

【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 26 年 8 月 14 日 (2014.8.14)

【公表番号】特表 2013-542177 (P2013-542177A)

【公表日】平成 25 年 11 月 21 日 (2013.11.21)

【年通号数】公開・登録公報 2013-063

【出願番号】特願 2013-526194 (P2013-526194)

【国際特許分類】

C 07 C 271/16 (2006.01)

C 08 G 65/332 (2006.01)

C 08 G 65/333 (2006.01)

C 11 D 1/44 (2006.01)

A 61 K 8/87 (2006.01)

B 01 F 17/42 (2006.01)

B 01 D 19/04 (2006.01)

【FI】

C 07 C 271/16 C S P

C 08 G 65/332

C 08 G 65/333

C 11 D 1/44

A 61 K 8/87

B 01 F 17/42

B 01 D 19/04 B

【手続補正書】

【提出日】平成 26 年 6 月 26 日 (2014.6.26)

【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

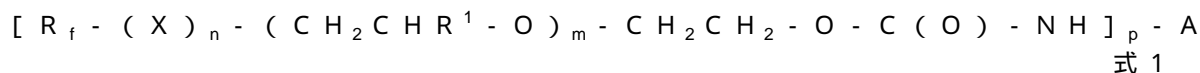
【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

式 1 :

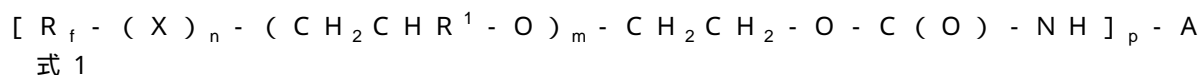


(式中、

- $R_f$  が  $C_1 \sim C_6$  ペルフルオロアルキルであり；
- $X$  が 2 価のラジカルであり；
- $n$  が 0 または 1 であり；
- $R^1$  が H または  $C_1 \sim C_4$  アルキルであり；
- $m$  が 1 ~ 20 であり；
- $p$  が少なくとも 2 である正の整数であり；
- $A$  がポリイソシアネートの残基である) の化合物。

【請求項 2】

式 1 :



(式中、

- $R_f$  は  $C_1 \sim C_6$  ペルフルオロアルキルであり；
- $X$  は 2 価のラジカルであり；
- $n$  は 0 または 1 であり；
- $R^1$  は H または  $C_1 \sim C_4$  アルキルであり；
- $m$  は 1 ～ 20 であり；
- $p$  は少なくとも 2 である正の整数であり；
- $A$  はポリイソシアネートの残基である）

の化合物またはその混合物を液体に添加するステップを含む、液体の表面挙動を改変する方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0071

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0071】

実施例 6

還流冷却器、追加の漏斗および頭上攪拌器を備えた四ツ口反応フラスコに対して、フルオロエトキシ化アルコール  $CF_3(CF_2)_5CH_2CH_2O(CH_2CH_2O)_nCH_2CH_2OH$  (式中、 $n$  は 9 ～ 11 である) (20.0 g, E. I. du Pont de Nemours and Company, Wilmington, DE から市販されている) を添加することによって、実施例 6 を調製した。メチルイソブチルケトン (MIBK, 30 g) 中の塩化鉄 (0.195 g) を添加し、反応フラスコを 85 °C まで加熱した。ヘキサメチレンジイソシアネートベースの脂肪族ポリイソシアネート樹脂 (0.4 g, DESMODUR N100 として Bayer Corporation, Pittsburgh, PA から市販されている) を MIBK (30 g) 中に溶解させ、4 時間かけて反応フラスコに対し滴下により添加した。活性イソシアネートについて混合物を試験した。活性イソシアネートが存在した場合、追加のフルオロエトキシ化アルコールを添加した。その後混合物を 85 °C で一晩反応させた。その後反応混合物を冷却し、100 mmHg (13.3 kPa) の真空下で 70 °C で溶剤 (MIBK) を蒸留した。最終生成物を、 $[CF_3(CF_2)_5CH_2CH_2O(CH_2CH_2O)_nCH_2CH_2-O-C(O)-NH]_p-A$  (式中、 $A$  はヘキサメチレンジイソシアネートベースの脂肪族ポリイソシアネート樹脂の残基、 $n$  は 9 ～ 11、 $p$  は 3 超) であるものとして分析した。実施例 6 をその後、上述の試験方法 1 および 2 にしたがって試験した。結果は、表 2 a および 3 に列挙されている。

【手続補正 3】

【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 7

還流冷却器、追加の漏斗および頭上攪拌器を備えた四ツ口反応フラスコに対して、フルオロエトキシ化アルコール  $CF_3(CF_2)_5CH_2CH_2O(CH_2CH_2O)_nCH_2CH_2OH$  (式中、 $n$  は 9 ～ 11 である) (20.0 g, E. I. du Pont de Nemours and Company, Wilmington, DE から市販されている) を添加することによって、実施例 7 を調製した。メチルイソブチルケトン (MIBK, 30 g) 中の塩化鉄 (0.195 g) を添加し、反応フラスコを 85 °C まで加熱した。ヘキサメチレンジイソシアネートトリマーベースの脂肪族ポリイソシアネート樹脂 (0.4 g, DESMODUR N3300 として Bayer Corporation, Pittsburgh, PA から市販されている) を MIBK (30 g) 中に溶解させ、4 時間かけて反応フラスコに対し滴下により添加した。活性イソシアネートについて混合物を試

験した。活性イソシアネートが存在した場合、追加のフルオロエトキシ化アルコールを添加した。その後混合物を 85 で一晩反応させた。その後反応混合物を冷却し、100 mmHg (13.3 kPa) の真空下で 70 で溶剤 (MIBK) を蒸留した。最終生成物を、 $[CF_3(CF_2)_5CH_2CH_2O(CH_2CH_2O)_nCH_2CH_2-O-C(O)-NH]_p-A$  (式中、A はヘキサメチレンジイソシアネートトリマーベースの脂肪族ポリイソシアネート樹脂の残基、n は 9 ~ 11、p は 3 超) であるものとして分析した。実施例 7 をその後、上述の試験方法 1 および 2 にしたがって試験した。結果は、表 2 a および 3 に列挙されている。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0091

【補正方法】変更

【補正の内容】

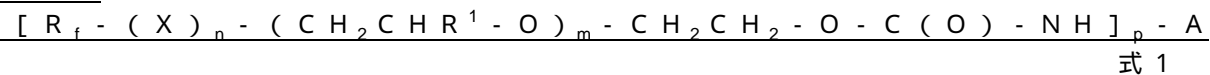
【0091】

表 5 中のデータは、15% の HCl 中の本発明の化合物が、酸性の用途にとって望ましいものである低レベルの発泡および泡崩壊を実証したことを示している。各々炭素 6 個のペルフルオロアルキルを含む実施例 3 および 5 は、各々炭素 8 個のペルフルオロアルキルを含む比較例 A および B よりも優れた性能を示した。実施例 3 および 5 は、各々炭素 6 個のペルフルオロアルキルを含む比較例 D および E の非ウレタンエトキシ化アルコール化合物に比べて優れた性能を示した。

以下、本明細書に記載の主な発明につき列記する。

[ 1 ]

式 1 :



( 式中、

- $R_f$  が  $C_1 \sim C_6$  ペルフルオロアルキルであり；
- X が 2 価のラジカルであり；
- n が 0 または 1 であり；
- $R^1$  が H または  $C_1 \sim C_4$  アルキルであり；
- m が 1 ~ 20 であり；
- p が少なくとも 2 である正の整数であり；
- A がポリイソシアネートの残基である) の化合物。

[ 2 ]

$R_f$  が  $C_4 \sim C_6$  ペルフルオロアルキルである、[ 1 ] に記載の化合物。

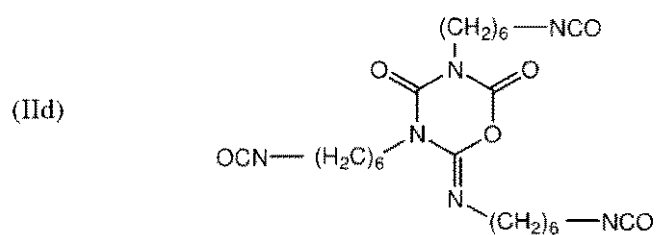
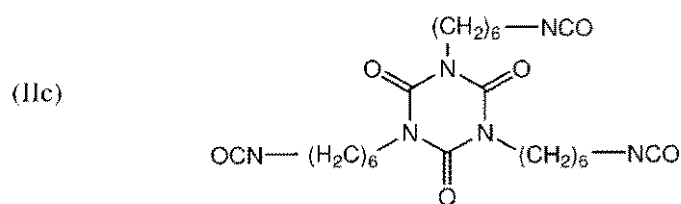
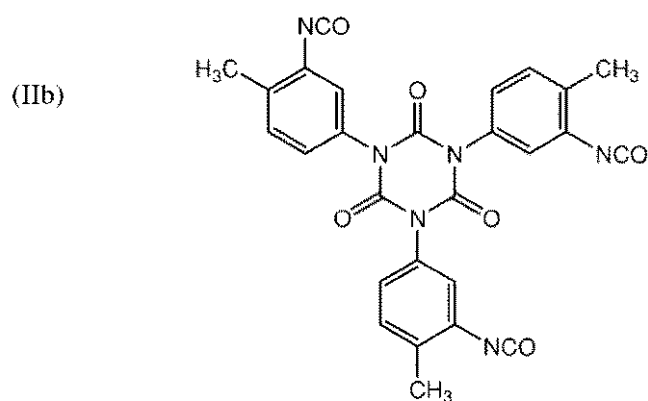
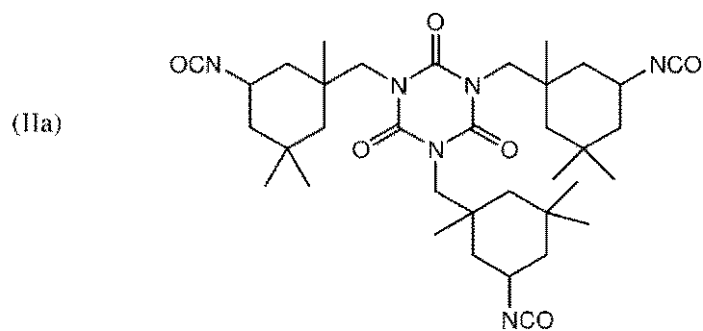
[ 3 ]

X が、 $-O-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2O-$ 、または  $-S(O)_2N(R^2)CH_2CH_2O-$  であり、式中、 $R^2$  が  $C_1 \sim C_4$  アルキルである、[ 1 ] に記載の化合物。

[ 4 ]

A が、ジイソシアネート、トリイソシアネート、ジイソシアネートまたはトリイソシアネートのホモポリマー、ヘキサメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネートトリマー、ヘキサメチレンジイソシアネートホモポリマー；イソホロンジイソシアネート；炭化水素ジイソシアネート由来のイソシアヌレートトリマー；トルエンジイソシアネートと 1, 1, 1 - トリス - (ヒドロキシメチル) エタンまたは 1, 1, 1 - トリス (ヒドロキシメチル) プロパンとを反応させて得られるトリイソシアネート；トルエンジイソシアネートのイソシアヌレートトリマー；3 - イソシアナトメチル - 3, 4, 4 - トリメチルシクロヘキシルイソシアネートのイソシアヌレートトリマー；メタン - トリス - (フェニルイソシアネート)；ビス - (4 - イソシアナトシクロヘキシル) メタン；2, 4 - トルエンジイソシアネート；2, 6 - トルエンジイソシアネート；ジフェニルメタン 4

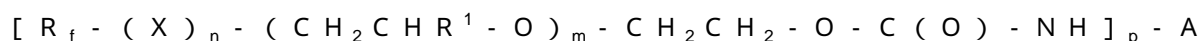
、4'-ジイソシアネート；ジフェニルメタン2,4'-ジイソシアネート；3-イソシアナトメチル-3,4,4-トリメチルシクロヘキシルイソシアネート；ビス-(4-イソシアナトシクロヘキシル)メタンおよび式(IIa)、(IIb)、(IIc)および(IId)  
【化1】



のジイソシアネートトリマーからなる群から選択されるポリイソシアネートの前記残基である、[1]に記載の化合物。

[ 5 ]

式 1 :



式 1

(式中、

- $R_f$  は  $C_1 \sim C_6$  ペルフルオロアルキルであり；
- $X$  は 2 価のラジカルであり；
- $n$  は 0 または 1 であり；
- $R^1$  は H または  $C_1 \sim C_4$  アルキルであり；
- $m$  は 1 ~ 20 であり；
- $p$  は少なくとも 2 である正の整数であり；
- $A$  はポリイソシアネートの残基である)

の化合物またはその混合物を液体に添加するステップを含む、液体の表面挙動を改変する方法。

[ 6 ]

式 1 の前記化合物が、前記液体中に 0.001 重量% ~ 50 重量% の濃度で存在する、

[ 5 ] に記載の方法。

[ 7 ]

前記表面挙動が、表面張力の低下、濡れまたはレベリング、または泡安定性の低減である、[ 5 ] に記載の方法。

[ 8 ]

前記表面張力が、液体中約 0.1 重量% の濃度で 23 mN/m 以下である、[ 5 ] に記載の方法。

[ 9 ]

前記液体が、コーティング組成物、ラテックス、ポリマー、床仕上げ剤、床用ワックス、インク、乳化剤、発泡剤、濡れ剤、浸透剤、電気メッキ剤、腐食防止剤、清浄剤、エッチャント液、分散助剤、離型剤、すすぎ助剤、艶出し剤、パーソナルケア組成物、転燥剤、帯電防止剤、床艶出し剤、堀削流体、坑井流体、KCl 溶液または HCl 溶液である、

[ 5 ] に記載の方法。

[ 10 ]

式 1 の前記化合物が、前記液体との接触の前に基材に適用される、[ 5 ] に記載の方法

。