

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2023年9月14日(14.09.2023)



(10) 国際公開番号

WO 2023/171679 A1

(51) 国際特許分類:

C08L 101/00 (2006.01) G02F 1/1337 (2006.01)
C08K 5/17 (2006.01) H01M 4/62 (2006.01)
C08K 5/20 (2006.01) H01M 10/052 (2010.01)
C11D 7/32 (2006.01) H01M 10/0569 (2010.01)
C11D 7/50 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2023/008624

(22) 国際出願日: 2023年3月7日(07.03.2023)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2022-035731 2022年3月8日(08.03.2022) JP

(71) 出願人: K J ケ ミ カ ル ズ 株 式 会 社 (KJ CHEMICALS CORPORATION) [JP/JP];
〒1030023 東京都中央区日本橋本町 3
丁目 3-6 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 平田 明理(HIRATA Meiri); 〒1030023
東京都中央区日本橋本町 3 丁目 3-6 K
J ケ ミ カ ル ズ 株 式 会 社 本 社 内 Tokyo (JP).
清貞 俊次(KIYOSADA Toshitsugu); 〒8660081
熊本県八代市興国町 1-3 K J ケ ミ カ ル
ズ 株 式 会 社 八 代 工 場 内 Kumamoto (JP). 増
田 英樹(MASUDA Hideki); 〒8660081 熊本県

八代市興国町 1-3 K J ケ ミ カ ル ズ 株 式
会 社 八 代 工 場 内 Kumamoto (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保
護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ,
BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,
CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO,
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP,
KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK,
LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,
MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH,
PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG,
SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ,
UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保
護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS,
MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG,
ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU,
TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ,
DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS,
IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT,
RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF,
CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE,
SN, TD, TG).

(54) Title: COMPOSITION CONTAINING HIGHLY SAFE AMIDE COMPOUND

(54) 発明の名称: 高安全性アミド化合物を含有する組成物

(57) Abstract: [Problem] To provide a composition that has high dissolving power for water and various organic and inorganic materials, is free of harmfulness such as irritation and toxicity, and can be used easily for various industrial purposes, such as such as a solvent for chemical reactions and resin synthesis, a solvent for analysis, a solvent for dissolution of resins, coatings, inks, etc., a diluent for dilution, a dispersant for dispersion, etc., a cleaning agent for cleaning production equipment, metal parts, electronic components, etc., a stripping agent for stripping resists and resins, a liquid crystal aligning agent for aligning liquid crystal molecules, a nonaqueous electrolyte for battery production, etc., and to provide various preparations and products that contain the composition. [Solution] A composition containing a compound (A) having an N-substituted and/N,N-disubstituted amide group and a neutralized salt (B) of an acidic compound and a basic compound.

(57) 要約: 【課題】水、各種有機物、無機物に対する溶解力が高く、刺激性や毒性等の有害性を有さず、化学反応や樹脂合成用溶媒、分析用溶媒、樹脂や塗料、インク等の溶解用溶媒、希釈用希釈剤、分散用分散剤等、製造設備や金属部品、電子部品等の洗浄用洗浄剤、レジストや樹脂の剥離用剥離剤、液晶分子の配向処理用液晶配向処理剤、電池製造用非水電解液等として、各種工業的用途に容易に用いられる組成物及びそれを含有する各種製剤、製品を提供する。【解決手段】N-置換及びN,N-二置換アミド基を有する化合物(A)と、酸性化合物と塩基性化合物の中和塩(B)を含有する組成物。

添付公開書類：

一 国際調査報告（条約第21条(3)）

明 細 書

発明の名称：高安全性アミド化合物を含有する組成物

技術分野

[0001] 本発明は高安全性アミド化合物を含有する組成物及びその用途に関する。

背景技術

[0002] アミド化合物は、アミド系溶媒としては、水をはじめ各種の有機物、無機物をよく溶解し、又、沸点、引火点が高く、熱的、化学的に安定であり、特に常温で液体のものは、アミド系溶媒として反応や精製の溶媒、洗浄剤、レジスト剥離剤等として広く工業的に使用されている。従来から、アミド系溶媒としてN-メチル-2-ピロリドン（NMP）、ジメチルホルムアミド（DMF）、ジメチルアセトアミド（DMAC）が代表的に知られているが、これらの化合物は皮膚刺激性や発がん性（変異原性）、生殖毒性（催奇形性）がある又は疑いがある等、人体への有害性が問題となっている。

[0003] NMP、DMF等のアミド系溶媒の低安全性の問題を解決するため、皮膚刺激性、変異原性、催奇形性等を有さず、高安全性でありながら、各種有機系化合物や合成樹脂に対する溶解力の高いアミド系溶媒としてN-ブチル-2-ピロリドン（NBP）、3-メトキシ-N,N-ジメチルプロパンアミド（KJCPA（登録商標））、が注目されてきた。特許文献1と2は、ポリイミド前駆体やポリイミド樹脂等の合成用溶媒としてNBPやKJCPAをNMPの代替で用いることが開示されている。しかし、これらの特許文献は、NBPやKJCPAが従来の溶媒NMPと同程度の溶解力を有することが確認できたが、従来NMPを含めてアミド系溶媒で発生し易い諸々の問題、例えば、ポリイミド前駆体の分子量が伸びにくい、ポリイミド前駆体の溶液安定性が低い（白濁しやすい）、ポリイミド成膜時に白化しやすい、表面ムラ発生しやすい等の問題が解決されることではなかった。

[0004] 又、ポリウレタンはプラスチック素材でありながら、ゴムのように柔らかく抗張力（引張強度）や耐摩耗性、弾性、耐油性に優れており、スポーツシ

ューズの靴底、衣類等の日用品から、防音材や保温材、接着剤等の工業用材料、バンパーやヘッドレスト等の自動車用材料に至るまで、あらゆる工業用品に使用されている。ポリウレタンの合成はその構造、用途によって種々の方法が挙げられるが、ウレタン化反応は発熱反応を伴うため、多くの熱可塑性ポリウレタンが溶液重合法で安定的に合成されている。特に高分子量化するためには、生成するポリウレタンが均一に溶解できる極性溶媒としてDMF等が多く用いられている。しかしながら、前記のようにDMFによる安全性問題が依然として懸念されている。

[0005] 以上述べたように優れる溶解力と高い安全性を有するアミド化合物を含有する、各種樹脂の合成、溶解、希釈等、顔料の分散、レジスト樹脂の剥離等の各種工業的用途に容易に用いられる組成物が望まれている。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特表2017-517582号公報

特許文献2：特表2015-511935号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] 本発明は、水、各種有機物、無機物に対する溶解力が高く、刺激性や毒性等の有害性を有さず、工業的かつ安定的に長期貯蔵や長期使用でき、化学反応や樹脂合成用溶媒、分析用溶媒、樹脂や塗料、インク等の溶解用溶媒、希釈用希釈剤、分散用分散剤等、製造設備や金属部品、電子部品等の洗浄用洗浄剤、レジストや樹脂、金属等の剥離用剥離剤、液晶分子の配向処理用液晶配向処理剤、電池製造用非水電解液等として、各種工業的用途に容易に用いられる組成物及びそれを含有する各種製剤、製品を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明者らは、前記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、N-置

換及び／又はN，N－二置換アミド基を有する化合物（A）を含有する化合物（A）と、酸性化合物と塩基性化合物の中和塩（B）を含有する組成物を見出し、本発明に至ったものである。

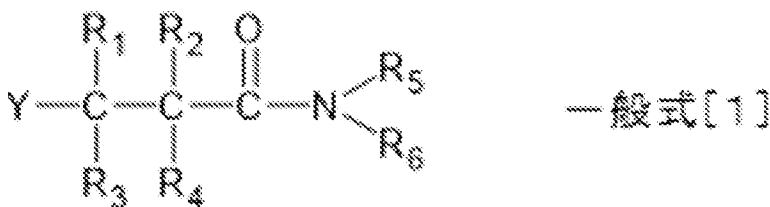
[0009] すなわち、本発明は、下記の構成を基本とするものである。

（１）N－置換及び／又はN，N－二置換アミド基を有する化合物（A）と、酸性化合物と塩基性化合物の中和塩（B）を含有する組成物。

（２）中和塩（B）を形成する酸性化合物を更に含有し、酸価が0.1～40mg KOH/gである前記（１）に記載の組成物。

（３）化合物（A）は下記一般式〔１〕に示されるN－置換及び／又はN，N－二置換プロパンアミドである前記（１）又は（２）に記載の組成物。

[化1]



（式中、 R_5 と R_6 は各々独立に炭素数1～18の直鎖状又は分岐鎖状の飽和又は不飽和のアルキル基、ヒドロキシアルキル基、アミノアルキル基、アルキルエーテル基、或いは各々独立に炭素数6～18の脂環式炭化水素、芳香族炭化水素を表し、 $R_1 \sim R_4$ は各々独立に水素原子、メチル基又はヒドロキシル基を表す。又、 R_5 と R_6 は各々独立に水素原子（同時に水素原子である場合を除く）、或いはそれらを担持する窒素原子と一緒に、飽和5～7員環（酸素原子を有するものを含む。）を形成したものを含む。 Y は水素原子、水酸基、アミン基、炭素数1～18の直鎖状又は分岐鎖状の飽和又は不飽和のアルキル基、炭素数6～18の脂環式炭化水素、芳香族炭化水素、一般式〔２〕もしくは〔３〕で表されるアルコキシ基もしくはアミノ基（式中の R_7 は炭素数1～6の直鎖状又は分岐鎖状のアルキル基又はアルケニル基、 R_8 と R_9 は各々独立に水素原子又は炭素数1～18の直鎖状又は分岐鎖状のアルキル基、アルキルエーテル基、脂環式炭化水素、芳香族炭化水素（但

し、 R_8 と R_9 が同時に水素原子である場合を除く。)を示す。又、 R_8 と R_9 は、それらを担持する窒素原子と一緒にあって、飽和5～7員環(酸素原子を有するものを含む。)を形成したものでもよい。)

[化2]

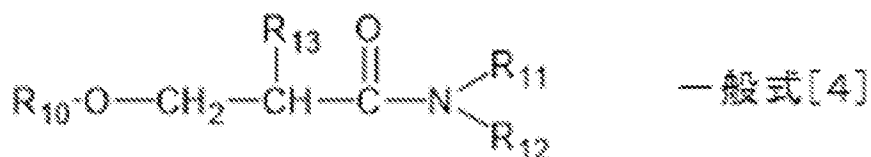


[化3]



(4) 化合物(A)は一般式[4]に示される β -アルコキシ-N-置換プロパンアミド及び/又は β -アルコキシ-N,N-二置換プロパンアミドである前記(1)～(5)のいずれか一項に記載の組成物、

[化4]



(式中、 R_{10} は炭素数1～18の直鎖状又は分岐鎖状のアルキル基、 R_{11} と R_{12} がそれぞれ独立に水素原子、炭素数1～4の直鎖状又は分岐鎖状のアルキル基を表し(同時に水素原子である場合を除く)、 R_{13} は水素原子又はメチル基を表す。)

(5) 酸性化合物は無機及び/又は有機の酸であり、塩基性化合物は無機及び/又は有機の塩基である前記(1)～(4)のいずれか一項に記載の組成物

(6) エーテル基、エステル基、水酸基、ウレア基、アリール基、スルフィニル基から選択される1種以上かつ1個以上の基を有する化合物(C)を更に含有する前記(1)～(5)のいずれか一項に記載の組成物。

(7) 前記(1)～(6)のいずれか一項に記載の組成物を含有する溶媒であって、樹脂、塗料、インク、接着剤、医薬、農薬、香料、顔料、染料、セ

ルロース誘導体、有機ケイ素ポリマー及び導電性材料の溶解に用いられる溶媒。

(8) 前記(1)～(6)のいずれか一項に記載の組成物を含有する希釈剤であって、樹脂、塗料、インク、接着剤、医薬、農薬、香料、顔料、染料、セルロース誘導体、有機ケイ素ポリマー及び導電性材料の希釈に用いられる希釈剤。

(9) 前記(1)～(6)のいずれか一項に記載の組成物を含有する分散剤であって、樹脂、塗料、インク、接着剤、医薬、農薬、香料、顔料、染料、セルロース誘導体、有機ケイ素ポリマー、導電性材料及び炭素材料の分散に用いられる分散剤。

(10) 前記(1)～(6)のいずれか一項に記載の組成物を含有する溶媒であって、化学反応に用いられることを特徴とする溶媒。

(11) 前記(1)～(6)のいずれか一項に記載の組成物を含有する溶媒であって、HPLC(液体クロマトグラフィー)及び／又はGPC(ゲル浸透クロマトグラフィー)の分析に用いられる溶媒。

(12) 前記(1)～(6)のいずれか一項に記載の組成物を含有する洗浄剤であって、製造設備、製造器具、工業製品、工業部品、プラスチック成型品、金属部品、電子部品、記録装置フィルター、三次元造形物、インクジェットノズル及びインクカートリッジの液体流路の洗浄に用いられる洗浄剤。

(13) 前記(1)～(6)のいずれか一項に記載の組成物を含有する剥離剤であって、プラスチック成形品表面の有機塗膜層、三次元粗造形物のサポート材、金属薄膜上のレジスト、UV樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂の剥離に用いられる剥離剤。

(14) 前記(1)～(6)のいずれか一項に記載の組成物を含有する液晶配向処理剤であって、液晶分子の配向処理に用いられる液晶配向処理剤。

(15) 前記(1)～(6)のいずれか一項に記載の組成物を含有する電解液であって、二次電池の製造に用いられる非水電解液。

発明の効果

[0010] 本発明の組成物は、工業的かつ安定的に長期貯蔵や長期使用でき、水や各種有機物、無機物に対する溶解力が優れ、安全性が高く、各種工業的用途に容易に用いられる組成物である。該組成物はN－置換及び／又はN，N－二置換アミド基を有する化合物（A）（以下はアミド化合物（A）とも称する。）及び酸性化合物と塩基性化合物の中和塩（B）（以下は中和塩（B）とも称する。）を必須構成成分として含有することが特徴である。化合物（A）は合成樹脂を含む有機物に対して優れる溶解力、無機物に対して優れる溶解力又は分散力を有しながら、安全性が高いため、それを含有することにより得られる組成物は高溶解力と高安全性を具備し、各種溶媒、希釈剤、分散剤、洗浄剤、剥離剤、液晶配向処理剤及び非水電解液として用いることができる。中和塩（B）は、化合物（A）と同様に刺激性や毒性等の有害性を有さず、化合物（A）に容易に溶解又は分散することができ、かつ、Aの安定性を改善する作用を有し、それを含有することにより得られる組成物は安定的に長期貯蔵することができ、前記各種工業的用途に長期的に好適に用いることができる。化合物（A）のアミド基は電子供与性の窒素原子を有するため、塩基性を示し、又窒素原子に結合する置換基の種類と数（N－置換又はN，N－二置換）によってその塩基性の強弱が変わり、化学反応や樹脂合成用溶媒として用いられる場合、反応を加速したり、減速したり、副反応を招いたり等のことを生じる場合がある。このようなアミド化合物（A）は中和塩（B）と共存することで、アミド基の塩基性に起因する作用が抑制され、更に組成物の安定性が向上され、長期貯蔵することができ、各種工業的用途に長期使用することもできる。

発明を実施するための形態

[0011] 以下、本発明を詳細に記載する。

本発明の一実施様態はN－置換及び／又はN，N－二置換アミド基を有する化合物（A）及び酸性化合物と塩基性化合物の中和塩（B）を含有する組成物（F）である。化合物（A）の含有量は組成物（F）の全体に対して25～99.999質量%であることが好ましい。又Aの含有量は50～99

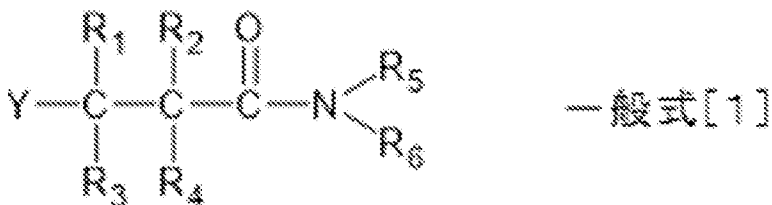
、 99 質量%であることがより好ましく、 70～99.8 質量%であることが特に好ましい。組成物（F）の中に、Aを25 質量%以上含有すると、各種有機物、合成樹脂、塗料やインク等に対して十分な溶解力を有するため、好ましい。Aを99.999 質量%以下含有する場合、組成物の必須構成成分である中和塩（B）を0.001 質量%以上含有することが可能であり、Bによる組成物（F）の安定性向上、F中で合成される樹脂等の保存安定性や透明性、高分子量化等の作用効果を奏することができるため、好ましい。

[0012] 化合物（A）は分子量100以上のN-置換及び／又はN、N-二置換アミド基を有する化合物であることが好ましい。分子量が100以上であれば、Aの安全性と溶解力はともに向上する。化合物（A）としては例えば、N-ブチル-2-ピロリドン、N-ヘキシル-2-ピロリドン等のN-アルキル（炭素数4以上が好ましい）-2-ピロリドン、N-エチルヘキタンアミド、N-ブチルブタンアミド等のN-アルキル（炭素数1以上）アルカン（炭素数4以上が好ましい）アミド、N、N-ジメチルプロパンアミド、N、N-ジメチルイソブタンアミド、N、N-ジメチルブタンアミド、N、N-ジエチルブタンアミド、N、N-ジメチルオクタンアミド等のN、N-ジアルキル（炭素数1以上）アルカン（炭素数3以上が好ましい）アミド、3-エトキシ-N-メチルプロパンアミド、4-ヘキシロキシ-N-エチルブタンアミド等のアルコキシ（炭素数1以上）-N-アルキル（炭素数1以上）アルカン（炭素数3以上が好ましい）アミド、ステアロキシ-N-ヒドロキシエチルプロパンアミド等のアルコキシ（炭素数1以上）-N-ヒドロキシアルキル（炭素数1以上）アルカン（炭素数2以上が好ましい）アミド、イソオクチロキシ-N-ジメチルアミノプロピルプロパンアミド等のアルコキシ（炭素数1以上）-N-ジアルキル（炭素数1以上）アミノアルキル（炭素数1以上）アルカン（炭素数2以上が好ましい）アミド、3-メトキシ-N、N-ジメチルプロパンアミド、3-ブトキシ-N、N-ジメチルプロパンアミド、3-ラウロキシ-N、N-ジメチルプロパンアミド、4-エトキシ-N、N-ジメチルブタンアミド、3-フェニロキシ-N-エチル-N-

メチルプロパンアミド、3-シクロヘキシロキシー-N-メチル-N-オレイルプロパンアミド等のアルコキシ（炭素数1以上）-N、N-ジアルキル（炭素数1以上）アルカン（炭素数3以上が好ましい）アミド、4-ホルミルモルホリン、4-アセチルモルホリン、4-プロピオニルモルホリン、4-ブタノイルモルホリン、4-ヘキサノイルモルホリン、4-オクタノイルモルホリン等のアルカノイル（炭素数1以上）モルホリン、4-メトキシエタノイルモルホリン、4-（3-メトキシプロピノイル）モルホリン等のアルコキシ（炭素数1以上）アルカノイル（炭素数2以上が好ましい）モルホリン、3-ジメチルアミノ-N、N-ジメチルプロパンアミド、3-ジエチルアミノ-N、N-ジエチルプロパンアミド等のジアルキル（炭素数1以上）アミノ-N、N-ジアルキル（炭素数1以上）プロパンアミド、N、N-ジエチルアセトアミド、N、N-ジプロピルアセトアミド、N、N-ジイソプロピルアセトアミド、N、N-ジブチルアセトアミド、N、N-ジイソブチルアセトアミド、N、N-ジヘキシルアセトアミド等のN、N-ジアルキル（炭素数2以上が好ましい）アセトアミドが挙げられる。これらの化合物（A）は1種類単独で使用してもよいし、又2種類以上併用してもよい。

[0013] 化合物（A）は一般式〔1〕に示されるN－置換及び／又はN，N－二置換プロパンアミドであることが、安価な工業品を入手しやすいため、好ましい（式中、 $R_1 \sim R_9$ 及びYはいずれも前記と同じ意味である。）

[化5]

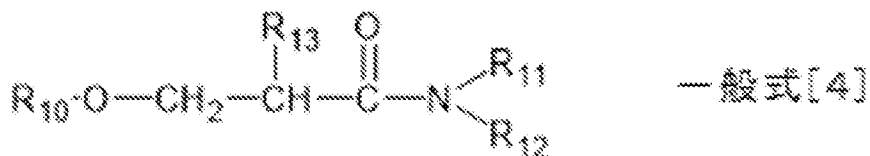


[0014] 一般式〔１〕に示される化合物（Ａとして）は、Ｙが水素原子、炭素数１～１８の直鎖状又は分岐鎖状の飽和又は不飽和のアルキル基、アルコキシ基もしくはアミノ基であるＮ－アルキル（炭素数１以上）アルカン（炭素数２以上）アミド、Ｎ，Ｎ－ジアルキル（炭素数１以上）アルカン（炭素数２以

上) アミド、アルコキシ (炭素数 1 以上) -N-アルキル (炭素数 1 以上) アルカン (炭素数 2 以上) アミド、アルコキシ (炭素数 1 以上) -N, N-ジアルキル (炭素数 1 以上) アルカン (炭素数 2 以上) アミド、ジアルキル (炭素数 1 以上) アミノ-N, N-ジアルキル (炭素数 1 以上) プロパンアミド等が好ましい。これらの化合物 (A) は 1 種類単独で使用してもよいし、又 2 種類以上併用してもよい。

[0015] 化合物 (A) としては、一般式 [4] に示される β -アルコキシ-N-置換プロパンアミド及び/又は β -アルコキシ-N, N-二置換プロパンアミドであることがより好ましい。このような化合物は分子内にエーテル基とアミド基を同時に有し、高い安全性を維持しながら、溶解力が一層高くなっている。一般式 [4] 中の R_{10} は炭素数 1 ~ 18 の直鎖状又は分岐鎖状のアルキル基、 R_{11} と R_{12} がそれぞれ独立に水素原子、炭素数 1 ~ 4 の直鎖状又は分岐鎖状のアルキル基を表し (同時に水素原子である場合を除く)、 R_{13} は水素原子又はメチル基を表す。又、 R_{10} ~ R_{13} に示す官能基を任意に組み合わせることにより各様々な構造を有する β -アルコキシ-N-置換プロパンアミド及び/又は β -アルコキシ-N, N-二置換プロパンアミドが挙げることができる。具体的に例えば、 β -メトキシ-N-メチルプロパンアミド (R_{10} と R_{11} はメチル基、 R_{12} と R_{13} は水素原子である場合)、 β -メトキシ-N, N-ジメチルプロパンアミド (R_{10} ~ R_{12} はメチル基、 R_{13} は水素原子である場合)、 β -ブトキシ-N, N-ジメチルプロパンアミド (R_{10} はブチル基、 R_{11} と R_{12} はメチル基、 R_{13} は水素原子である場合)、 β -ラウロキシ-N, N-ジメチルプロパンアミド (R_{10} はラウリル基、 R_{11} と R_{12} はメチル基、 R_{13} は水素原子である場合)、 β -ステアロキシ-N-エチルプロパンアミド (R_{10} はステアリル基、 R_{11} と R_{13} は水素原子、 R_{12} はエチル基である場合) 等が挙げられる。これらの化合物は 1 種類単独で使用してもよいし、又 2 種類以上併用してもよい。

[化6]



[0016] 又、 β -アルコキシ-N-置換プロパンアミド及び／又は β -アルコキシ-N, N-二置換プロパンアミドは、炭素数の異なる置換基の組み合わせにより、親水性、疎水性又は両親媒性と化合物（A）の極性を容易に調整することができる。更に、 β -メトキシ-N, N-ジメチルプロパンアミドと β -ブトキシ-N, N-ジメチルプロパンアミドが、高極性の水から低極性の樹脂合成用原料やポリアミドやフッ素樹脂等の難溶解性合成樹脂まで溶解力を有し、工業品として一般的に取り扱われているため、特に好ましい。

[0017] 中和塩（B）は、酸性化合物と塩基性化合物を中和してなる塩である。酸性化合物は無機系又は有機系の酸であり、又無機酸としては、塩酸、硝酸、硫酸、炭酸、リン酸、ポリリン酸等が挙げられ、有機酸としてはギ酸、酢酸、プロピオン酸、乳酸等が挙げられる。塩基性化合物は無機系又は有機系の塩基であり、又無機塩基としては、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属水酸化物が挙げられ、有機塩基としては分子内に第一級アミノ基、第二級アミノ基と第三級アミノ基から選べられる1種のアミノ基を1個以上有する化合物、アンモニア等が挙げられる。更に、得られる中和塩の安定性及び化合物（A）に対する溶解性が高く、得られる組成物（F）が化学反応や樹脂合成用溶媒、分析用溶媒、希釈用希釈剤として用いられる場合、反应用原料等との反応性が低い観点から、塩基性化合物は分子内に第三級アミノ基を一つ以上有する第三級アミン化合物であることが好ましい。

[0018] 前記の第三級アミン化合物の第三級アミノ基が有する置換基は、特に限定されず、脂肪族でも芳香族でもよく、又鎖状でも、環状でもよく、又官能基として不飽和基、エーテル基、エステル基、アミド基、イミド基、カルボニル基等を有しても有さなくてもよい。このような第三級アミン化合物として

は、例えば、トリアルキル（炭素数 1 以上、同一でも、異なってもよい）アミン、ジアルキル（炭素数 1 以上、同一でも、異なってもよい）シクロヘキシルアミン、トリシクロヘキシルアミン等の第三級脂肪族アミン、ジアルキル（炭素数 1 以上、同一でも、異なってもよい）アニリン、ジアルキル（炭素数 1 以上、同一でも、異なってもよい）2, 4, 6-トリメチルアニリン、N-メチルジフェニルアミン、トリフェニルアミン等の第三級芳香族アミン、N, N-ジメチルベンジルアミン、N-メチルジベンジルアミン等の芳香族置換基を有する第三級脂肪族アミンが挙げられる。これらの中和塩を形成するための第三級アミン化合物は 1 種類単独で使用してもよいし、又 2 種類以上併用してもよい。

[0019] 前記の第三級アミン化合物は、更に分子内にエーテル基、エステル基とアミド基から選択される 1 種以上、1 個以上の官能基を有することがより好ましい。これらの官能基を持つことにより第三級アミン化合物から形成される中和塩（B）が化合物（A）に対する溶解性がより高くなり、A と B を含有する組成物（F）の安定性、F 中で合成される樹脂等の保存安定性と透明性、F が希釈剤や分散剤として用いて得られる製品の透明性又は分散性、F が洗浄剤や剥離剤として用いる場合の洗浄性や剥離性、F で処理して得られる液晶配向膜及び F を用いて製造される二次電池の高品質化について、より高い効果を得ることができる。

[0020] 分子内にエーテル基を有する第三級アミン化合物は、特に限定されず、第三級アミノ基が有するいずれかの置換基に 1 個以上のエーテル基を有すればよい。又、これらのエーテル基は鎖状の構造で形成されてもよく、環状の構造で形成されてもよい。例えば、（メトキシエチル）ジエチルアミン、（ジメトキシメタン）ジメチルアミン、（エトキシエチル）ジブチルアミン、（メトキシヘキシル）ジ（2-エチルヘキシル）アミン、（メトキシエチル）ジフェニルアミン、ジ（メトキシエチル）シクロヘキシルアミン、トリ（ブトキシメチル）アミン等が挙げられる。これらは 1 個単独で使用してもよいし、又 2 個以上併用してもよい。

[0021] 分子内にエステル基を有する第三級アミン化合物は、特に限定されず、第三級アミノ基が有するいずれかの置換基に1個以上のエステル基を有すればよい。又、これらのエステル基は鎖状の構造で形成されてもよく、環状の構造で形成されてもよい。例えば、3-メトキシプロピオン酸メチル、3-ジメチルアミノプロピオン酸メチル、3-ジメチルアミノプロピオン酸ブチル、3-ジブチルアミノプロピオン酸メチル、3-ジブチルアミノプロピオン酸ブチル、4-ジエチルアミノ酪酸エチル、4-エチルヘキシルアミノ酢酸ブチル、3-モルホリノプロピオン酸イソプロピル、12-メチルベンジルアミノラウリン酸エチル等が挙げられる。これらの化合物は1個単独で使用してもよいし、又2個以上併用してもよい。

[0022] 分子内にアミド基を有する第三級アミン化合物は、化合物(A)に含有するN-置換及び／又はN,N-二置換アミド基を有する化合物を除いて、特に限定されず、第三級アミノ基が有するいずれかの置換基に1個以上のアミド基を有すればよい。又、これらのアミド基は鎖状の構造で形成されてもよく、環状の構造で形成されてもよい。例えば、3-ジメチルアミノ-N,N-ジメチルプロピオン酸アミド、3-ジメチルアミノ-N,N-ジブチルプロピオン酸アミド、3-ジブチルアミノ-N,N-ジメチルプロピオン酸アミド、3-ジブチルアミノ-N,N-ジブチルプロピオン酸アミド、4-ジエチルアミノ-N,N-ジメチル酪酸アミド、4-エチルヘキシルアミノ-N,N-ジエチル酢酸アミド、3-モルホリノプロピオン酸モルホリド、12-メチルベンジルアミノ-N,N-ジメチルラウリン酸アミド、N-(3-ジメチルアミノプロピル)-ラウリン酸アミド、N-(3-ジメチルアミノプロピル)-ステアリン酸アミド等が挙げられる。これらの化合物は1個単独で使用してもよいし、又2個以上併用してもよい。

[0023] 分子内にエーテル基を有する第三級アミン化合物、分子内にエステル基を有する第三級アミン化合物及び分子内にアミド基を有する第三級アミン化合物は、それらからなる群より選択される1種単独で使用してもよいし、又2種以上併用してもよい。

- [0024] 中和塩（B）は、前記各種の酸性化合物と塩基性化合物を任意に組み合わせて中和することにより取得することができる。又、Bとしては正塩、酸性塩又は塩基性塩のいずれか1種以上を有することができる。
- [0025] 中和塩（B）の化合物（A）に対する溶解度が、常温において0.001g以上であることが好ましく、0.01g以上であることがより好ましく、0.05g以上であることが更に好ましい。本発明における常温は、10℃～40℃の温度範囲である。又、中和塩（B）の化合物（A）に対する溶解度は、100g（質量）の（A）に溶解できる（B）のg（質量）である。
- [0026] 本実施形態の組成物（F）において、中和塩（B）の含有量はFの全体に対して0.001～10質量%である。組成物中にBが0.001質量%以上含有されれば、組成物（F）の安定性、F中で合成される樹脂等の保存安定性や透明性が確保することができる。一方で中和塩（B）の含有量が組成物（F）の全体に対して10質量%を超えると、BはAに溶解し難くなり、F全体の粘度が高くなり、F中で合成される樹脂等の保存安定性や透明性が手低下し、Fが希釈剤、分散剤、洗浄剤、剥離剤等としてのハンドリング性が低下する可能性があり、好ましくない。これらの観点から、中和塩（B）の含有量はFの全体に対して0.01～8質量%であることが好ましく、0.05～6質量%であることがより好ましい。
- [0027] 本発明の一実施形態として、組成物（F）がエーテル基、エステル基、水酸基、ウレア基、アリール基、スルフィニル基から選択される1種以上かつ1個以上の基を有する化合物（C）を更に含有することができる。化合物（C）として、ジブチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジプロピレングリコールジメチルエーテル、1,4-ジオキサン、2-メチルトetraヒドロフラン、シクロペンチルメチルエーテル、4-メチルトetraヒドロピラン、1,3-ジオキサラン等のエーテル基を含有する化合物、 β -プロピオラクトン、 γ -ブチロラクトン、 α -アセチル- γ -ブチロラクトン、 γ -バレロラク

トン、 δ -バレロラクトン、 ε -カプロラクトン等のラクトン系溶媒や酢酸ブチル、安息香酸エチル、酢酸2-エトキシエチル、酢酸2-ブトキシエチル、アセト酢酸エチル、酢酸イソアミル、酢酸n-ペンチル、プロピオン酸エチル等のエステル基を有する化合物、炭素数1~18の直鎖、分岐、環状のアルカノール、炭素数2~12のアルカンジオール等の水酸基を含有する化合物、1,3-ジメチル尿素、1,3-ジエチル尿素、1,3-ジフェニル尿素、1,3-ジシクロヘキシル尿素、テトラメチル尿素、テトラエチル尿素、2-イミダゾリジノン、プロピレン尿素、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、N,N-ジメチルプロピレン尿素等のウレア基を有する化合物、キシレン、ソルベントナフサ、トルエン、エチルベンゼン、テトラリン、ニトロベンゼン、アセトフェノン等のアリール基を有する化合物、ジメチルスルホキシド、メチルエチルスルホキシド等のスルフィニル基を有する化合物、ジエチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノブチルエーテルアセテート等のエーテル基とエステル基を有する化合物、炭素数2~4のジアルキレングリコール、ジアルキレングリコールモノアルキルエーテル、トリアルキレングリコール、トリアルキレングリコールモノアルキルエーテル、ポリアルキレングリコール、ポリアルキレングリコールモノアルキルエーテル等のエーテル基と水酸基を有する化合物等が挙げられる。これらの化合物(C)は1種単独で使用してもよいし、又2種以上併用してもよく、又エーテル基、エステル基、水酸基から選択される1種以上かつ1個以上の基を有する化合物であることがより好ましい。

[0028] 化合物(C)の含有量は、組成物(F)全体に対して74.999質量%以下であり、好ましくは50質量%以下であり、より好ましくは30質量%以下である。化合物(C)を74.999質量%以下含有する場合、組成物(F)の必須構成成分である化合物(A)を25質量%以上、中和塩(B)を0.001質量%以上含有することができ、A及びBにおける前記とおりの作用効果が奏することができ、好ましい。

[0029] 本発明の一実施形態として、組成物(F)が中和塩(B)を形成する酸性

化合物（D）を更に含有することができる。酸性化合物（D）を含有することにより、組成物（F）の酸価が0.1～40mg KOH/gであることが好ましく、0.2～10mg KOH/gであることがより好ましく、0.2～5mg KOH/gであることが特に好ましい。酸性化合物（D）を含有することにより、化合物（A）が置換基の種類と数によって、強い塩基性を示す構造を有する場合でも、得られる組成物（F）の長期安定性及びF中で合成される樹脂等の長保存安定性や透明性等を確保することができる。

[0030] 酸性化合物（D）は無機系又は有機系の酸であり、又無機酸としては、塩酸、硝酸、硫酸、リン酸、ポリリン酸等が挙げられ、有機酸としては1価の酸としてギ酸、酢酸、プロピオン酸、酪酸、乳酸等が挙げられ、多価の酸としてシュウ酸、マロン酸、コハク酸、アジピン酸、マレイン酸、フマル酸、リンゴ酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、トリカルバリル酸、クエン酸等が挙げられ、これらの酸性化合物は1種単独で使用してもよいし、又2種以上併用してもよい。

[0031] 本発明の組成物（F）は様々な化合物、樹脂等に対する溶解力、濡れ性、浸透性、膨潤性、剥離性、分散性に優れ、各種材料、分野に用いられる溶媒、希釈剤や分散剤、化学反応に用いられる溶媒、クロマトグラフィー分析に用いられる移動相としての溶媒、抽出剤に用いられる溶媒、各種樹脂の製造と溶解に用いられる溶媒、金属表面や設備、樹脂部品等様々な化学産業界に用いられる洗浄剤、各種樹脂塗膜やレジスト、爪化粧料、或いは立体造形物に用いられる剥離剤、液晶分子の配向処理に用いられる液晶配向処理剤、二次電池の製造に用いられる非水電解液等として好適に使用することができる。又、本発明の組成物が蒸発制御剤、増粘剤、界面活性剤、表面調整剤、酸化防止剤、熱安定剤等の各種添加物を加えて使用することもできる。

[0032] 本発明の組成物（F）はその用途や使用方法によって必要な配合量が変わるが、5質量%以上含有することが好ましく、10質量%以上含有することがより好ましく、20質量%以上含有することが最も好ましい。例えば、樹脂、塗料、インク等を溶解するための溶媒として用いる場合、得られる溶

液（製品）中の組成物（F）の含有量が10～99質量％；希釈剤として用いる場合、得られる希釈液（製品）中の組成物（F）の含有量が20～95質量％；分散剤として用いる場合、得られる希釈液（製品）中の組成物（F）の含有量が30～99.9質量％；化学反応や樹脂合成用溶媒として用いる場合、得られる反応液（反応前）中の組成物（F）の含有量が10～85質量％；分析用溶媒として用いる場合、得られる溶液（分析前）中の組成物（F）の含有量が50～99.9999質量％；洗浄剤として用いる場合、得られる洗浄液（製品）中の組成物（F）の含有量が5～100質量％；剥離剤として用いる場合、得られる洗浄液（製品）中の組成物（F）の含有量が5～100質量％；液晶配向処理剤として用いる場合、得られる処理液（処理前）中の組成物（F）の含有量が10～90質量％；二次電池製造用非水電解液として用いる場合、得られる非水電解液（製品）中の組成物（F）の含有量が15～100質量％であることが好ましい。

[0033] 本発明の組成物（F）は樹脂、塗料、インク、接着剤、医薬、農薬、香料、顔料、染料、セルロース誘導体、有機ケイ素ポリマー及び導電性材料の溶解に用いられる溶媒として好適に用いることができる。該組成物（F）はウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、ポリアミド樹脂、ポリイミド樹脂、ポリアミドイミド樹脂、アクリル樹脂、フッ素樹脂等難溶解性樹脂に対する溶解性が高く、金属やプラスチック等の非極性物質への親和性、密着性が良好であるため、ウレタン塗料やアクリル塗料の溶媒として使用することができ、プラスチック材料と金属材料、プラスチック材料同士又は金属材料同士の接着に用いるウレタン接着剤、エポキシ接着剤、フッ素系エポキシ接着剤の溶媒として使用することができる。又、組成物（F）はインクジェット記録用水性インク中の水溶性有機溶媒や非水性インク中の極性溶媒として、インク粘度を低く抑えることができ、インクの吐出安定性を向上でき、各種インク用溶媒として好適に用いることができる。

[0034] 本発明の組成物（F）は樹脂、塗料、インク、接着剤、医薬、農薬、香料、顔料、染料、セルロース誘導体、有機ケイ素ポリマー、導電性材料の溶媒

としての使用は、特に限定することではなく、汎用の有機溶媒と同様に取り扱えばよい。又、溶解時、保存中や使用時の環境温度、湿度、光の照度等に応じて適宜に劣化防止剤を選択して配合することができる。例えば、接着性インクの加熱圧着等の過酷条件下の操作や塗料、インクの長期間貯蔵を対応するため、熱安定剤、光安定剤、酸化防止剤、防腐剤、脱水乾燥剤を含有することが好ましく、クリア又は白色のインク、塗料の溶媒として用いる場合、更に着色防止剤、紫外線吸収剤を含有することがより好ましい。これらの添加剤の含有量は、品種及び使用温度や湿度等の作業環境、操作条件によって異なってくるが、0.0005～10質量%であることが好ましく、0.001～5質量%であることがより好ましく、0.05～2質量%であることが最も好ましい。これらの添加剤は1種類単独で使用してもよいし、2種類以上併用してもよい。

[0035] 本発明の組成物（F）は低分子量の有機化合物に対しても高分子量のポリマーに対しても優れる溶解性を有し、アクリル系ポリマーやポリエステル、ポリウレタン、ポリエーテル等の汎用ポリマーからポリイミド前駆体、ポリアミド、フッ素含有ポリマー、ポリエーテルスルホン等のエンジニアリングプラスチック、スーパーエンジニアリングプラスチック等を溶解することが可能であり、Fは液体クロマトグラフィー（HPLC）、ゲル浸透クロマトグラフィー（GPC）用の移動相の溶媒として好適に用いられる。HPLC法もGPC法も、充填剤が充填されたカラムに分析対応物質を溶解させた溶液を導入し、分子量や極性等によって充填剤との親和性が異なることを利用して、分子量や構造の違いにより溶出される時間の差異によって物質の分離や、分子量と分子量分布を測定するものである。なお測定前にカラムに封入した溶媒を分析用の移動相として用いる溶媒に置換し、分析後に何れの溶媒を封入して保管する必要がある。組成物（F）は化合物（A）と中和塩（B）を含有することのより、封入溶媒としては長期保存安定性を有し、分析溶媒として常温から高温（135～145℃）や超高温（最高250℃）までに安定性を維持することができ、カラムの封入溶媒としても、HPLC法や

GPC法分析用溶媒としても好適に用いることができる。また、本発明の組成物（F）を用いることにより、分析前後の溶媒置換を省略することが可能であり、好ましい。

実施例

[0036] 以下、実施例及び比較例を挙げて本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお、以下において、「部」及び「%」「／」は特記しない限りすべて質量基準である。

[0037] 実施例及び比較例に用いた材料は以下のとおりである。

（A）N－置換及び／又はN，N－二置換アミド基を有する化合物（化合物（A）とも称する）

A－1：N－ブチル－2－ピロリドン

A－2：3－メトキシ－N，N－ジメチルプロパンアミド（KJケミカルズ社製、登録商標「Kohshyivent」と「KJCPA」）

A－3：3－ブトキシ－N，N－ジメチルプロパンアミド（KJケミカルズ社製、登録商標「Kohshyivent」）

A－4：3－ラウロキシ－N，N－ジメチルプロパンアミド

A－5：3－メトキシ－N，N－ジエチルプロパンアミド

A－6：3－エトキシ－N－フェニルプロパンアミド

A－7：3－メトキシ－N－シクロヘキシルプロパンアミド

A－8：4－アセチルモルホリン

A－9：N－ホルミルモルホリン

A－10：N，N－ジエチルブタンアミド

A－11：N－プロパノイルモルホリン

A－12：4－（3－メトキシプロピオニル）モルホリン

A－13：N，N－ジイソプロピルアセトアミド

A－14：3－イソプロポキシ－N，N－ジメチルプロパンアミド

A－15：N，N－ジメチルプロパンアミド

（B）中和塩（中和塩（B）とも称する）

B-1 : トリブチルアミン 塩酸塩

B-2 : (メトキシエチル) ジフェニルアミン クエン酸塩

B-3 : トリエチレンジアミン 酢酸塩

B-4 : N, N-ジメチルジメトキシメタンアミン 塩酸塩

B-5 : 3-N, N-ジメチルプロピオンアミド プロピオン酸塩

B-6 : 3-ジメチルアミノプロピオン酸メチル 硫酸塩

B-7 : 3-ジメチルアミノ-N, N-ジメチルプロピオン酸アミド 塩酸塩

B-8 : 3-ジブチルアミノ-N, N-ジメチルプロピオン酸アミド 酢酸塩

B-9 : 3-ジメチルアミノプロピオン酸メチル リン酸塩

B-10 : 3-ジブチルアミノプロピオン酸ブチル 乳酸塩

B-11 : 3-モルホリノプロピオン酸モルホリド 硫酸塩

(C) エーテル基、エステル基、水酸基、ウレア基、アリール基、スルフィニル基から選択される1種以上かつ1個以上の基を有する化合物(化合物(C))とも称する)

C-1 : 1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノン

C-2 : γ -ブチロラクトン

C-3 : γ -バレロラクトン

C-4 : ジメチルスルホキシド

C-5 : ジプロピレングリコールジメチルエーテル

C-6 : キシレン

C-7 : 4-メチルテトラヒドロピラン

C-8 : シクロペンチルメチルエーテル

(D) 酸性化合物(酸性化合物(D))とも称する)

D-1 : 硫酸

D-2 : 塩化水素・シクロペンチルメチルエーテル溶液(2 mol/L)

D-3 : 酢酸

D-4 : リン酸

D-5 : 乳酸

[0038] 実施例 1 (ポリイミド前駆体溶液の合成と評価)

500 mL のビーカーに化合物 (A) として A-1 50 g、中和塩 (B) として B-1 0.001 g と B-2 0.001 g、化合物 (C) として C-1 29.998 g と C-2 20 g を加え、磁気スターラーを用いて室温 (20~30℃) で 30 分を攪拌し、無色透明な液体として組成物 (F) として F-1 を得た。F-1 の酸価を下記方法により測定し、結果を表 1 に示す。

攪拌棒、温度計、滴下ロート、窒素ガス導入管を備えた容量 1000 mL の 4 つ口フラスコに、F-1 350 g、ジアミン化合物として 4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル (ODA) 25.0 g (125 mmol) を加え、窒素ガスを通しながら室温で 30 分間攪拌し、無色透明な溶液を得た後。溶液の温度を 80℃ に昇温し、80℃ を維持しながら酸二無水物として 3, 3', 4, 4'-ビフェニルテトラカルボン酸二無水物 (BPDA) 37.8 g (128 mmol) をゆっくり加えた。80℃ で更に 1 時間攪拌を続けた後、室温に冷却し、固形分濃度が 15 質量% となるように F 別に調製した組成物 F-1 5 g を加え、無色透明な粘性のあるポリイミド前駆体溶液 (ワニス) を得た。得られたワニスの透明性、着色の有無を目視で観測し、粘度測定とポリイミド前駆体の数平均分子量分析を下記方法により行い、結果を表 1 に示した。又、得られたワニスを 40℃ で 30 日間保管した後、その粘度測定を行い、経時粘度変化率を下記式により算出し、保管後の粘度と経時粘度変化率を表 1 に示した。

経時粘度変化率 (%) = (30 日後の粘度 - 初期粘度) / 初期粘度 × 100 %

[0039] (酸価測定)

酸価は組成物 1 g に含まれる酸性成分を中和するのに要する水酸化カリウムの mg 数で表し、JIS K0070-1992 に準じ、電位差自動滴定

装置により測定した。

[0040] (粘度測定)

コーンプレート型粘度計（東機産業社製、RE550型粘度計）を使用し、JIS K5600-2-3に準じて、25℃にてワニスの粘度を測定した。

[0041] (数平均分子量 (M_n) 分析)

日立製作所製高速液体クロマトグラフィーL6000及び日立製作所製データ解析装置ATT-8を用いて、カラムとしてはGel pack GL-S300MDT-5（2本）を使用し、移動相としてDMF/THF=1/1（L/L）の混合物にリン酸（0.06M）と臭化リチウム（0.06M）を溶解させた溶媒を使用した。試料濃度0.2%、流量1.0ml/minの条件で測定を行い、数平均分子量はポリスチレン標準サンプルを用いた検量線で算出した。

[0042] ポリイミドフィルムの作製と評価

得られたポリイミド前駆体溶液（ワニス）をガラス基板に塗布し、熱風乾燥機を用いて、窒素気流下、120℃で10分間、250℃で10分間、350℃で30分間加熱処理した。ポリイミドフィルムとガラス基板の積層体を水に10分間浸漬し、ガラス基板からポリイミドフィルムを剥離し、熱風乾燥機を用いて80℃で10分間乾燥し、膜厚が約10μmの無色、透明なポリイミドフィルムを得た。得られたポリイミドフィルムの外観、光透過性、強度、伸度、線熱膨張係数を下記方法により評価を行い、結果を表1に示した。

[0043] (ポリイミドフィルムの外観)

得られたポリイミドフィルムを用いて、目視によって観察し、発泡や割れ等の不具合の発生状況を確認し、以下の基準により評価を行った。

◎：淡黄色、透明で、発泡も割れもないものである。

○：淡黄色～黄色、透明で、発泡或いは割れが僅かにあるものである。

△：黄色又は半透明で、発泡或いは割れが数個あるものである。

×：黄色～褐色又は不透明で、発泡或いは割れが多数あるものである。

[0044] (透明性)

温度 23℃、相対湿度 50% の条件下、得られたポリイミドフィルムを一晩静置した後、光透過率を測定した。測定はヘイズメーター（日本電色工業製、NDH-2000）を用いて、JIS K7105 に準拠して測定を行い、以下の基準により評価を行った。

◎：光透過率が 90% 以上である。

○：光透過率が 85% 以上 90% 未満である。

△：光透過率が 80% 以上 85% 未満である。

×：光透過率が 80% 未満である。

[0045] (引張試験)

得られたポリイミドフィルムを長さ 100 mm、幅 10 mm の試験片に裁断し、温度 23℃、相対湿度 50% の条件下、24 時間静置した後、引張試験機（ORIENTEC 社製、テンシロン RTA-100）を用い、チェック間 50 mm、引張速度 50 mm/min、n = 5 で試験を行い、以下の基準により引張強度と引張伸度の評価を行った。

(引張強度)

◎：引張強度が 200 MPa 以上である。

○：引張強度が 150 MPa 以上 200 MPa 未満である。

△：引張強度が 100 MPa 以上 150 MPa 未満である。

×：引張強度が 100 MPa 未満である。

(引張伸度)

◎：引張伸度が 90% 以上である。

○：引張伸度が 60% 以上 90% 未満である。

×：引張伸度が 60% 未満である。

[0046] (線熱膨張係数)

得られたポリイミドフィルムを長さ 20 mm、幅 2 mm の試験片に裁断し、温度 23℃、相対湿度 50% の条件下、一晩静置した後、熱機械分析装置

(エスアイアイ・ナノテクノロジー社製、EXSTAR6000)を用い、窒素気流下で測定を行った。測定方法は、 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ のレートで室温から 220°C まで昇温し、 220°C から室温まで降温し、その後、 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ のレートで2回目昇温し、 $50^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$ の平均線膨張係数を測定した。平均線膨張係数が低いほど、耐熱性や寸法安定性が高く、以下の基準により評価を行った。

◎：平均線膨張係数が $8\text{ ppm}/^{\circ}\text{C}$ 未満である。

○：平均線膨張係数が $8\text{ ppm}/^{\circ}\text{C}$ 以上 $9\text{ ppm}/^{\circ}\text{C}$ 未満である。

△：平均線膨張係数が $9\text{ ppm}/^{\circ}\text{C}$ 以上 $10\text{ ppm}/^{\circ}\text{C}$ 未満である。

×：平均線膨張係数が $10\text{ ppm}/^{\circ}\text{C}$ 以上である。

[0047] 液晶配向膜の作成と評価

得られたポリイミド前駆体溶液に組成物F-1を更に加えて固形分濃度が3質量%である液晶配向剤を得た。得られた液晶配向剤を孔径 $1.0\text{ }\mu\text{m}$ のフィルターで濾過し、 $40\text{ mm}\times 30\text{ mm}$ のITO電極付きガラス基板（縦： 40 mm 、横： 30 mm 、厚さ： 1.1 mm ）のITO面上に、スピコート塗布法にて塗布し、ホットプレート上にて 80°C で100秒間、熱循環型クリーンオープンにて 250°C で30分間の加熱処理を行い、膜厚が 100 nm の液晶配向膜付きのITO基板を得た。液晶配向膜付きのITO基板を2枚用意し、1枚の基板の液晶配向膜面に、直径 $4\text{ }\mu\text{m}$ のビーズスペーサー（日揮触媒化成社製、真絲球、SW-D1）を塗布し、シール剤（三井化学社製、XN-1500T）で周囲を塗布した。もう1枚の基板の液晶配向膜が形成された側の面を内側にして、先の基板と張り合わせた後、シール材を硬化させて空セルを作製した。この空セルにネガ型液晶MLC-3023（メルク社製商品名）を減圧注入法によって注入し、液晶セルを作製し、得られた液晶セルに 15 V の直流電圧を印加した状態で、光源にUV-LEDランプ（ 365 nm 、 $500\text{ mW}/\text{cm}^2$ ）を30秒間照射し、垂直配向型液晶表示素子を得た。得られた液晶表示素子を偏光顕微鏡で観察し、液晶が垂直に配向しているかどうかを確認し、以下の基準により評価を行った。

○：液晶の流動による不良や配向欠陥による輝点が見られていない。

△：液晶の流動による不良や配向欠陥による輝点がわずかに見られる。

×：液晶の流動による不良や配向欠陥による輝点が見られる。

[0048] 実施例 2 ～ 14 及び比較例 1 ～ 6

実施例 2 ～ 14 において、表 1 と表 2 に記載のジアミン成分、酸二無水物成分、組成物（F-2）～（F-14）とその他の成分を用いた以外、実施例 1 と同様にし、固形分濃度が 15 質量%のポリイミド前駆体溶液（ワニス）を合成し、更にポリイミドフィルム、液晶配向膜の作成の作製を行った。得られたワニスとフィルム、液晶配向膜の評価を実施例 1 と同様に実施し、結果を表 1 と 2 に示した。又、比較例 1 ～ 6 において、表 3 に記載のジアミン成分、酸二無水物成分、比較例用の組成物（H-1）～（H-6）とその他の成分を用いて、実施例 1 と同様にポリイミド前駆体溶液（ワニス）の合成とポリイミドフィルムの作製、液晶配向膜の作成を行った。得られたワニスとフィルム、液晶配向膜の評価を実施例 1 と同様に実施し、結果を表 3 に示した。

[0049] [表1]

		実施例													
		1		2		3		4		5		6		7	
ポリイミド 前駆体 合成	原料 (モル比)	ジアミン		ODA		ODA		ODA		ODA		ODA		ODA	
		BPDA		BPDA		BPDA		BPDA		BPDA		BPDA		BPDA	
	組成物 (質量%)	F-1		F-2		F-3		F-4		F-5		F-6		F-7	
		A-1		A-1		A-2		A-3		A-4		A-5		A-6	
	中和塩(B)	B-1		B-1		B-3		B-4		B-6		B-1		B-6	
		C-1		C-3		-		-		C-1		C-3		C-4	
	酸性化合物(D)	-		-		-		-		D-1		D-2		-	
		0		0		0		0		0.2		0.4		0	
	反応温度(°C)	30		40		40		60		30		45		50	
		1		6		6		4		18		8		16	
前駆体 溶液 (ワニス)	外観	無色、透明		無色、微濁		無色、透明		無色、透明		無色、透明		無色、透明		無色、透明	
	ポリイミド前駆体分子量(Mn)	10000		8000		25000		30000		50000		70000		55000	
	粘度(Pa·s)	1.20		0.80		5.20		6.50		12.50		16.50		13.20	
	保管後粘度(Pa·s)	1.18		0.75		5.18		6.46		12.90		16.62		13.18	
ポリイミド フィルム	粘度変化率(%)	-1.87		-6.25		-0.38		-0.62		0.78		0.12		-0.08	
	外観	○		△		◎		◎		◎		◎		◎	
	光透過率	○		△		◎		◎		◎		◎		○	
	引張強度	○		○		◎		◎		◎		◎		◎	
液晶配向膜評価		△		△		○		○		○		○		○	

ODA: 4,4'-ジアニリノフェニルエーテル

PDA: p-フェニレンジアミン

DACH: 1,4-ジアニリノシクロヘキサン

BPDA: 3,3',4,4'-ビフェニルテトラカルボン酸二無水物

OPDA: 4,4'-オキシジフェニル酸二無水物

PMDA: ピロリジン酸二無水物

[0050] [表2]

			実施例													
			8		9		10		11		12		13		14	
ポリイミド 前駆体 合成	原料 (モル比)	ジアミン	ODA	1.0	PDA	1.0	DACH	1.0	ODA	1.0	PDA DACH 0.3	0.7 0.3	DACH	1.0	DACH	1.0
		酸二無水物	PMDA	1.0	BPDA OPDA	0.2 0.8	OPDA	1.0	BPDA PMDA	0.5 0.5	PMDA	1.0	BPDA	1.0	BPDA	1.0
	組成物(F) (質量%)	組成物	F-8		F-9		F-10		F-11		F-12		F-13		F-14	
		化合物(A)	A-7	20	A-9	89.99 A-10 1.0	A-11	30	A-12	70	A-13	50	A-14	89	A-15	80
		中和塩(B)	B-2	9	B-9	0.004	B-10	0.2	B-3	0.25	B-11	0.01	B-9	2	B-10	0.1
		化合物(C)	-		-		C-5 C-6 20	49	C-8	29.75	C-7	49.99	C-3	5	C-1	19.9
		酸性化合物(D)	D-3	1	D-4	0.006	D-5	0.8	-		-		D-3	4	-	
組成物の酸価(mgKOH/g)	9.3		0.1		5.0		0.0		0.0		37.4		0.0			
反応温度(℃)	-15		40		25		35		0		20		0			
反応時間(時間)	24		10		18		18		22		20		20			
前駆体 溶液 (ワニス)	外観	無色、透明		無色、透明		無色、透明		無色、透明		無色、透明		無色、透明		無色、透明		
	ポリイミド前駆体分子量(Mn)	200000		15000		45000		22000		55000		150000		100000		
	粘度(Pa・s)	22.55		1.25		6.80		4.85		8.80		18.22		2.35		
	保管後粘度(Pa・s)	22.45		1.24		6.85		4.89		8.9		18.15		2.36		
	粘度変化率(%)	-0.44		-0.80		0.74		0.82		1.14		-0.38		0.43		
ポリイミド フィルム	外観	◎		◎		◎		◎		◎		◎		◎		
	光透過率	◎		◎		◎		◎		◎		◎		◎		
	引張強度	◎		◎		◎		◎		◎		◎		◎		
	引張伸び	◎		◎		◎		◎		◎		◎		◎		
	熱膨張係数	◎		◎		◎		◎		◎		◎		◎		
	液晶配向膜評価	◎		△		◎		◎		◎		◎		◎		

ODA: 4,4'-ジアミノジフェニルエーテル
PDA: p-フェニレンジアミン
DACH: 1,4-ジアミノクロヘキサン
BPDA: 3,3',4,4'-ビフェニルテトラカルボン酸二無水物
OPDA: 4,4'-オキシジフェニルテトラカルボン酸二無水物
PMDA: ピロメリット酸二無水物

[0051] [表3]

			比較例																	
			1		2		3		4		5		6							
原料 (モル比)			ODA	1.0	ODA	1.0	ODA	1.0	ODA	1.0	ODA	1.0	ODA	1.0						
			BPDA	1.0	BPDA	1.0	BPDA	1.0	BPDA	1.0	BPDA	1.0	BPDA	1.0						
ポリイミド 前駆体 合成	組成物(H) (質量%)	組成物	H-1		H-2		H-3		H-4		H-5		H-6							
		化合物(A)	-		-		-		A-1		100		A-5		5					
		中和塩(B)	B-1		1.0		B-1		3		B-2		0.05		-					
			-		-		-		-		-		-		B-3		1			
		化合物(C)	C-1		45		C-3		57		C-2		20		-		C-1		45	
			C-4		45		-		-		C-3		78.95		-		C-5		49.9	
		酸性化合物(D)		-		-		D-1		1		-		-		D-3		0.1		
		組成物の酸価(mgKOH/g)		0.0		0.0		11.4		0.0		0.9		0.0		0.0				
		反応温度(℃)		80		60		40		30		50		45						
		反応時間(時間)		1		5		12		14		8		10						
前駆体 溶液 (ワニス)	外観		淡黄色、濁り		黄色、濁り		白色、濁り		淡黄色、透明		黄色、濁り		淡黄色、濁り							
	ポリイミド前駆体分子量(Mn)		5400		60000		120000		8400		46000		1200							
	粘度(Pa・s)		0.60		38.50		146.80		0.68		13.90		0.23							
	保管後粘度(Pa・s)		0.2		8.8		76.5		1.12		1.6		0.15							
	粘度変化率(%)		-66.67		-77.14		-47.89		64.71		-88.41		-34.78							
ポリイミド フィルム	外観		×		△		×		×		△		×							
	光透過率		×		×		×		×		×		△							
	引張強度		— ^{*)}		△		○		— ^{*)}		△		— ^{*)}							
	引張伸度		— ^{*)}		×		×		— ^{*)}		×		— ^{*)}							
	線熱膨張係数		— ^{*)}		×		×		— ^{*)}		△		×							
液晶配向膜評価			×		×		×		×		×		×							

ODA: 4,4'-ジアミノジフェニルエーテル
BPDA: 3,3',4,4'-ビフェニルテトラカルボン酸二無水物
※1: 得られたポリイミドフィルムが脆く、試験片の裁断はできなかった。

[0052] 表1～3に示した結果から分かりますとおり、本発明の組成物(F)は化合物(A)と中和塩(B)を含有することによって、高透明性、低粘度のポリイミド前駆体ワニスを製造することができ、更にこれらのワニスを用いて得られるポリイミドフィルムは高透明性、高光透過性、低着色性を有し、かつ強

度、伸度と耐熱性や寸法安定性に優れていることが分かる。本発明の効果は化合物（Ａ）の優れた溶解力と中和塩（Ｂ）の安定性向上作用の相乗効果によるものであり、化合物（Ａ）のみ或いは中和塩（Ｂ）とその他の化合物の組み合わせで得られるものではない。

[0053] 又本発明の組成物（Ｆ）を溶媒として用いて合成したポリイミド前駆体溶液（ワニス）が優れた安定性を示している。この効果はアミド化合物（Ａ）の優れた溶解力及び中和塩（Ｂ）による化合物（Ａ）の安定性向上、ポリイミド前駆体であるポリアミド酸（ポリアミック酸）のイオン反発や会合が抑制できることから得られたものと推測される。同様に、組成物（Ｆ）が樹脂、塗料、インク、接着剤、医薬、農薬、香料、顔料、染料、セルロース誘導体、有機ケイ素ポリマー等の良好な溶解用溶媒、化学反应用溶媒、樹脂合成用溶媒、希釈用希釈剤として好適に用いられることが分かる。

[0054] 組成物（Ｆ）を溶媒として製造されたポリイミドフィルムが優れた物性を示し、半導体素子の表面保護膜や層間絶縁膜、有機ＥＬ素子の絶縁層やスペーサー層、薄膜トランジスタ基板の平坦化膜、有機トランジスタの絶縁膜、フレキシブルプリント基板、フレキシブルのデバイス用基板や液晶ディスプレイ用基板、有機ＥＬディスプレイ用基板、電子ペーパー用基板、薄膜太陽電池用基板等の受光デバイスとして基板等、更にリチウムイオン二次電池の電極用バインダー、半導体用接着剤等として好適に用いることができる。

[0055] 又、組成物（Ｆ）は液晶配向剤の主成分であるポリアミド酸等のポリイミド前駆体や可溶性ポリイミドに対して優れた溶解性を有するとともに、Ｆ中で合成された又は希釈されたポリイミド前駆体溶液が優れる安定性を有するため、液晶配向剤の製造に好適に用いられるが確認できた。特にスマートフォンや携帯電話等のモバイル用途向けの軽量化と薄型化のニーズにより、機械的強度が高く、膜硬度が大きく、電気特性が良好な液晶配向膜の製造において、組成物（Ｆ）を含有する液晶配向剤が不可欠である。組成物（Ｆ）はポリイミド前駆体や可溶性ポリイミドを均一、かつ、高濃度に溶解できると同時に、得られた液晶配向剤を基板に塗布、乾燥、焼成して塗膜を作製する

成膜工程においては、膜厚が精密に制御でき、誘電率や導電率等の電気特性に優れる液晶配向膜を取得することができる。

[0056] 実施例 15（ウレタンプレポリマー溶液の合成と評価）

攪拌棒、温度計、滴下ロート、窒素ガス導入管を備えた容量 1000 mL の 4 つ口フラスコに、組成物として F-15（前記同様に調製し、表 4 に示す。） 107.4 g、ジイソシアネート化合物としてトリレンジイソシアネート（三井化学ファイン株式会社製、コスモネート T100）（TDI） 104.5 g（0.6 mol）を加え、25℃で 1 時間攪拌し溶解した後、ポリテトラメチレングリコール（三菱ケミカル株式会社製、PTMG650）（PTMG） 325.0 g（0.5 mol）、触媒としてジブチル錫ジラウレート 0.05 g を仕込んだ。窒素ガスを通しながら 60℃まで昇温した後、4 時間攪拌し、固形分濃度が 80 質量%の淡黄色、透明なイソシアネート末端のウレタンプレポリマー溶液を得た。得られたウレタンプレポリマー溶液の粘度測定とウレタンプレポリマーの数平均分子量分析を下記方法により行い、結果を表 4 に示した。又、得られたウレタンプレポリマー溶液を 100 メッシュのナイロンメッシュで濾過し、残渣を図り、ゲル分率を下記式により算出した。又 40℃で 30 日間保管した後、その粘度測定を行い、安定性を評価した。

$$\text{ゲル分率 (\%)} = (\text{残渣重量 (g)}) / (\text{ジイソシアネート重量 (g)} + \text{ジオール重量 (g)}) \times 100\%$$

[0057]（粘度測定）

コーンプレート型粘度計（東機産業社製、RE550 型粘度計）を使用し、JIS K5600-2-3 に準じて、25℃にてウレタンプレポリマー溶液の粘度を測定した。

[0058]（数平均分子量）

日立製作所製高速液体クロマトグラフィー L6000 及び日立製作所製データ解析装置 AT-8 を用いて、カラムとしては Gel pack GL-S300MDT-5（2 本）を使用し、移動相として THF を使用した。試

料濃度 0.2%、流量 1.0 ml/min の条件で測定を行い、数平均分子量はポリスチレン標準サンプルを用いた検量線で算出した。

[0059] (安定性)

ウレタンプレポリマー溶液を 40℃ で 30 日間保管した後、粘度測定を行い、下記式による経時粘度変化率から安定性を以下の基準により評価を行った。

$$\text{経時粘度変化率 (\%)} = (\text{30 日後の粘度} - \text{初期粘度}) / \text{初期粘度} \times 100\%$$

◎：粘度変化率が 2% 未満である。

○：粘度変化率が 2% 以上 5% 未満である。

×：粘度変化率が 5% 以上である。

[0060] ポリウレタンフィルムの作製と評価

得られたウレタンプレポリマー溶液 88.9 g に対し、ポリプロピレングリコール、トリオール型（日油株式会社、数平均分子量 1000、ユニオール TG-1000R）11.1 g を加え、25℃ にて 5 分間攪拌した後、厚さ 75 μm の重剥離 PET フィルム（東洋紡株式会社製、ポリエステルフィルム E7001）の剥離面上に厚さ 100 μm となるように塗布し、熱風乾燥機を用いて、窒素気流下、130℃ で 30 分間ウレタン硬化、乾燥を行った後、重剥離 PET フィルムから塗膜を剥離することで、ポリウレタンフィルムを得た。得られたポリウレタンフィルムの外観、100%モジュラスを下記方法により評価を行い、結果を表 4 に示した。

[0061] (ポリウレタンフィルムの外観)

得られたポリウレタンフィルムを用いて、目視によって観察し、発泡や割れ等の不具合の発生状況を確認し、以下の基準により評価を行った。

◎：無色、透明で、ゲル状物や析出物もないものである。

○：淡黄色、透明で、ゲル状物や析出物もないものである。

△：黄色又は半透明で、ゲル状物や析出物がわずかにみられるものである。

×：黄色～褐色又は不透明で、ゲル状物や析出物が多数あるものである。

[0062] (耐タック)

得られたポリウレタンフィルムを温度23℃、相対湿度50%の条件下、24時間静置した後、塗膜の上に厚さ100μmのPETフィルム(「コスモシャインA-4100」東洋紡製)の易接着処理面がポリウレタンフィルムと接触する様に載せ、その上に荷重1kgの標準分銅を載せて40℃雰囲気下で3日静置した後、幅10mm長さ50mmに切断後、温度23℃、相対湿度50%の条件下にて引張試験機(ORIENTEC社製、テンシロンRTA-100)を用い、PETフィルムを90°の方向に50mm/分の速度で引き剥がし、接着強度を測定し、以下の基準により評価を行った。

○：接着強度が0.1MPa未満であり、タックなし。

△：接着強度が0.5MPa未満0.1MPa以上であり、わずかにタックあり。

×：接着強度が0.5MPa以上であり、タックあり。

[0063] (100%モジュラス)

得られたポリウレタンフィルムを長さ100mm、幅10mmの試験片に裁断し、温度23℃、相対湿度50%の条件下、24時間静置した後、引張試験機(ORIENTEC社製、テンシロンRTA-100)を用い、チェック間50mm、引張速度50mm/min、n=5で試験を行い、試験片が100%伸長した時点での応力：100%モジュラスを測定した。この100%モジュラスが5MPa未満のものは柔軟性に優れており、以下の基準により評価を行った。

○：100%モジュラスが5MPa未満である。

△：100%モジュラスが5MPa以上10MPa未満である。

×：100%モジュラスが10MPa以上である。

[0064] (ポリウレタン塗膜の作製)

得られたウレタンプレポリマー溶液とポリプロピレングリコール、トリオール型の混合を行った後、10cm×10cm×2mmのアルミ基板上に厚さ100μmとなるように塗布し、熱風乾燥機を用いて、窒素気流下、13

0℃で30分間ウレタン化反応及び乾燥を行い、ウレタン塗膜を作製した。

[0065] (ポリウレタン塗膜の密着性)

得られたポリウレタン塗膜に長さ100mm、幅10mmの試験片となるように切れ目を入れ、温度23℃、相対湿度50%の条件下、24時間静置した後、引張試験機（ORIENTEC社製、テンシロン RTA-100）を用い、180°剥離試験、引張速度100mm/min、n=5で試験を行い、以下の基準により剥離強度の評価を行った。

◎：剥離強度が20N/10mm以上で凝集破壊である。

○：剥離強度が20N/10mm以上で界面剥離である。

△：剥離強度が10N/10mm以上20N/10mm未満で界面剥離である。

×：剥離強度が10N/10mm未満で界面剥離である。

[0066] (ポリウレタン塗膜の剥離性)

得られたポリウレタン塗膜を10mm幅毎にカットし、100マスの碁盤目状とした。剥離剤として組成物（F-14）を用い、剥離剤中にアルミ基盤ごと40℃で60分間浸漬し、次いで、水（25℃）を掛け流してポリウレタン塗膜を剥離剤と共に基材の表面から除去した。ウレタン塗膜が残留した場合は剥離剤への浸漬と水によるかけ流しでの剥離を繰り返し、ウレタン塗膜が100マス剥離するまでの回数により、以下の基準で組成物（F-14）の剥離性を評価した。

◎：剥離剤への浸漬回数が1回。

○：剥離剤への浸漬回数が2回。

△：剥離剤への浸漬回数が3～5回。

×：剥離剤への浸漬回数が6回以上。

[0067] (洗浄性評価)

得られたポリウレタン塗膜をキシレン中にアルミ基盤ごと60℃で120分間浸漬し、次いで、金属へらでウレタン塗膜を剥離させた。その後、アルミ基板上に残留したウレタン塗膜の残渣を洗浄剤として組成物（F-14）

を用い、洗浄剤含ませたウェスで5回繰り返しふき取り、ウレタン塗膜の残渣の状態を目視で確認し、以下の基準で組成物（F－14）の洗浄性を評価した。

○：ウレタン塗膜剥離後の残渣がみられない。

△：ウレタン塗膜剥離後の残渣がわずかにみられる。

×：ウレタン塗膜剥離後の残渣が多量にみられる。

[0068] 実施例16～18及び比較例7～9

実施例16～18において、表4に記載のジイソシアネート、ジオール、組成物（F－16）～（F－18）を用いた以外、実施例15と同様にし、固形分濃度が表4に記載のウレタンプレポリマー溶液を合成し、更に実施例15と同様に表4に記載の組成によりポリウレタンフィルム及びポリウレタン塗膜を作成し、実施例15と同様に評価を実施し、結果を表4に示した。

又、比較例7～9において、表4に記載のジイソシアネート、ジオール、比較例用の組成物（H－7）～（H－9）を用いて、実施例14と同様に固形分濃度が表4に記載のウレタンプレポリマー溶液を合成し、更に実施例14と同様に表4に記載の組成によりポリウレタンフィルム及びポリウレタン塗膜を作成し、評価を実施し、結果を表4に示した。

[0069]

[表4]

			実施例				比較例			
			15	16	17	18	7	8	9	
ウレタン プレポリマー 合成	原料 (モル比)	ジイソシアネート	TDI 6.0	TDI 6.0	MDI 3.0	IPDI 4.0	TDI 9.0	MDI 3.0	IPDI 4.0	
		ジオール	PTMG 5.0	PTMG 5.0	PC 2.0	PC 3.0	PTMG 5.0	PC 2.0	PC 3.0	
	組成物		F-15	F-16	F-17	F-18	H-7	H-8	H-9	
	組成物(F) 又は組成物(H) (質量%)	化合物(A)	A-2 99.8	A-11 20	A-3 80	A-15 50	—	A-1 100	—	
		中和塩(B)	B-10 0.2	B-4 9	B-5 0.005	B-1 1	—	—	B-1 1	
		化合物(C)	—	C-7 65	C-5 10075	C-1 49	C-1 50 C-5 47	—	C-2 20 C-3 79	
		酸性化合物(D)	—	D-8 3	D-3 0.020	—	D-5 3	—	—	
	組成物の酸価	mgKOH/g	0.0	18.7	0.2	0.0	18.7	0.0	0.0	
	ウレタンプレポリマー溶液濃度	(wt%)	80	80	70	80	80	70	80	
	反応温度	(°C)	80	80	80	80	80	80	80	
	反応時間	(時間)	4	2	2	3	4	2	3	
ウレタン プレポリマー 溶液	外観		淡黄色、透明	淡黄色、透明	淡黄色、透明	無色、透明	黄色、微濁	黄色、ゲル化	無色、微濁	
	ポリウレタンプレポリマー分子量(Mn)		8400	9200	8500	4500	7600	— ^{*2}	4000	
	粘度(Pa・s)		3.2	15.2	15.2	8.2	42.3	— ^{*2}	12.5	
	ゲル分率(%)		0.10	0.50	0.20	0.05	5.80	— ^{*2}	1.20	
ウレタン化	安定性		○	○	◎	○	×	— ^{*2}	×	
	ウレタンプレポリマー溶液(質量%)		88.9	88.8	82.5	81.0	88.9	— ^{*2}	81.0	
ウレタン フィルム	添加剤(質量%)		PPG-T 11.8	PPG-T 11.3	PPG-T 17.5	PPG-T 13.0	PPG-T 11.0	— ^{*2}	PPG-T 19.0	
	外観		○	△	◎	○	×	— ^{*2}	△	
	耐タック		○	○	○	○	×	— ^{*2}	△	
	100%モジュラス		○	○	○	○	△	— ^{*2}	×	
ウレタン 塗膜	密着性		○	△	◎	○	×	— ^{*2}	△	
	剥離剤、洗浄剤		F-14	F-15	F-16	F-18	H-7	— ^{*2}	H-9	
	剥離性		◎	○	◎	○	△	— ^{*2}	×	
	洗浄性		○	△	◎	○	×	— ^{*2}	×	

TDI:トリレンジイソシアネート(三井化学ファイン株式会社製、コスモネート T100)

MDI:ジフェニルメタンジイソシアネート

IPDI:イソホロンジイソシアネート

PTMG:ポリテトラメチレングリコール(三菱ケミカル株式会社製、数平均分子量650、PTMG650)

PC:ポリカーボネートジオール(株式会社クラレ製、数平均分子量1000、クラレポリオールC-1010)

PPG-T:ポリプロピレングリコール、トリオール型(日油株式会社、数平均分子量1500、ユニオールTF-1000P)

*2:得られたウレタンプレポリマー溶液がゲル化しており、各種測定、塗膜形成ができなかった。

[0070] 表4に示した結果から分かりますとおり、本発明の組成物(F)は化合物(A)と中和塩(B)を含有することによって、ウレタン化反応を良好に制御することができ、高透明性、低粘度であり、ゲル分率が低く、安定性に優れたウレタンプレポリマー溶液が得られ、更にウレタンプレポリマー溶液から均一透明なポリウレタンフィルム、ポリウレタン塗膜を得ることができた。この効果は化合物(A)の優れる溶解力と中和塩(B)の安定性向上の相乗効果によるものであり、化合物(A)のみでは、ウレタンプレポリマーのゲル化の進行がみられたり、或いは中和塩(B)とその他の化合物(C)のみの組み合わせでは高粘度化したり、ゲル分率の上昇等が発生し、又ポリウレタンフィルムやポリウレタン塗膜を製作する場合にゲル化物や析出物による欠陥が発生しやすく、満足できる強度や伸度を有する塗膜が得られなかった。

[0071] 組成物(F)を溶媒として製造されたウレタンプレポリマーはゲル分率が低く、安定性に優れるため良好なポリウレタンフィルム、ポリウレタン塗膜等の成形物を得ることができた。又ウレタンプレポリマーは粘度が低く、良好な操作性を示すため、高分子量のポリオールやポリアミン等との混合を均

一に素早く行うことができ、加熱によるウレタン化した際に、優れた物性を有する成形物（製品）を製造できた。又、組成物（F）を剥離剤や洗浄剤として用いた場合、製造されたポリウレタン塗膜の剥離性が良好であって、基板上の残渣も完全に除去することができ、剥離剤として良好な剥離性、洗浄剤として良好な洗浄性を示した。この効果は化合物（A）の優れる溶解力と中和塩（B）による、ポリウレタンフィルム中又はポリウレタン塗膜中の水素結合が切断され、又組成物（F）がポリウレタンフィルムやポリウレタン塗膜と基材の界面に浸透しやすくなるためと考えられる。

同様に、組成物（F）を溶解用溶媒として、反应用溶媒として、樹脂合成用溶媒として、希釈用希釈剤として、分散用分散剤として、剥離用剥離剤として、洗浄用洗浄剤としても、建築・土木用シーリング材、建築用弾性接着剤等の接着剤、ガムテープや表面保護フィルム、光学用に代表される各種粘着剤、塗料、エラストマー、塗膜防水材、床材、可塑剤、軟質ポリウレタンフォーム、半硬質ポリウレタンフォーム、硬質ポリウレタンフォーム、人工皮革等の溶解、希釈、分散、剥離、洗浄等に好適に用いることができる。

[0072] 実施例 19（エッチング液の調整と評価）

ヨウ素 0.079 M、ヨウ化カリウム 0.60 M の水溶液 100 g に組成物（F-19）100 g を添加したエッチング液を調整した。

つぎに、 22×26 mm の金蒸着ガラス（金膜厚 30 nm、株式会社ケニス製）を $25 \mu\text{m}$ のドライフィルムレジストで被覆した。その後、ライン／スペース（L／S）= $36 \mu\text{m} / 24 \mu\text{m}$ のガラスマスクを使用して露光し、現像処理により未露光部を除去することで L／S = $36 \mu\text{m} / 24 \mu\text{m}$ のエッチングレジストパターンを作製した。その後、液温 30°C の前記エッチング液に表 5 記載の時間浸漬させてエッチングした。エッチング後、 50°C の 3 質量％水酸化ナトリウム水溶液に 60 秒間浸漬し、エッチングレジストを除去した後、金蒸着ガラスを超純水で洗浄、窒素ガスにて乾燥して、走査電子顕微鏡（SEM）（株式会社日立ハイテクノロジーズ製、SU8200 series）を用いて金蒸着ガラスの表面平滑化能とサイドエッチング量

を観察し、以下の基準でエッチング性を評価した。その結果を表5に示す。

(表面平滑化能)

◎：SEM観察画像が平滑な面として観察される。

○：SEM観察画像の極一部にやや粗い面が観察される。

△：SEM観察画像の全体がやや粗い面として観察される。

×：SEM観察画像が粗い面として観察される。

(サイドエッチング性)

◎：サイドエッチング量が200nm未満。

○：サイドエッチング量が200nm以上400nm未満。

△：サイドエッチング量が400nm以上600nm未満。

×：サイドエッチング量が600nm以上。

[0073] [表5]

		実施例								比較例	
		19		20		21		22		10	11
組成物(F) 又は組成物(H) (質量%)	組成物	F-19		F-20		F-21		F-22		H-10	H-11
	化合物(A)	A-2	80	A-3	50	A-1	88	A-15	50	A-1	100
	中和塩(B)	B-3	0.01	B-1	1	B-1	2	B-3	0.1	-	B-3
	化合物(C)	C-5	19.97	C-8	49.0	-	-	C-8	49.8	-	C-6
	酸性化合物(D)	D-3	0.02	-	-	-	-	D-4	0.1	-	D-3
組成物の酸価(mg/CH ₂ g)		0.2		0.0		0.0		0.9		0.0	
箔膜の金属種		金		金		金		銅		金	
エッチング時間(秒)		30		30		30		180		30	
表面平滑化能		◎		○		○		◎		△	
サイドエッチング性		◎		◎		○		○		×	

[0074] 実施例20～22及び比較例10、11

実施例20～22において、表5に記載の組成物(F-20)～(F-22)を用い、実施例22では金蒸着ガラスを銅張積層基板(銅箔35 μ m、サンハヤト株式会社製)に変更した以外、実施例19と同様にしてエッチングを行い、エッチング性を評価した。その結果を表5に示す。比較例10、11において、表5に記載の組成物(H-10)、(H-11)を用い、比較例11では金蒸着ガラスを銅張積層基板(銅箔35 μ m、サンハヤト株式会社製)に変更した以外、実施例19と同様にしてエッチングを行い、エッチング性を評価した。その結果を表5に示す。

[0075] 組成物(F)を有機溶媒として用いた金属エッチング液は、親水性の高い

アミド化合物（A）を含むため、濡れ性に優れ、良好な平滑能を有し、又中和塩（B）による塩安定性に優れるためヨウ素塩を安定に存在させ、ヨウ素の揮発効果を抑制し、Aの高親水性及び高溶解力と合わせた結果、サイドエッチング量の抑制効果が高かった。同様に組成物（F）を様々な金属のエッチング剤（剥離剤）として、集積回路やプリント基板のエッチングに好適に用いることができる。

[0076] 実施例 2 3（セルロースナノファイバーの分散剤としての評価）

セルロースナノファイバー分散液（第一工業製薬株式会社製、レオクリスタ 1-2 SX）50 g を 105℃ の送風乾燥機にて乾燥した後、組成物（F-23）199 g を加え、TK ホモミキサー（6,000 rpm）を用いて 60 分間攪拌し、セルロースナノファイバーの有機溶媒分散液（CNF 分散液、固形分 0.5 質量%）を得た。その後、40℃ で 1 週間保管し、分散状態を観察し、以下の基準により分散安定性の評価を行い、結果を表 6 に示した。

○：均一な分散状態を維持した。

△：わずかに凝集物がみられた。

×：凝集物、沈殿物がみられた。

[0077] 実施例 2 4～2 6 及び比較例 1 2、1 3

実施例 2 4～2 6 において、表 5 に記載の組成物（F-24）～（F-26）を用いた以外、実施例 2 3 と同様にし、表 6 に記載の濃度の CNF 分散液を作製し、得られた分散液の分散安定性を評価し、結果を表 6 に記載した。又、比較例 1 2、1 3 において、実施例 2 3 と同様に表 6 に記載の濃度の CNF 分散液を作製した後、分散安定性を評価し、結果を表 6 に記載した。

[0078] [表6]

		実施例								比較例	
		23		24		25		26		12	13
		F-23		F-24		F-25		F-26		H-12	H-13
組成物(F) 又は組成 物(H) (質量%)	組成物										
	化合物(A)	A-2	99.99	A-3	50	A-1	99.4	A-15	75	A-13	100
	中和塩(B)	B-7	0.01	B-8	0.05	B-1	0.2	B-3	0.1	-	B-3
	化合物(C)	-	-	C-3	49.95	-	-	C-8	24.88	-	C-5
	酸性化合物(D)	-	-	-	-	D-2	0.4	D-3	0.02	-	D-3
組成物の酸価(mgKOH/g)		0.0		0.0		0.4		0.2		0.0	
CNF分散液濃度(wt%)		0.5		0.8		0.4		1.0		0.5	
分散安定性		○		○		○		○		△	

[0079] 実施例 27 (顔料分散剤としての評価)

500 mL ビーカーに 180 g の組成物 (F-27) を入れ、ホモミキサーを用いて 300 rpm で攪拌しながら、親水性シリカ微粒子 (BET 法による比表面積 175 ~ 225 m²/g、商品名: アエロジル 200、日本アエロジル株式会社製) 20 g を少量ずつ添加し、混合液を得た。次にホモミキサーの回転数を 1500 rpm に上げ、1500 rpm で 60 分間攪拌を行い、シリカ分散液を製造した。

[0080] 実施例 28

500 mL ビーカーにアルミナ (昭和電工株式会社製、AL-160SG-4) 100 g を市販の分散剤 (東亜合成株式会社製、T-AX アンモニウム塩) 1 g、イオン交換水 29 g を加えて、ホモミキサーを用いて 4,000 rpm、5 分間攪拌し、アルミナを湿式粉碎した。次に組成物 (F-28) 70 g を加え、ホモミキサーの回転数を 500 rpm にて 5 分間攪拌を行い、顔料濃度 50 質量% のアルミナ分散液を製造した。

[0081] (粘度測定)

コーンプレート型粘度計 (東機産業社製、RE550 型粘度計) を使用し、JIS K5600-2-3 に準じて、25℃ にてシリカ分散液の粘度を測定し、結果を表 7 に記載した。

[0082] (分散安定性)

シリカ分散液を 40℃ で 7 日間保管した後、粘度測定を行い、下記式による経時粘度変化率から分散安定性を以下の基準により評価を行い、結果を表 7 に記載した。

$$\text{経時粘度変化率 (\%)} = (\text{7 日後の粘度} - \text{初期粘度}) / \text{初期粘度} \times 100 \%$$

○: 粘度変化率が 5% 未満である。

△: 粘度変化率が 5% 以上 10% 未満である。

×: 粘度変化率が 10% 以上である。

[0083] 実施例 29、30 及び比較例 14 ~ 16

実施例 29 において、表 7 に記載の組成物 (F-29) を用いた以外、実施例 27 と同様にし、実施例 30 において、表 7 に記載の組成物 (F-30) を用いた以外、実施例 28 と同様にし、表 7 に記載のシリカやアルミナ等の分散液を作成し、更に実施例 27 と同様に得られた分散液の粘度と分散安定性を評価し、結果を表 7 に記載した。又、比較例 14 と 15 において、実施例 27 と同様に、比較例 16 において、実施例 28 と同様にし、シリカやアルミナ分散液を作製し、得られた分散液の粘度と分散安定性を評価し、結果を表 7 に記載した。

[0084] [表7]

		実施例				比較例			
		27	28	29	30	14	15	16	
組成物(F) 又は組成物(H) (質量%)	組成物	F-27	F-28	F-29	F-30	H-14	H-15	H-16	
	化合物(A)	A-11 99.999	A-2 99	A-15 79	A-14 79	-	-	-	-
	中和塩(B)	B-7 0.001	B-5 0.1	B-1 1	B-1 1	B-7 0.001	B-1 1	B-1 0.1	
	化合物(C)	-	C-5 99.9	C-5 20	C-3 19.95	C-2 99.999	C-5 99	C-6 99.9	
組成物分散液(mg/20ml)	液体化合物(D)	-	-	D-4 1	D-3 0.05	-	D-4 1	-	
	顔料	シリカ	アルミナ	シリカ	アルミナ	シリカ	シリカ	アルミナ	
顔料濃度(wt%)		20	50	10	50	20	10	50	
市販分散剤 添加量(対顔料wt%)		-	T-AX 1	-	T-AX 1	-	-	T-AX 1	
粘度(mPa・s)		130	85	85	48	2100	12000	450	
分散安定性		○	△	○	○	△	△	×	

[0085] 表 6 と表 7 に示した結果から分かったとおり、化合物 (A) と中和塩 (B) を含有する組成物 (F) を分散剤として使用する場合、良好な分散性を示した。化合物 (A) の優れた分散性に加え、セルロースナノファイバー同士やシリカ、アルミナ等の微粒子同士で形成されている強い水素結合が化合物 (A) 及び中和塩 (B) により部分的に切断されたため、化合物 (A) のみや、化合物 (C) に中和塩 (B) を加えた組成物と比較し、組成物 (F) で分散されてなる分散液が良好かつ安定な分散性を得ることができた。このような分散特性は、セルロースナノファイバー分散液、シリカ微粒子等の顔料分散液に限らず、合成樹脂、塗料、インク、接着剤、医薬、農薬、香料、顔料、染料、有機ケイ素ポリマー、導電性材料及びカーボンナノ材料等の炭素材料においても発揮することが可能であり、これらの材料の分散用分散剤として、組成物 (F) は好適に用いることができる。

[0086] 実施例 31 (GPC 測定の移動相としての評価)

組成物 (F-31) を移動相として用い、日立製作所製高速液体クロマト

グラフィー L 6 0 0 0 及び日立製作所製データ解析装置 A T T - 8 を用いて、カラムとしては G e l p a c k G L - S 3 0 0 M D T - 5 (2 本) を使用し、ポリアミド 6 6 (東レ株式会社製、アミラン C M 3 0 0 1 N) の分子量分析を行った。ポリアミド 6 6 を組成物 (F - 3 1) に溶解させ、濃度 0 . 0 1 w t % 測定試料を調製し、カラム温度を 4 0 ° C に設定し、F - 3 1 を移動相として流量 1 . 0 m l / m i n で分子量測定を行い、数平均分子量はポリスチレン標準サンプルを用いた検量線で算出した。又分子量分析用溶媒としての性能評価を下記基準にて行い、結果を表 8 に記載した。

○：検出器（示差屈折率又は紫外吸光）による検出が可能で、カラムの圧力上昇がみられない。

△：検出器による検出が可能だったが、カラムの圧力上昇がみられた。

×：検出器による検出が出来ず、測定不可であった。

[0087] 実施例 3 2 ～ 3 4 及び比較例 1 7 ～ 2 0

実施例 3 2 ～ 3 4 は組成物 (F - 3 2) ～ (F - 3 4) 、比較例 1 7 ～ 2 0 は組成物 (H - 1 7) ～ (H - 2 0) を移動相として用い、実施例 3 1 と同じ装置、同じ方法により、表 8 に示すポリフッ化ビニリデン (ソレフ 1 0 0 8 、日本ソルベイ株式会社製) 、ポリアミドイミド (T P S T I - 5 0 1 3 、東レ株式会社製) 、又実施例 1 で合成したポリイミド前駆体のポリマーの分子量分析を行い、同様に分子量分析用溶媒としての性能評価を行い、結果を表 8 に記載した。

[0088] [表 8]

		実施例				比較例			
		31	32	33	34	17	18	19	20
		F-31	F-32	F-33	F-34	H-17	H-18	H-19	H-20
組成物 (F) 又は組成物 (H) (質量 %)	化合物 (A)	A-2 89.8	A-3 75	A-12 99.5	A-15 50	A-1 89.9	-	-	A-15 100
	中和塩 (B)	B-5 0.1	B-7 0.1	B-1 0.5	B-3 0.5	-	B-5 0.1	B-3 0.5	-
	化合物 (C)	C-2 10	C-5 24.9	-	C-7 48.5	C-2 10	C-5 99.9	C-4 98.5	-
	酸性化合物 (D)	D-4 0.1	-	-	-	D-4 0.1	-	-	-
組成物の粘度 (mPa・s)		1.7	0.0	0.0	0.0	1.7	0.0	0.0	0.0
GPC 解析	試料	ポリアミド 66	ポリフッ化 ビニリデン	ポリアミド イミド	ポリイミド 前駆体 (実施例 1)	ポリアミド 66	ポリフッ化 ビニリデン	ポリアミドイミ ド	ポリイミド 前駆体 (実施例 1)
	数平均分子量	45,000	110,000	55,000	16,000	67,000	-	-	25,000
	カラムの圧力上昇	○	○	○	○	△	×	×	△

[0089] 表 8 に示した結果から分かったとおり、化合物 (A) と中和塩 (B) を含有する組成物 (F) をクロマトグラフィーの移動相として使用する場合、良好

な溶解性、安定性を示した。化合物（A）の優れた分散性に加え、中和塩（B）によるAの長期保存安定性及び耐熱性（熱的安定性）を確保することができ、Aのみ或いは化合物（C）にBを加えた組成物と比較し、組成物（F）を用いることで難溶解、難分析の合成樹脂の分子量分析が安定的、精度よく分析できた。又、中和塩（B）を使用しても化合物（A）を用いない場合、難溶性樹脂の測定は困難であり、化合物（A）を使用しても中和塩（B）を用いないと、測定は可能でも、見かけ上の分子量上昇、カラム圧力上昇等が発生し、安定的に分子量の測定はできなかった。組成物（F）はLC（液体クロマトグラフィー）やGPC（ゲル浸透クロマトグラフィー）の分析に限らず、粘度測定、動的粘弾性測定、MALS検出器を使用した絶対分子量の測定、NMR測定等の溶解することを前提条件とする測定、分析用溶媒として好適に用いることができる。

[0090] 実施例35（非水電解液としての評価）

非水電解液の調製

電解質であるリチウムビス（フルオロスルホニル）イミド（LiSFI）を、表9に示す組成物（F-35）に濃度1mol/Lとなるように溶解させて、非水電解液を調製した。

[0091] 電極シートの作製

正極活物質としてのコバルト酸リチウム90g、導電助剤としてのアセチレンブラック5g及び結着剤としてのポリフッ化ビニリデン（アルケマ社製、KYNAR761）5gを、組成物（F-35）20g中に加え、均一に混合してペースト状の正極活物質組成物を調製した。このペースト状の正極活物質組成物をアルミニウム箔（正極集電体：厚さ20μm）の片面に塗布して乾燥させることにより、正極シートを得た。次に負極活物質としての人造黒鉛90gと結着剤としてのポリフッ化ビニリデン（アルケマ社製、KYNAR761）10gを、組成物（F-35）20g中に加え、均一に混合してペースト状の負極活物質組成物を調製した。このペースト状の負極活物質組成物を銅箔（負極集電体：厚さ20μm）の片面に塗布して乾燥させる

ことにより、負極シートを得た。

[0092] (充放電試験)

得られた正極シート、負極シート及びポリエチレン製セパレータを円形に打ち抜き、アルミニウム製H Sセルを用いて、正極シート1枚と負極シート1枚とを対向して積層し、その間に1枚のセパレータを挟んで、得られた非水電解液中を満たした後、ネジを締めて、実験用の電池を作製した。作製したリチウム電池を用いて、充放電試験装置(LCDL-3、株式会社計測器センター製)で、充放電速度0.2C(定電流モード)、3.5~4.2Vの条件にて、放電容量及びサイクル試験を行った。なお、各充放電時には10分の充放電休止時間を設けてサイクル試験を行った。電池の放電容量とサイクル性を以下の基準で評価し、結果を表9に示す。

(放電容量)

◎: 1サイクル目の放電容量が120mAh/g以上

○: 1サイクル目の放電容量が110mAh/g以上

△: 1サイクル目の放電容量が100mAh/g以上110mAh/g未満

×: 1サイクル目の放電容量が100mAh/g未満

(サイクル試験)

◎: 10サイクルの充放電試験後の放電容量が1サイクル目の90%以上

○: 10サイクルの充放電試験後の放電容量が1サイクル目の85%以上90%未満

△: 10サイクルの充放電試験後の放電容量が1サイクル目の80%以上85%未満

×: 10サイクルの充放電試験後の放電容量が1サイクル目の80%未満

[0093] 実施例36~38及び比較例21~23

実施例36~38は組成物(F-32)~(F-34)、比較例21~23は組成物(H-21)~(H-23)を用い、実施例35と同様に非水電解液を調製し、正極シートと負極シートを作製した後、電池を作製し、放電容量とサイクル性を以下の基準で評価し、結果を表9に示す。

[0094] [表9]

		実施例								比較例			
		35		36		37		38		21		22	
		F-35		F-36		F-37		F-38		H-21		H-22	
組成物(F) 又は組成物 (H) (質量%)	化合物(A)	A-2	98.998	A-3	5.0	A-15	2.0	A-5	98.998	-	-	-	-
	中和塩(B)	B-8	0.001	B-7	0.6	B-7	1	B-7	0.001	B-5	0.001	B-7	1
	化合物(C)	C-8	1.0	C-8	49.6	C-8	75	-	-	C-5	99.998	C-3	98
	酸性化合物(D)	D-3	0.01	-	-	-	-	-	-	D-4	0.01	-	-
組成物の酸価(meq/g)		0.2		0.6		0.9		0.9		0.2		0.9	
LISF(mol/L)		1.0		1.0		1.0		1.0		1.0		1.0	
充放電試験	放電容量	◎		◎		△		○		△		△	
	サイクル試験	◎		○		○		○		/		×	

[0095] 表9に示した結果から分かりますとおり、化合物(A)と中和塩(B)を含有する組成物(F)を非水電解液としても、電池の電極シート用溶液としても、良好な電池特性が得られた。即ち、高い放電容量を有するとともに、サイクル試験後の放電容量の低下が非常に低かった。一方で、Aのみ又は化合物(C)にBを加えた組成物を用いた比較例が、放電容量が満足できず、及び／又サイクル性が低かった。

産業上の利用可能性

[0096] 以上説明してきたように、本発明の組成物は有害性を有さず、安全性も安定性も高く、溶媒や希釈剤、分散剤等として長期貯蔵や長期使用に適し、それを含有することにより各種製剤、製品を提供することができる。具体的に、本発明の組成物を含有する樹脂、塗料、インク、接着剤、医薬、農薬、香料、顔料、染料、セルロース誘導体、有機ケイ素ポリマー及び導電性材料の溶解に用いられる溶媒、本発明の組成物を含有する樹脂、塗料、インク、接着剤、医薬、農薬、香料、顔料、染料、セルロース誘導体、有機ケイ素ポリマー及び導電性材料の希釈に用いられる希釈剤、本発明の組成物を含有する樹脂、塗料、インク、接着剤、医薬、農薬、香料、顔料、染料、セルロース誘導体、有機ケイ素ポリマー、導電性材料及び炭素材料の分散に用いられる分散剤、本発明の組成物を含有する化学反応に用いられる溶媒、本発明の組成物を含有するHPLC（液体クロマトグラフィー）及び／又はGPC（ゲル浸透クロマトグラフィー）の分析に用いられる溶媒、本発明の組成物を含有する希釈剤、抽出剤、洗浄剤、剥離剤、除去剤、脱脂剤、浸透剤、吸収剤、分散剤、平版印刷版用修正剤に用いられる溶媒、本発明の組成物を含有するポリイミド樹脂、ポリアミド樹脂、ポリエステル樹脂、ポリスチレン樹脂

、ポリアクリロニトリル樹脂、ポリビニルクロリド樹脂、ポリビニルピロリドン樹脂、ポリビニルアセテート樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリエーテルスルホン樹脂、ポリスルホン樹脂、ポリエーテル樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリエステルイミド樹脂、エポキシ樹脂、ポリ（アミドーイミド）樹脂、ポリフッ化ビニリデン樹脂の製造及び／又は溶解に用いられる溶媒、本発明の組成物を含有する製造設備、製造器具、工業製品、工業部品、プラスチック成型品、金属部品、電子部品、記録装置フィルター、三次元造形物、インクジェットノズル及びインクカートリッジの液体流路の洗浄に用いられる洗浄剤、本発明の組成物を含有するプラスチック成形品表面の有機塗膜層、三次元粗造形物のサポート材、金属薄膜上のレジスト、UV樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂の剥離に用いられる剥離剤、本発明の組成物を含有する液晶分子の配向処理に用いられる液晶配向処理剤、本発明の組成物を含有する二次電池の製造に用いられる非水電解液等として好適に用いることができる。

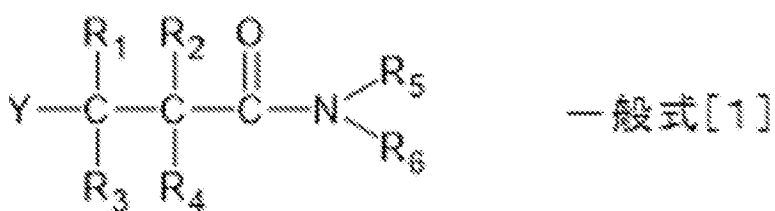
請求の範囲

[請求項1] N-置換及び／又はN，N-二置換アミド基を有する化合物（A）と、酸性化合物と塩基性化合物の中和塩（B）を含有する組成物。

[請求項2] 中和塩（B）を形成する酸性化合物を更に含有し、酸価が0.1～40 mg KOH/gである請求項1に記載の組成物。

[請求項3] 化合物（A）は下記一般式〔1〕に示されるN-置換及び／又はN，N-二置換プロパンアミドである請求項1又は2に記載の組成物。

[化1]



（式中、 R_5 と R_6 は各々独立に炭素数1～18の直鎖状又は分岐鎖状の飽和又は不飽和のアルキル基、ヒドロキシアルキル基、アミノアルキル基、アルキルエーテル基、或いは各々独立に炭素数6～18の脂環式炭化水素、芳香族炭化水素を表し、 R_1 ～ R_4 は各々独立に水素原子、メチル基又はヒドロキシル基を表す。又、 R_5 と R_6 は各々独立に水素原子（同時に水素原子である場合を除く）、或いはそれらを担持する窒素原子と一緒にあって、飽和5～7員環（酸素原子を有するものを含む。）を形成したものを含む。 Y は水素原子、水酸基アミン基、炭素数1～18の直鎖状又は分岐鎖状の飽和又は不飽和のアルキル基、炭素数6～18の脂環式炭化水素、芳香族炭化水素、一般式〔2〕もしくは〔3〕で表されるアルコキシ基もしくはアミノ基（式中の R_7 は炭素数1～6の直鎖状又は分岐鎖状のアルキル基又はアルケニル基、 R_8 と R_9 は各々独立に水素原子又は炭素数1～18の直鎖状又は分岐鎖状のアルキル基、アルキルエーテル基、脂環式炭化水素、芳香族炭化水素（但し、 R_8 と R_9 が同時に水素原子である場合を除く。）を示す。又、 R_8 と R_9 は、それらを担持する窒素原子

と一緒にあって、飽和 5 ～ 7 員環（酸素原子を有するものを含む。）を形成したものでもよい。）

[化2]

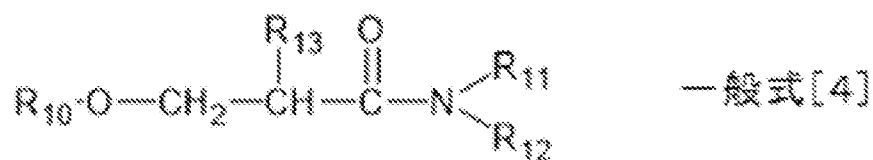


[化3]



[請求項4] 化合物（A）は一般式 [4] に示される β -アルコキシ-N-置換プロパンアミド及び／又は β -アルコキシ-N, N-二置換プロパンアミドである請求項 1 ～ 3 のいずれか一項に記載の組成物。

[化4]



（式中、 R_{10} は炭素数 1 ～ 18 の直鎖状又は分岐鎖状のアルキル基、 R_{11} と R_{12} がそれぞれ独立に水素原子、炭素数 1 ～ 4 の直鎖状又は分岐鎖状のアルキル基を表し（同時に水素原子である場合を除く）、 R_{13} は水素原子又はメチル基を表す。）

[請求項5] 酸性化合物は無機及び／又は有機の酸であり、塩基性化合物は無機及び／又は有機の塩基である請求項 1 ～ 4 のいずれか一項に記載の組成物。

[請求項6] エーテル基、エステル基、水酸基、ウレア基、アリール基、スルフィニル基から選択される 1 種以上かつ 1 個以上の基を有する化合物（C）を更に含有する請求項 1 ～ 5 のいずれか一項に記載の組成物。

[請求項7] 請求項 1 ～ 6 のいずれか一項に記載の組成物を含有する溶媒であって、樹脂、塗料、インク、接着剤、医薬、農薬、香料、顔料、染料、セルロース誘導体、有機ケイ素ポリマー及び導電性材料の溶解に用いら

れる溶媒。

- [請求項8] 請求項1～6のいずれか一項に記載の組成物を含有する希釈剤であって、樹脂、塗料、インク、接着剤、医薬、農薬、香料、顔料、染料、セルロース誘導体、有機ケイ素ポリマー及び導電性材料の希釈に用いられる希釈剤。
- [請求項9] 請求項1～6のいずれか一項に記載の組成物を含有する分散剤であって、樹脂、塗料、インク、接着剤、医薬、農薬、香料、顔料、染料、セルロース誘導体、有機ケイ素ポリマー、導電性材料及び炭素材料の分散に用いられる分散剤。
- [請求項10] 請求項1～6のいずれか一項に記載の組成物を含有する溶媒であって、化学反応に用いられることを特徴とする溶媒。
- [請求項11] 請求項1～6のいずれか一項に記載の組成物を含有する溶媒であって、HPLC（液体クロマトグラフィー）及び／又はGPC（ゲル浸透クロマトグラフィー）の分析に用いられる溶媒。
- [請求項12] 請求項1～6のいずれか一項に記載の組成物を含有する洗浄剤であって、製造設備、製造器具、工業製品、工業部品、プラスチック成型品、金属部品、電子部品、記録装置フィルター、三次元造形物、インクジェットノズル及びインクカートリッジの液体流路の洗浄に用いられる洗浄剤。
- [請求項13] 請求項1～6のいずれか一項に記載の組成物を含有する剥離剤であって、プラスチック成形品表面の有機塗膜層、三次元粗造形物のサポート材、金属薄膜上のレジスト、UV樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂の剥離に用いられる剥離剤。
- [請求項14] 請求項1～6のいずれか一項に記載の組成物を含有する液晶配向処理剤であって、液晶分子の配向処理に用いられる液晶配向処理剤。
- [請求項15] 請求項1～6のいずれか一項に記載の組成物を含有する電解液であって、二次電池の製造に用いられる非水電解液。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2023/008624

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C08L 101/00(2006.01)i; **C08K 5/17**(2006.01)i; **C08K 5/20**(2006.01)i; **C11D 7/32**(2006.01)i; **C11D 7/50**(2006.01)i;
G02F 1/1337(2006.01)i; **H01M 4/62**(2006.01)i; **H01M 10/052**(2010.01)i; **H01M 10/0569**(2010.01)i

FI: C08L101/00; C08K5/20; C08K5/17; C11D7/50; C11D7/32; H01M10/052; H01M10/0569; H01M4/62 Z; G02F1/1337
 525

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C08L101/00; C08K5/17; C08K5/20; C11D7/32; C11D7/50; G02F1/1337; H01M4/62; H01M10/052; H01M10/0569

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2023
 Registered utility model specifications of Japan 1996-2023
 Published registered utility model applications of Japan 1994-2023

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2021-065882 A (KJ CHEMICALS CORP.) 30 April 2021 (2021-04-30) claims, paragraph [0026], examples D-1, D-4, D-7	1-15
A	JP 2015-140341 A (KJ CHEMICALS CORP.) 03 August 2015 (2015-08-03) entire text	1-15

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 “E” earlier application or patent but published on or after the international filing date
 “L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 “O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 “P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 “X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 “Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 “&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

25 April 2023

Date of mailing of the international search report

16 May 2023

Name and mailing address of the ISA/JP

**Japan Patent Office (ISA/JP)
 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915
 Japan**

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2023/008624

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP	2021-065882	A	30 April 2021	(Family: none)	
JP	2015-140341	A	03 August 2015	(Family: none)	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C08L 101/00(2006.01)i; C08K 5/17(2006.01)i; C08K 5/20(2006.01)i; C11D 7/32(2006.01)i; C11D 7/50(2006.01)i; G02F 1/1337(2006.01)i; H01M 4/62(2006.01)i; H01M 10/052(2010.01)i; H01M 10/0569(2010.01)i FI: C08L101/00; C08K5/20; C08K5/17; C11D7/50; C11D7/32; H01M10/052; H01M10/0569; H01M4/62 Z; G02F1/1337 525											
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） C08L101/00; C08K5/17; C08K5/20; C11D7/32; C11D7/50; G02F1/1337; H01M4/62; H01M10/052; H01M10/0569 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2023年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2023年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2023年</td> </tr> </table> 国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）			日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2023年	日本国実用新案登録公報	1996-2023年	日本国登録実用新案公報	1994-2023年	
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2023年										
日本国実用新案登録公報	1996-2023年										
日本国登録実用新案公報	1994-2023年										
C. 関連すると認められる文献 <table border="1"> <thead> <tr> <th>引用文献の カテゴリー*</th> <th>引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示</th> <th>関連する 請求項の番号</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>X</td> <td>JP 2021-065882 A (KJケミカルズ株式会社) 30.04.2021 (2021-04-30) 特許請求の範囲、[0026]、実施例D-1、D-4、D-7</td> <td>1-15</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 2015-140341 A (KJケミカルズ株式会社) 03.08.2015 (2015-08-03) 全文</td> <td>1-15</td> </tr> </tbody> </table>			引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号	X	JP 2021-065882 A (KJケミカルズ株式会社) 30.04.2021 (2021-04-30) 特許請求の範囲、[0026]、実施例D-1、D-4、D-7	1-15	A	JP 2015-140341 A (KJケミカルズ株式会社) 03.08.2015 (2015-08-03) 全文	1-15
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号									
X	JP 2021-065882 A (KJケミカルズ株式会社) 30.04.2021 (2021-04-30) 特許請求の範囲、[0026]、実施例D-1、D-4、D-7	1-15									
A	JP 2015-140341 A (KJケミカルズ株式会社) 03.08.2015 (2015-08-03) 全文	1-15									
☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☒ パテントファミリーに関する別紙を参照。											
* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技术水準を示すもの “E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの “L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） “O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 “P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献 “T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの “X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの “Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの “&” 同一パテントファミリー文献											
国際調査を完了した日 25.04.2023		国際調査報告の発送日 16.05.2023									
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		権限のある職員（特許庁審査官） 吉田 早希 4J 1589 電話番号 03-3581-1101 内線 3457									

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2023/008624

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP	2021-065882	A	30.04.2021	(ファミリーなし)	
JP	2015-140341	A	03.08.2015	(ファミリーなし)	