

【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 ( D A P B I )、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 ) D A P B I 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 ( D A P B I )、p - フェニレンジアミン ( P P D )、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、P P D 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】0 0 5 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 5 7 】

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、N M P / C a C l<sub>2</sub> プレミックス ( 8 . 3 重量 % ( 塩の重量 / 塩と溶媒の全重量 ) ) 5 9 . 9 8 グラム、N M P 2 2 4 . 7 3 グラム、および P P D 2 . 8 5 2 グラム ( 0 . 0 2 6 モル ) を添加した。P P D 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、D A P B I、1 1 . 8 4 6 グラム ( 0 . 0 5 3 モル ) を添加し、室温でさらに 1 5 分間攪拌した。溶液は、不溶の D A P B I 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 1 0 未満に冷却し、1 5 分間攪拌した。T C l、1 2 . 8 7 5 グラム ( 0 . 0 6 3 モル ) を添加し、5 分間攪拌した。氷水浴を取り除き、T C l の第 2 部、3 . 2 1 9 グラム ( 0

． 0 1 6 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 2 5 分間攪拌し続けた。高粘度のポリマー塊を W a r i n g (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 ( N M P / C a C l<sub>2</sub> ) および重合により生じた過剰の H C l 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 1 2 0 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 . 5 8 d l / 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 ( D A P B I ) 、 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 ) D A P B I 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。

2 . 前記有機溶媒が N - メチル - 2 - ピロリドン ( N M P ) またはジメチルアセトアミド ( D M A C ) である、上記 1 に記載の方法。

3 . 前記無機塩が L i C l または C a C l<sub>2</sub> である、上記 1 または 2 に記載の方法。

4 . 前記溶媒系が N M P / C a C l<sub>2</sub> 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。

1 0 . 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。

1 1 . 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。

1 2 . 前記 D A P B I とフェニレンジアミンが 0 . 2 5 ~ 4 の範囲のモル比で存在する、上記 1 ~ 1 1 のいずれか一項に記載の方法。

1 3 . N M P / C a C l<sub>2</sub> の C a C l<sub>2</sub> 重量パーセントが 0 . 3 ~ 1 0 % の範囲である、上記 4 に記載の方法。

1 4 . 前記工程 ( a ) のスラリーの形成に使用される D A P B I の量が 0 . 3 ~ 9 重量 % の範囲である、上記 1 ~ 1 3 のいずれか一項に記載の方法。

1 5 . 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 . 1 5 ~ 6 . 0 重量 % の範囲である、上記 1 に記載の方法。

1 6 . 2 - ( 4 - アミノフェニル ) - 5 ( 6 ) アミノベンズイミダゾール ( D A P B I ) 、 p - フェニレンジアミン ( P P D ) 、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、 P P D リッチオリゴマー不純物を実質的に含まないポリマー。

1 7 . 固有粘度が 2 d l / g より大きい、上記 1 6 に記載のポリマー。

1 8 . 固有粘度が 4 d l / g 以上である、上記 1 7 に記載のポリマー。