

【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9月17日(2015.9.17)

【公表番号】特表2014-521806(P2014-521806A)

【公表日】平成26年8月28日(2014.8.28)

【年通号数】公開・登録公報2014-046

【出願番号】特願2014-523985(P2014-523985)

【国際特許分類】

C 0 8 G 69/32 (2006.01)

D 0 1 F 6/80 (2006.01)

【F I】

C 0 8 G	69/32	
D 0 1 F	6/80	3 3 1

【手続補正書】

【提出日】平成27年7月27日(2015.7.27)

【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】

2-(4-アミノフェニル)-5(6)アミノベンズイミダゾール(DAPBI)、p-フェニレンジアミン、およびテレフタロイルジクロライドの残基を含むポリマーの製造方法であって、

a) DAPBIおよびp-フェニレンジアミンを有機溶媒と無機塩とを含む溶媒系に懸濁したスラリーを形成する工程；

b) 化学量論量のテレフタロイルジクロライドを前記スラリーに1回の添加で添加し、前記ポリマーを生成させる工程；

を含む方法。

【請求項2】

2-(4-アミノフェニル)-5(6)アミノベンズイミダゾール(DAPBI)、p-フェニレンジアミン(PPD)、およびテレフタロイルジクロライドの残基を含むポリマーであって、PPDリッチオリゴマー不純物を実質的に含まないポリマー。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0057

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0057】

バスケット攪拌機、窒素入口／出口を備えた1リットルの反応釜に、NMP/CaCl₂プレミックス(8.3重量%(塩の重量／塩と溶媒の全重量))59.98グラム、NMP224.73グラム、およびPPD2.852グラム(0.026モル)を添加した。PPDが全部、溶媒に完全に溶解するまで混合物を室温で攪拌した。次いで、DAPBI、11.846グラム(0.053モル)を添加し、室温でさらに15分間攪拌した。溶液は、不溶のDAPBIのため乳白色に見えた。氷水浴に入れることにより混合物を10未満に冷却し、15分間攪拌した。TC1、12.875グラム(0.063モル)を添加し、5分間攪拌した。氷水浴を取り除き、TC1の第2部、3.219グラム(0

.016モル)を全部一度に添加し、攪拌した。溶液は、非常に粘度が高くなり、4分以内にゲル化し、さらに25分間攪拌し続けた。高粘度のポリマー塊をWaring(登録商標)ブレンダーに移して、小粒子に粉碎し、数回洗浄し、溶媒(NMP/CaCl₂)および重合により生じた過剰のHC1を除去した。次いで、ポリマーをさらに数回洗浄した。ポリマーをトレイに移し入れ、窒素を連続的に流通させた120の真空オーブンで終夜乾燥した。試験方法に準拠して硫酸に溶解することにより測定したポリマー固有粘度は5.58d1/gであった。

次に、本発明の態様を示す。

1. 2-(4-アミノフェニル)-5(6)アミノベンズイミダゾール(DAPBI)、p-フェニレンジアミン、およびテレフタロイルジクロライドの残基を含むポリマーの製造方法であって、
 - a) DAPBIおよびp-フェニレンジアミンを有機溶媒と無機塩とを含む溶媒系に懸濁したスラリーを形成する工程；
 - b) 化学量論量のテレフタロイルジクロライドを前記スラリーに1回の添加で添加し、前記ポリマーを生成させる工程；
2. 前記有機溶媒がN-メチル-2-ピロリドン(NMP)またはジメチルアセトアミド(DMAC)である、上記1に記載の方法。
3. 前記無機塩がLiClまたはCaCl₂である、上記1または2に記載の方法。
4. 前記溶媒系がNMP/CaCl₂である、上記1~3のいずれか一項に記載の方法。
5. 工程b)が攪拌下で行われる、上記1~4のいずれか一項に記載の方法。
6. 前記ポリマーを前記溶媒系から単離する工程をさらに含む、上記1~5のいずれか一項に記載の方法。
7. 前記ポリマーを粉碎する工程をさらに含む、上記6に記載の方法。
8. 前記ポリマーを1つ以上の洗浄工程、中和工程、またはその両方で処理することをさらに含む、上記6に記載の方法。
9. 前記ポリマーを1つ以上の洗浄工程、中和工程、またはその両方で処理することをさらに含む、上記7に記載の方法。
10. 硫酸を含む溶媒に前記ポリマーを溶解し、繊維の紡糸に好適な溶液を形成する工程をさらに含む、上記8に記載の方法。
11. 硫酸を含む溶媒に前記ポリマーを溶解し、繊維の紡糸に好適な溶液を形成する工程をさらに含む、上記9に記載の方法。
12. 前記DAPBIとフェニレンジアミンが0.25~4の範囲のモル比で存在する、上記1~11のいずれか一項に記載の方法。
13. NMP/CaCl₂のCaCl₂重量パーセントが0.3~10%の範囲である、上記4に記載の方法。
14. 前記工程(a)のスラリーの形成に使用されるDAPBIの量が0.3~9重量%の範囲である、上記1~13のいずれか一項に記載の方法。
15. 前記工程(a)のスラリーの形成に使用されるp-フェニレンジアミンの量が0.15~6.0重量%の範囲である、上記1に記載の方法。
16. 2-(4-アミノフェニル)-5(6)アミノベンズイミダゾール(DAPBI)、p-フェニレンジアミン(PPD)、およびテレフタロイルジクロライドの残基を含むポリマーであって、PPDリッチオリゴマー不純物を実質的に含まないポリマー。
17. 固有粘度が2d1/gより大きい、上記16に記載のポリマー。
18. 固有粘度が4d1/g以上である、上記17に記載のポリマー。