

【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 0 8 F 14/26 (2006.01)

C 0 8 F 2/26 (2006.01)

【F I】

C 0 8 F 14/26

C 0 8 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 ~ 10.0 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。

【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。24.0 kg の 0.5 重量% パーフルオロヘキシルエチルスルホン酸溶液を 33 L 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 2.17 MPa に加圧した。7 重量% 過硫酸アンモニウム / 5 重量% リ

ン酸二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%リン酸二アンモニウムを 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。TFE / TFP 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。