

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号
特許第4218861号
(P4218861)

(45) 発行日 平成21年2月4日(2009.2.4)

(24) 登録日 平成20年11月21日(2008.11.21)

(51) Int.Cl.

F I

CO8L 101/00 (2006.01)

CO8J 3/20 (2006.01)

CO8K 3/00 (2006.01)

CO8K 5/00 (2006.01)

CO8L 101/00

CO8J 3/20 C E R B

CO8K 3/00

CO8K 5/00

請求項の数 19 (全 20 頁)

(21) 出願番号	特願2001-397885 (P2001-397885)	(73) 特許権者	590002035
(22) 出願日	平成13年12月27日 (2001.12.27)		ローム アンド ハース カンパニー
(65) 公開番号	特開2002-212446 (P2002-212446A)		ROHM AND HAAS COMPAN Y
(43) 公開日	平成14年7月31日 (2002.7.31)		アメリカ合衆国 1 9 1 0 6 - 2 3 9 9
審査請求日	平成16年10月13日 (2004.10.13)		ペンシルバニア州 フィラデルフィア, イ
(31) 優先権主張番号	09/749196		ンディペンデンス モール ウェスト 1
(32) 優先日	平成12年12月27日 (2000.12.27)		OO
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	110000589
			特許業務法人センダ国際特許事務所
		(74) 代理人	100117570
			弁理士 近藤 実
		(74) 代理人	100101281
			弁理士 辻永 和徳

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 多機能粒状ペレット助剤およびプロセス

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

1 またはそれ以上のバインダーと、 1 またはそれ以上の無機固体と、 1 またはそれ以上の有機固体とを含む多機能ペレット助剤であって、

(a) 前記バインダーの量は 2 0 重量 % ~ 8 0 重量 % であり、前記バインダーの少なくとも 1 つは - 2 0 ~ + 9 5 の範囲の T g を有するポリマーであり、

(b) 前記無機固体の量は最大で 4 0 重量 % までであり、前記無機固体はゼオライトであり、

(c) 前記有機固体の量は 1 0 ~ 8 0 重量 % であり、前記有機固体は、サッカライド、デキストロース、グルコース、シュクロース、マルトース、フルクトース、シクロデキストリン、シクロデキストリン誘導体、ポリサッカライド、デンプン、デンプン誘導体、セルロース、セルロース誘導体、カルボキシメチルセルロースナトリウム、セルロースエーテル、メチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、架橋セルロース誘導体およびその組合せからなる群から選択されるものであり、

前記ペレット助剤の粒子サイズが 1 0 0 μ m ~ 3 0 0 0 μ m の範囲であり、 0 . 2 5 重量 % から 1 0 重量 % のペレット助剤が複数の成分に添加され、圧縮されて、固体として十分な機械的強度を有し、水性系と接触すると速やかに崩壊するペレットを形成し、

前記ポリマーが (メタ) アクリル酸、 (メタ) アクリレートエステル、ビニルスルホネート、アクリルアミドプロパンスルホネート ; ジメチルアミノプロピル (メタ) アクリルアミド、アルキルビニルエーテル、塩化ビニル、塩化ビニリデン、N - ビニルピロリドン

、アリル含有モノマー；芳香族ビニル化合物、置換芳香族ビニル化合物、ブタジエン；アクリロニトリル；アセトアセトキシ官能基を含有するモノマー；飽和カルボン酸のビニルエステル、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸、N，N - ジメチルアミノエチルメタクリレート、架橋およびグラフトモノマー、並びにその組合せからなる群から選択される1以上のモノマーから重合される多機能ペレット助剤。

【請求項2】

前記ポリマーが溶液ポリマー、懸濁ポリマーまたはエマルジョンポリマーであり；バインダーが、サッカライド、デキストロース、グルコース、シュクロース、マルトース、フルクトース、シクロデキストリン類、ポリサッカライド、デンプン、デンプン誘導体、セルロース、セルロース誘導体、カルボキシメチルセルロース、セルロースエーテル、メチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、天然に存在するゴム、トラガカントゴム、アラビアゴムおよびその組合せからなる群から選択される一以上のバインダーを追加的に任意に含む、請求項1記載の多機能ペレット助剤。

10

【請求項3】

バインダーおよび有機固体が同時造粒される請求項1記載の多機能ペレット助剤。

【請求項4】

(a) バインダー、(b) ゼオライトおよび(c) 有機固体が同時造粒される請求項1記載の多機能ペレット助剤。

【請求項5】

バインダーが、(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリル酸エステル、 $C_1 - C_{30}$ アルキル置換アクリルアミド、ビニルスルホネート、アクリルアミドプロパンスルホネート；ジメチルアミノプロピルアクリルアミド、アルキルビニルエーテル、塩化ビニル、塩化ビニリデン、N - ビニルピロリドン、アリル含有モノマー、芳香族ビニル化合物、置換芳香族ビニル化合物、ブタジエン、アクリロニトリル、アセトアセトキシ官能基を含有するエチレン性不飽和モノマー、飽和カルボン酸のビニルエステルおよびその組合せからなる群から選択される1またはそれ以上のモノマーから重合される請求項1記載の多機能ペレット助剤。

20

【請求項6】

1またはそれ以上の活性成分および1またはそれ以上の請求項1記載のペレット助剤を含むペレット組成物。

30

【請求項7】

活性成分が、医薬、農薬、水処理剤、硬水軟化剤、織物柔軟剤、洗濯用洗剤、硬質表面クリーナー、表面ポリッシング剤、ポリッシュストリッピング物質、殺生物剤、ストーンウォッシング剤または排水管クリーナーとしての活性を有する物質である請求項6記載のペレット組成物。

【請求項8】

(a) 1またはそれ以上のゼオライト(該ゼオライトの量は最大で40重量%までである)、および1またはそれ以上の有機固体(該有機固体の量は10重量%~40重量%である)をあらかじめ混合する段階；(b) 20重量%~80重量%の-20 ~ +95の範囲のTgを有する1またはそれ以上のエマルジョンポリマーを、あらかじめ混合された固体上にスプレーして、100μm~3000μmの範囲の粒子サイズを達成する段階を含み、

40

前記有機固体がサッカライド、デキストロース、グルコース、シュクロース、マルトース、フルクトース、シクロデキストリン、シクロデキストリン誘導体、ポリサッカライド、デンプン、デンプン誘導体、セルロース、セルロース誘導体、カルボキシメチルセルロースナトリウム、セルロースエーテル、メチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、架橋セルロース誘導体およびその組合せからなる群から選択され、

前記ポリマーが(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリレートエステル、ビニルスルホネート、アクリルアミドプロパンスルホネート；ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド、アルキルビニルエーテル、塩化ビニル、塩化ビニリデン、N - ビニルピロリドン

50

、アリル含有モノマー；芳香族ビニル化合物、置換芳香族ビニル化合物、ブタジエン；アクリロニトリル；アセトアセトキシ官能基を含有するモノマー；飽和カルボン酸のビニルエステル、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸、N，N - ジメチルアミノエチルメタクリレート、架橋およびグラフトモノマー、並びにその組合せからなる群から選択される1以上のモノマーから重合される、請求項1記載の多機能ペレット助剤の調製法。

【請求項9】

(a) 1またはそれ以上のゼオライト（該ゼオライトの量は最大で40重量%までである）、および-20 ~ +95 の範囲のTgを有する1またはそれ以上のエマルジョンポリマー（該エマルジョンポリマーの量は20重量% ~ 80重量%である）を含むスラリーを調製する段階；(b) 該スラリーを10重量% ~ 40重量%の1またはそれ以上の有機固体上にスプレーして、100 μm ~ 3000 μmの範囲の粒子サイズを達成する工程を含み、

10

前記有機固体がサッカライド、デキストロース、グルコース、シュクロース、マルトース、フルクトース、シクロデキストリン、シクロデキストリン誘導体、ポリサッカライド、デンプン、デンプン誘導体、セルロース、セルロース誘導体、カルボキシメチルセルロースナトリウム、セルロースエーテル、メチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、架橋セルロース誘導体およびその組合せからなる群から選択され、

前記ポリマーが（メタ）アクリル酸、（メタ）アクリレートエステル、ビニルスルホネート、アクリルアミドプロパンスルホネート；ジメチルアミノプロピル（メタ）アクリルアミド、アルキルビニルエーテル、塩化ビニル、塩化ビニリデン、N - ビニルピロリドン、アリル含有モノマー；芳香族ビニル化合物、置換芳香族ビニル化合物、ブタジエン；アクリロニトリル；アセトアセトキシ官能基を含有するモノマー；飽和カルボン酸のビニルエステル、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸、N，N - ジメチルアミノエチルメタクリレート、架橋およびグラフトモノマー、並びにその組合せからなる群から選択される1以上のモノマーから重合される、請求項1記載の多機能ペレット助剤の調製法。

20

【請求項10】

請求項8または9記載のいずれか1項記載の方法により製造される多機能ペレット助剤。

【請求項11】

さらに高い結合効率を示すペレット助剤粒子の粒子サイズが200 μm ~ 800 μmの範囲である請求項10記載の多機能ペレット助剤。

30

【請求項12】

さらに高い結合効率を示すペレット助剤粒子の粒子サイズが200 μm ~ 600 μmの範囲である請求項11記載の多機能ペレット助剤。

【請求項13】

(a) 90重量% ~ 99.75重量%の複数の成分と0.25重量% ~ 10重量%の請求項1記載の多機能ペレット助剤を混合する工程；(b) 成分およびペレット助剤の混合物を圧縮してペレットを形成する工程を含む、破損せずに保管および取扱に耐えることができ、水性系と接触すると直ちに崩壊する、高い機械的強度を有する固体ペレットの調製法。

40

【請求項14】

(a) 90重量% ~ 99.75重量%の複数の成分と0.25重量% ~ 10重量%の請求項1記載の多機能ペレット助剤を混合する工程と；(b) 成分およびペレット助剤の混合物を圧縮してペレットを形成する工程を含む、破損せずに保管および取扱に耐えることができ、水性系と接触すると直ちに崩壊する、高い機械的強度を有する固体ペレットの調製に、請求項1記載の多機能ペレット助剤を使用する方法。

【請求項15】

(a) 90重量% ~ 99.75重量%の複数の成分と0.25重量% ~ 10重量%の請求項1記載の多機能ペレット助剤を含む固体ペレット。

【請求項16】

50

前記有機固体が、デキストロース、デキストリン、デンプンおよびその組合せからなる群から選択される請求項 1 に記載されるペレット助剤。

【請求項 17】

前記ペレット助剤が、クレー、アルカリ金属珪酸塩、アルカリ土類金属珪酸塩、シリカ、アルカリ金属炭酸塩、アルカリ土類金属炭酸塩、アルカリ金属クエン酸塩、アルカリ土類金属クエン酸塩、アルカリ金属酢酸塩、アルカリ土類金属酢酸塩およびその組合せからなる群から選択される 1 以上の無機固体を追加的に含む、請求項 1 記載のペレット助剤。

【請求項 18】

前記有機固体が、デキストロース、デキストリン、デンプン、およびその組合せからなる群から選択される、請求項 8 記載の方法。

10

【請求項 19】

前記有機固体が、デキストロース、デキストリン、デンプン、およびその組合せからなる群から選択される、請求項 9 記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、米国特許仮出願番号 60 / 156080 (1999 年 9 月 24 日提出) に優先権主張する、米国特許出願番号 09 / 667646 (2000 年 9 月 22 日提出) の一部継続出願である。

【0002】

本発明は、水性メディア中で迅速に崩壊し、製造、保存、輸送および取扱中の破損に耐えることができる十分な機械的強度を有するペレットに関する。より詳細には、本発明はペレットを製造するための多機能助剤に関する。

20

【0003】

「ペレット」なる用語は、錠剤、ブリック、ブリケット、バー、細粒、顆粒、同時造粒物、ボール、またはブロックを包含するがこれに限定されない任意の固体配合物を意味する。ペレットは、医薬、食品科学、農業、消費材の分野で一般的であり、最近では洗剤用途においても用いられている。ペレットは粒子組成物よりも有利である。ペレットは圧縮され、ペレットを構成する成分は輸送および保存中に分離しないので、無粉塵性であり、計量を必要とせず、場所をとらない。ペレットはまた非相溶性成分をペレット本体の異なる層内で分離させる。ペレットは一般に、1 またはそれ以上の活性成分およびさまざまな添加剤または成分を含む固体組成物を圧縮することにより製造される。

30

【0004】

ペレットに関連する継続中の問題は、圧縮された場合に適切な機械的強度を有し、それでもなお水性系に添加された場合に速やかに崩壊し、溶解するペレットを提供するのが困難なことである。一方法は、ペレットの調製において添加剤を用いることであった。しかしながら、粒子組成物に比べて、現在用いられているペレットの溶解または崩壊の相対速度のために、問題は特に困難であることが示されている。使用時のペレットの崩壊速度と使用前のペレットの取扱強度間で妥協する必要があることが多い。製造プロセスにおいて、ペレットが十分形成され、輸送および保存中に崩壊しないことを確実にするのに十分高いペレット圧縮圧と、一方適当な溶解度 / 崩壊特性を達成できる低いペレット圧縮圧との間のバランスをとる必要がある。ペレットを構成する成分に添加することができる単一の物質またはペレット助剤は、特に、ペレット助剤がさまざまな有用な機能を有する、言い換えれば多機能ペレット助剤である場合に、非常に有用である。本発明における多機能なる用語は、例えば、1 つの固体物質において、バインダー、崩壊剤、およびウィッキング剤 (wick ing agent) として機能する、粒状ポリマーペレット化助剤を意味する。

40

【0005】

米国特許第 5916866 号は、水溶性有機ポリマーバインダーのコーティングを、洗浄活性剤および洗剤ビルダーを含む洗剤組成物の粒子の外側にスプレーすることを含む圧密洗剤錠剤の製造法を開示する。欧州特許公開番号 EP 0896052 A1 は、非ゲル化

50

バインダーおよびコーティングを含む、取扱強度が向上し、迅速に溶解する洗剤錠剤を開示する。非ゲル化バインダーの例は、従来技術から引用されるが、適当なコーティング物質は、例えば、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ウンデカンジオン酸、ドデカンジオン酸、トリデカンジオン酸およびその混合物から選択されるジカルボン酸である。米国特許第5883061号は、重合形態において(メタ)アクリル酸、無水マレイン酸、アルキル(メタ)アクリレート、アルキルヒドロキシ(メタ)アクリレートまたはスチレンモノマーを含むポリマー錠剤バインダーを開示する。ポリマーバインダーのTgは、+40から+120の範囲であり、分子量は10000から120000である。米国特許第5360567号は、錠剤が水中に浸漬された際に錠剤の構造を破壊することにより崩壊剤としても作用することができるポリマーバインダー、すなわち、ポリエチレングリコールでコートされた洗剤錠剤を開示する。しかしながら、米国特許第5360567号はバインダー/崩壊剤で洗剤マトリックス粒子をコートするかまたは包む方が、単純にこれらと混合するよりもはるかに有利であることを開示している。明らかに、2種以上の機能を有し、錠剤強度および水性メディア中の崩壊速度が向上したペレットを提供する代替ペレット助剤が依然として求められている。水性メディア中で迅速に崩壊し、保存、輸送および取扱中の破損に耐える十分な強度を有する圧縮ペレットの製造を助けることができる単一の多機能物質は実質的に有用である。

【0006】

本発明者らは、1つの固体物質において、粒状ポリマーペレット化助剤が意外にも、バインダー、崩壊剤およびウィッキング剤として作用することを見いだした。本発明は、直接打錠法によるペレットの加工において用いられる粒状組成物の形態における新規ペレット助剤を提供する。かかる固体組成物で加工されたペレットは破損することなく取り扱うことができ、保存することができる十分な機械的強度を有し、それでもなお水と接触すると速やかに溶解する。ペレット助剤はペレット圧縮前のペレット化プロセスの任意の段階で組み入れることができ、任意にペレット助剤は他の機能的添加剤と共に同時造粒することもできる。

【0007】

本発明の第一の態様において、1またはそれ以上の成分を結合させ、その後ペレットに圧縮されるペレット助剤としての粒状組成物が提供され、該ペレットは十分な機械的強度を有し、水性系と接触すると速やかに崩壊し、該組成物は(a)20重量%~80重量%の1またはそれ以上のバインダー(少なくとも1つのバインダーは-20~+95の範囲のTgを有する溶液、懸濁またはエマルジョンポリマーである);(b)0~40重量%の1またはそれ以上の無機固体;および(c)10重量%~80重量%の1またはそれ以上の有機固体を含み、該粒状組成物はペレットの全重量に基づいて0.25重量%~5重量%の量において存在し、粒子は100 μ m~3000 μ mの範囲の粒子サイズを有する。

【0008】

本発明の第二の態様において、(a)0~40重量%の1またはそれ以上の無機固体と10重量%~80重量%の1またはそれ以上の有機固体をあらかじめ混合する段階;(b)20重量%~80重量%の1またはそれ以上の-20~+95の範囲のTgを有する溶液、懸濁またはエマルジョンポリマーを予備混合した固体上にスプレーして100 μ m~3000 μ mの範囲の粒子サイズを達成する段階を含む多機能ペレット助剤の調製法が提供される。

【0009】

本発明の第三の態様において、(a)0~40重量%の1またはそれ以上の無機固体と20重量%~80重量%の1またはそれ以上の-20~+95の範囲のTgを有する溶液、懸濁またはエマルジョンポリマーのスラリーを調製する段階;および(b)10重量%~80重量%の1またはそれ以上の有機固体上にスラリーをスプレーして、100 μ m~3000 μ mの範囲の粒子サイズを達成する段階を含む多機能ペレット助剤の調製法が

10

20

30

40

50

提供される。

【0010】

本発明の第四の態様において、(a) 90重量%～99.75重量%の複数の成分と0.25重量%～10重量%の粒状多機能ペレット助剤組成物を混合する段階（ここに、ペレット助剤は(i) 20重量%～80重量%の1またはそれ以上のバインダー（少なくとも1つのバインダーは-20～+95の範囲のT_gを有する溶液、懸濁またはエマルジョンポリマーである）；(ii) 0～40重量%の1またはそれ以上の無機固体；および(iii) 10重量%～40重量%の1またはそれ以上の有機固体を含み、ペレット助剤の粒子サイズは100μm～3000μmの範囲である）；(b) 成分およびペレット助剤の混合物を圧縮してペレットを形成する段階を含む、破損することなく保存および取扱に耐えることができ、水性系と接触すると速やかに崩壊する高い機械的強度を有する固体ペレットの調製法が提供される。

10

【0011】

本発明にしたがって有用に用いられる固体ペレット助剤組成物は、1またはそれ以上のポリマーバインダー、1またはそれ以上の無機固体および1またはそれ以上の有機固体を包含する。ペレット助剤を構成する適当なバインダーは、例えばアクリルベース溶液、懸濁またはエマルジョンポリマー；サッカライド、例えばデキストロース、グルコース、シュクロース、マルトース、フルクトース、シクロデキストリンおよびシクロデキストリン誘導体；ポリサッカライド、例えば、デンプン、デンプン誘導体、セルロース、セルロース誘導体、例えば、カルボキシメチルセルロースナトリウム、セルロースエーテル、メチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、架橋したセルロース誘導体；天然に存在するゴム、例えばトラガカントガムおよびアラビアゴムを包含する。ペレット助剤を構成する適当な無機固体としては、例えば、ゼオライト；クレー；アルカリまたはアルカリ土類金属珪酸塩、例えばアルミノシリケート；シリカ；アルカリおよびアルカリ土類金属炭酸塩、例えば炭酸ナトリウムおよび炭酸マグネシウム；アルカリおよびアルカリ土類金属クエン酸塩、例えばクエン酸ナトリウムおよびクエン酸カルシウム；アルカリおよびアルカリ土類金属酢酸塩、例えば酢酸ナトリウムが挙げられる。ペレット助剤を構成する適当な有機固体としては、たとえばポリ(メタ)アクリル酸のようなポリマー分散材；デキストロース、グルコース、シュクロース、マルトース、フルクトース、シクロデキストリンおよびシクロデキストリン誘導体のようなサッカライド；ポリサッカライド、例えばデンプン、デンプン誘導体、セルロース、セルロース誘導体、例えば、カルボキシメチルセルロースナトリウム、セルロースエーテル、メチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、架橋セルロース誘導体が挙げられる。

20

30

【0012】

本発明にしたがって有用に用いられるポリマーは、水中に可溶性であるか、不溶性である；水不溶性のものは水中に容易に分散するのが好ましい。本発明において用いる場合、モノマーに用いられる「水溶性」なる用語は、モノマーが100グラムの水に対して少なくとも1グラム、好ましくは100グラムの水に対して少なくとも10グラム、より好ましくは100グラムの水に対して少なくとも50グラムの溶解度を有することを示す。モノマーに対して用いられる「水不溶性」なる用語は、米国特許第5521266号に記載されているような、乳化重合条件下で溶解度が低いかまたは非常に低いモノエチレン性不飽和モノマーを意味する。水性系は、水を含む任意の溶液を意味する。

40

【0013】

本発明にしたがって有用に用いられる好適な溶液、懸濁またはエマルジョンポリマーは、1またはそれ以上の以下のモノマーから調製される：(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリレートエステル、例えばメチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、ブチル(メタ)アクリレート、i s o - ブチル(メタ)アクリレートまたはt - ブチル(メタ)アクリレート、2 - エチルヘキシル(メタ)アクリレート、デシル(メタ)アクリレート、i s o - ボルニル(メタ)アクリレート、ならびに式 $\text{CH}_2 = \text{CR}_1 - \text{CO} - \text{O}(\text{CH}_2\text{CHR}_3\text{O})_m(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CHR}_3\text{O})_n\text{R}_2$ （式中、 $\text{R}_1 = \text{H}$ またはメチ

50

ル； $R_2 = H$ または $C_1 - C_{30}$ アルキル； $R_3 = H$ または $C_1 - C_{12}$ アルキル、 $m = 0 - 40$ 、 $n = 0 - 40$ 、 $m + n \geq 1$ ）であるエステル、例えばヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレートをはじめとするアルキレングリコール、ポリアルキレングリコールおよび（ $C_1 - C_{30}$ ）アルキル置換ポリアルキレングリコールの（メタ）アクリレートエステル； $C_1 - C_{30}$ アルキル置換アクリルアミド；ビニルスルホネート、アクリルアミドプロパンスルホネート；ジメチルアミノプロピル（メタ）アクリルアミド、アルキルビニルエーテル、塩化ビニル、塩化ビニリデン、 N -ビニルピロリドン、アリル含有モノマー；芳香族ビニル化合物、例えば、スチレン、置換スチレン；ブタジエン；アクリロニトリル；アセトアセトキシ官能基を含有するモノマー、例えば、アセトアセトキシエチルメタクリレート；飽和カルボン酸、例えば、酢酸、プロピオン酸、ネオデカン酸のビニルエステル；（メタ）アクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸、 N, N -ジメチルアミノエチルメタクリレートなどの酸または塩基含有モノマー；あるいはその組合せ。加えて、架橋およびグラフトモノマー、例えば、1, 4-ブチレングリコールメタクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、アリルメタクリレート、ジアリルフタレート、ジビニルベンゼン、またはその組合せを用いることができる。本発明において用いる場合、「（メタ）アクリレート」または「（メタ）アクリル」なる用語により、「（メタ）アクリレート」に関してはアクリレートまたはメタクリレート、「（メタ）アクリル」に関してはアクリルまたはメタクリルのいずれかを意味する。

【0014】

本発明において用いられるポリマーは、公知技術、例えば、溶液重合、乳化重合または懸濁重合を用いて製造することができる。別法として、水中に溶解または分散させた多相ポリマーも用いることができる。「多相」ポリマーなる用語により、少なくとも1つの内相または「コア」相と少なくとも1つの外相または「シェル」相を有するポリマー粒子を意味する。ポリマーの相は非相溶性である。「非相溶性」なる用語により、内相および外相が当業者に公知の技術を用いて区別可能であることを意味する。かかる技術とは、例えば、走査電子顕微鏡および相における違いを強調するために染色技術を使用することである。ポリマーの相の形状は、例えばコア/シェル；シェル相が不完全にコアを包囲するコア/シェル粒子；複数のコアを有するコア/シェル；あるいは相互侵入網目粒子または複数の硬質および軟質相を含む相であってもよい。第一相は、 $-20 \sim +95$ の範囲の T_g 、好ましくは $-1 \sim +95$ の範囲の T_g を有する「軟質」ポリマーを含む。かかる内相ポリマーは1またはそれ以上の以下のモノマーの重合された残基を含むことができる：（メタ）アクリル酸、（メタ）アクリレートエステル、例えばメチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレート、ブチル（メタ）アクリレート、*iso*-ブチル（メタ）アクリレートまたは*t*-ブチル（メタ）アクリレート、2-エチルヘキシル（メタ）アクリレート、デシル（メタ）アクリレート、*iso*-ボルニル（メタ）アクリレート、ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート；（メタ）アクリレートエステル、例えば、エステル基がポリアルキレンオキシドまたは $C_1 - C_{30}$ アルコキシポリアルキレンオキシドであるもの； $C_1 - C_{30}$ アルキル置換アクリルアミド；ビニルスルホネート、アクリルアミドプロパンスルホネート；ジメチルアミノプロピル（メタ）アクリルアミド、アルキルビニルエーテル、塩化ビニル、塩化ビニリデン、 N -ビニルピロリドン、アリル含有モノマー；芳香族ビニル化合物、例えばスチレン、置換スチレン；ブタジエン、アクリロニトリル；アセトアセトキシ官能基を含むモノマー、例えばアセトアセトキシエチルメタクリレート；飽和カルボン酸のビニルエステル、例えば酢酸エステル；プロピオン酸エステル、ネオデカン酸エステル；酸または塩基含有モノマー、例えば、（メタ）アクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸、 N, N -ジメチルアミノエチルメタクリレート。加えて、架橋およびグラフトモノマー、例えば、1, 4-ブチレングリコールメタクリレート、トリエチロールプロパントリアクリレート、アリルメタクリレート、ジアリルフタレート、ジビニルベンゼン、またはその組合せを用いることができる。

10

20

30

40

50

【0015】

多相ポリマーの外相（内相を封入しているならば、「シェル」）と見なすこともある）は下記のいずれかを含む：

i) 比較的高い、例えば +40 から 160 の T_g を有し、比較的硬質の外相を構成するポリマー。外相は、1 またはそれ以下のモノマーの重合された残基を含む：（メタ）アクリル酸、（メタ）アクリレートエステル、例えば、メチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレート、ブチル（メタ）アクリレート、*iso*-ブチル（メタ）アクリレートまたは *t*-ブチル（メタ）アクリレート、2-エチルヘキシル（メタ）アクリレート、デシル（メタ）アクリレート、*iso*-ボルニル（メタ）アクリレート、ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート；（メタ）アクリレートエステル、例えば、エステル基がポリアルキレンオキシドまたは $C_{10}-C_{30}$ アルコキシポリアルキレンオキシドであるもの； $C_{10}-C_{30}$ アルキル置換アクリルアミド；ビニルスルホネート，アクリルアミドプロパンスルホネート；ジメチルアミノプロピル（メタ）アクリルアミド、アルキルビニルエーテル、塩化ビニル、塩化ビニリデン、*N*-ビニルピロリドン、アリル含有モノマー、スルホネート；芳香族ビニル化合物、例えば、スチレン、置換スチレン；ブタジエン；アクリロニトリル；アセトアセトキシ官能基を含有するモノマー、例えば、アセトアセトキシエチルメタクリレート；飽和カルボン酸、例えば、酢酸、プロピオン酸、ネオデカン酸のビニルエステル；酸または塩基含有モノマー、例えば、（メタ）アクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸、*N,N*-ジメチルアミノエチルメタクリレート；あるいは

ii) 高い酸含量を有するポリマー、例えば、10～60重量%の（メタ）アクリル酸等のポリマー、好ましくは10～50%のメタクリル酸を有し、-30～>100の T_g を有するポリマー。これは比較的軟質の外相を提供する場合もあり、厳密には「シェル」と考えられない。このタイプの好適な外相ポリマーは、EP0576128A；および米国特許第4916171号に記載されている。

iii) ポリビニルアルコール。このアルコールは、外相として用いられる場合には、-20～+95の T_g を有するさまざまなコポリマー、例えば、ビニルアセテートホモポリマー；ビニルアセテート/エチレンコポリマー；ビニルアセテート/エチレン/アクリル酸またはエステルコポリマー；ビニルアセテート/アクリル酸またはエステルコポリマー、例えば米国特許第4921898号および第3827996号に記載されているもの（これに限定されない）を安定化させることが見いだされている。

【0016】

エマルジョンポリマーは20から1000ナノメートル、好ましくは70から300ナノメートルの平均粒子直径を有する。本発明における粒子サイズは、Brookhaven Instruments Corporation (Holtsville NY)により製造されたBrookhaven Model BI-90粒子サイズ測定器を用いて測定されたものであり、「有効直径」として報告する。米国特許第5340858号；第5350787号；第5352720号；第4539361号；および第4456726号に記載されているような2またはそれ以上の異なる粒子サイズまたは非常に広範囲の分布がある多峰形粒子サイズエマルジョンポリマーも包含される。

【0017】

「逐次乳化重合された」または「逐次乳化製造された」ポリマーなる用語は、あらかじめ形成されたエマルジョンポリマーの分散されたポリマー粒子の存在下で、乳化重合プロセスにより水性メディア中で調製され、あらかじめ形成されたエマルジョンポリマーの分散された粒子を含むメディア中に1回またはそれ以上連続して導入されたモノマーの乳化重合生成物がその上に堆積することにより、あらかじめ形成されたエマルジョンポリマーのサイズが増大されたポリマーを意味する。

【0018】

多段エマルジョンポリマーの逐次乳化重合において、「シード」ポリマーなる用語は、はじめに形成された分散液、すなわち、乳化重合の1つの段階の産物であるか、あるいは逐

10

20

30

40

50

次重合の最終段階を除く、その後の任意の段階で得られるポリマー分散液である水性エマルジョンポリマー分散液を意味する。

【 0 0 1 9 】

エマルジョンポリマーのガラス転移温度は、典型的には - 6 0 ~ 1 0 0 、好ましくは、 - 2 0 から 5 0 であり、所望のポリマー T g 範囲を達成するように選択されるモノマーの量は当業界でよく知られている。本発明において用いられる T g は、F o x 式 (T. G. Fox, Bull. Am. Physics Soc., Volume 1, Issue No. 3, page 123 (1956))、すなわち、モノマー M 1 および M 2 のコポリマーの T g を計算するための式：

$$1 / T g (\text{計算値}) = w (M 1) / T g (1) + w (M 2) / T g (M 2)$$

(式中、

T g (計算値) はコポリマーに関して計算されたガラス転移温度である

w (M 1) はコポリマー中のモノマー M 1 の重量分率である

w (M 2) はコポリマー中のモノマー M 2 の重量分率である

T g (M 1) は M 1 のホモポリマーのガラス転移温度である

T g (M 2) は M 2 のホモポリマーのガラス転移温度である

すべての温度は ° K である)

により計算されるものである。

【 0 0 2 0 】

ホモポリマーのガラス転移温度は、例えば、[P o l y m e r H a n d b o o k] (J. Brandrup and E. H. Immergut 編, Interscience Publishers)に見られる。

【 0 0 2 1 】

「活性成分」なる用語により、具体的な用途またはプロセスにおいてこのような活性成分を含有するペレットの有用性および機能を促進する任意の物質を意味する。活性成分は、例えば、医薬、農薬、水処理剤、水軟化剤、織物軟化剤、洗濯用洗剤、硬質表面クリーナー、表面ポリッシング剤、ポリッシュストリッピング物質、殺生物剤、ストーンウォッシング剤または排水管クリーナーとして活性を有する物質を包含する。

【 0 0 2 2 】

ペレット助剤は、単独または同時造粒された形態において、錠剤製造条件下でペレット組成物内で活性成分粒子間に接着性結合を形成し、これは製造の時点から、保存中、消費者により使用されるまで、ペレットの一体性の維持を助ける。

【 0 0 2 3 】

本発明の一態様は、多機能ペレット助剤に加えて、洗濯用または食器洗い用洗剤および / または硬質表面クリーナーとしての活性を有する活性成分 (まとめて洗剤活性化合物とを称する) を含むペレットである。添加剤の合計量は、ペレットの 0 . 1 重量 % から 2 5 重量 %、好ましくは 0 . 5 重量 % から 1 5 重量 % であり、最も好ましくはペレットの 0 . 5 重量 % から 5 重量 % である。かかるペレットは、典型的には、バインダー (好適には 5 重量 % から 8 0 重量 % ; 好ましくは 2 0 重量 % から 8 0 重量 % の量) ; 漂白剤 ; 加工添加剤 ; アジュバント ; 酵素 ; スケール抑制剤 ; 乳化剤 ; 界面活性剤 ; 石鹼 ; 分散剤 ; ゼオライト ; 脱脂剤 ; 消泡剤 ; リン酸塩 ; ホスホン酸塩 ; 蛍光増白剤 ; フィラー ; エキステンダー ; 汚染除去剤 ; 解凝集剤 ; 凝固防止剤 ; 抗ドリフト剤 ; 例えば水膨潤性ポリマーを含む崩壊剤 ; 水吸収性ポリマー ; 水エントレイン剤 (w a t e r e n t r a i n i n g a g e n t)、例えばセルロース ; 可塑剤または造膜助剤、例えば、アルキレングリコールアルキルエーテル、芳香族グリコールエーテル、アルキルポリグルコシド、ポリシロキサン、アルコールおよびアルキルエステルアセテート ; 希釈剤および担体を含む 1 またはそれ以上の他の成分も含む。前記成分のいくつかはペレットの洗剤以外の態様においても使用することができる。

【 0 0 2 4 】

ペレット助剤は本発明のペレット本体内に任意の好適な方法により組み入れられる。好ましい方法は、1 またはそれ以上のペレット助剤を含むペレット成分の乾燥混合物を混合し、次に混合物をペレット化機械中で圧縮してペレットを形成することからなる。

10

20

30

40

50

【 0 0 2 5 】

本発明のバインダーを含まない商業的ペレットに対する典型的な圧縮負荷は5000ポンドまでである。本発明の添加剤では、同じペレット配合物をさらに低い圧縮負荷で形成することが可能になる。実際の必要な圧縮負荷は粒子のサイズ、およびペレットを構成する成分の組成に応じて変わる。

【 0 0 2 6 】

米国特許第5360567号の開示から、ポリマーバインダー、すなわち、ポリエチレングリコールでコートされた錠剤は、錠剤が水中に浸漬された際に、錠剤の構造を破壊することにより崩壊剤としても作用できることが知られている。先行技術の記載により、バインダー/崩壊剤が洗剤マトリックス粒子と単に混合されるよりも、粒子をコートまたは封入するのが非常に有利であることが示唆される。本発明者らは、意外にも、ペレットを構成する活性成分およびフィラーに匹敵する粒子サイズを有する粒状ポリマーペレット助剤を意図的に調製することにより、単純でより有効な方法が得られ、非常に有用な組成物が得られることを見いだした。

10

【 0 0 2 7 】

造粒は、粒子状組成物のサイズを増大させるプロセスであり、これにより小さな粒子を集めて、より大きな永久粒状凝集物にし、易流動性粒子にするプロセスである。ペレット助剤の造粒は、本発明にしたがって有用に用いられ、(a)ペレット助剤を易流動性にする；(b)ペレット助剤を濃密化する；(c)ペレット助剤の粉塵の問題を低減する；さらに重要なことには(d)多機能ペレット助剤の製造プロセスを可能にするという利点をもたらす。

20

【 0 0 2 8 】

本発明の第二の態様において、0~40重量%の1またはそれ以上の無機固体と10重量%~40重量%の1またはそれ以上の有機固体をあらかじめ混合する段階、あらかじめ混合された固体上に、20重量%~80重量%の1またはそれ以上の-20~+95の範囲のT_gを有する溶液、懸濁液またはエマルジョンポリマーをスプレーして、100μm~3000μmの範囲の粒子サイズを達成する段階を含む多機能ペレット助剤組成物の調製法が提供される。

【 0 0 2 9 】

プロセスの一態様において、無機固体はゼオライトまたは同等の物質であり、ポリマー物質はEHA/MAAのコポリマー、または同等の溶液、懸濁液またはエマルジョンポリマーであり、有機固体はサッカライド、例えばデキストロースであるのが好ましい。各成分それぞれの相対量は、重量百分率で表すと、好ましくは20%~30%；20%~50%；30%~50%であり、より好ましくは20:40:40である。ペレット助剤を構成する成分の粒状混合物の好ましい粒子サイズは、100μm~3000μmの範囲である。さらに高い結合効率をもたらすより好ましい粒子サイズの範囲は、200μm~800μmである。最も好ましいペレット助剤粒子の粒子サイズは200μm~600μmの範囲である。

30

【 0 0 3 0 】

本発明の第三の態様において、0~40重量%の1またはそれ以上の無機固体と、20重量%から80重量%の1またはそれ以上の-20~+95の範囲のT_gを有する溶液、懸濁液またはエマルジョンポリマーのスラリーを調製する段階、および10重量%から80重量%の1またはそれ以上の有機固体上に該スラリーをスプレーして100μm~3000μmの範囲の粒子サイズを達成する段階を含む、多機能ペレット助剤組成物の調製法が提供される。

40

【 0 0 3 1 】

プロセスのもう一つの態様において、無機固体はゼオライトまたは同等の物質であり、ポリマー物質はEHA/MAAのコポリマー、または同等の溶液、懸濁液またはエマルジョンポリマーであり、有機固体はサッカライド、例えばデキストロースであるのが好ましい。各成分それぞれの相対量は、重量百分率で表すと、好ましくは20%~30%；20%~

50

50% ; 30% ~ 50% であり、より好ましくは 20 : 40 : 40 である。ペレット助剤を構成する成分の粒状混合物の好ましい粒子サイズは、100 μ m ~ 3000 μ m の範囲である。さらに高い結合効率をもたらすより好ましい粒子サイズの範囲は、200 μ m ~ 800 μ m である。最も好ましいペレット助剤粒子の粒子サイズは 200 μ m ~ 600 μ m の範囲である。

【0032】

本発明の第二および第三の態様に関して、製造プロセスに関連する態様において、さらに高い結合効率を有する粒状ペレット助剤は流動床造粒プロセスにおいてスケールアップされる。流動床に関連する基本的原則は、空気中の固体粒子の乱流または渦流懸濁液である。空気がペレット助剤を構成する粉末成分を持ち上げ、分離する。流動床造粒プロセスは、乾式混合、湿式造粒および乾燥を組み合わせる。造粒プロセスにおいて液体またはスラリーを供給するために、粉末成分の立上り流動床の上にスプレーノズルをとりつける。ノズルシステムを通して、液体またはスラリーが流動化粉末に添加され、ペレット助剤粒子の造粒および所望の粒子サイズが達成される。ペレット助剤顆粒が 100 μ m ~ 3000 μ m の範囲の粒子サイズを有するのが好ましい。さらに高い結合効率をもたらすさらに好ましい粒子サイズの範囲は 200 μ m ~ 800 μ m である。ペレット助剤顆粒の最も好ましい粒子サイズは 200 μ m ~ 600 μ m である。

【0033】

別の態様において、本発明の最初の 3 つの態様に関連して、ペレット助剤組成物は、1 またはそれ以上の溶液、懸濁またはエマルジョンポリマーから調製され、無機固体または有機固体を含まない。ポリマーペレット助剤は凍結乾燥または噴霧乾燥により調製することができる。ペレットの製造において用いられる粒状ポリマーペレット助剤と比較して、ペレットの製造においてはさらに多くの量、1 ~ 2 重量% 多いポリマーペレット助剤を使用しなければならない。

【0034】

本発明の第四の態様において、高い機械的強度を有し、破損することなく保存および取扱に耐えることができ、水性系と接触すると速やかに崩壊する固体ペレットの調製法であって、90 重量% ~ 99.75 重量% の複数の成分および 0.25 重量% ~ 10 重量% の多機能ペレット助剤を混合する段階（ここに、ペレット助剤は (i) 20 重量% ~ 80 重量% の 1 またはそれ以上のバインダー（ここに、少なくとも 1 つのバインダーは -20 ~ +95 の範囲の T_g を有する溶液、懸濁またはエマルジョンポリマーである）；(ii) 0 ~ 40 重量% の 1 またはそれ以上の無機固体；および (iii) 10 重量% ~ 40 重量% の 1 またはそれ以上の有機固体を含み、ペレット助剤の粒子サイズは 100 μ m ~ 3000 μ m の範囲である）；および成分とペレット助剤の混合物を圧縮して、ペレットを形成する段階を含む方法が提供される。

【0035】

このプロセスの一態様において、洗剤を製造するために複数の成分を用いるのが好ましい。洗剤を製造する典型的な成分は、米国特許第 5883061 号および第 5360567 号に記載され、その内容は本発明において有用に用いられる。ペレット助剤はゼオライトまたは同等の物質、EHA/MAA のコポリマーまたは同等のエマルジョンポリマー、およびサッカライド、例えばデキストロースを含む組成物である。各成分それぞれの相対量は、重量百分率で表すと、好ましくは 20 : 40 : 40 である。ペレットを構成する成分の全重量に基づいたペレット助剤の量は、0.25 重量% ~ 5 重量% の範囲であり、より好ましくは 0.5 重量% ~ 3 重量%、最も好ましくは 1 ~ 3 % の範囲である。ペレット助剤粒子は、100 μ m ~ 3000 μ m の範囲の粒子サイズを有するのが好ましい。さらに高い結合効率をもたらすより好ましい粒子サイズの範囲は、200 μ m ~ 800 μ m である。最も好ましいペレット助剤粒子の粒子サイズは 200 μ m ~ 600 μ m の範囲である。

【0036】

以下の実施例は、本発明および試験により得られた結果を説明するためのものである。

【 0 0 3 7 】

ペレットの機械的強度の測定（直径破壊ストレス）

直径ストレス破壊、すなわち、ペレット破壊の時点で単位面積あたりペレットにかけられる力の量（キロパスカル，k P a）を、直径および厚さが既知のペレットに圧縮破壊（破損）するまで、連続して増大する負荷をゆっくりかけることにより測定した。直径破損ストレス、Xを式；

$$X = 2 L / d h$$

（式中、L＝破損時点でかけられた負荷、d＝ペレットの直径、h＝ペレットの厚さ）にしたがって計算した。

【 0 0 3 8 】

ペレット脆砕性の測定

ほぼ2 c mの高さの等間隔の3つのガラスの刻み目を有する厚いガラスシリンダー（直径1 5 c m）からなる脆砕性試験装置を用いてペレット脆砕性を測定した。ペレットを装置中に入れ、一定の速度下でタンブルさせた。ペレットが破損するのに要する秒数の単位において脆砕性を測定した。

【 0 0 3 9 】

水中のペレットの崩壊速度の評価

各ペレット（8 gまたは4 0 g）を金属ワイヤホルダー中に入れ、ビーカーの中心に保持した。4 リットルの常温（2 0 - 2 5 ）の水道水（硬度1 5 0 p p m）をビーカーに添加した。水を攪拌せず（すなわち、静置）、ペレットがホルダーから完全に崩れ出るのに要する時間を測定した。

【 0 0 4 0 】

本発明のペレット助剤がバインダー物質としてその中に組み入れられたペレットの調製物乾燥バインダーとしてペレット助剤を用いた洗剤ペレットの直接打錠

さまざまな重量百分率（以下の表に記載）の乾燥ポリマーペレット助剤を洗剤粒子とよく混合し、ステンレス製シリンダー（直径2 . 8 c m）中に入れた。ピストンロッドをシリンダー中に挿入し、アセンブリをC a r v e r 実験用ペレットプレス下部および上部プレート間に入れた。特定の荷重ストレスを常温でペレットに加え、ペレットをシリンダーから取り出した。一連の圧縮圧を用い、直径破損ストレス、脆砕性およびペレット崩壊時間（前記のようにして測定）を以下の表に示す。

【 0 0 4 1 】

実施例 1 - 4

ペレットを調製するためにペレット助剤組成物として表 I に示すような凍結乾燥エマルジョンポリマー 1 - 4 を用いた。

【 0 0 4 2 】

表 I

ペレット用のポリマー助剤：凍結乾燥ポリマー添加剤（全ペレット重量に基づいて3 重量%の使用量）

【 表 1 】

10

20

30

サンプル	組成	Tg (°C)	形態	硬度 (kPa)	脆砕性 (秒)	
1	30 MAA/70 EHA	1	繊維状	9.31	34	
2	53EA/19MMA/10H EMA/18MAA	53	フレーク 粉末	24.87 11.09	360 12	
3	32EA/40MMA/10H EMA/18MAA	89	フレーク 粉末	15.49 9.49	36 8	10
4	25BA/47MMA/10H EMA/18MAA	95	フレーク 粉末	NA 7.71	54 4	

注：

E A = エチルアクリレート

B A = ブチルアクリレート

M M A = メチルメタクリレート

M A A = メタクリル酸

E H A = 2 - エチルヘキシルメタクリレート

H E M A = ヒドロキシエチルメタクリレート

【 0 0 4 3 】

表 1 は、直接打錠を用いて洗剤錠剤の助剤として高い結合効率を示す凍結乾燥形態のモノマーのさまざまな組合せから合成されたポリマーを記載する。ペレットは特定のペレット化助剤組成物の 3 重量 % を含有していた。特定のポリマーペレット助剤の性能は、ペレット助剤組成物を構成するポリマーの形態と直接関連すると思われる。フレークタイプの形体を有するペレット助剤の結合効率は、「微粉末」形態を示す同じペレット助剤よりもかなり高い。

【 0 0 4 4 】

表 I に示すエマルジョンコポリマーは広範囲におよぶ、1 ~ 95 のガラス転移温度を示した。本発明の目的に関して有用な T g の範囲は - 20 ~ + 95 の範囲である。ポリマーペレット助剤から調製されたすべてのペレットは、脆砕性試験から決定されるように、同様の機械的強度を示した。ペレット助剤の形態的な違いは、結果として得られるペレットの機械的強度に対して大きな影響をおよぼすようである。

【 0 0 4 5 】

実施例 5 - 7

実施例 5 - 7 は、表 I I に示すようなペレット助剤を調製するために用いられる粒子サイズを有する噴霧乾燥された E H A / M A A コポリマーである。

【 0 0 4 6 】

表 I I

噴霧乾燥ポリマーペレット助剤

【 表 2 】

サンプル (EHA/MAA)	圧縮負荷(ポンド)での 脆砕性(秒)			粒子サイズ (μm)	嵩密度 (g/ml)	
	250 lb	500lb	1000lb			
対照(EHA/ MAAなし)	5	13	27	NA	NA	10
5	67	179	297	40	0.309	
6	8	8	80	100	0.36	
7	23	96	145	100	0.29	

* (全ペレット重量に基づいて3重量%の使用量)

【0047】

表IIは、噴霧乾燥ポリマーペレット助剤についての性能データを示す。表IIにおけるサンプルは、同じポリマー組成を有するが、異なる物理的特性、例えば粒子サイズおよび嵩密度を示す。サンプル5は粒子サイズが小さく(40 μm)、結果として得られるペレットにおける脆砕性と付随する機械的強度の向上の点で、最高の結合効率を示す。サンプル6および7は同じ粒子サイズ(100 μm)を有するが、異なる嵩密度を有する。サンプル7は、結果として得られるペレットにおいてさらに高い結合効率と、さらに高い機械的強度を示す。特定のペレット助剤の結合効率は嵩密度と強力に相関するようである。嵩密度が小さいほど、結合効率は高い。顕微鏡による分析から、ペレット助剤を構成するポリマー粒子の大部分が「風船(ballon)」または「中空」型構造/形態を示すことが分かる。錠剤圧縮条件下で、中空構造は崩れて小さな粒子になり、これによりその表面積が増大する。このようなペレット助剤を添加する効果により、機械的強度が向上されたより強固なペレットが得られる。所定のポリマーペレット助剤について嵩密度が減少するにつれ、「風船」構造の割合が増大し、したがって実施例6および7に関して表IIに示すように結合効率が増大し、結果として得られるペレットの機械的強度も増大する。

【0048】

例A-O

例A-O(例A-Jは参考例であり、例K-Oは実施例である)は表IIIおよびIVに示すように、ペレットを調製するために用いられる粒状ポリマーペレット助剤である。例A-Oにおいて、さまざまなポリマーエマルジョンをいくつかの無機および有機固体、例えば、ゼオライト、ソーダ灰、合成 SiO_2 、デキストロースおよびデンプンを造粒することによりポリマー同時造粒物を調製した。粒子をKitchen Aid装置で調製し、流動床装置で、50で乾燥した。結果として得られた粒子の結合効率を試験し、結果を表IIIおよびIVに示す。

【0049】

表III 同時造粒されたポリマーペレット助剤例

【表3】

参考例	固体 1 (PS, μm)	添加量	エマルジ オン/固体 2	添加量	フィル ター	備考	脆砕性(秒) 負荷 250 ポンド	
A	噴霧乾燥 サンプル1 粉末 (20 μm)	20 gm	サンプル1	10 gm	有	濾過後凝集	5 秒	
B	Zeolex 7A	20 gm	サンプル1	10 gm	有	易流動性粉末	3 秒	
C	Zeolex 7A	20 gm	サンプル1	20 gm	有	易流動性粉末	3 秒	10
D	Pregel コーン スターチ	40 gm	サンプル1	30 gm	無	解砕が必要 w/Waring ブレンダー 易流動性粉末	負荷1000ポンド 56 秒	
E	噴霧乾燥 サンプル1 (100 μm)	20 gm	ゼオライト + サンプル1	5 gm 10 gm	有	易流動性粉末	12 秒	
F	噴霧乾燥 サンプル1 (20 μm)	20 gm	Na Carb + サンプル1	5 gm 5 gm	有	易流動性粉末	8 秒	20
G	噴霧乾燥 サンプル1 (100 μm)	20 gm	Na Carb + サンプル1	5 gm 5 gm	有	易流動性粉末	3 秒	
H	噴霧乾燥 サンプル1 (20 μm)	20 gm	Na Carb + サンプル1	10 gm 5 gm	有	易流動性粉末	12 秒 (1000 ポンド) 30 秒	30
I	噴霧乾燥 サンプル3	20 gm	Hubersorb 600 + サンプル3	5 gm 25 gm	有	造粒後、 流動床乾燥 (50° Cで20分)	19 秒 24 秒	
J	噴霧乾燥 サンプル3	20 gm	Zeolex 7A + サンプル3	5 gm 35 gm	有	造粒後、 流動床乾燥 (50° Cで20分)	37 秒	40

注：Zeolex 7A = ゼオライト、Na Carb = 炭酸ナトリウム、Hubersorb 600 = 合成 SiO_2

Pregel コーンスターチ = プレゲル化コーンスターチ

* (全ペレット重量に基づいて3%の使用量)

表IV 同時増粒されたポリマーペレット助剤例

【0050】

【表4】

実施例	固体 1	添加量	エマルジョン/ 固体 2	添加量	粒子サイズ 範囲 (μ)	1000 psiでの 脆砕性 (秒)	
K	Camdex	20.06g	Zeolex 7A + サンプル 1	10g 18.17g	150-250	80	10
L	Camdex	5g	Zeolex 7A + サンプル 1	15.1g 23.27g	150-355	49	
M	タピオカ デンプン	5.05g	Zeolex 7A + サンプル 1	15.08g 26.29g	150-355	42	20
N	Stadex 125	5.01g	Zeolex 7A + サンプル 1	15g 31.95g	150-355	55	
O	Pure-Dent B810	5.02g	Zeolex 7A + サンプル 1	15g 26g	355-1400	52	30

* (全ペレット重量に基づいて 6 % の使用量)

注:

Camdex = デキストレート (95 % デキストロース、5 % デンプン)

Stadex 125 = デキストリン

Pure-Dent B810 = コーンスターチ

【0051】

造粒プロセスは、流動特性が向上し、粉塵挙動が減少した多機能ポリマーペレット助剤を製造するために本発明にしたがって用いられるのが有用であり、好ましい。表 I I I から、造粒プロセスによりペレット助剤を配合するためにさまざまな無機および有機固体を用いることができることが分かる。結果として得られる同時造粒されたペレット助剤は、ペレットを構成する成分に対して高い結合効率を示す。ポリマー崩壊剤およびウィッキング剤はポリマーバインダーと組み合わせられて、多機能ペレット助剤を生成することもできる。適当な崩壊剤としては、例えば、超吸収ポリマー、例えば、架橋ポリアクリル酸および同等の物質が挙げられる。有機固体、例えばデキストロース、セルロース誘導体および同等の物質は良好なウィッキング剤であり、これは水をペレットの中心に物理的に連行することにより水の輸送を促進することができ、同時造粒されたペレット助剤は錠剤の崩壊時

40

50

間を加速することもできる。同時造粒されたペレット助剤およびこれらを配合するために用いられるプロセスは、したがって表ⅤおよびⅤⅠに示すように、同時造粒された無機および有機固体の不在下での乾燥ポリマーペレット助剤と比較して実質的に生産コストを減少させ、また多機能特性を有するペレット助剤（例えば、バインダー、崩壊剤、ウィッキング剤、白化剤など）を提供する。

【 0 0 5 2 】

表Ⅴ 同時造粒されたペレット助剤を用いたペレットについての性能データ

【表 5】

錠剤 (40 gram)	圧縮負荷	ドエル時間	崩壊時間	脆砕性	10
	(lb)	(秒)	(分:秒)	(分:秒)	
1% 崩壊剤	500	15	> 6 min		
1% 崩壊剤 + 2% K	500	15	3:20	0:59	
1% 崩壊剤 + 4% K	500	15	2:40	1:53	20

崩壊剤 = 架橋ポリ(メタ)
アクリル酸

【 0 0 5 3 】

表Ⅴのデータは、本発明の同時造粒されたペレット助剤 K は、それぞれ脆砕性試験および崩壊時間により測定される、結果として得られるペレットの機械的強度および崩壊速度の両方を向上させることを示す。データは、同時造粒されたペレット助剤はバインダー（結果として得られるペレットの機械的強度を増大させる）および崩壊剤（結果として得られるペレットの崩壊速度を向上させる）として機能することができることを示す。

30

【 0 0 5 4 】

表ⅤⅠ 同時造粒されたペレット助剤を用いた洗剤ペレットの性能データ

一般的粉末洗剤 - 再付着防止試験

【表 6】

もめん 405	X	Y	Z	白色度指数 (WI)	ΔWI
ポリマーなし (対照)	78.07	81.57	75.53	35.5	
0.5% Acusol 445N*	79.99	84.11	82.08	52.88	17.38
0.5% 噴霧乾燥 サンプル1	77	80.51	75.1	37.11	1.61
0.5% A445N / 0.5% 噴霧乾燥サンプル1	81.4	85.52	82.98	51.88	16.38
1.0% A445N	82.35	86.73	86.25	60.75	25.25
1.0% K	80.04	84.03	80.62	47.49	11.99
PE/もめん	X	Y	Z	白色度指数 (WI)	ΔWI
ポリマーなし	68.15	70.58	62.76	20.4	
0.5% Acusol 445N	74.99	79.19	78.12	53.33	32.93
0.5% 噴霧乾燥 サンプル1	67.14	69.91	62.73	22.6	2.2
0.5% A445N / 0.5% 噴霧乾燥サンプル1	77.61	82.07	82.43	60.95	40.55
1.0% A445N	79.59	84.41	87.87	74.8	54.4
1.0% K	76.9	81.38	81.92	61.2	40.8

* A 4 4 5 Nはポリアクリル酸（繊維上へのカルシウムの再付着防止のためにまざまな洗剤処方に用いられる一般的なポリマー分散剤）である。

【 0 0 5 5 】

標準的 T e r g - O - T o m e t e r を用いて再付着防止試験を行った。各洗濯槽において、2着のもめん405および2着のポリエステル/木綿を5mlの油性汚れと共に1000mlの洗浄液中に添加した。0.15%の一般的粉末洗剤と0.5%または1.0%のポリマーペレット助剤を洗濯槽に35の洗濯水と共に添加した。洗濯水の硬度は300ppmであった。洗い3サイクル、すすぎ3サイクルを用い、各洗いサイクルは12分であり、各すすぎサイクルは3分であった。洗濯された衣服の白色度指数(WI)を衣服が乾燥した後に検査した。

【 0 0 5 6 】

表VIの結果は、本発明のポリマーペレット助剤を用いると白色度指数が著しく増大することを示す。データは、本発明のポリマーペレット助剤は一般的洗濯処方において分散剤として機能することができることを示す。

10

フロントページの続き

(74)代理人 100112586

弁理士 橋本 幸治

(72)発明者 ハイラン・グオ

アメリカ合衆国ペンシルバニア州 1 8 9 7 6 , ウォーリントン , スタッカート・ロード・ 1 4 9 7

(72)発明者 ウェン・エイチ・チーア

アメリカ合衆国ペンシルバニア州 1 9 0 0 2 , アンブラー , ミーティングハウス・ロード・ 1 1 3 0

(72)発明者 カーティス・シュワルツ

アメリカ合衆国ペンシルバニア州 1 9 0 0 2 , アンブラー , エッジウッド・ドライブ・ 4 3 7

審査官 守安 智

(56)参考文献 特開 2 0 0 0 - 1 1 9 1 7 1 (J P , A)

特開平 1 0 - 0 6 0 4 8 5 (J P , A)

特開 2 0 0 0 - 0 3 8 4 9 0 (J P , A)

特開平 0 8 - 0 5 3 5 9 4 (J P , A)

特開平 0 7 - 3 2 4 0 3 3 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C08L 23/00-101/14

C08K 3/00-13/08