

【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17年9月22日(2005.9.22)

【公開番号】特開2003-64018(P2003-64018A)

【公開日】平成15年3月5日(2003.3.5)

【出願番号】特願2002-183282(P2002-183282)

【国際特許分類第7版】

C 0 7 C 43/12

C 0 7 C 41/18

C 0 8 G 65/329

C 0 9 K 5/04

C 0 9 K 5/08

C 1 0 M 105/54

C 1 0 M 107/38

// C 1 0 N 20:04

C 1 0 N 50:10

【F I】

C 0 7 C 43/12

C 0 7 C 41/18

C 0 8 G 65/329

C 0 9 K 5/04

C 1 0 M 105/54

C 1 0 M 107/38

C 0 9 K 5/00

F

C 1 0 N 20:04

C 1 0 N 50:10

【手続補正書】

【提出日】平成17年4月18日(2005.4.18)

【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】

構造式：
$$R_1O-(CF_2O)_n-(CF_2CF_2O)_mR_2 \quad (I)$$

[式中、 R_1 は $-CH_3$ もしくは $-C_2H_5$ ；

R_2 は R_1 又は $-CF_2H$ に等しく；

n は0又は1～100の整数であり；

m は1～100の整数であるか、又は R_2 が $-CF_2H$ の場合には、 m は0であってもよく；

オキシフルオロアルキレン単位 $-(CF_2CF_2O)-$ 及び $-(CF_2O)-$ はポリマー鎖に沿って統計的に分布する]

を有するパーフルオロポリエーテル。

【請求項2】

$H_3CO-(CF_2O)_n-(CF_2CF_2O)_mCH_3$ ；

$H_5C_2O-(CF_2O)_n-(CF_2CF_2O)_mC_2H_5$ ；

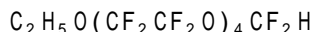
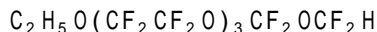
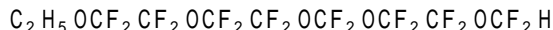
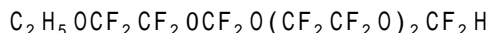
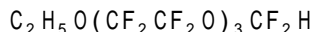
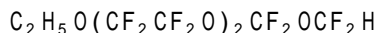
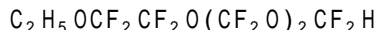
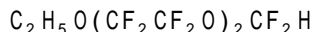
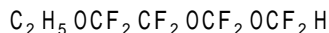
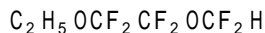
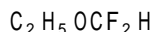
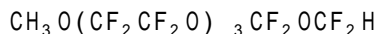
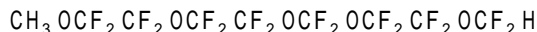
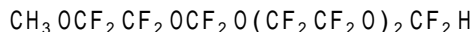
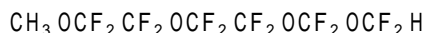
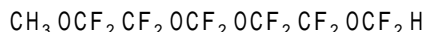
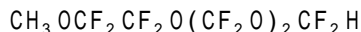
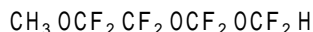
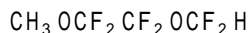
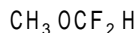
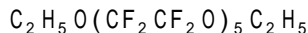
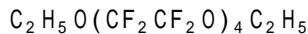
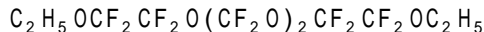
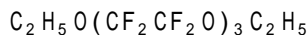
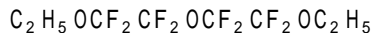
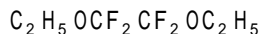
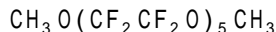
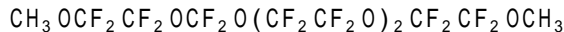
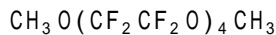
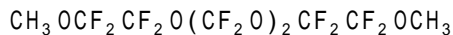
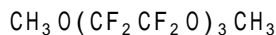
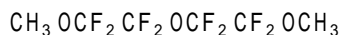
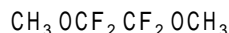
$H_3CO-(CF_2O)_n-(CF_2CF_2O)_mCF_2H$ ；

$H_5C_2O-(CF_2O)_n-(CF_2CF_2O)_mCF_2H$

[m、nは、数平均分子量が5000未満になるように選択される]

からなる群から選択される構造を有する請求項 1 に記載のパーフルオロポリエーテル、又はその混合物。

【請求項 3】



からなる群から選択される請求項 1 もしくは 2 に記載のパーフルオロポリエーテル又はその混合物。

【請求項 4】

a) 40～70 の温度で中性極性溶媒において、アルカリ金属フッ化物(M)と、
式 $\text{FOCCF}_2\text{O}-(\text{CF}_2\text{O})_n-(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_m-\text{CF}_2\text{COF}$ (II)
[n、mは0～100の整数である]の-COF末端基を有するパーフルオロポリエーテル、又は
式 FOC-COF (II')

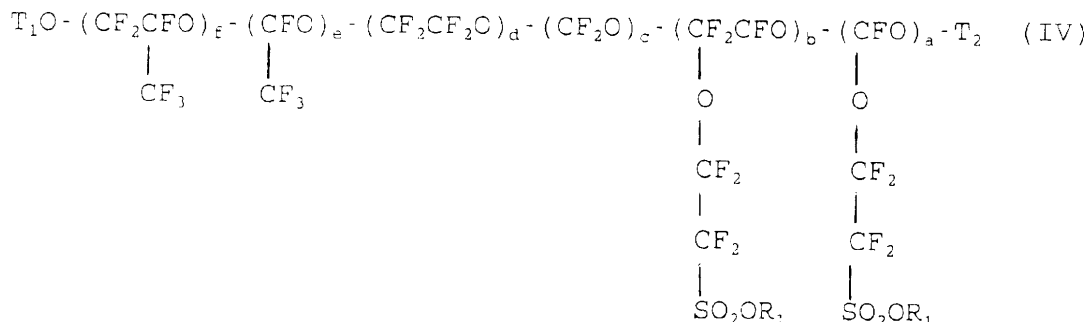
の化合物とを反応させ、-CF₂OM末端基を有する対応するアルコールを得て、

b) アルキル化剤：

- 式 $(\text{R}_1\text{O})_2\text{SO}$ (III) [R₁は-CH₃又は-C₂H₅]のアルキルスルファイト、又は

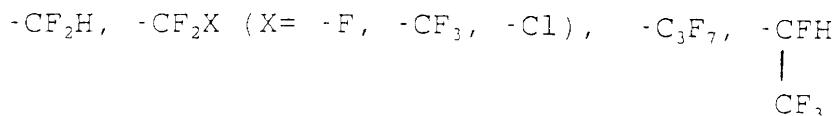
- 式 (IV)

【化 1】



[R₁は上記の意味を有し；係数a、b、c、d、e、fはゼロを含む整数であり、少なくともa又はbは0とは異なり、その合計は数平均分子量が1000～50000の範囲であるような合計であり；T₁、T₂は、互いに同じか異なって、

【化 2】



から選択される]の、パーフルオロオキシアルキレンスルホンエステルを反復単位として有するポリマー

を工程a)で得た反応化合物に添加し、アルキルスルファイト(III)を用いる際は、110～200、好ましくは130～160 の範囲、パーフルオロポリオキシアルキレンスルホンエステル(IV)を用いる際は、0～60、好ましくは20～40 の温度で、反応混合物を攪拌下に維持し、

c) 工程b)で得た反応混合物を、塩基、好ましくはKOH又はNaOHで塩化し、次いでそれを蒸気流中で蒸留して水性残渣及び留出物を得て、留出物から、式(I)の化合物[R₁及びR₂はメチル又はエチルである]で形成される有機相を分離し、

d) 工程c)の蒸留残渣を、70～170 の範囲で、真空下で蒸留したHCl溶液を用いて酸性化し、式(I)の化合物[R₁は-CH₃又は-C₂H₅かつR₂は-CF₂COOHである]で形成される有機相を留出物から分離し、次いでKOH又はNaOHで造塩し、その後、既知の方法で脱カルボキシル化して、式(I)の化合物[R₁は-CH₃又は-C₂H₅かつR₂は-CF₂Hである]を得る

工程からなる、請求項 1～3 のいずれか1つに記載のパーフルオロポリエーテルの製造方法。

【請求項 5】

アルカリ金属フッ化物としてフッ化カリウム(KF)が用いられ、中性極性溶媒として、ジエチレングリコールジメチルエーテル(ジグリム)が用いられる請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

過酸化パーフルオロポリエーテル、好ましくは反復単位-CFX₁O-及び-CF₂CFX₁O- [X₁は-F又は-CF₃である]を有するパーフルオロポリエーテルの酸化力(P_O)のヨード滴定測定にお

ける1,1,2-トリクロロトリフルオロエタンの代用溶媒としての、請求項1～3のいずれか1つによるパーフルオロポリエーテルの使用。

【請求項7】

パーフルオロポリエーテル潤滑剤の酸度測定における溶媒としての請求項1～3のいずれか1つに記載のパーフルオロポリエーテルの使用。

【請求項8】

パーフルオロポリエーテル油、特に化粧品剤で用いられる油におけるヒ素残渣及び重金属の測定における溶媒としての請求項1～3のいずれか1つに記載のパーフルオロポリエーテルの使用。

【請求項9】

コンピューターハードディスクの潤滑剤に用いられる、高分子量のパーフルオロポリエーテル油の溶媒としての請求項1～3のいずれか1つに記載のパーフルオロポリエーテルの使用。

【請求項10】

-30～-100 の低温で行われる光化学反応に用いられるUVランプの冷媒としての、請求項1～3のいずれか1つに記載のパーフルオロポリエーテルの使用。

【請求項11】

熱交換における請求項1～3のいずれか1つに記載のパーフルオロポリエーテルの使用。

【請求項12】

二元冷凍サイクルの冷媒としての、請求項1～3のいずれか1つに記載のパーフルオロポリエーテルの使用。

【請求項13】

潤滑剤又はグリース製造用油としての、請求項1～3のいずれか1つに記載のパーフルオロポリエーテルの使用。

【請求項14】

精密機器の部品のクリーニング及び/又は乾燥用の溶媒及び/又は助溶媒としての請求項1～3のいずれか1つに記載のパーフルオロポリエーテルの使用。

【請求項15】

熱衝撃試験、大リーク試験、燃焼試験、環境試験スクリーニング(ESS)及び密閉中空の気密クロージャー試験に対する電子部品の動流体としての、請求項1～3のいずれか1つに記載のパーフルオロポリエーテルの使用。