

【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 26 年 12 月 25 日 (2014.12.25)

【公表番号】特表 2013-542309 (P2013-542309A)

【公表日】平成 25 年 11 月 21 日 (2013.11.21)

【年通号数】公開・登録公報 2013-063

【出願番号】特願 2013-538854 (P2013-538854)

【国際特許分類】

C 08 F 2/22 (2006.01)

C 08 F 14/18 (2006.01)

【F I】

C 08 F 2/22

C 08 F 14/18

【手続補正書】

【提出日】平成 26 年 11 月 5 日 (2014.11.5)

【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】

重合反応器において、フルオロモノマーを重合して、水性媒体中のフルオロポリマー粒子の分散体を形成するための方法であって、前記方法が、前記重合反応器に：

- (a) 水性媒体、
- (b) 水溶性炭化水素含有化合物、
- (c) 分解剤、
- (d) フルオロモノマー、および
- (e) 重合開始剤

を加える工程を含む初期期間を含み、

前記初期期間中、フッ素系界面活性剤は加えられず、前記分解剤が、前記重合開始剤の前に加えられる方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の方法によって得られるフルオロポリマー分散体。

【請求項 3】

請求項 2 に記載のフルオロポリマー分散体からの単離によって得られるフルオロポリマー樹脂。

【請求項 4】

重合反応器において水性媒体中のフルオロモノマーを重合するための方法において、前記媒体中の炭化水素含有親油性核形成部位の分散体を形成する工程であって、前記分散体が、界面活性剤を実質的に含まない工程と、その後、前記フルオロモノマーの前記重合をキックオフさせて、前記親油性核形成部位においてフルオロポリマー粒子の分散体を形成する工程とを含む方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0285

【補正方法】変更

【補正の内容】

## 【 0 2 8 5 】

この実施例において、不活性化助剤、 $\text{Fe}^{+2}$ の量は、重合反応器に加えられる、炭化水素含有界面活性剤、ドデシル硫酸ナトリウムの総重量を基準にして0.603重量%である。バッチの終了時の反応器中の水を基準にした $\text{Fe}^{+2}$ の量は1.98ppmである。  
本発明は以下の実施の態様を含むものである。

1. 重合反応器において、フルオロモノマーを重合して、水性媒体中のフルオロポリマー粒子の分散体を形成するための方法であって、前記方法が、前記重合反応器に：

- (a) 水性媒体、
- (b) 水溶性炭化水素含有化合物、
- (c) 分解剤、
- (d) フルオロモノマー、および
- (e) 重合開始剤

を加える工程を含む初期期間を含み、

前記初期期間中、フッ素系界面活性剤は加えられず、前記分解剤が、前記重合開始剤の前に加えられる方法。

2. 前記フルオロモノマー(d)が、前記重合開始剤(e)の前に加えられる、前記1.に記載の方法。

3. 前記水溶性炭化水素含有化合物が、50ppm以下の量、好ましくは40ppm以下の量で加えられる、前記1.または2.に記載の方法。

4. 前記水溶性炭化水素含有化合物が、少なくとも1つの親水性部分および少なくとも1つの疎水性部分を含む、前記1.～3.のいずれかに記載の方法。

5. 前記水溶性炭化水素含有化合物が、カチオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、およびアニオン性界面活性剤から選択される、前記1.～4.のいずれかに記載の方法。

6. 前記水溶性炭化水素含有化合物がエトキシ含有界面活性剤である、前記1.～4.のいずれかに記載の方法。

7. 前記分解剤が、前記重合開始剤と同じかまたは異なる、好ましくは前記重合開始剤と同じ化合物である、前記1.～6.のいずれかに記載の方法。

8. 前記分解剤が、前記水溶性炭化水素含有化合物を実質的に含まない水性媒体を得るのに十分な量で加えられる、前記1.～7.のいずれかに記載の方法。

9. 分解剤の前記添加が、前記水溶性炭化水素含有化合物の分解による親油性核形成部位の形成を引き起こす、前記1.～8.のいずれかに記載の方法。

10. 前記水溶性炭化水素含有化合物が、50ppm以下の量で加えられる、前記1.～9.のいずれかに記載の方法。

11. 水溶性無機塩が、前記分解剤の前に前記重合反応器に加えられる、前記1.～10.のいずれかに記載の方法。

12. 前記水溶性無機塩が、125ppm以下の量で前記重合反応器に加えられる、前記1.～11.のいずれかに記載の方法。

13. 前記フルオロモノマーがパーフルオロモノマーである、前記1.～12.のいずれかに記載の方法。

14. 前記フルオロモノマーが、テトラフルオロエチレン(TFE)、ヘキサフルオロプロピレン(HFP)、クロロトリフルオロエチレン(CTFE)、トリフルオロエチレン、ヘキサフルオロイソブチレン、パーフルオロアルキルエチレン、フルオロビニルエーテル、フッ化ビニル(VF)、フッ化ビニリデン(VF<sub>2</sub>)、パーフルオロ-2,2-ジメチル-1,3-ジオキソール(PDD)、パーフルオロ-2-メチレン-4-メチル-1,3-ジオキソラン(PMD)、パーフルオロ(アリルビニルエーテル)、パーフルオロ(ブテニルビニルエーテル)およびそれらの混合物、好ましくはテトラフルオロエチレンから選択される、前記1.～12.のいずれかに記載の方法。

15. 前記初期期間の後の安定化期間を含む、前記1.～14.のいずれかに記載の方法。

16. 前記安定化期間中の炭化水素含有界面活性剤の添加を含む、前記15.に記載の方

法。

17. 前記安定化期間中に加えられる前記炭化水素含有界面活性剤が、前記初期期間中に加えられる前記炭化水素含有化合物と異なる、前記16.に記載の方法。

18. 前記炭化水素含有界面活性剤が、炭化水素界面活性剤である、前記16.または17.に記載の方法。

19. 前記炭化水素含有界面活性剤がアニオン性である、前記16.～18.のいずれかに記載の方法。

20. 前記炭化水素含有界面活性剤が、式 $R-L-M$ （式中、 $R$ が、6～17個の炭素原子を含有するアルキル基であり、 $L$ が、 $-ArSO_3^-$ 、 $-SO_3^-$ 、 $-SO_4^-$ 、 $-PO_3^-$ および $-COO^-$ からなる群から選択され、ここで、 $Ar$ が、アリール基であり、 $M$ が一価のカチオンであり、好ましくは $H^+$ 、 $Na^+$ 、 $K^+$ および $NH_4^+$ から選択される）の化合物である、前記16.～19.のいずれかに記載の方法。

21. フッ素系界面活性剤が前記安定化期間中に加えられない、前記15.～20.のいずれかに記載の方法。

22. ハロゲン含有界面活性剤がプロセス中に加えられず、好ましくは、フッ素系界面活性剤が前記プロセス中に加えられない、前記1.～21.のいずれかに記載の方法。

23. 前記1.～22.のいずれかに記載の方法によって得られるフルオロポリマー分散体。

24. 前記23.に記載のフルオロポリマー分散体からの単離によって得られるフルオロポリマー樹脂。

25. フルオロポリマーが、PTFE、改質PTFE%、少なくとも60～98重量%のテトラフルオロエチレン単位および2～40重量%の少なくとも1つの他のモノマーを含む溶融処理可能コポリマー、ならびにフッ化ビニリデンおよびテトラフルオロエチレンからなる群から選択される第1のフッ素化モノマーの共重合単位25～70重量%およびフッ素化モノマー、炭化水素オレフィンおよびそれらの混合物からなる群から選択される、前記第1のモノマーと異なる1つ以上の共重合モノマーの残りの共重合単位を含むフッ化炭素エラストマーコポリマーからなる群から選択される、前記23.または24.に記載のフルオロポリマー分散体および/または樹脂。

26. 重合反応器において水性媒体中のフルオロモノマーを重合するための方法において、前記媒体中の炭化水素含有親油性核形成部位の分散体を形成する工程であって、前記分散体が、界面活性剤を実質的に含まない工程と、その後、前記フルオロモノマーの前記重合をキックオフさせて、前記親油性核形成部位においてフルオロポリマー粒子の分散体を形成する工程とを含む方法。