

【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18年4月20日(2006.4.20)

【公表番号】特表2005-523979(P2005-523979A)

【公表日】平成17年8月11日(2005.8.11)

【年通号数】公開・登録公報2005-031

【出願番号】特願2004-501472(P2004-501472)

【国際特許分類】

**C 0 8 F 214/26 (2006.01)**

【F I】

C 0 8 F 214/26

【手続補正書】

【提出日】平成18年3月1日(2006.3.1)

【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】

約0.5～約10重量%のフッ素化ビニルエーテルを含有する、テトラフルオロエチレンの焼結性共重合体を含み、前記共重合体が約 $1 \times 10^6$  Pa・Sを超える溶融クリープ粘度を有することを特徴とする変性ポリテトラフルオロエチレン粉末。

【請求項2】

加圧テトラフルオロエチレンを、溶解したフリーラジカル重合開始剤を含有する攪拌された液状媒体を含有する重合容器内に供給するステップであって、前記重合容器が初期量のフッ素化ビニルエーテルを含有するステップと、

いかなる有効な量のテロゲン性試剤もなしで重合を実施するステップと、

重合開始後、フッ素化ビニルエーテルを約0.5～約10重量%の前記フッ素化ビニルエーテルを有するテトラフルオロエチレンの焼結性共重合体を生じるのに十分な量で連続的に添加するステップであって、前記共重合体が約 $1 \times 10^6$  Pa・Sを超える溶融クリープ粘度を有するステップとによる、テトラフルオロエチレンとフッ素化ビニルエーテルとを懸濁重合法中で重合する方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0026

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0026】

本発明の方法では、少量の非テロゲン性フッ素化界面活性剤が重合助剤として使用できる。このような非テロゲン性フッ素化界面活性剤の量は、重合に用いられる液状媒体量を基準として、重量で好ましくは1000ppm未満、より好ましくは500ppm未満、そして最も好ましくは100ppm未満である。このような界面活性剤としては、例えば米国特許公報(特許文献5)で開示されたアンモニウムペルフルオロオクタノエート、アンモニウム-ヒドロペルフルオロノナノエート、およびペルフルオロアルキルエタンスルホン酸およびそれらの塩が挙げられる。本発明の樹脂製造において特に有用なのは、比較的少量のペルフルオロ(ポリエーテル)カルボン酸またはジカルボン酸、あるいはペルフルオロ(ポリエーテル)スルホン酸またはジスルホン酸、あるいはそれらの塩である。

このような界面活性剤の使用は、ビニルエーテルモノマーの組み込みと、全体的重合速度を高める傾向がある。

以下に、本発明の好ましい態様を示す。

1. 約0.5～約10重量%のフッ素化ビニルエーテルを含有する、テトラフルオロエチレンの焼結性共重合体を含み、前記共重合体が約 $1 \times 10^6$  Pa・Sを超える溶融クリープ粘度を有することを特徴とする変性ポリテトラフルオロエチレン粉末。
2. 前記焼結性共重合体が約1～約7重量%の前記フッ素化ビニルエーテルを含有することを特徴とする1.に記載の変性ポリテトラフルオロエチレン粉末。
3. 前記焼結性共重合体が約 $1 \times 10^7$  Pa・Sを超える溶融クリープ粘度を有することを特徴とする1.に記載の変性ポリテトラフルオロエチレン粉末。
4. 前記フッ素化ビニルエーテルがペルフルオロ（アルキルビニルエーテル）であり、アルキル基が1～5個の炭素原子を含有することを特徴とする1.に記載の変性ポリテトラフルオロエチレン粉末。
5. 前記ペルフルオロ（アルキルビニルエーテル）がペルフルオロ（プロピルビニルエーテル）であることを特徴とする4.に記載の変性ポリテトラフルオロエチレン粉末。
6. 前記ペルフルオロ（アルキルビニルエーテル）がペルフルオロ（エチルビニルエーテル）であることを特徴とする4.に記載の変性ポリテトラフルオロエチレン粉末。
7. 前記ペルフルオロ（アルキルビニルエーテル）がペルフルオロ（メチルビニルエーテル）であることを特徴とする4.に記載の変性ポリテトラフルオロエチレン粉末。
8. MIT屈曲寿命による測定で50,000サイクルを超える応力亀裂抵抗を有することを特徴とする1.に記載の変性ポリテトラフルオロエチレン粉末。
9. 加圧テトラフルオロエチレンを、溶解したフリーラジカル重合開始剤を含有する攪拌された液状媒体を含有する重合容器内に供給するステップであって、前記重合容器が初期量のフッ素化ビニルエーテルを含有するステップと、

いかなる有効な量のテロゲン性試剤もなしで重合を実施するステップと、

重合開始後、フッ素化ビニルエーテルを約0.5～約10重量%の前記フッ素化ビニルエーテルを有するテトラフルオロエチレンの焼結性共重合体を生じるのに十分な量で連続的に添加するステップであって、前記共重合体が約 $1 \times 10^6$  Pa・Sを超える溶融クリープ粘度を有するステップとによる、テトラフルオロエチレンとフッ素化ビニルエーテルとを懸濁重合法中で重合する方法。

10. 前記液状媒体が水であることを特徴とする9.に記載の方法。
11. 十分な量のフッ素化ビニルエーテルを添加して、約1～約7重量%の前記フッ素化ビニルエーテルを含有する焼結性共重合体を生成することを特徴とする9.に記載の方法。
12. 前記焼結性共重合体が約 $1 \times 10^7$  Pa・Sを超える溶融クリープ粘度を有することを特徴とする9.に記載の方法。
13. 前記フッ素化ビニルエーテルがペルフルオロ（アルキルビニルエーテル）であり、アルキル基が1～5個の炭素原子を含有することを特徴とする9.に記載の方法。
14. 前記ペルフルオロ（アルキルビニルエーテル）がペルフルオロ（プロピルビニルエーテル）であることを特徴とする13.に記載の方法。
15. 前記ペルフルオロ（アルキルビニルエーテル）がペルフルオロ（エチルビニルエーテル）であることを特徴とする13.に記載の方法。
16. 前記ペルフルオロ（アルキルビニルエーテル）がペルフルオロ（メチルビニルエーテル）であることを特徴とする13.に記載の方法。
17. 前記焼結性共重合体がMIT屈曲寿命による測定で50,000サイクルを超える応力亀裂抵抗を有することを特徴とする9.に記載の方法。
18. 前記重合が非テロゲン性のフッ素化界面活性剤の存在下で実施されることを特徴とする9.に記載の方法。
19. 前記フッ素化界面活性剤がペルフルオロ（ポリエーテル）カルボン酸またはペルフルオロ（ポリエーテル）ジカルボン酸であることを特徴とする18.に記載の方法。