

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2008年11月6日 (06.11.2008)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 2008/133269 A1

- (51) 国際特許分類:  
C07C 217/08 (2006.01) C07F 9/09 (2006.01)  
C07D 233/60 (2006.01) C07F 9/14I (2006.01)  
C07D 295/08 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2008/057836
- (22) 国際出願日: 2008年4月23日 (23.04.2008)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願2007-114018 2007年4月24日 (24.04.2007) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 国立大学法人東京農工大学 (TOKYO UNIVERSITY OF AGRICULTURE AND TECHNOLOGY) [JP/JP]; 〒1838538 東京都府中市晴見町3-8-1 Tokyo (JP). 日清紡績株式会社 (NISSHINBO INDUSTRIES, INC.) [JP/JP]; 〒1038650 東京都中央区日本橋人形町二丁目3番11号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 大野 弘幸 (OHNO, Hiroyuki) [JP/JP]; 〒1838538 東京都府中市晴見町3-8-1 国立大学法人東京農工大学内 Tokyo (JP). 深谷 幸信 (FUKAYA, Yukinobu) [JP/JP]; 〒1838538 東京都府中市晴見町3-8-1 国立大学法人東京農工大学内 Tokyo (JP). 増田 現 (MASUDA, Gen) [JP/JP]; 〒2670056 千葉県千葉市緑区大野台一丁目2番3号 日清紡績株式会社 研究開発センター内 Chiba (JP). 窪田 裕次 (KUBOTA, Yuji) [JP/JP]; 〒2670056 千葉県千葉市緑区大野台一丁目2番3号 日清紡績株式会社 研究開発センター内 Chiba (JP).
- (74) 代理人: 小島 隆司 (KOJIMA, Takashi); 〒1040061 東京都中央区銀座二丁目16番12号 銀座大塚ビル2階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:  
— 国際調査報告書

(54) Title: IONIC LIQUID, AND POLYMER TREATMENT AGENT COMPRISING THE IONIC LIQUID

(54) 発明の名称: イオン液体およびこのイオン液体からなるポリマー処理剤

(57) Abstract: Disclosed is an ionic liquid comprising a cation having a quaternary nitrogen atom and an alkoxyalkyl group on the nitrogen atom (i.e., a cation represented by the formula (1)) and an ion represented by the formula:  $(\text{CH}_3\text{O})(\text{R})\text{PO}_2^-$  [wherein R represents a hydrogen atom, a methyl group or a methoxy group]. The ionic liquid can dissolve various polymers including natural polymers at a temperature around room temperature, has a relatively low viscosity, has good handling property as a liquid, and can treat a material of interest satisfactorily.  $\text{R}^1\text{R}^2\text{R}^3\text{R}^4\text{N}^+$  (1) wherein  $\text{R}^1$  to  $\text{R}^4$  independently represent a linear or branched alkyl group having 1 to 12 carbon atoms, an alkoxyalkyl group represented by the formula:  $-(\text{CH}_2)_n-\text{OR}^5$  [wherein  $\text{R}^5$  represents a methyl group or an ethyl group; and n represents a number of 1 or 2], or the like, provided that at least one of  $\text{R}^1$  to  $\text{R}^4$  represents the above-mentioned alkoxyalkyl group, and any two groups among  $\text{R}^1$  to  $\text{R}^4$  and a nitrogen atom may together form a ring.

(57) 要約: 4級窒素原子およびこの窒素原子上にアルコキシアルキル基を有する、例えば式(1)で示されるカチオンと、 $(\text{CH}_3\text{O})(\text{R})\text{PO}_2^-$  (Rは、水素原子、メチル基またはメトキシ基を示す。)とからなるイオン液体は、室温付近で天然高分子等の各種ポリマーを溶解することが可能であり、かつ、粘度が比較的低い液体としての取扱い性および被処理物の処理性が良好である。 $\text{R}^1\text{R}^2\text{R}^3\text{R}^4\text{N}^+$  (1) [式中、 $\text{R}^1\sim\text{R}^4$ は、互いに同一でも異なっていてもよい、炭素数1~12の直鎖もしくは分岐アルキル基、または $-(\text{CH}_2)_n-\text{OR}^5$ で示されるアルコキシアルキル基 ( $\text{R}^5$ はメチル基またはエチル基を示し、nは1または2である。)等を示し、 $\text{R}^1\sim\text{R}^4$ の少なくとも1つは前記アルコキシアルキル基であり、 $\text{R}^1\sim\text{R}^4$ のいずれか2個の基が窒素原子とともに環を形成していてもよい。]

WO 2008/133269 A1

## 明 細 書

イオン液体およびこのイオン液体からなるポリマー処理剤

技術分野

- [0001] 本発明は、イオン液体およびこのイオン液体からなるポリマー処理剤に関し、さらに詳述すると、4級窒素原子およびこの窒素原子上にアルコキシアルキル基を有するカチオンと、リン酸系アニオンとからなるイオン液体およびこのイオン液体からなるポリマー処理剤に関する。

背景技術

- [0002] 従来、イオン液体に、セルロース、絹、ウール等の高分子物質が溶解することが知られている(非特許文献1:JACS, 2002, vol.124, p.4274-4275、非特許文献2:JACS, 2004, vol.126, p.14350-14351、非特許文献3:Green Chem., 2005, vol.7, p.606-608参照)。

中でも、セルロースについては、セルロースのイオン液体溶液を利用した再生や、化学修飾、表面処理などが試みられている。

- [0003] 例えば、特許文献1(特表2005-506401号公報)には、実質的に水を含まない1-ブチル-3-メチルイミダゾリウムクロライドなどのイオン液体中にセルロースを溶解させてセルロース溶液を調製し、これに水を加えてセルロースを再生させる方法が開示されている。

特許文献2(国際公開第2005/054298号パンフレット)には、1-ブチル-3-メチルイミダゾリウムクロライドに代表されるイオン液体にセルロースを溶解し、セルロースの水酸基をエーテル化する手法が開示されている。

特許文献3(特表2005-530910号公報)には、イオン液体を含む布地処理剤で処理されたセルロース系布地は、機能的または美観的に優れた外観を示し、繊維強化効果が発揮され得ることが開示されている。

- [0004] 特許文献4(特開2002-3478号公報)には、窒素原子上にアルコキシアルキル基を有するイミダゾリウム系イオン液体が、合成高分子、蛋白質、多糖、糖誘導体の溶解能を有することが開示されている。

特許文献5(特開2006-137677号公報)には、カルボン酸系アニオンを有する高極性非ハロゲン系イオン液体が、セルロース、キチン、キトサン等の難溶性多糖類の溶解能を有することが開示されている。

[0005] しかしながら、上記各文献に開示されているような、セルロース等のポリマーの溶解能を有するイオン液体のほとんどが室温で固体であるため、ポリマーを室温で処理することは困難である。このため、イオン液体が熔融するような比較的高い温度で処理する必要があり、エネルギーコストが大きくなるという問題がある。しかも、処理温度を高くすると、被処理物であるポリマーの分子量が低下する場合があります、その結果、処理後のポリマーの物性が低下するという問題もある。

また、従来のセルロースを溶解するイオン液体は、室温で液体であっても粘度が高いため、液体としての取扱い性に劣るうえに、被処理物との接触およびその後の被処理物内部への浸透などに時間を要するという問題もある。

[0006] なお、特許文献6(仏国特許出願公開第2486079号明細書)および非特許文献4(Green Chem., 2007, vol.9, p.233-242)には、イミダゾリウムカチオンと、特定のリン酸系アニオンとからなるイオン液体が開示されているが、このイオン液体がセルロースなどの溶解能を有することについては開示されていない。

[0007] 特許文献1:特表2005-506401号公報

特許文献2:国際公開第2005/054298号パンフレット

特許文献3:特表2005-530910号公報

特許文献4:特開2002-3478号公報

特許文献5:特開2006-137677号公報

特許文献6:仏国特許出願公開第2486079号明細書

非特許文献1:JACS, 2002, vol.124, p.4274-4275

非特許文献2:JACS, 2004, vol.126, p.14350-14351

非特許文献3:Green Chem., 2005, vol.7, p.606-608

非特許文献4:Green Chem., 2007, vol.9, p.233-242

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0008] 本発明は、このような事情に鑑みてなされたものであり、室温付近で天然高分子等の各種ポリマーを溶解することが可能であり、かつ、粘度が比較的low液体としての取扱い性および被処理物の処理性の良好なイオン液体およびこのイオン液体からなるポリマー処理剤を提供することを目的とする。

#### 課題を解決するための手段

[0009] 本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、4級窒素原子およびこの窒素原子上にアルコキシアルキル基を有するカチオンと、リン酸系アニオンとからなるイオン液体が、室温(25°C)付近の温度で液体であり、かつ、この温度で比較的low粘度であること、および室温(25°C)付近でセルロースなどのポリマーを溶解し得ることを見出し、本発明を完成した。

[0010] すなわち、本発明は、

1. 式(1)で示される4級アンモニウムカチオンと、 $(\text{CH}_2\text{O})_3(\text{R})\text{PO}_2^-$ (Rは、水素原子、メチル基、またはメキシ基を示す。)とからなるイオン液体、

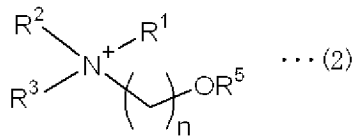


[式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ および $\text{R}^4$ は、互いに同一でも異なってもよい、炭素数1~12の直鎖もしくは分岐のアルキル基、または $-(\text{CH}_2)_n-\text{OR}^5$ で示されるアルコキシアルキル基( $\text{R}^5$ は、メチル基またはエチル基を示し、nは、1または2である。)を示し(ただし、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ および $\text{R}^4$ の少なくとも1つは前記アルコキシアルキル基である。)、これら $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ および $\text{R}^4$ のいずれか2個の基が窒素原子とともに環(当該環中にその他のヘテロ原子を含んでもよい。)を形成していてもよい。]

2. 前記 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ および $\text{R}^4$ が、互いに同一でも異なってもよい、炭素数1~8の直鎖アルキル基、または $-(\text{CH}_2)_n-\text{OR}^5$ で示されるアルコキシアルキル基( $\text{R}^5$ はメチル基またはエチル基を示し、nは1または2である。)を示し(ただし、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ および $\text{R}^4$ の少なくとも1つは前記アルコキシアルキル基である。)、これら $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ および $\text{R}^4$ のいずれか2個の基が窒素原子とともに環(当該環中にその他のヘテロ原子を含んでもよい。)を形成していてもよい1のイオン液体、

3. 前記カチオンが、式(2)で示される1または2のイオン液体、

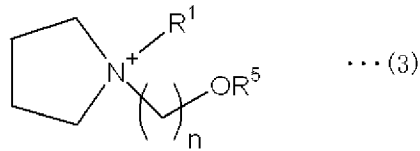
[化1]



(式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ 、 $\text{R}^5$ および $n$ は、前記と同じ意味を表す。)

4. 前記カチオンが、式(3)で示される1または2のイオン液体、

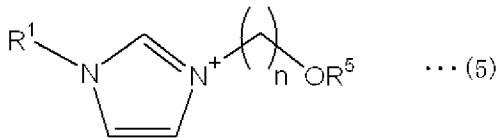
[化2]



(式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^5$ および $n$ は、前記と同じ意味を表す。)

5. 式(5)で示されるカチオンと、 $(\text{CH}_3\text{O})(\text{R})\text{PO}_2^-$ ( $\text{R}$ は、水素原子またはメチル基を示す。)とからなるイオン液体、

[化3]



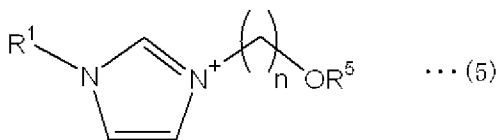
(式中、 $\text{R}^1$ は、炭素数1~12の直鎖もしくは分岐のアルキル基、または $-(\text{CH}_2)_n-$  $\text{O}$  $\text{R}^5$ で示されるアルコキシアルキル基を示し、 $\text{R}^5$ は、メチル基またはエチル基を示し、 $n$ は、1または2である。)

6. 4級窒素原子およびこの窒素原子上にアルコキシアルキル基を有するカチオンと、 $(\text{CH}_3\text{O})(\text{R})\text{PO}_2^-$ ( $\text{R}$ は、水素原子、メチル基、またはメキシ基を示す。)とから構成されるイオン液体からなるポリマー処理剤、

7. 1~5のいずれかのイオン液体からなるポリマー処理剤、

8. 下記式(5)で示されるカチオンと、 $(\text{CH}_3\text{O})(\text{R})\text{PO}_2^-$ ( $\text{R}$ は、水素原子、メチル基、またはメキシ基を示す。)とから構成されるイオン液体からなるポリマー処理剤、

[化4]



(式中、 $R^1$ は、炭素数1～12の直鎖もしくは分岐のアルキル基、または $-(CH_2)_n-O$   
 $R^5$ で示されるアルコキシアルキル基を示し、 $R^5$ は、メチル基またはエチル基を示し、 $n$   
は、1または2である。)

9. 天然高分子化合物の処理剤である6～8のいずれかのポリマー処理剤、
  10. 前記天然高分子化合物が、セルロースである9のポリマー処理剤、
  11. 表面処理剤、膨潤剤または溶解剤である6～10のいずれかのポリマー処理剤、
  12. 6～11のいずれかのポリマー処理剤を用いるポリマー処理方法、
  13. 1～5のいずれかのイオン液体と、1種または2種以上のポリマーとを含み、このポリマーが前記イオン液体に溶解しているドープ、
  14. 6～8のいずれかのポリマー処理剤と、1種または2種以上のポリマーとを含み、このポリマーが前記ポリマー処理剤に溶解しているドープ、
  15. 13または14のドープから再生されたポリマー、
  16. 13もしくは14のドープに、前記イオン液体に相溶し、かつ、前記ポリマーの溶解能を実質的に有しない媒体を加え、または13もしくは14のドープを、前記イオン液体に相溶し、かつ、前記ポリマーの溶解能を実質的に有しない媒体に加えることを特徴とする再生ポリマーの製造方法
- を提供する。

## 発明の効果

[0011] 本発明に係るイオン液体は、4級窒素原子およびこの窒素原子上にアルコキシアルキル基を有するカチオンと、リン酸系アニオンとからなるものであるため、室温付近で液体状態を示し、かつ、比較的low粘度である。したがって、従来のイオン液体では不可能であった室温付近でのポリマーの処理が可能となる。

また、このイオン液体は、カルボン酸系アニオンからなるイオン液体に比べて熱安定性および保存安定性に優れているとともに、合成が容易であるという利点もある。

本発明のイオン液体は、従来のセルロース溶解可能なイオン液体よりも比較的粘度が低いことから取扱い性に優れるばかりでなく、セルロースをはじめとする各種ポリマーの溶解性に優れる。

さらに、本発明のイオン液体は、各種ポリマーを溶解し得るため、このイオン液体と複数種の高分子物質とを含むドープを調製し、これから、ポリマーを再生させることで、従来にないブレンドポリマーの調製が可能となる。

#### 図面の簡単な説明

- [0012] [図1]合成例1で得られたイオン液体の<sup>1</sup>H-NMRスペクトルを示す図である。  
 [図2]合成例2で得られたイオン液体の<sup>1</sup>H-NMRスペクトルを示す図である。  
 [図3]合成例3で得られたイオン液体の<sup>1</sup>H-NMRスペクトルを示す図である。  
 [図4]合成例4で得られたイオン液体の<sup>1</sup>H-NMRスペクトルを示す図である。  
 [図5]合成例5で得られたイオン液体の<sup>1</sup>H-NMRスペクトルを示す図である。  
 [図6]合成例6で得られたイオン液体の<sup>1</sup>H-NMRスペクトルを示す図である。  
 [図7]合成例7で得られたイオン液体の<sup>1</sup>H-NMRスペクトルを示す図である。  
 [図8]実施例1～7におけるセルロースの溶解量と温度を記録したグラフを示す図である。

#### 発明を実施するための最良の形態

- [0013] 以下、本発明についてさらに詳しく説明する。

本発明に係るイオン液体は、4級窒素原子およびこの窒素原子上にアルコキシアルキル基を有する所定のカチオンと、 $(\text{CH}_3)_3(\text{R})\text{PO}_2^-$  (Rは、水素原子、メチル基、またはメキシ基を示す。)からなるものである。

一般的にイオン液体とは、100℃以下で流動性があり、完全にイオンから成る液体をいうが、本発明のアニオンを有する四級塩はそのほとんどが室温(25℃)付近で液状を示す。

- [0014] 本発明のイオン液体を構成するカチオンとしては、4級窒素原子およびこの窒素原子上にアルコキシアルキル基を有するカチオンであればよく、例えば、式(1)で示されるものが挙げられる。



[式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ および $\text{R}^4$ は、互いに同一でも異なってもよい、炭素数1～12の直鎖もしくは分岐のアルキル基、または $-(\text{CH}_2)_n-\text{OR}^5$ で示されるアルコキシアルキル基( $\text{R}^5$ は、メチル基またはエチル基を示し、nは、1または2である。)を示し(た

だし、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ および $R^4$ の少なくとも1つは前記アルコキシアルキル基である。)、これら $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ および $R^4$ のいずれか2個の基が窒素原子とともに環(当該環中にその他のヘテロ原子を含んでいてもよい。)を形成していてもよい。]

[0015] 式(1)において、炭素数1~12の直鎖または分岐のアルキル基の具体例としては、メチル基、エチル基、 $n$ -プロピル基、 $i$ -プロピル基、 $n$ -ブチル基、 $s$ -ブチル基、 $t$ -ブチル基、2-メチルプロピル基、1, 1-ジメチルエチル基、 $n$ -ペンチル基、 $s$ -ペンチル基、 $t$ -ペンチル基、1-メチルブチル基、2-メチルブチル基、3-メチルブチル基、2, 2-ジメチルプロピル基、 $n$ -ヘキシル基、 $n$ -ヘプチル基、 $n$ -オクチル基、 $n$ -ノニル基、 $n$ -デシル基、 $n$ -ウンデシル基、 $n$ -ドデシル基等が挙げられる。

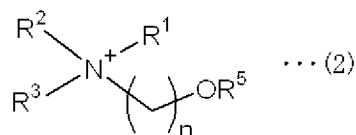
これらの中でも、ポリマーの溶解・膨潤能を高めるためには、炭素数1~8の直鎖アルキル基が好ましく、特に、メチル基、エチル基、 $n$ -プロピル基、 $n$ -ブチル基等の炭素数1~5の直鎖アルキル基が好適である。

[0016]  $R^5O-(CH_2)_n$ で表されるアルコキシアルキル基としては、メキシまたはエトキシメチル基、メキシまたはエトキシエチル基が挙げられる。

特に、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ および $R^4$ の少なくとも1つが、 $-(CH_2)_n-OR^5$ で示されるアルコキシアルキル基( $R^5$ および $n$ は上記と同じ。)であることが好ましく、特にメキシメチル基、メキシエチル基が好ましい。

好適なカチオンとしては、例えば、下記式(2)~(4)で示されるものが挙げられる。

[0017] [化5]



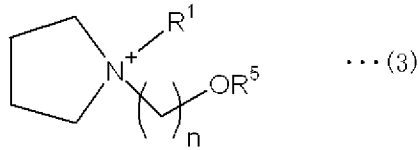
(式中、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^5$ および $n$ は、上記と同じ意味を表す。)

[0018] 式(2)で示されるカチオンの中でも、比較的低融点になること、ポリマーの溶解・膨潤能に優れていることから、 $N$ 、 $N$ -ジエチル- $N$ -メチル- $N$ -2-メトキシエチルアンモニウムカチオン、 $N$ 、 $N$ -ジエチル- $N$ -メチル- $N$ -2-メトキシメチルアンモニウムカチオン、 $N$ -エチル- $N$ 、 $N$ -ジメチル- $N$ -2-メトキシエチルアンモニウム



ウムカチオン、N-エチル-N, N-ジメチル-N-2-メトキシメチルアンモニウムカチオンなどが好適である。

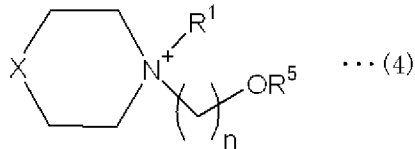
[0019] [化6]



(式中、R<sup>1</sup>、R<sup>5</sup>およびnは、上記と同じ意味を表す。)

[0020] 式(3)で示されるカチオンの中でも、比較的低融点になること、ポリマーの溶解・膨潤能に優れていることから、N-メチル-N-2-メトキシエチルピロリジニウムカチオン、N-エチル-N-2-メトキシエチルピロリジニウムカチオン、N-メチル-N-2-メトキシメチルピロリジニウムカチオン、N-エチル-N-2-メトキシメチルピロリジニウムカチオンなどが好適である。

[0021] [化7]

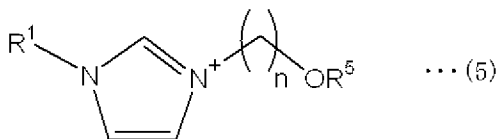


(式中、X、R<sup>1</sup>、R<sup>5</sup>およびnは、上記と同じ意味を表す。)

[0022] 式(4)で示されるカチオンの中でも、比較的低融点になること、ポリマーの溶解・膨潤能に優れていることから、N-メチル-N-2-メトキシエチルピペリジニウムカチオン、N-メチル-N-2-メトキシエチルモルホリニウムカチオンなどが好適である。

[0023] また、本発明のイオン液体を構成する4級窒素原子およびこの窒素原子上にアルコキシアルキル基を有するカチオンとしては、下記式(5)で示されるものも挙げられる。

[0024] [化8]



(式中、R<sup>1</sup>、R<sup>5</sup>およびnは、上記と同じ意味を表す。)

[0025] 式(5)で示されるカチオンの中でも、比較的低融点になること、ポリマーの溶解・膨潤能に優れていることから、1-(2-メトキシエチル)-3-メチルイミダゾリウムカチ

オン、1-メキシメチル-3-メチルイミダゾリウムカチオン、1-エチル-3-(2-メトキシエチル)イミダゾリウムカチオン、1-エチル-3-メキシメチル)イミダゾリウムカチオンなどが好適である。

[0026] 本発明のイオン液体を構成するアニオンは、 $(\text{CH}_3\text{O})_3(\text{R})\text{PO}_2^-$  (Rは、水素原子、メチル基、またはメキシ基を示す。)であるが、セルロースなどの溶解能に優れることから、Rは、水素原子またはメチル基であることが好ましい。

[0027] 本発明のポリマー処理剤は、上述したイオン液体からなるものであり、各種ポリマーの表面処理剤、溶解剤、膨潤剤などとして好適に用いることができる。なお、イオン液体は、1種単独で、または2種以上混合してポリマー処理剤とすることができる。

また、上記イオン液体以外のイオン液体や有機溶媒と混合してポリマーの処理剤とすることも可能であり、これらは1種または2種以上添加することも可能である。上記イオン液体以外のイオン液体としては特に制限はなく、また、有機溶媒としてはジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、N-メチルピロリドン等の非プロトン性溶媒がセルロース等のポリマーの溶解を妨げる程度が低いため好ましい。これらの添加量は、セルロース等のポリマーの溶出を供しない程度であれば特に制限は無く、処理剤の粘度低下の度合等を勘案して決めるのが良い。

[0028] 本発明において、溶解とは、ポリマーが媒体中に均一相として存在するように視認されることをいう。膨潤とは、媒体がポリマーの凝集分子鎖中に浸入し、分子鎖同士の相互作用が緩和されているが、完全に分子鎖の凝集が解かれるまでには至っていない状態をいう。

[0029] ポリマー処理剤の粘度は、低い程好ましいが、処理剤のポリマーへの浸透の容易さや、液体としての取扱いの容易さ、連続工程の場合に洗浄層への処理剤の混入を少なくすることなどを考慮すると、30°Cで5000Pa・s以下であることが好ましく、2000Pa・s以下であることがより好ましく、1000Pa・s以下であることが好適である。

なお、本発明のポリマー処理剤には、その効果を発現させる限度においてその他の成分を添加することもできる。その他の成分としては、香料、染料、撥水剤、撥油剤、抗菌剤、防カビ剤などが挙げられる。

[0030] 本発明のポリマー処理剤で処理されるポリマーとしては、上述したイオン液体に溶

解または膨潤するものであれば特に限定はなく、例えば、糖鎖もしくはタンパク質等の天然高分子化合物、またはこれらの混合物が挙げられる。

糖鎖としては、セルロース、キチン、キトサンなどが挙げられる。

セルロースとしては、植物由来セルロース、動物由来セルロース、バクテリア由来セルロース、再生セルロースが挙げられる。具体的には、綿、麻、竹、バナナ、月桃、ハイビスカスローゼル、ケナフ、広葉樹パルプ、針葉樹パルプ、ホヤセルロース、バクテリアセルロース、レーヨン、キュプラ、テンセル、イオン液体による再生セルロースなどが挙げられ、イオン液体に溶解、膨潤し得る限り、それらの誘導体でもよい。誘導体としては、例えばセルロースの水酸基をエーテル化またはエステル化した誘導体や、シアノエチル化した誘導体や、カーバメート化した誘導体などが挙げられる。

また、上記ポリマー以外に本発明の処理剤に溶解または膨潤する他成分を含むものであってもよく、例えば、セルロース以外の他成分を含んだ木質系セルロース等も本発明の処理剤で処理できる。その場合は、木質系セルロース等を天然のまま処理してもよいし、予め脱リグニン処理等を行ったものを処理してもよい。

なお、セルロースの結晶構造は任意であり、I型、II型、III型、IV型、非晶のいずれか1つの構造またはそれらの組合せからなる構造を有するセルロースを採用できる。また、セルロースの結晶化度に関わらず用いることができる。

タンパク質としては、絹、羊毛、コラーゲン、ケラチン、セリシン、フィブロイン、カゼイン等が挙げられる。

上記ポリマーの構造は任意であり、糸、織物、編物、不織布、紙等の繊維構造物、フィルム、ビーズ、板、ブロックなどの各種構造を採用できる。

[0031] また、上記ポリマーは、当該処理剤に溶解または膨潤しない物質を含んでいてもよい。

このような物質としては、アクリル樹脂、ポリカーボネート樹脂、ABS樹脂、ポリ乳酸、ポリカプロラク톤、ポリアミド(ナイロン)、ポリスチレンなどの高分子化合物や、ガラス繊維、金属繊維、炭素繊維、ロックウールなどが挙げられる。

なお、これらの物質の含有量は任意であるが、イオン液体に膨潤または溶解するポリマー全体に対して、5～95質量%程度が好適である。

[0032] 以上で説明したポリマー処理剤を用いたポリマー処理方法は、当該ポリマー処理剤を、イオン液体に膨潤または溶解するポリマーや、当該ポリマーを含む被処理物と接触させて、(被処理物中の)ポリマーを膨潤または溶解させたり、表面処理したりするものである。

接触方法としては特に制限はなく、ポリマー処理剤中へポリマー(被処理物)を浸漬させたり、ポリマー処理剤を含む槽内にポリマー(被処理物)を通過させたりする方法や、ポリマー(被処理物)へポリマー処理剤を噴霧する方法などが挙げられる。

[0033] 接触時間は、所望の効果に応じて適宜決定すればよく、例えば、上記ポリマーを、本発明のポリマー処理剤と長時間接触させることにより、ポリマーは、その内部まで膨潤または溶解する。

この時の接触時間は処理するポリマー(被処理物)の種類にもよるので一概には規定できないが、例えば、微結晶セルロースのような比較的分子量のセルロースを溶解する場合は、1分から600分間程度の範囲で適宜調節すればよい。また、木質系セルロースのような他成分を含むセルロースを溶解する場合は、溶解にある程度時間がかかるため、1時間から数週間、場合によっては数ヶ月程度が好ましい。

一方、ポリマーを当該処理剤と短時間接触させることにより、ポリマーはその表面近傍のみが膨潤もしくは溶解する。このような表面処理を行う場合には、所望する表面処理の性状、度合いに応じ、接触時間を0.01秒から180分間程度の範囲で適宜調節すればよい。

接触温度は、ポリマー処理剤が液体状である温度領域であればよい。本発明のイオン液体のほとんどが室温付近で液体であることから、加熱なしにポリマー(被処理物)の処理が可能でエネルギー的に有利である。また、低温であるほどポリマーの分子量低下も少ないと予想され、ポリマーの物性低下を最小限に食い止めることが期待できる。0~150℃程度が好ましく、15~60℃程度がより好ましい。

[0034] 接触処理後のポリマー(処理物)に残存したポリマー処理剤は、ポリマー処理剤と相溶でかつ処理後のポリマーを溶解・膨潤させない溶液で洗浄することで容易に除去することができる。

このような溶媒としては、例えば、水、メタノール、エタノール等のアルコール類、テト

ラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類、アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類、アセトニトリル、クロロホルム等が挙げられ、これらは1種単独で、または2種以上混合して用いることができる。

接触処理および必要に応じて行われる洗浄処理後、処理後のポリマー（処理物）を適宜乾燥させればよい。乾燥手法は任意であり、公知の各種方法を用いることができる。具体例としては、ヒートドラム、熱風、赤外線、天日による方法などが挙げられる。

[0035] 本発明に係るドーブは、上述したイオン液体と、ポリマーとを含み、ポリマーがイオン液体に溶解しているものである。この場合、ポリマーは2種以上用いてもよい。

このドーブ中のポリマーの含有量は、使用するポリマーの種類にもよるため一概には規定できないが、本発明のドーブにおいては、0.1～50質量%程度とすることができる。

本発明のドーブの調製法は特に限定されるものではなく、上述したイオン液体にポリマーを添加・溶解して調製しても、ポリマーにイオン液体を添加・溶解して調製してもよい。

なお、溶解時に適宜加熱してもよい。

[0036] 本発明のドーブを用いることで再生ポリマーを製造することができ、特に2種以上のポリマーを含むドーブの場合には、これら各ポリマーのブレンドポリマーを製造することができる。既に述べたように、本発明のイオン液体は、室温付近で液体状であるとともに粘度が低く、ポリマーをより低温で溶解し得、ポリマーの物性低下などを起こしにくいものであるため、各種ポリマーの物性の低下が抑制されたブレンド物を容易に得ることができる。

[0037] 再生ポリマーや、ブレンドポリマーを製造する具体的手法としては、イオン液体に相溶し、かつ、ポリマーの溶解能を実質的に有しない媒体を本発明のドーブに加えたり、イオン液体に相溶し、かつ、ポリマーの溶解能を実質的に有しない媒体に本発明のドーブを加えたりすることで再生ポリマーやブレンドポリマーを系内で析出させる手法が挙げられる。

[0038] ここで、イオン液体に対して相溶し、かつ、ポリマーの溶解能を実質的に有しない媒体の具体例としては、水、メタノール、エタノール等のアルコール類、テトラヒドロフラ

ン、ジオキサン等のエーテル類、アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類、アセトニトリル、クロロホルムなどが挙げられ、これらは1種単独で、または2種以上混合して用いることができる。これらの中でも、水、アルコール類が好ましく、環境面を配慮すると水がより好ましい。

なお、「ポリマーの溶解能を実質的に有しない媒体」とは、ポリマーを全く溶解しない媒体という意味ではなく、本発明のドープに加え、その添加量を臨界量以上に増大させた場合にポリマーを析出させることが可能な媒体を意味する。

[0039] 本発明のドープと上記媒体との使用割合は、ポリマーが析出してくる割合であれば任意であり、また使用する媒体によっても変動するものであるため一概に規定することはできないが、効率的にポリマーを析出させるためには、媒体/ドープの液量比(体積比)は1以上が好ましく、2以上がより好ましく、5以上がさらに好ましい。

なお、ドープ中に媒体を加える方法、媒体中にドープを加える方法は任意である。

[0040] 再生ポリマーやブレンドポリマーの形態は、特に限定されるものではなく、粉状、粒状、塊状、綿状、短繊維状、長繊維状、棒状、スポンジ状、フィルム状等の各種形状とすることができる。

たとえば、ドープを上記媒体に加える手法では、Tダイなどを通してドープを媒体中に押し出すなどにより、フィルム状や、長繊維状の再生ポリマーやブレンドポリマーを連続的に得ることもできる。

## 実施例

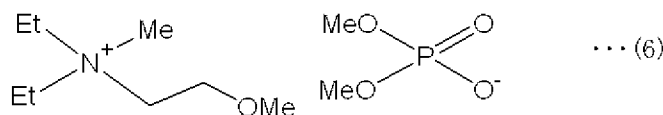
[0041] 以下、合成例、実施例および比較例を挙げて、本発明をより具体的に説明するが、本発明は、下記の実施例に限定されるものではない。

なお、以下の実施例におけるイオン液体の構造確認は、 $^1\text{H-NMR}$ (日本電子(株)製、AL-400)を用いて行った。

[0042] [1]イオン液体の合成

[合成例1]化合物(6)の合成

[化9]



[0043] ジエチルアミン(関東化学(株)製)100mlと2-メトキシエチルクロライド(関東化学(株)製)85mlとを混合し、オートクレーブ中、100°Cで24時間反応させた。このとき、内圧は1.3kgf/cm<sup>2</sup>(0.13MPa)あった。24時間後、析出した結晶と反応液との混合物に水酸化カリウム(片山化学工業(株)製)56gを溶解した水溶液200mlを加え、2層に分かれた有機層を分液ロートで分液した。さらに、塩化メチレン(和光純薬工業(株)製)100mlを加えて抽出する操作を2回行った。分液した有機層をまとめ、飽和食塩水で洗浄した後、炭酸カリウム(和光純薬工業(株)製)を加えて乾燥、減圧濾過した。得られた有機層からエバポレータにて溶媒を留去し、残留分について常圧蒸留を行った。沸点135°C付近の留分を18.9g得た。この化合物が2-メトキシエチルジエチルアミンであることを<sup>1</sup>H-NMRにより確認した。

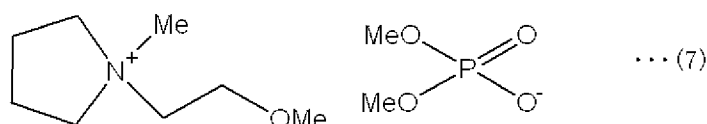
得られた2-メトキシエチルジエチルアミン10.0gとトリメチルリン酸(東京化成工業(株)製)8.8mlとを室温下で混合し、100°Cで4時間反応させた。

反応液を大量のテトラヒドロフラン(和光純薬工業(株)製)50ml中へ投入し、5分間程度激しく攪拌した後、静置した。2層に分離した上層をデカンテーションにより除去した。この操作をさらに2回繰り返した後、残留した下層について攪拌下100°Cで1時間の加熱真空乾燥を行い、室温(25°C、以下同様)でワイン色を呈した液体状の化合物(6)16.45gを得た。

合成例1で得られた化合物(6)(N,N-ジエチル-N-メチル-N-2-メトキシエチルアンモニウムジメチルリン酸塩:[DEME][(MeO)<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>])の<sup>1</sup>H-NMRスペクトルを図1に示す。なお、測定は、重ジメチルスルホキシドを溶媒として行った。

[0044] [合成例2]化合物(7)の合成

[化10]



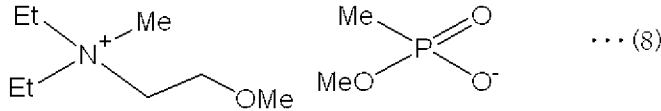
[0045] ジエチルアミンをピロリジン(関東化学(株)製)に、オートクレーブでの反応温度を90°Cに変更した以外は、合成例1とほぼ同様の方法で化合物(7)を合成した。化合物(7)は室温で液状であった。

合成例2で得られた化合物(7)(N-メチル-N-2-メトキシエチルピロリジニウム

ジメチルリン酸塩： $[\text{MEMP}][(\text{MeO})_2\text{PO}_2^-]$ の $^1\text{H-NMR}$ スペクトルを図2に示す。  
 なお、測定は、重ジメチルスルホキシドを溶媒として行った。

[0046] [合成例3]化合物(8)の合成

[化11]

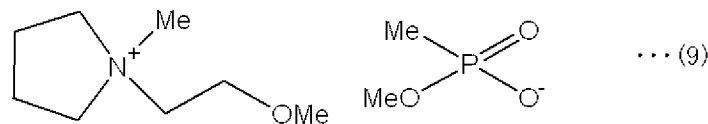


[0047] トリメチルリン酸をジメチルメチルホスホン酸(シグマ-アルドリッチジャパン(株)製)に変更した以外は、合成例1とほぼ同様の方法で化合物(8)を合成した。化合物(8)は室温で液状であった。

合成例3で得られた化合物(8) (N, N-ジエチル-N-メチル-N-2-メトキシエチルアンモニウム メチルジメチルホスホン酸塩： $[\text{DEME}][(\text{MeO})(\text{Me})\text{PO}_2^-]$ )の $^1\text{H-NMR}$ スペクトルを図3に示す。なお、測定は、重ジメチルスルホキシドを溶媒として行った。

[0048] [合成例4]化合物(9)の合成

[化12]

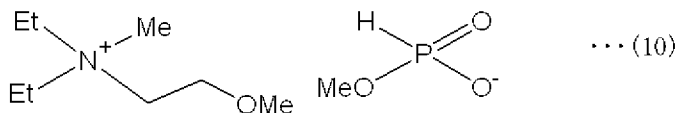


[0049] トリメチルリン酸をジメチルメチルホスホン酸(シグマ-アルドリッチジャパン(株)製)に変更した以外は、合成例2とほぼ同様の方法で化合物(9)を合成した。化合物は室温で液状であった。

合成例4で得られた化合物(9) (N-メチル-N-2-メトキシエチルピロリジニウム メチルジメチルホスホン酸塩： $[\text{MEMP}][(\text{MeO})(\text{Me})\text{PO}_2^-]$ )の $^1\text{H-NMR}$ スペクトルを図4に示す。なお、測定は、重ジメチルスルホキシドを溶媒として行った。

[0050] [合成例5]化合物(10)の合成

[化13]



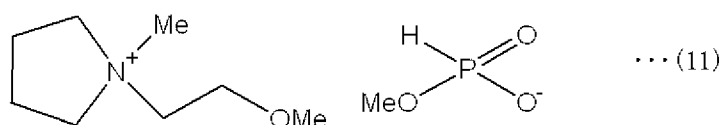


[0051] トリメチルリン酸をジメチル亜リン酸(シグマ-アルドリッチジャパン(株)製)に変更した以外は、合成例1とほぼ同様の方法で合成を行った。化合物は室温で液状であった。

合成例5で得られた化合物(10)(N,N-ジエチル-N-メチル-N-2-メトキシエチルアンモニウムメチル亜リン酸塩:[DEME][(MeO)(H)PO<sub>2</sub>])の<sup>1</sup>H-NMRスペクトルを図5に示す。なお、測定は、重ジメチルスルホキシドを溶媒として行った。

[0052] [合成例6]化合物(11)の合成

[化14]

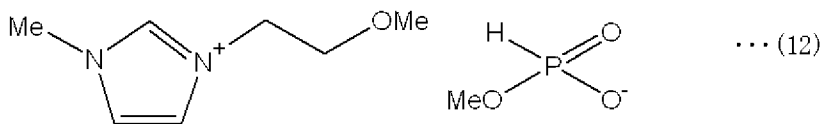


[0053] トリメチルリン酸をジメチル亜リン酸(シグマ-アルドリッチジャパン(株)製)に変更した以外は、合成例2とほぼ同様の方法で合成を行った。化合物は室温で液状であった。

合成例6で得られた化合物(11)(N-メチル-N-2-メトキシエチルピロリジニウムメチル亜リン酸塩:[MEMP][(MeO)(H)PO<sub>2</sub>])の<sup>1</sup>H-NMRスペクトルを図6に示す。なお、測定は、重ジメチルスルホキシドを溶媒として行った。

[0054] [合成例7]化合物(12)の合成

[化15]



[0055] オートクレーブにイミダゾール270g(東京化成工業(株)製)、クロロホルム(関東化学(株)製)400ml、2-メトキシエチルクロライド(関東化学(株)製)188gの順に加え、300rpmで攪拌して溶解した後、90°C、250rpmで14時間反応させた。このとき、内圧は0.12kgf/cm<sup>2</sup>(0.012MPa)であった。

エバポレータにて反応液からクロロホルムを留去後、減圧蒸留にて3mmHg/cm<sup>2</sup>における沸点100°C付近の留分を分取した。この留分はN-2-メトキシエチルイミダゾールとイミダゾールとの混合物であったため、留分の一部を取り、シリカゲルクロ

マトグラフィー(クロロホルム:メタノール=50:1)で精製し、N-2-メトキシエチルイミダゾール35gを得た。構造は<sup>1</sup>H-NMRで確認した。

以後は2-メトキシエチルジエチルアミンを上記で得られたN-2-メトキシエチルイミダゾールに、トリメチルリン酸をジメチル亜リン酸にそれぞれ変更した以外は、合成例1とほぼ同様の方法で化合物(12)を合成した。化合物は室温で液状であった。

合成例7で得られた化合物(12)(1-メトキシエチル-3-メチルイミダゾリウムメチル亜リン酸塩:[MEMIm][ $(\text{MeO})(\text{H})\text{PO}_2$ ])の<sup>1</sup>H-NMRスペクトルを図7に示す。なお、測定は、重ジメチルスルホキシドを溶媒として行った。

[0056] [2]セルロースの溶解

[実施例1]

合成例1で得られたN,N-ジエチル-N-メチル-N-2-メトキシエチルアンモニウムジメチルリン酸塩([DEME][ $(\text{MeO})_2\text{PO}_2$ ])を、攪拌子を入れた20mlサンプル瓶に2g分取し、1質量%量のセルロース(Aldrich社製、微結晶セルロース(Micro Crystalline Cellulose)、分子量=重合度200~300)と混合した。

この混合物を乾燥機(Yamato CONSTANT TEMPERATURE OVEN DN-42)内に投入し、25°Cで30分間保持した。この際、時々、サンプル瓶を取り出しては、スターラ(IWAKI HIGH-POWER STIRRER BS-1000)で攪拌した。イオン液体に添加したセルロースが溶解したことは、目視により、セルロースが分散混合した状態から均一透明な溶液になることで判断した。

また、30分間でセルロースが溶解しなかった場合は5°C刻みで昇温し、30分間でセルロースが溶解した場合は1質量%刻みで、セルロース量を増加させた。この操作を100°Cまで繰り返し、セルロースの溶解量と温度を記録した。

[0057] [実施例2]

[DEME][ $(\text{MeO})_2\text{PO}_2$ ]を合成例2で得られたN-メチル-N-2-メトキシエチルピロリジニウムジメチルリン酸塩([MEMP][ $(\text{MeO})_2\text{PO}_2$ ])に変更した以外は、実施例1と同様に行った。

[0058] [実施例3]

[DEME][ $(\text{MeO})_2\text{PO}_2$ ]を合成例3で得られたN,N-ジエチル-N-メチル-N

-2-メトキシエチルアンモニウム メチルジメチルホスホン酸塩([DEME][MeO)(Me)PO<sub>2</sub>])に変更した以外は、実施例1と同様に行った。

[0059] [実施例4]

[DEME][MeO)<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>]を合成例4で得られたN-メチル-N-2-メトキシエチルピロリジニウム メチルジメチルホスホン酸塩([MEMP][MeO)(Me)PO<sub>2</sub>])に変更した以外は、実施例1と同様に行った。

[0060] [実施例5]

[DEME][MeO)<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>]を合成例5で得られたN,N-ジエチル-N-メチル-N-2-メトキシエチルアンモニウム メチル亜リン酸塩([DEME][MeO)(H)PO<sub>2</sub>])に変更した以外は、実施例1と同様に行った。

[0061] [実施例6]

[DEME][MeO)<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>]を合成例6で得られたN-メチル-N-2-メトキシエチルピロリジニウム メチル亜リン酸塩([MEMP][MeO)(H)PO<sub>2</sub>])に変更した以外は、実施例1と同様に行った。

[0062] [実施例7]

[DEME][MeO)<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>]を合成例7で得られた1-メトキシエチル-3-メチルイミダゾリウム メチル亜リン酸塩([MEMIm][MeO)(H)PO<sub>2</sub>])に変更した以外は、実施例1と同様に行った。

上記実施例1~7におけるセルロースの溶解量と温度を記録したグラフを図8に示す。

[0063] [実施例8]

合成例5で得られたN,N-ジエチル-N-メチル-N-2-メトキシエチルアンモニウム メチル亜リン酸塩([DEME][MeO)(H)PO<sub>2</sub>])を、攪拌子を入れた5mlサンプル瓶に500mg分取し、1質量%量のセルロース(Aldrich社製、微結晶セルロース(Micro Crystalline Cellulose)、分子量=重合度200~300)と混合した。

この混合物を室温(25°C)で15時間攪拌し、イオン液体に添加したセルロースが溶解することを、目視により確認した。溶解したことはセルロースが分散混合した状態から均一透明な溶液になることで判断した。また、15時間以内にセルロースが溶解した

場合は、さらに1質量%刻みでセルロース量を増加させ、15時間以内での溶解性を調査した。この操作を繰り返し、室温(25°C)でのセルロースの溶解量を調査した。その結果、室温(25°C)でのセルロースの溶解量は1質量%であった。

[0064] [実施例9]

[DEME][ $(\text{MeO})(\text{H})\text{PO}_2$ ]を合成例6で得られたN-メチル-N-2-メキシエチルピロリジニウムメチル亜リン酸塩([MEMP][ $(\text{MeO})(\text{H})\text{PO}_2$ ])に変更した以外は、実施例8と同様に行った。その結果、室温(25°C)でのセルロースの溶解量は1質量%であった。

[0065] [実施例10]

[DEME][ $(\text{MeO})(\text{H})\text{PO}_2$ ]を合成例7で得られた1-メキシエチル-3-メチルイミダゾリウムメチル亜リン酸塩([MEMIm][ $(\text{MeO})(\text{H})\text{PO}_2$ ])に変更した以外は、実施例8と同様に行った。その結果、室温(25°C)でのセルロースの溶解量は5質量%であった。

[0066] [3]セルロースの再生

[実施例11]

実施例9と同様にして、セルロースを、[MEMP][ $(\text{MeO})(\text{H})\text{PO}_2$ ]に溶かし、セルロースの[MEMP][ $(\text{MeO})(\text{H})\text{PO}_2$ ]溶液(含有セルロース:1質量%)を調製した。この溶液500mgを、攪拌下で水5gに少しずつに分けて加え、最終的に全量加えた後、10分間攪拌を続けてセルロースを析出させた。

デカンテーションにより水相を捨て、新たに5gの水を加えて攪拌する操作を4回繰り返してセルロースから[MEMP][ $(\text{MeO})(\text{H})\text{PO}_2$ ]を洗い流し、塊状のセルロースを得た。乾燥後の塊状セルロースの質量は4.9mgであった。

## 請求の範囲

- [1] 式(1)で示される4級アンモニウムカチオンと、 $(\text{CH}_3\text{O})(\text{R})\text{PO}_2^-$  (Rは、水素原子、メチル基、またはメキシ基を示す。)とからなるイオン液体。

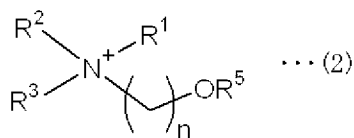


[式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ および $\text{R}^4$ は、互いに同一でも異なってもよい、炭素数1~12の直鎖もしくは分岐のアルキル基、または $-(\text{CH}_2)_n-\text{OR}^5$ で示されるアルコキシアルキル基( $\text{R}^5$ は、メチル基またはエチル基を示し、 $n$ は、1または2である。)を示し(ただし、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ および $\text{R}^4$ の少なくとも1つは前記アルコキシアルキル基である。)、これら $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ および $\text{R}^4$ のいずれか2個の基が窒素原子とともに環(当該環中にその他のヘテロ原子を含んでもよい。)を形成していてもよい。]

- [2] 前記 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ および $\text{R}^4$ が、互いに同一でも異なってもよい、炭素数1~8の直鎖アルキル基、または $-(\text{CH}_2)_n-\text{OR}^5$ で示されるアルコキシアルキル基( $\text{R}^5$ はメチル基またはエチル基を示し、 $n$ は1または2である。)を示し(ただし、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ および $\text{R}^4$ の少なくとも1つは前記アルコキシアルキル基である。)、これら $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ および $\text{R}^4$ のいずれか2個の基が窒素原子とともに環(当該環中にその他のヘテロ原子を含んでもよい。)を形成していてもよい請求項1記載のイオン液体。

- [3] 前記カチオンが、式(2)で示される請求項1または2記載のイオン液体。

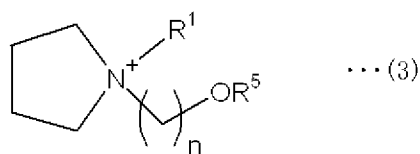
[化1]



(式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ 、 $\text{R}^5$ および $n$ は、前記と同じ意味を表す。)

- [4] 前記カチオンが、式(3)で示される請求項1または2記載のイオン液体。

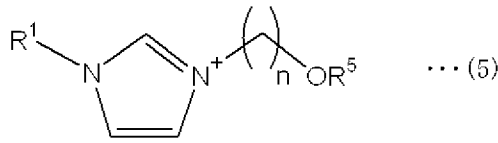
[化2]



(式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^5$ および $n$ は、前記と同じ意味を表す。)

- [5] 式(5)で示されるカチオンと、 $(\text{CH}_3)_3\text{O}(\text{R})\text{PO}_2^-$  (Rは、水素原子またはメチル基を示す。)とからなるイオン液体。

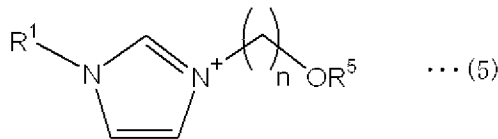
[化3]



(式中、 $\text{R}^1$ は、炭素数1~12の直鎖もしくは分岐のアルキル基、または $-(\text{CH}_2)_n-$   $\text{R}^5$ で示されるアルコキシアリル基を示し、 $\text{R}^5$ は、メチル基またはエチル基を示し、 $n$ は、1または2である。)

- [6] 4級窒素原子およびこの窒素原子上にアルコキシアリル基を有するカチオンと、 $(\text{CH}_3)_3\text{O}(\text{R})\text{PO}_2^-$  (Rは、水素原子、メチル基、またはメキシ基を示す。)とから構成されるイオン液体からなるポリマー処理剤。
- [7] 請求項1~5のいずれか1項記載のイオン液体からなるポリマー処理剤。
- [8] 下記式(5)で示されるカチオンと、 $(\text{CH}_3)_3\text{O}(\text{R})\text{PO}_2^-$  (Rは、水素原子、メチル基、またはメキシ基を示す。)とから構成されるイオン液体からなるポリマー処理剤。

[化4]



(式中、 $\text{R}^1$ は、炭素数1~12の直鎖もしくは分岐のアルキル基、または $-(\text{CH}_2)_n-$   $\text{R}^5$ で示されるアルコキシアリル基を示し、 $\text{R}^5$ は、メチル基またはエチル基を示し、 $n$ は、1または2である。)

- [9] 天然高分子化合物の処理剤である請求項6~8のいずれか1項記載のポリマー処理剤。
- [10] 前記天然高分子化合物が、セルロースである請求項9記載のポリマー処理剤。
- [11] 表面処理剤、膨潤剤または溶解剤である請求項6~10のいずれか1項記載のポリマー処理剤。
- [12] 請求項6~11のいずれか1項記載のポリマー処理剤を用いるポリマー処理方法。
- [13] 請求項1~5のいずれか1項記載のイオン液体と、1種または2種以上のポリマーと

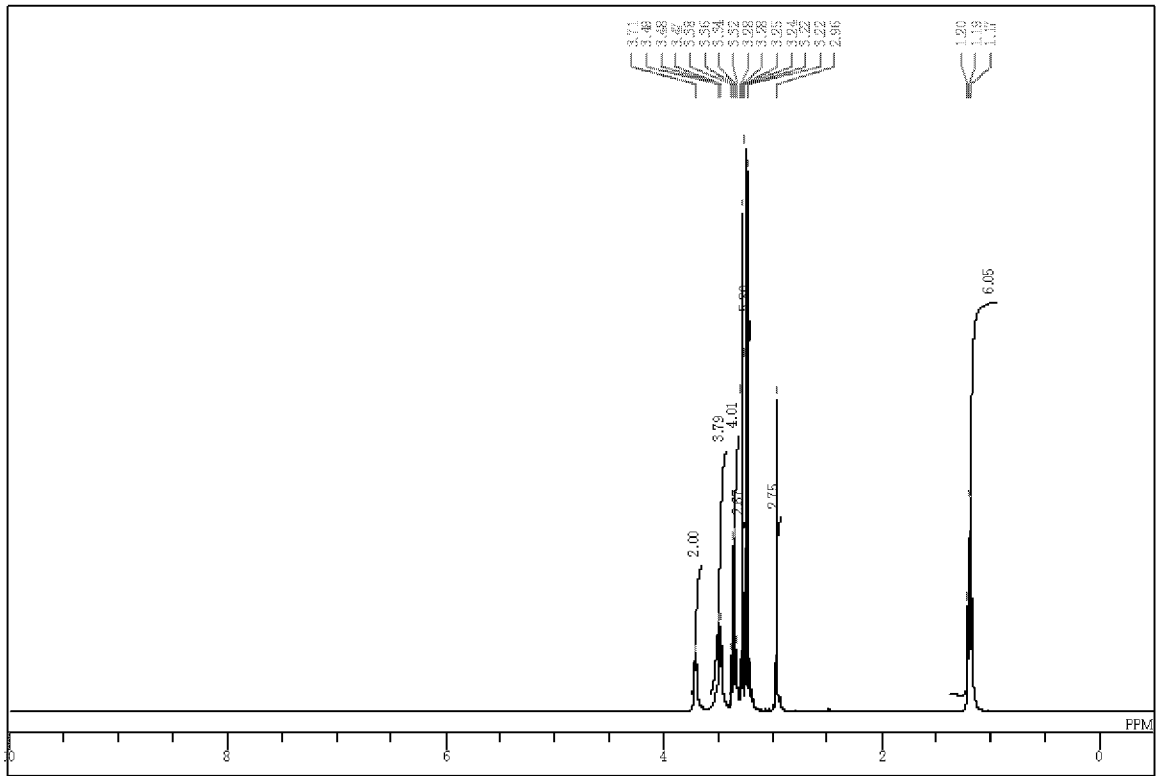
を含み、このポリマーが前記イオン液体に溶解しているドープ。

[14] 請求項6～8のいずれか1項記載のポリマー処理剤と、1種または2種以上のポリマーとを含み、このポリマーが前記ポリマー処理剤に溶解しているドープ。

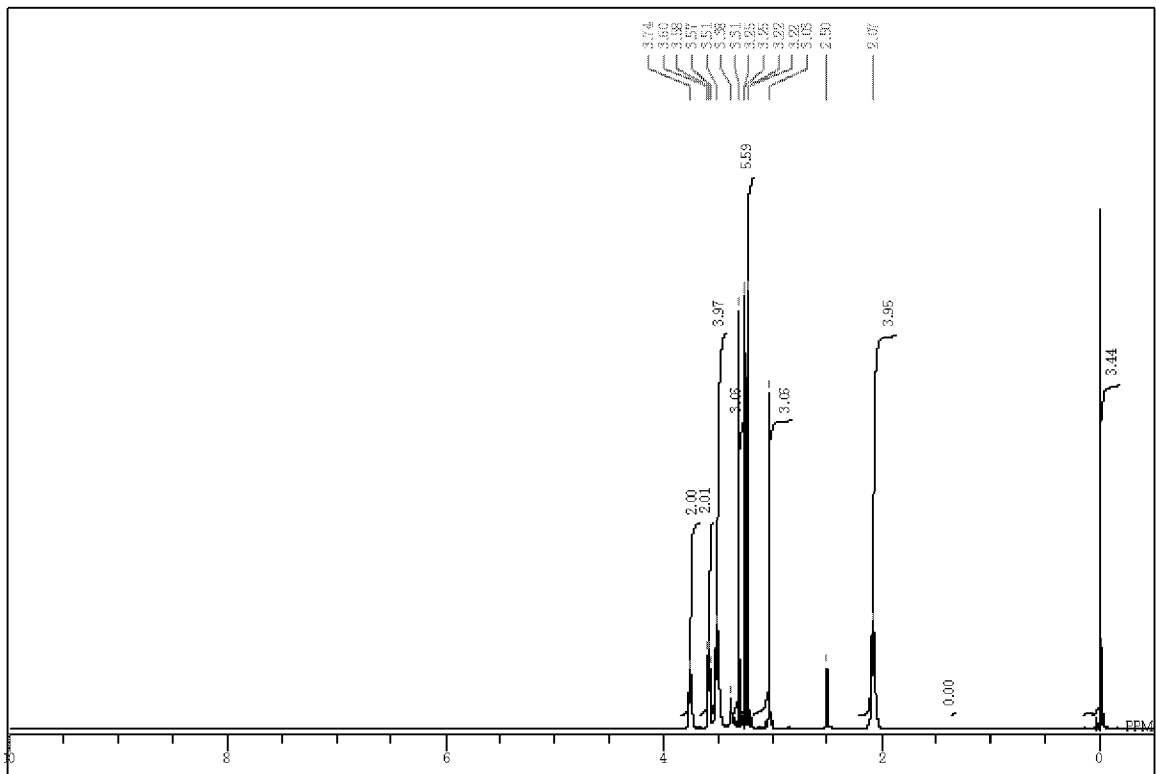
[15] 請求項13または14記載のドープから再生されたポリマー。

[16] 請求項13もしくは14記載のドープに、前記イオン液体に相溶し、かつ、前記ポリマーの溶解能を実質的に有しない媒体を加え、または請求項13もしくは14記載のドープを、前記イオン液体に相溶し、かつ、前記ポリマーの溶解能を実質的に有しない媒体に加えることを特徴とする再生ポリマーの製造方法。

[図1]

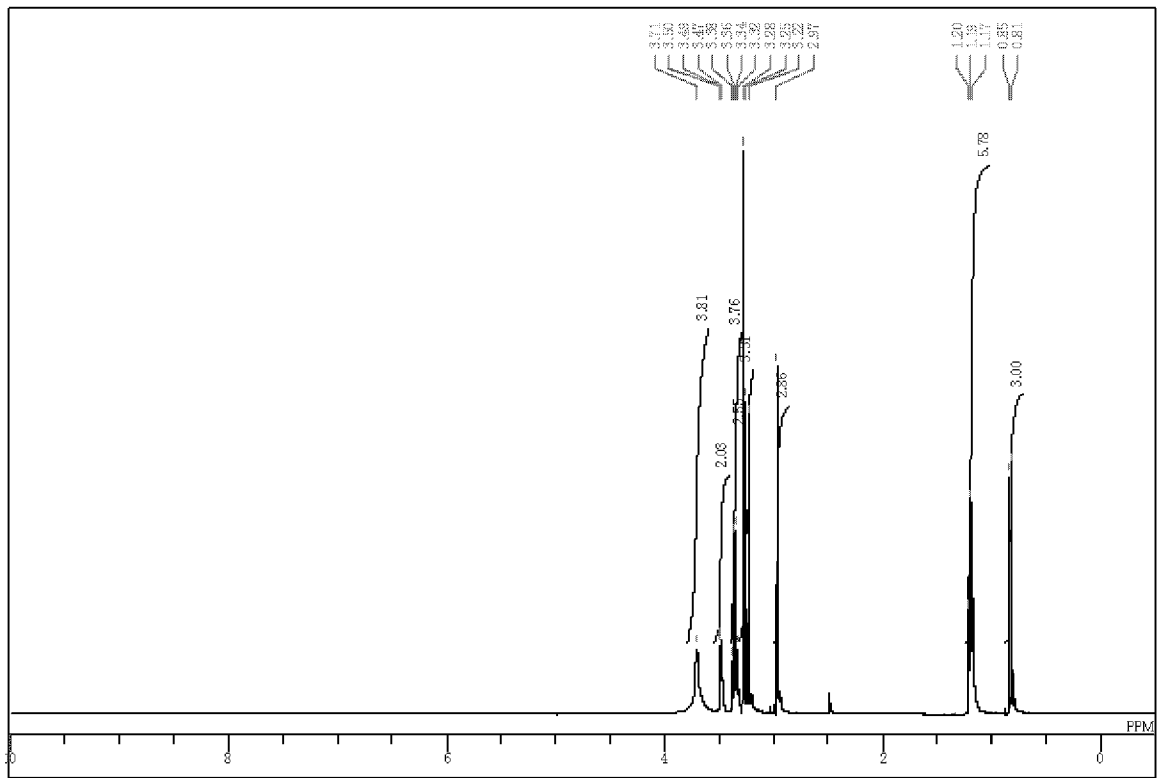


[図2]

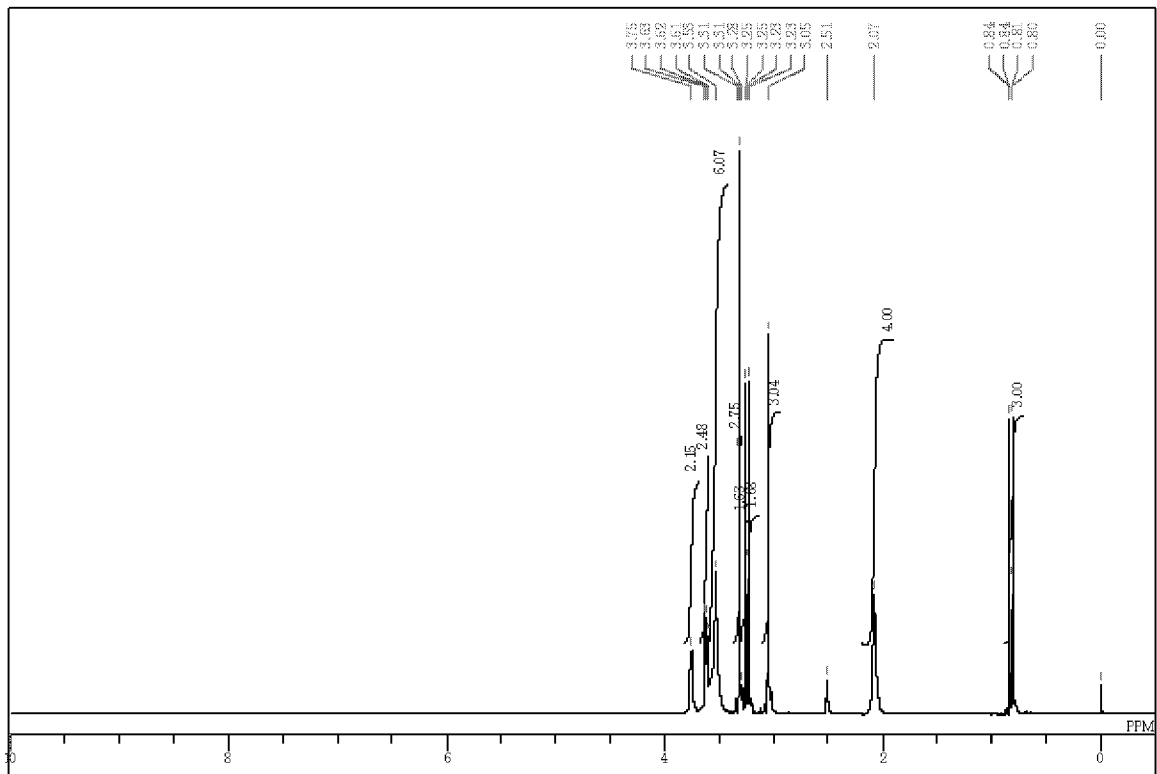




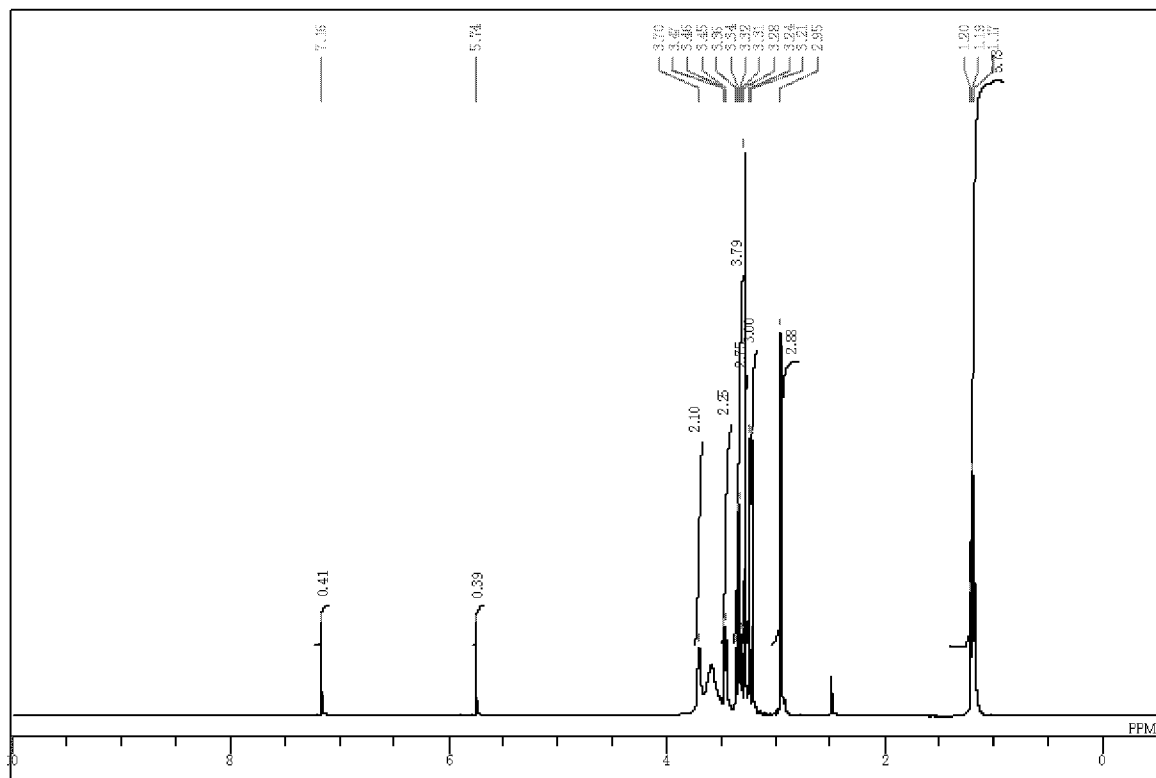
[図3]



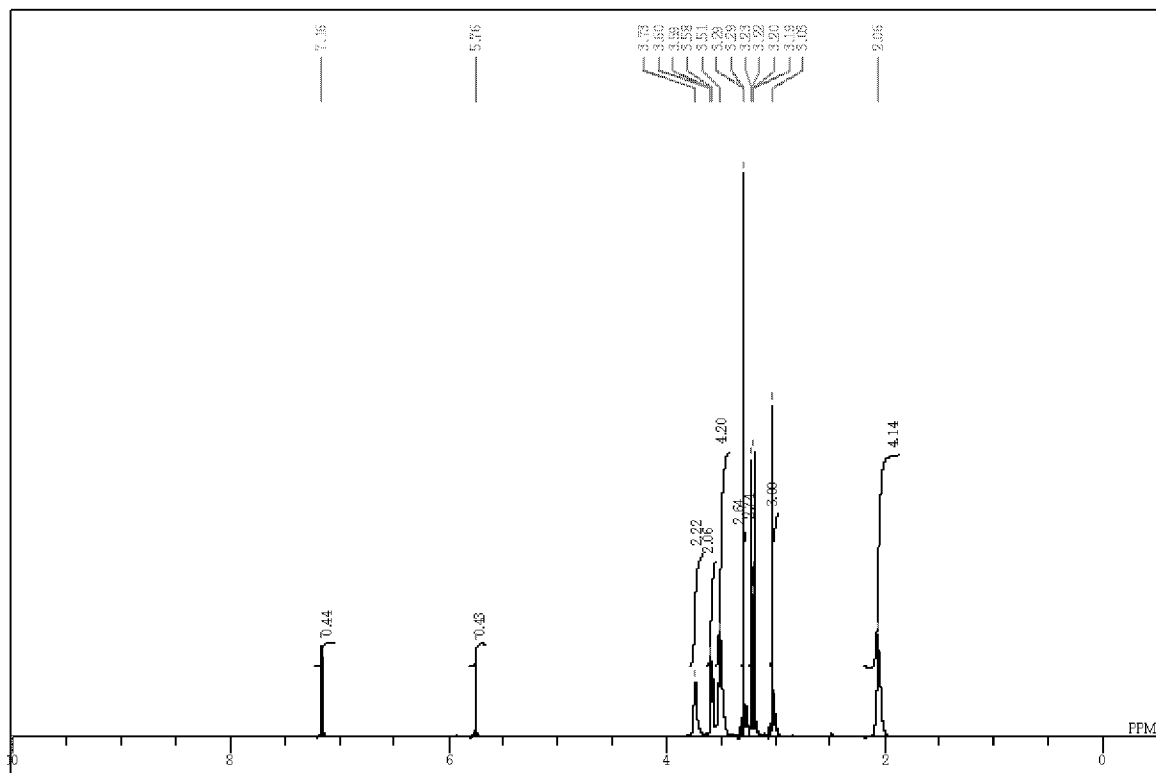
[図4]



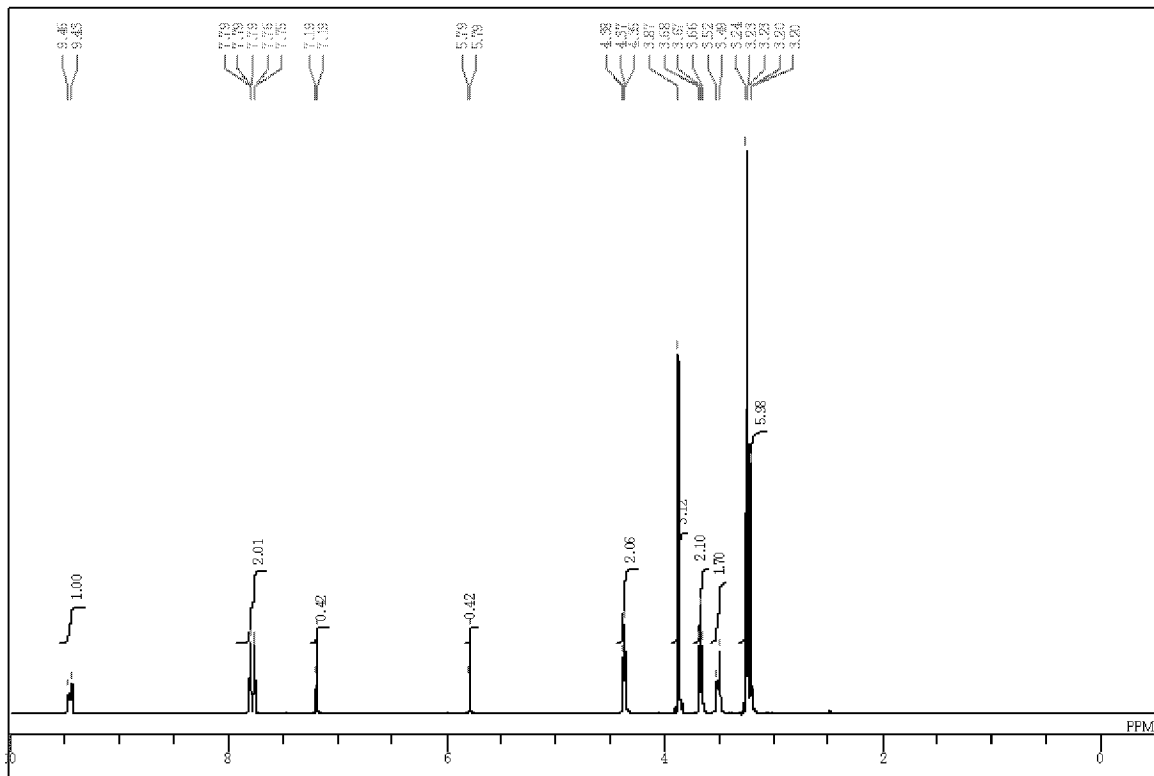
[図5]



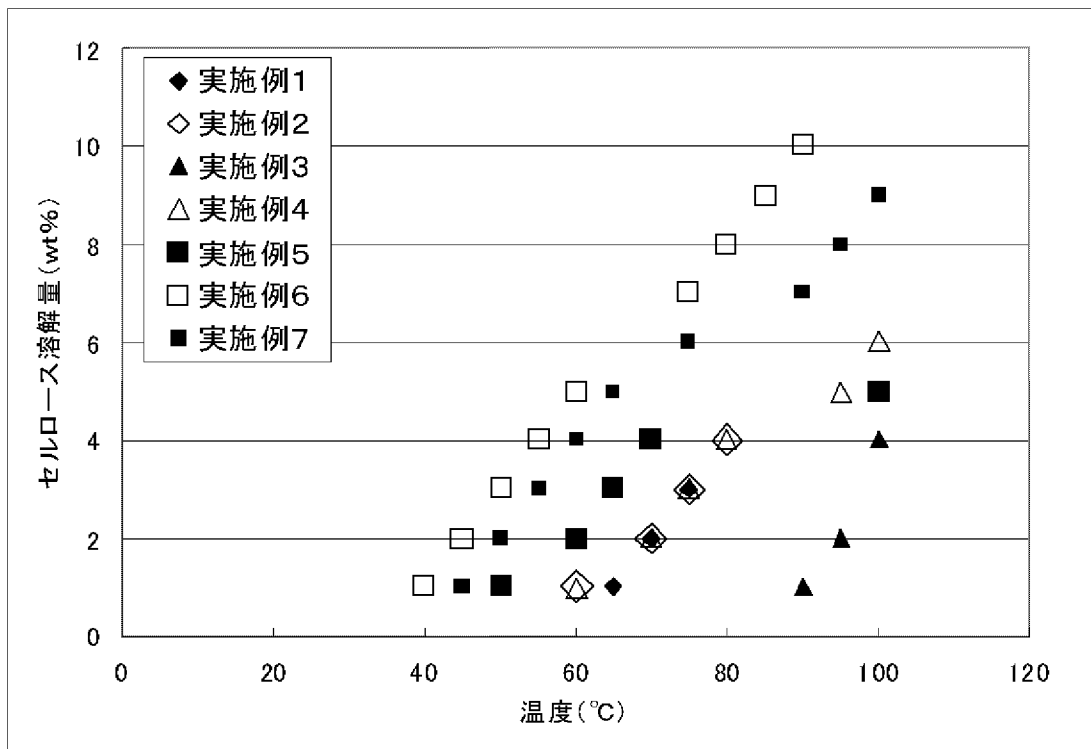
[図6]



[図7]



[図8]



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2008/057836

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C07C217/08(2006.01)i, C07D233/60(2006.01)i, C07D295/08(2006.01)i,  
C07F9/09(2006.01)i, C07F9/141(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C07C217/08, C07D233/60, C07D295/08, C07F9/09, C07F9/141

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2008
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2008	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2008

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

Caplus (STN), REGISTRY (STN)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	KUHLMANN Esther et al., Imidazolium Dialkylphosphates - a Class of Versatile, Halogen-Free and Hydrolytically Stable Ionic Liquids, Green Chemistry, 2007.03, Vol.9, p.233-242	1, 2, 5 6-16
X Y	FR 2486079 A1 (RHONE-POULENC AGROCHIMIE), 08 January, 1980 (08.01.80), Claims 1 to 3 (Family: none)	1, 2, 5 6-16

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance  
 "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date  
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)  
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means  
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention  
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone  
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art  
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
16 June, 2008 (16.06.08)

Date of mailing of the international search report  
01 July, 2008 (01.07.08)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2008/057836

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 2005-506401 A (The University of Alabama, PG Research Foundation, Inc.), 03 March, 2005 (03.03.05), Claims 1 to 62; Par. Nos. [0013] to [0016]; examples 1 to 5 & US 2003/0157351 A1      & US 2004/0038031 A1 & EP 1458805 A            & EP 1648692 A & WO 2003/029329 A2      & WO 2004/084627 A2 & CA 2462460 A            & NO 20041774 A & NZ 532076 A              & IL 161124 D & PL 374298 A              & KR 10-2004-0065550 A & CN 1596282 A            & CA 2519652 A & KR 10-2006-0002839 A	6-16 1-5
A	JP 2005-530910 A (The Procter & Gamble Co.), 13 October, 2005 (13.10.05), Claims 1 to 15; Par. Nos. [0022] to [0034] & US 2004/0077519 A1      & US 2006/0240727 A1 & US 2006/0240728 A1      & EP 1517982 A & WO 2004/003120 A2      & CA 2488217 A & BR 312275 A              & KR 10-2006-0092296 A & CN 1662638 A            & CN 1931989 A	1-5

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C07C217/08(2006.01)i, C07D233/60(2006.01)i, C07D295/08(2006.01)i, C07F9/09(2006.01)i, C07F9/141(2006.01)i			
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C07C217/08, C07D233/60, C07D295/08, C07F9/09, C07F9/141			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2008年 日本国実用新案登録公報 1996-2008年 日本国登録実用新案公報 1994-2008年			
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語) CAplus(STN), REGISTRY(STN)			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号	
X Y	KUHLMANN Esther et al., Imidazolium Dialkylphosphates - a Class of Versatile, Halogen-Free and Hydrolytically Stable Ionic Liquids, Green Chemistry, 2007.03, Vol.9, p. 233-242	1, 2, 5 6-16	
X Y	FR 2486079 A1 (RHONE-POULENC AGROCHIMIE) 1980.01.08, 請求項1 - 請求項3 (ファミリーなし)	1, 2, 5 6-16	
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。		<input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。	
* 引用文献のカテゴリー 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願		の日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」同一パテントファミリー文献	
国際調査を完了した日 16.06.2008		国際調査報告の発送日 01.07.2008	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 野口 勝彦	4H   3967
		電話番号 03-3581-1101 内線 3443	

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y A	JP 2005-506401 A (ザ ユニヴァーシティー オブ アラバマ、ビ ージー リサーチ ファンデーション インコーポレイテッド) 2005. 03. 03, 【請求項 1】 - 【請求項 6 2】、【0013】 - 【00 16】、実施例 1 - 5 & US 2003/0157351 A1 & US 2004/0038031 A1 & EP 1458805 A & EP 1648692 A & WO 2003/029329 A2 & WO 2004/084627 A2 & CA 2462460 A & NO 20041774 A & NZ 532076 A & IL 161124 D & PL 374298 A & KR 10-2004-0065550 A & CN 1596282 A & CA 2519652 A & KR 10-2006-0002839 A	6-16 1-5
A	JP 2005-530910 A (ザ プロクター アンド ギャンブル カンパ ニー) 2005. 10. 13, 【請求項 1】 - 【請求項 15】、【0022】 - 【0034】 & US 2004/0077519 A1 & US 2006/0240727 A1 & US 2006/0240728 A1 & EP 1517982 A & WO 2004/003120 A2 & CA 2488217 A & BR 312275 A & KR 10-2006-0092296 A & CN 1662638 A & CN 1931989 A	1-5