

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4938216号  
(P4938216)

(45) 発行日 平成24年5月23日(2012.5.23)

(24) 登録日 平成24年3月2日(2012.3.2)

(51) Int.Cl. F I  
**CO8J 9/30 (2006.01)** CO8J 9/30 CEP  
**CO8L 1/00 (2006.01)** CO8L 1/00

請求項の数 9 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2003-524521 (P2003-524521)	(73) 特許権者	502141050
(86) (22) 出願日	平成14年8月23日 (2002.8.23)		ダウ グローバル テクノロジーズ エル
(65) 公表番号	特表2005-501932 (P2005-501932A)		エルシー
(43) 公表日	平成17年1月20日 (2005.1.20)		アメリカ合衆国 ミシガン州 48674
(86) 国際出願番号	PCT/US2002/026786		, ミッドランド, ダウ センター 204
(87) 国際公開番号	W02003/020207		0
(87) 国際公開日	平成15年3月13日 (2003.3.13)	(74) 代理人	100099759
審査請求日	平成17年7月6日 (2005.7.6)		弁理士 青木 篤
審査番号	不服2008-29904 (P2008-29904/J1)	(74) 代理人	100077517
審査請求日	平成20年11月25日 (2008.11.25)		弁理士 石田 敬
(31) 優先権主張番号	60/317,403	(74) 代理人	100087413
(32) 優先日	平成13年9月4日 (2001.9.4)		弁理士 古賀 哲次
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100111903
			弁理士 永坂 友康

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 水性エアフォーム

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

C<sub>1</sub> - C<sub>3</sub> - アルキルセルロース、C<sub>1</sub> - C<sub>3</sub> - アルキルヒドロキシ - C<sub>1-3</sub> - アルキルセルロース、ヒドロキシ - C<sub>1-3</sub> - アルキルセルロースまたは混合ヒドロキシ - C<sub>1</sub> - C<sub>3</sub> - アルキルセルロースから選ばれる非架橋セルロースエーテルを含む水性エアフォームであって、当該フォームが60 - 97%のフォーム品質FQを有し、当該フォーム品質がFQ(%) = [(空気体積) / (空気体積 + 流体体積) × 100]として定義されるものであり、そして当該フォームが、不連続の空気相と、当該非架橋セルロースエーテルおよび結合した水を含む連続した水の相を含み、セルロースエーテル以外の界面活性剤を含まない、水性エアフォーム。

【請求項 2】

水性エアフォームのポケットには空気のポケットが点在している、請求項1の水性エアフォーム。

【請求項 3】

メチルセルロースまたはヒドロキシプロピルメチルセルロースを含む、請求項1または2の水性エアフォーム。

【請求項 4】

当該水性エアフォームが、セルロースエーテルと水の合計重量を基準にして0.01 - 30重量%のセルロースエーテルを含む、請求項1 - 3のいずれかの水性エアフォーム。

## 【請求項 5】

65 - 95%のフォーム品質FQを有する、請求項 1 - 4のいずれかの水性エアフォーム。

## 【請求項 6】

請求項 1 - 5のいずれかの当該水性エアフォームを凝集されるべき固体粒子に接触させる固体粒子の凝集方法。

## 【請求項 7】

粉末が凝集される、請求項 6の固体粒子の凝集方法。

## 【請求項 8】

請求項 1 - 5のいずれかの当該フォームをコートされるべき固体粒子に接触させる固体粒子のコーティング方法。

10

## 【請求項 9】

タブレット、グラニュール、ペレット、カプレット、カプセル、ロゼンジ、座薬、ペッサリー、または移植可能な投薬成形品がコートされる、請求項 8の固体粒子のコーティング方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、水性のエアフォームおよびそのようなエアフォームの使用に関するものである。

20

## 【背景技術】

## 【0002】

水性フォームは、一般的に知られている。

米国特許第 4,683,004号明細書は、泡立ち可能な組成物、およびヘアスタイリングムースおよび手のローションや洗剤の泡立てとしてのそれらの使用を開示している。その泡立ち可能な組成物は、水およびフォーム安定剤を含む。そのフォーム安定剤は、メチル基、ヒドロキシエチル基またはヒドロキシプロピル基で置換され、さらに10 - 24個の炭素原子を有する長鎖アルキルラジカルで置換されている非イオン性セルロースエーテルである。その泡立ち可能な組成物は、炭化水素発泡剤を含む。

## 【0003】

30

欧州特許出願公開第 0362655号明細書は、水、ゲル生成剤、有効な量の薬剤および発泡剤を含む泡立ち可能な医薬組成物を開示している。そのゲル生成剤は、好ましくはメチルセルロースまたはゼラチンのような水溶性セルロース誘導體である。発泡剤は、好ましくは二酸化炭素および亜酸化窒素である。

## 【0004】

ガスの入手容易性および環境上の理由のため、種々の用途に有用な水性エアフォーム、すなわち流体に空気を物理的に混合することによって作られるフォームを提供することが望ましい。

## 【0005】

米国特許第 5,026,735号明細書は、水性エアフォームと共に危険物または他の基質を処理することに関するものである。そのフォームは、(a)グアールガムまたはポリ(ビニルアルコール)のような水溶性ポリヒドロキシポリマー、(b)ホウ砂のような多価イオン錯生成剤、(c)種々の界面活性剤のような発泡剤、(d)pH調節剤、および(e)主成分としての水、を含む水を基剤にした組成物から製造される。

40

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0006】

本発明の目的は、粉末の粒状化またはタブレットの如き固体粒子のコーティングのような種々の用途に適した新規な水性エアフォームを提供することである。

## 【課題を解決するための手段】

50

## 【0007】

本発明の一つの側面は、 $C_1 - C_3$ -アルキルセルロース、 $C_1 - C_3$ -アルキルヒドロキシ- $C_{1-3}$ -アルキルセルロース、ヒドロキシ- $C_{1-3}$ -アルキルセルロースまたは混合ヒドロキシ- $C_1 - C_3$ -アルキルセルロースから選ばれる非架橋セルロースエーテルを含む水性エアフォームであって、当該フォームが60 - 97%のフォーム品質FQを有し、当該フォーム品質が $FQ(\%) = [(空気体積) / (空気体積 + 流体体積) \times 100]$ として定義されるものである水性エアフォームである。

## 【0008】

本発明のもう一つの側面は、固体粒子を凝集するための上記フォームの使用である。

## 【0009】

さらに本発明のもう一つの側面は、固体粒子をコートするための上記フォームの使用である。

## 【0010】

さらに本発明のもう一つの側面は、凝集されるべき固体粒子に上記フォームを接触させる固体粒子の凝集方法である。

## 【0011】

さらに本発明のもう一つの側面は、コートされるべき固体粒子に上記フォームを接触させる固体粒子のコート方法である。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0012】

本発明のフォームは空気の水性フォームである。これは、当該フォームに含まれる液体の50重量%より多く、好ましくは少なくとも60重量%、さらに好ましくは少なくとも75重量%、最も好ましくは少なくとも95重量%が、水であることを意味する。「エアフォーム」(air foam)なる言葉は、工業的に受入れられている観念では、流体に物理的に空気を混合することによって形成されるフォームを意味するために使用され、従ってそれは化学的あるいは二酸化炭素のフォームまたはハロカーボン吹込フォームと異なる。そのフォームは、二酸化炭素あるいは炭化水素のような空気以外の気体または室温および大気圧で気体状であるハロカーボンを少量含んでも良い。しかしながら空気は、気体全体の体積の少なくとも70%、好ましくは少なくとも80%、さらに好ましくは少なくとも95%である。最も好ましくは、当該フォームは空気以外の気体を含まない。

## 【0013】

本発明のフォームは、メチルセルロースのような $C_1 - C_3$ -アルキルセルロース；ヒドロキシエチルメチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロースまたはエチルヒドロキシエチルセルロースのような $C_1 - C_3$ -アルキルヒドロキシ- $C_{1-3}$ -アルキルセルロース；ヒドロキシエチルセルロースまたはヒドロキシプロピルセルロースのようなヒドロキシ- $C_{1-3}$ -アルキルセルロース；またはヒドロキシエチルヒドロキシプロピルセルロースのような混合ヒドロキシ- $C_1 - C_3$ -アルキルセルロースから選ばれる非架橋セルロースエーテルを含む。好ましくは、水溶性セルロースエーテルが当該フォームに含まれる。より好ましくは、当該フォームはメチルセルロースまたはヒドロキシプロピルメチルセルロースを含む。最も好ましくは、当該フォームは、0.5 - 3.0、好ましくは1 - 2.5のメチルモル置換 $DS_{\text{methoxy}}$ のメチルセルロース、あるいは0.5 - 3.0、好ましくは1 - 2.5の $DS_{\text{methoxy}}$ および0.05 - 2.0、好ましくは0.1 - 1.5の $MS_{\text{hydroxypropoxy}}$ のヒドロキシプロピルメチルセルロースを含む。そのセルロースエーテルの粘度は、ウッペローデ粘度計を使用して20 で2重量%水溶液として測定して、好ましくは1 - 100,000 mPa・秒、より好ましくは、3 - 10,000 mPa・秒、最も好ましくは5 - 5,000 mPa・秒である。

## 【0014】

当該水性エアフォームは一般に、セルロースエーテルと水の全重量を基準として、0.01 - 30%、好ましくは0.1 - 20%、より好ましくは0.5 - 15%、最も好ましくは1 - 5%の当該非架橋セルロースエーテルおよび99.99 - 70%、好ましくは

10

20

30

40

50

99.9 - 80%、より好ましくは99.5 - 85%、最も好ましくは99 - 95%の水を含む。

【0015】

好ましくは、当該フォームは当該セルロースエーテル以外の相当量の界面活性剤を含まない。これは、本発明のフォームを製造するのに使用される上記セルロースエーテルを含む水性流体組成物が、空気と接触させてその流体組成物をフォームにするために、好ましくは当該セルロースエーテル以外の界面活性剤を十分な量で含まないことを意味する。最も好ましくは、その流体組成物は、例えば米国特許第5,026,735号明細書の6欄47-68行および7欄1-22行のリストに記載されるような、知られた非イオン系、カチオン系、アニオン系または両性の界面活性剤を含まない。

10

【0016】

当該フォームは、薬剤、充填剤、顔料、フレーバーまたは可塑剤のような1以上の付加的な固体または液体の成分を含んでも良い。もしそれが含まれれば、それらの全体量は、当該フォームの全重量を基準として、一般的に75%まで、好ましくは50%まで、より好ましくは25%までである。2相のフォームは、水の相および気体の相から構成される。3相のフォームは、水の相および気体の相に加えて、不溶性固体または不混和性流体を含んでもよい。そのような3相のフォームはまた、水のあるいは不混和性液体の相にまたはその両方の液状の相に溶解した固体も含んでもよい。4相のフォームは、水の相および気体の相に加えて、不混和性液体および不溶性固体を含んでもよい。すべてのフォームにおいて、水中油系あるいは油中水系の乳濁液としてまたは簡単な分散液として、いかなる不混和性液体相が存在しても良い。

20

【0017】

本発明の当該フォーム製造のために、水と1種類またはそれ以上の上記セルロースエーテルさらに任意に1種類またはそれ以上の上記添加剤を含む流体組成物が、フォーム形成のため空気と接触させられる。当該フォームは、例えばその流体組成物を空気吸込み形のフォーム製造装置にポンプ輸送することによって、その流体組成物中に空気を機械的にまたは物理的に連行させまたは分散させて、知られたやり方で製造され得る。一つの有用かつ簡単なフォーム生成装置が、図1に示される。

【0018】

製造されたフォームは、不連続の空気相と、ポリマーおよび結合した流体を含む連続した水の相を含む。一般に空気バブルのラメラまたは流体のフィルムは、ポリマーの存在によって粘性を有する。水は、その空気バブルのラメラ中に保持される。そのラメラからの流体の排出は、最小にされ、減少されまたは防止される。そのようなフォームは、その技術において「無ドレーンフォーム」(non-draining foam)と称される。

30

【0019】

本発明の当該フォームは、一般に約1マイクロメートルから約2,000マイクロメートルまで、好ましくは約5マイクロメートルから約1,000マイクロメートルまで、より好ましくは約10マイクロメートルから約300マイクロメートルまでの範囲で、平均のバブル直径を有する。フォームの動的性質の観点で、フォーム直径の測定が一般に必ずしも非常に正確ではないことが理解されるべきである。

40

【0020】

当該フォームは、好ましくは0.1g/cm<sup>3</sup>までの実測密度を有している。

【0021】

本発明のフォームが驚くほど高いフォーム品質を有することが見出された。フォーム品質FQは、大気圧かつ25における%で与えられ、次のように定義される。

$$FQ(\%) = [(\text{空気体積}) / (\text{空気体積} + \text{流体体積}) \times 100]$$

フォーム品質は、大気圧、25における与えられた体積の流体から製造されるフォーム体積を測定することによって実測され得る。本発明の当該フォームは、60 - 97%、好ましくは65 - 95%、より好ましくは75 - 95%のフォーム品質を有する。そのような高いフォーム品質は、無ドレーンフォームとして驚くべきものである。ここで定義され

50

るようなフォーム品質FQは、実測のフォーム品質である。

【0022】

上記の実測フォーム品質FQが理論フォーム品質FQ<sub>T</sub>に驚くほど近いことが認められている。

$$FQ_T = [V_{\text{供給気体}} / (V_{\text{供給気体}} + V_{\text{供給流体}}) \times 100]$$

ここでVは、例えば1分につき供給される体積のように、フォーム製造の間に単位時間当りに供給される25で大気圧における体積を意味する。FQ<sub>T</sub>を計算するために、気体の供給体積および流体の供給体積について同じ単位時間が用いられることは言うまでも無い。

【0023】

驚くべきことに、理論フォーム品質FQ<sub>T</sub>が、実測フォーム品質FQより、通常1.75倍まで、多くの場合1.5倍まで、本発明の最も好ましい態様で1.2倍までの範囲で高いだけであることが見出されている。このような高い実測フォーム品質は大いに望ましいものである。当該フォーム中の液体含有量が低いことで、例えば当該フォームで凝集されている粉末を乾燥するためまたは本発明のフォームでコートされている粒子を乾燥するためなど、その使用後にフォームを乾燥するために必要な時間が短くなる。

【0024】

驚くべきことに、フォーム生成装置において供給液体の体積に比較して供給気体の体積が非常に大きい場合であっても、粉末のような固体粒子を粒状にするまたはタブレットのような固体粒子をコートするなどの種々の応用に有用なフォームが製造され得ることが見出されている。例えば、99.8%ほど高い理論フォーム品質FQ<sub>T</sub>を有する気体が、粉末の粒状化試行で優れた結果を与えることが示した。上記のように、非架橋セルロースエーテルを含む本発明の水性エアフォームは、無ドレーンフォームである。熟練者は無ドレーンフォームのためにミストの形成を期待する。これは、理論フォーム品質FQ<sub>T</sub>が約96%またはそれより高いときの空気中の液滴形成を意味する。約96%またはそれより高い理論フォーム品質FQ<sub>T</sub>を有する公知の無ドレーンフォームにおいて、バブルの充填効率を増すために、フォームのバブルが球状から多面体に変形する。そのフォームバブルは、ラメラから液体を出すことによって単に変形しても良い。その放出された液体が、最後には空気中の液滴を形成する。

【0025】

驚くべきことに、供給されかつ実測される空気/水の高い比率によって、有用なフォームが得られることが見出されている。これは、球状バブルを有する無ドレーンフォームについて期待され得るよりも高い実測フォーム品質FQを意味する。一般に本発明のフォームは、65 - 99.9%、好ましくは75 - 99.8%、さらに好ましくは85 - 99.8%の理論フォーム品質FQ<sub>T</sub>を有することが出来る。96%より大きい理論フォーム品質FQ<sub>T</sub>であっても、ミストの生成は見られなかった。理論に関連付けることはしないが、本発明のフォームで達成され得る予測できない程高いフォーム品質は、フォームのポケットに捕らえられる空気のポケットによるものであると考えられる。空気のポケットが散在したフォームのポケットが、本発明のフォームで観察されている。図2は、フォーム生成装置の管を通して流れる本発明のフォームの写真を示す。空気フォームの境界が見られ、フォームのポケットのあちこちに空気のポケットがまき散らされている。

【0026】

水と1種類またはそれ以上の上記セルロースエーテルさらに任意に1種類またはそれ以上の上記添加剤を含む上記流体組成物の流れを空気の流れと接触させることによって圧力下のフォーム生成装置中で当該フォームを製造し、その製造されたフォームを大気圧に放つことが、より高い実測フォーム品質FQのフォームを製造する一つの方法であることが見出されている。その水性流体の流れの圧力は、好ましくは135 - 1,100 kPa、より好ましくは350 - 700 kPa、最も好ましくは約414 kPaである。空気の流れの圧力は、その水性流体流れの圧力より、好ましくは13 - 70 kPa、より好ましくは20 - 50 kPa、最も好ましくは25 - 40 kPaだけ低い。当該フォームが圧力下で作動するフォーム

10

20

30

40

50

生成装置から放出されるとき、そのフォームはフォーム構造を維持するために過剰の空気を追い出す。追い出された空気はそのフォーム内で空気のポケットを形成する。

【0027】

本発明のフォームは、粉末のような固体粒子の凝集に有用である。その粒子は、球状、楕円状または繊維状のようないかなる形状でもあり得る。固体粒子は一般に、2500マイクロメートル未満、好ましくは1000マイクロメートル未満、より好ましくは750マイクロメートル未満、最も好ましくは500マイクロメートル未満の平均粒子形状を有する。本発明のフォームは、粉末の凝集に特に有用である。従って、次の記載は粉末について言及するものであるが、その凝集プロセスは粉末に限定されるものではない。フォームと粉末の間の重量比は一般に、1:20から1:0.2まで、好ましくは1:10から1:0.5まで、さらに好ましくは1:5から1:1までである。好ましくは、上記セルロースエーテルの量が、粉末の重量を基準として、0.02 - 15%、より好ましくは0.1 - 10%、最も好ましくは0.15 - 8%であるような比率で、フォームおよび粉末が接触される。当該フォームは、広い種類の粉末と接触させられ得る。従来から流体でコートまたは凝集されていたいかなる粉末も有用である。有用な粉末の好ましい種類は、医薬のグラニュールまたはタブレットの配合剤、食品または農業で使用されるグラニュールまたはタブレットの配合剤、セラミックプロセスで使用される粉末または粉末状洗浄剤である。当該フォームラメラは通常、粒状化過程で粉末を経由するため、破壊および再形成することが見出された。

10

【0028】

有利なことには、当該フォームを粉末に接触させることは、高せん弾混合装置、低せん弾混合装置、流動層式破砕機、ローラー圧縮機または噴霧乾燥機のような混合装置内で行われる。そのフォームの粉末との接触は種々の方法で実施され得る。

20

【0029】

粉末凝集の一つの方法によれば、混合装置は粉末とフォームがその装置に供給された後に運転状態にされる。好ましくは、粉末が混合装置に供給され、フォームがその粉末の上部に置かれ、その後混合装置が運転状態にされる。この方法は、凝集工程の間にダストの放散を防ぐ。驚くべきことには、フォームの全量が粉末の上部に置かれた後にのみ混合装置が運転状態にされる時でさえも、混合装置が運転状態にされた後、通常は30秒未満、多くの場合10秒未満の非常に短時間に、粉末中でのフォームの均一な分散が実現されることが見出された。この発見は、流体組成物からのフォームの形成なしに液体組成物が直接粉末に分散される公知のプロセスとは対照的である。もし液体が粉末の上部に添加されれば、大きな塊が形成されて、粉末中の液体の均一な分散は不可能である。

30

【0030】

粉末凝集のもう一つの方法によれば、粉末およびフォームの一部が混合装置に供給されて、そのフォームの一部を粉末中に分散させるために混合装置が運転状態にされ、混合装置の運転が止められ、さらにフォームの追加分がその混合装置に供給されて、以上の工程が数回繰替えされる。

【0031】

他の方法として、粉末が混合装置に投入され、次いで混合装置の運転中にフォームが連続的にまたは部分的に混合装置に添加される。

40

【0032】

当該記載の粉末凝集プロセスによれば、当該セルロースエーテルおよび任意の他のフォーム成分を驚くべきほど均一に粉末中へ分散させることが達成される。さらに、粉末にフォームを適用するために、単純な管のような簡単な装置が使用され得る。公知の液体との凝集プロセスにおいて粉末に細かい液滴を噴霧するために慣用的に使用されている、保全が高度化され高価で複雑な噴霧装置は、必要でない。粉末中でのフォームの分散は、粉末中での液体噴霧の分散と同等かまたはそれよりの早い速度で達成される。当該記載の粉末凝集方法は、また水溶性に乏しい薬剤のように、水溶性に乏しい組成物を粉末中に分散させるために有用である。

50

## 【0033】

本発明のフォームは、またタブレット、グラニュール、ペレット、カプレット、カプセル、ロゼンジ、座薬、ペッサリーまたは移植可能な投薬成形品のような固体粒子のコーティングにも有用である。当該フォームと固体粒子の重量比は通常、1 : 20 - 1 : 0.002、好ましくは1 : 10 - 1 : 0.01、さらに好ましくは1 : 5 - 1 : 0.1である。好ましくは、上記セルロースエーテルの量が固体粒子の重量基準で0.01 - 20%、より好ましくは0.05 - 15%、最も好ましくは0.075 - 10%であるような比率で、フォームと固体粒子が接触される。固体粒子は、好ましくはフォーム中を混転され、浸漬されるかまたはコーティング中に別の方法で移動されるように攪拌される。固体粒子の攪拌は、粒子をフォームに接触させる前に、途中でまたは後で開始され得る。しかしながら、固体粒子の攪拌は、好ましくはフォームが粒子に添加される前に開始され、フォーム添加の間続けられる。さらに好ましくは、フォームは攪拌される固体粒子に連続的に添加される。コーティングは、例えば混転機、多孔サイドベント型コーティングパン、流動層装置に収納のワースター(Wurster)カラム、低せん弾配合機またはいかなる形式の連続コーティング装置のような公知のコーティング装置において実施される。好ましくは、フォームは攪拌される固体粒子に連続的にまたは半連続的に添加される。フォームは、端部が固体粒子の塊の近くまたは内部に位置した簡単な管の手段によって、固体粒子に添加され得る。その固体粒子上に一様な厚さの驚くほどスムーズなコーティングが達成される。一様な厚さと良い光沢のある外観の良いスムーズなコーティングを提供するために、通常5コートまで、多くの場合にはわずかに3コートまで、特別な場合には1 - 2回のコートで十分である。

10

20

## 【0034】

本発明は、次の実施例によってさらに説明されるが、それが本発明の範囲を限定するものと解釈されるべきではない。全ての部と%は、別に示されなければ、重量によるものである。

## 【0035】

以下の実施例において示されるセルロースエーテルのアルキルおよびヒドロキシアルキル置換は、米国材料試験協会(ASTM) D3876によって測定および計算される。

## 【0036】

以下の実施例において示される見掛粘度は、ウッペローデ粘度計を用いて20 で測定され、2重量%水溶液に標準化される。フォーム品質FQは、容積280mlの容器に25、大気圧でフォームを充填し、フォームを壊すためにそれを遠心分離機にかけ、得られた液体の体積を測定して、求められる。フォーム品質は次の式によって測定される。

30

$$FQ_T = [ \text{気体体積} / (\text{気体体積} + \text{流体体積}) \times 100 ]$$

## 【実施例】

## 【0037】

## 実施例 1 - 3

実施例 1 では、以下の記載されるヒドロキシプロピルメチルセルロース 1 重量%を含む水溶液が調整される。

## 【0038】

実施例 2 では、以下の記載されるヒドロキシプロピルメチルセルロース 1 重量%および界面活性剤ラウリル硫酸ナトリウム 0.001 重量%を含む水溶液が調整される。

40

## 【0039】

実施例 3 では、以下の記載されるヒドロキシプロピルメチルセルロース 5 重量%を含む水溶液が調整される。

## 【0040】

ヒドロキシプロピルメチルセルロースは、28 - 30%のメトキシル置換と7 - 12%のヒドロキシプロポキシル置換を有し、約6 mPa・秒の粘度を有する。ヒドロキシプロピルメチルセルロースは、商標メトセル(METHOCEL) E6PLVでダウケミカルカンパニー(Dow Chemical Company)から商業的に入手できる。

50

## 【 0 0 4 1 】

図 1 に示されるように、その水溶液からフォームが調整される。玉弁 1, 2 および 5、圧力調整器および圧力計 3 および 9、圧力リリーフ弁 4、マスフローコントローラー 6、圧力計 7 および逆止め弁 8 を備えた管 3 1 を通って空気が流れる。管 3 1 内の圧力は、約 4 1 4 kPa に調整される。当該水溶液は、圧力リリーフ弁 1 2、ニードル弁 1 1、空気入口管 3 4 およびディップパイプ 3 3 を備えた圧力容器 1 0 から管 3 2 を通って流れる。管 3 2 内の圧力は、約 4 1 4 kPa に調整される。管 3 2 は、玉弁 1 3、ニードル弁 1 4、オーバルギア流量計 1 5、圧力計 1 6 および逆止め弁 1 7 を備え、さらに水供給ライン 2 8、玉弁 2 9 および逆止め弁 3 0 を備える。空気流れと流体流れは、空気入口部分 1 9、流体入口部分 2 0 およびフォーム出口部分 2 1 を含む T 継手で合流する。空気流れは、イン-ラインフィルター 2 2, 2 4 により、さらに追加的に充填管 2 3 で水流れ中に分散され、そこでフォームが形成され、三方弁 2 5 の位置に応じて管 2 6 または管 2 7 を通ってそのフォーム製造装置から出て行く。フォームは、フォーム製造装置を出る前に、約 4 1 4 kPa の圧力を受ける。それがフォーム製造装置から大気圧の環境に放たれるとき、フォーム内に空気のポケットとして現れる過剰の空気を放出する。

10

## 【 0 0 4 2 】

実施例においてフォームを調整するために使用されたイン-ラインフィルターは、9 0 マイクロメートルのポアサイズを有するが、一般には 0 . 5 - 9 0 マイクロメートル、より好ましくは 1 5 - 9 0 マイクロメートルのポアサイズをもつイン-ラインフィルターが、単純なフォームに有用である。固体または乳濁液を含むフォームの場合には、好ましくはそのイン-ラインフィルターは、その機能が管 2 3 におけるガラスビーズを保持するためだけのものであるストレーナ要素に置換えられる。そのようなストレーナ要素は、好ましくは約 4 4 0 マイクロメートルの公称ポアサイズを有する。イン-ラインフィルター 2 2, 2 4 は、管 2 3 を介して連結される。実施例で使用されたフォーム製造装置におけるステンレススチール管 2 3 は、その長さが約 2 5 cm で外側直径が 1 2 . 8 cm であり、直径 3 mm のガラスビーズが充填されている。他の充填管型フォーム生成機は、ジェー・エフ・フライ (J. F. Fry) およびアール・ジェー・フレンチ (R. J. French) による「A mechanical foam-generator for use in laboratories」J. Appl. Chem., 1, 425-429 (1951) において詳細に記載される。フォーム製造装置の操作は熟練者に知られている。

20

## 【 0 0 4 3 】

実施例 1 によって製造されたフォームの特性は、以下の表 1 にリストとして記載される。

30

## 【 0 0 4 4 】

次の表において、「フォーム密度」(Foam Density)<sup>5)</sup> は、フォームが空気中で秤量されると言う事実のため、「見掛フォーム密度」(Apparent Foam Density) とみなされるべきである。

【表 1】

表 1

空気流れ (l/分)	液体流れ <sup>3)</sup> (l/分)	FQ <sub>T</sub> <sup>1)</sup> (%)	フォーム 密度 <sup>2)</sup> (g/ml)	液体 体積 <sup>4)</sup> (ml)	フォーム 体積 <sup>4)</sup> (ml)	フォーム 重量 <sup>4)</sup> (ml)	フォーム 密度 <sup>5)</sup> (g/ml)	FQ <sup>5)</sup>
5.00	0.01	99.8	0.002	35	280	30.0	0.11	88
5.00	0.05	99.0	0.010	30	280	19.5	0.07	89
5.00	0.10	98.0	0.019	25	280	16.3	0.06	91
4.00	0.01	99.8	0.002	30	280	24.5	0.09	89
4.00	0.05	98.8	0.012	20	280	16.0	0.06	93
4.00	0.10	97.6	0.024	18	280	13.2	0.05	94
3.00	0.01	99.7	0.003	25	280	19.9	0.07	91
3.00	0.05	98.4	0.016	25	280	15.5	0.06	91
3.00	0.10	96.8	0.032	20	280	13.0	0.05	93
2.00	0.01	99.5	0.005	20	280	17.1	0.06	93
2.00	0.05	97.6	0.024	15	280	11.1	0.04	95
2.00	0.10	95.2	0.048	20	280	14.3	0.05	93

1) 空気流れと液体流れに基づいて計算される理論フォーム品質

2) 次式によって計算される理論密度

$$\text{フォーム密度}_T = [\text{液体密度} \times (\text{液体流れ速度} / \text{空気流れ速度})]$$

3) 液体の密度 : 0.96g/ml

4) 実測値

5) 実測値に基づいて計算された

【 0 0 4 5 】

実施例 2 によって製造されたフォームの特性は、以下の表 2 にリストとして記載される。

【表 2】

表 2

空気流れ (l/分)	液体流れ <sup>3)</sup> (l/分)	FQ <sub>T</sub> <sup>1)</sup> (%)	フォーム 密度 <sup>2)</sup> (g/ml)	液体 体積 <sup>4)</sup> (ml)	フォーム 体積 <sup>4)</sup> (ml)	フォーム 重量 <sup>4)</sup> (ml)	フォーム 密度 <sup>5)</sup> (g/ml)	FQ <sup>5)</sup>
5.00	0.01	99.8	0.002	25	280	30.0	0.11	91
5.00	0.05	99.0	0.010	20	280	19.5	0.07	93
5.00	0.10	98.0	0.019	20	280	16.3	0.06	93
2.00	0.01	99.5	0.005	20	280	24.5	0.09	93
2.00	0.05	97.6	0.024	20	280	16.0	0.06	93
2.00	0.10	95.2	0.048	20	280	13.2	0.05	93

1) 空気流れと液体流れに基づいて計算される理論フォーム品質

2) 次式によって計算される理論密度

$$\text{フォーム密度}_T = [\text{液体密度} \times (\text{液体流れ速度} / \text{空気流れ速度})]$$

3) 液体の密度 : 0.96g/ml

4) 実測値

5) 実測値に基づいて計算された

【 0 0 4 6 】

実施例 3 によって製造されたフォームの特性は、以下の表 1 にリストとして記載される

。

10

20

30

【表 3】

表 3

空気流れ (l/分)	液体流れ <sup>3)</sup> (l/分)	FQ <sub>T</sub> <sup>1)</sup> (%)	フォーム 密度 <sup>2)</sup> (g/ml)	液体 体積 <sup>4)</sup> (ml)	フォーム 体積 <sup>4)</sup> (ml)	フォーム 重量 <sup>4)</sup> (ml)	フォーム 密度 <sup>5)</sup> (g/ml)	FQ <sup>5)</sup>
5.00	0.01	99.8	0.002	75	280	70.0	0.25	73
5.00	0.05	99.0	0.010	85	280	69.2	0.25	70
5.00	0.10	98.0	0.020	75	280	66.3	0.24	73
4.00	0.01	99.8	0.002	75	280	70.3	0.25	73
4.00	0.05	98.8	0.012	75	280	69.6	0.25	73
4.00	0.10	97.6	0.025	70	280	66.4	0.24	75
3.00	0.01	99.7	0.003	90	280	71.7	0.26	68
3.00	0.05	98.4	0.016	90	280	69.8	0.25	68
3.00	0.10	96.8	0.033	90	280	84.9	0.30	68
2.00	0.01	99.5	0.005	85	280	74.6	0.27	70
2.00	0.05	97.6	0.025	80	280	80.1	0.29	71
2.00	0.10	95.2	0.049	90	280	85.9	0.31	68

1) 空気流れと液体流れに基づいて計算される理論フォーム品質

2) 次式によって計算される理論密度

$$\text{フォーム密度}_T = [\text{液体密度} \times (\text{液体流れ速度} / \text{空気流れ速度})]$$

3) 液体の密度 : 0.98g/ml

4) 実測値

5) 実測値に基づいて計算された

#### 【 0 0 4 7 】

##### 実施例 4

商標メトセル (METHOCEL) E6PLVとしてダウケミカルカンパニー (Dow Chemical Company) から商業的に入手できる、上記記載のヒドロキシプロピルメチルセルロース 2 重量%を含む水溶液が調整されることを除いて、実施例 1 - 3 が繰り返し実施された。その溶液は、粘度上昇のために緑色食用色素で着色される。フォームは実施例 1 - 3 におけるように製造される。空気流れは 5.0 リッター/分である。液体の流れは 0.1 リッター/分である。理論フォーム品質 FQ<sub>T</sub> は、98% である。図 2 は、フォーム生成装置の管を通して流れるフォームの写真を示す。空気 フォームの境界が見られ、フォームのポケットのあちこちに空気のポケットがまき散らされている。図 2 において、管を通して流れる空気のポケットが、矢印で示されている。

【図面の簡単な説明】

#### 【 0 0 4 8 】

【図 1】本発明のフォームを製造するためのフォーム生成装置を説明した図である。

【図2】図1において説明されるフォーム生成装置の管を通して流れるフォームの写真の説明した図である。

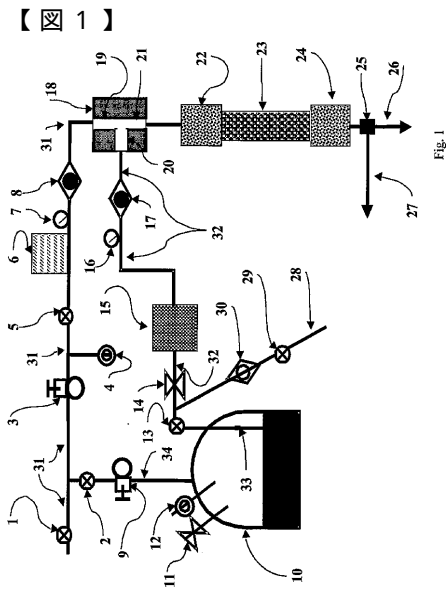


Fig. 1

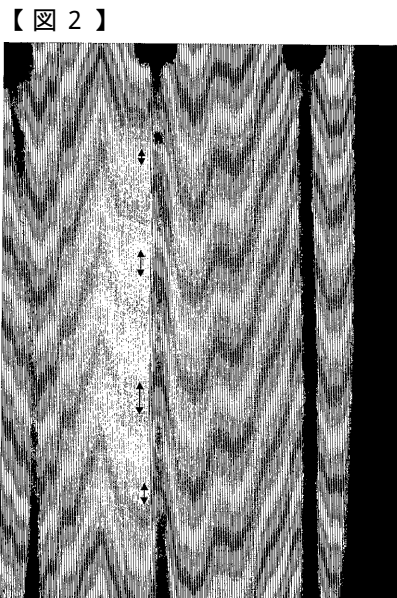


Fig. 2

---

フロントページの続き

(74)代理人 100102990

弁理士 小林 良博

(72)発明者 シェスキー, ポール ジェイ.

アメリカ合衆国, ミシガン 48640, ミッドランド, ハイランド ドライブ 5814

(72)発明者 ケアリー, コリン エム.

アメリカ合衆国, ミシガン 48640, ミッドランド, プレントウッド 1312

合議体

審判長 田口 昌浩

審判官 吉 澤 英一

審判官 小野寺 務

(56)参考文献 特開2001-19859(JP, A)

特表2003-511392(JP, A)

特開平8-337674(JP, A)

特表平6-510330(JP, A)

特開昭62-81432(JP, A)

特開昭55-71537(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08J 9/00-9/42