

明 細 書

発明の名称：新規なボレート化合物含有組成物

技術分野

[0001] 本発明は、オレフィンやジエンの溶液重合系の助触媒として有用な、ボレート化合物含有組成物、及びその製造方法に関する。

背景技術

[0002] 従来からオレフィンやジエンの重合用触媒として、メタロセン化合物やジイミン錯体、フェノキシ錯体等の非メタロセン系金属錯体触媒が使用されることが数多く報告されている。これらの金属錯体触媒を用いた触媒系の多くで、メチルアルミノキサンやテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート化合物が活性種を安定化させるための助触媒として使用されている。テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート化合物はメチルアルミノキサンよりも熱安定性に優れることや、金属錯体に対して使用される量論比がメチルアルミノキサンよりも少なく済むことから、溶液重合系での助触媒として広く使用されている。

[0003] また、金属錯体触媒によるオレフィンやジエンの重合で使用される溶媒としては、通常非極性の炭化水素溶剤が使用されている。特に臭気や毒性の観点からトルエン等の芳香族炭化水素系溶媒よりもヘキサン等の脂肪族炭化水素溶媒への切り替えも進んでいる。

[0004] しかしながら、通常のテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート化合物は、トルエン等の芳香族炭化水素溶媒に難溶であること、溶解したとしても、ボレート化合物が溶解した濃厚相と溶解してない希薄相の液-液2相に分離することが知られている(特許文献1)。

[0005] また、通常のテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート化合物は、ヘキサンやヘプタン等の脂肪族炭化水素溶媒には難溶であることから、脂肪族炭化水素溶媒に可溶なテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート化合物が望まれ、提案されている(特許文献2)。特許文献2に記載のジ(オクタ

デシル) メチルアンモニウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレートやビス (水添牛脂アルキル) メチルアンモニウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレートは、炭化水素溶媒に易溶な化合物として有用である。

[0006] しかしながら、特許文献2に記載の製造方法では、リチウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレートと別途調製したジアルキルメチルアミンの塩酸塩とを反応させることで調製されており、この方法では、水に難溶な原料のリチウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート又は長鎖脂肪族アミンの塩酸塩が生成物に残存し、これらが触媒毒となり、重合用の助触媒として使用した際に十分な活性を示さないことが懸念されていた。実際、特許文献2の実施例2では、ジエチルエーテルが生成物中に残存しているため、水に難溶なリチウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレートのジエチルエーテル錯体が残存していることが推察される。

[0007] 特許文献3では、テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレートのアルカリ金属塩とアミンとを混合したのちにプロトン酸で処理するアンモニウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート誘導体の製造方法が開示されている。しかし、この方法でも、テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレートのアルカリ金属塩のエーテル錯体又は長鎖脂肪族アミンのプロトン酸塩が生成物中に残存し、触媒毒として作用することが懸念されていた。

[0008] 特許文献4では、トリアルキルアンモニウムテトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート化合物とアミン化合物を含有する組成物、及びその製造方法が開示され、当該組成物が炭化水素溶媒に可溶であることが開示されている。しかし、特許文献4に記載のアミン化合物であるトリアルキルアミンは、塩基性が高く、求核性も有するため、オレフィンやジエンの重合反応の触媒毒となり得ることが懸念される。

先行技術文献

特許文献

[0009] 特許文献1：特開2018-104335号公報

特許文献2：特表2000-507157号公報

特許文献3：特表2007-530673号公報

特許文献4：特開2019-59795号公報

発明の概要

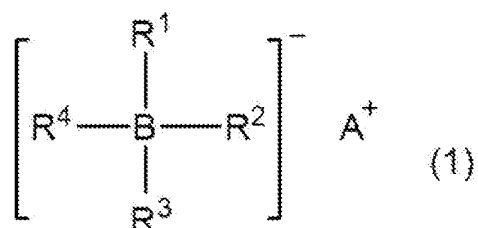
発明が解決しようとする課題

[0010] 本発明は、これら従来技術を鑑み、炭化水素溶媒、特に脂肪族炭化水素溶媒に可溶であり、且つオレフィンやジエンの重合反応の触媒毒とならない、ボレート化合物含有組成物及びその工業的製法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0011] 本発明者は、鋭意検討した結果、下記式（1）で表される化合物、及び下記式（4）で表される化合物を含有する組成物：

[0012] [化1]



[0013] [化2]



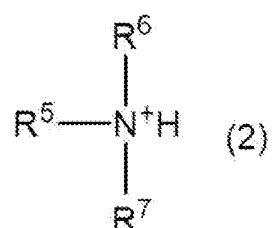
[0014] [式中、

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 は、それぞれ独立して、1個以上のフッ素原子又は1個以上のフルオロ C_{1-4} アルキル基で置換された、 C_{6-14} アリール基を表し、

A^+ は、水素イオン（ H^+ ）、式（2）：

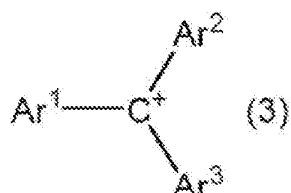
[0015]

[化3]



[0016] (式中、 R^5 、 R^6 及び R^7 は、それぞれ独立して、置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基、又は置換されていてもよい C_{6-14} アリール基を表す。) で表される総炭素数25以上のカチオン、又は式(3)：

[0017] [化4]



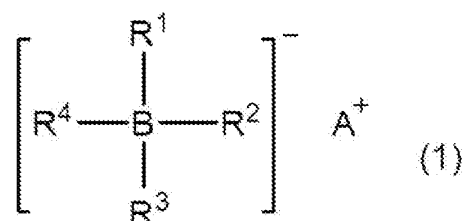
[0018] (式中、 Ar^1 、 Ar^2 及び Ar^3 は、それぞれ独立して、1個以上の C_{1-30} アルキル基又は C_{1-30} アルコキシ基で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基を表す。) で表される総炭素数25以上のカチオンを表し、並びに
 R 及び R' は、それぞれ独立して、置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基、置換されていてもよい C_{3-15} シクロアルキル基又は置換されていてもよい C_{6-14} アリール基を表す。

但し、 A^+ が、水素イオン(H^+)である場合、 R 及び R' の総炭素数は、20以上であり、且つ前記式(1)で表される化合物1モルに対する、前記式(4)で表される化合物の含有量が、2モル以上であり、
 A^+ が式(2)で表されるカチオン又は式(3)で表されるカチオンである場合、 R 及び R' の総炭素数は、8以上である。](以下、「本発明の組成物」とも言う。)が、炭化水素溶媒、特に脂肪族炭化水素溶媒に可溶であり、且つオレフィンやジエンの重合反応の触媒毒となる化合物を発生させず、助触媒として有用であることを初めて見出し、本発明を完成するに至った。

[0019] すなわち、本発明は以下の通りである。

〔１〕下記式（１）で表される化合物、及び下記式（４）で表される化合物を含有する組成物：

[0020] [化5]



[0021] [化6]

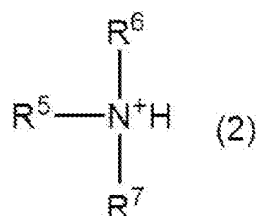


[0022] [式中、

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 は、それぞれ独立して、１個以上のフッ素原子又は１個以上のフルオロ C_{1-4} アルキル基で置換された、 C_{6-14} アリール基を表し、

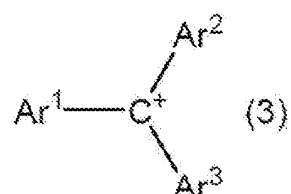
A^+ は、水素イオン（ H^+ ）、式（２）：

[0023] [化7]



[0024] （式中、 R^5 、 R^6 及び R^7 は、それぞれ独立して、置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基又は置換されていてもよい C_{6-14} アリール基を表す。）で表される総炭素数２５以上のカチオン、又は式（３）：

[0025] [化8]



[0026] (式中、 A^{r1} 、 A^{r2} 及び A^{r3} は、それぞれ独立して、1個以上の C_{1-30} アルキル基又は C_{1-30} アルコキシ基で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基を表す。)で表される総炭素数25以上のカチオンを表し、並びに R 及び R' は、それぞれ独立して、置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基、置換されていてもよい C_{3-15} シクロアルキル基又は置換されていてもよい C_{6-14} アリール基を表す。

但し、 A^+ が、水素イオン(H^+)である場合、 R 及び R' の総炭素数は、20以上であり、且つ前記式(1)で表される化合物1モルに対する、前記式(4)で表される化合物の含有量が、2モル以上であり、 A^+ が、式(2)で表されるカチオン又は式(3)で表されるカチオンである場合、 R 及び R' の総炭素数は、8以上である。]

[2] R 及び R' が、それぞれ独立して、 C_{1-30} アルキル基又は置換されていてもよい C_{6-14} アリール基であり、且つ

R 及び R' の総炭素数が、

A^+ が、水素イオン(H^+)である場合は、25以上であり、 A^+ が、式(2)で表されるカチオン又は式(3)で表されるカチオンである場合は、8以上である、前記[1]に記載の組成物。

[3] R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が、それぞれ独立して、1個以上の、フッ素原子又はトリフルオロメチル基でそれぞれ置換された、フェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基、2-ビフェニリル基、3-ビフェニリル基、4-ビフェニリル基、1-アントリル基、2-アントリル基、9-アントリル基、9-フェナントリル基又は3-フェナントリル基である、前記[1]又は[2]に記載の組成物。

[4] R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が全て、ペンタフルオロフェニル基、2, 2', 3, 3', 4', 5, 5', 6, 6'-ノナフルオロ-4-(1, 1'-ビフェニリル)基、2, 3, 4, 5, 6, 7, 8-ヘプタフルオロ-1-ナフチル基又は1, 3, 4, 5, 6, 7, 8-ヘプタフルオロ-2-ナフチル基である、前記[1]又は[2]に記載の組成物。

[5] A^+ が、水素イオンである、前記[1]～[4]のいずれかに記載の組成物。

[6] A^+ が、前記式(2)で表される総炭素数35以上のカチオンであり、且つ

R^5 、 R^6 及び R^7 が、それぞれ独立して、 C_{1-30} アルキル基、又は

- (1) ハロゲン原子、
- (2) C_{1-30} アルキル基、
- (3) C_{1-30} アルコキシ基及び
- (4) ハロ C_{1-30} アルキル基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基である、前記[1]～[4]のいずれかに記載の組成物。

[7] A^+ が、前記式(2)で表される総炭素数35以上のカチオンであり、 R^5 が、

- (1) ハロゲン原子、
- (2) C_{1-30} アルキル基、
- (3) C_{1-30} アルコキシ基及び
- (4) ハロ C_{1-6} アルキル基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基であり、且つ

R^6 及び R^7 が、それぞれ独立して、置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基である、前記[1]～[4]のいずれかに記載の組成物。

[8] A^+ が、前記式(2)で表される総炭素数35以上のカチオンであり、 R^5 が、1個以上のフッ素原子で置換された C_{6-14} アリール基で置換された C_{1-30} アルキル基、又は1個以上のフッ素原子で置換された C_{1-30} アルキル基であり、且つ

R^6 及び R^7 が、それぞれ独立して、

- (1) ハロゲン原子で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基、
- (2) ハロゲン原子及び

(3) C_{1-30} アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基である、前記 [1] ~ [4] のいずれかに記載の組成物。

[9] A^+ が、前記式 (2) で表される総炭素数 35 以上のカチオンであり、 R^5 が、フルオロ C_{1-6} アルキル基であり、且つ R^6 及び R^7 が、それぞれ独立して、

(1) ハロゲン原子で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基、

(2) ハロゲン原子及び

(3) C_{1-30} アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基である、前記 [1] ~ [4] のいずれかに記載の組成物。

[10] A^+ が、前記式 (3) で表される総炭素数 35 以上のカチオンであり、且つ

Ar^1 、 Ar^2 及び Ar^3 は、それぞれ独立して、 C_{1-30} アルキル基又は C_{1-30} アルコキシ基で置換されていてもよいフェニル基である、前記 [1] ~ [4] のいずれかに記載の組成物。

[11] A^+ が、水素イオンであり、且つ

R 及び R' が、それぞれ独立して、

(1) ハロゲン原子、

(2) C_{1-30} アルコキシ基及び

(3) ハロ C_{1-30} アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基；

(1) ハロゲン原子、

(2) C_{1-30} アルキル基、

(3) C_{1-30} アルコキシ基、

(4) ハロ C_{1-30} アルキル基及び

(5) ハロ C_{1-30} アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{3-15} シクロアルキル基；又は

- (1) ハロゲン原子、
- (2) C_{1-30} アルキル基、
- (3) C_{1-30} アルコキシ基、
- (4) ハロ C_{1-30} アルキル基及び
- (5) ハロ C_{1-30} アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基である、前記〔1〕～〔4〕のいずれかに記載の組成物。

〔12〕 A^+ が、水素イオンであり、且つ

R 及び R' が、それぞれ独立して、 C_{1-30} アルキル基である、前記〔1〕～〔4〕のいずれかに記載の組成物。

〔13〕 A^+ が、水素イオンであり、

R 及び R' が、それぞれ独立して、 C_{14-30} アルキル基であり、且つ

R 及び R' の総炭素数が、28以上である、前記〔1〕～〔4〕のいずれかに記載の組成物。

〔14〕 A^+ が、水素イオンであり、且つ

R 及び R' が、同一の基である、前記〔1〕～〔4〕のいずれかに記載の組成物。

〔15〕 A^+ が、前記式(2)又は式(3)で表されるカチオンであり、 R 及び R' が、それぞれ独立して、 C_{1-30} アルキル基であり、且つ R 及び R' の総炭素数が、8以上である、前記〔1〕～〔4〕及び〔6〕～〔10〕のいずれかに記載の組成物。

〔16〕前記式(1)（式中の A^+ が、前記式(2)又は式(3)で表されるカチオンである。）で表される化合物1モルに対する、前記式(4)で表される化合物の含有量が、0.01～10モルの範囲である、前記〔1〕～〔4〕、〔6〕～〔10〕及び〔15〕のいずれかに記載の組成物。

〔17〕前記式(1)（式中の A^+ が、前記式(2)又は式(3)で表される

カチオンである。)で表される化合物1モルに対する、前記式(4)で表される化合物の含有量が、0.01～3モルの範囲である、前記[1]～[4]、[6]～[10]及び[15]のいずれかに記載の組成物。

[18] n-ヘキサン、イソヘキサン、n-ヘプタン、n-オクタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、又はそれらの混合溶媒中の25℃での溶解度が、5重量%以上である、前記[1]～[17]のいずれかに記載の組成物。

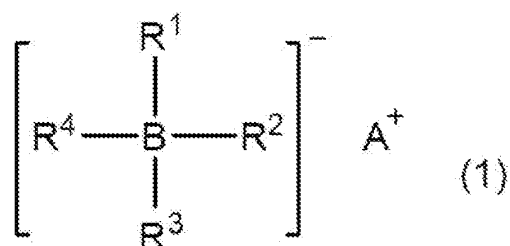
[19] 総炭素数7以下のエーテルを実質的に含有しない、前記[1]～[18]のいずれかに記載の組成物。

[20] 前記[1]～[19]のいずれかに記載の組成物からなる、オレフィン及びジエンからなる群より選択される少なくとも1種のモノマーの重合用の助触媒。

[21] 前記[1]～[19]のいずれかに記載の組成物を助触媒として使用して、オレフィン及びジエンからなる群から選ばれる少なくとも1種のモノマーを重合することを含む、重合体の製造方法。

[22] 下記式(1)で表される化合物、及び下記式(4)で表される化合物を含有する組成物：

[0027] [化9]



[0028] [化10]



[0029] [式中、

R¹、R²、R³及びR⁴は、それぞれ独立して、1個以上のフッ素原子又は1個以上のフルオロC₁₋₄アルキル基で置換された、C₆₋₁₄アリール基を表し

、

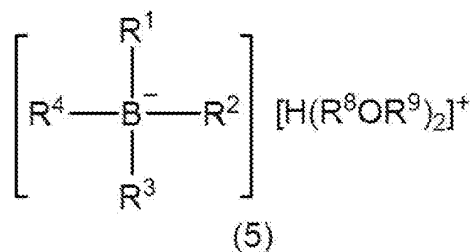
A^+ は、水素イオン (H^+) を表し、

R 及び R' は、それぞれ独立して、置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基、置換されていてもよい C_{3-15} シクロアルキル基又は置換されていてもよい C_{6-14} アリール基を表し、且つ R 及び R' の総炭素数は、20 以上を表し、並びに

前記式 (1) で表される化合物 1 モルに対する、前記式 (4) で表される化合物の含有量が、2 モル以上である。】の製造方法であって、下記式 (5)

:

[0030] [化11]



[0031] [式中、

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 は、前記と同義を表し、

R^8 及び R^9 は、それぞれ独立して、 C_{1-6} アルキル基を表し、且つ R^8OR^9 の総炭素数は、7 以下を表す。】

で表される化合物を、下記式 (4) :

[0032] [化12]



[0033] [式中の R 及び R' は、前記と同義を表す。]

で表される化合物と反応させる工程を含むことを特徴とする製造方法。

[23] R^8 及び R^9 が、共にエチル基である、前記 [22] に記載の製造方法。

発明の効果

[0034] 本発明によれば、炭化水素溶媒、特に脂肪族炭化水素溶媒に可溶であり、

且つオレフィンやジエンの重合反応の助触媒として有用なボレート化合物を含有する組成物、及びその製造方法を提供することができる。

発明を実施するための形態

- [0035] 本明細書中に用いられる用語及び各記号の定義について、以下に説明する。
- [0036] 本明細書中、「ハロゲン原子」とは、フッ素原子、塩素原子、臭素原子又はヨウ素原子を意味する。
- [0037] 本明細書中、「アルキル（基）」とは、直鎖又は分岐鎖の炭素数1以上のアルキル基を意味する。
- [0038] 本明細書中、「 C_{1-30} アルキル（基）」とは、直鎖又は分岐鎖の炭素数1～30のアルキル基を意味し、例えば、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、イソブチル、sec-ブチル、tert-ブチル、ペンチル、イソペンチル、ネオペンチル、1-エチルプロピル、ヘキシル、イソヘキシル、1, 1-ジメチルブチル、2, 2-ジメチルブチル、3, 3-ジメチルブチル、2-エチルブチル、ヘプチル、オクチル、ノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ヘキサデシル、オクタデシル、ノナデシル、エイコシル、ドコシル、トリコシル、テトラコシル、ペンタコシル、ヘキサコシル、ヘプタコシル、オクタコシル、ノナコシル、トリアコンチル等が挙げられる。
- [0039] 本明細書中、「 C_{4-30} アルキル（基）」とは、直鎖又は分岐鎖の炭素数4～30のアルキル基を意味し、例えば、ブチル、イソブチル、sec-ブチル、tert-ブチル、ペンチル、イソペンチル、ネオペンチル、1-エチルプロピル、ヘキシル、イソヘキシル、1, 1-ジメチルブチル、2, 2-ジメチルブチル、3, 3-ジメチルブチル、2-エチルブチル、ヘプチル、オクチル、ノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ヘキサデシル、オクタデシル、ノナデシル、エイコシル、ドコシル、トリコシル、テトラコシル、ペンタコシル、ヘキサコシル、ヘプタコシル、オクタコシル、ノナコシル、トリアコンチル等が挙げられる。

- [0040] 本明細書中、「 C_{14-30} アルキル（基）」とは、直鎖又は分岐鎖の炭素数14～30のアルキル基を意味し、例えば、テトラデシル、ヘキサデシル、オクタデシル、ノナデシル、エイコシル、ドコシル、トリコシル、テトラコシル、ペンタコシル、ヘキサコシル、ヘプタコシル、オクタコシル、ノナコシル、トリアコンチル等が挙げられる。
- [0041] 本明細書中、「 C_{1-6} アルキル（基）」とは、直鎖又は分岐鎖の炭素数1～6のアルキル基を意味し、例えば、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、イソブチル、sec-ブチル、tert-ブチル、ペンチル、イソペンチル、ネオペンチル、1-エチルプロピル、ヘキシル、イソヘキシル、1, 1-ジメチルブチル、2, 2-ジメチルブチル、3, 3-ジメチルブチル、2-エチルブチル等が挙げられる。中でも、 C_{1-4} アルキル基が好ましい。
- [0042] 本明細書中、「ハロ C_{1-30} アルキル（基）」は、前記「 C_{1-30} アルキル」基中の1個以上の水素原子がハロゲン原子で置換された基を意味する。具体的には、例えば、ジフルオロメチル、トリフルオロメチル、2-クロロエチル、2-ブロモエチル、2-ヨードエチル、2-フルオロエチル、2, 2-ジフルオロエチル、2, 2, 2-トリフルオロエチル、ペンタフルオロエチル、2, 2-ジフルオロプロピル、2, 2, 3, 3-テトラフルオロプロピル、3, 3, 3-トリフルオロプロピル、2, 2, 3, 3, 3-ペンタフルオロプロピル、2, 2-ジフルオロブチル、4, 4, 4-トリフルオロブチル、2, 2-ジフルオロペンチル、5, 5, 5-トリフルオロペンチル、2, 2-ジフルオロヘキシル、6, 6, 6-トリフルオロヘキシル等が挙げられる。中でも、前記「 C_{1-6} アルキル」基中の1個以上の水素原子がハロゲン原子で置換された「ハロ C_{1-6} アルキル」が好ましい。
- [0043] 本明細書中、「フルオロ C_{1-6} アルキル（基）」とは、前記「ハロ C_{1-6} アルキル」基中のハロゲン原子がフッ素原子である基を意味する。具体的には、例えば、ジフルオロメチル、トリフルオロメチル、2-フルオロエチル、2, 2-ジフルオロエチル、2, 2, 2-トリフルオロエチル、ペンタフル

オロエチル、2, 2-ジフルオロプロピル、2, 2, 3, 3-テトラフルオロプロピル、3, 3, 3-トリフルオロプロピル、2, 2, 3, 3, 3-ペンタフルオロプロピル、2, 2-ジフルオロブチル、4, 4, 4-トリフルオロブチル、2, 2-ジフルオロペンチル、5, 5, 5-トリフルオロペンチル、2, 2-ジフルオロヘキシル、6, 6, 6-トリフルオロヘキシル等が挙げられる。中でも、ジフルオロメチル、トリフルオロメチル、2, 2, 2-トリフルオロエチル、ペンタフルオロエチル、2, 2-ジフルオロプロピル、2, 2, 3, 3-テトラフルオロプロピル、3, 3, 3-トリフルオロプロピル、2, 2, 3, 3, 3-ペンタフルオロプロピル、2, 2-ジフルオロブチル、4, 4, 4-トリフルオロブチル等の「フルオロC₁₋₄アルキル(基)」が好ましく、ジフルオロメチル、トリフルオロメチル、2, 2, 2-トリフルオロエチル又はペンタフルオロエチル、2, 2-ジフルオロプロピルがより好ましく、トリフルオロメチル、2, 2, 2-トリフルオロエチルが特に好ましい。

[0044] 本明細書中、「シクロアルキル(基)」とは、環状アルキル基を意味し、特に炭素数範囲の限定がない場合には、好ましくは、C₃₋₁₅シクロアルキル基であり、より好ましくは、C₃₋₈シクロアルキル基である。

[0045] 本明細書中、「C₃₋₁₅シクロアルキル(基)」とは、炭素数3~15の環状アルキル基を意味し、例えば、シクロプロピル、シクロブチル、シクロペンチル、シクロヘキシル、シクロヘプチル、シクロオクチル、シクロノニル、シクロデシル、シクロウンデシル、シクロドデシル、シクロトリデシル、シクロテトラデシル、シクロペンタデシル等が挙げられる。「C₃₋₈シクロアルキル(基)」とは、炭素数3~8の環状アルキル基を意味し、例えば、シクロプロピル、シクロブチル、シクロペンチル、シクロヘキシル、シクロヘプチル、シクロオクチル等が挙げられる。中でも、C₃₋₆シクロアルキル基が好ましい。

[0046] 本明細書中、「アルコキシ(基)」とは、直鎖または分岐鎖のアルキル基が酸素原子と結合した基を意味する。

[0047] 本明細書中、「 C_{1-30} アルコキシ(基)」とは、直鎖又は分岐鎖の炭素数1～30のアルコキシ基を意味し、例えば、メトキシ、エトキシ、プロポキシ、イソプロポキシ、ブトキシ、イソブトキシ、sec-ブトキシ、tert-ブトキシ、ペンチルオキシ、イソペンチルオキシ、ネオペンチルオキシ、ヘキシルオキシ、イソヘキシルオキシ、1, 1-ジメチルブトキシ、2, 2-ジメチルブトキシ、3, 3-ジメチルブトキシ、2-エチルブトキシ、ヘプチルオキシ、オクチルオキシ、ノニルオキシ、デシルオキシ、ウンデシルオキシ、ドデシルオキシ、トリデシルオキシ、テトラデシルオキシ、ヘキサデシルオキシ、オクタデシルオキシ、エイコシルオキシ、ドコシルオキシ、トリコシルオキシ、テトラコシルオキシ、ペンタコシルオキシ、ヘキサコシルオキシ、ヘプタコシルオキシ、オクタコシルオキシ、ノナコシルオキシ、トリアコンチルオキシ等が挙げられる。

[0048] 本明細書中、「 C_{4-30} アルコキシ(基)」とは、直鎖又は分岐鎖の炭素数4～30のアルコキシ基を意味し、例えば、ブトキシ、イソブトキシ、sec-ブトキシ、tert-ブトキシ、ペンチルオキシ、イソペンチルオキシ、ネオペンチルオキシ、ヘキシルオキシ、イソヘキシルオキシ、1, 1-ジメチルブトキシ、2, 2-ジメチルブトキシ、3, 3-ジメチルブトキシ、2-エチルブトキシ、ヘプチルオキシ、オクチルオキシ、ノニルオキシ、デシルオキシ、ウンデシルオキシ、ドデシルオキシ、トリデシルオキシ、テトラデシルオキシ、ヘキサデシルオキシ、オクタデシルオキシ、エイコシルオキシ、ドコシルオキシ、トリコシルオキシ、テトラコシルオキシ、ペンタコシルオキシ、ヘキサコシルオキシ、ヘプタコシルオキシ、オクタコシルオキシ、ノナコシルオキシ、トリアコンチルオキシ等が挙げられる。

[0049] 本明細書中、「 C_{14-30} アルコキシ(基)」とは、直鎖又は分岐鎖の炭素数14～30のアルコキシ基を意味し、例えば、テトラデシルオキシ、ヘキサデシルオキシ、オクタデシルオキシ、エイコシルオキシ、ドコシルオキシ、トリコシルオキシ、テトラコシルオキシ、ペンタコシルオキシ、ヘキサコシルオキシ、ヘプタコシルオキシ、オクタコシルオキシ、ノナコシルオキシ、

トリアコンチルオキシ等が挙げられる。

[0050] 本明細書中、「 C_{1-6} アルコキシ（基）」とは、直鎖又は分岐鎖の炭素数1～6のアルコキシ基を意味し、例えば、メトキシ、エトキシ、プロポキシ、イソプロポキシ、ブトキシ、イソブトキシ、sec-ブトキシ、tert-ブトキシ、ペンチルオキシ、イソペンチルオキシ、ネオペンチルオキシ、ヘキシルオキシ等が挙げられる。中でも、 C_{1-4} アルコキシ基が好ましい。

[0051] 本明細書中、「ハロ C_{1-30} アルコキシ（基）」は、前記「 C_{1-30} アルコキシ」基中の1個以上の水素原子がハロゲン原子で置換された基を意味する。具体的には、例えば、ジフルオロメトキシ、トリフルオロメトキシ、2-クロロエトキシ、2-ブロモエトキシ、2-ヨードエトキシ、2-フルオロエトキシ、2, 2-ジフルオロエトキシ、2, 2, 2-トリフルオロエトキシ、ペンタフルオロエトキシ、2, 2-ジフルオロプロポキシ、2, 2, 3, 3-テトラフルオロプロポキシ、3, 3, 3-トリフルオロプロポキシ、2, 2, 3, 3, 3-ペンタフルオロプロポキシ、2, 2-ジフルオロブトキシ、4, 4, 4-トリフルオロブトキシ、2, 2-ジフルオロペンチルオキシ、5, 5, 5-トリフルオロペンチルオキシ、2, 2-ジフルオロヘキシルオキシ、6, 6, 6-トリフルオロヘキシルオキシ等が挙げられる。中でも、前記「 C_{1-6} アルコキシ」基中の1個以上の水素原子がハロゲン原子で置換された「ハロ C_{1-6} アルコキシ」が好ましい。

[0052] 本明細書中、「フルオロ C_{1-6} アルコキシ（基）」とは、前記「ハロ C_{1-6} アルコキシ」基中のハロゲン原子がフッ素原子である基を意味する。具体的には、例えば、ジフルオロメトキシ、トリフルオロメトキシ、2-フルオロエトキシ、2, 2-ジフルオロエトキシ、2, 2, 2-トリフルオロエトキシ、ペンタフルオロエトキシ、2, 2-ジフルオロプロポキシ、2, 2, 3, 3-テトラフルオロプロポキシ、3, 3, 3-トリフルオロプロポキシ、2, 2, 3, 3, 3-ペンタフルオロプロポキシ、2, 2-ジフルオロブトキシ、4, 4, 4-トリフルオロブトキシ、2, 2-ジフルオロペンチルオキシ、5, 5, 5-トリフルオロペンチルオキシ、2, 2-ジフルオロヘキシルオキシ等が挙げられる。

シルオキシ、6, 6, 6-トリフルオロヘキシルオキシ等が挙げられる。中でも、ジフルオロメトキシ、トリフルオロメトキシ、2, 2, 2-トリフルオロエトキシ、ペンタフルオロエトキシ、ペンタフルオロエトキシ、2, 2-ジフルオロプロポキシ、2, 2, 3, 3-テトラフルオロプロポキシ、3, 3, 3-トリフルオロプロポキシ、2, 2, 3, 3, 3-ペンタフルオロプロポキシ、2, 2-ジフルオロブトキシ、4, 4, 4-トリフルオロブトキシ等の「フルオロC₁₋₄アルコキシ（基）」が好ましく、ジフルオロメトキシ、トリフルオロメトキシ、2, 2, 2-トリフルオロエトキシ、ペンタフルオロエトキシ、2, 2-ジフルオロプロポキシがより好ましく、トリフルオロメトキシ、2, 2, 2-トリフルオロエトキシが特に好ましい。

[0053] 本明細書中、「アリール（基）」とは、芳香族性を示す単環式あるいは多環式（縮合）の炭化水素基を意味し、具体的には、例えば、フェニル、1-ナフチル、2-ナフチル、2-ビフェニル、3-ビフェニル、4-ビフェニル、1-アントリル、2-アントリル、9-アントリル、3-フェナントリル、9-フェナントリル等のC₆₋₁₄アリール基が挙げられる。中でも、フェニル、4-ビフェニル、1-ナフチル又は2-ナフチルが好ましい。

[0054] 本明細書中、「含窒素芳香族複素環化合物」とは、環構成原子として炭素原子以外に窒素原子、硫黄原子及び酸素原子から選ばれる1～4個のヘテロ原子を含有する単環式又は縮合多環式の芳香族複素環化合物であって、環構成原子として少なくとも1個以上の窒素原子を含有する化合物を意味する。

該「含窒素芳香族複素環化合物」の好適な例としては、例えば、ピロール、イミダゾール、ピラゾール、チアゾール、イソチアゾール、オキサゾール、イソオキサゾール、ピリジン、ピラジン、ピリミジン、ピリダジン、1, 2, 4-オキサジアゾール、1, 3, 4-オキサジアゾール、1, 2, 4-チアジアゾール、1, 3, 4-チアジアゾール、トリアゾール、テトラゾール、トリアジン等の5又は6員の単環式含窒素芳香族複素環化合物；ベンゾイミダゾール、ベンゾオキサゾール、ベンゾイソオキサゾール、ベンゾチア

ゾール、ベンゾイソチアゾール、ベンゾトリアゾール、イミダゾピリジン、チエノピリジン、フロピリジン、ピロロピリジン、ピラゾロピリジン、オキサゾロピリジン、チアゾロピリジン、イミダゾピラジン、イミダゾピリミジン、チエノピリミジン、フロピリミジン、ピロロピリミジン、ピラゾロピリミジン、オキサゾロピリミジン、チアゾロピリミジン、ピラゾロトリアジン、インドール、イソインドール、1H-インダゾール、プリン、イソキノリン、キノリン、フタラジン、ナフチリジン、キノキサリン、キナゾリン、シンノリン、カルバゾール、 β -カルボリン、フェナントリジン、アクリジン、フェナジン、フェノチアジン、フェノキサジン等の8~14員の縮合多環式（好ましくは2または3環式）含窒素芳香族複素環化合物が挙げられる。中でも、5又は6員の単環式含窒素芳香族複素環化合物が好ましく、ピリジン又はイミダゾールがより好ましい。

- [0055] 本明細書中、「置換されていてもよい」とは、無置換、又は1個以上の置換基を有することを意味し、該「置換基」としては、特に言及がない限り、
- (1) ハロゲン原子、(2) ニトロ基、(3) シアノ基、(4) C_{1-30} アルキル基、(5) ハロ C_{1-30} アルキル基、(6) C_{3-8} シクロアルキル基、(7) C_{1-30} アルコキシ基、(8) ハロ C_{1-30} アルコキシ基、(9) C_{6-14} アリール基等が挙げられる。中でも、ハロゲン原子、シアノ基、 C_{1-6} アルキル基、ハロ C_{1-6} アルキル基、 C_{1-6} アルコキシ基、ハロ C_{1-6} アルコキシ基又はフェニル基が好ましく、ハロゲン原子（例、フッ素原子）、 C_{1-6} アルキル基（例、メチル、エチル）、 C_{1-6} アルコキシ基（例、メトキシ、エトキシ）又はハロ C_{1-6} アルキル基（例、トリフルオロメチル）がより好ましい。また、複数の置換基が存在する場合、各置換基は、同一でも異なってもよい。上記置換基は、また、さらに、それぞれ1個以上の、 C_{1-6} アルキル基、 C_{1-6} アルコキシ基、ハロゲン原子、フェニル基等で置換されていてもよい。
- [0056] 本明細書中、「炭化水素溶媒」とは、芳香族炭化水素溶媒、及び／又は脂肪族炭化水素溶媒を包含する溶媒を意味する。中でも、臭気や毒性の観点から脂肪族炭化水素溶媒が好ましい。

[0057] 本明細書中、「芳香族炭化水素溶媒」としては、例えば、ベンゼン、トルエン、キシレン等が挙げられる。

[0058] 本明細書中、「脂肪族炭化水素溶媒」としては、例えば、*n*-ヘキサン、イソヘキサン、*n*-ヘプタン、*n*-オクタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、それらの混合溶媒等が挙げられる。

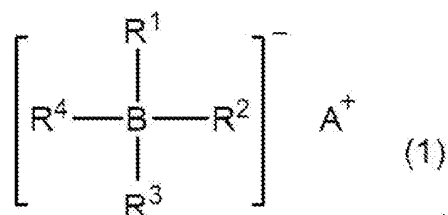
[0059] 本明細書中、「炭化水素溶媒（又は脂肪族炭化水素溶媒）に可溶」とは、25℃下で炭化水素溶媒（又は脂肪族炭化水素溶媒）と本発明の組成物との溶液において、本発明の組成物が、5重量%以上の濃度で溶解し、透明の均一溶液を形成することを意味する。また、「炭化水素溶媒（又は脂肪族炭化水素溶媒）に易溶」とは、25℃下で炭化水素溶媒（又は脂肪族炭化水素溶媒）と本発明の組成物との溶液において、本発明の組成物が、20重量%以上（好ましくは、30重量%以上）の濃度で溶解し、透明の均一溶液を形成することを意味する。

[0060] （本発明の組成物）

以下、本発明の組成物について説明する。

[0061] 本発明の組成物は、下記式（1）で表される化合物、及び下記式（4）で表される化合物を含有する組成物：

[0062] [化13]



[0063] [化14]

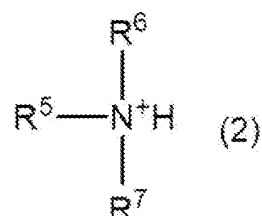


[0064] [式中、

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 は、それぞれ独立して、1個以上のフッ素原子又は1個以上のフルオロ C_{1-4} アルキル基で置換された C_{6-14} アリール基を表し、

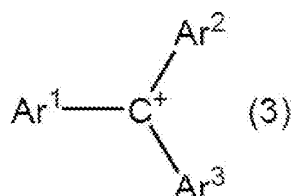
A⁺は、水素イオン (H⁺)、式 (2) :

[0065] [化15]



[0066] (式中、R⁵、R⁶及びR⁷は、それぞれ独立して、置換されていてもよいC₁₋₃₀アルキル基、又は置換されていてもよいC₆₋₁₄アリール基を表す。) で表される総炭素数25以上のカチオン、又は式 (3) :

[0067] [化16]



[0068] (式中、Ar¹、Ar²及びAr³は、それぞれ独立して、1個以上のC₁₋₃₀アルキル基又はC₁₋₃₀アルコキシ基で置換されていてもよいC₆₋₁₄アリール基を表す。) で表される総炭素数25以上のカチオンを表し、並びにR及びR'は、それぞれ独立して、置換されていてもよいC₁₋₃₀アルキル基、置換されていてもよいC₃₋₁₅シクロアルキル基又は置換されていてもよいC₆₋₁₄アリール基を表す。

但し、A⁺が、水素イオン (H⁺) である場合、R及びR'の総炭素数は、20以上であり、且つ前記式 (1) で表される化合物1モルに対する、前記式 (4) で表される化合物の含有量が、2モル以上であり、A⁺が式 (2) で表されるカチオン又は式 (3) で表されるカチオンである場合、R及びR'の総炭素数は、8以上である。] である。

[0069] 前記式 (1) で表される化合物、及び前記式 (4) で表される化合物を含有する組成物は、両化合物を含有するものであれば特に限定されず、前記式 (1) で表される化合物に前記式 (4) で表される化合物が配位して錯体を

形成した化合物も含まれていてもよい。本発明の組成物は、好ましくは、前記式（１）で表される化合物と前記式（４）で表される化合物により形成される錯体を含む組成物である。

[0070] 式（１）で表される化合物（以下、「化合物（１）」とも言う。）の好ましい態様について、以下に説明する。

[0071] 以下、化合物（１）の各基について説明する。

[0072] R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 は、好ましくは、それぞれ独立して、１個以上のフッ素原子又は１個以上のフルオロ C_{1-4} アルキル基（例、トリフルオロメチル基）で置換された、フェニル基、１-ナフチル基、２-ナフチル基、２-ビフェニリル基、３-ビフェニリル基、４-ビフェニリル基、１-アントリル基、２-アントリル基、９-アントリル基、３-フェナントリル基又は９-フェナントリル基であり、より好ましくは、それぞれ独立して、１個以上のフッ素原子又は１個以上のトリフルオロメチル基でそれぞれ置換された、フェニル基、１-ナフチル基、２-ナフチル基又は４-ビフェニリル基であり、特に好ましくは、 R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が全て同一の、ペンタフルオロフェニル基、２，２'，３，３'，４'，５，５'，６，６'-ノナフルオロ-４-(１，１'-ビフェニリル)基、２，３，４，５，６，７，８-ヘプタフルオロ-１-ナフチル基又は１，３，４，５，６，７，８-ヘプタフルオロ-２-ナフチル基である。

[0073] A^+ は、好ましくは、水素イオン（ H^+ ）である。

[0074] A^+ の別の好ましい態様としては、前記式（２）で表される、総炭素数２５以上のカチオンであり、好ましくは、総炭素数３５以上のカチオンである。

式（２）中の R^5 、 R^6 及び R^7 は、好ましくは、それぞれ独立して、 C_{1-30} アルキル基、又は

- （１）ハロゲン原子、
- （２） C_{1-30} アルキル基、
- （３） C_{1-30} アルコキシ基及び
- （４）ハロ C_{1-30} アルキル基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基であり、より好ましくは、 R^5 が、

- (1) ハロゲン原子、
- (2) C_{1-30} アルキル基、
- (3) C_{1-30} アルコキシ基及び
- (4) ハロ C_{1-30} アルキル基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基であり、 R^6 及び R^7 が、それぞれ独立して、置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基である。

[0075] A^+ のまた別の好ましい態様としては、前記式(2)で表される、総炭素数35以上のカチオンであり、前記式(2)中の R^5 が、1個以上のフッ素原子で置換された C_{6-14} アリール基で置換された C_{1-30} アルキル基、又は1個以上のフッ素原子で置換された C_{1-30} アルキル基であり、且つ R^6 及び R^7 が、それぞれ独立して、

- (1) ハロゲン原子で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基、
- (2) ハロゲン原子及び
- (3) C_{1-30} アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基であり、より好ましくは、 R^5 が、フルオロ C_{1-6} アルキル基であり、且つ R^6 及び R^7 が、それぞれ独立して、

- (1) ハロゲン原子で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基、
- (2) ハロゲン原子及び
- (3) C_{1-30} アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基である。

[0076] A^+ のさらに別の好ましい態様としては、前記式(3)で表される、総炭素数35以上のカチオンであり、中でも、好ましくは、式(3)中の A_{r1} 、 A_{r2} 及び A_{r3} が、それぞれ独立

して、 C_{1-30} アルキル基又は C_{1-30} アルコキシ基で置換されていてもよいフェニル基であり、より好ましくは、 A_{r^1} 、 A_{r^2} 及び A_{r^3} が、それぞれ独立して、 C_{4-30} アルキル基で置換されていてもよいフェニル基である。

[0077] 好適な化合物(1)としては、以下の化合物が挙げられる。

[0078] [化合物(1-1)]

前記式(1)中の

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が、それぞれ独立して、1個以上の、フッ素原子又はフルオロ C_{1-4} アルキル基(例、トリフルオロメチル基)で置換された、フェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基、2-ビフェニリル基、3-ビフェニリル基、4-ビフェニリル基、1-アントリル基、2-アントリル基、9-アントリル基、3-フェナントリル基又は9-フェナントリル基であり、且つ

A^+ が、水素イオン(H^+)である、化合物(1)。

[0079] [化合物(1-2-A)]

前記式(1)中の

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が、それぞれ独立して、1個以上のフッ素原子又は1個以上のフルオロ C_{1-4} アルキル基(例、トリフルオロメチル基)で置換された、フェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基、2-ビフェニリル基、3-ビフェニリル基、4-ビフェニリル基、1-アントリル基、2-アントリル基、9-アントリル基、3-フェナントリル基又は9-フェナントリル基であり、且つ

A^+ が、前記式(2)で表される、総炭素数25以上のカチオンであり、式(2)中の R^5 、 R^6 及び R^7 が、それぞれ独立して、 C_{1-30} アルキル基、又は

(1) ハロゲン原子、

(2) C_{1-30} アルキル基、

(3) C_{1-30} アルコキシ基及び

(4) ハロ C_{1-30} アルキル基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基

である、化合物（１）。

[0080] [化合物（１－２）]

前記式（１）中の

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が、それぞれ独立して、１個以上のフッ素原子又は１個以上のフルオロ C_{1-4} アルキル基（例、トリフルオロメチル基）で置換された、フェニル基、１－ナフチル基、２－ナフチル基、２－ビフェニリル基、３－ビフェニリル基、４－ビフェニリル基、１－アントリル基、２－アントリル基、９－アントリル基、３－フェナントリル基又は９－フェナントリル基であり、且つ

A^+ が、前記式（２）で表される、総炭素数３５以上のカチオンであり、式（２）中の R^5 、 R^6 及び R^7 が、それぞれ独立して、 C_{1-30} アルキル基、又は（１）ハロゲン原子、

（２） C_{1-30} アルキル基、

（３） C_{1-30} アルコキシ基及び

（４）ハロ C_{1-30} アルキル基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基である、化合物（１）。

[0081] [化合物（１－２－Ｂ）]

前記式（１）中の

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が、それぞれ独立して、１個以上のフッ素原子又は１個以上のフルオロ C_{1-4} アルキル基（例、トリフルオロメチル基）で置換された、フェニル基、１－ナフチル基、２－ナフチル基、２－ビフェニリル基、３－ビフェニリル基、４－ビフェニリル基、１－アントリル基、２－アントリル基、９－アントリル基、３－フェナントリル基又は９－フェナントリル基（好ましくは、フェニル基、１－ナフチル基、２－ナフチル基又は４－ビフェニリル基）であり、且つ

A^+ が、前記式（２）で表される、総炭素数２５以上（好ましくは、３５以上）のカチオンであり、式（２）中の R^5 が、

- (1) ハロゲン原子、
- (2) C_{1-30} アルキル基、
- (3) C_{1-30} アルコキシ基及び
- (4) ハロ C_{1-30} アルキル基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基であり、 R^6 及び R^7 が、それぞれ独立して、置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基である、化合物(1)。

[0082] [化合物(1-2-C)]

前記式(1)中の

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が、それぞれ独立して、1個以上のフッ素原子又は1個以上のフルオロ C_{1-4} アルキル基(例、トリフルオロメチル基)で置換された、フェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基、2-ビフェニリル基、3-ビフェニリル基、4-ビフェニリル基、1-アントリル基、2-アントリル基、9-アントリル基、3-フェナントリル基又は9-フェナントリル基(好ましくは、フェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基又は4-ビフェニリル基)であり、且つ

A^+ が、前記式(2)で表される、総炭素数25以上(好ましくは、35以上)のカチオンであり、式(2)中の R^5 が、1個以上のフッ素原子で置換された C_{6-14} アリール基で置換された C_{1-30} アルキル基、又は1個以上のフッ素原子で置換された C_{1-30} アルキル基であり、且つ R^6 及び R^7 が、それぞれ独立して、

- (1) ハロゲン原子で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基、
- (2) ハロゲン原子及び
- (3) C_{1-30} アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基である、化合物(1)。

[0083] [化合物(1-2-D)]

前記式(1)中の

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が、それぞれ独立して、1個以上のフッ素原子又は1個以上のフルオロ C_{1-4} アルキル基（例、トリフルオロメチル基）で置換された、フェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基、2-ビフェニリル基、3-ビフェニリル基、4-ビフェニリル基、1-アントリル基、2-アントリル基、9-アントリル基、3-フェナントリル基又は9-フェナントリル基（好ましくは、フェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基又は4-ビフェニリル基）であり、且つ

A^+ が、前記式（2）で表される、総炭素数25以上（好ましくは、35以上）のカチオンであり、式（2）中の R^5 が、フルオロ C_{1-6} アルキル基であり、且つ R^6 及び R^7 が、それぞれ独立して、

（1）ハロゲン原子で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基、

（2）ハロゲン原子及び

（3） C_{1-30} アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基である、化合物（1）。

[0084] [化合物（1-3）]

前記式（1）中の

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が、それぞれ独立して、1個以上のフッ素原子又は1個以上のフルオロ C_{1-4} アルキル基（例、トリフルオロメチル基）で置換された、フェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基、2-ビフェニリル基、3-ビフェニリル基、4-ビフェニリル基、1-アントリル基、2-アントリル基、9-アントリル基、3-フェナントリル基又は9-フェナントリル基であり、且つ

A^+ が、前記式（3）で表される、総炭素数35以上のカチオンであり、式（3）中の A_{r1} 、 A_{r2} 及び A_{r3} が、それぞれ独立して、 C_{1-30} アルキル基又は C_{1-30} アルコキシ基で置換されていてもよいフェニル基であるカチオンである、化合物（1）。

[0085] [化合物（1-4）]

前記式(1)中の

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が、それぞれ独立して、1個以上のフッ素原子又は1個以上のトリフルオロメチル基で置換された、フェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基又は4-ビフェニリル基であり、且つ

A^+ が、水素イオン(H^+)である、化合物(1)。

[0086] [化合物(1-5)]

前記式(1)中の

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が、それぞれ独立して、1個以上のフッ素原子又は1個以上のトリフルオロメチル基で置換された、フェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基又は4-ビフェニリル基であり、且つ

A^+ が、前記式(2)で表される、総炭素数35以上のカチオンであり、式(2)中の R^5 、 R^6 及び R^7 のいずれか1個が、

- (1) ハロゲン原子、
- (2) C_{1-30} アルキル基、
- (3) C_{1-30} アルコキシ基及び
- (4) ハロ C_{1-30} アルキル基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよいフェニル基であり、それ以外の2個が、 C_{1-30} アルキル基（好ましくは、 C_{14-30} アルキル基）である、化合物(1)。

[0087] [化合物(1-6)]

前記式(1)中の

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が、それぞれ独立して、1個以上のフッ素原子又は1個以上のトリフルオロメチル基で置換された、フェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基又は4-ビフェニリル基であり、且つ

A^+ が、前記式(3)で表される、総炭素数35以上のカチオンであり、式(3)中の Ar^1 、 Ar^2 及び Ar^3 が、それぞれ独立して、 C_{4-30} アルキル基で置換されていてもよいフェニル基である、化合物(1)。

[0088] [化合物(1-7)]

前記式(1)中の

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が全て同一の、ペンタフルオロフェニル基、2, 2', 3, 3', 4', 5, 5', 6, 6'-ノナフルオロ-4-(1, 1'-ビフェニリル)基、2, 3, 4, 5, 6, 7, 8-ヘプタフルオロ-1-ナフチル基又は1, 3, 4, 5, 6, 7, 8-ヘプタフルオロ-2-ナフチル基であり、且つ

A^+ が、水素イオン(H^+)である、化合物(1)。

[0089] [化合物(1-8)]

前記式(1)中の

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が全て同一の、ペンタフルオロフェニル基、2, 2', 3, 3', 4', 5, 5', 6, 6'-ノナフルオロ-4-(1, 1'-ビフェニリル)基、2, 3, 4, 5, 6, 7, 8-ヘプタフルオロ-1-ナフチル基又は1, 3, 4, 5, 6, 7, 8-ヘプタフルオロ-2-ナフチル基であり、且つ

A^+ が、前記式(2)で表される、総炭素数35以上のカチオンであり、式(2)中の R^5 、 R^6 及び R^7 のいずれか1個が、

- (1) ハロゲン原子、
- (2) C_{1-30} アルキル基、
- (3) C_{1-30} アルコキシ基及び
- (4) ハロ C_{1-30} アルキル基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよいフェニル基

であり、それ以外の2個が、 C_{1-30} アルキル基（好ましくは、 C_{14-30} アルキル基）である、化合物(1)。

[0090] [化合物(1-9)]

前記式(1)中の

R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 が全て同一の、ペンタフルオロフェニル基、2, 2', 3, 3', 4', 5, 5', 6, 6'-ノナフルオロ-4-(1, 1'-ビフェニリル)基、2, 3, 4, 5, 6, 7, 8-ヘプタフルオロ-1-ナフチル

ル基又は1, 3, 4, 5, 6, 7, 8-ヘプタフルオロ-2-ナフチル基であり、且つ

A^+ が、前記式(3)で表される、総炭素数35以上のカチオンであり、式(3)中の Ar^1 、 Ar^2 及び Ar^3 が、それぞれ独立して、 C_{4-30} アルキル基で置換されていてもよいフェニル基である、化合物(1)。

[0091] 化合物(1)の好ましい具体例としては、例えば、水素化 テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、水素化 テトラキス(ヘプタフルオロナフチル)ボレート、水素化 テトラキス(ノナフルオロビフェニル)ボレート、N, N-ジオクタデシルメチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-ジオクタデシルアニリニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-ジオクタデシル-(2, 3, 4, 5, 6-ペンタフルオロフェニル)メチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-ジオクタデシル-2, 2, 3, 3, 3-ペンタフルオロプロピルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-ジドデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-ジオクタデシル-2, 2-ジフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-ジオクタデシル-3, 3, 3-トリフルオロプロピルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-ジオクタデシル-2-フルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-ジドコシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-ビス(3, 7, 11, 15-テトラメチルヘキサデシル)-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-ビス(3, 7, 11-トリメチルドデシル)-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペン

タフルオロフェニル) ボレート、N, N-ジテトラデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル) ボレート、N, N-ジヘキサデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル) ボレート、N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ヘプタフルオロナフチル) ボレート、N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ノナフルオロビフェニル) ボレート等が挙げられる。

[0092] 式(4)で表される化合物(以下、「化合物(4)」とも言う。)の好ましい態様について、以下に説明する。

[0093] 以下、化合物(4)の各基について説明する。

[0094] 化合物(4)の好ましい態様は、化合物(1)におけるA⁺の種類により異なる。

[0095] 化合物(1)におけるA⁺が、水素イオン(H⁺)である場合には、

R及びR'の総炭素数は、20以上であり、好ましくは、25以上であり、より好ましくは、28以上であり、さらに好ましくは、30以上である。

R及びR'は、それぞれ独立して、置換されていてもよいC₁₋₃₀アルキル基、置換されていてもよいC₃₋₁₅シクロアルキル基又は置換されていてもよいC₆₋₁₄アリール基であり、好ましくは、それぞれ独立して、

(1) ハロゲン原子、

(2) C₁₋₃₀アルコキシ基及び

(3) ハロC₁₋₃₀アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよいC₁₋₃₀アルキル基

;

(1) ハロゲン原子、

(2) C₁₋₃₀アルキル基、

(3) C₁₋₃₀アルコキシ基、

(4) ハロC₁₋₃₀アルキル基及び

(5) ハロC₁₋₃₀アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよいC₃₋₁₅シクロアルキル基；又は

(1) ハロゲン原子、

(2) C₁₋₃₀アルキル基、

(3) C₁₋₃₀アルコキシ基、

(4) ハロC₁₋₃₀アルキル基及び

(5) ハロC₁₋₃₀アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよいC₆₋₁₄アリール基であり、より好ましくは、それぞれ独立して、C₁₋₃₀アルキル基、又は

(1) ハロゲン原子、

(2) C₁₋₃₀アルキル基、

(3) C₁₋₃₀アルコキシ基、

(4) ハロC₁₋₃₀アルキル基及び

(5) ハロC₁₋₃₀アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよいC₆₋₁₄アリール基であり、さらに好ましくは、それぞれ独立して、C₁₄₋₃₀アルキル基である。

[0096] 化合物(1)におけるA⁺が、式(2)で表されるカチオン又は式(3)で表されるカチオンである場合は、R及びR'の総炭素数は、好ましくは、8以上であり、より好ましくは、10以上である。

R及びR'は、好ましくは、それぞれ独立して、C₁₋₃₀アルキル基である。

。

[0097] 化合物(1)におけるA⁺が、水素イオン(H⁺)である場合の好適な化合物(4)としては、以下の化合物が挙げられる。

[0098] [化合物(4-1-A)]

前記式(4)中の

R及びR'が、それぞれ独立して、

(1) ハロゲン原子、

(2) C_{1-30} アルコキシ基及び

(3) ハロ C_{1-30} アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{1-30} アルキル基
;

(1) ハロゲン原子、

(2) C_{1-30} アルキル基、

(3) C_{1-30} アルコキシ基、

(4) ハロ C_{1-30} アルキル基及び

(5) ハロ C_{1-30} アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{3-15} シクロアル
キル基 ; 又は

(1) ハロゲン原子、

(2) C_{1-30} アルキル基、

(3) C_{1-30} アルコキシ基、

(4) ハロ C_{1-30} アルキル基及び

(5) ハロ C_{1-30} アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基
であり、且つ

R 及び R' の総炭素数が、20 以上（好ましくは、25 以上）である、化合
物 (4)。

[0099] [化合物 (4-1-B)]

前記式 (4) 中の

R 及び R' が、それぞれ独立して、 C_{1-30} アルキル基、又は

(1) ハロゲン原子、

(2) C_{1-30} アルキル基、

(3) C_{1-30} アルコキシ基、

(4) ハロ C_{1-30} アルキル基及び

(5) ハロ C_{1-30} アルコキシ基

からなる群より選択される置換基で置換されていてもよい C_{6-14} アリール基であり、且つ

R及びR'の総炭素数が、20以上（好ましくは、25以上）である、化合物（4）。

[0100] [化合物（4-1-C）]

前記式（4）中の

R及びR'が、それぞれ独立して、 C_{1-30} アルキル基であり、且つ

R及びR'の総炭素数が、20以上（好ましくは、25以上）である、化合物（4）。

[0101] [化合物（4-1）]

前記式（4）中の

R及びR'が、それぞれ独立して、 C_{14-30} アルキル基であり、且つ

R及びR'の総炭素数が、28以上である、化合物（4）。

[0102] 化合物（1）における A^+ が、水素イオン（ H^+ ）である場合の化合物（4）の好ましい具体例としては、例えば、ジデシルエーテル、ジドデシルエーテル、ジテトラデシルエーテル、ジヘキサデシルエーテル、ジオクタデシルエーテル、ドコシルエチルエーテル、テトラデシロキシエチルテトラデシルエーテル等が挙げられる。

[0103] 化合物（1）における A^+ が、式（2）で表されるカチオン又は式（3）で表されるカチオンである場合の好適な化合物（4）としては、以下の化合物が挙げられる。

[0104] [化合物（4-2）]

前記式（4）中の

R及びR'が、それぞれ独立して、 C_{1-30} アルキル基であり、且つ

R及びR'の総炭素数が、8以上である、化合物（4）。

[0105] [化合物（4-3）]

前記式（4）中の

R及びR'が、それぞれ独立して、 C_{1-30} アルキル基であり、且つ

R 及び R' の総炭素数が、10 以上である、化合物（4）。

[0106] 化合物（1）における A⁺が、式（2）で表されるカチオン又は式（3）で表されるカチオンである場合の化合物（4）の好ましい具体例としては、例えば、ジブチルエーテル、ジヘキシルエーテル、ジオクチルエーテル、ジデシルエーテル、ジドデシルエーテル、ジテトラデシルエーテル、ジヘキサデシルエーテル、ジオクタデシルエーテル、シクロペンチルメチルエーテル、ジフェニルエーテル、オクタデシルフェニルエーテル等が挙げられ、中でも、ジドデシルエーテル、ジテトラデシルエーテル、ジヘキサデシルエーテル、ジオクタデシルエーテルが好ましい。

[0107] 化合物（4）における基 R 及び R' の総炭素数が、7 以下である場合には、沸点が低いことから工業的にその含有量を制御することが困難であることが懸念される。

[0108] 本発明の組成物に含まれる、化合物（1）と化合物（4）の好適な組み合わせとしては、具体的には、例えば、化合物（1-1）と化合物（4-1）の組み合わせ、化合物（1-2）と化合物（4-2）の組み合わせ、化合物（1-3）と化合物（4-2）の組み合わせ、化合物（1-4）と化合物（4-1）の組み合わせ、化合物（1-5）と化合物（4-3）の組み合わせ、化合物（1-6）と化合物（4-3）の組み合わせ、化合物（1-7）と化合物（4-1）の組み合わせ、化合物（1-8）と化合物（4-3）の組み合わせ、化合物（1-9）と化合物（4-3）の組み合わせ、化合物（1-2-A）と化合物（4-2）の組み合わせ、化合物（1-2-B）と化合物（4-2）の組み合わせ、化合物（1-2-C）と化合物（4-2）の組み合わせ、化合物（1-2-D）と化合物（4-1）の組み合わせ、化合物（1-2-D）と化合物（4-2）の組み合わせ、化合物（1-2-D）と化合物（4-1-C）の組み合わせ等が挙げられる。

[0109] 本発明の組成物において、化合物（1）1 モルに対する化合物（4）の好適な含量の範囲は、化合物（1）における A⁺の種類により異なる。

[0110] 化合物（1）における A⁺が、水素イオン（H⁺）である場合には、化合物

(4) の含量は、化合物 (1) 1 モルに対して、2 モル以上であり、好ましくは、2 ～ 3 モルである。

[0111] 化合物 (1) における A^+ が、式 (2) で表されるカチオン又は式 (3) で表されるカチオンである場合には、化合物 (4) の含量は、化合物 (1) 1 モルに対して、通常 0.01 ～ 10 モルであり、好ましくは、0.01 ～ 3 モルである。

ここで、化合物 (1) 1 モルに対する化合物 (4) の含量は、化合物 (1) における A^+ が、水素イオン (H^+)、式 (2) で表されるカチオン又は式 (3) で表されるカチオンのいずれの場合でも、製造時の各化合物の仕込み量に対応する。

[0112] 本発明の組成物は、室温 (15 ～ 30℃) 下で炭化水素溶媒に可溶である。また、従来公知のボレート型化合物 (例えば、水素化テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート、水素化テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート ジエチルエーテル錯体、リチウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート等) は、ヘキサン等の脂肪族炭化水素溶媒に不溶であり、且つ均一系のオレフィンやジエンの重合反応に使用される金属触媒の触媒毒となり得るのに対し、本発明の組成物は、脂肪族炭化水素溶媒に対しても良好な溶解性を示し、且つ触媒毒とならないことから、均一系のオレフィンやジエンの重合反応の助触媒として有用である。

[0113] (本発明の組成物の製造方法)

以下、本発明の組成物の製造方法について説明する。

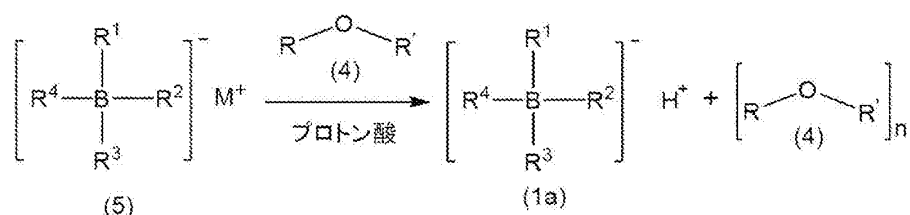
[0114] 本発明の組成物は、総炭素数が 7 以下である、触媒毒となり得るエーテル化合物 (例えば、ジエチルエーテル等) を実質的に含有しない。総炭素数が 7 以下であるエーテル化合物を実質的に含有しないとは、 ^1H-NMR 分析の結果、総炭素数が 7 以下であるエーテル化合物が検出されないことを意味する。

[0115] 本発明の組成物の製造方法は、特に限定されないが、本発明の組成物は、例えば、以下の製法 1 ～ 製法 4 等に従って製造することができる。

[0116] (製法1) (A⁺が、水素イオン(H⁺)である化合物(1a)を含有する本発明の組成物の製造方法)

製法1は、化合物(4)の存在下、反応に影響を及ぼさない溶媒中で化合物(5)とプロトン酸を反応させることにより化合物(1a)及び化合物(4)(又は化合物(1a)と化合物(4)との錯体)を含有する本発明の組成物を得る方法である。

[0117] [化17]



[0118] (式中、M⁺は、金属イオン(例、リチウムイオン、カリウムイオン、ナトリウムイオン等)を示し、nは、2以上の数を示し、その他の各記号の定義は、前記と同義である。)

[0119] 本反応の反応溶媒としては、特に限定されないが、例えば、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類；クロロホルム、ジクロロメタン、1, 2-ジクロロエタン等のハロゲン化炭化水素類、ヘキサン、イソヘキサン、ヘプタン、オクタン、メチルシクロヘキサン等の脂肪族炭化水素類あるいはそれらの混合物が挙げられる。中でも、ジクロロメタン又は1, 2-ジクロロエタン、ヘキサン、イソヘキサン、ヘプタン、オクタン、メチルシクロヘキサンが好ましい。

[0120] 本製法において、原料として用いられる化合物(5)としては、前記式(1)中のA⁺をM⁺に置き換えた金属塩が挙げられる。化合物(5)は、市販品や精製品を用いてもよいし、また、自体公知の方法により調製したものを使用してもよい。化合物(5)の具体例としては、例えば、リチウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、カリウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、リチウム テトラキス(ヘプタフルオロナフチル)ボレート、カリウム テトラキス(ヘプタフルオロナフチル)ボレ

ート、クロロマグネシウム テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート、クロロマグネシウム テトラキス（ヘプタフルオロナフチル）ボレート、ブロモマグネシウム テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート、ブロモマグネシウム テトラキス（ヘプタフルオロナフチル）ボレート、リチウム テトラキス（ノナフルオロビフェニル）ボレート、カリウム テトラキス（ノナフルオロビフェニル）ボレート、クロロマグネシウム テトラキス（ノナフルオロビフェニル）ボレート、ブロモマグネシウム テトラキス（ノナフルオロビフェニル）ボレート等が挙げられる。

[0121] 本製法に用いられる化合物（４）としては、例えば、前記した化合物（４－１）、化合物（４－２）等が挙げられる。

化合物（４）の使用量は、化合物（５）１モルに対して、２モル以上であり、好ましくは２～３モルである。

[0122] 本製法に用いられるプロトン酸としては、塩化水素、塩酸、硫酸、硝酸、臭化水素酸、ヨウ化水素酸等が挙げられる。中でも、塩酸、塩化水素－ジエチルエーテル溶液が好ましい。

プロトン酸の使用量は、化合物（５）１モルに対して、当量以上であれば特に問題ないが、処理後の有機相に使用したプロトン酸が残存しないように、水洗後の水相のｐＨが３以上になるまで有機相を水洗することが好ましい。水相のｐＨが３未満の場合には、有機相に使用したプロトン酸塩が本発明の組成物中に残存することで、重合時の触媒毒となることが懸念される。

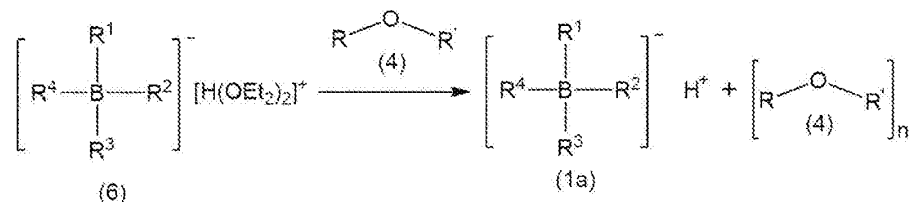
[0123] 反応温度は、通常０℃～４０℃、好ましくは１０℃～３５℃、より好ましくは室温（１５℃～３０℃）であり、反応時間は、通常１０分～１０時間程度、好ましくは１～３時間程度である。

[0124] （製法２）（Ａ⁺が、水素イオン（Ｈ⁺）である化合物（１ａ）を含有する本発明の組成物の製造方法）

製法２は、反応に影響を及ぼさない溶媒中で、化合物（６）と化合物（４）を反応させることにより化合物（１ａ）及び化合物（４）（又は化合物（１ａ）と化合物（４）との錯体）を含有する本発明の組成物を得る方法であ

る。

[0125] [化18]



[0126] (式中の各記号の定義は、前記と同義である。)

[0127] 本反応の反応溶媒としては、特に限定されないが、例えば、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素溶媒；クロロホルム、ジクロロメタン、1, 2-ジクロロエタン等のハロゲン化炭化水素溶媒、ヘキサン、イソヘキサン、ヘプタン、オクタン、メチルシクロヘキサン等の脂肪族炭化水素溶媒あるいはそれらの混合物が挙げられる。中でも、ジクロロメタン又は1, 2-ジクロロエタン、ヘキサン、イソヘキサン、ヘプタン、オクタン、メチルシクロヘキサンが好ましい。

[0128] 本製法において、原料として用いられる化合物(6)としては、市販品、又は自体公知の方法(例えば、Organometallics, 2000, 19, 1442-1444参照)若しくはそれに準じた方法に従って製造したものを使用することができる。

[0129] 本製法に用いられる化合物(4)としては、例えば、前記した化合物(4-1)、化合物(4-2)等が挙げられる。

化合物(4)の使用量は、化合物(6)1モルに対して、通常2モル以上であり、好ましくは2~3モルである。

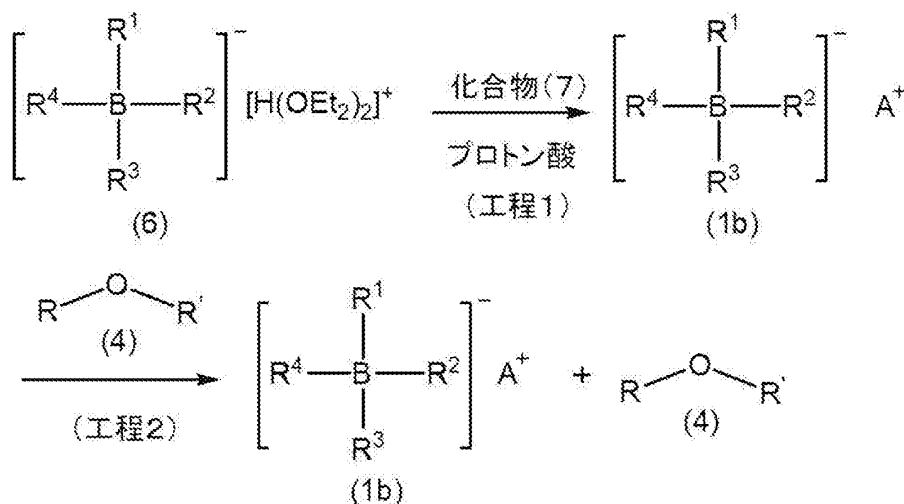
[0130] 反応温度は、通常0℃~40℃、好ましくは10℃~35℃、より好ましくは室温(15℃~30℃)であり、反応時間は、通常10分~10時間程度、好ましくは1~3時間程度である。

[0131] (製法3) (A⁺が、水素イオン(H⁺)以外のカチオンである化合物(1b)を含む本発明の組成物の製造方法)

製法3は、反応に影響を及ぼさない溶媒中に化合物(6)と化合物(7)

(例、前記式(2)で表されるカチオンから脱プロトン化したアミン)を加えて懸濁させ、その懸濁液にプロトン酸を滴下して攪拌後、濾過し、濾液を減圧濃縮することにより化合物(1b)を得る工程(工程1)、及び、反応に影響を及ぼさない溶媒中で、化合物(1b)及び化合物(4)を混合、攪拌する工程(工程2)に付すことにより、化合物(1b)と化合物(4)を含有する本発明の組成物を得る方法である。

[0132] [化19]



[0133] (式中の各記号の定義は、前記と同義である。)

[0134] (工程1)

本工程に使用される溶媒としては、トルエン、n-ヘキサン、イソヘキサン、n-ヘプタン、n-オクタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン等の炭化水素溶媒、あるいはそれらの混合物が挙げられる。中でも、好ましくは、n-ヘキサン、イソヘキサン、n-ヘプタン、n-オクタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン等の脂肪族炭化水素溶媒である。

[0135] 本工程に使用される化合物(7)としては、例えば、前記式(2)で表されるカチオンから脱プロトン化した第3級アミン等が挙げられる。中でも、好ましくは、ジ硬化牛脂アルキルメチルアミン、N,N-ジオクタデシルメチルアミン、N,N-ジオクタデシルアニリン、N,N-ジオクタデシル-2,2,2-トリフルオロエチルアミン、N,N-ジオクタデシル- (2,

3, 4, 5, 6-ペンタフルオロフェニル) メチルアミン、N, N-ジオクタデシル-2, 2, 3, 3, 3-ペンタフルオロプロピルアミン、N, N-ジドデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン、N, N-ジオクタデシル-2, 2-ジフルオロエチルアミン、N, N-ジオクタデシル-3, 3, 3-トリフルオロプロピルアミン、N, N-ジオクタデシル-2-フルオロエチルアミン、N, N-ジドコシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン、N, N-ビス(3, 7, 11, 15-テトラメチルヘキサデシル)-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン、N, N-ビス(3, 7, 11-トリメチルドデシル)-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン、N, N-ジテトラデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン、N, N-ジヘキサデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン等の第3級アミンである。

化合物(7)の使用量は、化合物(6) 1モルに対して、通常1~10モルであり、好ましくは1~2モルである。

[0136] 本工程に使用されるプロトン酸としては塩化水素、硫酸、硝酸、臭化水素、ヨウ化水素等が挙げられる。中でも好ましくは、塩化水素(より好ましくは、塩化水素-ジエチルエーテル溶液)である。

プロトン酸の使用量は、化合物(7) 1モルに対して、当量以上であれば特に問題ないが、処理後の有機相に使用したプロトン酸が残存しないように、水洗後の水相のpHが3以上になるまで有機相を水洗することが好ましい。水相のpHが3未満の場合には、有機相に使用したプロトン酸塩が本発明の組成物中に残存することで、重合時の触媒毒となることが懸念される。

[0137] 製法3においては、上記のように調製された化合物(1b)を、そのまま工程2に使用することができる。

[0138] (工程2)

本工程に使用される溶媒としては、特に限定されないが、例えば、n-ヘキサン、イソヘキサン、n-ヘプタン、n-オクタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン等の脂肪族炭化水素溶媒が挙げられ、中でも、n-ヘキサンが好ましい。

[0139] 本工程に用いられる化合物(4)としては、例えば、前記した化合物(4-3)、化合物(4-4)等が挙げられる。

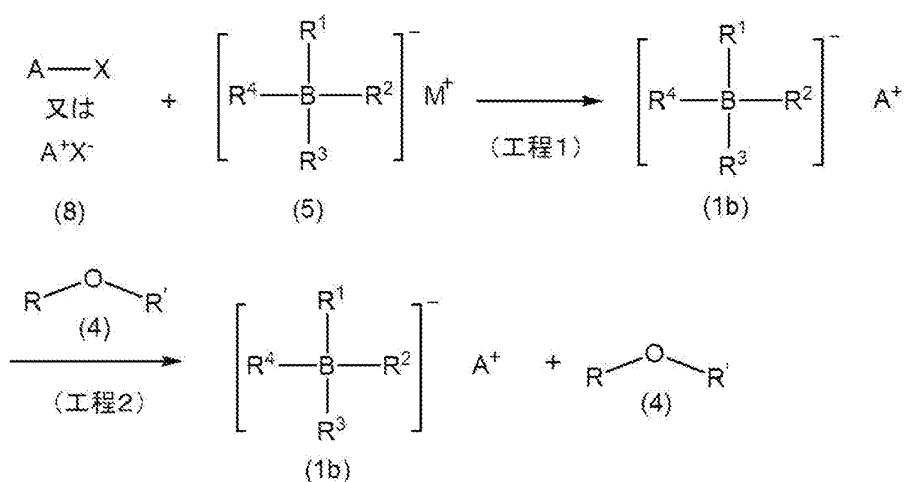
化合物(4)の使用量は、化合物(1b)1モルに対して、通常0.01～10モルであり、好ましくは0.01～3モルである。

[0140] 反応温度は、通常0℃～40℃、好ましくは10℃～35℃、より好ましくは室温(15℃～30℃)であり、反応時間は、通常10分～10時間程度、好ましくは1～3時間程度である。

[0141] (製法4) (A⁺が、水素イオン(H⁺)以外のカチオンである化合物(1b)を含有する本発明の組成物の製造方法)

製法4は、反応に影響を及ぼさない溶媒中に化合物(8)と化合物(5)を加えて攪拌後、反応混合物を濾過し、濾液を減圧濃縮することにより、化合物(1b)を得る工程(工程1)、及び、反応に影響を及ぼさない溶媒中で、化合物(1b)及び化合物(4)を混合、攪拌する工程(工程2)に付することにより、化合物(1b)と化合物(4)を含有する本発明の組成物を得る方法である。

[0142] [化20]



[0143] (式中のXはハロゲン原子を示し、他の各記号の定義は、前記と同義である。)

[0144] (工程1)

本工程に使用される溶媒としては、トルエン、*n*-ヘキサン、イソヘキサン、*n*-ヘプタン、*n*-オクタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、*n*-ヘプタン等の炭化水素溶媒、ジクロロメタン、クロロホルム等のハロゲン系溶媒あるいはそれらの混合物が挙げられる。中でも、好ましくは、*n*-ヘキサン、イソヘキサン、*n*-ヘプタン、*n*-オクタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン等の脂肪族炭化水素溶媒である。

[0145] 本工程に使用される化合物(8)としては、例えば、好ましくは、N,N-ジオクタデシルメチルアミン塩酸塩、ジ硬化牛脂アルキルメチルアミン塩酸塩、N,N-ジオクタデシルアニリン塩酸塩、N,N-ジオクタデシル-2,2,2-トリフルオロエチルアミン塩酸塩、N,N-ジオクタデシル-(2,3,4,5,6-ペンタフルオロフェニル)メチルアミン塩酸塩、N,N-ジオクタデシル-2,2,3,3,3-ペンタフルオロプロピルアミン塩酸塩、N,N-ジドデシル-2,2,2-トリフルオロエチルアミン塩酸塩、N,N-ジオクタデシル-2,2-ジフルオロエチルアミン塩酸塩、N,N-ジオクタデシル-3,3,3-トリフルオロプロピルアミン塩酸塩、N,N-ジオクタデシル-2-フルオロエチルアミン塩酸塩、N,N-ジドコシル-2,2,2-トリフルオロエチルアミン塩酸塩、N,N-ビス(3,7,11,15-テトラメチルヘキサデシル)-2,2,2-トリフルオロエチルアミン塩酸塩、N,N-ビス(3,7,11-トリメチルドデシル)-2,2,2-トリフルオロエチルアミン塩酸塩、N,N-ジテトラデシル-2,2,2-トリフルオロエチルアミン塩酸塩、N,N-ジヘキサデシル-2,2,2-トリフルオロエチルアミン塩酸塩、トリ(*p*-オクチルフェニル)クロロメタンである。

化合物(8)の使用量は、化合物(5)1モルに対して、通常1~2モルであり、好ましくは1~1.1モルである。

[0146] 製法4においては、上記のように調製された化合物(1b)を、そのまま工程2に使用することができる。

[0147] (工程2)

本工程に使用される溶媒としては、特に限定されないが、例えば、*n*-ヘキサン、イソヘキサン、*n*-ヘプタン、*n*-オクタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン等の脂肪族炭化水素溶媒が挙げられ、中でも、*n*-ヘキサンが好ましい。

[0148] 本工程に用いられる化合物(4)としては、例えば、前記した化合物(4-3)、化合物(4-4)等が挙げられる。

化合物(4)の使用量は、化合物(1b)1モルに対して、通常0.01～10モルであり、好ましくは0.01～3モルである。

[0149] 反応温度は、通常0℃～40℃、好ましくは10℃～35℃、より好ましくは室温(15℃～30℃)であり、反応時間は、通常10分～10時間程度、好ましくは1～3時間程度である。

[0150] 本発明の組成物は、化合物(1)及び化合物(4)を含有し、炭化水素溶媒、特に脂肪族炭化水素溶媒に可溶(又は易溶)であり、且つ、塩基性及び求核性の高いアミン化合物、総炭素数7以下のエーテル化合物等の触媒毒となり得る化合物を実質的に含有しない。そのため、オレフィンやジエンの重合用助触媒として有用である。

[0151] 本発明は、本発明の組成物を助触媒として使用して、オレフィン及びジエンから成る群から選ばれる少なくとも1種のモノマーを重合することを含む、重合体の製造方法を包含する。

[0152] 本発明の化合物(化合物(1))(又は組成物)を助触媒として使用する重合体の製造は、具体的には、例えば、後述する試験例に記載の方法に準じて、実施することができる。

実施例

[0153] 以下実施例、製造例及び試験例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例等に限定されるものではない。％は、収率についてはmol/mol％を示し、その他については特記しない限り、重量％を示す。また、室温とは、特記しない限り、15℃から30℃の温度を示す。

[0154] なお、分析に際しては下記機器を使用した。

^1H -NMR及び ^{19}F -NMR：日本電子株式会社（J E O L）製400YH

[0155] [実施例1]

ジヘキサデシルエーテル（東京化成工業株式会社製）（0.92 g, 1.93 mmol）及びリチウム テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレーートの三ジエチルエーテル錯体（AGC株式会社製）（1.00 g, 0.97 mmol）をジクロロメタン（10 ml）に加えた後、6 M塩酸（15 ml）を加えて室温下1時間攪拌した。反応液を分液後、有機相を濃縮した。濃縮液にn-ヘキサン（15 ml）を加えて攪拌後、濃縮した。この操作を繰り返し行った後、油状の水素化テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート ビス（ジヘキサデシルエーテル）錯体（1.67 g）を得た。
 ^1H NMR(CDCl_3) δ : 0.88 (t, 12H), 1.25 (m, 104H), 1.59 (m, 8H), 3.60 (t, 8H);
 ^{19}F NMR(CDCl_3) δ : -132.9 (d, 8F), -162.2 (t, 4F), -166.3 (t, 8F).

[0156] 実施例1で得られた錯体（組成物）は、20重量%濃度でn-ヘキサンに溶解することを確認した。

[0157] [実施例2]

ジヘキサデシルエーテル（0.56 g, 1.21 mmol）及び自体公知の方法（例えば、Organometallics, 2000, 19, 1442-1444参照）により得られた水素化テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート ジエチルエーテル錯体（0.50 g, 0.60 mmol）を1, 2-ジクロロエタン（10 ml）に溶解させた後、濃縮した。濃縮液に1, 2-ジクロロエタン（10 ml）を加えて攪拌後に濃縮という操作を2回繰り返した後、濃縮液にn-ヘキサン（10 ml）を加えて攪拌後に濃縮という操作を3回繰り返した。油状の水素化テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート ビス（ジヘキサデシルエーテル）錯体（0.97 g）を得た。

[0158] [実施例3]

ジテトラデシルエーテル（東京化成工業株式会社製）（0.50 g, 1.

21 mmol) 及び水素化テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレートジエチルエーテル錯体(0.50 g, 0.60 mmol)を1,2-ジクロロエタン(10 ml)に溶解させた後、濃縮した。濃縮液に1,2-ジクロロエタン(10 ml)を加えて攪拌後に濃縮という操作を2回繰り返した後、濃縮液にヘキサン(10 ml)を加えて攪拌後に濃縮という操作を3回繰り返した。油状の水素化テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレートビス(ジテトラデシルエーテル)錯体(0.94 g)を得た。

$^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : 0.88 (t, 12H), 1.25 (m, 88H), 1.65 (m, 8H), 3.79 (t, 8H);

$^{19}\text{F NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : -132.9 (d, 8F), -162.2 (t, 4F), -166.3 (t, 8F).

[0159] 実施例3で得られた錯体(組成物)は、20重量%濃度でn-ヘキサンに溶解することを確認した。

[0160] [実施例4]

(1) 自体公知の方法(例えば、Huaxue Xuebao, 2008, 66(14), 1687-1692参照)で製造したN,N-ジオクタデシルアニリン(3.3 g, 5.5 mmol)及びリチウムテトラキス(パーフルオロフェニル)ボレートの三ジエチルエーテル錯体(5.0 g, 5.5 mmol)をn-ヘキサン(50 mL)に懸濁させた後、1.0M塩化水素-ジエチルエーテル溶液(5.5 mL)を滴下し、室温下、3時間攪拌した。得られた懸濁液をろ過し、ろ液を50°Cで減圧濃縮し、N,N-ジオクタデシルアニリニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート(7.0 g, 90%)を得た。

$^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : 0.86-0.89 (6H, m), 1.15-1.50 (27H, m), 3.40-3.50 (4H, m), 7.26-7.28 (2H, m), 7.58-7.63 (3H, m);

$^{19}\text{F NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : -133.8 (8F, t), -163.3 (4F, t), -167.4 (8F, t).

(2) 上記(1)で得られたN,N-ジオクタデシルアニリニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート(127.8 mg, 0.1 mmol)にn-ヘキサン(474 mg)を加えて調製した二層分離溶液(濃度: 20重量%)にジテトラデシルエーテル(21 mg, 0.05 mmol)を

加えて攪拌することにより、均一なn-ヘキサン溶液を得た。

[0161] [実施例5]

実施例4の(1)で得られたN, N-ジオクタデシルアニリニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート(127.8mg, 0.1mmol)にn-ヘキサン(474mg)を加えて調製した二層分離溶液(濃度: 20重量%)にジドデシルエーテル(東京化成工業株式会社製)(17.7mg, 0.05mmol)を加えて攪拌することにより、均一なn-ヘキサン溶液を得た。

[0162] [実施例6]

実施例4の(1)で得られたN, N-ジオクタデシルアニリニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート(127.8mg, 0.1mmol)にn-ヘキサン(474mg)を加えて調製した二層分離溶液(濃度: 20重量%)にジブチルエーテル(純正化学株式会社製)(6.5mg, 0.2mmol)を加えて攪拌することにより、均一なn-ヘキサン溶液を得た。

[0163] [実施例7]

ジオクタデシルエーテル(東京化成工業株式会社製)(0.66g, 1.21mmol)及び水素化テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート ジエチルエーテル錯体(0.50g, 0.60mmol)をジクロロメタン(15ml)に溶解させた後、濃縮した。濃縮液にジクロロメタン(15ml)を加えて攪拌後に濃縮という操作を4回繰り返した後、濃縮液にn-ヘキサン(10ml)を加えて攪拌後に濃縮という操作を3回繰り返した。固体の水素化テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート ビス(ジオクタデシルエーテル)錯体(1.05g)を得た。

$^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : 0.88 (t, 12H), 1.25 (m, 120H), 1.65 (m, 8H), 3.79 (t, 8H);

$^{19}\text{F NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : -132.9 (d, 8F), -162.2 (t, 4F), -166.3 (t, 8F).

[0164] 実施例7で得られた錯体(組成物)は、20重量%濃度でn-ヘキサンに

溶解することを確認した。

[0165] [実施例 8]

ジドデシルエーテル（東京化成工業株式会社製）（0.45 g, 1.21 mmol）及び水素化テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート ジエチルエーテル錯体（0.50 g, 0.60 mmol）を 1, 2-ジクロロエタン（10 ml）に溶解させた後、濃縮した。濃縮液に 1, 2-ジクロロエタン（10 ml）を加えて攪拌後に濃縮という操作を 2 回繰り返した後、濃縮液にメチルシクロヘキサン（10 ml）を加えて攪拌後に濃縮という操作を 3 回繰り返した。油状の水素化テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート ビス（ジドデシルエーテル）錯体（0.90 g）を得た。

$^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : 0.88 (t, 12H), 1.25 (m, 72H), 1.65 (m, 8H), 3.60 (t, 8H);

$^{19}\text{F NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : -132.9 (d, 8F), -162.2 (t, 4F), -166.3 (t, 8F).

[0166] 実施例 8 で得られた錯体（組成物）は、20 重量%濃度でメチルシクロヘキサンに溶解することを確認した。

[0167] [実施例 9]

ジデシルエーテル（東京化成工業株式会社製）（0.38 g, 1.21 mmol）及び水素化テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート ジエチルエーテル錯体（0.50 g, 0.60 mmol）を 1, 2-ジクロロエタン（10 ml）に溶解させた後、濃縮した。濃縮液に 1, 2-ジクロロエタン（10 ml）を加えて攪拌後に濃縮という操作を 2 回繰り返した後、濃縮液にメチルシクロヘキサン（10 ml）を加えて攪拌後に濃縮という操作を 3 回繰り返した。油状の水素化テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート ビス（ジデシルエーテル）錯体（0.81 g）を得た。

$^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : 0.88 (t, 12H), 1.25 (m, 56H), 1.65 (m, 8H), 3.60 (t, 8H);

$^{19}\text{F NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : -132.9 (d, 8F), -162.2 (t, 4F), -166.3 (t, 8F).

[0168] 実施例 9 で得られた錯体（組成物）は、20 重量%濃度でメチルシクロヘ

キサンに溶解することを確認した。

[0169] [実施例 10]

自体公知の方法（例えば、国際公開第2007/070770号参照）で製造したリチウム テトラキス（ヘプタフルオロナフチル）ボレートのジエチルエーテル溶液（47 wt %, 5.00 g, 2.28 mmol）を1, 2-ジクロロエタン（10 ml）に加えた後、6M塩酸（7.6 ml）を加えて室温で1時間攪拌した。反応液を分液後、有機相を濃縮した。濃縮液にジテトラデシルエーテル（東京化成工業株式会社製）（1.88 g, 4.55 mmol）と1, 2-ジクロロエタン30 ml加えて溶解させた後、濃縮した。濃縮液に1, 2-ジクロロエタン（30 ml）を加えて攪拌後に濃縮という操作を2回繰り返した後、濃縮液にn-ヘキサン（30 ml）を加えて攪拌後に濃縮という操作を3回繰り返した。油状の水素化テトラキス（ヘプタフルオロナフチル）ボレート ビス（ジテトラデシルエーテル）錯体（4.21 g）を得た。

^1H NMR(CDCl_3) δ : 0.87 (t, 12H), 1.22 (m, 88H), 1.58 (m, 8H), 3.66 (t, 8H);

^{19}F NMR(CDCl_3) δ : -108.3 (m, 4F), -125.1 (m, 4F), -145.1 (m, 4F), -149.0 (m, 4F), -154.5 (m, 4F), -158.3 (m, 4F), -159.8 (m, 4F).

[0170] 実施例10で得られた錯体（組成物）は、20重量%濃度でn-ヘキサンに溶解することを確認した。

[0171] [製造例 1]

ドコシルブロミド（東京化成工業株式会社製）（1.00 g, 2.57 mmol）と炭酸セシウム（1.26 g, 3.85 mmol）をエタノール20 mlに加え、マイクロウェーブ合成装置（Biota社製）で150℃、30分間反応させた。反応終了後に水とメチルシクロヘキサンを加えて分液後、有機相を濃縮した。濃縮液をカラムクロマトグラフィーで精製することにより、ドコシルエチルエーテル（0.60 g）を白色固体として得た。

^1H NMR(CDCl_3) δ : 0.89 (t, 3H), 1.21 (t, 3H), 1.26 (m, 38H), 1.57 (m, 2H), 3.41 (t, 2H), 3.47 (q, 2H).

[0172] [実施例 1 1]

製造例 1 で得られたドコシルエチルエーテル (0.21 g, 0.60 mmol) 及び水素化テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート ジエチルエーテル錯体 (0.25 g, 0.30 mmol) を 1, 2-ジクロロエタン (5 ml) に溶解させた後、濃縮した。濃縮液に 1, 2-ジクロロエタン (5 ml) を加えて攪拌後に濃縮という操作を 2 回繰り返した後、濃縮液にメチルシクロヘキサン (5 ml) を加えて攪拌後に濃縮という操作を 3 回繰り返した。固体の水素化テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレートビス (ドコシルエチルエーテル) 錯体 (0.46 g) を得た。

^1H NMR(CDCl_3) δ : 0.87 (m, 12H), 1.27 (m, 82H), 1.65 (m, 4H), 3.76 (t, 4H), 3.85 (q, 4H);

^{19}F NMR(CDCl_3) δ : -132.9 (d, 8F), -162.2 (t, 4F), -166.3 (t, 8F).

[0173] 実施例 1 1 で得られた錯体 (組成物) は、20 重量%濃度でメチルシクロヘキサンに溶解することを確認した。

[0174] [製造例 2]

テトラデシルブロミド (東京化成工業株式会社製) (1.79 g, 6.44 mmol)、エチレングリコール (0.20 g, 3.22 mmol)、テトラブチルアンモニウムブロミド (東京化成工業株式会社製) (0.10 g, 0.32 mmol) 及び水酸化カリウム (0.64 g, 9.67 mmol) をジオキサン (10 ml) に加え 100°C で 3 時間加熱した。冷却後、水とジエチルエーテルを加えて分液した。有機相を硫酸ナトリウムで乾燥した後、濃縮した。濃縮物をカラムクロマトグラフィーで精製することにより、エチレングリコールジテトラデシルエーテル (0.32 g) を白色固体として得た。

^1H NMR(CDCl_3) δ : 0.88 (t, 6H), 1.25 (m, 44H), 1.58 (m, 4H), 3.46 (t, 4H), 3.57 (s, 4H).

[0175] [実施例 1 2]

製造例 2 で得られたエチレングリコールジテトラデシルエーテル (0.2 g, 0.48 mmol) 及び水素化テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート ジエチルエーテル錯体 (0.20 g, 0.24 mmol) を 1, 2-ジクロロエタン (5 mL) に溶解させた後、濃縮した。濃縮液に 1, 2-ジクロロエタン (5 mL) を加えて攪拌後に濃縮という操作を 2 回繰り返した後、濃縮液に n-ヘキサン (5 mL) を加えて攪拌後に濃縮という操作を 3 回繰り返した。油状の水素化テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート ビス (エチレングリコールジテトラデシルエーテル) 錯体 (0.41 g) を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.87 (t, 12H), 1.27 (m, 88H), 1.58 (m, 8H), 3.58 (t, 8H), 3.70 (s, 8H);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -132.9 (d, 8F), -162.2 (t, 4F), -166.3 (t, 8F).

[0176] 実施例 1 2 で得られた錯体 (組成物) は、20 重量%濃度で n-ヘキサンに溶解することを確認した。

[0177] [製造例 3]

N, N-ジオクタデシルアミン (2.0 g, 3.8 mmol) 及びトリエチルアミン (0.5 g, 5.0 mmol) をテトラヒドロフラン (10 mL) に溶解し、そこにトリフルオロ酢酸無水物 (1.0 g, 4.8 mmol) を室温で加えた。室温で 1 時間攪拌し、水を加え、酢酸エチルで抽出した。有機層を 1 M 塩酸及び飽和食塩水で洗浄、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧下で濃縮した。残渣をカラムクロマトグラフィー (n-ヘキサン/酢酸エチル = 100/0-95/5) で精製することにより N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロアセトアミド (1.87 g, 79%) を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.89 (6H, t), 1.26-1.43 (62H, m), 1.56-1.59 (4H, m), 3.30-3.37 (4H, m);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -68.1 (3F, s).

[0178] [製造例 4]

製造例 3 で得られた N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロアセトアミド (1.0 g, 1.6 mmol) をテトラヒドロフラン (10 mL) に溶解し、1 M ボラン-テトラヒドロフラン錯体-テトラヒドロフラン溶液 (5 mL) を加え、3 時間還流させた。混合物を氷冷した後、水を注意深く滴下し、酢酸エチルで抽出した。有機層を飽和食塩水で洗浄、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧下で濃縮することにより、N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン (0.87 g, 88%) を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.88 (6H, t), 1.25-1.40 (60H, m), 1.42-1.44 (4H, m), 2.56 (4H, t), 3.00 (2H, q);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -69.2 (3F, t).

[0179] [製造例 5]

製造例 4 で得られた N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン (1.0 g, 1.7 mmol) を n-ヘキサン (10 mL) に溶解し、1.0 M 塩化水素-ジエチルエーテル溶液 (10 mL) を加え、室温で 3 時間攪拌した。析出した沈殿物を濾取して、n-ヘキサンで洗浄後、減圧下で乾燥することにより、N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン 塩酸塩 (0.987 g, 93%) を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.88 (6H, t), 1.19-1.40 (60H, m), 1.93 (4H, br s), 3.15 (4H, br s), 3.77 (2H, q);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -61.4 (3F, t).

[0180] [製造例 6]

製造例 5 で得られた N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン

塩酸塩 (0.32 g, 0.50 mmol) をクロロホルム (30 mL) に溶解し、リチウム-テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート-三ジエチルエーテル錯体 (0.45 g, 0.5 mmol) を加えて、室温下、1

時間攪拌した。不溶物を濾過により除去し、濾液を減圧濃縮した。残渣を減圧下、45℃で乾燥することにより、N,N-ジオクタデシル-2,2,2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート(0.62g, 97%)を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.88 (6H, t), 1.19-1.40 (60H, m), 1.94 (4H, br s), 3.15 (4H, br s), 3.77 (2H, q);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -64.7 (3F, t), -132.1 (8H, m), -161.1 (4H, m), -165.5 (8H, m).

[0181] [実施例 13]

製造例6で得られたN,N-ジオクタデシル-2,2,2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート(0.30g, 0.22mmol)とジテトラデシルエーテル(0.09g, 0.22mmol)を混合することにより、N,N-ジオクタデシル-2,2,2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレートとジテトラデシルエーテルを含有する組成物を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.85-0.90 (12H, m), 1.20-1.33 (104H, m), 1.52-1.68 (8H, m), 3.14-3.18 (4H, m), 3.40 (4H, t), 3.62 (2H, q);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -66.8 (3F, br s), -134.0 (8F, m), -163.2 (4F, t), -167.5 (8F, m).

[0182] 実施例13で得られた組成物にn-ヘキサンを加えて、20重量% n-ヘキサン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0183] 実施例13で得られた組成物にイソヘキサンを加えて、20重量% イソヘキサン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0184] 実施例13で得られた組成物にn-ヘプタンを加えて、20重量% n-ヘプタン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0185] 実施例13で得られた組成物にISOPARE^(R)を加えて、20重量% ISOPARE^(R)溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0186] 実施例13で得られた組成物にシクロヘキサンを加えて、20重量% シク

ロヘキサン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0187] 実施例 13 で得られた組成物にメチルシクロヘキサンを加えて、20 重量 %メチルシクロヘキサン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0188] [実施例 14]

製造例 6 で得られた N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート (300 mg, 0.23 mmol) とジブチルエーテル (62 mg, 0.46 mmol) を混合することにより、N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレートとジブチルエーテルを含有する組成物を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.87 (6H, t), 0.92 (12H, t), 1.20-1.68 (78H, m), 3.14-3.18 (4H, m), 3.41 (8H, t), 3.62 (2H, q);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -66.7 (3F, s), -134.0 (8F, s), -163.3 (4F, t), -167.5 (8H, m).

[0189] 実施例 14 で得られた組成物は、30 重量%濃度で n-ヘキサンに溶解することを確認した。

[0190] [実施例 15]

N, N-ジテトラデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート (58 mg, 0.05 mmol) とジドデシルエーテル (40 mg, 0.10 mmol) を加え、混合することにより、N, N-ジテトラデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート及びジドデシルエーテルを含有する組成物を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.85-0.88 (18H, m), 1.24-1.35 (116H, m), 1.51-1.58 (8H, m), 1.64-1.70 (4H, m), 3.11-3.15 (4H, m), 3.38 (8H, t), 3.60 (2H, q);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -66.6 (3F, s), -134.0 (8F, s), -163.5 (4F, t), -167.6 (8F, t).

[0191] 実施例 15 で得られた組成物に *n*-ヘキサンを加えて、20 重量% *n*-ヘキサン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0192] [実施例 16]

N, N-ジヘキサデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート(60 mg, 0.05 mmol) とジヘキサデシルエーテル(23 mg, 0.05 mmol) を加え、混合することにより、N, N-ジヘキサデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート及びジヘキサデシルエーテルを含有する組成物を得た。

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3) δ : 0.86-0.90 (12H, m), 1.20-1.36 (104H, m), 1.52-1.58 (4H, m), 1.63-1.70 (4H, m), 3.15-3.19 (4H, m), 3.39 (4H, t), 3.64 (2H, q);

$^{19}\text{F NMR}$ (CDCl_3) δ : -66.7 (3F, s), -134.1 (8F, s), -163.5 (4F, t), -167.6 (8F, t).

[0193] 実施例 16 で得られた組成物に *n*-ヘキサンを加えて、20 重量% *n*-ヘキサン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0194] [実施例 17]

製造例 6 で得られた N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート(64 mg, 0.05 mmol) とジオクチルエーテル(12 mg, 0.05 mmol) を加え、混合することにより、N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート及びジオクチルエーテルを含有する組成物を得た。

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3) δ : 0.88 (12H, t), 1.20-1.37 (80H, m), 1.52-1.58 (4H, m), 1.65-1.70 (4H, m), 3.14-3.19 (4H, m), 3.39 (4H, t), 3.63 (2H, q);

$^{19}\text{F NMR}$ (CDCl_3) δ : -66.6 (3F, br s), -134.0 (8F, br s), -163.4 (4F, t), -167.6 (8F, t).

[0195] 実施例 17 で得られた組成物に *n*-ヘキサンを加えて、20 重量% *n*-ヘ

キサン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0196] [実施例 18]

製造例 6 で得られた N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート (64 mg, 0.05 mmol) とジドデシルエーテル (15 mg, 0.05 mmol) を加え、混合することにより、N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート及びジドデシルエーテルを含有する組成物を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.86-0.90 (12H, m), 1.20-1.38 (96H, m), 1.53-1.60 (4H, m), 1.65-1.72 (4H, m), 3.15-3.20 (4H, m), 3.39 (4H, t), 3.65 (2H, q);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -66.4 (3F, br s), -134.0 (8F, br s), -163.4 (4F, t), -167.5 (8F, m).

[0197] 実施例 18 で得られた組成物に n-ヘキサンを加えて、20 重量% n-ヘキサン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0198] [実施例 19]

製造例 6 で得られた N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート (64 mg, 0.05 mmol) とジヘキサデシルエーテル (23 mg, 0.05 mmol) を加え、混合することにより、N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート及びジヘキサデシルエーテルを含有する組成物を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.86-0.98, (12H, m), 1.20-1.35 (112H, m), 1.52-1.75 (8H, m), 3.15-3.20 (4H, m), 3.39 (4H, t), 3.65 (2H, q);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -66.5 (3F, br s), -134.2 (8F, br s), -163.6 (4F, t), -167.7 (8F, m).

[0199] 実施例 19 で得られた組成物に n-ヘキサンを加えて、20 重量% n-ヘキサン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0200] [実施例 20]

製造例 6 で得られた N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート (64 mg, 0.05 mmol) とジフェニルエーテル (8.5 mg, 0.05 mmol) を加え、混合することにより、N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート及びジフェニルエーテルを含有する組成物を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.86-0.90, (6H, m), 1.20-1.40 (58H, m), 1.62-1.68 (4H, m), 3.12-3.16 (4H, m), 3.61 (4H, q), 6.99-7.03 (4H, m), 7.08-7.12 (2H, m), 7.31-7.36 (4H, m);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -66.9 (3F, br s), -134.1 (8F, br s), -163.4 (4F, t), -167.6 (8F, m).

[0201] 実施例 20 で得られた組成物に n-ヘキサンを加えて、20 重量% n-ヘキサン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0202] [実施例 21]

製造例 6 で得られた N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート (64 mg, 0.05 mmol) とオクタデシルフェニルエーテル (18 mg, 0.05 mmol) を加え、混合することにより、N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート及びオクタデシルフェニルエーテルを含有する組成物を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.84-0.98 (12H, m), 1.20-1.44 (85H, m), 1.62-1.81 (6H, m), 3.13-3.18 (4H, m), 3.61 (4H, q), 3.95 (2H, t), 6.88-6.94 (2H, m), 7.25-7.30 (3H, m);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -66.8 (3F, br s), -134.1 (8F, br s), -163.4 (4F, t), -167.6 (8F, m).

[0203] 実施例 21 で得られた組成物に n-ヘキサンを加えて、20 重量% n-ヘ

キサン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0204] [実施例 2 2]

製造例 6 で得られた N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート (64 mg, 0.05 mmol) とシクロペンチルメチルエーテル (10 mg, 0.10 mmol) を加え、混合することにより、N, N-ジオクタデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート及びシクロペンチルメチルエーテルを含有する組成物を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.88 (6H, t), 1.20-1.35 (60H, m), 1.53-1.56 (4H, m), 1.61-1.76 (16H, m), 3.12-3.17 (4H, m), 3.28 (6H, s), 3.61 (2H, q), 3.79-3.83 (2H, m);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -66.6 (3F, br s), -133.9 (8F, br s), -163.5 (4F, t), -167.6 (8F, m).

[0205] 実施例 2 2 で得られた組成物に n-ヘキサンを加えて、20 重量% n-ヘキサン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0206] [製造例 7]

N, N-ジテトラデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミンの合成

1-テトラデカナール (4.0 g, 18.8 mmol) と 2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン (0.90 g, 9.1 mmol) 及び酢酸 (0.3 mL) をテトラヒドロフラン (30 mL) に溶解し、トリアセトキシ水素化ホウ素ナトリウム (4.0 g, 18.9 mmol) を加え、室温で 15 時間撹拌した。反応混合物に飽和炭酸水素ナトリウム水溶液を加えて塩基性にし、n-ヘキサンで抽出した。有機層を飽和食塩水で洗浄、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧下濃縮した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (n-ヘキサン/酢酸エチル = 100/0-95/5) で精製することにより、標題化合物 (4.0 g, 89%) を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.88 (6H, t), 1.26-1.43 (48H, m), 2.55 (4H, t), 3.0

0 (2H, q) ;

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -71.3 (3F, t).

[0207] [製造例 8]

N, N-ジテトラデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン 塩酸塩
の合成

製造例 7 で得られた N, N-ジテトラデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン (1.50 g, 3.05 mmol) を n-ヘキサン (30 mL) に溶解し、1.0 M 塩化水素-ジエチルエーテル溶液 (20 mL) を加えて、1 時間攪拌した。反応混合物を減圧下、濃縮することにより、標題化合物 (1.45 g, 90%) を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.88 (6H, t), 1.20-1.40 (44H, m), 1.96 (4H, br s), 3.15 (4H, br s), 3.78 (2H, q) ;

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -63.4 (3F, t).

[0208] [製造例 9] N, N-ジテトラデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルア
ンモニウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレーートの合成

製造例 8 で得られた N, N-ジテトラデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン 塩酸塩 (0.60 g, 1.14 mmol) をクロロホルム (30 mL) に溶解し、リチウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート ミジエチルエーテル錯体 (1.04 g, 1.14 mmol) を加えて、室温下、1 時間攪拌した。不溶物を濾過により除去し、濾液を減圧濃縮した。残渣を減圧下、70°C で乾燥することにより、標題化合物 (1.34 g, 100%) を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.88 (6H, t), 1.19-1.36 (44H, m), 1.65-1.70 (4H, m), 3.14-3.18 (4H, m), 3.62 (2H, q) ;

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -66.4 (3F, t), -134.0 (8F, m), -163.4 (4F, t), -167.6 (8F, t).

[0209] [製造例 10]

N, N-ジヘキサデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミンの合成

1-ヘキサデカナール (4.0 g, 16.6 mmol) と 2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン (0.84 g, 8.5 mmol) 及び酢酸 (0.5 mL) をテトラヒドロフラン (50 mL) に溶解し、トリアセトキシ水素化ホウ素ナトリウム (4.0 g, 18.9 mmol) を加え、室温で15時間攪拌した。反応混合物に飽和炭酸水素ナトリウム水溶液を加えて塩基性にし、n-ヘキサンで抽出した。有機層を飽和食塩水で洗浄、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧下濃縮した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (n-ヘキサン/酢酸エチル=100/0-95/5) で精製することにより、標題化合物 (4.56 g, 98%) を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.88 (6H, t), 1.26-1.43 (56H, m), 2.56 (4H, t), 3.00 (2H, q);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -71.3 (3F, t).

[0210] [製造例 11]

N, N-ジヘキサデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン 塩酸塩の合成

製造例10で得られたN, N-ジヘキサデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン (1.50 g, 2.74 mmol) をn-ヘキサン (30 mL) に溶解し、1.0M塩化水素-ジエチルエーテル溶液 (20 mL) を加えて、1時間攪拌した。反応混合物を減圧下、濃縮することにより、標題化合物 (1.55 g, 97%) を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.88 (6H, t), 1.19-1.40 (52H, m), 1.93 (4H, br s), 3.15 (4H, br s), 3.77 (2H, q);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -63.4 (3F, t).

[0211] [製造例 12]

N, N-ジヘキサデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレーートの合成

製造例11で得られたN, N-ジヘキサデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン 塩酸塩 (0.60 g, 1.03 mmol) をクロロホルム

(30 mL) に溶解し、リチウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート トリジエチルエーテル錯体 (0.95 g, 1.05 mmol) を加えて、室温下、1 時間攪拌した。不溶物を濾過により除去し、濾液を減圧濃縮した。残渣を減圧下、70°C で乾燥することにより、標題化合物 (1.51 g) を得た。

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3) δ : 0.88 (6H, t), 1.19–1.36 (54H, m), 1.65–1.70 (4H, m), 3.14–3.18 (4H, m), 3.62 (2H, q);

$^{19}\text{F NMR}$ (CDCl_3) δ : -66.4 (3F, t), -134.0 (8F, m), -163.4 (4F, t), -167.6 (8F, t).

[0212] [実施例 23]

製造例 11 で得られた N, N-ジヘキサデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアミン 塩酸塩 (8.10 g, 13.9 mmol) をジクロロメタン (80 mL) に溶解し、ジテトラデシルエーテル (8.10 g, 13.9 mmol) リチウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート トリジエチルエーテル錯体 (14.2 g, 13.7 mmol) を加えて、室温下、1 時間攪拌した。反応混合物に水を加え、室温で 1 時間攪拌した。水層を分離し、有機層を水で洗浄した。有機層を無水硫酸ナトリウムで乾燥、続いて濾過して濾液を減圧濃縮した。残渣を減圧下、80°C で乾燥することにより、N, N-ジヘキサデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート 及びジテトラデシルエーテルを含有する組成物 (22.5 g) を得た。

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3) δ : 0.87–0.89 (12H, m), 1.20–1.80 (104H, m), 3.21–3.24 (4H, m), 3.38–3.41 (4H, m), 3.69 (2H, q);

$^{19}\text{F NMR}$ (CDCl_3) δ : -66.7 (3F, brs), -134.0 (8F, m), -163.4 (4F, t), -167.5 (8F, t).

[0213] 実施例 23 で得られた組成物に n-ヘキサンを加えて、20 重量% n-ヘキサン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0214] [実施例 24]

製造例 12 で得られた N, N-ジヘキサデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート (439.2 mg, 0.36 mmol) 及びジドデシルエーテル (254 mg, 0.72 mmol) を混合し、n-ヘキサン (1.756 g) を加えることにより、N, N-ジヘキサデシル-2, 2, 2-トリフルオロエチルアンモニウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート 及びジドデシルエーテルを含有する組成物の均一な n-ヘキサン溶液を調製した。溶液は均一な溶液であることを確認した。この溶液を減圧濃縮し、NMR による分析をした。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.87-0.91 (12H, m), 1.20-1.42 (100H, m), 1.53-1.69 (12H, m), 3.20-3.24 (4H, m), 3.40 (8H, t), 3.67 (2H, q);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -66.9 (3F, t), -134.0 (8F, m), -163.8 (4F, t), -167.4 (8F, t).

[0215] [実施例 25]

ジテトラデシルエーテル (5.96 g, 14.3 mmol) 及びリチウム テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート 三ジエチルエーテル錯体 (5.00 g, 4.81 mmol) をジクロロエタン (25 mL) に懸濁し、6M塩酸 (5.5 mL, 30.0 mmol) を加えて、室温下、2時間 攪拌した。有機層を取得して、水 (10 mL) で洗浄した。有機層を無水硫酸ナトリウムで乾燥後、減圧濃縮した。16時間室温で減圧乾燥することにより、水素化 テトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート ビス (ジテトラデシルエーテル) 錯体及びジテトラデシルエーテルを含有する組成物 (10.4 g) を得た。

^1H NMR (CDCl_3) δ : 0.88 (18H, t), 1.20-1.30 (94H, m), 1.56-1.60 (12H, m), 3.57 (12H, t);

^{19}F NMR (CDCl_3) δ : -134.0 (8F, m), -163.8 (4F, t), -167.8 (8F, t).

[0216] 実施例 25 で得られた組成物に n-ヘキサンを加えて、20重量% n-ヘキサン溶液を調製し、均一な溶液であることを確認した。

[0217] [比較例 1]

自体公知の方法（例えば、Organometallics, 2000, 19, 1442-1444参照）により得られた水素化テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート ジエチルエーテル錯体は、ヘキサン、シクロヘキサン等の脂肪族炭化水素溶媒には難溶であることを確認した。後述する試験例では、水素化テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート ジエチルエーテル錯体を、比較例 1 の助触媒として使用した。

[0218] [比較例 2]

自体公知の方法（例えば、米国特許第 6 1 2 1 1 8 5 号明細書参照）により得られた N, N-ジオクタデシルメチルアンモニウム テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレートの 1 0 重量% n-ヘキサン溶液の調製を試みたが、均一な溶液は得られなかった。後述する試験例では、N, N-ジオクタデシルメチルアンモニウム テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレートを、比較例 2 の助触媒として使用した。

[0219] [試験例]（重合性能評価）

本発明の組成物（錯体）を助触媒として用いた一般的な重合方法を以下に示す。

[0220] グローブボックス内で、1 0 0 m L オートクレープに、1-オクテン、トリイソブチルアルミニウム（T I B A、0. 5 5 M n-ヘキサン溶液）、溶媒（メチルシクロヘキサン（M C H）又はトルエン）を加え、モノマー溶液を調製した。重合触媒ジメチルシリレン（t e r t-ブチルアミド）-（テトラメチルシクロペンタジエニル）-チタニウム（I V）-ジクロリド（C G C）、トリイソブチルアルミニウム（0. 5 5 M n-ヘキサン溶液）及び溶媒を加え、あらかじめ定めた濃度の触媒溶液を調製し、シュレンク管に移した。本発明の組成物（助触媒）を溶媒に溶解し、あらかじめ定めた濃度の助触媒溶液を調製し、シュレンク管に移した。モノマー溶液、触媒溶液、助触媒溶液を混合した後、溶媒総量及びトリイソブチルアルミニウム総量が一定になるように調製した。オートクレープ内をエチレンガスでパー

ジした後に、触媒溶液及び助触媒溶液をオートクレーブに順次加えてすぐに、エチレンガス圧をあらかじめ定めた圧力に調節し、あらかじめ定めた温度（25℃又は100℃）であらかじめ定めた時間撹拌した。反応混合物を氷冷後、エチレンガスを抜いた後、混合物を、塩酸3 mLを含むメタノール（100 mL）に注ぎ、30分室温で撹拌した。沈殿物を濾取し、60℃で減圧下乾燥しエチレン-オクテン共重合体を得た。

[0221] 融点測定

示差走査熱量測定法（DSC）による測定をDSC 6220機器（Seiko Instruments Inc.）を用いて行い、試料（重合体）を10℃/分の速度で40℃から150℃に加熱し、融点を測定した。

[0222] 以下、25℃又は100℃下での重合反応の結果を、それぞれ表1及び表2に示す。

[0223] [表1]

助触媒	触媒量 (μmol)	溶媒	時間 (分)	収量 (g)	活性 (kg/mol of Ti · h)	融点 (°C)
比較例 2	0.3	MCH	6	0.119	3967	83.8
実施例 2	0.1	MCH	3	0.192	38400	82.5
実施例 3	0.1	MCH	3	0.276	55200	82.8
実施例 5	0.1	MCH	3	0.036	7200	71.9
実施例 10	0.05	MCH	1.5	0.078	62400	66.5
実施例 13	0.05	MCH	1.5	0.134	107200	63.3, 68.0
比較例 1	0.1	トルエン	1.5	0.75	300000	70.9
実施例 3	0.1	トルエン	1.5	1.2	480000	72.4
実施例 10	0.05	トルエン	1.5	0.845	676000	86.0

反応条件：触媒：CGC，触媒：助触媒=1:1，TIBA（総量 3000 μmol ），溶媒総量（40 mL），1-オクテン（1 mL），エチレン圧（8 気圧），25℃。

[0224]

[表2]

助触媒	触媒量 (μmol)	溶媒	時間 (分)	収量 (g)	活性 (kg/mol of Ti · h)	融点 (°C)
比較例 2	0.02	MCH	3	0.026	26000	90.0
実施例 3	0.02	MCH	3	0.23	232300	90.3
実施例 13	0.02	MCH	3	0.15	145300	93.2

反応条件：触媒：CGC，触媒：助触媒=1:1，TIBA（総量 100 μmol ），溶媒総量（40 mL），1-オクテン（1 mL），エチレン圧（8 気圧），100°C.

- [0225] 表 1 及び表 2 によれば、本発明の組成物（又は錯体）（実施例 2、3、5、10 及び 13）は、メチルシクロヘキサン（MCH）中の重合反応においては、重合温度に依らず、いずれも比較例 2 の化合物よりも高活性であった。また、トルエン中の重合反応においても、本発明の組成物（又は錯体）（実施例 3 及び 10）は、比較例 1 の化合物よりも高活性であった（表 1）。さらに、表 1 に示す通り、本発明の組成物（又は錯体）（実施例 2、3、5、10 及び 13）は、重合条件によっては比較例よりも低融点の重合体を得られ、モノマーの取り込み量が増加していると考えられる。

産業上の利用可能性

- [0226] 本発明の組成物は、炭化水素溶媒、特に脂肪族炭化水素溶媒に可溶（又は易溶）であり、触媒毒にならないことから、オレフィンやジエンの重合用助触媒として有用である。

- [0227] 本出願は、日本国で 2020 年 3 月 12 日に出願された特願 2020-043244、2020 年 8 月 28 日に出願された特願 2020-144176、及び 2020 年 11 月 27 日に出願された特願 2020-196703 を基礎としており、それらの内容は本明細書にすべて包含されるものである。