(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第4156703号
(P4156703)

(45)発行日　平成20年9月24日(2008.9.24)　(24)登録日　平成20年7月18日(2008.7.18)

(51)Int.Cl.　F I
*A01N 37/52 (2006.01)*　A01N 37/52
*A01N 33/12 (2006.01)*　A01N 33/12　101
*A01P 3/00 (2006.01)*　A01P 3/00

請求項の数 3　(全 16 頁)

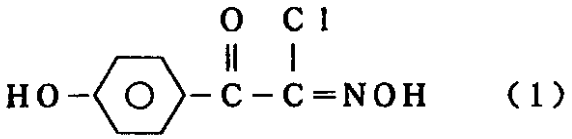
(21)出願番号　特願平10-116852
(22)出願日　平成10年4月27日(1998.4.27)
(65)公開番号　特開平11-302106
(43)公開日　平成11年11月2日(1999.11.2)
審査請求日　平成16年7月29日(2004.7.29)

(73)特許権者　390034348
ケイ・アイ化成株式会社
静岡県磐田市塩新田３２８番地
(74)代理人　100066692
弁理士　浅村　皓
(74)代理人　100072040
弁理士　浅村　肇
(74)代理人　100107146
弁理士　高松　武生
(74)代理人　100102897
弁理士　池田　幸弘
(72)発明者　伊藤　賢司
静岡県磐田郡福田町塩新田浜野３２８　ケイ・アイ化成株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】殺微生物組成物及び微生物の生育抑制方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
第一成分として一般式（１）で示されるＮ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイルクロリド、第二成分として次の（ａ）～（ｉ）から選ばれる第四級アンモニウム塩の１種又は２種以上を含有することを特徴とする殺微生物組成物。
【化１】



（１）

（ａ）Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ，Ｎ－ジｎ－デシルアンモニウムクロリド
（ｂ）Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ，Ｎ－ジｎ－オクチルアンモニウムクロリド
（ｃ）Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－オクチル－Ｎ－デシルアンモニウムクロリド
（ｄ）Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－イソノニル－Ｎ－デシルアンモニウムクロリド
（ｅ）Ｎ，Ｎ－ジデシル－Ｎ－メチル－Ｎ－ヒドロキシエチルアンモニウムプロピオネート
（ｆ）Ｎ－ヘキサデシル－Ｎ，Ｎ，Ｎ－トリメチルアンモニウムクロリド
（ｇ）Ｎ－ヘキサデシル－Ｎ，Ｎ，Ｎ－トリメチルアンモニウムブロミド

（ｈ）Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－オクタデシル－Ｎ－（３－（トリメトキシシリル）プロピル）アンモニウムクロリド
（ｉ）Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－ベンジル－Ｎ－（４－（１，１，３，３－テトラメチルブチル）フェノキシエトキシエチル）アンモニウムクロリド
【請求項２】
第一成分のＮ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイルクロリド１０重量部に対し、第二成分の第四級アンモニウム塩を０．２～１０００重量部含有させてなることを特徴とする請求項１記載の殺微生物組成物。
【請求項３】
微生物制御の対象となる水系に、請求項１又は請求項２記載の第一成分と第二成分とを同時に及び／又は別々に添加して殺菌、スライムの形成を抑制する方法。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、工業用殺菌成分として公知であるＮ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイルクロリドを第一成分とし、同じく工業用殺菌成分として公知の第四級アンモニウム塩を第二成分として含有する殺微生物組成物、並びに微生物の生育抑制方法に関する。詳しくは各殺菌成分単独では到底得られない強力な相乗的殺菌作用が、再循環用水系におけるスライム形成菌に効果的に働き、スライムの形成、付着を防止することを特徴とする殺微生物組成物、並びに微生物の生育抑制方法に関する。
【０００２】
【従来の技術】
紙、パルプ工業における抄紙工程や一般の工業用冷却水などの再循環用水系では、用水に混入している有機物を栄養源にして種々の微生物、即ち細菌、酵母、糸状菌が増殖することにより多大な損害を引き起こしている。
【０００３】
例えば紙、パルプ工業での白水の再循環用水系では、チェスト、ピット、パイプ内壁等白水が流れるあらゆる部位にこれら微生物が分泌する粘性物質に微小繊維、菌体が取り込まれたスライム層が形成される。このスライムが剥離し、パルプスラリーに混入することにより製品に斑点を生じさせ品質を低下させる。さらにはスクリーンやパイプの目詰まり、紙切れによる生産効率の低下などの重大なトラブルが発生し、また不快臭の発生による作業環境の悪化も生じる場合もある。
一方、工業用冷却水等の再循環用水系での微生物の繁殖に起因するスライムは、熱交換器の閉塞をもたらし、結果として冷却効率の低下を引き起こす。
【０００４】
従来このような微生物の繁殖抑制には各種の有機系殺菌剤が使用されており、例えば本発明に使用されるＮ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイルクロリドの殺微生物性組成物としての使用は既に公知である。（特公昭５１－９００５号）
【０００５】
最近ではＮ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイルクロリドと他の公知の殺菌成分とを配合し、相乗的、あるいは相加的殺菌効果を付与させた殺菌組成物が多く見られる。（特開平６－２９８６０７号、特開平５－９２９０６号、特開平３－１７０４０４号、特開平３－１６７１０１号、特開平３－８３９０２号、米国特許第４６６１５１７号、米国特許第４６６１５１８号）
【０００６】
しかし、これら相乗的殺菌効果により薬剤使用量の低減化を開示している多くの殺菌組成物においても、スライム発生の原因菌、例えば酵母、糸状菌に対する殺菌効力は弱く、現場における実際でのスライムの抑制には大きく貢献していないのが現状である。
【０００７】
このような現状において、Ｎ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイル

クロリドと第四級アンモニウム塩の組み合わせが再循環水系におけるスライム形成菌に対し、著しい相乗的殺菌効果を示すことは全く知られていない。

【０００８】

なお特開平４－３２０６９５号には本発明に用いられるＮ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイルクロリドと第四級アンモニウム塩の一種であるアルキルジメチルベンジルアンモニウムクロリド、及びジアルキルメチルベンジルアンモニウムクロリドの組み合わせが可能であることが述べられてはいるものの、具体的な相乗的殺菌効果、すなわち再循環水系におけるスライム形成菌に対し著しい殺菌効果を示すこと、また有効成分の配合割合、さらには第四級アンモニウム塩の組成等については一切言及されていない。

【０００９】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の殺微生物組成物は、各有効成分単独では到底成しえない強いスライム抑制効果を示し、再循環水系におけるスライムの原因菌に対し、著しい相乗的殺菌効力を示す。つまりより効果的にスライムの発生を抑制することを目的とする。

【００１０】

【課題を解決するための手段】

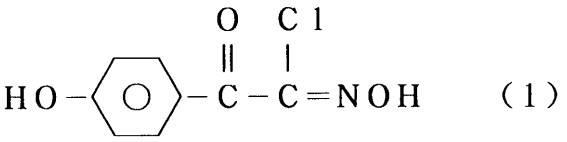
本発明者らは上記課題に鑑み、鋭意研究した結果、第一成分がＮ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイルクロリドであり、第二成分が第四級アンモニウム塩であることを特徴とする殺微生物組成物、並びに殺菌方法が前記目的を達成することを見出し、この知見に基づき本発明をなすに至った。

【００１１】

すなわち本発明は、第一成分が下記一般式（１）で示されるＮ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイルクロリドであり、第二成分が第四級アンモニウム塩であることを特徴とする殺微生物組成物、並びに殺菌方法である。

【００１２】

【化３】



（１）

【００１３】

本発明による殺微生物組成物は、第一成分のＮ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイルクロリド１０重量部に対し、第二成分の第四級アンモニウム塩が０．２～１０００重量部であることを特徴とする。好ましくは第一成分１０重量部に対し、第二成分が０．５～２００重量部、さらにより好ましくは第一成分１０重量部に対し、第二成分が１～１００重量部を含んでなる。

【００１４】

第二成分の第四級アンモニウム塩は、Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ，Ｎ－ジｎ－デシルアンモニウムクロリド、Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ，Ｎ－ジｎ－オクチルアンモニウムクロリド、Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－オクチル－Ｎ－デシルアンモニウムクロリド、Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－イソノニル－Ｎ－デシルアンモニウムクロリド、Ｎ，Ｎ－ジデシル－Ｎ－メチル－Ｎ－ヒドロキシエチルアンモニウムプロピオネート、Ｎ－ヘキサデシル－Ｎ，Ｎ，Ｎ－トリメチルアンモニウムクロリド、Ｎ－ヘキサデシル－Ｎ，Ｎ，Ｎ－トリメチルアンモニウムブロミド、Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－オクタデシル－Ｎ－（３－（トリメトキシシリル）プロピル）アンモニウムクロリド、Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－ベンジル－Ｎ－（４－（１，１，３，３－テトラメチルブチル）フェノキシエトキシエチル）アンモニウムクロリドから選ばれる１種又は２種以上である。

【００１５】

特にＮ，Ｎ－ジメチル－Ｎ，Ｎ－ジｎ－デシルアンモニウムクロリドとＮ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイルクロリドとの組み合わせが良好な相乗的殺菌効果、すなわち良好なスライム抑制効果を示す。

【００１６】

また、前述したこれら第四級アンモニウム塩から２種類以上の化合物を選択し、Ｎ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイルクロリドと組み合わせることによっても相乗的殺菌効果を発揮させることも可能である。

【００１７】

本発明による殺微生物組成物はその有効成分を水、有機溶剤、界面活性剤、防錆剤その他の補助剤に溶解、或いは懸濁させて、水溶性液剤、マイクロエマルジョン剤、乳化剤などの液剤とすることができる。

【００１８】

適当な溶剤としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、ポリエチレングリコール２００（平均分子量２００）、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール４００（平均分子量４００）などのグリコール系溶剤、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテルなどのグリコールエーテル系溶剤、あるいは炭酸プロピレン、Ｎ，Ｎ－ジメチルアセトアミド、Ｎ，Ｎ－ジメチルホルムアミド、Ｎ－メチル－２－ピロリジノン、γ－ブチロラクトン、マレイン酸ジメチルなどの非プロトン性極性溶剤が挙げられ、これら溶剤の２種類以上を選択し、使用することもできる。

【００１９】

第一成分、及び第二成分の安定性、価格、粘度などの点から、溶剤としてはエチレングリコール、ジエチレングリコール、ポリエチレングリコール２００、エチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル，炭酸プロピレンが特に好ましい。

【００２０】

本発明の殺微生物組成物の適正使用量は適用する製紙マシン、冷却塔により異なり、一概には言及できないが、一般的には用水総重量に対し、２０～１０００ｐｐｍの濃度で使用することが好ましい。

経済性とスライム抑制効力を考慮すれば、５０～５００ｐｐｍの範囲で使用することがより好ましい。

【００２１】

なお本発明の殺微生物組成物は混合液剤として再循環水系に投入することが簡便であるが、長期貯蔵安定性の点で第一成分と第二成分とを分離しておくことが好ましい場合や、再循環水系において別々に投入しなければならない場合においてはそれぞれの成分を別個の製剤として調製し、再循環水系に同時に投入することができる。

【００２２】

このような添加方法においても第一成分と第二成分の添加比率、添加量が混合液剤と同様であるならば、その相乗的殺菌効果すなわちスライム抑制効果は混合液剤となんら変わることがない。

【００２３】

【発明の効果】

本発明による殺微生物組成物は、再循環水系におけるスライム形成菌に対し、強い相乗的殺菌効果を示し、より効果的にスライムの発生を抑制することを可能とするものである。即ちスライムに起因する数々のトラブル、例えば製紙工場においては製品へのスライム混入、スクリーンの目詰まり、紙切れによる品質と生産性の低下、或いは工業用冷却水においては熱交換器の閉塞による冷却効率の低下などを大幅に減ずることを可能とするもので

ある。

【００２４】

【実施例】

本発明を実施例に基づき、さらに詳細に説明する。

【００２５】

（製剤例）

下記の配合（重量％）により本発明による殺微生物組成物を得た。第一成分のＮ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイルクロリドは表中においてＤＯＢＥＣと略する。第二成分の第四級アンモニウム塩は容易に入手できる市販品を用いた。

【００２６】

| 製剤例 | 組　成 | 配合率 |
|---|---|---|
| 実施例１ | ＤＯＢＥＣ | ７．０％ |
| | バーダック　２２８０＊１ | ２．５％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ４３．０％ |
| | ジエチレングリコール | ４７．５％ |
| 実施例２ | ＤＯＢＥＣ | ３．５％ |
| | バーダック　２２８０＊１ | ７．５％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ２０．０％ |
| | エチレングリコール | ６９．０％ |
| 実施例３ | ＤＯＢＥＣ | ３．５％ |
| | バーダック　２０５０＊２ | １５．０％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ２０．０％ |
| | ポリエチレングリコール２００ | ６１．５％ |
| 実施例４ | ＤＯＢＥＣ | ３．５％ |
| | バーダック　２１７０＊３ | ８．５％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ２０．０％ |
| | エチレングリコール | ６８．０％ |
| 実施例５ | ＤＯＢＥＣ | １２．０％ |
| | ＤＯＤＩＧＥＮ　３５１９＊４ | ２．０％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ６８．０％ |
| | 炭酸プロピレン | １８．０％ |
| 実施例６ | ＤＯＢＥＣ | ５．０％ |
| | レボン　ＴＭ－６０＊５ | ５．０％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ３３．５％ |
| | エチレングリコール | ５６．５％ |
| 実施例７ | ＤＯＢＥＣ | ５．０％ |
| | 臭化ヘキサデシルトリメチルアンモニウム＊６ | １．６％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ３３．５％ |
| | エチレングリコール | ５９．９％ |

【００２７】

| 製剤例 | 組　成 | 配合率 |
|---|---|---|
| 実施例８ | ＤＯＢＥＣ | ５．０％ |
| | Ｐｏｌｏｎ　ＭＦ－５０＊７ | ５．０％ |

| | | |
|---|---|---|
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ９０．０％ |
| 実施例９ | ＤＯＢＥＣ | ７．５％ |
| | ハイアミン １６２２＊8 | ５．０％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ４２．５％ |
| | ポリエチレングリコール２００ | ４５．０％ |
| 参考例１０ | ＤＯＢＥＣ | ７．５％ |
| | カチオン Ｇ－５０＊9 | １０．０％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ４２．５％ |
| | ポリエチレングリコール２００ | ４０．０％ |
| 参考例１１ | ＤＯＢＥＣ | １４．０％ |
| | カチオン Ｇ－５０＊9 | ２．０％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ７９．５％ |
| | エチレングリコールモノメチルエーテル | ４．５％ |
| 参考例１２ | ＤＯＢＥＣ | １０．０％ |
| | バークォート１５２２＊10 | ２．５％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ５６．５％ |
| | ジエチレングリコール | ３１．０％ |

【００２８】

| 製剤例 | 組　成 | 配合率 |
|---|---|---|
| 比較例１ | ＤＯＢＥＣ | １５．０％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ８５．０％ |
| 比較例２ | ＤＯＢＥＣ | ３０．０％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ７０．０％ |
| 比較例３ | バーダック　２２８０＊1 | １５．０％ |
| | エチレングリコール | ４０．０％ |
| | 上水 | ４５．０％ |
| 比較例４ | バーダック　２０５０＊2 | ２０．０％ |
| | ポリエチレングリコール２００ | ３０．０％ |
| | 上水 | ５０．０％ |
| 比較例５ | バーダック　２１７０＊3 | １５．０％ |
| | エチレングリコール | ４０．０％ |
| | 上水 | ４５．０％ |
| 比較例６ | ＤＯＤＩＧＥＮ　３５１９＊4 | ５．０％ |
| | エチレングリコール | ６０．０％ |
| | 炭酸プロピレン | ２０．０％ |
| | 上水 | １５．０％ |
| 比較例７ | レボン　ＴＭ－６０＊5 | １０．０％ |
| | エチレングリコール | １０．０％ |
| | 上水 | ８０．０％ |

| | | |
|---|---|---|
| 比較例８ | 臭化ヘキサデシルトリメチルアンモニウム＊6 | ３．０％ |
| | エチレングリコール | ２５．０％ |
| | 上水 | ７２．０％ |
| 比較例９ | Ｐｏｌｏｎ　ＭＦ－５０＊7 | １５．０％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ３５．０％ |
| | 上水 | ５０．０％ |
| 比較例１０ | ハイアミン　１６２２＊8 | １０．０％ |
| | ポリエチレングリコール２００ | ３０．０％ |
| | 上水 | ６０．０％ |

【００２９】

| 製剤例 | 組　成 | 配合率 |
|---|---|---|
| 比較例１１ | カチオン　Ｇ－５０＊9 | ５．０％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ５０．０％ |
| | ポリエチレングリコール２００ | ３０．０％ |
| | 上水 | １５．０％ |
| 比較例１２ | バークォート１５２２＊10 | ５．０％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ５０．０％ |
| | 上水 | ４５．０％ |
| 比較例１３ | ＤＯＢＥＣ | ７．５％ |
| | ＴＯＬＣＩＤＥ　ＰＳ７５＊11 | ５．０％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ４２．５％ |
| | ジエチレングリコール | ４５．０％ |
| 比較例１４ | ＤＯＢＥＣ | ７．５％ |
| | ＴＯＬＣＩＤＥ　ＰＳ７５＊11 | １０．０％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ４２．５％ |
| | ジエチレングリコール | ４０．０％ |
| 比較例１５ | ＤＯＢＥＣ | ３．５％ |
| | ＴＯＬＣＩＤＥ　ＰＳ７５＊11 | ２０．０％ |
| | ジプロピレングリコールモノメチルエーテル | ２０．０％ |
| | ジエチレングリコール | ５６．５％ |

【００３０】

（試験例１）

（スライム抑制試験）

約１０°の傾斜を付けて固定した長さ１００cm、幅５cm、高さ４cmのプラスチック製の通水路（４ヵ所に流水を遮る幅２cm、高さ４cmの抵抗板を装着）、用水受け、用水循環ポンプ、タイマーを装着した薬液添加用定量ポンプ、並びに配管から構成された５連の用水循環装置を設置した。各用水受けには温度調節装置、攪拌機を設置し、用水の温度調節を行えるようにした。

【００３１】

人工白水２０リットル（パルプ０．０１％、炭酸カルシウム０．０５％、ポリアクリルアミド０．０１％、肉エキスブイヨン培地０．０５％、ｐＨ５～６）を各用水受けに投入し、３７～４３℃の範囲で温度調節し、約２０リットル／時間で循環させた。なお蒸発分も含め、人工白水は連続的に約５リットル／時間で自然排出（オーバーフロー）させ、同量

の人工白水を補給水タンク（攪拌装置を装着）からポンプにより供給させた。

【００３２】

５連の用水循環装置中の１台は薬剤添加を行わず、ブランクとし、残り４台の装置で薬剤のスライム抑制効果を確認した。薬剤の添加は定量ポンプで８時間毎、１ml（５０ｐｐｍ）ずつをそれぞれの用水受けに投入した。

【００３３】

試験には製紙工場白水より単離したシュードモナス属細菌３菌株、同じくスライム形成能を示すハンセニュラ属、ロドトルラ属酵母２菌株、並びに糸状菌２菌株を供した。これら菌株の前培養液１００ml（０．５％）を接種し、試験を開始した。

【００３４】

このように人工白水を循環させ、試験開始７日後において通水路に付着したスライム層を全て掻き取った。これを２０cmの網ふるい（１２メッシュ）に広げ、温度２０℃、湿度８０％の恒温恒湿槽に１時間静置して、余分な水分をきった後の湿重量を計測して付着スライム量とした。

【００３５】

本発明による実施例、及び比較例のスライム抑制効果を表１～表６に示す。なお表３の１０、１１、１２は参考例である。また対照としてＤＯＢＥＣと第四級ホスホニウム塩（テトラキスヒドロキシメチルホスホニウムサルフェート）との相互的なスライム抑制作用を表７に示す。

【００３６】

【表１】

| 実施例 | 1 | 2 | 3 | 4 | ブランク |
|---|---|---|---|---|---|
| ｽﾗｲﾑ湿重量（g） | １３ | １８ | ３０ | ２０ | １１５ |

【００３７】

【表２】

| 実施例 | 5 | 6 | 7 | 8 | ブランク |
|---|---|---|---|---|---|
| ｽﾗｲﾑ湿重量（g） | ３２ | ３１ | ３６ | ３８ | １２２ |

【００３８】

【表３】

| 実施例 | 9 | １０ | １１ | １２ | ブランク |
|---|---|---|---|---|---|
| ｽﾗｲﾑ湿重量（g） | ２９ | ２４ | ２０ | ３０ | １０４ |

【００３９】

【表４】

| 比較例 | 1 | 2 | 3 | 4 | ブランク |
|---|---|---|---|---|---|
| ｽﾗｲﾑ湿重量（g） | ８７ | ７６ | ９２ | １０９ | ９６ |

【００４０】

【表５】

| 比較例 | 5 | 6 | 7 | 8 | ブランク |
|---|---|---|---|---|---|
| ｽﾗｲﾑ湿重量（g） | １２６ | １１１ | １３２ | １４０ | １２４ |

【００４１】

【表６】

| 比較例 | 9 | １０ | １１ | １２ | ブランク |
|---|---|---|---|---|---|
| ｽﾗｲﾑ湿重量（g） | １２０ | ９８ | １００ | １１１ | １０９ |

【００４２】

【表７】

| 比較例 | １３ | １４ | １５ | 実施例１ | ブランク |
|---|---|---|---|---|---|
| ｽﾗｲﾑ湿重量（g） | １２０ | １０６ | １２１ | ２０ | １３０ |

【００４３】

（試験例２）

（相乗効果の確認試験）

ｐＨ６のリン酸－クエン酸緩衝液に製紙工場白水より単離したスライム形成能を示すハンセニュラ属、ロドトルラ属酵母２菌株を接種し、$１０^{5}$ ～$１０^{6}$ ＣＦＵ／ｍｌの菌体懸濁液を調製した。この菌体懸濁液に本発明の殺微生物組成物の第一成分であるＮ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイルクロリド（ＤＯＢＥＣ）と第二成分である第四級アンモニウム塩の有効成分をそれぞれ所定量添加し、３７℃で振盪培養した。

【００４４】

薬剤接触３０分後における生菌数が$１０^{2}$ ＣＦＵ／ｍｌ以下となる第一成分、及び第二成分のそれぞれ単独での最小殺菌濃度、或いは第一成分と第二成分の混合物における最小殺

菌濃度を求めた。

【００４５】

なお第一成分と第二成分との相互作用はＦ．Ｃ．Ｋｕｌｌ，Ｐ．Ｃ．Ｅｉｓｍａｎ，Ｈ．Ｄ．Ｓｙｌｗｅｓｔｒｏｗｉｃｚ及びＲ．Ｌ．Ｍａｙｅｒらによるアプライドマイクロバイオロジー（Applied Microbiology）第９巻、５３８－５４１頁（１９６１年）に記載された、一般的に使用されかつ許容された方法と比率の算出方法により決定した。この方法によれば、第一成分と第二成分との相乗比は次式により求められる。

【００４６】

【数１】

$$\text{相乗比} = \frac{QA}{Qa} + \frac{QB}{Qb}$$

【００４７】

Ｑａ　：　第一成分単独での最小殺菌濃度。

ＱＡ　：　最小殺菌濃度を示す混合物中における第一成分の濃度。

Ｑｂ　：　第二成分単独での最小殺菌濃度。

ＱＢ　：　最小殺菌濃度を示す混合物中における第二成分の濃度。

【００４８】

相乗比が１より大きい場合は拮抗作用、１の場合は相加作用、１より小さい場合には相乗作用を示す。

【００４９】

本発明の殺微生物組成物の第一成分であるＮ，４－ジヒドロキシ－α－オキソベンゼンエタンイミドイルクロリド（ＤＯＢＥＣ）と第二成分である第四級アンモニウム塩の有効成分との相互作用による殺菌効果を表８～表１１に示す。また、表１２、表１３は参考例である。なお表中における第四級アンモニウム塩の有効成分名は簡略して表記する。例えばＮ，Ｎ－ジメチル－Ｎ，Ｎ－ジｎ－デシルアンモニウムクロリドはジメチルジデシルアンモニウムクロリドと示した。第四級アンモニウム塩は市販品を用いた。

【００５０】

対照としてＤＯＢＥＣと第四級ホスホニウム塩（テトラキスヒドロキシメチルホスホニウムサルフェート）との相互的な殺菌作用を表１４に示す。

【００５１】

【表８】

| 第一成分濃度（ppm）<br>DOBEC | 第二成分濃度（ppm）<br>ジメチルジデシルアンモニウムクロリド *1 | 重量比<br>第一：第二 | 相乗比 |
|---|---|---|---|
| 3．0（最小殺菌濃度） | － | － | － |
| 2．75 | 0．05 | 10：0．18 | 0．92 |
| 2．0 | 0．1 | 10：0．5 | 0．68 |
| 1．75 | 0．75 | 10：4．3 | 0．66 |
| 1．5 | 1．0 | 10：6．7 | 0．60 |
| 1．0 | 2．5 | 10：25 | 0．58 |
| 0．5 | 5．0 | 10：100 | 0．67 |
| 0．1 | 7．5 | 10：750 | 0．78 |
| － | 10.0 （最小殺菌濃度） | － | － |

【００５２】
【表９】

| 第一成分濃度（ppm）<br>DOBEC | 第二成分濃度（ppm）<br>ジメチルジアルキルアンモニウムクロリド *2 | 重量比<br>第一：第二 | 相乗比 |
|---|---|---|---|
| 3．0（最小殺菌濃度） | － | － | － |
| 2．75 | 0．50 | 10：1．82 | 0．94 |
| 2．5 | 2．50 | 10：10 | 0．93 |
| 2．0 | 5．0 | 10：25 | 0．87 |
| 1．5 | 7．5 | 10：50 | 0．80 |
| 1．0 | 12．5 | 10：125 | 0．83 |
| 0．75 | 15．0 | 10：200 | 0．85 |
| 0．5 | 20．0 | 10：400 | 0．97 |
| － | 25.0 （最小殺菌濃度） | － | － |

【００５３】
【表１０】

| 第一成分濃度（ppm）<br>DOBEC | 第二成分濃度（ppm）<br>ジデシルメチルヒドロキシエチル<br>アンモニウムプロピオネート *4 | 重量比<br>第一：第二 | 相乗比 |
|---|---|---|---|
| 3．0（最小殺菌濃度） | － | － | － |
| 2．5 | 0．1 | 10：0．4 | 0．84 |
| 2．0 | 0．25 | 10：1．25 | 0．68 |
| 1．75 | 0．75 | 10：4．3 | 0．63 |
| 1．5 | 2．0 | 10：13 | 0．63 |
| 1．0 | 5．0 | 10：50 | 0．66 |
| 0．5 | 10．0 | 10：200 | 0．83 |
| 0．25 | 12．5 | 10：500 | 0．92 |
| － | 15.0 （最小殺菌濃度） | － | |

【００５４】
【表１１】

| 第一成分濃度（ppm）<br>DOBEC | 第二成分濃度（ppm）<br>ヘキサデシルトリメチル<br>アンモニウムクロリド *5 | 重量比<br>第一：第二 | 相乗比 |
|---|---|---|---|
| 3．0（最小殺菌濃度） | － | － | － |
| 2．75 | 0．5 | 10：1．8 | 0．93 |
| 2．5 | 2．5 | 10：10 | 0．92 |
| 2．0 | 5．0 | 10：25 | 0．83 |
| 1．0 | 15．0 | 10：150 | 0．83 |
| 0．75 | 17．5 | 10：233 | 0．83 |
| 0．5 | 20．0 | 10：400 | 0．83 |
| 0．25 | 25．0 | 10：1000 | 0．92 |
| － | 30.0 （最小殺菌濃度） | － | － |

【００５５】
【表１２】

| 第一成分濃度（ppm） | 第二成分濃度（ppm） | 重量比 | 相乗比 |
|---|---|---|---|
| DOBEC | アルキルジメチルベンジルアンモニウムクロリド *9 | 第一：第二 | |
| 3．0（最小殺菌濃度） | － | － | － |
| 2．75 | 0．05 | 10：0．18 | 0．92 |
| 2．5 | 0．25 | 10：1 | 0．85 |
| 2．25 | 0．75 | 10：3．3 | 0．79 |
| 1．5 | 5．0 | 10：33 | 0．75 |
| 1．0 | 7．5 | 10：75 | 0．71 |
| 0．75 | 10．0 | 10：133 | 0．75 |
| 0．5 | 15．0 | 10：300 | 0．92 |
| － | 20.0 （最小殺菌濃度） | － | － |

【００５６】
【表１３】

| 第一成分濃度（ppm） | 第二成分濃度（ppm） | 重量比 | 相乗比 |
|---|---|---|---|
| DOBEC | アルキルジメチルベンジルアンモニウムクロリド、ジアルキルメチルベンジルアンモニウムクロリド コンプレックス *10 | 第一：第二 | |
| 3．0（最小殺菌濃度） | － | － | － |
| 2．75 | 0．05 | 10：0．18 | 0．92 |
| 2．5 | 0．25 | 10：1 | 0．85 |
| 2．25 | 0．5 | 10：2．2 | 0．78 |
| 2．0 | 2．0 | 10：10 | 0．80 |
| 1．0 | 7．5 | 10：75 | 0．83 |
| 0．5 | 10．0 | 10：200 | 0．83 |
| 0．25 | 12．5 | 10：500 | 0．92 |
| － | 15.0 （最小殺菌濃度） | － | － |

【００５７】
【表１４】

| 第一成分濃度（ppm）<br>DOBEC | 第二成分濃度（ppm）<br>テトラキスヒドロキシメチル<br>ホスホニウムサルフェート *11 | 重量比<br>第一：第二 | 相乗比 |
|---|---|---|---|
| 3．0（最小殺菌濃度） | － | － | － |
| 2．75 | 1．0 | 10：3．63 | 1．00 |
| 2．5 | 2．5 | 10：10 | 1．03 |
| 2．0 | 5．0 | 10：25 | 1．07 |
| 1．5 | 7．5 | 10：50 | 1．10 |
| 1．0 | 10．0 | 10：100 | 1．13 |
| － | 12.5（最小殺菌濃度） | － | － |

【００５８】

※１　ロンザ社製
有効成分：Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ，Ｎ－ジｎ－デシルアンモニウムクロリド
含　量　：８０％
商品名　：バーダック　２２８０

※２　ロンザ社製
有効成分：Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ，Ｎ－ジｎ－オクチルアンモニウムクロリド、
Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－オクチル－Ｎ－デシルアンモニウムクロリド、
Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ，Ｎ－ジｎ－デシルアンモニウムクロリド混合物
含　量　：５０％
商品名　：バーダック　２０５０

※３　ロンザ社製
有効成分：Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－イソノニル－Ｎ－デシルアンモニウムクロリド
含　量　：７０％
商品名　：バーダック　２１７０

※４　ヘキスト社製
有効成分：Ｎ，Ｎ－ジデシル－Ｎ－メチル－Ｎ－ヒドロキシエチルアンモニウムプロピオネート
含　量　：７０％
商品名　：ＤＯＤＩＧＥＮ　３５１９

【００５９】

※５　三洋化成工業株式会社製
有効成分：Ｎ－ヘキサデシル－Ｎ，Ｎ，Ｎ－トリメチルアンモニウムクロリド
含　量　：３０％
商品名　：レボン　ＴＭ－６０

※６　関東化学株式会社製
有効成分：Ｎ－ヘキサデシル－Ｎ，Ｎ，Ｎ－トリメチルアンモニウムブロミド
含　量　：＞９６％
商品名　：臭化ｎ－ヘキサデシルトリメチルアンモニウム（試薬）

※７　信越化学工業株式会社製
有効成分：Ｎ，Ｎ－ジメチル－オクタデシル－Ｎ－（３－（トリメトキシシリル）

プロピル）アンモニウムクロリド
含　量　：４０％
商品名　：Ｐｏｌｏｎ　ＭＦ－５０
※８　ロンザ社製
有効成分：Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－ベンジル－Ｎ－（４－（１，１，３，３－テトラメチルブチル）フェノキシエトキシエチル）アンモニウムクロリド
含　量　：＞９８％
商品名　：ハイアミン　１６２２
【００６０】
※９　三洋化成工業株式会社製
有効成分：Ｎ－アルキル－Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－ベンジルアンモニウムクロリド〈アルキル鎖$C_{12}$ 60%、$C_{14}$ 35%、$C_{16}$ 5% の混合物〉
含　量　：５０％
商品名　：カチオン　Ｇ－５０
※10　ロンザ社製
有効成分：Ｎ－アルキル－Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－ベンジルアンモニウムクロリド〈アルキル鎖$C_{12}$ 5% 、$C_{14}$ 60%、$C_{16}$ 30%、$C_{18}$ 5 % の混合物〉とＮ，Ｎ－ジアルキル－Ｎ－メチル－Ｎ－ベンジルアンモニウムクロリド〈アルキル鎖$C_{12}$ 5% 、$C_{14}$ 60%、$C_{16}$ 30%、$C_{18}$ 5% の混合物〉の混合物。
含　量　：５０％
商品名　：バークォート　１５２２
※11　オルブライトアンドウィルソン社製
有効成分：テトラキスヒドロキシメチルホスホニウムサルフェート
含　量　：７５％
商品名　：ＴＯＬＣＩＤＥ　ＰＳ７５

フロントページの続き

(72)発明者　増田　光弘
静岡県磐田郡福田町塩新田浜野３２８　ケイ・アイ化成株式会社内
(72)発明者　森田　昌宏
静岡県磐田郡福田町塩新田浜野３２８　ケイ・アイ化成株式会社内
(72)発明者　磯貝　勝久
静岡県磐田郡福田町塩新田浜野３２８　ケイ・アイ化成株式会社内

審査官　櫛引　智子

(56)参考文献　特開平０５－０９２９０６（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
A01N　33/12
A01N　37/52
CAplus(STN)
REGISTRY(STN)