



[B] (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLÄGGNINGSSKRIFT

79243

C (45) Patenttihallitus
Suomen Patentti- ja rekisterihallitus

(51) Kv.Ik.⁴/Int.Cl.⁴ A 61 J 3/07

SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21)	Patenttihakemus - Patentansökning	831002
(22)	Hakemispäivä - Ansökningsdag	24.03.83
(24)	Alkupäivä - Giltighetsdag	24.03.83
(41)	Tullut julkiseksi - Blivit offentlig	27.09.83
(44)	Nähtäväksipanon ja kuuljulkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl skriften publicerad	31.08.89
(86)	Kv. hakemus - Int. ansökan	
(32) (33) (31)	Pyydetty etuoikeus - Begärd prioritet	26.03.82
USA(US) 362430 Toteennäytetty-Styrkt		

- (71) Warner-Lambert Company, 201 Tabor Road, Morris Plains, N.J., USA(US)
(72) Fritz Wittwer, Lupisingen, Ivan Tomka, Bourguillon, Sveitsi-Schweiz(CH)
(74) Oy Jalo Ant-Wuorinen Ab
(54) Menetelmä hydrofiilistä polymeeriä sisältävän koostumuksen ruiskuvalami-
seksi - Förfarande för sprutgjutning av en komposition innehållande
hydrofil polymer och en sprutgjutningskomposition

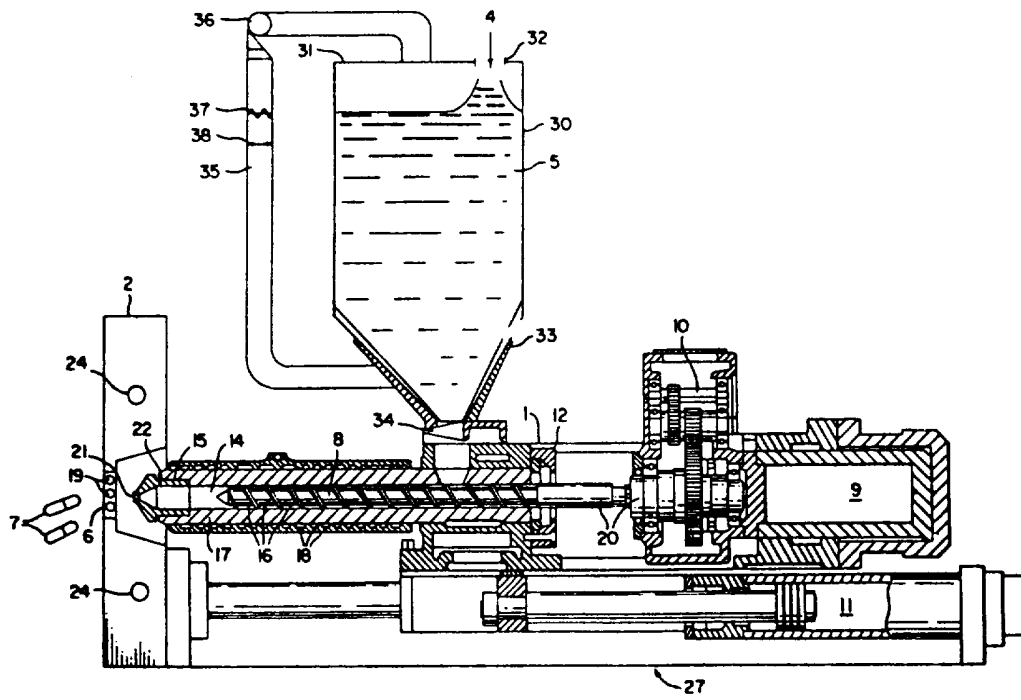
(57) Tiivistelmä:

Laite ja menetelmä kapseleiden valamiseksi valettavas-
ta hydrofiilisesta polymeeri-koostumuksesta, joka sopi-
vimmin on liivatetta, jolloin käytetään ruiskuvalulait-
teen ja mikroprosessorin yhdistelmää aika-, lämpötila-,
paine- ja vesipitoisuusolosuhteiden tarkaksi säätämi-
seksi hydrofiilisessa polymeerikoostumuksessa jaksot-
taisessa valuprosessissa.

(57) Sammandrag:

Anordning och förfarande för att producera kapslar av
en formbar hydrofil polymerkomposition, företrädesvis
gelatin, med användande av en kombination av en sprutg-
jutanordning och en mikroprocessor för att exakt kont-
rollera den hydrofila polymerkompositionens tid-,
temperatur-, tryck-och vattenhållförrhållande i en cyk-
lisk gjutprocess.

79243



Menetelmä hydrofiilistä polymeeriä sisältävän koostumuksen ruiskuvalamiseksi - Förfarande för sprutgjutning av en komposition innehållande hydrofil polymer och en sprutgjutningskomposition

Tämä keksintö koskee menetelmää kapsелеiden valmistamiseksi valukelpoisesta hydrofiilisesta polymeerikoostumuksesta, sopivimmin liivateesta eli gelatiinista. Tässä keksinnössä käytetään hyväksi liivatetta, joka sopivimmin on valmistettu eri tyyppisistä liivateista, mukaan luettuna happamen tai alkalimenetelmän avulla valmistettu osseiini, happamen menetelmän avulla käsitelty siannahka tai alkalimenetelmän avulla käsitelty naudannahka. Näiden eri tyyppisten liivateiden molekyylimassa on 10,000 - 2,000,000 Dalton tai 10,000 - 2,000,000 ja 10,000,000 - 20,000,000 Dalton. Menetelmä tässä keksinnössä käytettyjen erityyppisten liivateiden molekyylimassajakauaman määrittämiseksi suoritetaan siten kuin on esitetty seuraavissa viitteissä;

I. Tomka, Chimia. 30, 534-540 (1976)

I. Tomka et al. Phot.Sci. 23, 97 (1975)

Liivatteen, jonka molekyylimassa vaihtelee välillä 10,000 - 2,000,000 Dalton, todettiin aiheuttavan vähemmän kapselinosien muodonmuutoksia kapselimuotista poistamisen jälkeen.

Kun seuraavassa selostuksessa käytetään termiä "liivate", kuuluu siihen myös muita hydrofiilisiä polymeerejä, joiden ominaisuudet tekevät ne sopiviksi kapseliaineiksi. Hydrofiiliset polymeerit ovat polymeerejä, joiden molekulaariset massat ovat noin 10^3 - 10^7 Dalton ja joiden rungossa ja/tai sivuketjuissa on molekulaarisia ryhmiä ja jotka kykenevät muodostamaan ja/tai ottamaan osaa vetysiltoihin. Tällaisten hydrofiilisten polymeerien vesiadsorptioisotermissä (lämpötila-alueella noin 0 - 200°C) on käänne-
piste, joka on lähellä vesiaktiiviteettipistettä kohdassa 0,5. Hydrofiiliset polymeerit erottuvat ryhmästä, jota kutsutaan hydrokolloideiksi, molekulaarisen dispergoitumisen perusteella. Näiden hydrofiilisten polymeerien molekulaarisen disper-

goitumisen ylläpitämiseksi on niihin sisällytettävä vesi-fraktio, joka - tämän keksinnön toiminta-alueen mukaan - on 5 - 25 paino- % hydrofiillisen polymeerin koostumuksesta edellyttäen että näiden hydrofiillisten polymeerien lämpötila on tämän keksinnön toiminta-alueella 50°C - 190°C.

On olemassa muita hydrokolloideja, jotka eivät ole hydrofiillisiä polymeerejä tämän määritelmän mukaan, ja jotka sisältävät enemmän tai vähemmän pallomaisia tai kuitumaisia hiukkasia, jolloin nämä hiukkaset koostuvat hydrofiillisen polymeerin useista makromolekyyleistä molekulaarisen massan puitteissa, joka on 10^3 - 10^7 Dalton, joka nostaa hiukkaskoon arvoon 0,01 - 10 mikronia, mikä vastaa tyypillistä kolloidihiuksien kokoa. Tämän keksinnön eräänä primääritarkoituksena on käyttää hydrofiillisiä polymeerejä kapselien valmistuksessa.

Tämän hakemuksen suhteen viitataan samanaikaisesti jätettyyn hakemukseemme no. 83 1001 (patentti no. 77 050).

Kapselinvalmistuskoneita on kehitetty joissa käytetään uppovalutekniikkaa. Tämä tekniikka käsittää kapselinmuotoisten puikkojen upottamisen liivateliuokseen, puikkojen poistamisen liuoksesta, liivatteen kuivattamisen puikoilla, liivatetta olevien kapselinosien irroittamisen puikoista, pituuden säätämisen, leikkaamisen, yhdistämisen ja kapselien poistamisen. Aikaisemmin tunnetuissa kapselinvalmistuskoneissa on käytetty mekaanisten ja pneumaattisten elementtien yhdistelmää näiden toimintojen suorittamiseksi aina valmistusnopeuteen 1200 kokoa 0 olevaa kapselia/minuutti asti. Vaikka edelläesitetty laitteisto yleisesti katsottuna sopii tätä tarkoitusta varten, halutaan kuitenkin tuottaa kapsелеita huomattavasti suuremmalla valmistusnopeudella, yli 15000 kokoa 0 olevaa kapselia/minuutti, samalla kun tarkasti säädetään liivatteen ominaisuuksia kapselien valmistamiseksi hygieenisellä tavalla ja mahdollisimman pienillä kokovaihteluilla niin, että kapselit voidaan täyttää suurteholaitteistoa käyttäen.

US-patenttijulkaisussa 4,216,240 on esitetty ruiskuvaluprosessi orientoidun kuitumaisen proteiinituotteen valmistamiseksi. Tämän prosessin avulla aikaansaatu kuitutuote eroaa periaatteessa tämän keksinnön avulla aikaansaatujen kapsелеiden läpinäkyvästä lasimaisesta aineesta. Valuvan massan aikaansaamiseksi valuprosessia varten on mainitussa patenttijulkaisussa käytetyt proteiiniseokset lisäksi denaturoitava, jolloin ne menettävät kykynsä liueta.

US-patenttijulkaisussa 4,076,846 käytetään tärkkelyksen ja proteiiniaineiden suolojen binäärisiä seoksia syötävän, muotoillun tuotteen aikaansaamiseksi ruiskuvalumenetelmän avulla. Tämän keksinnön mukaan proteiiniaineista, sopivimmin liivatteesta ja muista hydrofiilisisistä polymeereistä muotoiltuja tuotteita voidaan valmistaa lisäämättä tärkkelystä.

US-patenttijulkaisussa 3,911,159 on esitetty filamentti-tyyppisten proteiininirakenteiden muodostamista syötävien tuotteiden aikaansaamiseksi, joiden pehmeys on parantunut. Tämän keksinnön avulla muotoillut tuotteet valmistetaan ilman filamenttimaista proteiininirakennetta.

Ruiskuvalulaitteen käyttäminen liivatetta ja muita valukelpoisia hydrofiilisiä polymeerejä olevien kapsелеiden tuottamiseksi, joilla on vastaavat ominaisuudet, on uusi, eikä sitä ole ehdotettu teknisessä kirjallisuudessa. Eräs edellytys minkä tahansa aineen osalta, jota on voitava valaa ruiskuvalumenetelmän avulla, on sen kyky ohittaa lasituspiste lämpötilassa, joka on yhteensopiva aineen termisen stabiliteetin kanssa ja ruiskuvalulaitteen teknisten ominaisuuksien kanssa.

Tämän keksinnön puitteissa on saatu aikaan parannettu ruiskuvalulaite, joka soveltuu automaattisesti säädettäväksi mikroprosessoritekniikan avulla ja jossa käytetään hydrofiilisten polymeerien, kuten liiviatteen, muodossa olevia valukoostumuksia, ja joiden liukenemispiste on lämpötila-alueella, joka soveltuu ruiskuvaluprosessia varten, ja joka

tekee mahdolliseksi vesipitoisuuden säätämisen ennalta määrättyjen arvojen puitteissa lisätoimenpiteiden, kuten ruiskupalalaitteen avulla muotoiltujen tuotteiden kuivattamisen tai kostuttamisen välttämiseksi.

- 5 Laitteisto käsittää parannetun automaattisen ruiskupalalaitteen, jossa on syöttösuppiloyksikkö liivapteen vastaanottamiseksi, varastoimiseksi, ylläpitämiseksi ja syöttämiseksi ja jossa on poistoaukko; ruiskuyksikön, jossa on sylinterinmuotoinen laite, jonka tulopää on kytketty
- 10 mainitun suppiloyksikön menopäähän liivapteen vastaanottamiseksi siitä, sekä kuljetus- ja työnnineliimen, joka on pyörivästi ja liukuvasti asennettu mainittuun sylinterinmuotoiseen laitteeseen siinä olevan liivapteen siirtämiseksi ja plastisoimisen mahdollistamiseksi, valuyksikön, joka
- 15 on liitetty sylinterinmuotoisen laitteen päähän välimatkan päähän tulopäästä, joka käsittää kapselinosen palalaitteen ja laitteen valettujen kapselinosen poistamiseksi siitä, normaalisti suljetun venttiililaitteen, joka on kytketty sylinterinmuotoisen laitteen ja valuyksikön väliin, jolloin
- 20 venttiililaitteen siirtyessä avoasentoonsa siirtyy ennalta määrätty määrä plastisoitua liivatetta palalaitteen kapselinosen palalaitteeseen, mikroprosessorin, jonka muistiin on varastoitu parametreja useiden aikamäärien määrittämiseksi halutun työjakson aikaansaamiseksi ruiskuyksikköä ja valuyksikköä varten sekä syöttösuppilossa olevan liivapteen
- 25 optimaalista painetta, lämpötilaa ja vesipitoisuutta varten, tuntolaitteen ruiskuyksikön ja valuyksikön todellisten toiminta-aikojen, sekä syöttösuppilossa olevan liivapteen lämpötilojen, paineen ja vesipitoisuuden tunnistamiseksi
- 30 ja ilmoittamiseksi, laitteen, joka on kytketty tuntolaitteeseen ja mikroprosessoriin tuntolaitteen tunnistamien todellisten olosuhteiden ja mikroprosessoriin varastoitujen parametrien välisen poikkeaman toteamiseksi, joka käsittää laitteen poikkeaman ilmoittamiseksi, aktivointilaitteen,
- 35 joka on kytketty poikkeaman ilmoittavaan laitteeseen, syöttösuppiloyksikön, ruiskuyksikön ja valuyksikön toiminnan

säätämiseksi automaattisen kapselinvalulaitteen optimaalisen toiminnan ylläpitämiseksi.

Tämä keksintö käsittää siten menetelmän koostumuksen ruiskuvalamiseksi, joka koostumus sisältää hydrofiilistä polymeeria, jonka rungossa ja/tai sivuketjuissa on molekulaarisia ryhmiä, jotka kykenevät muodostamaan ja/tai ottamaan osaa vetysiltoihin, ja joiden vesiabsorptio-isotermissä, lämpötila-alueella noin 0-200°C on käännepiste lähellä vesiaktiiviteettipistettä 0,5, mieluummin liivatetta, sekä mahdollisesti muita lisäaineita, muotoillun tuotteen, mieluummin kapseliosien valmistamiseksi. Menetelmälle on tunnusomaista, että koostumus sisältää vettä 5 - 25 % koostumuksen painosta, ja että menetelmässä

(a) sulatetaan ja liuotetaan hydrofiilinen polymeeri veden plastisoituun muotoon lämpötilassa 50 - 190 °C ja paineen alaisena;

(b) ruiskuvaletaan plastisoitu koostumus jäähdytettyyn muottiin paineessa, joka on riittävä muotin täyttämiseksi,

(c) poistetaan muotokappale muotista.

Tämän keksinnön eräänä tarkoituksena on aikaansaada uusi ja parannettu menetelmä liivatekapseleiden valamiseksi liivateparametreja jatkuvasti seuraamalla ja ohjaamalla liivaitteen heikkenemisen ja kapselin osien deformatumisen estämiseksi.

Tämän keksinnön lisätarkoituksena on saada aikaan menetelmä liivatekapseleiden valamiseksi suurella nopeudella ja tarkkuudella niin että liivatekapseleita voidaan käyttää suurella nopeudella toimivassa täyttölaitteessa.

Keksintö sekä sen rakenteen että sen toimintamenetelmän osalta yhdessä sen muiden tarkoituksien ja etujen kanssa selviää parhaiten viitaten seuraaviin selityksiin ja oheiseen piirustukseen, jossa:

Kuv. 1 esittää edestakaisin liikkuvalla ruuvilla varustettua ruiskuvalulaitetta liivatekapselin osien valmistamiseksi;

Kuv. 2 kaaviomaisesti ruiskuvalun työjakson liivatekapselin osien valmistamiseksi;

Kuv. 3 kaaviomaisesti yhdistettyä ruiskuvalulaite-mikroprosessori-laitteistoa liivatekapselin osia varten;

5 Kuv. 4 kaaviomaisesti hajakuviona ruiskuvalulaitteen menopäätä;

Kuv. 5 diagrammaa liivatteen leikkausviskositeetin riippuvuudesta leikkausarvon oleellisten arvojen puitteissa tässä keksinnössä;

10 Kuv. 6 diagrammaa liivatteen valualueesta aika-, lämpötila-, paine- ja liivatteen vesipitoisuusrajojen puitteissa tätä keksintöä varten;

Kuv. 7 esittää diagrammaa lasittumislämpötila-alueen ja sulamislämpötila-alueen riippuvuudesta liivatteen oleellisten vesipitoisuusrajojen puitteissa;

Kuv. 8 riippuvuusdiagrammaa differentiaalikalorimetri-pyyhkäisystä, jossa liivatteen lämmönkulutusaste on merkitty tälle keksinnölle oleellisen lämpötila-alueen puitteissa;

20 Kuv. 9 riippuvuusdiagrammaa liivatteen logaritmisesta tilavuuselastisesta varastomodulista tälle keksinnölle oleellisten lämpötila-alueen puitteissa;

Kuv. 10 riippuvuusdiagrammaa liivatteen tasapainovesipitoisuudesta koko vesiaktiiviteettialueella; ja

25 Kuv. 11 riippuvuusdiagrammaa vesiadsorption differentiaalilämmöstä tämän keksinnön mukaisen liivatteen vesipitoisuuden relevantilla alueella.

Kuvioon 1 viitaten käsittää ruiskuvalulaite 27 pääasiallisesti kolme yksikköä; syöttösuppiloyksikön 5, ruiskuyksikön 1 ja valuyksikön 2.

30 Suppiloyksikön 5 tehtävänä on vastaanottaa, varastoida ja ylläpitää ja syöttää liivatetta 4 lämpötilan ja vesipitoisuuden pysyessä vakiona. Suppiloyksikkö 5 käsittää pystysylinterin 30, jonka suljetussa kansiosassa 31 on tuloaukko 32 liivatetta 4 varten. Pystysylinterin 30 pohjassa on suljettu kartionmuotoinen putki 33 sekä menoaukko 34 liivatteen

35

4 syöttämiseksi ruiskuyksikköön 1. Suljetun kansiosan 31 ja kartionmuotoisen kanavan 33 väliin on kytketty ilmakanava 35, jossa ilma kierrätetään puhaltimen 36 avulla ja ilman lämpötilaa säädetään tyristorilla 37 ja ilman suhteellista kosteutta höyrysuuttimella 38.

5 Ruiskuyksikön 1 tehtävänä on sulattaa, liuottaa veteen ja plastisoida suppiloyksiköstä 5 pusertimen tulokohdasta 54 syötetty liivate 4 puserrinputkessa 17 ja plastisoidun liivatteen 14 ruiskuttaminen valuyksikköön 2.

10 Valuyksikkö 2 pitää, avaa ja sulkee valumuotin 6 automaattisesti, jonka sisällä on kapselinmuotoiset ontelotilat 19 sekä poistaa kapselinosat 7 siitä ulos.

Ruiskuyksikön 1 sisällä ruuvi 8 sekä pyörii että siirtyy aksiaalisuunnassa edestakaisin. Kun ruuvi 8 pyörii se sulattaa liivatteen 4, liuottaa sen veteen ja plastisoi sen. Kun ruuvi 8 siirtyy aksiaalisuunnassa se ruiskuttaa siirtämällä ja ahtaa plastisoidun liivatteen 14 valumuottiin 6. Ruuvia 8 pyörittää vaihtonopeuksinen hydraulimoottori 9 käyttölaitteen 10 ja sen aksiaalisuuntainen edestakainen liike saadaan aikaan dupleksihydraulisylinlerin 11 avulla.

20 Plastisoidun liivatteen 14 kokoonpuristuminen pyörivän ruuvin 8 edessä pakottaa ruuviyhdistelmän 20 taaksepäin, joka käsittää ruuvin 8, vaihteen 10 ja moottorin 9. Kun ruuviyhdistelmä 20 saavuttaa ennalta määrätyn taka-asennon kytkeytyy rajakytkin 12. Kun määritetty ajanjakso on kulunut, jona aikana liivate 4 on tullut täysin plastisoiduksi liivatteenksi 14, siirtää hydraulisylinteri 11 ruuviyhdistelmää 20 eteenpäin ja käyttää ruuvia 8 työntimenä plastisoidua liivatetta 14 varten, joka työntyä venttiilipesälaitteen 30 läpi, joka käsittää yksitievventtiilin 15, neulaventtiilin 23, suutinyksikön 22 ja menoaukon 21 valuyksikköön 2. Yksitievventtiili 15 estää plastisoidua liivatetta 14 palaamasta takaisin ruuvin 8 kierukkamaisten siipien 16 yli. Suutinputkessa 17 on höyrykierukat 18 liivatteen 4 kuumentamiseksi samalla kun ruuvi 8 puristaa sitä kokoon plastisoiduksi lii-

- vatteeksi 14. On toivottavaa että plastisoitua liivatetta 14 kuumennetaan mahdollisimman alhaisessa lämpötilassa ja että sitä siirretään mahdollisimman alhaisella nopeudella ruuvin 8 avulla. Ruuvin 8 nopeus ja plastisoidun liivatteen 5 14 kuumentaminen suutinputken 17 sisällä höyrykuumennuskierukan 18 avulla säätää valuyksikköön 2 ruiskutetun plastisoidun liivatteen 14 laatua ja syöttönopeutta. Valuyksikkö 2 kannattaa valumuottia 6, jossa on kapselinmuotoiset ontelo-tilat 19, joihin plastisoitu liivate 14 suihkutetaan ja pi-10 detään paineen alaisena. Valumuotti 6 on ympäröity jäähdytys-nesteellä täytetyillä jäähdytysjohdoilla 24 niin, että kun plastisoitu liivate 14 valumuotissa 6 on jäähtynyt ja kovet-15 tunut riittävästi avautuu valuyksikkö 2, valumuotti 6 irttaa ja kapselinosat 7 työnnetään pois.
- 15 Seuraavassa viitataan kuvioon 1 mutta myöskin kuvioon 2, jossa on esitetty ruiskuvalun työjakso liivatetta 4 varten, joka sisältää noin 17% vettä, paino-%:ssa laskettuna ja ajan, lämpötilan ja paineen funktiona. Liivatteen 4 työjakso on yleensä seuraavanlainen ruiskuvalulaitteessa 27:
- 20 a. liivatetta 4 syötetään syöttösuppiloyksikköön 5, jossa se vastaanotetaan, varastoidaan ja pidetään säädetyissä olosuhteissa, jolloin lämpötila vaihtelee ympäristön lämpötilasta 100°C:een, paine vaihtelee $1 - 5 \times 10^5$ N/m² ja vesi-25 pitoisuus on 5 - 25 % koostumuksen painosta.
- b. varastoitu liivate sulatetaan säädetyissä olosuhteissa, jolloin lämpötila on 50 - 190°C, vesipitoisuus 5 - 25 % painos-30 ta ja paine $600 - 3000 \times 10^5$ N/m².
- c. sulatettu liivate liuotetaan veteen säädetyissä olosuhteis-30 sa, jolloin lämpötila on 50 - 190°C, paine $600 - 3000 \times 10^5$ N/m² ja vesipitoisuus 5 - 25 % koostumuksen painosta.
- d. liuotettu liivate plastisoidaan säädetyissä olosuhteissa, jolloin lämpötila on 50 - 190°C, paine $600 - 3000 \times 10^5$ N/m² ja vesipitoisuus 5 - 25 % koostumuksen painosta.
- 35 e. plastisoitu liivate ruiskutetaan kapselinmuotoiseen valu-

muottiin 6 säädetyissä olosuhteissa, jolloin lämpötila on alle 50°C, ruiskupaine vaihtelee 600 ja 3000 x 10⁵ N/m² välillä ja valumuottiin 6 vaikuttava puristusvoima on alle noin 600,000 N, ja

- 5 f. kapselinmuotoiset osat 7 poistetaan kapselimuotissa 6 olevasta valetusta liivatteesta.

Kun aloitetaan kuvion 2 kohdasta A siirtyy ruuvi 8 eteenpäin ja täyttää valumuotin 6 plastisoidulla liivatteella 14 pisteeseen B saakka, jonka jälkeen plastisoitu ruiskutettu liivate 14 pidetään korkean paineen alaisena nk. pidätysajanjakson aikana, joka kestää kuvion 2 pisteestä B pisteeseen C. Pisteessä B yksitievientiili 15 lähellä ruuvin 8 päätä estää plastisoitua liivatetta 14 virtaamasta takaisin suuttimesta 22 ruuviin 8. Pidätysajanjakson aikana ruiskutetaan lisää plastisoitua liivatetta 14 plastisoidun liivatteen 14 kovettumisen ja jäähtymisen aiheuttaman kutistumisen kompensoimiseksi.

Myöhemmin menoaukko 21, joka on kapea sisäänpääsy valuyksikköön 2, sulkeutuu, mikä erottaa valuyksikön 2 ruiskuyksiköstä 1. Valumuotissa 6 oleva plastisoitu liivate 14 on yhä suuren paineen alaisena. Plastisoidun liivatteen 14 jäähtyessä ja kovettuessa paine laskee tasolle, joka on riittävän korkea estämään painumien syntymisen, mutta ei ole niin korkea että tulee vaikeaksi poistaa kapselinosat 7 valumuotissa 6 olevista kapselinmuotoisista ontelotiloista 19. Sen jälkeen kun menoaukko 21 sulkeutuu pisteessä C alkaa ruuvi 8 pyöriä. Plastisoitu liivate 14 kerääntyy laajenevaan sylinterinmuotoiseen tilaan ruuvin 8 etupuolella, joka syntyy kun ruuvi siirtyy aksiaalisuunnassa taaksepäin pisteeseen D. Plastisoidun liivatteen 14 virtausnopeutta säädetään ruuvin 8 pyörimisnopeuden avulla ja painetta säädetään takapaineen avulla (so. ruuviyhdistelmän 20 aikaansaaman hydraulipaineen avulla), joka puolestaan määrittää ruuvin 8 etupuolella olevassa suuttimessa 22 olevassa plastisoidussa liivatteessa 14 syntyvän paineen. Sen jälkeen

kun plastisoitua liivatetta 14 on kerääntynyt seuraavaa panosta varten valumuottiin 6 loppuu ruuvien 8 pyörimisliike pisteessä D. Pysähtyneellä ruuvilla 8 oleva liivate 4 jatkaa sulamistaan pisteiden D ja E välillä suutinputken 17 ympäri kulkevien höyrykuumennuskierukoiden 18 aiheuttaman lämmönsiirron avulla. Tätä ajanjaksoa kutsutaan liotusajaksi. Samanaikaisesti kovettuneet kapselinosat 7 poistetaan valumuotista 6. Tämän jälkeen valumuotti 6 sulkeutuu seuraavan plastisoitua liivatetta 14 olevan panoksen vastaanottamiseksi. Kaikki nämä toiminnot ovat automaattisia ja niitä ohjaa mikroprosessori, kuten seuraavassa selitetään.

Seuraavassa viitataan kuvioon 2 ja myös kuvioon 3. Kuvion 2 mukainen ruiskuvalun työjakso suoritetaan kuvion 3 esittämässä ruiskuvalulaitteessa 27 hydraulisten ja sähköisten komponenttien ja vastaavien piirien avulla, joita ohjaa kuvion 3 mukainen mikroprosessori 28.

Käyttämällä kiinteätä piirijärjestelmää ja nopeuslämpötilaa, raja- ja paine kytkimiä sähköisiä ja hydraulisia järjestelmiä varten, käytti keksinnön mukainen mikroprosessori 28 sen muistissa olevia ohjaussignaaleja alla olevan taulukon 1 aika-, lämpötila- ja paineolosuhdeparametrejä varten kuvion 2 mukaista ruiskuvalujaksoa varten, joka aikaansaatiin kuvion 3 mukaisen ruiskuvalulaitteen 27 avulla liivatekapselinosia 7 tuotettaessa.

25 Taulukko 1

Aika-, lämpötila- ja painealueet kuvion 2 mukaista ruiskuvalutyöjaksoa varten:

	A	B	C	D	E
	$10^{-2}-1$	$10^{-2}-1$	$10^{-2}-1$	$10^{-2}-1$	$10^{-2}-1$
30 Aika (sekunteja)					
Lämpötila	ymp.-100	50-190	50-190	50-190	50-190
(°Celsius)					
Paine	1-5	600-3000	600-3000	0-3000	600-3000
(10^5 N/m ²)					
(Newtonia per neliö-					
35 metri)					

Seuraavassa viitataan kuvioon 3, jossa on esitetty yhdistetty ruiskuvalulaite 27 ja mikroprosessori 28, joka käyttää hyväksi keksinnön mukaista menetelmää.

Yhdistetty ruiskuvalulaite 27 ja mikroprosessori 28
5 käsittää kuusi ohjauspiiriä, joista viisi on suljettuja, täysin analogisia ja yksi on on-off-piiri. Kun lähdetään valujaksopisteestä A kuviossa 2 toimii ruiskuvalun työjakso seuraavalla tavalla:

Kun ruuvin 8 etupuolelle on kerääntynyt riittävästi
10 plastisoitua gelatiinia 14 (mikroprosessorin avulla aikaohjattu) ja myös kun ruuvilaite 20, joka kannattaa ruuvia 8, vaihdetta 9 ja hydraulimoottoria 11, on työnnetty riittävän pitkälle taaksepäin vakiotakapainetta vastaan, jota ohjaa ohjauspiiri 2, aktivoi tuntopiiri I_4 rajakytkimen 12. Näillä kahdella ehdolla hydrauliventtiili, ohjauspiiri 4 aktivoituu, jonka seurauksena hydraulineeste virtaa hydraulisynterinterin 11 etuosaan. Tämä työntää ruuvilaitetta 20 eteenpäin, jolloin plastisoitu liivate 14 työntyy valumuottiin 6 kun kuvion 2 valujakson piste B on saavutettu, ja tämän jälkeen ruuvi 8 mikroprosessorin 28 ohjaamana jää paikalleen tietyn ajanjakson ajaksi pisteeseen C asti tässä eteentyönetyssä asennossa suuren paineen alaisena.

Kuvion 2 valujakson pisteestä B lähtien plastisoitu liivate 14 jäähtyy valumuotissa 6 ja aukko 21 sulkeutuu kuvion 2 valujakson pisteen C kohdalla.
25

Kuvion 2 valujakson pisteen C kohdalla ruuvi 8 rupeaa jälleen pyörimään ja hydraulinen paine pienenee hydraulisynterinterin 11 etumaisessa osassa arvoon, joka on hieman alhaisempi kuin hydraulisynterinterin 11 takaosalle määritetty paine.

30 Ruuvi 8 pidetään vakiopaineen alaisena valumuottia 6 päin hydraulisynterinterin 11 taka-asennon aiheuttaman paineen avulla. Tämä saadaan aikaan ohjauspiirin 2 avulla, jossa suhde-hydraulista venttiiliä ohjaa painepiirituntolaite I_2 .

Ruuvin 8 jatkaessa pyörimisliikettään syöttösuppilo 5
35 panostaa siihen uuden liivatepanoksen 4. Tietyn ajanjakson

aikana ja ruuvin 8 pyöriessä määrättyllä pyörimisnopeudella, joka on ohjauspiirin 3 ohjaama, syötetään tarkka määrä liivattetta 4 suutinputkeen 17. Ohjauspiiri 3 aktivoituu nopeustuntopiirin I_3 avulla, joka mittaa ruuvin 8 pyörimisnopeuden ja joka lähettää tuntosignaalin takaisin hydrauliseen suhdevirtaussäätöventtiiliin O_3 , jota ohjaa ohjauspiiri 3, jonka avulla turvataan se että hydraulimoottori 10 pyörii vakio kierrosnopeudella riippumatta uuden liivatepanoksen 4 syöttämisestä syntyvästä momenttivaihtelusta.

10 Kun syöttöajanjakso on saatettu loppuun pysäytetään ruuvin 8 pyörimisliike ja kuvion 2 valujakson piste D on saavutettu. Liuotusaika valujaksopisteestä D pisteeseen A kuviossa 2 mahdollistaa liivatteen 14 plastisoitumisen kokonaan säädetyissä lämpötilaolosuhteissa, joita ohjaa ohjauspiiri 1.

15 Lämpötilan tuntopiiri I_1 tunnistaa tyristorilämmönsäädintä O_1 , joka kuumentaa suutinputkea 17 ohjauspiirin 1 säätämänä.

20 Aikavälin aikana valujaksopisteestä B pisteeseen E kuviossa 2, on valumuotti 6 jäähtynyt riittävästi niin, että valmiit kapselinosat 7 voidaan poistaa valumuotista 6.

Kapselinosien 7 poistamisen jälkeen palaa työjakso pisteeseen A kuviossa 2, jossa tietty määrä plastista liivattetta 14 on kerääntynyt ruuvin 8 etupuolelle (tuntopiiri I_4 on aktivoitu ja aika on päättynyt) niin, että kuvion 2 työjakso voidaan toistaa.

25 On tärkeätä kiinnittää huomiota lämpötilan ja kosteuden säätökierukoihin 5 ja 6 syöttösuppilossa 5 olevan liivatteen tarkan vesipitoisuuden ylläpitämiseksi, mikä on oleellista asianmukaisen toiminnan turvaamiseksi halutuilla nopeuksilla.

30 Mikroprosessori 28 käsittää muistiosan 51 haluttujen toimintaparametrien varastoimiseksi; tunto- ja signaaliolosan 52 todellisten toimintaolosuhteiden tuntosignaalien vastaanottamiseksi, eron havaitsemiseksi haluttujen ja todellisten toimintaolosuhteiden välillä, sekä säätösignaalien lähettä-

miseksi aktivointiosan 53 kautta tyristoreille ja venttiileille.

Viitaten kuvioon 4, jossa on esitetty venttiilipesälaitte 50, johon kuuluu menoaukko 21, suutin 22, neulaventtiili 23 ja yksitieventtiili 15. Nämä elementit toimivat seuraavalla tavalla:

Pisteen A kohdalla kuviossa 2 neulaventtiili 23 siirtyy taaksepäin menoaukosta 21 ja yksitieventtiili 15 taaksepäin venttiilipesästä 50 niin, että suuttimeen 22 muodostuu tuloaukko 55 plastisoitua liivatetta 14 varten, joka määrittää panostuskammion plastisoitua liivatetta 14 varten. Plastisoitu liivate 14 ruiskutetaan suuttimen 22 läpi valumuottiin 6 valumuotin täyttöajan aikana pisteiden A ja B välillä kuviossa 2. Pisteessä C kuviossa 2 työntyy neulaventtiili 23 eteenpäin menoaukon 21 sulkemiseksi, jonka ajanjakson aikana, pisteiden C ja E välillä kuviossa 2, valumuotti 6 on suljettu ja valumuotissa 6 oleva kapselinosa 7 jäähtyy. Neulaventtiili 23 pysyy kiinni pisteiden E ja A välillä kuviossa 2 jona aikana kapselinosa 7 poistetaan valumuotista 6. Kokonaisajanjakson pisteiden B ja A välillä kuviossa 2 on oltava pienempi kuin 5 sekuntia niin, ettei plastisoitu liivate 14 jähmetty suuttimessa 22. Tämä on tämän keksinnön eräs tärkeä aspekti, koska:

- a) nopeammat tuotantoajat ovat mahdollisia suuremman tuoton saavuttamiseksi;
- b) tuotantojakson aikana ei esiinny mitään plastisoidun liivatteen 14 hävikkiä suuttimessa 22 ja valumuotissa 6 tapahtuvan jähmettymisen takia; ja
- c) vaara että plastisoitu liivate heikkenee laadullisesti on minimaalinen, koska se on tuotantojaksossa lyhyen ajan ja sitä käytetään vain kerran kussakin tuotantojaksossa koska plastisoitu liivate 14 jähmettyy vain kerran kapselinmuotoisissa ontelotiloissa 19 eikä suuttimessa 22.

Yksitieventtiili 15 ja neulaventtiili 23 aktivoidaan jousi-jännitetyn vivun 25 avulla, joka normaalisti sulkee

sekä menoaukon 21 että suuttimen 22 kunnes vipu aktivoituu nokan avulla mikroprosessorista 28 tulevien signaalien johdosta.

- Liivatteen termomekaaniset ominaisuudet, varastointi- ja häviöleikkausmodulit eri lämpötiloissa riippuvat voimakkaasti sen vesipitoisuudesta. Tämän keksinnön mukaista kapselinvaluprosessia voidaan käyttää liivatetta varten, jonka vesipitoisuus sopivimmin on 5 ja 25%:n välillä. Alaraja määrittyy maksimaalisen prosessilämpötilan 190°C mukaan, jota ei puolestaan voida ylittää laadun heikkenemisen välttämiseksi. Yläraja määrittyy valmiiden kapseleiden tahmeuden mukaan. Allaolevassa taulukossa olevia lyhennyksiä käytetään seuraavassa tämän keksinnön yhteydessä.

Taulukko 2

Käytettyjen fysikaalisten parametrien lyhennykset

<u>Lyhennys</u>	<u>Yksikkö</u>	<u>Selitys</u>
T_a, P_a	$^{\circ}\text{C}, \text{N/m}^2$	Ympäristön lämpötila ja paine
$H(T, P)$	$\text{KJoule} \times \text{Kg}^{-1}$	Hydrofiilisen polymeeri-vesijärjestelmän entalpia tietyssä paineessa ja lämpötilassa.
$\Upsilon(T, P)$	$\text{N}^{-1} \times \text{m}^2$	Hydrofiilisen polymeerin kokoonpuristettavuus tietyssä lämpötilassa ja paineessa. Sen numeerinen arvo on suhteellinen tilavuudenmuutos, joka johtuu paineenmuutoksesta yksikkömäärän verran.
$\alpha(T, P)$	$(\text{Astetta } ^{\circ}\text{C})^{-1}$	Hydrofiilisen polymeerin volumetrinen terminen laajenuskerroin tietyssä lämpötilassa ja paineessa. Sen numeerinen arvo on suhteellinen tilavuudenmuutos, joka johtuu lämpötilan muutoksesta yksikkömäärän verran.

$V(g, T, P)$	$\text{Kg} \times \text{sek}^{-1}$	on hydrofiilisen polymeerin virtausnopeus tietyssä lämpötilassa ja leikkausdeformaatioasteessa ja -paineessa. Sen numeerinen arvo on sen sulan tilavuus, joka jättää ruiskuvalulaitteen poistoaukon poikkileikkauspinnan yksikköajassa, ja johtuu käytetystä leikkausdeformaationopeudesta.
$T_{G1}; T_{G2} (X)$	$^{\circ}\text{C}$	Hydraulisen polymeerin lasittumisen lämpötila-alue.
$T_{M1}; T_{M2} (X)$	$^{\circ}\text{C}$	Osittain kristallisoituneen hydrofiilisen polymeerin sulamisen lämpötila-alue.
$T_E(t)$	$^{\circ}\text{C}$	Hydrofiilisen polymeerin lämpötila ruiskuyksikön suutinalueella.
$T_M(t)$	$^{\circ}\text{C}$	Hydrofiilisen polymeerin lämpötila valumuotissa.
P_M	N/m^2	Valumuotissa olevan hydrofiilisen polymeerin paine.
P_E	N/m^2	Hydrofiilisen polymeerin paine suutinalueella.
X		Hydrofiilisen polymeerin vesipitoisuus, ilmaistuna painofraktiona vesi-hydrofiilisen polymeeri-järjestelmässä.

Ruiskuvaluprosessin ohjaamiseksi ja säätämiseksi (IMP) tarvitaan tietoa

(1) sulatusprosessin lämmönkulutuksesta:

$$H(T_E, P_E) - H(T_a, P_a)$$

- 5 (2) hydrofiilisten polymeerien lämmitysnopeudesta ruiskuvalulaitteessa. Tämän laskemiseksi tarvitaan tiedot hydrofiilisen polymeerin lämmönjohtokertoimesta ja hydrofiilisen polymeerin lämmönsiirtokertoimesta sekä suutinputken rakenneaineesta, joka on kosketuksessa hydrofiilisen polymeerin

lämmitysnopeuden ja lämmönkulutuksen perusteella saadaan minimaalinen välttämätön aikaväli hydrofiilisen polymeerin saattamiseksi ruiskutuskuntoon ja ruiskuvalulaitteen välttämätön lämmitysteho.

5 (3) T_E riippuu hydrofiilisten polymeerien X -arvosta. Jos valumuotissa olevan hydrofiilisen polymeerin vesipitoisuus on liian alhainen tulee siitä johtuva T_E olemaan liian korkea ja aiheuttamaan laadun heikkenemistä. T_E :n pitämiseksi alle 190°C tarvitaan 5%:n minimivesipitoisuusarvo.

10 (4) virtausnopeus $V(Q, T, P)$ on myös voimakkaasti riippuvainen hydrofiilisen polymeerin vesipitoisuudesta. IMP:n nopeuttamiseksi tarvitaan suurta virtausnopeutta $V(Q, T, P)$, joka voidaan saada aikaan suuremmalla vesipitoisuudella.

Vesipitoisuuden yläraja määrittyy kapseleiden tahmeuden ja mekaanisen heikkenemisen mukaan; yleensä ei voida ylittää arvoa 0,25 vesipitoisuuden osalta. Se alue, jonka puitteissa kapseleita voidaan valaa tämän keksinnön mukaisen menetelmän avulla on tästä syystä 5 - 25% vesipitoisuuden osalta. Kun vesipitoisuus on 10 - 20 % saadaan parempia kapseleita; parhaimmat kapselit saatiin kun vesipitoisuus vaihteli 12 - 18%.

Valumuotissa olevan hydrofiilisen polymeerin tilavuus pienenee lämpötilanmuutoksen $T_M - T_a$ takia. Tämä johtaisi siihen että kapseleihin syntyy ontelotiloja ja niiden koko pienenee, jotka kapselit siitä syystä olisivat laadultaan epätyydyttäviä. Kapselinvalmistuksen kohdalla on ehdottomana vaatimuksena että mittapoikkeamat ovat pienemmät kuin 1%. Lämpötilavaihtelujen aiheuttaman kutistumisen kompensoimiseksi on valumuotti täytettävä tietyllä paineella P_M . Tämä täyttöpaine määrittyy määrien $\alpha(T, P)$ ja $\chi(T, P)$ mukaan.

30 Ruiskutusaine (P_E) puolestaan riippuu lämpötilasta T_E , joka kuten jo mainittiin on voimakkaasti riippuvainen arvosta X .

Kuviossa 5 on esitetty leikkausnopeudesta riippuvainen liivatteen leikkausviskositeetti 90°C lämpötilassa liivatetta varten, jonka vesipitoisuus X on 0,17. Kapillaarin halkai-

35

sija $d = 1,05$ mm ja pituus $5,0$ mm; pituus-halkaisija-suhde L/d on tästä syystä $= 4,75$.

Seuraavassa viitataan kuvioon 6, jossa on esitetty valupintadiagramma liivatetta varten, jonka vesipitoisuus on 0 17. Ruiskuvalamisen aikana plastisoitu liivate puristetaan ulos jaksottaisesti ja jäähdytetään välittömästi valumuotissa, joka on halutun kapselinkappaleen muotoinen. Valettavuus riippuu liivatteen ominaisuuksista ja prosessiolosuhteista, joista liivatteen termomekaaniset ominaisuudet kuten myös valumuotin geometria ja lämpötila- ja paineolosuhteet ovat tärkeimmät. Kuvion 6 valupintadiagrammassa on paineen ja lämpötilan rajat merkitty liivatteen käsittelyä varten tämän keksinnön mukaisessa yhdistetyssä ruiskuvalu-mikroprosessori-laitteessa. 190°C maksimilämpötila on määritetty liivatteen silmin todettavan heikkenemisen perusteella tämän lämpötilan yläpuolella. Alempi lämpötilaraja, 50°C , määritettiin liian suuren viskositeetin ja sulaelastisuuden syntymisen perusteella suositeltavalla vesipitoisuusalueella $X: 0,05 - 0,25$. Suurempi paineraja $3 \times 10^8 \text{ N/m}^2$ määritettiin vuodon (flash) alkamisen perusteella kun sula liivate virtaa valumuotin muodostavien erilaisten metallimatriisien väliinseen rakoon, jolloin se kehittää ohuita kerroksia, jotka ovat kiinnittyneet valettuihin liivatekapselinosiin erotusviivojen kohdalla. Alempi paineraja noin $6 \times 10^7 \text{ N/m}^2$ määritettiin lyhyiden panosten avulla kun valumuotti ei täysin täyty liivatteesta.

Taulukko 3

Työparametrit ruiskuvaluprosessia varten.

Tiheys	$1,3 - 1,2 \times 10^3 \text{ kg} \times \text{m}^{-3}$
Kiteisyys	25 %
$H(T_E, P_E) - H(T_a, P_a)$	$0,32 \text{ KJoule} \times \text{kg}^{-1}$
Nettolämmitysteho 10 kg sulaa/h (vastaa 10^6 kapselia/h)	$3,5 \times 10^5 \text{ KJoule}$
Lämmönsiirtokerroin (20°C) liivatetta varten	$1,0 \text{ KJoule} \times \text{m}^{-1} \times \text{h}^{-1} \times \text{aste}^{-1}$

Kokoonpuristettavuus $5 \times 10^{-10} \text{ N}^{-1} \times \text{m}^2$

$\chi(T_E, P_E)$

$\alpha(T_a, P_a)$

$8 \times 10^{-5} (\text{°C})^{-1}$

Kiteytymisestä

merkityksetön

5 johtuva kutistuminen

Kriittinen leikkaus-

$10^4 - 10^5 \text{ sek}^{-1}$

deformaationopeus

Hydrofiilliset polymeerit, jotka sopivimmin ovat erityyppisiä liivateita, puserretaan ulos ja ruiskutetaan seuraavissa olosuhteissa:

10

Seuraavassa viitataan kuvioon 7, jossa on esitetty lasinmuodostumisalue ja sulamislämpötila-alue funktiona liivate-vesi-järjestelmän koostumuksesta. Lasinmuodostumisalueen alapuolisissa lämpötiloissa kaupan saatava tavanomainen liivate on osittain kiteytynyt hydrofiilinen polymeeri, joka sisältää noin 70 tilavuus-% amorfia ja noin 30 tilavuus-% kristallisoitunutta ainetta (alue I kuviossa 7). Tällaisia liivatekoostumuksia nimitetään yleensä kylmäkuivatuiksi liivateiksi. Korottamalla tämän liivatekoostumuksen lämpötilaa tietyllä vesipitoisuudella liivate ohittaa lasinmuodostumisalueen.

15

20

Kuvioon 1 viitaten tapahtuu liivatteen kuumennusprosessi suutinputken 17 sisällä. Kuvioon 2 viitaten tapahtuu liivatteen kuumennusprosessi koko ruiskuvalun työjakson aikana. Kuviossa 7 oleva alue lasinmuodostumisalueen ja sulamisolueen välissä on nimeltään alue II. Alueella II on kiteistä liivatetta ja liivatesulaa. Lasinmuodostumisalue ei ole termodynaaminen ylimenoalue, mutta sille on tunnusomaisia liivatemolekyylien molekyyliliikkeiden muuttuminen ja muutos amorfin liivatteen tilavuusmodulissa usean suuruusluokan verran. Siirtymällä alueelta II alueelle I kuviossa 7 liivatemolekyylien translaatioliikkeet tai näiden molekyyliliikkeiden suuren osan translaatioliikkeet jäätyvät lasinmuodostumislämpötila-alueelle ja tämä heijastuu muutoksena ominaislämmön (c_p) ja volumetrin termisen laajennuskertoimen

25

30

35

(a) muutoksena tällä lämpötila-alueella. Siirtymällä alueelta II alueelle III sen takia että kiteytyneen liivatteen sulamisraja on ylitetty tulee liivatteen helikaalisesti järjestynyt osa sulamaan. Viitaten kuvioon 1 tapahtuu liivatteen kuumennusprosessi puserrusputken 17 sisällä. Viitaten kuvioon 2 tapahtuu liivatteen kuumennusprosessi koko ruiskuvälun työvaiheen aikana. Spiraalisiirtymä on todellinen ensimmäistä astetta oleva termodynaaminen siirtymä ja se on endoterminen prosessi. Tällaiset siirtymät voidaan havaita pyyhkäisykalorimetrian avulla tai mittaamalla muutos lineaarisessa viskoelastisessa tilavuusvarastomoduulissa, joka johtuu lämpötilan muutoksesta. Kuviossa 8 on esitetty differentiaalikalorimetrin lämpötila-alueen tyypillinen kuvio. Ordinaatille on merkitty koekappaleen lämmönkulutuksen nopeus suhteessa vertailukappaleeseen (tyhjö koekappaleen pidike). Koekappaleen lämmönkulutuksen nopeus riippuu liivatekappaleen lämpötilan muutoksesta ja tämä lämpötila on merkitty abskissalle kelvin-asteissa. Tämän kuvion kantaviivamuutos vastaa lasiintumista ja huippu sulamista tai kierukkasiirtymää. Lineaarinen viskoelastinen tilavuusvarastomoduuli E voidaan mitata liivatekoekappaleen pienillä sinileikkausmuodonmuutoksilla. Tyypillisen liivatekoekappaleen moduulin muutokset vesipitoisuudella $X = 0,13$ on merkitty funktiona koekappaleen lämpötilasta kuviossa 9. Lasinmuodostumislämpötilassa ja sulamis- tai kierukkasiirtymälämpötilassa moduuli muuttuu useiden suuruusluokkien verran. Kuten kuviossa 9 on esitetty on olemassa toinen siirtymälämpötila sulamisalueen yläpuolella ja tälle siirtymälle on tunnusomaista että moduuli E edelleen laskee. Siirtymälämpötilaa kutsutaan liuoslämpötilaksi. Lämpötila-alueella $T_g - T_M$ on liivate kumielastisessa tilassa ja kiteiset alueet tai fibrillit edustavat verkoston elastisesti aktiivisia elementtejä.

Vastaavanlaisia verkostoja on plastisoidussa mikrokristallisoidussa polyvinyylikloridissa (PVC). Kiteiset alueet aiheuttavat röntgensäteiden taipumista tässä PVC:ssä, mutta

ei liivatteessa (I. Tomka, *Chimia* 30, 534-540 (1976); I. Tomka et al *Phot. Sci.* 23, 97 (1975)). Lämpötila-alueella $T_M - T_S$ liivate on viskoelastisessa kumi-elastisessa tilassa. Elastisesti aktiivinen verkosto liivatteen tässä tilassa on kuten useimmissa polymeerisulissa tilapäinen verkosto. Tämä tilapäinen verkosto johtuu polymeerimolekyylien taker-
tumisesta kiinni toisiinsa. Erityisesti liivatteessa voimak-
kaat makromolekyylien väliset vaikutukset (vetysillat, dipo-
li-dipoli-vaikutukset) muodostavat oleellisen osan elastises-
ti aktiivisessa väliaikaisessa verkostossa. Liuoslämpötilas-
sa tämä väliaikainen verkosto hajoaa ja erityisesti liivate-
molekyylit liukenevat veden läsnäolon vaikutuksesta. Korkeam-
massa lämpötilassa kuin T_S putoaa varastomoduli erittäin al-
haisiin lukuihin: pienemmäksi kuin

$10 \times \text{Nm}^{-2}$, kuten kuviossa 9 on esitetty. Tässä keksin-
nössä todettiin että liivatteen käsittelyn (ruiskuvalun, pu-
hallusvalun jne.) tulisi tapahtua korkeammassa lämpötilassa
kuin T_S .

Kuvioon 1 viitaten tapahtuu liivatteen kuumentaminen
yli T_S -lämpötilaan puserrusputken 17 etuosassa. Tätä kuu-
mennusprosessia pitää yllä höyrykuumennuskierukan 18 lisäk-
si myös oleellisesti sisäinen kitka ruiskuprosessin aikana,
mikä johtuu korkeista deformaationopeudesta. Kuvioon 2 vii-
taten tulee liukenemisprosessi tapahtumaan työjakson pistei-
den A ja B välillä. Todettiin että ruiskuvaletun liivatteen
palautuva elastinen deformaatio valumuotin 6 avaamisen jäl-
keen voitiin jättää huomioimatta jos liivatteen lämpötila
ruiskuvaluprosessin aikana on korkeampi kuin T_S , mutta muus-
sa tapauksessa valusarja vähenisi ainakin yhden suuruusluo-
kan verran.

Viitaten kuvioon 2 tapahtuu liivatteen välttämätön
jäähdytysajanjakso valumuotissa- liivatteen palautuvien
elastisten deformaatioiden välttämiseksi- työjakson pistei-
den B ja E välillä. Valusarjan rajoittaminen alhaiseen no-
peuteen yhdistettynä liivatteen pitämiseen valumuotissa
pitkän aikaa (enemmän kuin 5 sek.) ei ole toivottavaa kah-

desta syystä: alhainen tuotettu määrä ja liivatteen vesipitoisuuden vähentyminen pusertimessa. Korkeammassa ruiskuvalulämpötilassa tapahtuu aina veden siirtymistä kuumasta kylmään liivatteen puserrusputkessa. (Katso D. Gehrmann, Thesis, Darmstadt'in Yliopisto 1979). Tämä veden siirtyminen voidaan kompensoida kuljettamalla liivatetta ruuvin avulla vastakaiseen suuntaan.

Kuten kuviosta 1 ilmenee ylläpitää ruuvi 8 liivatteen kuljetusta. Kuvioon 2 viitaten tapahtuu liivatteen kuljetus pisteiden A ja B välillä ja edelleen työjakson pisteiden C ja D välillä. Liivatteen vakaan vesipitoisuuden kehittämiseksi puserrusputken sulatusalueella on välttämätöntä käyttää ruiskutusjaksoa, joka on lyhyempi kuin 5 sekuntia. Liivatteen vakaan ja riittävän korkean vesipitoisuuden aikaansaamiseksi puserrusputkessa on lisäksi välttämätöntä käyttää sellaista liivatetta tai muuta hydrofiilistä polymeeria, jonka sekä sorptioisotermi (katso kuv. 10) että sorptiolämmön differentiaali vesipitoisuuden funktiona (katso kuv. 11) on oikean muotoinen. Liivatteen vakiovesipitoisuus-arvo puserrusputkessa on välttämätön jos halutaan pitää yllä vakaita tuotanto-olosuhteita. Liivatteen vesipitoisuuden on ruiskutuksen aikana täytettävä seuraava ehto: X on suurempi kuin 0,05 koska muuten T_g on myös korkeampi kuin 190°C ja tämä ei ole toivottavaa koska se aiheuttaa liivatteen laadun heikkenemistä. Liivatteen sorptio-isotermi on S-muotoinen ja siinä on käännepiste suurin piirtein kohdassa 0,5 vesiaktiviteettia joka on tasaisesti pienentyvä funktio differentiaalisorptiolämmöstä yhdessä vesipitoisuuden kanssa. Välttämätön tila faasierottumisen välttämiseksi - liivate-vesi-faasin erottuminen kahdeksi nestefaasiksi liivate-vedeksi ja vedeksi, joka syntyy puserrusputkessa ruiskutuksen aikana on seuraava: Liivatteen vesiaktiivisuus ($a_{w,M}$) suurimmassa lämpötilassa puserrusputkessa ja vesipitoisuusalueella: 0,05 - 0,25 liivatteesta tulee olla pienempi kuin yksi.

Tämän keksinnön avulla voidaan hydrofiilisen polymeerin prosessilämpötilaa alentaa ainakin 100°C verran, mikä tarkoittaa että prosessilämpötilaa (T_p) voitaisiin muuttaa lisäämällä riittävästi vettä (X on suurempi kuin 0,05 ja pienempi kuin 0,25) hydrofiilisen polymeerin prosessiin, mikä johtaa lämpötila-alueeseen $50^{\circ}\text{C} - 190^{\circ}\text{C}$, jolla alueella hydrofiilinen polymeeri ei huonone prosessin aikana. Tyypillisen liivatteen sulatusalue, jonka vesipitoisuus on alle 0,002 (tämä vesipitoisuus on yleinen polyamidien käsittelyn aikana, joiden kemiallinen rakenne vastaa liivatetta) on $220^{\circ}\text{C} - 250^{\circ}\text{C}$. Tätä sulatusaluetta voidaan verrata alifaattisten polyamidien sulatusalueeseen. Esimerkiksi polyamidien käyttäytyminen on erilainen mitä niiden veteen sopeutumiseen tulee käsittelyn aikana. Esimerkiksi nylon 6:n sorptioisotermissä ei ole käännepistettä eikä sen sorption differentiaalilämpö-käyrä ole tasaisesti laskeva funktio vesipitoisuuden suhteen ja jo huoneenlämmössä on sorptioisotermissä tasapainoinen vesiaktiviteetti-arvo, joka on yhtä suuri kuin vesipitoisuus 0,05. Kun tämän polyamidin vesipitoisuus muutetaan arvoon 0,035 ympäristön lämpötilassa saadaan aikaan veden ja vesi-polyamidi-faasien erottuminen jo alle 100°C lämpötilassa. Koska nylon 6 ei ole sula tällä vesipitoisuudella ja alle 100°C lämpötilassa ei tämä polyamidi ole käyttökelpoinen prosessia varten. Kun vesipitoisuus on 0,035 ja lämpötila 100°C tai yli ei polyamidia voida myöskään käyttää prosessissa koska pusertimessa ja valumuotissa vallitsee veden synereesi. Tämä vaikutus on hyvin tunnettu vastaavassa kirjallisuudessa (Kunststoff Handbuch, Vol. 6: Polyamidit, München, L-Saksa 1966).

Hydrofiilisiä polymeerejä, sopivimmin erityyppisiä liivatteita haaroitettaessa ja ristikytettäessä on tärkeitä lisätä ristikytettäviä aineita, varsinkin kovalenttiset ristikytettäviä aineita juuri ennenkuin sulaa hydrofiilistä polymeeriä ruiskutetaan.

Viitaten tämän keksinnön kuvioon 9 voidaan vetää se

johtopäätös, että hydrofiilisten polymeerien molekyylipainon lisääminen nostaa mainittujen polymeerien liukenemislämpötilaa.

5 Korotetussa prosessilämpötilassa mahdollisesti esiintyvän heikkenemisen takia ei ole toivottavaa haaroittaa ja ristikytkeä näitä hydrofiilisiä polymeerejä ennen ruiskuttamista.

10 Viitaten kuvioon 1 ruiskutetaan vesipitoinen ristikytkeäaineista koostuva liuos sekoitusjärjestelmän eteen, joka on sijoitettu sulatus- ja plastisointiyksikön 4 ja ruiskutusyksikön 1 väliin. Ristikytkeäreaktio tapahtuu pääasiassa ruiskutusjakson aikana sekä kapselin poistamisen jälkeisen ajan. Edelläesitetyn tekniikan avulla haarautumisen ja ristikytkemisen osalta ei hydrofiilisten polymeerien
15 termomekaanisten ominaisuuksien muuttamisesta ole mitään haittaa sulatus- ja liuotusprosessin aikana.

Hydrofiiliset polymeerit, jotka sopivimmin ovat erityyppisiä liivatteita, puserretaan ja ruiskutetaan seuraavissa olosuhteissa, jotka on esitetty seuraavassa taulukossa:

Taulukko 4

Ruiskutusolosuhteet hydrofiilisiä polymeerejä varten.

Ruiskutusyksikkö

Ruiskutusyksikkö					
Ruuvien halkaisija	mm	24	28	32	
Ruiskutusaine	N x m ⁻²	2.2x10 ⁸	1.6x10 ⁸	1.2x10 ⁸	
Laskettu siirretty volyymi	cm ³	38	51.7	67.5	
Tehokas ruuvipituus	L:D	18.8	16.1	13.5	
Plastisointikapasiteetti (PS) kg/h(max.)	1a)	13.5	21.2	21.5	
	11a)	9.2	14.5	15	
	1b)	23.6	34	36	
	11b)	17.5	27	27.5	
Ruuvien isku	mm (max.)	84	84	84	
Ruiskutuskapasiteetti	kW	30	30	30	
Ruiskutusnopeus	mm/s(max.)	460	4	60	460
Suutinkosketusvoima	kN	41.2	4	1.2	41.2
Ruuvien pyörimisnopeus	min ⁻¹	Var. 1a)		20	- 280
		11a)		20	- 170
		Var. 1b)		20	- 600
		11b)		20	- 400
Lämmitysalueiden lukumäärä		5	5	5	
Asennettu lämmityskapasiteetti kW		6.1	6.1	6.1	
Valuysikkö					
Puristusvoima	kN			600	
Avausisku	mm		100	- 250	

Kapseleiden valamisen lisäksi voi asiantunteva käyttää tätä keksintöä kapseleiden tuottamiseksi käyttäen profiilipuserrusta, puristusvalamista, tyhjömuotoilua, termistä muotoilua, puserrusmuotoilua, polymeerivalamista yhdessä
5 tyhjömuotoilun kanssa.

Vaikkakin sopivin ruiskuvalu-mikroprosessori-laitteen rakennemuoto on tarkoitettu menetelmää varten liivatekapseleiden tuottamiseksi erilaisista liivatetyypeistä, on todettu että laadullisia kapseleita voidaan myös valmistaa käyttämällä tämän keksinnön yhteydessä sopivimmin huonompaa
10 laatua olevaa liivatetta, joka muunnetaan juuri ennen ruis-kuttamista kovalenttisten ja/tai ei-kovalenttisten ristikykentäaineiden avulla, joita ovat esimerkiksi:

monivalenttiset metallisuolat, kuten alumiini- ja kal-
15 siumsuolat, boorihappo, kaliumaluna, ammoniumaluna ja vastaavat;

kromin, alumiinin tai sirkoniumin metallisuolat (kromi-
asettaatti, kromialuna) kuten on esitetty patenttijulkaisuis-
sa No. DT 24 39 553, DT 26 26 026, A1, DT 21 48 428 ja DT
20 25 05 746;

aldehydit ja ketonit kuten myös niiden halogenoidut johdannaiset, kuten formaldehydi, paraformaldehydi, 2,4,6-trinitro-bentsaldehydi, kinonit (bentsokinoni), 1,2- ja 1,3-dikarbonyyli-yhdisteet, kuten glyoksaali, sykloheksandioli-
25 1,2; 1,5-dialdehydit (glutaraldehydi);

hapot ja happoanhydridit, kuten mukokloorihappo, 2-emäksisten orgaanisten happojen kloridit, tetrakarboksyylis-
ten happojen anhydridit;

yhdisteet joissa on enemmän kuin 2 helposti rikkoutu-
30 vaa heterosyklistä 3-jäsenistä rengasta, kuten etyleenioksi-
di ja etyleeni-iminit,

polyfunktionaaliset meteeni-sulfonihappoesterit;

ei-typpipitoiset polyfunktionaaliset yhdisteet, mukaan-
lukien etyleeniglykoli-dimetakrylaatti, diepoksi-butaani,
35 epikloorihydriini, diklooripropanoli, dietyleni-glykoli-

dimetakrylaatti, dikloorimetyyli- ja dikloori-oktyyli-eetterit ja vastaavat;

typpipitoiset polyfunktionaaliset yhdisteet, kuten esimerkiksi heksametyleen-di-isosyanaatti, dimetyyliadipimaatti, bis-diatso-bentsidiiniä, Woodward'in reagenssi K, N,N'-(1,3-fenyleenibismaleimidi, N,N'-etyleenibis-(iodoasetamidi), urea, trikloroisosyanurihappo, etyleeni-bis-metakrylamidi, tetraklooripyrimidiini, dimetynoli-urea, dimetynoli-etyleen-urea, metyloli- ja dimetyloli-akrylamidi kuten myös seuraava ryhmä ristikytkeivistä aineista, jotka on esitetty patenttijulkaisuissa N:ot DE 48 294 B2, DT 24 39 553 A1, DT 25 05 746 A1, DT 26 25 026 A1, EUR 0,021,108, US 3,321,313 ja DT 21 48 428:

karbodiimidit;
sulfobetaiini-karbodiimidit;
karbamoyyli-oksi-pyridinium-suolat;
karbamoylonium-suolat;
1-N-etoksi-karboksi-2-etoksi-dihydrokinoliini;
isoksatsolium-suolat;
bis-isoksatsolium-suolat, ja
di-isosyanaatit.

Kapseleiden valmistamiseksi edelläesitettyjen hydrofiilisten polymeerien avulla johtaa plastisointiaineiden, voiteluaineiden ja värjäysaineiden, jotka nimenomaan ovat lääketieteellistä laatua, käyttäminen optimaalisiin tuotteen ominaisuuksiin.

Lääketieteellisesti hyväksyttäviä plastisointiaineita, kuten polyetyleen-glykolia tai sopivimmin alhaisen molekyylipainon omaavia orgaanisia plastisointiaineita, kuten glyserolia, sorbitolia, dioktyyli-natrium-sulfosukkinaattia, trietyyli-sitraattia, tributyyli-sitraattia, 1,2-propyleeni-glykolia, glyserolin mono-, di-, tri-asetaatteja jne. käytetään eri pitoisuuksina noin 0,5 - 40%, sopivimmin 0,5 - 10% hydrofiilisen polymeerin painosta laskettuna.

Lääketieteellisesti hyväksyttäviä voiteluaineita, kuten

alumiinin, kalsiumin, magnesiumin ja tinan stearaatteja, kuten myös talkkia, silikoneja, jne käytetään 0,1 - 10%, sopivimmin 0,1 - 5%:n pitoisuuksina hydrofiilisen polymeerin painosta laskettuna.

- 5 Lääketieteellisesti hyväksyttäviä värjäysaineita, kuten atsoväriaineita ja muita väriaineita ja pigmenttejä kuten rautaoksideja, titanium-dioksideja, luonnollisia värjäysaineita jne. käytetään noin 0,001 - 10%:in, sopivimmin 0,001 - 5%:n pitoisuuksina hydrofiilisen polymeerin painosta laskettuna.
- 10

Lisäksi on havaittu että tämän keksinnön mukainen valumikroprosessori-yksikkö voi tuottaa laadukkaita kapseleita eri laatuoisilla liivateilla joihin on yhdistetty täyteaineita 5 - 95 paino-%, kuten aurinkokukkaproteiineja, soijapapuproteiineja, puuvillasiemenproteiineja, maapähkinäproteiineja, rapsinsiemenproteiineja, laktoosia, arabikumia, akrylaatteja ja metakrylaatteja, veteen liukenevia selluloosan johdannaisia, kuten selluloosa-asetyyli-ftalaatteja (CAP), hydroksipropyyliselluloosaa, hydroksipropyyli-metyyliselluloosaa, hydroksipropyylimetyyli-selluloosaftalaatteja (HPMCP), hydroksimetyyli-selluloosaa, polyvinyylipyrrolidonia, shellakkaa, bentsoniittia, polyvinyyli-asetaatiftalaattia, ftalatoitua liivatetta, sukkinoitua liivatetta ja polysakkariideja, kuten agar-agar.

15

20

- 25 Kapsелеita valmistettaessa edelläesitettyjen polymeerien avulla saadaan plastisointiaineita, voiteluaineita ja värjäysaineita käyttämällä, jotka sopivimmin ovat lääketieteellisesti hyväksyttäviä, optimaalisia tuoteominaisuuksia.

Lääketieteellisesti hyväksyttäviä plastisointiaineita, kuten esimerkiksi polyetyleeniglykolia tai sopivimmin molekyylipainoltaan alhaisia orgaanisia plastisointiaineita, kuten glyserolia, sorbitolia, dioktyyli-natrium-sulfosukkinaattia, trietyyli-sitraattia, tributyylisitraattia, 1,2-propyleeniglykolia, glyserolin mono-, di- tai triasetaatteja jne.

30

35 käytetään erilaisina, noin 0,5 - 40%, sopivimmin 0,5 - 10%,

pitoisuuksina, hydrofiilisen polymeerin painosta laskettuna.

Lääketieteellisesti hyväksyttäviä voiteluaineita, kuten kalsiumin, magnesiumin, tinan, stearaatteja, kuten myös talkkia, silikoneja jne. käytetään noin 0,1 - 10%, sopivimmin 0,1 - 5 %, pitoisuuksina laskettuna hydrofiilisen polymeerin painosta.

Lääketieteellisesti hyväksyttäviä värjäysaineita, kuten atsoväriaineita ja muita väriaineita ja pigmenttejä, kuten rautaoksideja, titaanidioksideja, luonnollisia väriaineita jne. käytetään noin 0,001 - 10%, sopivimmin 0,001 - 5 % pitoisuuksina hydrofiilisen polymeerin painosta laskettuna.

Lisäksi on havaittu että laadullisia kapseleita voidaan valmistaa ruiskuvalu-mikroprosessori-laitteen avulla käyttäen tämän keksinnön mukaista menetelmää muilla polymeereillä, joilla on enteriset ominaisuudet (kestävät 2 tuntia mahanesteessä, liukenevat runsaan 30 minuutin kuluttua suolistonesteessä USP XX mukaan) kuten: hydroksyylipropyyli-metyyliselluloosaftalaatti (HPMCP), polyvinyyli-asetaatiftalaatti (PVAP), selluloosa-asetyyliftalaatti (CAP akrylaatit ja metakrylaatit (eudragit), ftaloitu liivate, sukkinoitu liivate, krotonihappo ja sellakka. Nämä polymeerit, joilla on enteriset ominaisuudet, voidaan yhdistää erilaisiin täyteaineisiin 5 - 95 paino-%:n verran, kuten erityyppisiin liivateisiin ja/tai liivateeseen, joka on muunnettu kovalentin tai ei-kovalentin ristikytkevän aineen avulla tai yhdistelmän avulla, jossa on useampi kuin yksi kovalentti ja ei-kovalentti ristikytkevä aine, kasviproteiineihin, kuten auringonkukka-proteiineihin, soijapapu-proteiineihin, veriproteiineihin, munaproteiineihin ja niiden asetyloituihin johdannaisiin ja vastaaviin, alginaatteihin, laktoosiin, arabikumiin, selluloosahydroksyylipropyyli-selluloosan, hydroksipropyylimetyyliselluloosan, hydroksimetyyliselluloosan, polyvinyyli-pyrrolidonin vesiliukoisiin johdannaisiin ja vesiliukoisiin polysakkariideihin, kuten

agar-agar'iin.

Kapseleita valmistettaessa edelläesitettyjen polymeerien avulla saadaan lääketieteellistä laatua olevien plastisointiaineiden, voiteluaineiden ja värjäysaineiden käyttä-
5 sen avulla optimaalisia tuoteominaisuuksia.

Lääketieteellisesti hyväksyttäviä plastisointiaineita, kuten polyetyleni-glykolia tai sopivimmin pienmolekyyllipainoisia orgaanisia plastisointiaineita, kuten glyserolia, sorbitolia, dioktyylinatriumsulfosukkinaattia, trietyyli-sit-
10 raattia, tributyyli-sitraattia, 1,2-propyleeniglykolia, glyserolin mono-, di- ja tri-asetaatteja jne. käytetään erilaisina, noin 0,5 - 40%, sopivimmin 0,5 - 10%:n pitoisuuksina hydrofiilisen polymeerin painosta laskettuna.

Lääketieteellisesti hyväksyttäviä voiteluaineita, kuten alumiinin, kalsiumin, magnesiumin, tinan stearaatteja,
15 kuten myös talkkia, silikoneja jne. käytetään noin 0,1 - 10%:in, sopivimmin 0,1 - 5%:n pitoisuuksina, laskettuna hydrofiilisen polymeerin painosta.

Lääketieteellisesti hyväksyttäviä värjäysaineita, kuten atsoväriaineita ja muita väriaineita ja pigmenttejä, kuten rautadioksiedeja, titaanidioksiedeja, luonnollisia väri-
20 aineita jne. käytetään noin 0,001 - 10%:in, sopivimmin 0,001 - 5%:n pitoisuuksina laskettuna hydrofiilisen polymeerin painosta.

Lisäksi on havaittu että laadullisia kapseleita voidaan valmistaa ruiskuvalu-mikroprosessori-laitteen avulla käyttäen keksinnön mukaisen menetelmän yhteydessä muita polymeerejä, kuten liivatesubstituutteja, kuten esimerkiksi: kasvi-
25 proteiineja, kuten aurinkokukkaproteiineja, soijapapuproteiineja, puuvillansiemenproteiineja, maapähkinäproteiineja, rap-
30 sinsiemenproteiineja, veriproteiineja, munaproteiineja, sekä niiden asetyloituja johdannaisia ja vastaavia, alginaatteja, laktoosia, arabikumia, selluloosan vesiliukoisia johdannaisia, kuten hydroksietyyliselluloosaa, hydroksipropyyliselluloosaa, hydroksipropyylimetyyliselluloosaa, muita vesiliu-
35 koisia hiilihydraatteja kuten agar-agar'ia, muita vesiliukoi-

sia polymeerejä kuten akryylisia happopolymeereja, polyvinyylipyrrolidonia ja vastaavia, vinyylasetaattia.

5 Kapseleita valmistettaessa edelläesitettyjen polymeerien avulla aikaansaa sopivimmin lääketieteellistä laatua olevien plastisointiaineiden, voiteluaineiden ja väriaineiden käyttäminen optimaalisia tuoteominaisuuksia.

10 Lääketieteellisesti hyväksyttäviä plastisointiaineita, kuten polyetyleeniglykolia tai sopivimmin pienmolekyylipainoisia orgaanisia plastisointiaineita, kuten glyserolia, sorbitolia, dioktyylinatrium-sulfosukkinaattia, trietyyli-sitraattia, tributyli-sitraattia, 1,2-propyleeniglykolia, glyserolin mono-, di-, triasetaatteja jne. käytetään erilaisina, noin 0,5 - 40%:n, sopivimmin 0,5 - 10%:n pitoisuuksina laskettuna hydrofiilisen polymeerin painosta.

15 Lääketieteellisesti hyväksyttäviä voiteluaineita, kuten alumiinin, kalsiumin, magnesiumin, tinan stearaatteja, kuten myös talkkia, silikoneja, jne. käytetään noin 0,1 - 10%:n, sopivimmin 0,1 - 5%:n pitoisuuksina laskettuna hydrofiilisen polymeerin painosta.

20 Lääketieteellisesti hyväksyttäviä värjäysaineita, kuten atsoväriaineita, ja muita väriaineita ja pigmenttejä, kuten rautaoksidia, titaanidioksidia, luonnollisia väriaineita jne. käytetään noin 0,001 - 10%:n, sopivimmin 0,001 - 5%:n pitoisuuksina hydrofiilisen polymeerin painosta laskettuna.

25 Esimerkkejä.

1. Sarja luuliivateella No. 1 eri vesipitoisuuksilla.

30 Edelläesitetyn keksinnön mukaisen menetelmän ja laitteen kokeilemiseksi valmistettiin eri liivateannoksia, joilla oli erilainen vesipitoisuus, jotka tämän jälkeen koestettiin ruiskuvalukoneessa erilaisissa työolosuhteissa. Luuliivateella no. 1 oli seuraavat molekyylimassan keskiarvot:

	Arvo (keskimääräinen)	57000 Dalton
	Viskositeetti (keskim.)	155000 Dalton
	Paino (keskim.)	258000 Dalton
	Lingotus (keskim.)	5130000 Dalton
5	Suurimpien molekyylien molekyylimassa	10^7 Dalton

Tästä liivateesta koostuva panos, joka oli granuloidussa muodossa, jolloin osasten keskimääräinen halkaisija oli 2 mm, käsiteltiin seuraavalla tavalla: Liivate, jonka alkuperäinen vesipitoisuus oli 0,105, pantiin rumpuun ja sitä ruiskutettiin hienojakoisella vedellä, kunnes sen vesipitoisuus saavutti kutakin koetta varten määrätyn arvon. 1 paino-% kalsiumstearaattia lisättiin voiteluaineena. Tämän jälkeen annosta sekoitettiin perusteellisesti ja se varastoitiin suljettuun rumpuun kolmeksi päiväksi ympäristön lämpötilassa. Tehtiin useita eri koesarjoja ja kussakin kokeessa käytettiin liivateannosta, jolla oli erilainen vesipitoisuus. Lämpötilat eri kohdissa kapsелеiden valuominaisuuksissa ja laadussa.

Viitaten kuvioon 2 ovat ruiskuvalu-mikroprosessorilaitteen eri jaksojen määrääjat seuraavat:

Jaksopisteet	Määrääjat
A - B	vaihtelee, riippuu lämpötilasta, katso taulukkoa 3
B - C (liuotusaika)	1 minuutti
25 C - D (täyttöaika)	1 sekunti
D - E	5 sekuntia
E - A	1 sekunti

Paine suuttimessa: $19,4 \times 10^5 \text{ N} \times \text{m}^{-2}$

Lämpötilat ruuvien eri kohdissa: vaihtelevat, katso taulukot 4 - 12 jällempänä. Lämpötila suuttimessa: vaihteleva, katso taulukot 4 - 12 jällempänä. Allaolevassa taulukossa 4 ja seuraavissa taulukoissa sarjoja A - I varten tarkoittavat lyhenneet:

	X	liivatteen vesipitoisuus
35	T_M	liivatteen sulamislämpötila määritettynä differentiaalikalomietrian avulla

	T_b	lämpötila ruuvin alussa
	T_m	lämpötila ruuvin keskiosassa
	T_e	lämpötila ruuvin lopussa
	T_g	lämpötila suuttimessa
5	LFV	lineaarinen virtausnopeus
	L	virtauksen pituus
	D	kalvon paksuus

Esimerkki 1:

10 Tyydyttäviä liivatekapseleita, jotka sisälsivät 1 paino-% kalsiumstearaattia valmistettiin ja käsiteltiin työolosuhteiden mukaan, jotka on esitetty allaolevassa taulukossa 5:

Koeparametrit: $T_M = 92,8^{\circ}\text{C}$; $X = 0,136$

Taulukko 5 T_b T_m T_e T_g $\frac{L}{D}$ LFV

15	A-1	105	110	110	100	114,3	72,4
	A-2	125	130	130	100	142,9	44,1
	A-3	135	150	150	100	171,4	40,0
	A-4	145	170	170	100	164,3	80,0

Esimerkki 2:

20 Tyydyttäviä liivatekapseleita, jotka sisälsivät 1 paino-% kalsiumstearaattia valmistettiin ja käsiteltiin niiden työolosuhteiden mukaan, jotka on esitetty allaolevassa taulukossa 6:

Koeparametrit: $T_M = 86,8^{\circ}\text{C}$; $X = 0,146$

25 Taulukko 6 T_b T_m T_e T_g $\frac{L}{D}$ LFV

	B-1	105	110	100	100	45,7	75,0
	B-2	125	130	130	100	135,7	28,2
	B-3	135	150	150	100	157,1	61,3
	B-4	145	170	170	100	92,8	88,9

Esimerkki 3:

30 Tyydyttäviä liivatekapseleita, jotka sisälsivät 1 paino-% kalsiumstearaattia valmistettiin ja käsiteltiin niiden työolosuhteiden mukaan, jotka on esitetty allaolevassa tau-

lukossa 7:

Koeparametrit: $T_M = 85,8^{\circ}\text{C}$; $X = 0,166$

<u>Taulukko 7</u>	T_b	T_m	T_e	T_g	$\frac{L}{D}$	LFV
C-1	105	110	110	100	92,9	66,7
C-2	125	130	130	100	171,4	45,2
C-3	135	150	150	100	157,1	24,7
C-4	145	170	170	100	168,5	60,0

Esimerkki 4:

- 10 Tyydyttäviä liivatekapseleita, jotka sisälsivät 1 paino-% kalsiumstearaattia valmistettiin ja käsiteltiin niiden työolosuhteiden mukaan, jotka on esitetty allaolevassa taulukossa 8:

Koeparametrit: $T_M = 80^{\circ}\text{C}$; $X = 0,174$

<u>Taulukko 8</u>	T_b	T_m	T_e	T_g	$\frac{L}{D}$	LFV
D-1	80	70	70	80	28,6	16,7
D-2	85	75	75	80	42,9	18,5
D-3	90	80	80	80	57,1	24,4
D-4	95	85	85	100	64,3	25,0
D-5	00	90	90	100	78,6	26,3
D-6	105	95	95	100	92,9	30,3

- 15 Esimerkki 5:

Tyydyttäviä liivatekapseleita, jotka sisälsivät 1 paino-% kalsiumstearaattia valmistettiin ja käsiteltiin niiden työolosuhteiden mukaan, jotka on esitetty allaolevassa taulukossa 9:

Koeparametrit: $T_M = 75^{\circ}\text{C}$; $X = 0,193$

<u>Taulukko 9</u>	T_b	T_m	T_e	T_g	$\frac{L}{D}$	LFV
E-1	75	90	95	100	85,7	55,6
E-2	85	95	100	100	100,0	71,4
E-3	100	100	110	100	142,9	41,7
E-4	100	130	120	100	135,7	60,7
E-5	130	150	130	100	157,1	51,9
E-6	145	170	170	100	159,2	66,7

Esimerkki 6:

5 Tyydyttäviä liivatekapseleita, jotka sisälsivät 1 paino-% kalsiumstearaattia valmistettiin ja käsiteltiin niiden työolosuhteiden mukaan, jotka on esitetty allaolevassa taulukossa 10: Koeparametrit $T_M = 70^{\circ}\text{C}$; $X = 0,208$.

<u>Taulukko 10</u>	T_b	T_m	T_e	T_g	$\frac{L}{D}$	LFV
F-1	70	85	90	95	57,1	35,6
F-2	75	90	95	100	52,9	30,8
F-3	85	95	100	105	64,3	29,6
F-4	100	100	110	110	100,0	25,8
F-5	100	140	120	100	114,3	27,1

Esimerkki 7:

Luuliivatetta No. 1, joka sisältää plastisointiainetta lisäaineena.

10 Tämän keksinnön mukaista laitetta ja menetelmää varten valmistettiin ja käsiteltiin liivateannos, jolla oli tietty vesipitoisuus ja joka sisälsi plastisointiainetta ja joka tämän jälkeen koestettiin ruiskuvalulaitteessa eri työolosuhteissa. Luuliivateesta No. 1 koostuva annos, joka oli

15 granuloidussa muodossa, ja jolla oli tietty raekoko, käsiteltiin seuraavalla tavalla: Liivate, jonka vesipitoisuus oli 10,54% pantiin rumpuun ja sitä ruiskutettiin hyvin hienojakoisella seoksella, joka sisälsi vettä ja glyserolia plastisointiaineena, kunnes vesipitoisuus saavutti halutun arvon.

20 1 paino-% kalsiumstearaattia lisättiin voiteluaineena. Seu-

raavat toimenpiteet vastaavat täsmälleen sarjan 1 esimerk-
kien toimenpiteitä.

Tyydyttävää liivatetta valmistettiin niiden työolosuh-
teiden mukaan, jotka on esitetty allaolevassa taulukossa 11.

5 Koeparametrit: $T_M = 92^{\circ}\text{C}$; $X = 0,15$

Glykolipitoisuus: 3,5 paino-%.

<u>Taulukko 11</u>	T_b	T_m	T_e	T_g	$\frac{L}{D}$	LFV
G-1	80	90	90	80	150,0	-
G-2	05	110	110	100	151,4	50,0
G-3	125	130	130	100	171,4	40,0
G-4	135	150	150	100	178,5	53,8
G-5	145	170	170	100	170,0	57,1

Sarja siannahkaliivateella No. 2 eri vesipitoi-
suuksilla. (Allaolevat esimerkit 8 ja 9)

10 Käytettiin siannahkaliivatetta No. 2, jolla oli seu-
raavat keskimääräiset molekyyli massa-arvot:

Arvo (keskimäärin) 34000 Dalton

Viskositeetti (keskim.) 65000 Dalton

Paino (keskim.) 80000 Dalton

15 Linkous (keskim.) 1450000 Dalton

Suurimpien molekyylien molekyyli massa 2×10^6 Dalton

Esimerkki 8:

Tyydyttäviä liivatekapseleita, jotka sisälsivät kal-
siumstearaattia 1 paino-%, valmistettiin ja käsiteltiin

20 niiden työolosuhteiden mukaan, jotka on esitetty allaolevas-
sa taulukossa 12:

Koeparametrit $T_M = 80^{\circ}\text{C}$; $X = 0,167$.

<u>Taulukko 12</u>	T_b	T_m	T_e	T_g	$\frac{L}{D}$	LFV
H-1	80	90	90	80	135,7	22,8
H-2	105	110	110	100	164,3	52,9

Esimerkki 9:

Tyydyttäviä liivatekapseleita, jotka sisälsivät 1 pai-

no-% kalsiumstearaattia, valmistettiin ja käsiteltiin niiden työolosuhteiden mukaan, jotka on esitetty allaolevassa taulukossa 13:

Koeparametrit: $T_M = 70^{\circ}\text{C}$; $X = 0,202$

5	<u>Taulukko 13</u>	T_b	T_m	T_e	T_g	$\frac{L}{D}$	LFV
	I-1	80	90	90	100	117,1	59,1
	I-2	105	110	110	100	135,7	90,0

Huolimatta siitä että tässä yhteydessä on esitetty ja havainnollistettu useita tämän keksinnön rakennemuotoja, ei tämän keksinnön laajuus eikä sen työala rajoitu edelläesitettyihin esimerkkeihin. Keksintö käsittää myös ne erilaiset muunnemat ja muutokset, jotka ovat asiantuntevalle ilmeisiä.

Patenttivaatimukset sisältävät kaikki tällaiset muutokset ja muunnemat, jotka sijoittuvat tämän keksinnön todellisiin puitteisiin.

Patenttivaatimukset:

1. Menetelmä koostumuksen ruiskuvalamiseksi, joka koostumus sisältää hydrofiilistä polymeeriä, jonka rungossa ja/tai sivuketjuissa on molekulaarisia ryhmiä, jotka kykenevät muodostamaan ja/tai ottamaan osaa vetysiltoihin, ja joiden vesiabsorptio-isotermissä, lämpötila-alueella noin 0-200°C on käännepiste lähellä vesiaktiviteettipistettä 0,5, mieluummin liivatetta, sekä mahdollisesti muita lisäaineita, muotoillun tuotteen, mieluummin kapseliosien valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että koostumus sisältää vettä 5 - 25 % koostumuksen painosta, ja että menetelmässä

(a) sulatetaan ja liuotetaan hydrofiilinen polymeeri veden plastisoituun muotoon lämpötilassa 50 - 190 °C ja paineen alaisena;

(b) ruiskuvaletaan plastisoitu koostumus jäähdytettyyn muottiin paineessa, joka on riittävä muotin täyttämiseksi,

(c) poistetaan muotokappale muotista.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että koostumuksen vesipitoisuus on 10 - 20 %, mieluummin 12 - 18 % koostumuksen painosta.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hydrofiilinen polymeeri plastisoidaan yhden tai useamman plastisointiaineen kanssa, joka mieluummin on glyseroli ja jonka määrä on edullisesti 0,5 - 10 %, laskettuna hydrofiilisen polymeerin painosta.

4. Jonkin patenttivaatimuksista 1-3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hydrofiilinen polymeeri sekoitetaan yhden tai useamman voiteluaineen kanssa, jonka määrä on edullisesti 0,1 - 10 % laskettuna hydrofiilisen polymeerin painosta.

5. Jonkin patenttivaatimuksista 1-4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hydrofiilinen polymeeri sekoitetaan yhden tai useamman värjäysaineen kanssa, jonka määrä edullisesti on 0,001 - 10 % laskettuna hydrofiilisen polymeerin painosta.

6. Jonkin patenttivaatimuksista 1-5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hydrofiilistä polymeeriä käsitellään yhdellä tai useammalla ristikytkeäineellä.

7. Jonkin patenttivaatimuksista 1-6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hydrofiilinen polymeeri sekoitetaan yhden tai useamman täyteaineen kanssa, jonka määrä edullisesti on 5 - 95 % seoksen painosta.

8. Patenttivaatimuksen 7 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että täyteaineeseen sekoitettu hydrofiilinen polymeeri tai täyteaine käsitellään yhdellä tai useammalla ristikytkeäineellä.

9. Jonkin patenttivaatimuksista 1-8 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hydrofiilisillä polymeereillä tai ainakin yhdellä niistä on enteerisiä ominaisuuksia ja niiden edullinen määrä on 5 - 95 % koko koostumuksen määrästä.

10. Jonkin patenttivaatimuksista 1-8 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hydrofiilinen polymeeri on liivate, jonka molekyylimassa on välillä 10 000 - 2 000 000 Dalton tai välillä 10 000 000 - 20 000 000 Dalton.

11. Minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen mukaisella menetelmällä valmistettu kapselin osa.

12. Ruiskuvalukoostumus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää hydrofiilistä polymeeriä, jonka rungossa ja/tai sivuketjuissa on molekulaarisia ryhmiä, jotka kykenevät muodostamaan ja/tai ottamaan osaa vetysiltoihin, ja joiden vesiabsorptio-isotermissä, lämpötila-alueella noin 0-200°C on käännepiste lähellä vesiaktiviteettipistettä 0,5, mieluiten liivatetta, sekä vettä 5 - 25 % koostumuksen painosta, ja että se on saatu sulattamalla ja liuottamalla hydrofiilinen polymeeri veteen plastisoituun muotoon lämpötilassa 50 - 190 °C ja paineen alaisena.

Patentkrav:

1. Förfarande för sprutgjutning av en komposition, vilken komposition innehåller en hydrofil polymer, vars stomme och/eller sidokedjor innefattar molekyllära grupper, som förmår bilda och/eller ta del i vätebryggor, och vars vatten-absorptionsisoterm, i temperaturområdet ca. 0 - 200 °C har en inflexionspunkt nära vattenaktivitetspunkten 0,5, företrädesvis gelatin, samt möjligen andra tillsatsämnen, för framställning av en formad produkt, företrädesvis kapseldelar, k ä n n e t e c k n a d av att, kompositionen innehåller 5 - 25 % vatten av kompositionens vikt, och att man i förfarandet

(a) smälter och löser en hydrofil polymer i vatten i plasticerad form vid en temperaturen 50 - 190 °C och under tryck,

(b) sprutgjuter den plasticerade kompositionen i en avkyld form under ett tryck, som är tillräckligt för att fylla formen,

(c) avlägsnar formstycket ur formen.

2. Förfarande enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t av att kompositionens vattenhalt är 10 - 20 %, företrädesvis 12 - 18 % av kompositionens vikt.

3. Förfarande enligt krav 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t av att den hydrofila polymeren plasticeras med ett eller flera plasticeringsämnen, som företrädesvis är glyserol och vars mängd företrädesvis utgör 0,5 - 10 %, beräknat på vikten av den hydrofila polymeren.

4. Förfarande enligt något av kraven 1 - 3, k ä n n e t e c k n a t av att den hydrofila polymeren blandas med ett eller flera smörjmedel, vars mängd företrädesvis utgör 0,1 - 10 % beräknat på vikten av den hydrofila polymeren.

5. Förfarande enligt något av kraven 1 - 4, k ä n n e t e c k n a t av att den hydrofila polymeren blandas med ett eller flera färgmedel, vars mängd företrädesvis utgör 0,001 - 10 % beräknat på vikten av den hydrofila polymeren.

6. Förfarande enligt något av kraven 1 - 5, k ä n n e - t e c k n a t av att den hydrofila polymeren behandlas med ett eller flera tvärbindningsmedel.

7. Förfarande enligt något av kraven 1 - 6, k ä n n e - t e c k n a t av att den hydrofila polymeren blandas med ett eller flera fyllnadsmedel, vars mängd företrädesvis utgör 5 - 95 % av blandningens vikt.

8. Förfarande enligt krav 7, k ä n n e t e c k n a t av att den med fyllnadsmedlet blandade hydrofila polymeren eller fyllnadsmedlet behandlas med ett eller flera tvärbindningsmedel.

9. Förfarande enligt något av kraven 1 - 8, k ä n n e - t e c k n a t av att de hydrofila polymeren eller åtminstone en av dessa har enteriska egenskaper och dessas mängd utgör företrädesvis 5 - 95 % av hela kompositionens mängd.

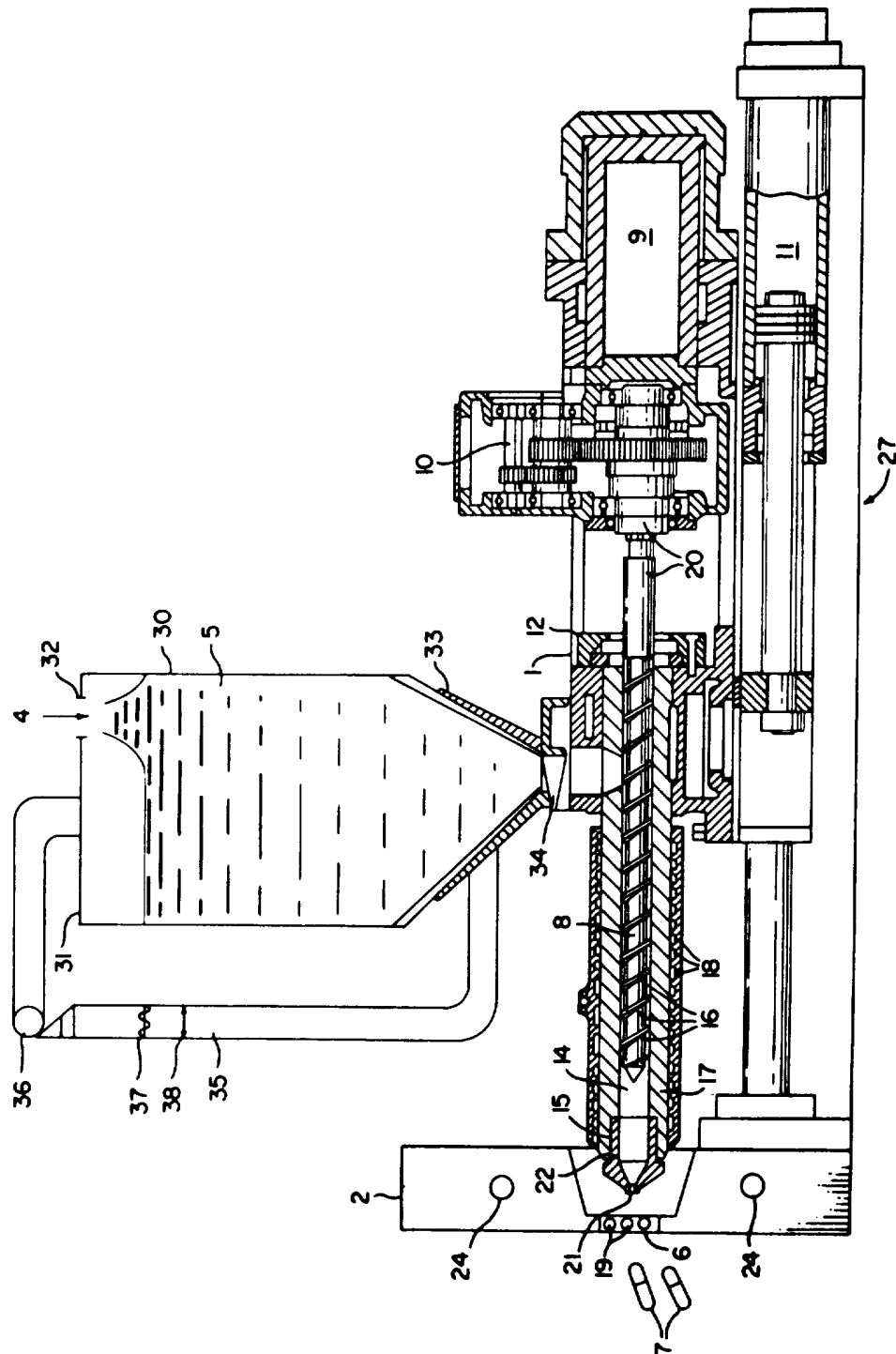
10. Förfarande enligt något av kraven 1 - 8, k ä n n e - t e c k n a t av att den hydrofila polymeren är ett gelatin, vars molekyylvikt ligger i området 10 000 - 2 000 000 Dalton eller i området 10 000 000 - 20 000 000 Dalton.

11. Kapseldel framställd med ett förfarande enligt vilket som helst av de ovan nämnda kraven.

12. Sprutgjutnings komposition, k ä n n e t e c k n a d av att den innehåller en hydrofil polymer, vars stomme och/eller sidokedjor innehåller molekyllära grupper, som förmår bilda och/eller ta del i vätebryggor, och vars vatten-absorptionsisoterm, i temperaturområdet 0 - 200 °C har en inflexionspunkt nära vattenaktivitetspunkten 0,5, företrädesvis gelatin, samt 5 - 25 % vatten av kompositionens vikt, och att den är erhållen genom att smälta och lösa en hydrofil polymer i vatten i plasticerad form vid en temperatur av 50 - 190 °C under tryck.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

-



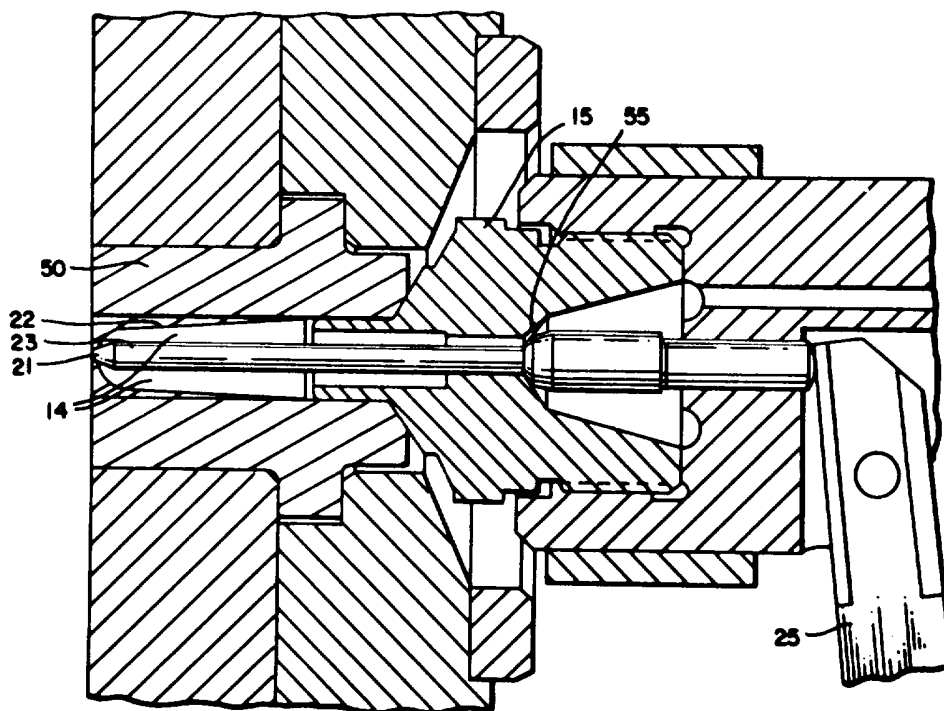
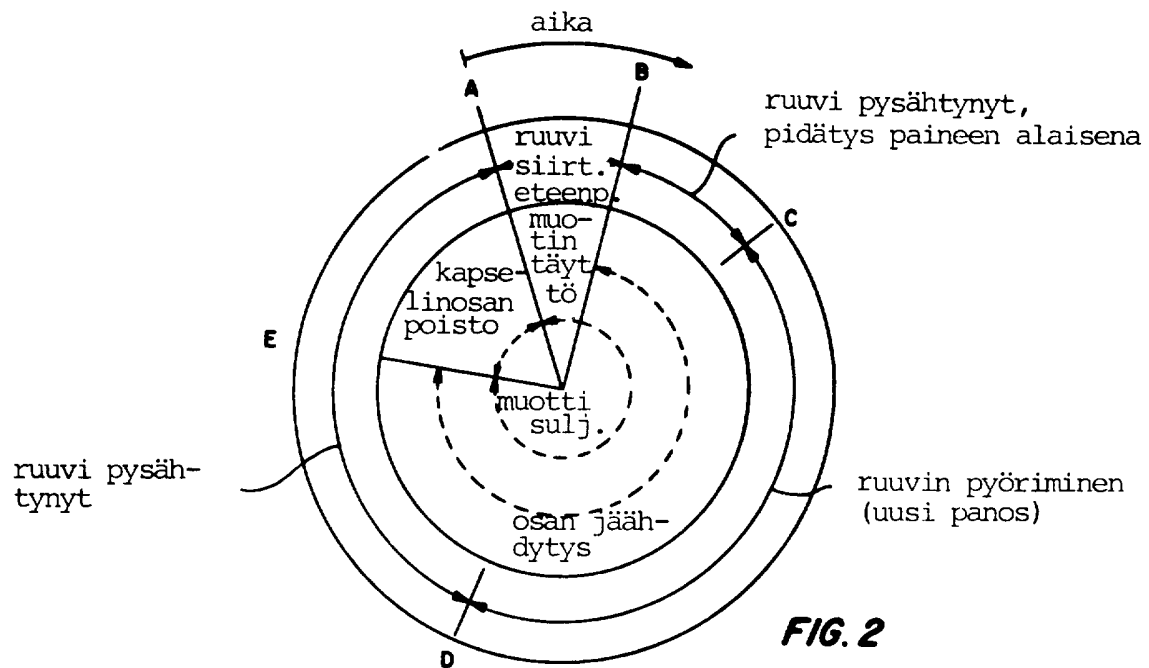


FIG. 4

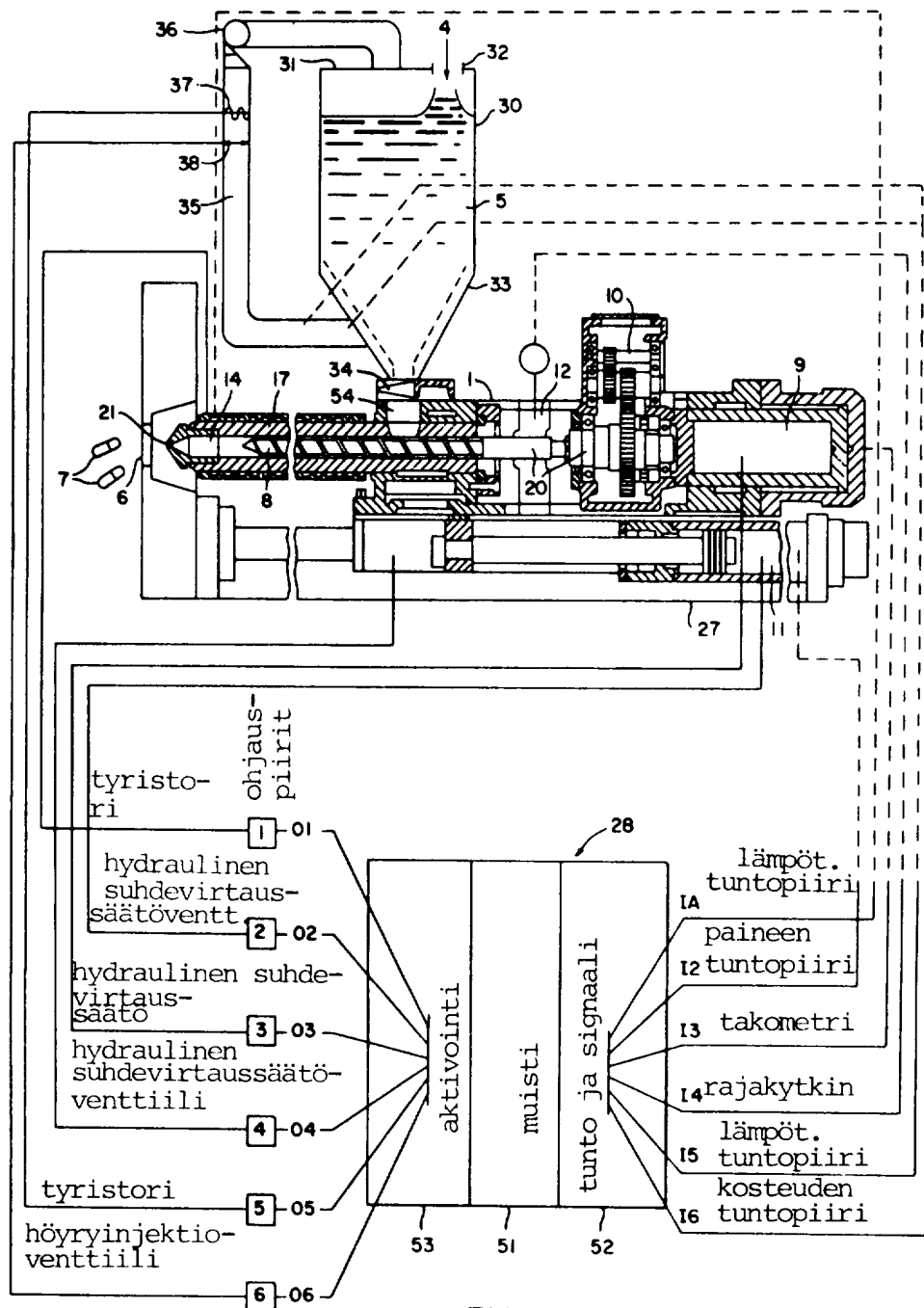


FIG. 3

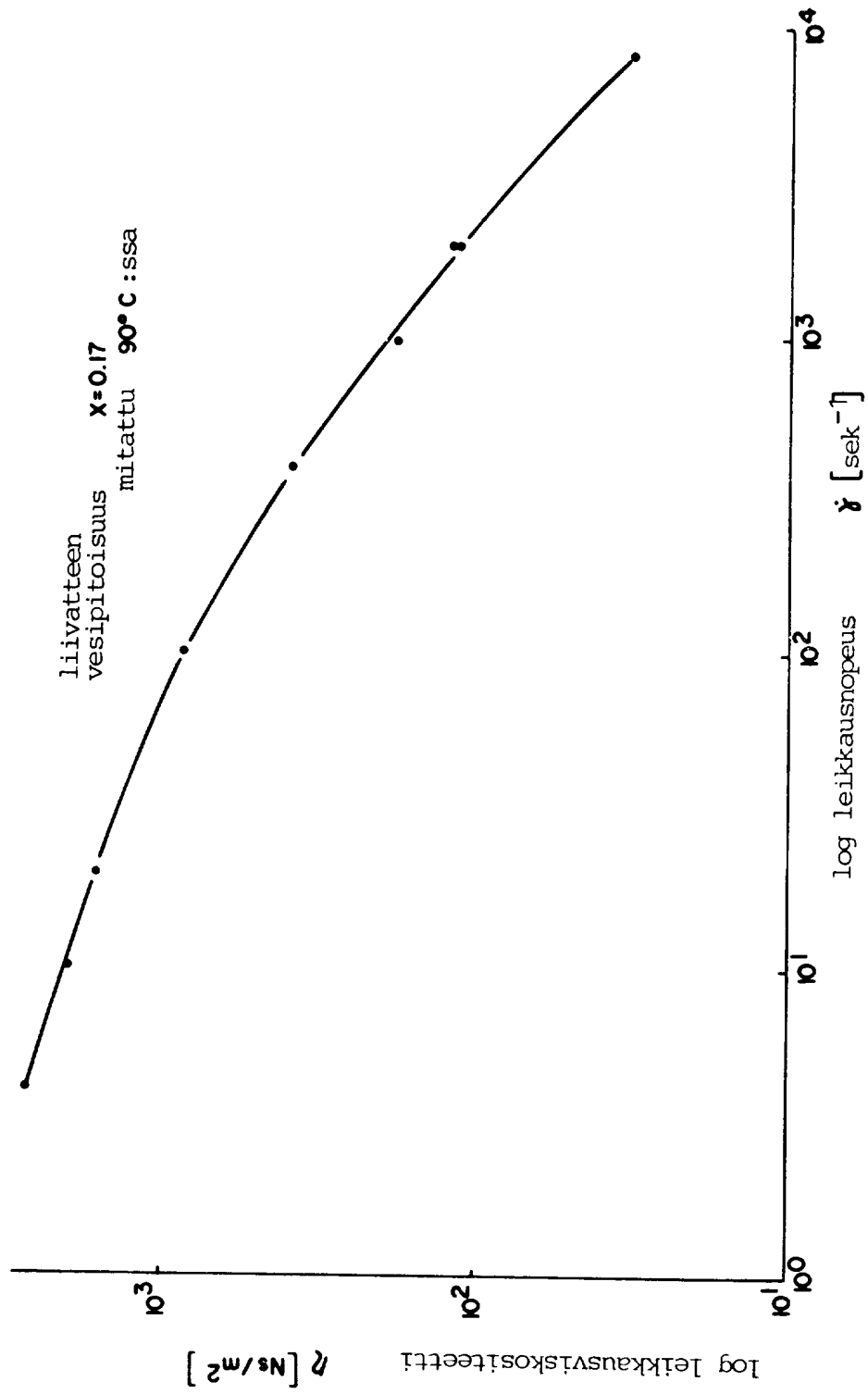


FIG. 5

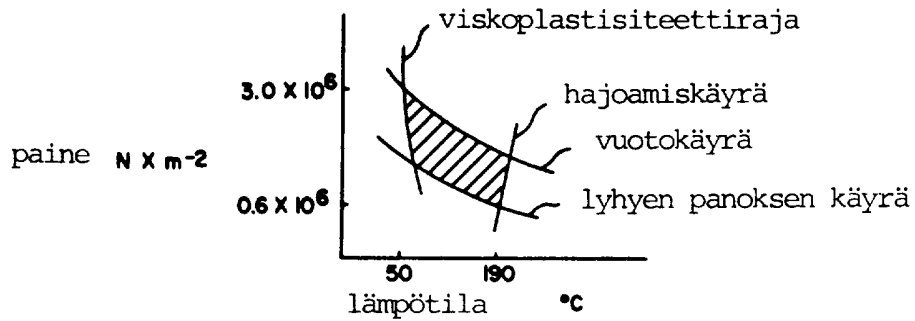


FIG. 6

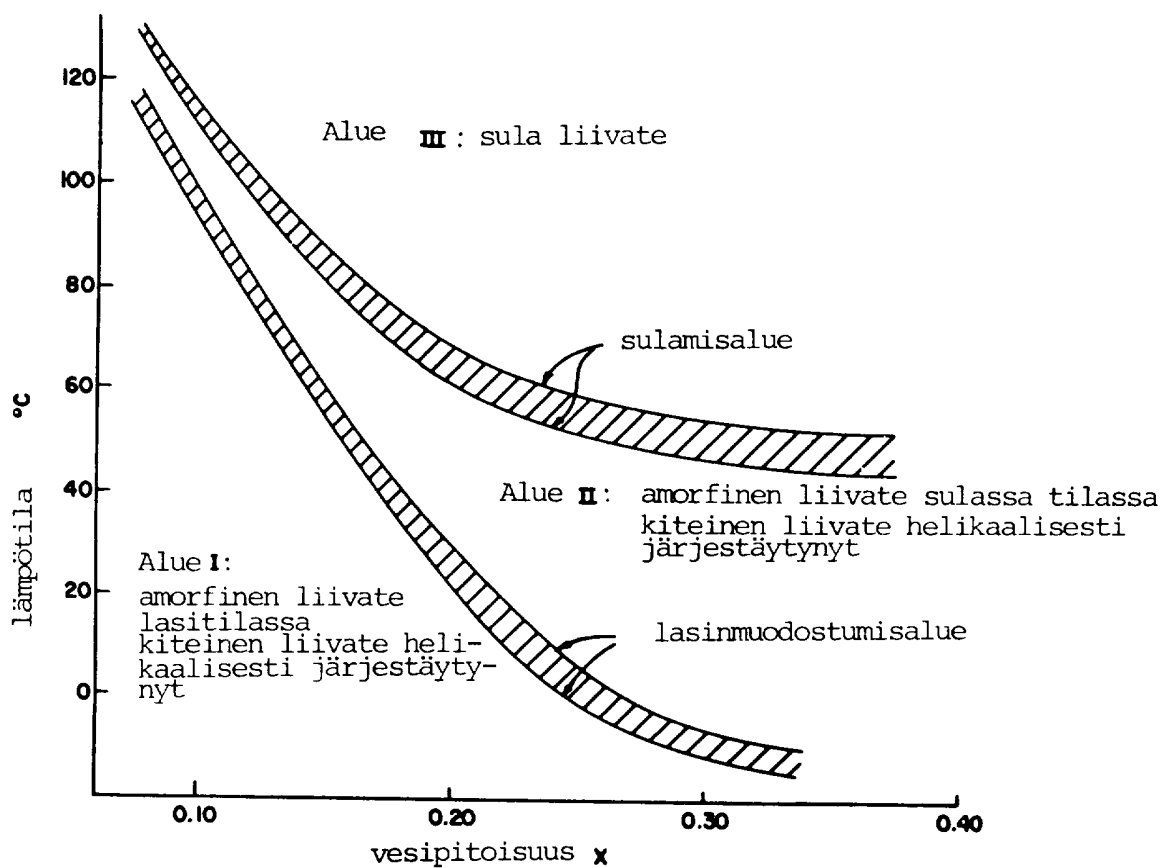


FIG. 7

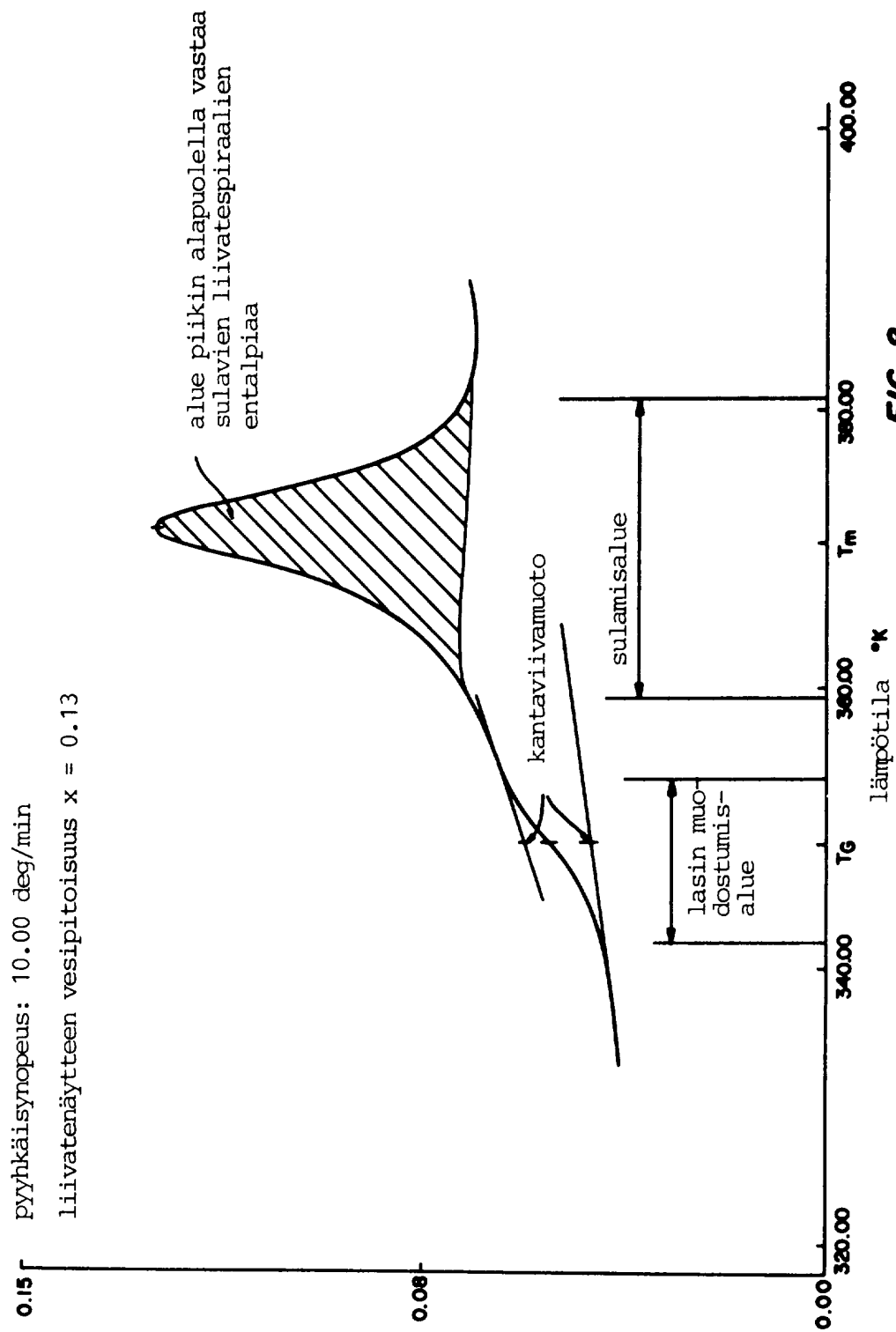


FIG. 8

79243

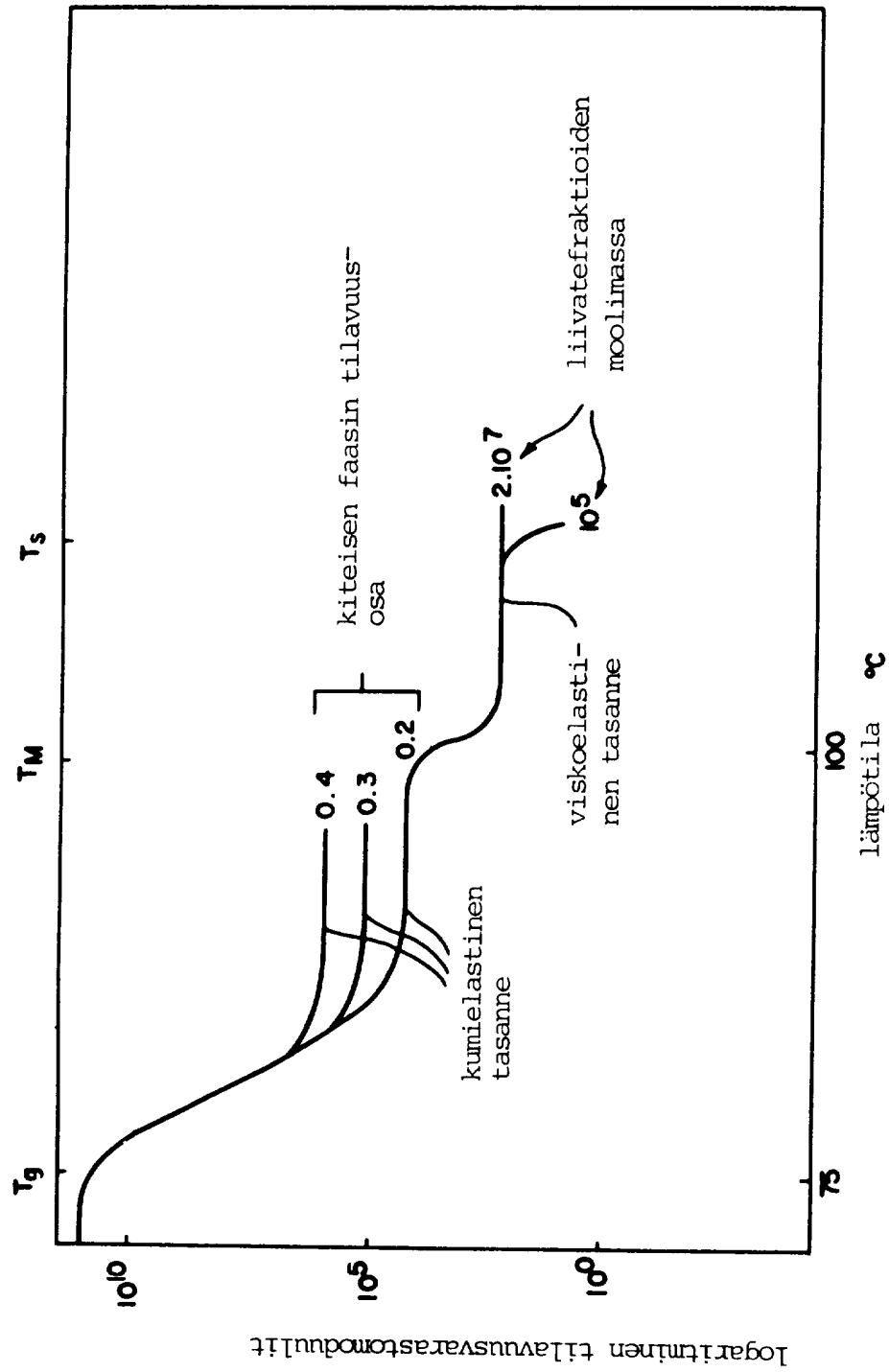


FIG. 9

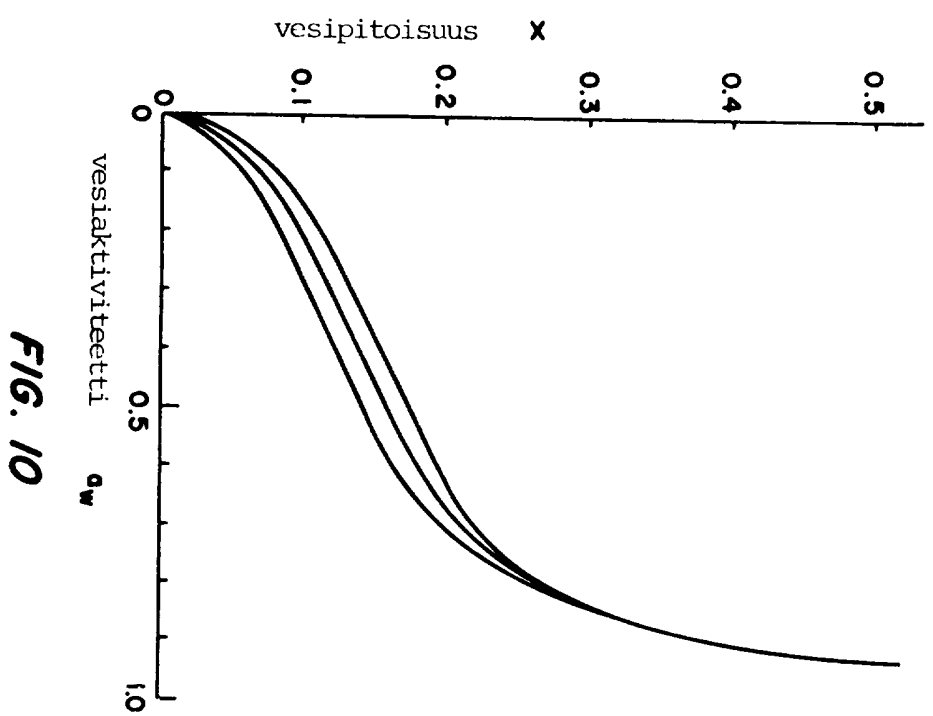


FIG. 10

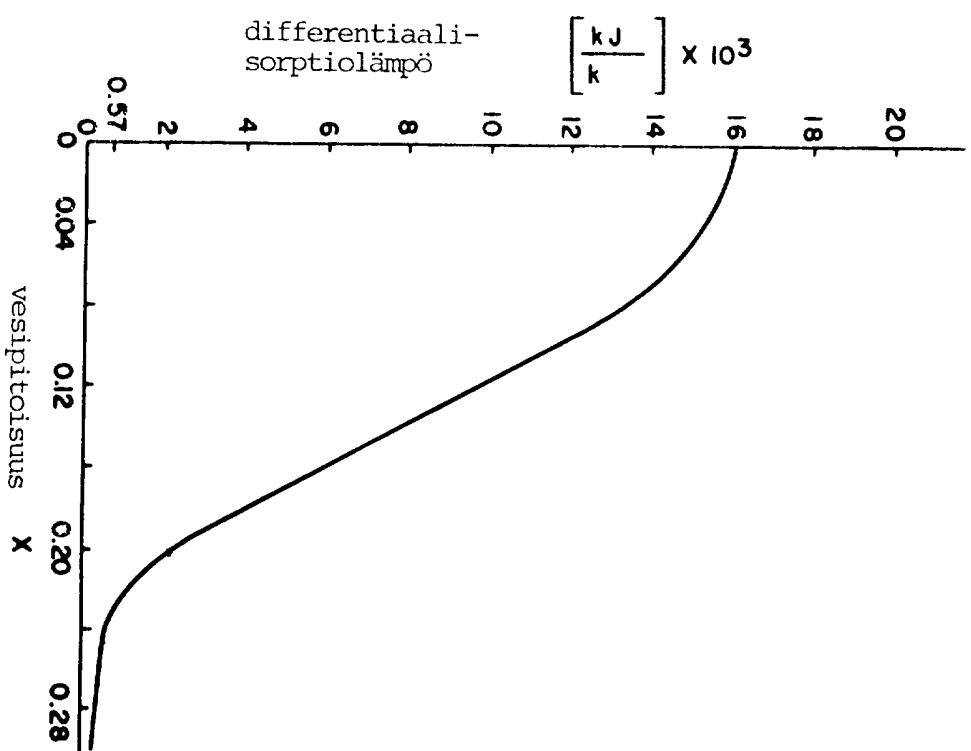


FIG. 11