

【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22年5月20日(2010.5.20)

【公表番号】特表2009-532562(P2009-532562A)

【公表日】平成21年9月10日(2009.9.10)

【年通号数】公開・登録公報2009-036

【出願番号】特願2009-504223(P2009-504223)

【国際特許分類】

C 08 F 14/26 (2006.01)

C 08 F 2/26 (2006.01)

【F I】

C 08 F 14/26

C 08 F 2/26

【手続補正書】

【提出日】平成22年4月1日(2010.4.1)

【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】

テトラフルオロエチレンと3,3,3-トリフルオロプロペンとのダイポリマーの製造のためのセミバッチ式重合法であって、

A) ある量の水溶液を反応器に装入する工程と、

B) 前記反応器を100~95モルパーセントのテトラフルオロエチレンと0~5モルパーセントの3,3,3-トリフルオロプロペンとからなる第1ガス状モノマー混合物で0.3~10.0MPaの圧力に加圧して反応混合物を形成する工程と、

C) 前記反応器を前記圧力および25~130の温度に維持しながら前記反応混合物をフリーラジカル開始剤の存在下で重合させてポリマー分散系を形成する工程と、

D) 45~95モルパーセントのテトラフルオロエチレンと5~55モルパーセントの3,3,3-トリフルオロプロペンとからなる、ある量の第2ガス状モノマー混合物を、前記反応器内の前記圧力を維持するような速度で前記反応器に供給してテトラフルオロエチレンと3,3,3-トリフルオロプロペンとの分散ダイポリマーを形成する工程とを含むことを特徴とする方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0029

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0029】

(比較例2)

比較の乳化重合法を、5モル%より多い3,3,3-トリフルオロプロペンを含有する第1ガス状モノマー混合物からTFE/TFPダイポリマーを製造しようとして行った。24.0kgの0.5重量%パフルオロヘキシルエチルスルホン酸溶液を33L反応器に装入し、70に加熱した。反応器ヘッドスペースを79モルパーセントのテトラフルオロエチレンと21モルパーセントの3,3,3-トリフルオロプロペンとの第1ガス状モノマー混合物で2.17MPaに加圧した。7重量%過硫酸アンモニウム/5重量%リ

ン酸ニアンモニウムを含有する 200 mL の溶液を、重合を開始させようとして反応器に加えた。反応器圧力はモノマー消費に応じて低下せず、ほとんどまたは全く重合が起こらないことを示唆した。さらなる 105 mL の 7 重量% 過硫酸アンモニウム / 5 重量% リン酸ニアンモニウムを 6 時間にわたって反応器に加えた。反応器圧力の有意な低下はこの時間にわたって全く観察されなかった。T F E / T F P ダイポリマーは該方法から全く製造されなかった。

本発明は以下の実施の態様を含むものである。

1. テトラフルオロエチレンと 3,3,3 - トリフルオロプロペンとのダイポリマーの製造のためのセミバッチ式重合法であって、

A) ある量の水溶液を反応器に装入する工程と、

B) 前記反応器を 100 ~ 95 モルパーセントのテトラフルオロエチレンと 0 ~ 5 モルパーセントの 3,3,3 - トリフルオロプロペンとからなる第 1 ガス状モノマー混合物で 0.3 ~ 10.0 MPa の圧力に加圧して反応混合物を形成する工程と、

C) 前記反応器を前記圧力および 25 ~ 130 の温度に維持しながら前記反応混合物をフリーラジカル開始剤の存在下で重合させてポリマー分散系を形成する工程と、

D) 45 ~ 95 モルパーセントのテトラフルオロエチレンと 5 ~ 55 モルパーセントの 3,3,3 - トリフルオロプロペンとからなる、ある量の第 2 ガス状モノマー混合物を、前記反応器内の前記圧力を維持するような速度で前記反応器に供給してテトラフルオロエチレンと 3,3,3 - トリフルオロプロペンとの分散ダイポリマーを形成する工程とを含むことを特徴とする方法。

2. 前記水溶液がフルオロ界面活性剤を含むことを特徴とする前記 1 に記載の方法。

3. 前記フルオロ界面活性剤がパーフルオロオクタン酸アンモニウム、パーフルオロヘキシリルエチルスルホン酸および 3,3,4,4 - テトラヒドロトリデカフルオロオクタン酸アンモニウムからなる群から選択されることを特徴とする前記 2 に記載の方法。

4. 連鎖移動剤を反応器に供給する工程をさらに含むことを特徴とする前記 1 に記載の方法。

5. 前記圧力が 0.3 ~ 3 MPa に維持されることを特徴とする前記 1 に記載の方法。

6. 前記温度が 30 ~ 90 に維持されることを特徴とする前記 1 に記載の方法。

7. 前記第 2 ガス状モノマー混合物が 70 ~ 85 モルパーセントのテトラフルオロエチレンと 15 ~ 30 モルパーセントの 3,3,3 - トリフルオロプロペンとからなることを特徴とする前記 1 に記載の方法。