 g、アクリル酸（60 g, 0.833 mol）、アクリロニトリル（30 g, 0.565 mol）、高分子アゾ開始剤（和光純薬社製 VPE-1001（Polysiloxan鎖数平均分子量10000）、10.0 g, 0.001 mol（開始剤としてのモル数））、水酸化リチウム1水和物（34.2 g, アクリル酸に対して0.98当量）を用いた以外は、全て実施例1と同様にして合成した。反応液の不揮発分（NV）の質量を測定したところ13.2質量%（理論値13.5質量%）であった。またTgは、235℃付近の1ヶ所にのみ観測された。ポリシロキサン由来のTgは-100℃以下に存在しており、測定範囲外となったため、観測されなかったと考えられる。

【手続補正6】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0108

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【0108】

(実施例 6 : ポリアクリル酸 リチウム (P A A L i) / ポリアクリロニトリル (P A N) / ポリシロキサン (P o l y s i l o x a n) = 5 5 / 3 0 / 1 5 の合成例)

蒸留水 118 g、アクリル酸 (55 g, 0.763 mol)、アクリロニトリル (30 g, 0.565 mol)、高分子アゾ開始剤 (和光純薬社製 VPE-1001 (P o l y s i l o x a n 鎖数平均分子量 10000)), 15.0 g, 0.0015 mol (開始剤としてのモル数)、水酸化リチウム 1 水和物 (31.4 g, アクリル酸に対して 0.98 当量) を用いた以外は、全て実施例 1 と同様にして合成した。反応液の不揮発分 (N V) の質量を測定したところ 13.1 質量% (理論値 13.5 質量%) であった。また T g は、235℃ 付近の 1ヶ所に観測された。ポリシロキサン由来の T g は -100℃ 以下に存在しており、測定範囲外となったため、観測されなかったと考えられる。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0109

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0109】

(実施例 7 : ポリアクリル酸 リチウム (P A A L i) / ポリアクリロニトリル (P A N) / ポリシロキサン (P o l y s i l o x a n) = 5 0 / 3 0 / 1 5 の合成例)

蒸留水 116 g、アクリル酸 (50 g, 0.694 mol)、アクリロニトリル (30 g, 0.565 mol)、高分子アゾ開始剤 (和光純薬社製 VPE-1001 (P o l y s i l o x a n 鎖数平均分子量 10000)), 20.0 g, 0.002 mol (開始剤としてのモル数)、水酸化リチウム 1 水和物 (28.5 g, アクリル酸に対して 0.98 当量) を用いた以外は、全て実施例 1 と同様にして合成した。反応液の不揮発分 (N V) の質量を測定したところ 13.1 質量% (理論値 13.5 質量%) であった。また T g は、235℃ 付近の 1ヶ所に観測された。ポリシロキサン由来の T g は -100℃ 以下に存在しており、測定範囲外となったため、観測されなかったと考えられる。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0110

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0110】

(実施例 8 : ポリアクリル酸 リチウム (P A A L i) / ポリアクリロニトリル (P A N) / ポリシロキサン (P o l y s i l o x a n) = 5 0 / 2 0 / 3 0 の合成例)

蒸留水 116 g、アクリル酸 (50 g, 0.694 mol)、アクリロニトリル (20 g, 0.377 mol)、高分子アゾ開始剤 (和光純薬社製 VPE-1001 (P o l y s i l o x a n 鎖数平均分子量 10000)), 30.0 g, 0.003 mol (開始剤としてのモル数)、水酸化リチウム 1 水和物 (28.5 g, アクリル酸に対して 0.98 当量) を用いた以外は、全て実施例 1 と同様にして合成した。反応液の不揮発分 (N V) の質量を測定したところ 13.1 質量% (理論値 13.5 質量%) であった。また T g は、235℃ 付近の 1ヶ所に観測された。ポリシロキサン由来の T g は -100℃ 以下に存在しており、測定範囲外となったため、観測されなかったと考えられる。