

【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 6 月 23 日 (2016.6.23)

【公表番号】特表 2015-516024 (P2015-516024A)

【公表日】平成 27 年 6 月 4 日 (2015.6.4)

【年通号数】公開・登録公報 2015-036

【出願番号】特願 2015-511523 (P2015-511523)

【国際特許分類】

C 0 8 F 8/22 (2006.01)

C 0 8 F 8/06 (2006.01)

C 0 8 F 2/24 (2006.01)

C 0 8 F 14/00 (2006.01)

【F I】

C 0 8 F 8/22

C 0 8 F 8/06

C 0 8 F 2/24 Z

C 0 8 F 14/00 5 1 0

【手続補正書】

【提出日】平成 28 年 4 月 28 日 (2016.4.28)

【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】

フッ素化ポリマー樹脂の熱誘起変色を低減させるプロセスであって、前記フッ素化ポリマー樹脂は、水性分散媒体中のフルオロモノマーを重合して水性フッ素化ポリマー分散体を形成するステップ、前記水性分散媒体から湿潤形態のフッ素化ポリマー樹脂を分離することにより前記水性媒体から前記フッ素化ポリマー樹脂を単離するステップ、および、乾燥させて乾燥形態のフッ素化ポリマー樹脂を生成するステップにより生成され、

湿潤もしくは乾燥形態の前記水性フッ素化ポリマー分散体および/または前記フッ素化ポリマー樹脂を前処理するステップ、ならびに

乾燥形態の前記フッ素化ポリマー樹脂をフッ素に曝露させるステップを含むプロセス。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 5 9

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 5 9】

溶融加工性フッ素化ポリマーに係る熱誘起変色の計測として上記の試験法セクションにおいて記載されているとおり、前処理前の粉末、 H_2O_2 （分散体前処理）後の粉末、オゾン乾燥（樹脂前処理）後の粉末、押出しペレットおよびフッ素化ペレットを成形して、カラーフィルムを生成する。計測した色を表 2 に示す。分散体の前処理およびフッ素化ポリマー樹脂の単離後に得られる L^* は 37.4 であって、21.4% の L^* の変化% を伴っており、 H_2O_2 による分散体前処理後にかなり向上した色を示す。オゾンによるその後の乾燥ステップ後に得られる L^* は 67.6 であって、77.5% の L^* の変化% を伴っており

、この第2の前処理を用いた場合におけるかなり顕著に向上した色を示す。その後のフッ素に対する曝露後に得られる L^* は75.9であって、92.9%の L^* の変化%を伴っており、前処理とフッ素化とを組み合わせた場合におけるさらに優れた向上を示す。押出し機における条件はフィルムテストチップを得る成形操作における条件よりも厳しく、温度が高く、せん断速度が高く、および、滞留時間が長いことにも注目すべきである。押出し機における条件をさらに厳しくすることにより、ポリマー樹脂をフッ素に対して曝露する前の成形された粉末サンプルと比較して、初期の L^* が低い押出しペレットのテストチップが得られる。

本発明は以下の実施の態様を含むものである。

1. フッ素化ポリマー樹脂の熱誘起変色を低減させるプロセスであって、前記フッ素化ポリマー樹脂は、水性分散媒体中のフルオロモノマーを重合して水性フッ素化ポリマー分散体を形成するステップ、前記水性媒体から湿潤形態のフッ素化ポリマー樹脂を分離することにより前記水性媒体から前記フッ素化ポリマーを単離するステップ、および、乾燥させて乾燥形態のフッ素化ポリマー樹脂を生成するステップにより生成され、

湿潤もしくは乾燥形態の前記水性フッ素化ポリマー分散体および/または前記フッ素化ポリマー樹脂を前処理するステップ、ならびに

乾燥形態の前記フッ素化ポリマー樹脂をフッ素に曝露させるステップを含むプロセス。

2. 前記プロセスが、CIE L A Bカラースケールにおける L^* の変化%による計測で、熱誘起変色を少なくとも約10%低減させる、前記1.に記載のプロセス。

3. 前記水性フッ素化ポリマー分散体が、前記熱誘起変色を引き起こす炭化水素系界面活性剤を含有する前記1.または2.に記載のプロセス。

4. 前記フッ素化ポリマー分散体が炭化水素系界面活性剤の存在下で重合される、前記3.に記載のプロセス。

5. 前記フッ素化ポリマー樹脂が溶融加工性である、前記1.～4.のいずれかに記載のプロセス。

6. 前記フッ素化ポリマー樹脂をフッ素に曝露させる前記ステップが、前記フッ素化ポリマー樹脂の融点より高い温度で実施される、前記5.に記載のプロセス。

7. 前記フッ素化ポリマー樹脂をフッ素に曝露させる前記ステップが、その融点を超える温度～約400に加熱された前記フッ素化ポリマー樹脂で実施される、前記6.に記載のプロセス。

8. 前記フッ素化ポリマー樹脂をフッ素に曝露させる前記ステップが、前記フッ素化ポリマー樹脂の融点より低い温度で実施される、前記1.に記載のプロセス。

9. フッ素化ポリマー樹脂をフッ素に曝露させる前記ステップが、約20～約250の温度に加熱された前記フッ素化ポリマー樹脂で実施される、前記8.に記載のプロセス。

10. 前記フッ素化ポリマー樹脂が、前記CIE L A Bカラースケールで、パーフルオロオクタン酸アンモニウムフッ素系界面活性剤を用いて製造された同等の商業的品質のフッ素化ポリマー樹脂の L^* 値よりも少なくとも約4Lユニット低い初期熱誘起変色値(L^*_i)を有する、前記1.～9.のいずれかに記載のプロセス。

11. 前記水性フッ素化ポリマー分散体および/または前記フッ素化ポリマー樹脂の前記前処理ステップが、前記水性フッ素化ポリマー分散体および/または前記フッ素化ポリマー樹脂を酸化剤に曝露させるステップを含む、前記1.～10.のいずれかに記載のプロセス。

12. 前記酸化剤が酸素源を含む、前記11.に記載のプロセス。

13. 前記前処理ステップと、乾燥形態の前記フッ素化ポリマー樹脂をフッ素に曝露させるステップとの組み合わせによってもたらされる前記CIE L A Bカラースケールにおける L^* の変化%により計測される前記熱誘起変色の低減が、乾燥形態の前記フッ素化ポリマー樹脂を同量のフッ素に曝露させることのみによってもたらされる前記CIE L A Bカラースケールにおける前記 L^* の変化%よりも少なくとも約10%大きい、前記1.～1

2 . のいずれかに記載のプロセス。

1 4 . 熱誘起変色の所与のレベルの低減のために、前記前処理ステップと、乾燥形態の前記フッ素化ポリマー樹脂をフッ素に曝露させるステップとの組み合わせが、乾燥形態の前記フッ素化ポリマー樹脂をフッ素に曝露させるステップのみと比してフッ素の必要量を約 1 0 % 低減させる、前記 1 . ~ 1 3 . のいずれかに記載のプロセス。