

【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)

【FI】

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

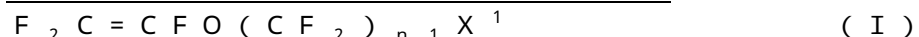
【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

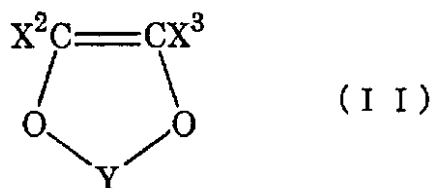
【請求項 1】

テトラフルオロエチレンと、下記一般式 (I)

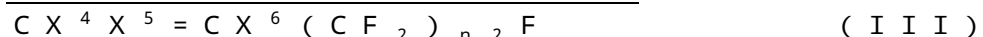


(式中、 X^1 は、水素原子又はフッ素原子を表し、 $n-1$ は、1 ~ 6 の整数を表す。) で表されるフルオロ (アルキルビニルエーテル)、下記一般式 (II)

【化 1】

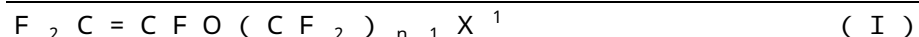


(式中、 X^2 及び X^3 は、同一若しくは異なって、水素原子又はフッ素原子を表し、Y は、 $-C R^1 R^2-$ を表し、 R^1 及び R^2 は、同一若しくは異なって、フッ素原子、炭素数 1 ~ 6 のアルキル基又は炭素数 1 ~ 6 のフルオロアルキル基を表す。) で表されるビニルヘテロ環状体、及び、下記一般式 (III)



(式中、 X^4 、 X^5 及び X^6 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)



(式中、 X^1 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)



(式中、 X^4 、 X^5 及び X^6 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 (I I) で表されるビニルヘテロ環状体、及び、一般式 (I I I) 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 (I I I) 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 M I L - 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 P T F E ファインパウダー 2 k g に対して押出助剤 (アイソパー G) を 16 質量 % (381 g) を混合し、12 時間常温で熟成したのち、10 メッシュの S U S 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、(i i) 得られた予備成形体を 50 m m の電線成形機 (田端機械工業社製) にて押出したのち、(i i i) 乾燥及び (i v) 焼成を行い冷却して得られる、被覆層厚み 0.58 m m の被覆電線である。

なお、(i) の予備成形は、ラム速度を 100 m m / 分として、3 M P a の圧力下、常温環境下にて 10 分間行った。(i i) 予備成形体の押出は、芯線として、A W G 24、外径 0.511 m m のニッケルメッキ銅線を用い、ラム速度 13 m m / 分、芯線速度 10 m / 分にて押し出した。また、(i i i) 乾燥は、(i i) 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き、(i v) 焼成は、280 から 400 に段階的に設定した焼成炉に 10 m / 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】 0 0 6 3

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 6 3 】

(1 1) 自己巻き耐熱性

自己巻き耐熱試験体を 3 3 5 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、巻き付け部分（下記測定用被覆電線 a 1 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 p 1 にて U 字型に曲げ、上記測定用被覆電線 a を上記箇所 p 1 を境にして一方を測定用被覆電線 a 1、他方を測定用被覆電線 a 2 に分けて示した際に、上記測定用被覆電線 a 1 において上記箇所 p 1 から長さ 5 0 mm の箇所 p 2 を上記測定用被覆電線 a 2 に接触させ上記接触箇所から上記測定用被覆電線 a 1 を上記測定用被覆電線 a 2 に 1 0 回巻き付け上記 1 0 回目を巻き付けたところで上記測定用被覆電線 a 1 を上記測定用被覆電線 a 2 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 a 1 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】 0 0 8 2

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 8 2 】

比較例 1

W O 0 0 / 0 2 9 3 5 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、P P V E 単位を有する T F E 重合体からなる T F E 重合体粉末を調製した。

得られた T F E 重合体粉末を用いて、T F E 重合体中の P P V E 含有量を測定したところ、0 . 1 1 0 質量 % であった。また、上記 T F E 重合体粉末の標準比重〔 S S G 〕は 2 . 1 7 7 であった。

更に、上記 T F E 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】 0 0 8 5

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 8 5 】

比較例 5

特公平 8 - 2 6 1 0 2 号公報、実施例 2 に記載の方法に従い、芯部にパーフルオロブチルエチレン〔 P B V E 〕単位を有し、殻部に H F P 単位を有する二層構造の T F E 重合体からなる T F E 重合体粉末を調製した。

得られた T F E 重合体粉末を用いて、P B V E 単位及び H F P 単位を測定した。

更に、上記 T F E 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。