

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4332430号
(P4332430)

(45) 発行日 平成21年9月16日(2009.9.16)

(24) 登録日 平成21年6月26日(2009.6.26)

(51) Int.Cl.

F I

B O 1 J 13/00 (2006.01)
C O 9 K 3/00 (2006.01)B O 1 J 13/00 A
C O 9 K 3/00 1 1 1 B

請求項の数 2 (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2003-563705 (P2003-563705)
 (86) (22) 出願日 平成15年1月31日(2003.1.31)
 (65) 公表番号 特表2005-515885 (P2005-515885A)
 (43) 公表日 平成17年6月2日(2005.6.2)
 (86) 国際出願番号 PCT/GB2003/000421
 (87) 国際公開番号 W02003/064024
 (87) 国際公開日 平成15年8月7日(2003.8.7)
 審査請求日 平成17年9月14日(2005.9.14)
 (31) 優先権主張番号 0202312.5
 (32) 優先日 平成14年1月31日(2002.1.31)
 (33) 優先権主張国 英国 (GB)

(73) 特許権者 504293665
 ディスパース リミテッド
 イギリス国 サリー ジーユー2 7ワイ
 エフ ギルドフォード アラン チューリ
 ング ロード 40 サリー リサーチ
 パーク
 (74) 代理人 100077827
 弁理士 鈴木 弘男
 (72) 発明者 ガフォッグ・フィリップ・アーネスト
 イギリス国 サリー ジーユー4 7エヌ
 ジー ギルドフォード パーファム アビ
 ンガー ウェイ 13

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 二液型発泡体組成物の調製方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

液体の連続極性相に囲まれた油相からなる二液型発泡体組成物の調製をする方法であって、

(i) 1つまたは多数のスターラーブレードを持つスターラーを装備した混合容器に、場合により表面活性剤を含む、二液型発泡体を調製するための連続極性相を導入するステップと、

前記スターラーは、その機構の少なくともその一部が、連続極性相と空気との間の界面を破壊するような方法で作動するようになっており、

(i i) 連続極性相を攪拌するステップと、

(i i i) 二液型発泡体の調製のための表面活性剤を場合により含有する油相を、少なくとも最初は、制御された速度で攪拌を続けながら添加するステップと、

前記油相の制御された添加速度は、連続極性相の表面に存在する油相の液滴が、連続極性相と油相の界面を破壊するスターラーブレードの作用によってより小さい液滴に分散される速度であり、

さらに、連続極性相または油相の少なくとも1つには表面活性剤が含まれており、

(i v) それにより、連続極性相の膜によりカプセル化されている油相の液滴からなる多数の二液型発泡体の粒子が形成され、その粒子が二液型発泡体の調製のためのさらなる表面を提供する核形成部位として作用するステップと、
 を含む方法。

10

20

【請求項 2】

連続極性相が水性相である請求項 1 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリアフロン（または二液型発泡体）組成物に関し、特にそのような組成物の調製のための新規方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、二液型発泡体は、ガス発泡体の初期使用に依存した、またはそれ自体ガス発泡体を使用して以前に形成されたポリアフロンに依存したプロセスを用いて生産されてきた。米国特許第 4 4 8 6 3 3 3 号および Sebbas、「発泡体および二液型発泡体、アフロン（Foams and Biliquid Foams, Aphrons）」、John Wiley & Sons、1987、106 頁を参照されたい。二液型発泡体の製造におけるガス発泡体の使用は、多数の問題を被る煩雑な製造プロセスである。これらは、ガスを発生させる必要性、ガスを除去する必要性、以前に作成された二液型発泡体を使用されるときに、以前に生産された二液型発泡体の均質性と比較して、新たに作成される二液型発泡体組成物の均質性の問題を生じる、二液型発泡体粒径の制御不足に関連付けられる。

【0003】

二液型発泡体は、1972 年に最初に、Sebbas、F.、J. Coll. および Interface Sci.、40、468 1972 によって説明された。それ以来、それらは例えば国際公開公報第 97/32559 号で述べられているように特に水性ポリマーゲルの安定化影響に関連して、広範囲にわたる製品の調合および製造に使用されてきた。ヘテロセプト（水中油型）二液型発泡体の製造方法は、1972 年に Sebbas が最初に説明したプロセスに従ってきた。本方法は、多数の新しいポリアフロン液滴を形成するために、表面活性剤含有油相が攪拌されながら、ゆっくり滴下して添加される、水性の（最終的に二液型発泡体の外部相を形成する）表面活性剤含有媒体の表面上で、ガス発泡体を形成することを含む。新しい粒子の数が増加するにつれて、新しい粒子が新しいポリアフロンを形成するための拡大された表面積を供給するため、油相の添加の速度を上昇させることができる。

【0004】

Sebbas によって、「播種」の原理に基づいた別の方法が説明された。本プロセスでは、「新しい」油相が添加される前に、大量の（明記されず）以前に作成された二液型発泡体が水相に添加される。このようにして既存のポリアフロン液滴が、以前に説明されたガス発泡体の代替手段として、新しい液滴形成のための大きな面積を形成する。

【0005】

Sebbas は、Sebbas、「発泡体および二液型発泡体、アフロン（Foams and Biliquid Foams, Aphrons）」、John Wiley & Sons、1987、110-111 頁で、スタンド上に水平に配置された円筒管を含む、二液型発泡体を生産するための機械装置についても説明している。管に沿って中央には回転軸があり、管を清掃するだけの 4 枚のプレキシガラスプレートが末端に取り付けられている。管に沿って 4 個の入口点が設けられ、2 相の導入ができるようにしている。第一の入口点は、水相の入口を提供し、残りの 3 個は油相の入口を提供する。各入口点の供給速度の比は、厳密に制御する必要がある。使用中には、軸は約 1000 rpm にて回転させられる。内容物が管の低いほうの端に向かって流れるように、管にわずかな傾斜が加えられる。開始時に、管は、ガス発泡体の使用により調製されたポリアフロンで満たされる。Sebbas は、瓶または同様の容器内でガス発泡体を生産するために表面活性剤の水溶液を振とうし、次に中程度に振とうしながら油相をそこに滴下して加えることによって、少量のポリアフロンを生産する方法についても述べている。

【 0 0 0 6 】

上述の方法はすべて、多くの理由で二液型発泡体の生産に関する問題をはらんでいる。

【 0 0 0 7 】

第一に、二液型発泡体の生産のために最初の基礎を与えるガス発泡体の使用は、化粧または薬学的製品を製造するために使用できるポリアフロンの大規模生産には、容易には役立たない。ガス発泡体の形成は、珍しく、二液型発泡体の大規模使用から利益を得ることが期待される多くの業界において、実際に知られていない。

【 0 0 0 8 】

第二に、ポリアフロンを利用する多くの製品タイプへのガスの包含は、ガスの包含が製品のバルク密度を低下させるので、不安定性（例えば酸化）の導入または既知量の製品を梱包または充填する能力の阻害を理由として許容されない。

10

【 0 0 0 9 】

（上述したように）「播種」プロセスが使用される場合に直面する問題は、播種に使用される物質が、製造されるバッチと異なるバッチになることである。ある業界（特に化粧品および医薬品）において、この方法でのバッチの混合は許容されない。さらに播種物質の組成が作成されるバッチと同一でない場合は、処方の一貫性が生じ、このことは再度、許容されない。

【 0 0 1 0 】

二液型発泡体の連続製造のための S e b b a によって例示および説明された装置は、扱いにくく、壊れやすく、大規模な生産には適していない。その上、播種に関して上述された問題を被っている。

20

【 0 0 1 1 】

したがって従来技術によっては、二液型発泡体の大規模生産に適した、効率的な方法は提供されていない。

【 発明の開示 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 1 2 】

本発明は、上記のいずれの欠陥も被らない二液型発泡体の大規模生産のための方法を提供する。特にその方法は、ポリアフロンを利用しがちな、すべてではないが大半の業界で周知であり、一般に使用される生産機器を利用する。ガス発泡体の生産、または二液型発泡体の以前に製造されたバッチに依存しない。

30

【 0 0 1 3 】

驚くべきことに、多数のブレードを備えたスターラーを使用して、ブレードの少なくとも 1 枚が油の添加前にバッチの水相の空気 / 液体界面を遮断するように配置されるという条件、かつ水相への油相の添加が慎重に制御されるという条件で、二液型発泡体が攪拌方法によって作成できることが発見された。

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 1 4 】

したがって本発明は、二液型発泡体組成物の調製のための方法であって、

i) 1 または多数のスターラーブレードを持つスターラーを装備した混合容器に、二液型発泡体の調製のための表面活性剤を場合により含有する連続極性相を導入するステップであって、スターラー機構の少なくとも 1 の部分が連続極性相と空気との間の界面を破壊するような方法でスターラーが作動する、ステップと、

40

i i) 連続極性相を攪拌するステップと、

i i i) 二液型発泡体の調製のための表面活性剤を場合により含有する非極性相を、少なくとも最初は制御された速度にて攪拌を続けながら、連続極性相に添加するステップであって、連続極性相の表面に存在する非極性相の液滴が連続極性相と非極性相との間の界面を破壊するスターラーブレードの作用によってより小さい液滴に分散されるように、非極性相の添加速度が制御され、表面活性剤が極性または非極性相の少なくとも一方に包含されねばならないことが理解される、ステップと、

50

i v) それによって連続極性相のフィルム内にカプセル化された非極性相液滴を含む複数の二液型発泡体粒子を形成するステップであって、その粒子が二液型発泡体の調製のためのさらなる表面を提供する核形成部位として作用する、ステップと、を含む方法を提供する。

【発明の効果】

【0015】

上述したように、本発明の方法の主な利点は、ガス発泡体を最初に形成、またはガス発泡体を用いて種が調製された播種方法を用いる必要なく、二液型発泡体を調製できることである。

【0016】

第二の利点は、本発明の方法を使用すると、第二の表面活性剤の添加が必ずしも必要でなく、それゆえ二液型発泡体の複雑性、コストおよび皮膚炎症の可能性が低減されることである。

【0017】

本発明の方法を実施する場合、方法のステップ(iii)における非極性相の添加は、初期の滴下添加が好ましい。十分な核形成部位が形成されている場合に、形成される二液型発泡体の崩壊、または油中水中油(o/w/o)系の形成を防止するために、添加速度を上昇させてもよい。

【0018】

本発明の二液型発泡体の調製の間、スターラーは、液体の全体積が二液型発泡体の調製のステップ(i)、(ii)および(iii)の間に攪拌されるような方法で作動させることが好ましい。

【0019】

二液型発泡体で使用されうる非極性相は、室温では一般に液体であり、例えばシクロメチコン、ジメチコン、フェニルトリメチコン、ジメチコノール、ジメチコンコポリオール、トリメチルシリオキシシリケート、イソプロピルイソステアレート、ラノレート、ミリステートまたはパルミテート、あるいはオクチルパルミテートなどのエモリエントエステル、アボカド油、ココナツ油、ダイズ油またはヒマワリ油、あるいはカプリル/カプリントリグリセリドなどのグリセリド、ラノリン油、鉱油または天然油、あるいはオレイルアルコール、またはディーゼル、ガソリンまたはケロシンなどの石油誘導体、または上述の混合物でもよい。

【0020】

極性液体は、二液型発泡体中に連続相を形成し、好ましくは水、特に脱イオン水である。極性液体はあるいは、別の極性液体、例えばC₁-C₃アルコール、少なくとも2のヒドロキシ基を含有するC₄アルコールまたはエチレングリコール、またはその混合物との混合物中に水を含んでもよい。非極性相が石油誘導体である場合、極性相は一般に、C₁-C₄アルコールまたはエチレングリコール、またはその混合物50%~99%の含むであろう。

【0021】

本発明において低いレベルで使用される表面活性剤は、極性または非極性相、あるいは両方の相に含まれ、例えば、

アミドアミン、第四級アンモニウム化合物またはスルホニウム塩などのカチオン性表面活性剤、

アシルアミノ酸、N-置換アルキルアミン、N-アルキル-b-アミノプロピオナート、N-アルキルベタイン、アルキルイミダゾリンまたはスルホベタインなどの両性表面活性剤、

アシル-ラクテート、N-アシルサルコシネート、アルキル-カルボキシラート(1価または多価のどちらか)、アルキルエーテルカルボキシラート、N-アルキル-グルタメート、脂肪酸ペプチド縮合物、ホスフェート化エトキシ化アルコール、アルキルサルフェート、エトキシ化アルキルサルフェート、アルファ-オレフィンスルホネートまたは

10

20

30

40

50

エステル結合スルホネートなどのアニオン性表面活性剤、

アルカノールアミド、アミンオキシド、多水酸基のエステル（例えばエチレン、ジエチレンまたはプロピレングリコール、あるいはグリセロールまたはポリグリセロール、あるいはソルビタン、グルコースまたはスクロースのエステル）、アルコール、アミドまたはエステルのポリオキシエチレンまたはポリオキシプロピレン誘導体あるいはポリオキシエチレン／ポリオキシプロピレンブロックコポリマーなどの非イオン性表面活性剤、

あるいはこれらの表面活性剤の適切な適合性混合物でもよい。

【0022】

一般に表面活性剤は、主に極性相または非極性相のどちらかに、調合物の総重量に基づいて、0.01～3重量%、好ましくは0.1～1.0%の量で含まれるであろう。

10

【0023】

表面活性剤の選択が、二液型発泡体の調製で使用する特定の非極性液体および特定の極性液体およびその量にも依存することは、当業者によって理解されるであろう。

【0024】

本発明で使用する表面活性剤は、共同表面活性剤、例えばポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリイソブチレンスクシンイミドエステル、ポリイソブチレンスクシンイミドアミンまたはマンニツヒ塩基と組合せて使用することもできる。

【0025】

20

本発明の二液型発泡体組成物は、他の添加剤、例えば保存料（例えば微生物による腐敗を防止するため）または腐食防止剤も含まれることがある。これらの添加剤は、非極性液体または連続相中に含まれる。

【0026】

これらの添加剤の包含は、有効および有用であると思われるレベルで、そのような物質の種類によることが理解されるであろう。

【0027】

本発明の方法は、全体積を攪拌する多数のスターラーブレードを好ましくは持つスターラーを装備した混合容器を用いて実施される。本発明で使用するスターラーの例は、フラットブレードインペラ、ラシュトンインペラまたは複数のインペラが軸上に垂直に配置された半径流インペラ、オービタルミキサーまたは主回転ブレードおよび噛み合い反回転ブレードを含むスターラーを含む。

30

【0028】

二液型発泡体の特徴は、製造中に加えられる剪断力に依存する。剪断力自体は、インペラ直径の容器直径に対する比およびインペラの回転速度に依存する。インペラ直径の容器直径に対する比は好ましくは少なくとも0.8となるであろう。インペラの容器直径に対する比が0.8～0.9の場合、有用な標準インペラ速度は以下の式1から計算できる。より高い速度は粒径を縮小させ、レオロジーの塑性／ずり減粘特性を向上させるが、これに対してより低い速度は逆の効果を引き起こすであろう。

【0029】

40

【数1】

$$\omega = \frac{5.8 \times 10^{-3}}{r} \text{ rad} \cdot \text{sec}^{-1}$$

式中、 ω = 角速度 / $\text{rad} \cdot \text{sec}^{-1}$ 、 r = インペラ半径 / m

インペラの容器直径に対する比は、付随する生成物粒径の増大によって、0.8以下に低下することがある。これを克服するために、全流を維持する条件が二液型発泡体の特性を劇的に変化させ、それによってプロセスの制御性を低下させる場合に、最小限の有用な

50

インペラ対容器比が、使用できる剪断速度にて、通例はインペラ対容器直径比 0.4 ~ 0.5 にて、局限定流が優勢である領域に制限されることを念頭に置いて、高いインペラ速度を使用することができる。本発明による二液型発泡体の生産で使用される代表的なインペラ速度は、代表的な工業規模から実験室での小さな規模にまでの範囲にわたる、5 ~ 4000 rpm である。

【0030】

処理手順と、利用される混合構造は、大部分が無関係である。容器に水相を満たして、攪拌を開始する。油は、主に調合物の物理化学性質に依存する速度にて、インペラ端の最大攪拌点に近い容器の外側に向かって添加する。添加の最高速度は、2つの望ましくない条件を避ける必要性によって制限される。第一は、油中水型 (w/o) 系の形成によって特徴付けられる調合物の反転である。第二は、形成される二液型発泡体の本体への油の吸収が、油添加速度よりも低い状況の発生である。このことは、二液型発泡体が崩壊し、油中に分散して油中水中油型 (o/w/o) 系を形成する状況を引き起こす可能性がある。

【0031】

油相添加の完了時に、粒径が安定するまで攪拌を継続する。本プロセスは、先に示した理想的な処理パラメータの下では、通例 20 分間かかる。

【0032】

油添加速度の上昇は、調合物への複数の油添加箇所の使用により実現できる。これは、そうでなければ、1箇所の油添加の場合に以前に示した2つの望ましくない条件につながる条件を引き起こす、所定の添加速度での油の最大局所濃度の低下を生じるであろう。本手順の範囲の限度は、2以上の油添加箇所が相互作用して、o/w/o または w/o 系の形成に十分な大きさの局所濃度を生成する状況であろう。

【発明を実施するための最良の形態】

【0033】

本発明は、添付図面を参照してさらに説明される。

【0034】

図面を参照すると、本発明の方法を用いて二液型発泡体が形成される方法が、図1a、図1bおよび1cに段階的に示されている。図1aには、混合されずに水相2の表面上に薄いレンズの形で存在する、油1の液滴が示されている。スターラーが水相と空気との間の界面を破壊するとき、水相の表面が本発明の方法で攪拌されるため、このことは図1bに示すような油レンズ1の上面に広がる水の薄層、および図1cに示すような油液滴1の、カプセル化する水性石鹸膜4によって包囲された複数のより小さい油液滴3への崩壊を同時に生じる。水性石鹸膜4によってカプセル化されたこれらの小液滴3は、二液型発泡体粒子すなわちポリアフロン5である。これらの少数の初期ポリアフロン5がいったん生成されると、それらは次に、より多くのポリアフロン5のさらなる形成のために追加表面を与える。

【0035】

図2を参照すると、簡単な小規模生産装置が示されている。垂直軸7を含むインペラを含むピーカー6が備えられ、そこにフラットブレードインペラ8が取り付けられている。インペラブレード8は、容器6内での液体の攪拌を補助する複数の穴9を備えている。インペラ7の軸は、可変速度モータ(図示せず)に付けられている。油の容器6への導入のための油導入ノズル10が示されている。油は二液型発泡体の製造中、少なくとも最初は滴下して添加される。

【0036】

図3は通例、化粧品の製造で利用される種類の、さらに高度な混合装置を示す。製造容器11は、中空軸13周囲を回転する主回転パドル12を装備している。回転パドル12は、パドルの外部フレーム15に付けられた複数のブレード14を持つ。噛み合い反回転パドル16は、回転パドル12の中空軸13を通じて延伸する軸17に付けられている。パドル16は、回転パドル12のブレード14間を水平に延伸する複数のブレード18を持つ。容器11への油の導入のための油導入ノズル19が示されている。

【 0 0 3 7 】

通例、容器底部に局局限定された高剪断混合能力を有する装置を図 3 に示す。これは二液型発泡体の実際の生産には必要ないが、異常に小さい粒径が要求されるときに、二液型発泡体粒径を縮小するために使用できる。

【 0 0 3 8 】

適切な混合構造を選択するための主な基準を以下に詳説する。

【 0 0 3 9 】

二液型発泡体は、式 1 に詳説するクロスモデルに適合し、粒径が縮小するにつれ、または内部相体積分率が上昇するにつれさらに顕著となる、非ニュートン（高い低剪断粘度および減粘）レオロジーを示す。

【 0 0 4 0 】

【 数 2 】

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{1 + (K\gamma)^m} \text{Pas}$$

式中、

η = 粘度 / P a ・ s

η_0 = 制限低剪断粘度 / P a ・ s (8 . 3 2 2)

η_{∞} = 制限高剪断粘度 / P a ・ s (0 . 0 5 5 7 9)

K = サンプル定数 / s (0 . 9 2 3 8)

m = 材料の累乗低指数 (0 . 8 4 4 9)

γ = 剪断速度 / s

カッコ内の数値は、実施例 1 に適用した場合のパラメータに関する。

【 0 0 4 1 】

これは、実施例 1 に従って調製した二液型発泡体の二液型発泡体粘度特性を示すグラフである、図 4 に示す。

【 0 0 4 2 】

製造プロセスに適した装置を決定する場合に考慮すべきなのが、この特性である。インペラによって混合された場合にこれらの特性を持つすべての流体と同様に、二液型発泡体の粘度または流動は、インペラ周囲の液体の「空洞」への有用な流れを制限するインペラからの距離とともに、迅速に低下するであろう。図 5 に示す、生成物の均質化のために異なるインペラ速度を用いた実施例 1 の手順に従って調製した二液型発泡体の粒径、およびそれゆえ二液型発泡体の特性は、製造中に加えられた剪断に依存し、均質な生成物とするためには、生成物の全量に同一の条件を加える必要がある。混合エネルギーの投入量が局局限定領域に制限されている場合、混合容器内の生成物全体の完全な混合を提供するために、十分な流動を与えるエネルギーの高い投入量がこの時点で必要となるであろう。この高剪断投入量は、二液型発泡体粒径の縮小および減粘 / 塑性レオロジー作用の増大を引き起こし、それがさらに流動「空洞」のサイズを縮小し、プロセスの制御の結果として生じた損失によって状況を悪化させる。したがって混合エネルギーの投入量は理想的には、二液型発泡体の全体に加えられるべきであり、あるいは容器の小領域に局局限定される場合は、均質な生成物を得るために、この領域を通じて二液型発泡体の全量を循環させる補助の低剪断撹拌が必要となるであろう。この二次混合は、必然的に局局限定混合よりも低い剪断速度、または局局限定混合は冗長かつ不要となるであろう。

【 0 0 4 3 】

本発明を、以下の実施例に関連してさらに説明する。

【 実施例 1 】

【 0 0 4 4 】

油相

重量 / 重量 %

10

20

30

40

50

鉱油	89.10
C ₁₂₋₁₃ Parath-3	0.90
<u>水相</u>	
脱塩水	9.80
ナトリウムラウリルエーテル	
サルフェート(2EO)	0.10
保存料	0.10
サンプルサイズ	30g

調製

水相を均質になるまで予備混合し、内径67mmの250mlスクワットビーカーに入れた。水相を攪拌するために直径55mmの4ブレード軸流インペラをビーカー内に下げて、インペラが空気/液体界面を遮断するようにして、200r.p.mにて回転させた。1箇所での油添加を用いて、油相を最初は5.4g・分⁻¹の速度にて滴下して添加した。油添加速度は30秒後に24.3g・分⁻¹まで上昇させて、その速度でさらに1分間継続させた。生成物を均質化するために、攪拌をさらに20分間継続させた。

10

【0045】

サンプルサイズ分布(マイクロメートル)

d(0.1)	17.96
d(0.5)	26.07
d(0.9)	37.30

20

【実施例2】

【0046】

<u>油相</u>	<u>重量/重量%</u>
ディーゼル燃料	80.00

<u>水相</u>	
エタノール	13.3
脱塩水	5.7
Croduret 50	1.00
サンプルサイズ	50g

30

調製

水相を均質になるまで予備混合し、内径67mmの250mlスクワットビーカーに入れた。水相を攪拌するために直径55mmの4ブレード軸流インペラをビーカー内に下げて、インペラが空気/液体界面を遮断するようにして、200r.p.mにて回転させた。1箇所での油添加を用いて、油相を最初は0.8g・分⁻¹の速度にて滴下して添加した。油添加速度は5分後に2.4g・分⁻¹まで上昇させて、その速度でさらに15分間継続させた。生成物を均質化するために、攪拌をさらに20分間継続させた。

【0047】

サンプルサイズ分布(マイクロメートル)

d(0.1)	8.79
d(0.5)	13.60
d(0.9)	20.99

40

【実施例3】

【0048】

<u>油相</u>	<u>重量/重量%</u>
ディーゼル燃料	80.00

<u>水相</u>	
エタノール	13.3
脱塩水	5.7

50

C r o d u r e t 5 0 1 . 0 0
 サンプルサイズ 1 5 0 0 g

調製

水相を均質になるまで予備混合し、内径 1 2 3 m m の 2 . 0 l スクワットビーカーに入れた。水相を攪拌するために直径 1 0 0 m m のフラットブレードインペラをビーカー内に下げて、インペラが空気 / 液体界面を遮断するようにして、1 1 0 r . p . m にて回転させた。1 箇所での油添加を用いて、油相を最初は 1 0 . 0 8 g ・分⁻¹ の速度にて滴下して添加した。油添加速度は 5 分後に 7 6 . 6 4 g ・分⁻¹ まで上昇させて、その速度でさらに 1 5 分間継続させた。生成物を均質化するために、攪拌をさらに 2 0 分間継続させた。

10

【 0 0 4 9 】

サンプルサイズ分布 (マイクロメートル)

d (0 . 1) 1 0 . 3 3
 d (0 . 5) 1 8 . 7 5
 d (0 . 9) 3 2 . 7 8

【 実施例 4 】

【 0 0 5 0 】

<u>油相</u>	<u>重量 / 重量 %</u>
ディーゼル燃料	8 0 . 0 0

20

<u>極性相</u>	
メタノール / 水 (9 6 % / 4 % 混合物)	1 9 . 0 0
C r o d u r e t 5 0	1 . 0 0
サンプルサイズ 5 0 g	

調製

極性相を均質になるまで予備混合し、内径 6 7 m m の 2 5 0 m l スクワットビーカーに入れた。水相を攪拌するために直径 5 5 m m の 4 ブレード軸流インペラをビーカー内に下げて、インペラが空気 / 液体界面を遮断するようにして、2 0 0 r . p . m にて回転させた。1 箇所での油添加を用いて、油相を最初は 0 . 8 g ・分⁻¹ の速度にて滴下して添加した。油添加速度は 5 分後に 2 . 4 g ・分⁻¹ まで上昇させて、その速度でさらに 1 5 分間継続させた。生成物を均質化するために、攪拌をさらに 2 0 分間継続させた。

30

【 0 0 5 1 】

サンプルサイズ分布 (マイクロメートル)

d (0 . 1) 1 6 . 6 7
 d (0 . 5) 2 8 . 5 5
 d (0 . 9) 4 7 . 4 2

【 実施例 5 】

【 0 0 5 2 】

<u>油相</u>	<u>重量 / 重量 %</u>
ディーゼル燃料	8 0 . 0 0

40

<u>水相</u>	
エチレングリコール	1 7 . 1 0
脱塩水	1 . 9 0
C r o d u r e t 5 0	1 . 0 0
サンプルサイズ 5 0 g	

調製

水相を均質になるまで予備混合し、内径 6 7 m m の 2 5 0 m l スクワットビーカーに入れた。水相を攪拌するために直径 5 5 m m の 4 ブレード軸流インペラをビーカー内に下げて、インペラが空気 / 液体界面を遮断するようにして、2 0 0 r . p . m にて回転させた

50

。1箇所での油添加を用いて、油相を最初は $0.8 \text{ g} \cdot \text{分}^{-1}$ の速度にて滴下して添加した。油添加速度は5分後に $2.4 \text{ g} \cdot \text{分}^{-1}$ まで上昇させて、その速度でさらに15分間継続させた。生成物を均質化するために、攪拌をさらに20分間継続させた。

【0053】

サンプルサイズ分布 (マイクロメートル)

d (0 . 1) 8 . 7 9

d (0 . 5) 1 3 . 6 0

d (0 . 9) 2 0 . 9 9

【実施例6】

【0054】

10

<u>油相</u>		<u>重量 / 重量 %</u>
Finalan	75 (ケロシン)	80.00

<u>水相</u>		
エチレングリコール		13.30
脱塩水		5.70
Croduret	50	1.00
サンプルサイズ	50 g	

調製

水相を均質になるまで予備混合し、内径67mmの250mlスクワットビーカーに入れた。水相を攪拌するために直径55mmの4ブレード軸流インペラをビーカー内に下げて、インペラが空気/液体界面を遮断するようにして、200r.p.mにて回転させた。1箇所での油添加を用いて、油相を最初は $0.8 \text{ g} \cdot \text{分}^{-1}$ の速度にて滴下して添加した。油添加速度は5分後に $2.4 \text{ g} \cdot \text{分}^{-1}$ まで上昇させて、その速度でさらに15分間継続させた。生成物を均質化するために、攪拌をさらに20分間継続させた。

20

【0055】

サンプルサイズ分布 (マイクロメートル)

d (0 . 1) 8 . 4 3

d (0 . 5) 1 3 . 7 3

d (0 . 9) 2 2 . 2 9

30

【実施例7】

【0056】

<u>油相</u>		<u>重量 / 重量 %</u>
ジメチコン	100 cps	89.10
C ₁₂₋₁₃	Parath-3	0.90

<u>水相</u>		
脱塩水		9.80
ナトリウムラウリルエーテル		
サルフェート (2EO)		0.10
保存料		0.10
サンプルサイズ	30 g	

40

調製

水相を均質になるまで予備混合し、内径67mmの250mlスクワットビーカーに入れた。水相を攪拌するために直径55mmの4ブレード軸流インペラをビーカー内に下げて、インペラが空気/液体界面を遮断するようにして、200r.p.mにて回転させた。1箇所での油添加を用いて、油相を $13.5 \text{ g} \cdot \text{分}^{-1}$ の速度にて2分間にわたって滴下して添加した。生成物を均質化するために、攪拌をさらに20分間継続させた。

【0057】

サンプルサイズ分布 (マイクロメートル)

50

d (0 . 1)	5 . 1 6
d (0 . 5)	9 . 1 5
d (0 . 9)	1 4 . 8 1

【実施例 8】

【0058】

油相	重量 / 重量 %
カプリン / カプリルトリグリセリド	89 . 10
C ₁₂₋₁₃ Par eth - 3	0 . 90

水相	
脱塩水	9 . 80
ナトリウムラウリルエーテル	
サルフェート (2 E O)	0 . 10
保存料	0 . 10
サンプルサイズ	30 g

10

調製

水相を均質になるまで予備混合し、内径 67 mm の 250 ml スクワットピーカーに入れた。水相を攪拌するために直径 55 mm の 4 ブレード軸流インペラをピーカー内に下げて、インペラが空気 / 液体界面を遮断するようにして、200 r . p . m にて回転させた。1 箇所での油添加を用いて、油相を 5 . 4 g ・ 分⁻¹ の速度にて 5 分間にわたって滴下して添加した。生成物を均質化するために、攪拌をさらに 20 分間継続させた。

20

【0059】

サンプルサイズ分布 (マイクロメートル)	
d (0 . 1)	59 . 31
d (0 . 5)	84 . 38
d (0 . 9)	119 . 76

【実施例 9】

【0060】

油相	重量 / 重量 %
芳香剤	89 . 10
O l e t h - 10	0 . 45
E t o c a s 25	0 . 45

30

水相	
脱塩水	9 . 80
ポリソルベート 20	0 . 10
保存料	0 . 10
サンプルサイズ	30 g

調製

水相を均質になるまで予備混合し、内径 67 mm の 250 ml スクワットピーカーに入れた。水相を攪拌するために直径 55 mm の 4 ブレード軸流インペラをピーカー内に下げて、インペラが空気 / 液体界面を遮断するようにして、200 r . p . m にて回転させた。1 箇所での油添加を用いて、油相を 2 . 7 g ・ 分⁻¹ の速度にて 10 分間にわたって滴下して添加した。生成物を均質化するために、攪拌をさらに 15 分間継続させた。

40

【0061】

サンプルサイズ分布 (マイクロメートル)	
d (0 . 1)	5 . 6 5
d (0 . 5)	1 0 . 6 0
d (0 . 9)	1 9 . 1 5

【実施例 10】

50

【 0 0 6 2 】

<u>油相</u>		<u>重量 / 重量 %</u>
鉱油		9 0 . 0 0
C ₁₂₋₁₃ Parath-3		1 . 0 0
<u>水相</u>		
脱塩水		9 . 9
保存料		0 . 1 0
サンプルサイズ	3 0 g	

調製

10

水相を均質になるまで予備混合し、内径 6 7 mm の 2 5 0 m l スクワットビーカーに入れた。水相を攪拌するために直径 5 5 mm の 4 ブレード軸流インペラをビーカー内に下げて、インペラが空気 / 液体界面を遮断するようにして、2 0 0 r . p . m にて回転させた。1 箇所での油添加を用いて、油相を 9 . 0 g ・ 分⁻¹ の速度にて 3 分間にわたって滴下して添加した。生成物を均質化するために、攪拌をさらに 2 0 分間継続させた。

【 0 0 6 3 】

サンプルサイズ分布 (マイクロメートル)	
d (0 . 1)	1 6 . 1 7
d (0 . 5)	2 3 . 5 0
d (0 . 9)	3 3 . 8 4

20

Croduret 50 は、Croda Chemicals Limited より入手可能な水素添加ヒマシ油 / ポリエチレングリコール付加物の商標名であり、添字 50 は、ポリエチレンオキシド鎖中のエチレンオキシド基の数を指す。

【 0 0 6 4 】

Etocas 25 は、Croda Limited から入手可能なヒマシ油 / ポリエチレングリコール付加物の商標名であり、添字 25 は、ポリエチレンオキシド鎖中のエチレンオキシド基の数を指す。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 6 5 】

【図 1 a】二液型発泡体が本発明の方法を用いて形成される方法を図式的に示す。

30

【図 1 b】同上

【図 1 c】同上

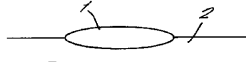
【図 2】二液型発泡体の生産のための簡単な装置を図式的に示す。

【図 3】さらに複雑な混合装置を図式的に示す。

【図 4】実施例 1 に従って調製した二液型発泡体の粘度特性を示すグラフである。

【図 5】実施例 1 に従って調製した二液型発泡体の二液型発泡体粒径に対するインペラ速度の効果を示す。

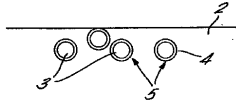
【図 1 a】
FIG. 1a.



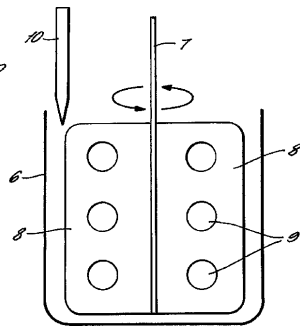
【図 1 b】
FIG. 1b.



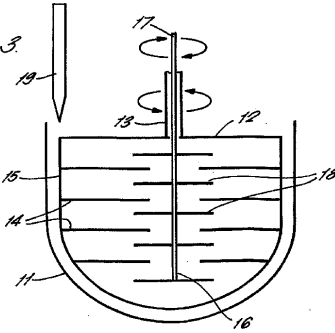
【図 1 c】
FIG. 1c.



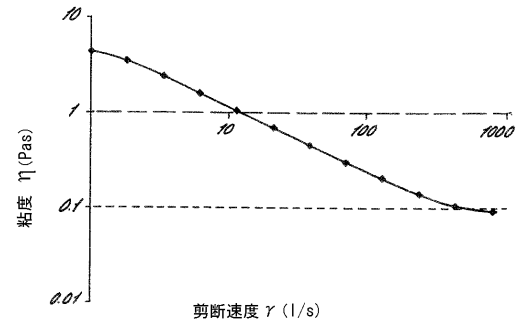
【図 2】
FIG. 2.



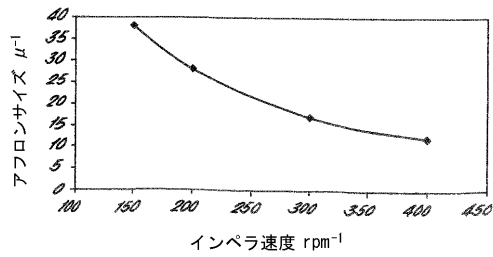
【図 3】
FIG. 3.



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

(72)発明者 フィーラー・デレック・アルフレッド
イギリス国 サリー アールエイチ5 4アールジェー ドーキング ペアー グリーン メイベ
ル クローズ 3

審査官 福井 美穂

(56)参考文献 米国特許第04486333(US, A)
特表2001-511466(JP, A)
特表2002-502361(JP, A)
国際公開第01/062214(WO, A1)
米国特許第06054319(US, A)
特表平09-507692(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B01J 13、C09K 3