

【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】令和4年4月1日(2022.4.1)

【国際公開番号】WO2021/015291

【出願番号】特願2021-534095(P2021-534095)

【国際特許分類】

C 08 F 14/18(2006.01)

C 08 F 2/24(2006.01)

C 08 F 4/28(2006.01)

10

【F I】

C 08 F 14/18

C 08 F 2/24 Z

C 08 F 4/28

【手続補正書】

【提出日】令和4年1月14日(2022.1.14)

【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

20

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

炭化水素系界面活性剤及び重合開始剤の存在下、pHが4.0以上の水性媒体中で、フルオロモノマーを重合してフルオロポリマーを得る重合工程を含み、前記炭化水素系界面活性剤はカルボン酸型であり、前記重合開始剤がレドックス開始剤であることを特徴とするフルオロポリマーの製造方法。

【請求項2】

アニオン性の炭化水素系界面活性剤及び重合開始剤の存在下、水性媒体中で、フルオロモノマーを重合してフルオロポリマーを得る重合工程を含み、前記炭化水素系界面活性剤が、前記炭化水素系界面活性剤の塩を含み、前記炭化水素系界面活性剤はカルボン酸型であり、前記重合開始剤がレドックス開始剤であることを特徴とするフルオロポリマーの製造方法。

30

【請求項3】

前記重合工程は、実質的に有機酸の形態の前記炭化水素系界面活性剤の非存在下で重合する請求項1又は2記載の製造方法。

【請求項4】

前記レドックス開始剤は、塩である酸化剤と塩である還元剤との組合せである請求項1～3のいずれかに記載の製造方法。

40

【請求項5】

前記レドックス開始剤は、過マンガン酸カリウム／シュウ酸アンモニウム、臭素酸カリウム／亜硫酸アンモニウム、及び、セリウム硝酸アンモニウム／シュウ酸アンモニウムからなる群より選択される少なくとも1種である請求項1～4のいずれかに記載の製造方法。

【請求項6】

前記重合工程は、前記炭化水素系界面活性剤を含む組成物を重合開始後に添加する添加工程を含む請求項1～5のいずれかに記載の製造方法。

【請求項7】

前記組成物は、pHが5.0以上である水溶液である請求項6記載の製造方法。

【請求項8】

50

前記組成物に含まれる前記炭化水素系界面活性剤はカルボン酸型である請求項6又は7記載の製造方法。

【請求項 9】

前記重合工程は、実質的に含フッ素界面活性剤の非存在下にフルオロモノマーを重合する請求項1～8のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 10】

前記フルオロポリマーは、ポリテトラフルオロエチレンである請求項1～9のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 11】

前記ポリテトラフルオロエチレンは、延伸可能なものである請求項1～10記載の製造方法。 10

【請求項 12】

ポリテトラフルオロエチレン、及び、
マンガン、臭素及びセリウムからなる群より選択される少なくとも1種の原子を含み、
実質的に含フッ素界面活性剤を含まない
ことを特徴とするポリテトラフルオロエチレン組成物。

【請求項 13】

前記マンガン、臭素及びセリウムからなる群より選択される少なくとも1種の原子は、マンガンである請求項1～2記載のポリテトラフルオロエチレン組成物。

【請求項 14】

前記マンガンの含有量が0.1質量%以下である請求項1～2又は1～3記載のポリテトラフルオロエチレン組成物。 20

【請求項 15】

240の温度で熱処理し、下記条件(A)で作製した延伸ビードの下記条件(X)で測定した破断強度が29.0N以上であり、
実質的に含フッ素界面活性剤を含まない
ことを特徴とするポリテトラフルオロエチレン粉末。

条件(A)：

ポリテトラフルオロエチレン粉末100gに、潤滑剤21.7gを添加し、室温にてガラスピン中で3分間混合する。次いで、ガラスピンを、押出前少なくとも1時間、室温(25)に放置し、潤滑化樹脂を得る。潤滑化樹脂をオリフィス(直径2.5mm、ランド長11mm、導入角30°)を通して、室温で100:1の減速比でペースト押出し、均一なビードを得る。押出スピードは、20インチ/分とする。

上記のペースト押出により得られた潤滑剤を含むポリテトラフルオロエチレン押出ビードを230で30分間乾燥し、潤滑剤をビードから除去することで乾燥されたポリテトラフルオロエチレン押出ビードを得る。次に、乾燥されたポリテトラフルオロエチレン押出ビードを適当な長さに切断し、クランプ間隔が1.5インチの間隔となるよう、各末端をクランプに固定し、空気循環炉中で300に加熱する。次いでクランプを2400%に相当する分離距離となるまで1000%/秒で離し、ストレッチ試験を実施して延伸ビードを得る。

条件(X)：

前記延伸ビードについて、5.0cmのゲージ長である可動ジョーにおいて挟んで固定し、25で300mm/分の速度で引っ張り試験を行い、破断した時の強度を破断強度とする。

【請求項 16】

240の温度で熱処理し、下記条件(B)で作製した延伸ビードの下記条件(X)で測定した破断強度が22.0N以上であり、
実質的に含フッ素界面活性剤を含まない
ことを特徴とするポリテトラフルオロエチレン粉末。

条件(B)：

ポリテトラフルオロエチレン粉末100gに、潤滑剤21.7gを添加し、室温にてガラ 50

スピンドル中で3分間混合する。次いで、ガラススピンドルを、押出前少なくとも1時間、室温(25)に放置し、潤滑化樹脂を得る。潤滑化樹脂をオリフィス(直径2.5mm、ランド長11mm、導入角30°)を通して、室温で100:1の減速比でペースト押出し、均一なビードを得る。押出スピードは、20インチ/分とする。

上記のペースト押出により得られた潤滑剤を含むポリテトラフルオロエチレン押出ビードを230で30分間乾燥し、潤滑剤をビードから除去することで乾燥されたポリテトラフルオロエチレン押出ビードを得る。次に、乾燥されたポリテトラフルオロエチレン押出ビードを適当な長さに切断し、クランプ間隔が2.0インチの間隔となるよう、各末端をクランプに固定し、空気循環炉中で300に加熱する。次いでクランプを2400%に相当する分離距離となるまで100%/秒で離し、ストレッチ試験を実施して延伸ビードを得る。

条件(X)：

前記延伸ビードについて、5.0cmのゲージ長である可動ジョイントにおいて挟んで固定し、25で300mm/分の速度で引っ張り試験を行い、破断した時の強度を破断強度とする。

【請求項17】

下記条件(A)で作製した延伸ビードの下記条件(X)で測定した破断強度が34.0N以上であり、

実質的に含フッ素界面活性剤を含まない

ことを特徴とするポリテトラフルオロエチレン粉末。

条件(A)：

ポリテトラフルオロエチレン粉末100gに、潤滑剤21.7gを添加し、室温にてガラススピンドル中で3分間混合する。次いで、ガラススピンドルを、押出前少なくとも1時間、室温(25)に放置し、潤滑化樹脂を得る。潤滑化樹脂をオリフィス(直径2.5mm、ランド長11mm、導入角30°)を通して、室温で100:1の減速比でペースト押出し、均一なビードを得る。押出スピードは、20インチ/分とする。

上記のペースト押出により得られた潤滑剤を含むポリテトラフルオロエチレン押出ビードを230で30分間乾燥し、潤滑剤をビードから除去することで乾燥されたポリテトラフルオロエチレン押出ビードを得る。次に、乾燥されたポリテトラフルオロエチレン押出ビードを適当な長さに切断し、クランプ間隔が1.5インチの間隔となるよう、各末端をクランプに固定し、空気循環炉中で300に加熱する。次いでクランプを2400%に相当する分離距離となるまで1000%/秒で離し、ストレッチ試験を実施して延伸ビードを得る。

条件(X)：

前記延伸ビードについて、5.0cmのゲージ長である可動ジョイントにおいて挟んで固定し、25で300mm/分の速度で引っ張り試験を行い、破断した時の強度を破断強度とする。

【請求項18】

下記条件(B)で作製した延伸ビードの下記条件(X)で測定した破断強度が29.0N以上であり、

実質的に含フッ素界面活性剤を含まない

ことを特徴とするポリテトラフルオロエチレン粉末。

条件(B)：

ポリテトラフルオロエチレン粉末100gに、潤滑剤21.7gを添加し、室温にてガラススピンドル中で3分間混合する。次いで、ガラススピンドルを、押出前少なくとも1時間、室温(25)に放置し、潤滑化樹脂を得る。潤滑化樹脂をオリフィス(直径2.5mm、ランド長11mm、導入角30°)を通して、室温で100:1の減速比でペースト押出し、均一なビードを得る。押出スピードは、20インチ/分とする。

上記のペースト押出により得られた潤滑剤を含むポリテトラフルオロエチレン押出ビードを230で30分間乾燥し、潤滑剤をビードから除去することで乾燥されたポリテトラ

10

20

30

40

50

フルオロエチレン押出ビードを得る。次に、乾燥されたポリテトラフルオロエチレン押出ビードを適當な長さに切断し、クランプ間隔が 2 . 0 インチの間隔となるよう、各末端をクランプに固定し、空気循環炉中で 3 0 0 ℃ に加熱する。次いでクランプを 2 4 0 0 % に相当する分離距離となるまで 1 0 0 % / 秒で離し、ストレッチ試験を実施して延伸ビードを得る。

条件 (X) :

前記延伸ビードについて、5 . 0 cm のゲージ長である可動ジョーにおいて挟んで固定し、25 ℃ で 3 0 0 mm / 分の速度で引っ張り試験を行い、破断した時の強度を破断強度とする。

10

20

30

40

50