

## 明 細 書

発明の名称：熱伝達流体用組成物、熱伝達用装置及び熱伝達方法

### 技術分野

[0001] 本開示は、熱伝達流体用組成物、熱伝達用装置及び熱伝達方法に関する。

### 背景技術

[0002] ヘキサフルオロプロペン（HFP）の三量体は、熱伝達流体用組成物として使用可能であることが知られている（特許文献1）。

[0003] HFPの三量体は地球温暖化係数（GWP：Global Warming Potential）が小さく、毒性が低いことから、クロロフルオロカーボン（CFC）及びハイドロクロロフルオロカーボン（HCFC）の代替品として注目されている。

### 先行技術文献

#### 特許文献

[0004] 特許文献1：国際公開第2018/172919号明細書

### 発明の概要

#### 発明が解決しようとする課題

[0005] 上記のような事情に鑑み、本開示の目的とするところは、新規な混合物としての熱伝達流体用組成物を提供することにある。

#### 課題を解決するための手段

[0006] 本発明者らは上記課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、所定のフルオロカーボンをHFP三量体、所定量の水、及び／又は所定量のフッ化物イオンと共存させることにより、新規な混合物としての熱伝達流体用組成物を提供できることを見出した。

[0007] 即ち、本開示は、以下の態様を包含する。

#### [項1]

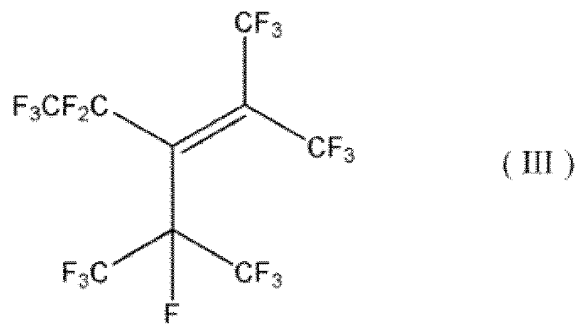
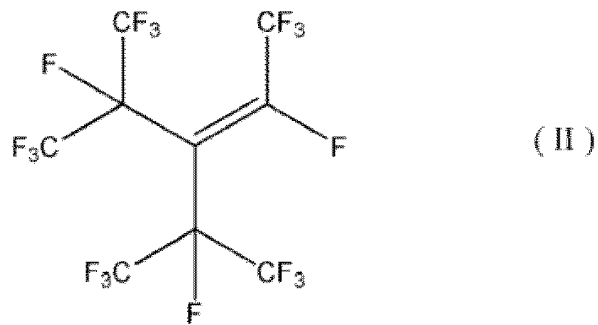
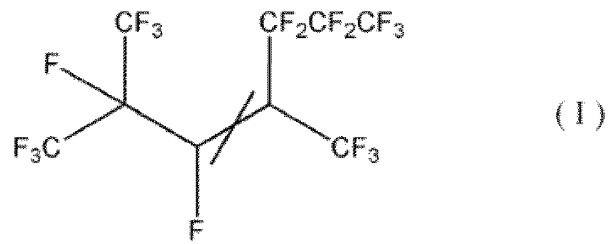
$C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体と、(i)  $C_mF_{2m}$ 及び／又は  $C_nF_{(2n-2)}$ 〔式中、 $m$ は4以上12以下で9以外の整数である。 $n$

は4以上12以下の整数である。]、(ii)水(ここに、かかる水の含有量は、前記 $C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体の合計量100質量部に対して、0.0001~0.1質量部である)、及び/又は(ii)フッ化物イオン(ここに、かかるフッ化物イオンの含有量は、 $C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体の合計量100質量部に対して、0.0000001~5質量部である)、とを含む、熱伝達流体用組成物。

[項2]

前記ヘキサフルオロプロペン三量体は、下記式(1)~(11)で表される化合物からなる群より選択される少なくとも一種を含む、項1に記載の熱伝達流体用組成物。

[化1]



[項3]

式 (I) で表される化合物は、ヘキサフルオロプロペン三量体全量に対して、85質量%以上である、項2に記載の熱伝達流体用組成物。

[項4]

式 (I) で表される化合物は、ヘキサフルオロプロペン三量体全量に対して、85質量%未満である、項2に記載の熱伝達流体用組成物。

[項5]

式 (I) で表される化合物は、ヘキサフルオロプロペン三量体全量に対して、50質量%以上85質量%未満である、項2に記載の熱伝達流体用組成物。

## [項6]

$C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体と、(i)  $C_mF_{2m}$ 及び／又は $C_nF_{(2n-2)}$ 〔式中、 $m$ は4以上12以下で9以外の整数である。 $n$ は4以上12以下の整数である。〕とを含む、項1に記載の熱伝達流体用組成物。

## [項7]

$m$ は6以上11以下で9以外の整数であり、 $n$ は6以上11以下の整数である、項1に記載の熱伝達流体用組成物。

## [項8]

$C_mF_{2m}$ 及び／又は $C_nF_{(2n-2)}$ の含有量は、 $C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体の合計量100質量部に対して、0.0001～10質量部である、項1に記載の熱伝達流体用組成物。

## [項9]

$C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体と、(ii) 水とを含む、項1に記載の熱伝達流体用組成物。

## [項10]

$C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体と、(iii) フッ化物イオンとを含む、項1に記載の熱伝達流体用組成物。

## [項11]

$C_{12}F_{24}$ で表されるヘキサフルオロプロペン四量体をさらに含み、前記ヘキサフルオロプロペン三量体の含有量は、前記ヘキサフルオロプロペン三量体及び前記ヘキサフルオロプロペン四量体の合計に対して、80質量%以上である、項1に記載の熱伝達流体用組成物。

## [項12]

前記ヘキサフルオロプロペン三量体の含有量は、前記ヘキサフルオロプロペン三量体及び前記ヘキサフルオロプロペン四量体の合計に対して、90質量%以上99.99質量%以下である、項11に記載の熱伝達流体用組成物。

## [項 1 3]

前記ヘキサフルオロプロペン四量体は、1, 1, 1, 2, 5, 6, 6, 6-オクタフルオロ-2, 3, 5-トリス(トリフルオロメチル)-4-(ペルフルオロプロピル-2-イル)-3-ヘキセンを含む、項 1 1 に記載の熱伝達流体用組成物。

## [項 1 4]

導電性物質をさらに含み、前記導電性物質の含有量が 100 質量 ppm 以下である、項 1 に記載の熱伝達流体用組成物。

## [項 1 5]

導電性物質をさらに含み、5  $\mu$ m 以上の不溶物の含有量が 10 個/mL 以下である、項 1 に記載の熱伝達流体用組成物。

## [項 1 6]

項 1 又は 2 に記載の熱伝達流体用組成物を含む、熱伝達流体。

## [項 1 7]

項 1 又は 2 に記載の熱伝達流体用組成物の、熱伝達流体としての使用。

## [項 1 8]

デバイスと、項 1 又は 2 に記載の熱伝達流体用組成物を含み、前記デバイスへ又は前記デバイスから熱を伝達するための機構とを備える、熱伝達用装置。

## [項 1 9]

デバイスを準備する工程と、項 1 又は 2 に記載の熱伝達流体用組成物を用いて、前記デバイスへ又は前記デバイスから熱を伝達する工程とを含む、熱伝達方法。

**発明の効果**

[0008] 以上にしてなる本開示に係る組成物は、新規な混合物としての熱伝達流体用組成物を提供することができる。

**発明を実施するための形態**

[0009] 本明細書において、「含有」は、「含む (comprise)」、「実質的にのみ

からなる (consist essentially of)」、及び「のみからなる (consist of)」のいずれも包含する概念である。また、本明細書において、数値範囲を「A～B」で示す場合、A以上B以下を意味する。

[0010] (1. 熱伝達流体用組成物)

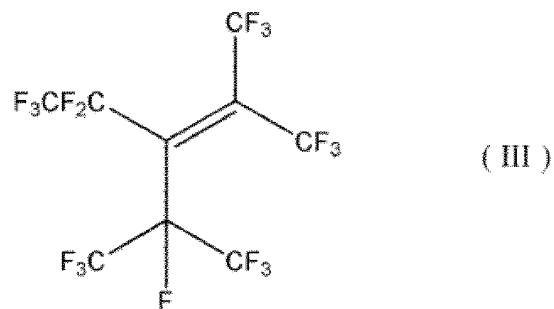
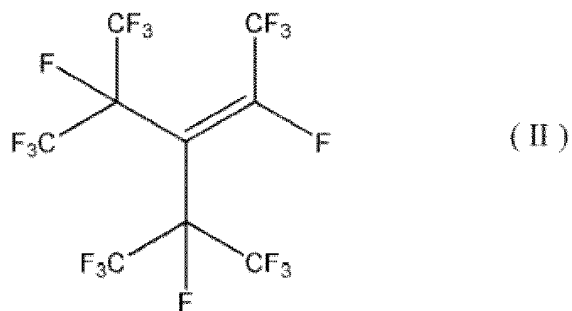
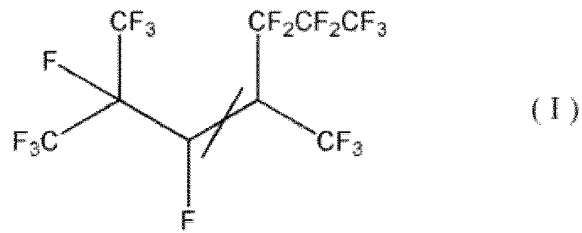
本開示の熱伝達流体用組成物は、(i)  $C_m F_{2m}$  及び／又は  $C_n F_{(2n-2)}$  [式中、mは4以上12以下で9以外の整数である。nは4以上12以下の整数である。]、(ii) 水(ここに、かかる水の含有量は、前記  $C_9 F_{18}$  で表されるヘキサフルオロプロペン三量体の合計量100質量部に対して、0.0001～0.1質量部である)、及び／又は(iii) フッ化物イオン(ここに、かかるフッ化物イオンの含有量は、 $C_9 F_{18}$  で表されるヘキサフルオロプロペン三量体の合計量100質量部に対して、0.0000001～5質量部である)とを含む。

[0011] ヘキサフルオロプロペン三量体としては、 $C_9 F_{18}$  で表される公知のものを広く採用することができ、特に限定はない。

[0012] かかるヘキサフルオロプロペン三量体として、具体的には下記式(Ⅰ)～(Ⅲ)で表される化合物からなる群より選択される少なくとも一種を含む三量体を例示することができる。

[0013]

[化2]



[0014] 本明細書において、上記式（I）で表される化合物は、特段の断りがない限りジアステレオマーのE体及びZ体の双方を含むものとする。

[0015] 本開示の熱伝達流体用組成物に含まれるヘキサフルオロプロペン三量体としては、上記式（I）～（III）で表される化合物のうち一種のみが含まれていてもよいし、これらの二種又は三種を含む混合物であってもよい。

[0016] HFP三量体全量（つまり、式（I）、（II）及び（III）で表される化合物合計）中の、上記式（I）で表される化合物の配合率については、HFP三量体全量に対して1質量%以上であることが好ましく、10質量%以上であることがより好ましく、30質量%以上であることがさらに好まし

く、40質量%以上であることがさらに好ましく、45質量%以上であることが特に好ましく、50質量%以上であることが特に好ましい。また、式(1)で表される化合物は、HFP三量体全量に対して85質量%以上であつてもよい。この場合、HFP三量体混合物の粘度が低くなる。また、式(1)で表される化合物は、HFP三量体全量に対して99質量%以下であることが好ましく、90質量%以下であることがより好ましく、85質量%以下(または未満)であることがさらに好ましく、80質量%以下であることがよりさらに好ましく、70質量%以下であることが特に好ましく、60質量%以下であることが最も好ましい。上記式(1)で表される化合物の配合率については、HFP三量体全量に対して、例えば10質量%以上90質量%以下、30質量%以上90質量%以下、10質量%以上85質量%以下、35質量%以上85質量%以下、10質量%以上85質量%未満、20質量%以上85質量%未満、30質量%以上85質量%未満、40質量%以上85質量%未満、50質量%以上85質量%未満、40質量%以上80質量%以下、55質量%以上80質量%以下、60質量%以上75質量%以下、又は65質量%以上70質量%以下、35質量%以上60質量%以下、50質量%以上60質量%以下、であり得、好ましくは30質量%以上90質量%以下、好ましくは40質量%以上85質量%未満、より好ましくは40質量%以上80質量%以下、さらに好ましくは45質量%以上70質量%以下、さらにより好ましくは50質量%以上60質量%以下であり得る。

[0017] 同様に、式(11)で表される化合物の配合率については、HFP三量体全量に対して1質量%以上であることが好ましく、5質量%以上であることがより好ましく、10質量%以上であることが特に好ましい。また、式(11)で表される化合物は、HFP三量体全量に対して70質量%以下であることが好ましく、50質量%以下であることがより好ましく、30質量%以下であることがよりさらに好ましく、20質量%以下であることが特に好ましい。

[0018] 同様に、式(111)で表される化合物それぞれの配合率については、H

F P三量体全量に対して1質量%以上であることが好ましく、5質量%以上であることがより好ましく、10質量%以上であることが特に好ましい。また、式(111)で表される化合物は、HFP三量体全量100質量%中に70質量%以下であることが好ましく、50質量%以下であることがより好ましく、30質量%以下であることがよりさらに好ましく、20質量%以下であることが特に好ましい。

- [0019] 本開示の熱伝達流体用組成物中、式(11)で表される化合物及び式(111)で表される化合物の質量比は、特に限定されないが、例えば、1:9~9:1、2:8~8:2、3:7~7:3、4:6~6:4、又は4.5:5.5~5.5:4.5であり得る。
- [0020] 上記式(1)~(111)で表される化合物は、常法により製造すればよく、例えば、国際公開第2018/172919号明細書に記載された方法により得ることができ、もちろん、これに限定されない。また、HFPを原料として三量体化して得てもよいし、これに限定されるわけではなく、公知の方法を広く採用して得ればよい。
- [0021] 本開示の熱伝達流体用組成物は、式(1)~(111)で表される化合物以外の、 $C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体を含んでいてもよい。
- [0022] 本開示の熱伝達流体用組成物は、ヘキサフルオロプロペン二量体を含んでいてもよい。
- [0023] ヘキサフルオロプロペン二量体は、(E)-1, 1, 1, 2, 3, 4, 5, 5, 5-ノナフルオロ-4-(トリフルオロメチル)-2-ペンテン、(Z)-1, 1, 1, 2, 3, 4, 5, 5, 5-ノナフルオロ-4-(トリフルオロメチル)-2-ペンテン、又は1, 1, 3, 4, 4, 5, 5-ノナフルオロ-2-(トリフルオロメチル)-2-ペンテンを含み得る。
- [0024] 一の態様において、本開示の熱伝達流体用組成物は、ヘキサフルオロプロペン四量体を含んでいてもよい。
- [0025] ヘキサフルオロプロペン四量体は、1, 1, 1, 2, 5, 6, 6, 6-オ

クタフルオロ-2, 3, 5-トリス(トリフルオロメチル)-4-(ペルフルオロプロピル-2-イル)-3-ヘキセンを含み得る。

[0026] 本開示の熱伝達流体用組成物中、ヘキサフルオロプロペン三量体の含有量は、ヘキサフルオロプロペン三量体及びヘキサフルオロプロペン四量体の合計に対して、80質量%以上、好ましくは85質量%以上、より好ましくは90質量%以上、例えば95質量%以上、98質量%以上、99質量%以上、99.9質量%以上であり得る。

[0027] 本開示の熱伝達流体用組成物中、ヘキサフルオロプロペン三量体の含有量は、ヘキサフルオロプロペン三量体及びヘキサフルオロプロペン四量体の合計に対して、好ましくは99.999質量%以下、より好ましくは99.999質量%以下、例えば99.9質量%以下、99質量%以下、95質量%以下、90質量%以下、又は85質量%以下であり得る。

[0028] 本開示の熱伝達流体用組成物中、ヘキサフルオロプロペン三量体の含有量は、ヘキサフルオロプロペン三量体及びヘキサフルオロプロペン四量体の合計に対して、好ましくは80質量%以上99.999質量%以下、より好ましくは85質量%以上99.999質量%以下、例えば90質量%以上99.999質量%以下、95質量%以上99.999質量%以下、99質量%以上99.999質量%以下、又は99質量%以上99.9質量%以下であり得る。

[0029] ヘキサフルオロプロペン三量体とヘキサフルオロプロペン四量体との合計量は、熱伝達流体用組成物中、好ましくは80質量%以上、より好ましくは85質量%以上、さらに好ましくは90質量%以上、さらにより好ましくは95質量%以上、例えば98質量%以上、99質量%以上、又は99.9質量%以上であり得る。ヘキサフルオロプロペン三量体とヘキサフルオロプロペン四量体との合計量は、熱伝達流体用組成物中、実質的に100質量%であってもよい。換言すれば、本開示の熱伝達流体用組成物は、ヘキサフルオロプロペン三量体とヘキサフルオロプロペン四量体との混合物であり得る。

[0030]  $(1-1. C_m F_{2m}$  及び/又は  $C_n F_{(2n-2)})$

一の態様において、本開示の熱伝達流体用組成物は、 $C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン（HFP）三量体と、 $C_mF_{2m}$ 及び／又は $C_nF_{(2n-2)}$ 〔式中、 $m$ は4以上12以下で9以外の整数である。 $n$ は4以上12以下の整数である。〕とを含み得る。

[0031]  $m$ は4以上の整数であり、5以上の整数であることが好ましく、6以上の整数であることがより好ましい。また、 $n$ は12以下の整数であり、11以下の整数であることが好ましく、10以下の整数であることがより好ましい。但し、 $m$ は9を含まない。さらに、 $m$ は8であることが特に好ましい。

[0032]  $n$ は4以上の整数であり、5以上の整数であることが好ましく、6以上の整数であることがより好ましい。また、 $n$ は12以下の整数であり、11以下の整数であることが好ましく、10以下の整数であることがより好ましい。さらに、 $n$ は9であることが特に好ましい。

[0033]  $C_mF_{2m}$ は、鎖状化合物であっても、置換構造を有していてもよい環状化合物であってもよい。鎖状化合物は、いわゆるアルケンであってよく、直鎖であっても、分岐鎖であってもよい。

[0034]  $C_nF_{(2n-2)}$ は、鎖状化合物であっても、置換構造を有していてもよい環状化合物であってもよい。鎖状化合物は、いわゆるジエンであっても、アルキンであってもよく、直鎖であっても、分岐鎖であってもよい。

[0035] 本開示は、 $C_mF_{2m}$ 及び／又は $C_nF_{(2n-2)}$ をHFP三量体に共存させた組成物が、驚くべきことに熱伝達流体として機能することを見出したことに基づくものである。また、本開示の熱伝達流体用組成物は、 $C_mF_{2m}$ 及び／又は $C_nF_{(2n-2)}$ が含まれることにより、HFP三量体の安定性が向上する。

[0036] また、 $C_mF_{2m}$ 及び／又は $C_nF_{(2n-2)}$ の含有量は、本開示の熱伝達流体用組成物全体に対して、0.0001質量%以上であることが好ましい。

[0037] 一方、 $C_mF_{2m}$ 及び／又は $C_nF_{(2n-2)}$ の含有量は、本開示の熱伝達流体用組成物全体に対して、10質量%以下であることが好ましく、5質量%以下であることが好ましく、1質量%以下であることがさらに好ましい。

[0038] 一の態様において、熱伝達流体用組成物中、 $C_mF_{2m}$ 及び／又は $C_nF_{(2n-2)}$

2) の含有量は、H F P 三量体の合計 1 0 0 質量部に対して、0. 0 0 0 1 質量部以上であることが好ましく、0. 0 1 質量部以上であることがより好ましく、0. 1 質量部以上であることがさらに好ましい。

[0039] 一方、熱伝達流体用組成物中、 $C_m F_{2m}$  及び／又は  $C_n F_{(2n-2)}$  の含有量は、H F P 三量体の合計 1 0 0 質量部に対して、1 0 質量部以下であることが好ましく、5 質量部以下であることがより好ましく、1 質量部以下であることがさらに好ましい。

[0040] なお、 $C_m F_{2m}$  及び／又は  $C_n F_{(2n-2)}$  が複数種含まれる場合、上記含有量は、これらの合計量を意味する。

[0041]  $C_m F_{2m}$  及び／又は  $C_n F_{(2n-2)}$  の含有量を上記の範囲とすることにより、 $C_9 F_{18}$  で表される H F P 三量体の分解を抑制することができ、ひいてはフッ化物イオンの増加及び酸性度の上昇を抑制することができる。

[0042] (1-2. 水)

一の態様において、本開示の熱伝達流体用組成物は、水を含み得る。水の含有量は、熱伝達流体用組成物中に 1 質量 p p m 以上であり得、5 質量 p p m 以上であることが好ましい。水の含有量を一定以上、例えば 1 質量 p p m 以上とすることにより、熱伝達流体用組成物の安定性が低下による組成物の帯電を抑制することができる。また、水の含有量は、熱伝達流体用組成物中に 1 0 0 0 質量 p p m 以下であり、5 0 0 質量 p p m 以下であることが好ましく、1 0 0 質量 p p m 以下であることがより好ましく、2 0 質量 p p m 以下であることがよりさらに好ましい。水の含有量を一定以下、例えば 1 0 0 0 質量 p p m 以下とすることにより、加熱時の  $C_9 F_{18}$  で表される H F P 三量体の分解を抑制することができ、ひいてはフッ化物イオンの過度の増加及び酸性度の上昇を抑制することができる。

[0043] 一の態様において、水の含有量は、 $C_9 F_{18}$  で表される化合物の合計 1 0 0 質量部に対して、0. 0 0 0 1 質量部以上であることが好ましく、0. 0 0 0 5 質量部以上であることがより好ましく、0. 0 0 1 質量部以上であることがさらに好ましい。

- [0044] 一方、水の含有量は、水の含有量は、 $C_9F_{18}$ で表される化合物の合計100質量部に対して、10質量部以下であることが好ましく、5質量部以下であることがより好ましく、1質量部以下であることがさらに好ましい。
- [0045] 本開示の熱伝達流体用組成物は、所定量の水を含むことにより、絶縁耐力が向上する。本開示の熱伝達流体用組成物の絶縁耐力は、好ましくは40kV以上、好ましくは50kV以上、さらに好ましくは60kV以上であり得る。
- [0046] (1-3. フッ化物イオン)
- 一の態様において、本開示の熱伝達流体用組成物は、フッ化物イオンを、当該組成物全体に対して、0.0000001質量%以上含んでもよい。フッ化物イオン量は、当該組成物全体に対して、0.000001質量%以上であることが好ましく、0.0001質量%以上であることがより好ましく、0.001質量%以上であることが更に好ましい。フッ化物イオン濃度を0.0000001質量%以上とすることにより、熱伝達流体用組成物の安定性が保持され、当該組成物が帯電するのを抑制することができる。
- [0047] また、本開示の熱伝達流体用組成物に含まれるフッ化物イオン量は、当該組成物全体に対して、5質量%以下であり、1質量%以下であることが好ましく、0.1質量%以下であることがより好ましい。フッ化物イオンを5質量%以下とすることにより、加熱の際も $C_9F_{18}$ で表される化合物の分解を抑制することができる。
- [0048] 一の態様において、フッ化物イオン量は、 $C_9F_{18}$ で表される化合物の合計100質量部に対して、0.0000001質量部以上であることが好ましく、0.000001質量部以上であることがより好ましく、0.0001質量部以上であることがより好ましく、0.001質量部以上であることが更に好ましい。
- [0049] 一方、水の含有量は、フッ化物イオン量は、 $C_9F_{18}$ で表される化合物の合計100質量部に対して、5質量部以下であることが好ましく、1質量部以下であることがより好ましく、0.1質量部以下であることがさらに好まし

い。

[0050] フッ化物イオン量は、例えば試料に1倍量（重量）の蒸留水を加え、約20秒間振り混ぜて水層にFイオンを抽出する。次いで、水層をスポイトで2.5～3.0mL拔出し、その二倍量のTISAB溶液（トータルイオン強度調節バッファー溶液）と混合した液をサンプルとして、フッ素イオンメーターで測定することができる。

[0051] フッ化物イオン源としては、公知のフッ化物イオン源を広く使用することができ、特に限定はない。具体的には、フッ化水素、フッ化ナトリウム、フッ化水素ナトリウム、フッ化カリウム、フッ化水素カリウム、フッ化リチウム、フッ化セシウム、フッ化カルシウム、フッ化マグネシウム、フッ化アルミニウム、フッ化亜鉛、フッ化銀、及びフッ化鉄のイオンを例示することができる。これらは一種のみが含まれていてもよいし、複数種が含まれていてもよい。好ましくは、フッ化物イオン源は、フッ化水素である。

[0052] （1－4. その他成分）

本開示の熱伝達流体用組成物は、ヘキサフルオロプロペン三量体に加え、パーフルオロトリプロピルアミンを含んでもよい。ヘキサフルオロプロペン三量体及びパーフルオロトリプロピルアミンを含む熱伝達流体用組成物は、擬共沸液体であり得る。熱伝達流体用組成物が擬共沸液体であることにより、熱伝達流体用組成物が気化した場合であっても組成の変化が小さく、取り扱いが容易になる。

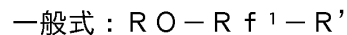
[0053] ここに、擬共沸液体とは、擬共沸液体に含まれる各成分の気相と液相におけるモル分率の差が10%以内である液体を意味する。

[0054] パーフルオロトリプロピルアミンは、トリス（ヘプタフルオロプロピル）アミン、又はN，N－ビス（ヘプタフルオロプロピル）（ヘプタフルオロプロピル）アミンとも呼ばれ、一般式： $N(CF_2CF_2CF_3)_a(CF(CF_3)CF_3)_{3-a}$ （aは0～3の整数）で表される。パーフルオロトリプロピルアミンは、上記一般式で表される化合物のうち一種のみを含んでもよいし、複数種を含んでもよい。N(CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>)<sub>3</sub>が好ましいが、不純物とし

て  $N(CF_2CF_2CF_3)_a(CF(CF_3)CF_3)_{3-a}$  ( $a$  は 0～2 の整数) を含んでいてもよい。具体的には、製品名「フロリナート (登録商標)」 (3M社製) ( $FC-3283$ ) 等が挙げられる。

[0055] 本開示の熱伝達流体用組成物は、さらに、パーフルオロポリエーテル、及びメトキシトリデカフルオロヘプテン異性体混合物、パーフルオロトリブチルアミン等を含んでいてもよい。

[0056] パーフルオロポリエーテルは、好ましくは、



で表され、

式中、

$R$  及び  $R'$  は、同一又は異なって、 $-C_mF_{2m+1}$  で表される一価の基であり、ここで  $m$  は 1～8 の整数であり、かつ

$R^{f1}$  は、2～20個の反復単位を含む二価のフルオロポリオキシアルキレン基であり、前記反復単位は：

- (i)  $-CFXO-$ 、(式中、 $X$  は、 $F$  又は  $CF_3$  である)；
- (ii)  $-CF_2CFXO-$  (式中、 $X$  は、 $F$  又は  $CF_3$  である)；
- (iii)  $-CFXCF_2O-$  (式中、 $X$  は、 $F$  又は  $CF_3$  である)；
- (iv)  $-CF_2CF_2CF_2O-$ ；若しくは
- (v)  $-CF_2CF_2CF_2CF_2O-$

で表され、又は

$R^{f1}$  は、

(vi)  $-(CF_2)_n-CFY-O-$  (式中、 $n$  は、0～3の整数であり、 $Y$  は、一般式  $-OR^{f2}Z$  で表される一価の基であり、ここで、 $R^{f2}$  は、 $-CFXO-$ 、 $-CF_2CFXO-$ 、 $-CF_2CF_2CF_2O-$ 、又は  $-CF_2CF_2CF_2CF_2O-$  で表される、2～20個の反復単位を含む二価のフルオロポリオキシアルキレン基であり、ここで、各  $X$  は、同一又は異なって、 $F$  または  $CF_3$  であり、 $Z$  は、一価の  $C_{1-5}$  ペルフルオロアルキル基である) で表される二価の基である。

- [0057] パーフルオロポリエーテルは、具体的には、製品名GALDEN（登録商標）「HT135」、GALDEN（登録商標）「HT110」（いずれもソルベイ社製）等が挙げられる。
- [0058] メトキシトリデカフルオロヘプテン異性体混合物は、具体的には、メチルパーフルオロヘプテンエーテル（MPHE）（ $C_7F_{13}OCH_3$ ）を含む。具体的には、製品名「Opteon SF10」（ケマーズ社製）等が挙げられる。
- [0059] 本開示の熱伝達流体用組成物がパーフルオロトリプロピルアミン、パーフルオロポリエーテル、及びメトキシトリデカフルオロヘプテン異性体混合物を含む場合は、これらと $C_9F_{18}$ で表される化合物とは熱伝達流体としての特性が似通っていることから、これらの含有割合にかかわらず、熱伝達流体用組成物全体の熱伝達流体としての特性は基本的には不変である。よって、この場合は、本開示の熱伝達流体用組成物は、熱伝達流体用組成物全体に対して、 $C_9F_{18}$ で表される化合物を、40質量%～99.9質量%含むことが好ましく、60質量%～99.9質量%含むことがより好ましく、80質量%～99.9質量%含むことがさらに好ましい。
- [0060] （1－5．不純物）
- [0061] 本開示の熱伝達流体用組成物は、導電性物質を含み得る。導電性物質の含有量は、100質量ppm以下であり、75質量ppm以下が好ましく、50質量ppm以下がより好ましく、10質量ppm以下が更に好ましい。なお、導電性物質がデバイスの隙間から侵入することにより回路のショートを引き起こす可能性があるのは、特に金属、金属イオンであるため、本開示における導電性物質の含有量は、必要に応じて「金属及び金属イオンの少なくとも一種」に着目して検討することもできる。
- [0062] 別の態様において、本開示の熱伝達流体用組成物は、5 $\mu$ m以上の不溶物（導電性の有無を問わず、容器の樹脂片、空気中から混入した塵、ほこり等の固形分も含む）の含有量が、好ましくは10個/mL以下であり、より好ましくは5個/mL以下であり、更に好ましくは3個/mL以下である。

[0063] (1-6. 不純物が低減された熱伝達流体用組成物の製造方法)

本開示は、不純物が低減された熱伝達流体用組成物の製造方法を提供する。本開示の熱伝達流体用組成物の製造方法は、熱伝達流体化合物と導電性物質とを含有する組成物を精製処理し、前記組成物から前記導電性物質が低減された熱伝達流体用組成物を得る工程を有し、

(1) 前記熱伝達流体化合物は、 $C_9F_{18}$ で表される化合物、パーフルオロアルケンエーテル、及びパーフルオロポリエーテルからなる群から選択される少なくとも一種を含有し、

(2) 前記精製処理は、濾過フィルター、イオン交換樹脂、金属イオン除去フィルター、金属イオン除去剤、蒸留、精留、遠心分離、及び静電気吸着からなる群から選択される少なくとも一種を用いた処理である、

ことを特徴とする。なお、本開示において、精製における「低減」とは、前記組成物中の導電性物質の含有割合を減少させることを意味する。

[0064] 従来公知のいわゆる熱伝達流体には、本開示者らの研究によると導電性物質（金属、金属イオン、カーボン、導電性高分子、超電導セラミックス等）が含まれている。これらの導電性物質は熱伝達流体の製造時にプロセスに起因して不可避免的に混入するものだけでなく、製造後の使用時に事後的に混入するものも含まれる。これらの熱伝達流体を、デバイスへ又は前記デバイスから熱を伝達する用途に用いる場合には、導電性物質がデバイスの隙間から侵入することにより回路のショートを引き起こす可能性がある。また、熱伝達流体を繰り返し使用する際に、伝熱性流体を循環する配管の閉塞を引き起こす可能性がある。従来公知の伝熱性流体は導電性物質を含有する点で「熱伝達流体と導電性物質とを含有する組成物」とも表記することができる。本開示の熱伝達流体用組成物の製造方法は、熱伝達流体と導電性物質とを含有する組成物（以下、「精製前組成物」ともいう。）を特定の精製処理に供し、導電性物質が低減された熱伝達流体用組成物を得ることを特徴とする。

[0065] (1-6-1) 熱伝達流体化合物と導電性物質とを含有する組成物（精製前組成物）

精製前組成物は、熱伝達流体化合物と導電性物質とを含有し得る。ここで、熱伝達流体化合物としては、 $C_9F_{18}$ で表される化合物、パーフルオロアルケンエーテル、及びパーフルオロポリエーテルからなる群から選択される少なくとも一種を含有する。

[0066] (1-6-2)  $C_9F_{18}$ で表される化合物

$C_9F_{18}$ で表される化合物は、上記で説明したヘキサフルオロプロペン三量体である。

[0067] (1-6-3) パーフルオロアルケンエーテル

パーフルオロアルケンエーテルは、好ましくは、下記式(V)：



[但し、RはMe又はEtである。]

で表される公知のものを広く採用することができる。

[0068] 上記式(V)で表されるパーフルオロアルケンエーテルとしては、例えば、 $CF_3(CF_2)_xCF=CF CF(OR)(CF_2)_yCF_3$ 、 $CF_3(CF_2)_x C(OR)=CF CF_2(CF_2)_yCF_3$ 、 $CF_3CF=CF CF(OR)(CF_2)_x(CF_2)_yCF_3$ 、及び $CF_3(CF_2)_xCF=C(OR)CF_2(CF_2)_yCF_3$ 、[但し、Rは、Me又はEtである。x及びyは、独立に0、1、2又は3であり、 $x+y=1$ 、2又は3である。]からなる群から選択される少なくとも一種の不飽和フルオロエーテルを例示できる。

[0069] 上記式(V)で表されるパーフルオロアルケンエーテルとしては、具体的には、5-メトキシパーフルオロ-3-ヘプテン、3-メトキシパーフルオロ-3-ヘプテン、4-メトキシパーフルオロ-2-ヘプテン、3-メトキシパーフルオロ-2-ヘプテン、4-メトキシパーフルオロ-2-ペンテン、2-メトキシパーフルオロ-2-ペンテン、3-メトキシパーフルオロ-2-ペンテン、2-メトキシパーフルオロ-3-ペンテン、シス-及びトランス-2-メトキシパーフルオロ-2-オクテン、2-メトキシパーフルオロ-3-オクテン等を例示できる。

[0070] 上記式(V)で表されるパーフルオロアルケンエーテルの好ましい構造は

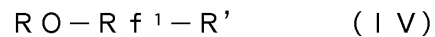
、メチルパーフルオロヘプテンエーテルである。このメチルパーフルオロヘプテンエーテルは、2つ以上の構造及び／又は立体異性体の混合物を含んでいてもよい。具体例として、メチルパーフルオロヘプテンエーテルは、約48～約52質量%の5-メトキシパーフルオロ-3-ヘプテン、約18～約22質量%の3-メトキシパーフルオロ-3-ヘプテン、約18～約22質量%の4-メトキシパーフルオロ-2-ヘプテン、及び約6～約10質量%の4-メトキシパーフルオロ-3-ヘプテンの混合物が挙げられる。

[0071] パーフルオロアルケンエーテルは、具体的には、メチルパーフルオロヘプテンエーテル (MPHE) ( $C_7F_{13}OCH_3$ ) を含む。具体的には、製品名「Opteon SF10」(ケマーズ社製) などが挙げられる。

[0072] (1-6-4) パーフルオロポリエーテル

パーフルオロポリエーテル (PFPE) は、好ましくは、下記式 (IV)

:



で表され、

式中、

R及びR'は、同一又は異なって、 $-C_mF_{2m+1}$  で表される一価の基であり、ここでmは1～8の整数であり、かつ

Rf<sup>1</sup>は、2～20個の反復単位を含む二価のフルオロポリオキシアルキレン基であり、前記反復単位は:

(i)  $-CFXO-$ 、(式中、Xは、F又はCF<sub>3</sub>である) ;

(ii)  $-CF_2CFXO-$  (式中、Xは、F又はCF<sub>3</sub>である) ;

(iii)  $-CFXCF_2O-$  (式中、Xは、F又はCF<sub>3</sub>である) ;

(iv)  $-CF_2CF_2CF_2O-$  ; 若しくは

(v)  $-CF_2CF_2CF_2CF_2O-$  で表され、又は

Rf<sup>1</sup>は、

(vi)  $-(CF_2)_n-CFY-O-$  (式中、nは、0～3の整数であり、

Yは、一般式  $-ORf^2Z$  で表される一価の基であり、ここで、Rf<sup>2</sup>は、

$-CFXO-$ 、 $-CF_2CFXO-$ 、 $-CF_2CF_2CF_2O-$ 、又は $-CF_2CF_2CF_2CF_2O-$ で表される、2～20個の反復単位を含む二価のフルオロポリオキシアルキレン基であり、ここで、各Xは、同一又は異なって、Fまたは $CF_3$ であり、Zは、一価の $C_{1-5}$ ペルフルオロアルキル基である)で表される二価の基である。ここで、上記式(IV)で表されるPFPEとしては、公知のものを広く採用することができる。

[0073] 上記式(IV)で表されるPFPEの好ましい構造は、mが1～3の整数であり、Rfが下記から選択される：

(1)  $-(CF_2O)_a-(CF_2CF_2O)_b-(CF_2-(CF_2)_{z'}-CF_2O)_c$ 。

(式中、a、b及びcは、100以下の整数である。z'は、1又は2の整数である。a $\geq$ 0、b $\geq$ 0、c $\geq$ 0であり、a+b>0である。かかる条件の中でも、特にa、b及びcは、50以下の整数であり、aとbの各々が>0であり、b/aは0.1～1.0の間に含まれていることが好ましい。)；

(2)  $-(C_3F_6O)_{c'}-(CF_2CF_2O)_b-(CFXO)_t-$

(式中、Xは、出現する毎に、独立してF及び $CF_3$ の中から選択される。b、c'及びtは、100以下の整数であり、c'>0、b $\geq$ 0、t $\geq$ 0である。かかる条件の中でも、特にb及びt>0であり、c'/bは0.2～5.0の間に含まれ、(c'+b)/tは5～50の間に含まれていることが好ましい。)；又は

(3)  $-(C_3F_6O)_{c'}-(CFXO)_t-$  (式中、Xは、出現する毎に、独立してF及び $CF_3$ の中から選択される。c'及びtは、100以下の整数であり、c'>0、t $\geq$ 0である。かかる条件の中でも、特に好ましくはt>0であり、c'/tは5～50の間に含まれていることが好ましい。)。

[0074] パーフルオロポリエーテルは、具体的には、製品名GALDEN(登録商標)「HT135」、GALDEN(登録商標)「HT110」(いずれもソルベイ社製)等が挙げられる。

[0075] (1-6-5) 追加的に含有し得る熱伝達流体化合物

本開示における熱伝達流体は、前述の三成分 ( $C_9F_{18}$  で表される化合物、パーフルオロアルケンエーテル、及びパーフルオロポリエーテルからなる群から選択される少なくとも一種であり、まとめて「本開示の三成分」ともいう。)とは異なる追加的な熱伝達流体化合物「追加成分」ともいう。)を含んでもよい。追加成分は、一種又は複数種であってもよく、追加成分としては、例えば、ヘキサフルオロプロペン二量体、ヘキサフルオロプロペン四量体、パーフルオロトリプロピルアミン、パーフルオロトリブチルアミン等が挙げられる。

[0076] ヘキサフルオロプロペン二量体は、(E)-1, 1, 1, 2, 3, 4, 5, 5-ノナフルオロ-4-(トリフルオロメチル)-2-ペンテン、(Z)-1, 1, 1, 2, 3, 4, 5, 5-ノナフルオロ-4-(トリフルオロメチル)-2-ペンテン、又は1, 1, 3, 4, 4, 5, 5-ノナフルオロ-2-(トリフルオロメチル)-2-ペンテンを含み得る。

[0077] ヘキサフルオロプロペン四量体は、1, 1, 1, 2, 5, 6, 6, 6-オクタフルオロ-2, 3, 5-トリス(トリフルオロメチル)-4-(ペルフルオロプロピル-2-イル)-3-ヘキセンを含み得る。

[0078] パーフルオロトリプロピルアミンは、トリス(ヘプタフルオロプロピル)アミン、又はN, N-ビス(ヘプタフルオロプロピル)(ヘプタフルオロプロピル)アミンとも呼ばれ、一般式： $N(CF_2CF_2CF_3)_n(CF(CF_3)CF_3)_{3-n}$  (nは0~3の整数)で表される。パーフルオロトリプロピルアミンは、上記一般式で表される化合物のうち一種のみを含んでもよいし、複数種を含んでもよい。 $N(CF_2CF_2CF_3)_3$ が好ましいが、不純物として $N(CF_2CF_2CF_3)_n(CF(CF_3)CF_3)_{3-n}$  (nは0~2の整数)が含まれ得る。具体的には、製品名「フロリナート(登録商標)」(3M社製)(FC-3283)等が挙げられる。

[0079] 本開示における熱伝達流体用組成物は、本開示の三成分と追加成分とを含有する場合に、熱伝達流体全体に対して、本開示の三成分を80質量%以上

含むことが好ましく、85質量%以上含むことがより好ましく、90質量%以上含むことが更に好ましく、95質量%以上含むことが最も好ましい。本開示の製造方法では、熱伝達流体化合物と導電性物質とを含有する組成物（精製前組成物）の動粘度、凝固点、及び沸点の特性が、所定の精製処理（濾過フィルター、イオン交換樹脂、金属イオン除去フィルター、金属イオン除去剤、蒸留、精留、遠心分離、及び静電気吸着からなる群から選択される少なくとも一種を用いた処理）との関係で精製前組成物から導電性物質を除去する効率に影響するため、熱伝達流体化合物は実質的に本開示の三成分のみからなる態様が好ましいが、追加成分を含有する場合には、上記の通り熱伝達流体全体に対して、本開示の三成分を80質量%以上含むことが好ましい。

[0080] 本開示の三成分に加えて追加成分を含む場合、及び含まない場合の両方において、例えば、熱伝達流体化合物と導電性物質とを含有する組成物（精製前組成物）としては、前述した通りの本開示の三成分のそれぞれの合成品又は市販品、及び／又は、それらを熱伝達流体として一定期間使用することで事後的に導電性物質が混在したものを幅広く採用することができる。

[0081] (1-6-6) 導電性物質

導電性物質としては、例えば、金属、金属イオン、金属酸化物、金属窒化物、カーボン、導電性高分子、及び超電導セラミックスからなる群から選択される少なくとも一種が例示できる。導電性物質を含有する熱伝達流体を、デバイスへ又は前記デバイスから熱を伝達する用途に用いる場合には、導電性物質がデバイスの隙間から侵入することにより回路のショートを引き起こす可能性がある。また、熱伝達流体を繰り返し使用する際に、伝熱性流体を循環する配管の閉塞を引き起こす可能性がある。よって、熱伝達流体の性能を高めるためには、これらの導電性物質の含有量を低減することが重要である。導電性物質の形状及び大きさは導電性物質の種類により異なるが、一般には0.001～10 $\mu$ m程度である。

[0082] 導電性物質としての、金属、金属イオン、金属酸化物、金属窒化物におけ

る金属種としては、例えば、Al、Ba、Be、Bi、Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Ga、K、Li、Mg、Mn、Na、Ni、Pb、Sr、V、Zn等が挙げられる。

- [0083] 導電性物質としての金属は、単体であっても、合金であってもよい。導電性物質としての金属は、典型的には微粒子の形態で含まれる。
- [0084] 導電性物質としてのイオンは、各金属種が取り得る全てのイオン形態を含む。導電性物質としてのイオンは、いずれかの価数を有するイオンとして溶解した形態で存在してもよく、あるいは物質中にイオンとして存在した形態、例えば配位した形態で存在してもよい。
- [0085] 導電性物質としての金属酸化物は、1種の金属種の酸化物であってもよく、複数種の金属の酸化物（すなわち、複合酸化物）であってもよい。
- [0086] 導電性物質としての金属窒化物は1種の金属種の窒化物であってもよく、複数種の金属の窒化物（すなわち、複合窒化物）であってもよい。
- [0087] 導電性物質としてのカーボンとしては、例えば、カーボンブラックが挙げられる。
- [0088] 導電性物質としての導電性高分子としては、例えば、ポリアセチレン、ポリチオフェンが挙げられる。
- [0089] 精製前組成物に含まれる導電性物質の含有量は限定的ではないが、例えば、150質量ppm以上（更には500質量ppm以上）であれば、本開示の製造方法において、導電性物質の含有量を効果的に低減することができる。なお、導電性物質の含有量は、誘導結合プラズマ質量分析装置（ICP-MS）を用いて、実施例に記載のように測定することができる。
- [0090] また、精製前組成物は、導電性の有無を問わず、容器の樹脂片、空気中から混入した塵、ほこり等の固形分も含む不溶物を含み得るが、例えば5 $\mu$ m以上の不溶物の含有量が50個/mL以上（更には100個/mL以上）であれば、導電性物質の含有量を低減する本開示の精製処理において、同時に不溶物の含有量を効果的に低減することができる。なお、組成物に含まれる導電性物質の不溶物（微粒子）の数は、液中パーティクルカウンターを用い

て、実施例に記載のように測定することができる。

[0091] (1-6-7) 精製前組成物の物性

精製前組成物は熱伝達流体と導電性物質とを含有する組成物であり、本開示の製造方法において、濾過フィルター、イオン交換樹脂、金属イオン除去フィルター、金属イオン除去剤、蒸留、精留、遠心分離、及び静電気吸着からなる群から選択される少なくとも一種を用いた精製処理に供される。

[0092] 精製前組成物は、上記精製処理により導電性物質の含有量を低減するに際し、精製前組成物が低い動粘度を有すること、低い凝固点を有すること、高い沸点を有することが精製効率の観点から好ましい。前述の本開示の三成分を熱伝達流体を主成分（好ましくは80質量%以上）とすることにより、精製前組成物の低い動粘度、低い凝固点、及び高い沸点の物性は具備し易い。

[0093] 精製前組成物の $-40^{\circ}\text{C}$ での動粘度は、 $15\text{ cSt}$ 以下であることが好ましく、 $10\text{ cSt}$ 以下であることがより好ましく、 $7\text{ cSt}$ 以下であることが更に好ましい。動粘度が $15\text{ cSt}$ 以下の低さであることにより、濾過性が向上するため、特に濾過フィルター、金属イオン除去フィルター等を用いた精製処理の効率を高めることができる。なお、本開示における $-40^{\circ}\text{C}$ での動粘度の測定方法は、実施例に記載の方法による。

[0094] 精製前組成物の凝固点は、 $-35^{\circ}\text{C}$ 以下であることが好ましく、 $-50^{\circ}\text{C}$ 以下であることがより好ましく、 $-70^{\circ}\text{C}$ 以下であることが更に好ましく、 $-100^{\circ}\text{C}$ 以下であることが最も好ましい。凝固点が $-35^{\circ}\text{C}$ 以下の低さであることにより、低温での精製処理が可能であるため、蒸発等による熱伝達流体のロス低減し、精製処理の効率を高めることができる。なお、本開示における凝固点の測定方法は、実施例に記載の方法による。

[0095] 精製前組成物の沸点は、 $90^{\circ}\text{C}$ 以上であることが好ましく、 $95^{\circ}\text{C}$ 以上であることがより好ましく、 $105^{\circ}\text{C}$ 以上であることが更に好ましい。沸点が $90^{\circ}\text{C}$ 以上の高さであることにより、凝固点の低さと同様の理由により、蒸発等による熱伝達流体のロス低減し、精製処理の効率を高めることができる。なお、なお、本開示における沸点の測定方法は、実施例に記載の方法に

よる。

[0096] (1-6-8) 精製前組成物の精製処理

本開示の製造方法において、精製前組成物は、濾過フィルター、イオン交換樹脂、金属イオン除去フィルター、金属イオン除去剤、蒸留、精留、遠心分離、及び静電気吸着からなる群から選択される少なくとも一種を用いた精製処理に供される。

[0097] これらの精製手段は常法に従って適用すればよいが、本開示の製造方法では、特に濾過フィルターを用いた精製処理が好ましい。濾過フィルターを用いる場合のフィルター孔径の上限、下限は限定的ではないが、例えば上限は、 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以下、 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下、 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下、又は $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以下に設定することができる。また、例えば下限は、 $1.0\text{ nm}$ 以上、 $0.5\text{ nm}$ 以上、 $0.2\text{ nm}$ 以上、又は $0.1\text{ nm}$ 以上に設定することができる。

[0098] 上記イオン交換樹脂としては、陽イオン交換樹脂又は陰イオン交換樹脂のいずれであってもよい。陰イオン交換樹脂としては、例えば、官能基としてアミノ基及び／又は四級アンモニウム基を有するイオン交換樹脂を用いることができる。イオン交換樹脂は、好ましくは強塩基性陰イオン交換樹脂である。陰イオン交換樹脂の塩基性度は、ポリマー骨格及び／又は官能基の種類によって種々設定することができる。陰イオン交換樹脂は市販品を用いてもよく、例えば、三菱ケミカル社製の「ダイヤイオン（登録商標）SA」シリーズなど、ピュロライト社製の「A200」など、オルガノ社製の「アンバーライト（登録商標）」シリーズ等を用いることができる。陽イオン交換樹脂としては、例えば、官能基としてカルボン酸基及び／又はスルホン酸基を有するイオン交換樹脂を用いることができる。陽イオン交換樹脂の酸性度は、ポリマー骨格及び／又は官能基の種類によって種々設定することができる。陽イオン交換樹脂は市販品を用いてもよく、例えば、三菱ケミカル社製の「ダイヤイオン（登録商標）SK」シリーズなど、ピュロライト社製の「C100」など、オルガノ社製の「アンバーライト（登録商標）」シリーズ等を用いることができる。

[0099] 金属イオン除去剤としては、キレート剤、活性炭等が挙げられる。キレート剤としては、例えば、CRB03、CRB05、CR20（いずれも三菱化学社製）、Si-Thiol、Si-Thiourea、Si-TMT、Si-DMT、Si-SCX-2、Si-Amine、Si-Trisamine、Si-Imidazole、Si-TBD、Si-PHI（いずれもSilicycle社製）、MuromacXMS-5418（室町ケミカル社製）、IRC76-HG、IRC748、IRC747UPS（いずれもオルガノ社製）、S910（ピュロライト社製）、MPA（Reaxa QuadraPure社製）等を用いることができる。活性炭としては、例えば、大阪ガスケミカル社製の「白鷺（登録商標）」など、カルゴン・カーボン・ジャパン社製の「Filtrosorb（登録商標）CAL」、「ダイアホープ（登録商標）」、「ダイアソープ（登録商標）」など、水in g社製の「エバダイヤ（登録商標）」シリーズなどが挙げられる。

[0100] 上記精製処理を経ることにより、導電性物質の含有量が低減された熱伝達流体用組成物（精製後組成物）が得られる。

[0101] 上記製造方法は、前記精製処理の工程を有するものであるが、それ以外に熱伝達流体用組成物に安定剤などの添加剤を配合する工程、その他の工程を有していてもよい。

[0102] （2．熱伝達流体）

本発明の熱伝達流体用組成物は、熱伝達流体用組成物以外の成分と併用することができる（以下、熱伝達流体用組成物と熱伝達流体用組成物以外の成分を含む流体を熱伝達流体という）。本開示の熱伝達流体は、上記した式（I）～（III）で表される化合物、並びに $C_m F_{2m}$ 及び／又は $C_n F_{(2n-2)}$ 、水及び／又はフッ化物イオン以外に、その効果及び目的を阻害しない範囲内で、熱伝達流体用組成物以外の、任意の添加物を含んでいてもよい。かかる任意の添加物として、安定剤等を例示できる。

[0103] 安定剤は、安定化効果を発揮することにより、いわゆる受酸剤又は酸化防止剤としての機能を発揮するものである。安定化効果としては、系内に発生

するラジカルを補足することでHFP三量体の分解を防止する効果、系内に発生した酸を捕捉することで、酸によるさらなるHFP三量体の分解等を防止する受酸効果などが主要なものとして挙げられる。

- [0104] かかる安定剤としては、公知の安定剤を広く採用することが可能である。中でも、組成物による金属の腐食発生を効果的に抑制できることから、不飽和アルコール系安定剤、ニトロ系安定剤、アミン系安定剤、フェノール系安定剤及びエポキシ系安定剤からなる群より選ばれる1種以上の安定剤を使用することが好ましい。
- [0105] 不飽和アルコール系安定剤としては、公知のものを広く採用することが可能である。例えば、3-ブテン-2-オール、2-ブテン-1-オール、4-プロペン-1-オール、1-プロペン-3-オール、2-メチル-3-ブテン-2-オール、3-メチル-3-ブテン-2-オール、3-メチル-2-ブテン-1-オール、2-ヘキセン-1-オール、2,4-ヘキサジエン-1-オール及びオレイルアルコールからなる群より選択される1種以上を使用することができる。
- [0106] ニトロ系安定剤としては、公知のものを広く採用することが可能である。脂肪族ニトロ化合物として、例えば、ニトロメタン、ニトロエタン、1-ニトロプロパン、2-ニトロプロパン等が挙げられる。芳香族ニトロ化合物として、例えば、ニトロベンゼン、o-、m-又はp-ジニトロベンゼン、o-、m-又はp-ニトロトルエン、ジメチルニトロベンゼン、m-ニトロアセトフェノン、o-、m-又はp-ニトロフェノール、o-ニトロアニソール、m-ニトロアニソール及びp-ニトロアニソールからなる群より選択される1種以上を使用することができる。
- [0107] アミン系安定剤としては、公知のものを広く採用することが可能である。例えば、ペンチルアミン、ヘキシルアミン、ジイソプロピルアミン、ジイソブチルアミン、ジ-n-プロピルアミン、ジアリルアミン、トリエチルアミン、N-メチルアニリン、ピリジン、モルホリン、N-メチルモルホリン、トリアリルアミン、アリルアミン、 $\alpha$ -メチルベンジルアミン、ジメチルア

ミン、トリメチルアミン、エチルアミン、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、ジプロピルアミン、トリプロピルアミン、ブチルアミン、イソブチルアミン、ジブチルアミン、トリブチルアミン、ジベンチルアミン、トリベンチルアミン、2-エチルヘキシルアミン、アニリン、N, N-ジメチルアニリン、N, N-ジエチルアニリン、エチレンジアミン、プロピレンジアミン、ジエチレントリアミン、テトラエチレンペンタミン、ベンジルアミン、ジベンジルアミン、ジフェニルアミン及びジエチルヒドロキシルアミンからなる群より選択される1種以上を使用することができる。

[0108] フェノール系安定剤としては、公知のものを広く採用することが可能である。例えば、2, 6-ジターシャリーブチル-4-メチルフェノール、3-クレゾール、フェノール、1, 2-ベンゼンジオール、2-イソプロピル-5-メチルフェノール、及び2-メトキシフェノールからなる群より選択される1種以上を使用することができる。

[0109] エポキシ系安定剤としては、公知のものを広く採用することが可能である。例えば、ブチレンオキシド、1, 2-プロピレンオキシド、1, 2-ブチレンオキシド、ブチルグリシジルエーテル、ジエチレングリコールジグリシジルエーテル、及び1, 2-エポキシ-3-フェノキシプロパンからなる群より選択される1種以上を使用することができる。

[0110] 異なる安定化効果を有する安定剤を組み合わせることで、様々な原因で起こりうるHF<sub>3</sub>P三量体の分解をより効果的に防止するという理由から、上記したエポキシ系安定剤、並びに、不飽和アルコール系安定剤、ニトロ系安定剤、及びフェノール系安定剤からなる群より選択される1種以上からなることが好ましい。

[0111] 上記HF<sub>3</sub>P三量体からの酸遊離を効果的に抑制し、液状組成物による金属の腐食を抑制するという観点から、熱伝達流体全体に対する安定剤の含有量は、0.0001質量%以上であることが好ましく、0.01質量%以上であることがより好ましい。一方、安定剤の過剰な添加による液状組成物の好

ましくない物性変化を避けるという点を考慮すれば、熱伝達流体全体に対する安定剤の含有量は、10質量%以下であることが好ましく、5質量%以下であることがより好ましい。

[0112] (3. 熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の使用)

本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体は、種々の被熱伝達対象物から熱を奪う、又は被熱伝達対象物に熱を供給するために用いられる。本開示における被熱伝達対象物としては、制御すべき温度において冷却、加熱または温度維持される物品、装置、雰囲気である。このような被熱伝達対象物としては、電気部品、機械部品および光学部品、並びにこれらの加工物、組立品などが挙げられる。本開示における被熱伝達対象物の具体例としては、特に限定されないが、半導体デバイスを製造するために用いられるウエハ、マイクロプロセッサ、電力制御半導体、電気分岐開閉器、電源トランス、回路基板、マルチチップモジュール、実装および非実装半導体デバイス、化学反応器、原子炉、燃料電池、レーザー、ミサイル部品などが挙げられる。

[0113] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体は、二相液浸冷却、チラー流体、ランキンサイクル作動流体としても利用できる。

[0114] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体は、これらを用いて熱を伝達するよう設計されている機器において、本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体を、上記機器において使用中の熱伝達流体に代替して用いることができる。

[0115] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体は、使用中の熱伝達流体へのドロップイン代替、ニアリードロップイン代替、又はレトロフィット代替が可能である。なお、「ドロップイン代替」とは、機器側における変更を伴わずに代替できることを意味する。「ニアリードロップイン代替」とは、機器側における変更をほとんど伴わずに代替できることを意味する。「レトロフィット代替」とは、機器側における最小限の変更を伴って（大幅な変更を伴わずに）代替できることを意味する。本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体は、好ましくは、上記の熱伝達流体へのドロップイン代替又はニアリ

ードロップイン代替が可能である。

[0116] ドロップイン代替、ニアリードロップイン代替、又はレトロフィット代替が可能であるか否かは、下記の条件をすべて満たすか否かで判断できる。

(i) 熱伝達流体の沸点が、交換以前の熱伝達流体の沸点の少なくとも約80%以上、好ましくは少なくとも約85%以上である。

(ii) 熱伝達流体の流動点が、交換以前の熱伝達流体の流動点同等以下である。

(iii) 熱伝達流体の動粘度が、交換以前の熱伝達流体の動粘度の少なくとも約200%以下、好ましくは少なくとも約150%以下である。

(iv) 熱伝達流体が、交換以前の熱伝達流体と任意の割合で相溶する。

[0117] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の沸点を、交換以前の熱伝達流体の沸点の少なくとも約80%以上、好ましくは少なくとも約85%以上とすることにより、キャビテーションの発生、装置からの漏れを抑制することができる。熱伝達流体の沸点の上限は特に限定されないが、例えば、交換以前の熱伝達流体の沸点の少なくとも約130%以下であってもよい。

[0118] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の流動点を、交換以前の熱伝達流体の流動点同等以下とすることにより、従来の使用温度以下でも使用することが可能になり、使用温度領域を大きくすることができる。熱伝達流体の流動点の上限は特に限定されないが、例えば、交換以前の熱伝達流体の流動点よりも30℃高い温度以下であってもよい。

[0119] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の動粘度を、交換以前の熱伝達流体の動粘度の少なくとも約200%以下、好ましくは少なくとも約150%以下とすることにより、消費電力の増加を抑制する、あるいは消費電力を小さくすることができる。動粘度は、使用温度における動粘度で比較することが好ましいがこれに限定されず、例えば-20℃~-40℃のいずれかの温度、具体的には-20℃での動粘度で比較することができる。

[0120] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体が、交換以前の熱伝達流体と任意の割合で相溶することにより、代替作業が容易になる。

[0121] さらに、本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体が下記の条件を満たすことにより、ドロップイン代替、ニアリードロップイン代替、又はレトロフィット代替により適する。

(v) 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体が、交換以前の熱伝達流体の誘電率の120%以下である。

(v i) 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体が、交換以前の熱伝達流体の絶縁耐力の90%以上である。

(v i i) 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体が、交換以前の熱伝達流体の比熱の90%以上である。

(v i i i) 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体が、交換以前の熱伝達流体の熱伝導率の90%以上である。

[0122] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の誘電率を、交換以前の熱伝達流体の誘電率の120%以下とすることにより、代替組成物として好適に使用することができる。熱伝達流体の誘電率の下限は特に限定されないが、例えば、交換以前の熱伝達流体の誘電率の80%以上であってもよい。

[0123] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の絶縁耐力を、交換以前の熱伝達流体の絶縁耐力の90%以上とすることにより、代替組成物として好適に使用することができる。熱伝達流体の絶縁耐力の上限は特に限定されないが、例えば、交換以前の熱伝達流体の絶縁耐力の120%以下であってもよい。

[0124] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の比熱を、交換以前の熱伝達流体の比熱の90%以上とすることにより、代替組成物として好適に使用することができる。熱伝達流体の比熱の上限は特に限定されないが、例えば、交換以前の熱伝達流体の比熱の120%以下であってもよい。

[0125] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の熱伝導率を、交換以前の熱伝達流体の熱伝導率の90%以上とすることにより、代替組成物として好適に使用することができる。熱伝達流体の熱伝導率の上限は特に限定されないが、例えば、交換以前の熱伝達流体の熱伝導率の120%以下であってもよい。

い。

- [0126] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の沸点は、好ましくは105℃以上、より好ましくは108℃以上であり得る。また、本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の沸点の上限は特に限定されないが、例えば150℃以下、130℃以下、または120℃以下であり得る。
- [0127] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の流動点は、好ましくは−80℃以下、より好ましくは−100℃以下、さらに好ましくは−110℃以下であり得る。また、本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の流動点の下限は特に限定されないが、例えば−180℃以上、または−160℃以上であり得る。
- [0128] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の動粘度は、−20℃で、好ましくは6.0 cSt以下、より好ましくは5.0 cSt以下、さらに好ましくは4.0 cSt以下、さらにより好ましくは3.5 cSt以下であり得る。また、本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の動粘度の下限は特に限定されないが、例えば1.0 cSt以上であり得る。
- [0129] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の誘電率は、好ましくは3.0以下、より好ましくは2.5以下、さらに好ましくは2.0以下であり得る。また、本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の誘電率の下限は特に限定されないが、例えば1.1以上であり得る。
- [0130] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の絶縁耐力は、好ましくは40 kV以上、より好ましくは50 kV以上であり得る。また、本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の絶縁耐力の上限は特に限定されないが、例えば150 kV以下、または100 kV以下であり得る。
- [0131] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の比熱は、30℃で、好ましくは800 J/kg·K以上、より好ましくは900 J/kg·K以上、さらに好ましくは1000 J/kg·K以上であり得る。また、本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の比熱の上限は特に限定されないが、例えば2000 J/kg·K以下、または1500 J/kg·K以下であり得る。

[0132] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の熱伝導率は、 $30^{\circ}\text{C}$ で、好ましくは $0.055\text{ W/m K}$ 以上、より好ましくは $0.060\text{ W/m K}$ 以上、さらに好ましくは $0.065\text{ W/m K}$ 以上であり得る。また、本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の熱伝導率の上限は特に限定されないが、例えば $0.090\text{ W/m K}$ 以下、または $0.080\text{ W/m K}$ 以下であり得る。

[0133] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の沸点は、DSC（示差操作熱量測定）を用いて、 $25^{\circ}\text{C}$ から $5^{\circ}\text{C}/\text{分}$ で昇温した際の吸熱に由来するピークが観測された温度である。

[0134] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の流動点は、DSCを用いて、液体窒素で凝固点以下まで冷却したのち、 $5^{\circ}\text{C}/\text{分}$ で昇温した際に吸熱に由来するピークが観測された温度である。

[0135] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の誘電率は、静電容量法を用いて、温度 $25^{\circ}\text{C}$ 湿度 $60\%$ の環境下、周波数 $1\text{ kHz}$ で観察される値である。

[0136] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の動粘度及び密度は、Anton Paar社製動粘度計SVM3001を用いて測定した値である。

[0137] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の絶縁耐力は、所定の間隔に調整した球状電極間に液体試料を浸漬させ、一定速度で電圧を上昇させた際の絶縁破壊電圧である。測定条件は、以下の通りである。

電極形状：球状（ $\phi 12.5\text{ mm}$ ）

電極間隔： $2.5\text{ mm}$

昇圧速度： $2\text{ kV}/\text{秒}$

測定雰囲気：空气中（ $22^{\circ}\text{C}$ 、 $57\%\text{ RH}$ ）

[0138] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の比熱は、DSCを用いて、下記の条件下で得られる値である。

測定装置：Perkin-Elmer社製示差走査熱量計DSC850

昇温速度：10℃／分

標準試料：サファイア（－A12O3）

雰囲気：乾燥窒素気流中

試料容器：アルミニウム密閉容器

[0139] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の熱伝導率は、非定常細線法によりえら得る値である。

[0140] 本開示の熱伝達流体用組成物又は熱伝達流体の相溶性は、対象となる溶媒と混合させて相溶したか否かで判断される。ここに、相溶とは、両者を混合した際に均一な状態になること、即ち相が分離しないことをいう。

[0141] （4．熱伝達用装置）

本開示は、さらに、デバイスと、上記した熱伝達流体用組成物を含み、前記デバイスへ又は前記デバイスから熱を伝達するための機構とを備える熱伝達用装置を開示する。

[0142] デバイスとしては、例えば、コンピュータ、サーバーコンピュータ、ブレードサーバーを含むサーバー；ディスクアレイ／ストレージシステム；ストレージエリアネットワーク；ネットワークに接続されたストレージ；ストレージ通信システム；ワークステーション；ルーター；電気通信インフラ／スイッチ；有線、光学及び無線通信装置；セル処理装置；プリンタ；電源装置；ディスプレイ；光学装置；手持ち式のシステムを含む計測システム；軍事用電子機器等が挙げられる。

[0143] 半導体素子は、デバイスに搭載される発熱性素子であり、例えば、CPU、GPU、SSD等が挙げられ、該半導体素子は、例えば、単元素のシリコン、ゲルマニウム、化合物半導体のヒ化ガリウム（GaAs）、リン化ガリウム（GaP）、リン化インジウム（InP）、窒化ガリウム（GaN）、炭化珪素（SiC）等で構成される。

[0144] デバイスがサーバーコンピュータの場合、1つのロジックボード又は複数のロジックボードが内部空間内に配置されている。ロジックボードは、CPU、GPU等の少なくとも1つのプロセッサを含む多数の発熱電子部品を備

える。それに加えて、例えば、チップセット；メモリ、グラフィックス・チップ、ネットワーク・チップ、RAM、電源装置、ドーターカード；固体ドライブ、機械式ハードディスク等の記憶ドライブ；といったコンピュータの他の発熱部品を使用することもできる。

[0145] 熱伝達用装置は、上記熱伝達流体を使用して被熱伝達対象物との間で熱を移動させるための熱伝達用装置であり、被熱伝達対象物と熱接触することで熱の授受（伝達）が行われる。たとえば、被熱伝達対象物から熱を奪う場合は冷却であり、熱を供給する場合は加熱である。それぞれの場合に応じて異なる機構としてもよいが、1つの熱伝達用装置で冷却と加熱を賄ってもよい。

[0146] 熱伝達用装置としては、特に限定はなく、たとえばポンプ、弁、流体閉じ込めシステム、圧力制御システム、冷却器、熱交換器、熱源、ヒートシンク、冷蔵システム、能動温度制御システム、受動温度制御システムなどが例示される。

[0147] より具体的には、プラズマ強化化学蒸着（PECVD）ツール内の温度制御されたウエハチャック、ダイ性能試験のための温度制御試験ヘッド、半導体プロセス機器内の温度制御された作業領域、熱衝撃試験浴液リザーバ、恒温槽などがあげられる。

[0148] 熱伝達用装置と熱的に接触させる被熱伝達対象物は、制御すべき温度において冷却、加熱または温度維持される物品、装置、雰囲気である。このような被熱伝達対象物としては、電気部品、機械部品および光学部品、並びにこれらの加工物、組立品などがある。本開示における被熱伝達対象物の具体例としては、例えばマイクロプロセッサ、半導体デバイスを製造するために用いられるウエハ、電力制御半導体、電気分岐開閉器、電源トランス、回路基板、マルチチップモジュール、実装および非実装半導体デバイス、化学反応器、原子炉、燃料電池、レーザー、ミサイル部品などがあり、もちろんこれらに限定されない。

[0149] （5．熱伝達方法）

本開示は、さらに、デバイスを準備する工程と、上記した熱伝達流体用組成物を用いて、前記デバイスへ又は前記デバイスから熱を伝達する工程とを含む、熱伝達方法を開示する。ここでは、デバイスと熱接触するように熱伝達用装置を配置することによって、熱が伝達され得る。熱伝達用装置は、デバイスと熱接触するように配置されるとき、デバイスから熱を除去するか、若しくはデバイスに熱を供給するか、又は選択された温度若しくは温度範囲にデバイスを維持する。熱流の方向（デバイスから又はデバイスへ）は、デバイスと熱伝達用装置との間の相対的温度差によって決定される。

[0150] 以上、本発明の実施形態について説明したが、本発明はこうした例に何ら限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲において種々なる形態で実施し得ることは勿論である。

### 実施例

[0151] 以下、実施例に基づき、本発明の実施形態をより具体的に説明するが、本発明がこれらに限定されるものではない。

[0152] （製造例 1）

Chem Bar (1973), Vol. 106, pp2950-2959に記載された方法に基づき、H F P 三量体を得た。得られた H F P 三量体を蒸留により精製して、ヘキサフルオロプロペンの二量体および四量体等の不純物を除去した。さらに、精製した H F P 三量体を蒸留により、式 (I)、(II) 及び (III) で表される化合物に分離した。分離した H F P 三量体のそれぞれをシリカゲルを用いて脱水した。

[0153] 上記で得られた式 (I)、(II) 及び (III) で表される化合物を、式 (I)、(II) 及び (III) で表される化合物の割合が下記表に示す割合となるように混合して、三量体混合物 1～4 を得た。

[0154]

[表1]

| 三量体混合物 | 式 (I)    | 式 (II)   | 式 (III)  |
|--------|----------|----------|----------|
| 1      | 1.5 質量%  | 35.5 質量% | 63.0 質量% |
| 2      | 52.0 質量% | 16.0 質量% | 32.0 質量% |
| 3      | 77.0 質量% | 8.0 質量%  | 15.0 質量% |
| 4      | 90.0 質量% | 5.0 質量%  | 5.0 質量%  |

## [0155] (製造例2)

Journal of the Chemical Society, Perkin Transactions 1: Organic and Bio-Organic Chemistry (1981), Vol. 4, pp1064-1067に記載された方法に基づき、 $C_9F_{16}$ を合成した。

## [0156] (製造例3)

$C_8F_{16}$ を、和光純薬社製試薬として購入した。

## [0157] (実施例1～43)

三量体混合物1～4と、添加剤としての製造例2の $C_9F_{16}$ または製造例3の $C_8F_{16}$ を、下記表の割合で混合して、実施例1～43の熱伝導流体用組成物を得た。

## [0158] (安定性試験)

得られた熱伝導流体用組成物をSUS製オートクレーブに入れ密閉し、下記表に示す条件で加熱、保持した。

## [0159] (フッ化物イオン濃度測定)

試料に1倍量(重量)の蒸留水を加え、約20秒間振り混ぜて水層にフッイオンを抽出した。次いで、水層をスポイトで2.5～3.0mL拔出し、その二倍量のTISAB溶液(トータルイオン強度調節バッファー溶液: HORIBA社製)と混合した液をサンプルとして、フッ素イオンメーター(HORIBA社製)で測定した。なお、TISAB溶液で希釈していることから、測定値の3倍がフッ化物イオン濃度となる。結果を下記表に示す。

## [0160]

[表2]

|         | 三量体<br>混合物<br>番号 | 三量体<br>含有量<br>(g) | 添加剤                            | 添加剤<br>含有量<br>(mg) | w t %      |
|---------|------------------|-------------------|--------------------------------|--------------------|------------|
| 実施例 1   | 1                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 1 4 0              | 1. 3 9     |
| 実施例 2   | 2                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 0. 0 1             | 0. 0 0 0 1 |
| 実施例 3   | 2                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 1                  | 0. 0 1     |
| 実施例 4   | 2                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 1 0                | 0. 1       |
| 実施例 5   | 2                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 0. 0 1             | 0. 0 0 0 1 |
| 実施例 6   | 2                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 1                  | 0. 0 1     |
| 実施例 7   | 2                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 1 0                | 0. 1       |
| 実施例 8   | 3                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 0. 0 1             | 0. 0 0 0 1 |
| 実施例 9   | 3                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 1                  | 0. 0 1     |
| 実施例 1 0 | 3                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 1 0                | 0. 1       |
| 実施例 1 1 | 3                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 0. 0 1             | 0. 0 0 0 1 |
| 実施例 1 2 | 3                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 1                  | 0. 0 1     |
| 実施例 1 3 | 3                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 1 0                | 0. 1       |
| 実施例 1 4 | 4                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 0. 0 1             | 0. 0 0 0 1 |
| 実施例 1 5 | 4                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 1                  | 0. 0 1     |
| 実施例 1 6 | 4                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 1 0                | 0. 1       |
| 実施例 1 7 | 4                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 0. 0 1             | 0. 0 0 0 1 |
| 実施例 1 8 | 4                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 1                  | 0. 0 1     |
| 実施例 1 9 | 4                | 1 0               | C <sub>9</sub> F <sub>16</sub> | 1 0                | 0. 1       |
| 実施例 2 0 | 2                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 0. 0 1             | 0. 0 0 0 1 |
| 実施例 2 1 | 2                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1                  | 0. 0 1     |
| 実施例 2 2 | 2                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1 0                | 0. 1       |
| 実施例 2 3 | 2                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1 0 0              | 1. 0       |
| 実施例 2 4 | 2                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 0. 0 1             | 0. 0 0 0 1 |
| 実施例 2 5 | 2                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1                  | 0. 0 1     |
| 実施例 2 6 | 2                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1 0                | 0. 1       |
| 実施例 2 7 | 2                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1 0 0              | 1. 0       |
| 実施例 2 8 | 3                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 0. 0 1             | 0. 0 0 0 1 |
| 実施例 2 9 | 3                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1                  | 0. 0 1     |
| 実施例 3 0 | 3                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1 0                | 0. 1       |
| 実施例 3 1 | 3                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1 0 0              | 1. 0       |
| 実施例 3 2 | 3                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 0. 0 1             | 0. 0 0 0 1 |
| 実施例 3 3 | 3                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1                  | 0. 0 1     |
| 実施例 3 4 | 3                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1 0                | 0. 1       |
| 実施例 3 5 | 3                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1 0 0              | 1. 0       |
| 実施例 3 6 | 4                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 0. 0 1             | 0. 0 0 0 1 |
| 実施例 3 7 | 4                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1                  | 0. 0 1     |
| 実施例 3 8 | 4                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1 0                | 0. 1       |
| 実施例 3 9 | 4                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1 0 0              | 1. 0       |
| 実施例 4 0 | 4                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 0. 0 1             | 0. 0 0 0 1 |
| 実施例 4 1 | 4                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1                  | 0. 0 1     |
| 実施例 4 2 | 4                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1 0                | 0. 1       |
| 実施例 4 3 | 4                | 1 0               | C <sub>8</sub> F <sub>16</sub> | 1 0 0              | 1. 0       |
| 比較例 1   | 2                | 1 0               | —                              | —                  | —          |
| 比較例 2   | 2                | 1 0               | —                              | —                  | —          |

[0161] [表3]

|       | 初期Fイオン濃度<br>(質量ppm) | 安定性試験     |            | 試験後Fイオン濃度<br>(質量ppm) |
|-------|---------------------|-----------|------------|----------------------|
|       |                     | 温度<br>(℃) | 時間<br>(時間) |                      |
| 実施例1  | 0.6                 | 100       | 168        | 1.2                  |
| 実施例2  | 0.6                 | 100       | 168        | 3.3                  |
| 実施例3  | 0.6                 | 100       | 168        | 2.1                  |
| 実施例4  | 0.6                 | 100       | 168        | 1.8                  |
| 実施例5  | 0.6                 | 200       | 168        | 3.6                  |
| 実施例6  | 0.6                 | 200       | 168        | 2.7                  |
| 実施例7  | 0.6                 | 200       | 168        | 2.1                  |
| 実施例8  | 0.6                 | 100       | 168        | 3.6                  |
| 実施例9  | 0.6                 | 100       | 168        | 2.4                  |
| 実施例10 | 0.6                 | 100       | 168        | 1.8                  |
| 実施例11 | 0.6                 | 200       | 168        | 4.2                  |
| 実施例12 | 0.6                 | 200       | 168        | 3.6                  |
| 実施例13 | 0.6                 | 200       | 168        | 2.7                  |
| 実施例14 | 0.6                 | 100       | 168        | 3.9                  |
| 実施例15 | 0.6                 | 100       | 168        | 2.7                  |
| 実施例16 | 0.6                 | 100       | 168        | 2.1                  |
| 実施例17 | 0.6                 | 200       | 168        | 4.5                  |
| 実施例18 | 0.6                 | 200       | 168        | 3.9                  |
| 実施例19 | 0.6                 | 200       | 168        | 3.3                  |
| 実施例20 | 0.6                 | 100       | 168        | 1.2                  |
| 実施例21 | 0.6                 | 100       | 168        | 0.9                  |
| 実施例22 | 0.6                 | 100       | 168        | 0.3                  |
| 実施例23 | 0.6                 | 100       | 168        | 0.3                  |
| 実施例24 | 0.6                 | 200       | 168        | 1.5                  |
| 実施例25 | 0.6                 | 200       | 168        | 1.2                  |
| 実施例26 | 0.6                 | 200       | 168        | 0.9                  |
| 実施例27 | 0.6                 | 200       | 168        | 0.3                  |
| 実施例28 | 0.6                 | 100       | 168        | 1.5                  |
| 実施例29 | 0.6                 | 100       | 168        | 1.2                  |
| 実施例30 | 0.6                 | 100       | 168        | 0.9                  |
| 実施例31 | 0.6                 | 100       | 168        | 0.6                  |
| 実施例32 | 0.6                 | 200       | 168        | 1.8                  |
| 実施例33 | 0.6                 | 200       | 168        | 1.5                  |
| 実施例34 | 0.6                 | 200       | 168        | 1.2                  |
| 実施例35 | 0.6                 | 200       | 168        | 0.6                  |
| 実施例36 | 0.6                 | 100       | 168        | 2.1                  |
| 実施例37 | 0.6                 | 100       | 168        | 1.5                  |
| 実施例38 | 0.6                 | 100       | 168        | 0.9                  |
| 実施例39 | 0.6                 | 100       | 168        | 0.6                  |
| 実施例40 | 0.6                 | 200       | 168        | 1.8                  |
| 実施例41 | 0.6                 | 200       | 168        | 1.8                  |
| 実施例42 | 0.6                 | 200       | 168        | 1.2                  |
| 実施例43 | 0.6                 | 200       | 168        | 0.9                  |
| 比較例1  | 0.6                 | 100       | 168        | 4.5                  |
| 比較例2  | 0.6                 | 200       | 168        | 9.9                  |

[0162] 上記の結果から、 $C_9F_{16}$ または $C_8F_{16}$ を含む実施例1～43は、高温で長期間保存した後もフッ素濃度の上昇が見られず、安定であることが確認された。

[0163] <沸点、流動点及誘電率測定>

三量体混合物の沸点はDSC（示唆操作熱量測定）を用い、25℃から5℃/minで昇温した際の吸熱に由来するピークが観測された温度とした。流動点はDSCを用い、液体窒素で凝固点以下まで冷却したのち、5℃/minで昇温した際に吸熱に由来するピークが観測された温度とした。誘電率は温度25℃、湿度60%の環境下で静電容量法により周波数1kHzの値を測定した。

[0164] <動粘度及び密度測定>

三量体混合物の動粘度及び密度を、Anton Paar社製動粘度計SVM3001を用いて測定した。

[0165] <比熱測定>

三量体混合物の比熱は、DSCを用いて測定した。測定条件は下記の通りであった。

測定装置：Perkin-Elmer社製示差走査熱量計DSC8500

昇温速度：10℃/分

標準試料：サファイア（-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）

雰囲気：乾燥窒素気流中

試料容器：アルミニウム密閉容器

[0166] <熱伝導率測定>

三量体混合物の熱伝導率は、非定常細線法により測定した。

[0167] <相溶性>

三量体混合物の相溶性は、下記の3種の溶媒と各三量体混合物とを等量で混合させて評価した。

Galden HT135（Solvay社製）

S F - 1 0 (ケマーズ社製)

F C 3 2 8 3 (3 M社製)

[0168] [表4]

|                      | 混合物1  | 混合物2  | 混合物3  | 混合物4  |
|----------------------|-------|-------|-------|-------|
| 沸点 (°C)              | 112   | 109   | 109   | 108.5 |
| 流動点 (°C)             | -110  | <-130 | <-130 | <-130 |
| 誘電率<br>(1 k H z)     | 1.97  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |
| 動粘度 (cSt)<br>@-20°C  | 4.8   | 2.6   | 2.5   | 2.4   |
| 絶縁耐力<br>(kV)         | >40   | >40   | >40   | >40   |
| 比熱 (J/kg・K)<br>@30°C | 1100  | 1060  | 1060  | 1060  |
| 熱伝導率<br>(W/mK) @30°C | 0.074 | 0.064 | 0.062 | 0.060 |
| 相溶性                  | 3種に相溶 | 3種に相溶 | 3種に相溶 | 3種に相溶 |

[0169] (実施例 4 4 ～ 5 9)

三量体混合物 1 ～ 4 と水を、下記表に示す量で混合し、実施例 4 4 ～ 5 9 の組成物を得た。

[0170]

[表5]

|         | 三量体混合物 | 三量体添加量<br>(g) | 水添加量<br>(mg) |
|---------|--------|---------------|--------------|
| 実施例 4 4 | 1      | 2 6           | 1 . 8 2      |
| 実施例 4 5 | 2      | 1 0           | 0 . 0 1      |
| 実施例 4 6 | 2      | 1 0           | 1            |
| 実施例 4 7 | 2      | 1 0           | 1 0          |
| 実施例 4 8 | 2      | 1 0           | 0 . 0 1      |
| 実施例 4 9 | 2      | 1 0           | 1            |
| 実施例 5 0 | 2      | 1 0           | 1 0          |
| 実施例 5 1 | 3      | 1 0           | 0 . 0 1      |
| 実施例 5 2 | 3      | 1 0           | 1            |
| 実施例 5 3 | 3      | 1 0           | 1 0          |
| 実施例 5 4 | 3      | 1 0           | 0 . 0 1      |
| 実施例 5 5 | 3      | 1 0           | 1            |
| 実施例 5 6 | 3      | 1 0           | 1 0          |
| 実施例 5 7 | 4      | 1 0           | 0 . 0 1      |
| 実施例 5 8 | 4      | 1 0           | 1            |
| 実施例 5 9 | 4      | 1 0           | 1 0          |
| 比較例 3   | 2      | 1 0           | —            |
| 比較例 4   | 2      | 1 0           | —            |
| 比較例 5   | 2      | 1 0           | 1 5 0        |
| 比較例 6   | 2      | 1 0           | 1 5 0        |

[0171] (安定性試験)

実施例 4 4 ～ 5 9 および比較例 3 ～ 6 の組成物を、S U S 製オートクレーブに入れ密閉し、下記表に示す条件で加熱、保持した。

[0172] (絶縁耐力測定)

所定の間隔に調整した球状電極間に液体試料を浸漬させ、一定速度で電圧を上昇させた際の絶縁破壊電圧として、絶縁耐力を測定した。詳細な測定条件は、以下の通りであった。

- 電極形状：球状 (φ 1 2 . 5 m m)
- 電極間隔：2 . 5 m m
- 昇圧速度：2 k V / 秒
- 測定雰囲気：空気中 (2 2 ℃、5 7 % R H)

[0173]

[表6]

|       | Fイオン濃度<br>(初期)<br>(質量ppm) | 安定性試験      |            | Fイオン濃度<br>(試験後)<br>(質量ppm) | 絶縁耐力<br>(kV) |
|-------|---------------------------|------------|------------|----------------------------|--------------|
|       |                           | 温度<br>(°C) | 時間<br>(時間) |                            |              |
| 実施例44 | 0.6                       | 150        | 168        | 0.356                      | 64           |
| 実施例45 | 0.6                       | 100        | 168        | 2.1                        | 68           |
| 実施例46 | 0.6                       | 100        | 168        | 3.6                        | 60           |
| 実施例47 | 0.6                       | 100        | 168        | 4.8                        | 61           |
| 実施例48 | 0.6                       | 200        | 168        | 3.0                        | 68           |
| 実施例49 | 0.6                       | 200        | 168        | 5.4                        | 63           |
| 実施例50 | 0.6                       | 200        | 168        | 6.6                        | 61           |
| 実施例51 | 0.6                       | 100        | 168        | 3.3                        | 66           |
| 実施例52 | 0.6                       | 100        | 168        | 4.8                        | 54           |
| 実施例53 | 0.6                       | 100        | 168        | 6.3                        | 52           |
| 実施例54 | 0.6                       | 200        | 168        | 4.8                        | 68           |
| 実施例55 | 0.6                       | 200        | 168        | 7.8                        | 63           |
| 実施例56 | 0.6                       | 200        | 168        | 12.0                       | 58           |
| 実施例57 | 0.6                       | 100        | 168        | 3.6                        | 48           |
| 実施例58 | 0.6                       | 100        | 168        | 5.4                        | 44           |
| 実施例59 | 0.6                       | 100        | 168        | 7.5                        | 46           |
| 比較例3  | 0.6                       | 100        | 168        | 102                        | 39           |
| 比較例4  | 0.6                       | 200        | 168        | 303                        | 64           |
| 比較例5  | 0.6                       | 100        | 168        | 210                        | 68           |
| 比較例6  | 0.6                       | 200        | 168        | 492                        | 60           |

[0174] 上記の結果から、所定量の水を含む実施例44～59は、高温で長期間保存した後もフッ素濃度の上昇が見られず、安定であることが確認された。また、実施例44～59は、絶縁耐力が高いことが確認された。

[0175] (実施例60～83)

三量体混合物1～4に、無水フッ酸を添加して基準液を作成し、これを各三量体混合物で希釈して、フッ化物イオン濃度が下記表に示す濃度である実施例60～83の組成物を得た。

[0176] (安定性試験)

試料を、SUS製オートクレーブに入れ密閉し、下記表に示す条件で加熱、保持した。

[0177] (ヘキサフルオロプロペン三量体の純度の測定)

安定性試験前後における、ヘキサフルオロプロペン三量体の純度を、ガス

クロマトグラフィーにより測定した。

[0178] [表7]

|       | 三量体<br>混合物 | 三量体<br>含有量<br>(g) | Fイオン量<br>(初期)<br>(質量ppm) |
|-------|------------|-------------------|--------------------------|
| 実施例60 | 1          | 26                | <0.001                   |
| 実施例61 | 1          | 9.2               | <0.001                   |
| 実施例62 | 1          | 8.8               | <0.001                   |
| 実施例63 | 2          | 10                | 0.6                      |
| 実施例64 | 2          | 10                | 0.6                      |
| 実施例65 | 2          | 10                | 0.6                      |
| 実施例66 | 2          | 10                | 0.6                      |
| 実施例67 | 2          | 10                | 0.6                      |
| 実施例68 | 2          | 10                | 0.6                      |
| 実施例69 | 2          | 10                | 0.6                      |
| 実施例70 | 3          | 10                | 0.6                      |
| 実施例71 | 3          | 10                | 0.6                      |
| 実施例72 | 3          | 10                | 0.6                      |
| 実施例73 | 3          | 10                | 0.6                      |
| 実施例74 | 3          | 10                | 0.6                      |
| 実施例75 | 3          | 10                | 0.6                      |
| 実施例76 | 3          | 10                | 0.6                      |
| 実施例77 | 4          | 10                | 0.6                      |
| 実施例78 | 4          | 10                | 0.6                      |
| 実施例79 | 4          | 10                | 0.6                      |
| 実施例80 | 4          | 10                | 0.6                      |
| 実施例81 | 4          | 10                | 0.6                      |
| 実施例82 | 4          | 10                | 0.6                      |
| 実施例83 | 4          | 10                | 0.6                      |
| 比較例7  | 2          | 10                | 0.6                      |
| 比較例8  | 2          | 10                | 0.6                      |
| 比較例9  | 2          | 10                | 0.6                      |
| 比較例10 | 2          | 10                | 0.6                      |

[0179]

[表8]

|         | 安定性試験     |            | 初期純度<br>(w t %) | 試験後純度<br>(w t %) |
|---------|-----------|------------|-----------------|------------------|
|         | 温度<br>(℃) | 時間<br>(時間) |                 |                  |
| 実施例 6 0 | 1 5 0     | 2 4        | 9 9 . 9         | 9 9 . 9          |
| 実施例 6 1 | 1 5 0     | 2 4        | 9 9 . 9         | 9 9 . 9          |
| 実施例 6 2 | 1 5 0     | 2 4        | 9 9 . 9         | 9 9 . 9          |
| 実施例 6 3 | 1 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 9          |
| 実施例 6 4 | 1 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 9          |
| 実施例 6 5 | 1 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 9          |
| 実施例 6 6 | 1 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 9          |
| 実施例 6 7 | 2 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 9          |
| 実施例 6 8 | 2 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 9          |
| 実施例 6 9 | 2 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 8          |
| 実施例 7 0 | 1 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 9          |
| 実施例 7 1 | 1 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 8          |
| 実施例 7 2 | 1 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 8          |
| 実施例 7 3 | 1 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 7          |
| 実施例 7 4 | 2 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 7          |
| 実施例 7 5 | 2 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 7          |
| 実施例 7 6 | 2 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 8          |
| 実施例 7 7 | 1 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 7          |
| 実施例 7 8 | 1 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 7          |
| 実施例 7 9 | 1 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 7          |
| 実施例 8 0 | 1 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 6          |
| 実施例 8 1 | 2 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 6          |
| 実施例 8 2 | 2 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 5          |
| 実施例 8 3 | 2 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 5          |
| 比較例 7   | 1 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 8 . 4          |
| 比較例 8   | 2 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 8 . 5          |
| 比較例 9   | 2 0 0     | 1 6 8      | 9 9 . 9         | 9 9 . 2          |
| 比較例 1 0 | 2 0 0     | 3 3 6      | 9 9 . 9         | 9 9 . 0          |

[0180] 上記の結果から、所定量のフッ化物イオンを含む実施例 6 0 ～ 8 3 は、高温で長期間保存した後もヘキサフルオロプロペン三量体の純度が高く維持されていることが確認された。

[0181] 上記で得られた式 (I)、(II) 及び (III) で表される化合物を、式 (I)、(II) 及び (III) で表される化合物の割合が下記表に示す割合となるように混合して、三量体混合物 5 ～ 6 を得た。

[0182]

[表9]

| 三量体混合物 | 式 (I)      | 式 (I I)    | 式 (I I I)  |
|--------|------------|------------|------------|
| 5      | 3. 0 質量%   | 3 3. 0 質量% | 6 4. 0 質量% |
| 6      | 9 9. 5 質量% | 0. 2 質量%   | 0. 3 質量%   |

[0183] (ヘキサフルオロプロペン四量体の製造)

(製造例 4)

Tetrahedron Lett. 1974, 24, 2129-2132に記載された方法に基づき、ヘキサフルオロプロペン四量体を得た。

[0184] 三量体混合物 5 または 6 と、製造例 4 で得られたヘキサフルオロプロペン四量体を混合することにより、本開示の熱伝達流体を得ることができる。

[0185] <評価方法>

(沸点)

沸点を、D S C を用い、2 5℃から 5℃／分で昇温した際の吸熱に由来するピークが観測された温度として測定した。

[0186] (動粘度)

動粘度を、J I S K 2 2 8 3 に基づきウベローデ粘度計を用いて 2 5℃の値を測定した。

[0187] (誘電率)

誘電率を、温度 2 5℃、湿度 6 0 % の環境下で静電容量法により周波数 1 k H z の値を測定した。

[0188] (実施例 8 4 ～ 8 5)

重量比で三量体混合物 5 : ヘキサフルオロプロペン四量体 = 9 1 : 9 (実施例 8 4)、三量体混合物 6 : ヘキサフルオロプロペン四量体 = 9 1 : 9 (実施例 8 5) で混合した。各物性を測定し、結果を表 2 に示す。

[0189] [表10]

|          | 沸点 (℃) | 誘電率  | 動粘度 (c S t) |
|----------|--------|------|-------------|
| 三量体混合物 5 | 1 1 5  | 2. 0 | 1. 4        |
| 三量体混合物 6 | 1 0 7  | 2. 0 | 0. 9        |

## [0190] &lt;実施例 86～87&gt;

実施例 86～87 において精製工程に供する精製前組成物（熱伝達流体と導電性物質とを含有する組成物 1；6FT）を準備した。具体的には、SUS 製オートクレーブに DMF 750 g 及びフッ化セシウム 7.2 g を入れて密閉した。オートクレーブ内を真空脱気した後、オートクレーブ内の温度を 70～110℃に維持しながらヘキサフルオロプロピレンを 4.5 時間かけて 2268 g 加えた。得られた反応液から下層を分取し、超純水で洗浄し、HFP 三量体を含む組成物（精製前組成物である組成物 1）2219 g を得た。GC/MS 及び GC-MS 分析を実施し、面積百分率法により HFP 三量体が、組成物全量 100 質量%中に 87 質量%含まれており、本明細書に記載の式 (I)、(II)、(III) で表される化合物が、HFP 三量体全量 100 質量%中それぞれ順に、78 質量%、9 質量%、13 質量%含まれていることを確認した。

## [0191] &lt;実施例 88&gt;

実施例 86～87 と同様の操作を行い、式 (I)、(II)、(III) で表される化合物を単離し、式 (I)、(II)、(III) で表される化合物が、それぞれ順に、55 質量%、15 質量%、30 質量%になるように混合し、組成物を 2200 g 作成した。

## [0192] &lt;実施例 89&gt;

実施例 86～87 と同様の操作を行い、式 (I)、(II)、(III) で表される化合物を単離し、式 (I)、(II)、(III) で表される化合物が、それぞれ順に、3 質量%、33 質量%、64 質量%になるように混合し、組成物を 2200 g 作成した。

## [0193] &lt;実施例 90&gt;

実施例 86～87 と同様の操作を行い、式 (I)、(II)、(III) で表される化合物を単離し、式 (I)、(II)、(III) で表される化合物が、それぞれ順に、90 質量%、5 質量%、5 質量%になるように混合し、組成物を 2200 g 作成した。

## [0194] (精製前組成物中の金属及び金属イオン含有量測定)

精製前組成物中の導電性物質（本実施例では特に金属、金属イオンの含有量に着目した）の含有量は、誘導結合プラズマ質量分析装置（ICP-MS）を使用した下記手順により求めた（精製後組成物においても同じである）。各測定値は、下記表1のとおりであった。

(1) 精製前組成物を2000g、ポリテトラフルオロエチレン（PTFE）製のビーカーに注ぎ、ビーカーを250℃のホットプレートの上に置き、揮発成分を揮発させた。

(2) 濃度が70%の超微量精密分析用硝酸（和光純薬工業製）を超純水で希釈し濃度が約4質量%の硝酸を得た後、これを約50mL、PTFE製のビーカーに入れた。

(3) PTFE製のビーカーを150℃のホットプレートの上に1時間置いて、ビーカーに残った金属を溶解させた。

(4) 硝酸に溶けた金属イオン量を、ICP-MSを用いて測定した。硝酸中の金属イオン量、硝酸の量、揮発させた溶液の量を用いて、溶液中の金属及び金属イオンの含有量を算出した。

(5) 以上の測定に関わる作業は全てクラス10000のクリーンルーム内において興研株式会社製テーブルコーチを設置し、作業環境をクラス1相当の環境として実施した。

## [0195] (精製前組成物の不溶物（微粒子）数の測定)

精製前組成物における粒径5.0 $\mu$ m以上の粒子数と、粒径1.0 $\mu$ m以上5.0 $\mu$ m未満の粒子数と、粒径0.5 $\mu$ m以上1.0 $\mu$ m未満の粒子数と、粒径0.3 $\mu$ m以上0.5 $\mu$ m未満の粒子数について、液中パーティクルカウンター（RION社製「KL-22」）を用いて、温度23℃にて測定した（精製後組成物においても同じである。）。測定に関わる作業は全てクラス10000のクリーンルーム内において興研株式会社製テーブルコーチを設置し、作業環境をクラス1相当の環境として実施した。

## [0196] (精製前組成物の沸点、凝固点及動粘度測定)

沸点はDSCを用い、25℃から5℃/minで昇温した際の吸熱に由来するピークが観測された温度とした。凝固点はDSCを用い、液体窒素で-150℃以下（固体となることが確認できた温度）まで冷却したのち、5℃/minで昇温した際に吸熱に由来するピークが観測された温度とした。動粘度はJIS K 2283に基づきウペローデ粘度計を用いて測定した。各測定値は、下記表1のとおりであった。

[0197] （精製処理）

濾過装置として、1つのフィルターを1つの容器に詰めてなるユニットをフィルター毎に準備し、それらのユニットの必要数が直列接続された多段濾過装置を準備した。

[0198] 精製前組成物を加圧容器に入れて-5℃以下に冷却し、高純度アルゴン雰囲気下、前記濾過装置を用いて、0.02MPaまで加圧濾過して精製後組成物を得た。その際、前記濾過装置の各ユニットに詰められたフィルターとして、

- ・フィルターA（日本ポール社製「イオンクリーンSL」、濾過面積：0.58m<sup>2</sup>）、
- ・フィルターB（日本ポール社製「ウルツプリーツ・P-ナイロン」、孔径：0.15μm、濾過面積：1.2m<sup>2</sup>）、及び
- ・フィルターC（日本ポール社製「ウルツプリーツ・P-ナイロン」、孔径：40nm、濾過面積：1.2m<sup>2</sup>）をそれぞれ、表1記載の通りに使用した。結果を表1に示す。

[0199] 表1の結果からは、精製前組成物を所定の精製処理に供することにより、導電性物質（特に金属及び金属イオン）の含有量を低減することができることが分かった。

[0200]

[表11]

| 項目     |         |            |       | 実施例 86 | 実施例 87 | 実施例 88 | 実施例 89 | 実施例 90 |
|--------|---------|------------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 原料     | ろ過原料    |            | -     | 6FT    | 6FT    | 6FT    | 6FT    | 6FT    |
|        |         |            | T-1   | 78     | 78     | 52     | 8      | 90     |
|        |         |            | T-2   | 9      | 9      | 16     | 43     | 5      |
|        |         |            | T-3   | 13     | 13     | 32     | 49     | 5      |
|        | 精製前原料   |            | -     | 組成物 1  | 組成物 1  | 組成物 2  | 組成物 3  | 組成物 4  |
|        | 沸点      |            | °C    | 105    | 105    | 110    | 115    | 105    |
|        | 凝固点     |            | °C    | -90    | -90    | -90    | -90    | -90    |
|        | 動粘度     | 25°C       | cSt   | 0.6    | 0.6    | 1.0    | 1.4    | 0.4    |
| -40°C  |         | cSt        | 4.8   | 4.8    | 5.2    | 7.5    | 3.7    |        |
| フィルター  | フィルター種1 |            | -     | フィルターA | フィルターA | フィルターA | フィルターA | フィルターA |
|        | フィルター種2 |            | -     | フィルターB | フィルターC | フィルターC | フィルターC | フィルターC |
| フィルター前 | 金属量     | Al         | ppm   | 5.1    | 20.9   | 15.2   | 11.2   | 17     |
|        |         | Ba         | ppm   | 5.1    | 10.7   | 7.7    | 17.3   | 14.5   |
|        |         | Be         | ppm   | 8.9    | 5.7    | 4.8    | BDL    | BDL    |
|        |         | Bi         | ppm   | 9.4    | 8.4    | 6.7    | BDL    | BDL    |
|        |         | Ca         | ppm   | 5.7    | 8.3    | 10.2   | 7.7    | 6.2    |
|        |         | Co         | ppm   | 9.6    | 8.7    | 10.5   | 9.9    | 22     |
|        |         | Cr         | ppm   | 35.2   | 26     | 15     | 20     | 11.2   |
|        |         | Cu         | ppm   | 11.2   | 7.2    | 7.2    | 8.8    | 6.3    |
|        |         | Fe         | ppm   | 42.9   | 53.7   | 55.2   | 60.1   | 47.5   |
|        |         | Ga         | ppm   | BDL    | 2.3    | BDL    | BDL    | BDL    |
|        |         | K          | ppm   | 9.3    | 7.1    | 6.2    | 9.9    | 22.2   |
|        |         | Li         | ppm   | 6.3    | BDL    | 2.2    | BDL    | 2.2    |
|        |         | Mg         | ppm   | 6.3    | 6.6    | 2.5    | 7.1    | 10.2   |
|        |         | Mn         | ppm   | 6      | 10.9   | 6.5    | 7.9    | 12.8   |
|        |         | Na         | ppm   | 9.6    | 9.1    | 8.2    | 10.5   | 15.2   |
|        |         | Ni         | ppm   | 9      | 10.1   | 15.5   | 11.1   | 7.7    |
|        |         | Pb         | ppm   | 6.3    | 10.2   | BDL    | BDL    | BDL    |
|        |         | Sr         | ppm   | 9.4    | 10     | BDL    | BDL    | BDL    |
|        | V       | ppm        | 9.9   | 9.2    | 10.3   | 12.1   | 16.1   |        |
|        | Zn      | ppm        | 14.6  | 5.1    | 6.6    | 8.8    | 5.3    |        |
|        | 合計      | ppm        | 219.8 | 230.2  | 190.5  | 202.4  | 216.4  |        |
|        | パーティクル量 | ≧5.0 μm    | 個/mL  | 8.9    | 8.4    | 15.0   | 18.8   | 10.1   |
|        |         | 5.0~1.0 μm | 個/mL  | 20.7   | 35.8   | 37.7   | 40.3   | 20.0   |
|        |         | 1.0~0.5 μm | 個/mL  | 58.2   | 84.2   | 67.8   | 70.5   | 83.5   |
|        |         | 0.5~0.3 μm | 個/mL  | 194.4  | 236.5  | 229.9  | 250.2  | 210.5  |
|        | 絶縁耐力    |            |       | kV     | 40     | 41     | 42     | 40     |

[0201]

[表12]

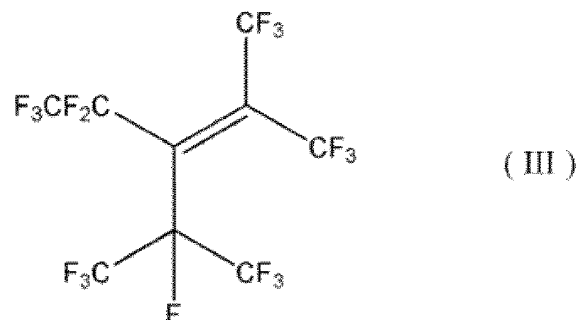
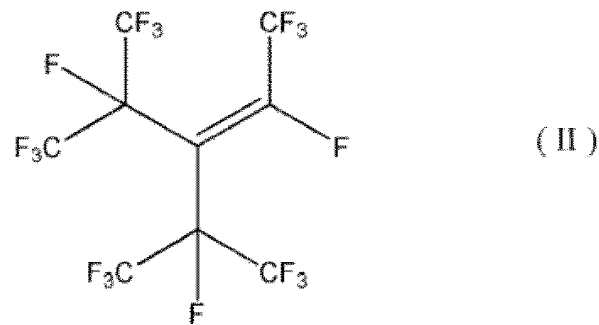
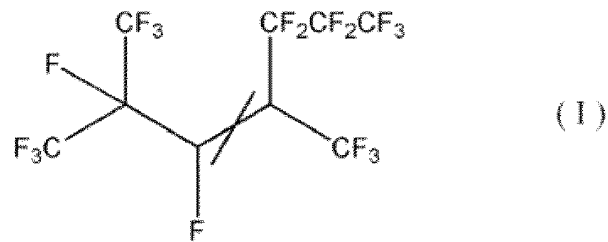
| 項目     |         |           |      | 実施例86 | 実施例87 | 実施例88 | 実施例89 | 実施例90 |
|--------|---------|-----------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| フィルター後 | 金属量     | Al        | ppm  | 3.61  | 5.6   | 6.6   | 2.3   | 5.8   |
|        |         | Ba        | ppm  | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   |
|        |         | Be        | ppm  | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   |
|        |         | Bi        | ppm  | 0.67  | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   |
|        |         | Ca        | ppm  | 29.61 | 3.54  | 2.26  | 1.1   | 4     |
|        |         | Co        | ppm  | 0.01  | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   |
|        |         | Cr        | ppm  | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   |
|        |         | Cu        | ppm  | 4.66  | 0.37  | 0.5   | 1.1   | 0.5   |
|        |         | Fe        | ppm  | 1.65  | 0.1   | 0.3   | 0.5   | 0.1   |
|        |         | Ga        | ppm  | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   |
|        |         | K         | ppm  | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   |
|        |         | Li        | ppm  | BDL   | 0.01  | BDL   | BDL   | BDL   |
|        |         | Mg        | ppm  | 6.11  | 0.19  | 0.3   | 0.22  | 0.2   |
|        |         | Mn        | ppm  | 0.07  | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   |
|        |         | Na        | ppm  | BDL   | 5.19  | 2.2   | 1.5   | 0.1   |
|        |         | Ni        | ppm  | 0.11  | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   |
|        |         | Pb        | ppm  | 2.39  | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   |
|        |         | Sr        | ppm  | 0.02  | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   |
|        |         | V         | ppm  | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   | BDL   |
|        |         | Zn        | ppm  | 1.23  | 0.61  | 0.7   | 2.5   | 2.5   |
|        |         | 合計        | ppm  | 50.14 | 15.61 | 12.86 | 9.22  | 13.2  |
|        | パーティクル量 | ≧5.0μm    | 個/mL | 1.9   | 0.2   | 0.1   | 0.7   | 0.8   |
|        |         | 5.0~1.0μm | 個/mL | 13.0  | 2.4   | 2.7   | 1.1   | 2.1   |
|        |         | 1.0~0.5μm | 個/mL | 43.8  | 5.4   | 5.9   | 7.9   | 5.2   |
|        |         | 0.5~0.3μm | 個/mL | 85.5  | 3.0   | 4.2   | 5.5   | 2.1   |
|        | 絶縁耐力    |           | kV   | 60    | 67    | 65    | 70    | 69    |

※表中BDLは検出下限以下を示す

## 請求の範囲

- [請求項1]  $C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体と、(i)  $C_mF_{2m}$ 及び／又は $C_nF_{(2n-2)}$ 〔式中、 $m$ は4以上12以下で9以外の整数である。 $n$ は4以上12以下の整数である。〕、(ii) 水（ここに、かかる水の含有量は、前記 $C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体の合計量100質量部に対して、0.0001～0.1質量部である）、及び／又は(iii) フッ化物イオン（ここに、かかるフッ化物イオンの含有量は、 $C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体の合計量100質量部に対して、0.0000001～5質量部である）、とを含む、熱伝達流体用組成物。
- [請求項2] 前記ヘキサフルオロプロペン三量体は、下記式(Ⅰ)～(Ⅲ)で表される化合物からなる群より選択される少なくとも一種を含む、請求項1に記載の熱伝達流体用組成物。

[化1]



[請求項3] 式(Ⅰ)で表される化合物は、ヘキサフルオロプロペン三量体全量に対して、85質量%以上である、請求項2に記載の熱伝達流体用組成物。

[請求項4] 式(Ⅰ)で表される化合物は、ヘキサフルオロプロペン三量体全量に対して、85質量%未満である、請求項2に記載の熱伝達流体用組成物。

[請求項5] 式(Ⅰ)で表される化合物は、ヘキサフルオロプロペン三量体全量に対して、50質量%以上85質量%未満である、請求項2に記載の熱伝達流体用組成物。

- [請求項6]  $C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体と、(i)  $C_mF_{2m}$ 及び／又は $C_nF_{(2n-2)}$ 〔式中、 $m$ は4以上12以下で9以外の整数である。 $n$ は4以上12以下の整数である。〕とを含む、請求項1に記載の熱伝達流体用組成物。
- [請求項7]  $m$ は6以上11以下で9以外の整数であり、 $n$ は6以上11以下の整数である、請求項1に記載の熱伝達流体用組成物。
- [請求項8]  $C_mF_{2m}$ 及び／又は $C_nF_{(2n-2)}$ の含有量は、 $C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体の合計量100質量部に対して、0.0001～10質量部である、請求項1に記載の熱伝達流体用組成物。
- [請求項9]  $C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体と、(ii) 水とを含む、請求項1に記載の熱伝達流体用組成物。
- [請求項10]  $C_9F_{18}$ で表されるヘキサフルオロプロペン三量体と、(iii) フッ化物イオンとを含む、請求項1に記載の熱伝達流体用組成物。
- [請求項11]  $C_{12}F_{24}$ で表されるヘキサフルオロプロペン四量体をさらに含み、前記ヘキサフルオロプロペン三量体の含有量は、前記ヘキサフルオロプロペン三量体及び前記ヘキサフルオロプロペン四量体の合計に対して、80質量%以上である、請求項1に記載の熱伝達流体用組成物。
- [請求項12] 前記ヘキサフルオロプロペン三量体の含有量は、前記ヘキサフルオロプロペン三量体及び前記ヘキサフルオロプロペン四量体の合計に対して、90質量%以上99.99質量%以下である、請求項11に記載の熱伝達流体用組成物。
- [請求項13] 前記ヘキサフルオロプロペン四量体は、1, 1, 1, 2, 5, 6, 6-オクタフルオロ-2, 3, 5-トリス(トリフルオロメチル)-4-(ペルフルオロプロピル-2-イル)-3-ヘキセンを含む、請求項11に記載の熱伝達流体用組成物。
- [請求項14] 導電性物質をさらに含み、前記導電性物質の含有量が100質量p

p m以下である、請求項 1 に記載の熱伝達流体用組成物。

[請求項15] 導電性物質をさらに含み、5  $\mu$  m以上の不溶物の含有量が10個／m L以下である、請求項 1 に記載の熱伝達流体用組成物。

[請求項16] 請求項 1 又は 2 に記載の熱伝達流体用組成物を含む、熱伝達流体。

[請求項17] 請求項 1 又は 2 に記載の熱伝達流体用組成物の、熱伝達流体としての使用。

[請求項18] デバイスと、請求項 1 又は 2 に記載の熱伝達流体用組成物を含み、前記デバイスへ又は前記デバイスから熱を伝達するための機構とを備える、熱伝達用装置。

[請求項19] デバイスを準備する工程と、請求項 1 又は 2 に記載の熱伝達流体用組成物を用いて、前記デバイスへ又は前記デバイスから熱を伝達する工程とを含む、熱伝達方法。