

【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2区分

【発行日】平成18年2月2日(2006.2.2)

【公開番号】特開2004-2308(P2004-2308A)

【公開日】平成16年1月8日(2004.1.8)

【年通号数】公開・登録公報2004-001

【出願番号】特願2003-34057(P2003-34057)

【国際特許分類】

**C 0 7 F 9/6593 (2006.01)**

**C 1 0 M 107/38 (2006.01)**

**C 1 0 M 137/16 (2006.01)**

**C 1 0 M 153/04 (2006.01)**

**C 1 0 M 169/04 (2006.01)**

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

C 1 0 N 20/02 (2006.01)

C 1 0 N 20/04 (2006.01)

C 1 0 N 30/06 (2006.01)

C 1 0 N 50/10 (2006.01)

【F I】

C 0 7 F 9/6593

C 1 0 M 107/38

C 1 0 M 137/16

C 1 0 M 153/04

C 1 0 M 169/04

C 0 7 B 61/00 3 0 0

C 1 0 N 20:02

C 1 0 N 20:04

C 1 0 N 30:06

C 1 0 N 50:10

【手続補正書】

【提出日】平成17年12月13日(2005.12.13)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

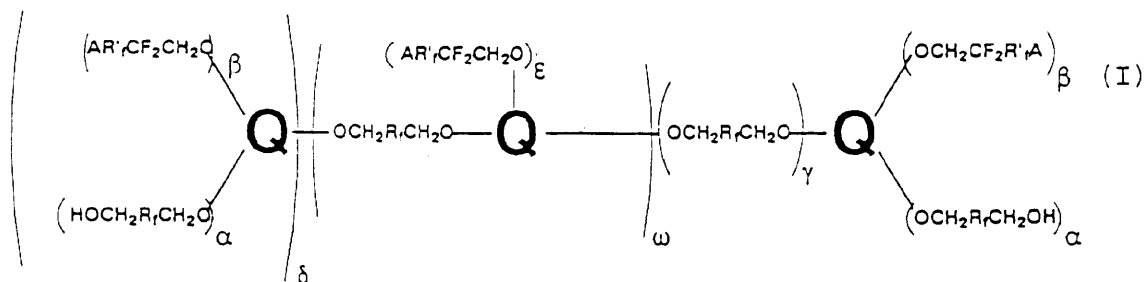
【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(I)

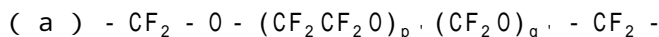
【化1】



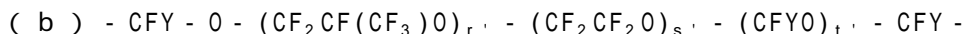


で表される請求項 1 の環状ホスファゼン化合物。

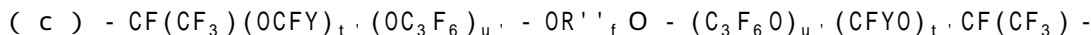
【請求項 3】  $R_f$  が、鎖上に統計的に分布された次のペルフルオロポリオキシアルキレン単位：



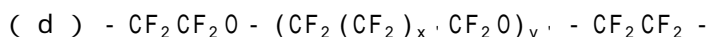
(式中、 $p'$  と  $q'$  は、 $q' / p'$  比が 0.2 と 2 の間であり、数平均分子量が上の範囲であるような数である)；



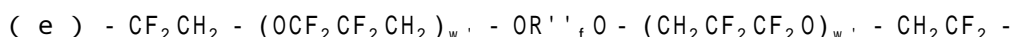
(式中、 $Y$  は上と同じ、 $r'$ 、 $s'$  と  $t'$  は、 $r' + s' + t'$  が 1 ~ 50 の範囲で、 $t' / (r' + s' + t')$  比が 0.01 と 0.05 の間であり、数平均分子量が上の範囲内であるような数である)；



(式中、 $R'_f$  は  $C_1 \sim C_8$  ペルフルオロアルキレン、 $u' + t'$  は数平均分子量が上記であるような数、 $t'$  はまた 0 の値を有することができ、 $Y$  は上と同じ)



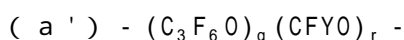
(式中、 $v'$  は数平均分子量が上記の範囲内であるような数、 $x'$  は 1 または 2)



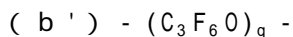
(式中、 $R'_f$  は上と同じ、 $w'$  は数平均分子量が上の範囲内であるような数)

から選択される請求項 1 又は 2 に記載の環状ホスファゼン化合物。

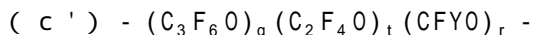
【請求項 4】  $R_f$  が、鎖に統計的に分布されて次のペルフルオロポリオキシアルキレン単位



(式中、 $Y$  は  $-F$  または  $-CF_3$ 、 $q$  と  $r$  は整数で  $q / r$  比は 2)



(式中、 $q$  は数平均分子量が上記であるような整数)

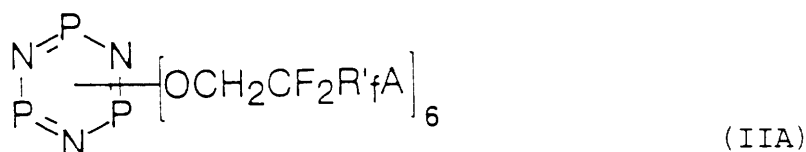


(式中、 $Y$  は  $-F$ 、 $-CF_3$ 、 $q$ 、 $t$  と  $r$  は数平均分子量が上記であるような整数)

から選択される請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 つに記載の環状ホスファゼン化合物。

【請求項 5】 一般式 (IIA)

【化 4】

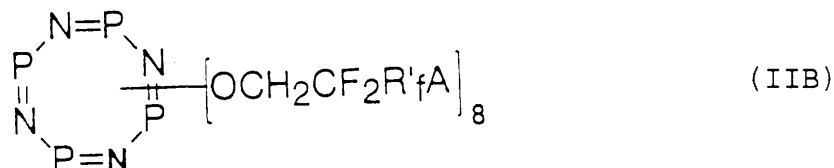


(式中、 $R'_f$  は構造 (a') と 500 から 700 の間の数平均分子量を有し、 $Y = -CF_3$ 、 $A = -O$ 、 $C_3F_6Cl$ )

である請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 つに記載の環状ホスファゼン化合物。

【請求項 6】 一般式 (IIB)

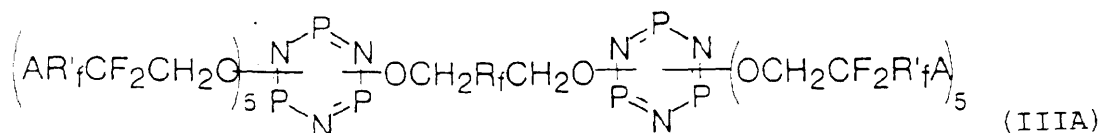
【化 5】



である請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 つに記載の環状ホスファゼン化合物。

【請求項 7】 一般式 (IIIA)

【化 6】



(式中、 $\text{R}'_f$ は構造(a')と500~700の数平均分子量を有し、 $\text{Y} = -\text{CF}_3$ 、 $\text{A} = -\text{OC}_3\text{F}_6\text{Cl}$ 、 $\text{R}_f$ は構造(a)と1000~2000の数平均分子量を有する)  
である請求項1~4のいずれか1つに記載の環状ホスファゼン化合物。

【請求項8】 - ペルフルオロポリエーテル構造を有する油またはグリース、

- 請求項1~7の式(I)、(II)、(III)又は(IIA)、あるいは(IIIB)又は(IIIA)のホスファゼン又はそれらの混合物の0.05~10重量%、好ましくは0.4~5重量%からなる潤滑抗摩耗性を有する組成物。

【請求項9】 ペルフルオロポリエーテル潤滑油又はグリースが、

(1)  $\text{B}-\text{O}-[\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{O}]_m \cdot (\text{CFXO})_n \cdot \text{B}'$

(式中、 $\text{X}$ は $-\text{F}$ または $-\text{CF}_3$ であり、

$\text{B}$ と $\text{B}'$ は、互いに同一または異なり、 $-\text{CF}_3$ 、 $-\text{C}_2\text{F}_5$ または $-\text{C}_3\text{F}_7$ から選択され、

$m'$ と $n'$ は、 $m'/n'$ 比が20~1,000の間でかつ製品の粘度は10~4,000 cStの間であるような整数、

各種単位は鎖に沿って統計的に分布している)

(2)  $\text{C}_3\text{F}_7\text{O}-[\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{O}]_{o'} \cdot \text{D}$

(式中、 $\text{D}$ は、 $-\text{C}_2\text{F}_5$ または $-\text{C}_3\text{F}_7$ であり、

$o'$ は、製品の粘度が上記の範囲であるような整数である)

(3)  $[\text{C}_3\text{F}_7\text{O}-[\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{O}]_{p'} \cdot \text{CF}(\text{CF}_3) \cdot ]_2$

(式中、 $p'$ は、製品の粘度で上記の範囲内であるような整数である)

(4)  $\text{B}-\text{O}-[\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{O}]_{q'} \cdot (\text{C}_2\text{F}_4\text{O})_{r'} \cdot (\text{CFX})_{s'} \cdot \text{B}'$

(式中、 $\text{X}$ は、 $-\text{F}$ または $-\text{CF}_3$ であり、

$\text{B}$ と $\text{B}'$ は、互いに同一または異なり、 $-\text{CF}_3$ 、 $-\text{C}_2\text{F}_5$ または $-\text{C}_3\text{F}_7$ から選択され、

$q'$ 、 $r'$ と $s'$ は、製品の粘度が上記の範囲であるような整数で、また0でもよい)

(5)  $\text{B}-\text{O}-(\text{C}_2\text{F}_4\text{O})_{t'} \cdot (\text{CF}_2\text{O})_{u'} \cdot \text{B}'$

(式中、 $\text{B}$ と $\text{B}'$ は、同一または異なって、 $-\text{CF}_3$ 、 $-\text{C}_2\text{F}_5$ または $-\text{C}_3\text{F}_7$ から選択され、

$t'$ と $u'$ は、 $t'/u'$ 比が0.1~5の間で、製品の粘度が上記の範囲であるような整数である)

(6)  $\text{B}-\text{O}-(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_{v'} \cdot \text{B}'$

(式中、 $\text{B}$ と $\text{B}'$ は、互いに同一または異なって、 $-\text{CF}_3$ 、 $-\text{C}_2\text{F}_5$ または $-\text{C}_3\text{F}_7$ から選択され、

$v'$ は、製品の粘度が上記の範囲であるような整数である)

(7)  $\text{D}-\text{O}-(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_{z'} \cdot \text{D}'$

(式中、 $\text{D}$ と $\text{D}'$ は、互いに同一または異なり、 $-\text{C}_2\text{F}_5$ または $-\text{C}_3\text{F}_7$ から選択され、

$z'$ は、製品の粘度が上記の範囲であるような整数である)

(8)  $\text{R}''''_f - [\text{C}(\text{CF}_3)_2 - \text{O} - \text{C}(\text{R}'''_f)_2 \text{C}(\text{R}'''_f)_2 - \text{O}]_{w'} \cdot \text{R}''''_f$

(式中、 $\text{R}''''_f$ はペルフルオロアルキル基であり、

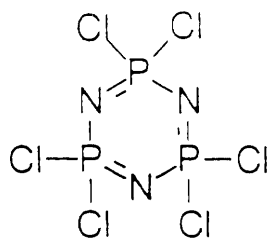
$\text{R}'''_f$ は、 $\text{F}$ またはペルフルオロアルキルであり、

$w'$ は、8より高いか等しい数である)

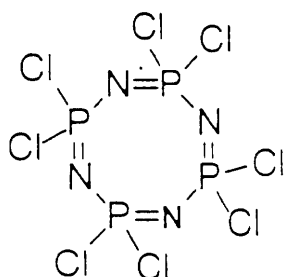
から選択される請求項8の組成物。

【請求項10】 式(IV)または(V)

【化7】



(IV)



(V)

のペルククロホスファゼンと、式 $AR'_fCF_2CH_2OH$ のフッ素化アルコールまたは任意に式 $HOCH_2R_fCH_2OH$  (A、 $R_f$ と $R'_f$ は上記と同一意味)のアルコールとの混合物で、塩基の存在下で反応されることにより、以下の工程：

(A) 式 $AR'_fCF_2CH_2OH$ のフッ化アルコールまたはこれと式 $HOCH_2R_fCH_2OH$ のアルコールとの混合物と、式(IV)または(V)のペルククロホスファゼンをアルコール／ホスファゼンの1：1の等量比での縮合反応、20～100、好ましくは40～80の範囲の温度で、塩基と相転移剤の存在下、有機溶媒中で1工程で行われ、反応終了時に、相を分離させ、重い有機相を回収する、

(B) 工程Aで得た重い有機相を繰り返し水洗し、得た生成物を溶媒から分離する、ことからなる請求項1又は2の式(I)、(II)及び(III)のホスファゼン化合物の製造方法。

【請求項11】 有機溶媒が、フッ素化またはヒドロフッ素化溶媒で、20～150、好ましくは40～100の沸点を有するものから選択され、溶媒／アルコールの重量比が0.5～10、好ましくは2～5の範囲で維持されるものから選択される請求項10に記載の方法。

【請求項12】 塩基として、KOHまたはNaOHの水性液で、20～60w/w%、好ましくは30～50w/w%の濃度で、フッ化アルコールの2倍～10倍の過剰のKOHまたはNaOHである量で用いられる請求項10又は11に記載の方法。

【請求項13】 相転移剤が、フッ化アルコールの1～10%の間のモル濃度で用いられるホスホニウム塩または4級アンモニウム塩である請求項10又は11に記載の方法。

【請求項14】 ペルフルオロ化グリース及び油の耐摩耗添加剤としての請求項1～7のいずれか1つに記載のホスファゼン化合物の使用。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0039

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0039】

この反応は、20 ～ 100 、好ましくは40 ～ 80 の範囲の温度で、塩基と相転移剤の存在下、有機溶媒中で1工程で行われる。有機溶媒は、従来技術の公知のフッ素化またはヒドロフッ素化溶媒で、20 ～ 150 、好ましくは40 ～ 100 の沸点を有するものから選択され、溶媒 / アルコールの重量比が0.5 ～ 10、好ましくは2 ～ 5の範囲で維持される。塩基としては、KOHまたはNaOHの水性液で、20 ～ 60w/w%、好ましくは30 ～ 50w/w%の濃度で、フッ化アルコールの2倍～10倍の過剰のKOHまたはNaOHである量で用いられる。相転移剤としては、当該分野で知られたホスホニウム塩または4級アンモニウム塩が好ましく、例えばテトラブチルアンモニウムヒドロキシド、テトラメチルアンモニウムクロリドが挙げられ、フッ化アルコールの1～10%の間のモル濃度で用いられる。温度に従属して、反応時間は一般に8～24時間である。反応終了時に、相を分離させ、重い有機相を回収する。