(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2017-145199
(P2017-145199A)
(43)公開日　平成29年8月24日(2017.8.24)

(51)Int.Cl.		F I			テーマコード（参考）
C07F 7/18	(2006.01)	C07F	7/18	X	4G059
C09D 183/08	(2006.01)	C09D	183/08		4H020
C09D 5/00	(2006.01)	C09D	5/00	Z	4H049
C09K 3/18	(2006.01)	C09K	3/18	104	4J038
C03C 17/30	(2006.01)	C03C	17/30	B	

審査請求 未請求　請求項の数 7　ＯＬ　（全 36 頁）

(21)出願番号　特願2016-26044(P2016-26044)
(22)出願日　平成28年2月15日(2016.2.15)

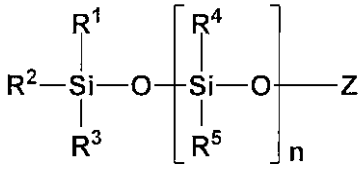
(71)出願人　000173762
公益財団法人相模中央化学研究所
神奈川県綾瀬市早川２７４３番地１
(71)出願人　591180358
東ソー・エフテック株式会社
山口県周南市開成町４９８８番地
(72)発明者　田中　陵二
神奈川県綾瀬市早川２７４３番地１　公益財団法人相模中央化学研究所内
(72)発明者　藤原　清貴
神奈川県綾瀬市早川２７４３番地１　公益財団法人相模中央化学研究所内
(72)発明者　中村　伸一郎
山口県周南市開成町４９８８番地　東ソー・エフテック株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】含フッ素シロキサン化合物、その製造方法、それを含むコーティング剤及びガラス基材の表面処理方法

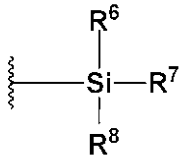
(57)【要約】
【課題】
撥水性及び防汚性を基材表面に付与できるとともに蒸留精製が可能で簡便に製造が可能な含フッ素シロキサン化合物及びこれを含むコーティング剤を提供する。
【解決手段】
ジヒドロキシシロキサン化合物に、フルオロアルキル置換シラン化合物、次いで反応性基を有するシラン化合物を反応させることにより製造される含フッ素シロキサン化合物、及び概含フッ素シロキサン化合物と液状媒体とを含むコーティング剤。
【選択図】なし

【特許請求の範囲】
【請求項１】
一般式（１）
【化１】



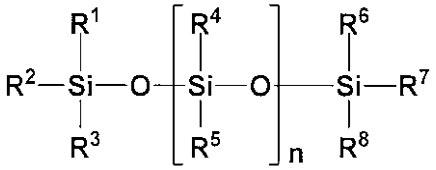
(1)

（式中、R^1は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。R^2、R^3、R^4及びR^5は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。ｎは２又は３を表す。Ｚは水素原子、又は一般式（２）
【化２】



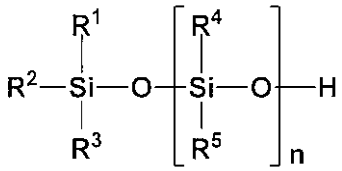
(2)

（式中、R^6、R^7及びR^8は、各々独立に、炭素数１～２のアルキル基、ハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基を表し、R^6、R^7又はR^8の少なくとも１つはハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基である。）で表される置換シリル基を表す。）で表される含フッ素シロキサン化合物。
【請求項２】
一般式（３）
【化３】



(3)

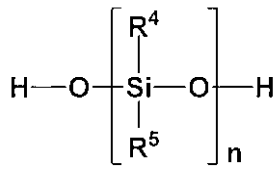
（式中、R^1は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。R^2、R^3、R^4及びR^5は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。R^6、R^7及びR^8は、各々独立に、炭素数１～２のアルキル基、ハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基を表し、R^6、R^7又はR^8の少なくとも１つはハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基である。ｎは２又は３を表す。）で表される請求項１に記載の含フッ素シロキサン化合物。
【請求項３】
一般式（４）
【化４】



(4)

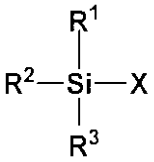
（式中、R^1は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。R^2、R^3、R^4及びR^5は

、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。ｎは２又は３を表す。）で表される請求項１に記載の含フッ素シロキサン化合物。
【請求項４】
一般式（５）
【化５】



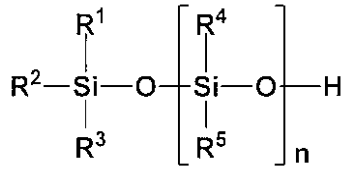
(5)

（式中、Ｒ[4]及びＲ[5]は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。ｎは２又は３を表す。）で表されるジヒドロキシシロキサン化合物と、一般式（６）
【化６】



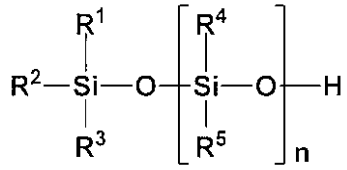
(6)

（式中、Ｒ[1]は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。Ｒ[2]及びＲ[3]は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。Ｘはハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基を表す。）
で表されるフルオロアルキル置換シラン化合物とを反応させることを特徴とする、一般式（４）
【化７】



(4)

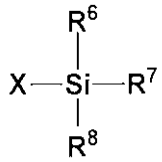
（式中、Ｒ[1]は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。Ｒ[2]、Ｒ[3]、Ｒ[4]及びＲ[5]は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。ｎは２又は３を表す。）で表される含フッ素シロキサン化合物の製造方法。
【請求項５】
一般式（４）
【化８】



(4)

（式中、Ｒ[1]は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。Ｒ[2]、Ｒ[3]、Ｒ[4]及びＲ[5]は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。ｎは２又は３を表す。）で表される含フッ素シロキサン化合物と、一般式（７）

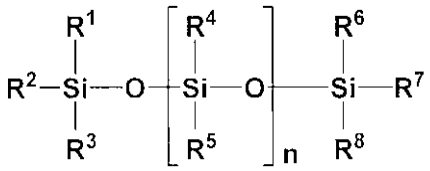
【化９】



(7)

（式中、Ｒ^{6}、Ｒ^{7}及びＲ^{8}は、各々独立に、炭素数１～２のアルキル基、ハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基を表し、Ｒ^{6}、Ｒ^{7}又はＲ^{8}の少なくとも１つはハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基である。Ｘは、ハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基を表す。）で表されるシラン化合物を反応させることを特徴とする、一般式（３）

【化１０】



(3)

（式中、Ｒ^{1}は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。Ｒ^{2}、Ｒ^{3}、Ｒ^{4}及びＲ^{5}は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。Ｒ^{6}、Ｒ^{7}及びＲ^{8}は、各々独立に、炭素数１～２のアルキル基、ハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基を表し、Ｒ^{6}、Ｒ^{7}又はＲ^{8}の少なくとも１つはハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基である。ｎは２又は３を表す。）で表される含フッ素シロキサン化合物の製造方法。

【請求項６】

請求項１、２又は３に記載の含フッ素シロキサン化合物と、液状媒体とを含む、コーティング剤。

【請求項７】

請求項６のコーティング剤を基材の表面に塗布した後、液状媒体を除去する、ガラス基材の表面処理方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明は、基材表面に撥水撥油性を付与する表面処理に好適に用いることができる含フッ素シロキサン化合物、その製造方法、それを含むコーティング剤及びガラス基材の表面処理方法に関する。

【背景技術】

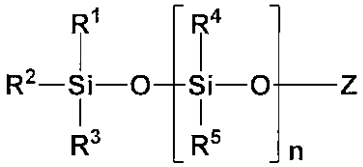
【０００２】

フルオロアルキル部位を分子内に有する化合物は、高い潤滑性及び撥水撥油性等を示すため、表面処理剤として好適に用いられる。基材表面に撥水撥油性を付与すると汚れを拭き取りやすくなるなど、汚れの除去性が向上する。このような目的に対しては、フルオロアルキル基を有する反応性シラン化合物や、ペルフルオロポリエーテルを主鎖とし、末端に反応性シリル基を有する含フッ素エーテル化合物を、防汚剤、潤滑剤、撥水撥油剤等の表面処理剤として用いることができる（特許文献１～３）。反応性シリル基を有する化合物は、該反応性シリル基が基材の表面と強固に化学結合するため、良好な耐久性が得られやすい。

【先行技術文献】

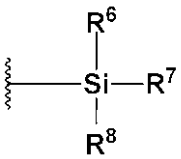
【特許文献】

【０００３】
【特許文献１】特開２０００－２３４０７１号公報
【特許文献２】特開平１１－０９２１７７号公報
【特許文献３】特開２００３－２３８５７７号公報
【０００４】
しかし、フルオロアルキル主鎖のみを置換基とした官能性シラン類を利用した表面処理層は、タッチパネル等の用途に対し、滑り特性に劣る傾向があった。また、ペルフルオロポリエーテル鎖を主鎖とし、末端に反応性シリル基を有する含フッ素エーテル化合物は、滑り特性は改善するものの分子量分布を有する高分子量化合物であって、その蒸気圧が低いために蒸留による精製が難しく、蒸着には高温高真空を必要とすること、また、高価なペルフルオロヘキサンなどのフルオラス溶媒にのみ可溶であるという問題があった。
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００５】
本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、基材表面に良好な撥水撥油性を付与できるとともに、蒸留精製が可能で簡便に製造が可能な含フッ素シロキサン化合物の提供を課題とする。また本発明は該含フッ素シロキサン化合物と媒体とを含むコーティング剤、および該コーティング剤を用いて、ガラス基材の表面処理方法の提供を目的とする。
【課題を解決するための手段】
【０００６】
本発明者らは、上記目的を達成するために鋭意検討を重ねた結果、両末端に水酸基を有するジヒドロキシシロキサン化合物に、フルオロアルキル置換シラン化合物、次いで反応性基を有するシラン化合物を反応させることにより、所望の特性を有する含フッ素シロキサン化合物を製造できることを見出し、本発明を完成するに至った。
即ち、本発明は、下記［１］～［８］の構成を有する含フッ素シロキサン化合物、その製造方法、それを含むコーティング剤及びガラス基材の表面処理方法に関する。
［１］
一般式（１）
【０００７】
【化１】



(1)

【０００８】
（式中、R^1は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。R^2、R^3、R^4及びR^5は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。ｎは２又は３を表す。Ｚは水素原子、又は一般式（２）
【０００９】
【化２】



(2)

【００１０】
（式中、R^6、R^7及びR^8は、各々独立に、炭素数１～２のアルキル基、ハロゲン原子

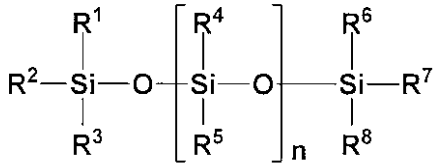
又は炭素数１～３のアルコキシ基を表し、Ｒ^{6}、Ｒ^{7}又はＲ^{8}の少なくとも１つはハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基である。）で表される置換シリル基を表す。）で表される含フッ素シロキサン化合物。

［２］

一般式（３）

【００１１】

【化３】



(3)

【００１２】

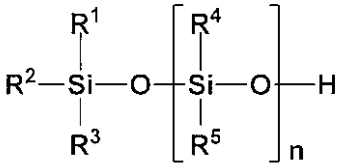
（式中、Ｒ^{1}は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。Ｒ^{2}、Ｒ^{3}、Ｒ^{4}及びＲ^{5}は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。Ｒ^{6}、Ｒ^{7}及びＲ^{8}は、各々独立に、炭素数１～２のアルキル基、ハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基を表し、Ｒ^{6}、Ｒ^{7}又はＲ^{8}の少なくとも１つはハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基である。ｎは２又は３を表す。）で表される項目１に記載の含フッ素シロキサン化合物。

［３］

一般式（４）

【００１３】

【化４】



(4)

【００１４】

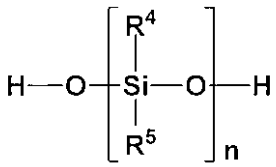
（式中、Ｒ^{1}は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。Ｒ^{2}、Ｒ^{3}、Ｒ^{4}及びＲ^{5}は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。ｎは２又は３を表す。）で表される項目１に記載の含フッ素シロキサン化合物。

［４］

一般式（５）

【００１５】

【化５】



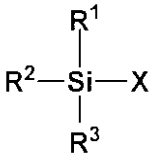
(5)

【００１６】

（式中、Ｒ^{4}及びＲ^{5}は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。ｎは２又は３を表す。）で表されるジヒドロキシシロキサン化合物と、下記一般式（６）

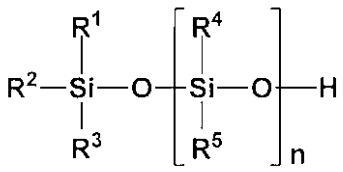
【００１７】

【化６】



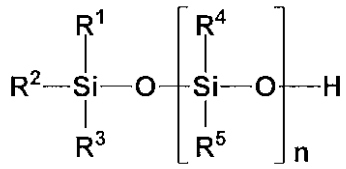
(6)

【００１８】
（式中、Ｒ[1]は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。Ｒ[2]及びＲ[3]は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。Ｘはハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基を表す。）で表されるフルオロアルキル置換シラン化合物とを反応させることを特徴とする、一般式（４）
【００１９】
【化７】



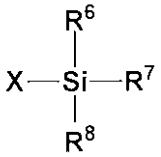
(4)

【００２０】
（式中、Ｒ[1]は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。Ｒ[2]、Ｒ[3]、Ｒ[4]及びＲ[5]は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。ｎは２又は３を表す。）で表される含フッ素シロキサン化合物の製造方法。
［５］
一般式（４）
【００２１】
【化８】



(4)

【００２２】
（式中、Ｒ[1]は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。Ｒ[2]、Ｒ[3]、Ｒ[4]及びＲ[5]は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。ｎは２又は３を表す。）で表される含フッ素シロキサン化合物と、一般式（７）
【００２３】
【化９】



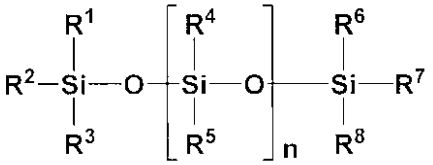
(7)

【００２４】
（式中、Ｒ[6]、Ｒ[7]及びＲ[8]は、各々独立に、炭素数１～２のアルキル基、ハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基を表し、Ｒ[6]、Ｒ[7]又はＲ[8]の少なくとも１つはハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基である。Ｘは、ハロゲン原子又は炭素数１～３の

アルコキシ基を表す。）で表されるシラン化合物を反応させることを特徴とする、一般式（３）

【００２５】

【化１０】



(3)

【００２６】

（式中、R^1は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。R^2、R^3、R^4及びR^5は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。R^6、R^7及びR^8は、各々独立に、炭素数１～２のアルキル基、ハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基を表し、R^6、R^7又はR^8の少なくとも１つはハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基である。ｎは２又は３を表す。）で表される含フッ素シロキサン化合物の製造方法。

［６］

項目１、２又は３に記載の含フッ素シロキサン化合物と、液状媒体とを含む、コーティング剤。

［７］

項目６のコーティング剤を基材の表面に塗布した後、液状媒体を除去する、ガラス基材の表面処理方法。

【発明の効果】

【００２７】

本発明の方法によれば、単位質量当りのフッ素含量が多く、分子内に単数又は複数のフルオロアルキル基を有し、基材と結合可能な反応性基を有する低分子量含フッ素シロキサン化合物を提供することができる。これは、分子量分布の無い単一組成の化合物で、蒸留による精製が可能であり、汎用有機溶剤に易溶である。

【００２８】

本発明の含フッ素シロキサン化合物は、溶剤に溶かしてコーティング剤を作製しこれを塗布処理することにより、基材表面に良好な撥水撥油性を付与することができる。

【発明を実施するための形態】

【００２９】

以下、本発明を具体的に詳説する。

【００３０】

最初に、一般式（１）～（８）中のR^1、R^2、R^3、R^4、R^5、R^6、R^7、R^8及びＸの定義について説明する。式中、R^1で表される炭素数１～８のフルオロアルキル基としては、直鎖状、分岐状及び環状のいずれでも良い。具体的にはフルオロメチル基、ジフルオロメチル基、トリフルオロメチル基、２－フルオロエチル基、１，１，２，２，２－ペンタフルオロエチル基、２，２，２－トリフルオロエチル基、１，１，２，２－テトラフルオロエチル基、１，１，２，２，３，３，３－ヘプタフルオロプロピル基、３，３，３－トリフルオロプロピル基、２，２，２－トリフルオロ－１－（トリフルオロメチル）エチル基、１，２，２，２－テトラフルオロ－１－（トリフルオロメチル）エチル基、３，３，４，４，４－ペンタフルオロブチル基、２，２，３，３，４，４，４－ヘプタフルオロブチル基、３，３，３－トリフルオロ－（２－トリフルオロメチル）プロピル基、３，３，３－トリフルオロ－（１－トリフルオロメチル）プロピル基、２，２，２－トリフルオロ－１，１－ビス（トリフルオロメチル）エチル基、３，３，４，４，５，５，５－ヘプタフルオロペンチル基、２，２，３，３，４，４，５，５，５－ノナフルオロペンチル基、３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル基、２，２，３

，３，４，４，５，５，６，６，６－ウンデカフルオロヘキシル基、３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，７－ウンデカフルオロヘプチル基、２，２，３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，７－トリデカフルオロヘプチル基、２，２，３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－ペンタデカフルオロオクチル基、３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル基などを例示することが出来る。化合物の安定性及び撥水特性の点で、R^1は３，３，３－トリフルオロプロピル基、３，３，４，４，４－ペンタフルオロブチル基、３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル基又は３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル基が好ましく、３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル基、又は３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル基が更に好ましく、３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル基が殊更好ましい。

【００３１】

また、式中、R^2、R^3、R^4及びR^5で表される炭素数１～８のアルキル基としては、直鎖状、分岐状及び環状のいずれでも良く、具体的にはメチル基、エチル基、ｎ－プロピル基、イソプロピル基、ｎ－ブチル基、イソブチル基、ｓｅｃ－ブチル基、ｔ－ブチル基、シクロブチル基、ｎ－ペンチル基、１－メチルブチル基、２－メチルブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、シクロペンチル基、ｎ－ヘキシル基、１－メチルペンチル基、２，３－ジメチルブチル基、シクロヘキシル基、シクロペンチルメチル基、ｎ－ヘプチル基、２－ノルボルニル基、ｎ－オクチル基、などを例示することが出来る。また、これらは水素原子のうち一部または全部がフッ素原子で置換されていてもよい。具体的にはフルオロメチル基、ジフルオロメチル基、トリフルオロメチル基、２－フルオロエチル基、１，１，２，２，２－ペンタフルオロエチル基、２，２，２－トリフルオロエチル基、１，１，２，２－テトラフルオロエチル基、１，１，２，２，３，３，３－ヘプタフルオロプロピル基、３，３，３－トリフルオロプロピル基、２，２，２－トリフルオロ－１－（トリフルオロメチル）エチル基、１，２，２，２－テトラフルオロ－１－（トリフルオロメチル）エチル基、３，３，４，４，４－ペンタフルオロブチル基、２，２，３，３，４，４，４－ヘプタフルオロブチル基、３，３，３－トリフルオロ－（２－トリフルオロメチル）プロピル基、３，３，３－トリフルオロ－（１－トリフルオロメチル）プロピル基、２，２，２－トリフルオロ－１，１－ビス（トリフルオロメチル）エチル基、３，３，４，４，５，５，５－ヘプタフルオロペンチル基、２，２，３，３，４，４，５，５，５－ノナフルオロペンチル基、３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル基、２，２，３，３，４，４，５，５，６，６，６－ウンデカフルオロヘキシル基、３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，７－ウンデカフルオロヘプチル基、２，２，３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，７－トリデカフルオロヘプチル基、２，２，３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－ペンタデカフルオロオクチル基、３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル基を例示することができる。化合物の安定性及び撥水特性の点で、R^2、R^3、R^4及びR^5は、メチル基、エチル基、ｎ－プロピル基、３，３，３－トリフルオロプロピル基、３，３，４，４，４－ペンタフルオロブチル基、３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル基、又は３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル基が好ましく、メチル基、又は３，３，３－トリフルオロプロピル基が更に好ましく、メチル基が殊更好ましい。

【００３２】

式中、R^6、R^7及びR^8で表される炭素数１～２のアルキル基、ハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基としては、メチル基、エチル基、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子、メトキシ基、エトキシ基、（ｎ－プロピル）オキシ基、（１－メチルエチル）オキシ基などを例示することができる。収率、安定性及び撥水特性の点で、R^6、R^7及びR^8は、メチル基、エチル基、塩素原子、臭素原子、メトキシ基、エトキシ基が好ましく、メチル基、塩素原子、又はメトキシ基が更に好ましく、メトキシ基が殊更好

ましい。

【００３３】

式中、Ｘで表されるハロゲン原子または炭素数１～３のアルコキシ基としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子、メトキシ基、エトキシ基、（ｎ－プロピル）オキシ基、（１－メチルエチル）オキシ基などを例示することができる。収率、安定性及び撥水特性の点で、Ｘは、塩素原子、臭素原子、メトキシ基、エトキシ基が好ましく、塩素原子、又はメトキシ基が更に好ましく、塩素原子が殊更好ましい。

【００３４】

本発明により製造可能な含フッ素シロキサン化合物（化合物４）としては、１－ヒドロキシ－７－（トリフルオロメチル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（ジフルオロメチル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（フルオロメチル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（２，２，２－トリフルオロエチル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（１，１，２，２，２－ペンタフルオロエチル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（２，２，３，３，３－ペンタフルオロプロピル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，４，４，４－ペンタフルオロブチル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，４，４，５，５，５－ヘプタフルオロペンチル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，７－ウンデカフルオロヘプチル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（トリフルオロメチル）－１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（２，２，２－トリフルオロエチル）－１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－１，３，５，７－テトラキス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，４，４，４－ペンタフルオロブチル）－１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，４，４，５，５，５－ヘプタフルオロペンチル）－１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，７－ウンデカフルオロヘプチル）－１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサン等が例示出来る。収率、安定性及び撥水特性の点で、１－ヒドロキシ－７－（３，３，

３－トリフルオロプロピル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，４，４，４－ペンタフルオロブチル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン、１－ヒドロキシ－７－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサンが好ましく、１－ヒドロキシ－７－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサンが殊更好ましい。

【００３５】

本発明により製造可能な含フッ素シロキサン化合物（化合物３）としては、１，１，１－トリクロロ－９－（トリフルオロメチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（ジフルオロメチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（フルオロメチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（２，２，２－トリフルオロエチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（１，１，２，２，２－ペンタフルオロエチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（２，２，３，３，３－ペンタフルオロプロピル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，４－ペンタフルオロブチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，５，５，５－ヘプタフルオロペンチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，７－ウンデカフルオロヘプチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（トリフルオロメチル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（２，２，２－トリフルオロエチル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－３，５，７，９－テトラキス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，４－ペンタフルオロブチル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，５，５，５－ヘプタフルオロペンチル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，７－ウンデカフルオロヘプチル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）

－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（トリフルオロメチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（ジフルオロメチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（フルオロメチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（２，２，２－トリフルオロエチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（１，１，２，２，２－ペンタフルオロエチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（２，２，３，３，３－ペンタフルオロプロピル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，４－ペンタフルオロブチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，５，５，５－ヘプタフルオロペンチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，７－ウンデカフルオロヘプチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリメトキシ－９－（トリフルオロメチル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリメトキシ－９－（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリメトキシ－９－（２，２，２－トリフルオロエチル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリメトキシ－３，５，７，９－テトラキス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリメトキシ－９－（３，３，４，４，４－ペンタフルオロブチル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリメトキシ－９－（３，３，４，４，５，５，５－ヘプタフルオロペンチル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリメトキシ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリメトキシ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，７－ウンデカフルオロヘプチル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリメトキシ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン等が例示出来る。収率、安定性及び撥水特性の点で、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリメトキシ－９－（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，４－ペンタフルオロブチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリメトキシ－９－（３，３，４，４，４－ペンタフルオロブチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリクロロ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－

３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサン、１，１，１－トリメトキシ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサンが好ましく、１，１，１－トリメトキシ－９－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチルペンタシロキサンが殊更好ましい。

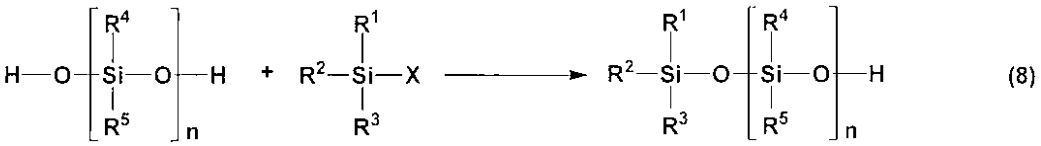
【００３６】

次に本発明の製造方法について説明する。化合物（４）で表される含フッ素シロキサン化合物は、ジヒドロキシシロキサン化合物（化合物５）とフルオロアルキル置換シラン化合物（化合物６）とを反応させる工程１により製造することが出来る。また化合物（３）で表される含フッ素シロキサン化合物は、含フッ素シロキサン化合物（４）とシラン化合物（７）とを反応させる工程２により製造することが出来る。

【００３７】

【化１１】

(工程1)



(化合物5) (化合物6) (化合物4) (8)

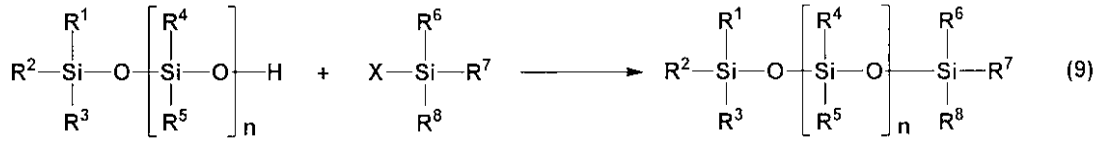
【００３８】

（式中、R^1は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。R^2、R^3、R^4及びR^5は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。Ｘはハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基を表す。ｎは２又は３を表す。）

【００３９】

【化１２】

(工程2)



(化合物4) (化合物7) (化合物3) (9)

【００４０】

（式中、R^1は炭素数１～８のフルオロアルキル基を表す。R^2、R^3、R^4及びR^5は、各々独立に、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～８のアルキル基を表す。R^6、R^7及びR^8は、各々独立に、炭素数１～２のアルキル、ハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基を表し、R^6、R^7又はR^8の少なくとも１つはハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基である。Ｘはハロゲン原子又は炭素数１～３のアルコキシ基を表す。ｎは２又は３を表す。）

【００４１】

（工程１）

工程１について説明する。工程１の原料として用いるジヒドロキシシロキサン化合物（５）のうち、ｎが２又は３である直鎖状含フッ素トリシロキサン化合物は、多くの特許及び非特許文献に記載の方法で、当業者であれば容易に製造することが出来る（特開２０００－１１３９４２、Ｚｅｉｔｓｃｈｒｉｆｔ ｆｕｅｒ Ａｎｏｒｇａｎｉｓｃｈｅ ｕ

ｎｄ Ａｌｌｇｅｍｅｉｎｅ Ｃｈｅｍｉｅ，５３６巻，１９７頁，１９８６年．）。また、一般式（６）で表されるフルオロアルキル置換シラン化合物は、多くの特許及び非特許文献に記載の方法で、当業者であれば容易に製造することが出来る（Ｉｎｏｒｇａｎｉｃａ Ｃｈｉｍｉｃａ Ａｃｔａ，３５９巻，２６７４頁，２００６年．特開平０４－０５９７８２．）。

【００４２】

化合物４においては、フルオロアルキル基を少なくとも１つ以上有することが必須である。化合物４の合成は、化合物５の有機溶剤溶液に対し、化合物６を加え反応させることにより製造できる。化合物５に対する化合物６の化学当量は、０．５～２当量の範囲で製造することが好ましく、収率が高い点で０．８～１．２当量であることがより好ましい。この製造の際、反応を加速するため、有機塩基を加えることが好ましい。有機塩基としては、有機アミンが好適に利用可能であり、当該有機アミンとしては、トリメチルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン、プロピルアミン、イソプロピルアミン、ジイソプロピルアミン、ピリジン、アニリン、キノリンなどが例示できる。有機アミンの化学当量は、化合物６に対して１～１０当量の範囲内であることが好ましく、１～２当量がより好ましい。

【００４３】

工程１は、空気又は乾燥空気雰囲気下で実施することも可能であるが、収率が良い点で不活性ガス雰囲気で実施するのが好ましい。用いることが出来る不活性ガスの例としては、ヘリウム、ネオン、アルゴン、クリプトン、キセノンなどの希ガスや窒素ガスを挙げることが出来、アルゴン又は窒素ガスが更に好ましい。反応温度には特に制限はなく、当業者が水酸基を有するシロキサン化合物を製造するときの一般的な温度条件を用いることが出来る。具体例としては、－８０℃～８０℃の温度範囲から適宜選択した反応温度において、本発明の含フッ素シロキサン化合物を収率良く得ることが出来る。収率、安全性及び操作性の点から、－３０～３０℃の範囲から選ばれる実施温度が好ましく、より好ましくは室温である。反応時間は、反応の進行を機器分析により確認することによって適宜決定され、典型的には１０分間から２００時間の範囲から適宜選択した反応時間で実施することが好ましい。

【００４４】

工程１は、収率が良い点で有機溶媒中において実施するのが好ましい。使用可能な有機溶媒は、反応を阻害しないものであれば制限は無く、具体的にはペンタン、ヘキサン、シクロヘキサン、ヘプタンなどの脂肪族炭化水素、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼンなどの芳香族炭化水素、ジエチルエーテル、ジイソプロピルエーテル、シクロペンチルメチルエーテル（ＣＰＭＥ）、テトラヒドロフラン（ＴＨＦ）、１，４－ジオキサン、１，２－ジメトキシエタンなどのエーテル類、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等のケトン類、ジクロロメタン、クロロホルム等のハロゲン化炭化水素を例示することが出来る。これら有機溶媒は、一種類を単独で用いることも、複数種を任意の割合で混合して用いることも出来る。収率が良く反応時間が短い点で、有機溶媒としてはエーテル類が好ましく、ジエチルエーテル及びＴＨＦが好ましく、ＴＨＦが更に好ましい。

【００４５】

工程１では、反応終了後に必要に応じて当業者が水酸基を有するシロキサン化合物を精製するときの一般的な精製方法を適宜選択して用いることによって目的物を精製することが出来る。具体的な精製方法としては、洗浄、ろ過、濃縮、抽出、蒸留、昇華、再結晶、順相・逆相液体クロマトグラフィーによる分取などを例示することが出来る。

【００４６】

（工程２）

化合物３においては、フルオロアルキル基を少なくとも１つ以上有することが必須である。工程２で原料として用いることが出来る含フッ素シロキサン化合物（４）は、前述の工程１により製造することが出来る。化合物４に対する化合物７の化学当量は、収率が良

い点で０．５～１００当量の範囲であることが好ましく、１～１０当量であることがより好ましい。また、シラン化合物（７）は、多くの特許及び非特許文献に記載の方法で、当業者であれば容易に製造することが出来る（Ａｎｇｅｗａｎｄｔｅ Ｃｈｅｍｉｅ Ｉｎｔｅｒｎａｔｉｏｎａｌ Ｅｄｉｔｉｏｎ，５０巻、１０７０８頁、２０１１年）。

【００４７】

工程２では、反応を加速するため、有機塩基を加えることが好ましい。有機塩基としては、有機アミンが利用可能であり、当該有機アミンとしては、トリメチルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン、プロピルアミン、イソプロピルアミン、ジイソプロピルアミン、ピリジン、アニリン、キノリンなどが例示できる。有機アミンの化学当量は、化合物７に対して１～１０当量の範囲内であることが好ましく、１～２当量がより好ましい。工程２は、空気又は乾燥空気雰囲気下で実施することも可能であるが、収率が良い点で不活性ガス雰囲気で実施するのが好ましい。用いることが出来る不活性ガスの例としては、ヘリウム、ネオン、アルゴン、クリプトン、キセノンなどの希ガスや窒素ガスを挙げることが出来、アルゴン又は窒素ガスが更に好ましい。反応温度には特に制限はなく、当業者が水酸基を有するシロキサン化合物を製造するときの一般的な温度条件を用いることが出来る。具体例としては、－８０℃～８０℃の温度範囲から適宜選択した反応温度において、本発明の含フッ素シロキサン化合物を収率良く得ることが出来る。収率、安全性及び操作性の点から、－３０～３０℃の範囲から選ばれる実施温度が好ましく、より好ましくは室温である。反応時間は、反応の進行を機器分析により確認することによって適宜決定されるが、１０分間から２００時間の範囲から適宜選択した反応時間で実施することが好ましい。

【００４８】

工程２は、収率が良い点で有機溶媒中において実施するのが好ましい。使用可能な有機溶媒は、反応を阻害しないものであれば制限は無く、具体的にはペンタン、ヘキサン、シクロヘキサン、ヘプタンなどの脂肪族炭化水素、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン等の芳香族炭化水素、ジエチルエーテル、ジイソプロピルエーテル、シクロペンチルメチルエーテル（ＣＰＭＥ）、テトラヒドロフラン（ＴＨＦ）、１，４－ジオキサン、１，２－ジメトキシエタン等のエーテル類、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等のケトン類、ジクロロメタン、クロロホルム等のハロゲン化炭化水素を例示することが出来る。これら有機溶媒は、一種類を単独で用いることも、複数種を任意の割合で混合して用いることも出来る。収率が良く反応時間が短い点で、有機溶媒としてはエーテル類が好ましく、ジエチルエーテル及びＴＨＦが好ましく、ＴＨＦが更に好ましい。

【００４９】

工程２では、反応終了後に必要に応じて当業者が反応性基を有するシロキサン化合物を精製するときの一般的な精製方法を適宜選択して用いることによって目的物を精製することが出来る。具体的な精製方法としては、洗浄、ろ過、抽出、濃縮、蒸留、昇華、再結晶、順相・逆相液体クロマトグラフィーによる分取などを例示することが出来る。高分子量の不純物を除き、より純度を高められるという点から、減圧蒸留による精製がより好適である。

【００５０】

＜コーティング剤＞

本発明のコーティング剤は、含フッ素シロキサン化合物（１）、（２）又は（３）と液状媒体とを含み、それらを混合することによって製造が出来る。本発明のコーティング剤は液状であればよく、溶液でもよく、分散液でもよい。本発明のコーティング剤は、含フッ素シロキサン化合物（１）、（２）又は（３）を含んでいればよく、工程１や工程２で生成した副生成物などの不純物を含んでもよい。本発明のコーティング剤は、本発明の含フッ素シロキサン化合物（１）、（２）又は（３）を０．００１～１０質量％含むことが好ましく、０．１～１質量％が更に好ましい。本発明のコーティング剤は、工程１や工程２を通じて純度９５質量％以上に精製した含フッ素シロキサン化合物（１）、（２）又は

（３）と液状媒体とを含むことが殊更好ましい。
【００５１】
＜液状媒体＞
本発明における液状媒体の沸点は－１０～２００℃が好ましく、４０～１５０℃が特に好ましい。液状媒体としては有機溶媒が好ましい。有機溶媒としてはフッ素系有機溶媒でもよく、非フッ素系有機溶媒でもよい。フッ素系有機溶媒としては、ペルフルオロヘキサン、ペルフルオロオクタン、ペルフルオロケロセンが好適な例として挙げられる。非フッ素系有機溶媒としては、炭化水素系有機溶媒、アルコール系有機溶媒、ケトン系有機溶媒、エーテル系有機溶媒、エステル系有機溶媒及びハロアルカンが好適な例として挙げられる。炭化水素系有機溶媒としては、ヘキサン、ヘプタン、シクロヘキサン等が好ましい。ケトン系有機溶媒としては、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等が好ましい。エーテル系有機溶媒としては、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、テトラエチレングリコールジメチルエーテル等が好ましい。エステル系有機溶媒としては、酢酸エチル、酢酸ブチル等が好ましい。ハロアルカンとしては、ジクロロメタン、クロロホルム、四塩化炭素などが好ましい。保存安定性に優れ、溶解性が高い点において、クロロホルムが更に好ましい。コーティング剤は、化合物（１）、（２）又は（３）及び液状媒体の他に、本発明の効果を損なわない範囲で、他の成分を含有してもよい。
【００５２】
本発明の含フッ素シロキサン化合物を含むコーティング剤を基材の表面に塗布して塗布膜を形成し、該塗布膜から液状媒体を除去することにより、基材の表面処理を行うことができる。コーティング剤の塗布方法は公知の手法を適宜用いることができる。塗布方法としては、スピンコート法、ワイプコート法、スプレーコート法、ディップコート法、インクジェット法、ロールコート法、キャスト法、ラングミュア・ブロジェット法またはグラビアコート法が好ましく、スピンコート法及びディップコート法がより好ましい。
液状媒体を除去する方法は、コーティング剤の塗布膜から液状媒体を蒸発除去できる方法であればよく、公知の手法を適宜用いることができる。液状媒体を蒸発除去する温度は液状媒体の沸点以上であればよく、液状媒体の種類により適宜選択される。また、場合により減圧下で除去することもできるので液状媒体の沸点未満の温度で液状媒体を蒸発除去することもできる。
【００５３】
表面処理後、必要に応じて表面処理層を洗浄してもよい。具体的な洗浄方法としては、例えば、表面処理層に溶剤をかけ流す方法や、溶剤をしみ込ませた布でふき取る方法が挙げられる。
【００５４】
＜基材＞
本発明において、表面処理の対象となる基材は、撥水撥油性の付与が求められているガラス基材であれば特に限定されない。
【００５５】
本発明の含フッ素シロキサン化合物（化合物（１））または該化合物を含むコーティング剤を用いて基材の表面を処理して表面処理層が形成されることにより、良好な撥水撥油性が付与される。また、該表面処理層は無色透明であるため、タッチパネルを構成する部材として好適である。タッチパネルとは、指等による接触によってその接触位置情報を入力する装置と表示装置とを組み合わせた入力／表示装置（タッチパネル装置）の、入力装置を意味する。タッチパネルは、基材と、入力検出方式に応じて、透明導電膜、電極、配線、ＩＣ等とから構成されている。基材の表面処理層を有する面をタッチパネルの入力面とすることにより、良好な指紋除去性を有するタッチパネルが得られる。タッチパネル用基材の材質は透光性を有する。タッチパネル用基材の材質としては、ガラス基材が好ましい。ガラスとしてはソーダライムガラス、ホウ珪酸ガラス、無アルカリガラス、クリスタルガラス、石英ガラスが好ましく、化学強化ガラスが特に好ましい。
【００５６】

また、本発明における基材として、液晶ディスプレイ、ＣＲＴディスプレイ、プロジェクションディスプレイ、プラズマディスプレイ、ＥＬディスプレイ等の各種ディスプレイの最表面を構成するディスプレイ用基材も好適であり、本発明の含フッ素シロキサン化合物またはコーティング剤を用いた表面処理によって表面処理層を形成することにより、良好な汚れ除去性が得られる。

【実施例】

【００５７】

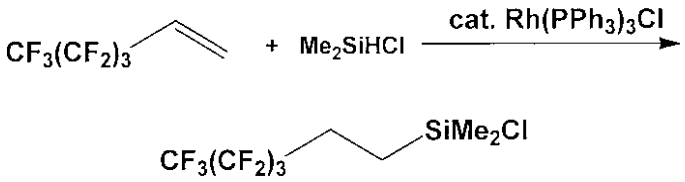
以下、実施例および参考例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。

【００５８】

（参考例１）

【００５９】

【化１３】



(10)

【００６０】

磁気撹拌子及びジムロート冷却管を備えた２００ｍＬ二つ口フラスコをアルゴンで置換し、クロロトリス（トリフェニルホスフィン）ロジウム（Ｉ）０．１２５ｇ（０．１３５ｍｍｏｌ）、脱水トルエン５０ｍＬ、３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロ－１－ヘキセン１２．４ｇ（５０．３ｍｍｏｌ）及びクロロジメチルシラン９．４６ｇ（１００ｍｍｏｌ）を収めた。１２０℃で１０時間加熱還流し、ガスクロマトグラフィーにて反応終了を確認した。常圧蒸留でトルエンを留去後、減圧蒸留（沸点６７℃／２．９ｋＰａ）することにより、クロロ（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）ジメチルシランを無色透明な液体として６．７８ｇ（収率３９．６％，ＧＣ純度８０％）得た。

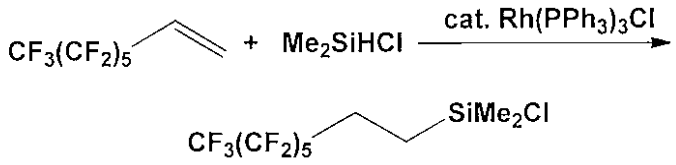
ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：２２８（２），１８９（２１），１４５（２４），１１９（８），１０９（１００）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．４８（ｓ，６Ｈ），１．０４～１．０８（ｍ，２Ｈ），２．１０～２．２３（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ１．３６，８．９５，２５．６，１１６．３，１１８．９，１２１．６；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－２２．９；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１２３．１，－１２４．２，－１１６．０，－８１．０；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：２９７０，２９０８，１４４２，１３５０，１２１１，８７９，８４９，８０２，７０２．

【００６１】

（参考例２）

【００６２】

【化１４】



(11)

【００６３】

磁気撹拌子及びジムロート冷却管を備えた２００ｍＬ二つ口フラスコをアルゴンで置換し、クロロトリス（トリフェニルホスフィン）ロジウム（Ｉ）０．２６８ｇ（０．２９０ｍｍｏｌ）、脱水トルエン５０ｍＬ、（パーフルオロヘキシル）エチレン２１．１ｇ（６０．８ｍｍｏｌ）及びクロロジメチルシラン１２．８ｇ（１３６ｍｍｏｌ）を収めた。１５０℃で１８時間加熱還流後、クロロジメチルシラン５．４８ｇ（５７．９ｍｍｏｌ）を加え１５０℃で３時間加熱還流させた。ガスクロマトグラフィーにて反応終了を確認した。減圧下でトルエンを留去後、クーゲルロール蒸留装置を用いて減圧蒸留（蒸留温度５０℃／４０Ｐａ）することによりクロロ（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）ジメチルシランを無色透明な液体として１４．７ｇ（収率５５．０％，ＧＣ純度９１％）得た。

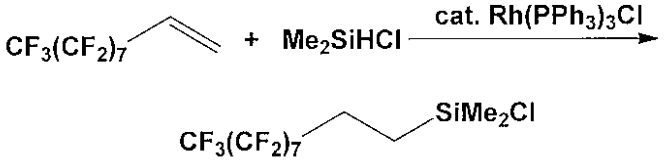
ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：３０９（３），２６９（２），２４５（１３），２３９（１４），２１９（３），１１９（８），１０９（１００）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．４８（ｓ，６Ｈ），１．０４～１．０９（ｍ，２Ｈ），２．１０～２．２３（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ１．２７，９．３６，２６．１７，１０９．６４，１２２．２６，１１４．４８，１１６．８０，１１９．４８，１２２．１８；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－３１．７；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１２６．２，－１２３．３，－１２２．９，－１２２．０，－８１．０；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：２９６８，２９１０，１４４２，１３６２，１２３４，１０６６，８４４，８１０，８０２，６３４．

【００６４】

（参考例３）

【００６５】

【化１５】



(12)

【００６６】

磁気撹拌子及びジムロート冷却管を備えた２００ｍＬ二つ口フラスコをアルゴンで置換し、クロロトリス（トリフェニルホスフィン）ロジウム（Ｉ）０．１１０ｇ（０．１１９ｍｍｏｌ）、脱水トルエン２５ｍＬ、３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，９，９，１０，１０，１０－ヘプタデカフルオロ－１－デセン１１．２ｇ（２５．１ｍｍｏｌ）及びクロロジメチルシラン４．７８ｇ（５０．５ｍｍｏｌ）を収めた。１５０℃で１７時間加熱還流し、ガスクロマトグラフィーにて反応終了を確認した。減圧下でトルエンを留去後、クーゲルロール蒸留装置を用いて減圧蒸留（蒸留温度１２０℃／４０Ｐａ）することにより、クロロ（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，９，９

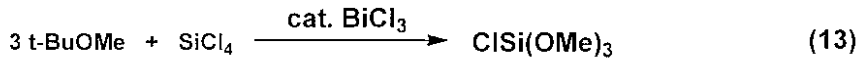
，１０，１０，１０－ヘプタデカフルオロデシル）ジメチルシランを無色透明な液体として１０．３ｇ（収率７５．５％，ＧＣ純度９４％）得た。
ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：４０９（２），３３９（１０），１１９（１１２），１０９（１００）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．４８（ｓ，６Ｈ），１．０４～１．０８（ｍ，２Ｈ），２．１０～２．２３（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．９７，８．９７，２５．７３，１０６．３９，１０９．０８，１１１．５１，１１１．５７，１１４．５６，１１６．３０，１１８．９９，１２１．６９；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－３１．３；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１２６．２，－１２３．３，－１２２．３，－１２２．７，－１２２．０，－１２１．８，－１１５．９，－８０．９；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：２９６２，２９０８，１４４２，１３５７，１２０３，１１４９，８４８，８０２，６５６．

【００６７】

（参考例４）

【００６８】

【化１６】



【００６９】

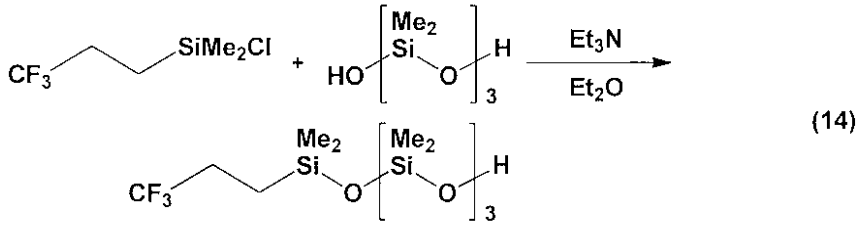
磁気撹拌子、１００ｍＬ滴下ロートおよびジムロートを備えた５００ｍＬ三つ口フラスコをアルゴンで置換し、ｔ－ブチルメチルエーテル（１５５ｇ，１．７７ｍｏｌ）及び塩化ビスマス（１．８７ｇ，５．８９ｍｍｏｌ）を収め、室温で滴下ロートから四塩化ケイ素（９９．２ｇ，０．５８９ｍｏｌ）を２時間かけて滴下した。１５時間常温で撹拌した後、ガスクロマトグラフィーにより反応が完結したことを確認した。この混合物を常圧で蒸留し（沸点１１２℃）、目的とするクロロトリメトキシシランを６７．４ｇ（収率７３．１％）得た。
ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ），ｍ／ｚ（％）：１４１（［Ｍ－ＣＨ$_{3}$］$^{+}$，９．４），１１１（１２），１２０（１００）．^{1}ＨＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$），ａ（ｐｐｍ）：３．６０（ｓ，９Ｈ，ＯＭｅ）．^{13}ＣＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$），ａ（ｐｐｍ）：５１．８．^{29}ＳｉＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$），ａ（ｐｐｍ）：－６６．６．

【００７０】

（実施例１）７－（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン－１－オール（化合物２－Ａ）の合成

【００７１】

【化１７】



【００７２】

磁気撹拌子、リービッヒ冷却管及び滴下ロートを備えた２００ｍＬ三つ口フラスコをアルゴンで置換し、フラスコに１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサン－１

，５－ジオール５．５６ｇ（２３．１ｍｍｏｌ）及び脱水ジエチルエーテル５０．０ｍＬ、トリエチルアミン２．２４ｇ（２３．２ｍｍｏｌ）を収めた。滴下ロートに脱水ジエチルエーテル５０．０ｍＬ及び（３，３，３－トリフルオロプロピル）クロロジメチルシラン３．９４ｇ（２０．７ｍｍｏｌ）を収め、フラスコを０℃まで冷却し、２．５時間かけて滴下した。滴下後、２５℃で１時間撹拌し、ガスクロマトグラフィー（ＧＣ）にて反応終了を確認した。反応混合物を分液ロート中水で洗浄し、有機層をロータリーエバポレーターで濃縮後、リサイクル型高速液体クロマトグラフィー（移動層：メタノール）を用いて分取することにより、目的とする７－（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン－１－オール（化合物２－Ａ）を無色透明の液体として５．１２ｇ（収率６２．７％，ＧＣ純度９９％）得た。

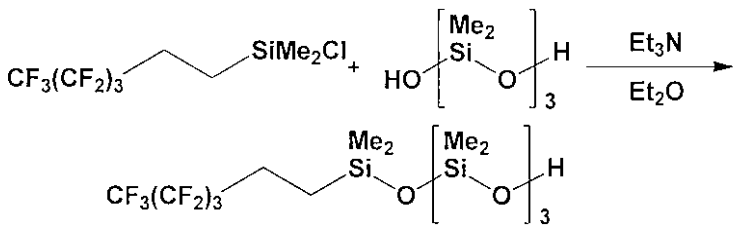
ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：３７９（１），２８１（１００），２２７（３５），２０７（７１），１３３（４９）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．０７（ｓ，６Ｈ），０．０９（ｓ，６Ｈ），０．１３（ｓ，６Ｈ），０．１４（ｓ，６Ｈ）０．７４～０．７９（ｍ，２Ｈ），２．００～２．１３（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－０．１４，０．３２，１．００，１．１０，９．８７，２８．３，１２８；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－２０．９，－２０．３，－１０．６，７．０９；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－６８．７；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：３３２２，２９６２，２９０６，１４４６，１３６５，１２５９，１０６５，１０２８，７９１，６８５．

【００７３】

（実施例２）７－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン－１－オール（化合物２－Ｂ）の合成

【００７４】

【化１８】



(15)

【００７５】

磁気撹拌子、リービッヒ冷却管及び滴下ロートを備えた１００ｍＬ三つ口フラスコをアルゴンで置換し、フラスコに１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサン－１，５－ジオール３．８９ｇ（１６．２ｍｍｏｌ）、脱水ジエチルエーテル１５．０ｍＬ、及びトリエチルアミン１．６５ｇ（１６．３ｍｍｏｌ）を収めた。滴下漏斗に脱水ジエチルエーテル１５．０ｍＬ及びクロロジメチル（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）シラン５．０４ｇ（１４．８ｍｍｏｌ）を収め、３０分かけて滴下した。滴下後、２５℃で１時間撹拌し、ガスクロマトグラフィー（ＧＣ）にて反応終了を確認した。反応混合物を水で洗浄し、有機層をロータリーエバポレーターで濃縮後、リサイクル型高速液体クロマトグラフィー（移動層：メタノール）を用いて分取することにより、目的とする７－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－１，１，３，３，５，５，７，７ーオクタメチルテトラトリシロキサン－１－オール（化合物２－Ｂ）を無色透明の液体として４．７０ｇ（収率５８．４％，ＧＣ純度８２％）得た。

ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：５２９（２），２８５（１００），２８１（８５），２０７（４０），１３３（９）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．０７（ｓ，６Ｈ），０．０９（ｓ，６Ｈ），０．１４（ｓ，６Ｈ），０．１５（

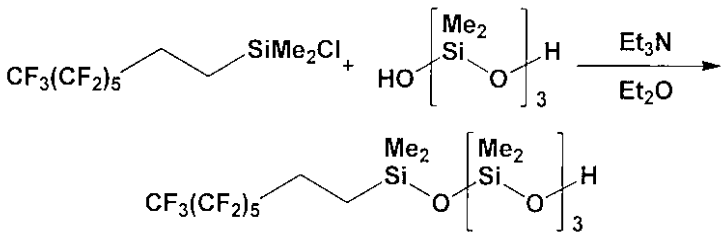
ｓ，６Ｈ）０．７６～０．８０（ｍ，２Ｈ），２．００～２．１３（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_3$）：δ－０．１１，０．３５，１．００，１．１０，７．５３，２５．４，１１１．０１，１１６．１３，１１８．８１，１２１．５０；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_3$）：δ－２０．９，－２０．３，－１０．７，７．３８；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_3$）：δ－１２６．１，－１２４．３，－１２２．３，－８１．０５；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：３３２３，２９６２，２９０８，１４４２，１３５２，１２５９，１０６６，１０３２，７９５，７０２．

【００７６】

（実施例３）７－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン－１－オール（化合物２－Ｃ）の合成

【００７７】

【化１９】



【００７８】

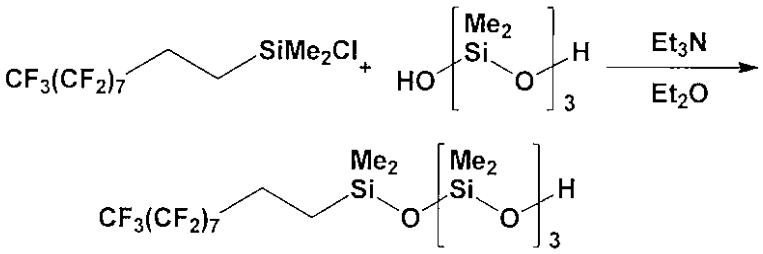
磁気撹拌子、リービッヒ冷却管及び滴下ロートを備えた５０ｍＬ三つ口フラスコをアルゴンで置換し、フラスコに１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサン－１，５－ジオール１．４７ｇ（６．１０ｍｍｏｌ）、脱水ジエチルエーテル５．０ｍＬ及びトリエチルアミン０．６２７ｇ（６．２０ｍｍｏｌ）を収めた。滴下漏斗に脱水ジエチルエーテル５．０ｍＬ及びクロロジメチル（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）シラン２．４３ｇを収め、３０分かけて滴下した。滴下後、２５℃で１時間撹拌し、ガスクロマトグラフィー（ＧＣ）にて反応終了を確認した。反応混合物を水で洗浄し、有機層をロータリーエバポレーターで濃縮後、リサイクル型高速液体クロマトグラフィー（移動層：メタノール）を用いて分取することにより、目的とする７－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン－１－オール（化合物２－Ｃ）を無色透明の液体として２．９１ｇ（収率８１．７％，ＧＣ純度９６％）得た。

ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：６２９（２），２８５（１００），２８１（８７），２０７（３９），１３３（８）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_3$）：δ０．０７（ｓ，６Ｈ），０．０９（ｓ，６Ｈ），０．１４（ｓ，６Ｈ），０．１５（ｓ，６Ｈ）０．７６～０．８０（ｍ，２Ｈ），２．００～２．１３（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_3$）：δ－０．１７，０．２９，０．９４，１．０４，７．５５，２５．５，１０８．７，１１１．３，１１４．０，１１６．２，１１８．８，１２１．０；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_3$）：δ－２０．８，－２０．３，－１０．４，７．３８；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_3$）：δ－１２６．２，－１２３．３，－１２２．９，－１２２．０，－１１６．１，－８０．８７；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：３３０３，２９６２，２９０８，１４４２，１３５０，１２５９，１０６６，１０３３，７９５，７０５．

【００７９】

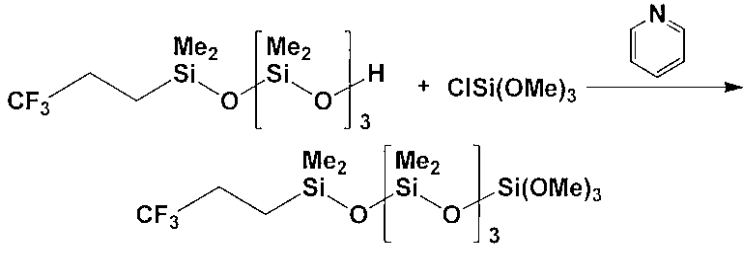
（実施例４）７－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，９，９，１０，１０，１０－ヘプタデカフルオロデシル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン－１－オール（化合物２－Ｄ）の合成

【００８０】
【化２０】



(17)

【００８１】
磁気撹拌子、リービッヒ冷却管及び滴下ロートを備えた１００ｍＬ三つ口フラスコをアルゴンで置換し、フラスコに１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサン－１，５－ジオール２．８８ｇ（１２．０ｍｍｏｌ）、脱水ジエチルエーテル１０．０ｍＬ及びトリエチルアミン１．３２ｇ（１３．０ｍｍｏｌ）を収めた。滴下漏斗に脱水ジエチルエーテル１５．０ｍＬ及びクロロジメチル（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，９，９，１０，１０，１０－ヘプタデカフルオロデシル）シラン５．４０ｇ（９．９９ｍｍｏｌ）を収め、１時間かけて滴下した。滴下後、２５℃で３時間撹拌し、ガスクロマトグラフィー（ＧＣ）にて反応終了を確認した。反応混合物を水で洗浄し、有機層をロータリーエバポレーターで濃縮後、リサイクル型高速液体クロマトグラフィー（移動層：メタノール）を用いて分取することにより、目的とする（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，９，９，１０，１０，１０－ヘプタデカフルオロデシル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルトリシロキサン－１－オール（化合物２－Ｄ）を無色透明の液体として５．６４ｇ（収率７２．９％，ＧＣ純度７３％）得た。
ＥＩ－ＭＳ（７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：７２９（３），２８５（１００），２８１（９１），２０７（４０），１３３（８）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．０７（ｓ，６Ｈ），０．０９（ｓ，６Ｈ），０．１４（ｓ，６Ｈ），０．１５（ｓ，６Ｈ）０．７６～０．８０（ｍ，２Ｈ），２．００－２．１４（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１．９３，－０．４８，０．５９，０．７７，７．４９，２５．４，１０６．２，１０８．７，１１０．５，１１１．１，１１１．５，１１１．６，１１７．４，１１８．６；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－２０．８，－２０．３，－１０．３，７．４０；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１２６．１，－１２３．３，－１２２．６，－８１．１；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：３２８６，２９６２，２９０８，１４４２，１３５７，１２３４，１０３３，７９５，７０５．
【００８２】
（実施例５）９－（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ａ）の合成
【００８３】
【化２１】



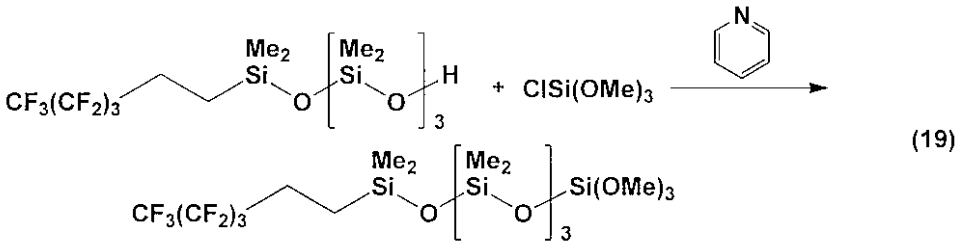
(18)

【００８４】

磁気撹拌子及びリービッヒ冷却管を備えた１００ｍＬ二つ口フラスコをアルゴンで置換し、７－（３，３，３－トリフルオロプロピル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルテトラシロキサン－１－オール３．８５ｇ（９．７５ｍｍｏｌ）及び脱水ジエチルエーテル３０．０ｍＬ、ピリジン２．４６ｇ（３１．０ｍｍｏｌ）を収めた。トリメトキシクロロシラン４．６５ｇ（２９．７ｍｍｏｌ）をシリンジで１０分かけて加え、２５℃で２時間撹拌し、ガスクロマトグラフィー（ＧＣ）にて反応終了を確認した。焼結ガラスフィルターを備えたシュレンク管でろ過後、減圧下で溶媒を留去した。クーゲルロール蒸留装置を用いて減圧蒸留（蒸留温度１３５℃／４０Ｐａ）することにより、目的とする９－（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ａ）を無色透明の液体として３．２６ｇ（収率６５．０％，ＧＣ純度９８．８％）得た。
ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：４９９（１４），３４７（１００），３１３（８４），２９７（４７），２７３（６５），２６９（６３），１９５（３２）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．０６（ｓ，６Ｈ），０．０９（ｓ，６Ｈ），０．１２（ｓ，６Ｈ），０．１５（ｓ，６Ｈ），０．７３－０．７８（ｍ，２Ｈ），１．９９－２．１２（ｍ，２Ｈ），３．５６（ｓ，９Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－０．１５，０．６４，０．９２，１．０４，９．８５，２８．２，５１．０，２５．２，１２８；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－８５．３，－２１．３，－２０．５，－１９．７，６．８４；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－６８．７；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）２９６０，２９０８，２８４４，１４４６，１３６５，１２５９，１２０１，１０６５，１０２６，７９６，６８７．

【００８５】
（実施例６）９－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ｂ）の合成

【００８６】
【化２２】



(19)

【００８７】
磁気撹拌子及びリービッヒ冷却管を備えた５０ｍＬ二つ口フラスコをアルゴンで置換し、７－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルトリシロキサン－１－オール３．６８ｇ（６．７５ｍｍｏｌ）、脱水ジエチルエーテル２０．０ｍＬ及びピリジン１．５４ｇ（１９．５ｍｍｏｌ）を収めた。トリメトキシクロロシラン３．１９ｇ（２０．４ｍｍｏｌ）をシリンジで１０分かけて加え、２５℃で２時間撹拌し、ガスクロマトグラフィー（ＧＣ）にて反応終了を確認した。焼結ガラスフィルターを備えたシュレンク管でろ過後、減圧下で溶媒を留去した。クーゲルロール蒸留装置を用いて減圧蒸留（蒸留温度１３５℃／４０Ｐａ）することにより、目的とする９－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ｂ）を無色透明の液体として２．８５ｇ（収率６３．５％，ＧＣ純度９４％）得た。

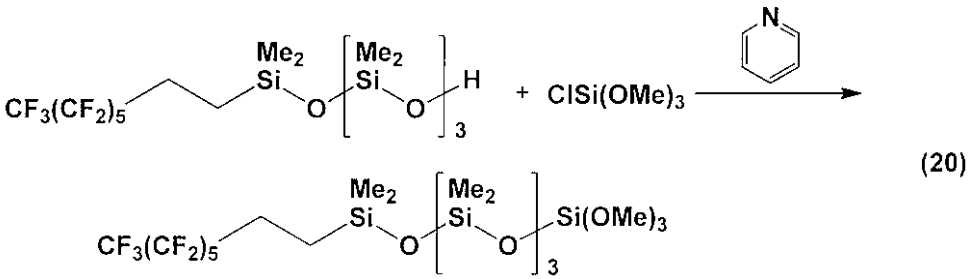
ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：６４９（２５），４１７（９），３１３（１００），２９７（４２），２６９（２２），１９５（２７），１６３（３１）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．０７（ｓ，６Ｈ），０．０９（ｓ，６Ｈ），０．１４（ｓ，６Ｈ），０．１５（ｓ，６Ｈ）０．７５－０．７９（ｍ，２Ｈ），１．９９－２．１３（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－０．１０，０．６８，０．９４，１．０６，７．５８，２５．４，５１．１，１１１．１，１１６．１，１１８．９，１２１．６；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－８５．３，－２１．２，－２０．４，１９．６３，７．１６；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１２６．１，－１２４．３，－１１６．３，－８１．０６；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）２９６２，２８４４，１４４２，１３５２，１２５９，１０６６，１０２９，７９６，７０２．

【００８８】

（実施例７）９－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ｃ）の合成

【００８９】

【化２３】



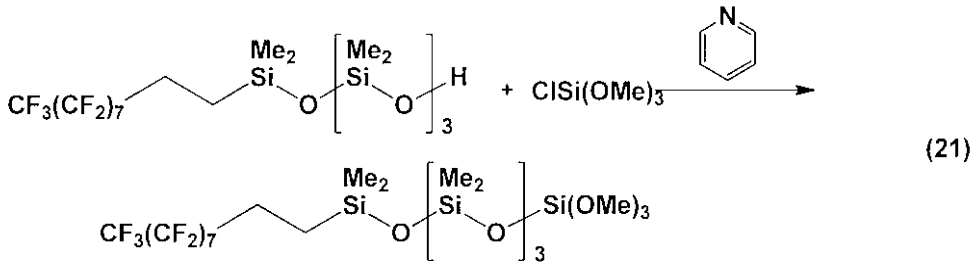
(20)

【００９０】

磁気撹拌子及びリービッヒ冷却管を備えた５０ｍＬ二つ口フラスコをアルゴンで置換し、７－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルトリシロキサン－１－オール２．４６ｇ（３．８２ｍｍｏｌ）、脱水ジエチルエーテル１０．０ｍＬ及びピリジン０．６２０ｇ（７．８４ｍｍｏｌ）を収めた。トリメトキシクロロシラン１．２３ｇ（７．８５ｍｍｏｌ）をシリンジで１０分かけて加え、２５℃で２時間撹拌し、ガスクロマトグラフィー（ＧＣ）にて反応終了を確認した。焼結ガラスフィルターを備えたシュレンク管でろ過後、減圧下で溶媒を留去した。クーゲルロール蒸留装置を用いて減圧蒸留（蒸留温度１２０℃／４０Ｐａ）することにより、目的とする９－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ｃ）を無色透明の液体として１．８３ｇ（収率６１．６％，ＧＣ純度９１％）得た。

ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：７４９（２２），４１７（１０），３１３（１００），２９７（４２），２６８（２２），１９５（２７），１６３（３０）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．０７（ｓ，６Ｈ），０．０９（ｓ，６Ｈ），０．１４（ｓ，６Ｈ），０．１５（ｓ，６Ｈ）０．７５－０．７９（ｍ，２Ｈ），１．９９－２．１３（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－０．１１，０．６４，０．９０，１．０３，７．５４，２５．４，５１．０６，１０８．９，１１１．４，１１３．５，１１６．０，１１８．７，１２１．４；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－８５．４，－２１．４，－２０．５，－１９．７，７．１３；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１２６．１，－１２３．３，－１２２．９，－１２２．０，－１１６．０，－８０．８１；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：２９６２，２８４４，１４４２，１３５６，１２５９，１０６８，１０２７，７９６

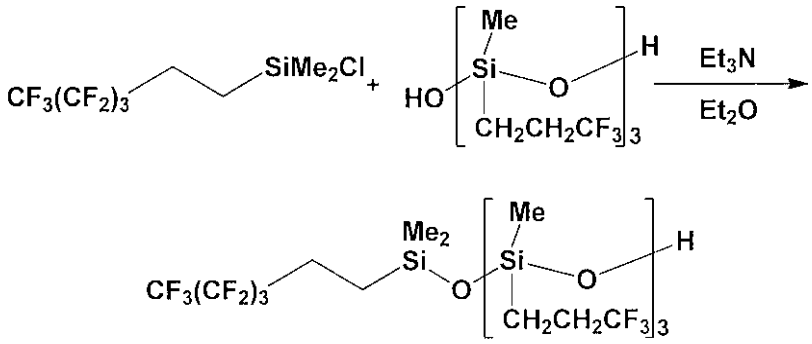
，７０６．
【００９１】
（実施例８）９－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，９，９，１０，１０，１０－ヘプタデカフルオロデシル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ｄ）の合成
【００９２】
【化２４】



(21)

【００９３】
磁気撹拌子及びリービッヒ冷却管を備えた５０ｍＬ二つ口フラスコをアルゴンで置換し、（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，９，９，１０，１０，１０－ヘプタデカフルオロデシル）－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルトリシロキサン－１－オール４．５１ｇ（６．０５ｍｍｏｌ）、脱水ジエチルエーテル２０．０ｍＬ及びピリジン１．４４ｇ（１８．２ｍｍｏｌ）を収めた。トリメトキシクロロシラン２．９０ｇ（１８．５ｍｍｏｌ）をシリンジで１０分かけて加え、２５℃で２時間撹拌し、ガスクロマトグラフィー（ＧＣ）にて反応終了を確認した。焼結ガラスフィルターを備えたシュレンク管でろ過後、減圧下で溶媒を留去した。クーゲルロール蒸留装置を用いて減圧蒸留（蒸留温度１４５℃／４０Ｐａ）することにより、目的とする９－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，９，９，１０，１０，１０－ヘプタデカフルオロデシル）－３，３，５，５，７，７，９，９－オクタメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ｄ）を無色透明の液体として４．０９ｇ（収率７８．２％，ＧＣ純度９７％）得た。
ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：４１７（１０），３７１（１３），３１３（１００），２９７（４３），２６９（２３），１９５（２５），１６３（２９）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．０７（ｓ，６Ｈ），０．０９（ｓ，６Ｈ），０．１４（ｓ，６Ｈ），０．１５（ｓ，６Ｈ）０．７５～０．７９（ｍ，２Ｈ），１．９９～２．１３（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－０．１０，０．６８，０．９６，１．０６，７．６２，２５．４，５１．１，１０５．７３，１０８．２，１１０．１，１１０．６，１１１．０，１１１．２，１１６．９，１１８．３；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－８５．３，－２１．２，－２０．４，－１９．６，７．１７；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１２６．１，－１２３．３，－１２２．７，－１２１．９，－１２１．７，－１１６．０，－８０．８４；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：２９６２，２８４６，１４４２，１３５７，１２４２，１０３４，８０２，７０２．
【００９４】
（実施例９）７－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプルピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサン－１－オール（化合物２－Ｅ）の合成
【００９５】

【化２５】



(22)

【００９６】

撹拌子、ジムロート冷却管及び滴下ロートを備えた５０ｍＬ三つ口フラスコをアルゴンで置換し、１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプルピル）－１，３，５－トリメチルシロキサン－１，５－ジオール２．８５ｇ、脱水ジエチルエーテル８．０ｍＬ及びトリエチルアミン０．８６５ｇを収めた。滴下漏斗に脱水ジエチルエーテル８．０ｍＬ及びクロロジメチル（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）シラン４．２１ｇを収めた。滴下後、室温で２時間撹拌し、ガスクロマトグラフィー（ＧＣ）で反応終了を確認した。反応混合物を水で洗浄し、ロータリーエバポレーターで溶媒を濃縮後、液体クロマトグラフィー（メタノール）を用いて７－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプルピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサン－１－オール（化合物２－Ｅ）を無色透明液体として３．６５ｇ（収率５５．２％）得た。

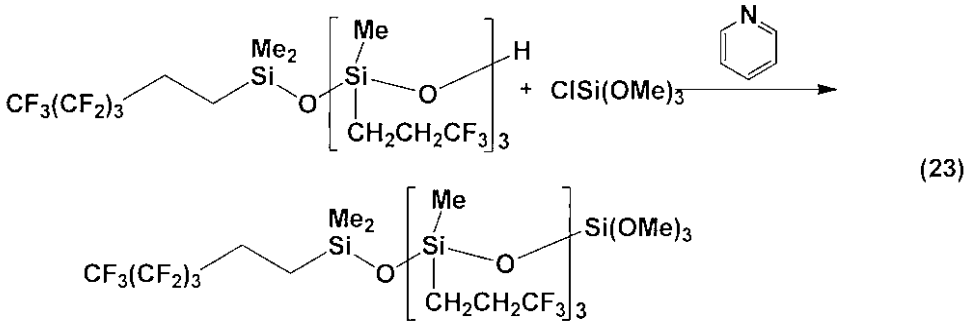
ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：２９３（４），２３７（３３），２３３（４０），２１５（８１），１５９（２６），１３７（１００），１０９（２９）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．１３～０．１９（ｍ，１５Ｈ），０．７６～０．８０（ｍ，２Ｈ），２．００～２．１３（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ-１．５０，－０．８９，－０．７７，－０．２２，７．４５，９．００，２５．２，２７．９６，１１１．０１，１１６．１３，１１８．８１，１２１．５０；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－２２．８，－２２．５，－２２．２，－１３．０，－１２．８，９．１３，９．３６；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１２６．１，－１２４．３，－１１６．３，－８１．０７，－６８．７３；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：３４１０，２９６４，２９０８，１４４６，１３６９，１２６３，１２０７，１０６５，８９８，７０１．

【００９７】

（実施例１０）９－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ｅ）の合成

【００９８】

【化２６】



(23)

【００９９】

磁気撹拌子及びリービッヒ冷却管を備えた５０ｍＬ二つ口フラスコをアルゴンで置換し、７－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプルピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサン－１－オール２．３２ｇ（２．９３ｍｍｏｌ）及び脱水ジエチルエーテル１２．０ｍＬ、ピリジン１．０１ｇ（１２．７ｍｍｏｌ）を収めた。トリメトキシクロロシラン１．７７ｇ（１１．３ｍｍｏｌ）をシリンジで１０分かけて加え、２５℃で３時間撹拌し、ガスクロマトグラフィー（ＧＣ）にて反応終了を確認した。焼結ガラスフィルターを備えたシュレンク管でろ過後、減圧下で溶媒を留去した。クーゲルロール蒸留装置を用いて減圧蒸留（蒸留温度１５０℃／３５Ｐａ）することにより、目的とする９－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ｅ）を無色透明の液体として１．４５ｇ（収率５４．４％）得た。

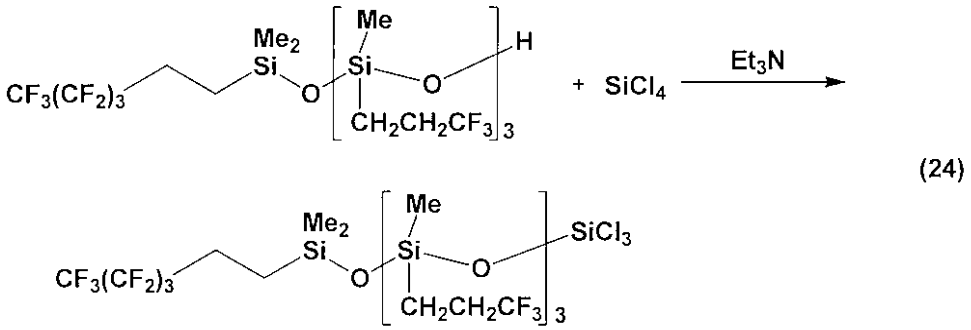
ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：４９１（５），３３５（５４），２７７（３４），２５３（３８），１９９（１００），１３７（９６），１０５（４７）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．１３～０．１９（ｍ，１５Ｈ），０．７１～０．８２（ｍ，８Ｈ），２．００～２．１３（ｍ，８Ｈ），３．５６（ｓ，９Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１．２９，－０．９８，－０．８２，－０．２２，７．３９，９．０３，２５．２，２７．８，５１．１，１２６．２，１２８．９，１３１．７；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－８５．６，－２２．４，－２１．３，９．１７；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１２６．１，－１２４．４，－１１６．２，－８１．１，－６８．９；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）２９５１，２８４８，１４４６，１３６９，１２６３，１２０７，１０８９，１０２４，８３７，７６９，７０２．

【０１００】

（実施例１１）９－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチル－１，１，１－トリクロロペンタシロキサン（化合物１－Ｆ）の合成

【０１０１】

【化２７】



(24)

【０１０２】

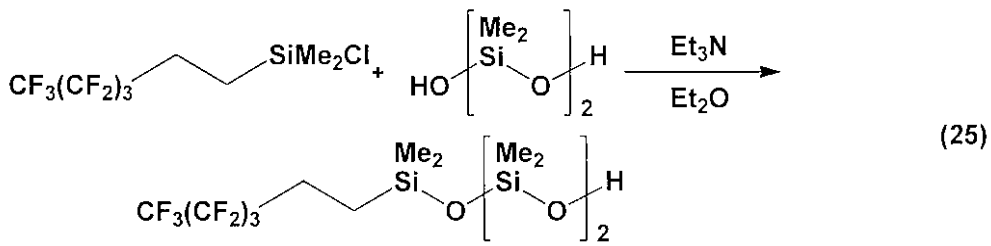
磁気撹拌子、リービッヒ冷却管及び滴下漏斗を備えた１００ｍＬ三つ口フラスコをアルゴンで置換し、フラスコに脱水ジエチルエーテル１０．０ｍＬ、テトラクロロシラン３．４１ｇ（２０．３ｍｍｏｌ）及びトリエチルアミン１．９９ｇ（１９．７ｍｍｏｌ）を収めた。滴下ロートに７－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－１，３，５－トリス（３，３，３－トリフルオロプルピル）－１，３，５，７，７－ペンタメチルテトラシロキサン－１－オール３．１７ｇ（４．０１ｍｍｏｌ）及び脱水ジエチルエーテル１０．０ｍＬを収め、１時間かけて滴下した。滴下後、２５℃で６０時間撹拌し、ＧＣ－ＭＳにて反応終了を確認した。焼結ガラスフィルターを備えたシュレンク管でろ過後、減圧下で溶媒を留去した。クーゲルロール蒸留装置を用いて減圧蒸留（蒸留温度１４５℃／４０Ｐａ）することにより、目的とする９－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－３，５，７－トリス（３，３，３－トリフルオロプロピル）－３，５，７，９，９－ペンタメチル－１，１，１－トリクロロペンタシロキサン（化合物１－Ｆ）を無色透明の液体として０．４５７ｇ（収率１２．３％）得た。ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：２９３（５），２３３（４７），２１５（５３），１５５（４４），１３７（１００），１０９（２３）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．１４（ｓ，３Ｈ），０．１７（ｓ，６Ｈ），０．１９（ｓ，３Ｈ），０．３１（ｓ，３Ｈ），０．７２～０．８２（ｍ，８Ｈ），１．９７～２．１４（ｍ，８Ｈ）；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－２２．４，－２１．７，－１７．７，３．３８，９．４２；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１２６．１，－１２４．４，－１１６．３，－８１．１，－６８．７；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：２９６０，２９１０，１４４６，１３６９，１２６３，１２０７，１０６６，１０２４，８４１，７７１，６００．

【０１０３】

（実施例１２）５－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサン－１－オール（化合物２－Ｆ）の合成

【０１０４】

【化２８】



(25)

【０１０５】

磁気撹拌子、リービッヒ冷却管及び滴下ロートを備えた５０ｍＬ三つ口フラスコをアルゴンで置換し、フラスコに１，１，３，３－テトラメチルジシロキサン－２，４－ジオール１．６４ｇ（９．８５ｍｍｏｌ）、脱水ジエチルエーテル１０．０ｍＬ及びトリエチルアミン０．９５３ｇ（９．４２ｍｍｏｌ）を収めた。滴下漏斗に脱水ジエチルエーテル５．０ｍＬ及びクロロジメチル（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）シラン２．５１ｇ（７．３６ｍｍｏｌ）を収め、３５分かけて滴下した。滴下後、２５℃で３時間撹拌し、ガスクロマトグラフィー（ＧＣ）にて反応終了を確認した。反応混合物を水で洗浄し、有機層をロータリーエバポレーターで濃縮後、クーゲルロール蒸留装置を用いて減圧蒸留（蒸留温度１００℃／４０Ｐａ）することにより、目的とする５－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサン－１－オール（化合物２－Ｆ）を無色透明の液体として２．０８ｇ（収率６０．０％）得た。

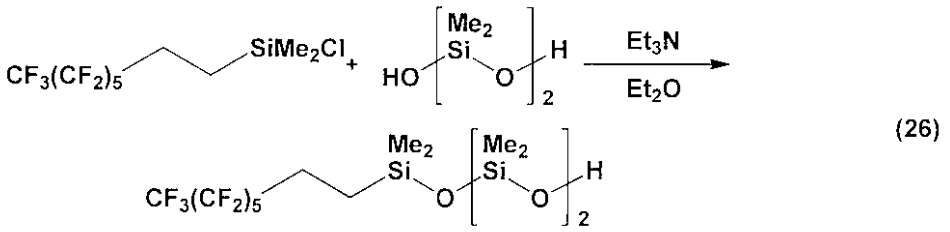
ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：４５５（１），２２７（１９），２１１（１００），２０７（９４），１９１（１４）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．０８（ｓ，６Ｈ），０．１３（ｓ，６Ｈ），０．１５（ｓ，６Ｈ），０．７６～０．８０（ｍ，２Ｈ），２．００～２．１４（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－０．１１，０．２８，１．０６，７．４８，２５．３，１１６，１１８，１１９，１２１；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１９．９，－１０．８，７．３７；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１２６，－１２４，－１１６，－８１．１；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：３３０５，２９６２，２９０６，１２５９，１２１８，１０４１，７９６．

【０１０６】

（実施例１３）５－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサン－１－オール（化合物２－Ｇ）の合成

【０１０７】

【化２９】



(26)

【０１０８】

磁気撹拌子、リービッヒ冷却管及び滴下ロートを備えた５００ｍＬ三つ口フラスコをアルゴンで置換し、フラスコに１，１，３，３－テトラメチルジシロキサン－２，４－ジオール３．１５ｇ（１８．９ｍｍｏｌ）、脱水ジエチルエーテル１３０ｍＬ及びトリエチルアミン１．９２ｇ（１９．０ｍｍｏｌ）を収めた。滴下ロートに脱水ジエチルエーテル２０．０ｍＬ及びクロロジメチル（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）シラン７．１０ｇを収め、２５分かけて滴下した。滴下後、２５℃で３時間撹拌した。反応混合物を水で洗浄し、有機層をロータリーエバポレーターで濃縮後、クーゲルロール蒸留装置を用いて減圧蒸留（蒸留温度９５℃／２０Ｐａ）することにより、目的とする５－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサン－１－オール（化合物２－Ｇ）を無色透明の液体として６．８５ｇ（収率７４．６％）得た。

ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：５５５（０．４），２２７（２３），２２３（３５），２１１（１００），２０７（９９），１９１（１６）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．０８（ｓ，６Ｈ），０．１３（ｓ，６Ｈ），０．１５（

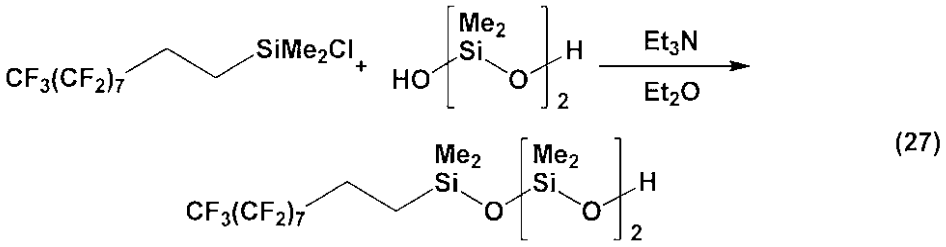
ｓ，６Ｈ），０．７６～０．８０（ｍ，２Ｈ），２．００～２．１４（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_3$）：δ－０．１１，０．２７，１．０５，７．４７，２５．１－２５．６；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_3$）：δ－１９．９，－１０．６，７．３９；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_3$）：δ－１２６．１，－１２３．３，－１２２．９，－１２１．９，－８０．８；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：３３３８，２９６４，１４４２，１２３６，１０４５，７９６，７０２．

【０１０９】

（実施例１４）５－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，９，９，１０，１０，１０－ヘプタデカフルオロデシル）－１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサン－１－オール（化合物２－Ｈ）の合成

【０１１０】

【化３０】



(27)

【０１１１】

磁気撹拌子、リービッヒ冷却管及び５０ｍＬ滴下ロートを備えた３００ｍＬ三つ口フラスコをアルゴンで置換し、フラスコに１，１，３，３-テトラメチルジシロキサン-２，４-ジオール３．３０ｇ（２０．０ｍｍｏｌ）、脱水ジエチルエーテル１４０ｍＬ及びトリエチルアミン１．７０ｇ（１６．８ｍｍｏｌ）を収めた。滴下漏斗に脱水ジエチルエーテル１０．０ｍＬ及びクロロジメチル（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，９，９，１０，１０，１０－ヘプタデカフルオロデシル）シラン７．０１ｇ（１３．０ｍｍｏｌ）を収め、氷浴で０℃まで冷却し、２０分かけて滴下した。滴下後、２５℃で９０分撹拌した。反応混合物を水で洗浄し、有機層をロータリーエバポレーターで濃縮後、クーゲルロール蒸留装置を用いて減圧蒸留（蒸留温度１１０℃／２０Ｐａ）することにより、目的とする５－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサン－１－オール（化合物２－Ｈ）を無色透明の液体として６．５２ｇ（収率７５．０％）得た。

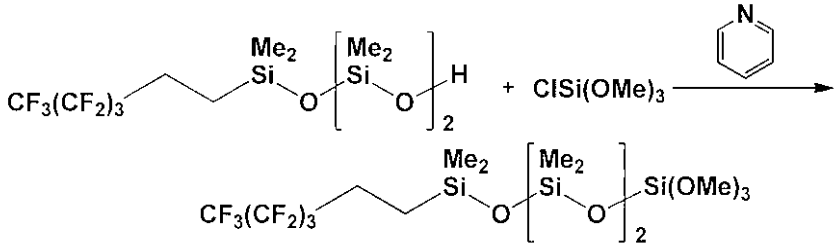
ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：６５５（０．４），２２７（２７），２２３（３８），２１１（１００），２０７（９９．５）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_3$）：δ０．０８（ｓ，６Ｈ），０．１４（ｓ，６Ｈ），０．１５（ｓ，６Ｈ），０．７６～０．８０（ｍ，２Ｈ），２．０１～２．１４（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_3$）：δ－１．１０，０．２６，１．０４，７．４８，２５．５；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_3$）：δ－１９．９，－１０．６，７．３５；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_3$）：δ－１２６．１，－１２３．３，－１２２．７，－１２２．０，－１２１．７，－１１６．０，－８０．７４；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：３２８６，２９６２，１２０１，１１４５，１０４３，７９６，７９５，７０４．

【０１１２】

（実施例１５）７－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－３，３，５，５，７，７－ヘキサメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ｇ）の合成

【０１１３】

【化３１】



(28)

【０１１４】

磁気撹拌子、リービッヒ冷却管及び２５ｍＬ滴下ロートを備えた５０ｍＬ三つ口フラスコをアルゴンで置換し、５－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサン－１－オール１．８８ｇ（３．９９ｍｍｏｌ）及び脱水ジエチルエーテル５．０ｍＬ、ピリジン０．４６９ｇ（５．９３ｍｍｏｌ）を収めた。滴下漏斗に脱水ジエチルエーテル５．０ｍＬ及びトリメトキシクロロシラン０．９８１ｇ（６．２６ｍｍｏｌ）を収め、０℃で１０分かけて滴下した。２５℃で３時間撹拌した。焼結ガラスフィルターを備えたシュレンク管でろ過後、減圧下で溶媒を留去した。クーゲルロール蒸留装置を用いて減圧蒸留（蒸留温度８０℃／２５Ｐａ）することにより、目的とする７－（３，３，４，４，５，５，６，６，６－ノナフルオロヘキシル）－３，３，５，５，７，７－ヘキサメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ｇ）を無色透明の液体として１．４０ｇ（収率５９．４％）得た。

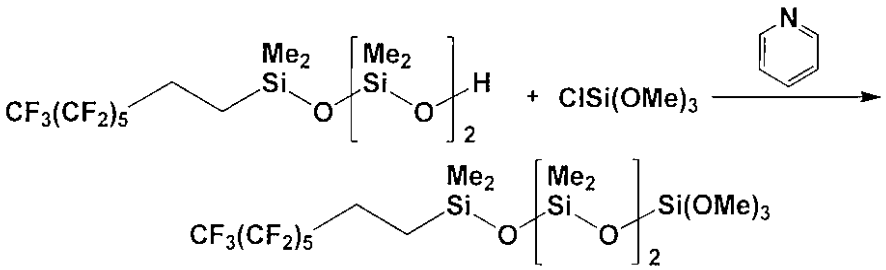
ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：５７５（２１），３４７（６０），３４３（１００），２３９（６０），２２３（３９），１０５（３９）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．０８（ｓ，６Ｈ），０．１４（ｍ，１２Ｈ），０．７５～０．７９（ｍ，２Ｈ），１．９９～２．１３（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－０．１５，０．６０，０．９８，７．４９，２５．３，５１．１；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－８５．３，－２０．０，１９．５，７．３１；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１２６．１，－１２４．３，－１１６．３，－８１．１；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）２９６２，２８４４，１４４２，１３５２，１２６１，１０８７，１０３５，８２９，７９８，７４６．

【０１１５】

（実施例１６）７－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－３，３，５，５，７，７－ヘキサメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ｈ）の合成

【０１１６】

【化３２】



(29)

【０１１７】

磁気撹拌子、リービッヒ冷却管及び５０ｍＬ滴下ロートを備えた１００ｍＬ三つ口フラスコをアルゴンで置換し、５－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサン

－１－オール１．９２ｇ（３．３７ｍｍｏｌ）、脱水ジエチルエーテル３０．０ｍＬ及びピリジン０．４８ｇ（６．１２ｍｍｏｌ）を収めた。滴下漏斗に脱水ジエチルエーテル１０．０ｍＬ、トリメトキシクロロシラン１．６７ｇ（１０．６ｍｍｏｌ）を収め、５分かけて滴下した。２５℃で２時間撹拌した。焼結ガラスフィルターを備えたシュレンク管でろ過後、減圧下で溶媒を留去した。クーゲルロール蒸留装置を用いて減圧蒸留（蒸留温度１２０℃／４５Ｐａ）することにより、目的とする７－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，８－トリデカフルオロオクチル）－３，３，５，５，７，７－ヘキサメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ｈ）を無色透明の液体として１．５６ｇ（収率７５．２％）得た。

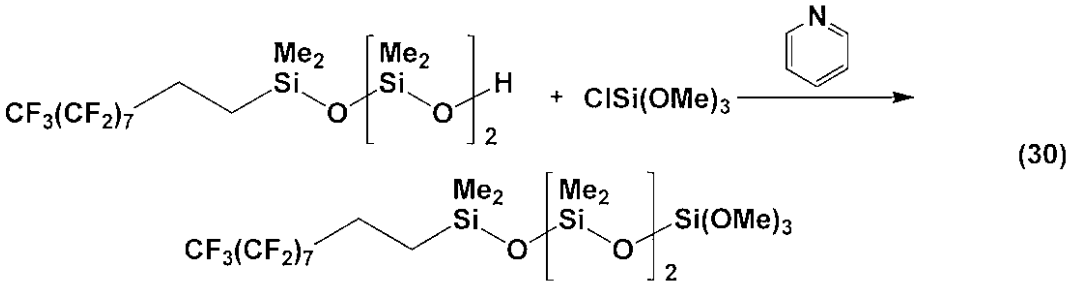
ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：６７５（１７），３４７（６６），３４３（１００），２７３（２９），２６８（２４），２３９（５８），２２３（３７），１０５（３２）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．０８（ｓ，６Ｈ），０．１４（ｓ，１２Ｈ），０．７５～０．８０（ｍ，２Ｈ），１．９９～２．１３（ｍ，２Ｈ）３．５６（ｓ，１２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－０．１６，０．５７，０．９６，７．４３，２５．３，５１．０；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－８５．４，－２０．１，－１９．６，７．３０；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１２６．１，－１２３．４，－１２２．９，－１２２．０，－１１６．１，－８０．８；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：２９６２，２８４６，１４４２，１３６２，１２３８，１１９４，１０８８，１０３６，８２７，７９８，７０６．

【０１１８】

（実施例１７）７－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，９，９，１０，１０，１０－ヘプタデカフルオロデシル）－３，３，５，５，７，７－ヘキサメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ｉ）の合成

【０１１９】

【化３３】



【０１２０】

磁気撹拌子、リービッヒ冷却管及び２５ｍＬ滴下ロートを備えた１００ｍＬ三つ口フラスコをアルゴンで置換し、５－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，９，９，１０，１０，１０－ヘプタデカフルオロデシル）－１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサン－１－オール２．２１ｇ（３．２９ｍｍｏｌ）及び脱水ジエチルエーテル２５．０ｍＬ、ピリジン０．３２３ｇ（４．０８ｍｍｏｌ）を収めた。滴下漏斗に脱水ジエチルエーテル１５．０ｍＬ、トリメトキシクロロシラン０．７８７ｇ（５．２４ｍｍｏｌ）を収め、２０分かけて滴下した後２５℃で３時間撹拌した。焼結ガラスフィルターを備えたシュレンク管でろ過後、減圧下で溶媒を留去した。クーゲルロール蒸留装置を用いて減圧蒸留（蒸留温度１１０℃／４０Ｐａ）することにより、目的とする７－（３，３，４，４，５，５，６，６，７，７，８，８，９，９，１０，１０，１０－ヘプタデカフルオロデシル）－３，３，５，５，７，７－ヘキサメチル－１，１，１－トリメトキシペンタシロキサン（化合物１－Ｉ）を無色透明の液体として１．８７ｇ（収率７１．９％）得た。

ＧＣ－ＭＳ（ＥＩ，７０ｅＶ）ｍ／ｚ（％）：７７５（９），３４７（６０），３４３（１００），２７３（２７），２３９（４３），２２３（２６），１０５（２４）；^{1}Ｈ－ＮＭＲ（４００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ０．０８（ｓ，６Ｈ），０．１４（ｓ，１２Ｈ），０．１５（ｓ，６Ｈ）０．７５～０．８０（ｍ，２Ｈ），１．９９～２．１３（ｍ，２Ｈ）；^{13}Ｃ－ＮＭＲ（１００ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－０．１６，０．５８，０．９６，７．４７，２５．４，５１．０；^{29}Ｓｉ－ＮＭＲ（７９ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－８５．４，－２０．１，－１９．６，７．３０；^{19}Ｆ－ＮＭＲ（３７６ＭＨｚ，ＣＤＣｌ$_{3}$）：δ－１２６．１，－１２３．３，－１２２．７，－１２２．０，－１２１．８，－１１６．１，－８０．７６；ＩＲ（ｎｅａｔ，ｃｍ$^{-1}$）：２９６２，２８４６，１２０１，１０９０，１０３５，１０３４，８２９，７９８，７０４．

【０１２１】

（実施例１８）化合物１－Ａのガラス基材への表面処理

化合物１－Ａの０．３重量％クロロホルム溶液を調整し、この溶液に５０℃でソーダガラス基材をディップコートで成膜を行った。改質面５ヶ所で水及びヘキサデカン（液滴量１μＬ）の接触角をθ／２法により求め、平均を求めたところ、水に対する接触角は６５．５°、ヘキサデカンに対する接触角は１８．９°という値を得た。

【０１２２】

（実施例１９）化合物１－Ｂのガラス基材への表面処理

化合物１－Ｂの０．３重量％クロロホルム溶液を調整し、この溶液に５０℃でソーダガラス基材をディップコートで成膜を行った。改質面５ヶ所で水及びヘキサデカン（液滴量１μＬ）の接触角をθ／２法により求め、平均を求めたところ、水に対する接触角は７５．１°、ヘキサデカンに対する接触角は２６．１°という値を得た。

【０１２３】

（実施例２０）化合物１－Ｃのガラス基材への表面処理

化合物１－Ｃの０．３重量％クロロホルム溶液を調整し、この溶液に５０℃でソーダガラス基材をディップコートで成膜を行った。改質面５ヶ所で水及びヘキサデカン（液滴量１μＬ）の接触角をθ／２法により求め、平均を求めたところ、水に対する接触角は４９．８°、ヘキサデカンに対する接触角は２２．１°という値を得た。

【０１２４】

（実施例２１）化合物１－Ｄのガラス基材への表面処理

化合物１－Ｄの０．３重量％クロロホルム溶液を調整し、この溶液に５０℃でソーダガラス基材をディップコートで成膜を行った。改質面５ヶ所で水及びヘキサデカン（液滴量１μＬ）の接触角をθ／２法により求め、平均を求めたところ、水に対する接触角は６４．６°、ヘキサデカンに対する接触角は１７．８°という値を得た。

【０１２５】

（実施例２２）化合物１－Ｅのガラス基材への表面処理

化合物１－Ｅの０．３重量％クロロホルム溶液を調整し、この溶液に５０℃でソーダガラス基材をディップコートで成膜を行った。改質面５ヶ所で水及びヘキサデカン（液滴量１μＬ）の接触角ｋをθ／２法により求め、平均を求めたところ、水に対する接触角は７３．８°、ヘキサデカンに対する接触角は２４．７°という値を得た。

【０１２６】

（実施例２３）化合物１－Ｆのガラス基材への表面処理

化合物１－Ｆの０．３重量％クロロホルム溶液を調整し、この溶液に５０℃でソーダガラス基材をディップコートで成膜を行った。改質面５ヶ所で水及びヘキサデカン（液滴量１μＬ）の接触角ｋをθ／２法により求め、平均を求めたところ、水に対する接触角は９２．２°、ヘキサデカンに対する接触角は４４．０°という値を得た。

【０１２７】

（実施例２４）化合物２－Ａのガラス基材への表面処理

化合物２－Ａの０．３重量％クロロホルム溶液を調整し、この溶液に５０℃でソーダガラス基材をディップコートで成膜を行った。改質面５ヶ所で水及びヘキサデカン（液滴量１

μＬ）の接触角ｋをθ／２法により求め、平均を求めたところ、水に対する接触角は５４．８°、ヘキサデカンに対する接触角は１５．４°という値を得た。

【０１２８】

（実施例２５）化合物２－Ｂのガラス基材への表面処理

化合物２－Ｂの０．３重量％クロロホルム溶液を調整し、この溶液に５０℃でソーダガラス基材をディップコートで成膜を行った。改質面５ヶ所で水及びヘキサデカン（液滴量１μＬ）の接触角ｋをθ／２法により求め、平均を求めたところ、水に対する接触角は６３．４°、ヘキサデカンに対する接触角は２０．５°という値を得た。

【０１２９】

（実施例２６）化合物２－Ｃのガラス基材への表面処理

化合物２－Ｃの０．３重量％クロロホルム溶液を調整し、この溶液に５０℃でソーダガラス基材をディップコートで成膜を行った。改質面５ヶ所で水及びヘキサデカン（液滴量１μＬ）の接触角ｋをθ／２法により求め、平均を求めたところ、水に対する接触角は５３．８°、ヘキサデカンに対する接触角は１６．７°という値を得た。

【０１３０】

（実施例２７）化合物２－Ｄのガラス基材への表面処理

化合物２－Ｄの０．３重量％クロロホルム溶液を調整し、この溶液に５０℃でソーダガラス基材をディップコートで成膜を行った。改質面５ヶ所で水及びヘキサデカン（液滴量１μＬ）の接触角ｋをθ／２法により求め、平均を求めたところ、水に対する接触角は５８．２°、ヘキサデカンに対する接触角は２０．８°という値を得た。

【０１３１】

（実施例２７）化合物２－Ｅのガラス基材への表面処理

化合物２－Ｅの０．３重量％クロロホルム溶液を調整し、この溶液に５０℃でソーダガラス基材をディップコートで成膜を行った。改質面５ヶ所で水及びヘキサデカン（液滴量１μＬ）の接触角ｋをθ／２法により求め、平均を求めたところ、水に対する接触角は４７．６°、ヘキサデカンに対する接触角は１６．３°という値を得た。

【０１３２】

（実施例２８）化合物１－Ｇのガラス基材への表面処理

化合物１－Ｇの０．３重量％クロロホルム溶液を調整し、この溶液に５０℃でソーダガラス基材をディップコートで成膜を行った。改質面５ヶ所で水及びヘキサデカン（液滴量１μＬ）の接触角ｋをθ／２法により求め、平均を求めたところ、水に対する接触角は６６．５°、ヘキサデカンに対する接触角は３４．１°という値を得た。

【０１３３】

（実施例２９）化合物１－Ｈのガラス基材への表面処理

化合物１－Ｈの０．３重量％クロロホルム溶液を調整し、この溶液に５０℃でソーダガラス基材をディップコートで成膜を行った。改質面５ヶ所で水及びヘキサデカン（液滴量１μＬ）の接触角ｋをθ／２法により求め、平均を求めたところ、水に対する接触角は９１．６°、ヘキサデカンに対する接触角は３７．１°という値を得た。

【０１３４】

（比較例１）１，１，１－トリメトキシ－７－フェニル－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルペンタシロキサンのガラス基材への表面処理

１，１，１－トリメトキシ－７－フェニル－１，１，３，３，５，５，７，７－オクタメチルペンタシロキサンの０．３重量％クロロホルム溶液を調整し、この溶液に５０℃でソーダガラス基材をディップコートで成膜を行った。改質面５ヶ所で水及びヘキサデカン（液滴量１μＬ）の接触角ｋをθ／２法により求め、平均を求めたところ、水に対する接触角は６３．７°、ヘキサデカンに対する接触角は１０．０°という値を得た。

【産業上の利用可能性】

【０１３５】

本発明により製造された含フッ素シロキサン化合物を利用することにより、撥水撥油性を表面に付与したガラス基材を提供することができる。また、含フッ素シランカップリン

グ剤として、基材表面を改質し、基材の接着及び分散剤として利用することができる。

フロントページの続き

(72)発明者　近藤　典久
山口県周南市開成町４９８８番地　東ソー・エフテック株式会社内
(72)発明者　長崎　順隆
山口県周南市開成町４９８８番地　東ソー・エフテック株式会社内

Ｆターム(参考) 4G059 AA01 AC22 FA22 FB05
4H020 BA32
4H049 VN01 VP03 VP04 VP05 VP10 VQ79 VR22 VR23 VR41 VR42
VR44 VU21 VW01
4J038 DL071 NA07 PA18 PC03