

(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2009-102402

(P2009-102402A)

(43) 公開日 平成21年5月14日(2009.5.14)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
AO1N 33/12 (2006.01)	AO1N 33/12 101	2B230
AO1P 3/00 (2006.01)	AO1P 3/00	4H011
B27K 3/34 (2006.01)	B27K 3/34 A	

審査請求 有 請求項の数 29 O L (全 70 頁)

(21) 出願番号	特願2009-17048 (P2009-17048)	(71) 出願人	592233462 ロンザ インコーポレイテッド
(22) 出願日	平成21年1月28日 (2009.1.28)		アメリカ合衆国、ニュージャージー州 O
(62) 分割の表示	特願2005-53734 (P2005-53734) の分割		7401-1613、アレンデール、ポロ ライン・ロード 90
原出願日	平成6年6月9日 (1994.6.9)		
(31) 優先権主張番号	074, 136	(74) 代理人	100066692 弁理士 浅村 皓
(32) 優先日	平成5年6月9日 (1993.6.9)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100072040 弁理士 浅村 肇
(31) 優先権主張番号	074, 312		
(32) 優先日	平成5年6月9日 (1993.6.9)	(74) 代理人	100090701 弁理士 小堀 貞文
(33) 優先権主張国	米国 (US)		
(31) 優先権主張番号	074, 313	(72) 発明者	ウオーカー, レイ
(32) 優先日	平成5年6月9日 (1993.6.9)		アメリカ合衆国 18062 ペンシルバ ニア州マカンギー, マカンギー マウンテ ン ロード 4758
(33) 優先権主張国	米国 (US)		最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 第四級アンモニウム及び防水/防腐剤組成物

(57) 【要約】

【課題】防腐剤系を与える。

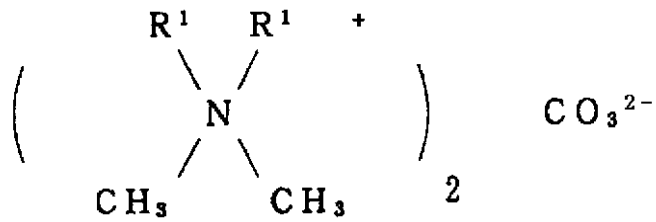
【解決手段】第四級アンモニウム化合物、そのような化合物及び防水剤を配合した組成物が与えられている。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

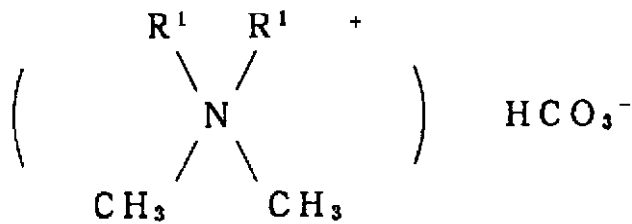
(a) 式：



10

(式中、R¹は、C₈～C₁₂アルキル基である。) を有する少なくとも一種類の炭酸ジC₈～C₁₂アルキル第四級アンモニウム；及び

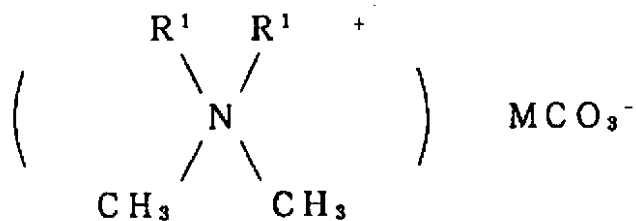
(b) (1) 式：



20

(式中、R¹は、(a)の場合と同じか又は異なるC₈～C₁₂アルキル基である。) を有する少なくとも一種類の炭酸水素C₈～C₁₂アルキル第四級アンモニウム；又は

(2) 式：



30

(式中、R¹は、(a)又は(b)の場合と同じか又は異なるC₈～C₁₂アルキル基であり、Mは非銅金属である。)

を有する少なくとも一種類の炭酸金属ジC₈～C₁₂アルキル第四級アンモニウム；又は

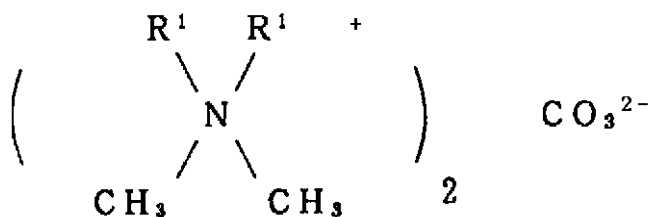
(3) (b) (1) 及び (b) (2) の組合せ；

からなる、金属銅を含まない木材防腐剤組成物。

【請求項 2】

40

(A) 殺生物に有効な量の、式：



(式中、R¹は、C₈～C₁₂アルキル基である。)

50

を有する少なくとも一種類の炭酸ジC₈～C₁₂アルキル第四級アンモニウム、及び(B)溶媒からなる、金属カップラーを含まない木材防腐剤組成物。

【請求項3】

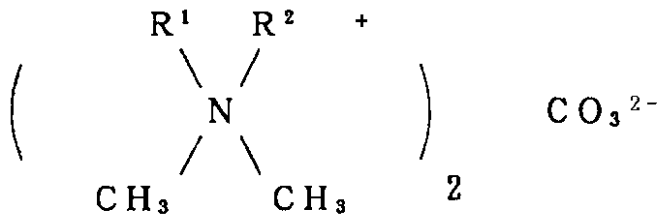
(A)殺生物に有効な量の、請求項1に記載の少なくとも一種類の組成物、及び(B)溶媒からなる木材防腐剤組成物。

【請求項4】

炭酸ジC₈～C₁₂アルキル第四級アンモニウムと溶媒とを一緒にしたものを100重量部として、0.1～5重量部の炭酸ジC₈～C₁₂アルキル第四級アンモニウム及び9.5～99.9重量部の溶媒からなる、請求項2に記載の木材防腐剤組成物。

【請求項5】

式：



10

20

(式中、R¹は、C₁～C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル基であり、R²は、C₈～C₁₂アルキル基である。)

を有する炭酸C₁～C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈～C₂₀アルキル第四級アンモニウムの製造方法において、

(a) 塩化C₁～C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈～C₂₀アルキル第四級アンモニウム反応物と金属水酸化反応物とを、C₁～C₄直鎖アルコールからなる溶媒中で反応させ、然も、前記金属水酸化物が、水酸化C₁～C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈～C₂₀アルキル第四級アンモニウム、金属塩化物、及び任意に未反応金属水酸化物を生ずるのに十分な量で存在し、そして

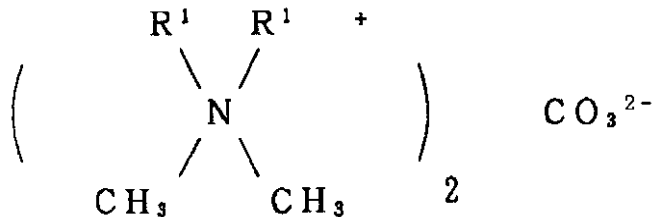
(b) 前記水酸化C₁～C₂₀アルキル又はアリール置換C₈～C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈～C₂₀アルキル第四級アンモニウム及び任意に未反応金属水酸化物と、二酸化炭素とを反応させ、前記炭酸C₁～C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈～C₂₀アルキル第四級アンモニウム及び任意に金属炭酸塩を生成させる

30

ことからなる製造方法。

【請求項6】

式：



40

を有する炭酸第四級アンモニウム化合物中のR¹が、C₈～C₁₂アルキル基である、請求項5に記載の方法。

【請求項7】

R¹がC₁₀アルキル基である、請求項6に記載の方法。

【請求項8】

50

請求項 2 に記載の木材防腐剤組成物で木質基材を処理することからなる、木質基材を防腐する方法。

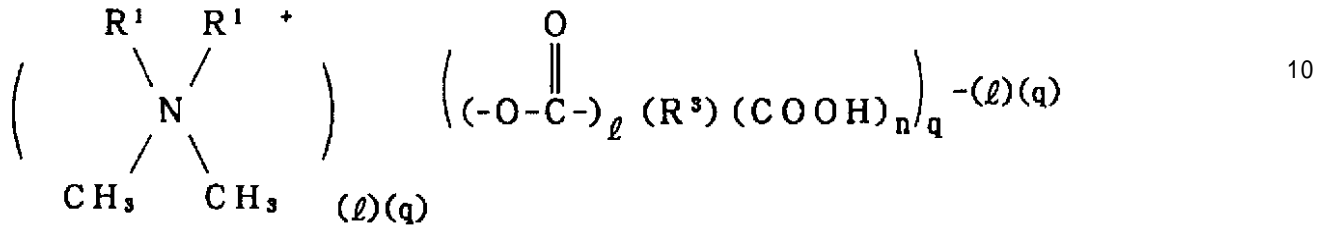
【請求項 9】

請求項 5、6、7、又は 8 のいずれか 1 項に記載の方法により製造された組成物。

【請求項 10】

(a) 殺生物に有効な量の、

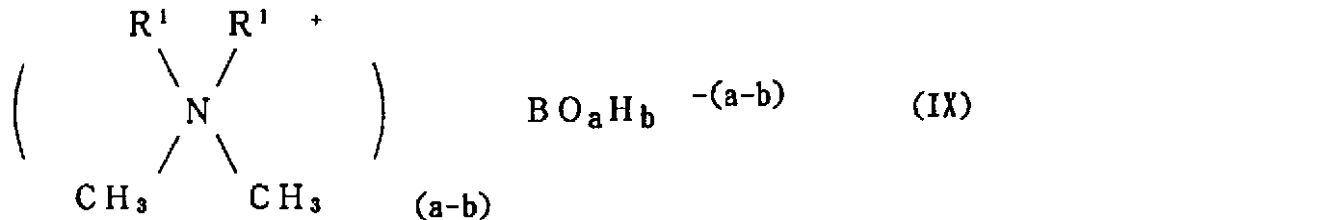
(i) 少なくとも一種類の、式：



[式中、 R^1 は、 $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基であり； R^3 は、置換又は非置換、断続 (interrupted) 又は非断続 $C_1 \sim C_{100}$ 基であり； ℓ 及び q は、独立に 1、2 又は 3 であり、 (ℓ) (q) は 1、2、又は 3 であり； n は、0 又は 1 ~ 50 の整数である。]

を有するカルボン酸ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウム；

(ii) 少なくとも一種類の、式：



(式中、 R^1 は上で定義した通りであり、 a は 2 又は 3 であり、 a が 2 の時、 b は 0 又は 1 であり、 a が 3 の時、 b は 0、1、又は 2 である。)

を有する硼酸ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウム；又は

(iii) (i) 及び (ii) の組合せ；及び

(b) 溶媒；

からなる、金属を含まない木材防腐剤組成物。

【請求項 11】

R^1 が C_{10} アルキル基であり、 R^3 がアルキル又はアルケニル基である、請求項 10 に記載の木材防腐剤組成物。

【請求項 12】

ℓ が 1 又は 2 である、請求項 10 に記載の木材防腐剤組成物。

【請求項 13】

n が 1 ~ 20 の整数である、請求項 10 に記載の木材防腐剤組成物。

【請求項 14】

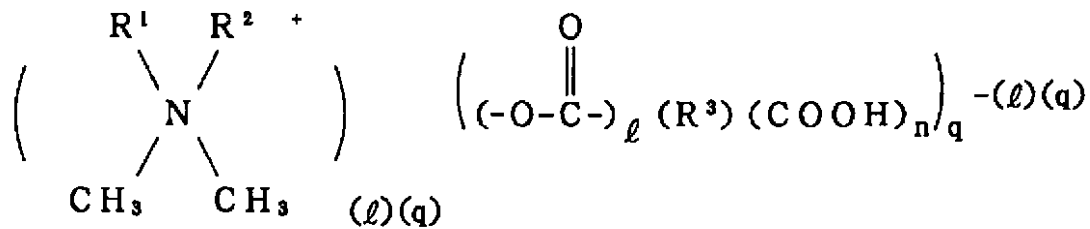
ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムのカルボン酸塩、硼酸塩、又はそれらの組合せ及び溶媒を一緒にしたものを 100 重量部として、0.1 ~ 5 重量部のジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムのカルボン酸塩、硼酸塩、又はそれらの組合せ、及び 95 ~ 99.9 重量部の溶媒からなる、請求項 10 に記載の木材防腐剤組成物。

【請求項 15】

式：

30

40



〔式中、 R^1 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリーール置換アルキル基であり； R^2 は、 $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基であり； R^3 は、置換又は非置換、断続又は非断続 $C_1 \sim C_{100}$ 基であり； ℓ 及び q は、独立に 1、2 又は 3 であり、 $(\ell)(q)$ は 1、2、又は 3 であり； n は、0 又は 1～50 の整数である。〕

を有するカルボン酸第四級アンモニウムの製造方法において、

(a) 塩化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリーール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム反応物と金属水酸化物反応物とを、 $C_1 \sim C_4$ 直鎖アルコールからなる溶媒中で反応させ、然も、前記金属水酸化物が水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリーール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム、金属塩化物、及び任意に未反応の金属水酸化物を生ずるのに十分な量で存在し、

(b) 前記水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリーール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム及び任意に未反応金属水酸化物と、二酸化炭素とを反応させ、炭酸 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリーール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム及び任意に金属炭酸塩を生成させ、

(c) 前記炭酸 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリーール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウムと、式



〔式中、 R^3 は、置換又は非置換、断続又は非断続 $C_1 \sim C_{100}$ 基であり； ℓ 及び q は、独立に 1、2、又は 3 であり、 $(\ell)(q)$ は 1、2、又は 3 であり； n は、0 又は 1～50 の整数である。〕

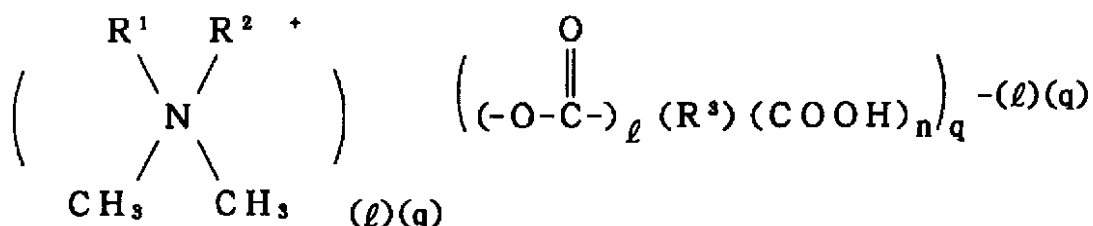
を有する少なくとも一種類のカルボン酸と反応させ、前記カルボン酸 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリーール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウムを生成させる、ことからなるカルボン酸第四級アンモニウムの製造方法。

【請求項 16】

ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基がデシル基である、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 17】

式：

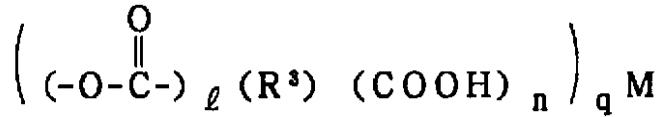


〔式中、 R^1 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリーール置換アルキル基であり； R^2 は、 $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基であり； R^3 は、置換又は非置換、断続又は非断続 $C_1 \sim C_{100}$ 基であり； ℓ 及び q は、独立に 1、2、又は 3 であり、 $(\ell)(q)$ は 1、2、又は 3 であり； n は、0 又は 1～50 の整数である。〕

$C_8 \sim C_{20}$ アルキル基であり； R^3 は、置換又は非置換、断続又は非断続 $C_1 \sim C_{100}$ 基であり； l 及び q は、独立に 1、2 又は 3 であり、 $(l)(q)$ は 1、2、又は 3 であり； n は 0 又は 1～50 の整数である。]

を有するカルボン酸第四級アンモニウムの製造方法において、

(a) 塩化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム反応物と、式：



10

[式中、 R^3 は、置換又は非置換、断続又は非断続 $C_1 \sim C_{20}$ 基であり； M は、一価、二価、又は三価の金属であり； l 及び q は、独立に 1、2、又は 3 であり； $(l)(q)$ は、1、2、又は 3 であり； l は、 M が一価の時 1 であり、 M が二価の時 2 であり、 M が三価の時 3 であり； n は、0 又は 1～50 の整数である。]

を有する少なくとも一種類の金属カルボン酸塩と、 $C_1 \sim C_4$ 直鎖アルコールからなる溶媒中で反応させ、前記カルボン酸第四級アンモニウムを生成させる、ことからなるカルボン酸第四級アンモニウムの製造方法。

20

【請求項 18】

R^1 が $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基である、請求項 15、16、又は 17 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 19】

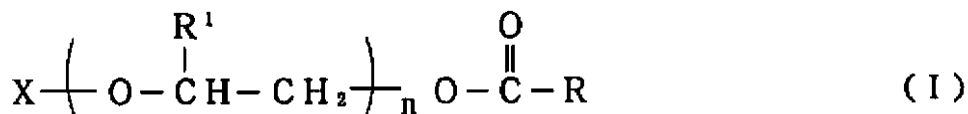
請求項 10 に記載の木材防腐剤組成物で木質基材を処理することからなる、木質基材の防腐方法。

【請求項 20】

請求項 15、16、又は 17 のいずれか 1 項に記載の方法に従い製造された組成物。

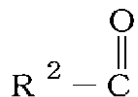
【請求項 21】

式：



30

(式中、 X は、水素又は



40

であり；

R 及び R^2 は、独立に飽和又は不飽和、置換又は非置換、断続又は非断続 $C_9 \sim C_{50}$ 基であり；

R^1 は、水素又はメチル基であり；そして

n は、1～10 の整数である。)

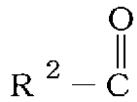
を有する防水剤組成物であって、然も任意に、殺生物に有効な量の少なくとも一種類の C

50

$C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム組成物、溶媒、又はそれらの組合せを含有する防水剤組成物。

【請求項 2 2】

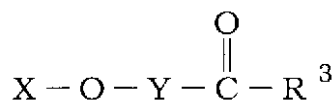
X が



であり、R 及び R^2 が、夫々 C_{1-7} アルキル基であり、 R^1 が水素であり、n が 1 である 10
、請求項 2 1 に記載の防水剤組成物。

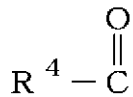
【請求項 2 3】

式：



20

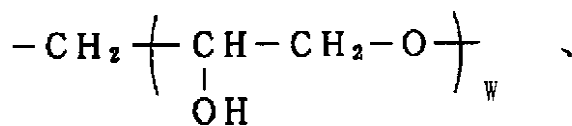
(式中、X は、水素又は



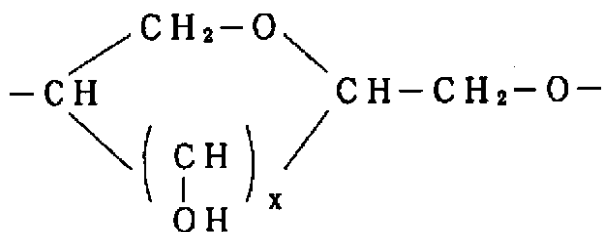
であり；

Y は、置換又は非置換

30

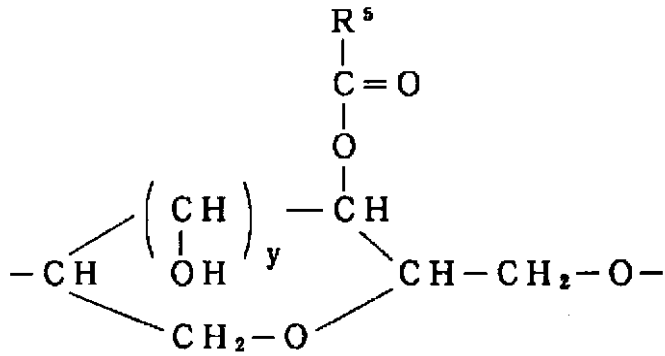


置換又は非置換



40

又はその鏡像異性体、又は置換又は非置換



10

又はその鏡像異性体であり；

R³、R⁴、及びR⁵は、独立に飽和又は不飽和、置換又は非置換、断続又は非断続C₉～C₅₀基であり；

wは、1～10の整数であり；そして

x及びyは、独立に0、1、又は2である。）

を有する防水剤組成物であって、然も任意に、殺生物に有効な量の少なくとも一種類の、C₁～C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈～C₂₀アルキル第四級アンモニウム組成物、溶媒、又はそれらの組合せを含む防水剤組成物。

20

【請求項24】

Xが水素であり；R³がC₁₁～C₁₇アルキル基であり；nが1である、請求項23に記載の防水剤組成物。

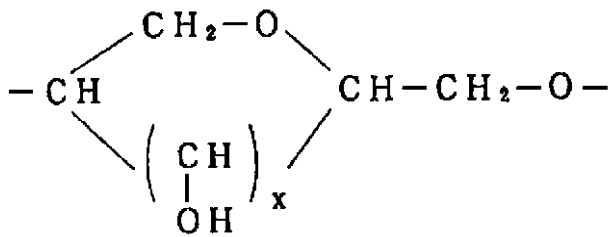
【請求項25】

Xが水素であり；R³がC₁₁アルキル基であり；nが1である、請求項23に記載の防水剤組成物。

【請求項26】

Xが水素であり；

Yが、



30

又はその鏡像異性体であり；

R³がC₁₇アルキル基であり；

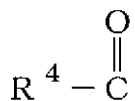
xが2である；

請求項23に記載の防水剤組成物。

40

【請求項27】

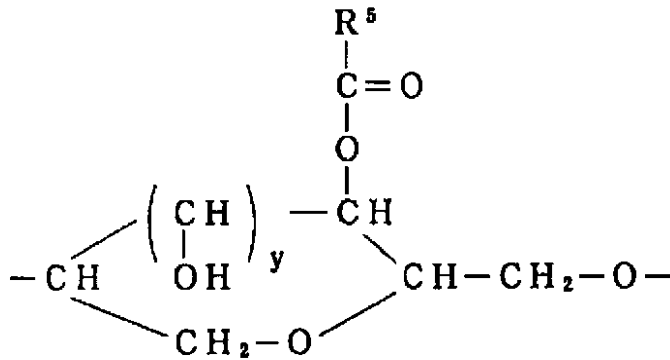
Xが、水素又は



であり；

50

Y が、



10

又はその鏡像異性体であり；

R³、R⁴、及びR⁵が、夫々C₁₋₇アルキル基であり；

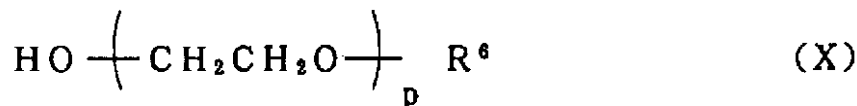
yが1であり；

然も、任意に、殺生物に有効な量の少なくとも一種類のC₁₋₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈₋₂₀アルキル第四級アンモニウム組成物、溶媒、又はそれらの組合せを含有する、請求項23に記載の防水剤組成物。

20

【請求項28】

式：



(式中、R⁶は飽和又は不飽和、置換又は非置換、断続又は非断続C₆₋₃₀基であり；

30

pは、1~30の整数である。)

を有する防水剤組成物であって、任意に、殺生物に有効な量の少なくとも一種類のC₁₋₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈₋₂₀アルキル第四級アンモニウム組成物、溶媒、又はそれらの組合せを含有する防水剤組成物。

【請求項29】

R⁶がC₁₋₈アルキル基又はp-ノニルフェニルであり、pが4である、請求項28に記載の防水剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

40

本発明は、水酸化C₁₋₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈₋₂₀アルキル第四級アンモニウム組成物〔水酸化クオット(quat)〕を、対応する塩化第四級アンモニウムを出発材料として用いた間接合成法により製造することに関する。水酸化ジC₈₋₁₂アルキル第四級アンモニウムは、表面活性剤及び殺生物剤として木材防腐剤系に有用である。これらの木材防腐剤系は、金属を含まないのが好ましい。

本発明は、炭酸C₁₋₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈₋₂₀アルキル第四級アンモニウム組成物〔炭酸クオット〕を、対応する塩化第四級アンモニウムから間接合成することにも関する。炭酸ジC₈₋₁₂アルキル第四級アンモニウム組成物は、表面活性剤及び殺生物剤として木材防腐剤系に特に有用である。

本発明は、更に表面活性剤及び殺生物剤として金属を含まない木材防腐剤系に有用な力

50

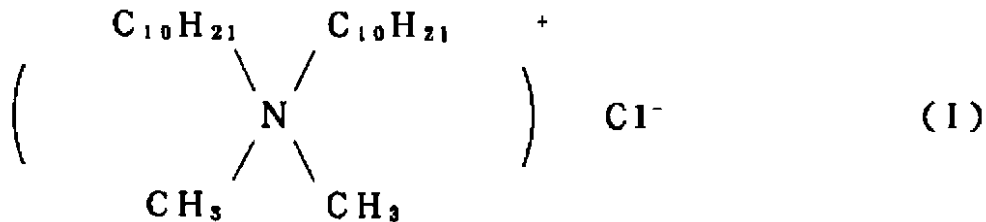
ルボン酸ジC₈～C₁₂アルキル第四級アンモニウム（一種又は多種）〔カルボン酸クオット（一種又は多種）〕及び硼酸ジC₈～C₁₂アルキル第四級アンモニウム（一種又は多種）〔硼酸クオット（一種又は多種）〕に関する。これらの木材防腐剤系は、浸出されにくい。更に、本発明は、カルボン酸又は硼酸C₁～C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈～C₂₀アルキルクオットを、対応する塩化第四級アンモニウムから合成することに関する。

更に、本発明は、防水性木材防腐剤組成物に関する。脂肪酸のポリヒドロキシル又はポリエーテルヒドロキシルエステル及びポリエーテルヒドロキシドは、木質基材のための防水剤として有用であることが判明している。更に、これらの防水剤を第四級アンモニウム組成物及び溶媒と一緒にしたものは、防水性木材防腐剤組成物として有用である。好ましい第四級アンモニウム組成物には、C₁～C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈～C₂₀アルキル第四級アンモニウムの塩化物、水酸化物、炭酸塩、カルボン酸塩、又は硼酸塩が含まれる。

【背景技術】

【0002】

第四級アンモニウム化合物（クオット）、特に塩化ジデシルジメチルアンモニウム（DDAC）：



は、一般に木材防腐剤として用いられている。なぜなら、それらは、一般に用いられている酸性銅/クロム/砒素溶液（CCA）又はアンモニア性銅・砒素塩溶液防腐剤の性質と同様な、菌類及びシロアリに対する抵抗性、強度低下を起こしにくい性質、及び電気的感応性を抑制する性質を有するからである。Proc. of the Am. Wood Pres. Assoc., 80 : 191 - 210 (1984) 参照。塩化クオットは潜在的に危険な重金属を含まないが、塩化ジデシルジメチルアンモニウムは土壤中です速に浸出し〔ニコラス(Nicholas)その他、Forest Prod. J., 41 : 41 (1991)〕、従って、銅塩と結合させる必要がある。

フィンドレイ(Findlay)その他による米国特許第4,929,454号明細書には、第四級アンモニウム化合物と、亜鉛及び銅の少なくとも一方を含浸させることにより木材を防腐する方法が記載されており、この場合クオット陰イオンは、水酸化物イオン、塩化物イオン、臭化物イオン、硝酸イオン、硫酸水素イオン、酢酸イオン、炭酸水素イオン、炭酸イオン、蟻酸イオン、硼酸イオン、及び脂肪酸イオンからなる群から選択されている。これらのクオットは潜在的に危険な重金属を含まない点で、一般に用いられている酸性銅/クロム/砒素溶液（CCA）又はアンモニア性銅・砒素塩溶液防腐剤よりも環境及び安全性の上で明確な利点を有する。フィンドレイその他によるクオットは、それらを比較的不溶性にし、処理した物質からそれらが浸出しないようにするため、銅又は亜鉛を必要とする。上記配合物中に銅又は亜鉛を用いると、依然として環境及び腐食問題を生ずることがある。

更に、塩化ジデシルジメチルアンモニウムは、木材の表面に優先的に吸収され易く、全基材を均一に処理することができない。最終的にDDAC処理された木材は、光に曝すと表面腐食を示すか、或は老化する。プレストン(Preston)その他、Proc. Am. Wood Pres. Assoc., 83 : 331 (1987) 参照。

【0003】

10

20

30

40

50

細菌、菌類、及び藻類に対する種々の塩化クオットの殺生物活性度が、「陽イオン性表面活性剤」(Cationic Surfactants) [E . ユンゲルマン(Jungerman) 編集、マーセル・デッカー社(Marcel Dekker, Inc.)、1969年] 第56頁~第57頁に表示されている。ニコラス(Nicholas)による「防腐剤と木材との相互作用」(Interaction of Preservatives with Wood)、Chemistry of SolidWood、化学の進歩シリーズ(Advances in Chemistry Series) # 207 [ポウエル(Powell) 編集、A . C . S .、1984年] には、ジデシルジメチルアンモニウム化合物、特にDDACは有力な殺生物剤であることを認めている。プレストン [J. A. O. C. S. 60 : 567 (1983)] は、 $C_{10} \sim C_{12}$ アルキル基を有するジアルキルジメチル化合物で菌類に対する最大の毒性が示されることを是認し、示唆している。ブッチャー(Butcher) その他(Chem Abstracts No. 91 : 152627b) は、酸又は塩基の存在がジデシルジメチルアンモニウムクオットの活性度に影響を与えることがあることを示唆している。

10

酢酸ジデシルジメチルアンモニウムは、Chem Abstracts No. 97 : 9175で、酸化のための相移動触媒として用いられている。Chem Abstracts No. 109 : 124403xでは、イソプロパノール中でジデシルメチルアミンをグルコン酸及びエチレンオキシドと一緒にオートクレーブにかけることにより

$(C_{10}H_{21})_2CH_3N^+(CH_2)_2O^-$ + グルコン酸基⁻ を生成させることにより木材防腐剤を製造しているが、Chem Abstracts No. 103 : 109954fでは、塩化ベンジルアンモニウムとグルコン酸クロロヘキシデンとを交換することにより消毒剤溶液を製造している。

20

式、 $R^1N^+R^2R^3R^4X^-$ (式中、 R^1 、 R^2 、又は R^3 の少なくとも一つは $C_8 \sim C_{30}$ アルキル又はアルケニル基であり、 R^1 、 R^2 、又は R^3 の残りはメチル、エチル、 CH_2Ph 又は4-ピリジル-メチルであり； R^4 はメチル又はエチルであり； X は C_7 以上の疎水性基を有する酸の陰イオンである)の第四級アンモニウム化合物を含む殺菌剤組成物が、Chem Abstracts No. 113 : 154360f及びNo. 113 : 153776jに記載されている。Chem Abstracts No. 112 : 79768uには、式、 $R^1R^2R^3R^4N^+X^-$ (式中、 R^1 、 R^2 、及び R^3 はメチル、エチル、ベンゾイル、4-ピリジノメチルであり、少なくとも一つは $C_8 \sim C_{30}$ アルキル又はアルケニルであり； R^4 はメチル又はエチルであり； X は C_7 以上の疎水性基を有する酸の対陰イオンである)の化合物が記載されている。ジメチルジデシルアンモニウム ドデシルベンゼンスルホネートは、さび病を起こすことなく木材に長期間の防腐性を与えることが示されているが、同じ化合物の塩化物塩はさび病を起こすことが示されている。

30

パットン(Patton)その他による米国特許第5,004,760号明細書には、ジデシルジメチルアンモニウム ポリ(エチレン/アセテート)等のような種々のカルボン酸ジアルキルジメチルアンモニウムを配合した重合発泡体が記載されている。

【0004】

第四級アンモニウム化合物(クオット)は、典型的には、次の反応によって製造される：

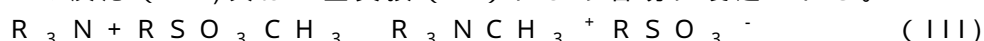


(式中、 X はハロゲン、硫酸基、スルホ化合物等である)。 R^1 、 R^2 、 R^3 、又は R^4 の少なくとも一つが C_{12} 以上である場合、生成物は不活性石鹼である。不活性石鹼の多くは、細菌、菌類、藻類、及び関連する生物に対し殺生物活性を有する。

40

上の反応(II)は、反応物 R^4X によって限定される。なぜなら、 R^4 は第三級アミンと反応するはずだからである。例えば、塩化メチル($R^4X = CH_3Cl$)は100より低い温度で第三級アミンと反応して第四級化合物 $R_3N^+CH_3Cl^-$ を生ずるが、メタノール又は酢酸メチル($R^4X = CH_3OH$ 又は CH_3COOCH_3)は、同じ反応条件下で反応しない。

スルホ基を有する一般的第四級アンモニウム化合物は、サルフェート化合物と第三級アミンとの反応(III)又は二重交換(IV)により容易に製造される。



50



もしトリメチルアミンを二酸化炭素及びメタノールと共に200より高い温度で85~95気圧で加熱すると、炭酸クオット、炭酸ビス-テトラメチルアンモニウムが生成する。「工業的有機窒素化合物」(Industrial Organic Nitrogen Compounds)〔アッスル(Astle)編集、レインホルド社(Reinhold Inc.)、1961年〕第66頁。しかし、この反応はメチル化合物に限定されている。なぜなら、ホフマン脱離反応により高級同族体がオレフィンへ分解するからである。

「有機反応」(Organic Reactions) II〔クリーゲル出版社(Krieger Publishing Co.)、1975年〕第5章、第377頁参照。

Chem Abstracts 110:212114(1989)は、炭酸ジメチルをメタノール中でトリエチルアミンと115で加圧下で12時間反応させると、炭酸メチルエステルクオットが生成することを示唆している。

Chem Abstracts 114:24824(1991)には、6-ヒドロキシルヘキシルジメチルアミンが炭酸ジメチルと反応して炭酸エステルクオットを生ずることが記載されている。

【0005】

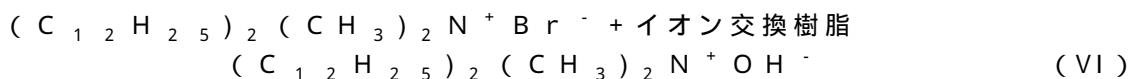
本発明の反応方式で中間体である水酸化第四級アンモニウム(水酸化クオット)は、沃化第四級アンモニウムと酸化銀との反応(V)により現在製造されている。



しかし、この反応はコストが高く、銀薬剤を回収することは困難である。「有機反応」(Organic Reactions) II(クリーゲル出版社、1975年)第5章、第376頁~第377頁参照。

オレフィン合成では、第四級塩を水性ナトリウム又はカリウムで処理し、次に熱分解して水酸化クオットを形成し、次にその水酸化クオットを直接分解することを示唆している。しかし、この方法では、水酸化クオットは分離されず、この製造条件は望ましくない。「有機反応」(Organic Reactions) II(クリーゲル出版社、1975年)第5章、第376頁~第377頁参照。

タルモン(Talmon)その他〔Science, 221, 1047(1983)〕は、臭化ジデシルジメチルアンモニウムを水酸化ジデシルジメチルアンモニウムへ転化するのにイオン交換樹脂を用いている(VI)。



しかし、3gの塩化第四級アンモニウムを対応する水酸化物に転化するのに、50mlのイオン交換樹脂及び二つの処理工程が必要である。タルモンその他は、水酸化クオットは酸と反応して異なった陰イオンを持つクオットを形成することができることを述べており、彼らは酢酸ジドデシルジメチルアンモニウム(DDDA)、蟻酸DDDA、プロピオン酸DDDA、酪酸DDDA、蔞酸DDDA、アクリル酸DDDA、酒石酸DDDA、安息香酸DDDA、及びオクタン酸DDDAを製造している。「有機合成」(Organic Synthesis)、全集第VI巻(JohnWiley Inc.、1988年)第552頁;ブラッディー(Brady)その他、J. Am. Chem. Soc., 106:4280-4282(1984);ブラッディーその他、J. Phys. Chem., 90:9, 1853-1859(1986);ミラー(Miller)その他、J. Phys. Chem., 91:1, 323-325(1989);ラドリンスケ(Radlinske)その他、Colloids and Surfaces, 46:213-230(1990)参照。

Chem Abstracts No. 75:119170Uでは、グルコン酸ジステアリルジメチルアンモニウムをイオン交換及びその後の有機酸との反応により製造している。ミラーその他〔Langmuir, 4:1363(1988)〕は、臭化物からイオン交換により酢酸ジテトラデシルジメチルアンモニウムを製造している。

別法として、水酸化第四級アンモニウム組成物は、電気化学セル中でハロゲン化クオットをセル間の特別な陽イオン交換隔膜を用いて処理することにより製造されてきた。水酸

10

20

30

40

50

化クオットは一方の電極に集まり、ハロゲン化物イオンが他方の電極に集まる。水酸化クオット、 $R^1 R^2 R^3 R^4 N^+ OH^-$ (式中、R基は $C_1 \sim C_4$ である)をカルボン酸で処理し、非対称的クオットを作り、それをキャパシタ駆動電解質として用いている。特開平2-106,915号公報及びアワタ(Awata)その他、Chemistry, Letters, 371 (1985)参照。アワタその他は、カソードセル中にカルボン酸を入れ、水酸化テトラエチルアンモニウムと、それが形成された時、反応させている。

【0006】

特開平1-172,363号公報には、トリエチルアミンと硫酸ジエチルとを反応させ、得られたクオットを硫酸と共に加熱して硫酸クオットを生成させ、その硫酸クオットを水酸化バリウムと反応させて短鎖クオット、水酸化テトラエチルアンモニウム、及び硫酸バリウムを生成させることにより、比較的低い収率で水酸化テトラエチルアンモニウムを製造することを記載している。

10

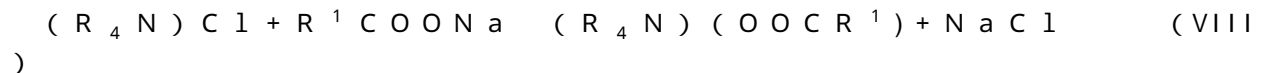
ブッシュ(Bush)その他によるフランス特許第1,518,427号では、イオン交換により製造された水酸化 $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムを強塩基として用いて動物組織を消化している。

アクゾ(Akzo)は、水性媒体中、塩化ジデシルジメチルアンモニウムのような塩化第四級アンモニウムに金属水酸化物を添加すると、塩化第四級アンモニウムと水酸化第四級アンモニウムとの平衡混合物を与える結果になる(VII)ことを開示している。この反応は、溶媒としてイソプロパノールを用いることにより右へ移行させることができる。

20



アクゾは、更に塩化第四級アンモニウムに石鹼を添加するとカルボン酸第四級アンモニウムを生ずることを開示している(VIII)。



ジョーダン(Jordan)その他による米国特許第3,281,458号明細書は、フミン酸ジオクタデシルジメチルアンモニウム、フミン酸ジタロージメチルアンモニウム、フミン酸ジペンタデシルジメチルアンモニウム、及びフミン酸ジドデシルジメチルアンモニウムを、フミン酸、亜炭、水酸化ナトリウム水溶液、及び塩化クオットを反応させることにより製造することを開示している。

30

最後に、ナカマ(Nakama)その他によるJ. A. C. O. S., 67:717 (1990)には、陰イオン及び陽イオン表面活性剤、特にラウリン酸ナトリウムと塩化ステアリルトリメチルアンモニウムとの相互作用が報告されているが、リンダーボルグ(Linderborg)による米国特許第4,585,795号明細書には、或る殺生物性有機酸、塩化第四級アンモニウム、及び塩化アルキル-ピリジニウムの相乗的混合物を、サプステイン(sapstain)菌類及びカビに対する木材の短期保護のための抑制剤として用いることが記載されている。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

40

【0007】

結局、木質基材を効果的に処理するために、潜在的に危険な金属添加物を必要としない第四級アンモニウム化合物を製造する安全で効果的な都合のよい方法を開発する努力が行われてきた。

【課題を解決するための手段】

【0008】

今度、有用な水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウムを、特定の第四級塩化物及び金属水酸化物から製造することができることが分かった。

更に、有用な炭酸 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アル

50

キル第四級アンモニウムを、特に、塩化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウムから、水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム中間体を経て間接合成することにより製造することができることが発見された。更に、炭酸 $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムクオットは、それらが特に、一般に用いられている金属安定化剤即ちカップラー、砒素、クロム、銅、及び亜鉛、又はそれらの組合せを用いることなく、向上した難浸出性を有するので、木材防腐剤系に有用であることが発見された。

更に、カルボン酸及び(又は)硼酸ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムは、金属を含まない木材防腐剤系に配合することができる。カルボン酸 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキルクオット、特に上記カルボン酸ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキルクオットは、塩化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム〔塩化クオット(一種又は多種)〕出発材料から、水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム及び炭酸 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム中間体を通る間接合成、又は直接合成を含めた種々の方法により製造することができる。硼酸 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキルクオット、特に上記硼酸ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキルクオットは、水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム出発材料から種々の方法により製造することができ、その出発材料は上で述べたように、対応する塩化クオットから製造することができる。上記方法により製造されるものを含めた炭酸及び(又は)硼酸ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキルクオットは、それらが特に、一般に用いられている金属安定化剤即ちカップラー、砒素、クロム、銅、及び亜鉛、又はそれらの組合せを用いることなく、向上した難浸出性を有するので、木材防腐剤として有用である。

しかし、第四級アンモニウム化合物は、湿潤条件下で木材から移動又は浸出するのが典型的である。普通の防水組成物は、工業的に典型的に用いられている第四級アンモニウム化合物とは相容性を持たないことが判明しており、従って、それらはこれらのクオットの浸出を防ぐためには一般に用いられていない。

典型的な防水剤は、ワックス、低分子量ポリオレフィン、又はその炭化水素溶媒に入れた分散物又は溶液である。しかし、本発明で有用なものを含めた第四級組成物は、水に可溶性であるのが典型的である。一般に、それらは典型的な防水剤溶媒系には不溶性で、乳化又は分散した防水剤と両立しない。

今度、ここに記載した方法により製造されるものを含めた、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル、特にジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムの水酸化物、炭酸塩、カルボン酸塩、及び硼酸塩は、新しく発見された脂肪酸のポリヒドロキシル又はポリエーテルヒドロキシルエステル、又はポリエーテルヒドロキシド防水剤との相容性を有する。防水剤、又は防水剤とここに記載したクオットとから調製された防水性木材防腐剤系は、向上した難浸出性を示し、強力な、下地、工業製木工品用途に対する防水基準を満たす。

【0009】

〔発明の開示〕

水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム、特に水酸化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムを製造するための、特定の溶媒の選択を含めた高収率の方法が発見された。生成物収率は、反応物の量を調節することにより更に向上させることができる。これらの水酸化クオット及びそれから製造された木材防腐剤組成物は、木質基材に適用することができ、その基材からの浸出は比較的些細なものである。

本発明の方法は、二つの反応物、塩化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム、好ましくは塩化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムと、金属水酸化物とを、 $C_1 \sim C_4$ 直鎖アルコールを含む溶媒中で反応させることを含む。金属水酸化物反応物の量は、水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリー

10

20

30

40

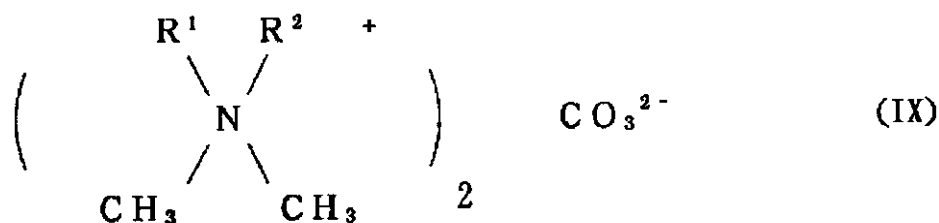
50

ル置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム及び金属塩化物を生成するのに十分な量である。この量は、少なくとも化学量論的量であるのが好ましい。

また、本発明の目的とするものは、好ましくは金属を含まず、殺生物に有効な量の少なくとも一種類の水酸化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキルアンモニウム及び溶媒を含む木材防腐剤組成物である。水酸化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムは、上記方法により製造されるのが好ましい。

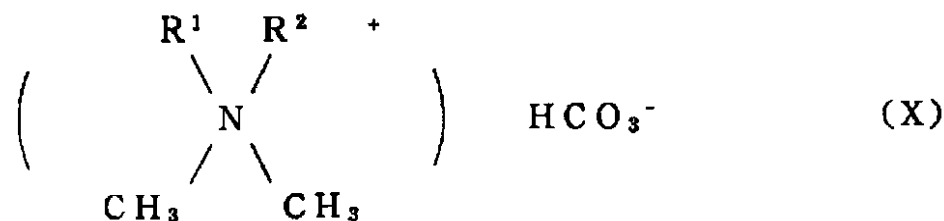
更に、本発明の目的とするものは、木質基材を防腐するための方法である。従って、その基材をこれらの木材防腐剤組成物で処理する。

式：



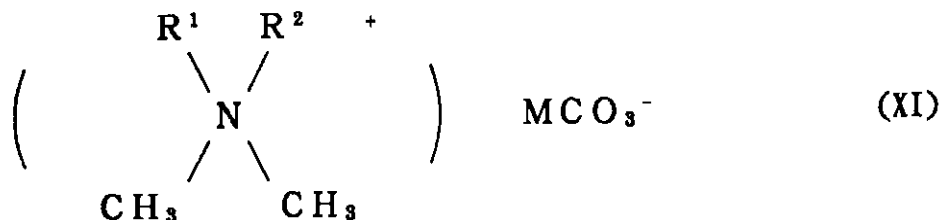
(式中、 R^1 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル基であり、 R^2 は、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル基であり、好ましくは R^1 は R^2 と同じであり、 R^1 は $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基である。)

を有する炭酸第四級アンモニウム、及び対応する炭酸水素第四級アンモニウム：



(式中、 R^1 は、上述のものと同じか又は異なる $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル基であり、 R^2 は、上述のものと同じか又は異なる $C_8 \sim C_{20}$ アルキル基であり、好ましくは R^1 は R^2 と同じであり、 R^1 は $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基である。)

及び(又は)対応する炭酸金属第四級アンモニウム：



(式中、 R^1 は、同じか又は異なる $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル基であり、 R^2 は、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル基であり、好ましくは R^1 は R^2 と同じであり、 R^1 は $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基であり、Mは、一価、二価、又は三価の金属であり、好ましくは一価の金属であり、最も好ましくはアルカリ金属である。)

は、二つの反応物、(a)塩化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム、好ましくは塩化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムと、(b)金属水酸化物とを、 $C_1 \sim C_4$ 直鎖アルコールを含む溶媒中で反応さ

10

20

30

40

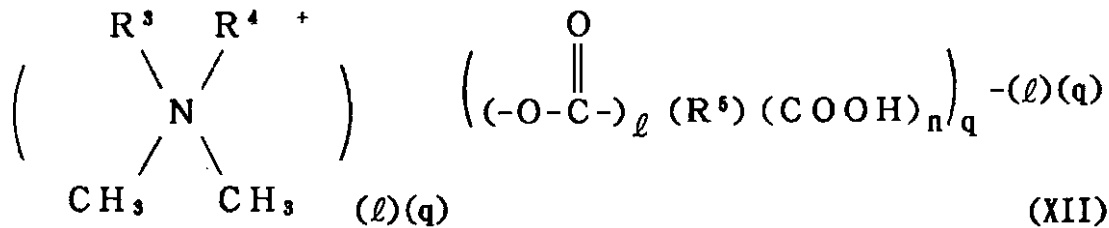
50

せることにより製造する。金属水酸化物反応物の量は、対応する水酸化 C₁ ~ C₂₀ アルキル又はアリアル置換、C₈ ~ C₂₀ アルキル第四級アンモニウム、好ましくは対応する水酸化ジ C₈ ~ C₁₂ アルキル第四級アンモニウム、金属塩化物、及び任意に未反応金属水酸化物を生ずるのに十分な量である。得られる水酸化第四級アンモニウム及び未反応金属水酸化物を、次に二酸化炭素と反応させて、対応する炭酸第四級アンモニウム、任意に対応する炭酸水素第四級アンモニウム、及び任意に対応する炭酸金属第四級アンモニウム、又はそれらのいずれかの組合せ、及び任意に金属炭酸塩を生成させる。

【0010】

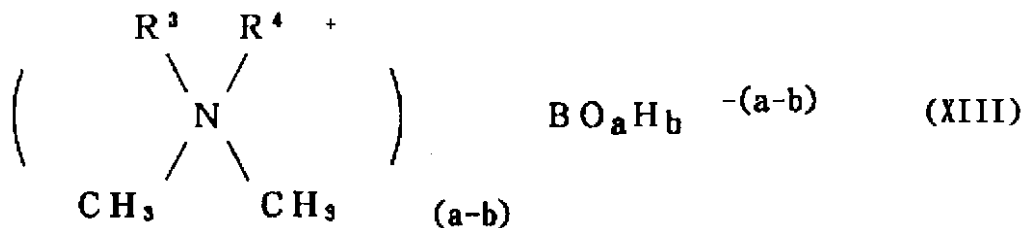
更に、本発明の目的とするものは、木質基材を防腐するための方法である。従って、基材を、(a) 殺生物に有効な量の少なくとも一種類の上記炭酸ジ C₈ ~ C₁₂ アルキル第四級アンモニウム化合物又は組成物、好ましくは上記方法により製造されたもの、及び (b) 溶媒からなる、金属カップラーを含まない木材防腐剤組成物で処理する。

(a) 殺生物に有効な量の、(i) 少なくとも一種類の、式：



[式中、R³ は、C₁ ~ C₂₀ アルキル又はアリアル置換アルキル基であり；R⁴ は、C₈ ~ C₂₀ アルキル基であり、好ましくは R³ と R⁴ は同じ C₈ ~ C₁₂ アルキル基であり；R⁵ は置換又は非置換、断続又は非断続 C₁ ~ C₁₀₀ 基であり；ℓ 及び q は、独立に 1、2、又は 3 であり、(ℓ)(q) は 1、2、又は 3 であり；n は 0 又は 1 ~ 50 の整数である。]

を有するカルボン酸ジ C₈ ~ C₁₂ アルキル第四級アンモニウム；(ii) 少なくとも一種類の、式：



(式中、R³ 及び R⁴ は上で定義した通りであり、a は 2 又は 3 であり、a が 2 の時、b は 0 又は 1 であり、a が 3 の時、b は 0、1、又は 2 である。)

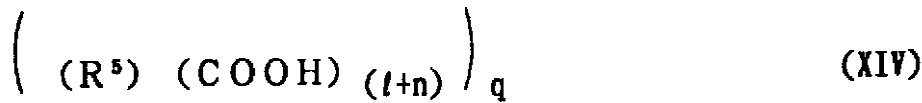
を有する硼酸ジ C₈ ~ C₁₂ アルキル第四級アンモニウム；又は (iii) (i) 及び (ii) の組合せ；及び

(b) 溶媒、

からなる木材防腐剤組成物も与えられる。

これらのカルボン酸クオットは、間接又は直接合成により製造するのが好ましい。間接合成は、二つの反応物、塩化 C₁ ~ C₂₀ アルキル又はアリアル置換アルキル、C₈ ~ C₂₀ アルキル第四級アンモニウム、好ましくは塩化ジ C₈ ~ C₁₂ アルキル第四級アンモニウムと、金属水酸化物とを、C₁ ~ C₄ 直鎖アルコールを含む溶媒中で反応させることを含む。金属水酸化物反応物の量は、水酸化 C₁ ~ C₂₀ アルキル又はアリアル置換アルキル、C₈ ~ C₂₀ アルキル第四級アンモニウム〔水酸化クオット(一種又は多種)〕；

好ましくは水酸化ジC₈ ~ C₁₂アルキル第四級アンモニウム；金属塩化物；及び任意に未反応金属水酸化物を生ずるのに十分な量である。得られた水酸化第四級アンモニウム及び未反応金属水酸化物を、次に二酸化炭素と反応させて炭酸C₁ ~ C₂₀アルキル又はアリアル置換アルキル、C₈ ~ C₂₀アルキル第四級アンモニウム、好ましくは炭酸ジC₈ ~ C₁₂アルキル第四級アンモニウム；及び任意に金属炭酸塩を生成させる。得られた炭酸第四級アンモニウムを、式

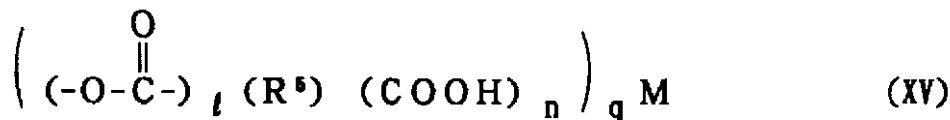


10

(式中、R⁵、l、n、及びqは上で定義した通りである。)

を有するカルボン酸(一種又は多種)と反応させ、カルボン酸クオットを生成させる。

別法として、直接合成法は、塩化C₁ ~ C₂₀アルキル又はアリアル置換アルキル、C₈ ~ C₂₀アルキル第四級アンモニウム、好ましくは塩化ジC₈ ~ C₁₂アルキル第四級アンモニウムと、式：



20

(式中、R⁵及びnは上で定義した通りであり；Mは一価、二価、又は三価の金属であり；l及びqは独立に1、2、又は3であり；(l)(q)は、Mが一価の時1であり、Mが二価の時2であり、Mが三価の時3である。)

を有する少なくとも一種類の金属カルボン酸塩と反応させることを含む。

これらの硼酸クオットは上記水酸化クオットを硼酸と反応させる水酸化物/硼酸塩合成により製造するのが好ましい。

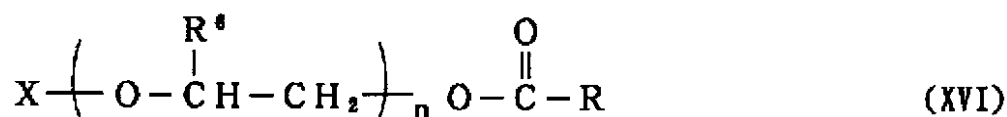
【0011】

30

更に本発明の目的とするものは、木質基材を防腐する方法である。従って、その基材を、上記炭酸及び(又は)硼酸ジC₈ ~ C₁₂アルキル第四級アンモニウム木材防腐剤組成物を含む木材防腐剤組成物、好ましくは上記方法により製造されたカルボン酸クオット及び(又は)硼酸クオットを含むもので処理する。

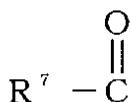
防水剤組成物を与える。これらの防水剤は、

(A)式：



40

(式中、Xは、水素又は



であり；

R及びR⁷は、独立に飽和又は不飽和、置換又は非置換、断続又は非断続C₉ ~

50

C₅₀ 基であり；

R⁶ は、水素又はメチル基であり；そして

n は 1 ~ 10 の整数である。）

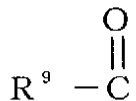
を有する組成物、

(B) 式：



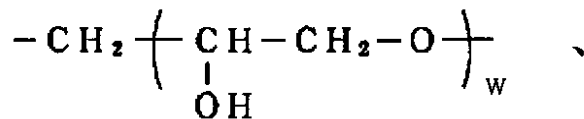
10

(式中、X は、水素又は



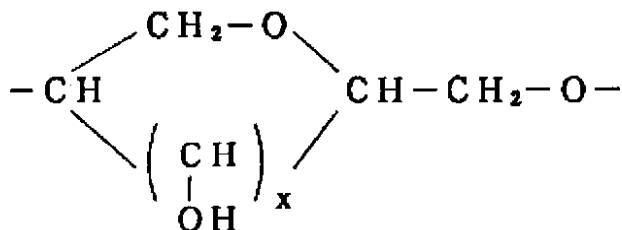
であり；

Y は、置換又は非置換



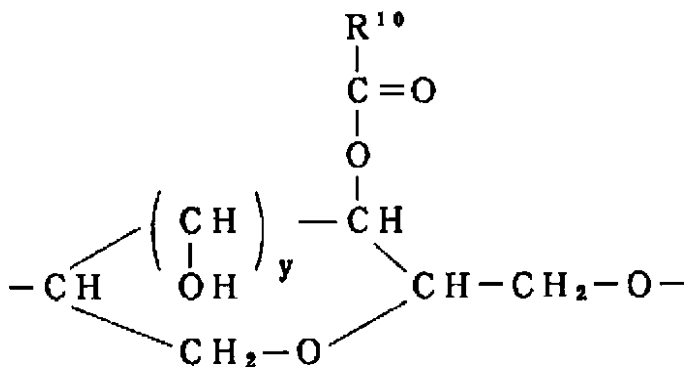
20

置換又は非置換



30

又はその鏡像異性体、又は置換又は非置換



40

又はその鏡像異性体であり、

R⁸、R⁹、及び R¹⁰ は、独立に飽和又は不飽和、置換又は非置換、断続又は

50

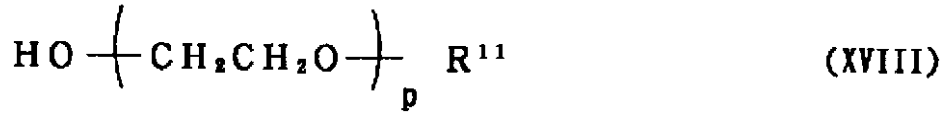
非断続 $C_9 \sim C_{50}$ 基であり；

w は、1 ~ 10 の整数であり；そして

x 及び y は、0、1、又は 2 である。）

を有する組成物、

(C) 式：



10

(式中、 R^{11} は飽和又は不飽和、置換又は非置換、断続又は非断続 $C_6 \sim C_{30}$ 基であり；そして

p は、1 ~ 30 の整数である。)

を有する組成物、又は

(D) 組成物 (A)、(B)、及び (C) の任意の組合せ、

を含む。

【0012】

更に本発明の目的とするものは、

(A) 防水性を向上させる量の、上記防水剤組成物 (A)、(B)、(C)、又は (D) のいずれか、及び

20

(B) 溶媒、

からなる防水剤組成物である。

好ましい態様として、

(A) 防水性及び相容性を向上させる量の、上記防水剤組成物、

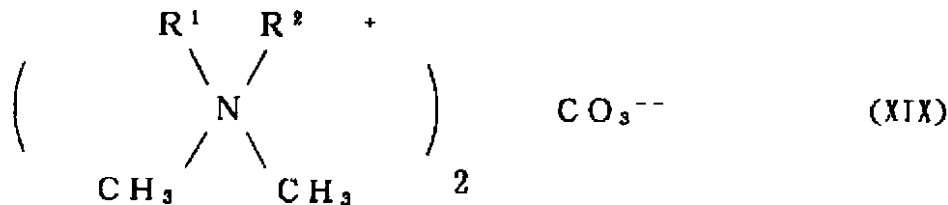
(B) 殺生物に有効な量の、少なくとも一種類の $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム組成物で、第四級アンモニウムの塩化物、水酸化物、炭酸塩、カルボン酸塩、硼酸塩、又はそれらの任意の組合せから選択された第四級アンモニウム組成物、及び

(C) 溶媒、

からなる防水剤木材防腐剤組成物が与えられる。

30

好ましい水酸化クオットは、水酸化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムである。好ましい炭酸クオットは、式：

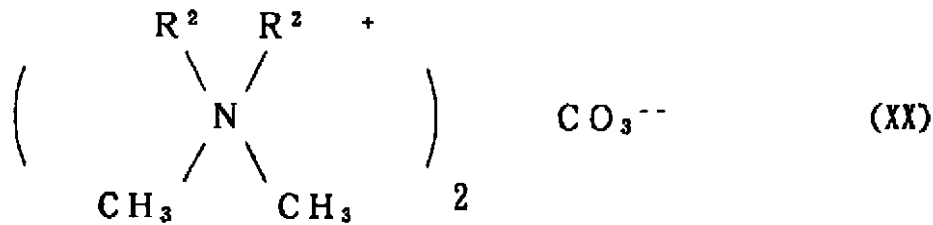


40

(式中、 R^1 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル基であり、 R^2 は、 $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基である)

を有するものであるか、又は

(a) 式：

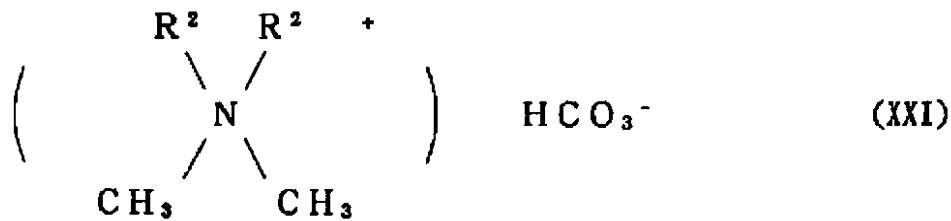


(式中、 R^2 は $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基である。)

10

を有する少なくとも一種類の炭酸ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウム、及び

(b)(1)式：

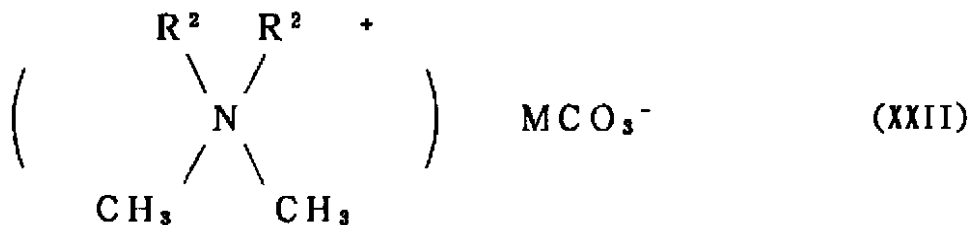


20

(式中、 R^2 は、(a)の場合と同じか又は異なる $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基である。)

を有する少なくとも一種類の炭酸水素ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウム、又は

(2)式：



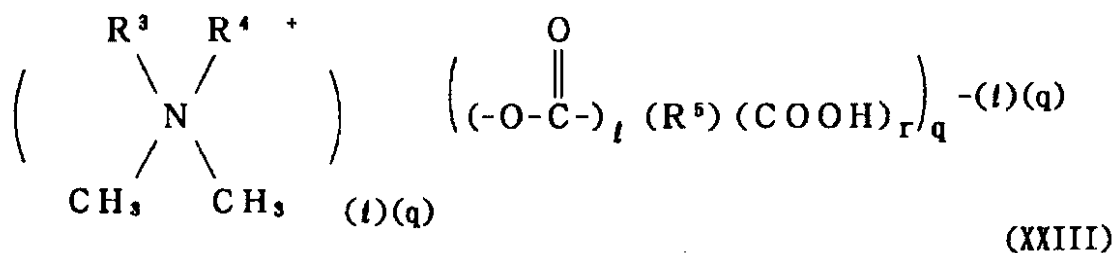
30

(式中、 R^2 は、(a)又は(b)の場合と同じか又は異なる $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基であり、Mは非銅金属である。)

を有する少なくとも一種類の炭酸金属ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウム、又は

(3)(b)(1)及び(b)(2)の組合せ、

の混合物である。好ましいカルボン酸第四級アンモニウムは、式：



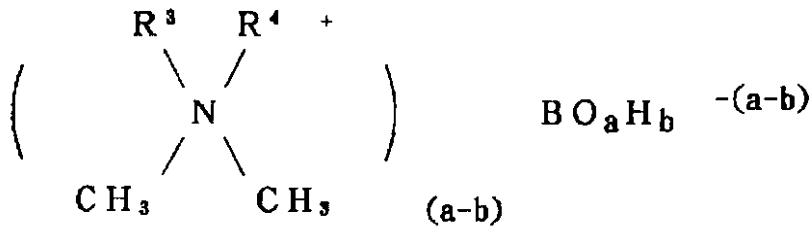
40

[式中、 R^3 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル基であり； R^4 は、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル基であり； R^5 は置換又は非置換、断続又は非断続 $C_1 \sim C_{100}$ 基

50

であり； l 及び q は、独立に 1、2 又は 3 であり、 (l) (q) は 1、2、又は 3 であり； r は 0 又は 1 ~ 50 の整数である。]

を有するものである。好ましい硼酸第四級アンモニウムは、式：



10

(式中、 R^3 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリーール置換アルキル基であり； R^4 は、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル基であり； a は 2 又は 3 であり、 a が 2 の時、 b は 0 又は 1 であり、 a が 3 の時、 b は 0、1、又は 2 である。)

を有するものである。

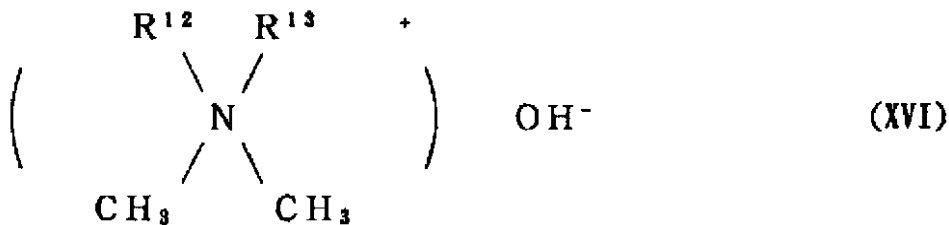
【0013】

更に別の態様として、木質基材を防水、又は防水及び防腐する方法を与え、この場合その基材を上記防水剤、又は防水性防腐剤組成物で処理する。

A. 水酸化第四級アンモニウム

20

どの水酸化第四級アンモニウムでも本発明で用いるのに適しているが、式：



30

(式中、 R^{12} は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリーール置換アルキル基であり、 R^{13} は、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル基であり、好ましくは R^{12} は R^{13} と同じであり、 R^{12} は $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基である。)

を有する水酸化第四級アンモニウム(水酸化クオット)が好ましい。

特に、 R^{12} がメチル、 C_8 アルキル、 C_9 イソアルキル、 C_{10} アルキル、 C_{12} アルキル、 C_{14} アルキル、 C_{16} アルキル、又はベンジル基であり； R^{13} が、 C_{10} アルキル、 C_{12} 、 C_{14} アルキル、又は C_{16} アルキル基である場合の水酸化クオットを挙げることができる。最も好ましい水酸化クオットは、 R^{12} 及び R^{13} が、 C_{10} アルキル基であり、最も好ましくは $n-C_{10}$ 基である場合の水酸化ジデシルジメチルアンモニウムである。

40

水酸化ジデシルジメチルアンモニウムは、アルコール 50 重量% / 水 50 重量% の溶媒中に入れた 70 ~ 80 重量% の溶液として観察すると、黄 / オレンジ色の液体である。この配合物は約 134 ° F の引火点を有し、リグニンのフェノール性 OH と反応する極めてアルカリ性の物質である。

本発明で有用な水酸化第四級アンモニウムは、下に例示する反応に従って製造するのが好ましい。

【0014】

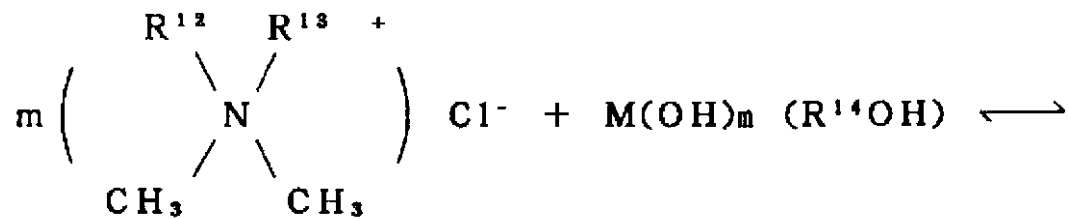
本発明の方法は、慣用的製造方法と比較した時、水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリーール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム、好ましくは水酸化 $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムを増大した収率で与える。塩化クオット塩と金属水

50

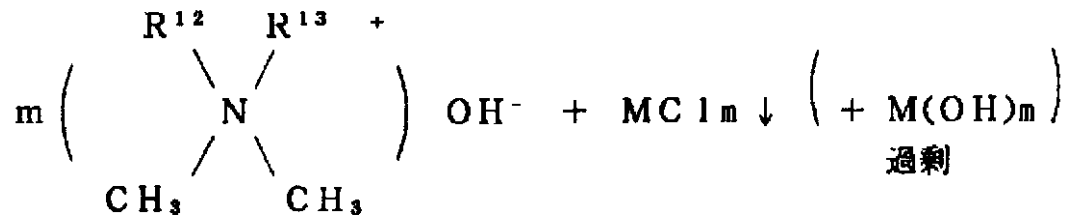
酸化物との水酸化第四級アンモニウム及び金属塩化物を生ずる反応は、平衡反応(VII)であるか、又は分岐鎖溶媒を使用することにより右の方へ移行させることができると今まで考えられてきたが、今度適当な反応物、反応媒体及び(又は)反応条件(反応物の量を含む)を選択することにより、反応を、前例のない一層多量の水酸化C₁~C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈~C₂₀アルキル第四級アンモニウムを生ずるように大きく平衡を移動させることができることが発見された。

本発明の方法は、種々の水酸化C₁~C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈~C₂₀アルキル第四級アンモニウム化合物を製造するのに用いることができるが、好ましい反応生成物クオットは、水酸化ジC₈~C₁₂アルキル第四級アンモニウム化合物である。最も好ましい水酸化クオットは、水酸化ジn-C₈~C₁₂アルキル第四級アンモニウム、水酸化ジデシルジメチルアンモニウム、及び水酸化ジ-n-デシルジメチルアンモニウムである。

10



20



(XXV)

30

式中、R¹²は、C₁~C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル基であり；R¹³は、C₈~C₂₀アルキル基であり；R¹⁴は、直鎖C₁~C₄アルキル基であり；Mは一価、二価、又は三価の金属であり；mは、Mが一価の時1であり、Mが二価の時2であり、Mが三価の時3である。好ましくは、R¹²はR¹³と同じであり、即ち、C₈~C₁₂アルキル基である。

【0015】

多くの塩化C₁~C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈~C₂₀アルキル第四級アンモニウムが反応物として適しているが、塩化ジC₈~C₁₂アルキル第四級アンモニウムが好ましく、塩化ジデシルジメチルアンモニウム、特に塩化ジ-n-デシルジメチルアンモニウムが最も好ましい。塩化クオット反応物のR¹²及びR¹³置換基の選択は、水酸化クオット生成物を決定する。

40

特に、R¹²がメチル、ブチル、C₈アルキル、C₉イソアルキル、C₁₀アルキル、C₁₂アルキル、C₁₄アルキル、又はベンジル基であり；R¹³が、C₁₀アルキル、C₁₂アルキル、C₁₄アルキル、又はC₁₆アルキル基である場合の方法を挙げることができる。

【0016】

金属水酸化物反応物は、一価、二価、又は三価の金属の水酸化物であり、好ましくは一価金属水酸化物、最も好ましくはアルカリ金属水酸化物、例えば、水酸化ナトリウム又は水酸化カリウムである。特に水酸化カリウムを挙げることができる。金属塩化物反応生成

50

物は沈澱し、容易に除去され、即ち濾過等により除去され、水酸化クオット / 溶媒反応生成物を生ずる。水酸化クオットは乾燥等によりそれから分離することができる。

反応は、 $C_1 \sim C_4$ 直鎖アルコールを含む溶媒中で行う。溶媒はエタノールであるのが好ましく、無水エタノールであるのが最も好ましい。

金属水酸化物反応物の量は、塩化第四級アンモニウム反応物に対し化学量論的量であるのが典型的である。従って、理論的根拠に基づき、もし反応が完了して平衡しなくなった時、反応の完了により過剰の金属水酸化物反応物が存在することはないであろう。實際上、化学量論的量の金属水酸化物反応物を用いた場合の収率は、約 65% ~ 約 95% の範囲であるが、或る程度特定の金属水酸化物反応物に依存して変化するのである。

収率は、約 2% ~ 約 20% 過剰の範囲の化学量論的に過剰の金属水酸化物を用いることにより、慣用的方法よりも更に改善することができる。過剰の金属水酸化物を用いた場合、収率は約 95% ~ 約 99% に増大し、この場合も上で述べたように変動する。

【0017】

未反応金属水酸化物は、水酸化クオット / 溶媒混合物中に溶解する。過剰又は未反応金属水酸化物は、反応が完了した後除去すべきであり、後の二酸化炭素との反応により沈澱させ、対応する金属炭酸塩を生成させるのが好ましい。その炭酸塩は水酸化クオット / 溶媒混合物に対し不溶性であり、容易に除去され、即ち、濾過等により除去される。別法として、金属が金属水酸化物の金属に相当する固体金属炭酸水素塩を添加し、水酸化クオット / 溶媒混合物とスラリーにしてもよい。その可溶性金属水酸化物は固体炭酸水素塩と反応して不溶性金属炭酸塩を生成する。金属炭酸塩は水酸化クオットと更に反応することはない。

これら水酸化クオットの製造で、成分の混合、添加、及び反応は、当業者に知られた慣用的手段により達成することができる。反応物又は溶媒の添加順序が工程に影響を与えることはない。反応物及び（又は）溶媒は、適当な反応容器中で順次又は同時に添加することができる。

反応物及び溶媒は、攪拌し、約 20 ~ 約 70 に加熱し、その温度に約 1 時間 ~ 約 5 時間の時間維持するのが典型的である。次に反応混合物を、先ず室温へ冷却し、次に約 0 に冷却し、そこで約 1 時間 ~ 約 2 時間維持する。沈澱した金属塩化物は、当分野で知られているように、即ち濾過などにより収集する。

別法として、反応物及び溶媒は僅かに上昇させた温度、即ち、約 20 ~ 約 40 で攪拌し、水酸化クオット / 溶媒混合物を生成させる。水酸化クオットは、上述のようにして分離することができる。

水酸化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウム、特に本発明の方法により製造されたものは、金属を含まない木材防腐剤組成物として配合することができる。これらの組成物は、殺生物に有効な量の少なくとも一種類の水酸化クオットと、水性及び非水性溶媒を含めた適当な溶媒とを含む。溶媒は、水、エタノールのような水性アルコール、アンモニウム水等、又はそれらのいずれかの組合せ（それらに限定されるものではない）を含めた水性溶媒であるのが好ましい。

【0018】

当業者に知られているように、異なった基材に適用するため、また異なった用途のため必要に応じ他の慣用的添加剤を添加してもよいが、金属安定化剤は不必要であり、実際、基材からのクオットの浸出を防ぐため奨められない。従って、板材、角材等のような木質基材を、上述の適当な溶媒中に希釈した上記水酸化クオット（一種又は多種）を含む防腐剤組成物で処理することができる。

基材を処理するのに用いる水酸化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムの量は、殺生物に有効な量であり、即ち、木の腐敗を起こす一種類以上の生物の成長を阻止し、或は殺し、樹液の汚染を防止し、或はそれらのいずれかの組合せを行うのに有効な量である。そのような生物には、白色腐食を起こす Trametes viride 又は Trametes versicolor ; 褐色腐食を起こす Goeophyllum trabeum ; 及び樹液汚染 / カビを生ずる Aspergillus niger が含まれるが、それらに限定されるものではない。

10

20

30

40

50

典型的には、木材防腐剤組成物は、クオットと溶媒とを一緒にしたものを100重量部として、約0.1～約5重量部の水酸化クオット、及び約95～約99.9重量部の溶媒からなる。最も好ましくは、本発明の木材防腐剤組成物は、同じ基準で、約1～約2重量部の水酸化クオットと、約98～約99重量部の溶媒とからなる。

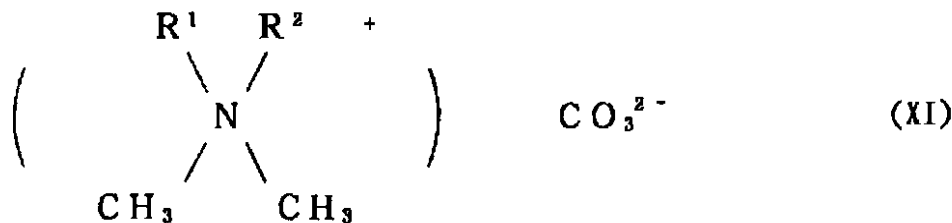
基材の処理は、拭い、浸漬、ブラシ掛け、加圧処理等（それらに限定されるものではない）を含めた当業者に知られているどのような方法によって達成してもよい。処理に必要な時間は、処理条件に従って変化し、その選択は当業者に知られている。

本発明の木材防腐剤組成物は、現在工業的に用いられている木材防腐剤よりも大きな難浸出性を示す。難浸出性は、殺生物に有効な量を保持する性質として定義され、好ましくは少なくとも約2重量%の水酸化クオットを、少なくとも100時間、好ましくは約350時間の長期間に亘って基材中に維持することとして定義する。特定の理論によって束縛されるものではないが、本出願人は、水酸化クオットが基材の木質マトリックスと反応又は錯体を形成し、それによって基材中に「固定」されると仮定している。また長鎖水酸化クオット及びそのようなクオットを含む木材防腐剤組成物は、処理された基材の防水性を向上させるものと考えられる。

【0019】

B. 炭酸第四級アンモニウム

どのような炭酸第四級アンモニウムでも本発明で用いるのに適しているが、好ましい炭酸クオットは、式：



式中、 R^1 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル基であり、 R^2 は、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル基であり、好ましくは R^1 及び R^2 は同じ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基である。) を有する。

特に、 R^1 がメチル、 C_8 アルキル、 C_9 イソアルキル、 C_{10} アルキル、 C_{12} アルキル、 C_{14} アルキル、 C_{16} アルキル、又はベンジル基であり； R^2 が、 C_{10} アルキル、 C_{12} アルキル、 C_{14} アルキル、又は C_{16} アルキル基である場合の炭酸クオットを挙げることができる。

最も好ましい炭酸クオットは、 R^1 及び R^2 が、 C_{10} アルキル基であり、好ましくは $n-C_{10}$ アルキル基である場合の炭酸ジデシルジメチルアンモニウムである。炭酸ジデシルジメチルアンモニウムは、70～80重量%の溶液として観察すると、黄/オレンジ色の液体であり、それは僅かにフルーツのような匂いを有する。この配合物は約160°Fの引火点を有し、カルボキシル含有化合物と反応する。

一種類以上のこれら炭酸クオット単独、又は対応する炭酸水素クオット（一種又は多種）及び（又は）金属炭酸塩（一種又は多種）、好ましくは炭酸カリウム塩と一緒にしたものは、本発明の防水剤木材防腐剤組成物として配合することができる。

炭酸クオットの安定性、特に熱安定性は水酸化クオットのそれよりも優れており、これら炭酸クオットを、濃縮及び更に一層の処理を行うための原料中間体として適したものにしている。

一種類以上のこれら炭酸クオット単独、又は対応する炭酸水素クオット（一種又は多種）及び（又は）金属炭酸塩（一種又は多種）、好ましくは炭酸カリウム塩と一緒にしたものは、金属カップラーを含まない木材防腐剤組成物として配合することができる。これら

の組成物は、殺生物に有効な量の少なくとも一種の炭酸クオット、及び水性溶媒及び非水性溶媒を含めた適当な溶媒を含有する。溶媒は、水、エタノール水溶液のような水性アルコール、アンモニア水等、又はそれらのいずれかの組合せ（それらに限定されるものではない）を含めた水性溶媒であるのが好ましい。

【0020】

当業者に知られているように、異なった基体へ適用するため、また異なった用途のため必要に応じ他の慣用的添加剤を添加してもよいが、金属安定化剤は不必要であり、実際、基材からのクオットの浸出を防ぐため奨められない。従って、板材、角材等のような木質基材を、上述の適当な溶媒中に希釈した上記炭酸クオット（一種又は多種）を含み、金属カップラーを含まない防腐剤組成物で処理することができる。

10

基材を処理するのに用いる炭酸ジC₈~C₁₂アルキル第四級アンモニウム（一種又は多種）の量は、殺生物に有効な量であり、即ち、木の腐敗を起こす一種以上生物の成長を阻止し、或は殺し、樹液の汚染を防止し、或はそれらの組合せを行うのに有効な量である。そのような生物には、白色腐食を起こす Tramete sviride 又は Trametes versicolor ; 褐色腐食を起こす Goephyllium trabeum ; 及び樹液汚染/カビを生ずる Aspergillus niger が含まれるが、それらに限定されるものではない。

典型的には、木材防腐剤組成物は、クオットと溶媒とを一緒にしたものを100重量部として、約0.1~約5重量部の炭酸クオット（一種又は多種）、約95~約99.9重量部の溶媒からなる。最も好ましくは、本発明の木材防腐剤組成物は、同じ基準で、約1~約2重量部の炭酸クオット（一種又は多種）と、約98~約99重量部の溶媒とからなる。

20

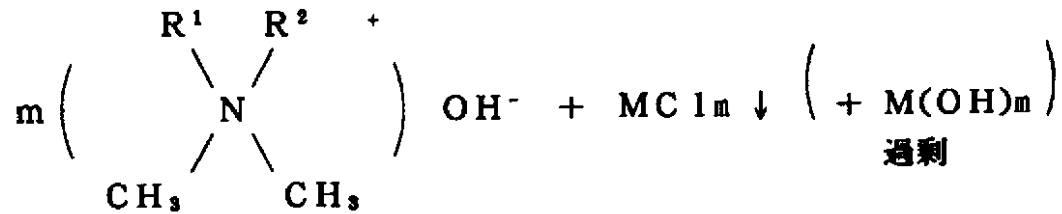
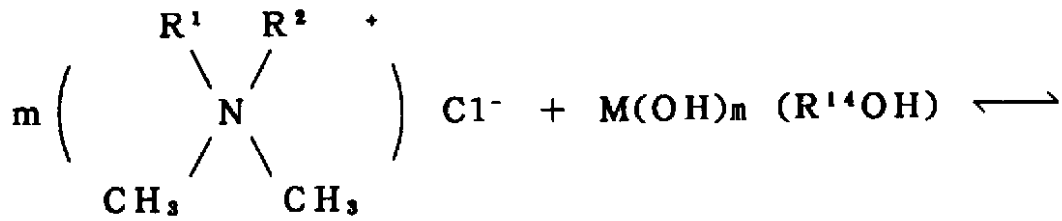
基材の処理は、拭い、浸漬、ブラシ掛け、加圧処理等（それらに限定されるものではない）を含めた当業者に知られているどのような方法によって達成してもよい。処理に必要な時間は、処理条件に従って変化し、その選択は当業者に知られている。

これらの金属カップラーを含まない防腐剤組成物は、現在工業的に用いられている木材防腐剤よりも大きな難浸出性を示す。難浸出性は、殺生物に有効な量を保持する性質として定義され、好ましくは少なくとも約2重量%の炭酸クオット（一種又は多種）を少なくとも100時間、好ましくは約350時間の長期間に亙って基材中に維持することとして定義する。特定の理論によって束縛されるものではないが、本出願人は、炭酸クオットが基材の木質マトリックスと反応又は錯体を形成し、それによって基材中に「固定」されると仮定している。また長鎖炭酸クオット（一種又は多種）及びそのようなクオットを含む木材防腐剤組成物は、処理された基材の防水性を向上させるものと考えられる。

30

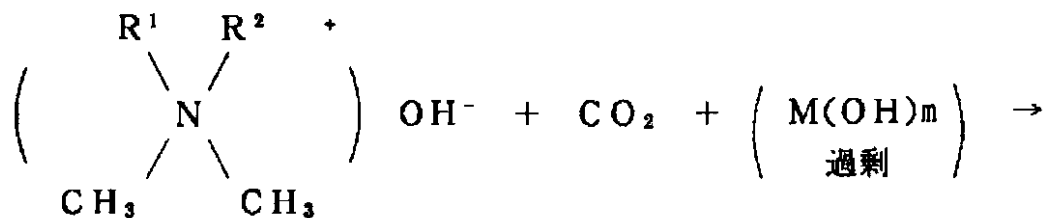
【0021】

或る炭酸クオットは種々の方法によって製造することができるが、本出願人は、種々の炭酸C₁~C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈~C₂₀アルキル第四級アンモニウム化合物、好ましくは炭酸ジC₈~C₁₂アルキル第四級アンモニウム化合物、最も好ましくは炭酸ジデシルジメチルアンモニウムを製造するのに用いることができる間接合成法を発見した。

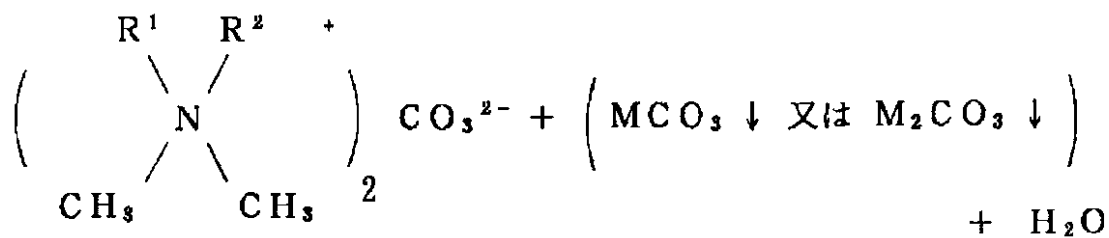


10

(XXVI)



20



30

(XXVII)

式中、 R^1 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル基であり； R^2 は、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル基であり；好ましくは R^1 は R^2 と同じであり、 R^1 は $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基であり； R^{14} は直鎖 $C_1 \sim C_4$ アルキル基であり； M は一価、二価、三価の金属であり、好ましくは一価金属であり、最も好ましくはアルカリ金属であり； m は、 M が一価の時1であり、 M が二価の時2であり、 M が三価の時3である。

40

塩化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム、好ましくは塩化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムを出発材料として用い、金属水酸化物と反応させて水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム中間体、好ましく、水酸化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウム中間体を生成させる。次にその水酸化クオット中間体（一種又は多種）及び過剰の金属水酸化物を二酸化炭素と反応させ、炭酸クオット（一種又は多

50

種)及び金属炭酸塩を生成させる。

多くの塩化ジC₈~C₁₂第四級アンモニウムは、中間体水酸化クオットを製造するのに適した反応物であり、上に記載してある。塩化クオット反応物のR¹及びR²置換基の選択は、水酸化クオット中間体、従って炭酸クオット生成物を決定する。

【0022】

金属水酸化物反応物も上に記載した通りである。

金属塩化物第一工程反応生成物は沈澱し、容易に除去され、即ち濾過等により除去され、水酸化クオット/溶媒反応生成物を生ずる。もし望むならば、水酸化クオットは乾燥等によりそれから分離することができる。

第一反応(XXVI)は、上に記載したように溶媒中で行い、金属水酸化物反応物の量は上に記載した通りである。

次に、水酸化クオットと未反応金属水酸化物とを少なくとも化学量論的当量の二酸化炭素と反応させ、炭酸第四級アンモニウム(一種又は多種)及び、もし未反応金属水酸化物が存在するならば、金属炭酸塩(一種又は多種)を生ずる。金属水酸化物の金属炭酸塩への転化は、二つの炭酸化の好ましい反応であり、一層迅速に進行する。金属炭酸塩は沈澱し、容易に分離することができ、即ち濾過等により分離することができ、適当な炭酸クオット(一種又は多種)又は炭酸クオット(一種又は多種)/溶媒反応生成物を残す。

炭酸化工程は、副生成物として炭酸水素クオット又は炭酸金属クオットも生ずることがある。炭酸クオット単独、又は炭酸水素クオット及び(又は)炭酸金属クオットとの組合せも、本発明の金属カップラーを含まない木材防腐剤組成物に用いるのに適している。これらの炭酸クオット又は炭酸/炭酸水素/炭酸金属組成物は、木質基材中で安定化するのに金属カップラーを必要としない。完全に金属を含まない木材防腐剤組成物が好ましい。しかし、もしその組成物中に炭酸金属クオットが含まれているならば、その金属はカップラーとして現在用いられている金属ではないのが好ましく、最も好ましくはアルカリ金属であり、環境又は腐食障害又は問題を起ささない。

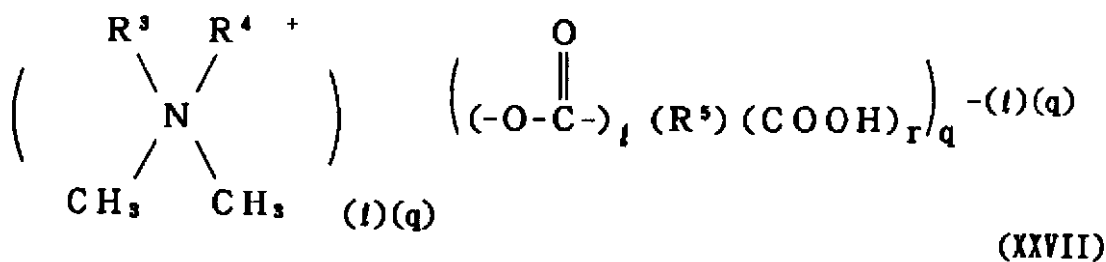
これらの炭酸クオットの製造で、成分の混合、添加、及び反応は、当業者に知られた慣用的手段により達成することができる。どの個々の工程でも反応物又は溶媒の添加順序が工程に影響を与えることはない。反応物及び(又は)溶媒は、適当な反応容器中で順次又は同時に添加することができる。例えば、金属水酸化物をアルコールに溶解し、得られた混合物を塩化クオットに添加してもよく、或は塩化クオットをアルコールに溶解し、金属水酸化物をその得られた混合物に添加してもよい。

二酸化炭素は、一般に金属塩化物沈澱物を分離した後、水酸化クオット/溶媒上澄み液を通して、当業者に知られた適当な期間気泡として通す。別法として、二酸化炭素は固体ドライアイスとして直接水酸化クオットへ添加してもよい。この時間は周囲温度で約0.5時間~約1時間の範囲にあるのが典型的である。沈澱した金属炭酸塩は、当分野で知られているように、即ち濾過などにより全て収集する。

【0023】

C. カルボン酸第四級アンモニウム

どのようなカルボン酸第四級アンモニウムでも本発明で用いるのに適しているが、好ましいカルボン酸クオットは、式：



10

20

30

40

50

[式中、 R^3 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル基であり； R^4 は、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル基であり；好ましくは R^3 及び R^4 は同じ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基であり； R^5 は置換又は非置換、断続又は非断続 $C_1 \sim C_{100}$ 基であり； l 及び q は、独立に1、2又は3であり、 $(l)(q)$ は1、2、又は3であり； r は0又は1～50の整数である。]

を有する。

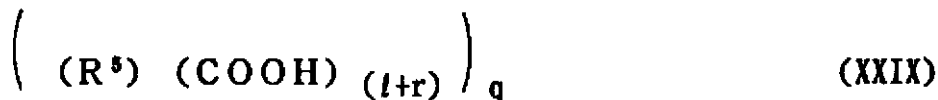
特に、 R^3 がメチル、 C_8 アルキル、 C_9 イソアルキル、 C_{10} アルキル、 C_{12} アルキル、 C_{14} アルキル、又はベンジル基であり； R^4 が、 C_{10} アルキル、 C_{12} アルキル、 C_{14} アルキル、又は C_{16} アルキル基である場合のカルボン酸クオットを挙げることができる。最も好ましいカルボン酸クオットは、 R^3 及び R^4 が C_{10} アルキル基であり、最も好ましくは $n-C_{10}$ アルキル基であるカルボン酸ジデシルジメチルアンモニウムである。

10

好ましいカルボキシル陰イオンは、飽和又は不飽和モノ-又は、ジ-又はトリ-カルボン酸（それらに限定されるものではない）を含めたポリ-カルボン酸、特に $C_1 \sim C_{20}$ カルボン酸、又はそれらの無水物から誘導される。 R^5 は、独立に置換されていてもよく、特に一つ以上の酸素又は硼素原子又は硫酸基によって置換されていてもよく、或は断続されており、特に一つ以上の酸素又は硼素原子又は硫酸基により断続されていてもよい。特に、酢酸、グルコン酸、ラウリン酸、蟻酸、プロピオン酸、酪酸、蔞酸、アクリル酸、酒石酸、安息香酸、オクタン酸等を挙げることができる。更に、カルボキシル基は、一つ以上の単量体が酸である重合体酸又は共重合体から誘導することができる。ポリ酸の一例はポリアクリル酸である。共重合体酸の例には、ポリ（エチレン/アクリル酸）のようなオレフィン/カルボン酸重合体が含まれるが、それらに限定されるものではない。

20

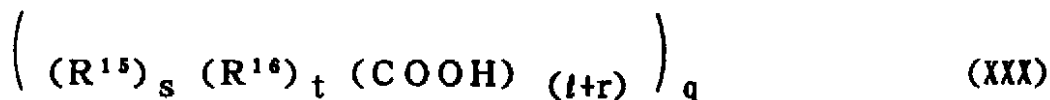
上述の重合体酸又は共重合体酸を含めたそのような酸は、式：



(式中、 R^9 、 l 、 r 、及び q は上で定義した通りである。)

30

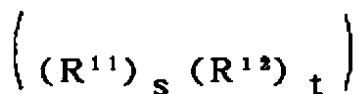
を持つものである。重合体又は共重合体カルボン酸の場合、 R^9 は、



(式中、 R^{15} 及び R^{16} は、独立に、上記 $C_1 \sim C_{100}$ 基のように置換又は非置換、断続又は非断続基であり、 s 及び t は、独立に1～100の整数である。)

を与える

40



として表すことができる。好ましくは、

R^5 、 R^{15} 、及び R^{16} は、独立にアルキル又はアルケニル基である。

これらのカルボン酸クオットは金属を含まない木材防腐剤組成物として配合することができる。これらの組成物は、殺生物に有効な量の少なくとも一種類のカルボン酸クオット、及び水性溶媒及び非水性溶媒を含めた適当な溶媒を含有する。溶媒は、水、エチルアルコールのような水性アルコール、アンモニア水、水性酢酸等、又はそれらのいずれかの組

50

合せ（それらに限定されるものではない）を含めた水性溶媒であるのが好ましい。

【0024】

当業者に知られているように、異なった基体へ適用するため、また異なった用途のために必要に応じ他の慣用的添加剤をこれらの組成物に添加してもよいが、金属安定化剤は不必要であり、実際、基材からのクオットの浸出を防ぐため奨められない。従って、板材、角材等のような木質基材を、上述の適当な溶媒中に希釈した上記カルボン酸及び（又は）硼酸クオット（一種又は多種）を含み、金属を含まない防腐剤組成物で処理することができる。

基材を処理するのに用いるカルボン酸第四級アンモニウム（一種又は多種）の量は、殺生物に有効な量であり、即ち、木の腐敗を起こす一種類以上の生物の成長を阻止し、或は殺し、樹液の汚染を防止し、或はそれらの組合せを行うのに有効な量である。そのような生物には、白色腐食を起こす Trametes viride 又は Trametes versicolor ; 褐色腐食を起こす Goeophyllum trabeum ; 及び樹液汚染 / カビを生ずる Aspergillus niger が含まれるが、それらに限定されるものではない。

典型的には、木材防腐剤組成物は、クオット（一種又は多種）と溶媒とを一緒にしたものを100重量部として、約0.1～約5重量部のカルボン酸クオット（一種又は多種）、及び約95～約99.9重量部の溶媒からなる。最も好ましくは、本発明の木材防腐剤組成物は、同じ基準で、約1～約2重量部のカルボン酸クオットと、約98～約99重量部の溶媒とからなる。

基材の処理は、拭い、浸漬、ブラシ掛け、加圧処理等（それらに限定されるものではない）を含めた当業者に知られているどのような方法によって達成してもよい。処理に必要な時間は、処理条件に従って変化し、その選択は当業者に知られている。

これらの金属を含まない木材防腐剤組成物は、現在工業的に用いられている木材防腐剤よりも大きな難浸出性を示す。難浸出性は、殺生物に有効な量を保持する性質として定義され、好ましくは少なくとも約2重量%のカルボン酸クオット（一種又は多種）を、少なくとも100時間、好ましくは約350時間の長期間に亙って基材中に維持することとして定義する。特定の理論によって束縛されるものではないが、本出願人は次のように仮定している。カルボン酸クオット（一種又は多種）が、慣用的木材防腐剤程迅速に木材の外側に吸収されるのではないが、木材を一層完全に且つ均一に処理することを可能にする。それらは木材に直接結合するか、又はクオットを固定するのを助ける水素結合によって木材に結合することもできる。陰イオンの不飽和は酸化及び（又は）重合反応が起きるのを可能にし、クオットを固定するのを可能にする。また、長鎖カルボン酸クオット（一種又は多種）及びそのようなクオットを含む木材防腐剤組成物は、処理された基材の防水性を向上させるものと考えられる。

【0025】

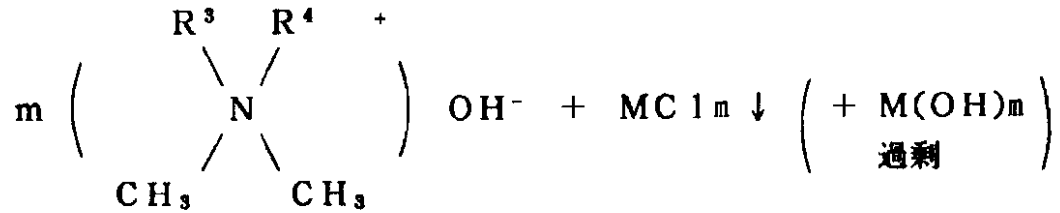
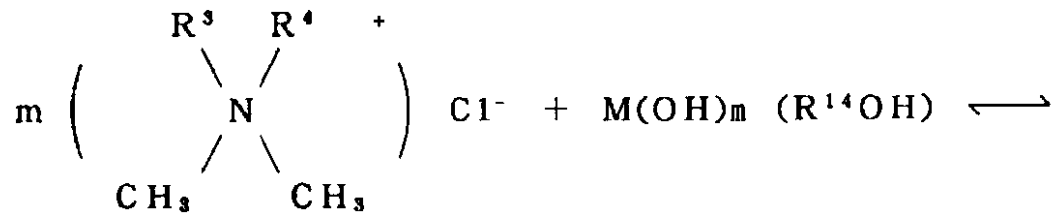
カルボン酸クオットは種々の方法によって製造することができるが、それらは間接合成、直接合成、又は水酸化クオット / 酸合成法により製造するのが好ましい。

間接合成を下に例示する。

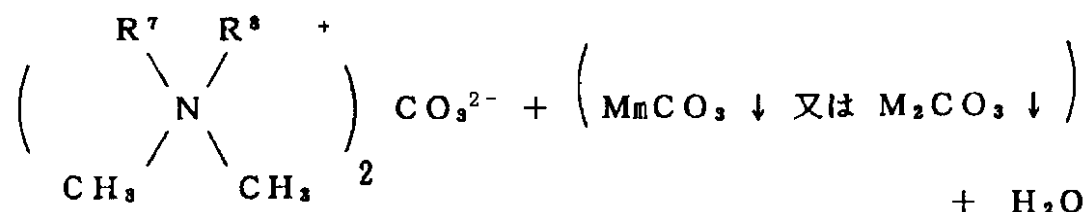
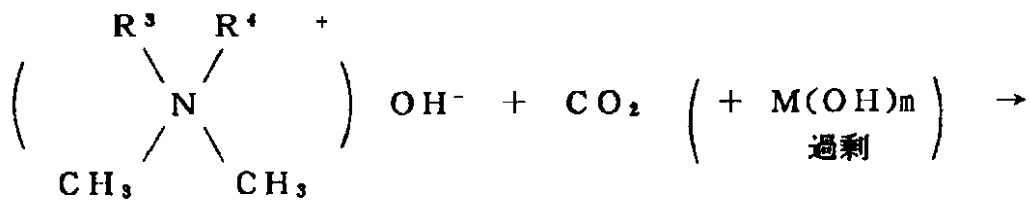
10

20

30



(XXXI)

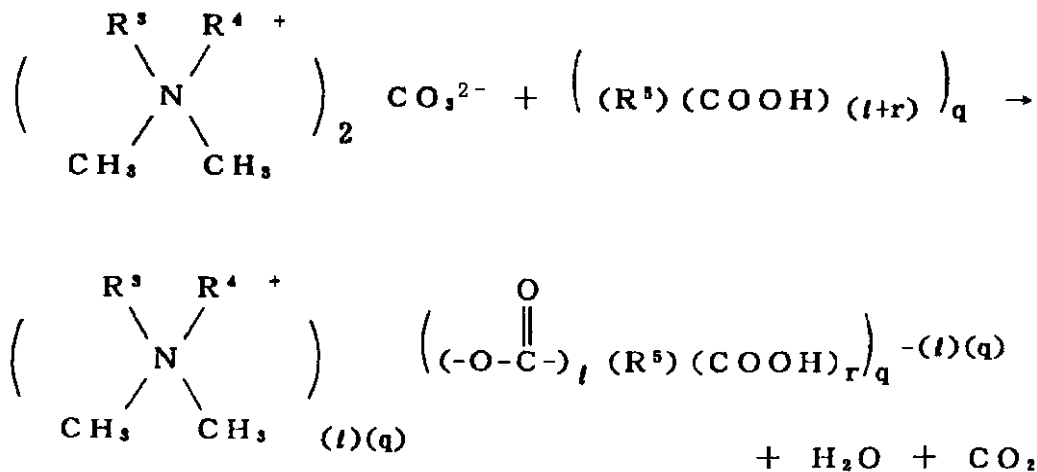
+ H₂O

(XXXII)

10

20

30



10

(XXXIII)

式中、 R^3 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル基であり； R^4 は、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル基であり；好ましくは R^3 は R^4 と同じであり、 R^4 は $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基であり； R^5 は直鎖 $C_1 \sim C_4$ アルキル基であり； R^9 は上で説明したように置換又は非置換、上で説明したように断続又は非断続 $C_1 \sim C_{100}$ 基であり； l 及び q は独立に1、2、又は3であり、 $(l)(q)$ は1、2、又は3であり； M は一価、二価、三価の金属であり、好ましくは一価金属であり、最も好ましくはアルカリ金属であり； r は0又は1～50の整数であり； m は、 M が一価の時1であり、 M が二価の時2であり、 M が三価の時3である。

カルボン酸クオットは炭酸クオット中間体を経て製造される。

上述のように、塩化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム、好ましくは塩化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムを出発材料として用い、金属水酸化物と反応させて水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム中間体、好ましくは水酸化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウム中間体を生成させる。次にその水酸化クオット中間体（一種又は多種）及び過剰の金属水酸化物を二酸化炭素と反応させ、炭酸クオット（一種又は多種）及び金属炭酸塩（一種又は多種）を、上述のように生成させる。次にその炭酸クオット第二中間体（一種又は多種）を少なくとも一種類のカルボン酸と反応させ、カルボン酸クオット（一種又は多種）を生成させる。塩化クオット反応物の $C_8 \sim C_{12}$ アルキル置換基の選択は、水酸化クオット第一中間体、従って炭酸クオット第二中間体、最終的にカルボン酸クオット生成物の陽イオン成分を決定する。

金属水酸化物反応物は上に記載されている。水酸化クオットの製造は上で記載したように溶媒中で行うのが好ましく、金属水酸化物反応物の量は上に記載されている。

【0026】

次に水酸化クオット及び未反応金属水酸化物を、上に詳述したように、二酸化炭素と反応させて炭酸第四級アンモニウム（一種又は多種）を生成させる。炭酸化工程は、副生成物として炭酸水素クオット（一種又は多種）又は炭酸金属クオット（一種又は多種）も生ずることがある。

次に炭酸クオット第二中間体（一種又は多種）を、少なくとも化学量論的量のカルボン酸（一種又は多種）と反応させ、カルボン酸クオット（一種又は多種）を生成させる。

反応(XXXIII)中のカルボン酸（一種又は多種）は、数分の短い時間で添加するのが典型的であり、反応は概して迅速である。カルボン酸クオット（一種又は多種）は、この工程

50

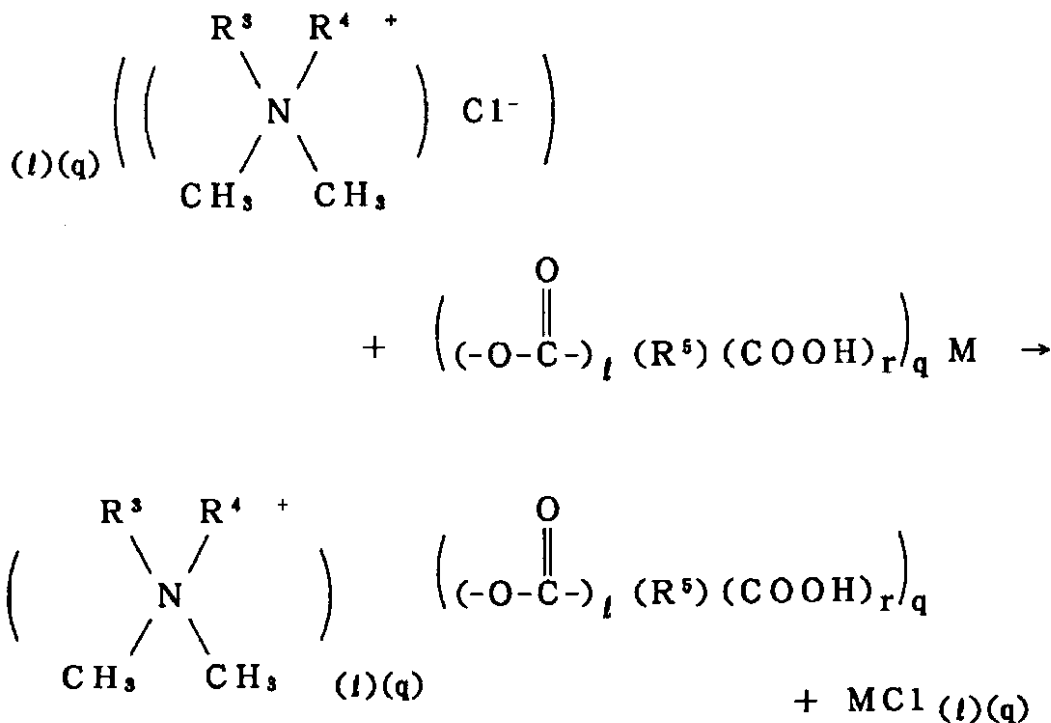
中の二酸化炭素発生が完了した後、濾過又は蒸発により分離又は濃縮することができる。

間接合成では、炭酸よりも小さな pKa、即ち 6.4 より小さい pKa を有する酸、例えば、カルボン酸、燐酸、スルホン酸等を炭酸クオットと反応させ、二酸化炭素と置換させることができる。

アンモニアを添加すると、炭酸クオットと酸との反応(XXXIII)を遅延する。例えば、もしポリ酸と炭酸クオットとの混合物にアンモニアを添加すると、その酸・炭酸クオット反応が遅延する。しかし、アンモニアを徐々に蒸発させると、炭酸ガス遊離反応が進行し、木材に固定(不溶化)された化合物を生ずる。同様に、ポリ酸と酢酸との系は、酢酸を蒸発させると不溶性のポリ酸クオットを生ずる。

【0027】

別法として、炭酸クオットは直接合成法により製造することもできる。カルボン酸の金属塩は、塩化 C₁ ~ C₂₀ アルキル又はアリール置換アルキル、C₈ ~ C₂₀ アルキル第四級アンモニウム、好ましくは塩化ジ C₈ ~ C₁₂ アルキル第四級アンモニウムと二重置換反応により反応し、カルボン酸クオットと金属塩化物塩を生ずる。



(XXXIV)

式中、R³、R⁴、R⁵、M、l、q、及びrは上で定義した通りである。

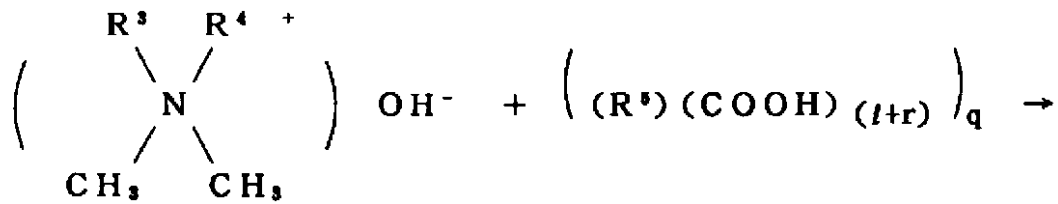
金属カルボン酸塩はカルボン酸から誘導される。カルボン酸は上に記載し、詳述されている。金属は一価、二価、又は三価の金属であり、一価金属であるのが好ましく、最も好ましくはアルカリ金属である。特にカリウム及びナトリウムを挙げることができる。

反応(XXXIV)は、そのまま、又はエタノール、酢酸、プロピオン酸(それらに限定されるものではない)を含めた多くの溶媒中で行うことができる。好ましくは溶媒は、上述のように、C₁ ~ C₄ 直鎖アルコールからなる。収率は選択した溶媒及び反応条件に依存し、それらはこの詳細な説明に従って当業者により常套的実験により決定することができる。

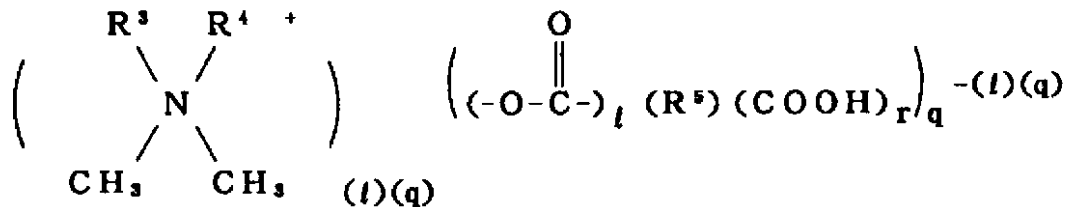
塩化クオット出発材料は上述のように選択され、この場合もその選択により、形成されるカルボン酸クオットの陽イオンが決定される。

【0028】

最後にカルボン酸クオット（一種又は多種）を製造するための第三の方法は、水酸化クオット（一種又は多種）をカルボン酸（一種又は多種）と反応させることを含む。



10



(XXIV)

20

式中、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 l 、 1 、及び r は上で定義した通りである。

水酸化クオット（一種又は多種）、カルボン酸（一種又は多種）、及びカルボン酸クオット（一種又は多種）は上に記載した通りである。

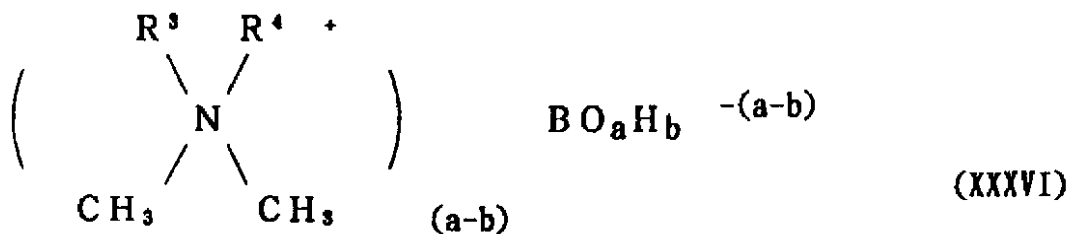
直接、間接、又は水酸化クオット/酸法のいずれにおいても、混合、添加、及び反応は、当業者に知られた慣用的手段により行うことができる。いずれの個々の工程でも反応物又は溶媒の添加順序は方法に影響を与えない。

【0029】

D. 硼酸第四級アンモニウム

どのような硼酸第四級アンモニウムでも本発明で用いるのに適しているが、好ましい硼酸クオットは、式：

30



40

（式中、 R^3 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル基であり； R^4 は、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル基であり；好ましくは R^3 及び R^4 は同じ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基であり； a は2又は3であり、 a が2の時、 b は0又は1であり、 a が3の時 b は0、1、又は2である。）

を有する。

特に、 R^3 がメチル、 C_8 アルキル、 C_9 イソアルキル、 C_{10} アルキル、 C_{12} アルキル、 C_{14} アルキル又はベンジル基であり； R^4 が、 C_{10} アルキル、 C_{12} アルキル、 C_{14} アルキル、又は C_{16} アルキル基である場合の硼酸クオットを挙げることができる。最も好ましい硼酸クオットは、 R^3 及び R^4 が C_{10} アルキル基であり、最も好ましくは $n-C_{10}$ アルキル基である硼酸ジデシルジメチルアンモニウムである。

50

これらの硼酸クオットは金属を含まない木材防腐剤組成物として配合することができる。これらの組成物は、殺生物に有効な量の少なくとも一種類のカルボン酸クオット、及び水性溶媒及び非水性溶媒を含めた適当な溶媒を含有する。溶媒は、水、エチルアルコールのような水性アルコール、アンモニア水、水性酢酸等、又はそれらのいずれかの組合せ（それらに限定されるものではない）を含めた水性溶媒であるのが好ましい。

当業者に知られているように、異なった基体へ適用するため、また異なった用途のため必要に応じ他の慣用的添加剤をこれらの組成物に添加してもよいが、金属安定化剤は不必要であり、実際、基材からのクオットの浸出を防ぐため奨められない。従って、板材、角材等のような木質基材を、上述の適当な溶媒中に希釈した上記硼酸クオット（一種又は多種）を含み、金属を含まない防腐剤組成物で処理することができる。

基材を処理するのに用いる硼酸第四級アンモニウム（一種又は多種）の量は、殺生物に有効な量であり、即ち、木の腐敗を起こす一種類以上の生物の成長を阻止し、或は殺し、樹液の汚染を防止し、或はそれらの組合せを行うのに有効な量である。そのような生物には、白色腐食を起こす Trametes viride 又は Trametes versicolor ; 褐色腐食を起こす Go
eophyllum trabeum ; 及び樹液汚染 / カビを生ずる Aspergillus niger が含まれるが、それらに限定されるものではない。

【 0 0 3 0 】

典型的には、木材防腐剤組成物は、クオット（一種又は多種）と溶媒とを一緒にしたものを 1 0 0 重量部として、約 0 . 1 ~ 約 5 重量部の硼酸クオット（一種又は多種）、及び約 9 5 ~ 約 9 9 . 9 重量部の溶媒からなる。最も好ましくは、本発明の木材防腐剤組成物は、同じ基準で、約 1 ~ 約 2 重量部の硼酸クオット（一種又は多種）と、約 9 8 ~ 約 9 9 重量部の溶媒とからなる。

基材の処理は、拭い、浸漬、ブラシ掛け、加圧処理等（それらに限定されるものではない）を含めた当業者に知られているどのような方法によって達成してもよい。処理に必要な時間は、処理条件に従って変化し、その選択は当業者に知られている。

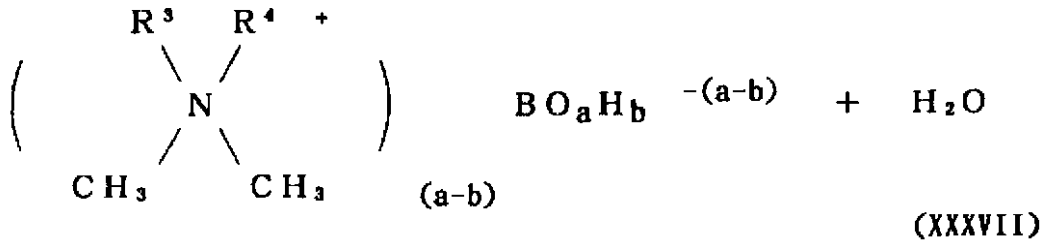
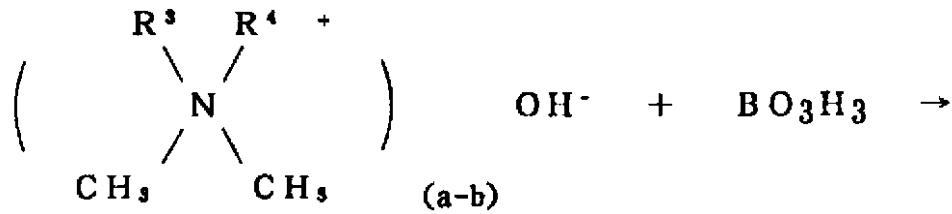
これらの金属を含まない木材防腐剤組成物は、現在工業的に用いられている木材防腐剤よりも大きな難浸出性を示す。難浸出性は、殺生物に有効な量を保持する性質として定義され、好ましくは少なくとも約 2 重量%の硼酸クオット（一種又は多種）を少なくとも 1 0 0 時間、好ましくは約 3 5 0 時間の長期間に互って基材中に維持することとして定義する。特定の理論によって束縛されるものではないが、本出願人は次のように仮定している。硼酸クオット（一種又は多種）が、慣用的木材防腐剤程迅速に木材の外側に吸収されるのではないが、木材を一層完全に且つ均一に処理することを可能にする。それらは木材に直接結合するか、又はクオットを固定するのを助ける水素結合によって木材に結合することもできる。陰イオンの不飽和は、酸化及び（又は）重合反応が起きるのを可能にし、クオットを固定するのを可能にする。また、長鎖カルボン酸クオット（一種又は多種）及びそのようなクオットを含む木材防腐剤組成物は、処理された基材の防水性を向上させるものと考えられる。

典型的には、硼酸クオット（一種又は多種）の製造は、水酸化クオット（一種又は多種）と硼酸とを反応させることを含む。

10

20

30



10

式中、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 a 、及び b は上で定義した通りである。

水酸化クオット/酸法での成分の混合、添加、及び反応は、当業者に知られた慣用的手段により行うことができる。反応物の添加順序は方法に影響を与えない。

20

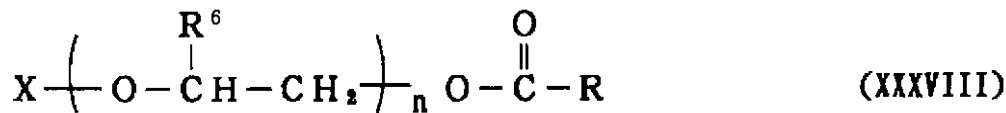
【0031】

I. 防水剤

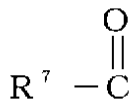
本発明のポリヒドロキシル又はポリエーテルヒドロキシル脂肪酸エステル又はポリエーテルヒドロキシド防水剤は、水性及び有機溶媒系の両方に可溶性である。更に、それらは、ここに記載した水溶性クオットを、水性又は有機系に対しても同様に有用なものにしている。このことは、これらクオット単独、即ち本発明の防水剤を用いない場合のそれらクオットが有機溶媒、エマルジョン、又は分散物に比較的不溶性であること、即ち、それらが有機溶媒中にある時には木材を防腐するのに一般に有用ではないことにも拘わらず起きる。

本発明の防水剤は、式：

30



(式中、 X は、水素又は



40

であり；

R 及び R^7 は、独立に飽和又は不飽和、置換又は非置換、断続又は非断続 $C_9 \sim C_{50}$ 基であり；

R^6 は、水素又はメチル基であり；

n は、1～10の整数である。）

の組成物を含む。

飽和 $C_9 \sim C_{50}$ 基には、 $C_9 \sim C_{50}$ 直鎖、分岐鎖、又はシクロアルキル基が含まれ

50

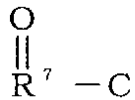
る。不飽和 $C_9 \sim C_{50}$ 基には、非環式基（直鎖又は分岐鎖を含む）、環式基、又はそれらの組合せを含む一つ以上の二重結合又は三重結合又はそれらの組合せを有する基が含まれる。組合せとしては、不飽和は、環式部分、非環式部分、又はそれらの両方に存在していてもよい。置換 R 又は R^2 基は、一つ以上の飽和又は不飽和炭素基で置換されていてもよく、但し R 又は R^7 基中の全炭素数は $9 \sim 50$ の範囲であるとする。これらの置換基は、直鎖又は分岐鎖、飽和又は不飽和非環式基で置換された環式 R 又は R^7 基、及び飽和又は不飽和環式基で置換された非環式 R 又は R^7 基を与えることになることがある。置換 R 又は R^7 基は、別法として、又は更に、一つ以上の酸素又は硼素原子又は硫酸基で置換されていてもよい。断続基は、一つ以上の酸素又は硼素原子又は硫酸基によって中断されている。

10

特に、

(A) X が水素であり、 R が C_{1-7} アルキル基であり、 R^6 がメチル基であり、 n が 1 である場合のプロピレングリコールモノステアレート；

(B) X が



であり、 R 及び R^7 が、夫々 C_{1-7} アルキル基であり、 R^6 が水素であり、 n が 8 である場合のポリエチレングリコールジステアレート（PEG 400 - DS）；及び

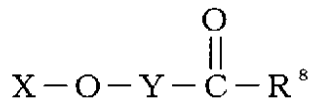
20

(C) X が水素であり、 R が C_{1-7} アルキル基であり、 R^6 が水素であり、 n が 1 である場合のグリコールモノステアレート；

を挙げることができる。

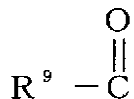
【0032】

防水剤は、式：



30

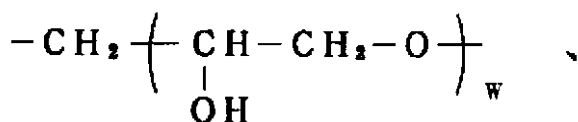
（式中、 X は、水素又は



40

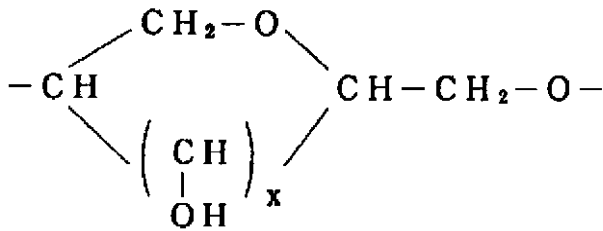
であり；

Y は、置換又は非置換



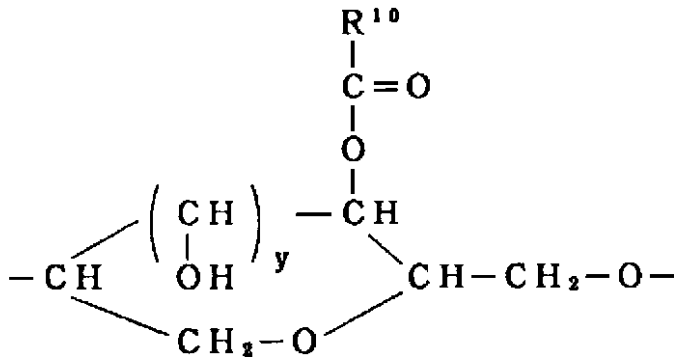
置換又は非置換

50



又はその鏡像異性体、又は置換又は非置換

10



20

又はその鏡像異性体
であり、

R⁸、R⁹、及びR¹⁰は、独立に飽和又は不飽和、置換又は非置換、断続又は非断続C₉～C₅₀基であり；

wは1～10の整数であり；そして

x及びyは、0、1、又は2である。）

の組成物を含む。

Y基は、Y基中の炭素数が3～12の範囲であるという条件下で、一つ以上のC₁～C₉基、一つ以上の酸素又は硼素原子又は硫酸基又はそれらの組合せで置換されていてもよく、一つ以上の酸素又は硼素原子又は硫酸基で中断されていてもよい。

30

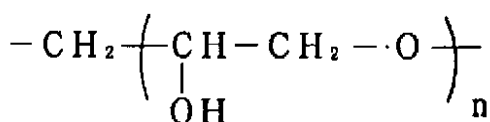
【0033】

飽和C₉～C₅₀基には、C₉～C₅₀直鎖、分岐鎖、又はシクロアルキル基が含まれる。不飽和C₉～C₅₀基には、非環式基（直鎖又は分岐鎖を含む）、環式基、又はそれらの不飽和基の組合せを含む一つ以上の二重結合又は三重結合又はそれらの組合せを有する基が含まれる。組合せとしては、不飽和は、環式部分、非環式部分、又はそれらの両方に存在していてもよい。置換R³、R⁴、又はR⁵基は、一つ以上の飽和又は不飽和炭素基で置換されていてもよく、但し、R⁸、R⁹、又はR¹⁰基中の全炭素数は9～50の範囲にあるとする。これらの置換基は、直鎖又は分岐鎖、飽和又は不飽和基で置換された環式R⁸、R⁹、又はR¹⁰基、及び飽和又は不飽和環式基で置換された非環式R³、R⁴、又はR⁵基を与えることになることがある。置換R⁸、R⁹、又はR¹⁰基は、別法として、又は更に、一つ以上の酸素又は硼素原子又は硫酸基で置換されていてもよい。断続基は、一つ以上の酸素又は硼素原子又は硫酸基によって中断されている。

40

特に、

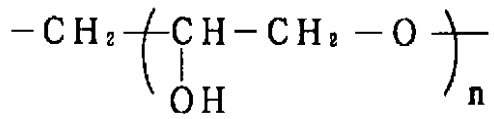
(A) Yが、



50

であり、Xが水素であり、R⁸がC₁₋₇アルキル基であり、nが1である場合のグリセロールモノステアレート；

(B) Yが、

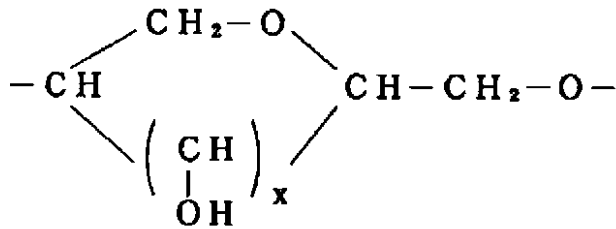


であり、Xが水素であり、

R⁸がC₁₋₁₁アルキル基であり、nが1である場合のグリセロールモノラウレート；及び

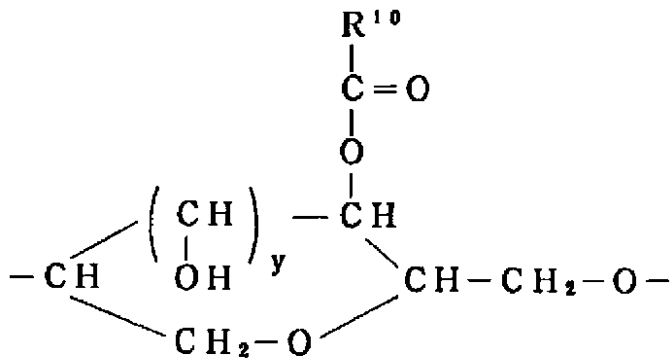
(C) 環式ポリヒドロキシドで、

(1) Yが、



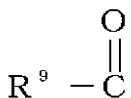
又はその鏡像異性体であり、Xが水素であり、R⁸がC₁₋₇アルキル基であり、xが2である場合のソルビタンモノステアレート、又は

(2) Yが、



又はその鏡像異性体であり、

Xが

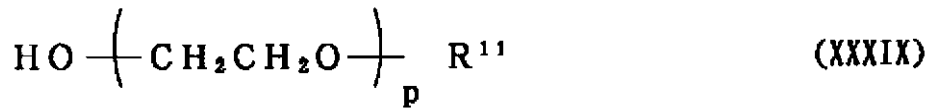


であり、

R⁸、R⁹、及びR¹⁰が、夫々C₁₋₇アルキル基であり、yが1である場合のソルビタントリステアレート、
のような環式ポリヒドロキシド、
を挙げる事ができる。

【0034】

本発明の防水剤も、式：



(式中、R¹¹は、飽和又は不飽和、置換又は非置換、断続又は非断続 C₆ ~ C₃₀ 基であり、p は 1 ~ 30 の整数である。)

10

の組成物を含む。

飽和 C₆ ~ C₃₀ 基には、C₆ ~ C₃₀ 直鎖、分岐鎖、又はシクロアルキル基が含まれる。不飽和 C₆ ~ C₃₀ 基には、非環式基(直鎖又は分岐鎖を含む)、環式基、又はそれらの不飽和基の組合せを含む一つ以上の二重結合又は三重結合又はそれらの組合せを有する基が含まれる。組合せとしては、不飽和は、環式部分、非環式部分、又はそれらの両方に存在していてもよい。置換 R¹¹ 基は、一つ以上の飽和又は不飽和炭素基で置換されていてもよく、但し R¹¹ 基中の全炭素数は 6 ~ 30 の範囲にあるものとする。これらの置換基は、直鎖又は分岐鎖、飽和又は不飽和非環式基で置換された環式 R¹¹ 基、及び飽和又は不飽和環式基で置換された非環式 R⁶ 基を与えることがある。置換 R⁶ 基は、別法として、又は更に、一つ以上の酸素又は硼素原子又は硫酸基で置換されていてもよい。断続基は、一つ以上の酸素又は硼素原子又は硫酸基によって中断されている。

20

特に、R⁶ が p - ノニルフェニル又は C₁₈ アルキルであり、p が 4 である場合の組成物を挙げることができる。

上記防水剤のいずれの組合せも本発明の目的とするものである。

これらの防水剤は、湿潤条件下で基材からクオット分子が移動するのを防止する。更に、表面腐食問題がクオットの水保持性に関連している場合、防水剤は水を排除するか、又は水が入るのを防ぐ。

【0035】

III. 溶媒

本発明の防水剤、及び防水性防腐剤組成物は、水性及び非水性溶媒を含めた適当な溶媒を含む。溶媒は、水、水性アルコール、アンモニア水、水性酢酸等、又はそれらの組合せ(それらに限定されるものではない)を含めた水性溶媒であるのが好ましい。有機溶媒も用いることができる。これらには、ミネラルスピリット系溶媒等が含まれるが、それらに限定されるものではない。

30

【0036】

IV. 防水剤組成物及び基材の処理

本発明の防水剤組成物で用いられる防水剤の量は、防水性を向上させる量、即ち、それで処理される基材に耐水性を付与するか又はそれを増大するのに有効な量である。

典型的には、防水剤組成物は、防水剤と溶媒とを一緒にしたものを 100 重量部として、約 0.1 ~ 約 20 重量部の防水剤及び約 80 ~ 約 99.9 重量部の溶媒からなる。本発明の防水剤組成物は、同じ基準に基づいて、約 0.2 ~ 約 5 重量部の防水剤及び約 95 ~ 約 99.8 重量部の溶媒からなるのが好ましい。

40

本発明の防腐剤組成物の成分は、当業者に知られた慣用的手段により混合する。当業者に知られているように、異なった基材へ適用するため、また異なった用途のため必要に応じ他の慣用的添加剤を添加してもよい。板材、角材等のような木質基材をこれらの組成物で処理することができる。基材の処理は、拭い、浸漬、ブラシ掛け、加圧処理等(それらに限定されるものではない)を含めた当業者に知られているどのような方法によって達成してもよい。処理に必要な時間は、処理条件に従って変化し、その選択は当業者に知られている。

【0037】

50

IV. 防水剤木材防腐剤組成物及び基材の処理

本発明の防水剤木材防腐剤組成物で用いられる防水剤の量は、防水性及び相容性を向上させる量、即ち、防水剤木材防腐剤組成物及び（又は）クオットの耐水性、難浸出性、及び（又は）形状安定性を付与又は増大し、本発明のクオットと溶媒との相容性を向上させるのに有効な量である。

第四級アンモニウム組成物（一種又は多種）の量は、殺生物に有効な量であり、即ち、木の腐敗を起こす一種類以上の生物の成長を阻止し、或は殺し、樹液の汚染を防止し、或はそれらの組合せを行うのに有効な量である。そのような生物には、白色腐食を起こす Trametes viride 又は Trametes versicolor ; 褐色腐食を起こす Goeophyllum trabeum ; 及び樹液汚染/カビを生ずる Aspergillus niger が含まれるが、それらに限定されるものではない。

典型的には、防水剤木材防腐剤組成物は、クオットと防水剤と溶媒とを一緒にしたものを 100 重量部として、約 0.1 ~ 約 15 重量部の防水剤（一種又は多種）、約 0.1 ~ 約 10 重量%のクオット（一種又は多種）、及び約 99.8 ~ 約 75 重量部の溶媒からなる。好ましくは、本発明の防水剤木材防腐剤組成物は、同じ基準で、約 0.5 ~ 約 6 重量部のクオット（一種又は多種）、約 0.5 ~ 約 8.5 重量部の防水剤（一種又は多種）、及び約 96 ~ 約 85.5 重量部の溶媒からなる。

本発明の防水剤木材防腐剤組成物の成分は、好ましくはエマルジョンを形成する当業者に知られた慣用的手段により混合する。防腐剤及びクオットは一緒に溶融するのが好ましい。次にその溶融物を攪拌し、暖かい水（約 40 ~ 50）を攪拌しながら添加し、エマルジョン又は溶液を形成する。このやり方で製造されたエマルジョンは、少なくとも 1 年の期間安定である。

乳化剤（それに限定されるものではない）を含めた他の慣用的添加剤を、当業者に知られているように、異なった基材へ適用するため、また異なった用途のため必要に応じ添加してもよいが、金属安定化剤は不必要であり、実際、基材からのクオットの浸出を防ぐため奨められない。従って、板材、角材等のような木質基材を、これらの組成物で処理することができる。

基材の処理は、拭い、浸漬、ブラシ掛け、加圧処理等（それらに限定されるものではない）を含めた当業者に知られているどのような方法によって達成してもよい。処理に必要な時間は、処理条件に従って変化し、その選択は当業者に知られている。

本発明の防水剤木材防腐剤組成物は、膨潤指数で表して、現在工業的に用いられている木材防腐剤よりも大きな難浸出性及び一層大きな防水性を示す。難浸出性は、殺生物に有効な量を保持する性質として定義され、好ましくは少なくとも約 2 重量%のクオットを少なくとも 100 時間、好ましくは約 350 時間の長期間に互って基材中に維持することとして定義する。正の膨潤指数は或は防水能力を持つことを示しているが、約 50 より大きな膨潤指数は、顕著な防水性を示している。

【0038】

〔好ましい態様についての記述〕

次の実施例は本発明を例示するものであり、本発明を限定するものではない。全ての部及び%は、別に指示しない限り、重量による。

第四級化合物は、ラウリル硫酸ナトリウム及び指示薬を用いた二相滴定により定量する。混合物は pH 10 へ緩衝させた。

膨潤指数は、

$$\left(\frac{\text{(対照の膨潤 - 試料の膨潤)}}{\text{対照の膨潤}} \right) \times 100$$

として計算した。

【0039】

水酸化クオットの製造

実施例1 - 化学量論的量の金属水酸化物

80%の塩化ジデシルジメチルアンモニウムを20%のエタノール水中に入れたもの180g (DDAC、144g) (0.4モル)、無水変性エタノール(メタノール/イソプロパノールで変性)180ml、及び85%の水酸化カリウムペレット26g (KOH、22.1g) (0.4モル)を、加熱用マントル及び磁気攪拌器を具えた、窒素でパージしたフラスコ中で混合した。混合物を攪拌し、60~70℃で3時間加熱した。次に混合物を室温へ冷却し、最後に0℃に少なくとも1時間冷却した。

塩化カリウムが沈澱し、その沈澱物を真空濾過器で収集した。固体を冷エタノールで洗浄し、次に乾燥し、30gの乾燥塩化カリウムを生成させた。クオット溶液を真空中で活性塩基約75%まで濃縮した。

138gの水酸化ジデシルジメチルアンモニウムを含む生成物180gが得られた。

【0040】

実施例2

実施例1の手順を繰り返したが、但し混合物を機械的に50℃で1時間攪拌した。塩化カリウムが沈澱し、その沈澱物を真空濾過器で収集した。固体を冷エタノールで洗浄し、次に乾燥し、30gの乾燥塩化カリウムを生成させた。

138gの水酸化ジデシルジメチルアンモニウムを含む生成物180gが得られた。

【0041】

実施例3

20%エタノール/水中に入れた80%の塩化ジデシルジメチルアンモニウム、0.022モル(DDAC、8g)を10mlのエタノール中に溶解したものに、85%水酸化カリウムペレット、0.022モル(KOH、1.23g)を添加した。得られた混合物を攪拌し、70℃へ加熱し、この温度に1/2時間保持した。ペレットが溶解し、微細な沈澱物が形成された。次にその混合物を冷却し、0℃に急冷した。沈澱した固体を濾過器で収集し、冷エタノールを洗浄した。濾液を濃縮し、僅かにアミン臭を持つ黄/オレンジ色の油が得られた。

結果を表1に要約する。

【0042】

比較例3A

エタノールの代わりにイソプロパノールを用いて、実施例3の手順を繰り返した。

結果を表1に示す。

【0043】

実施例4

20%のエタノール/水中に入れた80%の塩化ジデシルジメチルアンモニウム、0.022モル(DDAC、8g)を10mlのエタノール中に溶解したものに、85%水酸化カリウムペレット、0.022モル(KOH、1.23g)を添加した。得られた混合物を攪拌し、80℃へ加熱し、この温度で1時間保持した。ペレットが溶解し、微細な沈澱物が形成された。次にその混合物を冷却し、0℃に急冷した。沈澱した固体を濾過器で収集し、冷エタノールを洗浄した。濾液を濃縮し、僅かにアミン臭を持つ黄/オレンジ色の油を得た。

結果を表1に示す。

【0044】

実施例5

水酸化カリウムの代わりに水酸化ナトリウムを用いて、実施例3の手順を繰り返した。

結果を表1に示す。

【0045】

比較例5A

水酸化カリウムの代わりに水酸化ナトリウムを用いて、比較例3の手順を繰り返した。

結果を表 1 に示す。

【 0 0 4 6 】

実施例 6

水酸化カリウムの代わりに水酸化ナトリウムを用いて、実施例 4 の手順を繰り返した。
結果を表 1 に示す。

表 1						
化学量論的量の反応物からの水酸化ジデシルジメチルアンモニウムの製造						
例	3	3 A	4	5	5 A	6
水酸化物	KOH	KOH	KOH	NaOH	NaOH	NaOH
溶媒	エタノール	イソプロパノール	n-プロパノール	エタノール	イソプロピル	n-プロパノール
転化率%	96	86	95	81	66	83

10

比較例 3 A 及び 5 A と比較すると、実施例 3 ~ 6 は、直鎖 $C_1 \sim C_4$ アルコールを反応媒体として用いることにより、塩化クオットの水酸化クオットへの転化率が增大することを示している。更に、実施例 3 及び 4 と、実施例 5 及び 6 とを比較すると、好ましい金属水酸化物である水酸化カリウムを用いることにより転化率が增大することが分かる。

20

【 0 0 4 7 】

化学量論的に過剰の金属水酸化物

実施例 7

加熱用マントル及び磁気攪拌棒を具えた反応器を窒素でパージし、20%のエタノール / 水中に入れた 80% の塩化ジデシルジメチルアンモニウム、0.4 モル (DDAC、14.4 g)、180 ml のエタノール、及び 85% 水酸化カリウムペレット、0.49 モル (KOH、27.5 g) を導入した。混合物を 60 ~ 70 に 3 時間加熱し、室温へ冷却し、次に 0 に約 1 時間冷却し、塩化カリウムを沈澱させた。沈澱物を真空濾過器で収集し、固体を冷エタノールで洗浄した。塩化カリウムの収量は 30.8 g であった。

30

水酸化クオット及び 0.09 モルの過剰の水酸化カリウムを含む上澄み溶液を 2 g (0.045 モル) の二酸化炭素ガス (ドライアイスから) と一緒に攪拌した。混合物を 1 時間低温に保ち、次に真空濾過し、7.2 g (理論的には 6.2 g) の炭酸カリウムを除去した。

水酸化クオットへの転化率は、99% であることが決定された。

【 0 0 4 8 】

木材基材の処理

実施例 8

松の木口薄板を秤量し、次に 30% の重量増加が観察されるまで水酸化ジデシルジメチルアンモニウムを吸収させた。

40

処理した薄板を、次に水の中に入れ、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

結果を第 1 A 図及び第 1 B 図に示す。

【 0 0 4 9 】

比較例 8 A

水酸化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに塩化ジデシルジメチルアンモニウムを用いて、実施例 8 の手順を繰り返した。

結果を第 1 A 図及び第 1 B 図に示す。

第 1 A 図及び第 1 B 図は、水酸化クオットが長い期間に亘って浸出しにくかったのに対し、塩化クオットは比較的短い期間で 1% 以下の水準まで浸出したことを示している。

50

【 0 0 5 0 】

実施例 9

ポンドローサ(ponderosa)松の10 × 0.5 × 0.75 片を平衡状態にし、秤量し、60 に2時間加熱した。その木材を2%の塩化ジデシルジメチルアンモニウム水溶液を処理溶液として、その溶液中で60 ~ 80 で1時間加熱し、冷却し、一晚放置し、次に2回目の加温から冷却する工程にかけることにより処理した。試料を一定重量まで乾燥させ、出発重量と最終重量とを比較することにより吸収量を決定した。

次に試料を60 で2時間加熱し、加温処理した試料の重量を、処理前の過度に乾燥した棒と比較した。

結果を表2に示す。

10

【 0 0 5 1 】

比較例 9 A

処理溶媒から水酸化ジデシルジメチルアンモニウムを除いて、実施例9の手順を繰り返した。

結果を表3に例示する。

【 0 0 5 2 】

比較例 9 B

水酸化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに塩化ジデシルジメチルアンモニウムを用いて、実施例9の手順を繰り返した。

結果を表2に示す。

20

表2			
クオット溶液の吸収重量			
例	9	9 A	9 B
溶媒	水	水	水
クオット	水酸化物	—	塩化物
吸収重量 (%)	2.5	0.4	0.6

30

比較例9A及び9Bと夫々比較すると、実施例9は本発明により製造された水酸化クオットの木材基材に適用される能力を例示している。水酸化クオットは水中で塩化クオットよりも一層よく吸収され、アンモニア/水中で当分野で許容されている塩化クオットと同様に吸収される。しかし、水酸化クオットは木材基材の処理で金属カップリング剤を用いずに使用することができる。

【 0 0 5 3 】

実施例 10

一つの木材片を、実施例9の手順に従い処理した。次にその木材片を室温で水中に24時間浸漬し、一定重量まで乾燥し、秤量してどのくらい多くの化学物質が残留するかを決定した。その木材片を更に96時間(合計120時間)浸漬し、一定重量まで乾燥し、秤量して処理された木材からのクオットの浸出性を決定した。この期間中、水は数回代えた。

40

結果を表3に示す。

【 0 0 5 4 】

比較例 10 A

木材片を、比較例9Aの手順に従い処理した。次にその木材片を実施例10の手順に従い浸漬した。

50

結果を表 3 に示す。

【 0 0 5 5 】

比較例 1 0 B

木材片を、比較例 9 B の手順に従い処理した。次にその木材片を実施例 1 0 の手順に従い浸漬した。

結果を表 3 に示す。

表 3			
クオットの浸出			
例	1 0	1 0 A	1 0 B
溶媒	水	水	水
クオット	水酸化物		塩化物
吸収重量 (%)	2.5	0.4	0.6
2 4 時間での保持クオット (絶対的%/相対的%)	2.3/92	-0.2/-	0.5/83
1 2 0 時間での保持クオット (絶対的%/相対的%)	1.8/72	-0.2/-	0.4/67

10

20

比較例 1 0 A 及び 1 0 B と比較すると、実施例 1 0 は、本発明により製造された水酸化クオットが、慣用的塩化クオットよりも、特に金属安定化剤が存在しない場合に、改良された保持性を有することを示している。

【 0 0 5 6 】

炭酸クオットの製造

実施例 1 1

8 0 % の塩化ジデシルジメチルアンモニウムを 2 0 % のエタノール水中に入れたもの 1 8 0 g (D D A C 、 1 4 4 g) (0 . 4 モル) 、 1 8 0 ml の無水変性エタノール (メタノール / イソプロパノールで変性) 、 及び 8 5 % の水酸化カリウムペレット 3 2 g (K O H 、 2 7 g) (0 . 4 9 モル) を、加熱用マントル及び磁気攪拌器を具えた、窒素でパージしたフラスコ中で混合した。混合物を攪拌し、6 0 ~ 7 0 °C で 3 時間加熱した。次に混合物を室温へ冷却し、最後に 5 °C へ冷却した。

30

塩化カリウムが沈澱し、その沈澱物を真空濾過器で収集した。固体を冷エタノールで洗浄し、次に乾燥し、3 1 g の乾燥塩化カリウムを生成した (計算収量、2 9 . 6 g) 。

約 0 . 0 9 モルの未反応 K O H を含有する水酸化クオットのエタノール性溶液を、5 0 g の二酸化炭素 (昇華二酸化炭素から) を半時間に互り気泡として通しながら攪拌した。次に得られた混合物を濾過し、7 . 2 g の炭酸カリウム (計算値 6 . 2 g) を除去し、濾液を濃縮して、水 / エタノール中に 8 0 ~ 8 5 % の炭酸クオット及び 0 . 1 % 未満の塩化クオットを含み、9 8 ~ 9 9 % の交換クオット純度の生成物を有するオレンジ / 褐色の液体を生成させた。

40

【 0 0 5 7 】

実施例 1 2

8 0 % の塩化ジデシルジメチルアンモニウムを 2 0 % のエタノール水中に入れたもの 1 8 0 g (D D A C 、 1 4 4 g) (0 . 4 モル) 、 1 8 0 ml の無水変性エタノール (メタノール / イソプロパノールで変性) 、 及び 8 5 % の水酸化カリウムペレット 3 2 g (K O H 、 2 7 g) (0 . 4 9 モル) を、加熱用マントル及び磁気攪拌器を具えた、窒素でパージ

50

したフラスコ中で混合した。混合物を50 に加熱し、1時間攪拌した。

塩化カリウムが沈澱し、その沈澱物を真空濾過器で収集した。固体を冷エタノールで洗浄し、次に乾燥し、31g (計算収量、29.6g) の乾燥塩化カリウムを生成した。

約0.09モルの未反応KOHを含有する水酸化クオットのエタノール性溶液を、50gの二酸化炭素(昇華二酸化炭素から)を半時間に互り気泡として通しながら攪拌した。次に得られた混合物を濾過し、濾液を濃縮して、オレンジ/褐色の液体を生成させた。収率は実施例11の場合と同じであった。

【0058】

木材基材の処理

実施例13

松の木口薄板を秤量し、次に30%の重量増加が観察されるまで炭酸ジデシルジメチルアンモニウムを吸収させた。

処理した薄板を次に水の中に入れ、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

結果を第1A図及び第1B図に示す。

【0059】

比較例13A

炭酸ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに塩化ジデシルジメチルアンモニウムを用いて、実施例13の手順を繰り返した。

結果を第2A図及び第2B図に示す。

第2A図及び第2B図は、炭酸クオットが長期間に互り浸出しにくかったのに対し、塩化クオットは比較的短期間で1%以下の水準まで浸出したことを示している。

実施例14及び15、及び比較例14A、14B、15A及び15B

ポンドローサ松の10 × 0.5 × 0.75 片を平衡状態にし、秤量し、60 で2時間加熱した。その木材を、水溶媒に入れた2%の炭酸ジデシルジメチルアンモニウム処理溶液で、その溶液中で60 ~ 80 で1時間加熱し、冷却し、一晚放置し、次に2回目の加温から冷却する工程にかけることにより処理した。試料を一定重量まで乾燥させ、出発重量と最終重量とを比較することにより吸収量を決定した。

次に試料を60 で2時間加熱し、加温処理した試料の重量を、処理前の過度に乾燥した棒と比較した。

炭酸クオットを除くか、塩化クオットを代わりに用いるか、又は3%アンモニア水溶媒中に1%のクオットを入れたものを用いて、更に別の試料を調製した。

配合物及び結果を表4に示す。

クオット溶液からの吸収重量						
例	14	14A	14B	15	15A	15B
溶媒	水	水	水	3%アンモニア	3%アンモニア	3%アンモニア
クオット	炭酸塩	—	塩化物	炭酸塩	—	塩化物
吸収重量 (%)	1.8	-0.4	0.6	1.6	-0.6	2.0

【0060】

比較例14A、14B、15A、及び15Bと夫々比較すると、実施例14及び15は本発明の炭酸クオットの木材基材に適用される能力を例示している。炭酸クオットは水中の塩化クオットよりも一層よく吸収され、アンモニア/水中の当分野で許容されている塩化クオットと同様に吸収される。しかし、炭酸クオットは木材基材の処理で金属カップリング剤を用いずに使用することができる。

実施例 16 ~ 19 及び比較例 16 A、16 B、19 A、及び 19 B

【0061】

一つの木材片を、実施例 14 の手順に従い処理した。次にその木材片を室温で水中に 24 時間浸漬し、一定重量まで乾燥し、秤量してどのくらい多くの化学物質が残留するかを決定した。その木材片を更に 96 時間（合計 120 時間）浸漬し、一定重量まで乾燥し、秤量して処理された木材からのクオットの浸出性を決定した。この期間中、水は数回代えた。

異なったクオット濃度、異なった陰イオン、及び異なった溶媒を用いて更に別の試料を調製した。

配合物及び結果を表 5 に示す。

10

例	16	16A	16B	17	18	19	19A	19B
溶媒	水	水	水	水	水	3%アンモニア	3%アンモニア	3%アンモニア
クオット	2% 炭酸塩		2% 塩化物	2.5% 炭酸塩	5% 炭酸塩	2% 炭酸塩		2% 塩化物
吸収重量(%)	1.8	0.4	0.6	1.1	1.8	1.6	0.6	2
24時間で保持されたクオット(絶対的%/相対的%)	2/ 110	-0.2/ -	0.5/ 83	-/ 100+	-/ 100	1.7/ 100	-0.3/ -	1.7/ 85
120時間で保持されたクオット(絶対的%/相対的%)	1.6/ 80	-0.2/ -	0.4/ 67	-/ -	-/ -	1.2/ 75	-0.3/ -	1.36/ 65

20

30

比較例 16 A 及び、16 B と比較した場合の実施例 16 ~ 19、特に実施例 12、比較例 19 A 及び 19 B と比較した場合の実施例 19 は、慣用的塩化クオットよりも炭酸クオットの保持性が改良されていること、特に金属安定化剤が存在しない場合に改良されていることを示している。

40

【0062】

カルボン酸クオットの間接合成

実施例 20 - プロピオン酸ジデシルジメチルアンモニウム

80%の塩化ジデシルジメチルアンモニウムを20%のエタノール水中に入れたもの 180g (DDAC、144g) (0.4モル)、180mlの無水変性エタノール(メタノール/イソプロパノールで変性)、及び85%の水酸化カリウムペレット32g (KOH、27g) (0.49モル)を、加熱用マントル及び磁気攪拌器を具えた、窒素でパージしたフラスコ中で混合した。混合物を攪拌し、60~70℃に3時間加熱した。次にその混合物を室温へ冷却し、最後に5℃へ冷却した。

50

塩化カリウムが沈澱し、その沈澱物を真空濾過器で収集した。固体を冷エタノールで洗浄し、次に乾燥し、31 g (計算収量、29.6 g)の乾燥塩化カリウムを生成した。

約0.09モルの未反応KOHを含有する水酸化クオットのエタノール性溶液を、50 gの二酸化炭素(昇華二酸化炭素から)を半時間に互り気泡として通しながら攪拌した。次に得られた混合物を濾過し、7.2 g (計算値6.2 g)の炭酸カリウムを除去し、濾液を濃縮して、98~99%の交換クオット純度を有する生成物について、80~85%の炭酸クオット(0.4モルの炭酸クオット)及び0.1%未満の塩化物を含むオレンジ/褐色の液体を生成させた。

濾過後の低温生成物を、凝縮器、滴下漏斗、及び水置換型ガス測定器に接続した管を具えた閉じたフラスコ中に入れた。当量(0.4モル、29.6 g)のプロピオン酸を、5分間に互り炭酸クオットへ添加した。直ちにガスの発生が認められ、5.75リットルのガスが15分間に互り収集された。二酸化炭素の発生が止んだ後、回転蒸発器で溶媒を除去し、黄/オレンジ色の液体を得た。

クオット分析により、生成物は、0.09%の遊離塩化物及び99%の交換純度を持つ活性クオットを85%含有することが判明した。

【0063】

実施例21 - 酢酸ジデシルジメチルアンモニウム

プロピオン酸の代わりに0.4モルの酢酸を用いて、実施例1の手順を繰り返した。

【0064】

実施例22 - エチルヘキサン酸ジデシルジメチルアンモニウム

プロピオン酸の代わりに0.4モルの2-エチルヘキサン酸を用いて、実施例20の手順を繰り返した。

生成物は曇っていた。

【0065】

実施例23 - グルコン酸ジデシルジメチルアンモニウム

プロピオン酸の代わりに0.4モルのグルコン酸を用いて、実施例20の手順を繰り返した。

生成物は水溶性であった。

【0066】

実施例24 - オクタン酸ジデシルジメチルアンモニウム

プロピオン酸の代わりに0.4モルのオクタン酸を用いて、実施例20の手順を繰り返した。

【0067】

実施例25 - 混合ココナツ脂肪酸カルボン酸ジデシルジメチルアンモニウム

プロピオン酸の代わりに0.4モルの混合ココナツ脂肪酸を用いて、実施例20の手順を繰り返した。

【0068】

実施例26 - ラウリン酸ジデシルジメチルアンモニウム

プロピオン酸の代わりに0.4モルのラウリン酸を用いて、実施例20の手順を繰り返した。

生成物はワックス状固体であった。

【0069】

実施例27 - プロピオン酸オクチルデシルジメチルアンモニウム

塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに80%の塩化オクチルデシルジメチルアンモニウム、0.4モルを用いて、実施例20の手順を繰り返し、プロピオン酸オクチルデシルジメチルアンモニウムを生成させた。

【0070】

実施例28 - 酢酸オクチルデシルジメチルアンモニウム

塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに80%の塩化オクチルデシルジメチルアンモニウム、0.4モルを用いて、実施例21の手順を繰り返し、酢酸オクチルデシルジ

10

20

30

40

50

メチルアンモニウムを生成させた。

【0071】

実施例29 - 2 - エチルヘキサン酸イソノニルデシルジメチルアンモニウム塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに80%の塩化イソノニルデシルジメチルアンモニウム、0.4モルを用いて、実施例22の手順を繰り返し、2 - エチルヘキサン酸イソノニルデシルジメチルアンモニウムを生成させた。

【0072】

実施例30 - グルコン酸イソノニルデシルジメチルアンモニウム塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに80%の塩化イソノニルデシルジメチルアンモニウム、0.4モルを用いて、実施例23の手順を繰り返し、グルコン酸イソノニルデシルジメチルアンモニウムを生成させた。

10

【0073】

実施例31 - グルコン酸ベンジルドデシルジメチルアンモニウム塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに80%の塩化ベンジルドデシルジメチルアンモニウム、0.4モルを用いて、実施例23の手順を繰り返し、グルコン酸ベンジルドデシルジメチルアンモニウムを生成させた。

【0074】

実施例32 - オクタン酸ベンジルドデシルジメチルアンモニウム塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに80%の塩化ベンジルドデシルジメチルアンモニウム、0.4モルを用いて、実施例24の手順を繰り返し、オクタン酸ベンジルドデシルジメチルアンモニウムを生成させた。

20

【0075】

実施例33 - 混合ココナツ脂肪酸カルボン酸ベンジルドデシル - 、ベンジルテトラデシル - 、及びベンジルヘキサデシル - ジメチルアンモニウムの混合物塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに、80%の塩化ベンジルドデシル - 、ベンジルテトラデシル - 、及びベンジルヘキサデシル - ジメチルアンモニウム混合脂肪酸ベンジルドデシルジメチルアンモニウムの混合物、0.4モルを用いて、実施例25の手順を繰り返し、混合ココナツ脂肪酸カルボン酸ベンジルドデシル - 、ベンジルテトラデシル - 、及びベンジルヘキサデシル - ジメチルアンモニウムの混合物を生成させた。

【0076】

実施例34 - ラウリン酸ベンジルドデシル - 、ベンジルテトラデシル - 、及びベンジルヘキサデシル - ジメチルアンモニウムの混合物塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに80%の塩化ベンジルドデシル - 、ベンジルテトラデシル - 、及びベンジルヘキサデシル - ジメチルアンモニウムの混合物、0.4モルを用いて、実施例26の手順を繰り返し、ラウリン酸ベンジルドデシル - 、ベンジルテトラデシル - 、及びベンジルヘキサデシル - ジメチルアンモニウムの混合物を生成させた。

30

【0077】

炭酸クオットの直接合成

実施例35 - 酢酸ジデシルジメチルアンモニウム

80%の塩化ジデシルジメチルアンモニウムを20%のエタノール水中に入れたもの180g (DDAC、144g) (0.4モル)、180mlの無水エタノール、及び化学量論的に過剰の、47g (0.48モル)の無水酢酸カリウムを、加熱用マントル、磁気攪拌器及び凝縮器を具えた、窒素でパージしたフラスコ中で混合した。混合物を攪拌し、60~70 に2時間加熱した。不溶性酢酸カリウム結晶はゆっくり溶解し、一層微細な固体(KCl)が分離した。次にその混合物を0 に冷却し、真空濾過した。固体を冷エタノールで洗浄し、30.7g (理論的には29.6g)の塩化カリウムを除去した。溶液を濃縮し、冷却し、濾過し、6.5gの酢酸カリウムを除去した(理論的には29.6g)。

40

酢酸カリウムの更に微細な結晶を、放置することにより沈降させた。分析により、明黄

50

色の液体生成物は、100%交換したクオットが80%存在することが決定された。

【0078】

実施例36 - グルコン酸ジデシルジメチルアンモニウム

0.0221モルのグルコン酸ナトリウム及び水中に入れた80%の塩化ジデシルジメチルアンモニウム、0.0221モルをフラスコ中で混合した。その混合物を加熱し、二酸化炭素ガスの発生が止まるまで保持した。

得られたクオットを分析し、転化率は20%未満であることが決定された。

【0079】

実施例37 - 2-エチルヘキサン酸ジデシルジメチルアンモニウム

0.0221モルの2-エチルヘキサン酸ナトリウム及び水中に入れた80%の塩化ジデシルジメチルアンモニウム、0.0221モルをフラスコ中で混合した。その混合物を加熱し、二酸化炭素ガスの発生が止まるまで保持した。

得られたクオットを分析し、転化率は77%であることが決定された。

【0080】

実施例38 - ラウリン酸ジデシルジメチルアンモニウム

0.4モルのラウリン酸ナトリウム及び水中に入れた80%の塩化ジデシルジメチルアンモニウム、0.4モルをフラスコ中で混合した。その混合物を60に加熱し、1時間保持した。

得られたクオットを分析し、転化率は90%であることが決定された。

【0081】

実施例39 - プロピオン酸ジデシルジメチルアンモニウム

0.0221モルのプロピオン酸ナトリウム及び8gのプロピオン酸中に入れた80%の塩化ジデシルジメチルアンモニウム、0.0221モルをフラスコ中で混合した。その混合物を60~80に加熱し、2時間保持した。

得られたクオットを分析し、転化率は90%であることが決定された。

【0082】

実施例40 - プロピオン酸ジデシルジメチルアンモニウム

0.4モルのプロピオン酸カリウム及び固体状の80%の塩化ジデシルジメチルアンモニウム、0.4モルをフラスコ中で混合した。その混合物を60~80に加熱し、2時間保持した。

得られたクオットを分析し、転化率は91%であることが決定された。

【0083】

水酸化クオット / 酸合成

実施例41 - プロピオン酸ジデシルジメチルアンモニウム

80%の塩化ジデシルジメチルアンモニウムを20%のエタノール水中に入れたもの180g (DDAC、144g) (0.4モル)、180mlの無水変性エタノール(メタノール/イソプロパノールで変性)、85%の水酸化カリウムペレット26g (KOH 22g) (0.4モル)を、加熱用マントル及び磁気攪拌器を具えた、窒素でバージしたフラスコ中で混合した。混合物を攪拌し、60~70に3時間加熱した。次に混合物を室温へ冷却し、最後に少なくとも1時間0に冷却した。

塩化カリウムが沈澱し、その沈澱物を真空濾過器で収集した。固体を冷エタノールで洗浄し、次に乾燥し、30gの乾燥塩化カリウムを生成させた。

水酸化クオット/エタノール溶液を、化学量論的量のプロピオン酸と混合し、106°Fの引火点を持つ黄/オレンジ色の液体を生成した。

【0084】

実施例42 - 硼酸ジデシルジメチルアンモニウム

プロピオン酸の代わりに0.4モルの硼酸を用い、実施例134の手順を繰り返した。生成物は液体であった。

【0085】

実施例43 - 硼酸オクチルデシルジメチルアンモニウム

	10
	20
	30
	40
	50

塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに80%の塩化オクチルデシルジメチルアンモニウム、0.4モルを用いて、実施例42の手順を繰り返し、硼酸オクチルデシルジメチルアンモニウムを生成させた。

【0086】

実施例44 - 硼酸イソノルデシルジメチルアンモニウム

塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに80%の塩化イソノルデシルジメチルアンモニウム、0.4モルを用いて、実施例42の手順を繰り返し、硼酸イソノルデシルジメチルアンモニウムを生成させた。

【0087】

実施例45 - 硼酸ベンジルドデシルジメチルアンモニウム

塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに80%の塩化ベンジルドデシルジメチルアンモニウム、0.4モルを用いて、実施例42の手順を繰り返し、硼酸ベンジルドデシルジメチルアンモニウムを生成させた。

【0088】

実施例46 - 硼酸ベンジルドデシル - 、ベンジルテトラデシル - 、及びベンジルヘキサデシル - ジメチルアンモニウムの混合物

塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに80%の塩化ベンジルドデシル - 、ベンジルテトラデシル - 、及びベンジルヘキサデシル - ジメチルアンモニウムの混合物、0.4モルを用いて、実施例42の手順を繰り返し、硼酸ベンジルドデシル - 、ベンジルテトラデシル - 、及びベンジルヘキサデシル - ジメチルアンモニウム混合物を生成した。

【0089】

実施例47 - 硼酸ジヘキサデシルジメチルアンモニウム

塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに80%の塩化ジヘキサデシルジメチルアンモニウム、0.4モルを用いて、実施例42の手順を繰り返し、硼酸ジヘキサデシルジメチルアンモニウムを生成させた。

【0090】

実施例48 - 硼酸ドデシルトリメチルアンモニウム

塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに80%の塩化ドデシルトリメチルアンモニウム、0.4モルを用いて、実施例42の手順を繰り返し、硼酸ドデシルトリメチルアンモニウムを生成させた。

【0091】

木質基材の処理

実施例49 - 酢酸ジデシルジメチルアンモニウム

松の木口薄板を秤量し、次に45%の重量増加が観察されるまで、エタノール/水中で酢酸ジデシルジメチルアンモニウムを吸収させた。

処理した薄板を次に水の中に入れ、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

結果を第3A図、第3B図、及び第3CB図に示す。

【0092】

比較例49A - 塩化ジデシルジメチルアンモニウム

松の木口薄板を秤量し、次に35%の重量増加が観察されるまで、20%エタノール/水中で塩化ジデシルジメチルアンモニウムを吸収させた。

処理した薄板を次に水の中に入れ、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

結果を第3A図、第3B図、及び第3CB図に示す。

【0093】

実施例50 - 硼酸ジデシルジメチルアンモニウム

松の木口薄板を秤量し、次に30%の重量増加が観察されるまで、エタノール/水中で硼酸ジデシルジメチルアンモニウムを吸収させた。

処理した薄板を次に水の中に入れ、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

結果を第3A図及び第3B図に示す。

【0094】

10

20

30

40

50

実施例 5 1 - メタクリル酸ジデシルジメチルアンモニウム

松の木口薄板を秤量し、次に 30% の重量増加が観察されるまで、エタノール / 水中でメタクリル酸ジデシルジメチルアンモニウムを吸収させた。

処理した薄板を次に水の中に入れ、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

結果を第 1 A 図及び第 1 B 図に示す。

【 0 0 9 5 】

実施例 5 2 - グルコン酸ジデシルジメチルアンモニウム

松の木口薄板を秤量し、次に 30% の重量増加が観察されるまで、エタノール / 水中でグルコン酸ジデシルジメチルアンモニウムを吸収させた。

処理した薄板を次に水の中に入れ、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

結果を第 3 A 図及び第 3 B 図に示す。

10

【 0 0 9 6 】

実施例 5 3 - プロピオン酸ジデシルジメチルアンモニウム

松の木口薄板を秤量し、次に 30% の重量増加が観察されるまで、エタノール / 水中でプロピオン酸ジデシルジメチルアンモニウムを吸収させた。

処理した薄板を次に水の中に入れ、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

結果を第 3 A 図及び第 3 B 図に示す。

【 0 0 9 7 】

実施例 5 4 - 2 - エチルヘキサン酸ジデシルジメチルアンモニウム

松の木口薄板を秤量し、次に 35% の重量増加が観察されるまで、エタノール / 水中でエチルヘキサン酸ジデシルジメチルアンモニウムを吸収させた。

処理した薄板を次に水の中に入れ、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

結果を第 3 C 図に示す。

20

【 0 0 9 8 】

実施例 5 5 - ラウリン酸ジデシルジメチルアンモニウム

松の木口薄板を秤量し、次に 35% の重量増加が観察されるまで、エタノール / 水中でラウリン酸ジデシルジメチルアンモニウムを吸収させた。

処理した薄板を次に水の中に入れ、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

結果を第 3 C 図に示す。

【 0 0 9 9 】

実施例 5 6 - デカン酸ジデシルジメチルアンモニウム

松の木口薄板を秤量し、次に 30% の重量増加が観察されるまで、エタノール / 水中でデカン酸ジデシルジメチルアンモニウムを吸収させた。

処理した薄板を次に水の中に入れ、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

結果を第 3 C 図に示す。

30

【 0 1 0 0 】

実施例 5 7 - ステアリン酸ジデシルジメチルアンモニウム

松の木口薄板を秤量し、次に 40% の重量増加が観察されるまで、エタノール / 水中でステアリン酸ジデシルジメチルアンモニウムを吸収させた。

処理した薄板を次に水の中に入れ、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

結果を第 3 C 図に示す。

40

【 0 1 0 1 】

実施例 5 8 - ステアリン酸ジデシルジメチルアンモニウムエマルジョン

松の木口薄板を秤量し、次に 6% の重量増加が観察されるまで、水中でステアリン酸ジデシルジメチルアンモニウムエマルジョンを吸収させた。

処理した薄板を次に水の中に入れ、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

結果を第 3 C 図に示す。

【 0 1 0 2 】

実施例 5 9 - オクタン酸ジデシルジメチルアンモニウム

松の木口薄板を秤量し、次に 40% の重量増加が観察されるまで、水中でオクタン酸ジ

50

デシルジメチルアンモニウムを吸収させた。

処理した薄板を次に水の中に入れ、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

結果を第3C図に示す。

第3A図、第3B図、及び第3C図は、本発明のカルボン酸クオットが長期間浸出しにくく、塩化クオットよりも一層良いことを示している。

【0103】

殺生物活性

実施例60 - 酢酸ジデシルジメチルアンモニウム

A. niger、G. trabeum、T. veride、及びL. leptideusの培養基に、水に入れた75%酢酸ジデシルジメチルアンモニウムの種々の量と共に接種した。増殖が観察されないカルボン酸クオットの濃度及び増殖が影響を受けない最高濃度を平均した。結果を表6に示す。

10

【0104】

比較例60A - 塩化ジデシルジメチルアンモニウム

酢酸ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに塩化ジデシルジメチルアンモニウムを用いて、実施例60の手順を繰り返した。

結果を表6に示す。

【0105】

比較例60B - 塩化ジデシルジメチルアンモニウム / アイオドプロパルギルブチルカルバメート

20

酢酸ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに、塩化ジデシルジメチルアンモニウム4部及びアイオドプロパルギルブチルカルバメート1部の混合物を用いて、実施例60の手順を繰り返した。

結果を表6に示す。

【0106】

実施例61 - 2 - エチルヘキサン酸ジデシルジメチルアンモニウム

酢酸ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに2 - エチルヘキサン酸ジデシルジメチルアンモニウムを用いて、実施例60の手順を繰り返した。

結果を表6に示す。

【0107】

30

実施例62 - ラウリン酸ジデシルジメチルアンモニウム

酢酸ジデシルジメチルアンモニウムの代わりにラウリン酸ジデシルジメチルアンモニウムを用いて、実施例60の手順を繰り返した。

結果を表6に示す。

【0108】

実施例63 - ステアリン酸ジデシルジメチルアンモニウム

酢酸ジデシルジメチルアンモニウムの代わりにステアリン酸ジデシルジメチルアンモニウムを用いて、実施例60の手順を繰り返した。

結果を表6に示す。

【0109】

40

実施例64 - 塩化ジデシルジメチルアンモニウム (DDAC) / ポリプロピレングリコールモノステアレート (PGMS) / 水

3部の塩化ジデシルジメチルアンモニウム及び2.5部のPGMSを一緒に混合し、94.5部の暖かい(40度の)水を添加しながら攪拌し、木材を防水性にし、防腐性を与えるのに適切な安定なエマルジョンを生成させた。

【0110】

実施例65 - DDAC / 3% PGMS / ミネラルスピリッツ

PGMSとして3部のPGMS及び水の代わりに84部のミネラルスピリッツを用いて、実施例64の方法を繰り返した。

【0111】

50

- 実施例 66 - DDAC / 6% PGMS / ミネラルスピリッツ
PGMSとして6部のPGMS、ミネラルスピリッツとして91部のミネラルスピリッツを用いて、実施例65の方法を繰り返した。
- 【0112】
- 実施例 67 - DDAC / 8% PGMS / ミネラルスピリッツ
PGMSとして8部のPGMS、ミネラルスピリッツとして89部のミネラルスピリッツを用いて、実施例65の方法を繰り返した。
- 【0113】
- 実施例 68 - DDAC / 12% PGMS / ミネラルスピリッツ
PGMSとして12部のPGMS及びミネラルスピリッツとして85部のミネラルスピリッツを用いて、実施例65の方法を繰り返した。 10
- 【0114】
- 実施例 69 - DDAC / 9% エチレングリコールモノステアレート (EGMS) / 水
PGMSの代わりに9部のEGMS、水として88部の水を用いて、実施例64の方法を繰り返した。
- 【0115】
- 実施例 70 - DDAC / 10% エチレングリコールジステアレート (EGDS) / 水
EGMSの代わりに10部のEGDS、水として87部の水を用いて、実施例69の方法を繰り返した。
- 【0116】 20
- 実施例 71 - DDAC / 9% ソルビタントリステアレート (STS) / 水
PGMSの代わりに9部のSTS、水として88部の水を用いて、実施例64の方法を繰り返した。
- 【0117】
- 実施例 72 - DDAC / 9% ソルビタンモノステアレート (SMS) / 水
STSの代わりに9部のSMSを用いて、実施例71の方法を繰り返した。
- 【0118】
- 実施例 73 - DDAC / 9% ポリエチレングリコールジステアレート (PEG400-DS) / 水
SMSの代わりに9部のPEG400-DSを用いて、実施例71の方法を繰り返した。 30
- 【0119】
- 実施例 74 - DDAC / 9% PEG400-DS / ミネラルスピリッツ
水の代わりに88部のミネラルスピリッツを用いて、実施例73の方法を繰り返した。
- 実施例 75 - 水酸化ジデシルジメチルアンモニウム / PGMS / 水
塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに3部の水酸化ジデシルジメチルアンモニウムを用いて、実施例64の方法を繰り返した。
- 実施例 76 - 炭酸ジデシルジメチルアンモニウム / 2.5% PGMS / 水
塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに3部の炭酸ジデシルジメチルアンモニウムを用いて、実施例64の方法を繰り返した。 40
- 実施例 77 - 炭酸ジデシルジメチルアンモニウム / 2.5% グリセロールモノラウレート (GML) / 水
PGMSの代わりに2.5部のGMLを用い、実施例76の方法を繰り返した。
- 実施例 78 - 炭酸ジデシルジメチルアンモニウム / 2.5% グリセロールモノステアレート (GMS) / 水
GMLの代わりに2.5部のGMSを用い、実施例77の方法を繰り返した。
- 実施例 79 - 酢酸ジデシルジメチルアンモニウム / PGMS / 水
塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに3部の酢酸ジデシルジメチルアンモニウムDを用いて、実施例64の方法を繰り返した。
- 実施例 80 - 混合ココナッツ脂肪酸カルボン酸ジデシルジメチルアンモニウム / PGMS 50

S / 水

塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに、手順 G の方法により製造された混合ココナツ脂肪酸カルボン酸ジデシルジメチルアンモニウム 5 部、PGMS として 5 部の PGMS、水として 90 部の水を用いて、実施例 64 の方法を繰り返した。

実施例 81 - 塩化ジデシルジメチルアンモニウム / PGMS / 水

松の木口薄板を秤量し、次に実施例 1 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を、試料が処理混合物で飽和するまで吸収させた。次に試料を一定重量まで空気乾燥し、防水剤木材防腐剤組成物の吸収量を決定した。

処理した薄板を取り出し、一定重量まで乾燥し、周期的に秤量して難浸出性を決定した。

乾燥した処理薄板を、水中に 30 分間浸漬し、膨潤性を決定した。膨潤は、未処理対照と比較して、試料の長さの増大として測定し、各々について膨潤指数を計算した。

結果を表 7 及び第 4 A 図及び第 4 B に示す。

【0120】

比較例 81A - 塩化ジデシルジメチルアンモニウム

防水剤木材防腐剤組成物として塩化ジデシルジメチルアンモニウムを用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

【0121】

結果を表 7 及び第 4 A 図及び第 4 B 図に示す。

実施例 82 - DDAC / 3% PGMS / ミネラルスピリッツ

防水剤木材防腐剤組成物として、実施例 65 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

結果を表 7 に示す。

実施例 83 - DDAC / 6% PGMS / ミネラルスピリッツ

防水剤木材防腐剤組成物として、実施例 66 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

結果を表 7 に示す。

実施例 84 - DDAC / 8% PGMS / ミネラルスピリッツ

防水剤木材防腐剤組成物として、実施例 67 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

結果を表 7 に示す。

実施例 85 - DDAC / 12% PGMS / ミネラルスピリッツ

防水剤木材防腐剤組成物として、実施例 68 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

結果を表 7 に示す。

実施例 86 - DDAC / 9% EGM S / 水

防水剤木材防腐剤組成物として、実施例 69 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

結果を表 7 に示す。

実施例 87 - DDAC / 10% EGD S / 水

防水剤木材防腐剤組成物として、実施例 70 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

結果を表 7 に示す。

実施例 88 - DDAC / 9% STS / 水

防水剤木材防腐剤組成物として、実施例 71 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

結果を表 7 に示す。

実施例 89 - DDAC / 9% SMS / 水

防水剤木材防腐剤組成物として、実施例 72 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

10

20

30

40

50

結果を表 7 に示す。

実施例 90 - D D A C / 9 % P E G 4 0 0 - D S / 水

防水剤木材防腐剤組成物として、実施例 73 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

結果を表 7 に示す。

実施例 91 - D D A C / 9 % P E G 4 0 0 - D S / ミネラルスピリッツ

防水剤木材防腐剤組成物として、実施例 74 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

結果を表 1 に示す。

実施例 92 - 水酸化ジデシルジメチルアンモニウム / P G M S / 水

防水剤木材防腐剤組成物として、実施例 75 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

結果を表 7 及び第 4 A 図及び第 4 B 図に示す。

10

【 0 1 2 2 】

比較例 92 A - 水酸化ジデシルジメチルアンモニウム

塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに水酸化ジデシルジメチルアンモニウムを用いて、比較例 81 A の方法を繰り返した。

結果を表 7 及び第 4 A 図及び第 4 B 図に示す。

【 0 1 2 3 】

実施例 93 - 炭酸ジデシルジメチルアンモニウム / 2 . 5 % P G M S / 水

防水剤木材防腐剤組成物として、実施例 76 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

結果を表 7 及び第 4 A 図及び第 4 B 図に示す。

20

【 0 1 2 4 】

比較例 93 A - 炭酸ジデシルジメチルアンモニウム

塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに炭酸ジデシルジメチルアンモニウムを用いて、比較例 81 A の方法を繰り返し、透明な溶液を生成させた。

結果を表 7 及び第 4 A 図及び第 4 B 図に示す。

【 0 1 2 5 】

実施例 94 - 炭酸ジデシルジメチルアンモニウム / 2 . 5 % G M L / 水

P G M S の代わりに 2 . 5 部の G M L を用いて、実施例 93 の方法を繰り返した。

結果を表 7 に示す。

実施例 95 - 炭酸ジデシルジメチルアンモニウム / 2 . 5 % G M S / 水

P G M S の代わりに 2 . 5 部の G M S を用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

結果を表 7 に示す。

実施例 96 - 酢酸ジデシルジメチルアンモニウム / P G M S / 水

防水剤木材防腐剤組成物として、実施例 16 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を用いて、実施例 81 の方法を繰り返した。

結果を表 7 及び第 4 A 図及び第 4 B 図に示す。

30

【 0 1 2 6 】

比較例 96 A - 酢酸ジデシルジメチルアンモニウム

塩化ジデシルジメチルアンモニウムの代わりに酢酸ジデシルジメチルアンモニウムを用いて、比較例 81 A の方法を繰り返した。

結果を第 4 A 図及び第 4 B 図に示す。

40

【 0 1 2 7 】

実施例 97 - 混合ココナッツ脂肪酸カルボン酸ジデシルジメチルアンモニウム / P G M S / 水

防水剤木材防腐剤組成物として、実施例 80 の方法に従って製造された防水剤木材防腐剤組成物を用いて、実施例 81 の方法を繰り返し、エマルジョンを生成させた。

結果を表 7 に示す。

50

【 0 1 2 8 】

比較例 9 7 A - 混合ココナツ脂肪酸カルボン酸ジデシルジメチルアンモニウム
防水剤木材防腐剤組成物の代わりに 5 部の混合ココナツ脂肪酸カルボン酸ジデシルジ
メチルアンモニウム及び 9 5 部の水を用いて、比較例 8 1 A の方法を繰り返した。
結果を表 7 に示す。

【 0 1 2 9 】

実施例 9 8 - P G M S
防水剤木材防腐剤組成物の代わりに 8 部の P G M S 及び 9 2 部の水の溶液を用いて、実
施例 8 1 の方法を繰り返した。
結果を表 7 に示す。

10

【 0 1 3 0 】

比較例 9 8 A - ミネラルスピリッツ
防水剤木材防腐剤組成物の代わりに、市販ワックス系生物剤 / ミネラルスピリッツ系溶
液〔ウッドトリート (Woodtreat) M B - コップコート社 (KopCoat,
Inc.) 〕を用いて、実施例 8 1 の方法を繰り返した。
結果を表 7 に示す。

表 7 は、本発明の防水剤木材防腐剤組成物の向上した諸性質を示している。

【 0 1 3 1 】

防水剤木材防腐剤組成物の性質

表 7												
例	81	81A	82	83	84	85	86	87	88	89	90	91
組成物												
クオット												
塩化物	3	100	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
水酸化物	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
炭酸塩	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
酢酸塩	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
混合ココナツ脂 肪酸カルボン酸塩	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
防水剤												
PGMS	2.5	-	3	6	8	12	-	-	-	-	-	-
EGMS	-	-	-	-	-	-	9	-	-	-	-	-
EGDS	-	-	-	-	-	-	-	10	-	-	-	-
STS	-	-	-	-	-	-	-	-	9	-	-	-
SMS	-	-	-	-	-	-	-	-	-	9	-	-
PEG400-DS	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	9	9
GML	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
GMS	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
ミネラルスピリッ ツ中ワックス系	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
溶媒												
水	94.5	-	-	-	-	-	88	87	88	88	88	-
ミネラルスピリッ ツ	-	-	94	91	89	85	-	-	-	-	-	88
性質												
膨潤指数 (%)	57	-	55	33	50	55	36	30	9	64	-	-
全添加量 (%)	5.4	35	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
室温24時間浸出で 保持された固体又は 添加量 (%)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
室温300時間浸出で 保持された固体又は 添加量 (%)	3.2	0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

10

20

30

40

防水剤木材防腐剤組成物の性質

表7 (続き)												
例	92	92A	93	93A	94	95	96	96A	97	97A	98	98A
組成物												
クオット												
塩化物	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
水酸化物	3	100	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
炭酸塩	-	-	3	100	3	3	-	-	-	-	-	-
酢酸塩	-	-	-	-	-	-	3	100	-	-	-	-
混合ココナツ脂 脂肪酸カルボン酸塩	-	-	-	-	-	-	-	-	5	5	-	-
防水剤												
PGMS	2.5	-	2.5	-	-	-	2.5	-	5	-	8	-
EGMS	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
EGDS	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
STS	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
SMS	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
PEG400-DS	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
GML	-	-	-	-	2.5	-	-	-	-	-	-	-
GMS	-	-	-	-	-	2.5	-	-	-	-	-	-
ミネラルスピリッ ツ中ワックス系	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.2
溶媒												
水	94.5	-	94.5	-	94.5	94.5	94.5	-	90	95	92	-
ミネラルスピ リツ	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	98- 99
性質												
膨潤指数 (%)	14	-	71	-	14	57	57	-	50	14	0	43
全添加量 (%)	4.8	35	5.1	37	4.2	5.1	4.5	45	10	2.7	3.4	3.4
室温24時間浸出 で保持された固体 又は添加量 (%)	-	-	-	-	-	-	-	-	103	103	100+	100+
室温300時間浸出 で保持された固体 又は添加量 (%)	3.5	0	4.5	0	2.1	3.4	3	0	-	-	-	-

10

20

30

40

【0133】

ここに言及した全ての特許、出願、論文、刊行物、及び処理方法は、参考のためここに
入れてある。

50

上記詳細な説明を見て、当業者は本発明の多くの変更を思いつくであろう。そのような容易に想到し得る変更は、請求の範囲内に全て含まれるものである。

【0134】

本発明に関して、更に以下の内容を開示する。

(1) 水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリアル置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウムの製造方法において、

(a) 塩化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリアル置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム反応物 (reactant) と、金属水酸化物反応物とを $C_1 \sim C_4$ 直鎖アルコールからなる溶媒中で反応させ、然も、前記金属水酸化物が前記水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリアル置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウムを生成するのに十分な量で存在する、
ことからなる製造方法。

(2) $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリアル置換アルキルが、メチル、 $C_8 \sim C_{16}$ アルキル、及びベンジル基からなる群から選択され、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル基が $C_{10} \sim C_{16}$ アルキルである、(1)に記載の方法。

(3) アルキル基がジ $C_8 \sim C_{12}$ である、(1)に記載の方法。

(4) 第四級アンモニウム化合物がジデシルジメチルアンモニウム化合物である、(1)に記載の方法。

(5) 金属水酸化物が水酸化カリウムからなる、(1)～(4)のいずれか1項に記載の方法。

(6) $C_1 \sim C_4$ 直鎖アルコールがエタノールからなる、(1)～(5)に記載の方法。

(7) (a) 塩化ジデシルジメチルアンモニウムと水酸化カリウムとをエタノール中で反応させ、然も、前記水酸化カリウムが、前記塩化ジデシルジメチルアンモニウムに対し少なくとも化学量論的量で存在する、
ことからなる水酸化ジデシルジメチルアンモニウムの製造方法。

(8) (1)～(7)に記載の方法により製造された組成物。

(9) (3)に記載の方法により製造された少なくとも一種類の水酸化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムを殺生物に有効な量で含む木材防腐剤組成物。

(10) (a) 殺生物に有効な量の少なくとも一種類の水酸化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウム、及び(b)溶媒からなり、然も、金属を含まない木材防腐剤組成物。

(11) 水酸化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムが水酸化ジデシルジメチルアンモニウムである、(10)に記載の木材防腐剤組成物。

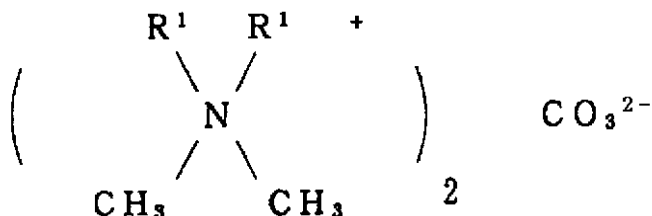
(12) 溶媒が水性溶媒である、(10)に記載の木材防腐剤組成物。

(13) 水酸化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムと溶媒とを一緒にしたものを100重量部として、約0.1～約5重量部の水酸化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウム及び約95～99.9重量部の溶媒からなる、(10)に記載の木材防腐剤組成物。

(14) 水酸化ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムが水酸化ジデシルジメチルアンモニウムである、(13)に記載の木材防腐剤組成物。

(15) 木質基材を、(10)に記載の木材防腐剤組成物で処理することからなる、木質基材の防腐方法。

(16) (a) 式：



10

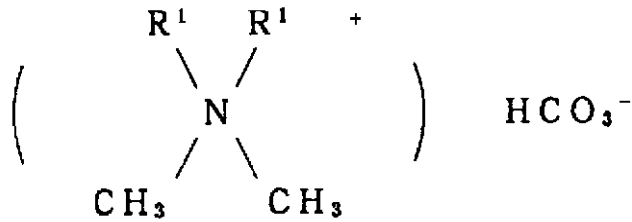
20

30

40

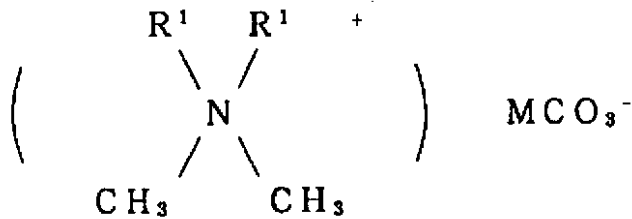
50

(式中、R¹は、C₈～C₁₂アルキル基である。)
 を有する少なくとも一種類の炭酸ジC₈～C₁₂アルキル第四級アンモニウム；及び
 (b)(1)式：



10

(式中、R¹は、(a)の場合と同じか又は異なるC₈～C₁₂アルキル基である。)
 を有する少なくとも一種類の炭酸水素C₈～C₁₂アルキル第四級アンモニウム；又は
 (2)式：



20

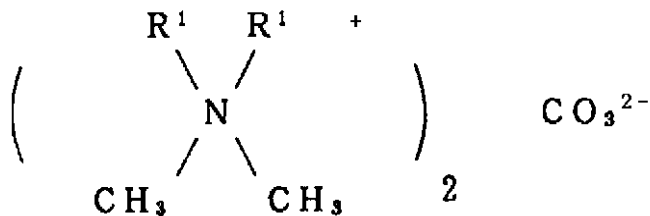
(式中、R¹は、(a)又は(b)の場合と同じか又は異なるC₈～C₁₂アルキル基であり、Mは非カップラー金属である。)

を有する少なくとも一種類の炭酸金属ジC₈～C₁₂アルキル第四級アンモニウム；又は
 (3)(b)(1)及び(b)(2)の組合せ；

からなる、金属カップラーを含まない木材防腐剤組成物。

(17) (A)殺生物に有効な量の、式：

30



(式中、R¹は、C₈～C₁₂アルキル基である。)

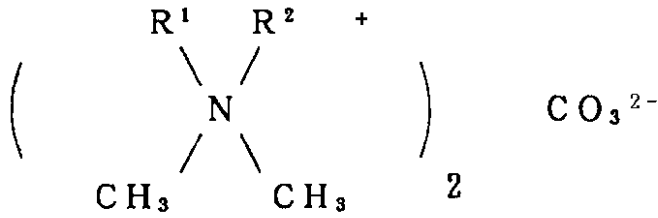
を有する少なくとも一種類の炭酸ジC₈～C₁₂アルキル第四級アンモニウム、及び(B)

40

(18) (A)殺生物に有効な量の、(16)に記載の少なくとも一種類の組成物、及び(B)溶媒からなる木材防腐剤組成物。

(19) 炭酸ジC₈～C₁₂アルキル第四級アンモニウムと溶媒とを一緒にしたものを100重量部として、約0.1～約5重量部の炭酸ジC₈～C₁₂アルキル第四級アンモニウム及び約95～99.9重量部の溶媒からなる、(17)に記載の木材防腐剤組成物。

(20) 式：



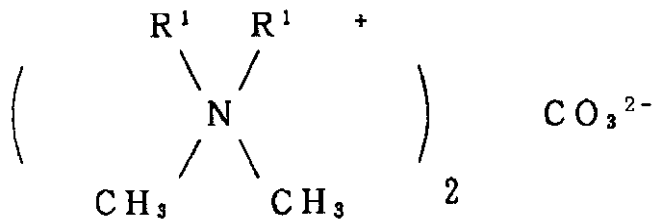
(式中、 R^1 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル基であり、 R^2 は、 $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基である。)

を有する炭酸 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウムの製造方法において、

(a) 塩化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム反応物と金属水酸化反応物とを、 $C_1 \sim C_4$ 直鎖アルコールからなる溶媒中で反応させ、然も、前記金属水酸化物が、水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム、金属塩化物、及び任意に未反応金属水酸化物を生ずるのに十分な量で存在し、そして

(b) 前記水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム及び任意に未反応金属水酸化物と、二酸化炭素とを反応させ、前記炭酸 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム及び任意に金属炭酸塩を生成させる、ことからなる製造方法。

(21) 式：



を有する炭酸第四級アンモニウム化合物中の R^1 が、 $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基である、(20)に記載の方法。

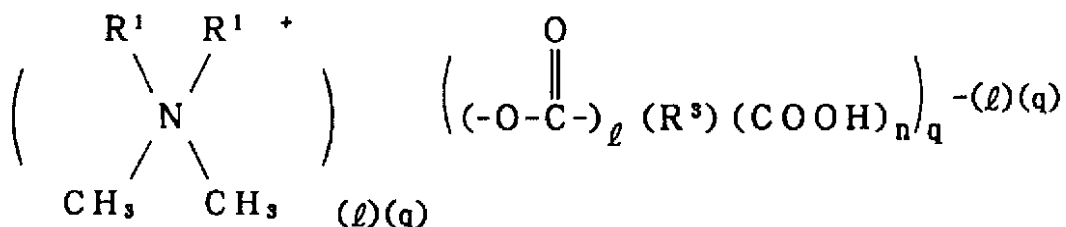
(22) R^1 が C_{10} アルキル基である、(21)に記載の方法。

(23) (17)に記載の木材防腐剤組成物で木質基材を処理することからなる、木質基材を防腐する方法。

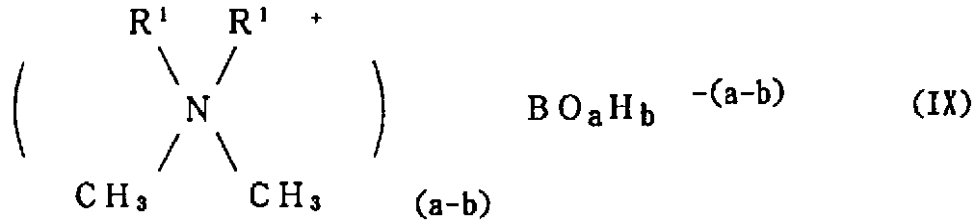
(24) (20)、(21)、(22)、又は(23)のいずれか1項に記載の方法により製造された組成物。

(25) (a) 殺生物に有効な量の、

(i) 少なくとも一種類の、式：



[式中、 R^1 は、 $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基であり； R^3 は、置換又は非置換、断続 (interrupted) 又は非断続 $C_1 \sim C_{100}$ 基であり； l 及び q は、独立に1、2又は3であり、 (l) (q)は1、2、又は3であり； n は、0又は1～50の整数である。]
を有するカルボン酸ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウム；
(ii) 少なくとも一種類の、式：



10

(式中、 R^1 は上で定義した通りであり、 a は2又は3であり、 a が2の時、 b は0又は1であり、 a が3の時、 b は0、1、又は2である。)

を有する硼酸ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウム；又は

(iii) (i) 及び (ii) の組合せ；及び

(b) 溶媒；

からなる、金属を含まない木材防腐剤組成物。

(26) R^1 が C_{10} アルキル基であり、 R^3 がアルキル又はアルケニル基である、(25)に記載の木材防腐剤組成物。

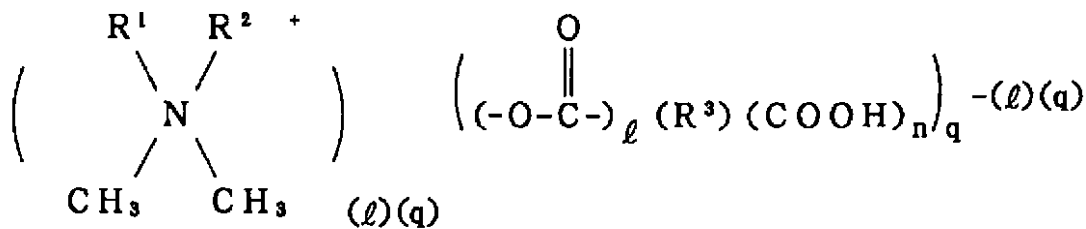
20

(27) l が1又は2である、(25)に記載の木材防腐剤組成物。

(28) n が1～20の整数である、(25)に記載の木材防腐剤組成物。

(29) ジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムのカルボン酸塩、硼酸塩、又はそれらの組合せ及び溶媒を一緒にしたものを100重量部として、約0.1～約5重量部のジ $C_8 \sim C_{12}$ アルキル第四級アンモニウムのカルボン酸塩、硼酸塩、又はそれらの組合せ、及び約95～約99.9重量部の溶媒からなる、(25)に記載の木材防腐剤組成物。

(30) 式：



30

[式中、 R^1 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル基であり； R^2 は、 $C_8 \sim C_{12}$ アルキル基であり； R^3 は、置換又は非置換、断続又は非断続 $C_1 \sim C_{100}$ 基であり； l 及び q は、独立に1、2又は3であり、 (l) (q)は1、2、又は3であり； n は、0又は1～50の整数である。]

40

を有するカルボン酸第四級アンモニウムの製造方法において、

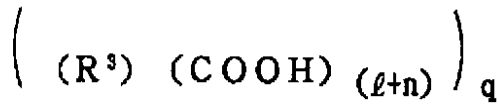
(a) 塩化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム反応物と金属水酸化物反応物とを、 $C_1 \sim C_4$ 直鎖アルコールからなる溶媒中で反応させ、然も、前記金属水酸化物が水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム、金属塩化物、及び任意に未反応の金属水酸化物を生ずるのに十分な量で存在し、

(b) 前記水酸化 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル又はアリール置換アルキル、 $C_8 \sim C_{20}$ アルキル第四級アンモニウム及び任意に未反応金属水酸化物と、二酸化炭素とを反応させ、

50

炭酸 C₁ ~ C₂₀ アルキル又はアリール置換アルキル、C₈ ~ C₂₀ アルキル第四級アンモニウム及び任意に金属炭酸塩を生成させ、

(c) 前記炭酸 C₁ ~ C₂₀ アルキル又はアリール置換アルキル、C₈ ~ C₂₀ アルキル第四級アンモニウムと、式



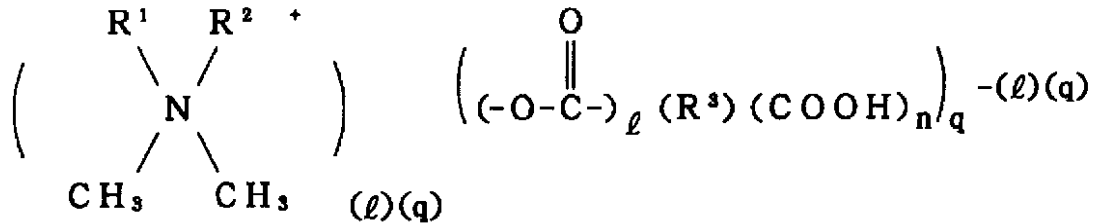
10

[式中、R³は、置換又は非置換、断続又は非断続 C₁ ~ C₁₀₀ 基であり；ℓ及び q は、独立に 1、2、又は 3 であり、(ℓ)(q) は 1、2、又は 3 であり；n は、0 又は 1 ~ 50 の整数である。]

を有する少なくとも一種類のカルボン酸と反応させ、前記カルボン酸 C₁ ~ C₂₀ アルキル又はアリール置換アルキル、C₈ ~ C₂₀ アルキル第四級アンモニウムを生成させる、ことからなるカルボン酸第四級アンモニウムの製造方法。

(31) ジ C₈ ~ C₁₂ アルキル基がデシル基である、(30)に記載の方法。

(32) 式：



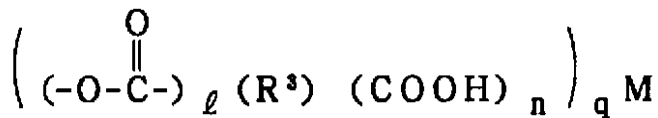
20

[式中、R¹は、C₁ ~ C₂₀ アルキル又はアリール置換アルキル基であり；R²は、C₈ ~ C₂₀ アルキル基であり；R³は、置換又は非置換、断続又は非断続 C₁ ~ C₁₀₀ 基であり；ℓ及び q は、独立に 1、2 又は 3 であり、(ℓ)(q) は 1、2、又は 3 であり；n は 0 又は 1 ~ 50 の整数である。]

30

を有するカルボン酸第四級アンモニウムの製造方法において、

(a) 塩化 C₁ ~ C₂₀ アルキル又はアリール置換アルキル、C₈ ~ C₂₀ アルキル第四級アンモニウム反応物と、式：



[式中、R³は、置換又は非置換、断続又は非断続 C₁ ~ C₂₀ 基であり；M は、一価、二価、又は三価の金属であり；ℓ及び q は、独立に 1、2、又は 3 であり；(ℓ)(q) は、1、2、又は 3 であり；ℓ は、M が一価の時 1 であり、M が二価の時 2 であり、M が三価の時 3 であり；n は、0 又は 1 ~ 50 の整数である。]

40

を有する少なくとも一種類の金属カルボン酸塩と、C₁ ~ C₄ 直鎖アルコールからなる溶媒中で反応させ、前記カルボン酸第四級アンモニウムを生成させる、ことからなるカルボン酸第四級アンモニウムの製造方法。

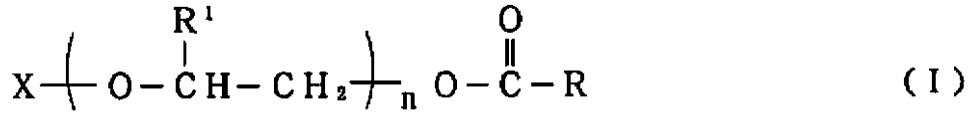
(33) R¹が C₈ ~ C₁₂ アルキル基である、請求項(30)、(31)、又は(32)のいずれか1項に記載の方法。

(34) (25)に記載の木材防腐剤組成物で木質基材を処理することからなる、木質基材の防腐方法。

50

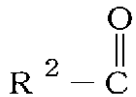
(35) 請求項(30)、(31)、又は(32)のいずれか1項に記載の方法に従い製造された組成物。

(36) 式：



10

(式中、Xは、水素又は



であり；

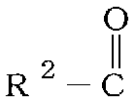
R及びR²は、独立に飽和又は不飽和、置換又は非置換、断続又は非断続C₉~C₅₀基であり； 20

R¹は、水素又はメチル基であり；そして

nは、1~10の整数である。）

を有する防水剤組成物であって、然も任意に、殺生物に有効な量の少なくとも一種類のC₁~C₂₀アルキル又はアリール置換アルキル、C₈~C₂₀アルキル第四級アンモニウム組成物、溶媒、又はそれらの組合せを含有する防水剤組成物。

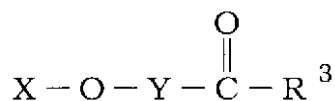
(37) Xが



30

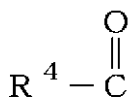
であり、R及びR²が、夫々C₁~C₇アルキル基であり、R¹が水素であり、nが1である、(36)に記載の防水剤組成物。

(38) 式：



40

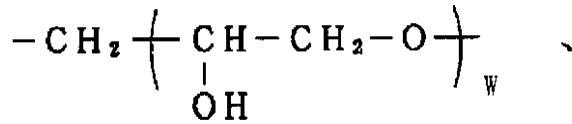
(式中、Xは、水素又は



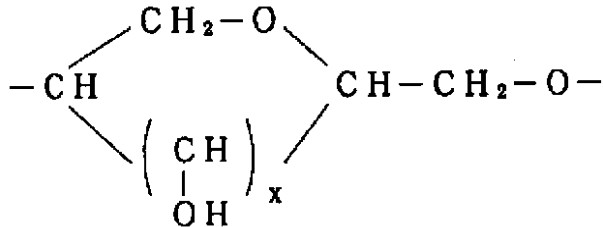
であり；

50

Y は、置換又は非置換

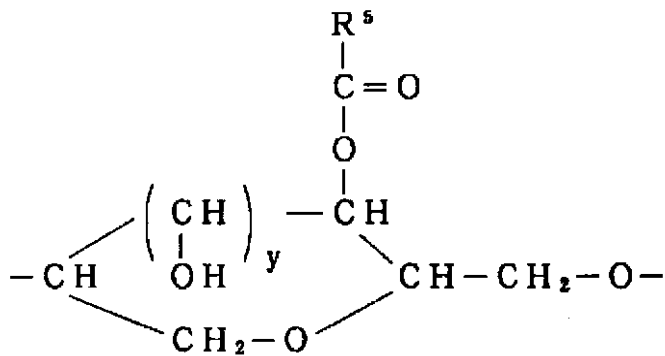


置換又は非置換



10

又はその鏡像異性体、又は置換又は非置換



20

又はその鏡像異性体であり；

30

R³、R⁴、及びR⁵は、独立に飽和又は不飽和、置換又は非置換、断続又は非断続C₉～C₅₀基であり；

wは、1～10の整数であり；そして

x及びyは、独立に0、1、又は2である。）

を有する防水剤組成物であって、然も任意に、殺生物に有効な量の少なくとも一種類の、C₁～C₂₀アルキル又はアリアル置換アルキル、C₈～C₂₀アルキル第四級アンモニウム組成物、溶媒、又はそれらの組合せを含む防水剤組成物。

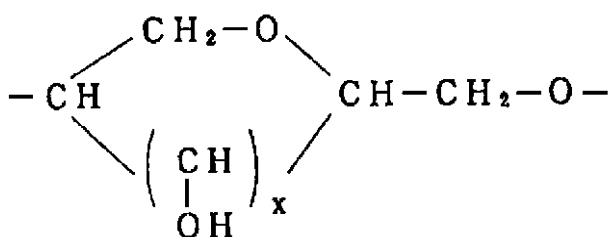
(39) Xが水素であり；R³がC₁₁～C₁₇アルキル基であり；nが1である、(38)に記載の防水剤組成物。

(40) Xが水素であり；R³がC₁₁アルキル基であり；nが1である、(38)に記載の防水剤組成物。

40

(41) Xが水素であり；

Yが、



50

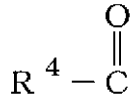
又はその鏡像異性体であり；

R^3 が C_{1-7} アルキル基であり；

x が 2 である；

(38) に記載の防水剤組成物。

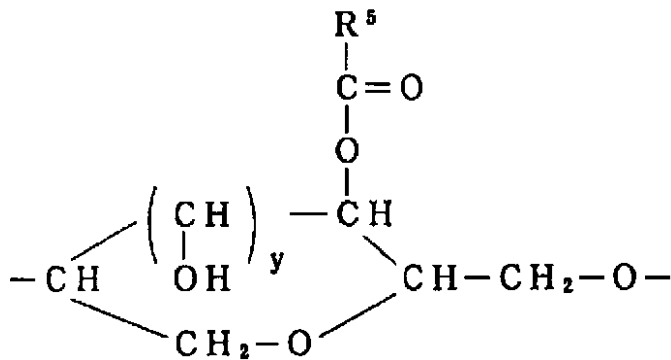
(42) X が、水素又は



10

であり；

Y が、



20

又はその鏡像異性体であり；

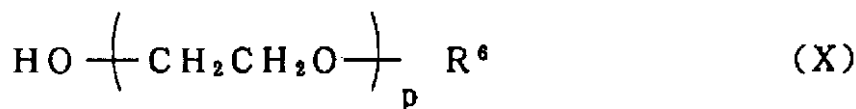
R^3 、 R^4 、及び R^5 が、夫々 C_{1-7} アルキル基であり；

y が 1 であり；

30

然も、任意に、殺生物に有効な量の少なくとも一種類の C_{1-20} アルキル又はアリアル置換アルキル、 C_{8-20} アルキル第四級アンモニウム組成物、溶媒、又はそれらの組合せを含有する、(38) に記載の防水剤組成物。

(43) 式：



40

(式中、 R^6 は飽和又は不飽和、置換又は非置換、断続又は非断続 C_{6-30} 基であり；

p は、1 ~ 30 の整数である。)

を有する防水剤組成物であって、任意に、殺生物に有効な量の少なくとも一種類の C_{1-20} アルキル又はアリアル置換アルキル、 C_{8-20} アルキル第四級アンモニウム組成物、溶媒、又はそれらの組合せを含有する防水剤組成物。

(44) R^6 が C_{1-8} アルキル基又は p -ノニルフェニルであり、 p が 4 である、(43) に記載の防水剤組成物。

【図面の簡単な説明】

【0135】

50

【図 1 A】本発明による木材防腐剤組成物(system)と、従来法の木材防腐剤系との浸出性を比較したグラフである。

【図 1 B】第 1 A 図のグラフの一部を拡大した図である。

【図 2 A】本発明による木材防腐剤組成物と、従来法の木材防腐剤系との浸出性を比較したグラフである。

【図 2 B】第 2 A 図のグラフの一部を拡大した図である。

【図 3 A】本発明による防腐剤組成物と、従来法の木材防腐剤系との浸出性を比較したグラフである。

【図 3 B】第 3 A 図のグラフの一部を拡大した図である。

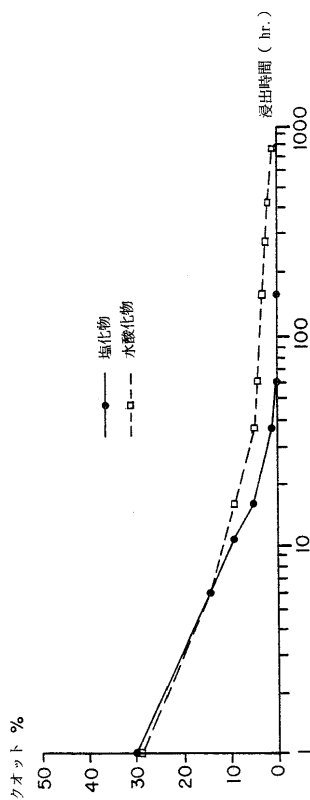
【図 3 C】本発明による防腐剤組成物と、別の木材防腐剤系との浸出性を比較したグラフである。

10

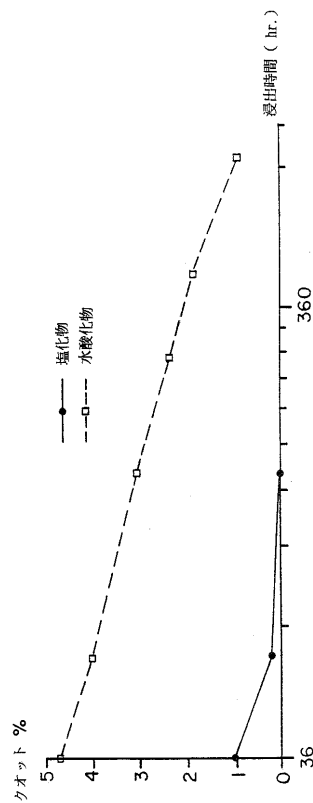
【図 4 A】本発明による木材防腐剤組成物を含む防水剤と、防水剤を含まない木材防腐剤系との浸出性を比較したグラフである。

【図 4 B】第 4 A 図の一部を拡大した図である。

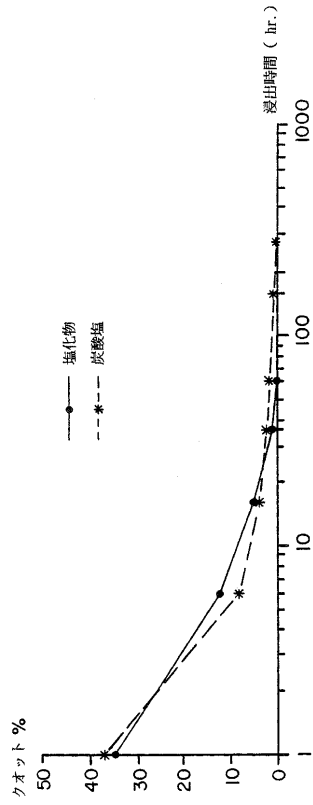
【図 1 A】



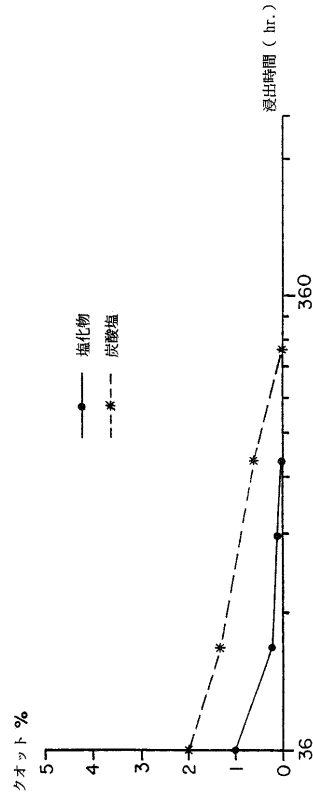
【図 1 B】



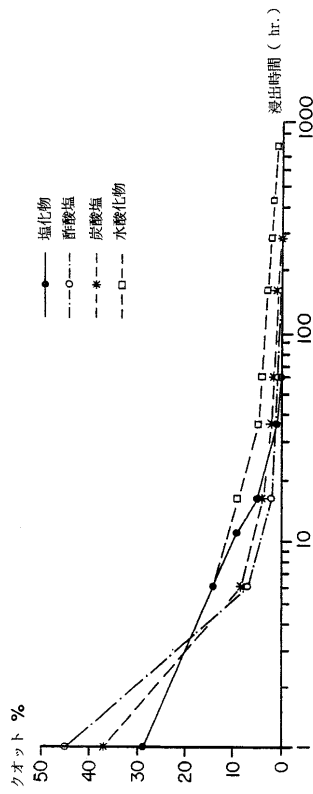
【 図 2 A 】



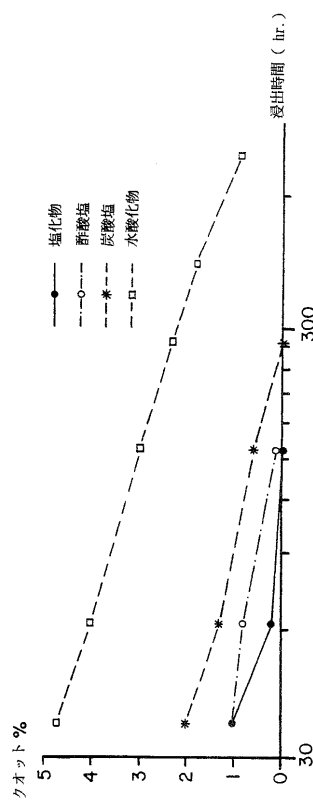
【 図 2 B 】



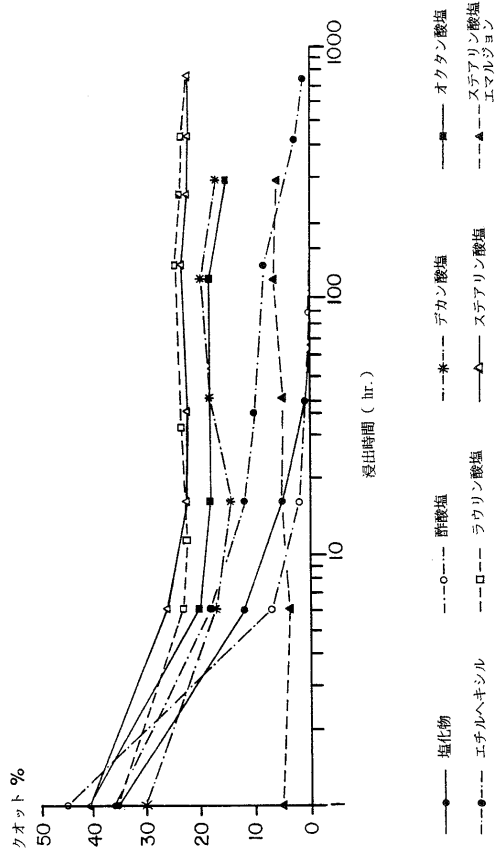
【 図 3 A 】



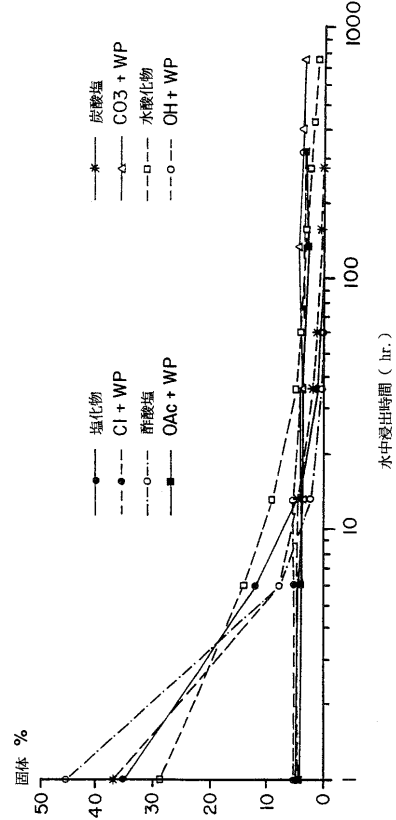
【 図 3 B 】



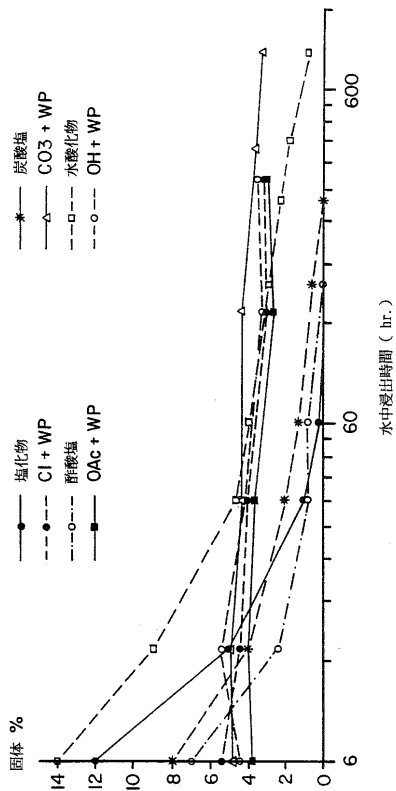
【 図 3 C 】



【 図 4 A 】



【 図 4 B 】



フロントページの続き

- (31)優先権主張番号 074,314
(32)優先日 平成5年6月9日(1993.6.9)
(33)優先権主張国 米国(US)

Fターム(参考) 2B230 AA01 BA03 CB06 CB08 CC04 EB02
4H011 AA01 BB04 DA13 DD07