

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 2 区分

【発行日】平成 19 年 7 月 12 日 (2007.7.12)

【公開番号】特開 2007-131623 (P2007-131623A)

【公開日】平成 19 年 5 月 31 日 (2007.5.31)

【年通号数】公開・登録公報 2007-020

【出願番号】特願 2006-303284 (P2006-303284)

【国際特許分類】

**C 0 7 F 9/165 (2006.01)**

**C 1 0 M 137/10 (2006.01)**

**C 0 7 F 9/6571 (2006.01)**

C 1 0 N 30/06 (2006.01)

C 1 0 N 30/08 (2006.01)

C 1 0 N 40/04 (2006.01)

C 1 0 N 70/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 F 9/165 Z

C 1 0 M 137/10 B

C 0 7 F 9/6571

C 1 0 N 30:06

C 1 0 N 30:08

C 1 0 N 40:04

C 1 0 N 70:00

【手続補正書】

【提出日】平成 19 年 5 月 29 日 (2007.5.29)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

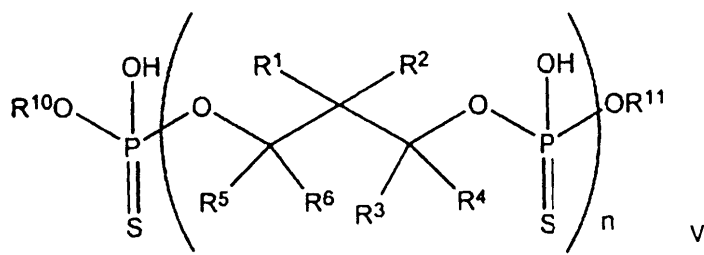
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

化学式 (V) の化合物：

【化 1】



式中 n は 1 から 5 の整数であり；また

$R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、 $R^6$ 、 $R^{10}$ 、および  $R^{11}$  は、水素、シアノ、および約 1 から約 30 の炭素原子を含んだヒドロカルビル基から成るグループから独立して選択される。

【請求項 2】

硫黄を含んだリン含有化合物の塩を調製する方法であって：

硫黄含有化合物、アミド、およびリン含有化合物を結合させて第一の混合物を形成する

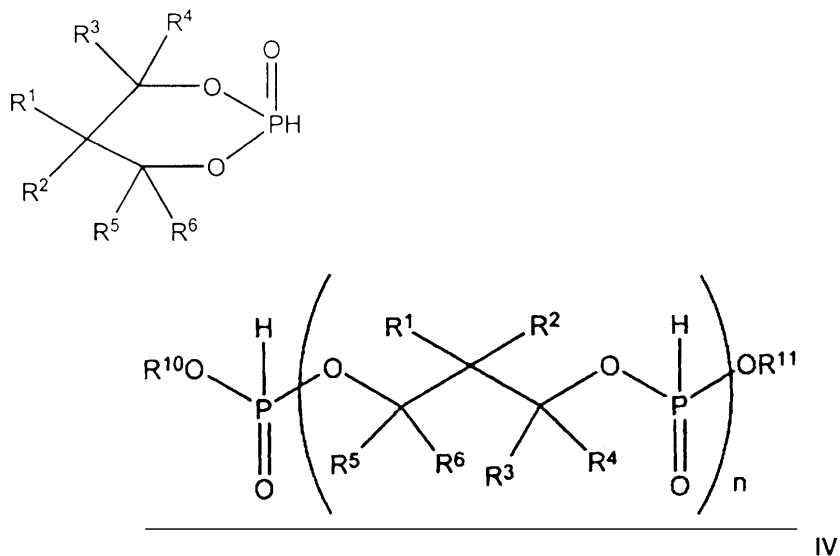
こと；および

一番目の混合物をアミンと結合させることを含んでなる方法。

【請求項 3】

リン含有化合物が化学式 (I) および (IV) の化合物のうち少なくとも一つである、請求項 2 に記載の方法：

【化 2】



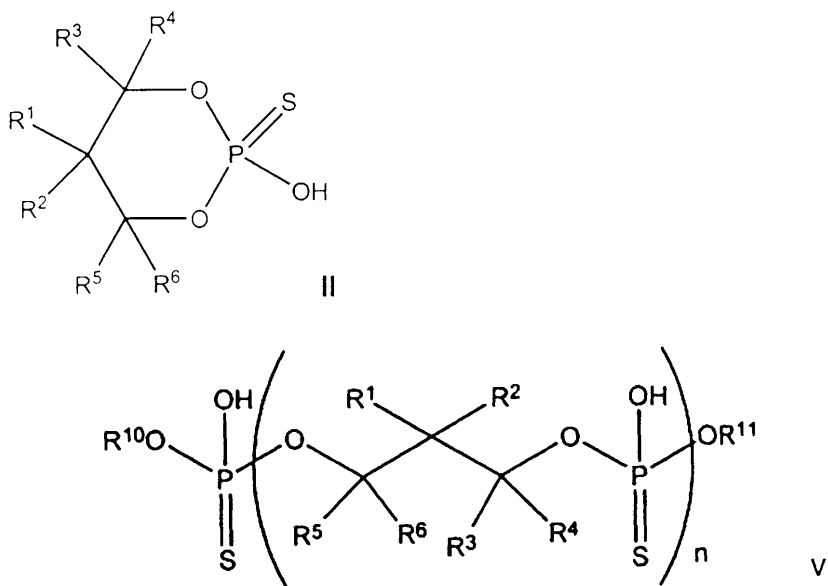
式中  $n$  は約 1 から約 5 の整数であり；また

$R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、 $R^6$ 、 $R^{10}$ 、および  $R^{11}$  は、水素、シアノ、および約 1 から約 30 の炭素原子を含んだヒドロカルビル基から成るグループから独立して選択される。

【請求項 4】

第一の混合物が化学式 (II) および (V) の化合物のうちの少なくとも一つを含んで成る請求項 2 に記載の方法：

【化 3】



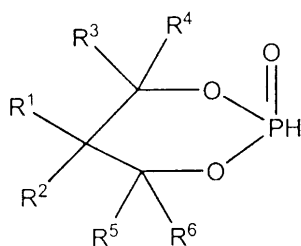
式中  $n$  は 1 から 5 の整数であり；また

$R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、 $R^6$ 、 $R^{10}$ 、および  $R^{11}$  は、水素、シアノ、および約 1 から約 30 の炭素原子を含んだヒドロカルビル基から成るグループから独立して選択される。

【請求項 5】

硫黄含有化合物、アミド、および化学式 (I) の化合物を組み合わせることを含んで成る、化学式 (II) の化合物を調製する方法であって、

## 【化 4】

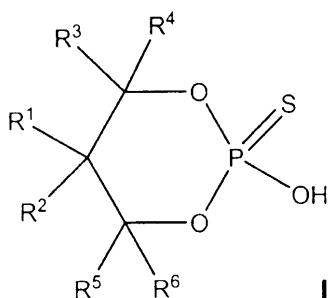


I

式中  $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、および  $R^6$  は、水素、シアノ、および約 1 から約 30 の炭素原子を含んだヒドロカルビル基から成るグループから独立して選択されて、少なくとも一つの置換基がメチルであり、

化学式 (I I) の化合物を得る方法

## 【化 5】



II

式中  $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、および  $R^6$  は上述の通りである。

## 【請求項 6】

硫黄を含んだリン含有化合物の塩を調製する方法であって：

硫黄含有化合物、アミド、および亜リン酸ジヒドロカルビルおよび亜リン酸ポリマーのうちの少なくとも一つを結合させて、硫黄を含んだリン含有化合物を生成させること；および

アミンを結合させて硫黄を含んだリン含有化合物の塩を生成させることを含んで成る方法。

## 【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0005

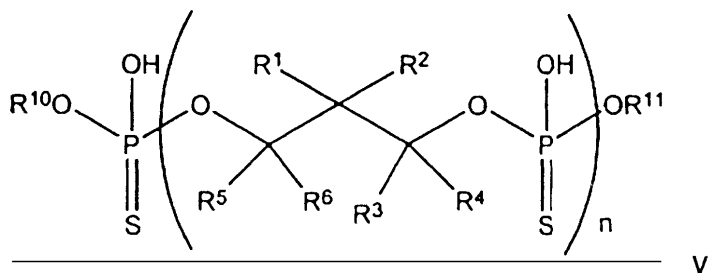
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0005】

開示に従って、化学式 (V) の化合物が開示される：

## 【化 1】



V

式中  $n$  は 1 から 5 の整数であり；また

$R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、 $R^6$ 、 $R^{10}$ 、および  $R^{11}$  は、水素、シアノ、および約 1 から約 30 の炭素原子を含んだヒドロカルビル基から成るグループから個々に選択されている。

## 【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0019

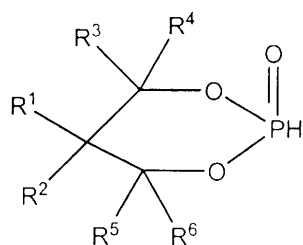
【補正方法】変更

【補正の内容】

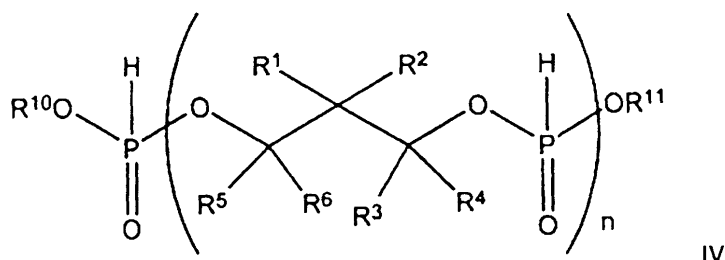
【0019】

有用な亜リン酸塩の非限定的な例には、ジブチルホスホン酸水素、ジイソブチルホスホン酸水素、ジオレイルホスホン酸水素、ジ(C<sub>14-18</sub>)ホスホン酸水素、亜リン酸トリフェニル、そしてどちらも以下に示されている、化学式(I)の化合物のような亜リン酸ジヒドロカルビル、および化学式(IV)の化合物のようなポリマー性亜リン酸塩などが含まれる。

【化 4】



I および



式中 n は約 1 から約 5 の整数であり；また

R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>、R<sup>5</sup>、R<sup>6</sup>、R<sup>10</sup>、および R<sup>11</sup> は、水素、シアノ、および約 1 つから約 30 の炭素原子、例えば約 1 つから約 20 の炭素原子、そしてさらなる例としては約 1 つから約 10 の炭素原子を含んだヒドロカルビル基から成るグループから個々に選択されている。ある態様において、n が約 5 以上の整数である場合、いかなる特定の論理にも限定されることなく、反復単位は完全には硫化しないと考えられている。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0038

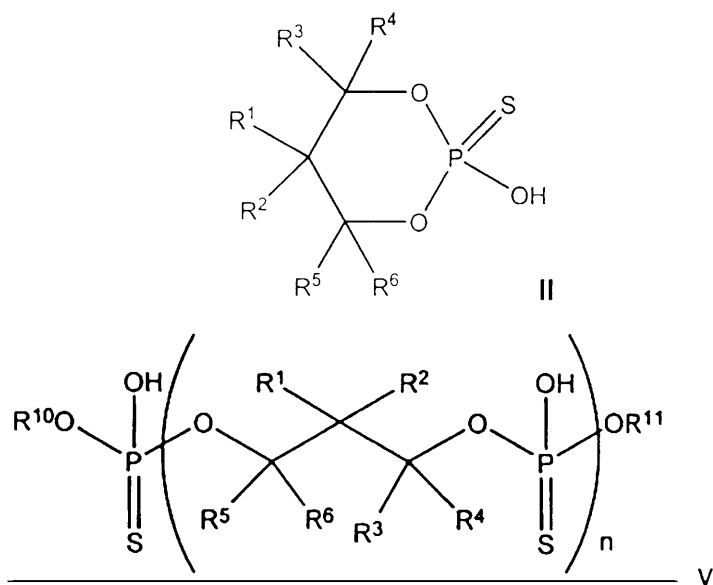
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0038】

ある態様では、硫黄を含んだリン含有化合物は、化学式(II)および(V)の化合物のうちの少なくとも一つである：

## 【化 6】



式中  $n$  は 1 から 5 の整数であり；また

$R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、 $R^6$ 、 $R^{10}$ 、および  $R^{11}$  は、水素、シアノ、および約 1 つから約 30 の炭素原子、例えば約 1 つから約 20 の炭素原子、そしてさらなる例としては約 1 つから約 10 の炭素原子を含んだヒドロカルビル基から成るグループから個々に選択されている。

## 【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0053

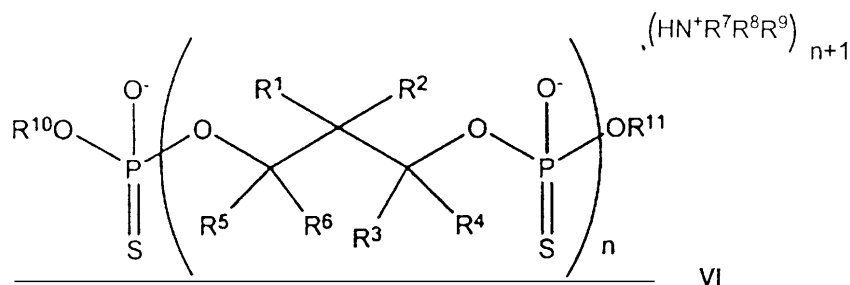
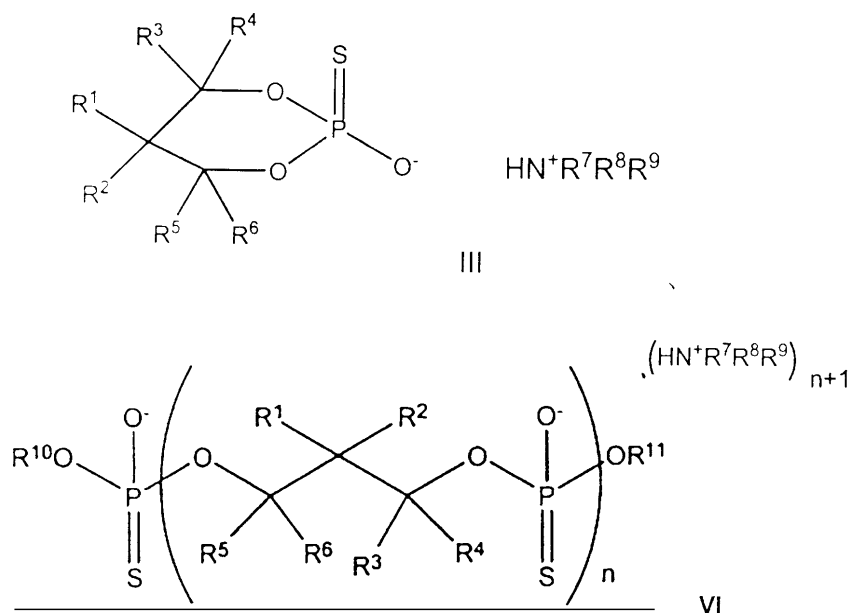
【補正方法】変更

【補正の内容】

## 【0053】

硫黄を含んだリン含有化合物の塩は油溶性である。すなわち、当該の塩のヒドロカルビル鎖は、結果として得られる化合物が調合された組成物に可溶であるよう、少なくとも 6 つの炭素原子分などの十分な長さをしている。疎水基を取り入れることにより、非分極性の媒体の可溶性が増加される。硫黄を含んだリン含有化合物の塩の非限定的な例に、ジイソブチルチオリン酸  $C_{8-16}$  3 級アルキル 1 級アミン塩、ジ - 2 - エチルヘキシル - チオリン酸  $C_{8-16}$  3 級アルキル 1 級アミン塩、およびネオペンチルグリコールチオリン酸  $C_{8-16}$  3 級アルキル 1 級アミン塩などが含まれる。ある態様では、ジチオリン酸の塩が熟考されている。別の態様では、硫黄を含有したリン含有化合物の塩は、以下に示す化学式 (II) および (VI) の化合物のうちの少なくとも一つである：

## 【化 8】



式中  $n$  は 1 から 5 の整数であり；また

$R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、 $R^6$ 、 $R^7$ 、 $R^8$ 、 $R^9$ 、 $R^{10}$ 、および  $R^{11}$  は水素、シアノ、および 約 1 から 約 30 の炭素原子、例えば 約 1 から 約 20 の炭素原子、そしてさらなる例としては 約 1 から 約 10 の炭素原子を含んだヒドロカルビル基から成るグループから個々に選択されている。ある態様では、化学式 (VI) において、 $R^1$  と  $R^2$  はメチル； $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、 $R^6$ 、 $R^7$ 、および  $R^8$  は水素； $R^9$  は  $C_{12-14}$  の 3 級アルキル基；また  $R^{10}$  と  $R^{11}$  は 約 1 から 約 6 の炭素原子から成るアルキル基である。ある態様では、化学式 (III) において、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、 $R^6$ 、 $R^7$ 、および  $R^8$  は水素； $R^1$  と  $R^2$  はメチル；また  $R^9$  は  $C_{12-14}$  の 3 級アルキル基である。

## 【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0061

【補正方法】変更

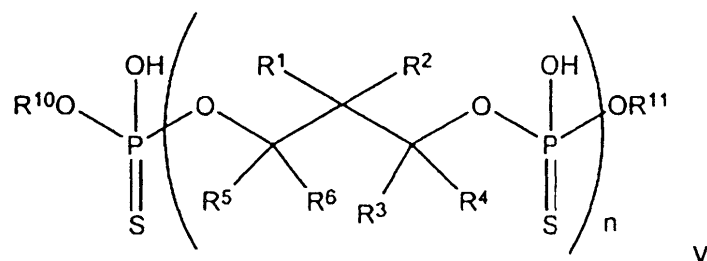
【補正の内容】

【0061】

本発明の主な特徴及び態様を挙げれば以下のとおりである。

1. 化学式 (V) の化合物：

## 【化 9】



式中  $n$  は 1 から 5 の整数であり；また

$R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、 $R^6$ 、 $R^{10}$ 、および  $R^{11}$  は、水素、シアノ、および 約 1 から 約 30 の炭素原子を含んだヒドロカルビル基から成るグループから独立して選択される。

2.  $R^1$  と  $R^2$  がメチル、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、および  $R^6$  が水素、また  $R^{10}$  と  $R^{11}$  が 約 1 つから 約 6 の炭素原子を含んで成るアルキル基である、上記 1 に記載の化合物。

3. 硫黄を含んだリン含有化合物の塩を調製する方法であって：

硫黄含有化合物、アミド、およびリン含有化合物を結合させて第一の混合物を形成すること；および

一番目の混合物をアミンと結合させることを含んでなる方法。

４．硫黄含有化合物が遊離硫黄および活性硫黄のうち少なくとも一つを含んで成る化合物である、上記３に記載の方法。

５．硫黄含有化合物が元素硫黄、ポリスルフィド、および硫化オレフィンから選択される、上記４に記載の方法。

６．硫黄含有化合物が元素硫黄である、上記５に記載の方法。

７．少なくとも等モル量あるいはそれ以上の硫黄含有化合物が使用される、上記３に記載の方法。

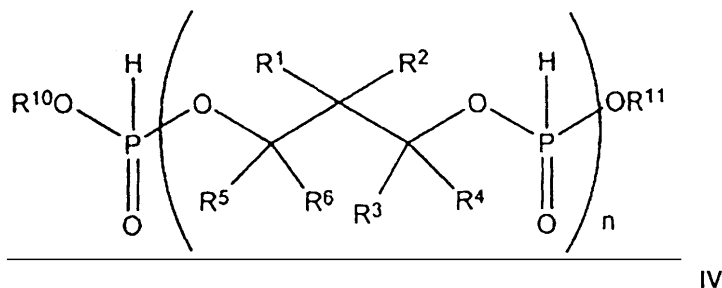
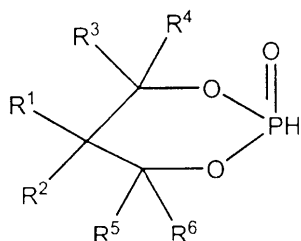
８．約２３ から約９０ の範囲の温度で起こる、上記３に記載の方法。

９．約０．０５モルから約２モル等量のアミドが使用される、上記３に記載の方法。

１０．約０．０５モルから約２モル等量のアミンが使用される、上記３に記載の方法。

１１．リン含有化合物が化学式（Ⅰ）および（Ⅳ）の化合物のうち少なくとも一つである、上記３に記載の方法：

【化１０】



IV

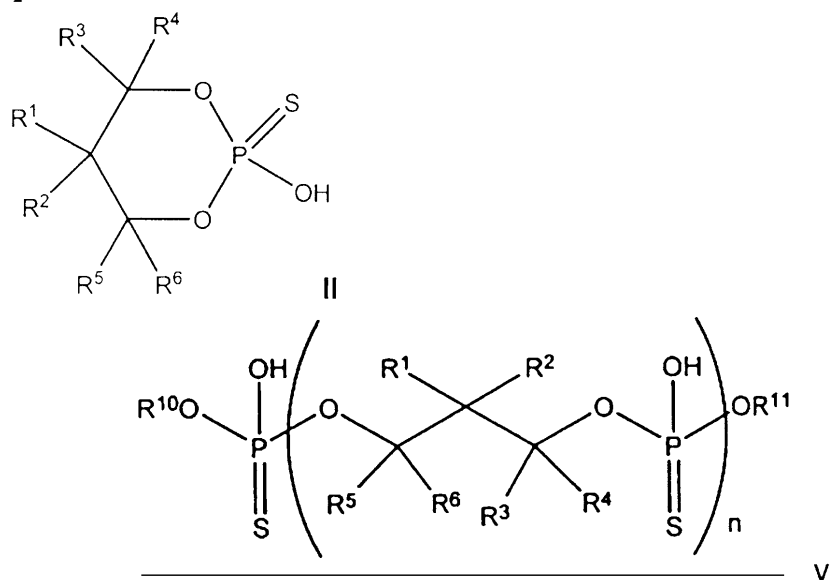
式中 n は約 1 から約 5 の整数であり；また

R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>、R<sup>5</sup>、R<sup>6</sup>、R<sup>10</sup>、および R<sup>11</sup> は、水素、シアノ、および約 1 から約 30 の炭素原子を含んだヒドロカルビル基から成るグループから独立して選択される。

１２．化学式（Ⅳ）において、R<sup>1</sup>とR<sup>2</sup>はメチル、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>、R<sup>5</sup>、およびR<sup>6</sup>は水素、またR<sup>10</sup>とR<sup>11</sup>は約 1 から約 6 の炭素原子を含んで成るアルキル基である上記 11 に記載の方法。

１３．第一の混合物が化学式（ⅠⅠ）および（Ⅴ）の化合物のうちの少なくとも一つを含んで成る上記 3 に記載の方法：

## 【化 1 1】

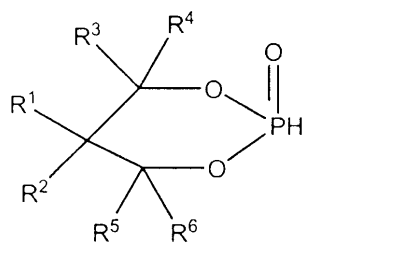


式中  $n$  は 1 から 5 の整数であり；また

$R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、 $R^6$ 、 $R^{10}$ 、および  $R^{11}$  は、水素、シアノ、および約 1 から約 30 の炭素原子を含んだヒドロカルビル基から成るグループから独立して選択される。

14．硫黄含有化合物、アミド、および化学式 (I) の化合物を組み合わせることを含んで成る、化学式 (II) の化合物を調製する方法であって、

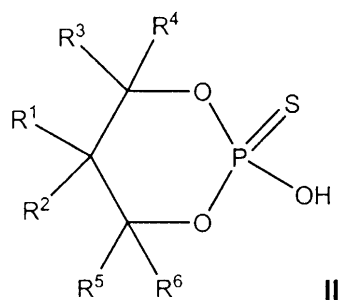
## 【化 1 2】



式中  $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、および  $R^6$  は、水素、シアノ、および約 1 から約 30 の炭素原子を含んだヒドロカルビル基から成るグループから独立して選択され、少なくとも一つの置換基がメチルであり、

化学式 (II) の化合物を得る方法

## 【化 1 3】



式中  $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、および  $R^6$  は上述の通りである。

15． $R^1$  と  $R^2$  がメチル、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、および  $R^6$  が水素である、上記 14 に記載の方法。

16．硫黄含有化合物が遊離硫黄および活性硫黄のうち少なくとも一つを含んで成る化合物である、上記 14 に記載の方法。



17. 硫黄含有化合物が元素硫黄、ポリスルフィド、および硫化オレフィンから選択される上記16に記載の方法。

18. 硫黄含有化合物が元素硫黄である上記17に記載の方法。

19. 少なくとも等モル量あるいはそれ以上の硫黄含有化合物が使用される上記14に記載の方法。

20. 約23 から約90 の範囲の温度でプロセスが起こる上記14に記載の方法。

21. 約0.05モルから約2モル等量のアミドが使用される上記14に記載の方法。

22. プロセスに約1時間から約8時間かかる上記14に記載のプロセス。

23. 硫黄を含んだリン含有化合物の塩を調製する方法であって：

硫黄含有化合物、アミド、および亜リン酸ジヒドロカルビルおよび亜リン酸ポリマーのうちの少なくとも一つを結合させて、硫黄を含んだリン含有化合物を生成させること；および

アミンを結合させて硫黄を含んだリン含有化合物の塩を生成させることを含んで成る方法。

24. アミンが直鎖アミンである上記23に記載の方法。

25. 直鎖アミンが脂肪族の第1級脂肪族アミンである上記24に記載の方法。

26. アミンが分岐アミンである上記23に記載の方法。

27. 分岐アミンがC<sub>14-24</sub>の第3級アルキル1級アミンの混合物である上記26に記載の方法。

28. 約0.05モルから約2モル等量のアミンが使用される上記24に記載の方法。

29. プロセスに約1時間から約8時間かかる上記24に記載の方法。