

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3641143号

(P3641143)

(45) 発行日 平成17年4月20日(2005.4.20)

(24) 登録日 平成17年1月28日(2005.1.28)

(51) Int. Cl.⁷

F I

CO7C 237/22
 BO1J 13/00
 BO1J 19/06
 CO9K 3/00
 // C11B 15/00

CO7C 237/22
 BO1J 13/00 F
 BO1J 19/06
 CO9K 3/00 IO3M
 C11B 15/00

請求項の数 4 (全 19 頁)

(21) 出願番号 特願平10-246965
 (22) 出願日 平成10年9月1日(1998.9.1)
 (65) 公開番号 特開2000-72736(P2000-72736A)
 (43) 公開日 平成12年3月7日(2000.3.7)
 審査請求日 平成14年6月25日(2002.6.25)

特許法第30条第1項適用 平成10年3月14日 社
 団法人日本化学会発行の「日本化学会第74春季年会1
 998年講演予稿集 ▲1▼」に発表

(73) 特許権者 000227009
 日清オイリオグループ株式会社
 東京都中央区新川1丁目23番1号

(74) 代理人 100058479
 弁理士 鈴江 武彦

(74) 代理人 100091351
 弁理士 河野 哲

(74) 代理人 100088683
 弁理士 中村 誠

(74) 代理人 100108855
 弁理士 蔵田 昌俊

(74) 代理人 100075672
 弁理士 峰 隆司

(74) 代理人 100109830
 弁理士 福原 淑弘

最終頁に続く

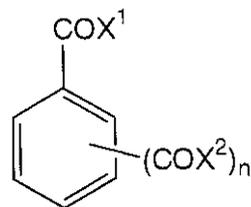
(54) 【発明の名称】 ベンゼンカルボン酸アミド化合物、および有機液体のゲル化または固化剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記一般式(Ⅰ)

【化1】

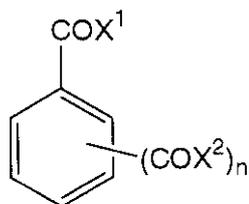


(一般式(Ⅰ)中、X¹ および X² は、それぞれ -AA-NHR を表し、AA はアミノ酸アシル基、各 R は炭素数 8 ~ 22 のアルキル基、n は 1 または 2 を表す) で示されるベンゼンカルボン酸アミド化合物。

【請求項2】

下記一般式(Ⅰ)

【化 2】

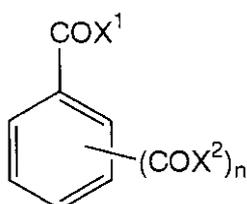


(一般式 (I) 中、 X^1 および X^2 は、それぞれ - AA - NHR を表し、AA はアミノ酸アシル基、各 R は炭素数 8 ~ 22 のアルキル基、n は 1 または 2 を表す) 10
 で示されるベンゼンカルボン酸アミド化合物を有効成分とする有機液体のゲル化または固化剤。

【請求項 3】

下記一般式 (I)

【化 3】



(一般式 (I) 中、n は 1 または 2 であり、
 n が 1 であって、かつ COX^2 が COX^1 に対してオルト位にあるとき、 X^1 および X^2 それぞれ - AA - NHR を表し、各 AA は L - バリルであり、かつ各 R は炭素数 12 のアルキル基であり、

n が 1 であって、かつ COX^2 が COX^1 に対してメタ位にあるとき、 X^1 および X^2 はそれぞれ - AA - NHR を表し、各 AA は L - バリルまたは L - イソロイシルであって、かつ各 R は炭素数 12 のアルキル基であるか、または各 AA は L - バリルまたは D , L - バリルであって、かつ各 R は炭素数 18 のアルキル基であり、 30

n が 1 であって、かつ COX^2 が COX^1 に対してパラ位にあるとき、 X^1 および X^2 はそれぞれ - AA - NHR を表し、各 AA は L - バリル、グリシル、L - ロイシルまたは L - イソロイシルであって、かつ各 R は炭素数 12 のアルキル基であるか、または各 AA は L - バリル、L - ロイシル、L - イソロイシルまたは D , L - バリルであって、かつ各 R は炭素数 18 のアルキル基であり、

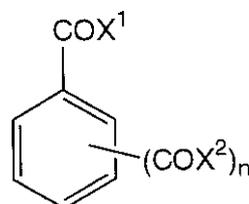
n が 2 のとき、2 つの COX^2 は COX^1 に対して共にメタ位にあり、 X^1 および X^2 はそれぞれ - AA - NHR を表し、各 AA は L - バリルまたは L - ロイシルであって、かつ各 R は炭素数 12 のアルキル基である)

で示されるベンゼンカルボン酸アミド化合物。

【請求項 4】

下記一般式 (I)

【化 4】



(一般式 (I) 中、 n は 1 または 2 であり、

n が 1 であって、かつ COX^2 が COX^1 に対してオルト位にあるとき、 X^1 および X^2 はそれぞれ -AA-NHR を表し、各 AA は L-パリルであり、かつ各 R は炭素数 12 のアルキル基であり、

n が 1 であって、かつ COX^2 が COX^1 に対してメタ位にあるとき、 X^1 および X^2 はそれぞれ -AA-NHR を表し、各 AA は L-パリルまたは L-イソロイシルであって、かつ各 R は炭素数 12 のアルキル基であるか、または各 AA は L-パリルまたは D, L-パリルであって、かつ各 R は炭素数 18 のアルキル基であり、

n が 1 であって、かつ COX^2 が COX^1 に対してパラ位にあるとき、 X^1 および X^2 はそれぞれ -AA-NHR を表し、各 AA は L-パリル、グリシル、L-ロイシルまたは L-イソロイシルであって、かつ各 R は炭素数 12 のアルキル基であるか、または各 AA は L-パリル、L-ロイシル、L-イソロイシルまたは D, L-パリルであって、かつ各 R は炭素数 18 のアルキル基であり、

n が 2 のとき、2 つの COX^2 は COX^1 に対して共にメタ位にあり、 X^1 および X^2 はそれぞれ -AA-NHR を表し、各 AA は L-パリルまたは L-ロイシルであって、かつ各 R は炭素数 12 のアルキル基である)

で示されるベンゼンカルボン酸アミド化合物よりなる群から選ばれた化合物を有効成分とする有機液体のゲル化または固化剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、有機液体のゲル化または固化剤として有用な新規ベンゼンカルボン酸アミド化合物およびこの化合物を有効成分とするゲル化または固化剤に関する。本発明のゲル化または固化剤は、塗料、インク、潤滑油、農業、水産、化粧品や医薬品、繊維、樹脂、高分子、ゴム、金属等の加工分野を含む産業分野において利用できる。

【0002】

【従来の技術】

一般に前記産業分野において使用される有機液体類（動植物油脂、エステル、ポリオール、エーテル、アルコール、炭化水素等）をゲル化または固化する機能を有するものとして、12-ヒドロキシステアリン酸、ジベンジリデンソルビトール、脂肪酸のアルカリ金属塩およびアルカリ土類金属塩等が知られている。

【0003】

この中で、12-ヒドロキシステアリン酸は安価であるが、ゲル化または固化できる有機液体の種類が少なく、また得られたゲルが軟化する温度も低い。一方、ジベンジリデンソルビトールは少量の添加で強いゲルを形成するものの、ベンズアルデヒドを遊離するという難点をもち、また、高融点であるため低沸点の短鎖アルコール類等を固形化するには不適當である。脂肪酸のアルカリ金属塩・アルカリ土類金属塩は、ゲル化または固化のための添加量を多く必要とし、使用可能な条件も限られる等の制約がある。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

このように、これまで提案されているゲル化または固化剤は、前記いずれかの点で十分に満足できる機能を有するものではなかった。

【0005】

従って、本発明の目的は、容易に製造することが可能であり、種々の有機液体を少量の添加でゲル化または固化でき、均一で、かつ長期間の保存および温度変化に対して安定性が高いゲル化物または固化物となすことができる、有機液体のゲル化または固化剤として有用なベンゼンカルボン酸アミド化合物およびこの化合物を有効成分とする有機液体のゲル化または固化剤を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】

10

20

30

40

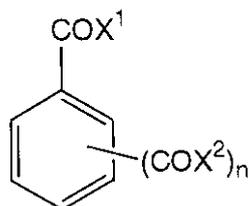
50

本発明者らは、前記目的を達成するために鋭意検討を重ねた結果、新規ベンゼンカルボン酸アミド化合物を合成し、これが種々の有機液体に対して優れたゲル化能を有することを見出し、本発明を完成するに至った。

【0007】

すなわち本発明は、下記一般式(Ⅰ)

【化5】



10

【0008】

(一般式(Ⅰ)中、X¹ およびX² は、それぞれ - AA - NHR を表し、AA はアミノ酸アシル基、各R は炭素数8 ~ 22のアルキル基、n は1または2を表す)

で示されるベンゼンカルボン酸アミド化合物を提供する。また、本発明は、前記一般式(Ⅰ)で示されるベンゼンカルボン酸アミド化合物を有効成分とする有機液体のゲル化または固化剤を提供する。

20

【0009】

上記一般式(Ⅰ)において、

一般式(Ⅰ)中、n は1または2であり、

n が1であって、かつCOX² がCOX¹ に対してオルト位にあるとき、X¹ およびX² はそれぞれ - AA - NHR を表し、各AA はL - バリルであり、かつ各R は炭素数12のアルキル基であり得、

n が1であって、かつCOX² がCOX¹ に対してメタ位にあるとき、X¹ およびX² はそれぞれ - AA - NHR を表し、各AA はL - バリルまたはL - イソロイシルであって、かつ各R は炭素数12のアルキル基であるか、または各AA はL - バリルまたはD, L - バリルであって、かつ各R は炭素数18のアルキル基であり得、

30

n が1であって、かつCOX² がCOX¹ に対してパラ位にあるとき、X¹ およびX² はそれぞれ - AA - NHR を表し、各AA はL - バリル、グリシル、L - ロイシルまたはL - イソロイシルであって、かつ各R は炭素数12のアルキル基であるか、または各AA はL - バリル、L - ロイシル、L - イソロイシルまたはD, L - バリルであって、かつ各R は炭素数18のアルキル基であり得、

n が2のとき、2つのCOX² はCOX¹ に対して共にメタ位にあり、X¹ およびX² はそれぞれ - AA - NHR を表し、各AA はL - バリルまたはL - ロイシルであって、かつ各R は炭素数12のアルキル基であり得る。

【0010】

【発明の実施の形態】

本発明のベンゼンカルボン酸アミド化合物は、前記一般式(Ⅰ)で示される。一般式(Ⅰ)中、X¹ およびX² は、それぞれ - AA - NHR を表し、AA はアミノ酸アシル基、各R は炭素数8 ~ 22のアルキル基、n は1または2を表す。ベンゼン環に直結するカルボニル基と - AA - との結合 - COAA - はアミド結合である。

40

【0011】

アミノ酸アシル基(AA)は、具体的に、グリシル、アラニル、バリル、ロイシル、イソロイシル等をあげることができ、このうちゲル化能の点で特に好ましいのはバリルである。なおこれらのアミノ酸アシル基はL体、DL体共用いることが可能であり、アミノ酸アシル基自身は単独で使用してもよく、あるいは2種以上を混合して用いてもよい。

【0012】

50

また、アルキル基 (R) は炭素数が 8 ~ 22 で、飽和の、直鎖状および/または分岐状アルキル基が使用可能である。具体的に直鎖状アルキル基として、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基、ノナデシル基、イコシル基、ヘンイコシル基、ドコシル基を例示することができる。また分岐状アルキル基として、2 - エチルヘキシル基、2, 4, 4 - トリメチルペンチル基、3, 5, 5 - トリメチルヘキシル基、3, 7 - ジメチルオクチル基、6 - プロピルノニル基、12 - メチルトリデシル基、2 - メチルテトラデシル基、5 - メチルテトラデシル基、2, 2 - ジメチルテトラデシル基、2 - ヘキシルデシル基、2 - ヘプチルウンデシル基、2 - オクチルドデシル基等を例示できる。これらの直鎖状アルキル基または分岐状アルキル基は単独で使用してもよく、あるいは2種以上を混合して用いてもよい。ゲル化能の点で好ましいのは、ドデシル基 (炭素数12の直鎖状アルキル基) およびオクタデシル基 (炭素数18の直鎖状アルキル基) である。その中でもオクタデシル基が特に好ましい。

10

【0013】

また、nは1または2であり、従って基本骨格をなすベンゼンカルボン酸は、ベンゼンジカルボン酸であるか、またはベンゼントリカルボン酸である。具体的には、ベンゼンジカルボン酸としてフタル酸 (1, 2 - ベンゼンジカルボン酸)、イソフタル酸 (1, 3 - ベンゼンジカルボン酸)、テレフタル酸 (1, 4 - ベンゼンジカルボン酸)、およびベンゼントリカルボン酸として1, 3, 5 - トリカルボン酸、1, 2, 4 - ベンゼントリカルボン酸等を挙げることができる。このうちゲル化能の点で特に好ましいのは、ベンゼンジカルボン酸ではテレフタル酸であり、ベンゼントリカルボン酸では1, 3, 5 - ベンゼントリカルボン酸である。

20

【0014】

本発明のベンゼンカルボン酸アミド化合物の具体例54種の化合物を以下列挙する。なお、別段の指摘がない限り、各アミノ酸アシル基AAは同じであり、かつRも同じである。また、 $X^1 = X^2$ の場合、これらを一括してXで表示する。

【0015】

前記一般式 (I) 中、nが1であって、かつ COX^2 が COX^1 に対してオルト位にあるフタル酸ジアミド化合物として、

アミノ酸アシル基 (以下AAとする) がL - バリルであり、かつアルキル基 (以下Rとする) がドデシル基 ($X = L - Val - NH - C_{12}H_{25}$) である化合物1: N, N' - フタロイル - ビス (L - バリルアミノドデカン)、

30

AAがL - イソロイシルであり、かつRがドデシル基 ($X = L - Ile - NH - C_{12}H_{25}$) である化合物2: N, N' - フタロイル - ビス (L - イソロイシルアミノドデカン)、

AAがL - バリルであり、かつRがオクタデシル基 ($X = L - Val - NH - C_{18}H_{37}$) である化合物3: N, N' - フタロイル - ビス (L - バリルアミノオクタデカン)、

AAがL - ロイシルであり、かつRがドコシル基 ($X = L - Leu - NH - C_{22}H_{45}$) である化合物4: N, N' - フタロイル - ビス (L - ロイシルアミノドコサン)、

AAがL - アラニルであり、かつRがヘキサデシル基 ($X = L - Ala - NH - C_{16}H_{33}$) である化合物5: N, N' - フタロイル - ビス (L - アラニルアミノヘキサデカン)、

40

AAがグリシルであり、かつRがオクタデシル基 ($X = L - Gly - NH - C_{18}H_{37}$) である化合物6: N, N' - フタロイル - ビス (グリシルアミノオクタデカン)、

AAがD, L - ロイシルであり、かつRがテトラデシル基 ($X = D, L - Leu - NH - C_{14}H_{29}$) である化合物7: N, N' - フタロイル - ビス (D, L - ロイシルアミノテトラデカン)、

AAがL - バリルであり、かつRが2 - エチルヘキシル基 ($X = L - Val - NH - C_8H_{17}$) である化合物8: N, N' - フタロイル - ビス (L - バリルアミノ - 2 - エチルヘキサン)、

AAがL - イソロイシルであり、かつRの一方がドデシル基であり他方がオクタデシル基 ($X^1 = L - Ile - NH - C_{12}H_{25}$ 、 $X^2 = L - Ile - NH - C_{18}H_{37}$) である化合物9

50

、
 A Aの一方がL - イソロイシルであり他方がL - ロイシルであり、かつRがドデシル基 ($X^1 = L - Ile - NH - C_{12}H_{25}$ 、 $X^2 = L - Leu - NH - C_{12}H_{25}$) である化合物 1 0
 が挙げられる。

【 0 0 1 6 】

上記一般式 (I) 中、n が 1 であって、かつ COX^2 が COX^1 に対してメタ位にあるイソフタル酸ジアミド化合物として、

A A が L - バリルであり、かつRがドデシル基 ($X = L - Val - NH - C_{12}H_{25}$) である化合物 1 1 : N, N' - イソフタロイル - ビス (L - バリルアミノドデカン)、

A A が L - イソロイシルであり、かつRがドデシル基 ($X = L - Ile - NH - C_{12}H_{25}$) である化合物 1 2 : N, N' - イソフタロイル - ビス (L - イソロイシルアミノドデカン)、

A A が L - バリルであり、かつRがオクタデシル基 ($X = L - Val - NH - C_{18}H_{37}$) である化合物 1 3 : N, N' - イソフタロイル - ビス (L - バリルアミノオクタデカン)、

A A が D, L - バリルであり、かつRがオクタデシル基 ($X = D, L - Val - NH - C_{18}H_{37}$) である化合物 1 4 : N, N' - イソフタロイル - ビス (D, L - バリルアミノオクタデカン)、

A A が L - ロイシルであり、かつRがオクタドコシル基 ($X = L - Leu - NH - C_{22}H_{45}$) である化合物 1 5 : N, N' - イソフタロイル - ビス (L - ロイシルアミノオクタドコサン)、

A A が L - アラニルであり、かつRがヘキサデシル基 ($X = L - Ala - NH - C_{16}H_{33}$) である化合物 1 6 : N, N' - イソフタロイル - ビス (L - アラニルアミノヘキサデカン)、

A A がグリシルであり、かつRがオクタデシル基 ($X = Gly - NH - C_{18}H_{37}$) である化合物 1 7 : N, N' - イソフタロイル - ビス (グリシルアミノオクタデカン)、

A A が D, L - ロイシルであり、かつRがテトラデシル基 ($X = D, L - Leu - NH - C_{14}H_{29}$) である化合物 1 8 : N, N' - イソフタロイル - ビス (D, L - ロイシルアミノテトラデカン)、

A A が L - バリルであり、かつRが2 - エチルヘキシル基 ($X = L - Val - NH - C_8H_{17}$) である化合物 1 9 : N, N' - イソフタロイル - ビス (L - バリルアミノ - 2 - エチルヘキサン)、

A A が L - イソロイシルであり、かつRの一方がドデシル基であり他方がオクタデシル基 ($X^1 = L - Ile - NH - C_{12}H_{25}$ 、 $X^2 = L - Ile - NH - C_{18}H_{37}$) である化合物 2 0、

A Aの一方がL - イソロイシルであり他方がL - ロイシルであり、かつRがドデシル基 ($X^1 = L - Ile - NH - C_{12}H_{25}$ 、 $X^2 = L - Leu - NH - C_{12}H_{25}$) である化合物 2 1
 が挙げられる。

【 0 0 1 7 】

上記一般式 (I) 中、n が 1 であって、かつ COX^2 が COX^1 に対してパラ位にあるテレフタル酸ジアミド化合物として、

A A が L - バリルであり、かつRがドデシル基 ($X = L - Val - NH - C_{12}H_{25}$) である化合物 2 2 : N, N' - テレフタロイル - ビス (L - バリルアミノドデカン)、

A A がグリシルであり、かつRがドデシル基 ($X = Gly - NH - C_{12}H_{25}$) である化合物 2 3 : N, N' - テレフタロイル - ビス (グリシルアミノドデカン)、

A A が L - ロイシルであり、かつRがドデシル基 ($X = L - Leu - NH - C_{12}H_{25}$) である化合物 2 4 : N, N' - テレフタロイル - ビス (L - ロイシルアミノドデカン)、

A A が L - イソロイシルであり、かつRがドデシル基 ($X = L - Ile - NH - C_{12}H_{25}$) である化合物 2 5 : N, N' - テレフタロイル - ビス (L - イソロイシルアミノドデカン)、

A A が L - バリルであり、かつRがオクタデシル基 ($X = L - Val - NH - C_{18}H_{37}$) であ

10

20

30

40

50

ある化合物 26 : N, N' - テレフタロイル - ビス (L - バリルアミノオクタデカン)、
AA が L - ロイシルであり、かつ R がオクタデシル基 (X = L - Leu - NH - C₁₈H₃₇)
である化合物 27 : N, N' - テレフタロイル - ビス (L - ロイシルアミノオクタデカン)、

AA が L - イソロイシルであり、かつ R がオクタデシル基 (X = L - Ile - NH - C₁₈H₃₇)
である化合物 28 : N, N' - テレフタロイル - ビス (L - イソロイシルアミノオクタデカン)、

AA が D, L - バリルであり、かつ R がオクタデシル基 (X = D, L - Val - NH - C₁₈H₃₇)
である化合物 29 : N, N' - テレフタロイル - ビス (D, L - バリルアミノオクタデカン)、

AA が L - バリルであり、かつ R がテトラデシル基 (X = L - Val - NH - C₁₄H₂₉)
である化合物 30 : N, N' - テレフタロイル - ビス (L - バリルアミノテトラデカン)、

AA が L - バリルであり、かつ R がヘキサデシル基 (X = L - Val - NH - C₁₆H₃₃)
である化合物 31 : N, N' - テレフタロイル - ビス (L - バリルアミノヘキサデカン)、

AA が L - バリルであり、かつ R がイコシル基 (X = L - Val - NH - C₂₀H₄₁)
である化合物 32 : N, N' - テレフタロイル - ビス (L - バリルアミノイコサン)、

AA が L - バリルであり、かつ R がドコシル基 (X = L - Val - NH - C₂₂H₄₅)
である化合物 33 : N, N' - テレフタロイル - ビス (L - バリルアミノドコサン)、

AA が L - ロイシルであり、かつ R がオクタドコシル基 (X = L - Leu - NH - C₂₂H₄₅)
である化合物 34 : N, N' - テレフタロイル - ビス (L - ロイシルアミノオクタドコサン)、

AA が L - アラニルであり、かつ R がヘキサデシル基 (X = L - Ala - NH - C₁₆H₃₃)
である化合物 35 : N, N' - テレフタロイル - ビス (L - アラニルアミノヘキサデカン)、

AA がグリシルであり、かつ R がオクタデシル基 (X = Gly - NH - C₁₈H₃₇)
である化合物 36 : N, N' - テレフタロイル - ビス (グリシルアミノオクタデカン)、

AA が D, L - ロイシルであり、かつ R がテトラデシル基 (X = D, L - Leu - NH - C₁₄H₂₉)
である化合物 37 : N, N' - テレフタロイル - ビス (D, L - ロイシルアミノテトラデカン)、

AA が L - バリルであり、かつ R が 2 - エチルヘキシル基 (X = L - Val - NH - C₈H₁₇)
である化合物 38 : N, N' - テレフタロイル - ビス (L - バリルアミノ - 2 - エチルヘキサン)、

AA が L - イソロイシルであり、かつ R の一方がドデシル基であり他方がオクタデシル基
(X¹ = L - Ile - NH - C₁₂H₂₅、X² = L - Ile - NH - C₁₈H₃₇)
である化合物 39、

AA の一方が L - イソロイシルであり他方が L - ロイシルであり、かつ R がドデシル基
(X¹ = L - Ile - NH - C₁₂H₂₅、X² = L - Leu - NH - C₁₂H₂₅)
である化合物 40
が挙げられる。

【 0018 】

上記一般式 (I) 中、n が 2 であって、かつ 2 つの COX² が COX¹ に対して共にメタ
位にある 1, 3, 5 - トリカルボン酸トリアミド化合物として、

AA が L - バリルであり、かつ R がドデシル基 (X = L - Val - NH - C₁₂H₂₅)
である化合物 41 : N, N', N'' - 1, 3, 5 - ベンゼントリカルボニル - トリス (L - バリルアミノドデカン)、

AA が L - ロイシルであり、かつ R がドデシル基 (X = L - Leu - NH - C₁₂H₂₅)
である化合物 42 : N, N', N'' - 1, 3, 5 - ベンゼントリカルボニル - トリス (L - ロイシルアミノドデカン)、

AA が L - イソロイシルであり、かつ R がドデシル基 (X = L - Ile - NH - C₁₂H₂₅)
である化合物 43 : N, N', N'' - 1, 3, 5 - ベンゼントリカルボニル - トリス (L - イソロイシルアミノドデカン)、

10

20

30

40

50

AAがL-バリルであり、かつRがオクタデシル基 ($X = L - Val - NH - C_{18}H_{37}$) である化合物44: N, N', N'' - 1, 3, 5 - ベンゼントリカルボニル - トリス (L - バリルアミノオクタデカン)、

AAがL-ロイシルであり、かつRがオクタドコシル基 ($X = L - Leu - NH - C_{22}H_{45}$) である化合物45: N, N', N'' - 1, 3, 5 - ベンゼントリカルボニル - トリス (L - ロイシルアミノオクタドコサン)、

AAがL-アラニルであり、かつRがヘキサデシル基 ($X = L - Ala - NH - C_{16}H_{33}$) である化合物46: N, N', N'' - 1, 3, 5 - ベンゼントリカルボニル - トリス (L - アラニルアミノヘキサデカン)、

AAがグリシルであり、かつRがオクタデシル基 ($X = Gly - NH - C_{18}H_{37}$) である化合物47: N, N', N'' - 1, 3, 5 - ベンゼントリカルボニル - トリス (グリシルアミノオクタデカン)、

AAがD, L-ロイシルであり、かつRがテトラデシル基 ($X = D, L - Leu - NH - C_{14}H_{29}$) である化合物48: N, N', N'' - 1, 3, 5 - ベンゼントリカルボニル - トリス (D, L-ロイシルアミノテトラデカン)、

AAがL-バリルであり、かつRが2-エチルヘキシル基 ($X = L - Val - NH - C_8H_{17}$) である化合物49: N, N', N'' - 1, 3, 5 - ベンゼントリカルボニル - トリス (L-バリルアミノ-2-エチルヘキサン)、

AAがL-イソロイシルであり、かつ3つのRのうち1つがドデシル基であり他2つがオクタデシル基 ($X^1 = L - Ile - NH - C_{12}H_{25}$, $X^2 = L - Ile - NH - C_{18}H_{37}$) である化合物50、

AAがL-イソロイシルであり、3つのRのうち1つがオクタデシル基であり他2つがドデシル基 ($X^1 = L - Ile - NH - C_{18}H_{37}$, $X^2 = L - Ile - NH - C_{12}H_{25}$) である化合物51、

3つのAAのうち1つがL-イソロイシルであり他2つがL-ロイシルであり、かつRがドデシル基 ($X^1 = L - Ile - NH - C_{12}H_{25}$, $X^2 = L - Leu - NH - C_{12}H_{25}$) である化合物52、

3つのAAのうち1つがL-ロイシルであり他2つがL-イソロイシルであり、かつRがドデシル基 ($X^1 = L - Leu - NH - C_{12}H_{25}$, $X^2 = L - Ile - NH - C_{12}H_{25}$) である化合物53

が挙げられる。

【0019】

上記一般式(I)中、nが2であって、かつ2つのCOX²がCOX¹に対して一方がオルト位にあり、他方がパラ位にある1, 2, 4-トリカルボン酸トリアミド化合物として、

AAがL-バリルであり、かつRがオクタデシル基 ($X = L - Val - NH - C_{18}H_{37}$) である化合物54: N, N', N'' - 1, 2, 4 - ベンゼントリカルボニル - トリス (L - バリルアミノオクタデカン)

が挙げられる。

【0020】

これらベンゼンカルボン酸アミド化合物のなかで、化合物26 (N, N' - テレフタロイル - ビス (L - バリルアミノオクタデカン)) が最も多種の有機溶媒をゲル化できる優れたゲル化剤である。

【0021】

本発明のベンゼンカルボン酸アミド化合物は、次の二段階の反応で容易に合成することができる。

【0022】

【化6】

10

20

30

40

加工油剤等のいわゆる廃油類を対象とすることができる。

【0028】

本発明においてゲル化または固化剤として使用するベンゼンジカルボン酸ジアミド化合物は、好ましくはベンゼンジカルボン酸ジアミド化合物、あるいはベンゼンジカルボン酸ジアミド化合物とベンゼンジカルボン酸モノアミド化合物との混合物であり、最も好ましくはベンゼンジカルボン酸ジアミド化合物である。同様に、本発明において使用するベンゼントリカルボン酸トリアミド化合物は、好ましくはベンゼントリカルボン酸トリアミド化合物、あるいはベンゼントリカルボン酸トリアミド化合物とベンゼントリカルボン酸ジアミド化合物との混合物であり、最も好ましくはベンゼントリカルボン酸トリアミド化合物である。

10

【0029】

本発明のゲル化または固化剤の使用法は、前記有機液体 1 mL に対し、本発明のゲル化または固化剤を 1 ~ 50 mg、好ましくは 2 ~ 20 mg 添加し、所望により 60 ~ 120 程度に加熱して均一状態になるまで攪拌した後、常温にて静置すれば、ゲル化物または固化物を調製することができる。このものは均一なゲル化物または固化物であり、常温で液体部分を生じることなく、また、長期間の保存においても液体部分の発生はない。このようにして調製されたゲル化物または固化物を塗料、インク、潤滑油、化粧品、医薬品、農業分野の基剤もしくは製剤とすることができる。

【0030】

なお本発明のゲル化または固化剤は単独でも使用できるが、本発明の目的を逸脱しないかぎり、従来公知のゲル化剤、天然ワックスまたは合成ワックス等の固化剤等を適量併用してもよい。

20

【0031】

【実施例】

実施例 1

攪拌機、温度計、窒素ガス吹込管及び水分離器を取付けた四ツ口フラスコ中で、ベンジロオキシカルボニル L - パリン (東京化成 (株) 製、試薬) 9.22 g (0.037 モル) を 200 mL の乾燥酢酸エチルに溶かし、氷冷下でジシクロヘキシルカルボジイミド (東京化成 (株) 製、試薬) 8.33 g (0.040 モル) を加えた。そのまま 1 時間攪拌した後、ドデシルアミン 6.80 g (0.037 モル) を加え、一旦 70 に加熱し、続いて室温まで放冷した。このとき生成したゲルを 50 mL のアセトンを加えてよく碎き、不溶物を吸引濾取し、アセトンでよく洗って、室温で乾燥した。8.17 g の白色固体物を得た。このものを 250 mL のエタノールに溶解させ、パラジウム炭素を溶解 50 mL エタノールを加えた後、水素ガスを注入し還元を行った。還元終了後触媒を除去し、溶剤を留去してからエタノールより再結晶し、L - パリルドデシルアミド 4.16 g を得た。次に L - パリルドデシルアミド 0.57 g (0.002 モル) とフタロイルクロライド 0.20 g (0.001 モル) を乾燥テトラヒドロフランに溶解させ、氷冷下でトリエチルアミン 0.70 mL (0.005 モル) を加え室温まで攪拌した後、加熱して反応を完結させた。その後溶剤を留去しエタノールより再結晶を行い、フタル酸ジアミド化合物 (化合物 1) 0.20 g を得た。

30

40

【0032】

元素分析

	N	C	H
計算値%	8.01	72.16	10.67
実測値%	7.95	71.95	10.84

【0033】

実施例 2

前記実施例 1 のフタロイルクロライドをイソフタロイルクロライドに代えて、その他実施

50

例 1 記載の方法と同様にして、イソフタル酸ジアミド化合物 (化合物 1 1) 0.51 g を得た。

【0034】

元素分析

	N	C	H
計算値%	6.46	74.77	11.39
実測値%	6.46	74.59	11.89

【0035】

10

実施例 3

前記実施例 1 で用いたベンジルオキシカルボニル L - バリンの代わりにベンジルオキシカルボニル L - イソロイシンを用いて、実施例 1 記載の方法と同様にして L - イソロイシルドデシルアミドを得た。その後、前記実施例 1 のフタロイルクロライドをイソフタロイルクロライドに代えて、実施例 1 記載の方法と同様にして、イソフタル酸ジアミド化合物 (化合物 1 2) 0.43 g を得た。

【0036】

元素分析

	N	C	H
計算値%	7.71	72.68	10.81
実測値%	7.70	72.90	10.85

20

【0037】

実施例 4

前記実施例 1 のドデシルアミンの代わりにオクタデシルアミンを用いて、実施例 1 記載の方法と同様にして L - バリルオクタデシルアミドを得た。その後、前記実施例 1 のフタロイルクロライドをイソフタロイルクロライドに代えて、実施例 1 記載の方法と同様にして、イソフタル酸ジアミド化合物 (化合物 1 3) 0.72 g を得た。

【0038】

30

元素分析

	N	C	H
計算値%	6.46	74.77	11.39
実測値%	6.46	74.59	11.89

【0039】

実施例 5

前記実施例 1 で用いたベンジルオキシカルボニル L - バリンの代わりに、ベンジルオキシカルボニル D, L - バリン、ドデシルアミンの代わりにオクタデシルアミンを用いて、実施例 1 記載の方法と同様にして D, L - バリルオクタデシルアミドを得た。その後、前記実施例 1 のフタロイルクロライドをイソフタロイルクロライドに代えて、実施例 1 記載の方法と同様にしてイソフタル酸ジアミド化合物 (化合物 1 4) 0.97 g を得た。

40

【0040】

元素分析

	N	C	H
計算値%	6.46	74.77	11.39
実測値%	6.50	74.34	11.69

50

【 0 0 4 1 】

実施例 6

前記実施例 1 のフタロイルクロライドをテレフタロイルクロライドに代えて、その他実施例 1 記載の方法と同様にして、テレフタル酸ジアミド化合物 (化合物 2 2) 0.57 g を得た。

【 0 0 4 2 】

元素分析

	N	C	H
計算値%	8.01	72.16	10.67
実測値%	8.10	72.01	10.92

10

【 0 0 4 3 】

実施例 7

前記実施例 1 で用いたベンジルオキシカルボニル L - バリンの代わりにベンジルオキシカルボニルグリシンを用いて、実施例 1 記載の方法と同様にしてグリシルドデシルアミドを得た。その後、前記実施例 1 のフタロイルクロライドをテレフタロイルクロライドに代えて、実施例 1 記載の方法と同様にしてテレフタル酸ジアミド化合物 (化合物 2 3) 0.54 g を得た。

【 0 0 4 4 】

元素分析

	N	C	H
計算値%	9.14	70.55	9.87
実測値%	9.30	70.39	9.96

20

【 0 0 4 5 】

実施例 8

前記実施例 1 で用いたベンジルオキシカルボニル L - バリンの代わりにベンジルオキシカルボニル L - ロイシンを用いて、実施例 1 記載の方法と同様にして L - ロイシルドデシルアミドを得た。その後、前記実施例 1 のフタロイルクロライドをテレフタロイルクロライドに代えて、実施例 1 記載の方法と同様にしてテレフタル酸ジアミド化合物 (化合物 2 4) 0.45 g を得た。

【 0 0 4 6 】

元素分析

	N	C	H
計算値%	7.71	72.68	10.81
実測値%	7.85	72.35	10.64

30

40

【 0 0 4 7 】

実施例 9

前記実施例で用いたベンジルオキシカルボニル L - バリンの代わりにベンジルオキシカルボニル L - イソロイシンを用いて、実施例 1 記載の方法と同様にして L - イソロイシルドデシルアミドを得た。その後、前記実施例 1 のフタロイルクロライドをテレフタロイルクロライドに代えて、実施例 1 記載の方法と同様にしてテレフタル酸ジアミド化合物 (化合物 2 5) 0.37 g を得た。

【 0 0 4 8 】

元素分析

	N	C	H
計算値%	7.71	72.68	10.81
実測値%	7.32	72.49	10.98

【0049】

実施例10

前記実施例1のドデシルアミンの代わりにオクタデシルアミンを用いて、実施例1記載の方法と同様にしてL-バリルオクタデシルアミドを得た。その後、前記実施例1のフタロイルクロライドをテレフタロイルクロライドに代えて、実施例1記載の方法と同様にして、テレフタル酸ジアミド化合物(化合物26)0.80gを得た。

10

【0050】

元素分析

	N	C	H
計算値%	6.46	74.77	11.39
実測値%	6.50	74.34	11.69

【0051】

実施例11

前記実施例1で用いたベンジルオキシカルボニルL-バリンの代わりにベンジルオキシカルボニルL-ロイシン、ドデシルアミンの代わりにオクタデシルアミンを用いて、実施例1記載の方法と同様にしてL-ロイシルオクタデシルアミドを得た。その後、前記実施例1のフタロイルクロライドをテレフタロイルクロライドに代えて、実施例1記載の方法と同様にしてテレフタル酸ジアミド化合物(化合物27)0.53gを得た。

20

【0052】

元素分析

	N	C	H
計算値%	6.26	75.11	11.48
実測値%	6.52	75.22	11.64

30

【0053】

実施例12

前記実施例1で用いたベンジルオキシカルボニルL-バリンの代わりにベンジルオキシカルボニルL-イソロイシン、ドデシルアミンの代わりにオクタデシルアミンを用いて、実施例1記載の方法と同様にしてL-イソロイシルオクタデシルアミドを得た。その後、前記実施例1のフタロイルクロライドをテレフタロイルクロライドに代えて、実施例1記載の方法と同様にしてテレフタル酸ジアミド化合物(化合物28)0.63gを得た。

40

【0054】

元素分析

	N	C	H
計算値%	6.26	75.11	11.48
実測値%	6.79	74.56	11.48

【0055】

実施例13

前記実施例1で用いたベンジルオキシカルボニルL-バリンの代わりにベンジルオキシカ

50

ルボニルD, L-バリン、ドデシルアミンの代わりにオクタデシルアミンを用いて、実施例1記載の方法と同様にしてD, L-バリルオクタデシルアミドを得た。その後、前記実施例1のフタロイルクロライドをテレフタロイルクロライドに代えて、実施例1記載の方法と同様にしてテレフタル酸ジアミド化合物(化合物29)0.88gを得た。

【0056】

元素分析

	N	C	H
計算値%	6.46	74.77	11.39
実測値%	6.36	74.57	11.66

10

【0057】

実施例14

前記実施例1のフタロイルクロライドを1,3,5-ベンゼントリカルボニルトリクロライドに代え、かつ1,3,5-ベンゼントリカルボニルトリクロライドに対して3倍モル量のL-バリルドデシルアミドを反応させて、その他実施例1記載の方法と同様にして1,3,5-ベンゼントリカルボン酸トリアミド化合物(化合物41)0.96gを得た。

【0058】

元素分析

	N	C	H
計算値%	8.32	71.38	10.78
実測値%	8.35	71.34	11.22

20

【0059】

実施例15

前記実施例で用いたベンジルオキシカルボニルL-バリンの代わりに、ベンジルオキシカルボニルL-ロイシンを用いて、実施例1記載の方法と同様にしてL-ロイシルドデシルアミドを得た。その後、前記実施例1のフタロイルクロライドを1,3,5-ベンゼントリカルボニルトリクロライドに代え、かつ1,3,5-ベンゼントリカルボニルトリクロライドに対して3倍モル量のL-ロイシルドデシルアミドを反応させて、その他実施例1記載の方法と同様にして、1,3,5-ベンゼントリカルボン酸トリアミド化合物(化合物42)0.99gを得た。

30

【0060】

元素分析

	N	C	H
計算値%	7.99	71.95	10.93
実測値%	7.98	71.62	11.08

40

【0061】

実施例16

本発明により得られたベンゼンカルボン酸アミド化合物および対照としての12-ヒドロキシステアリン酸、ステアリン酸ナトリウム、カルナウバワックスの代表的な有機液体に対するゲル化または固化能を試験した。各種有機液体に本発明に係るゲル化または固化剤等を3重量%添加したものを試験管に入れ、約60℃以上に加熱後、常温(25℃)にて静置冷却したときの状態を観察し、このときの内容物の流動性の有無、また流動性のないものについてはゲル化物の固さを調べた。評価は4段階評価(…流動性なし:ゲル化物は均一で固い、…流動性なし:ゲル化物は均一で軟らかい、…流動性ややあり、×…不均一混合物または均一だが流動性あり)で行った。

50

【0062】

実験結果を以下の表に示す。フタル酸ジアミド化合物を使用したゲル化または固化能についての結果を表1に、イソフタル酸ジアミド化合物についての結果を表2に、テレフタル酸ジアミド化合物についての結果を表3に、ベンゼントリカルボン酸トリアミド化合物についての結果を表4に示す。全ての表中、*i-C8は2-エチルヘキシル基、**混合アミンの場合の配合比率は1:1(モル比)であり、***混合アミノ酸の場合の配合比率は1:1(モル比)である。また、表4におけるベンゼントリカルボン酸トリアミド化合物は、化合物43~53は1,3,5-ベンゼントリカルボン酸トリアミドであり、化合物54のみ1,2,4-ベンゼントリカルボン酸トリアミドであることに注意されたい。また、表4の化合物50と51、および化合物52と53は、それぞれ2種の化合物の混合物(モル比1:1)を表している。

10

【0063】

【表1】

表1 フタル酸ジアミド化合物のゲル化または固化能の評価

	ゲル化剤または固化剤			有機液体				
	化合物	アミノ酸	アルキル基	トルエン	流動 パラフィン	大豆油	シリコン (10CS)	軽油
本 発 明 例	1	L-Val	n-C12	◎	◎	◎	◎	◎
	2	L-Ile	n-C12	◎	◎	◎	◎	◎
	3	L-Val	n-C18	◎	◎	◎	◎	◎
	4	L-Leu	n-C22	◎	◎	◎	◎	◎
	5	L-Ala	n-C16	○	○	◎	○	◎
	6	Gly	n-C18	△	△	○	○	○
	7	DL-Leu	n-C14	○	○	◎	○	○
	8	L-Val	*i-C8	○	○	◎	○	◎
	9	L-Ile	n-C12	◎	◎	◎	◎	◎
	10	L-Ile	n-C12	◎	◎	◎	◎	◎
	**	n-C18						
	***	L-Leu						
対 照	12-ヒドロキシステアリン酸			×	△	△	×	×
	ステアリン酸ナトリウム			×	×	×	×	×
	カルナウバワックス			×	×	×	×	×

20

30

【0064】

【表2】

表2 イソフタル酸ジアミド化合物のゲル化または固化能の評価

	ゲル化剤または固化剤			有機液体				
	化合物	アミノ酸	アルキル基	トルエン	流動 パラフィン	大豆油	シリコン (10CS)	軽油
本 発 明 例	11	L-Val	n-C 12	◎	◎	◎	◎	◎
	12	L-Ile	n-C 12	◎	◎	◎	◎	◎
	13	L-Val	n-C 18	◎	◎	◎	◎	◎
	14	DL-Val	n-C 18	○	○	○	○	○
	15	L-Leu	n-C 22	◎	◎	◎	◎	◎
	16	L-Ala	n-C 16	○	○	◎	○	◎
	17	Gly	n-C 18	△	△	○	○	○
	18	DL-Leu	n-C 14	○	○	◎	○	○
	19	L-Val	*i-C 8	○	○	◎	○	◎
	20 **	L-Ile	n-C 12 n-C 18	◎	◎	◎	◎	◎
	21 ***	L-Ile L-Leu	n-C 12	◎	◎	◎	◎	◎
対 照	12-ヒドロキシステアリン酸			×	△	△	×	×
	ステアリン酸ナトリウム			×	×	×	×	×
	カルナウバワックス			×	×	×	×	×

10

20

【 0 0 6 5 】

【 表 3 】

表3 テレフタル酸ジアミド化合物のゲル化または固化能の評価

	ゲル化剤または固化剤			有機液体				
	化合物	アミノ酸	アルキル基	トルエン	流動 パラフィン	大豆油	シリコン (10CS)	軽油
本 発 明 例	2 2	L-Val	n-C 12	◎	◎	◎	◎	◎
	2 3	Gly	n-C 12	△	△	○	△	○
	2 4	L-Leu	n-C 12	○	○	◎	○	◎
	2 5	L-Ile	n-C 12	◎	◎	◎	◎	◎
	2 6	L-Val	n-C 18	◎	◎	◎	◎	◎
	2 7	L-Leu	n-C 18	○	◎	◎	○	◎
	2 8	L-Ile	n-C 18	◎	◎	◎	◎	◎
	2 9	DL-Val	n-C 18	○	◎	◎	○	◎
	3 4	L-Leu	n-C 22	◎	◎	◎	◎	◎
	3 5	L-Ala	n-C 16	○	○	◎	○	◎
	3 6	Gly	n-C 18	△	△	○	○	○
	3 7	DL-Leu	n-C 14	○	○	◎	○	○
	3 8	L-Val	* i-C 8	○	○	◎	○	◎
	3 9	L-Ile	n-C 12	◎	◎	◎	◎	◎
	**		n-C 18					
4 0	L-Ile	n-C 12	◎	◎	◎	◎	◎	
***	L-Leu							
対 照	12-ヒドロキシステアリン酸			×	△	△	×	×
	ステアリン酸ナトリウム			×	×	×	×	×
	カルナウバワックス			×	×	×	×	×

10

20

【 0 0 6 6 】

【 表 4 】

表4 ベンゼントリカルボン酸トリアミド化合物のゲル化または固化能の評価

	ゲル化剤または固化剤			有機液体				
	化合物	アミノ酸	アルキル基	トルエン	流動 パラフィン	大豆油	シリコン (10CS)	軽油
本 発 明 例	41	L-Val	n-C 12	◎	◎	◎	◎	◎
	42	L-Leu	n-C 12	◎	◎	◎	◎	◎
	43	L-Ile	n-C 12	◎	◎	◎	◎	◎
	44	L-Val	n-C 18	◎	◎	◎	◎	◎
	45	L-Leu	n-C 22	◎	◎	◎	◎	◎
	46	L-Ala	n-C 16	○	○	◎	○	◎
	47	Gly	n-C 18	△	△	○	○	○
	48	DL-Leu	n-C 14	○	○	◎	○	○
	49	L-Val	* i-C 8	○	○	◎	○	◎
	50と 51**	L-Ile	n-C 12 n-C 18	◎	◎	◎	◎	◎
	52と 53 ***	L-Ile L-Leu	n-C 12	◎	◎	◎	◎	◎
	54	L-Val	n-C 18	○	○	◎	○	◎
対 照	12-ヒドロキシステアリン酸			×	△	△	×	×
	ステアリン酸ナトリウム			×	×	×	×	×
	カルナウバワックス			×	×	×	×	×

10

20

【0067】

本発明のカルボン酸アミド化合物を主成分とするものを添加した有機液体は、従来のゲル化剤やワックスに比べ少量の添加であるにもかかわらず、均一で滑らかなゲル化物を形成することが明らかになった。また調製したゲル化物を1ヵ月間にわたり毎日10～30の温度幅で変化させ、その状態を調べたところ、本発明に係るものはすべて調製当初の状態を維持しており、長期間の温度変化に対して安定性に優れていることを確認した。

30

【0068】

【発明の効果】

本発明によれば、前記一般式(I)で示されるカルボン酸アミド化合物が提供され、これを有効成分とするゲル化もしくは固化剤は、動植物油脂、エステル、ポリオール、エーテル、アルコール、炭化水素系油剤等の幅広い有機液体に対し、あるいは廃食用油、廃潤滑油、廃金属加工油剤等に対して、少量の添加で、均一で良好な、長期保存および温度変化に対して安定性に優れたゲル化物または固化物を調製し得る。

フロントページの続き

- (74)代理人 100084618
弁理士 村松 貞男
- (74)代理人 100092196
弁理士 橋本 良郎
- (72)発明者 白井 汪芳
長野県小県郡丸子町長瀬2 4 9 6
- (72)発明者 英 謙二
長野県上田市古里1 9 1 8 - 1 6
- (72)発明者 伊藤 淳
山口県阿武郡東町大字出雲中1 7 6 3
- (72)発明者 木村 睦
長野県上田市材木町2 - 1 3 - 1 2

審査官 近藤 政克

- (56)参考文献 特開平1 1 - 1 9 3 2 6 4 (J P , A)
特開平0 8 - 2 3 1 9 4 2 (J P , A)
特開平0 6 - 2 2 8 1 8 9 (J P , A)
仏国特許出願公開第2 2 5 4 2 8 3 (F R , A 1)
高分子加工, 1 9 9 6年 1月, 45(1), p.21-26

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, D B名)

C07C237/22
B01J 13/00
B01J 19/06
C09K 3/00 103
C11B 15/00
CAPLUS(STN)
REGISTRY(STN)
JICSTファイル(JOIS)