

【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 0 8 L 27/16 (2006.01)

C 0 8 K 5/19 (2006.01)

C 0 8 K 5/42 (2006.01)

C 0 8 F 14/22 (2006.01)

C 0 8 F 6/00 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 L 27/16

C 0 8 K 5/19

C 0 8 K 5/42

C 0 8 F 14/22

C 0 8 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、 $C_4 \sim C_{10}$ 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 1033D（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 740 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、B r a b e n d e r P l a s t o m e t e r 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 740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：45rpm

サンプルの調製：混合後にB r a b e n d e rのボウルから熔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：A S T M D1925により、M i n o l t a C R - 300 C h r o m a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 1033D（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 740 P V D Fホモポリマー樹脂の60グラムを、B r a b e n d e r P l a s t o m e t e r 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（T B A F）または1%酢酸テトラブチルアンモニウム（T B A A c）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。