

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2016-511645

(P2016-511645A)

(43) 公表日 平成28年4月21日(2016.4.21)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
A 6 1 L 2/28 (2006.01)	A 6 1 L 2/28	4 C 0 5 8
A 6 1 L 2/07 (2006.01)	A 6 1 L 2/07	4 F 1 0 0
B 3 2 B 27/00 (2006.01)	B 3 2 B 27/00 M	4 J 0 0 2
C 0 8 L 83/04 (2006.01)	B 3 2 B 27/00 1 0 1	
	C 0 8 L 83/04	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 24 頁)		

(21) 出願番号 特願2015-550789 (P2015-550789)
 (86) (22) 出願日 平成25年12月27日 (2013.12.27)
 (85) 翻訳文提出日 平成27年6月30日 (2015.6.30)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2013/077941
 (87) 国際公開番号 W02014/106020
 (87) 国際公開日 平成26年7月3日 (2014.7.3)
 (31) 優先権主張番号 201210592800.8
 (32) 優先日 平成24年12月31日 (2012.12.31)
 (33) 優先権主張国 中国 (CN)

(71) 出願人 505005049
 スリーエム イノベイティブ プロパティ
 ズ カンパニー
 アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3
 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オ
 フィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエ
 ム センター
 (74) 代理人 100099759
 弁理士 青木 篤
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敬
 (74) 代理人 100087413
 弁理士 古賀 哲次
 (74) 代理人 100128495
 弁理士 出野 知

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 化学的インジケータ組成物、オートクレーブテープ、及びオートクレーブテープの調製方法

(57) 【要約】

本発明は、化学的インジケータ組成物、化学的インジケータ組成物を利用したオートクレーブテープ、及びオートクレーブテープの調製方法に関する。本発明の化学的インジケータ組成物は、インジケータ、有機シリコン改質ポリマー、及び溶媒を含み、インジケータは、ビスマス化合物、イオウ供給源、及び高温にて蒸気に曝されたときにアルカリ条件を生成可能な化合物を含む。化学的インジケータ組成物は、接着テープの非接着表面上に直接コーティングされ得るため、オートクレーブテープの調製を1つの工程で遂行することが可能になっている。

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

化学的インジケータ組成物であって、
インジケータと、
有機シリコン改質ポリマーと、
溶媒と、
を含み、

前記インジケータが、ビスマス化合物、イオウ供給源、及び高温にて蒸気に曝されたときにアルカリ条件を生成可能な化合物を含む、化学的インジケータ組成物。

【請求項 2】

前記化学的インジケータ組成物がフィルム形成樹脂を更に含む、請求項 1 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 3】

前記有機シリコン改質ポリマーの量が、前記有機シリコン改質ポリマー及び前記フィルム形成樹脂の総重量の 1 % 以上である、請求項 2 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 4】

前記有機シリコン改質ポリマーの量が、前記有機シリコン改質ポリマー及び前記フィルム形成樹脂の総重量の 5 % 以上である、請求項 2 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 5】

前記有機シリコン改質ポリマーの量が、前記有機シリコン改質ポリマー及び前記フィルム形成樹脂の総重量の 10 % 以上である、請求項 2 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 6】

前記インジケータと前記有機シリコン改質ポリマーとの重量比が、4 : 1 以下である、請求項 1 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 7】

前記インジケータと前記有機シリコン改質ポリマーとの重量比が、3 : 1 以下である、請求項 6 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 8】

前記インジケータと前記有機シリコン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂との重量比が、4 : 1 以下である、請求項 2 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 9】

前記インジケータと前記有機シリコン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂との重量比が、3 : 1 以下である、請求項 8 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 10】

前記ビスマス化合物、前記イオウ供給源、及び高温にて蒸気に曝されたときにアルカリ条件を生成可能な前記化合物の重量比が、(1 ~ 8) : (2 ~ 20) : (2 ~ 20) である、請求項 1 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 11】

前記ビスマス化合物、前記イオウ供給源、及び高温にて蒸気に曝されたときにアルカリ条件を生成可能な前記化合物の重量比が、(2 ~ 7) : (3 ~ 18) : (3 ~ 18) である、請求項 10 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 12】

前記ビスマス化合物が、次サリチル酸ビスマス、酸化ビスマス、又は 2 ~ 20 個の炭素原子を有する少なくとも 1 つの有機基を含むビスマス化合物からなる群から選択される、請求項 1 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 13】

前記イオウ供給源が、単体イオウ、硫化染料、イオウ色素、又はチオ尿素系化合物から

10

20

30

40

50

なる群から選択される、請求項 1 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 1 4】

前記チオ尿素系化合物が、2 - メトキシフェニルチオ尿素、1 - アリル - 2 - チオ尿素、メチルチオ尿素、エチルチオ尿素、及びアニリノチオ尿素からなる群から選択される、請求項 1 3 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 1 5】

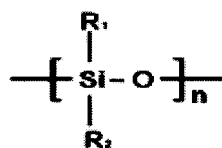
高温にて蒸気に曝されたときにアルカリ条件を生成可能な前記化合物が、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸リチウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、重炭酸カリウム、及び重炭酸ナトリウムからなる群から選択される、請求項 1 に記載の化学的インジケータ組成物。

10

【請求項 1 6】

前記有機シリコン改質ポリマーが、前記ポリマー鎖にブロック化されている又はグラフトされているシリコン断片を含み、前記シリコン断片が次式：

【化 1】



20

(式中、 R_1 及び R_2 はそれぞれ 1 ~ 10 個の炭素原子を有するアルキル基、アリール基、アルカリル基又はフルオロ置換アルキル基であり、 n は 1 を超えかつ 10000 未満の整数である) で表される、請求項 1 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 1 7】

前記有機シリコン改質ポリマーが、有機シリコン改質ポリウレタン、有機シリコン改質アクリル樹脂、有機シリコン改質ポリエステル、有機シリコン改質ポリエーテル、及び有機シリコン改質コポリマーからなる群から選択される、請求項 1 6 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 1 8】

前記有機シリコン改質コポリマーが、有機シリコン改質アクリルポリウレタン及び有機シリコン改質スチレン - アクリル樹脂からなる群から選択される、請求項 1 7 に記載の化学的インジケータ組成物。

30

【請求項 1 9】

前記フィルム形成樹脂が、ニトロセルロース、ポリウレタン、ポリ塩化ビニル樹脂、アクリル樹脂、ポリビニルブチラル、及びエチルセルロースからなる群から選択される、請求項 2 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 2 0】

前記フィルム形成樹脂が、60 より高いガラス転移温度を有する、請求項 2 に記載の化学的インジケータ組成物。

40

【請求項 2 1】

前記溶媒が、ベンゼン溶媒、アルコール溶媒、ケトン溶媒、及びエステル溶媒からなる群から選択される、請求項 1 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 2 2】

オートクレーブインジケータとして用いられる、請求項 1 に記載の化学的インジケータ組成物。

【請求項 2 3】

接着テープと、前記接着テープの非接着表面上にコーティングされた請求項 1 に記載の化学的インジケータ組成物と、を含む、オートクレーブテープ。

【請求項 2 4】

50

前記接着テープが感圧接着剤テープである、請求項 2 3 に記載のオートクレープテープ。

【請求項 2 5】

前記接着テープが前記非接着表面上に剥離層を有する、請求項 2 3 に記載のオートクレープテープ。

【請求項 2 6】

前記接着テープの前記非接着表面に請求項 1 に記載の化学的インジケータ組成物を直接適用する工程を含む、オートクレープテープの調製方法。

【請求項 2 7】

前記接着テープが前記非接着表面上に剥離層を有する、請求項 2 6 に記載のオートクレープテープの調製方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、化学的インジケータ組成物、オートクレープインジケータ及びその使用に関し、具体的には、化学的インジケータ組成物、その化学的インジケータ組成物を利用したオートクレープテープ、並びにそのオートクレープテープの調製方法に関する。

【背景技術】

【0002】

高圧蒸気滅菌 (steam autoclaving) は、最も一般に普及している滅菌方法の 1 つであり、病院及びクリニックにおける通常の殺菌操作で広範に使用されている。現在、滅菌中に蒸気の検出に使用される化学インジケータは通常、カード、バー、テープ、及びこれらに類するものの形に作られる。オートクレープテープは、滅菌対象の材料パッケージを密封するため、材料パッケージがオートクレープされたかどうかを示すため、及びオートクレープ材料パッケージとオートクレープされていない材料パッケージとの間の混乱を回避するために、一般的に使用されている。

【0003】

オートクレープテープは通常、インジケータを含む感圧接着剤テープから製造される。このプロセスは米国特許第 2, 889, 799 号に記載されており、この特許においては、主に 2 つの方法、1) 多孔質の紙を、注入及び乾燥処理後にインジケータと感圧接着剤とで別個にコーティングする方法、2) 多孔質の紙を、指標染料 (油溶性アゾサーモクロミック染料) に含浸した後、剥離剤と感圧接着剤とで別個にコーティングする方法が言及されていた。それ以後、不溶性の多価金属 (例えば、鉛、銅、コバルト、ニッケル、ビスマス、又はカドミウム) 化合物のような有機インジケータ; チアゾール - アゾ系染料のような有機インジケータ; ニトロセルロース、ビニル樹脂、アクリル樹脂、フェノール樹脂のようなバインダ系を具備する化学指標系 (米国特許第 3, 360, 338 号、同第 3, 471, 422 号、同第 5, 057, 433 号、同第 5, 064, 576 号、同第 5, 916, 816 号、中国特許出願公開第 1396451A 号、同第 101481727A 号などを参照) の開発に焦点を置いた研究が増加しているが、オートクレープテープの製造プロセスは依然として、専ら上述の 2 つの方法に従っている。

【0004】

一般的に、上に挙げられている第 1 の方法では、溶媒が蒸発した後、感圧接着剤とインジケータ組成物との間での直接的な接触により、巻き戻し中に、結果のオートクレープテープにおいてインジケータ組成物が感圧接着剤に移送されることがよくあり、結果として、感圧接着剤上のインジケータ組成物がラップに移送され、故に、二次汚染が引き起こされる可能性もある。とりわけ、多価金属化合物系インジケータ組成物 (例えば、鉛を含有するもの) を使用している場合は、潜在的に安全上の問題が存在する可能性がある。インジケータが接着剤に移送されるという問題を解決する目的で、感圧接着剤の接着強さを緩和し得る。しかしながら、事実上、接着力の低いオートクレープテープを使用すると、結果として滅菌中にパッケージが密封されなくなる場合があり、それ故、微生物による汚染

10

20

30

40

50

のリスクが増大する。したがって、オートクレーブテープがパッケージに十分接着力するようにし、かつ、インジケータ組成物の移送を防ぐ目的で、上に挙げられている第2のオートクレーブテープの調製方法は、3つのコーティング層、即ち、含浸した層、樹脂保護層、及び剥離層を利用してインジケータ組成物を保護することを含む。そのような方法に關与するプロセスに必要とされる未加工材料が複雑でしかも大量であることは疑いないため、オートクレーブテープを調製するためのコストが嵩む。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0005】

一態様において、本開示は、接着テープの剥離表面に直接コーティングすることができる化学的インジケータ組成物を提供し、それによりオートクレーブテープが1つの工程で調製されるようにする。本発明の実施形態は、化学的インジケータ組成物を利用したオートクレーブテープ、及びオートクレーブテープの調製方法を提供する。

10

【0006】

本開示の第1の態様は、インジケータ、有機シリコン改質ポリマー、及び溶媒を含む化学的インジケータ組成物に關し、インジケータは、ビスマス化合物、イオウ供給源、及び高温にて蒸気に曝されたときにアルカリ条件を生成可能な化合物を含む。

【0007】

本開示において「化学的インジケータ組成物」とは、インジケータ、有機シリコン改質ポリマー（及び存在する場合はフィルム形成樹脂）、並びに溶媒から形成される組成物を意味する。化学的インジケータ組成物は、コーティングに使用でき、溶媒はコーティングフィルムの形成中に完全に留去される。本開示のインジケータ組成物は、オートクレーブ処理下の条件に曝されると色濃度が変化し、かつオートクレーブテープ内に含有され得る接着剤に移送されないことを特徴とする。インジケータ組成物はまた、以後保護層をコーティングする必要なしに、接着テープの剥離表面に直接コーティングされ得る。オートクレーブテープの調製プロセスは、既存の調製技術と比べて、大幅に簡略化されている。

20

【0008】

本開示の第2の態様は、本開示の第1の態様に係る化学的インジケータ組成物を含む、オートクレーブテープに關する。オートクレーブテープは、接着テープと、その接着テープの非接着表面上にコーティングされた化学的インジケータ組成物と、を含む。

30

【0009】

本開示の第3の態様は、オートクレーブテープの調製方法に關する。本方法は、接着テープの非接着表面上に化学的インジケータ組成物を直接適用する工程を含む。

【発明を実施するための形態】

【0010】

本開示の化学的インジケータ組成物は、インジケータ、有機シリコン改質ポリマー、及び溶媒を含み、インジケータは、ビスマス化合物、イオウ供給源、及び高温にて蒸気に曝されたときにアルカリ条件を生成可能な化合物を含む。

【0011】

いくつかの実施形態において、化学的インジケータ組成物はフィルム形成樹脂を更に含み、このフィルム形成樹脂としては、限定されないが、ニトロセルロース、ポリウレタン、ポリ塩化ビニル樹脂、アクリル樹脂、ポリビニルブチラル、エチルセルロースなどが挙げられる。オートクレーブテープの接着剤に対する化学的インジケータ組成物の移送が抑制されるようにするには、フィルム形成樹脂が60 超のガラス転移温度を有することが好ましい。

40

【0012】

いくつかの実施形態において、有機シリコン改質ポリマーの量は、有機シリコン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂の総重量の1%以上、好ましくは有機シリコン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂の総重量の5%以上、より好ましくは有機シリコン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂の総重量の10%以上である。

50

【 0 0 1 3 】

いくつかの実施形態において、ビスマス化合物は、2～20個の炭素原子を含む少なくとも1つの有機基を含む、次サリチル酸ビスマス、酸化ビスマス、又はビスマス化合物からなる群から選択される。イオウ供給源は、オートクレーブ処理下の条件に曝されている間、ビスマス化合物と反応するイオウを提供する物質である。イオウ供給源としては、これらに限定されないが、単体イオウ、硫化染料、イオウ色素、及びチオ尿素化合物、例えば、2-メトキシフェニルチオ尿素、1-アリル-2-チオ尿素、メチルチオ尿素、エチルチオ尿素、アニリノチオ尿素などが挙げられる。高温にて蒸気に曝されたときにアルカリ条件を生成可能な化合物は、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸リチウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、重炭酸カリウム、及び重炭酸ナトリウムから選択されるもののうちの少なくとも1つであり得る。

10

【 0 0 1 4 】

ビスマス化合物の系では、イオウ供給源、及び高温にて蒸気に曝されたときにアルカリ条件を生成可能な化合物、3つの成分の重量比は、好ましくは(1～8)：(2～20)：(2～20)、及びより好ましくは(2～7)：(3～18)：(3～18)、化学的インジケータ組成物が蒸気滅菌インジケータの機能を保有するには、クラス1のインジケータに関してISO 11140パート1に記載されている。

【 0 0 1 5 】

いくつかの実施形態において、インジケータと有機シリコン改質ポリマーとの重量比は、4：1以下、好ましくは3：1以下である。

20

【 0 0 1 6 】

いくつかの実施形態において、インジケータと有機シリコン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂との重量比は、4：1以下、好ましくは3：1以下である。

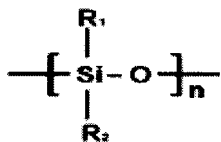
【 0 0 1 7 】

本明細書において「有機シリコン改質ポリマー」とは、ブロックされた又はポリマー鎖にグラフトされたシリコン断片を含有するポリマーを意味する。このポリマーにおいて、シリコン断片を構成するシロキサン残基は、次式で表される。

【 0 0 1 8 】

【 化 1 】

30



式中、 R_1 及び R_2 はC1～C10アルキル基、アリール基、アルカリル基、又はフルオロ置換アルキル基であり、 n は1を超えかつ10000未満の範囲の整数であり、全ポリマー中のシリコン断片の重量%は2%～98%の範囲内である。

【 0 0 1 9 】

40

使用できる有機シリコン改質ポリマーとしては、これらに限定されないが、有機シリコン改質ポリウレタン、有機シリコン改質アクリル樹脂、有機シリコン改質ポリエステル、有機シリコン改質ポリエーテル、有機シリコン改質コポリマー、例えば、有機シリコン改質アクリルポリウレタン、有機シリコン改質スチレン-アクリル樹脂などが挙げられる。これらのポリマーは市販されている。市販品としては、3M Company製のシリコンPOLYUREA溶液R23324(有機シリコン改質ポリウレタン)、Hydraer製のシリコンポリウレタン溶液8030(有機シリコン改質ポリウレタン)、Degussa製のSILIKOFTAL HTL 2(有機シリコン改質アクリル樹脂)、SILTECH CORP.製のSiltech L-10(有機シリコン改質ポリエーテル)、Dow Corning製のDOW CORNING

50

29 ADDITIVE (有機シリコン改質ポリエーテル) が挙げられる。

【0020】

有機シリコン改質ポリマーの量は、有機シリコン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂の総重量の1%以上、好ましくは有機シリコン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂の総重量の5%以上、より好ましくは有機シリコン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂の総重量の10%以上である。

【0021】

理論に束縛されるものではないが、テープの非接着表面上に指標層が形成されている間に及び形成された後に、その場で剥離層が指標層の表面上に有機シリコン改質ポリマーによって形成されるため、オートクレーブテープの巻き取り中に又は巻き戻し中に指標層と感圧接着剤との間の相互作用が軽減され得ると考えられる。結果として、接着剤へのインジケータ組成物の移送が低減される。他方、驚くべきことに、十分な量(1%以上)の有機シリコン改質ポリマーが存在すれば、接着テープ表面への(特に剥離層への)インジケータ組成物の接着が良好になり、指標層を接着テープの剥離層にしっかりと固着させ得ることもまた見出された。このことは、先行技術における如何なる化学的インジケータ組成物に関しても実証されたことがなかった。加えて、有機シリコン改質ポリマーを単独で(他のフィルム形成樹脂を用いずに)使用した場合でも、同様に卓越したフィルム形成及びその場剥離(in situ release)作用が達成され得る。

【0022】

化学的インジケータ組成物において、有機シリコン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂に適した溶媒には、従来の蒸気滅菌インジケータ組成物に用いられるものが含まれる。例として挙げられるのは、ベンゼン溶媒、アルコール溶媒、ケトン溶媒、エステル溶媒などである。溶媒はコーティングフィルムの形成中に完全に留去される。

【0023】

化学的インジケータ組成物は、分散剤、消泡剤、充填剤、色素、可塑剤、均染剤、及びこれらの組み合わせのような任意選択的な添加物を更に含み得る。添加物の種類及び内容は、実際の製品需要に従って選択され得る。

【0024】

オートクレーブ処理に用いられる接着テープの非接着表面に化学的インジケータ組成物を直接適用することによって、オートクレーブテープを得ることができる。接着テープの非接着表面とは、テープの接着剤側とは反対側の表面を意味する。非接着表面は剥離層を有する場合があり、この場合、非接着表面は剥離表面とも呼ばれる。

【0025】

使用してよい接着テープは、特に制限されない。接着テープは、高圧蒸気滅菌の条件に耐え得る限りは、如何なるものでも利用できる。操作を簡素化するため、感圧接着剤テープを使用することが好ましい。

【0026】

オートクレーブテープの調製方法は、1段階のプロセスとし得る。つまり、本発明の化学的インジケータ組成物は、接着テープの非接着表面に直接適用される。インジケータ組成物を適用する方法としては、任意のコーティング方法、好ましくはグラビア印刷又はフレキソ印刷を用いることができる。

【0027】

本開示の更なる詳細については、以下の実施例に記述する。しかしながら、本発明の範囲は、これらの具体的な実施例だけに限定されない。

【実施例】

【0028】

本発明の化学的インジケータ組成物の調製に使用された必須成分材料の名称、機能、化学的構造及び供給元は、表1に記載してある。

【0029】

【表 1】

表 1 : 材料の要約

成分	機能	化学的構造	供給元
酢酸 n-プロピル	溶媒	酢酸 n-プロピル	Sinopharm Chemical Reagent (China)
n-プロパノール	溶媒	n-プロパノール	Sinopharm Chemical Reagent (China)
Elvacite 2008	フィルム形成樹脂	アクリル樹脂	Lucite International China
EC-N4	フィルム形成樹脂	エチルセルロース	Connelbros (China)
ASJ	フィルム形成樹脂	アクリル樹脂 (50 重量% 溶液)	Sichuan GuoHe new material Ltd. (China)
Solbin A	フィルム形成樹脂	ポリ塩化ビニル	NISSINCHEMICAL INDUSTRY Co., Ltd. JP
Pioloform BL16	フィルム形成樹脂	ポリビニルブチラール	Kuraray International Trading (Shanghai) Co., Ltd. (China)
シリコーン PU 溶液 8030	有機シリコーン改質ポリマー	シリコーン改質ポリウレタン (30 重量% の n-プロパノール溶液)	Hydraer polymer material co. (USA)
Siltech L-10	有機シリコーン改質ポリマー	シリコーン改質ポリエーテル	SILTECH CORP. (Canada)
AK 500	シリコーンオイル	ジメチルシリコーンオイル	Wacker chemistry (China) LTD.
次サリチル酸ビスマス	ビスマス化合物	次サリチル酸ビスマス	Alfa Aesar chemistry (Tianjin) LTD.
イオウ	イオウ供給源	イオウ (素成分、99.5%)	Shanghai Pei Xing Company
イオウ・ライトイエロー-G	イオウ供給源	イオウ・ライトイエロー-G	Shanghai M-COLOURS Industry Co., LTD (China)
炭酸リチウム	蒸気に曝されたときにアルカリ状態を生成可能な化合物	炭酸リチウム	Shanghai Pei Xing Company
炭酸ナトリウム	蒸気に曝されたときにアルカリ状態を生成可能な化合物	炭酸ナトリウム	Sinopharm Chemical Reagent (China)

【0030】

実施例 1 . 感圧接着剤テープの非接着表面に化学的インジケータ組成物を直接コーティングすることによるオートクレープテープ製造の実現可能性

- 化学的インジケータ組成物の調製

10

20

30

40

50

表 2 に示す製剤に準じてインジケータ組成物を調製し、ガラスジャー内のジルコニウムビーズを使用して 48 時間研削した。

【 0 0 3 1 】

【 表 2 】

表 2 : 製剤

製剤	CF1	F2	CF3	CF4	F5	CF6	F7	F8	CF9	F10	CF11
次サリチル酸ビスマス	6	6	6	6	6	6	6	4.9	6	6	4.4
イオウ	3	3	6	6	6	3	3	12.2	3	3	11
炭酸リチウム	12	12	12	12	12	12	12	4.9	12	12	4.4
炭酸ナトリウム	—	—	1.5	—	—	—	—	0.9	—	—	—
EC-N4	7	7	—	—	—	—	—	—	—	—	—
ELVACITE 2008	—	—	15	—	—	—	—	—	—	—	—
ASJ	—	—	—	16	16	—	—	—	—	—	—
Solbin A樹脂	—	—	—	—	—	8	8	9	—	—	—
Pioloform BL16	—	—	—	—	—	—	—	—	12	11.4	11.4
シリコンPU溶液8030	—	2	—	—	2	—	2	—	—	2	—
Siltech L-10	—	—	—	—	—	—	—	0.9	—	—	—
AK 500	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.6
n-プロパノール	72	70	25	60	58	—	31	—	67	65.6	68.2
酢酸n-プロピル	—	—	34.5	—	—	71	40	67.2	—	—	—
合計	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100

注記：本開示の製剤 2、5、7、8、及び 10 は F として同定され、比較用製剤 1、3、4、6、9、及び 11 は CF として同定される。

【 0 0 3 2 】

10

20

30

40

50

- 化学インジケータ（オートクレーブテープ）の調製

3 Green Bar (R K Print - Coat Instruments Ltd. (UK) から市販されているもの) を使用して、2 つの異なるマス킹テープ（「2 2 1 3」又は「2 2 1 8」として市販されている 3 M (China) 製）の非感圧接着剤表面上にインジケータ組成物をコーティングした。コーティングされたインジケータ組成物をオープンで 5 4 にて 1 分間乾燥させた。

【 0 0 3 3 】

- オートクレーブテープ上のインジケータ組成物を感圧接着剤に移送する試験

マス킹テープの感圧接着剤がオートクレーブテープ上のインジケータ組成物に直接接触するように、オートクレーブテープの指標表面をマス킹テープ（マス킹テープ「2 2 1 3」）と重ね合わせた。次いで、2 5 K P a の圧力にてテープを締め金で締着させて、5 4 に保持した。1 日又は 7 日後に、マス킹テープをオートクレーブテープから剥離させて、1 3 4 にて 2 分間滅菌させた。その後、マス킹テープの感圧接着剤に移送されたインジケータ組成物が存在するかどうかの試験を行った（移送されたインジケータ組成物（存在する場合）は、滅菌条件の下で暗色化する）。結果は、1（インジケータ組成物の移送率が 1 0 0 % ）、1 . 5（インジケータ組成物の移送率が約 8 7 . 5 % ）、2（インジケータ組成物の移送率が約 7 5 % ）、2 . 5（インジケータ組成物の移送率が約 6 2 . 5 % ）、3（インジケータ組成物の移送率が約 5 0 % ）、3 . 5（インジケータ組成物の移送率が約 3 7 . 5 % ）、4（インジケータ組成物の移送率が約 2 5 % ）、4 . 5（インジケータ組成物の移送率が約 1 2 . 5 % ）、又は 5（インジケータ組成物の移送率が 0 % ）として得点付けし、表 3 A に要約した。

10

20

【 0 0 3 4 】

【表 3】

表 3 A : 結果

製剤のリスト	有機シリコーン改質ポリマー	他の樹脂	1日	7日
CF 1	N/A	EC-N4	2	N/A
F 2	シリコーンPU溶液8030	EC-N4	4	4
CF 3	N/A	ELVACITE 2008	1. 5	N/A
CF 4	N/A	ASJ	2. 5	N/A
F 5	シリコーンPU溶液8030	ASJ	4. 5	4. 5
CF 6	N/A	Solbin A樹脂	2. 5	N/A
F 7	シリコーンPU溶液8030	Solbin A樹脂	5	N/A
F 8	Siltech L-10	Solbin A樹脂	5	N/A
CF 9	N/A	Pioloform BL16	2	N/A
F 10	シリコーンPU溶液8030	Pioloform BL16	4. 5	N/A
CF 11	AK 500	Pioloform BL16	2	N/A

注記：製剤CF 1、3、4、6、9、及び11は、比較用製剤である。

10

20

30

40

【0035】

表 3 A は、感圧接着剤に対するインジケータ組成物の移送に関して、様々なフィルム形成樹脂系における試験結果を示したものである。エチルセルローズ系では、比較用製剤 CF 1（シリコーン改質ポリウレタンが添加されていないもの）においてインジケータ組成物の移送が顕著になった一方、製剤 F 2（シリコーン改質ポリウレタンが添加されたもの）は 1 ないし 7 日後に移送がほとんどなかったことを示した。アクリル系では、また驚くべきことに、アクリル樹脂系比較用製剤 CF 3 及び CF 4 に対してインジケータ組成物がほぼ完全に移送された一方、シリコーン改質ポリウレタンが添加された製剤 F 5 は、移送作用が劇的に低減したことを示した。ポリ塩化ビニル系では、比較用製剤 CF 6（有機シリコーン改質ポリウレタン又は有機シリコーン改質ポリエーテルが添加されていないもの

50

）は、著しいインジケータ組成物の移送を示した。対照的に、有機シリコーン改質ポリウレタン又は有機シリコーン改質ポリエーテルを含んだ製剤 F 7 及び F 8 に対しては、ほとんど移送がなかった。ポリビニルブチラル系では、比較用製剤 C F 9（有機シリコーン改質ポリウレタンが添加されていないもの）は、著しい移送を示した。対照的に、有機シリコーン改質ポリウレタンを含んだ製剤 F 1 0 に対しては、ほとんど移送がなかった。驚くべきことに、ジメチルシリコーンオイルのみを添加した製剤 C F 1 1 はまた、比較的著しい移送を示した。

【 0 0 3 6 】

- インジケータ組成物の剥離力試験

約 1 0 c m の長さのオートクレープテープを、I M A S S 剥離力試験機のプラットフォームに付着させ、次いで、マスキングテープの接着剤がオートクレープテープの指標層（指標層とは、溶媒を揮発させた後にインジケータ組成物で形成されたフィルムを意味する）に接触するように、マスキングテープ（本実施例では、マスキングテープ 2 2 1 3 又はマスキングテープ 2 2 1 8 が用いられた）にオーバーレイさせた。その後、木玉を介して、マスキングテープ及びオートクレープテープを一体に押圧した。その後、マスキングテープを一端にて締着させ、2 2 5 c m / m i n の速度にて 1 8 0 ° の角度でオートクレープテープから剥離させた。剥離力を測定して記録した（剥離力が弱いほど、表面の剥離作用が強い）。マスキングテープの層及びオートクレープテープの層の代わりに、マスキングテープの層を用いる方法に修正を施して、マスキングテープ自体の剥離表面の剥離力を測定した。結果を表 3 B、3 C、及び 3 D に示してある。

【 0 0 3 7 】

エチルセルロース（表 3 B）、ポリ塩化ビニル樹脂（表 3 C）、及びポリビニルブチラル（表 3 D）を含むインジケータ系がいずれも、有機シリコーン改質ポリマーを添加した後に、極めて明白な剥離作用が呈されたことと、マスキングテープ自体の剥離層の剥離力が更に弱まったことが観察され得る。しかも、純粋なジメチルシリコーンオイルを含むインジケータ組成物は、如何なる剥離作用もほとんど示さなかった。全ての結果は、上述の感圧接着剤にインジケータ組成物を移送した試験の結果と一貫性がある。上記の試験結果を検討すると、有機シリコーン改質ポリマーがその場剥離モードにてインジケータ組成物の移送を低減すべく機能したことが考えられる。

【 0 0 3 8 】

【表 4】

表 3 B：エチルセルロースを使用した場合のインジケータ系の結果

サンプル	剥離 (g / 2 5 mm)	
	2 2 1 8 テープ	2 2 1 3 テープ
ベーステープ	3 5 6	5 1 0
C F 1	6 9 4	9 7 0
F 2	3 6 8	4 6 0

【 0 0 3 9 】

【表 5】

表 3 B : ポリ塩化ビニルを使用した場合のインジケータ系の結果

サンプル	剥離 (g / 25 mm)	
	2218テープ	2213テープ
ベーステープ	356	510
CF 6	646	796
F 8	302	463
F 7	259	344

10

【0040】

【表 6】

表 3 C : ポリビニルブチラールを使用した場合のインジケータ系の結果

サンプル	剥離 (g / 25 mm)	
	2218テープ	2213テープ
ベーステープ	356	510
CF 9	510	727
CF 11	426	583
F 10	60	151

20

【0041】

実施例 2 . インジケータ組成物中の有機シリコーン改質ポリマー含量

- 化学的インジケータ組成物及びインジケータ (インジケータテープ) の調製

表 4 に示す製剤に準じ、インジケータ組成物及び対応するインジケータを、実施例 1 と同じ方法で調製した。

30

【0042】

【表 7】

表 4 : 製剤

製剤	比較用製剤CF1	製剤F12	製剤F2	製剤F13	製剤F14	製剤F15
次サリチル酸ビスマス	6	6	6	6	6	6
イオウ	3	3	3	3	3	3
炭酸リチウム	12	12	12	12	12	12
EC-N4	7	7	7	7	7	—
シリコーンPU溶液8030	—	1.4	2	4	6	25
n-プロパノール	72	70.6	70	68	66	54
合計	100	100	100	100	100	100
OSMP%	0	5.6	7.9	14.6	20.5	100

注記：OSMP%＝有機シリコーン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂（%）の総重量に対する有機シリコーン改質ポリマーの含量

【0043】

・オートクレーブテープ上のインジケータ組成物を感圧接着剤に移送する試験
試験方法は、実施例1と同じであった。結果を表5に示す。

【0044】

10

20

30

40

50

【表 8】

表 5 : 結果

製剤のリスト	有機シリコーン改質ポリマー	OSMP%	1 日
製剤 C F 1	シリコーン P U 溶液 8 0 3 0	0	2
製剤 F 1 2	シリコーン P U 溶液 8 0 3 0	5. 6	4
製剤 F 2	シリコーン P U 溶液 8 0 3 0	7. 9	4
製剤 F 1 3	シリコーン P U 溶液 8 0 3 0	1 4. 6	4. 5
製剤 F 1 4	シリコーン P U 溶液 8 0 3 0	2 0. 5	4. 5
製剤 F 1 5	シリコーン P U 溶液 8 0 3 0	1 0 0	5

注記：インジケータ組成物にフィルム形成樹脂が含有されない場合、有機シリコーン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂の総重量は、有機シリコーン改質ポリマー単独の重量を意味する。

【 0 0 4 5 】

表 5 は、それぞれ異なる量の有機シリコーン改質ポリマーを添加した場合に、インジケータ組成物の移送に及ぶ影響を示したものである。有機シリコーン改質ポリマーを用いた製剤は、有機シリコーン改質ポリマーを含有しなかった比較用製剤 C F 1 に比べて、移送の大幅な低減を呈したことが観察された。しかも、有機シリコーン改質ポリマーを樹脂材料として単独で使用した場合でも、なお明らかにその場 (in situ) 剥離作用を呈した。それ故、インジケータ組成物の製剤において、有機シリコーン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂の総重量に対する有機シリコーン改質ポリマーの含量は、1 % ~ 1 0 0 %、好ましくは 5 ~ 1 0 0 %、及びより好ましくは 1 0 ~ 1 0 0 % であり得る。つまり、樹脂材料は、有機シリコーン改質ポリマーのみから構成され得る。

【 0 0 4 6 】

実施例 3 . 化学的インジケータ組成物をラップに移送する試験

- 化学的インジケータ組成物及びインジケータの調製

インジケータ組成物及び対応するインジケータを、実施例 1 に用いたのと同じ方法で、表 6 に示す製剤に準じて調製した。表 6 に用いられている様々なフィルム形成樹脂のガラス転移温度は、表 7 に記載される。

【 0 0 4 7 】

【表 9】

表 6 : 製剤

成分	製剤 F 2	製剤 F 5	製剤 F 7
次サリチル酸ビスマス	6	6	6
イオウ	3	6	3
炭酸リチウム	1 2	1 2	1 2
E C - N 4	7	—	—
A S J	—	1 6	—
S o l b i n A 樹脂	—	—	8
シリコーン P U 溶液 8 0 3 0	2	2	2
n - プロパノール	7 0	5 8	3 1
酢酸 n - プロピル	—	—	4 0
合計	1 0 0	1 0 0	1 0 0

【 0 0 4 8 】

【表 10】

表 7：ガラス転移温度

樹脂材料	ガラス転移温度 (°C)
EC-N4	100超
Solbin A樹脂	76
ASJ	20

10

【0049】

- インジケータ組成物をラップに移送する試験

工程 1) オートクレーブテープを第 1 のコットンラップに付着させ、

工程 2) テープを別の (第 2 の) コットンラップで被覆し、

工程 3) ラップ付きタオルパックを第 2 のコットンラップの上に置き、

工程 4) 132 にて 6 分間滅菌を行った。

【0050】

工程 2 で使用したラップ付きタオルパックの寸法は、厚さ 10.2 cm (4 インチ) × 幅 22.9 cm (9 インチ) × 長さ 12.7 ~ 22.9 cm (5 ~ 9 インチ) であった。

【0051】

その後、第 2 のコットン布地とオートクレーブテープとの間の界面を調べて、第 2 のコットンラップの上にインジケータ組成物の移送が存在するかどうかを確認し、結果を 1 (インジケータ組成物の移送率が 100%)、1.5 (インジケータ組成物の移送率が約 87.5%)、2 (インジケータ組成物の移送率が約 75%)、2.5 (インジケータ組成物の移送率が約 62.5%)、3 (インジケータ組成物の移送率が約 50%)、3.5 (インジケータ組成物の移送率が約 37.5%)、4 (インジケータ組成物の移送率が約 25%)、4.5 (インジケータ組成物の移送率が約 12.5%)、又は 5 (インジケータ組成物の移送率が 0%) として得点付けした。結果を表 8 に要約した。

20

【0052】

【表 11】

30

表 8：結果

製剤のリスト	有機シリコン改質ポリマー	フィルム形成樹脂	結果
製剤 F2	シリコン PU 溶液 8030	EC-N4	4.5
製剤 F5	シリコン PU 溶液 8030	ASJ	2
製剤 7F	シリコン PU 溶液 8030	Solbin A樹脂	4

【0053】

40

表 8 は、フィルム形成樹脂系を使用し、ガラス転移温度を変動させて (表 7)、インジケータをラップに移送する試験の結果を示したものである。ガラス転移温度が低いほど、ラップに移送されるインジケータが多くなることが観察され得る。それ故、樹脂は、ガラス転移温度が高いほど、好ましくは 60 超では、フィルム形成樹脂として選択すべきである。

【0054】

実施例 4. インジケータと有機シリコン改質ポリマー及びインジケータ組成物中のフィルム形成樹脂の総重量との重量比

- 化学的インジケータ組成物及びインジケータ (インジケータテープ) の調製

インジケータ組成物及び対応するインジケータを、実施例 1 に用いたのと同じ方法で、

50

表 9 に示す製剤に準じて調製した。

【 0 0 5 5 】

【 表 1 2 】

表 9 : 製剤

成分	製剤 F 1 6	製剤 F 1 5	製剤 F 1 7	製剤 F 1 8	製剤 F 1 9
次サリチル酸ビスマス	8	6	6	4. 5	4. 5
イオウ	4	3	3	16. 5	16. 5
炭酸リチウム	1 6	1 2	1 2	10. 5	10. 5
炭酸ナトリウム	\	\	\	1. 5	1. 5
シリコーンPU溶液8030	2 3	2 5	3 5	\	\
S o l b i n A樹脂	\	\	\	8	1 2
S i l t e c h L-10	\	\	\	0. 9	0. 9
n-プロパノール	4 9	5 4	4 4	\	\
酢酸n-プロピル	\	\	\	58. 1	54. 1
合計	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0
I : OSMPの比	4	2. 8	2	3. 7	2. 6

I : OSMPの比=インジケータと有機シリコーン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂の総重量との重量比

注記：インジケータ組成物にフィルム形成樹脂が含有されない場合、有機シリコーン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂の総重量は、有機シリコーン改質ポリマー単独の重量を意味する。

【 0 0 5 6 】

- オートクレーブテープ上のインジケータ組成物を感圧接着剤に移送する試験

試験方法は、実施例 1 に使用したものと同一であった。試験結果を表 1 0 に示した。結果のスコアは、次の通りであった：1（インジケータ組成物の移送率が100%）、1. 5（インジケータ組成物の移送率が約87. 5%）、2（インジケータ組成物の移送率が約75%）、2. 5（インジケータ組成物の移送率が約62. 5%）、3（インジケータ組成物の移送率が約50%）、3. 5（インジケータ組成物の移送率が約37. 5%）、4（インジケータ組成物の移送率が約25%）、4. 5（インジケータ組成物の移送率が約12. 5%）、又は5（インジケータ組成物の移送率が0%）

【 0 0 5 7 】

【 表 1 3 】

表 1 0 : 結果

製剤のリスト	インジケータと有機シリコーン改質ポリマー 及びフィルム形成樹脂の重量との重量比	1 日
製剤 F 1 6	4 : 1	2. 5
製剤 F 1 5	2. 8 : 1	5
製剤 F 1 7	2 : 1	5
製剤 F 1 8	3. 7 : 1	3
製剤 F 1 9	2. 6 : 1	5

注記：インジケータ組成物にフィルム形成樹脂が含有されない場合、有機シリコーン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂の総重量は、有機シリコーン改質ポリマー単独の重量を意味する。

10

20

30

40

50

【 0 0 5 8 】

表 1 0 は、インジケータと有機シリコーン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂の総重量（有機シリコーン改質ポリマー樹脂の重量を意味する）との重量比が、インジケータ組成物の移送に及ぼす影響を示したものである。重量比を低くするとインジケータ組成物の移送が減少することが確認された。この比率が約 3 : 1 に達するとインジケータ組成物の移送が起こらなくなるのに対して、この比率が 4 : 1 を超えるとインジケータ組成物の移送が比較的顕著になる。これは、有機シリコーン改質ポリマー及びフィルム形成樹脂が必ずしも完全にインジケータ粒子を包囲できるとは限らないため（あるいは、インジケータ組成物がフィルム形成樹脂、有機シリコーン改質ポリマーを単独で含まない場合）であると推測される。それ故、オートクレープテープの場合、インジケータと樹脂との重量比は、4 : 1 未満、好ましくは 3 : 1 未満でなければならない。

10

【 0 0 5 9 】

実施例 5 . 蒸気滅菌インジケータの影響に関する試験

- 化学的インジケータ組成物及びインジケータの調製

実施例 1 に用いたのと同じ方法で、表 1 1 A に示す製剤に準じて、インジケータ組成物及び対応するインジケータを調製した。

【 0 0 6 0 】

【表 1 4】

表 1 1 A : 製剤

成分	F 2 0	F 2 1	F 2 2	F 2 3	F 2 4	F 2 5	F 2 6	F 2 7	F 2 8	F 8	F 2 9	F 3 0	F 3 1
次サリチル酸ビスマス	3	6	6	3	6	6	6	4	4. 4	4. 9	4. 4	6	1. 4 5
イオウ	9	9	6	9	6	6	3	1 3	1 1	1 2. 2	1 1	—	1 2. 2
イオウ・ライト	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	3	—
イエロー-G	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
炭酸リチウム	1 2	1 2	1 2	1 5	9	1 5	1 2	8. 7	4. 4	4. 9	4. 4	1 2	4. 9
炭酸ナトリウム	—	—	—	—	—	—	—	1. 5	0. 8	0. 9	—	—	—
EC-N4	7	7	7	7	7	7	7	8	8	—	—	—	—
Solbin A樹脂	—	—	—	—	—	—	—	—	—	9	—	—	9
Pioloform BL16	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1 1. 4	8. 4	—
シリコンPU溶液 8030	2	2	2	2	2	2	2	2	2	—	2	2	—
Siltech L-10	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0. 9	—	—	0. 9
n-プロパノール	6 7	6 4	6 7	6 4	7 0	6 4	7 0	6 2. 8	6 9. 4	—	6 6. 8	6 8. 6	—
酢酸n-プロピル	—	—	—	—	—	—	—	—	—	6 7. 2	—	—	7 1. 5 5
合計	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0

【 0 0 6 1 】

10

20

30

40

【表 1 5】

表 1 1 B : 滅菌後の色濃度の変化

試験	F 2 0	F 2 1	F 2 2	F 2 3	F 2 4	F 2 5	F 2 6	F 2 7	F 2 8	F 8	F 2 9	F 3 0	F 3 1
乾熱	0. 1 5	0. 1 6	0. 1 4	0. 1 5	0. 1 5	0. 1 3	0. 1 5	0. 3 5	0. 2 3	0. 2 3	0. 1 4	0. 3 0	0. 1 4
134℃ ISO 合格	1. 0 3	1. 1 3	1. 1 8	1. 0 8	1. 1 6	1. 1 5	1. 2 2	1. 0 6	1. 1 1	1. 0 4	1. 0 0	0. 6 5	0. 4 9
134℃ ISO 不合格	0. 5 5	0. 4 1	0. 3 9	0. 6 6	0. 7	0. 6 8	0. 6 6	0. 8 1	0. 6 6	0. 7 0	0. 5 5	0. 4 0	0. 2 6
121℃ ISO 合格	1. 0 8	1. 2 0	1. 2 1	1. 1 2	1. 1 5	1. 1 7	1. 2 0	1. 1	1. 0 6	1. 0 6	1. 0 2	0. 8 3	0. 7 8
121℃ ISO 不合格	0. 9	0. 9 7	1. 0 9	0. 9 9	1. 0 5	1. 0 9	1. 1 0	0. 9 0	0. 7 4	0. 8 0	0. 7 9	0. 6 1	0. 3 1

【 0 0 6 2】

- 蒸気滅菌インジケータの影響に関する試験

試験機器は ISO 1 8 4 7 2 及び ISO 1 1 1 4 0 - 1 規格に準拠した B I E R V e s s e l であった。直接、前真空滅菌条件に曝しながら、コーティングされた接着テープ

10

20

30

40

50

を試験した。ISO 11140-1によると、オートクレーブテープはクラス1のインジケータであり、それ故、134 で0.5分間（ISO不合格）、134 で2分間（ISO合格）、121 で3分間（ISO不合格）、121 で10分間（ISO合格）、及び140 で30分間乾熱（蒸気なし）（ISO不合格）の条件にて、サンプルの色の変化を視覚的に評価した。テープの色は134 で2分後に134 で0.5分後のときよりも暗くなり、121 で10分後には121 で3分後のときよりも一層暗くなり、140 で30分乾熱（蒸気なし）後には134 及び121 でISOに合格した後のときよりも明るい色に変わったという結果が示されたが、これは、ISO 11140-1の要件を満たしている。色強度はX-Rite分光計（X-Rite, Inc. Grand Rapids (MI, US)）を使用した色濃度により特徴付けられた。

10

【0063】

表11Bに示すように、色濃度の結果から、全ての色変化がISO規格に準拠していることが判った。

【0064】

それ故、表11Bに示す結果から、ビスマス化合物、イオウ供給源、及び高温にて蒸気に曝されたときにアルカリ条件を生成可能な化合物の系では、3つの成分の重量比は、好ましくは(1~8):(2~20):(2~20)、及びより好ましくは(2~7):(3~18):(3~18)の範囲内に収まると結論付けることができる。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/US2013/077941

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. A61L2/28 ADD.		
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) A61L		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 2006 104346 A (NICHU GIKEN KOGYO KK) 20 April 2006 (2006-04-20) the whole document	1,23,26 2-22,24, 25,27
A	----- WO 2010/078422 A2 (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO [US]; READ DAVID M [US]; LANDGREBE KEVIN D) 8 July 2010 (2010-07-08) claim 1; figure 13	1-27
A	----- US 2011/312096 A1 (WHITMAN DAVID A [US] ET AL) 22 December 2011 (2011-12-22) paragraph [0095]; claims 1,12	1-27
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> 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		Date of mailing of the international search report
7 March 2014		19/03/2014
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Tiercet, Marc

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2013/077941

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 2006104346 A	20-04-2006	JP 4875293 B2 JP 2006104346 A	15-02-2012 20-04-2006
WO 2010078422 A2	08-07-2010	CN 102326076 A EP 2382461 A2 EP 2506006 A1 JP 2012514120 A US 2011275159 A1 WO 2010078422 A2	18-01-2012 02-11-2011 03-10-2012 21-06-2012 10-11-2011 08-07-2010
US 2011312096 A1	22-12-2011	CN 102947698 A EP 2583094 A1 JP 2013532289 A US 2011312096 A1 WO 2011163028 A1	27-02-2013 24-04-2013 15-08-2013 22-12-2011 29-12-2011

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, 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, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US

(74)代理人 100146466
弁理士 高橋 正俊

(74)代理人 100186370
弁理士 小久保 菜里

(72)発明者 ユイ リーウエイ
中華人民共和国, シャンハイ 200336, シーン イー ロード 8, マクスト センター
38 / エフ

(72)発明者 カイ チウ
アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
33427, スリーエム センター

(72)発明者 スウン レイ
中華人民共和国, シャンハイ 200336, シーン イー ロード 8, マクスト センター
38 / エフ

Fターム(参考) 4C058 AA12 BB05 DD15
4F100 AK01A AK52C AL05C BA03 BA10B BA10C CA13C CA30C GB66 JL11B
4J002 AB03W BD04W BE06W BG00W CP17X CP18X DA047 DE228 EG076 FD206
FD207 FD208 GB01