

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5223087号
(P5223087)

(45) 発行日 平成25年6月26日 (2013. 6. 26)

(24) 登録日 平成25年3月22日 (2013. 3. 22)

(51) Int. Cl.

F I

| | | | |
|--------------------|------------------|-------------|------|
| BO1D 19/04 | (2006.01) | BO1D 19/04 | B |
| CO7C 69/80 | (2006.01) | CO7C 69/80 | CSPA |
| CO7C 41/16 | (2006.01) | CO7C 41/16 | |
| CO7C 43/12 | (2006.01) | CO7C 43/12 | |
| CO7C 319/02 | (2006.01) | CO7C 319/02 | |

請求項の数 5 (全 49 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2007-89693 (P2007-89693)
 (22) 出願日 平成19年3月29日 (2007. 3. 29)
 (65) 公開番号 特開2008-31149 (P2008-31149A)
 (43) 公開日 平成20年2月14日 (2008. 2. 14)
 審査請求日 平成21年12月24日 (2009. 12. 24)
 (31) 優先権主張番号 特願2006-179959 (P2006-179959)
 (32) 優先日 平成18年6月29日 (2006. 6. 29)
 (33) 優先権主張国 日本国(JP)

(73) 特許権者 504136568
 国立大学法人広島大学
 広島県東広島市鏡山1丁目3番2号
 (74) 代理人 110000338
 特許業務法人原謙三国際特許事務所
 (72) 発明者 福原 幸一
 広島県東広島市鏡山1丁目3番1号 広島
 大学大学院理学研究科内

審査官 高橋 直子

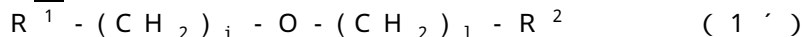
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 抑泡剤および可塑剤の製造方法、ならびに抑泡剤、および可塑剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

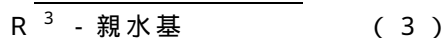
以下の一般式(1')



(一般式(1')中、R¹およびR²はそれぞれ独立して水素原子、ヒドロキシル基、メルカプト基、ハロゲン原子、アクリロイルオキシ基、カルボキシル基、アミノ基、シアノ基、又は、ビニル基を示し、i及び1はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、i+1≦6の関係を満たす。)

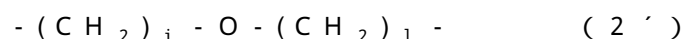
で表される構造を有する界面活性剤改質剤を原料として、当該界面活性剤改質剤に、
 - (OCH₂CH₂)_nOH (式中、nは3以上40以下である。) で表される構造を有する親水基を導入することにより、

以下の一般式(3)



(式中、R³は直鎖アルキル鎖であり、親水基は - (OCH₂CH₂)_nOH であり、式中、nは3以上40以下である。)

で示される直鎖アルキル鎖を有する界面活性剤の直鎖アルキル鎖が、以下の一般式(2')

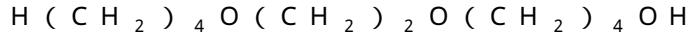


(一般式(2')中、i及び1はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、i+1≦6の関係を満たす。)

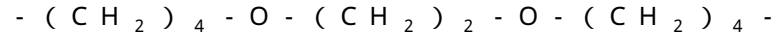
で表される構造を含むオキサアルキル鎖となっている界面活性剤を含む抑泡剤を得ることを特徴とする、界面活性剤を含む抑泡剤の製造方法。

【請求項2】

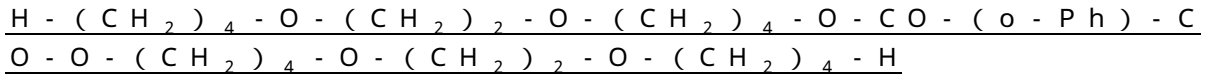
以下の式



で表される構造を有する可塑剤改質剤を原料として、当該可塑剤改質剤と、無水フタル酸とを反応させることにより、直鎖アルキル鎖を有するフタル酸ジアルカノールエステルの直鎖アルキル鎖が、以下の式



で表される構造を含むオキサアルキル鎖となっている、下記式



で表される可塑剤を得ることを特徴とする、可塑剤の製造方法。

【請求項3】

界面活性剤を含む抑泡剤であって、

前記界面活性剤は、以下の一般式(3)



で表される構造を有する界面活性剤において、

上記一般式(3)中、親水基が $-(OCH_2CH_2)_nOH$ であり、 n は3以上40以下であって、

R^3 が以下の一般式(4')

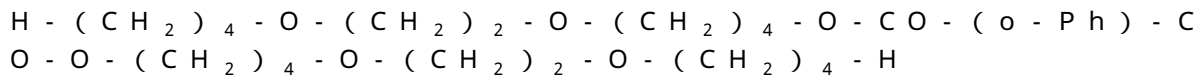


(一般式(4')中、 i 及び 1 はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 $i+1$ の関係を満たす。)

で表される構造を有する化合物である抑泡剤。

【請求項4】

下記式で表されるジカルボン酸ジエステル化合物。



【請求項5】

請求項4に記載のジカルボン酸ジエステル化合物を含む可塑剤。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、化学物質改質剤(化合物)及びその利用に関するものであり、特に直鎖アルキル鎖を有する化合物またはこれを含む組成物の物性を改変するための化学物質改質剤(化合物)、当該化合物を用いた改質化合物及び改質組成物の製造方法、並びに当該改質組成物の製造方法によって得られた改質化合物及び改質組成物に関する。

【0002】

本発明は、上記改質化合物の一例として、新規ジカルボン酸ジエステル化合物を提供する。

【背景技術】

【0003】

従来から、直鎖アルキル鎖を有する物質の凝集力を制御し、これにより物質の融点や柔軟性等を変化させる方法として、直鎖アルキル鎖の鎖長を変化させる方法、直鎖アルキル鎖にメチル基等の側鎖や不飽和結合を導入する方法、異鎖長のアルキル鎖を混合する方法等が知られている。

【0004】

これらの方法ではいずれも、直鎖アルキル鎖の凝集力の制御は分子の形状に依存する立

10

20

30

40

50

体障害を利用して行われる。すなわち直鎖アルキル鎖の凝集力は、本質的にはファンデルワールス力であり、ファンデルワールス力により分子同士が引き合って接触したときに、立体障害により反発力が発現し、直鎖アルキル鎖の集合状態が決定される。このように直鎖アルキル鎖の凝集力が立体障害により制御されることで、融点や柔軟性等が変化する。

【0005】

ところで、アルキル鎖に酸素原子が含まれるオキサアルキル鎖に関する報告としては、オキサアルカンジカルボン酸 $\text{HOOC}(\text{CH}_2)_m\text{O}(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$ 、アルキル/オリゴオキシエチレン/アルキルトリブロック化合物 $\text{H}(\text{CH}_2)_m(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{O}(\text{CH}_2)_1\text{H}$ 等についての報告がある(例えば、非特許文献1~10、特許文献1~3等参照。)

10

【0006】

特許文献1、2、非特許文献1ではオキサアルカンジカルボン酸の合成方法が開示されている。非特許文献1には、オキサアルカンジカルボン酸の融点が同一鎖長アルカンジカルボン酸と比較して低いことが記載されている。また、特許文献3および非特許文献2には、オキサアルカンジカルボン酸を原料としたポリマーの合成について開示されている。特許文献3には、オキサアルカンジカルボン酸を用いて重合することにより、得られるポリエーテルエステル繊維の染色性や強度が改善するが、融点の大きな低下は起こらないことが記載されている。これに対して、非特許文献2では、オキサアルカンジカルボン酸を用いて重合することにより、得られるポリアミドの融点は原料のオキサアルカンジカルボン酸に対応することが記載されている。また、いくつかの対称アルキルエーテルの物性について、非特許文献3に報告されている。

20

【0007】

また、非特許文献4~9は、ブロックポリマーのモデル化合物としてのアルキル/オリゴオキシエチレン/アルキルトリブロック化合物の物性に関する基礎研究についての報告である。これらの文献では、アルキル/オリゴオキシエチレン/アルキルトリブロック化合物の合成方法および物性が開示されている。非特許文献4、5には、アルキル/オリゴオキシエチレン/アルキルトリブロック化合物の融点が類似骨格原子数を有するアルカン類と比較して低いことが記載されている。

【0008】

また、アルキル/オリゴオキシエチレン/アルキルトリブロック化合物非イオン界面活性剤 $\text{H}(\text{CH}_2)_n(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_m\text{O}(\text{CH}_2)_n\text{H}$ の合成法が非特許文献10に開示されている。

30

【特許文献1】特公昭45-019494号公報(昭和45年7月3日公開)

【特許文献2】特公昭42-024566号公報(昭和42年11月25日公開)

【特許文献3】英国特許第1105571号明細書

【非特許文献1】Saotome, K.; Sato, K., Bull. Chem. Soc. Jpn. 1966, 39, 485-489

【非特許文献2】Saotome, K.; Sato, K., J. Polym. Sci., Polym. Chem. Ed. 1966, 4, 1303-1309

【非特許文献3】Tyagi, O. S.; Bisht, H. S.; Chatterjee, A. K., J. Phys. Chem. B2004, 108, 3010-3016

【非特許文献4】Fukuhara, K.; Mizawa, T.; Inoue, T.; Kumamoto, H.; Terai, Y.; Matsuura, H.; Viras, K., Phys. Chem. Chem. Phys. 2005, 7, 1457-1463

40

【非特許文献5】Fukuhara, K.; Mizawa, T.; Inoue, T.; Kumamoto, H.; Matsuura, H., J. Phys. Chem. B2004, 108, 515-522

【非特許文献6】Chen, Y.; Olson, K. L.; Baker, G. L., Macromolecules 2002, 35, 3914-3920

【非特許文献7】Chen, Y.; Baker, G. L.; Ding, Y.; Rabolt, J. F., J. Am. Chem. Soc. 1999, 121, 6962-6963

【非特許文献8】Domszy, R. C.; Booth, C., Makromol. Chem. 1982, 183, 1051-1070

【非特許文献9】Teo, H. H.; Swales, T. G. E.; Domszy, R. C.; Heatley, F.; Booth, C., Makromol. Chem. 1983, 184, 861-877

【非特許文献10】Chen, Y.; Baker, G. L., J. Org. Chem. 1999, 64, 6870-6873

50

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

しかしながら、上記従来直鎖アルキル鎖を有する物質の融点や柔軟性等を変化させる方法は、いずれも立体障害を利用して直鎖アルキル鎖の凝集力を制御する方法であるので、直鎖アルキル鎖にメチル基等の側鎖や不飽和結合を導入すると、分子の集合体としての形自体に影響を与えてしまうという問題がある。また、立体障害を利用して物質の凝集力を制御する場合は、その制御の効果が十分ではないという問題がある。

【0010】

また、凝固点降下等の目的のためにはエチレングリコール等のグリコール系化合物が用いられることが多いが、グリコール系は基本的に親水性、高粘度である。

10

【0011】

また、オキサアルカンジカルボン酸及びアルキル/オリゴオキシエチレン/アルキルトリブロック化合物の融点が類似骨格原子数を有するアルカン類と比較して低いとの報告はあるが、これらを用いたポリマーの融点は低下しない場合と低下する場合とが報告されており、かかる分子構造を分子内に導入した場合の効果については不明である。また、どのようなオキサアルカンジカルボン酸及びアルキル/オリゴオキシエチレン/アルキルトリブロック化合物であれば融点が類似骨格原子数を有するアルカン類と比較して低いかは不明である。

【0012】

20

本発明は、上記の問題点に鑑みてなされたものであり、その目的は、分子の集合体としての形自体に影響を与えず、直鎖アルキル鎖を有する物質の凝集力を十分に制御して直鎖アルキル鎖を有する化合物またはこれを含む組成物の物性を改質するための化学物質改質剤（化合物）、及び、これを用いた改質化合物または改質組成物の製造方法、ならびに、これを利用して製造される改質化合物または改質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】

【0013】

本発明に係る化学物質改質剤は、上記課題を解決するために、以下の一般式(1)

$$R^1 - (CH_2)_i - O - [(CH_2)_j - O]_k - (CH_2)_l - R^2 \quad (1)$$

(一般式(1)中、 R^1 および R^2 はそれぞれ独立して水素原子、ヒドロキシル基、メルカプト基、ハロゲン原子、アクリロイルオキシ基、カルボキシル基、アミノ基、シアノ基、又は、ビニル基を示し、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の(a)乃至(h)

30

(a) $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$

(b) $j = 2$ または3、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$

(c) $j = 2$ または3、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$

(d) $j = 2$ または3、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$

(e) $j = 2$ または3、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$

(f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$

40

(g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$

(h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

のいずれかの関係を満たす。)で表される構造を有する化合物であることを特徴としている。

【0014】

上記の構成によれば、直鎖アルキル鎖を有する化合物を製造するときに用いられる当該直鎖アルキル鎖を有する原料の代わりに、上記化学物質改質剤(化合物)を原料として用いて当該化合物を合成することにより、直鎖アルキル鎖を有する化合物の物性が改質された改質化合物を製造することができる。なお、本願明細書において、用語「物質変性剤」が、「化学物質改質剤(化合物)」の同義語として用いられ得る。また用語「変性」また

50

は「改変」が、「改質」の同義語として用いられ得る。

【0015】

また、直鎖アルキル鎖を有する化合物または当該化合物を含む組成物と上記化学物質改質剤（化合物）とを混合することにより、直鎖アルキル鎖を有する化合物の物性が改質された改質組成物を製造することができる。なお、本願明細書において、用語「変性組成物」が、「改質組成物」の同義語として用いられ得る。

【0016】

また、上記の構成によれば、上記化学物質改質剤（化合物）を用いて製造される改質化合物および改質組成物のオキサアルキル鎖が結晶化しようとする際に、直鎖アルキル鎖と同様に、安定構造として平面ジグザグ構造でラメラ状にパッキングする傾向があると考えられる。ここで、上記オキサアルキル鎖は、等方性液体状態では分子鎖が柔軟で無秩序配向をとり、鎖間の酸素原子同士の反発が回避されるために、液体における凝集力は直鎖アルキル鎖とほぼ同じである。しかし上記オキサアルキル鎖は対応する直鎖アルキル鎖に比べ、鎖間の酸素原子同士の反発が結晶化を阻害する。それゆえ、上記オキサアルキル鎖を有する改質化合物または改質組成物では、液体状態では直鎖アルキル鎖を有する化合物または組成物と類似の物性を有しつつ、且つ、融点の低下または消失、ガラス転移点の低下、結晶/液晶転移温度の低下、起泡性の抑制、流動点の低下等、物性の大幅な改質を行うことが可能となる。

【0017】

また、上記構成によれば、直鎖アルキル鎖と、オキサアルキル鎖との立体構造が殆ど変わらないので、分子の集合体としての形自体に及ぼす影響が少ない。それゆえ、立体構造の変化が必然的に付随する直鎖アルキル鎖への側鎖や不飽和結合の導入による物性改変法と比較した場合、立体構造の設計、制御を行う上で有利である。

【0018】

また、上記構成によれば、上記オキサアルキル鎖は、基本的に疎水性であり、水素結合性を有しないために低粘度である。それゆえ、基本的に親水性、高粘度のグリコール系化合物の代わりに、又は、グリコール系化合物に加えて、凝固点降下等の目的のために用いることができる。

【0019】

また、上記構成によれば、上記オキサアルキル鎖の鎖長や、オキサアルキル鎖中の酸素原子及びオキシアルキレン基の位置を調節することにより、材料物性の制御を広範囲に行うことが可能となる。

【0020】

また、上記構成によれば、上記オキサアルキル鎖のような直鎖アルキルエーテル系の化合物の化学的性質は、直鎖アルキル化合物と類似しており毒性が低い。また、エーテル結合は化学的・熱的に安定である。また、仮に分解しても、隣接するアルキル鎖の炭素数が偶数の場合は分解生成物が生分解されやすく、最終生成物も水と二酸化炭素である。それゆえ、環境への負荷が非常に少ないという効果を奏する。

【0021】

また、上記構成によれば、上記オキサアルキル鎖を有する化学物質改質剤（化合物）の合成及びこれを用いた改質化合物の製造において、特殊な方法を用いる必要がなく、ほぼ既存の手法を応用することが可能である。

【0022】

また、上記構成によれば、数種の上記オキサアルキル鎖を混合して用いることにより、直鎖アルキル鎖を有する化合物の物性を連続的に制御することができるという効果を奏する。さらに、数種の上記オキサアルキル鎖を混合して用いる場合、同族体の混合状態は理想混合に近いと考えられるので、物性の予測・設計を行う上で有利である。

【0023】

また、本発明に係る化学物質改質剤（化合物）化合物の製造方法は、上記課題を解決するために、上記改質剤を原料として、直鎖アルキル鎖を有する化合物の物性が改質された

10

20

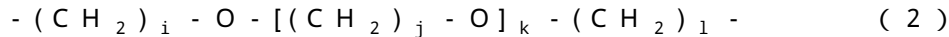
30

40

50

改質化合物を製造する方法であって、

前記改質化合物は、直鎖アルキル鎖を有する化合物の直鎖アルキル鎖が、以下の一般式(2)



(一般式(2)中、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の(a)乃至(h)

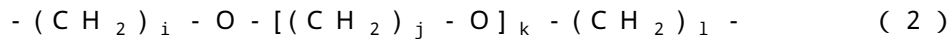
- (a) $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$
- (b) $j = 2$ または3、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$
- (c) $j = 2$ または3、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$
- (d) $j = 2$ または3、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$
- (e) $j = 2$ または3、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$
- (f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$
- (g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$
- (h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

のいずれかの関係を満たす。))

で表される構造を有するオキサアルキル鎖となっていることを特徴としている。

【0024】

換言すれば、本発明に係る改質化合物の製造方法は、上記課題を解決するために、直鎖アルキル鎖を有する化合物の物性が改変された改質化合物であって、前記化合物の前記直鎖アルキル鎖が以下の一般式(2)



(一般式(2)中、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の(a)乃至(h)

- (a) $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$
- (b) $j = 2$ または3、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$
- (c) $j = 2$ または3、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$
- (d) $j = 2$ または3、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$
- (e) $j = 2$ または3、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$
- (f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$
- (g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$
- (h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

のいずれかの関係を満たす。))で表される構造を有するオキサアルキル鎖となっている改質化合物を製造する方法であって、上記化合物を原料として上記改質化合物を合成することを特徴としている。

【0025】

本発明に係る改質化合物の製造方法では、上記改質化合物は、可塑剤、界面活性剤、液晶分子、エラストマー、または、合成樹脂であることが好ましい。

【0026】

上記の構成によれば、フタル酸エステル等の可塑剤のアルキル鎖部分の鎖長を融点の上昇を伴わずに延長することが可能になり、移行性の少ない可塑剤を提供できるという効果を奏する。

【0027】

また、上記の構成によれば、界面活性剤の曇点上昇、融点低下、ゲル領域縮小等の効果により、液体状態での存在領域が広くなり、使用可能温度及び使用可能濃度の領域が拡大するという効果を奏する。また、起泡性が小さく、破泡性が非常に強い界面活性剤を提供することができるという効果を奏する。

【0028】

また、上記の構成によれば、液晶分子の結晶/液晶転移温度を低下させ、液晶発現領域を拡大させることができるという効果を奏する。

【0029】

10

20

30

40

50

また、上記の構成によれば、エラストマーのガラス転移点を降下させ、より低温で柔軟性・ゴム弾性を維持するエラストマーを提供することができるという効果を奏する。

【0030】

また、かかるエラストマーを含む粘着剤は、固化に際し、オキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化が阻害されるので、寒冷地においても使用可能な粘着剤を提供することが可能となる。

【0031】

また、上記の構成によれば、合成樹脂に可塑剤を添加することなく、柔軟な材料を作製することができるという効果を奏する。

【0032】

本発明に係る改質化合物は上記改質化合物の製造方法によって製造されたことを特徴としている。

【0033】

また、本発明に係る改質組成物の製造方法は、直鎖アルキル鎖を有する化合物または当該化合物を含む組成物の物性が改変された改質組成物を製造する方法であって、前記化合物または組成物と上記化学物質改質剤（化合物）とを混合する方法であってもよい。

【0034】

上記の構成によれば、前記化合物または組成物と上記化学物質改質剤（化合物）とを混合するだけで、簡単に直鎖アルキル鎖を有する化合物または当該化合物を含む組成物の物性を改変することができる。

【0035】

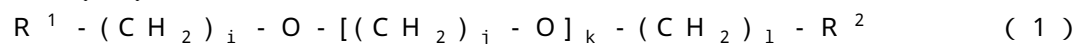
本発明に係る改質組成物の製造方法では、上記改質組成物は、可塑剤、界面活性剤、液晶分子、エラストマー、または、合成樹脂であることが好ましい。

【0036】

本発明に係る改質組成物は上記改質組成物の製造方法によって製造されたことを特徴としている。

【0037】

また、本発明に係る抑泡剤又は抑泡剤改質剤は、上記課題を解決するために、以下の一般式（1）



（一般式（1）中、 R^1 は水素原子を示し、 R^2 はヒドロキシル基又はカルボキシル基を示し、 i 及び l はそれぞれ独立して 2 以上 20 以下の整数であり、 j は 2 以上 12 以下の整数であり、 k は 0 以上 7 以下の整数であって、以下の（a）乃至（h）

（a） $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$

（b） $j = 2$ または 3 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$

（c） $j = 2$ または 3 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$

（d） $j = 2$ または 3 、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$

（e） $j = 2$ または 3 、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$

（f） $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$

（g） $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$

（h） $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

のいずれかの関係を満たす。）で表される構造を有する化合物を含むことを特徴としている。

【0038】

本発明に係る抑泡剤は、上記一般式（1）で表される化合物が上記オキサアルキル鎖を有するため、分子集合体形成に際し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害される。それゆえ、泡沫やエマルジョン膜構造が不安定になる。これにより、起泡性が抑制されるとともに破泡性に優れ、泡沫やエマルジョンを効果的に破壊することができる。また、シリコン系抑泡剤と比べて低価格で環境負荷が少ない抑泡剤を開発することができるという効果を奏する。

10

20

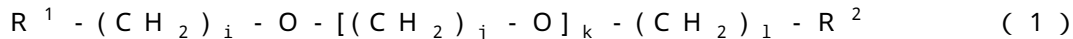
30

40

50

【0039】

また、本発明に係る潤滑油又は潤滑油改質剤は、上記課題を解決するために、以下の一般式(1)



(一般式(1)中、 R^1 は水素原子又はハロゲン原子を示し、 R^2 は水素原子又はハロゲン原子を示し、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の(a)乃至(h)

- (a) $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$
- (b) $j = 2$ または3、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$
- (c) $j = 2$ または3、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$
- (d) $j = 2$ または3、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$
- (e) $j = 2$ または3、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$
- (f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$
- (g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$
- (h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

のいずれかの関係を満たす。)で表される構造を有する化合物を含むことを特徴としている。

【0040】

本発明に係る潤滑油は上記一般式(1)で表される化合物が低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、これを単独で潤滑油として使用することができるし、従来の潤滑油に改質剤として配合して使用することもできる。

【0041】

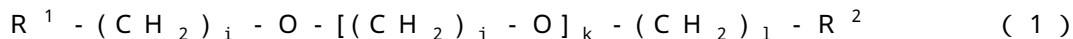
本発明の潤滑油又は潤滑油改質剤は低低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、特に航空機または寒冷地仕様の自動車又は動力エンジン等の低温度特性が要求される潤滑油として優れている。

【0042】

上記の構成によれば、上記潤滑油は上記オキサアルキル鎖を有するため、固化に際し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化を阻害する。それゆえ、流動点の低い潤滑油を提供することが可能となる。

【0043】

また、本発明に係る作動油又は作動油改質剤は、上記課題を解決するために、以下の一般式(1)



(一般式(1)中、 R^1 は水素原子又はハロゲン原子を示し、 R^2 は水素原子又はハロゲン原子を示し、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の(a)乃至(h)

- (a) $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$
- (b) $j = 2$ または3、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$
- (c) $j = 2$ または3、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$
- (d) $j = 2$ または3、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$
- (e) $j = 2$ または3、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$
- (f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$
- (g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$
- (h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

のいずれかの関係を満たす。)で表される構造を有する化合物を含むことを特徴としている。

【0044】

本発明に係る作動油は上記一般式(1)で表される化合物が低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、これを単独で作動油として使用することもできるし、従来の作動油に改質剤として配合して使用することもできるという特徴を

10

20

30

40

50

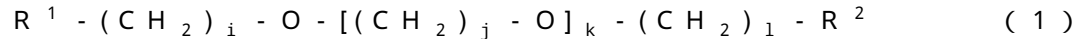
有している。

【0045】

上記の構成によれば、上記作動油は上記オキサアルキル鎖を有するため、固化に際し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化を阻害する。それゆえ、流動点の低い作動油を提供することが可能となる。

【0046】

また、本発明に係る粘度指数調整剤は、上記課題を解決するために、以下の一般式(1)



(一般式(1)中、 R^1 は水素原子又はハロゲン原子を示し、 R^2 は水素原子又はハロゲン原子を示し、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の(a)乃至(h)

- (a) $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$
 (b) $j = 2$ または3、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$
 (c) $j = 2$ または3、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$
 (d) $j = 2$ または3、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$
 (e) $j = 2$ または3、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$
 (f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$
 (g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$
 (h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

のいずれかの関係を満たす。)で表される構造を有する化合物を含むことを特徴としている。

【0047】

本発明に係る粘度指数調整剤は上記一般式(1)で表される化合物はが低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、これを単独で粘度指数調整剤に使用することもできるし、従来の粘度指数調整剤に改質剤として配合して使用することができるという特徴を有している。

【0048】

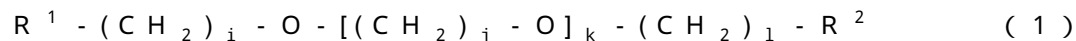
上記の構成によれば、上記粘度指数調整剤は上記オキサアルキル鎖を有するため、固化に際し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化を阻害する。それゆえ、流動点の低い粘度指数調整剤を提供することが可能となる。

【0049】

本発明の粘度指数調整剤は低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、特に航空機、寒冷地仕様の自動車エンジン等の低温度物性が要求される各種オイルの粘度指数調整剤として優れている。

【0050】

また、本発明に係る塗料配合剤は、上記課題を解決するために、以下の一般式(1)



(一般式(1)中、 R^1 は水素原子又はハロゲン原子を示し、 R^2 は水素原子又はハロゲン原子を示し、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の(a)乃至(h)

- (a) $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$
 (b) $j = 2$ または3、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$
 (c) $j = 2$ または3、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$
 (d) $j = 2$ または3、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$
 (e) $j = 2$ または3、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$
 (f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$
 (g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$
 (h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

のいずれかの関係を満たす。)で表される構造を有する化合物を含むことを特徴としてい

10

20

30

40

50

る。

【0051】

本発明に係る塗料配合剤は上記一般式(1)で表される化合物が低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、これを単独で塗料配合剤として使用することもできるし、従来の塗料配合剤に改質剤として配合して使用することができるという特徴を有している。

【0052】

上記の構成によれば、上記塗料配合剤は上記オキサアルキル鎖を有するため、固化に際し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化を阻害する。それゆえ、流動点の低い塗料配合剤を提供することが可能となる。

10

【0053】

本発明の塗料配合剤は低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、特に寒冷地仕様の塗料のように低温物性が要求される塗料配合剤として優れている。これまで寒冷地用の塗料の粘度調整には、温度を昇温維持したり、溶媒を余分に配合したり、面倒な操作が必要であったが、最近では、溶媒の使用が極度に低減されているのでこれらの方法はいずれも適切な方法とは言えない。

【0054】

本発明の塗料配合剤として具体的には、チキソ剤またはレベリング剤等の塗料配合剤の用途に利用できる。

【0055】

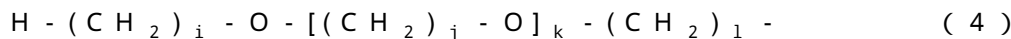
20

また、本発明に係る界面活性剤又は界面活性剤改質剤は、上記課題を解決するために、以下の一般式(3)



で表される構造を有する界面活性剤又は界面活性剤改質剤において、

R^3 が以下の一般式(4)



(一般式(4)中、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の(a)乃至(h)

- (a) $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$
- (b) $j = 2$ または 3 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$
- (c) $j = 2$ または 3 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$
- (d) $j = 2$ または 3 、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$
- (e) $j = 2$ または 3 、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$
- (f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$
- (g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$
- (h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

30

のいずれかの関係を満たす。)で表される構造を有する化合物を用いることを特徴としている。

【0056】

また、本発明に係る界面活性剤又は界面活性剤改質剤では、上記一般式(3)中、親水基は $-COONa$ 、 $-COOK$ 、又は、 $-(OCH_2CH_2)_nOH$ であってもよい。なお、ここで、 n は3以上40以下であることが好ましい。また、本発明に係る抑泡剤又は抑泡剤改質剤は、上記界面活性剤を含んでもよい。

40

【0057】

本発明に係る界面活性剤は、上記一般式(3)で表される化合物が低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、これを単独で界面活性剤に使用することもできるし、従来の界面活性剤に改質剤として配合して使用することができるという特徴を有している。

【0058】

上記の構成によれば、上記界面活性剤は上記オキサアルキル鎖を有するため、固化に際

50

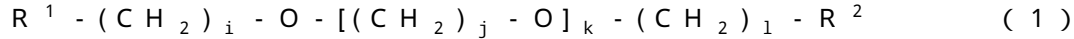
し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化を阻害する。それゆえ、流動点の低い界面活性剤を提供することが可能となる。

【0059】

本発明の界面活性剤は低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、特に低温仕様又は寒冷地仕様の界面活性剤のように低温物性が要求される界面活性剤として優れている。

【0060】

また本発明に係る可塑剤又は可塑剤改質剤は、以下の一般式(1)



(一般式(1)中、 R^1 は水素原子又はハロゲン原子を示し、 R^2 は水素原子又はハロゲン原子を示し、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の(a)乃至(h)

(a) $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$

(b) $j = 2$ または3、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$

(c) $j = 2$ または3、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$

(d) $j = 2$ または3、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$

(e) $j = 2$ または3、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$

(f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$

(g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$

(h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

のいずれかの関係を満たす。) 20

で表される構造を有する化学物質改質剤を含むことを特徴としている。

【0061】

本発明に係る可塑剤は、上記一般式(1)で表される化合物が低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、これを単独で可塑剤として使用することもできるし、従来の可塑剤に改質剤として配合して使用することができるという特徴を有している。

【0062】

上記の構成によれば、上記可塑剤は上記オキサアルキル鎖を有するため、固化に際し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化を阻害する。それゆえ、流動点の低い可塑剤を提供することが可能となる。 30

【0063】

本発明の可塑剤は低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、特に低温仕様又は寒冷地仕様の可塑剤のように低温物性が要求される可塑剤として優れている。

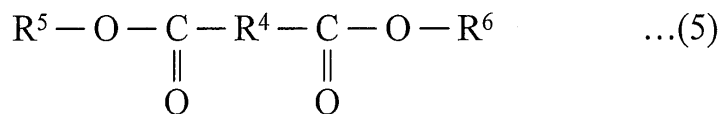
【0064】

また本発明に係る新規ジカルボン酸ジエステル化合物は、

下記一般式(5)で表されるジカルボン酸ジエステル化合物であって、

【0065】

【化1】



【0066】

上記一般式(5)における R^4 は、下記一般式(6)



(一般式(6)中、 a は1以上12以下の整数である。)

下記一般式(7)

【0067】

10

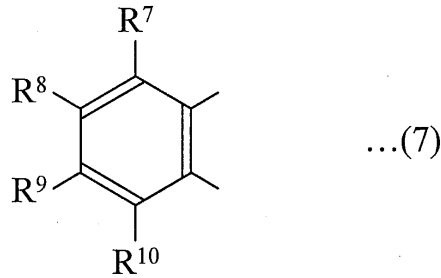
20

30

40

50

【化2】

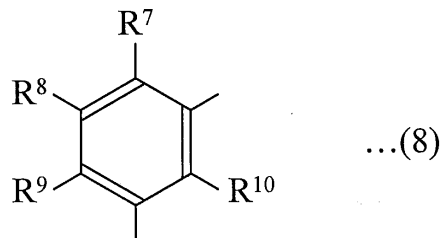


【0068】

、下記一般式(8)

【0069】

【化3】

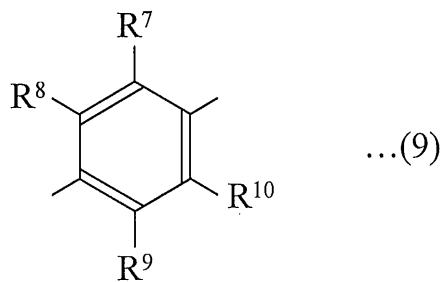


【0070】

、又は下記一般式(9)

【0071】

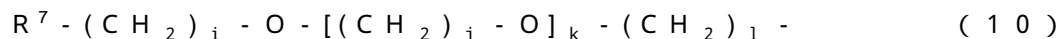
【化4】



【0072】

(一般式(7)~(9)における $R^7 \sim R^{10}$ は、それぞれ独立して、水素原子、ハロゲン原子、炭素数1~18のアルキル基であって当該アルキル基中の1個又はそれ以上の炭素原子が酸素原子で置換されていてもよいアルキル基、又は、オキサアルキル基)であり

上記一般式(5)における R^5 および R^6 は、下記一般式(10)



(一般式(10)中、 R^7 は水素原子、ヒドロキシル基、ハロゲン原子、カルボキシル基を示し、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の(a)乃至(h)

(a) $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$ (b) $j = 2$ または3、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$ (c) $j = 2$ または3、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$ (d) $j = 2$ または3、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$ (e) $j = 2$ または3、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$ (f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$ (g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$ (h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

10

20

30

40

50

のいずれかの関係を満たす。R⁵ および R⁶ は互いに同一であっても異なってもよい。))

で表される基であることを特徴としている。

【0073】

本発明は、上記新規ジカルボン酸ジエステル化合物を含む、可塑剤又は可塑剤改質剤、抑泡剤又は抑泡剤改質剤、潤滑油又は潤滑油改質剤、作動油又は作動油改質剤、粘度指数調整剤、塗料配合剤、界面活性剤又は界面活性剤改質剤も包含する。

【0074】

上記ジカルボン酸ジエステル化合物は従来見出されていない新規化合物である。また上記ジカルボン酸エステル化合物は、オキサアルキル鎖を有する化合物である。よって上記新規ジカルボン酸エステル化合物は、既述のごとく、液体状態では直鎖アルキル鎖を有する化合物と類似の物性を有しつつ、融点の低下または消失、ガラス転移点の低下、結晶/液晶転移温度の低下、起泡性の抑制、流動点の低下等、物性の大幅な改変がなされている。それゆえ、上記ジカルボン酸ジエステル化合物は、可塑剤又は可塑剤改質剤、抑泡剤又は抑泡剤改質剤、潤滑油又は潤滑油改質剤、作動油又は作動油改質剤、粘度指数調整剤、塗料配合剤、界面活性剤又は界面活性剤改質剤に好適に利用され得る。

10

【0075】

本発明に係る可塑剤は、上記一般式(5)で表される新規ジカルボン酸ジエステル化合物が低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、これを単独で使用することもできるし、従来の可塑剤に改質剤として配合して使用することができるという特徴を有している。

20

【0076】

上記の構成によれば、上記可塑剤は上記オキサアルキル鎖を有するため、固化に際し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化を阻害する。それゆえ、流動点の低い可塑剤を提供することが可能となる。

【0077】

本発明の可塑剤は低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、特に低温仕様又は寒冷地仕様の可塑剤のように低温度物性が要求される可塑剤として優れている

30

本発明に係る抑泡剤は、上記一般式(5)で表される新規ジカルボン酸ジエステル化合物が、上記オキサアルキル鎖を有するため、分子集合体形成に際し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害される。それゆえ、泡沫やエマルジョン膜構造が不安定になる。これにより、起泡性が抑制されるとともに破泡性に優れ、泡沫やエマルジョンを効果的に破壊することができる。また、シリコン系抑泡剤と比べて低価格で環境負荷が少ない抑泡剤を開発することができるという効果を奏する。

【0078】

本発明に係る潤滑油は上記一般式(5)で表される新規ジカルボン酸ジエステル化合物が低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、これを単独で使用することもできるし、従来の潤滑油に改質剤として配合して使用することができるという特徴を有している。

40

【0079】

本発明の潤滑油又は潤滑油改質剤は低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、特に航空機または寒冷地仕様の自動車又は動力エンジン等の低温度物性が要求される潤滑油として優れている。

【0080】

上記の構成によれば、上記潤滑油は上記オキサアルキル鎖を有するため、固化に際し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化を阻害する。それゆえ、流動点の低い潤滑油を提供することが可能となる。

【0081】

50

本発明に係る作動油は、上記一般式(5)で表される新規ジカルボン酸ジエステル化合物が低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、これを単独で作動油として使用することもできるし、従来の潤滑油に改質剤として配合して使用することができるという特徴を有している。

【0082】

上記の構成によれば、上記作動油は上記オキサアルキル鎖を有するため、固化に際し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化を阻害する。それゆえ、流動点の低い作動油を提供することが可能となる。

本発明の粘度指数調整剤は低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、特に航空機、寒冷地仕様の自動車エンジン等の低温度物性が要求される各種オイルの粘度指数調整剤として優れている。

10

【0083】

本発明に係る粘度指数調整剤は上記一般式(5)で表される新規ジカルボン酸ジエステル化合物が低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、これを単独で粘度指数調整剤として使用することもできるし、従来の粘度指数調整剤に改質剤として配合して使用することができるという特徴を有している。

【0084】

上記の構成によれば、上記粘度指数調整剤は上記オキサアルキル鎖を有するため、固化に際し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化を阻害する。それゆえ、流動点の低い粘度指数調整剤を提供することが可能となる。

20

【0085】

本発明の粘度指数調整剤は低低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、特に航空機、寒冷地仕様の自動車エンジン等の低温度物性が要求される各種オイルの粘度指数調整剤として優れている。

【0086】

本発明に係る塗料配合剤は上記一般式(5)で表される新規ジカルボン酸ジエステル化合物が低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、これを単独で塗料配合剤として使用することもできるし、従来の塗料配合剤に改質剤として配合して使用することができるという特徴を有している。

【0087】

上記の構成によれば、上記塗料配合剤は上記オキサアルキル鎖を有するため、固化に際し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化を阻害する。それゆえ、流動点の低い塗料配合剤を提供することが可能となる。

30

【0088】

本発明の塗料配合剤は低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、特に寒冷地仕様の塗料のように低温度物性が要求される塗料配合剤として優れている。

【0089】

本発明の塗料配合剤として具体的には、チキソ剤またはレベリング剤等の塗料配合剤の用途に利用できる。

40

【0090】

本発明に係る界面活性剤は、上記一般式(5)で表される新規ジカルボン酸ジエステル化合物が低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、これを単独で使用することもできるし、従来の界面活性剤に改質剤として配合して使用することができるという特徴を有している。

【0091】

上記の構成によれば、上記界面活性剤は上記オキサアルキル鎖を有するため、固化に際し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化を阻害する。それゆえ、流動点の低い界面活性剤を提供することが可能となる。

【0092】

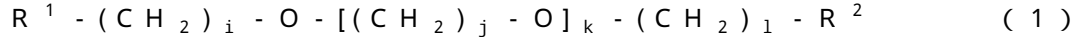
50

本発明の界面活性剤は低温流動性および流動性の温度依存性が小さいという特徴に優れているので、特に低温仕様又は寒冷地仕様の界面活性剤のように低温度物性が要求される界面活性剤として優れている。

【発明の効果】

【0093】

本発明に係る化学物質改質剤（化合物）は、以上のように、以下の一般式（1）



（一般式（1）中、 R^1 および R^2 はそれぞれ独立して水素原子、ヒドロキシル基、メルカプト基、ハロゲン原子、アクリロイルオキシ基、カルボキシル基、アミノ基、シアノ基、又は、ビニル基を示し、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の（a）乃至（h）

- （a） $k = 0$ 、及び、 $i + l \leq 6$
- （b） $j = 2$ または3、 $k = 1$ 、及び、 $i + l \leq 8$
- （c） $j = 2$ または3、 $k = 2$ 、及び、 $i + l \leq 10$
- （d） $j = 2$ または3、 $k = 3$ 、及び、 $i + l \leq 12$
- （e） $j = 2$ または3、 $k \leq 4$ 、及び、 $i + l \leq 3k$
- （f） $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l \leq 6$
- （g） $j = 4$ 、 $k \leq 2$ 、及び、 $i + l \leq 8$
- （h） $j > 5$ 、 $i \leq 2$ 、及び、 $l \leq 2$

のいずれかの関係を満たす。)で表される構造を有するので、上記化合物を用いて製造される改質化合物および改質組成物における、上記オキサアルキル鎖が、等方性液体状態では分子鎖が柔軟で無秩序配向をとり、鎖間の酸素原子同士の反発が回避されるために、液体における凝集力は直鎖アルキル鎖とほぼ同じである。しかし上記オキサアルキル鎖は対応する直鎖アルキル鎖に比べ、鎖間の酸素原子同士の反発が結晶化を阻害する。それゆえ、液体状態では直鎖アルキル鎖と類似の物性を示し、且つ、上記オキサアルキル鎖では融点の低下・消失、ガラス転移点の低下、結晶/液晶転移温度の低下、起泡性の抑制、流動点の低下等、物性の大幅な改変を行うことが可能となる。

【0094】

本発明によれば、可塑剤又は可塑剤改質剤、抑泡剤又は抑泡剤改質剤、潤滑油又は潤滑油改質剤、作動油又は作動油改質剤、粘度指数調整剤、塗料配合剤、界面活性剤又は界面活性剤改質剤等に好適に利用され得る新規ジカルボン酸ジエステル化合物を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0095】

本発明の一実施形態について説明すると以下の通りである。本発明者らは、上記課題に鑑み、鋭意検討した結果、直鎖アルキル鎖を有する化合物が有する当該直鎖アルキル鎖が一定の構造を有するオキサアルキル鎖で置き換えられた改質化合物が、オキサアルキル鎖部分が直鎖アルキル鎖である場合の化合物と比較して、驚くべきことに、融点、曇点、ゲル領域、起泡性等といった、相互に関連性のないと思われるような多岐にわたる物性においても顕著に改変されていることを見出した。そしてかかるオキサアルキル鎖を有する前記化合物を用いて、例えば、界面活性剤であれば、前記化合物と親水基とを反応させることや、かかる前記化合物と改質すべき化合物または当該化合物を含む組成物とを混合することにより、直鎖アルキル鎖を有する化合物および組成物の物性を大きく改変することができることを見出し、本発明を完成させるに至った。

【0096】

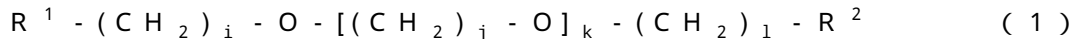
以下、本発明を、（I）化学物質改質剤（化合物）、（II）改質化合物および改質組成物の製造方法、（III）改質化合物及び化学物質改質剤（化合物）のその他の利用、（IV）新規ジカルボン酸ジエステル化合物の順に説明する。

【0097】

(I) 化学物質改質剤 (化合物)

(I - 1) 前記化合物

本発明に係る前記化合物は、以下の一般式 (1)



(一般式 (1) 中、 R^1 および R^2 はそれぞれ独立して水素原子、ヒドロキシル基、メルカプト基、ハロゲン原子、アクリロイルオキシ基、カルボキシル基、アミノ基、シアノ基、又は、ビニル基を示し、 i 及び l はそれぞれ独立して 2 以上 20 以下の整数であり、 j は 2 以上 12 以下の整数であり、 k は 0 以上 7 以下の整数であって、以下の (a) 乃至 (h)

- (a) $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$
- (b) $j = 2$ または 3、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$
- (c) $j = 2$ または 3、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$
- (d) $j = 2$ または 3、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$
- (e) $j = 2$ または 3、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$
- (f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$
- (g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$
- (h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

のいずれかの関係を満たす。) で表される構造を有する化合物であればよい。

【 0 0 9 8 】

本発明の前記化合物は、例えば、 i) 直鎖アルキル鎖を有する化合物の当該直鎖アルキル鎖の部分がオキサアルキル鎖となっている改質化合物を製造する方法、 i) 直鎖アルキル鎖を有する化合物または当該化合物を含む組成物に混合して改質組成物を製造する方法等により、直鎖アルキル鎖を有する化合物または当該化合物を含有する組成物の物性を改変するために用いることができる。

【 0 0 9 9 】

ここで、上記「直鎖アルキル鎖を有する化合物」とは、炭素数が 7 以上 135 以下の直鎖アルキル鎖を有する化合物であれば特に限定されるものではないが、より好ましくは炭素数が 7 以上 40 以下、さらに好ましくは 9 以上 30 以下、特に好ましくは 9 以上 24 以下の直鎖アルキル基を有する化合物である。かかる化合物は、低分子化合物であってもよいし高分子化合物であってもよい。また、直鎖アルキル鎖を主鎖に有するものであってもよいし、側鎖に有するものであってもよい。

【 0 1 0 0 】

また、物性が改変された改質化合物とは、融点が低下するように改変された化合物、融点が消失するように改変された化合物、ガラス転移点が低下するように改変された化合物、結晶 / 液晶転移温度が低下するように改変された化合物、起泡性が抑制されるように改変された化合物、流動点が低下するように改変された化合物等をいう。また、物性が改変された改質組成物とは、融点が低下するように改変された組成物、融点が消失するように改変された組成物、ガラス転移点が低下するように改変された組成物、結晶 / 液晶転移温度が低下するように改変された組成物、起泡性が抑制されるように改変された組成物、流動点が低下するように改変された組成物等をいう。

【 0 1 0 1 】

ここで、融点の低下または消失、ガラス転移点の低下、結晶 / 液晶転移温度の低下、流動点の低下、起泡性の抑制等がおこる理由は以下のように考えられる。上記一般式 (1) で表される構造に含まれるオキサアルキル鎖は、上記 i 、 j 、 k 及び l を満たす範囲では、平面ジグザク構造をとる。すなわち、本来 $-OCH_2-CH_2CH_2-$ や $-OCH_2-CH_2O-$ では、 CH_2-CH_2 単結合はゴーシュ形の配置をとることが安定であるが、隣接するアルキル鎖が一定の長さ以上である場合には、アルキル鎖の凝集力のために結晶状態でトランス形の配置をとることが安定となる。すなわち、上記オキサアルキル鎖は、オキサアルキレン基を含んでいるにもかかわらず、上記 i 、 j 、 k 及び l を満たす範囲では、アルキル基の凝集力のために、鎖全体としては結晶状態でトランス形が安定となるた

10

20

30

40

50

めに平面ジグザク構造をとる。

【0102】

このように平面ジグザク構造をとるオキサアルキル鎖は、結晶化しようとする際に、直鎖アルキル鎖と同様に、安定構造として平面ジグザク構造でラメラ状にパッキングする傾向があると考えられる。しかし、直鎖アルキル鎖の場合と異なり、上記オキサアルキル鎖では、ラメラ状にパッキングしようとするときに、図1に示すように分子間で酸素が静電反発して、パッキング斥力として働き、結晶化を阻害すると考えられる。このように、上記オキサアルキル鎖では、対応する直鎖アルキル鎖に比べ、酸素間の静電反発により結晶化が阻害されるので、融点の低下または消失、ガラス転移点の低下、結晶/液晶転移温度の低下、流動点の低下等といった多岐にわたる物性の改変がおこると考えられる。

10

【0103】

また、オキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害されるために、泡沫やエマルジョン膜構造が不安定になる。これにより、起泡性が抑制されるとともに破泡性に優れ、泡沫やエマルジョンを効果的に破壊することができると考えられる。

【0104】

また、上記オキサアルキル鎖においては、両端のアルキレン基に挟まれる $i - O - [(CH_2)_j - O]_k -$ 部分は、当該オキサアルキル鎖の中心に位置していることがより好ましい。これにより、オキサアルキル鎖は、安定な平面ジグザク構造をとりやすいため、本発明により好適に用いることができる。本発明者らは、 $(CH_2)_i - O - [(CH_2)_2 - O]_4 - (CH_2)_{12-i}$ において、 i を変化させたオキサアルキル鎖を赤外線吸収および DSC (示差走査熱量計) を用いて解析した。その結果、両端のアルキレン基の長さの比 $i/1$ が例えば 0.35 ~ 2.7 の範囲で非常に好適であることを見出した。

20

【0105】

また、上記オキサアルキル鎖においては、上記 i 、 j 及び l は、偶数であることがより好ましい。このように上記 i 、 j 及び l が偶数であることにより、得られる物質の生分解性が向上するため、環境への負荷を低減することができる。

【0106】

本発明では、上記化合物を用いて、直鎖アルキル鎖を有する化合物を製造するために用いられる直鎖アルキル鎖を有する原料の代わりに、オキサアルキル鎖を有する原料としての上記化合物を用いて改質化合物を合成することにより、直鎖アルキル鎖を有する化合物の物性が改変された改質化合物を製造することができる。かかる場合、上記化合物としては、少なくとも1つの反応性官能基を有する前記化合物を用いる。すなわち、上記一般式(1)中、 R^1 および R^2 の少なくともいずれかは、ヒドロキシル基、メルカプト基、ハロゲン原子、アクリロイルオキシ基、カルボキシル基、アミノ基、シアノ基、又は、ビニル基である化合物を用いる。これにより、目的とする改質化合物を合成するための、他の原料と反応させることができる。

30

【0107】

また、本発明では、直鎖アルキル鎖を有する化合物または当該化合物を含む組成物と上記化合物とを混合することにより、直鎖アルキル鎖を有する化合物の物性が改変された改質組成物を製造することができる。かかる場合、上記化合物としては、一般式(1)中、 R^1 および R^2 はそれぞれ独立して水素原子、ヒドロキシル基、メルカプト基、ハロゲン原子、アクリロイルオキシ基、カルボキシル基、アミノ基、シアノ基、又は、ビニル基である上記化合物を用いればよい。

40

【0108】

さらに、本発明では、上記化合物を、目的化合物に導入することにより、物性が改変された改質化合物を製造することができる。かかる目的化合物は低分子化合物であってもよいし、高分子化合物であってもよい。また、上記目的化合物は直鎖アルキル鎖を有していてもよいし有していなくてもよい。また、上記目的化合物に上記化合物を導入する場合は、直鎖アルキル鎖を導入する場合よりも、融点の低下・消失、ガラス転移点の低下、結晶/液晶転移温度の低下、起泡性の抑制、流動点の低下等がより顕著である。かかる場合、

50

上記化合物としては、少なくとも1つの反応性官能基を有する化合物を用いる。すなわち、上記一般式(1)中、 R^1 および R^2 の少なくともいずれかは、ヒドロキシル基、メルカプト基、ハロゲン原子、アクリロイルオキシ基、カルボキシル基、アミノ基、シアノ基、又は、ビニル基である化合物を用いる。これにより、上記化合物を、化合物に導入することができる。

【0109】

(I-2) 化学物質改質剤(化合物)の製造方法

上記化合物の製造方法は特に限定されるものではなく、従来公知の方法を用いて好適に製造することができる。

【0110】

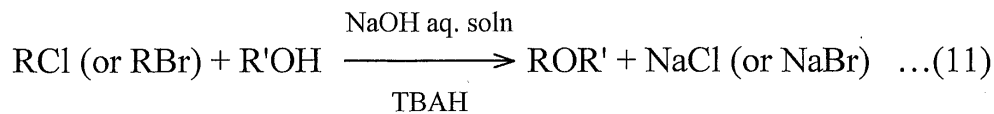
以下に、上記化合物の製造方法の一例を示すが、上記化合物の製造方法はこれに限定されるものではない。

【0111】

上記一般式(1)中、 $k=0$ である場合の上記化合物、例えば、 $H-(CH_2)_i-O-(CH_2)_1-H$ は、以下の反応式(11)

【0112】

【化5】



【0113】

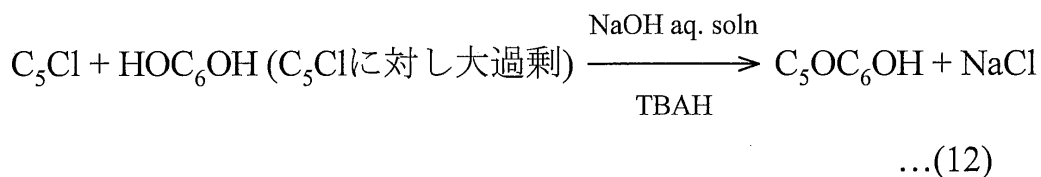
により合成することができる。すなわち RCl (又は RBr)等のハロゲン化アルキルと、アルコール $R'OH$ とを、水酸化ナトリウム水溶液中で、相間移動触媒(例えば、硫酸水素テトラブチルアンモニウム: TBAH (tetrabutylammonium hydrogensulfate))存在下で反応させればよい。

【0114】

また、例えば、 $H-(CH_2)_i-O-(CH_2)_1-OH$ は、以下の反応式(12)

【0115】

【化6】



【0116】

に例示するように、 RCl (又は RBr)等のハロゲン化アルキル(反応式(12)中では、 C_5Cl が例示されている。反応式(12)中、 C_5 及び C_6 は水素原子を省略した記載となっている。なお、以下本明細書においては、水素原子を省略して記載することができる。)と、アルキレングリコール $HOR'OH$ (反応式(12)中では、 HOC_6OH が例示されている。)とを、水酸化ナトリウム水溶液中で、相間移動触媒(例えば、硫酸水素テトラブチルアンモニウム)存在下で反応させればよい。なお、このときに、アルキレングリコール $HOR'OH$ を、ハロゲン化アルキルに対して大過剰に用いる。

【0117】

また、上記一般式(1)中、 $k=1$ である場合の上記化合物、例えば、 $H-(CH_2)_i-O-[(CH_2)_j-O]_k-(CH_2)_1-OH$ は、例えば以下の反応式(13)

【0118】

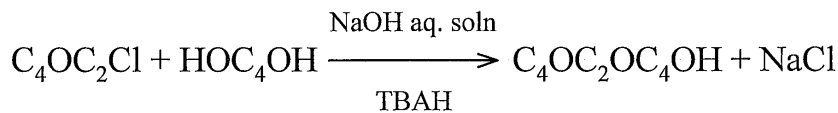
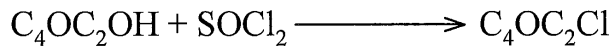
10

20

30

40

【化7】



...(13)

10

【0119】

に示すように、上述した方法で製造した $H - (CH_2)_i - O - (CH_2)_1 - OH$ の末端 O H 基を、塩化チオニル等でハロゲン原子に置換し、上記反応式(12)と同様の方法でオキサルキレン基を導入すればよい。また、さらに同様の方法で鎖を延長することができる。

上記方法により製造される上記化合物は、例えば、99.5%以上の高純度に精製することができる。

【0120】

なお、上記化合物の製造方法は、これに限定されるものではなく、例えば、ハロゲン化アルキルの代わりにトルエンスルホン酸エステルを用いる方法、環状エーテルをアルキル鎖に開環重合させる方法等を用いてもよい。

20

【0121】

(II) 改質化合物および改質組成物の製造方法

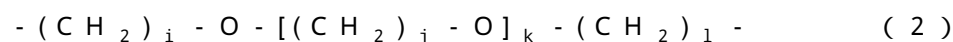
(II-1) 改質化合物の製造方法

本発明にかかる改質化合物の製造方法は、直鎖アルキル鎖を有する化合物の物性が改変された改質化合物の製造方法である。

【0122】

本発明では、直鎖アルキル鎖を有する化合物の物性が改変された改質化合物を製造するために、直鎖アルキル鎖を有する化合物の当該直鎖アルキル鎖が以下の一般式(2)

30



(一般式(2)中、 i 及び 1 はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の(a)乃至(h)

(a) $k = 0$ 、及び、 $i + 1 \leq 6$

(b) $j = 2$ または 3 、 $k = 1$ 、及び、 $i + 1 \leq 8$

(c) $j = 2$ または 3 、 $k = 2$ 、及び、 $i + 1 \leq 10$

(d) $j = 2$ または 3 、 $k = 3$ 、及び、 $i + 1 \leq 12$

(e) $j = 2$ または 3 、 $k = 4$ 、及び、 $i + 1 \leq 3k$

(f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + 1 \leq 6$

(g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + 1 \leq 8$

40

(h) $j > 5$ 、 $i \leq 2$ 、及び、 $1 \leq 2$

のいずれかの関係を満たす。)

で表される構造を有するオキサアルキル鎖となっている改質化合物を、上記化合物を原料として合成することにより製造する。言い換えれば、直鎖アルキル鎖を有する化合物の製造における直鎖アルキル鎖を有する原料の代わりに、上記オキサアルキル鎖を有する原料としての化合物を用いて改質化合物を合成する。

【0123】

なお、ここで、直鎖アルキル鎖を有する化合物の製造における直鎖アルキル鎖を有する原料の代わりに、上記オキサアルキル鎖を有する原料としての化合物を用いて改質化合物を合成するとは、直鎖アルキル鎖を有する原料の全てに代わって上記オキサアルキル鎖を

50

有する原料としての化合物を用いる場合に限定されるものではなく、直鎖アルキル鎖を有する原料に加えて上記オキサアルキル鎖を有する原料としての化合物を用いる場合も含まれる。

【0124】

改質化合物の原料として、直鎖アルキル鎖を有する原料と上記オキサアルキル鎖を有する原料としての化合物とを用いれば、直鎖アルキル鎖を有する化合物と、上記オキサアルキル鎖を有する改質化合物との混合物を得ることができる。これにより、物性の改変を調節することができる。また、改質化合物が、高分子化合物である場合には、直鎖アルキル鎖を有する原料と上記オキサアルキル鎖を有する原料としての化合物とを用いれば、複数のアルキル鎖を持つ化合物に部分的にオキサアルキル鎖を導入することができる。これにより物性の改変を調節できる。

10

【0125】

また、上記オキサアルキル鎖を有する原料としての化合物は、1種類を単独で用いてもよいし、複数の種類を組み合わせ用いてもよい。化合物の複数の種類を組み合わせ用いることにより、直鎖アルキル鎖を有する化合物の物性を連続的に制御することができる。さらに、化合物の複数の種類を組み合わせ用いる場合、同族体の混合状態は理想混合に近いと考えられるので、物性の予測および設計を行う上で有利である。

【0126】

直鎖アルキル鎖を有する原料の代わりに上記オキサアルキル鎖を有する原料を用いて改質化合物を合成する方法としては、特に限定されるものではないが、例えば、界面活性剤を例に挙げて説明すれば、原料として、直鎖ハロゲン化アルキル、直鎖第一級アルコール、アルキルアミン等の代わりに、上記オキサアルキル鎖を有する酸素含有直鎖ハロゲン化アルキル、上記オキサアルキル鎖を有する第一級アルコール、上記オキサアルキル鎖を有するアミン等を用いて常法に従って界面活性剤を合成すればよい。

20

【0127】

上記改質化合物は、特に限定されるものではないが、例えば、可塑剤、界面活性剤、液晶分子、エラストマー、合成樹脂等であることが好ましい。

【0128】

また、上記直鎖アルキル鎖は、例えば、上記界面活性剤中においては親油基（疎水基）として、液晶分子ではソフトセグメントとして、上記エラストマーにおいては軟質ブロックとして、上記合成樹脂では主鎖または側鎖として存在する。

30

【0129】

上記改質化合物が、可塑剤である場合には、上記化合物と例えばフタル酸等とを反応させることにより、上記改質化合物を製造することができる。

【0130】

また、上記改質化合物が、界面活性剤である場合には、上記化合物を濃硫酸等で硫酸化する方法や、上記化合物にエチレンオキシドを付加重合する方法等で、親水基を導入し、上記改質化合物を製造することができる。

【0131】

また、上記改質化合物が、液晶分子である場合には、上記化合物と例えば4-シアノ-4'-ヒドロキシビフェニル等とを反応させることにより、上記改質化合物を製造することができる。

40

【0132】

また、上記改質化合物が、エラストマーである場合には、上記化合物をモノマーとして用い、必要によりテレフタル酸、脂肪族系ジイソシアナート、脂環族系ジイソシアナート等の他のモノマーを加えて重合させることにより、上記改質化合物を製造することができる。

【0133】

また、上記改質化合物が、合成樹脂である場合には、上記化合物をモノマーとして用い、必要により脂肪族系ジイソシアナート、脂環族系ジイソシアナート等の他のモノマーを

50

加えて重合させることにより、上記改質化合物を製造することができる。

【0134】

また、本発明にかかる改質化合物の製造方法は、上記化合物を、目的化合物に導入する方法であってもよい。かかる目的化合物は低分子化合物であってもよいし、高分子化合物であってもよい。また、上記目的化合物は直鎖アルキル鎖を有していてもよいし有していてもよい。かかる例としては、例えば高分子化合物に、側鎖としてオキサアルキル鎖を導入する場合等を挙げることができる。これにより物性の改変を調節できる。

【0135】

かかる場合も、上記オキサアルキル鎖を有する化合物は、1種類を単独で用いてもよいし、複数の種類を組み合わせ用いてもよい。化合物の複数の種類を組み合わせ用いることにより、直鎖アルキル鎖を有する化合物の物性を連続的に制御することができる。

10

【0136】

(II-2) 改質組成物の製造方法

本発明にかかる改質組成物の製造方法は、直鎖アルキル鎖を有する化合物または当該化合物を含む組成物の物性が改変された改質組成物を製造する方法である。

【0137】

本発明では直鎖アルキル鎖を有する化合物または当該化合物を含む組成物の物性が改変された改質組成物を製造するために、上記化合物または組成物と上記化合物とを混合する。

【0138】

これにより、直鎖アルキル鎖を有する化合物または当該化合物を含む組成物における、鎖間の酸素原子同士の反発が結晶化を阻害するオキサアルキル基の割合が多くなるため、融点の低下・消失、ガラス転移点の低下、結晶/液晶転移温度の低下、起泡性の抑制、流動点の低下等、物性の改変を行うことが可能となる。

20

【0139】

また、上記オキサアルキル鎖を有する化合物は、1種類を単独で用いてもよいし、複数の種類を組み合わせ用いてもよい。化合物の複数の種類を組み合わせ用いることにより、直鎖アルキル鎖を有する化合物の物性を連続的に制御することができる。さらに、化合物の複数の種類を組み合わせ用いる場合、同族体の混合状態は理想混合に近いと考えられるので、物性の予測および設計を行う上で有利である。

30

【0140】

上記改質組成物としても、特に限定されるものではないが、例えば、可塑剤、界面活性剤、液晶分子、エラストマー、合成樹脂等であることが好ましい。

【0141】

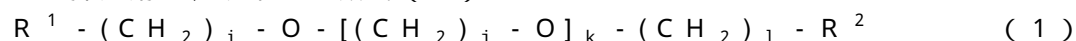
(II-3) 抑泡剤

上記化合物はまた抑泡剤として用いることができる。従って、かかる抑泡剤も本発明に含まれる。本発明に係る抑泡剤は、上記化合物を含んでいるものであればよい。これにより、上記化合物は上記オキサアルキル鎖を有するため、分子集合体形成に際し、オキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害される。それゆえ、泡沫やエマルジョン膜構造が不安定になる。これにより、起泡性が抑制されるとともに破泡性に優れ、泡沫やエマルジョンを効果的に破壊することができる。また、シリコン系抑泡剤と比べて低価格で環境負荷が少ない抑泡剤を開発することができる。

40

【0142】

本発明にかかる抑泡剤は、上記化合物を含んでなるものであれば特に限定されるものではないが、好ましくは、上記一般式(1)中、 R^1 は水素原子であり、 R^2 はヒドロキシル基、カルボキシル基である化合物を含んでいることが好ましい。すなわち、本発明にかかる抑泡剤は、以下の一般式(1)



(一般式(1)中、 R^1 は水素原子を示し、 R^2 はヒドロキシル基又はカルボキシル基を示し、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の

50

整数であり、 k は 0 以上 7 以下の整数であって、以下の (a) 乃至 (h)

- (a) $k = 0$ 、及び、 $i + 1 \leq 6$
- (b) $j = 2$ または 3、 $k = 1$ 、及び、 $i + 1 \leq 8$
- (c) $j = 2$ または 3、 $k = 2$ 、及び、 $i + 1 \leq 10$
- (d) $j = 2$ または 3、 $k = 3$ 、及び、 $i + 1 \leq 12$
- (e) $j = 2$ または 3、 $k \leq 4$ 、及び、 $i + 1 \leq 3k$
- (f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + 1 \leq 6$
- (g) $j = 4$ 、 $k \leq 2$ 、及び、 $i + 1 \leq 8$
- (h) $j > 5$ 、 $i \leq 2$ 、及び、 $l \leq 2$

のいずれかの関係を満たす。) で表される構造を有する化合物を含んでいることが好ましい。また、本発明にかかる抑泡剤は、上記界面活性剤を含んでいてもよい。

10

【 0 1 4 3 】

(I I I) 改質化合物及び化合物のその他の利用

本発明にかかる改質化合物の製造方法により得られる改質化合物は、上述したように、融点の低下、ガラス転移点の低下、起泡性の抑制等により、非常に優れた物性を有する。従って、本発明には、本発明にかかる改質化合物の製造方法により得られる改質化合物も含まれる。以下、かかる改質化合物及び化合物のその他の利用について説明する。

【 0 1 4 4 】

(I I I - 1) 界面活性剤

本発明に係る界面活性剤では、界面活性剤分子中の直鎖アルキル鎖が上記オキサアルキル鎖に置き換えられている。これにより、界面活性剤の曇点上昇、融点低下、ゲル領域縮小等の効果により、液体状態での存在領域が広くなり、使用可能温度及び使用可能濃度の領域が拡大することができる。また、起泡性が小さく、破泡性が非常に強い界面活性剤を提供することができる。

20

【 0 1 4 5 】

直鎖アルキル鎖を有する界面活性剤としては、特に限定されるものではなく、例えば、直鎖アルキルポリオキシエチレンエーテル、S - アルキルポリオキシエチレンエーテル、アルキルフェニルポリオキシエチレンエーテル、N, N' - ジ(アルカノール)アルカンアミド、アミノオキシド等の非イオン界面活性剤；セッケン、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルカンスルホン酸塩、オレフィンスルホン酸塩、 α - スルホ脂肪酸メチル、硫酸アルキル塩、硫酸アルキル(ポリオキシエチレン)塩、リン酸アルキル塩、N - アシルアミノ酸塩、ジアルキルジメチルアンモニウムクロリド、モノアルキルトリメチルアンモニウムクロリド等のイオン性界面活性剤；スルホベタイン、ベタイン等の両性界面活性剤を挙げることができる。本発明にかかる界面活性剤としては、より具体的には、例えば、これらの界面活性剤のアルキル鎖が、上記オキサアルキル基となっている界面活性剤を挙げることができる。

30

【 0 1 4 6 】

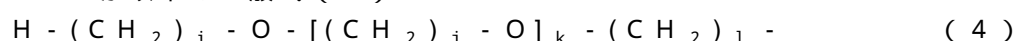
また、かかる界面活性剤は、例えば、以下の一般式 (3)



で表される構造を有する界面活性剤において、

40

R^3 が以下の一般式 (4)



(一般式 (4) 中、 i 及び l はそれぞれ独立して 2 以上 20 以下の整数であり、 j は 2 以上 12 以下の整数であり、 k は 0 以上 7 以下の整数であって、以下の (a) 乃至 (h)

- (a) $k = 0$ 、及び、 $i + 1 \leq 6$
- (b) $j = 2$ または 3、 $k = 1$ 、及び、 $i + 1 \leq 8$
- (c) $j = 2$ または 3、 $k = 2$ 、及び、 $i + 1 \leq 10$
- (d) $j = 2$ または 3、 $k = 3$ 、及び、 $i + 1 \leq 12$
- (e) $j = 2$ または 3、 $k \leq 4$ 、及び、 $i + 1 \leq 3k$
- (f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + 1 \leq 6$

50

(g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + 1 = 8$

(h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

のいずれかの関係を満たす。)で表される構造を有していてもよい。

【0147】

例えば、非イオン界面活性剤は洗剤として非常に広範囲に使用されているが、50重量%付近のやや高濃度な領域でゲル化する場合が多いために、ゲル化を防ぐ工夫がいろいろとなされている。疎水基を上記オキサアルキル基とした非イオン界面活性剤では、かかるゲル化の問題が非常に効果的に解決される。かかる非イオン界面活性剤としては、特に限定されるものではないが、例えば、上記一般式(3)中、親水基が $-(OCH_2CH_2)_nOH$ である構造を有する直鎖アルキルポリオキシエチレンエーテルを挙げることができる。ここで、 n はオキシエチレンの重合度もしくは平均重合度で3以上40以下であることが好ましく、6以上25以下であることがより好ましい。

10

【0148】

上述したように、非イオン界面活性剤は、50重量%付近のやや高濃度な領域でゲル化する場合が多いために、ゲル化を防ぐ必要がある。本発明者は、上記非イオン界面活性剤の疎水基を上記オキサアルキル基としたところ、驚くべきことに、液体領域が従来の非イオン界面活性剤と比較して顕著に拡大していることを見出した。図2に非イオン界面活性剤と水との二成分系状態図を示す。図2左側(「 $C_{12}E_6$ /水系」が付された図)は、疎水基として直鎖アルキル鎖を有する非イオン界面活性剤と水との二成分系状態図であり、図2右側(「 $C_5OC_6E_6$ /水系」が付された図)は疎水基として上記オキサアルキル鎖を有する本発明の非イオン界面活性剤と水との二成分系状態図である。図2中、Lで示される部分が液体領域、Sで示される部分が固相領域、中央部の H_1 、 V_1 、Lで示される部分がゲル相(リोटロピック液晶相)、2で示される領域が水と界面活性剤相との二相分離領域に相当する。かかる非イオン界面活性剤の場合、合成により得られる界面活性剤はほぼ純粋な物質として得られるので、製品として使用する場合には希釈する必要がある。

20

【0149】

疎水基として直鎖アルキル鎖を有する非イオン界面活性剤の場合は、融点が約 $26^\circ C$ で冬季は固化する場合がある。また、これを室温において水で希釈すると、約40~85重量%(wt%)の領域ではゲル化してしまい機械的な攪拌ができなくなる。これを避けるためには、 $60^\circ C$ 程度に加温してゲル化領域を避けながら希釈する必要があり、余分なエネルギーのロスとなる。

30

【0150】

これに対して、疎水基としてオキサアルキル鎖を有する本発明の非イオン界面活性剤では、図2右側(「 $C_5OC_6E_6$ /水系」が付された図)に示すように固相領域が融点の低下(純粋な非イオン界面活性剤の融点は $-2.4^\circ C$)により低温域に移動している。またゲル相領域が、疎水基として直鎖アルキル鎖を有する場合に比べ驚くほど減少していることがわかる。また、図2中2で示される水と界面活性剤相との二相分離領域も高温領域に移動していることがわかる。これらの効果により液相領域が顕著に拡大している。また、純物質の融点が $-2.4^\circ C$ であるので、水で希釈する場合は、固化の心配はない。さらに、室温付近ではどの濃度においても液相領域となっているので、ゲル化することなく任意の濃度に希釈することができ、加温の必要もないことがわかる。

40

【0151】

また、疎水基としてオキサアルキル鎖を有する本発明の非イオン界面活性剤でも、臨界ミセル濃度は、直鎖アルキル鎖を有する非イオン界面活性剤と同程度で、オキサアルキル化による影響もない。

【0152】

また、後述する実施例で行った破泡性の比較の結果(図3)に示すように、疎水基としてオキサアルキル鎖を有する本発明の非イオン界面活性剤では、疎水基として直鎖アルキル鎖を有する場合に比べ、強力な破泡性を示す。図3中、 $C_5OC_6E_6$ がオキサアルキ

50

ル鎖を有する本発明の非イオン界面活性剤、 $C_{12}E_6$ が疎水基として直鎖アルキル鎖を有する非イオン界面活性剤を示す。

【0153】

本発明の上記界面活性剤を製造する方法は特に限定されるものではなく、従来公知の方法により製造することができる。

【0154】

以下に、上記界面活性剤の製造方法の一例を、上記非イオン界面活性剤を例に挙げて示すが、上記界面活性剤の製造方法はこれに限定されるものではない。また、以下の方法では特定構造の非イオン界面活性剤を例示しているが、 i 、 j 、 l 及び k の値が異なる場合も、同様の方法で製造することができる。

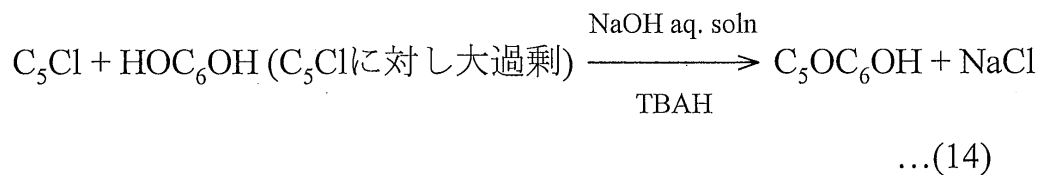
10

【0155】

まず、上記一般式(4)で表される、疎水性オキサアルキル鎖部分 $H-(CH_2)_i-O-[(CH_2)_j-O]_k-(CH_2)_l-$ の合成を以下の反応式(14)

【0156】

【化8】



20

【0157】

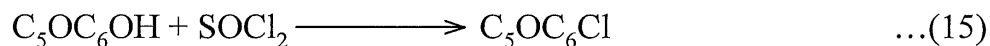
によって行う。この反応は、上記(I-2)で説明した反応式(12)の反応と同じであるのでここでは説明を省略する。

【0158】

次に、得られたオキサアルキル鎖部分に親水基(オリゴオキシエチレン鎖)を導入するために、以下の反応式(15)に示すように、得られた $H-(CH_2)_i-O-(CH_2)_l-OH$ の末端OH基を、塩化チオニル等でハロゲン化する。

【0159】

【化9】



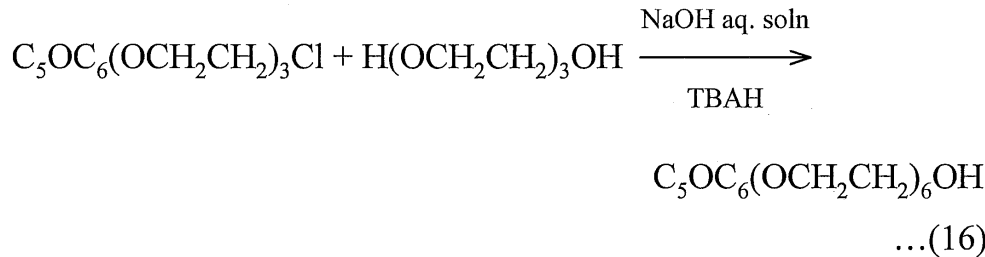
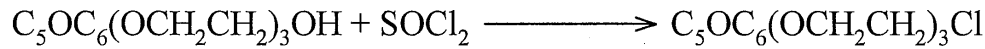
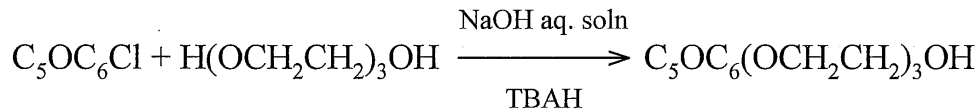
30

【0160】

続いて、末端がハロゲン化されたオキサアルキル鎖に、以下の反応式(16)

【0161】

【化10】



10

【0162】

に示すように、二段階合成法により親水基を導入する。

【0163】

なお、ここでは、高純度単分散試料を得るために二段階合成法を用いているが、親水基を導入できる方法であれば、これに限定されるものではなく、例えば、エチレンオキシド付加重合法を用いてもよい。

20

【0164】

また、本発明に係る界面活性剤の他の例としては、例えば、以下の一般式(3)

R^3 - 親水基 (3)

(一般式(3)中、親水基は -COONa、または -COOKである。)

で表される構造を有する界面活性剤において、

R^3 が以下の一般式(4)

$\text{H} - (\text{CH}_2)_i - \text{O} - [(\text{CH}_2)_j - \text{O}]_k - (\text{CH}_2)_l -$ (4)

(一般式(4)中、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の(a)乃至(h)

(a) $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$

(b) $j = 2$ または 3 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$

(c) $j = 2$ または 3 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$

(d) $j = 2$ または 3 、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$

(e) $j = 2$ または 3 、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$

(f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$

(g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$

(h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

のいずれかの関係を満たす。) で表される構造を有する界面活性剤を挙げることができる。

30

40

【0165】

(III-2) 液晶分子

本発明に係る液晶分子は、直鎖アルキル鎖を有する液晶分子の当該直鎖アルキル鎖の部分が上記オキサアルキル鎖となっている。これにより、液晶分子の結晶/液晶転移温度を低下させ、液晶発現領域を拡大させることができる。

【0166】

ここで、上記直鎖アルキル鎖を有する液晶分子としては、特に限定されるものではなく、例えば、アルキルシアノビフェニル、アルコキシシアノビフェニル、ジアルコキシビフ

50

エニル等を挙げることができる。本発明にかかる液晶分子としては、より具体的には、例えば、これらの液晶分子のアルキル鎖が、上記オキサアルキル基となっている液晶分子を挙げることができる。なお、上記直鎖アルキル鎖を有する液晶分子のアルキル鎖の炭素数は、7以上40以下であることが好ましく、7以上16以下であることがより好ましい。

【0167】

(III-3) エラストマー

本発明に係るエラストマーは、直鎖アルキル鎖を有するエラストマーの当該直鎖アルキル鎖の部分が上記オキサアルキル鎖となっている。これにより、エラストマーのガラス転移点を降下させ、より低温で柔軟性やゴム弾性を維持するエラストマーを提供することができる。従って、例えば、寒冷地では硬くなって使用できないエラストマーを、本発明の方法によって改質し、寒冷地でも使用可能とすることができる。

10

【0168】

ここで、上記直鎖アルキル鎖を有するエラストマーとしては、特に限定されるものではなく、例えば、スチレンアルキレン系エラストマー、ポリウレタン系エラストマー、ポリアミド系エラストマー等を挙げることができる。本発明にかかるエラストマーとしては、より具体的には、例えば、これらのエラストマーのアルキル鎖が、上記オキサアルキル基となっているエラストマーを挙げることができる。なお、上記直鎖アルキル鎖を有するエラストマーのアルキル鎖の炭素数は、7以上40以下であることが好ましく、7以上12以下であることがより好ましい。

【0169】

(III-4) 合成樹脂

本発明に係る合成樹脂は、直鎖アルキル鎖を有する合成樹脂の当該直鎖アルキル鎖の部分が上記オキサアルキル鎖となっている。これにより、合成樹脂に可塑剤を添加することなく、柔軟な材料を作製することができる。

20

【0170】

ここで、直鎖アルキル鎖を有する合成樹脂としては、特に限定されるものではなく、例えば、アクリル系グラフトポリマー等を挙げることができる。本発明にかかる合成樹脂としては、より具体的には、例えば、これらの合成樹脂のアルキル鎖が、上記オキサアルキル基となっている合成樹脂を挙げることができる。なお、上記直鎖アルキル鎖を有する合成樹脂のアルキル鎖の炭素数は、7以上40以下であることが好ましく、7以上12以下

30

【0171】

(III-5) 粘着剤

本発明に係る粘着剤は、物性が改変された上記合成樹脂またはエラストマーを含んでいる。

【0172】

上記合成樹脂またはエラストマーは上記オキサアルキル鎖を有するため、固化に際し、かかるオキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化を阻害する。それゆえ、寒冷地においても使用可能な粘着剤を提供することが可能となる。

【0173】

ここで、本発明の粘着剤に含まれる上記合成樹脂またはエラストマーとしては、例えば、アクリル酸エステルポリマー、メタクリル酸エステルポリマー等を挙げることができる。本発明にかかる粘着剤としては、より具体的には、例えば、これらの合成樹脂またはエラストマーのアルキル鎖が、上記オキサアルキル基となっている合成樹脂またはエラストマーを含む粘着剤を挙げることができる。

40

【0174】

(III-6) 潤滑油

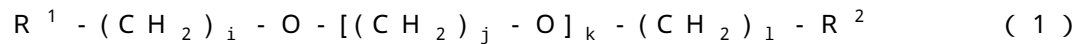
また、上記化合物のうち、上記一般式(1)中、 R^1 および R^2 がそれぞれ独立して水素原子又はハロゲン原子である化合物は、それ自体で、固化に際し、オキサアルキル鎖同士のラメラ状にパッキングする傾向が阻害され、結晶化が阻害された、流動点の低い潤滑

50

油として有用である。

【0175】

すなわち、本発明にかかる潤滑油は、上記一般式(1)中、 R^1 は水素原子又はハロゲン原子であり、 R^2 は水素原子又はハロゲン原子である化合物を含んでいることが好ましい。すなわち、本発明に係る潤滑油は、以下の一般式(1)



(一般式(1)中、 R^1 は水素原子又はハロゲン原子を示し、 R^2 は水素原子又はハロゲン原子を示し、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の(a)乃至(h)

- (a) $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$
 (b) $j = 2$ または3、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$
 (c) $j = 2$ または3、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$
 (d) $j = 2$ または3、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$
 (e) $j = 2$ または3、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$
 (f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$
 (g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$
 (h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

のいずれかの関係を満たす。)

で表される構造を有する化合物を含んでいることが好ましい。また、上記潤滑油は、ブレキ油、有機溶剤、有機熱媒体等としても用いられる。

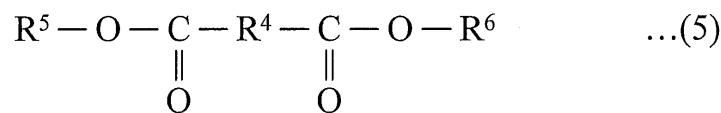
(IV) 新規ジカルボン酸ジエステル化合物

また本発明に係る新規ジカルボン酸ジエステル化合物は、

下記一般式(5)で表されるジカルボン酸ジエステル化合物であって、

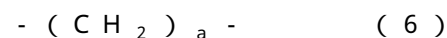
【0176】

【化11】



【0177】

上記一般式(5)における R^4 は、下記一般式(6)

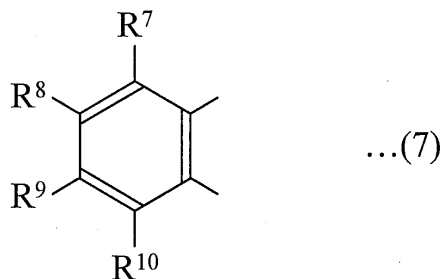


(一般式(6)中、 a は1以上12以下の整数である。)、

下記一般式(7)

【0178】

【化12】



【0179】

、下記一般式(8)

【0180】

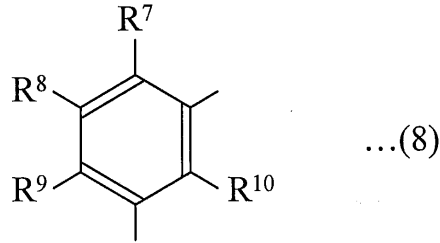
10

20

30

40

【化13】



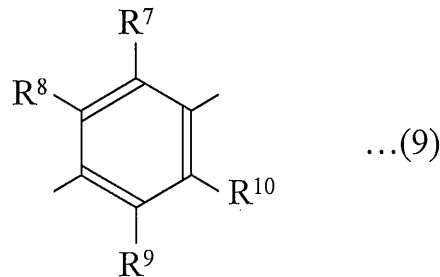
【0181】

、又は下記一般式(9)

10

【0182】

【化14】

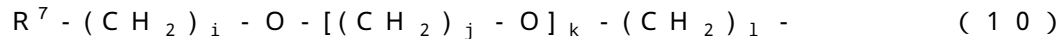


20

【0183】

(一般式(7)~(9)における $R^7 \sim R^{10}$ は、それぞれ独立して、水素原子、ハロゲン原子、炭素数1~18のアルキル基であって当該アルキル基中の1個又はそれ以上の炭素原子が酸素原子で置換されていてもよいアルキル基、又は、オキサアルキル基)であり、

上記一般式(5)における R^5 および R^6 は、下記一般式(10)



(一般式(10)中、 R^7 は水素原子、ヒドロキシル基、ハロゲン原子、カルボキシル基を示し、 i 及び l はそれぞれ独立して2以上20以下の整数であり、 j は2以上12以下の整数であり、 k は0以上7以下の整数であって、以下の(a)乃至(h)

30

- (a) $k = 0$ 、及び、 $i + l = 6$
- (b) $j = 2$ または3、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 8$
- (c) $j = 2$ または3、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 10$
- (d) $j = 2$ または3、 $k = 3$ 、及び、 $i + l = 12$
- (e) $j = 2$ または3、 $k = 4$ 、及び、 $i + l = 3k$
- (f) $j = 4$ 、 $k = 1$ 、及び、 $i + l = 6$
- (g) $j = 4$ 、 $k = 2$ 、及び、 $i + l = 8$
- (h) $j > 5$ 、 $i = 2$ 、及び、 $l = 2$

のいずれかの関係を満たす。 R^5 および R^6 は互いに同一であっても異なってもよい。

40

で表される基であることを特徴としている。

【0184】

上記ジカルボン酸ジエステル化合物は、直鎖アルキル鎖に含まれるアルキレン基がエーテル酸素原子に置き換わったオキサアルキル鎖を含むものである。かかる構造を有する化合物が示す物性については、既述のとおりである。

【0185】

上記一般式(10)における i 、 j 、 k 、および l については一般式(1)、(2)、(4)の説明が援用される。

【0186】

50

上記新規ジカルボン酸ジエステル化合物としては、特に限定されるものではないが、図4において模式的に表されるジカルボン酸ジアルキルエステル(化合物A、B、C、D、E)や、フタル酸ジアルカノールエステル(化合物F、G)が挙げられる。図4において炭素原子および水素原子の記載は省略されている。

【0187】

図4における化合物Aは $C_n H_{2n} (COOC_6H_{12} OC_6H_{13})_2$ で表される化合物であり、化合物Bは $C_4 H_8 (COOC_6H_{12} OC_6H_{13})_2$ で表される化合物であり、化合物Cは $C_6 H_{12} (COOC_6H_{12} OC_6H_{13})_2$ で表される化合物であり、化合物Dは $C_8 H_{16} (COOC_6H_{12} OC_6H_{13})_2$ で表される化合物であり、化合物Eは $C_n H_{2n} (COOC_4H_8 OC_2H_4 OC_4H_9)_2$ で表される化合物である。また図4における化合物Fは $Ph t (COOC_6H_{12} OC_6H_{12} OH)_2$ で表される化合物であり(ただし、「Ph t」はフェニレン基を表す、以下同じ)、図4における化合物Gは $Ph t (COOC_4H_8 OC_2H_4 OC_4H_8 OH)_2$ で表される化合物である。

10

【0188】

図4に示す化合物A~Eは、本発明に係るジカルボン酸ジアルキルエステルの一例に過ぎず、本発明に係るジカルボン酸ジアルキルエステルにおける2つのカルボニル基間の鎖長は特に限定されない。また化合物Eのごとく、2つのカルボニル基に挟まれていないオキサアルキル鎖のそれぞれには2つ以上のエーテル酸素原子が含まれていてもよい。また本発明に係るジカルボン酸ジアルキルエステルにおける2つのカルボニル基に挟まれていない2つのオキサアルキル鎖は、それぞれ同一の構造であっても、異なる構造であってもよい。

20

【0189】

また図4に示す化合物F、Gはフタル酸ジアルカノールエステルの一例に過ぎず、本発明に係るフタル酸ジアルカノールエステルに含まれるオキサアルキル鎖の鎖長は特に限定されるものではない。また化合物Hのごとく、フタル酸ジアルカノールエステルに含まれている2つのオキサアルキル鎖のそれぞれには2つ以上のエーテル酸素原子が含まれていてもよい。また本発明に係るフタル酸ジアルカノールエステルにおける2つオキサアルキル鎖は、それぞれ同一の構造であっても、異なる構造であってもよい。

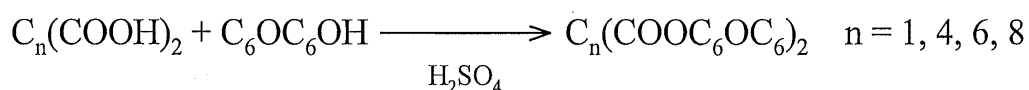
30

【0190】

図4に示す化合物A~Dは、例えば、下記のようにして製造することができる(反応式(17))。すなわち $C_n (COOH)_2$ と $C_6 OC_6 OH$ とを含む反応液に濃硫酸を数滴添加後、減圧還流することによって化合物A~Dを製造することができる。なお、反応式(17)における C_n および C_6 は水素原子を省略した記載となっている。

【0191】

【化15】



...(17)

40

【0192】

また図4に示す化合物Eは、例えば、上記反応式(17)において $C_6 OC_6 OH$ の代わりに、既述の反応式(13)によって得られた $C_4 OC_2 OC_4 OH$ を用いて製造すればよい。

【0193】

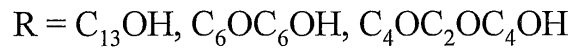
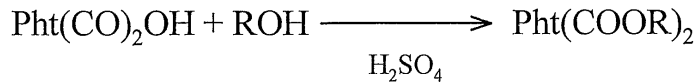
また図4に示す化合物F、Gは、例えば、下記のようにして製造することができる(反応式(18))。すなわち $Ph t (CO)_2 O$ と $C_6 OC_6 OH$ とを含む反応液に濃硫酸を数滴添加後、減圧加熱還流することによって化合物Gを製造することができ、 $Ph t (CO)_2 O$ と $C_4 OC_2 OC_4 OH$ とを含む反応液に濃硫酸を数滴添加後、減圧加熱還流

50

することによって化合物Hを製造することができる。なお、反応式(18)におけるC₂、C₄およびC₆は水素原子を省略した記載となっている。

【0194】

【化16】



10

...(18)

【0195】

上記ジカルボン酸エステル化合物は、オキサアルキル鎖を有する化合物である。よって上記新規ジカルボン酸エステル化合物は、既述のごとく、液体状態では直鎖アルキル鎖を有する化合物と類似の物性を有しつつ、融点の低下または消失、ガラス転移点の低下、結晶/液晶転移温度の低下、起泡性の抑制、流動点の低下等、物性の大幅な改変がなされている。それゆえ、上記ジカルボン酸ジエステル化合物は、可塑剤又は可塑剤改質剤、抑泡剤又は抑泡剤改質剤、潤滑油又は潤滑油改質剤、作動油又は作動油改質剤、粘度指数調整剤、塗料配合剤、界面活性剤又は界面活性剤改質剤等に好適に利用され得る。

20

【0196】

後述の実施例に示すように、本発明のオキサアルキル鎖を有する可塑剤は熱物性が特に優れている。ただし、本発明のオキサアルキル鎖を有する可塑剤は、熱物性のみならず、他にも既製品を凌駕する可能性を秘めている。例えば、(1)環境負荷の低減、(2)使用可能ポリマーの拡大、(3)低臭可塑剤、(4)低ブリード性などが挙げられる。

【0197】

上記(1)の環境負荷の低減については、分岐アルキル鎖の代わりに高い生分解性を有する直鎖オキサアルキル鎖を用いることで、熱や化学的安定性を保ちながら、環境への負荷を低減させることができるといえる。

【0198】

上記(2)使用可能ポリマーの拡大については、以下のようなことが考えられる。従来ほとんどの可塑剤の基本骨格はアルキル鎖であったために、分子の極性の調節が困難であったが、オキサアルキル鎖を有する可塑剤はアルキル鎖内にエーテル酸素原子を有するため、分子の極性をこれまで以上に広範に調節することが可能である。それゆえ、より多くの種類のポリマーへの相溶性を高めることができ、種々のポリマーへの適用が可能となる。

30

【0199】

上記(3)低臭可塑剤については、以下のようなことが考えられる。可塑剤に限らず低融点物質は一般的に沸点も低下するため、蒸気圧が高くなり臭気が発生するという欠点を有していた。しかし、本発明者らが開発したオキサアルキル化法による物性改良法(すなわち本発明に係る改質化合物の製造方法)の特徴は、液体状態での物性は相当するアルキル鎖を有する化合物と大きな変化は生じさせない一方で、オキサアルキル鎖の結晶化阻害効果のために固体状態の安定性のみを低下させ、融点やガラス転移点を下げることができるのが特徴である。よって、分子量を大きくして蒸気圧を低下させることで臭気を低減させるとともに、融点を低く保つことが同時に可能である。つまり、オキサアルキル鎖を有する可塑剤は、既成の可塑剤と同等の熱力学的機能を保ちながら臭気を低減されたものとなる。

40

【0200】

(4)低ブリード性については、以下のようなことが考えられる。低融点可塑剤は基本的に低分子量であるために、長時間使用するとポリマー本体から滲み出るブリード性が課

50

題であった。これに対して、オキサアルキル鎖を有する可塑剤は、オキサアルキル鎖長を長くしても低融点を保つことができることから、自己拡散性が低く、またポリマーとの絡み合い効果が期待できることから、その滲出速度を低下させることができる。これにより、オキサアルキル鎖を有する可塑剤は低ブリード性を持つ可塑剤であることが期待される。

【実施例】

【0201】

以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明は実施例によって限定されるものではない。

【0202】

10

〔実施例1：化合物の製造〕

上記反応式(11)～(18)の方法を用いて、下表1に記載の化合物を製造した。得られた化合物は赤外スペクトル、ガスクロマトグラフィーなどにより同定し、DSC(島津社製、DSC-50)を用いて融点を測定した。下表1および表2に得られた化合物とその融点、及び、オキサアルキル鎖が同一骨格原子数を有する直鎖アルキルである場合の融点と比較した融点低下を示す。なお、表1および表2中に示される化学式は(CH₂)を省略した記載となっており、式中の数字は-CH₂-の数を示す。また、末端基の記載のないものは末端が水素原子であることを示している。例えば、8O2O2O8は、H-(CH₂)₈-O-(CH₂)₂-O-(CH₂)₂-O-(CH₂)₈-Hを示す。

【0203】

20

<H-(CH₂)₇-O-(CH₂)₄-Brの製造>

H(CH₂)₇OH(47g)とBr(CH₂)₄Br(162g)とを、50%水酸化ナトリウム水溶液(45g)中で、TBAH(触媒量)存在下、75℃、14時間反応させることにより、H-(CH₂)₇-O-(CH₂)₄-Brを製造した。

【0204】

<H-(CH₂)₇-O-(CH₂)₄-SHの製造>

(NH₂)₂C=S(15g)を、トリエチレングリコール(溶媒;30g)中で75℃に加熱し、H(CH₂)₇O(CH₂)₄Br(47g)を滴下し15分撹拌した。滴下終了後テトラエチレンペンタミン(38g)を滴下し75℃で15分撹拌した。室温に戻し12時間反応させることにより、H-(CH₂)₇-O-(CH₂)₄-SHを製造した。

30

【0205】

<H-(CH₂)₅-O-(CH₂)₆-OHの製造>

H(CH₂)₅Cl(20g)と、HO(CH₂)₆OH(140g)とを、Na(3.5g)の存在下、ジエチレングリコールジメチルエーテル(溶媒;150g)中で、90℃、24時間反応させることにより、H-(CH₂)₅-O-(CH₂)₆-OHを製造した。

【0206】

<H-(CH₂)₇-O-(CH₂)₄-OHの製造>

H(CH₂)₇Cl(25g)と、HO(CH₂)₄OH(112g)とを、Na(3.6g)存在下で、90℃、24時間反応させることにより、H-(CH₂)₇-O-(CH₂)₄-OHを製造した。

40

【0207】

<H-(CH₂)₇-O-(CH₂)₆-OHの製造>

H(CH₂)₇Cl(28g)と、HO(CH₂)₆OH(135g)とを、Na(3.3g)存在下、ジエチレングリコールジメチルエーテル(溶媒;150g)中で、90℃、18時間反応させることにより、H-(CH₂)₇-O-(CH₂)₆-OHを製造した。

【0208】

<H-(CH₂)₈-O-(CH₂)₅-OHの製造>

H(CH₂)₈Cl(25g)と、HO(CH₂)₅OH(120g)とを、Na(3.2g)存在下、ジエチレングリコールジメチルエーテル(溶媒;150g)中で、90℃、18時間反応させることにより、H-(CH₂)₈-O-(CH₂)₅-OHを製造した。

50

【0209】

< H - (CH₂)₈ - O - (CH₂)₆ - Hの製造 >

H(CH₂)₈Cl (89 g) と H(CH₂)₆OH (51 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (120 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80℃、12時間反応させることにより、H - (CH₂)₈ - O - (CH₂)₆ - Hを製造した。

【0210】

< H - (CH₂)₉ - O - (CH₂)₅ - Hの製造 >

H(CH₂)₉Cl (98 g) と、H(CH₂)₅OH (44 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (120 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80℃、12時間反応させることにより、H - (CH₂)₉ - O - (CH₂)₅ - Hを製造した。

10

【0211】

< H - (CH₂)₁₀ - O - (CH₂)₄ - Hの製造 >

H(CH₂)₁₀Cl (106 g) と、H(CH₂)₄OH (37 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (120 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80℃、12時間反応させることにより、H - (CH₂)₁₀ - O - (CH₂)₄ - Hを製造した。

【0212】

< H - (CH₂)₁₁ - O - (CH₂)₃ - Hの製造 >

H(CH₂)₁₁Cl (57 g) と、H(CH₂)₃OH (15 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (60 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80℃、12時間反応させることにより、H - (CH₂)₁₁ - O - (CH₂)₃ - Hを製造した。

20

【0213】

< H - (CH₂)₁₂ - O - (CH₂)₂ - Hの製造 >

H(CH₂)₁₂Cl (123 g) と、H(CH₂)₂OH (23 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (120 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80℃、12時間反応させることにより、H - (CH₂)₁₂ - O - (CH₂)₂ - Hを製造した。

【0214】

< H - (CH₂)₄ - O - (CH₂)₂ - O - (CH₂)₄ - Brの製造 >

H(CH₂)₄O(CH₂)₂OH (44 g) と、Br(CH₂)₄Br (158 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (40 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、75℃、14時間反応させることにより、H - (CH₂)₄ - O - (CH₂)₂ - O - (CH₂)₄ - Brを製造した。

30

【0215】

< H - (CH₂)₄ - O - (CH₂)₂ - O - (CH₂)₄ - SHの製造 >

(NH₂)₂C=S (16 g) を、トリエチレングリコール (溶媒; 28 g) 中で75℃に加熱し、H(CH₂)₄O(CH₂)₂O(CH₂)₄Br (48 g) を滴下し15分撹拌した。滴下終了後テトラエチレンペンタミン (38 g) を滴下し75℃で15分撹拌した。室温に戻し12時間反応させることにより、H - (CH₂)₄ - O - (CH₂)₂ - O - (CH₂)₄ - SHを製造した。

【0216】

< H - (CH₂)₄ - O - (CH₂)₂ - O - (CH₂)₄ - OHの製造 >

H(CH₂)₄O(CH₂)₂Cl (82 g) と、HO(CH₂)₄OH (360 g) とを、Na (11 g) の存在下で、90℃、24時間反応させることにより、H - (CH₂)₄ - O - (CH₂)₂ - O - (CH₂)₄ - OHを製造した。

40

【0217】

< H - (CH₂)₅ - O - (CH₂)₂ - O - (CH₂)₃ - OHの製造 >

H(CH₂)₅O(CH₂)₂Cl (90 g) と、HO(CH₂)₃OH (300 g) とを、Na (10 g) の存在下、90℃、24時間反応させることにより、H - (CH₂)₅ - O - (CH₂)₂ - O - (CH₂)₃ - OHを製造した。

【0218】

< H - (CH₂)₅ - O - (CH₂)₂ - O - (CH₂)₅ - Hの製造 >

50

$\text{H}(\text{CH}_2)_5\text{Cl}$ (42 g) と、 $\text{HO}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$ (6 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (20 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、65、18時間反応させることにより、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_5-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_5-\text{H}$ を製造した。

【0219】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_4-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{OH}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_4\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{Cl}$ (41 g) と、 $\text{HO}(\text{CH}_2)_6\text{OH}$ (236 g) とを、 Na (5.7 g) 存在下、ジエチレングリコールジメチルエーテル (溶媒; 250 g) 中で、90、24時間反応させることにより、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_4-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{OH}$ を製造した。

【0220】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_4-\text{OH}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_6\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{Cl}$ (49 g) と、 $\text{HO}(\text{CH}_2)_4\text{OH}$ (180 g) とを、 Na (6 g) 存在下で、90、24時間反応させることにより、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_4-\text{OH}$ を製造した。

【0221】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_8-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{OH}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_8\text{Cl}$ (109 g) と、 $\text{HO}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$ (500 g) とを、 Na (13.6 g) の存在下、85、18時間反応させることにより、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_8-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{OH}$ を製造した。

【0222】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{H}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_6\text{Cl}$ (48 g) と、 $\text{HO}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$ (6 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (20 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、65、24時間反応させることにより、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{H}$ を製造した。

【0223】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_7-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_7-\text{H}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_7\text{Cl}$ (47 g) と、 $\text{HO}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$ (7 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (23 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12時間反応させることにより、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_7-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_7-\text{H}$ を製造した。

【0224】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_8-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_8-\text{H}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_8\text{Cl}$ (89 g) と、 $\text{HO}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$ (12 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (40 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12時間反応させることにより、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_8-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_8-\text{H}$ を製造した。

【0225】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_5-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_5-\text{H}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_5\text{OH}$ (132 g) と、 $\text{Br}(\text{CH}_2)_6\text{Br}$ (283 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (246 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、24時間反応させることにより、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_5-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_5-\text{H}$ を製造した。

【0226】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_9-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_9-\text{H}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_9\text{Cl}$ (49 g) と、 $\text{HO}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$ (6.2 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (20 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12時間反応させることにより、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_9-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_9-\text{H}$ を製造した。

【0227】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{H}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_{10}\text{Cl}$ (106 g) と、 $\text{HO}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$ (12.4 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (40 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12時間反応させることにより、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{H}$ を製

10

20

30

40

50

造した。

【0228】

< H - (CH₂)₁₂ - O - (CH₂)₂ - O - (CH₂)₁₂ - H の製造 >

H(CH₂)₁₂Cl (123 g) と、HO(CH₂)₂OH (12.4 g) とを、50% 水酸化ナトリウム水溶液 (40 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12 時間 反応させることにより、H - (CH₂)₁₂ - O - (CH₂)₂ - O - (CH₂)₁₂ - H を製 造した。

【0229】

< H - (CH₂)₅ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₅ - H の製造 >

H(CH₂)₅Cl (58 g) と、HO[(CH₂)₂O]₂OH (19 g) とを、50% 10 水酸化ナトリウム水溶液 (70 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12 時間 反応させることにより、H - (CH₂)₅ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₅ - H を製 造した。

【0230】

< H - (CH₂)₆ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₆ - H の製造 >

H(CH₂)₆Cl (44 g) と、HO[(CH₂)₂O]₂OH (13 g) とを、50% 水酸化ナトリウム水溶液 (48 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12 時間 反応させることにより、H - (CH₂)₆ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₆ - H を製 造した。

【0231】

< H - (CH₂)₇ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₇ - H の製造 >

H(CH₂)₇Cl (40 g) と、HO[(CH₂)₂O]₂OH (10.6 g) とを、5 20 0% 水酸化ナトリウム水溶液 (20 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12 時間 反応させることにより、H - (CH₂)₇ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₇ - H を製 造した。

【0232】

< H - (CH₂)₈ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₈ - H の製造 >

H(CH₂)₈Cl (89 g) と、HO[(CH₂)₂O]₂OH (21 g) とを、50% 水酸化ナトリウム水溶液 (80 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、75、24 時間 30 反応させることにより、H - (CH₂)₈ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₈ - H を製 造した。

【0233】

< H - (CH₂)₉ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₉ - H の製造 >

H(CH₂)₉Cl (30 g) と、HO[(CH₂)₂O]₂OH (6.5 g) とを、50% 水酸化ナトリウム水溶液 (12.3 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、1 2 時間 50 反応させることにより、H - (CH₂)₉ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₉ - H を製 造した。

【0234】

< H - (CH₂)₁₀ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₈ - H の製造 >

H(CH₂)₁₀Cl (61.5 g) と、H(CH₂)₈O[(CH₂)₂O]₂H (38 g) 40 とを、50% 水酸化ナトリウム水溶液 (34.8 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、 75、24 時間 反応させることにより、H - (CH₂)₁₀ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₈ - H を製 造した。

【0235】

< H - (CH₂)₁₀ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₁₀ - H の製造 >

H(CH₂)₁₀Cl (106 g) と、HO[(CH₂)₂O]₂OH (21 g) とを、5 0% 水酸化ナトリウム水溶液 (40 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12 時間 50 反応させることにより、H - (CH₂)₁₀ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₁₀ - H を製 造した。

【0236】

50

< H - (CH₂)₁₂ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₁₂ - H の製造 >
 H(CH₂)₁₂Cl (86 g) と、HO[(CH₂)₂O]₂OH (15 g) とを、50% 水酸化ナトリウム水溶液 (28 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12 時間反応させることにより H - (CH₂)₁₂ - O - [(CH₂)₂ - O]₂ - (CH₂)₁₂ - H を製造した。

【0237】

< H - (CH₂)₆ - O - [(CH₂)₂ - O]₃ - (CH₂)₆ - H の製造 >
 H(CH₂)₆Cl (55 g) と、HO[(CH₂)₂O]₃OH (30 g) とを、50% 水酸化ナトリウム水溶液 (80 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、60、24 時間反応させることにより、H - (CH₂)₆ - O - [(CH₂)₂ - O]₃ - (CH₂)₆ - H を製造した。

10

【0238】

< H - (CH₂)₇ - O - [(CH₂)₂ - O]₃ - (CH₂)₇ - H の製造 >
 H(CH₂)₇Cl (35 g) と、HO[(CH₂)₂O]₃OH (13 g) とを、50% 水酸化ナトリウム水溶液 (17 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12 時間反応させることにより、H - (CH₂)₇ - O - [(CH₂)₂ - O]₃ - (CH₂)₇ - H を製造した。

【0239】

< H - (CH₂)₈ - O - [(CH₂)₂ - O]₃ - (CH₂)₈ - H の製造 >
 H(CH₂)₈Cl (89 g) を、HO[(CH₂)₂O]₃OH (30 g) とを、50% 水酸化ナトリウム水溶液 (40 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12 時間反応させることにより、H - (CH₂)₈ - O - [(CH₂)₂ - O]₃ - (CH₂)₈ - H を製造した。

20

【0240】

< H - (CH₂)₉ - O - [(CH₂)₂ - O]₃ - (CH₂)₉ - H の製造 >
 H(CH₂)₉Cl (36.6 g) と、HO[(CH₂)₂O]₃OH (15 g) とを、50% 水酸化ナトリウム水溶液 (15 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12 時間反応させることにより、H - (CH₂)₉ - O - [(CH₂)₂ - O]₃ - (CH₂)₉ - H を製造した。

【0241】

< H - (CH₂)₁₀ - O - [(CH₂)₂ - O]₃ - (CH₂)₁₀ - H の製造 >
 H(CH₂)₁₀Cl (40 g) と、HO[(CH₂)₂O]₃OH (30 g) とを、50% 水酸化ナトリウム水溶液 (12.3 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12 時間反応させることにより、H - (CH₂)₁₀ - O - [(CH₂)₂ - O]₃ - (CH₂)₁₀ - H を製造した。

30

【0242】

< H - (CH₂)₁₂ - O - [(CH₂)₂ - O]₃ - (CH₂)₁₂ - H の製造 >
 H(CH₂)₁₂Cl (74 g) と、HO[(CH₂)₂O]₃OH (18 g) とを、50% 水酸化ナトリウム水溶液 (24 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12 時間反応させることにより、H - (CH₂)₁₂ - O - [(CH₂)₂ - O]₃ - (CH₂)₁₂ - H を製造した。

40

【0243】

< H - (CH₂)₆ - O - [(CH₂)₂ - O]₄ - (CH₂)₆ - H の製造 >
 H(CH₂)₆Cl (55 g) と、HO[(CH₂)₂O]₄OH (39 g) とを、50% 水酸化ナトリウム水溶液 (40 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12 時間反応させることにより、H - (CH₂)₆ - O - [(CH₂)₂ - O]₄ - (CH₂)₆ - H を製造した。

【0244】

< H - (CH₂)₇ - O - [(CH₂)₂ - O]₄ - (CH₂)₅ - H の製造 >
 H(CH₂)₇O[(CH₂)₂O]₄H (10.4 g)、H(CH₂)₅Cl (3.9 g) と

50

を、50%水酸化ナトリウム水溶液(7.1g)中で、TBAH(触媒量)存在下、70、24時間反応させることにより、 $H-(CH_2)_7-O-[(CH_2)_2-O]_4-(CH_2)_5-H$ を製造した。

【0245】

< $H-(CH_2)_8-O-[(CH_2)_2-O]_4-(CH_2)_4-H$ の製造 >

$H(CH_2)_8O[(CH_2)_2O]_2H$ (18.2g)と、 $H(CH_2)_4O(CH_2)_2O(CH_2)_2Cl$ (19.5g)とを、50%水酸化ナトリウム水溶液(16.7g)中で、TBAH(触媒量)存在下、80、72時間反応させることにより、 $H-(CH_2)_8-O-[(CH_2)_2-O]_4-(CH_2)_4-H$ を製造した。

【0246】

< $H-(CH_2)_7-O-[(CH_2)_2-O]_4-(CH_2)_7-H$ の製造 >

$H(CH_2)_7Cl$ (40g)と、 $HO[(CH_2)_2O]_4OH$ (19g)とを、50%水酸化ナトリウム水溶液(20g)中で、TBAH(触媒量)存在下、80、12時間反応させることにより、 $H-(CH_2)_7-O-[(CH_2)_2-O]_4-(CH_2)_7-H$ を製造した。

【0247】

< $H-(CH_2)_8-O-[(CH_2)_2-O]_4-(CH_2)_8-H$ の製造 >

$H(CH_2)_8Cl$ (89g)と、 $HO[(CH_2)_2O]_4OH$ (39g)とを、50%水酸化ナトリウム水溶液(40g)中で、TBAH(触媒量)存在下、80、12時間反応させることにより、 $H-(CH_2)_8-O-[(CH_2)_2-O]_4-(CH_2)_8-H$ を製造した。

【0248】

< $H-(CH_2)_9-O-[(CH_2)_2-O]_4-(CH_2)_9-H$ の製造 >

$H(CH_2)_9Cl$ (44g)と、 $HO[(CH_2)_2O]_4OH$ (17g)とを、50%水酸化ナトリウム水溶液(18g)中で、TBAH(触媒量)存在下、80、12時間反応させることにより、 $H-(CH_2)_9-O-[(CH_2)_2-O]_4-(CH_2)_9-H$ を製造した。

【0249】

< $H-(CH_2)_{10}-O-[(CH_2)_2-O]_4-(CH_2)_{10}-H$ の製造 >

$H(CH_2)_{10}Cl$ (88g)と、 $HO[(CH_2)_2O]_4OH$ (32g)とを、50%水酸化ナトリウム水溶液(33g)中で、TBAH(触媒量)存在下、80、12時間反応させることにより、 $H-(CH_2)_{10}-O-[(CH_2)_2-O]_4-(CH_2)_{10}-H$ を製造した。

【0250】

< $H-(CH_2)_{12}-O-[(CH_2)_2-O]_4-(CH_2)_{12}-H$ の製造 >

$H(CH_2)_{12}Cl$ (74g)と、 $HO[(CH_2)_2O]_4OH$ (23g)とを50%水酸化ナトリウム水溶液(24g)中で、TBAH(触媒量)存在下、80、12時間反応させることにより、 $H-(CH_2)_{12}-O-[(CH_2)_2-O]_4-(CH_2)_{12}-H$ を製造した。

【0251】

< $H-(CH_2)_6-O-[(CH_2)_2-O]_5-(CH_2)_6-H$ の製造 >

$H(CH_2)_6O(CH_2)_2O(CH_2)_2Cl$ (45g)と、 $HO(CH_2)_2OH$ (4.5g)とを、50%水酸化ナトリウム水溶液(15g)中で、TBAH(触媒量)存在下、80、12時間反応させることにより、 $H-(CH_2)_6-O-[(CH_2)_2-O]_5-(CH_2)_6-H$ を製造した。

【0252】

< $H-(CH_2)_8-O-[(CH_2)_2-O]_5-(CH_2)_8-H$ の製造 >

$H(CH_2)_8O(CH_2)_2O(CH_2)_2Cl$ (71g)と、 $HO(CH_2)_2OH$ (6.2g)とを、50%水酸化ナトリウム水溶液(40g)中で、TBAH(触媒量)存在下、80、12時間反応させることにより、 $H-(CH_2)_8-O-[(CH_2)_2-O]$

10

20

30

40

50

$5 - (\text{CH}_2)_8 - \text{H}$ を製造した。

【0253】

< $\text{H} - (\text{CH}_2)_{10} - \text{O} - [(\text{CH}_2)_2 - \text{O}]_5 - (\text{CH}_2)_{10} - \text{H}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_{10}\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{Cl}$ (45 g) と、 $\text{HO}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$ (3.5 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (11 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12時間反応させることにより、 $\text{H} - (\text{CH}_2)_{10} - \text{O} - [(\text{CH}_2)_2 - \text{O}]_5 - (\text{CH}_2)_{10} - \text{H}$ を製造した。

【0254】

< $\text{H} - (\text{CH}_2)_8 - \text{O} - [(\text{CH}_2)_2 - \text{O}]_6 - (\text{CH}_2)_8 - \text{H}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_8\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{Cl}$ (71 g) と、 $\text{HO}[(\text{CH}_2)_2\text{O}]_2\text{H}$ (10.6 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (20 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、75、12時間反応させることにより、 $\text{H} - (\text{CH}_2)_8 - \text{O} - [(\text{CH}_2)_2 - \text{O}]_6 - (\text{CH}_2)_8 - \text{H}$ を製造した。

【0255】

< $\text{H} - (\text{CH}_2)_{10} - \text{O} - [(\text{CH}_2)_2 - \text{O}]_6 - (\text{CH}_2)_{10} - \text{H}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_{10}\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{Cl}$ (30 g) と、 $\text{HO}[(\text{CH}_2)_2\text{O}]_2\text{H}$ (4 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (7.5 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12時間反応させることにより、 $\text{H} - (\text{CH}_2)_{10} - \text{O} - [(\text{CH}_2)_2 - \text{O}]_6 - (\text{CH}_2)_{10} - \text{H}$ を製造した。

【0256】

< $\text{H} - (\text{CH}_2)_{10} - \text{O} - [(\text{CH}_2)_2 - \text{O}]_7 - (\text{CH}_2)_{10} - \text{H}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_{10}\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{Cl}$ (43 g) と、 $\text{HO}[(\text{CH}_2)_2\text{O}]_3\text{H}$ (8.2 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (11 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、12時間反応させることにより、 $\text{H} - (\text{CH}_2)_{10} - \text{O} - [(\text{CH}_2)_2 - \text{O}]_7 - (\text{CH}_2)_{10} - \text{H}$ を製造した。

【0257】

< $\text{H} - (\text{CH}_2)_5 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{O} - (\text{CH}_2)_4 - \text{H}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_4\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$ (177.3 g) を乾燥ピリジン (177.8 g) 中で塩化チオニル (267.8 g) と3時間反応 (0 80) させて $\text{H}(\text{CH}_2)_4\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{Cl}$ を合成した。 $\text{H}(\text{CH}_2)_4\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{Cl}$ を蒸留精製後、 $\text{H}(\text{CH}_2)_5\text{O}$ (5.0 g) と $\text{H}(\text{CH}_2)_4\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{Cl}$ (10.9 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (2.6 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、19時間反応させることにより、 $\text{H} - (\text{CH}_2)_5 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{O} - (\text{CH}_2)_4 - \text{H}$ を製造した。

【0258】

< $\text{H} - (\text{CH}_2)_4 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{Cl}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_4\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$ (162 g) を乾燥ピリジン (79 g) 中で塩化チオニル (119 g) と4時間反応 (0 100) させて $\text{H} - (\text{CH}_2)_4 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{Cl}$ を合成した。

【0259】

< $\text{H} - (\text{CH}_2)_6 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{Cl}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_6\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$ (250 g) を乾燥ピリジン (160 g) 中で塩化チオニル (240 g) と4時間反応 (0 80) させて $\text{H} - (\text{CH}_2)_6 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{Cl}$ を合成した。

【0260】

< $\text{H} - (\text{CH}_2)_7 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{Cl}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_7\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$ (85 g) を乾燥ピリジン (49.4 g) 中で塩化チオニル (74.4 g) と4時間反応 (0 80) させて $\text{H} - (\text{CH}_2)_7 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{Cl}$ を合成した。

【0261】

< $\text{H} - (\text{CH}_2)_8 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{O} - (\text{CH}_2)_2 - \text{Cl}$ の製造 >

10

20

30

40

50

$\text{H}(\text{CH}_2)_8\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$ (180 g) を乾燥ピリジン (100 g) 中で塩化チオニル (150 g) と5時間反応 (0 80) させて $\text{H}-(\text{CH}_2)_8-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{Cl}$ を合成した。

【0262】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{OH}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_6\text{Cl}$ (87.6 g) と、 $\text{HO}(\text{CH}_2)_6\text{OH}$ (510 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (50 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、24時間反応させることにより、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{OH}$ を製造した。

【0263】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_8-\text{O}-(\text{CH}_2)_4-\text{OH}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_8\text{Cl}$ (112.9 g) と、 $\text{HO}(\text{CH}_2)_4\text{OH}$ (500 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (35 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、24時間反応させることにより、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_8-\text{O}-(\text{CH}_2)_4-\text{OH}$ を製造した。

【0264】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_8-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{OH}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_8\text{Cl}$ (183.9 g) と、 $\text{HO}(\text{CH}_2)_6\text{OH}$ (500 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (61 g) 中で、TBAH (触媒量) 存在下、80、19時間反応させることにより、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_8-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{OH}$ を製造した。

【0265】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_5-\text{COOH}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_6\text{O}(\text{CH}_2)_6\text{OH}$ (22.7 g) を、触媒 $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (0.8 g) および $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{NHSO}_4$ (1.0 g) 存在下、30%過酸化水素水 (35.9 g) により90、4時間酸化し、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_5-\text{COOH}$ を製造した。

【0266】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_8-\text{O}-(\text{CH}_2)_3-\text{COOH}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_8\text{O}(\text{CH}_2)_4\text{OH}$ (22.5 g) を、触媒 $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (0.8 g) および $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{NHSO}_4$ (1.0 g) 存在下、30%過酸化水素水 (33.6 g) により90、4時間酸化し、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_8-\text{O}-(\text{CH}_2)_3-\text{COOH}$ を製造した。

【0267】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_8-\text{O}-(\text{CH}_2)_5-\text{COOH}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_8\text{O}(\text{CH}_2)_6\text{OH}$ (27.1 g) を、触媒 $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (0.8 g) および $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{NHSO}_4$ (1.0 g) 存在下、30%過酸化水素水 (35.1 g) により90、4時間酸化し、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_8-\text{O}-(\text{CH}_2)_5-\text{COOH}$ を製造した。

【0268】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{H}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_6\text{O}(\text{CH}_2)_6\text{OH}$ (11.1 g) とマロン酸 $\text{HOOCCH}_2\text{COOH}$ (2.7 g) に濃硫酸数滴を添加後、80、2時間アスピレーターを用いて減圧加熱還流し、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{H}$ を製造した。

【0269】

< $\text{H}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-\text{CO}-(\text{CH}_2)_4-\text{CO}-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{H}$ の製造 >

$\text{H}(\text{CH}_2)_6\text{O}(\text{CH}_2)_6\text{OH}$ (10.3 g) とアジピン酸 $\text{HOOC}(\text{CH}_2)_4\text{COOH}$ (3.7 g) に濃硫酸数滴を添加後、80、2時間アスピレーターを用いて減圧加熱還流し、 $\text{H}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-\text{CO}-(\text{CH}_2)_4-\text{CO}-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-(\text{CH}_2)_6-\text{H}$ を製造した。

10

20

30

40

50

【0270】

< H - (CH₂)₆ - O - (CH₂)₆ - O - CO - (CH₂)₆ - CO - O - (CH₂)₆ - O - (CH₂)₆ - H の製造 >

H (CH₂)₆ O (CH₂)₆ OH (8 . 8 g) とスベリン酸 HOOC (CH₂)₆ COOH (19 . 5 g) に濃硫酸数滴を添加後、100 、4 . 5 時間アスピレーターを用いて減圧加熱還流し、H - (CH₂)₆ - O - (CH₂)₆ - O - CO - (CH₂)₆ - CO - O - (CH₂)₆ - O - (CH₂)₆ - H を製造した。

【0271】

< H - (CH₂)₆ - O - (CH₂)₆ - O - CO - (CH₂)₈ - CO - O - (CH₂)₆ - O - (CH₂)₆ - H の製造 >

H (CH₂)₆ O (CH₂)₆ OH (12 . 1 g) とセバシン酸 HOOC (CH₂)₈ COOH (5 . 3 g) に濃硫酸数滴を添加後、80 、4 時間アスピレーターを用いて減圧加熱還流し、H - (CH₂)₆ - O - (CH₂)₆ - O - CO - (CH₂)₈ - CO - O - (CH₂)₆ - O - (CH₂)₆ - H を製造した。

【0272】

【表 1】

| 化合物 | 融点(°C) | 融点低下 (°C) | 化合物 | 融点(°C) | 融点低下 (°C) |
|---------|------------|--------------|---------------------|--------|--------------|
| 7O4Br | -48.8 | -39.3 | 6O2O2O6 | -23.7 | -55.6 |
| 7O4SH | -46.1 | -39.8 | 7O2O2O7 | -9.7 | -49.9 |
| 5O6OH | -13.6 | -35.5 | 8O2O2O8 | 1.7 | -45.9 |
| 7O4OH | -11.5 | -33.4 | 9O2O2O9 | 10.2 | -43.3 |
| 7O6OH | -0.3 | -36.9 | 10O2O2O8 | 5.3 | -48.2 |
| 8O5OH | -0.5 | -37.1 | 10O2O2O10 | 19.3 | -39.5 |
| 8O6 | -25.6 | -35.5 | 12O2O2O12 | 33.8 | -33.9 |
| 9O5 | -26.5 | -26.4 | 6O2O2O2O6 | -15.7 | -59.3 |
| 10O4 | -26.8 | -36.7 | 7O2O2O2O7 | 0.3 | -50.3 |
| 11O3 | -22.1 | -32.0 | 8O2O2O2O8 | 6.3 | -50.1 |
| 12O2 | -15.6 | -25.5 | 9O2O2O2O9 | 18.2 | -43.3 |
| 4O2O4Br | (Tg: -121) | | 10O2O2O2O10 | 22.5 | -43.0 |
| 4O2O4SH | -62.9 | -56.6 | 12O2O2O2O12 | 35.2 | -37.6 |
| 4O2O4OH | -43.1 | -65.0 | 6O2O2O2O2O6 | -15.2 | -68.7 |
| 5O2O3OH | -42.4 | -64.3 | 7O2O2O2O2O5 | -20.6 | -74.1 |
| 5O2O5 | -39.4 | -45.2 | 8O2O2O2O2O4 | -21.4 | -74.9 |
| 4O2O6OH | -24.8 | -61.4 | 7O2O2O2O2O7 | -3.8 | -62.6 |
| 6O2O4OH | -21.1 | -57.7 | 8O2O2O2O2O8 | 4.2 | -59.2 |
| 8O2O2OH | -16.7 | -53.3 | 9O2O2O2O2O9 | 14.2 | -53.5 |
| 6O2O6 | -25.0 | -43.1 | 10O2O2O2O2O10 | 20.6 | -50.5 |
| 7O2O7 | -4.3 | -31.8 | 12O2O2O2O2O12 | 34.0 | -43.4 |
| 5O6O5 | ca. -22 | ca. -50 | 6O2O2O2O2O2O6 | -10.2 | -71.7 |
| 8O2O8 | 2.8 | -33.6 | 8O2O2O2O2O2O8 | 7.8 | -62.5 |
| 9O2O9 | 17.0 | -26.6 | 10O2O2O2O2O2O10 | 22.7 | -53.2 |
| 10O2O10 | 20.6 | -30.0 | 8O2O2O2O2O2O2O8 | 7.5 | -67.0 |
| 12O2O12 | 35.5 | -26.0 | 10O2O2O2O2O2O2O10 | 20.5 | -59.8 |
| 5O2O2O5 | -43.6 | -65.5 | 10O2O2O2O2O2O2O2O10 | 20.7 | ca. -65 |

10

20

30

【 0 2 7 3 】

【表 2】

| 化合物 | 融点(°C) | 融点低下(°C) |
|---------------|-------------|----------|
| 6O6OH | -9.5 | -40.1 |
| 8O4OH | -5.9 | -36.5 |
| 8O6OH | 9.4 | -35.6 |
| 6O5COOH | -4.5 | -49.1 |
| 8O3COOH | 2.7 | -41.9 |
| 8O5COOH | 9.4 | -42.6 |
| C1(COO6O6)2 | -5.0 | -38.3 |
| C4(COO6O6)2 | 11.1 | -34.8 |
| C6(COO6O6)2 | 12.5 | -36.3 |
| C8(COO6O6)2 | 21.4 | -30.8 |
| Ph(COO6O6)2 | -14.6 | -40.7 |
| 5O2O4 | -75.5 | -70.1 |
| 4O2O2Cl | -68.5 | -37.2 |
| 6O2O2Cl | -55.1 | -45.8 |
| 7O2O2Cl | -42.1 | -42.8 |
| 8O2O2Cl | -32.2 | -37.1 |
| Ph(COO4O2O4)2 | (Tg: -85.2) | |

10

20

【0274】

〔実施例 2：非イオン界面活性剤の製造〕

直鎖アルキルポリオキシエチレンエーテルの直鎖アルキル鎖の部分がオキサアルキル鎖 ($C_5H_{11}-O-C_6H_{12}-$) となっている非イオン界面活性剤を製造した。

【0275】

< $C_5H_{11}-O-C_6H_{12}-(OCH_2CH_2)_nOH$ の製造 >

$C_5H_{11}OH$ (130 g) と、 $BrC_6H_{12}Br$ (280 g) とを、50%水酸化ナトリウム水溶液 (240 g) 中で、TBAH (11 g) 存在下)、80、12時間反応させることにより、 $C_5H_{11}OC_6H_{12}Br$ を得た。 $C_5H_{11}OC_6H_{12}Br$ は、赤外スペクトルおよびガスクロマトグラフィーにより同定した。

30

【0276】

続いて、得られた $C_5H_{11}OC_6H_{12}Br$ (58 g) を、 $HO(C_2H_4O)_3H$ (180 g) と、Na (3.7 g) の存在下、90 で 24 時間反応させることにより $C_5H_{11}OC_6H_{12}O(C_2H_4O)_3H$ を製造した。得られた $C_5H_{11}OC_6H_{12}O(C_2H_4O)_3H$ は、赤外スペクトルおよびガスクロマトグラフィーにより同定を行った。

40

【0277】

次に、得られた $C_5H_{11}OC_6H_{12}O(C_2H_4O)_3H$ (64 g) を、 $SOCl_2$ (31 g) と、ピリジン (20 g) の存在下で、80、12時間反応させて、 $C_5H_{11}OC_6H_{12}O(C_2H_4O)_2C_2H_4Cl$ を得た。得られた $C_5H_{11}OC_6H_{12}O(C_2H_4O)_2C_2H_4Cl$ は、赤外スペクトルおよびガスクロマトグラフィーにより同定を行った。

【0278】

得られた $C_5H_{11}OC_6H_{12}O(C_2H_4O)_2C_2H_4Cl$ (30 g) と、 $HO(C_2H_4O)_3H$ (71 g) とを、Na (1.4 g) の存在下で、90、24時間反応

50

させ、目的とする本発明の界面活性剤 $C_5H_{11}OC_6H_{12}(OC_2H_4)_6OH$ を得た。得られた $C_5H_{11}OC_6H_{12}(OC_2H_4)_6OH$ は、赤外スペクトル、ガスクロマトグラフィーにより同定を行った。

【0279】

得られた最終生成物 ($C_5OC_6(OCH_2CH_2)_6OH$; $C_5OC_6E_6$ と略記する) の純度は 99.84% 以上であった。

【0280】

<直鎖アルキル鎖の部分がオキサアルキル鎖となっている非イオン界面活性剤と直鎖アルキル鎖を有する非イオン界面活性剤との比較>

$C_5OC_6E_6$ の水溶液物性 (状態図と破泡性) を、同鎖長の、直鎖アルキル鎖を有する非イオン界面活性剤 ($C_{12}(OCH_2CH_2)_6OH$; $C_{12}E_6$ と略記する) と比較した。

10

【0281】

図2に非イオン界面活性剤と水との二成分系状態図を示す。図2左側 (「 $C_{12}E_6$ /水系」が付された図) は $C_{12}E_6$ と水との二成分系状態図であり、図2右側 (「 $C_5OC_6E_6$ /水系」が付された図) は $C_5OC_6E_6$ と水との二成分系状態図である。

【0282】

$C_{12}E_6$ の場合は、融点が約 26 で冬季は固化する場合がある。これを室温において水で希釈すると、約 40 ~ 85 重量% (wt%) の領域ではゲル化してしまい機械的な攪拌ができなくなる。これを避けるためには、60 程度に加温してゲル化領域を避けながら希釈する必要があり、余分なエネルギーのロスとなる。

20

【0283】

これに対して、 $C_5OC_6E_6$ では、図2右側 (「 $C_5OC_6E_6$ /水系」が付された図) に示すように固相領域が融点の低下 (純粋な非イオン界面活性剤の融点は -2.4) により低温域に移動している。またゲル相領域が、疎水基として直鎖アルキル鎖を有する場合に比べ驚くほど減少していることがわかる。また、図2中2で示される水と界面活性剤相との二相分離領域も高温度域に移動していることがわかる。これらの効果により液相領域が顕著に拡大している。また、純物質の融点が -2.4 であるので、水で希釈する場合は、固化の心配はない。さらに、室温付近ではどの濃度においても液相領域となっているので、ゲル化することなく任意の濃度に希釈することができ、加温の必要もないことがわかる。

30

【0284】

また、 $C_5OC_6E_6$ でも、臨界ミセル濃度は、 $C_{12}E_6$ と同程度の約 5×10^{-5} mol/L 程度で、オキサアルキル化による影響もない。

【0285】

また、図3に $C_5OC_6E_6$ の破泡性を、 $C_{12}E_6$ の破泡性と比較した結果を示す。図3中、左のサンプル (下部に「 $C_5OC_6E_6$ 」と記載) が $C_5OC_6E_6$ の 0.1% 水溶液であり、右のサンプル (下部に「 $C_{12}E_6$ 」と記載) が $C_{12}E_6$ の 0.1% 水溶液である。 $C_5OC_6E_6$ では振とう直後において既存の $C_{12}E_6$ に比べ起泡性が小さく、さらに 20 秒後には泡は完全に消失し強力な破泡性を示すことがわかる。

40

【0286】

〔実施例3：可塑剤の製造〕

フタル酸ジアルカノールエステルのアルキル鎖部分がオキサアルキル鎖 ($C_6H_{13}-O-C_6H_{12}$ - または $C_4H_9-O-C_2H_4-O-C_4H_8$ -) に置換された構造を持つ可塑剤を製造した。

【0287】

<可塑剤モデル化合物 $H-(CH_2)_{13}-O-CO-(o-Ph)-CO-O-(CH_2)_{13}-H$ の製造>

1-トリデカノール $H(CH_2)_{13}OH$ (5.0 g) と無水フタル酸 (11.1 g) とを含む反応液に、濃硫酸数滴を添加後、100、4時間半アスピレーターを用いて減

50

圧加熱還流し、 $H - (CH_2)_{13} - O - CO - (o - Ph) - CO - O - (CH_2)_{13} - H$ を製造した。得られた $H - (CH_2)_{13} - O - CO - (o - Ph) - CO - O - (CH_2)_{13} - H$ (「Pht (COOn13)₂」)と適宜略記する)は、カラムクロマトグラフィーおよびクーゲルローア法により精製され、赤外スペクトルにより同定および純度検定を行われた。

【0288】

< $H - (CH_2)_6 - O - (CH_2)_6 - O - CO - (o - Ph) - CO - O - (CH_2)_6 - O - (CH_2)_6 - H$ の製造 >

$H(CH_2)_6O(CH_2)_6OH$ (6.0 g)と無水フタル酸 (18.0 g)とを含む反応液に、濃硫酸数滴を添加後、80℃、4時間アスピレーターを用いて減圧加熱還流し、 $H - (CH_2)_6 - O - (CH_2)_6 - O - CO - (o - Ph) - CO - O - (CH_2)_6 - O - (CH_2)_6 - H$ を製造した。得られた $H - (CH_2)_6 - O - (CH_2)_6 - O - CO - (o - Ph) - CO - O - (CH_2)_6 - O - (CH_2)_6 - H$ (「Pht (COO6O6)₂」)と適宜略記する)はカラムクロマトグラフィーおよびクーゲルローア法により精製され、赤外スペクトルにより同定および純度検定が行われた。

10

【0289】

< $H - (CH_2)_4 - O - (CH_2)_2 - O - (CH_2)_4 - O - CO - (o - Ph) - CO - O - (CH_2)_4 - O - (CH_2)_2 - O - (CH_2)_4 - H$ の製造 >

$H(CH_2)_4O(CH_2)_2O(CH_2)_4OH$ (5.7 g)と無水フタル酸 (18.0 g)に濃硫酸数滴を添加後、80℃、4時間アスピレーターを用いて減圧加熱還流し、 $H - (CH_2)_4 - O - (CH_2)_2 - O - (CH_2)_4 - O - CO - (o - Ph) - CO - O - (CH_2)_4 - O - (CH_2)_2 - O - (CH_2)_4 - H$ を製造した。得られた $H - (CH_2)_4 - O - (CH_2)_2 - O - (CH_2)_4 - O - CO - (o - Ph) - CO - O - (CH_2)_4 - O - (CH_2)_2 - O - (CH_2)_4 - H$ (「Pht (COO4O2O4)₂」)と適宜略記する)はカラムクロマトグラフィーおよびクーゲルローア法により精製され、赤外スペクトルにより同定および純度検定が行われた。

20

【0290】

< 直鎖アルキル鎖の部分がオキサアルキル鎖となっている可塑剤と直鎖アルキル鎖を有する可塑剤との比較 >

フタル酸ジアルカノールエステルのアルキル鎖部分がオキサアルキル鎖 ($C_6H_{13} - O - C_6H_{12}$ - または $C_4H_9 - O - C_2H_4 - O - C_4H_8$ -) に置換された構造を持つ可塑剤モデル化合物の熱物性 (結晶性および融点とガラス転移点) を、類似鎖長の分岐アルキル鎖を有する市販可塑剤 (iso - $C_{13}H_{27}OCO(o - Ph)COOiso - C_{13}H_{27}$; 「Pht (COOiso13)₂」) と適宜略記する) および直鎖アルキル鎖を有する可塑剤モデル化合物 Pht (COOn13)₂ のそれと比較した。

30

【0291】

図5にPht (COOn13)₂、Pht (COO6O6)₂、Pht (COO4O2O4)₂の赤外スペクトルを示した。図5中、(A)はPht (COO4O2O4)₂の赤外スペクトルパターンを示し、(B)はPht (COO6O6)₂の赤外スペクトルパターンを示し、(C)はPht (COOn13)₂の赤外スペクトルパターンを示す。

40

【0292】

図5によれば、各化合物の赤外スペクトルパターンが非常に似ており、分子骨格の一次構造および立体構造が同等であることが示された。

【0293】

カルボニル $C = O$ 二重結合の伸縮振動バンド (図5中(1)で示す) を強度標準にし、エーテル $C - O$ 単結合伸縮振動バンド (図5中(2)で示す) とメチレン CH_2 はさみ振動バンド (図5中(3)で示す) の相対強度から、今回製造した可塑剤の同定を行った。すなわち、Pht (COOn13)₂、Pht (COO6O6)₂、Pht (COO4O2O4)₂の順にエーテル $C - O$ 単結合バンドの相対強度は増大し、それに対しエーテル酸素原子の置換によりメチレン CH_2 バンドの相対強度は減少している。また、原料由来

50

のOH伸縮振動バンドが $3000 \sim 3600 \text{ cm}^{-1}$ 領域に全く観測されないことから、これらの試料が高純度であることが示された。

【0294】

直鎖アルキル鎖を有する可塑剤モデル化合物 $\text{Ph t}(\text{COO n 1 3})_2$ は、結晶性が高く、融点も 26.1 と可塑剤として適した熱物性を有しているとは言えない。これに対し分岐アルキル鎖を持つ市販可塑剤 $\text{Ph t}(\text{COO i s o 1 3})_2$ は、融点が -21.1 とモデル化合物に比べて 47.2 低下している。この融点低下の一部は分岐鎖によるパッキング妨害効果に因るものである。さらに市販品は側鎖の分岐アルキル鎖に多様な分岐構造を持つ種々の化合物の混合物であるため、これに起因する多分散効果が融点降下の原因であると考えられる。上記の要因から結晶化が著しく阻害され、実際には融点以下でも結晶化速度は非常に遅く、 -78.4 にガラス転移点を示すのみである。このような結晶化阻害効果と低いガラス転移温度とを有することが、分岐アルキル鎖を有する市販可塑剤の特徴である。

10

【0295】

これに対して、今回製造したエーテル酸素原子を1個有する $\text{Ph t}(\text{COO 6 0 6})_2$ では、単分散高純度物質においても融点 -14.6 （モデル化合物 $\text{Ph t}(\text{COO n 1 3})_2$ に比べ 40.7 低下）、ガラス転移温度も -88.6 と、市販品に匹敵する融点低下効果や結晶化阻害効果が明らかに認められた（表2に融点および融点低下を示す）。 $\text{Ph t}(\text{COO 6 0 6})_2$ に、側鎖の分岐アルキル鎖に多様な分岐構造を持つ数種類の化合物を混合することで、多分散効果による結晶化阻害効果をさらに高めることが可能であり、 $\text{Ph t}(\text{COO 6 0 6})_2$ が可塑剤として有効であるといえる。

20

【0296】

さらにエーテル酸素原子を2個有する $\text{Ph t}(\text{COO 4 0 2 0 4})_2$ においては純物質においても融点は観測されなくなり、 -85.2 にガラス転移点のみが観測されるものであった。この結果は、結晶化阻害効果や実測ガラス転移点などの可塑剤として要求される熱物性について、 $\text{Ph t}(\text{COO 4 0 2 0 4})_2$ が市販品よりも優れていることが示された。

【産業上の利用可能性】

【0297】

本発明にかかる化合物は、以上のように、これを用いて直鎖アルキル鎖を有する化合物の当該直鎖アルキル鎖の部分がオキサアルキル鎖となっている改質化合物を製造すること、直鎖アルキル鎖を有する化合物または当該化合物を含む組成物に混合すること等により、直鎖アルキル鎖を有する化合物またはこれを含む組成物の融点の低下・消失、ガラス転移点の低下、結晶/液晶転移温度の低下、起泡性の抑制、流動点の低下等、物性の大幅な改変を行うことが可能となる。

30

【0298】

それゆえ、可塑剤、界面活性剤、液晶分子、エラストマー、合成樹脂等の広範な材料を、優れた物性を有するように改変することができるとともに、分子の集合体としての形自体に及ぼす影響が少なく、オキサアルキル鎖の鎖長やオキサアルキル鎖中の酸素原子及びオキシアルキレン基の位置を調節することにより材料物性の制御を広範囲に行うことが可能であるため、他の物性改変法と比較した場合、立体構造の設計、制御を行う上で有利である。

40

【0299】

このため、非常に広範な材料、とりわけ、可塑剤、界面活性剤、液晶分子、エラストマー、合成樹脂、粘着剤、潤滑油等への応用が期待できる。また、抑泡剤等としても用いることができ非常に有用である。それゆえ、本発明は、工業用材料製造業等の各種化学工業に利用可能であり、しかも非常に有用である。

【図面の簡単な説明】

【0300】

【図1】オキサアルキル鎖間のメチレン鎖部分のファンデルワールス引力と酸素原子間静

50

電反発力との競合の様子を模式的に示す図である。

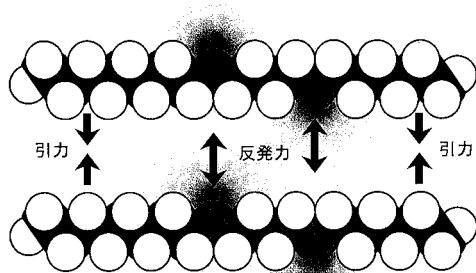
【図2】実施例において、 $C_5OC_6E_6$ と水との二成分系状態図を、 $C_{12}E_6$ と水との二成分系状態図と比較した結果を示す図である。

【図3】実施例において、 $C_5OC_6E_6$ の破泡性を、 $C_{12}E_6$ の破泡性と比較した結果を示す図である。

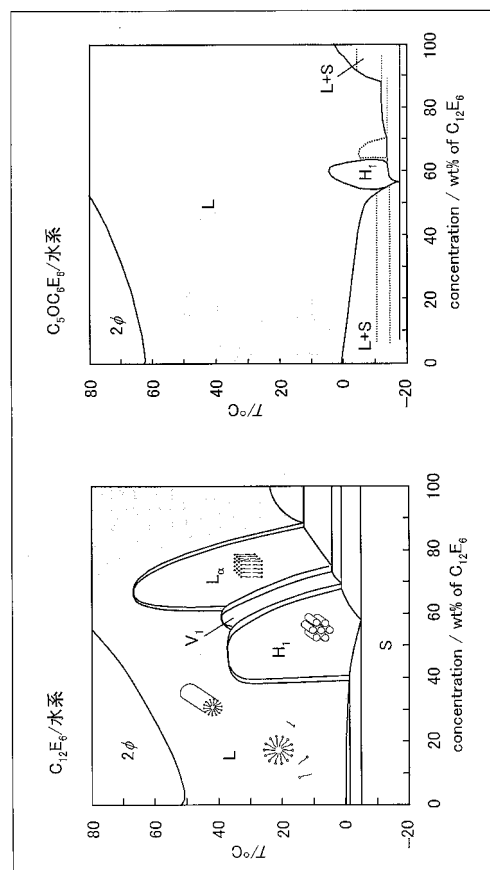
【図4】本発明にかかる新規ジカルボン酸ジアルキルエステル（一例）の構造の模式図である。

【図5】 $Ph t(COOn13)_2$ 、 $Ph t(COO6O6)_2$ 、 $Ph t(COO4O2O4)_2$ の赤外スペクトルパターンを示す図である。

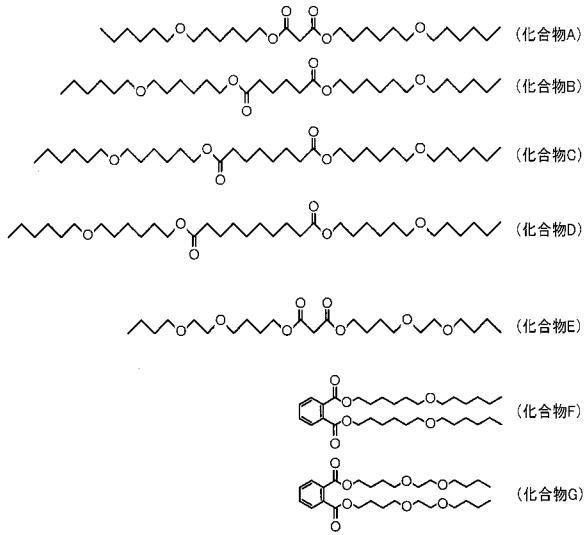
【図1】



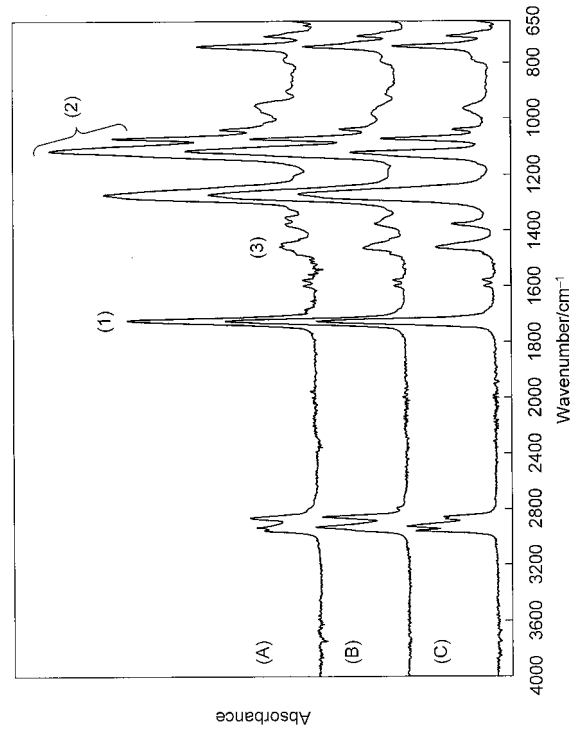
【図2】



【 図 4 】

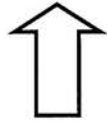
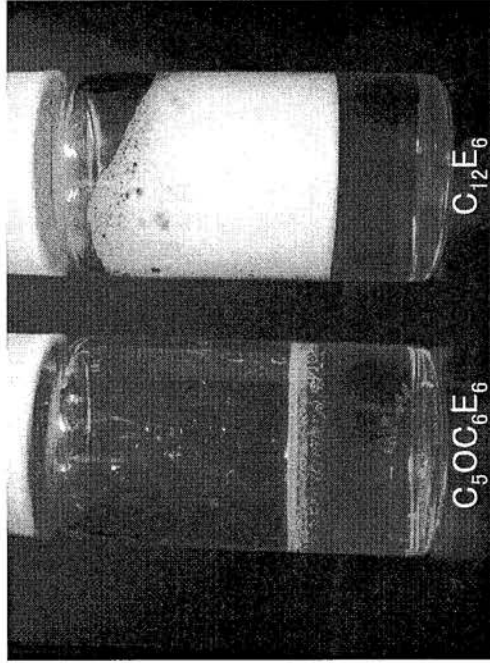


【 図 5 】

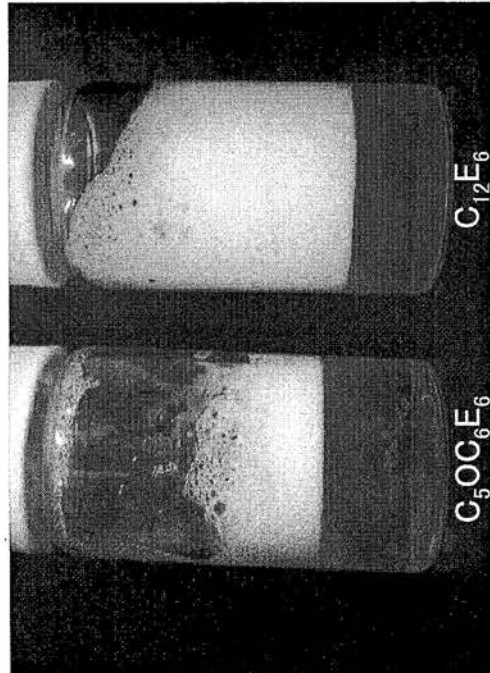


【 図 3 】

20秒後



振とう直後



フロントページの続き

| (51) Int.Cl. | F I | |
|--------------------------|----------------|---|
| C 0 7 C 43/13 (2006.01) | C 0 7 C 43/13 | Z |
| C 0 7 C 43/04 (2006.01) | C 0 7 C 43/04 | Z |
| C 0 7 C 43/10 (2006.01) | C 0 7 C 43/10 | |
| C 0 7 C 43/11 (2006.01) | C 0 7 C 43/13 | |
| C 0 7 C 51/285 (2006.01) | C 0 7 C 43/11 | |
| C 1 0 M 105/36 (2006.01) | C 0 7 C 51/285 | |
| C 1 0 M 105/18 (2006.01) | C 1 0 M 105/36 | |
| C 1 0 M 129/16 (2006.01) | C 1 0 M 105/18 | |
| C 1 0 M 129/72 (2006.01) | C 1 0 M 129/16 | |
| C 1 1 D 1/72 (2006.01) | C 1 0 M 129/72 | |
| C 0 9 K 19/06 (2006.01) | C 1 1 D 1/72 | |
| C 0 7 C 69/34 (2006.01) | C 0 9 K 19/06 | |
| C 0 7 C 59/125 (2006.01) | C 0 7 C 69/34 | |
| C 0 7 C 67/08 (2006.01) | C 0 7 C 59/125 | A |
| C 0 7 C 69/38 (2006.01) | C 0 7 C 67/08 | |
| C 0 7 C 69/44 (2006.01) | C 0 7 C 69/38 | |
| C 0 7 C 69/50 (2006.01) | C 0 7 C 69/44 | |
| C 0 7 C 323/12 (2006.01) | C 0 7 C 69/50 | |
| C 1 0 M 105/54 (2006.01) | C 0 7 C 323/12 | |
| C 1 0 M 105/72 (2006.01) | C 1 0 M 105/54 | |
| C 1 0 M 131/10 (2006.01) | C 1 0 M 105/72 | |
| C 1 0 M 135/02 (2006.01) | C 1 0 M 131/10 | |
| C 1 0 N 30/02 (2006.01) | C 1 0 M 135/02 | |
| C 1 0 N 40/08 (2006.01) | C 1 0 N 30/02 | |
| C 1 0 N 40/25 (2006.01) | C 1 0 N 40/08 | |
| | C 1 0 N 40:25 | |

- (56)参考文献 特開昭63-086754(JP,A)
 特開平04-356441(JP,A)
 特開昭59-105037(JP,A)
 特開昭53-010645(JP,A)
 特開2006-077251(JP,A)
 米国特許第05540794(US,A)
 特開平11-080421(JP,A)
 特開平07-149990(JP,A)
 特開平02-227461(JP,A)
 特開平02-261849(JP,A)
 特開昭57-200250(JP,A)
 米国特許第02541667(US,A)
 米国特許第02624753(US,A)
 米国特許第02525961(US,A)
 特開2006-096849(JP,A)
 特開昭63-256770(JP,A)
 特開平06-346367(JP,A)
 特開平11-012212(JP,A)
 英国特許第02114974(GB,B)
 特開平04-266943(JP,A)

J. Thermal Anal., 1996年, 47, 1141 - 1153

Makromol. Chem., 1993年, 194, 1315 - 1321

I&EC PRODUCT RESEARCH AND DEVELOPMENT, 1964年, Vol.3, No.2, 146 - 9

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B 0 1 D 1 9 / 0 4
C 0 7 C 4 1 / 1 6
C 0 7 C 4 3 / 0 4
C 0 7 C 4 3 / 1 0
C 0 7 C 4 3 / 1 1
C 0 7 C 4 3 / 1 2
C 0 7 C 4 3 / 1 3
C 0 7 C 5 1 / 2 8 5
C 0 7 C 5 9 / 1 2 5
C 0 7 C 6 7 / 0 8
C 0 7 C 6 9 / 3 4
C 0 7 C 6 9 / 3 8
C 0 7 C 6 9 / 4 4
C 0 7 C 6 9 / 5 0
C 0 7 C 6 9 / 8 0
C 0 7 C 3 1 9 / 0 2
C 0 7 C 3 2 3 / 1 2
C 0 9 K 1 9 / 0 6
C 1 0 M 1 0 5 / 1 8
C 1 0 M 1 0 5 / 3 6
C 1 0 M 1 0 5 / 5 4
C 1 0 M 1 0 5 / 7 2
C 1 0 M 1 2 9 / 1 6
C 1 0 M 1 2 9 / 7 2
C 1 0 M 1 3 1 / 1 0
C 1 0 M 1 3 5 / 0 2
C 1 1 D 1 / 7 2
C 1 0 N 3 0 / 0 2
C 1 0 N 4 0 / 0 8
C 1 0 N 4 0 / 2 5
C A p l u s / R E G I S T R Y (S T N)