

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2017-536332

(P2017-536332A)

(43) 公表日 平成29年12月7日(2017.12.7)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C07D 207/10 (2006.01)	C O 7 D 207/10 C S P	4 C O 5 6
C07C 217/26 (2006.01)	C O 7 C 217/26	4 C O 6 9
C07D 265/30 (2006.01)	C O 7 D 265/30	4 H O O 3
C07D 241/04 (2006.01)	C O 7 D 241/04	4 H O O 6
C11D 7/28 (2006.01)	C 1 1 D 7/28	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 41 頁)

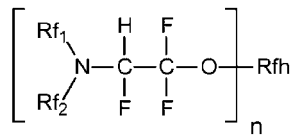
(21) 出願番号	特願2017-515967 (P2017-515967)	(71) 出願人	505005049 スリーエム イノベイティブ プロパティ ズ カンパニー アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133 -3427, セント ポール, ポスト オ フィス ボックス 33427, スリーエ ム センター
(86) (22) 出願日	平成27年9月18日 (2015. 9. 18)	(74) 代理人	100088155 弁理士 長谷川 芳樹
(85) 翻訳文提出日	平成29年4月27日 (2017. 4. 27)	(74) 代理人	100107456 弁理士 池田 成人
(86) 国際出願番号	PCT/US2015/050844	(74) 代理人	100128381 弁理士 清水 義憲
(87) 国際公開番号	W02016/048808	(74) 代理人	100162352 弁理士 酒巻 順一郎
(87) 国際公開日	平成28年3月31日 (2016. 3. 31)		
(31) 優先権主張番号	62/053, 855		
(32) 優先日	平成26年9月23日 (2014. 9. 23)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

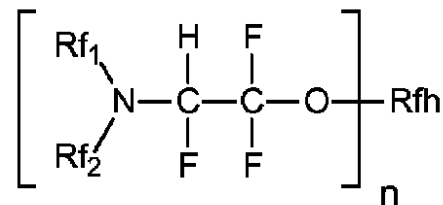
(54) 【発明の名称】 窒素含有ハイドロフルオロエーテル及びその使用方法

(57) 【要約】

以下の一般式(1)で表されるハイドロフルオロエーテル化合物[式中、nは1~2である。]。



(1)



(1)

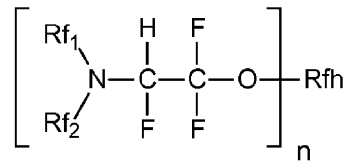
【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

以下の一般式(1)で表される、ハイドロフルオロエーテル化合物。

【化 1】



(1)

10

[式中、nは1～2であり、Rf₁及びRf₂の各々の表わすものは、

(i) 独立して、1～8個の炭素原子を有する、直鎖又は分枝鎖ペルフルオロアルキル基であって、場合により1個以上の鎖状に連結されたヘテロ原子を含むもの、又は、

(ii) 互いに結合して、4～8個の炭素原子を有する、環状構造を形成するものであって、場合により1個以上の鎖状に連結されたヘテロ原子を含むものであり、

Rfhは、n=1であるとき、1～12個の炭素原子を有する、置換又は非置換の一価の炭化水素基であって、場合により1つ以上の鎖状に連結するヘテロ原子を含み、n=2であるとき、1～12個の炭素原子を有する、置換又は非置換の二価の炭化水素基であって、場合により1個以上の鎖状に連結するヘテロ原子を含む。]

20

【請求項 2】

Rf₁及びRf₂の各々の表わすものが、

(i) 独立して、1～4個の炭素原子を有する、直鎖又は分枝鎖ペルフルオロアルキル基であって、場合により1個以上の鎖状に連結されたヘテロ原子を含むもの、又は、

(ii) 互いに結合して、4～6個の炭素原子を有する環状構造を形成するものであって、場合により1個以上の鎖状に連結されたヘテロ原子を含むものである、請求項1に記載のハイドロフルオロエーテル化合物。

【請求項 3】

Rfhがハロゲン原子により置換されている、請求項1又は2に記載のハイドロフルオロエーテル化合物。

30

【請求項 4】

Rfhがフッ素原子により置換されている、請求項1～3のいずれか一項に記載のハイドロフルオロエーテル化合物。

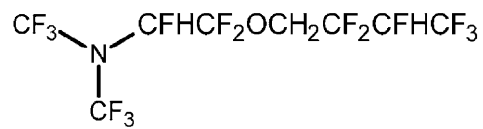
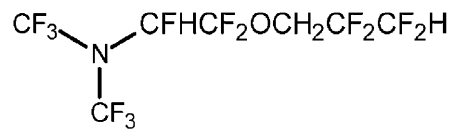
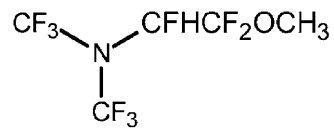
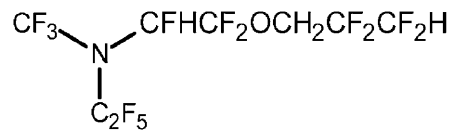
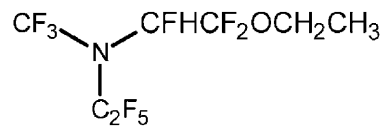
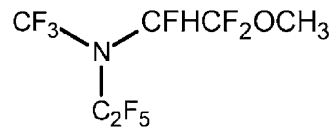
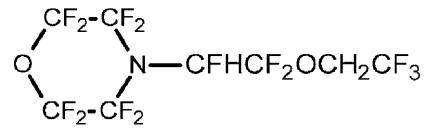
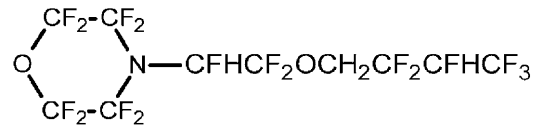
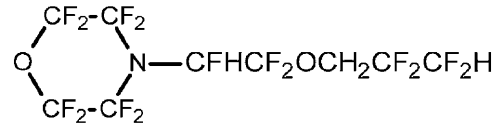
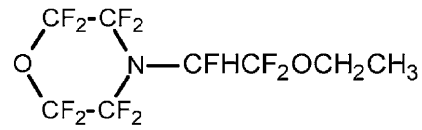
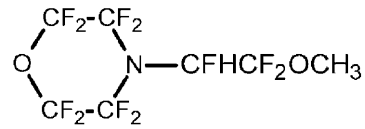
【請求項 5】

前記ハイドロフルオロエーテル化合物が、少なくとも60%のフッ素化度を有する、請求項1～4のいずれか一項に記載のハイドロフルオロエーテル化合物。

【請求項 6】

前記ハイドロフルオロエーテル化合物が、以下の式のうちの1つ以上により表される、請求項1～5のいずれか一項に記載のハイドロフルオロエーテル化合物。

【化 2】



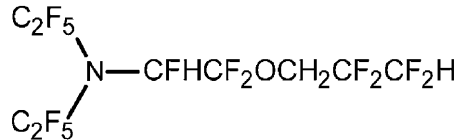
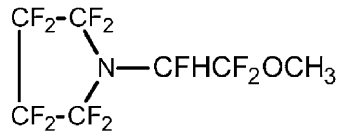
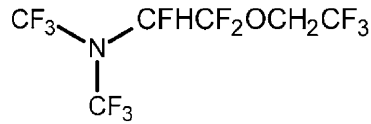
10

20

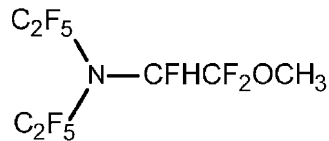
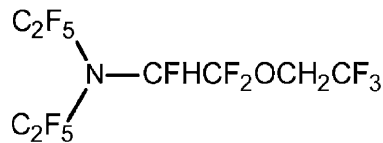
30

40

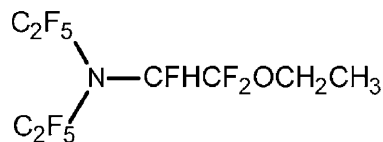
【化 3】



10



20



【請求項 7】

請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載のハイドロフルオロエーテル化合物を含む、作動流体であって、前記ハイドロフルオロエーテル化合物が、前記作動流体の総重量に基づき、少なくとも 50 重量%の量で前記作動流体中に存在する、作動流体。

30

【請求項 8】

デバイスと、

前記デバイスに又は前記デバイスから伝熱するための機構と、を含む、伝熱するための装置であって、

前記機構が、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載のハイドロフルオロエーテル化合物を含む、伝熱流体を含む、装置。

【請求項 9】

前記デバイスが、マイクロプロセッサ、半導体デバイスを製造するために使用される半導体ウエハ、電力制御半導体、電気化学セル、配電スイッチギヤ、電力変圧器、回路基板、マルチチップモジュール、パッケージ化された又はパッケージ化されていない半導体デバイス、燃料電池、及びレーザーから選択される、請求項 8 に記載の伝熱するための装置。

40

【請求項 10】

伝熱するための前記機構が、電子デバイスの温度又は温度範囲を維持するためのシステムの部品である、請求項 8 又は 9 に記載の伝熱するための装置。

【請求項 11】

デバイスを提供することと、

伝熱流体を使用して前記デバイスに又は前記デバイスから伝熱することと、を含む、伝

50

熱する方法であって、

前記伝熱流体が、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載のハイドロフルオロエーテル化合物を含む、方法。

【発明の詳細な説明】

【発明の詳細な説明】

【0001】

[分野]

本開示は、窒素含有ハイドロフルオロエーテル、並びにその製造方法及び使用方法に関する。

10

【0002】

[背景]

様々なハイドロフルオロエーテル化合物が、例えば、米国特許公開第 2007/0051916 号、米国特許公開第 2007/0054186 号、並びに Jean 'ne M. Shreeve, et al., Z. Anorg. Allg. Chem., 621 (1995) 1865 ~ 1874 に記載されている。

【0003】

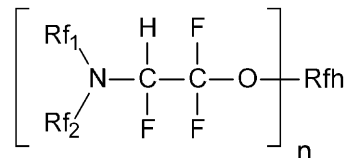
[概要]

いくつかの実施形態において、ハイドロフルオロエーテル化合物を提供する。ハイドロフルオロエーテル化合物は、以下の一般式 (1) により表わされる。

20

【0004】

【化 1】



(1)

[式中、n は 1 ~ 2 であり、Rf₁ 及び Rf₂ の各々の表わすもの (occurrence) は、(i) 独立して、1 ~ 8 個の炭素原子を有する、直鎖又は分枝鎖ペルフルオロアルキル基であって、場合により 1 個以上の鎖状に連結された (catenated) ヘテロ原子を含むもの、又は、

30

(ii) 互いに結合して、4 ~ 8 個の炭素原子を有する、環状構造を形成するものであって、場合により 1 個以上の鎖状に連結されたヘテロ原子を含むものであり、

Rfh は、n = 1 であるとき、1 ~ 12 個の炭素原子を有する、置換又は非置換の一価の炭化水素基であって、場合により 1 つ以上の鎖状に連結する (catenary) ヘテロ原子を含み、n = 2 であるとき、1 ~ 12 個の炭素原子を有する、置換又は非置換の二価の炭化水素基であって、場合により 1 個以上の鎖状に連結するヘテロ原子を含む。]

40

【0005】

いくつかの実施形態において、作動流体を提供する。作動流体は、上記のハイドロフルオロエーテル化合物を含む。ハイドロフルオロエーテル化合物は、作動流体の総重量に基づき少なくとも 50 重量% の量で作動流体中に存在する。

【0006】

いくつかの実施形態において、伝熱するための装置を提供する。この装置は、デバイスと、このデバイスに又はこのデバイスから伝熱するための機構とを含む。機構は、上記ハイドロフルオロエーテル化合物を含む熱交換流体、を更に含む。

【0007】

いくつかの実施形態において、伝熱する方法を提供する。方法は、デバイスを提供することと、上記のハイドロフルオロエーテル化合物を含む伝熱流体を使用してデバイスに又

50

はデバイスから伝熱することと、を含む。

【0008】

本開示の上記「概要」は、本開示の各実施形態を説明することを目的とするものではない。本開示の1つ以上の実施形態の詳細については、以下の説明においても記載する。本開示のその他の特徴、目的、及び利点は、説明及び特許請求の範囲から明らかとなるであろう。

【0009】

[詳細な説明]

環境に優しい低毒性化合物の需要漸増にかんがみて、環境への影響及び毒性の更なる減少を示し、様々な異なる用途（例えば、伝熱、溶媒洗浄、堆積コーティングの溶媒、及び電解質の溶媒、並びに添加剤）の性能要件（例えば、不燃性、溶解能、及び動作温度範囲）を満たすことができ、費用効率良く製造することができる、新たな作動流体が現在必要とされていることが認められる。

【0010】

本明細書で用いるとき、「鎖状に連結されたヘテロ原子」は、炭素鎖（直鎖又は分枝鎖又は環内の鎖）中の少なくとも2個の炭素原子に結合して炭素-ヘテロ原子-炭素結合を形成する、炭素以外の原子（例えば、酸素、窒素、又は硫黄）を意味する。

【0011】

本明細書で使用するとき、「フルオロ-」（例えば、「フルオロアルキレン」又は「フルオロアルキル」又は「フルオロカーボン」の場合のような、基又は部位に関して）、又は「フッ素化」は、部分的にしかフッ素化されておらず、したがって、少なくとも1個の炭素結合水素原子が存在することを意味する。

【0012】

本明細書で使用するとき、「ペルフルオロ-」（例えば、「ペルフルオロアルキレン」又は「ペルフルオロアルキル」又は「ペルフルオロカーボン」の場合のような、基又は部位に関して）、又は「ペルフッ素化」は、完全にフッ素化されており、したがって、別途記載の可能な場合を除き、フッ素で置き換えることが可能な炭素結合水素原子が存在しないことを意味する。

【0013】

本明細書で使用するとき、「置換（されている）」（基又は部位に関して）は、少なくとも1個の炭素結合水素原子が、ハロゲン原子で置き換えられていることを意味する。ハロゲン原子としては、F、Cl、Br、及びIを挙げることができる。

【0014】

本明細書で使用するとき、「分離型ハイドロフルオロエーテル」は、エーテル酸素を介し結合したセグメント（アルキルセグメント又はアルキレンセグメントなど）が、ペルフッ素化されているか、又はフッ素化されていないかのいずれかであり、したがって部分的にはフッ素化されていないハイドロフルオロエーテルを意味する。

【0015】

本明細書で使用するとき、「非分離型ハイドロフルオロエーテル」は、部分的にフッ素化されたエーテル酸素を介し結合したセグメント（アルキルセグメント又はアルキレンセグメントなど）を片方又は両方有するハイドロフルオロエーテルを意味する。

【0016】

本明細書で使用するとき、単数形「a」、「an」、及び「the」は、内容による別段の明確な指示がない限り、複数の言及対象を含む。本明細書及び添付の実施形態において用いるとき、用語「又は」は、内容による別段の明確な指示がない限り、一般的に「及び/又は」を含む意味で用いている。

【0017】

本明細書で使用するとき、端点による数値範囲の記述は、その範囲内に包含される全ての数値を含む（例えば、1～5は、1、1.5、2、2.75、3、3.8、4及び5を含む）。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 8 】

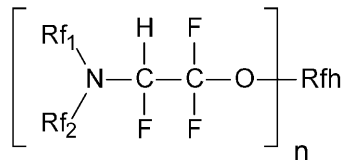
別段の指示がない限り、本明細書及び実施形態で使用する量又は成分、特性の測定値などを表す全ての数は、全ての場合、「約」という用語によって修飾されていると解するものとする。したがって、相反する指示がない限り、前段の明細書及び添付の実施形態列挙の中で示す数値パラメータは、本開示の教示を利用して当業者が得ようとする所望の特性に応じて変わる場合がある。最低でも、また請求項記載の実施形態の範囲への均等論の適用を限定する試みとしてではなく、少なくとも、報告する有効桁の数を考慮して、また通常の四捨五入を適用することによって、各数値パラメータを解釈すべきである。

【 0 0 1 9 】

いくつかの実施形態において、本開示は、次の一般式(1)により表されるハイドロフルオロエーテル化合物に関する。

【 0 0 2 0 】

【化2】



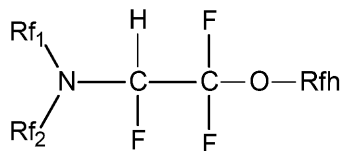
(1)

【 0 0 2 1 】

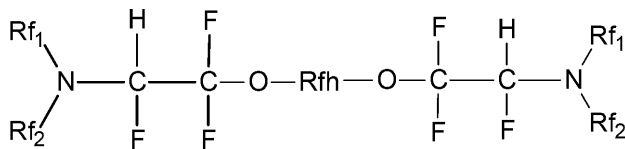
いくつかの実施形態において、nは1~2である。一般式(1)への言及に関し理解され得るとおり、n=1であるとき、ハイドロフルオロエーテル化合物は、次の一般式(1A)により表すことができ、n=2であるとき、ハイドロフルオロエーテル化合物は、次の一般式(1B)により表わすことができる。

【 0 0 2 2 】

【化3】



(1A)



(1B)

【 0 0 2 3 】

いくつかの実施形態において、Rf₁及びRf₂の各々の表わすものは、(i)独立して、1~8個、1~6個、又は1~4個の炭素原子を有する、直鎖又は分枝鎖ペルフルオロアルキル基であって、場合により鎖状に連結された1個以上のヘテロ原子を含むもの、又は、(ii)互いに結合して、4~8個又は4~6個の炭素原子を有する、環状構造を形成するものであって、場合により1個以上の鎖状に連結されたヘテロ原子を含むものである。いくつかの実施形態において、環状構造の、鎖状に連結されたヘテロ原子は、酸素及び窒素から選択される。

【 0 0 2 4 】

いくつかの実施形態において、n=1であるとき、Rfhは、置換又は非置換、飽和又

10

20

30

40

50

は不飽和、直鎖又は分枝鎖、環式又は非環式であり得る、炭素原子が1～12個、1～6個、又は1～3個の一価の炭化水素基であってよく、場合により鎖状に連結されたヘテロ原子を1個以上含有してもよい。

【0025】

いくつかの実施形態において、 $n = 2$ であるとき、R f hは、置換又は非置換、飽和又は不飽和、直鎖又は分枝鎖、環式又は非環式であり得る、炭素原子が1～12個、2～6個、又は2～4個の二価の炭化水素基であってよく、場合により鎖状に連結されたヘテロ原子を1個以上含有してもよい。

【0026】

様々な実施形態において、R f hの水素原子は、ハロゲン原子により部分的に置換され得る。ハロゲン原子としては、F、Cl、Br、及びIを挙げることができる。鎖状に連結されたヘテロ原子としては、N、O、及びSを挙げることができるがこれらに限定されない。いくつかの実施形態において、一般式(1)の化合物中のハロゲン含量は、ASTM D-3278-96 e-1試験方法(「小型の密閉式試験装置による液体の引火点標準試験法」)に準拠して、ハイドロフルオロエーテルを不燃性にするのに十分なもの
10

【0027】

いくつかの実施形態において、 $n = 1$ であるとき、好適なR f h基の例としては、 $-CH_3$ 、 $-C_2H_5$ 、 $-C_3H_7$ 、 $-CH_2CH=CH_2$ 、 $-CH_2C(CH_3)_2$ 、 $-CH_2CH_2OCH_3$ 、 $-CH_2CF_3$ 、 $-CH_2C_2F_5$ 、 $-CH(CF_3)_2$ 、 $-CH_2C_3F_7$ 、 $-CH_2CF_2CFHCF_3$ 、 $-CH(CH_3)CF_2CFHCF_3$ 、 $-CH_2(CF_2CF_2)_aH$ (式中、 $a = 1 \sim 3$)、及び $-CH_2CH_2(CF_2)_bF$ (式中、 $b = 1 \sim 8$)、が挙げられる。
20

【0028】

いくつかの実施形態において、 $n = 2$ であるとき、好適なR f h基の例としては、 $-CH_2CF_2CF_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH=CHCH_2-$ 、及び $-CH_2CH_2OCH_2CH_2-$ 、が挙げられる。

【0029】

いくつかの実施形態において、本開示のハイドロフルオロエーテルは、少なくとも40%、50%、60%、又は70%のフッ素化度を有し得る。言い換えると、炭化水素鎖中の水素原子の少なくとも40%、50%、60%、又は70%フッ素原子で置き換えられている。
30

【0030】

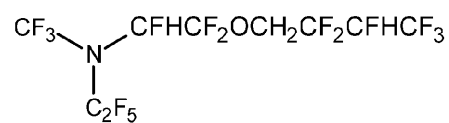
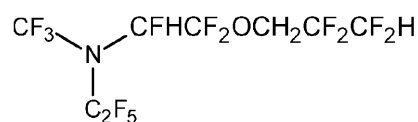
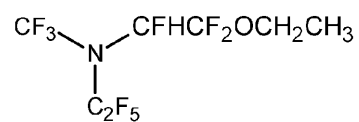
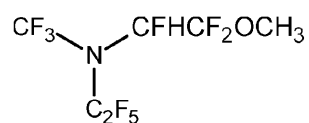
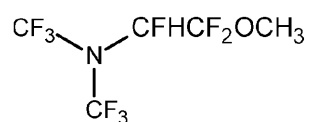
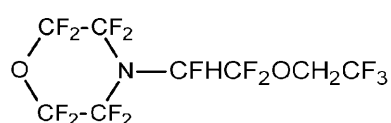
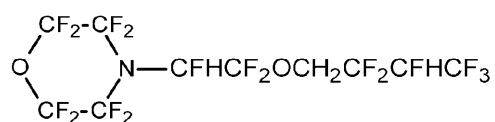
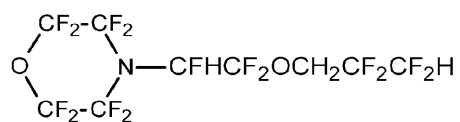
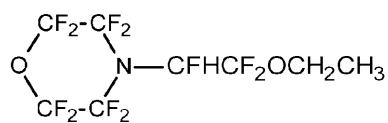
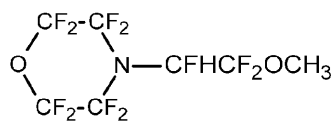
いくつかの実施形態において、上で論じた任意の鎖状に連結されたヘテロ原子が、二級酸素(O)ヘテロ原子であってよく、ここで酸素は、2個の炭素原子に結合している。いくつかの実施形態において、上で論じた任意の鎖状に連結されたヘテロ原子が、三級窒素(N)ヘテロ原子であってよく、ここで窒素は、3個のペルフルッ素化炭素原子に結合している。いくつかの実施形態において、上で論じた任意の鎖状に連結されたヘテロ原子が、二級硫黄(S)ヘテロ原子であってよく、ここで硫黄は2個のペルフルッ素化炭素原子に結合しており、硫黄に余っている価数が存在する場合、それはフッ素(F)により占められ
40

【0031】

様々な実施形態において、一般式(1)の化合物の代表例としては次のものが挙げられる。

【0032】

【化 4】



10

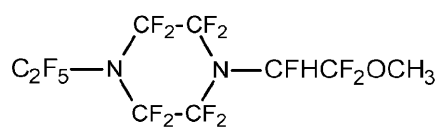
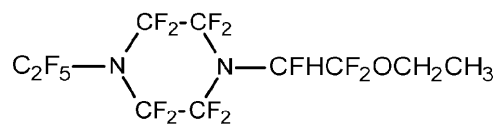
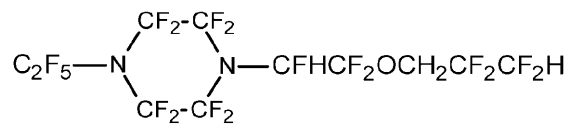
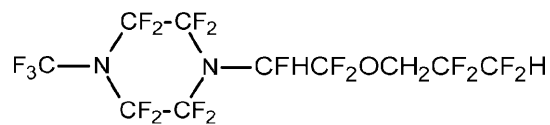
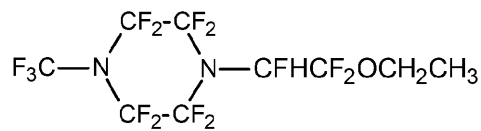
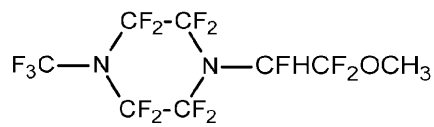
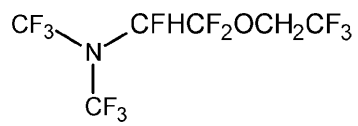
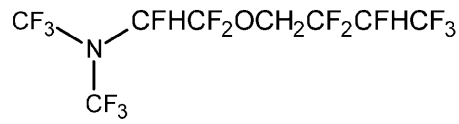
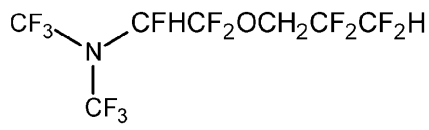
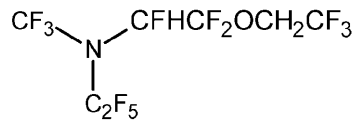
20

30

40

【 0 0 3 3 】

【化 5】



10

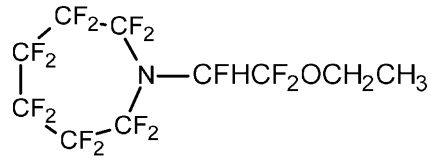
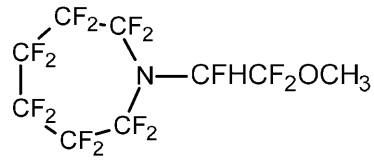
20

30

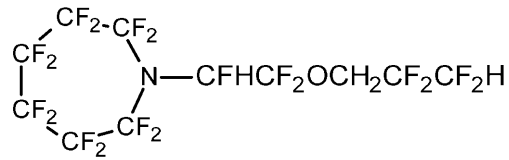
40

【 0 0 3 4 】

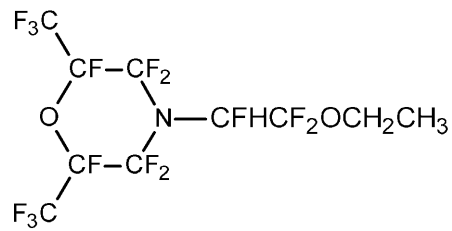
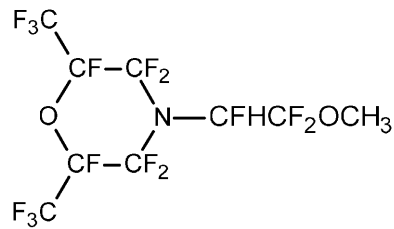
【化 6】



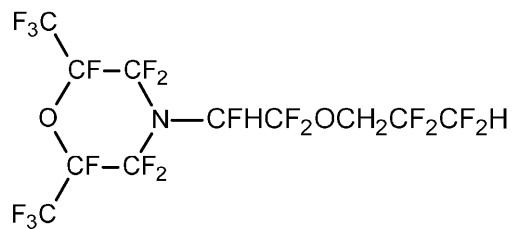
10



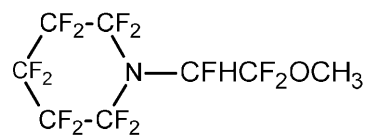
20



30

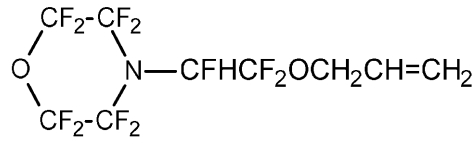
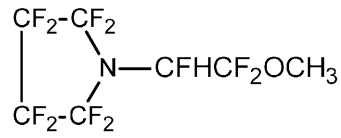


40

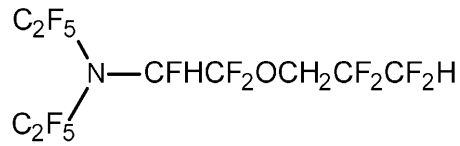
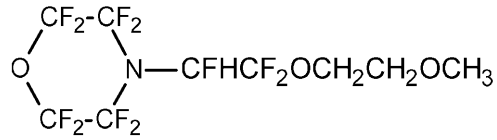


【 0 0 3 5 】

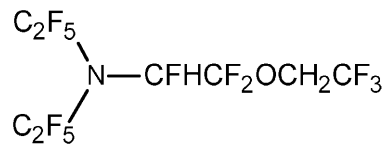
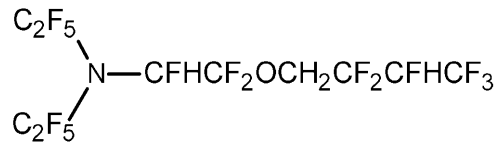
【化 7】



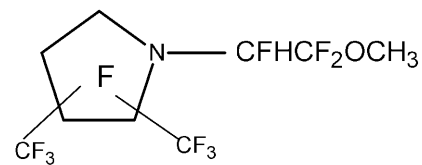
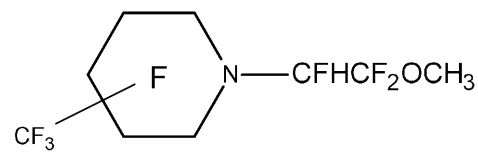
10



20



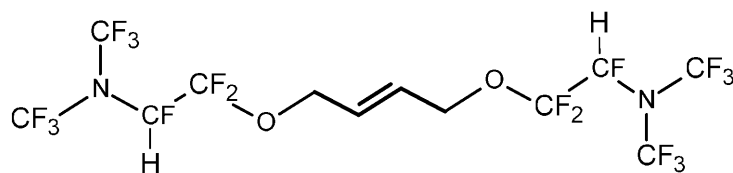
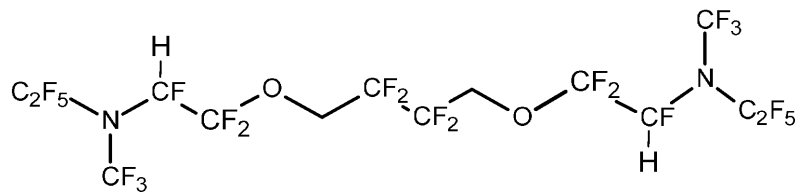
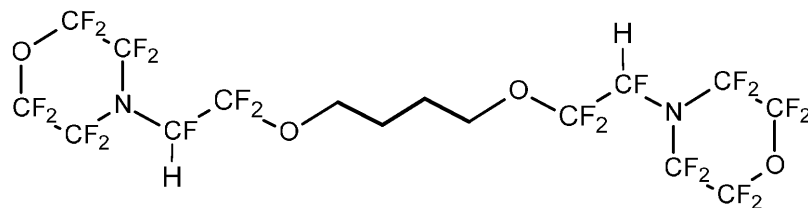
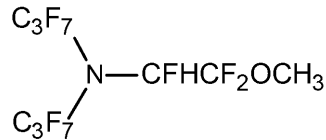
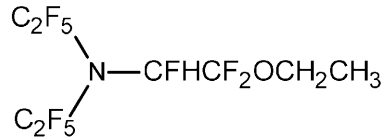
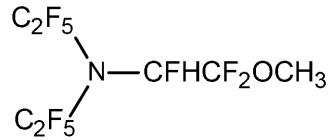
30



40

【 0 0 3 6 】

【化 8】



【 0 0 3 7 】

いくつかの実施形態において、本開示のハイドロフルオロエーテル化合物は、疎水性であり、比較的化学反応性に乏しく、熱安定性であり得る。ハイドロフルオロエーテル化合物の有し得る、環境に対する影響力は低い。この点に関して、本開示のハイドロフルオロエーテル化合物は、500未満、300未満、200未満、100未満、又は更には10未満の地球温暖化係数（GWP）を有し得る。本明細書で使用する場合、GWPは、化合物の構造に基づく化合物の温暖化係数の相対的尺度である。化合物のGWPは、1990年に気候変動に関する政府間パネル（IPCC）によって規定され、2007年に改訂されたもので、特定の積分時間区間（ITH）にわたる、CO₂ 1キログラムの放出に起因する温暖化に対する、ある化合物1キログラムの放出に起因する温暖化として計算される。

【 0 0 3 8 】

10

20

30

40

【数 1】

$$GWP_i(t') = \frac{\int_0^{ITH} a_i [C(t)] dt}{\int_0^{ITH} a_{CO_2} [C_{CO_2}(t)] dt} = \frac{\int_0^{ITH} a_i C_{0i} e^{-t/\tau_i} dt}{\int_0^{ITH} a_{CO_2} [C_{CO_2}(t)] dt}$$

【0039】

この等式中、 a_i は大気中の化合物の単位質量増加当たりの放射強制力（その化合物の IR 吸光に起因する大気を通じた放射線の線束密度の変化）であり、 C は化合物の大気濃度であり、 τ_i は化合物の大気寿命であり、 t は時間であり、 i は対象化合物である。一般的に受け入れられている ITH は、短期間の効果（20 年間）と長期間の効果（500 年間以上）との間の折衷点を表す 100 年間である。大気中の有機化合物 i の濃度は、擬一次速度式（すなわち、指数関数的崩壊）に従うものとする。同じ時間間隔の CO_2 の濃度は、大気からの CO_2 の交換及び除去に関する、より複雑なモデルを組み込む（Bern 炭素循環モデル）。

10

【0040】

いくつかの実施形態において、本開示のハイドロフルオロエーテルは、既知のハイドロフルオロエーテル（例えば、既知の分離型ハイドロフルオロエーテル）と同様の物理特性を有しながらも、特定の溶質（例えば、極性及び無極性の溶質）に関し改良された溶解能と、極性有機溶媒及び有機電解質処方物に対する改良された混和性と、を示す、新規な分類のハイドロフルオロエーテルとして特徴付けし得る。更に、驚くべきことにいくつかの実施形態によると、非分離型ハイドロフルオロエーテルであり得る本開示のハイドロフルオロエーテルは、ラットにおける 4 時間の急性吸入毒性試験又は経口毒性試験ベースでは低急性毒性を提供する（従来の見解では、非分離型ハイドロフルオロエーテルは低毒性を提供しないものと示唆されている）。また更に以下に詳細に議論するとおり、いくつかの実施形態において、本開示のハイドロフルオロエーテルは、対応するペルフルオロ化酸フルオリド前駆体から入手可能な比較的低コストの中間体であるペルフルオロ化ビニルアミンを使用して製造できる。

20

【0041】

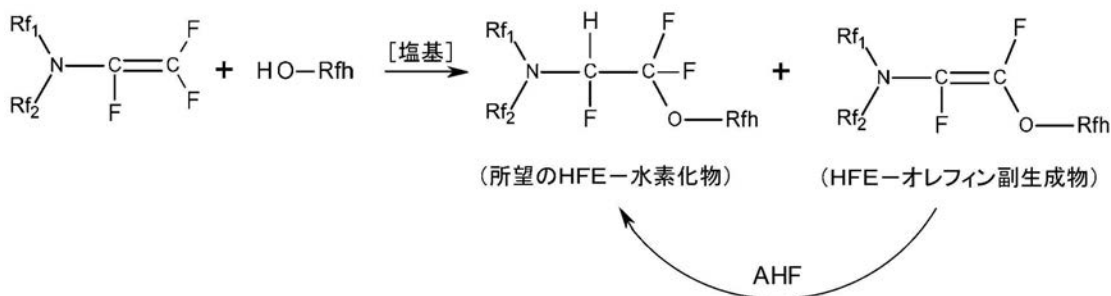
いくつかの実施形態において、本開示のハイドロフルオロエーテル化合物は、反応式 1 に示すとおり、アルコールのペルフルオロ化ビニルアミンへの付加により調製できる。

30

【0042】

【化 9】

反応式 1



40

【0043】

概略すると、この反応では、本開示の所望のハイドロフルオロエーテル（又は HFE - 水素化物）化合物を主生成物として生成できるが、比較的少量の、対応するハイドロフルオロエーテル - オレフィン（又は HFE - オレフィン）副生成物も同じく生成され得る。ハイドロフルオロエーテル - オレフィン副生成物は、無水フッ化水素（AHF）などのハイドロフルオロ化剤で処理することにより容易に所望のハイドロフルオロエーテルに再変換することができ、最終的には高収率で所望のハイドロフルオロエーテル化合物を生成でき

50

る。

【0044】

いくつかの実施形態において、反応式1に示すアルコール付加反応は、少なくとも1種の塩基性触媒（例えば、ルイス塩基）の存在下で、ペルフッ素化ビニルアミン原料（出発）化合物と原料アルコールとを組み合わせることにより実施することができる。有用な触媒としては、炭酸カリウム、炭酸セシウム、フッ化カリウム、水酸化カリウム、カリウムメトキシド、トリエチルアミン、トリメチルアミン、シアン酸カリウム、重炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、重炭酸ナトリウム、ナトリウムメトキシド、フッ化セシウム、フッ化水素カリウム及び酢酸カリウムなど、並びにこれらの混合物が挙げられ、炭酸カリウム、重炭酸カリウム、及びこれらの混合物が好ましい。原料アルコールの少量のアルカリ金属塩も触媒として使用できる。

10

【0045】

いくつかの実施形態において、反応物質及び触媒を、任意の順番で反応器（例えば、ガラス製反応器又は金属製圧力反応器）中で組み合わせることができ、並びに攪拌しながら、上記の条件下で所望の温度（例えば、約-20 ~ 約75）にて反応を実施できる。しかしながら、概して、非反応性の極性溶媒（例えば、アセトニトリル、アセトン、2-ブタノン（MEK）、テトラヒドロフラン、グリム、又はこれらのうち2種以上の混合物）の使用が反応を促進する。得られる生成物は、例えば、蒸留により精製できる。オレフィンの反応副生成物（HFE-オレフィンなど）は、オレフィン二重結合と優先的に反応する試薬との反応により除去できる（又は所望の生成物に変換できる）。このような反応物質としては、例えば、無水フッ化水素、極性非プロトン性溶媒中のフッ化水素カリウム（相間移動触媒を添加又は非添加）、アセトン中の過マンガン酸カリウム、並びに放射線照射の存在下又は非存在下での臭素元素が挙げられる。

20

【0046】

いくつかの実施形態において、ペルフッ素化ビニルアミン出発化合物は、T. Abe, E. Hayashi, H. Baba, H. Fukaya, J. Fluorine Chem. 48 (1990) 257; T. Abe, E. Hayashi, H. Fukaya, H. Baba, J. Fluorine Chem. 50 (1990) 173; T. Abe, E. Hayashi, T. Shimizu, Chem. Lett. 1989, 905; T. Abe, 米国特許第4,782,148号及び、T. Abe, E. Hayashi, Chem. Lett. 1988, 1887に記載のものなどの、当業界で公知である様々な標準的な任意の合成手順により製造できる。

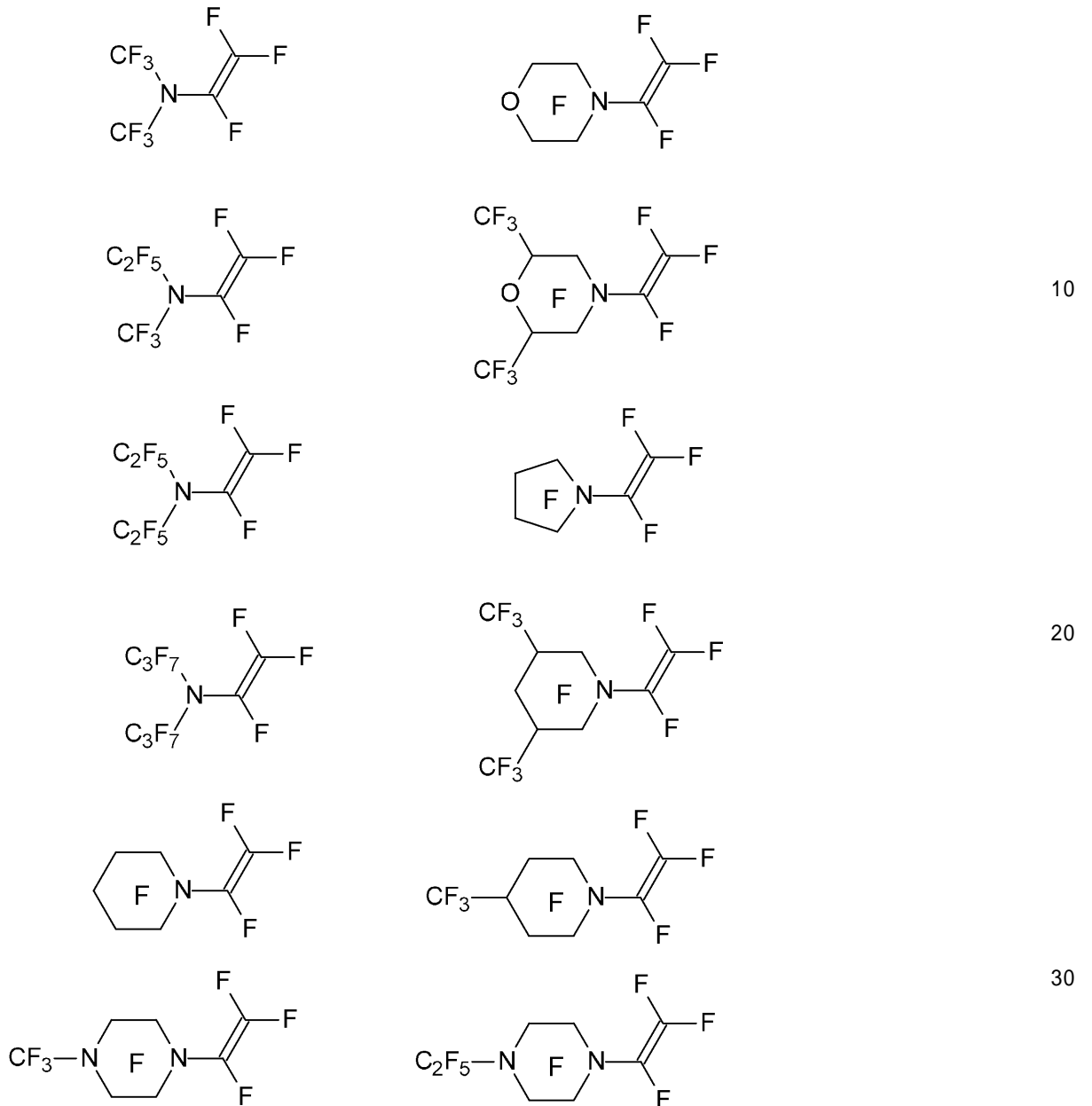
30

【0047】

いくつかの実施形態において、本開示の窒素含有ヒドロフルオロエーテル化合物を製造するための出発化合物として有用なペルフッ素化ビニルアミンの代表例が次に挙げられる。

【0048】

【化10】



【0049】

いくつかの実施形態において、本開示の窒素含有ハイドロフルオロエーテル化合物を製造するための出発化合物として有用なアルコール類は、単官能性でも又は多官能性アルコールでもよい。ある種の実施形態では、アルコール類は、単官能性又は二官能性である。好適なアルコール類の代表例としては、メタノール、エタノール、イソプロパノール、1-プロパノール、1-ブタノール、2-ブタノール、2-メチル-1-プロパノール、2-メトキシエタノール、アリルアルコール、プロパルギルアルコール、テトラヒドロフルフリルアルコール、エチレングリコール、1,4-ブタンジオール、2-ブテン-1,4-ジオール、ジエチレングリコール、(CH₃)₂NC₂H₄OH、CF₃CH₂OH、C₂F₅CH₂OH、C₃F₇CH₂OH、(CF₃)₂CHOH、HCF₂CF₂CH₂OH、H(CF₂CF₂)₂CH₂OH、H(CF₂CF₂)₃CH₂OH、CF₃CFHCF₂CH₂OH、CF₃CFHCF₂CH(CH₃)OH、C₄F₉CH₂CH₂OH、C₆F₁₃CH₂CH₂OH、C₈F₁₇CH₂CH₂OH、C₄F₉OCH₂CH₂OH、及びHOCH₂CF₂CF₂CH₂OH、などが挙げられる。

【0050】

いくつかの実施形態において、アルコール類としては、メタノール、エタノール、1-

10

20

30

40

50

プロパノール、1-ブタノール、2-メトキシエタノール、アリルアルコール、 $(\text{CH}_3)_2\text{NC}_2\text{H}_4\text{OH}$ 、エチレングリコール、1,4-ブタンジオール、2-ブテン-1,4-ジオール、ジエチレングリコール、 $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $\text{HCF}_2\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $\text{H}(\text{CF}_2\text{CF}_2)_2\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $\text{CF}_3\text{CFHCF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $\text{CF}_3\text{CFHCF}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH}$ 、 $\text{C}_4\text{F}_9\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ 、及び $\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ 、が挙げられる。

【0051】

いくつかの実施形態において、本開示は、主成分として上記のハイドロフルオロエーテル化合物を含む作動流体に更に関する。例えば、作動流体は、作動流体の総重量に基づき、少なくとも25重量%、少なくとも50重量%、少なくとも70重量%、少なくとも80重量%、少なくとも90重量%、少なくとも95重量%、又は少なくとも99重量%の、上記のハイドロフルオロエーテル化合物を含み得る。ハイドロフルオロエーテル化合物に加え、作動流体は、次の成分、アルコール類、エーテル類、アルカン、アルケン、ペルフルオロカーボン、ペルフルオロ三級アミン、ペルフルオロエーテル、シクロアルカン、エステル、ケトン、オキシラン、芳香族、シロキサン、ハイドロクロロカーボン、ハイドロクロロフルオロカーボン、ハイドロフルオロカーボン、ハイドロフルオロオレフィン、ハイドロクロロフルオロオレフィン、ハイドロフルオロエーテル、又はこれらの混合物のうち1種以上を、作動流体の総重量に基づき、合計して最大75重量%、最大50重量%、最大30重量%、最大20重量%、最大10重量%、又は最大5重量%、含み得る。このような追加の成分は、特定の使用について組成物の特性を調整又は増強するために選択

10

20

【0052】

いくつかの実施形態において、本開示は、デバイスと、かかるデバイスに又はかかるデバイスから伝熱するための機構と、を含む、伝熱するための装置に更に関する。伝熱するための機構は、本開示のハイドロフルオロエーテル化合物を含む伝熱作動流体を含み得る。

【0053】

提供される伝熱するための装置は、デバイスを含み得る。かかるデバイスは、冷却される、加熱される、又は所定の温度若しくは温度範囲で維持される、部品、部材、組立品などでよい。このようなデバイスとしては、電気部品、工学部品及び光学部品が挙げられる。本開示のデバイスの例としては、マイクロプロセッサ、半導体デバイスの製造に用いられるウエハ、出力制御用半導体、配電スイッチギヤ、電力変圧器、回路基板、マルチチップモジュール、パッケージされた及びパッケージされていない半導体デバイス、レーザー、化学反応器、燃料電池、並びに電気化学セル(電池)が挙げられるが、これらに限定されない。いくつかの実施形態において、デバイスとしては、冷却装置、加熱装置、又はこれらの組み合わせを挙げることができる。

30

【0054】

更なる他の実施形態において、デバイスとしては、電子デバイス、例えばプロセッサ(マイクロプロセッサ含む)、を挙げることができる。これらの電子デバイスが強力になるにつれて、単位時間当たりに生成される熱量が増加する。したがって、伝熱機構は、プロセッサ性能に重要な役割を果たす。伝熱流体は、典型的には、良好な伝熱性能、良好な電気適合性(冷却板を用いるものなどの「間接接触」用途で使用される場合であっても)、並びに低毒性、難燃性(又は不燃性)、及び低い環境への影響、を有する。良好な電気適合性は、その伝熱流体候補が、高い誘電強度、高い体積抵抗率、及び極性材料に対する溶解能不良を示すこと、を示唆する。加えて、伝熱流体は、良好な工学的適合性を示す必要があり、すなわち、構造体の典型的材料に悪影響を与えてはならない。

40

【0055】

提供される装置は、伝熱するための機構を含み得る。かかる機構は、伝熱流体を含み得る。伝熱流体は、本開示の1種以上のハイドロフルオロエーテル化合物を含み得る。伝熱機構をデバイスと熱接触させることにより、伝熱することができる。伝熱機構は、デバイ

50

スと熱接触させると、デバイスから熱を除去するか、又はデバイスに熱を供給するか、又はデバイスを選択された温度若しくは温度範囲で維持する。熱流の（デバイスからの又はデバイスへの）方向は、デバイスと伝熱機構の間の相対的温度差によって決まる。

【0056】

伝熱機構としては、ポンプ、弁、流体収容システム、圧力制御システム、コンデンサ、熱交換器、熱源、ヒートシンク、冷凍システム、能動型温度制御システム、及び受動型温度制御システムを、これらに限定されるものではないが、含む、伝熱流体を管理するための設備を挙げることができる。好適な伝熱機構の例としては、プラズマ強化化学蒸着（PECVD）ツールの温度制御ウエハチャック、ダイ性能試験のための温度制御試験ヘッド、半導体加工装置内の温度制御作動領域、熱衝撃試験槽液体貯蔵室、及び恒温槽が挙げられるが、これらに限定されない。エッチャー、アッシャー、PECVDチャンバ、気相はんだ付けデバイス、及び熱衝撃試験機などのいくつかのシステムでは、望ましい上限動作温度は、170 もの高温、200 もの高温、又は更には230 もの高温にできる。

10

【0057】

伝熱機構をデバイスと接触させることにより、伝熱することができる。伝熱機構は、デバイスと熱接触させると、デバイスから熱を除去するか、又はデバイスに熱を供給するか、又はデバイスを選択された温度若しくは温度範囲に維持する。熱流の（デバイスからの又はデバイスへの）方向は、デバイスと伝熱機構との間の相対的温度差によって決まる。提供する装置としては、冷凍システム、冷却システム、試験機器及び加工機器を挙げることにもできる。いくつかの実施形態において、提供される装置は、恒温槽又は熱衝撃試験槽であってもよい。

20

【0058】

いくつかの実施形態において、本開示は、消火組成物に関する。組成物は、本開示の1種以上のハイドロフルオロエーテル化合物と1種以上の共消火剤（併用消火剤）とを含み得る。

【0059】

例示的な実施形態において、共消火剤としては、ハイドロフルオロカーボン、ハイドロクロロフルオロカーボン、ペルフルオロカーボン、ペルフルオロポリエーテル、ハイドロフルオロエーテル、ハイドロフルオロポリエーテル、クロロフルオロカーボン、プロモフルオロカーボン、プロモクロロフルオロカーボン、ハイドロプロモカーボン、ヨードフルオロカーボン、フッ素化ケトン、ハイドロフルオロカーボン、ハイドロクロロフルオロカーボン、ペルフルオロカーボン、ペルフルオロポリエーテル、ハイドロフルオロエーテル、ハイドロフルオロポリエーテル、クロロフルオロカーボン、プロモフルオロカーボン、プロモクロロフルオロカーボン、ヨードフルオロカーボン、ハイドロプロモフルオロカーボン、フッ素化ケトン、ハイドロプロモカーボン、フッ素化オレフィン、ハイドロフルオロオレフィン、フッ素化スルホン、フッ素化ビニルエーテル、不飽和フルオロエーテル、プロモフルオロオレフィン、クロロフルオロオレフィン、ヨードフルオロオレフィン、フッ素化ビニルアミン、フッ素化アミノプロペン、及びこれらの混合物を挙げることができる。

30

【0060】

このような共消火剤は、特定のタイプ（又は規模若しくは場所）の火に対する消火組成物の消火能力を強化する、又はその物理的特性を変更する（例えば、噴射剤としての役割を果たすことによって導入速度を変更する）ために選択することができ、及び好ましくは、得られる組成物が空気中に可燃性混合物を形成しないような（ハイドロフルオロエーテル化合物に対する共消火剤の）比率で利用することができる。

40

【0061】

いくつかの実施形態において、ハイドロフルオロエーテル化合物及び共消火剤は、火を抑制する又は消火するために十分な量で消火組成物中に存在し得る。ハイドロフルオロエーテル化合物と共消火剤とは、約9：1～約1：9までの重量比にできる。

【0062】

50

いくつかの実施形態では、本開示は、ランキンサイクルで熱エネルギーを工学的エネルギーに変換するための装置に関する。この装置は、本開示の1種以上のハイドロフルオロエーテル化合物を含む作動流体、を含み得る。かかる装置は、作動流体を気化させることで、気化作動流体を形成するための熱源と、気化作動流体が通され、それによって熱エネルギーを工学的エネルギーに変換するタービンと、気化作動流体をタービンに通した後、冷却するためのコンデンサと、作動流体を再循環させるためのポンプと、を更に含む得る。

【0063】

いくつかの実施形態において、本開示は、ランキンサイクルで熱エネルギーを工学的エネルギーに変換するプロセスに関する。このプロセスは、熱源を使用して、本開示の1種以上のハイドロフルオロエーテル化合物を含む作動流体を気化させることで、気化作動流体を形成すること、を含み得る。いくつかの実施形態において、熱源から、エバポレーター又はボイラー内の作動流体に、伝熱する。気化作動流体は、膨張によって作動するように、加圧でき、使用することができる。熱源は、化石燃料など（例えば、石油、石炭又は天然ガス）の任意の形態のものからのものでよい。加えて、いくつかの実施形態において、熱源は、原子力、太陽による電力、又は燃料電池からもたらされてもよい。他の実施形態において、熱は、他の場合であれば大気に失われていたはずの、他の伝熱システムからの「廃熱」でもよい。いくつかの実施形態において、「廃熱」は、第2のランキンサイクルにおけるコンデンサ又は他の冷却デバイスからの、第2のランキンサイクル系から回収される熱でよい。

10

20

【0064】

「廃熱」の更なる供給源は、メタンガスが燃焼処理される埋立地で見出すことができる。メタンガスが環境に侵入して地球温暖化の一因になることを防止するために、埋立地が発生するメタンガスを「フレア」によって燃焼させて二酸化炭素及び水を生成することができ、この両方とも、地球温暖化係数の点から環境への害がメタンよりも少ない。提供するプロセスにおいて有用であり得る「廃熱」の他の供給源は、地熱源及び他のタイプのエンジンからの熱、例えば、排気ガス中に著しい熱を放って水及び潤滑剤などの冷却液に与えるガスタービンエンジンからの熱である。

【0065】

提供されるプロセスにおいて、気化作動流体は、加圧された作動流体を工学的エネルギーに変換できるデバイスを通して膨張し得る。いくつかの実施形態において、気化作動流体は、タービンを通して膨張し、タービンは気化作動流体の膨張圧からシャフトを回転させることができる。このタービンは、その結果、工学的作動をすること、例えば、いくつかの実施形態では、発電機を作動させること、結果として発電すること、を行うのに使用することができる。他の実施形態では、このタービンは、取り付けた又は連結したデバイスにおける使用のための工学的作動若しくはエネルギーを伝えることができる、ベルト、ホイール、ギヤ、又は他のデバイスを駆動するために使用することができる。

30

【0066】

気化作動流体が工学的エネルギーに変換された後、気化（そしてその時点で膨張した）作動流体は、再使用に向けて液化するための冷却源を用いて凝縮することができる。コンデンサにより放出された熱は、同じ又は別のランキンサイクル系に再循環させてエネルギーを節約することを含む他の目的に使用することができる。最後に、凝縮された作動流体を、閉鎖系での再使用のために、ポンプの手法によりポンプ輸送して、ボイラー又はエバポレーターに戻すことができる。

40

【0067】

有機ランキンサイクル作動流体の望ましい熱力学的特性は当業者には公知であり、例えば、米国特許公開第2010/0139274号（Z y h o w s k i ら）において論じられている。熱源の温度と凝縮後の凝縮された液体又は備付ヒートシンクの温度との差が大きいほど、ランキンサイクルの熱力学的効率は高くなる。熱力学的効率は、作動流体を熱源温度に合致させることにより、影響される。作動流体の蒸発温度が熱源温度に近いほど

50

、系の効率は高くなる。例えば、トルエンは79 ~ 約260 の温度範囲で使用することができるが、トルエンには毒性及び可燃性について懸念がある。1, 1 - ジクロロ - 2, 2 - トリフルオロエタン及び1, 1, 1, 3, 3 - ペンタフルオロプロパンなどの流体を代替としてこの温度範囲で使用することができる。ただし、1, 1 - ジクロロ - 2, 2 - トリフルオロエタンは、300 未満で毒性化合物を形成する場合があります、蒸発温度を約93 ~ 約121 に制限する必要がある。したがって、ガスタービン及び内燃機関などの熱源温度が作動流体と一層良好に合致し得るよう、臨界温度がより高く、環境に優しい他のランキンサイクル作動流体が望ましい。

【0068】

本開示は、ポリマーフォーム（ポリマー発泡体）の製造、並びに特にポリウレタンフォーム及びフェノールフォームの製造における核生成剤（成核剤）としての、本開示のヒドロフルオロエーテル化合物の使用に関する。これに関連して、いくつかの実施形態において、本開示は、1種以上の発泡剤（膨張剤）と、1種以上の発泡性ポリマー又はその前駆体組成物と、本開示のヒドロフルオロエーテル化合物を含む1種以上の成核剤と、を含む、発泡性組成物に関する。

【0069】

いくつかの実施形態では、気化されてポリマーを発泡させる液体若しくは気体発泡剤、又はその場で (in situ) 生成されてポリマーを発泡させる気体発泡剤、をはじめとする様々な発泡剤が、提供される発泡性組成物に使用され得る。発泡剤の代表例としては、ヒドロクロロフルオロカーボン (HCF₃)、ヒドロフルオロカーボン (HFC)、ヒドロクロロカーボン (HCC)、ヨードフルオロカーボン (IFC)、ヒドロカーボン (炭化水素)、ヒドロフルオロオレフィン (HFO)、及びヒドロフルオロエーテル (HFE) が挙げられる。提供される発泡性組成物に使用するための発泡剤は、大気圧で約 - 45 ~ 約100 の沸点を有し得る。典型的には、大気圧で、発泡剤は、少なくとも約15 の沸点を有し、より典型的には、約20 ~ 約80 の沸点を有する。発泡剤は、約30 ~ 約65 の沸点を有し得る。本発明に使用できる発泡剤の更なる代表例としては、約5 ~ 約7個の炭素原子を有する脂肪族及び脂環式炭化水素、例えば、n - ペンタン及びシクロペンタン、エステル（例えば、ギ酸メチル）、HFC（例えば、CF₃CF₂CHFCHF₂CF₃、CF₃CH₂CF₂H、CF₃CH₂CF₂CH₃、CF₃CF₂H、CH₃CF₂H (HFC - 152a)、CF₃CH₂CH₂CF₃、及びCHF₂CF₂CH₂F)、HCF₃（例えば、CH₃CCl₂F、CF₃CHCl₂、及びCF₂HCl）、HCC（例えば、2 - クロロプロパン）、及びIFC（例えば、CF₃I）、及びHFE（例えば、C₄F₉OCH₃）、及びHFO（例えば、CF₃CF = CH₂、CF₃CH = CHF、CF₃CH = CHCl、及びCF₃CH = CHF₂）、が挙げられる。ある種の処方では、水とイソシアナートなどのフォーム前駆体との反応から生成される、CO₂を発泡剤として使用できる。

【0070】

様々な実施形態において、提供される発泡性組成物は、1つ以上の発泡性ポリマー又はその前駆体組成物も含み得る。提供される発泡性組成物での使用に好適な発泡性ポリマーとしては、例えば、ポリオレフィン、例えばポリスチレン、ポリ（塩化ビニル）及びポリエチレンが挙げられる。発泡体は、従来の押出法を用いてスチレンポリマーから調製することができる。発泡剤組成物を押出機内の熱可塑性スチレンポリマー流に注入し、押し出す前にその熱可塑性スチレンポリマー流と混合して、発泡体を形成することができる。好適なスチレンポリマーの代表例としては、例えば、スチレン、*trans*-メチルスチレン、環アルキル化スチレン及び環ハロゲン化スチレンの固体ホモポリマーはもちろん、これらのモノマーと、容易に共重合可能な微量の他のオレフィン性モノマー、例えば、メチルメタクリレート、アクリロニトリル、無水マレイン酸、無水シトラコン酸、無水イタコン酸、アクリル酸、N - ビニルカルバゾール、ブタジエン及びジビニルベンゼンと、のコポリマーも挙げられる。好適な塩化ビニルポリマーとしては、例えば、塩化ビニルホモポリマー、及び塩化ビニルと他のビニルモノマーとのコポリマーが挙げられる。エチレンホモポリ

10

20

30

40

50

マー、及びエチレンと例えば2-ブテン、アクリル酸、プロピレン又はブタジエンとのコポリマーも有用であり得る。異なるタイプのポリマーの混合物を使用することができる。

【0071】

様々な実施形態において、本開示の発泡性組成物は、次の比率以下の、成核剤の発泡剤に対するモル比を有し得る、すなわち、1:50、1:25、1:9、又は1:7、1:3、又は1:2である。

【0072】

場合によっては、発泡体処方物の他の従来の成分が本開示の発泡性組成物中に存在することもある。例えば、架橋剤又は連鎖延長剤、泡安定剤又は界面活性剤、触媒、及び難燃剤を用いることができる。他の可能な成分としては、充填剤（例えば、カーボンブラック）、着色剤、抗真菌剤、殺菌剤、酸化防止剤、強化剤、帯電防止剤、及び他の添加剤又は加工助剤が挙げられる。

【0073】

いくつかの実施形態において、ポリマー発泡体（高分子発泡体）は、少なくとも1つの発泡性ポリマー若しくはその前駆体組成物、及び上記のような成核剤の存在下で、少なくとも1つの液体若しくは気体発泡剤を気化させること、又は少なくとも1つの気体発泡剤を発生させること、によって調製することができる。更なる実施形態において、ポリマー発泡体は、提供する発泡性組成物を使用して、上記のような成核剤と、少なくとも1つの有機ポリイソシアネートと、少なくとも2個の反応性水素原子を含有する少なくとも1つの化合物と、の存在下で、少なくとも1つの発泡剤を（例えば、前駆体反応の熱を利用することによって）気化させることによって調製することができる。ポリイソシアネート系発泡体を製造する場合、一般に、ポリイソシアネートと反応性水素含有化合物と発泡剤組成物とを合わせ、（例えば、様々な公知のタイプの混合ヘッド及び噴霧装置のいずれかを用いて）十分に混合し、膨張させ、硬化させて、発泡（気泡）ポリマーにすることができる。ポリイソシアネートと反応性水素含有化合物との反応前に発泡性組成物の成分の一部を予めブレンドしておくことは好便であることが多いが、必須ではない。例えば、反応性水素含有化合物と、発泡剤組成物と、ポリイソシアネートを除く任意の他の成分（例えば、界面活性剤）とをまずブレンドし、次いで、得られた混合物をポリイソシアネートと合わせることは、有用であることが多い。あるいは、発泡性組成物の全ての成分を別々に導入することができる。反応性水素含有化合物の全て又は一部とポリイソシアネートとを予め反応させてプレポリマーを形成することも可能である。

【0074】

いくつかの実施形態において、本開示は、本開示の1種以上のハイドロフルオロエーテル化合物を含む誘電性流体、及びそのような誘電性流体を含む電気デバイス（例えば、キャパシタ、スイッチギヤ、変圧器、又は電気ケーブル若しくは電気バス）に関する。本願の目的に沿い、用語「誘電性流体」は、液体誘電体と気体誘電体の両方を包含する。流体、気体又は液体の物理的状態は、それが使用される電気デバイスの温度動作条件及び圧力動作条件で決まる。

【0075】

いくつかの実施形態において、誘電性流体は、本開示の1種以上のハイドロフルオロエーテル化合物と、場合により、1種以上の第2の誘電性流体とを含む。好適な第2の誘電性流体としては、例えば、空気、窒素、ヘリウム、アルゴン及び二酸化炭素、又はこれらの組み合わせが挙げられる。第2の誘電性流体は、非凝縮性ガス又は不活性ガスであってもよい。一般に、第2の誘電性流体は、蒸気圧が25で又はその電気デバイスの動作温度で、少なくとも70kPaであるような量で使用され得る。

【0076】

本願の誘電性流体は、電気絶縁に有用であり、並びに電力の送電及び配電に使用されるアーク消去及び電流遮断機器に有用である。一般に、本開示の流体を使用することができる電気デバイスについて3つの主要タイプ、すなわち、（1）ガス絶縁回路遮断器及び電流遮断機器、（2）ガス絶縁送電線、及び（3）ガス絶縁変圧器、がある。そのようなガ

10

20

30

40

50

ス絶縁機器は、電力送電及び配電システムの主要構成要素である。

【0077】

いくつかの実施形態において、本開示は、気体誘電体が電極間の空間に充填するように互いに間隔を空けて配置されている金属電極、を備えている電気デバイス、例えばキャパシタを提供する。電気デバイスの内部空間は、気体誘電性流体と平衡状態にある液体誘電性流体の貯蔵室を備えていることもある。したがって、かかる貯蔵室によって誘電性流体の一切の損失が補充され得る。

【0078】

いくつかの実施形態において、本開示は、本開示の1種以上のハイドロフルオロエーテル化合物と、1種以上のコーティング材料と、を含む溶媒組成物、を含む、コーティング組成物に関し、コーティング材料は、かかる溶媒組成物に可溶性又は分散性である。

10

【0079】

様々な実施形態において、コーティング組成物のコーティング材料としては、顔料、潤滑剤、安定剤、接着剤、酸化防止剤、染料、ポリマー、医薬、離型剤、無機酸化物など、及びこれらの組み合わせを挙げることができる。例えば、コーティング材料としては、ペルフルオロポリエーテル、炭化水素及びシリコン潤滑剤、テトラフルオロエチレンの非晶質コポリマー、ポリテトラフルオロエチレン、又はこれらの組合せ、を挙げることができる。好適なコーティング材料の更なる例としては、二酸化チタン、酸化鉄、酸化マグネシウム、ペルフルオロポリエーテル、ポリシロキサン、ステアリン酸、アクリル系接着剤、ポリテトラフルオロエチレン、テトラフルオロエチレンの非晶質コポリマー、又はこれら

20

【0080】

いくつかの実施形態において、上記のコーティング組成物は、コーティングの塗抹に有用であり得る。この場合、ハイドロフルオロエーテル化合物がコーティング材料のキャリアとして機能して、材料の基材表面への塗抹が可能になる。これに関連して、本開示は、コーティング組成物を使用して基材表面にコーティングを塗抹するプロセスに更に関する。プロセスは、基材の少なくとも1つの表面の少なくとも一部に、(a)本開示の1種以上のハイドロフルオロエーテル化合物を含む溶媒組成物と、(b)かかる溶媒組成物に可溶性又は分散性である1種以上のコーティング材料と、を含む液体コーティング組成物のコーティング、を適用する工程、を含む。溶媒組成物は、1つ以上の共分散剤若しくは共溶媒、及び/又は1つ以上の添加剤(例えば、界面活性剤、着色剤、安定剤、酸化防止剤、難燃剤など)を更に含むことができる。好ましくは、かかるプロセスは、例えば気化させることにより(例えば熱又は真空の適用によって助長することができる)、コーティングから溶媒組成物を除去する工程、を更に含む。

30

【0081】

様々な実施形態において、コーティング組成物を形成するために、コーティング組成物の成分(すなわち、用いられるハイドロフルオロエーテル化合物、コーティング材料、及び任意の共分散剤又は共溶媒)を、コーティング材料を溶解、分散又は乳化するために用いられる任意の従来の混合技術によって、例えば、機械的攪拌、超音波攪拌、手動攪拌などによって合わせることができる。溶媒組成物及びコーティング材料(単数又は複数)は、所望のコーティングの厚さに応じて任意の比率で合わせることができる。例えば、コーティング材料は、コーティング組成物の約0.1~約10重量パーセントを構成し得る。

40

【0082】

例示的な実施形態において、本開示の塗抹プロセスは、任意の従来の技法により基材にコーティング組成物を適用することによって行うことができる。例えば、かかる組成物を基材上にはけ塗りすること若しくは(例えばエアゾールとして)吹き付けることができ、又は基材にスピンコーティングすることができる。いくつかの実施形態では、基材を組成物に浸漬することによりコーティングすることもある。浸漬は、任意の好適な温度で行うことができ、任意の好便な時間長にわたって維持することができる。基材がカテーテルなどの管材料であり、組成物を確実に管壁にコーティングすることが所望の場合、減圧の適

50

用により管に組成物を引き入れてもよい。

【 0 0 8 3 】

様々な実施形態において、コーティングを基材に適用した後、溶媒組成物を（例えば蒸発によって）コーティングから除去することができる。所望に応じて、減圧又は穏やかな加熱の適用によって蒸発速度を加速することができる。コーティングは、任意の好適な厚さにでき、実際、厚さは、コーティング材料の粘度、コーティングが適用される温度、及び吸引速度（浸漬が用いられる場合）のような要因によって決まることになる。

【 0 0 8 4 】

有機基材と無機基材の両方を本開示のプロセスによってコーティングすることができる。基材の代表例としては、金属、セラミック、ガラス、ポリカーボネート、ポリスチレン、アクリロニトリル-ブタジエン-スチレンコポリマー、天然繊維（及び天然繊維に由来する布地）、（例えば綿、絹、毛皮、スエード、革、リネン及びウール）、合成繊維（及び布地）、（例えばポリエステル、レーヨン、アクリル類、ナイロン又はこれらの混紡）、布地（天然繊維と合成繊維の混紡を含む）、並びに前述の材料の複合材が挙げられる。いくつかの実施形態において、コーティングされ得る基材としては、例えば、ペルフルオロポリエーテル潤滑剤を用いる磁気ハードディスク若しくは電気コネクタ、又はシリコン潤滑剤を用いる医療機器が挙げられる。

10

【 0 0 8 5 】

いくつかの実施形態において、本開示は、本開示の1種以上のハイドロフルオロエーテル化合物と、1種以上の共溶媒と、を含む洗浄（クリーニング）組成物に更に関する。

20

【 0 0 8 6 】

いくつかの実施形態において、ハイドロフルオロエーテル化合物は、ハイドロフルオロエーテル化合物と共溶媒との総重量に基づき、50重量%超、60重量%超、70重量%超、又は80重量%超の量で存在し得る。

【 0 0 8 7 】

様々な実施形態では、洗浄組成物は、界面活性剤を更に含み得る。好適な界面活性剤としては、フッ素化オレフィンに十分に可溶性である界面活性剤、及び汚れを溶解する、分散させる又は移すことによって汚れの除去を促進する界面活性剤が挙げられる。界面活性剤の1つの有用な分類（クラス）は、約1.4未満の親水性-親油性バランス（HLB）値を有するノニオン性界面活性剤である。例としては、エトキシ化アルコール、エトキシ化アルキルフェノール、エトキシ化脂肪酸、アルキルアリアルスルホネート、グリセロールエステル、エトキシ化フルオロアルコール、及びフッ素化スルホンアミドが挙げられる。一方の界面活性剤が油性の汚れの除去を促進するために洗浄組成物に添加され、もう一方が水溶性の汚れ（water-soluble oil）の除去を促進するために添加される、相補的特性を有する界面活性剤の混合物、を使用してもよい。界面活性剤は、使用する場合、汚れ除去を促進するのに十分な量で添加することができる。典型的には、界面活性剤は、洗浄組成物の約0.1~5.0重量%の量で、好ましくは約0.2~2.0重量%の量で添加される。

30

【 0 0 8 8 】

例示的な実施形態において、共溶媒としては、アルコール類、エーテル類、アルカン、アルケン、ハロアルケン、ペルフルオロカーボン、ペルフッ素化三級アミン、ペルフルオロエーテル、シクロアルカン、エステル、ケトン、芳香族、ハロ芳香族、シロキサン、ハイドロクロロカーボン、ハイドロクロロフルオロカーボン、ハイドロクロロフルオロオレフィン、ハイドロフルオロカーボン、又はそれらの混合物を挙げることができる。洗浄組成物に使用することができる共溶媒の代表例としては、メタノール、エタノール、イソプロパノール、t-ブチルアルコール、メチルt-ブチルエーテル、メチルt-アミルエーテル、1,2-ジメトキシエタン、シクロヘキサン、2,2,4-トリメチルペンタン、n-デカン、テルペン（例えば、a-ピネン、カンフェン及びリモネン）、トランス-1,2-ジクロロエチレン、シス-1,2-ジクロロエチレン、メチルシクロペンタン、デカリン、メチルデカノエート、t-ブチルアセテート、エチルアセテート、ジエチルфта

40

50

レート、2 - ブタノン、メチルイソブチルケトン、ナフタレン、トルエン、p - クロロベンゾトリフルオリド、トリフルオロトルエン、ビス(トリフルオロメチル)ベンゼン、ヘキサメチルジシロキサン、オクタメチルトリシロキサン、ペルフルオロヘキサン、ペルフルオロヘプタン、ペルフルオロオクタン、ペルフルオロトリブチルアミン、ペルフルオロ - N - メチルモルホリン、ペルフルオロ - 2 - ブチルオキサシクロペンタン、メチレンクロリド、クロロシクロヘキサン、1 - クロロブタン、1, 1 - ジクロロ - 1 - フルオロエタン、1, 1, 1 - トリフルオロ - 2, 2 - ジクロロエタン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロ - 3, 3 - ジクロロプロパン、1, 1, 2, 2, 3 - ペンタフルオロ - 1, 3 - ジクロロプロパン、2, 3 - ジハイドロペルフルオロペンタン、1, 1, 1, 2, 2, 4 - ヘキサフルオロブタン、1 - トリフルオロメチル - 1, 2, 2 - トリフルオロシクロブタン、3 - メチル - 1, 1, 2, 2 - テトラフルオロシクロブタン、1 - ハイドロペンタデカフルオロヘプタン、又はこれらの混合物が挙げられる。

10

20

30

40

50

【0089】

いくつかの実施形態において、本開示は、基材を洗浄するプロセスに関する。かかる洗浄プロセスは、汚染された基材を、上で論じたような洗浄組成物と、接触させることによって行うことができる。ハイドロフルオロエーテル化合物は、単独で用いることができ、又は互いの混合物で、又は他の一般に使用されている洗浄溶媒、例えばアルコール類、エーテル類、アルカン、アルケン、ペルフルオロカーボン、ペルフルオロエーテル、シクロアルカン、エステル、ケトン、芳香族、シロキサン、ハイドロクロロカーボン、ハイドロクロロフルオロカーボン、ハイドロクロロフルオロオレフィン、ハイドロフルオロオレフィン、ハイドロフルオロカーボン、若しくはこれらの混合物、との混合物で用いることができる。そのような共溶媒は、特定の使用のために洗浄組成物の溶解能特性を変更又は強化するように選択でき、得られる組成物が引火点を持たないような(共溶媒のハイドロフルオロエーテル化合物に対する)比率で用いることができる。特定の用途に望ましい場合、洗浄組成物は、1つ以上の溶解又は分散された気体、液体又は固体添加剤(例えば、二酸化炭素ガス、界面活性剤、安定剤、酸化防止剤又は活性炭)を更に含有することができる。

【0090】

いくつかの実施形態において、本開示は、本開示の1種以上のハイドロフルオロエーテル化合物と、場合により1種以上の界面活性剤と、を含む洗浄組成物に関する。好適な界面活性剤としては、ハイドロフルオロエーテル化合物に十分に可溶性である界面活性剤、及び汚れを溶解、分散、又は移すことによって汚れの除去を促進する界面活性剤が挙げられる。界面活性剤の1つの有用なクラスは、約1.4未満の親水性 - 親油性バランス(HLB)値を有するノニオン性界面活性剤である。例としては、エトキシ化アルコール、エトキシ化アルキルフェノール、エトキシ化脂肪酸、アルキルアリアルスルホネート、グリセロールエステル、エトキシ化フルオロアルコール、及びフッ素化スルホンアミドが挙げられる。一方の界面活性剤が油性の汚れの除去を促進するために洗浄組成物に添加され、もう一方が水溶性の汚れの除去を促進するために添加される、相補的特性を有する界面活性剤の混合物、を使用してもよい。界面活性剤は、使用する場合、汚れ除去を促進するのに十分な量で添加することができる。典型的には、界面活性剤は、洗浄組成物の0.1 ~ 5.0重量%又は0.2 ~ 2.0重量%の量で添加され得る。

【0091】

本開示の洗浄プロセスを用いて、基材の表面から大部分の汚染物質を溶解又は除去することもできる。例えば、軽質炭化水素汚染物質、より高分子量の炭化水素汚染物質、[例えば鉱油及び油脂(グリース)]、フルオロカーボン汚染物質、[例えばペルフルオロポリエーテル、プロモトリフルオロエチレンオリゴマー(ジャイロスコープ用流体)、及びクロロトリフルオロエチレンオリゴマー(作動液、潤滑油)]、シリコン油及びグリース、はんだフラックス、微粒子、水、並びに、精密機器、電子機器、金属製機器、及び医療機器の洗浄において生じ得る他の汚染物質(夾雑物)を除去できる。

【0092】

洗浄組成物を気体状態又は液体状態のいずれか（又は両方）で使用することができ、基材と「接触させる」ための既知又は今後の技法のいずれも用いてもよい。例えば、液体洗浄組成物を基材上に噴霧若しくははけ塗りすることができ、気体洗浄組成物を基材に吹き付けることができ、又は基材を気体若しくは液体組成物のいずれかに浸漬することができる。高温、超音波エネルギー、及び/又は攪拌を使用して、洗浄を助長することができる。様々な異なる溶媒洗浄技術が、B. N. EllisによってCleaning and Contamination of Electronics Components and Assemblies、Electrochemical Publications Limited、Ayr、Scotland、182～94頁（1986）に記載されている。

10

【0093】

有機基材と無機基材の両方を本開示のプロセスによって洗浄することができる。基材の代表例としては、金属、セラミックス、ガラス、ポリカーボネート、ポリスチレン、アクリロニトリル-ブタジエン-スチレンコポリマー、天然繊維（及び天然繊維に由来する布地）、（例えば綿、絹、毛皮、スエード、革、リネン及びウール）、合成繊維（及び布地）、（例えばポリエステル、レーヨン、アクリル類、ナイロン又はこれらの混紡）、天然繊維及び合成繊維の混紡を含む布帛、並びに前述の材料の複合物が挙げられる。いくつかの実施形態において、かかるプロセスは、電子部品（例えば回路基板）、光媒体若しくは磁気媒体、又は医療機器の精密洗浄に使用され得る。

20

【0094】

いくつかの実施形態では、本開示は、本開示の1種以上のハイドロフルオロエーテル化合物を含む電解質組成物に更に関する。電解質組成物は、（a）1種以上のハイドロフルオロエーテル化合物を含む溶媒組成物と、（b）少なくとも1種の電解質塩と、を含み得る。本開示の電解質組成物は、優れた酸化安定性を示し、高電圧電気化学セル（再充電可能なりチウムイオン電池など）に使用したときには、卓越したサイクル寿命と保存寿命とを提供する。例えば、このような電解質組成物を、黒鉛の炭素電極を使用する電気化学セルに使用したとき、電解質は、 Li/Li^+ について、少なくとも4.5V、最大6.0Vの上限充電電圧に対し安定にサイクルする。

【0095】

本開示の電解質組成物の製造に使用するのに好適な電解質塩としては、少なくとも1種のカチオンと、少なくとも1種の弱く配位しているアニオン〔炭化水素スルホン酸、例えば、ビス（ペルフルオロアルカンスルホニル）イミドアニオン以上の酸性を有する、アニオンの共役酸〕と、を含むそれらの塩類が挙げられる。かかる塩類は、選択されたハイドロフルオロエーテル化合物（又はそれらと、1種以上の他のハイドロフルオロエーテル化合物若しくは1種以上の従来電解質溶媒と、のブレンド）に少なくとも部分的に可溶性であり、少なくとも部分的に解離して導電性電解質組成物を形成する。かかる塩類は、動作電圧全域で安定、非腐食性、熱的及び加水分解的に安定、になり得る。好適なカチオンとしては、アルカリ金属、アルカリ土類金属、IIB族金属、IIIB族金属、遷移金属、希土類金属、及びアンモニウム（例えば、テトラアルキルアンモニウム、又はトリアルキルアンモニウム）カチオン、並びにプロトンが挙げられる。いくつかの実施形態では、バッテリー用途のカチオンとしては、アルカリ金属カチオン及びアルカリ土類金属カチオンが挙げられる。好適なアニオンとしては、フッ素含有無機アニオン（例えば、 $(FSO_2)_2N^-$ 、 BF_4^- 、 PF_6^- 、 AsF_6^- 、及び SbF_6^- など）、 ClO_4^- 、 HSO_4^- 、 $H_2PO_4^-$ 、有機アニオン（例えば、アルカン、アリール、及びアルキールスルホン酸アニオンなど）、フッ素含有及び非フッ素化テトラアリールホウ酸アニオン、カルボラン及びハロゲン-、アルキル-、又はメタロカルボランアニオンなどのハロアルキル置換カルボランアニオン、並びにフッ素含有有機アニオン（例えば、ペルフルオロアルカンスルホン酸アニオン、シアノペルフルオロアルカンスルホニルアミドアニオン、ビス（シアノ）ペルフルオロアルカンスルホニルメチドアニオン、ビス（ペルフルオロアルカンスルホニル）イミドアニオン、ビス（ペルフルオロアルカンスルホニル）メチドア

30

40

50

ニオン、及びトリス（ペルフルオロアルカンシルホニル）メチドアニオンなど）、並びに同様のものが挙げられる。バッテリー用途に好ましいアニオンとしては、フッ素含有無機アニオン（例えば、 $(FSO_2)_2N^-$ 、 BF_4^- 、 PF_6^- 、及び AsF_6^- ）及びフッ素含有有機アニオン（例えば、ペルフルオロアルカンシルホン酸アニオン、ビス（ペルフルオロアルカンシルホニル）イミドアニオン、及びトリス（ペルフルオロアルカンシルホニル）メチドアニオン）が挙げられる。フッ素含有有機アニオンは、完全にフッ素化されていてもよく、すなわちペルフッ素化されていてもよく、又は（有機部分が）部分的にフッ素化されていてもよい。いくつかの実施形態では、フッ素含有有機アニオンは、少なくとも約80%フッ素化されている（すなわち、アニオンの、炭素結合置換基（炭素に結合した置換基）のうち少なくとも約80%がフッ素原子である）。いくつかの実施形態では、アニオンはペルフッ素化（すなわち、炭素結合置換基の全てがフッ素原子である完全フッ素化）されている。ペルフッ素化アニオンを含むアニオンは、例えば、窒素、酸素、又は硫黄などの1種以上の鎖状に連結するヘテロ原子を含有し得る。いくつかの実施形態では、フッ素含有有機アニオンとしては、ペルフルオロアルカンシルホン酸アニオン、ビス（ペルフルオロアルカンシルホニル）イミドアニオン、及びトリス（ペルフルオロアルカンシルホニル）メチドアニオン、が挙げられる。

10

【0096】

いくつかの実施形態において、電解質塩としては、リチウム塩を挙げることができる。好適なリチウム塩としては、例えば、リチウムヘキサフルオロホスフェート、リチウムビス（トリフルオロメタンシルホニル）イミド、リチウムビス（ペルフルオロエタンシルホニル）イミド、リチウムテトラフルオロボレート、リチウムペルクロラート、リチウムヘキサフルオロアルセネート、リチウムトリフルオロメタンシルホネート、リチウムトリス（トリフルオロメタンシルホニル）メチド、リチウムビス（フルオロシルホニル）イミド（Li-FSI）、及びこれらの2種以上の混合物が挙げられる。

20

【0097】

本開示の電解質組成物は、少なくとも1種の電解質塩と、本開示の少なくとも1種のハイドロフルオロエーテル化合物を含む溶媒組成物とを、かかる塩が、所望の動作温度下でかかる溶媒組成物に少なくとも部分的に溶解（解離）されるように組み合わせることにより調製できる。このような調製には、ハイドロフルオロエーテル化合物（又は通常は、それらを含む、それらからなる、又は本質的にそれらからなる液体組成物）を使用できる。

30

【0098】

いくつかの実施形態では、電解質組成物には、電解質組成物の導電率が最高値又はその付近になるような濃度で（典型的には、例えば、リチウム電池の電解質に関し、約0.1~4.0M、又は1.0~2.0MのLiのモル濃度で）電解質塩を使用するものの、広い範囲の他の濃度も使用できる。

【0099】

いくつかの実施形態では、1種以上の従来電解質溶媒を、ハイドロフルオロエーテル化合物と（例えば、ハイドロフルオロエーテルが、得られる溶媒組成物の約1%から約80%まで又は90%までを構成するよう）、混合する。有用な従来電解質溶媒としては、例えば、有機及びフッ素含有電解質溶媒が挙げられる（例えば、プロピレンカーボネート、エチレンカーボネート、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、エチルメチルカーボネート、ジメトキシエタン、7-ブチロラクトン、ジグリム（すなわち、ジエチレングリコールジメチルエーテル）、テトラグリム（すなわち、テトラエチレングリコールジメチルエーテル）、モノフルオロエチレンカーボネート、ビニレンカーボネート、エチルアセテート、メチルブチレート（methyl butyrate）、テトラヒドロフラン、アルキル置換テトラヒドロフラン、1,3-ジオキソラン、アルキル置換1,3-ジオキソラン、テトラヒドロピラン、アルキル置換テトラヒドロピランなど、並びにこれらの混合物）。所望の場合、他の従来電解質添加剤（例えば、界面活性剤）も存在させることができる。

40

【0100】

50

本開示は、上記の電解質組成物を含む電気化学セル（例えば、燃料電池、電池、キャパシタ（蓄電器）、エレクトロクロミック窓）に更に関する。このような電気化学セルは、正極と、負極と、セパレーターと、上記の電解質組成物とを含み得る。

【0101】

本明細書に記載の電解質組成物を使用する電気化学デバイスは、いくつかの実施形態において、最大12Cの放電電流で、理論値の50%超、好ましくは80%超の放電容量を有する。本開示に記載の電解質組成物を含む電気化学セルは、いくつかの実施形態において、最大6Cの放電電流で、理論値の約40%超、好ましくは約60%超の充電容量を有し得る。本明細書に記載の電解質組成物を含む電気化学セルは、いくつかの実施形態において、優れた低温性能を有し得て、0～20の環境温度に露出されているときに、25での放電容量の90%超を保持し得る。本記載の電解質組成物を含む電気化学セルは、いくつかの実施形態において、最大4.5Vまでの、最大30回の充電サイクルにわたり、カソード1gあたり150mAh超の放電容量を保持し得る。

10

【0102】

電気化学セルには、様々な負極及び正極を使用できる。代表的な負極としては、例えば、結晶面間の間隔(002)、 d_{002} が $3.45 \text{ \AA} > d_{002} > 3.35 \text{ \AA}$ であり、粉末、フレーク、繊維、又は球状（例えば、メソカーボンマイクロビーズ）などの形態を示す黒鉛の炭素が挙げられ、米国特許第6,203,944号（Turner '944）、発明の名称「リチウム電池用電極（ELECTRODE FOR A LITHIUM BATTERY）」、及び国際公開第00103444号（Turner PCT）、発明の名称「電極材料及び組成物（ELECTRODE MATERIAL AND COMPOSITIONS）」に記載のリチウム合金組成物 $\text{Li}_{4/3}\text{Ti}_{5/3}\text{O}_4$ 、並びにこれらの組み合わせ、が挙げられる。代表的な正極としては、 LiFePO_4 、 LiMnPO_4 、 LiCoPO_4 、 LiMn_2O_4 、 LiCoO_2 、及びこれらの組み合わせが挙げられる。負極又は正極は、例えば、負極についてはカーボンブラック、並びに、正極についてはカーボンブラック、及び鱗片状黒鉛などの、当業者にはよく知られている添加剤を含み得る。

20

【0103】

本発明の電気化学デバイスは、コンピューター、電動工具、自動車、及び通信機器などの様々な電子物品に使用できる。

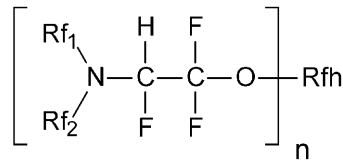
【0104】

実施形態

1. 以下の一般式(1)で表される、ハイドロフルオロエーテル化合物。

30

【化11】



(1)

40

[式中、nは1～2であり、Rf₁及びRf₂の各々の表わすものは、

(i) 独立して、1～8個の炭素原子を有する、直鎖又は分枝鎖ペルフルオロアルキル基であって、場合により1個以上の鎖状に連結されたヘテロ原子を含むもの、又は、

(ii) 互いに結合して、4～8個の炭素原子を有する環状構造を形成するものであって、場合により1個以上の連結されたヘテロ原子を含むものであり、

Rfhは、n=1であるとき、1～12個の炭素原子を有する、置換又は非置換の一価の炭化水素基であって、場合により1つ以上の鎖状に連結するヘテロ原子を含み、n=2であるとき、1～12個の炭素原子を有する、置換又は非置換の二価の炭化水素基であって、場合により1個以上のカテナリーヘテロ原子を含む。]

2. Rf₁及びRf₂の各々の表わすものが、

50

(i) 独立して、1～4個の炭素原子を有する直鎖又は分枝鎖ペルフルオロアルキル基であって、場合により1個以上の連結されたヘテロ原子を含むもの、又は、

(i i) 互いに結合して、4～6個の炭素原子を有する環状構造を形成するものであって、場合により1個以上の連結されたヘテロ原子を含むものである、実施形態1に記載のハイドロフルオロエーテル化合物。

3. R f h がハロゲン原子により置換されている、実施形態1又は2に記載のハイドロフルオロエーテル化合物。

4. R f h がフッ素原子で置換されている、実施形態1～3のいずれか一形態に記載のハイドロフルオロエーテル化合物。

5. かかるハイドロフルオロエーテル化合物が、少なくとも60%のフッ素化度を有する、実施形態1～4のいずれか一形態に記載のハイドロフルオロエーテル化合物。

7. (a) 実施形態1～5のいずれか一形態に記載のハイドロフルオロエーテル化合物と、

(b) 1種以上のハイドロフルオロカーボン、ハイドロクロロフルオロカーボン、ペルフルオロカーボン、ペルフルオロポリエーテル、ハイドロフルオロエーテル、ハイドロフルオロポリエーテル、クロロフルオロカーボン、プロモフルオロカーボン、プロモクロロフルオロカーボン、ヨードフルオロカーボン、ハイドロプロモフルオロカーボン、フッ素化ケトン、ハイドロプロモカーボン、フッ素化オレフィン、ハイドロフルオロオレフィン、フッ素化スルホン、フッ素化ビニルエーテル、及びそれらの混合物を含む、少なくとも1つの共消火剤と、を含み、

(a) 及び (b) が、火を抑制する又は消火するのに十分な量で存在する、消火組成物。

8. (a) 及び (b) が、約9：1～約1：9までの重量比である、実施形態7に記載の消火組成物。

9. 実施形態1～5のいずれか一形態に記載のハイドロフルオロエーテル化合物を含む消火組成物を火に適用することと、

火を抑制することと、を含む、消火方法。

10. かかる消火組成物が、1種以上のハイドロフルオロカーボン、ハイドロクロロフルオロカーボン、ペルフルオロカーボン、ペルフルオロポリエーテル、ハイドロフルオロエーテル、ハイドロフルオロポリエーテル、クロロフルオロカーボン、プロモフルオロカーボン、プロモクロロフルオロカーボン、ヨードフルオロカーボン、ハイドロプロモフルオロカーボン、フッ素化ケトン、ハイドロプロモカーボン、フッ素化オレフィン、ハイドロフルオロオレフィン、フッ素化スルホン、フッ素化ビニルエーテル、及びそれらの混合物を含む少なくとも1つの共消火剤、を更に含む、実施形態9に記載の消火方法。

【0105】

11. ランキンサイクルにおいて熱エネルギーを工学的エネルギーに変換するための装置であって、

作動流体と、

かかる作動流体を気化して、気化作動流体を形成する熱源と、

かかる気化作動流体が通され、それによって熱エネルギーを工学的エネルギーに変換するタービンと、

かかる気化作動流体を、タービンに通した後、冷却するためのコンデンサと、

かかる作動流体を再循環させるためのポンプと、を含み、

作動流体が、実施形態1～5のいずれか一形態に記載のハイドロフルオロエーテル化合物を含む、装置。

12. ランキンサイクルにおいて熱エネルギーを工学的エネルギーに変換するプロセスであって、

作動流体を熱源で気化させることで、気化作動流体を形成することと、

かかる気化作動流体をタービンに通して膨張させることと、

冷却源を使用してかかる気化作動流体を冷却して、凝縮された作動流体を形成すること

10

20

30

40

50

と、

かかる凝縮された作動流体をポンプ輸送することと、を含み、
作動流体が、実施形態 1 ~ 5 のいずれか一形態に記載のハイドロフルオロエーテル化合物を含む、プロセス。

13. 廃熱を回収するプロセスであって、

廃熱を生成するプロセスと連通している熱交換器に液体作動流体を通すことで、気化作動流体を生成することと、

かかる気化作動流体をかかる熱交換器から取り出すことと、

かかる気化作動流体を、廃熱が工学的エネルギーに変換される膨張器に通すことと、

かかる気化作動流体を、タービンに通した後、冷却することと、を含み、

作動流体が、実施形態 1 ~ 5 のいずれか一形態に記載のハイドロフルオロエーテル化合物を含む、プロセス。

14. 発泡剤と、発泡性ポリマー又はその前駆体組成物と、成核剤と、を含む、発泡性組成物であって、

かかる成核剤が、実施形態 1 ~ 5 のいずれか一形態に記載のハイドロフルオロエーテル化合物を含む、発泡性組成物。

15. かかる成核剤及びかかる発泡剤が、1 : 2 未満のモル比である、実施形態 14 に記載の発泡性組成物。

16. かかる発泡剤が、約 5 ~ 約 7 個の炭素原子を有する脂肪族炭化水素、約 5 ~ 約 7 個の炭素原子を有する環式脂肪族炭化水素、炭化水素エステル、水、又はそれらの組み合わせを含む、実施形態 14 ~ 15 のいずれか一形態に記載の発泡性組成物。

17. ポリマー発泡体を調製するプロセスであって、

少なくとも 1 つの発泡性ポリマー若しくはその前駆体組成物、及び成核剤の存在下で、少なくとも 1 つの液体若しくは気体発泡剤を気化させる又は少なくとも 1 つの気体発泡剤を発生させること、を含み、

かかる成核剤が、実施形態 1 ~ 5 のいずれか一形態に記載のハイドロフルオロエーテル化合物を含む、プロセス。

18. 実施形態 14 ~ 16 のいずれか一形態に記載の発泡性組成物から製造された発泡体。

19. 実施形態 1 ~ 5 のいずれか一形態に記載のハイドロフルオロエーテル化合物を含む、誘電体流体を含む、デバイスであって、

かかるデバイスが、電気デバイスである、デバイス。

20. かかる電気デバイスが、ガス絶縁回路遮断器、電流遮断機器、ガス絶縁送電線、ガス絶縁変圧器、又はガス絶縁変電所を含む、実施形態 15 に記載のデバイス。

【0106】

21. かかる誘電性流体が、第二の誘電性ガスを更に含む、実施形態 19 又は 20 に記載のデバイス。

22. かかる第 2 の誘電性ガスが不活性ガスを含む、実施形態 21 に記載のデバイス。

23. かかる第 2 の誘電性ガスが、窒素、ヘリウム、アルゴン、又は二酸化炭素を含む、実施形態 22 に記載のデバイス。

24. 実施形態 1 ~ 5 のいずれか一形態に記載のハイドロフルオロエーテル化合物を含む溶媒組成物と、

かかる溶媒組成物に可溶性又は分散性であるコーティング材料と、を含む、コーティング組成物。

25. かかるコーティング材料が、顔料、潤滑剤、安定剤、接着剤、酸化防止剤、染料、ポリマー、医薬、離型剤、無機酸化物を含む、実施形態 24 に記載のコーティング組成物。

26. かかるコーティング材料が、ペルフルオロポリエーテル、炭化水素、シリコーン潤滑剤、テトラフルオロエチレンのコポリマー、又はポリテトラフルオロエチレンを含む、実施形態 24 に記載の組成物。

10

20

30

40

50

27. 実施形態1～5のいずれか一形態に記載のハイドロフルオロエーテル化合物と、共溶媒と、を含む、洗浄組成物。

28. かかるハイドロフルオロエーテル化合物が、フッ素化合物と共溶媒との総重量に基づき、かかる組成物の50重量パーセントより多い、実施形態27に記載の組成物。

29. かかる共溶媒が、アルコール類、エーテル類、アルカン、アルケン、ハロアルケン、ペルフルオロカーボン、ペルフルオロ化三級アミン、ペルフルオロエーテル、シクロアルカン、エステル、ケトン、芳香族、ハロ芳香族、シロキサン、ハイドロクロロカーボン、ハイドロクロロフルオロカーボン、ハイドロクロロフルオロオレフィン、ハイドロフルオロオレフィン、ハイドロフルオロカーボン、又はそれらの混合物を含む、実施形態27又は28に記載の組成物。

30. 実施形態1～5のいずれか一形態に記載のハイドロフルオロエーテル化合物と、界面活性剤と、を含む、洗浄組成物。

【0107】

31. かかる洗浄組成物が、0.1～5重量%の界面活性剤を含む、実施形態30に記載の洗浄組成物。

32. かかる界面活性剤が、エトキシ化アルコール、エトキシ化アルキルフェノール、エトキシ化脂肪酸、アルキルアリアルスルホネート、グリセロールエステル、エトキシ化フルオロアルコール、フッ素化スルホンアミド、又はそれらの混合物を含む、ノニオン性界面活性剤を含む、実施形態30又は31に記載の組成物。

33. 基材から汚染物質を除去するプロセスであって、

基材を、実施形態1～5のいずれか一形態に記載のハイドロフルオロエーテル化合物及び共溶媒を含む組成物と、接触させる工程を含む、プロセス。

34. 実施形態1～5のいずれか一形態に記載の少なくとも1つのハイドロフルオロエーテル化合物を含む溶媒組成物と、電解質塩と、を含む、電解質組成物。

【0108】

本開示の実施を以下の詳細な実施例に関して更に説明する。これらの実施例は、様々な実施形態及び技術を更に示すために提供する。しかしながら、本開示の範囲内に留まりつつ、多くの変形及び変更を加えることができることは理解されるもの。

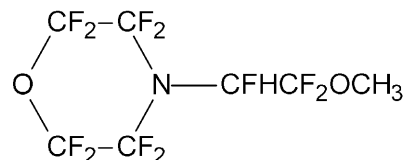
【実施例】

【0109】

実施例1: $O(CF_2CF_2)_2NCFHCF_2OCH_3$ 、2, 2, 3, 3, 5, 5, 6, 6 - オクタフルオロ - 4 - (1, 2, 2 - トリフルオロ - 2 - メトキシ - エチル) モルホリンの合成

【0110】

【化12】



【0111】

ペルフルオロ - ビニルモルホリン (200.00 g、0.6430 mol) と、無水メタノール (200.00 g、6.242 mol) とを、マグネチックスターラーバー、水冷凝縮器、窒素導入ライン、及び60 mL 滴下漏斗を備えた1.0 L三口丸底フラスコに入れた。5.0モル濃度 (Molar) のナトリウムメトキシドのメタノール溶液 (40.0 g、0.2147 mol) を滴下漏斗に入れ、1時間かけて反応混合物に攪拌しながら滴下した (21 で開始した)。わずかに発熱反応が生じ、外部冷却せず、反応混合物の温度は最高で52 に達した。21～52 で3時間の反応時間後、下側のペルフルオロ - ビニルモルホリンの液相の消失から判断すると、反応は完了していると思われたものの、室温で攪拌しながら更に3日間反応を続けた。GC - FID及びGC - MSによる反応

10

20

30

40

50

混合物の分析から、ペルフルオロ - ビニルモルホリンの100%の変換率のうち、87%は所望のHFE - 水素化物、 $O(CF_2CF_2)_2NCFHCF_2OCH_3$ であり、及び9%は対応するHFE - オレフィン、 $O(CF_2CF_2)_2NCF=CFOCH_3$ (シス及びトランス混合物)であったことが明らかになった。この反応混合物を、攪拌しながら室温で500 mLの水でクエンチしたところ、2相の非混和性の液相が生成した。2.3 g (グラム)の34.4% H_3PO_4 (水溶液)を加え、反応混合物のpHをおよそ中性 (pH 5) に調整し、この反応混合物を1.0 Lの分液漏斗に移した。下側のフルオロケミカル相を分離した後、各回400 mLの脱イオン水で3回洗浄した。最後の水洗後、分離した下側のフルオロケミカル相 (193.8 g) を、乾燥した三角フラスコ (エルレンマイヤーフラスコ) に移し、3 A モレキュラーシーブで乾燥した。次に、乾燥させたフルオロケミカル相を、40段の同心管蒸留塔と、蒸留ヘッドと、を備えた250 mLの三口丸底フラスコに移し、大気圧にて窒素雰囲気下で分留により精製した。125.7 ~ 127.7 (塔頂部温度) で主生成物画分 (158.5 g) を回収した。GCによると、約96%の所望のHFE - 水素化物、 $O(CF_2CF_2)_2NCFHCF_2OCH_3$ と、主にHFE - オレフィン副生成物、 $O(CF_2CF_2)_2NCF=CFOCH_3$ (シス及びトランス混合物) を含む残部とから構成されていた。

【0112】

$O(CF_2CF_2)_2NCFHCF_2OCH_3$ と、 $O(CF_2CF_2)_2NCF=CFOCH_3$ との、約95:5混合物を上記のとおり調製し (213.5 g、0.622 mol)、磁気攪拌棒を備えた250 mLのHDPEポリボトルに移し、室温で攪拌しながら、ニート (無溶媒) で無水フッ化水素 (13.0 g、0.65 mol) により処理した。ポリボトルにゆるく蓋をして、この混合物を室温で3日間攪拌した後、脱イオン水 (88.0 g) によりクエンチした (発熱を制御するために、最初は滴下して加えた)。得られた2相混合物をテフロン製の分液漏斗に移し、下側のフルオロケミカル相を分離した後、各回128 mLの脱イオン水で3回洗浄して残留しているHFを除去した。最後の水洗後、下側のフルオロケミカル生成物相 (209.1 g) を、乾燥した三角フラスコに移し、3 A モレキュラーシーブで乾燥した。終夜乾燥した後、フルオロケミカル生成物をGC - FIDにより分析したところ、HFE - オレフィン副生成物、 $O(CF_2CF_2)_2NCF=CFOCH_3$ に対するHFの付加が完了していたことが判明した。生成物は純度98.7%のHFE - 水素化物、 $O(CF_2CF_2)_2NCFHCF_2OCH_3$ であった。HFE - オレフィン副生成物の残存は検出されなかった。次に他の不純物を除去するため、先のとおりこの材料を分留した。127.0 ~ 127.3 で主生成物の蒸留画分 (留分3、4、及び5、合計190.10 g) を蒸留した。GC純度は>99%であった。GC - MSによりGCピーク評価を確認し、画分4及び5を合わせた画分 (120.6 g) の純度を定量的 1H 及び ^{19}F NMR分光法により求めたところ、最終的には99.3重量% (3種類の所望の生成物異性体の合計、絶対重量%) であり、99.1重量%の $O(CF_2CF_2)_2NCFHCF_2OCH_3$ に加え、2種類の微量の異性体を含んでいた。

【0113】

精製した $O(CF_2CF_2)_2NCFHCF_2OCH_3$ 生成物は、室温で非粘稠な液体であり、不燃性であることが確認された [(密閉していないカップでの引火点は最高で200 °Fであった。)]。測定すると、密度は1.64 g / mL、比熱容量は0.25 cal / g (室温でDSCにより測定)、推定Log KOW (HPLCにより測定した油 / 水分配係数) は4.46、であった。雄のSprague - Dawleyラットにおける、4時間後のLC50及びNOAEL (No Observable Adverse Effect Level) (無毒性量) は、4時間で5000 ppmを投与した吸入急性毒性動物試験により求め、いずれも>5000 ppm (v / v) であった。14日間の投与後回復期間中、全ての動物が生存し、正常であることは明らかであった。投与中の4時間は呼吸数はずかには上昇したことを除き、臨床的に顕著な兆候は観察されず、身体又は臓器重量に対しても顕著な影響は観察されなかった。

10

20

30

40

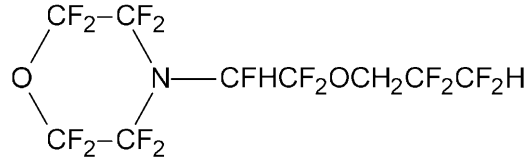
50

【0114】

実施例2： $O(CF_2CF_2)_2NCFHCF_2OCH_2CF_2CF_2H$, 2, 2, 3, 3, 5, 5, 6, 6 - オクタフルオロ - 4 - [1, 2, 2 - トリフルオロ - 2 - (2, 2, 3, 3 - テトラフルオロプロポキシ)エチル]モルホリンの合成

【0115】

【化13】



10

【0116】

磁気攪拌、テフロンコーティングした熱電対プローブ、及び N_2 導入口を有する水冷式凝縮器を備えた1000 mL三口丸底フラスコ内で、試薬2, 2, 3, 3, 5, 5, 6, 6 - オクタフルオロ - 4 - (1, 2, 2 - トリフルオロビニル)モルホリン(179.11 g、GCによる純度98.9%)と、2, 2, 3, 3 - テトラフルオロプロパノール(80.687 g、TCI America、98.0%)と、543 mLのアセトニトリル(Aldrich、無水)とを合わせた。反応混合物は、最初は二相性であった。次に、反応混合物を室温で攪拌しながら炭酸カリウム(8.445 g、325メッシュ、Armand Product Co)を1さじずつ加えた。反応容器の周囲に氷水浴を配置し、反応による発熱を制御し、反応温度を25 付近に維持した。2時間の攪拌後、反応混合物をGC-FIDにより分析したところ、反応は95.3%完了していたことが判明した。4時間後に、反応混合物に追加の粉末炭酸カリウムを0.075 g入れ、更に30間攪拌した後で、GC-FID分析したところ、反応は99.5%超完了していたことが示された。反応が実質的に完了したので、反応混合物を、シンタードガラス付の漏斗で吸引濾過し、不溶性の固形分を除去した。濾過した反応混合物を1000 mL丸底フラスコに移し、分留によりアセトニトリル溶媒を除去した。ほとんど全てのアセトニトリル(及び残存 $HCF_2CF_2CH_2OH$)が除去された後、ポットに残留する粗生成物の収量は197.01 gであった。ポット内容物をGC-FID分析したところ、粗生成物は、80.98%の所望の HFE - 水素化物、 $O(CF_2CF_2)_2NCFHCF_2OCH_2CF_2CF_2H$ と、17.0%の HFE - オレフィン副生成物、 $O(CF_2CF_2)_2NCF=CF_2OCH_2CF_2CF_2H$ (シス及びトランス異性体)とを含むことが示された。磁気攪拌棒を備えた250 mLのHDPEポリボトルに粗フルオロケミカル生成物混合物を移し、過剰量の無水HF(約90 g)で処理した。ポリボトルにゆるく蓋をして、この混合物を室温で72時間磁気攪拌した。次に、残存する無水HFをクエンチし、90 mLの水で希釈した(発熱を制御するために、最初は滴下して加えた)。得られた2相液体混合物をTeflon製の分液漏斗に移し、下側のフルオロケミカル生成物相(196.9 g)を上側のHF水相から分液した。次に、フルオロケミカル相を各回100 mLの水で3回洗浄し、生成物相から残存するHFを除去した。最終的な水洗液のpHは7.0であり、洗浄後の粗フルオロケミカル生成物の収量は191.5 gであった。この材料のGC-FID分析により、HF処理が HFE - オレフィン副生成物(シス及びトランス異性体)の割合をわずか0.76%にまで低減し、残部はほとんど(97.89%)が所望の HFE - 水素化物であったことが示されている。この材料をHDPEポリボトルに移し、3Aモレキュラーシーブ上で保管し乾燥した。最低48時間モレキュラーシーブ上で保管した後、40段の同心管蒸留塔と、水冷式凝縮器及び液体スプリッターを備えた蒸留ヘッドとを使用して、大気圧にて、窒素下で分留し粗フルオロケミカル生成物を精製した。164.2 ~ 164.9 (ヘッド温度)で、主生成物の蒸留画分(画分8 ~ 12)を回収したところ、純度 > 98%の HFE - 水素化物、 $O(CF_2CF_2)_2NCFHCF_2OCH_2CF_2CF_2H$ から構成されていた。最も純度の高い蒸留画分(留分10)をGC-MSにより分析したところ、所望の HFE - 水素化物生成物が約99%の純度で存在す

20

30

40

50

ることが確認された。この材料を¹H及び¹⁹F NMR分光法により定量分析したところ、最終生成物が、所望のHF E - 水素化物、O (CF₂CF₂)₂NCFHCF₂OCH₂CF₂CF₂Hを99.17% (絶対重量%)含有していることが示された。

【0117】

ラットにO (CF₂CF₂)₂NCFHCF₂OCH₂CF₂CF₂Hを300 mg / kg body weight (mg / 体重1 kg)で投与し、経口単回投与による急性毒性を試験した。投与後回復期間中、临床上の有害事象は観察されず、剖検したところ全ての動物は正常であった。この試験により、2, 2, 3, 3, 5, 5, 6, 6 - オクタフルオロ - 4 - [1, 2, 2 - トリフルオロ - 2 - (2, 2, 3, 3 - テトラフルオロプロポキシ)エチル]モルホリンのLD₅₀は>300 mg / kg体重であるものと評価された。

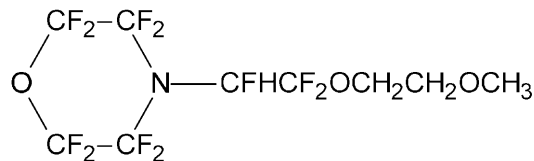
10

【0118】

実施例3： O (CF₂CF₂)₂NCFHCF₂OCH₂CH₂OCH₃, 2, 2, 3, 3, 5, 5, 6, 6 - オクタフルオロ - 4 - [1, 2, 2 - トリフルオロ - 2 - (2 - メトキシ)エチル]モルホリンの合成

【0119】

【化14】



20

【0120】

オーバーヘッド式攪拌と、N₂導入口を有する水冷式凝縮器と、Teflonコーティングした熱電対プローブを有するクライゼンアダプターと、滴下漏斗とを備える1000 mL三口丸底フラスコ中で、試薬2, 2, 3, 3, 5, 5, 6, 6 - オクタフルオロ - 4 - (1, 2, 2 - トリフルオロビニル)モルホリン(200.00 g、>98.9%)と、アセトニトリル(236 g、Aldrich無水、99.8%)と、水酸化カリウム(3.608 g、粉末、Fluka、>85%)と、臭化ナトリウム(6.616 g、顆粒、EMD、99%)とを合わせた。反応混合物を攪拌しながら、3時間かけて、反応混合物に2 - メトキシ - エタノール(76.09 g、TCI America、98%)を入れた。わずかな発熱反応が観察され、反応温度は26℃に上昇した。全アルコールを加えて反応に2時間攪拌した後、サンプルをピペットにより抜き出し、PVDフイルターディスクにより濾過し、GC - FIDで分析した。GC分析により、変換率93%まで所望の反応が進行していたことが示された。反応混合物を更に4時間攪拌した後、400 mLの脱イオン水及び100 gの濃塩化ナトリウムブライン液でクエンチした。水性溶液から、下側の液相を形成しているフルオロケミカル生成物を分離した。フルオロケミカル相を分離し、追加の各回200 mLの水で3回洗浄して、残留しているアセトニトリルを除去した後、最低3日間にわたってモレキュラーシーブ上で乾燥した。乾燥後、粗フルオロケミカル生成物を30 gの無水フッ化水素酸で処理し、微量のオレフィン副生成物、4 - [(E & Z) - 1, 2 - ジフルオロ - 2 - (2 - メトキシエトキシ)ビニル] - 2, 2, 3, 3, 5, 5, 6, 6 - オクタフルオロ - モルホリンを除去し、所望のHF付加生成物に変換した。十分に換気し、洗浄したドラフト内で、室温にて磁気攪拌し、終夜HF処理を進行させた。翌朝、125 mLの水でクエンチし(発熱を制御するために、最初は滴下して水を加えた)、残留しているHFを除去し、下側のフルオロケミカル生成物相を分離し、次に各回125 mLの水で3回洗浄し、残留HFを除去した(最終洗浄水のpHは6.5であった)。分離した後、粗フルオロケミカル生成物をモレキュラーシーブ上で最低3日間再度乾燥した後、同心管蒸留塔を通して分留することにより精製して、GC - FIDによる平均純度99.41%で透明な無色の液体として、76.46 gの生成物蒸留物(沸点 = 177 ~ 178℃)を得た。生成物の同定をGC / MSにより確認し、化学構造

30

40

50

及び純度を ^{19}F 及び ^1H NMR 分光法により検証したところ、蒸留物は 99 重量%の 2, 2, 3, 3, 5, 5, 6, 6 - オクタフルオロ - 4 - [1, 2, 2 - トリフルオロ - 2 - (2 - メトキシ) エチル] モルホリンから構成されていた。

【 0 1 2 1 】

実施例 4 ~ 30 : ペルフッ素化ビニルアミンと様々なアルコール類とのバイアル反応以下の一般的な方法により、以下の実施例を調製した。

粉末 K_2CO_3 と、無水 CH_3CN と、ペルフルオロ - ビニルアミンと、アルコール試薬とを、記載の順に 7 mL のガラス製バイアルに入れた (空気中)。小型の撹拌子を入れた後、バイアルにはきつく蓋をし、表中に示す温度にて高速撹拌を開始した。最低で 4 時間撹拌を続けて反応を進行させながら、反応混合物を少量分取し、ニートで注入しての GC - FID により、反応の進行を周期的に監視した。反応がほとんど完了していると判断された後、反応溶液をシリンジにより濾過して懸濁固形分を除去し、濾液を GC - MS 分析にかけて、暫定的に GC - FID ピーク評価を確認し、生成した主生成物を同定した。次に、この情報を使用して、所望のアルコール付加生成物の GC 収量 (HFE - 水素化物 + HFE - オレフィンの合計) と、水素化物 / オレフィン比とを計算した。結果を以下の表中に要約し、ペルフッ素化ビニルアミンを様々なアルコール類と反応させると、概して主として所望の HFE - 水素化物が高収量で生成し、主な副生成物是对応する HFE - オレフィンであることを示す。HFE - オレフィン副生成物は、上記の実施例に示すとおり、無水フッ化水素での処理により容易に所望の HFE - 水素化物に変換される。したがって、これらの反応は、高収量と、HFE - 水素化物への選択的経路とを提供する。

【 0 1 2 2 】

【 表 1 - 1 】

表ペルフッ素化ビニルアミンと様々なアルコール類との反応

実施例	PF-ビニルアミン	mMole	アルコール	mMole	K_2CO_3 (mMole)	CH_3CN 溶媒 (mL)	Rxn 時間 (Hr)	反応温度 ℃	所望のもの の収量の GC面積%*	水素化物/ オレフィン比**
4		3.22	$\text{CF}_3\text{CH}_2\text{OH}$	3.38	0.34	3	67	21	89	4.9
5		3.22	$\text{HCF}_2\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$	3.38	0.34	3	36	22	90	4.7
6		3.22	$\text{CF}_3\text{CFHCF}_2\text{CH}_2\text{OH}$	3.38	0.34	3	4	22	90	5.9
7		3.22	$\text{C}_2\text{F}_5\text{CH}_2\text{OH}$	3.38	0.34	3	4	22	94	4.8
8		3.22	$(\text{CF}_3)_2\text{CHOH}$	3.38	0.34	3	4	22	90	3.7
9		3.22	$\text{CF}_3\text{CFHCF}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH}$	3.38	0.34	3	4	22	96	1.4
10		8.00	$\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$	4.00	0.60	3	18	40	74	1.1
11		5.14	$\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{OH}$	6.17	0.51	1	48	21	60	オレフィン は検出されず
12		5.14	$\text{HC}\equiv\text{CCH}_2\text{OH}$	6.17	0.51	1	48	21	63	オレフィン は検出されず
13		5.14	$(\text{CH}_3)_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	6.17	0.51	1	24	21	57	15.9
14		5.14	$\text{HOCH}_2\text{CH}(\text{CH}_2)_2$	6.17	0.51	1	24	21	85	7.6
15		5.14	$\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$	6.17	0.51	1	24	21	71	3.0
16		5.14	$\text{HO}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$	6.17	0.51	1	24	21	63	4.3

【 0 1 2 3 】

【表 1 - 2】

(上記表の続き)

実施例	PF-ビニルアミン	mMole	アルコール	mMole	K ₂ CO ₃ (mMole)	CH ₃ CN 溶媒 (mL)	Rxn 時間 (Hr)	反応温度 ℃	所望のものの 収量の GC面積%*	水素化物/ オレフィン比**
17		6.43	HOC ₂ H ₄ OC ₂ H ₄ OH	3.06	0.60	5	18	21	40	3.3
18		6.43	HOCH ₂ CH=CHCH ₂ OH	3.06	0.60	5	24	21	9	オレフィンは 検出されず
19		3.22	CH ₃ OH	6.50	0.34	3	92	21	76	NA
20		3.22	CH ₃ CH ₂ OH	6.50	0.34	3	92	21	63	0.9
21		3.22	(CH ₃) ₂ CHOH	6.50	0.34	3	92	21	2	NA
22		3.00	HCF ₂ CF ₂ CH ₂ OH	3.30	0.30	3	18	21	84	1.4
23		3.00	CF ₃ CH ₂ OH	3.30	0.30	3	19	21	85	1.6
24		3.00	(CF ₃) ₂ CHOH	3.30	0.30	3	21	21	79	0.9
25		6.01	HOC ₂ H ₄ OC ₂ H ₄ OH	2.86	0.30	5	22	21	31	0.8
26		6.01	HOCH ₂ CH=CHCH ₂ OH	2.86	0.30	5	40	21	11	0.9
27		6.01	HOC ₄ H ₈ OH	2.86	0.30	5	22	21	21	0.6
28		3.20	CH ₃ OH	4.70	0.40	4	24	21	73	5.6
29		4.00	CH ₃ CH ₂ OH	4.00	0.41	4	24	21	87	2.9
30		5.14	HO(CH ₂) ₄ OH	6.17	0.51	1	24	21	29	1.9

10

20

- * GC-FIDによる、PF-ビニルアミンの、所望のHFE-水素化物(主生成物)への変換と、HFE-オレフィン(微量生成物)の付加生成物への変換に基づく。

- ** GC-FIDピークの相対的面積をもとに求めた、HFE-水素化物のHFE-オレフィンに対する比。

- NAは、GCピークが重複していたために水素化物/オレフィン比を定量できなかったことを意味する。

- 収量は最適化されていない。

- 二官能性アルコール類の、HOCH₂CF₂CF₂CH₂OH、HOCH₂CH₂OH、HOCH₂CH₂OCH₂CH₂OH、HOCH₂CH=CHCH₂OH、及びHO(CH₂)₄OH、について報告する収量は、ビス付加生成物のみについてのものである。

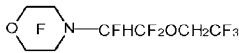
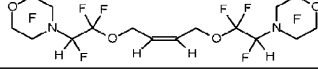
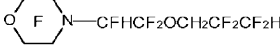
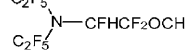
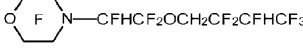
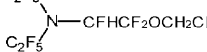
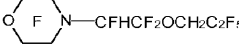
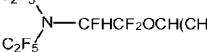
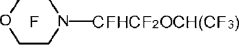
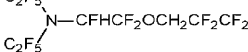
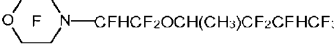
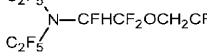
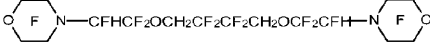
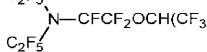

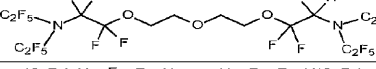

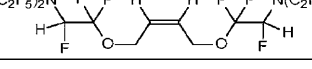
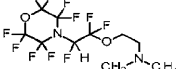
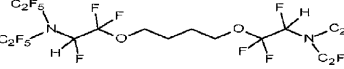
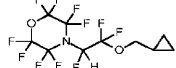
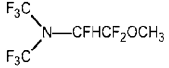
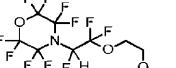
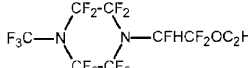
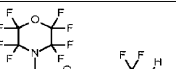
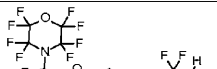
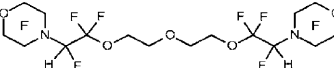
30

【0124】

実施例4~30に記載した手順及び試薬を使用して、以下のハイドロフルオロエーテル(又はHFE-水素化物)化合物を首尾よく調製し、GC-MSにより特性評価した。

【0125】

【表 2】

実施例	生成物	実施例	生成物
4		18	
5		19	
6		20	
7		21	
8		22	
9		23	
10		24	
11		25	
12		26	
13		27	
14		28	
15		29	
16		30	
17			

10

20

30

【0126】

実施例 31： 2,2,3,3,5,5,6,6-オクタフルオロ-4-(1,2,2-トリフルオロ-2-メトキシ-エチル)モルホリンと他の市販のHFE溶媒に対しての、様々な溶質の溶解度


一般的な潤滑剤及び添加剤を含む様々な溶質の最大溶解度を2,2,3,3,5,5,6,6-オクタフルオロ-4-(1,2,2-トリフルオロ-2-メトキシ-エチル)モルホリン溶媒で測定し、3M Company (St. Paul MN.) からいずれも市販の分離型HFE (Novac 7100) 及び非分離型HFE (PF-7600) を含む、2種類の市販の不燃性HFE溶媒への同じ溶質の溶解度と比較した。室温で取得したデータを以下の表に要約する。このデータは、2,2,3,3,5,5,6,6-オクタフルオロ-4-(1,2,2-トリフルオロ-2-メトキシ-エチル)モルホリン、すなわち、本発明の窒素含有HFE-水素化物の一つが、試験した溶質の多くについて、同等の、又は優れた溶解度特性を提供し、相対的に極性の溶質に特に良好な溶媒であることを示す。

【0127】

40

【表 3】

表フッ素化溶媒への溶質の溶解度(フッ素化溶媒中の溶質の最大重量%)

溶質	溶質の種類	フッ素化溶媒		
		実施例1 	PF-7600 (比較)	Novac-7100 (比較)
Fomblin Z-Dol	ペルフルオロポリエーテル潤滑剤	>10%	>10%	>10%
Fomblin Z-Tetraol	ペルフルオロポリエーテル潤滑剤	1.8%	1.0%	0.3%
Moresco D40H	ペルフルオロポリエーテル潤滑剤	1.5%	—	0.5%
Dow Corning 556	メチルフェニルポリシロキサン	8~11%*	3~6%	混和性
Dow Corning 200 (350cSt)	ポリジメチルシロキサン	<0.8%	<0.2%	<0.3%
ミネラルオイルホワイト (軽質)	無極性炭化水素	<0.5%	<0.2%	<0.2%
ジオクチルフタレート	極性炭化水素	>30%	>30%	5.4~5.8%

* 50 : 50の重量比(50重量%)でも十分に可溶性。

【0128】

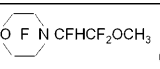
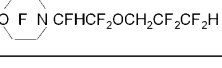
実施例32：一般的なリチウムイオン電池の電解質処方における、2, 2, 3, 3, 5, 5, 6, 6 - オクタフルオロ - 4 - (1, 2, 2 - トリフルオロ - 2 - メトキシ - エチル) モルホリン、及び2, 2, 3, 3, 5, 5, 6, 6 - オクタフルオロ - 4 - [1, 2, 2 - トリフルオロ - 2 - (2, 2, 3, 3 - テトラフルオロプロボキシ) エチル] モルホリンと、Novac-7300の溶解度

リチウムイオン電池電解質に使用される、一般的に使用されるカーボネート系溶媒処方(EC : EMC 3 : 7 (重量比))、及び1.0MのLiPF₆ (一般的に使用される電解質塩)を含む同様の電解質処方において、本発明の2種類の窒素含有HFE - 水素化物の最大溶解度を求めた。2種類の電池電解質処方における、これらの窒素含有HFE - 水素化物の溶解度を、これまでに電池電解質共溶媒として研究されている市販の分離型HFEであるNovac-7300の溶解度と比較した。室温にて取得した相対的溶解度のデータを以下の表に要約する。このデータは、本発明の窒素含有HFE - 水素化物が、Novac-7300と比較して、これらの相対的に極性の電池電解質処方への顕著に良好な溶解度を有することを示す。したがって、本発明の窒素含有HFE - 水素化物は、一般的に使用される電解質処方への溶解度が増大されていることから、向上した処方柔軟性を提供し得る有望な電池電解質共溶媒であると説明される。

【0129】

【表 4】

表HFE共溶媒のLIB電解質処方への溶解度(電解質中のHFEの最大重量%)

HFE共溶媒	EC:EMC 3:7(重量比)	EC:EMC 3:7(重量比)中1.0M LiPF ₆
 (実施例1)	>40%	22%
 (実施例2)	>40%	55%
Novac-7300(比較)	<20%	6%

【0130】

実施例33 2, 2, 3, 3, 5, 5, 6, 6 - オクタフルオロ - 4 - (1, 2, 2 - トリフルオロ - 2 - メトキシ - エチル) モルホリンと他の非分離型HFEとの毒性比較ラットにおける、2, 2, 3, 3, 5, 5, 6, 6 - オクタフルオロ - 4 - (1, 2, 2 - トリフルオロ - 2 - メトキシ - エチル) モルホリンの吸入による急性毒性を、動物に5000ppmを4時間投与した後、14日間投与後監視を行い、評価した。動物試験の結果及び被験化合物の蒸気圧(VP)、LC50、No Observable Effect Level(NOEL) (無影響量)、及び急性蒸気ハザード比を評価した。こ

これらの評価を以下の表に要約し、同様の毒性及び蒸気圧（VP）データ入手可能な他の一般的な非分離型HFEと比較する。毒性についてのこれらの標準測定の見点から、2, 2, 3, 3, 5, 5, 6, 6 - オクタフルオロ - 4 - (1, 2, 2 - トリフルオロ - 2 - メトキシ - エチル) モルホリンを他の非分離型HFEと比較すると非常に好ましいものであり、かかる化合物は、試験した材料の中でも最も毒性が低い。

【0131】

【表5】

表2, 2, 3, 3, 5, 5, 6, 6-オクタフルオロ-4-(1, 2, 2-トリフルオロ-2-メトキシ-エチル)

モルホリンと、他の非分離型HFEとの毒性比較

化合物	構造式	LC50(LD50) データ(吸入)	NOAEL/NOEL データ	LC50 値	25℃でのVP (mmHg)	25℃でのVP (気圧)	急性蒸気 ハザード比*
実施例1	$O(CF_2CF_2)NCFHCF_2OCH_3$	LC50>5000ppm (ラット、吸入)-3M	NOEL>5000ppm (ラット、吸入)-3M	5000	15.8	0.0208	4
OIME	$(CF_3)_2CHCF_2OCH_3$	LC50 660ppm (マウス、吸入) ダイキン工業SDS	[NOAELは推定 <660ppm (マウス、吸入)]	660	127.9	0.1683	255
AE-3000	$CF_3CH_2OCF_2CF_2H$	LC50 3010ppm (ラットの急性吸入)- AGC SDS	NOEL 1000ppm (90日間吸入)- AGC SDS NOEL <1500ppm(ラット、 1時間の吸入)-3M	3010	233	0.3066	102
301- モノヒドリド	$CF_3CFHCF_2OCH_3$	LC50>10,000ppm (ラット、5日間の吸入) -3M	[NOAELは推定 <10,000ppm (ラット、5日間の吸入)]	10000	174	0.2289	23
Novec 7600	$CF_3CFHCF_2CH(CH_3)OCF_2CFHCF_3$	LC50(ラット、 4時間の吸入) >2000ppm-3M	NOEL(ラットによる 29日間の吸入) <500ppm	2000	7	0.0092	5

10

* 蒸気ハザード比の参考文献：P o p e n d o r f , W . , A m . I n d . H y g . A s s o c . J . 4 5 (1 0) , 7 1 9 - 7 2 6 , (1 9 8 4)

20

【0132】

本発明の他の実施形態は、添付の[特許請求の範囲]の範囲内である。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/US15/50844

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC(8) - C08J 9/04; C07C 43/12 (2015.01) CPC - C09K 5/10; C08J 9/04 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC(8): C08J 9/04; C07C 43/12 (2015.01) CPC: C09K 5/10; C08J 9/04 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) PatSeer (US, EP, WO, JP, DE, GB, CN, FR, KR, ES, AU, IN, CA, INPADOC Data); ProQuest; Scifinder; Google/Google Scholar; KEYWORDS: hydrofluoroether, catenated, compound, cyclic, heat, transfer, fluid, apparatus		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	Vij, A et al. "Perfluorovinyl Morpholine and Perfluorovinyl Pyrrolidine with Nucleophiles and Electrophiles" Z. Anorg. Allg. Chem., Vol. 621, 1995, pages 1865-1874; abstract	1-2, 3/1-2
Y	US 2008/0139683 A1 (FLYNN, RM et al.) 12 June 2008; paragraph [0025]	1-2, 3/1-2
A	US 2007/0267464 A1 (VITCAK, DR et al.) 22 November 2007; entire document	1-2, 3/1-2
A	WO 2014/120405 A1 (3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY) 07 August 2014; entire document	1-2, 3/1-2
A	US 2011/0100601 A1 (FLYNN, RM et al.) 05 May 2011; entire document	1-2, 3/1-2
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 03 November 2015 (03.11.2015)		Date of mailing of the international search report 14 DEC 2015
Name and mailing address of the ISA/ Mail Stop PCT, Attn: ISA/US, Commissioner for Patents P.O. Box 1450, Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. 571-273-8300		Authorized officer Shane Thomas PCT Helpdesk: 571-272-4300 PCT OSP: 571-272-7774

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2015)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/US15/50844

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)	
This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:	
1. <input type="checkbox"/>	Claims Nos.: because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
2. <input type="checkbox"/>	Claims Nos.: because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:
3. <input checked="" type="checkbox"/>	Claims Nos.: 4-11 because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).
Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)	
This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:	
1. <input type="checkbox"/>	As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. <input type="checkbox"/>	As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. <input type="checkbox"/>	As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
4. <input type="checkbox"/>	No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:
Remark on Protest	<input type="checkbox"/> The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
	<input type="checkbox"/> The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
	<input type="checkbox"/> No protest accompanied the payment of additional search fees.

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US

(特許庁注：以下のものは登録商標)

1. テフロン

2. T E F L O N

(72)発明者 ラマンナ, ウィリアム エム.
アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7
, スリーエム センター

(72)発明者 プリンスキ, マイケル ジェイ.
アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7
, スリーエム センター

(72)発明者 スミス, キア エー.
アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7
, スリーエム センター

(72)発明者 コステッロ, マイケル ジー.
アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7
, スリーエム センター

(72)発明者 テヴェロフスキー, ゲオルギー
アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7
, スリーエム センター

Fターム(参考) 4C056 AA02 AB01 AC03 AD01 AE01 AF05 EA01 EB02 EC08
4C069 AA12 BB02 BB12 BC01 CC16
4H003 DA05 DA14 DA15 EB06 EB12 ED26 ED29 FA32
4H006 AA01 AA03 AB80 AB93 BM10 BM71 BP10