

【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27年2月26日(2015.2.26)

【公開番号】特開2014-169458(P2014-169458A)

【公開日】平成26年9月18日(2014.9.18)

【年通号数】公開・登録公報2014-050

【出願番号】特願2014-129443(P2014-129443)

【国際特許分類】

C 08 F 259/08 (2006.01)

【F I】

C 08 F 259/08

【手続補正書】

【提出日】平成27年1月8日(2015.1.8)

【手続補正1】

【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】

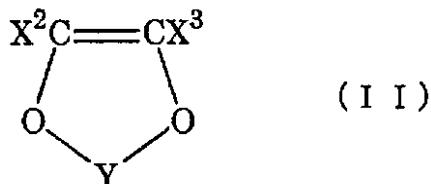
【請求項1】

テトラフルオロエチレンと、下記一般式(I)

F<sub>2</sub>C = CFO(CF<sub>2</sub>)<sub>n-1</sub>X<sup>1</sup> (I)

(式中、X<sup>1</sup>は、水素原子又はフッ素原子を表し、n-1は、1~6の整数を表す。)で表されるフルオロ(アルキルビニルエーテル)、下記一般式(II)

【化1】



(式中、X<sup>2</sup>及びX<sup>3</sup>は、同一若しくは異なって、水素原子又はフッ素原子を表し、Yは、-CR<sup>1</sup>R<sup>2</sup>-を表し、R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>は、同一若しくは異なって、フッ素原子、炭素数1~6のアルキル基又は炭素数1~6のフルオロアルキル基を表す。)で表されるビニルヘテロ環状体、及び、下記一般式(III)

CX<sup>4</sup>X<sup>5</sup> = CX<sup>6</sup>(CF<sub>2</sub>)<sub>n-2</sub>F (III)

(式中、X<sup>4</sup>、X<sup>5</sup>及びX<sup>6</sup>は、水素原子又はフッ素原子を表し、少なくとも1つはフッ素原子を表す。n-2は、1~5の整数を表す。)で表されるフルオロオレフィンよりなる群から選択される少なくとも1種と、を反応系に仕込み重合反応を行う工程(1)、並びに、

工程(1)の後に、テトラフルオロエチレン、連鎖移動剤、及び、下記一般式(I)

F<sub>2</sub>C = CFO(CF<sub>2</sub>)<sub>n-1</sub>X<sup>1</sup> (I)

(式中、X<sup>1</sup>は、水素原子又はフッ素原子を表し、n-1は、1~6の整数を表す。)で表されるフルオロ(アルキルビニルエーテル)、又は、下記一般式(III)

CX<sup>4</sup>X<sup>5</sup> = CX<sup>6</sup>(CF<sub>2</sub>)<sub>n-2</sub>F (III)

(式中、X<sup>4</sup>、X<sup>5</sup>及びX<sup>6</sup>は、水素原子又はフッ素原子を表し、少なくとも1つはフッ素原子を表す。n-2は、1~5の整数を表す。)で表されるフルオロオレフィンを反応系に導入して重合反応を行う工程(2)を含み、

前記連鎖移動剤は、炭素数1～4の水溶性アルコールであることを特徴とする変性ポリテトラフルオロエチレンの製造方法。

**【請求項2】**

工程(1)において、該工程(1)と工程(2)とを含むテトラフルオロエチレン重合体の製造工程全体で用いるテトラフルオロエチレンの転化率が85～95%となるまで重合反応を行う請求項1記載の製造方法。

**【請求項3】**

工程(1)において、一般式(I)で表されるフルオロ(アルキルビニルエーテル)、一般式(II)で表されるビニルヘテロ環状体、及び、一般式(III)で表されるフルオロオレフィンよりなる群から選択される少なくとも1種を、最終的に得られるテトラフルオロエチレン重合体を構成する一次粒子全体の0.01～0.5質量%となるように仕込む請求項1又は2記載の製造方法。

**【請求項4】**

工程(2)において、一般式(I)で表されるフルオロ(アルキルビニルエーテル)、又は、一般式(III)で表されるフルオロオレフィンを、最終的に得られるテトラフルオロエチレン重合体を構成する一次粒子全体の0.001～0.5質量%となるように導入する請求項1、2又は3記載の製造方法。

**【請求項5】**

工程(1)及び工程(2)における重合反応を、水溶性の分散剤を存在させて、水性媒体中において行う請求項1、2、3又は4記載の製造方法。

**【請求項6】**

工程(1)及び工程(2)における重合反応を、水溶性の分散剤を存在させて、水性媒体中において行うものであり、

工程(2)は、変性ポリテトラフルオロエチレンからなる一次粒子が水性媒体に分散している変性ポリテトラフルオロエチレン水性分散液を得るものであり、

更に、前記水性分散液から変性ポリテトラフルオロエチレンファインパウダーを得る工程を含む請求項1、2、3、4又は5記載の製造方法。

**【手続補正2】**

**【補正対象書類名】**明細書

**【補正対象項目名】**0062

**【補正方法】**変更

**【補正の内容】**

**【0062】**

(10)芯線密着強度

測定用被覆電線aについてMIL-C-17に準拠して測定した。

上記測定用被覆電線aは、(i)変性PTFEファインパウダー2kgに対して押出助剤(アイソパーG)を16質量%(381g)を混合し、12時間常温で熟成したのち、10メッシュのSUS金網を通して予備成形機(田端機械工業社製)にて予備成形を行い、(ii)得られた予備成形体を50mmの電線成形機(田端機械工業社社製)にて押出したのち、(iii)乾燥及び(iv)焼成を行い冷却して得られる、被覆層厚み0.58mmの被覆電線である。

なお、(i)の予備成形は、ラム速度を100mm/分として、3MPaの圧力下、常温環境下にて10分間行った。(ii)予備成形体の押出は、芯線として、AWG24、外径0.511mmのニッケルメッキ銅線を用い、ラム速度13mm/分、芯線速度10m/分にて押し出した。また、(iii)乾燥は、(ii)の工程から得られる押出物を160℃に設定したキャブスタンへ通した後、200℃、250℃、280℃と段階的に設定した乾燥炉へ通して行い、(iv)焼成は、280℃から400℃に段階的に設定した焼成炉に10m/分にて通過させて行った。

**【手続補正3】**

**【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】

(11)自己巻き耐熱性

自己巻き耐熱試験体を335に2時間置いたのち常温に取り出して放置冷却したときには、巻き付け部分（下記測定用被覆電線a1の該当部分）に生じたクラックの個数を目視観察にて数えた。

上記自己巻き耐熱試験体は、上記測定用被覆電線aを芯線方向において任意の箇所p1にてU字型に曲げ、上記測定用被覆電線aを上記箇所p1を境にして一方を測定用被覆電線a1、他方を測定用被覆電線a2に分けて示した際に、上記測定用被覆電線a1において上記箇所p1から長さ50mmの箇所p2を上記測定用被覆電線a2に接触させ上記接触箇所から上記測定用被覆電線a1を上記測定用被覆電線a2に10回巻き付け上記10回目を巻き付けたところで上記測定用被覆電線a1を上記測定用被覆電線a2に結びつけて固定したものである。上記巻き付けは、図1の写真に示すように、n回目の巻き付けを(n-1)回目に巻き付けた測定用被覆電線a1部分に接触させて行った。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0082

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0082】

比較例1

WO00/02935号公報、実施例2に記載の方法に従い、乳化重合を行うことにより、PPVE単位を有するTFE重合体からなるTFE重合体粉末を調製した。

得られたTFE重合体粉末を用いて、TFE重合体中のPPVE含有量を測定したところ、0.110質量%であった。また、上記TFE重合体粉末の標準比重(SSG)は2.177であった。

更に、上記TFE重合体粉末について、熱不安定指数、押出圧力及びヘイズ値を測定した。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0085

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0085】

比較例5

特公平8-26102号公報、実施例2に記載の方法に従い、芯部にパーカルオロブチルエチレン[PBVE]単位を有し、殻部にHFP単位を有する二層構造のTFE重合体からなるTFE重合体粉末を調製した。

得られたTFE重合体粉末を用いて、PBVE単位及びHFP単位を測定した。

更に、上記TFE重合体粉末について、押出圧力及びヘイズ値を測定した。

各比較例の結果を、表3に示す。