

【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29年11月9日(2017.11.9)

【公表番号】特表2016-531964(P2016-531964A)

【公表日】平成28年10月13日(2016.10.13)

【年通号数】公開・登録公報2016-059

【出願番号】特願2016-518771(P2016-518771)

【国際特許分類】

C 08 L 27/16 (2006.01)

C 08 K 5/19 (2006.01)

C 08 K 5/42 (2006.01)

C 08 F 14/22 (2006.01)

C 08 F 6/00 (2006.01)

【F I】

C 08 L 27/16

C 08 K 5/19

C 08 K 5/42

C 08 F 14/22

C 08 F 6/00

【手続補正書】

【提出日】平成29年9月29日(2017.9.29)

【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】

熱安定化されたフルオロポリマー組成物であって、

a) フルオロポリマー

b) 水酸化物ではなく、そしてストロンチウムカチオンもしくはバリウムカチオンを含まない1~30,000 ppmの1種または複数のアンモニウム塩もしくはホスホニウム塩、および

c) 0.001 ppm~600 ppmの残存している酸末端基を有する界面活性剤を含む組成物。

【請求項2】

前記フルオロポリマーが、65~100重量パーセントのフッ化ビニリデンモノマー単位を含む、請求項1に記載の組成物。

【請求項3】

酸末端基を有する界面活性剤のレベルが、100~400 ppmである、請求項1または2に記載の組成物。

【請求項4】

前記アンモニウム塩が、四級アルキルアンモニウム塩である、請求項3に記載の組成物。

【請求項5】

前記四級アンモニウム塩が、ハロゲン化四級アルキルアンモニウムまたは酢酸四級アルキルアンモニウムである、請求項4に記載の組成物。

【請求項6】

前記ハロゲン化四級アルキルアンモニウム塩が、塩化物、臭化物、ヨウ化物、またはフッ化物の塩、またはそれらの各種組合せである、請求項5に記載の組成物。

【請求項7】

前記界面活性剤の上の酸末端基が、スルホン酸、カルボン酸、またはホスホン酸末端基からなる群より選択される、請求項1～6のいずれかに記載の組成物。

【請求項8】

前記界面活性剤が、フッ素を含まない、請求項1～7のいずれかに記載の組成物。

【請求項9】

前記酸末端基を有する界面活性剤が、C₄～C₁₀の鎖長を有する、フッ素化界面活性剤またはペルフルオロ化界面活性剤である、請求項1～8のいずれかに記載の組成物。

【請求項10】

粉体としての前記組成物を、Brabender中45 rpmで、205に10分間曝露させた後に、前記粉体をプレスして、厚み0.125インチのブラックとし、Minolta測色計でYIを測定して、前記組成物が、40以下、好ましくは30以下、好ましくは25以下、好ましくは10以下のY.I.を有する、請求項1～9のいずれかに記載の組成物。

【請求項11】

熱的に安定なフルオロポリマーを製造するためのプロセスであって、
a) 有機フリーラジカル開始剤および酸末端基を有する1種または複数の界面活性剤の存在下に、少なくとも50モルパーセントの1種または複数のフルオロモノマーを含む1種または複数のモノマーを重合させて、フルオロポリマーを形成させる工程；
b) 1～30,000 ppmの1種または複数のアンモニウム塩を前記フルオロポリマーと混合して、フルオロポリマー組成物を形成させる工程であって、前記塩が、前記重合の開始とフルオロポリマー組成物の加熱加工との間の一つまたは複数のポイントで添加されるが、前記塩が水酸化物ではなく、そして、バリウムカチオンもストロンチウムカチオンも含まない工程、
を含む、プロセス。

【請求項12】

前記フリーラジカル開始剤が、ペルオキシドである、請求項11に記載のプロセス。

【請求項13】

前記塩と混合する前に前記フルオロポリマーを洗浄して、残存している界面活性剤のレベルを、ポリマー固形分を規準にして、300 ppm未満にまで低減させる工程をさらに含む、請求項11または12に記載のプロセス。

【請求項14】

前記重合を、水性媒体中で起こさせ、前記フルオロポリマーが前記塩と混合されるときに、水溶液、分散体、またはエマルションの形態にある、請求項11～13のいずれかに記載のプロセス。

【請求項15】

フルオロポリマーと塩との前記混合物を乾燥させ、フルオロポリマー粉体を得る工程をさらに含む、請求項11～14のいずれかに記載のプロセス。

【請求項16】

前記塩を、乾燥の直前に添加する、請求項15に記載のプロセス。

【請求項17】

前記塩が、乾燥後、前記ペレット化プロセスの間の添加も含めたいずれかの時点で添加される、請求項15または16に記載のプロセス。

【請求項18】

請求項1～10のいずれかに記載のフルオロポリマー組成物を含む電子物品。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0024

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0024】

アクリル変性P V D F、すなわち、フルオロポリマー（好ましくはP V D F）シードポリマーの存在下に1種または複数のアクリル系モノマーを重合させることによって形成されるハイブリッドポリマーもまた、本発明に含まれる。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0032】

ハロゲン化ホスホニウムまたはハロゲン化アンモニウムおよび酢酸ホスホニウムまたは酢酸アンモニウムが好ましく、中でも塩化物および臭化物が最も好ましい。バリウムおよびストロンチウムの塩は、本発明には含まれない。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0046

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0046】

実施例1（比較例）

Z O N Y L 1 0 3 3 D（6個の完全にフッ素化されたアルキル基を有するペルフルオロアルキルスルホン酸、DuPont製）の存在下に重合させたK Y N A R 7 4 0 P V D Fホモポリマー樹脂の60グラムを、表1に列記した添加剤の1%溶液と、Brabender Plastometer中、以下の条件下でブレンドした。

時間：10分

サンプルサイズ：60グラムの粉体

添加剤：添加剤の1%水溶液

混合方法：サンプルを秤量し、PEバッグの中のK Y N A R 7 4 0 粉体に直接添加剤を添加する。完全に混合する。

温度：205

回転速度：45 rpm

サンプルの調製：混合後にBrabenderのボウルから溶融したポリマーを抜き出し、400F、10,000psiで1分間プレスし、RTプレスで、10,000psiで10分間冷プレスする。

Y I 値：ASTM D1925により、Minolta CR-300 Chromaメーターを使用して測定した。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0060

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0060】

実施例7

Z O N Y L 1 0 3 3 D（6個の完全にフッ素化されたアルキル基を有するペルフルオロアルキルスルホン酸、DuPont製）の存在下に重合させたK Y N A R 7 4 0 P V D Fホモポリマー樹脂の60グラムを、Brabender Plastometerの中で、実施例1に記載した条件下で、各種のレベルの、1%フッ化テトラブチルアンモニウム（TBAF）または1%酢酸テトラブチルアンモニウム（TBAAC）のいずれか

とブレンドした。この実験からの結果は、表 7 に見いだすことができる。