

【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21年3月26日(2009.3.26)

【公表番号】特表2008-540693(P2008-540693A)

【公表日】平成20年11月20日(2008.11.20)

【年通号数】公開・登録公報2008-046

【出願番号】特願2007-554162(P2007-554162)

【国際特許分類】

C 0 8 G	77/382	(2006.01)
C 0 9 D	183/04	(2006.01)
C 0 9 D	151/08	(2006.01)
C 1 4 C	9/00	(2006.01)
D 0 6 M	15/657	(2006.01)
D 2 1 H	19/32	(2006.01)
D 2 1 H	19/24	(2006.01)
D 2 1 H	21/16	(2006.01)
A 4 7 G	27/02	(2006.01)
C 0 8 L	83/08	(2006.01)

【F I】

C 0 8 G	77/382	
C 0 9 D	183/04	
C 0 9 D	151/08	
C 1 4 C	9/00	
D 0 6 M	15/657	
D 2 1 H	19/32	
D 2 1 H	19/24	C
D 2 1 H	21/16	
A 4 7 G	27/02	D
C 0 8 L	83/08	

【手続補正書】

【提出日】平成21年2月2日(2009.2.2)

【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】

式Iのポリフルオロアルキルスルホニルハライド

R_f-R¹-SO₂X I

(式中、

R_fは、2~20個の炭素原子を有する直鎖状または分枝状パーカルオロアルキル基であり、

R¹は、2価の結合基C_kH_{2-k}(式中、kは2~20である)であり、

Xはハロゲンである)を、

式II、III、またはIVのシラン化合物

式II:

E-(O)_q)₃Si-O-(Si(R²)₂-O)_m-[Si(R³-NHR⁴)(R²)O]_n-Si-((O)_q-E)₃

式 I II :



式 I V :



(式中、

それぞれの R² は、独立に、 C₁ ~ C₈ のアルキルであり、

それぞれの R³ は、独立に、炭素と、水素と、任意選択的に窒素、酸素、および硫黄のうちの少なくとも 1 つとを含む 2 値の基であり、

それぞれの R⁴ は、独立に、H または C₁ ~ C₈ のアルキルであり、

それぞれの E は、独立に、C₁ ~ C₈ の分枝状または線状アルキルであり、

それぞれの q は、独立に、0 または 1 であり、

n / (m + n) が 0、または最高 0.7 の値を有する正の分数であり、かつポリマー粘度が、20 の温度において 0.1 s⁻¹ のせん断速度下で 10000 MPa · s 以下であるように、m は正の整数であり、n は独立に、0 または正の整数である)

と接触させることによって製造されたポリマーを含むことを特徴とする組成物。

【請求項 2】

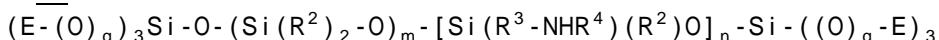
該スルホニルハライドが、式 F (CF₂)_nCH₂CH₂SO₂Cl (式中、n は 2 ~ 20 である)、およびその混合物であることを特徴とする請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 3】

R_f が、4 ~ 16 個の炭素原子を有するパーカロオロアルキル基であることを特徴とする請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 4】

該シラン化合物が、式 I II の化合物



(式中、R²、R³、R⁴、E、q、m、および n は、請求項 1 で定義された通りである)であることを特徴とする請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 5】

20 の温度において 0.1 s⁻¹ のせん断速度下で 500 ~ 5000 MPa · s の粘度を有することを特徴とする請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 6】

分散液または溶液の形態であることを特徴とする請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 7】

パーカロオロアルキルスルホンアミドがグラフトしたポリ(アルキルシロキサン)の製造方法であって、

式 I のポリフルオロアルキルスルホニルハライド



(式中、

R_f は、2 ~ 20 個の炭素原子を有する直鎖状または分枝状パーカロオロアルキル基であり、

R¹ は、2 値の結合基 C_kH_{2-k} (式中、k は 2 ~ 20 である) であり、

X はハロゲンである)を、

式 I II、I III、または I V のシラン化合物

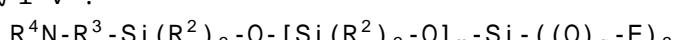
式 I I :



式 I II I :



式 I V :



(式中、

それぞれの R² は、独立に、C₁ ~ C₈ のアルキルであり、

それぞれの R³ は、独立に、炭素と、水素と、任意選択的に窒素、酸素、および硫黄のうちの少なくとも 1 つとを含む 2 値の基であり、

それぞれの R⁴ は、独立に、H または C₁ ~ C₈ のアルキルであり、

それぞれの E は、独立に、C₁ ~ C₈ の分枝状または線状アルキルであり、

それぞれの q は、独立に、0 または 1 であり、

n / (m + n) が 0、または最高0 . 7 の値を有する正の分数であり、かつポリマー粘度が、20 の温度において 0 . 1 s⁻¹ のせん断速度下で 10000 mPa · s 以下であるように、m は正の整数であり、n は独立に、0 または正の整数である) と接触させるステップを含むことを特徴とする方法。

【請求項 8】

酸受容体の存在下で接触させるステップをさらに含むことを特徴とする請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

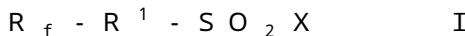
酸受容体が、第三級アミンまたは塩基性イオン交換樹脂であることを特徴とする請求項 8 に記載の方法。

【請求項 10】

基材表面に撥油性、撥水性、および汚れ抵抗性を付与する方法であって、

前記表面をポリマーと接触させるステップを含み、

該ポリマーは、式 I のポリフルオロアルキルスルホニルハライド



(式中、

R_f は、2 ~ 20 個の炭素原子を有する直鎖状または分枝状パーカルオロアルキル基であり、

R¹ は、2 値の結合基 C_kH_{2-k} (式中、k は2 ~ 20 である) であり、

X はハロゲンである) を、

式 I I 、 I I I 、または I V のシラン化合物

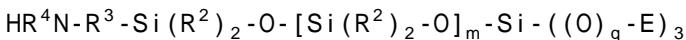
式 I I :



式 I I I :



式 I V :



(式中、

それぞれの R² は、独立に、C₁ ~ C₈ のアルキルであり、

それぞれの R³ は、独立に、炭素と、水素と、任意選択的に窒素、酸素、および硫黄のうちの少なくとも 1 つとを含む 2 値の基であり、

それぞれの R⁴ は、独立に、H または C₁ ~ C₈ のアルキルであり、

それぞれの E は、独立に、C₁ ~ C₈ の分枝状または線状アルキルであり、

それぞれの q は、独立に、0 または 1 であり、

n / (m + n) が 0、または最高0 . 7 の値を有する正の分数であり、かつポリマー粘度が、20 の温度において 0 . 1 s⁻¹ のせん断速度下で 10000 mPa · s 以下であるように、m は正の整数であり、n は独立に、0 または正の整数である) と接触させることによって製造される方法。

【請求項 11】

該ポリマーが水性分散液または溶液であることを特徴とする請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

該分散液または溶液が、エポキシシランまたは架橋剤をさらに含むことを特徴とする請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

該ポリマーが、1 ~ 10 重量% の濃度で塗布されることを特徴とする請求項 10 に記載

の方法。

【請求項 14】

基材表面上に被着されるポリマーの量が 10 ~ 1000 g / m² であることを特徴とする請求項 10 に記載の方法。

【請求項 15】

該接触によって、テキスタイル基材および皮革基材に柔らかさが付与されることを特徴とする請求項 10 に記載の方法。

【請求項 16】

請求項 10 に記載の方法に従って処理されたことを特徴とする基材。

【請求項 17】

請求項 1 に記載の組成物と接触させた表面を有することを特徴とする基材。

【請求項 18】

鉱物、ガラス、石、メーソンリー、コンクリート、無釉タイル、煉瓦、クレー、無釉コンクリート、花崗岩、石灰石、グラウト、モルタル、大理石、石灰石、彫塑、モニュメント、木材、複合材、テラゾ、および石膏ボードからなる群から選択された硬質表面であることを特徴とする請求項 16 に記載の基材。

【請求項 19】

テキスタイル、繊維、不織布、紙、皮革、布地、およびカーペットからなる群から選択された繊維基材であることを特徴とする請求項 16 に記載の基材。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0072

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0072】

(実施例 10)

パーフルオロヘキシリエチルスルホニルクロリドを、パーフルオロブチルエチルスルホニルクロリド (4%、百分率はすべて重量による)、パーフルオロヘキシリエチルスルホニルクロリド (50%)、パーフルオロオクチルエチルスルホニルクロリド (29%)、パーフルオロデシルエチルスルホニルクロリド (11%)、パーフルオロドデシルエチルスルホニルクロリド (4%)、およびパーフルオロテトラデシルエチルスルホニルクロリド (2%) を含む混合物 26.3 g (5.13 × 10⁻² モル) に代えた点以外は実施例 1 と同様にして、実施例 10 を製造した。実施例 1 と同様にして、最後の洗浄を行った後、トルエン相をイソプロパノールで希釈した。

以下に、本発明の好ましい態様を示す。

[1] 式 I のポリフルオロアルキルスルホニルハライド



(式中、

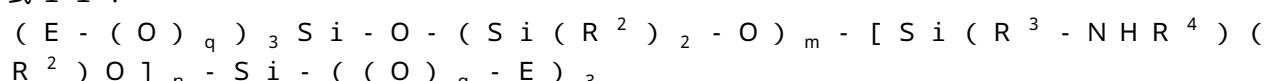
R_f は、約 2 ~ 約 20 個の炭素原子を有する直鎖状または分枝状パーフルオロアルキル基であり、

R¹ は、2 倍の結合基 C_kH_{2k} (式中、k は 0 ~ 約 20 である) であり、

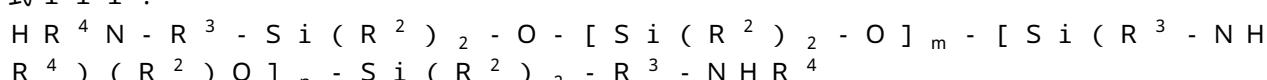
X はハロゲンである) を、

式 I I 、 I I I 、または I V のシラン化合物

式 I I :



式 I I I :



式 I V :

$\text{H R}^4 \text{N} - \text{R}^3 - \text{Si}(\text{R}^2)_2 - \text{O} - [\text{Si}(\text{R}^2)_2 - \text{O}]_m - \text{Si} - ((\text{O}))_q - \text{E})_3$
(式中、

それぞれの R^2 は、独立に、 $\text{C}_1 \sim \text{C}_8$ のアルキルであり、

それぞれの R^3 は、独立に、炭素と、酸素と、任意選択的に窒素、酸素、および硫黄のうちの少なくとも 1 つとを含む 2 値の基であり、

それぞれの R^4 は、独立に、H または $\text{C}_1 \sim \text{C}_8$ のアルキルであり、

それぞれの E は、独立に、 $\text{C}_1 \sim \text{C}_8$ の分枝状または線状アルキルであり、

それぞれの q は、独立に、0 または 1 であり、

$n / (m + n)$ が 0、または最高約 0.7 の値を有する正の分数であり、かつポリマー粘度が、20 の温度において 0.1 s^{-1} のせん断速度下で 10000 mPa.s 以下であるように、m は正の整数であり、n は独立に、0 または正の整数である)

と接触させることによって製造されたポリマーを含むことを特徴とする組成物。

[2] スルホニルハライドが、式 $\text{F}(\text{CF}_2)_n \text{CH}_2 \text{CH}_2 \text{SO}_2 \text{Cl}$ (式中、n は約 2 ~ 約 20 である)、およびその混合物であることを特徴とする [1] に記載の組成物。

[3] R_f が、約 4 ~ 約 16 個の炭素原子を有するパーフルオロアルキル基であることを特徴とする [1] に記載の組成物。

[4] シラン化合物が、式 I I の化合物

$(\text{E} - (\text{O}))_3 \text{Si} - \text{O} - (\text{Si}(\text{R}^2)_2 - \text{O})_m - [\text{Si}(\text{R}^3 - \text{NHR}^4) (\text{R}^2) \text{O}]_n - \text{Si} - ((\text{O}))_q - \text{E})_3$
(式中、 R^2 、 R^3 、 R^4 、E、q、m、および n は、[1] で定義された通りである)であることを特徴とする [1] に記載の組成物。

[5] 20 の温度において 0.1 s^{-1} のせん断速度下で約 500 ~ 約 5000 mPa.s の粘度を有することを特徴とする [1] に記載の組成物。

[6] 分散液または溶液の形態であることを特徴とする [1] に記載の組成物。

[7] パーフルオロアルキルスルホンアミドがグラフトしたポリ(アルキルシロキサン)の製造方法であって、

式 I のポリフルオロアルキルスルホニルハライド



(式中、

R_f は、約 2 ~ 約 20 個の炭素原子を有する直鎖状または分枝状パーフルオロアルキル基であり、

R^1 は、2 値の結合基 $\text{C}_k \text{H}_{2k}$ (式中、k は 0 ~ 約 20 である) であり、

X はハロゲンである)を、

式 I I 、 I I I 、または I V のシラン化合物

式 I I :

$(\text{E} - (\text{O}))_3 \text{Si} - \text{O} - (\text{Si}(\text{R}^2)_2 - \text{O})_m - [\text{Si}(\text{R}^3 - \text{NHR}^4) (\text{R}^2) \text{O}]_n - \text{Si} - ((\text{O}))_q - \text{E})_3$

式 I I I :

$\text{H R}^4 \text{N} - \text{R}^3 - \text{Si}(\text{R}^2)_2 - \text{O} - [\text{Si}(\text{R}^2)_2 - \text{O}]_m - [\text{Si}(\text{R}^3 - \text{NH} \text{R}^4) (\text{R}^2) \text{O}]_n - \text{Si}(\text{R}^2)_2 - \text{R}^3 - \text{NHR}^4$

式 I V :

$\text{H R}^4 \text{N} - \text{R}^3 - \text{Si}(\text{R}^2)_2 - \text{O} - [\text{Si}(\text{R}^2)_2 - \text{O}]_m - \text{Si} - ((\text{O}))_q - \text{E})_3$

(式中、

それぞれの R^2 は、独立に、 $\text{C}_1 \sim \text{C}_8$ のアルキルであり、

それぞれの R^3 は、独立に、炭素と、酸素と、任意選択的に窒素、酸素、および硫黄のうちの少なくとも 1 つとを含む 2 値の基であり、

それぞれの R^4 は、独立に、H または $\text{C}_1 \sim \text{C}_8$ のアルキルであり、

それぞれの E は、独立に、C₁ ~ C₈ の分枝状または線状アルキルであり、
それぞれの q は、独立に、0 または 1 であり、

n / (m + n) が 0、または最高約 0.7 の値を有する正の分数であり、かつポリマー
粘度が、20 の温度において 0.1 s⁻¹ のせん断速度下で 10000 mPa · s 以下
であるように、m は正の整数であり、n は独立に、0 または正の整数である)
と接触させるステップを含むことを特徴とする方法。

[8] 酸受容体の存在下で接触させるステップをさらに含むことを特徴とする [7] に
記載の方法。

[9] 酸受容体が、第三級アミンまたは塩基性イオン交換樹脂であることを特徴とする
[8] に記載の方法。

[10] 基材表面に撥油性、撥水性、および汚れ抵抗性を付与する方法であって、
前記表面をポリマーと接触させるステップを含み、

該ポリマーは、式 I のポリフルオロアルキルスルホニルハライド



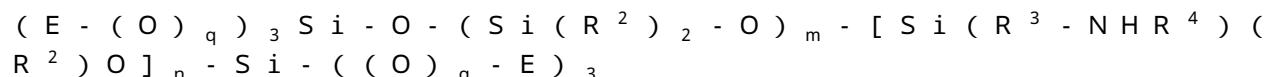
(式中、

R_f は、約 2 ~ 約 20 個の炭素原子を有する直鎖状または分枝状パーカルオロアルキル
基であり、

R¹ は、2 倍の結合基 C_kH_{2k} (式中、k は 0 ~ 約 20 である) であり、
X はハロゲンである) を、

式 I I、I I I、または I V のシラン化合物

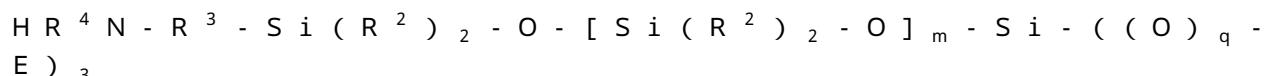
式 I I :



式 I I I :



式 I V :



(式中、

それぞれの R² は、独立に、C₁ ~ C₈ のアルキルであり、

それぞれの R³ は、独立に、炭素と、酸素と、任意選択的に窒素、酸素、および硫黄の
うちの少なくとも 1 つとを含む 2 倍の基であり、

それぞれの R⁴ は、独立に、H または C₁ ~ C₈ のアルキルであり、

それぞれの E は、独立に、C₁ ~ C₈ の分枝状または線状アルキルであり、

それぞれの q は、独立に、0 または 1 であり、

n / (m + n) が 0、または最高約 0.7 の値を有する正の分数であり、かつポリマー
粘度が、20 の温度において 0.1 s⁻¹ のせん断速度下で 10000 mPa · s 以下
であるように、m は正の整数であり、n は独立に、0 または正の整数である)
と接触させることによって製造される方法。

[11] ポリマーが水性分散液または溶液であることを特徴とする [10] に記載の
方法。

[12] 分散液または溶液が、エポキシシランまたは架橋剤をさらに含むことを特徴と
する [11] に記載の方法。

[13] ポリマーが、約 1 % ~ 約 10 重量 % の濃度で塗布されることを特徴とする [1
0] に記載の方法。

[14] 基材表面上に被着されるポリマーの量が約 10 ~ 約 1000 g / m² であるこ
とを特徴とする [10] に記載の方法。

[15] 接触によって、テキスタイル基材および皮革基材に柔らかさが付与されること
を特徴とする [10] に記載の方法。

[1 6] [1 0] に記載の方法に従って処理されることを特徴とする基材。

[1 7] [1] に記載の組成物と接触させた表面を有することを特徴とする基材。

[1 8] 鉱物、ガラス、石、メーソンリー、コンクリート、無釉タイル、煉瓦、クレー、無釉コンクリート、花崗岩、石灰石、グラウト、モルタル、大理石、石灰石、彫塑、モニュメント、木材、複合材、テラゾ、および石膏ボードからなる群から選択された硬質表面であることを特徴とする [1 6] に記載の基材。

[1 9] テキスタイル、繊維、不織布、紙、皮革、布地、およびカーペットからなる群から選択された繊維基材であることを特徴とする [1 6] に記載の基材。