(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2012-140409
(P2012-140409A)
(43)公開日　平成24年7月26日(2012.7.26)

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード（参考）
A01N 43/80	(2006.01)	A01N 43/80	102	4C033
A01N 25/02	(2006.01)	A01N 25/02		4H011
A01P 3/00	(2006.01)	A01P 3/00		
C07D 275/02	(2006.01)	C07D 275/02		

審査請求 有　請求項の数 10　ＯＬ　外国語出願　（全 7 頁）

(21)出願番号　特願2011-269507 (P2011-269507)
(22)出願日　平成23年12月9日 (2011.12.9)
(31)優先権主張番号　10290680.7
(32)優先日　平成22年12月29日 (2010.12.29)
(33)優先権主張国　欧州特許庁 (EP)

(71)出願人　590002035
ローム　アンド　ハース　カンパニー
ＲＯＨＭ　ＡＮＤ　ＨＡＡＳ　ＣＯＭＰＡＮＹ
アメリカ合衆国　１９１０６－２３９９
ペンシルバニア州　フィラデルフィア，インディペンデンス　モール　ウエスト　１００
(74)代理人　110000589
特許業務法人センダ国際特許事務所
(72)発明者　ロジャー・ジー．ハーメル
アメリカ合衆国，ペンシルバニア州・１８９４０，ニュータウン，カノン・コート・２２

最終頁に続く

(54)【発明の名称】低温安定溶液

(57)【要約】　（修正有）
【課題】凍結温度未満での結晶化もしくは凍結に対して安定な４，５－ジクロロ－２－（ｎ－オクチル－４－イソチアゾリン－３－オン）（ＤＣＯＩＴ）の液体濃厚物を提供する。
【解決手段】ａ．４～４０重量パーセントの４，５－ジクロロ－２－（ｎ－オクチル－４－イソチアゾリン－３－オン）；およびｂ．６０～９６重量パーセントの安息香酸エステル可塑剤；の均質な溶液を含む液体濃厚物。
【選択図】なし

【特許請求の範囲】
【請求項１】
ａ．４～４０重量パーセントのイソチアゾロン；および
ｂ．６０～９６重量パーセントの安息香酸エステル可塑剤；
の均質な溶液を含む液体濃厚物であって、
補助溶媒およびトリクロサンを実質的に含まない液体濃厚物。
【請求項２】
イソチアゾロンが４，５－ジクロロ－２（ｎ－オクチル－４－イソチアゾリン－３－オン）もしくはｎ－オクチル－４－イソチアゾリン－３－オンである請求項１に記載の液体濃厚物。
【請求項３】
イソチアゾロンがＤＣＯＩＴである請求項１に記載の液体濃厚物。
【請求項４】
３０重量パーセント以下のイソチアゾロンを含む請求項１に記載の液体濃厚物。
【請求項５】
１５重量パーセント以下のイソチアゾロンを含む請求項１に記載の液体濃厚物。
【請求項６】
８重量パーセントより多くのイソチアゾロンを含む請求項１に記載の液体濃厚物。
【請求項７】
安息香酸エステル可塑剤が安息香酸（C_4－C_{22}）アルキル、安息香酸グリコールもしくはこれらの混合物である請求項１に記載の液体濃厚物。
【請求項８】
安息香酸エステル可塑剤が安息香酸グリコールの混合物である請求項１に記載の液体濃厚物。
【請求項９】
イソチアゾロンがイソチアゾロンの混合物である請求項１に記載の液体濃厚物。
【請求項１０】
組成物が、凍結温度以下で結晶化もしくは凍結に対して安定である請求項１に記載の液体濃厚物。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、凍結温度未満での結晶化もしくは凍結に対して安定な４，５－ジクロロ－２－（ｎ－オクチル－４－イソチアゾリン－３－オン）（ＤＣＯＩＴ）の液体濃厚物に関する。
【背景技術】
【０００２】
熱可塑性樹脂組成物（すなわちプラスチック）、コーキング材、シーラントおよび他の物品を微生物分解から保護するために、殺生物剤をこれら物品に添加することが周知である。処理の理由のせいで、殺生物剤を濃厚物、例えば、液体濃厚物として提供することが知られている。多くの殺生物剤が示唆されてきたが、イソチアゾロン、特にＤＣＯＩＴはこのような用途、特に物品の屋外耐候性に関連する用途において期待されてきた。しかし、室温では、ＤＣＯＩＴをはじめとする多くのイソチアゾロンは固体形態であり、よって取り扱うのが困難である。これらイソチアゾロンは、液体キャリア、特に、最終使用組成物において通常の可塑化機能を果たす可塑剤に溶解される場合に、より容易に取り扱われる。しかし、室温（すなわち、２０～２５℃）で安定であるとしても、イソチアゾロン、特にＤＣＯＩＴの可塑剤溶液は、冬季気候での輸送および貯蔵の際に遭遇しうるであろうように、その溶液の温度が冷たくなる場合に凍結することが知られている。凍結した濃厚物を受け取る可能性がある製造者がその濃厚物を融解させなければならないだけでなく、そのイソチアゾロンが完全に再溶解させられ、かつその濃厚物が均質であることを確実に

する工程を採用しなければならないので、このことは非常に望ましくない。
【０００３】
欧州特許出願公開第０９１０９５３号はこの凍結の問題を論じ、かつイソチアゾロン化合物を４～２５重量パーセント、イソチアゾロン化合物が可溶性である１種以上の可塑剤を２５～８８重量パーセント、並びにベンジルアルコールを８～５０重量パーセント含む溶液濃厚物が凍結温度未満の条件下での結晶化および／または凍結に対して安定であろうことを開示する。好ましくはこの濃厚物は少なくとも１０重量パーセントのＤＣＯＩＴおよび少なくとも１５重量パーセントのベンジルアルコールを含み、特定の状況下では好ましくは少なくとも１５重量パーセントのＤＣＯＩＴおよび少なくとも４０重量パーセントのベンジルアルコールを含む。ＤＣＯＩＴは、特に屋外条件において、他のイソチアゾロン化合物と比較して向上した安定性（すなわち、耐候性）を示すので、ＤＣＯＩＴは好ましい化合物である。米国特許第５，５５４，６３５号は、少なくとも４重量パーセントの補助殺生物剤であるトリクロサン（２，４，４’－トリクロロ－２’－ヒドロキシジフェニルエーテル）の添加による、０℃未満の温度での結晶化もしくは凍結に対して安定なイソチアゾロンおよび可塑剤の濃厚物を開示する。
【先行技術文献】
【特許文献】
【０００４】
【特許文献１】欧州特許出願公開第０９１０９５３号明細書
【特許文献２】米国特許第５，５５４，６３５号明細書
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００５】
本発明者は特定の限定された種類の可塑剤との組み合わせにおいて、イソチアゾロン、好ましくはＤＣＯＩＴが安定性のために補助溶媒、ベンジルアルコールもしくはトリクロサンの存在を必要としないことを見いだした。
【課題を解決するための手段】
【０００６】
本発明は、よって、４～４０重量パーセントのイソチアゾロンおよび６０～９６重量パーセントの安息香酸エステル可塑剤（単一種もしくは複数種の安息香酸エステル）の均質な溶液を含む液体濃厚物であって、この濃厚物は補助溶媒を実質的に含まない。
【発明を実施するための形態】
【０００７】
本発明の目的のためには、補助溶媒はイソチアゾロンおよび安息香酸エステル可塑剤（これに限定されないが、ベンジルアルコールおよびモノアルキルフェノールを含む）を溶解することができ、および／またはイソチアゾロンおよび安息香酸エステル可塑剤（これに限定されないが、ベンジルアルコールおよびモノアルキルフェノールを含む）中に可溶性である有機溶媒を意味する。用語「実質的に含まない」とは４重量パーセント未満、好ましくは３重量パーセント未満、好ましくは２重量パーセント未満、好ましくは１重量パーセント未満、好ましくは０重量パーセントを意味する。用語「凍結での結晶化、もしくは凍結未満の温度での凍結に対して安定」とは、０℃以下の温度で組成物が透明なままであり、または組成物が０℃以下の温度で濁る場合には、その組成物が室温に加熱されたときに透明になることを意味する。
【０００８】
本発明において有用なイソチアゾロンには、これに限定されないが、２－メチル－４－イソチアゾリン－３－オン、４－メチル－１，２－ベンゾイソチアゾリン－３－オン、４－ブチル－１，２－ベンゾイソチアゾリン－３－オン、ｎ－オクチル－４－イソチアゾリン－３－オン、およびＤＣＯＩＴ、並びにこれらの混合物が挙げられる。好ましいイソチアゾロンはｎ－オクチル－４－イソチアゾリン－３－オン、およびＤＣＯＩＴであり、より好ましいのはＤＣＯＩＴである。組成物は好ましくは３０重量パーセント以下のイソチ

アゾロン、より好ましくは２０重量パーセント以下のイソチアゾロン、より好ましくは１５重量パーセント以下のイソチアゾロン、好ましくは１２重量パーセント以下のイソチアゾロンを含む。組成物は好ましくは５重量パーセント以上のイソチアゾロン、より好ましくは８重量パーセント以上のイソチアゾロンを含む。

【０００９】

本発明の液体濃厚物は実質的に補助溶媒を含まない。

本発明の液体濃厚物は実質的にベンジルアルコールを含まない。

本発明の液体濃厚物は実質的にトリクロサンを含まない。

【００１０】

好ましい安息香酸エステルは安息香酸（C_4－C_{22}）アルキル、安息香酸グリコール、およびこれらの混合物である。最も好ましいのは安息香酸グリコールおよびその混合物である。これらの安息香酸エステルの多くがイーストマンケミカルカンパニーから商品名「ベンゾフレックス（Ｂｅｎｚｏｆｌｅｘ（商標））」の下で入手可能である。

【実施例】

【００１１】

表１は実施例において使用された安息香酸エステル可塑剤の組成を示す。それぞれの試験においては、ビーカー内で１２．５ｇのＤＣＯＩＴが１１２．５ｇの安息香酸エステル可塑剤に添加され、５４℃に加熱され、そして全てのＤＣＯＩＴが溶解したと思われた後で１～２分間保持された。この組成物はこの加熱プロセスの際ずっと混合されていた。各組成物は－１０℃および６０℃で３０日間の溶液安定性試験のために透明ガラスバイアルに移された。表２はこの溶液の３０日間の貯蔵後の観察結果を示す。

【００１２】

【表１】

可塑剤	重量%	安息香酸エステル	
ベンゾフレックス商標 2088	50 25 25	ジエチレングリコールジベンゾアート ジプロピレングリコールジベンゾアート トリエチレングリコールジベンゾアート	
ベンゾフレックス商標 2-45	89.9 5.85 1.5	ジエチレングリコールジベンゾアート ジエチレングリコールモノベンゾアート ジプロピレングリコールジベンゾアート	
ベンゾフレックス商標 9-8 SG	93.0-99.8 0.1-5.0	ジプロピレングリコールジベンゾアート ジプロピレングリコールモノベンゾアート	
ベンゾフレックス商標 131	98-100	イソデシルベンゾアート	
ベンゾフレックス商標 284	92-96 1-2 2-3	プロピレングリコールジベンゾアート プロピレングリコールモノベンゾアート ジプロピレングリコールジベンゾアート	
ベンゾフレックス商標 P-200	99.8-100	ポリエチレングリコールジベンゾアート	
ベンゾフレックス商標 354	99.8-100	2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオールジベンゾアート	
ベンゾフレックス商標 9-88	89.4 4.98 2.35 2.29 0.28	ジプロピレングリコールジベンゾアート ジプロピレングリコールモノベンゾアート プロペニルプロピルベンゾアート プロピレングリコールジベンゾアート プロピレングリコールモノベンゾアート	

【００１３】

【表２】

30日後の安息香酸エステル中の10%DCOITの観察結果

	-10 ℃	60 ℃
ベンゾフレックス 2088	透明	安定
ベンゾフレックス 2-45	凍結、融解して透明	安定
ベンゾフレックス 9-88 SG	透明	安定
ベンゾフレックス 131	透明	安定
ベンゾフレックス 284	透明	安定
ベンゾフレックス P-200	透明	安定
ベンゾフレックス-354	透明	安定
ベンゾフレックス 9-88	透明	安定

【００１４】

対応するベンゾフレックス（商標）材料と同じジベンゾアートを含むジベンゾアートがシグマアルドリッチから購入された。安息香酸エステル中の１０％ＤＣＯＩＴの溶液は、三角フラスコ内で、攪拌下室温で固体ＤＣＯＩＴを安息香酸エステルに添加し、そして５０℃に暖めることにより製造された。得られたわずかに黄色の溶液はスナップキャップフラスコに移され、所定の温度で貯蔵された。ＤＩＮ　ＩＳＯ９３５の試験方法に従って低温環境（曇り点）での結晶形成が測定された。この溶液は、高温（５５℃）安定性についても評価された。表３は試験された溶液についての安定性観察結果を示す。

【００１５】

【表３】

	-30 ℃	55 ℃
プロパンジオールジベンゾアート (ベンゾフレックス商標 284の代わり)	濁度増大開始 (結晶形成)	安定
ジプロピレングリコールジベンゾアート (ベンゾフレックス商標 9-88 SG の代わり)	濁度増大開始 (結晶形成)	安定

フロントページの続き

(72)発明者　トマス・ケーラー
スイス連邦，８２８０・クロイツリンゲン・テーゲー，ラングハルデンストラッセ・３
(72)発明者　リシャール・レビ
フランス共和国，０６５６０・バルボンヌ，シュマン・ド・ビルブリュック・５８５

Ｆターム(参考) 4C033 AA06 AA09
4H011 AA02 BA04 BB10 BC06 DA13

【外国語明細書】
2012140409000001.pdf
2012140409000002.pdf
2012140409000003.pdf