

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4503861号  
(P4503861)

(45) 発行日 平成22年7月14日 (2010. 7. 14)

(24) 登録日 平成22年4月30日 (2010. 4. 30)

(51) Int. Cl.

F I

**B 0 1 J 20/24 (2006. 01)****A 6 1 F 13/49 (2006. 01)****A 6 1 F 13/53 (2006. 01)****A 6 1 F 13/15 (2006. 01)****A 6 1 L 15/00 (2006. 01)**

B 0 1 J 20/24 B

A 4 1 B 13/02 B

A 6 1 F 13/18 3 0 7 B

A 6 1 L 15/00

A 6 1 L 31/00 T

請求項の数 25 (全 24 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-616834 (P2000-616834)  
 (86) (22) 出願日 平成12年5月11日 (2000. 5. 11)  
 (65) 公表番号 特表2002-543953 (P2002-543953A)  
 (43) 公表日 平成14年12月24日 (2002. 12. 24)  
 (86) 国際出願番号 PCT/CA2000/000555  
 (87) 国際公開番号 W02000/067809  
 (87) 国際公開日 平成12年11月16日 (2000. 11. 16)  
 審査請求日 平成18年5月9日 (2006. 5. 9)  
 (31) 優先権主張番号 2, 271, 423  
 (32) 優先日 平成11年5月11日 (1999. 5. 11)  
 (33) 優先権主張国 カナダ (CA)

(73) 特許権者 507207845  
 アーチャー・ダニエルズ・ミッドランド  
 カンパニー  
 アメリカ合衆国, イリノイ 62526,  
 デカトゥア, フェリーズ パークウェイ  
 4666  
 (74) 代理人 100099759  
 弁理士 青木 篤  
 (74) 代理人 100077517  
 弁理士 石田 敬  
 (74) 代理人 100087413  
 弁理士 古賀 哲次  
 (74) 代理人 100089901  
 弁理士 吉井 一男

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 液体用吸収剤として有用なガラス状多糖

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

液体の吸収のための粒状吸収剤であって、ガラス状多糖の粒子、およびそれらの内部構造中に少なくとも1つの界面活性剤を吸蔵する (occluding) ガラス状多糖の粒子から成る群から選択される粒子であって：

- 620  $\mu\text{m}$ までのサイズを有し、少なくとも70重量%のガラス状型構造であり、および

- 30 ~ 45 重量%が620 ~ 420  $\mu\text{m}$ のサイズ、

- 35 ~ 55 重量%が420 ~ 210  $\mu\text{m}$ のサイズ、

- 5 ~ 25 重量%が210  $\mu\text{m}$ までのサイズである粒子を包含する粒状吸収剤であって ; 且つ、

ゼラチン化されるべき多糖に前記界面活性剤が加えられ、前記ガラス状 (glass-like) 多糖の内部構造中に該界面活性剤が吸蔵される粒状吸収剤。

【請求項 2】

前記ガラス状多糖が、ゼラチン化によりデンプンから得られたガラス状デンプンである請求項1の液体用粒状吸収剤。

【請求項 3】

前記デンプンが25 ~ 40  $\mu\text{m}$ の範囲の粒子サイズを有する請求項2の液体用粒状吸収剤。

【請求項 4】

前記デンプンがグレード A 小麦デンプンである請求項 3 の液体用粒状吸収剤。

【請求項 5】

前記ガラス状デンプンが：

- 33 ~ 40 重量%の炭素、
- 53 ~ 59 %の酸素、
- 6.6 ~ 7.5 重量%の水素、
- 0.15 重量%未満の硫黄、
- 0.6 重量%未満の塩素、および 残余物（重量%は前記ガラス状デンプンの総重量

に対して表される）

を含む請求項 4 の液体用粒状吸収剤。

10

【請求項 6】

前記ガラス状デンプンが、ガラス状デンプンの各モノマー単位に対して 3 分子までの水を含む請求項 5 の液体用粒状吸収剤。

【請求項 7】

前記ガラス状デンプンが、それぞれ：

- $1649 \pm 5 \text{ cm}^{-1}$ 、
- $3446 \pm 5 \text{ cm}^{-1}$ 、および
- $3504 \pm 5 \text{ cm}^{-1}$  の 3 つの強赤外帯域を特徴とし、前記帯域がポリマー構造中の水の存在の特性を示す請求項 6 の液体用粒状吸収剤。

【請求項 8】

20

前記界面活性剤が長アルキル線状鎖を有するイオン性界面活性剤である請求項 1 の液体用粒状吸収剤。

【請求項 9】

前記界面活性剤の前記長アルキル線状鎖が 11 個より多い炭素原子を含有する請求項 8 の液体用粒状吸収剤。

【請求項 10】

前記液体が極性液体または生理学的流体である請求項 1 の液体用粒状吸収剤。

【請求項 11】

液体が水、水と少なくとも水溶性の溶媒との混合物、尿および血清で構成される群から選択される請求項 10 の液体用粒状吸収剤。

30

【請求項 12】

水性極性液体および / または 2 ~ 11 の範囲の pH を有する生理学的水性流体を吸収するための請求項 10 の液体用粒状吸収剤。

【請求項 13】

ガラス状多糖の粒子、およびそれらの内部構造中に少なくとも 1 つの界面活性剤を吸蔵するガラス状多糖の粒子が 5 ~ 500  $\mu\text{m}$  の範囲のサイズを有する請求項 1 の液体用粒状吸収剤。

【請求項 14】

300  $\mu\text{m}$  の平均 (mean) 粒子サイズを有する請求項 13 の液体用粒状吸収剤。

【請求項 15】

40

それらの内部構造中に少なくとも 1 つの界面活性剤を吸蔵するガラス状多糖の粒子の製造方法であって、前記粒子が：

- 620  $\mu\text{m}$  までのサイズを有し、および
- ガラス状型構造の少なくとも 70 重量%である方法であって：
  - (1) 温ゼラチン化多糖を生成するよう、水の存在下で多糖を加熱し、
  - (2) ガラス状多糖を生成するよう、ステップ (1) で得られた温ゼラチン化多糖を乾燥し、および

(3) ステップ (2) で得られた乾燥ガラス状多糖を粒子に粉碎して、620  $\mu\text{m}$  までのサイズを有する粒子を回収するステップを包含する方法であって、

- 少なくとも 1 つの界面活性剤がステップ (1) で付加され、

50

- 水中の多糖の重量％が 3.2 ~ 50 の範囲であり、および
- 多糖中の界面活性剤の重量％が 6 ~ 10 の範囲であることを包含する方法。

【請求項 16】

- 77 ~ 83 重量％の請求項 1 の液体用粒状吸収剤、
- 0.65 ~ 0.9 の範囲の D.S. および 7000 ~ 12000 mPa s の範囲の粘度 (ASTMD - 1439 に従う) を有することを特徴とする 15 ~ 17 重量％のカルボキシメチルセルロース、および
- 0.8 ~ 0.95 の範囲の D.S. および 1500 ~ 2500 mPa s の範囲の粘度 (ASTMD - 1439 に従う) を有することを特徴とする 2 ~ 6 重量％のカルボキシメチルセルロースを含む液体吸収組成物。

10

【請求項 17】

- 79 ~ 92 重量％の請求項 1 の液体用粒状吸収剤、
- 4 ~ 10.5 重量％のキサンタンガム、および
- 4 ~ 10.5 重量％のグアーガムを含む液体吸収組成物。

【請求項 18】

請求項 17 の吸収組成物であって、

- キサンタンガムが 1 重量％の KCl を含有する水中に 1 重量％の濃度で 1400 ~ 1650 mPa · s (cps) の範囲の粘度を、1 重量％の KCl を含有する水中に 0.2 重量％の濃度で 130 ~ 180 mPa · s (cps) の範囲の粘度を有し、低ピッチプロペラ型攪拌機を用いて 800 rpm で攪拌しながら 3.0 g の生成物および 3.0 g の塩化カリウムの乾燥配合物を 400 ml ビーカー中の 250 ml の蒸留水に徐々に加え、更に 44 ml の蒸留水を加え、ビーカーの壁をすすぎ、および 800 rpm で 2 時間連続攪拌し、この期間の終了時に垂直運動で手で激しく攪拌することにより 25 に温度を調整して任意のチキソトロピー作用または層化を排除することにより生成物の 1 重量％塩溶液を調製し、第 3 番スピンドルで 60 rpm で LV モデルのブロックフィールド粘度計を用いて直ぐに粘度を測定することにより粘度が測定され、

20

グアーガムが 24 時間後に少なくとも 3500 mPa · s (cps) の、30 分後に 2800 mPa · s (cps) の粘度を有し、低ピッチプロペラ型攪拌機を用いて 800 rpm で攪拌しながら 3.0 g の生成物および 3.0 g の塩化カリウムの乾燥配合物を 400 ml ビーカー中の 250 ml の蒸留水に徐々に加え、更に 44 ml の蒸留水を加え、ビーカーの壁をすすぎ、および 800 rpm で 2 時間連続攪拌し、この期間の終了時に垂直運動で手で激しく攪拌することにより 25 に温度を調整して任意のチキソトロピー作用または層化を排除することにより生成物の 1 % 塩溶液を調製し、第 3 番スピンドルで 60 rpm で LV モデルのブロックフィールド粘度計を用いて直ぐに粘度を測定することにより粘度が測定される吸収組成物。

30

【請求項 19】

請求項 1 記載の粒状吸収剤と、これと組み合わせられた担体とを含む；または請求項 16 または 17 記載の吸収組成物と、これと組み合わせられた担体とを含む吸収剤製品。

【請求項 20】

担体がエアレイド、化学結合ティッシュ、不織ウエットレイド (l a i d s)、水素錯雑化ファブリック、溶融吹込体および積層構造により構成される群から選択される請求項 19 記載の吸収剤。

40

【請求項 21】

請求項 1 記載の液体用粒状吸収剤を組み入れた胸用パッド、食品用パッド、手術用および外科用パッド、身体用パッド、ベッドパッド、成人用失禁用品、使い捨ておむつ、非使い捨ておむつ、ブリーフ、女性用衛生用品または包帯。

【請求項 22】

請求項 16 または 17 記載の吸収組成物を組み入れた胸用パッド、食品用パッド、手術用および外科用パッド、身体用パッド、ベッドパッド、成人用失禁用品、使い捨ておむつ、非使い捨ておむつ、ブリーフ、女性用衛生用品または包帯。

50

## 【請求項 2 3】

- 生理学的流体に透過性である第一外層、  
 - 本質的に吸収物質から作製される中心マトリックスおよび  
 - 生理学的流体に、ならびに前記の生理学的流体と両外層間に閉じ込められる中心マトリックス中に存在する吸収物質とにより形成される集塊に不透性である第二外層から成るおむつであって、中心マトリックス中の吸収物質が：

a) 液体の吸収のための粒状吸収剤であって、ガラス状多糖の粒子、およびそれらの内部構造中に少なくとも 1 つの界面活性剤を吸蔵するガラス状多糖の粒子から成る群から選択される粒子であって：

- 620  $\mu$ m までのサイズを有し、少なくとも 70 重量%のガラス状型構造であり、  
 および

- 30 ~ 45 重量%が 620 ~ 420  $\mu$ m のサイズ、  
 - 35 ~ 55 重量%が 420 ~ 210  $\mu$ m のサイズ、  
 - 5 ~ 25 重量%が 210  $\mu$ m までのサイズである粒子を包含する粒状吸収剤であって；且つ、該ゼラチン化されるべき多糖に前記界面活性剤が加えられ、前記ガラス状多糖の内部構造中に該界面活性剤が吸蔵される粒状吸収剤、

b) - 77 ~ 83 重量%の前段落記載の液体用粒状吸収剤、

- 15 ~ 17 重量%の不溶性カルボキシメチルセルロース、および

- 2 ~ 6 重量%の高粘度カルボキシメチルセルロースを含む液体吸収組成物、

c) - 79 ~ 92 重量%の前段落記載の液体用粒状吸収剤、

- 4 ~ 10.5 重量%のキサンタンガム、および

- 4 ~ 10.5 重量%のグアーガムを含む液体吸収組成物、から成り、前記中心マトリックス中の吸収物質の残余部分が天然繊維、半合成繊維、合成繊維、木材パルプ、セルロース繊維、綿、ピートモスおよびそれらの混合物により構成される群中で選択されることを特徴とするおむつ。

## 【請求項 2 4】

前記水溶性の溶媒が、アルコールおよびケトンで構成される群から選択される請求項 1 の液体用粒状吸収剤。

## 【請求項 2 5】

前記ステップ (1) において、前記多糖が水の存在下で 70 ~ 97 の範囲の温度で 0.5 ~ 2.5 時間加熱される請求項 1 の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 発明の分野

本発明は、ガラス状 (glass-like) 多糖の粒子、およびそれらの内部構造中に少なくとも 1 つの界面活性剤を吸蔵するガラス状多糖の粒子から成る群から選択される粒子を含む液体の吸収のための粒状吸収剤に関する。

## 【0002】

本発明は更に、極性液体および生理学的流体の吸収体として、単独でのあるいは添加剤または加入物と組合せた後者の粒状吸収体の使用に関し、および特に、選定カルボキシメチルセルロースおよび / または選定ガムを伴う本発明の粒状吸収体の特定の吸収体組成物に関する。

## 【0003】

本発明は、予定量の少なくとも 1 つの粒状吸収体および / または適切な担体を含有する予定量の少なくとも 1 つの吸収体組成物の吸収体組合せにも関する。

## 【0004】

## 背景

種々のガラス状多糖が当業界で既知である。例えば、米国特許第 5,360,903 号は、ガラス状多糖および実質的吸蔵性水構成成分を有するガラス状デンプンを記載する。このような多糖は、表面を研磨するために有用である。

## 【 0 0 0 5 】

おむつおよび特に衛生ナプキンとは伝統的に、生理学的流体に透過性の第一外層、吸収物質、例えば布、綿、紙製詰物またはセルロース繊維の詰綿で本質的に作製される中心マトリックス、生理学的流体および中心マトリックス中に存在する吸収物質とともに生理学的流体により形成される集塊に不透性の第二外層により構成される。中心マトリックスは両層間に閉じ込められる。最初は本質的にふんわり膨らんだセルロースパルプ繊維のパッドから作製されるおむつの中心マトリックスは、約 20 年の長きに亘って、合成吸収体ポリマーに、ならびに硬質乾燥粒状粉末の形態の合成超吸収体ポリマーに次第に置き換えられてきた。このような吸収体の詳細な説明は、Frederic L. Buchholz and A.T. Grahamによる Modern Superabsorbent Polymer Technology, Wiley-VCH 編, 1 ~ 16 頁 (この記載内容を、参照することによりここに取り込む) に示されている。

10

## 【 0 0 0 6 】

ふんわり膨らんだセルロースパルプ繊維のパッドは、約 12 g の水を吸収するが、一方、超吸収体ポリマーはポリマー 1 g 当たり 1,000 g までの水を吸収し得る。

## 【 0 0 0 7 】

しかしながら、このような高性能は、蒸留水性水中の溶液でのみ達成される。このような超吸収体は、高イオン含量を有する溶液中ではそれらの性能を急速に失う。

## 【 0 0 0 8 】

しかしながら、吸収プロフィールを改良するためには、超吸収体ポリマーは単独では用いられず、典型的には吸収特性を有する少なくとも 1 つの別の物質との混和物中に用いられる。例えば、超吸収体ポリマー顆粒は、おむつ中で木材パルプ綿毛と混合される。

20

## 【 0 0 0 9 】

商業的に主に用いられる超吸収体ポリマーは、架橋化、部分的中和化ポリ(アクリル酸)またはグラフトコポリマー、例えば部分的中和化デンプン - g - ポリ(アクリル酸)および部分的中和化ポリ(ビニルアルコール) - g - ポリ(アクリル酸)である。その他の周知の超吸収体ポリマーは、加水分解化デンプン - g - ポリ(アクリロニトリル)である。

## 【 0 0 1 0 】

既知の合成および半合成超吸収体の吸収性を改良するために、集中的探索がなされた。したがって、米国特許第 4,935,022 号は、特定の型の剛化セルロース繊維ならびにこのような製品の吸収性特徴を強化するための特定の型および形態の高分子ゲル化剤粒子を利用する吸収体製品を記載する。これらの製品では、剛化セルロース繊維物質とあるサイズの粒状形態で化合されるゲル化剤物質は、製品の吸収体コアの下部流体貯蔵層中に主として入れられる。吸収体コアのこのような流体貯蔵下部層は、剛化セルロース繊維および一定サイズのゲル化剤粒子も含有する上部の、一般的により大きい流体獲得/分布層下に置かれる。ゲル化剤粒子は、約 400 ~ 1680  $\mu$  の範囲の質量中間粒子サイズを有する。前記のゲル化剤は、加水分解化アクリロニトリルグラフト化デンプン、ポリアクリレート、無水マレイン酸 - ベースのコポリマーおよびそれらのポリマーの組合せから選択される実質的水不溶性のわずかに部分的中和化ポリマーである。

30

## 【 0 0 1 1 】

米国特許第 5,047,023 号は、その吸収体成員の沈着領域が貯蔵帯および貯蔵帯より低い平均密度およびより低い平均基本重量/単位面積を有する獲得帯を包含する。獲得帯は、最も有効且つ効率的に迅速に放出された液体を獲得し得るように、吸収剤成員または吸収剤製品の前面に向けて置かれる。吸収剤成員は、親水性繊維性物質と、吸収能力および吸収剤成員の獲得速度を強化するような粒子サイズ分布を有する吸収性ゲル化物質の離散粒子との混合物を含む。吸収性ゲル化物質の粒子は、約 400 ミクロン ( $\mu$ m) 以上の質量中間粒子サイズを有するよう選択され、好ましくはある最小濃度以下に保持された非常に大きい粒子および非常に小さい粒子を伴う。適合する場合、吸収性ゲル化物質粒子は米国特許第 4,935,022 号にすでに記載されたものである。好ましい吸収性ゲル化物質として記載されているのは、加水分解化アクリロニトリルグラフト化デンプン、アクリル酸グラフト化デンプン、ポリアクリレート、無水マレイン酸コポリマーおよびそれ

40

50

らの組合せである。

【0012】

米国特許第5,061,259号は、使い捨て吸収性製品に用いるのに適した吸収性構造および吸収性ゲル化剤組成物を記載する。吸収性構造は、親水性繊維物質および高分子ゲル化剤の非脆性粒子を包含する。このような構造中に混入されるゲル化剤粒子は、約400～700ミクロン(μm)の範囲の質量中間粒子サイズを有するよう選択され、前記の粒子の約16重量%以下が200ミクロン(μm)未満の粒子サイズを有し、前記の粒子の約16重量%以下が1000ミクロン(μm)より大きい粒子サイズを有する。ゲル化剤粒子は、好ましくは、特定の粒度測定を有するヒドロゲル形成高分子ゲル化剤の非脆性粒子であり、米国特許第5,047,023号および米国特許第4,935,022号に既述の特定量のグラフト化デンプンを包含する。

10

【0013】

それらの利点にもかかわらず、「super slurper」とも呼ばれる前記の合成または半合成超吸収剤は、大きな欠点を示す。

【0014】

ほとんどの合成超吸収剤は生分解性でなく、半合成超吸収剤は、一般に、わずかに生合成性であるに過ぎない。

【0015】

更に、それらの硬度およびそれらの化学的性質のために、合成超吸収剤の粒子および半合成超吸収剤の粒子は、密接身体部分の被刺激性を生じる。

20

【0016】

とりわけ合成超吸収剤の粒子が粘膜と接触する場合に生じる合成または半合成超吸収剤に対するアレルギー反応が一般的に報告されている。

【0017】

更に、半合成および合成超吸収剤は、吸湿性である。水分を吸収するこの傾向は、特に吸収流体の長滞留時間が必要とされる場合の用途に関しては、大きい欠点を示す。

【0018】

最後に、および新しい環境調節に留意する場合には、おむつ等の生分解性衛生製品に対する必要性が漸増している。このような必要性が、過去の長きに亘って、高吸収性を有し、広pH範囲での良好な安定性を有する新規の生分解性低アレルギー性および非吸湿性高分子物質に対する集中的探索を結果として生じた。

30

【0019】

概要

本発明の第一の目的は、液体の吸収のための粒状吸収剤であって、ガラス状多糖の粒子および/またはそれらの内部構造中に少なくとも1つの界面活性剤を吸蔵するガラス状多糖の粒子を包含する粒状吸収剤である。ガラス状多糖は、それらの粒子が特定の粒度を有することを特徴とする。これらの粒状吸収剤は、生分解性、非吸湿性、低アレルギー性で且つ広pH範囲で安定である。

【0020】

本発明の第二の目的は、ガラス状多糖がそれらの内部構造中に少なくとも1つの界面活性剤を吸蔵する本発明の第一の目的の粒子吸収剤の製造方法である。

40

【0021】

本発明の第三の目的は、特定範囲で、本発明の第一の目的の粒状吸収剤、不溶性カルボキシメチルセルロースおよび高粘性カルボキシメチルセルロースを含む、吸収性の、特に生分解性の吸湿性低アレルギー原性吸収性組成物である。

【0022】

本発明の第四の目的は、特定範囲で、本発明の第一の目的の粒状吸収剤、キサンタンガムおよびグアーガムを含む、吸収性の、特に生分解性の低アレルギー性および非吸湿性吸収性組成物である。

【0023】

50

本発明の第五の目的は、少なくとも1つの本発明の第一の目的の粒状吸収剤および/または適切な担体を有する本発明の第三または第四の目的の吸収性組成物の吸収剤組合せである。

【0024】

本発明の第六の目的は、以下の：

- 胸用パッド（看護用パッド）、
- 食品用パッド、
- おむつ（使い捨ておよび非使い捨て幼児用おむつ、トレーニングパンツ）、
- 成人用失禁製品（身体用パッド、ベッドパッド、ブリーフ）、
- 女性用衛生製品（タンポン、生理用ナプキン）、および
- 手術用および外科用パッドまたは包帯

10

により構成されるが、この場合、本発明の第一の目的の粒状吸収剤および/または本発明の第三および/または第四の目的の吸収性組成物が組み入れられている。

【0025】

詳細な説明

本発明の第一の目的は、液体の吸収のための粒状吸収剤であって、ガラス状多糖の粒子、およびそれらの内部構造中に少なくとも1つの界面活性剤を吸蔵するガラス状多糖の粒子から成る群から選択される粒子であって、以下の：

- 620  $\mu\text{m}$ までのサイズを有し、

少なくとも70%のガラス状型構造であり、および

20

- 30～45%が620～420  $\mu\text{m}$ のサイズ、
- 35～55%が420～210  $\mu\text{m}$ のサイズ、
- 5～25%が210  $\mu\text{m}$ までのサイズ

である粒子を包含する粒状吸収剤である。

【0026】

本発明によれば、多糖は、好ましくはアミラーゼ様多糖、例えばアミロースまたはアミロペクチンを、あるいはアミロースおよびアミロペクチンの混合物を基礎にし得る。

【0027】

適切な出発多糖は、ネイティブ非修飾化多糖、好ましくはネイティブ非修飾化デンプン、更に好ましくはグレードAデンプンである。

30

【0028】

グレードAデンプンは好ましくは小麦デンプンであるが、しかしトウモロコシ、オオムギ、ジャガイモ、ライムギ、キャッサバまたはモロコシ、あるいは任意のその他のデンプン源でもあり得る。

【0029】

グレードA小麦デンプンの不可欠な特徴を以下の表Iに示す。

【0030】

【表1】

表1 マーチンの変法およびヒドロサイクロン法により生成された  
A等級デンプンの特徴比較

特徴	マーチン変法	ヒドロサイクロン法
水分 (%)	10.50	11.4
灰分 (乾燥%)	0.31	0.22
総脂質 (乾燥%)	0.41	0.94
可溶性物質 (乾燥%)	0.34	0.1
(乾燥%) 蛋白質	0.22	0.27
PH	5.90	6.5
(乾燥%) 残余物	0.20	0.09
Cediment (乾燥%)	4.70	8
アミログラフィーおよび粘度測定		
ゼラチン化温度 (°C)	88.3	86.0
95°Cでの粘度 (UB)	320	370
温度ピーク (°C)	95	95
粘度ピーク (°C)	340	385
15分後の95°Cでの粘度 (UB)	280	340
50°Cでの粘度 (UB)	720	730
接着試験		
粘度 (S)	53	47
ゲル点 (°C)	65.5	64.5
ムース試験		
15分後 (%)	5.1	0
30分後 (%)	2.0	0
* ブラベンダーユニット		

Les Minoteries Ogilvie Ltd., Montreal, Canadaによる

【0031】

このデンプンは、レンズマメ形態を有し、25～40 μmの範囲のサイズを有する顆粒により主に構成される。

【0032】

適切な出発グレードA小麦デンプンは、製紙、食品、テキスタイルおよび発酵産業に一般的に用いられるものである。更に、それらのネイティブ形態ならびにそれらのガラス状態のグレードA小麦デンプンは、食品産業における成分として一般に用いられる。

【0033】

本発明の粒状吸収剤中に存在する多糖粒子の平均は、好ましくは150～500 μmの範囲であり、更に好ましくは約300 μmであり得る。

【0034】

篩方とも呼ばれる粒状吸収剤中に存在する前記の多糖のサイズの確定のために用いられる方法は、以下のように定義される：

- 米国標準により、30メッシュ、40メッシュ、50メッシュ、60メッシュ、100

メッシュおよび 170 メッシュの 6 つの篩の各々がタール処理され、

- 100 g の試料が第一 (30 メッシュ) 篩上に振り降ろされ、
- 第一篩により保持されなかった試料の分画が第二篩 (40 メッシュ) 中に落とされ、
- このような選択ステップが各篩に関して反復され、
- 各篩が機械的に 20 分間篩われて、その後再びタール処理され、
- 次に各篩上に保持された粒子の割合が 100 g の初期試料に関して算定される。

【0035】

3 年間に亘る 218 ロットの製造に対応する 10 バッチから、標準偏差が算定された。

【0036】

10 標準偏差は、以下の式を用いて算定された：

10

【0037】

【数 1】

$$S = \frac{\sum f(x - \bar{x})^2}{n - 1}$$

【0038】

(式中、f は結果の頻度であり (例えば、16 % の粒子は 250 ~ 420 ミクロン (μm) のサイズを有する)、

x は種類の中央値 (250 ~ 420 ミクロン (μm)、好ましくは約 350 ミクロン (μm)) であり、

x はロットの平均分布であり、n は結果の数である (100 %))。

【0039】

標準偏差は、これら 10 の標準偏差の平均であり、所定範囲は、低標準偏差および最高標準偏差間の範囲である。

【0040】

多糖の粒子の標準偏差は、好ましくは 100 ~ 120 ミクロン (μm) の範囲である。本発明の最も好ましい実施態様によれば、標準偏差は約 110 ミクロン (μm) である。

30

【0041】

ガラス状多糖の内部構造中に吸蔵される界面活性剤は、好ましくは長アルキル線状鎖を有するイオン性界面活性剤である。種々の界面活性剤の混合物は、本発明の意味においても適合される。長線状鎖を有する適切な陰イオン性界面活性剤の例としては、少なくとも 11 の炭素原子を有するアルキルカルボキシレート、陽イオン性アルキルアンモニウム、アルキルスルホネートおよびアルキルホスフェートが挙げられる。好ましくは、長線状鎖は、12 ~ 20 個の炭素原子を有する。特に本発明の意味に適合されるのは、ステアリン酸ナトリウム等の脂肪酸塩により構成される群中で選択される界面活性剤である。

【0042】

ガラス状多糖の水分含量は、13 % までである。

40

【0043】

本発明のガラス状多糖の選定粒子は、ガラス状多糖の粒子のスクリーニングにより得られる。

【0044】

前記のガラス状多糖は、部分的に結晶化され得る。それらは、少なくとも 70 %、更に好ましくは少なくとも 80 %、最良の方式によれば 100 % のガラス状型構造を有する。

【0045】

後者のガラス状多糖吸収剤は、それらの元素組成により更に特性化される。その元素組成を以下に示す：

- 33 ~ 40 重量 % の炭素、

50

- 53 ~ 59 重量%の酸素、
- 6.6 ~ 7.5 重量%の水素、
- 0.15 重量%未満の硫黄、
- 0.6 重量%未満の塩化物、および
- 残余物

(重量%は前記ガラス状デンプンの総重量に対して表される)。

【0046】

残余物とは、窒素、ナトリウム、カルシウムおよびリンイオン、あるいはその他の任意の非同定化合物、非同定物質またはそれらの混合物を意味する。

【0047】

本発明のガラス状多糖は、参照としてKBrを用いて実行した赤外線分光計により測定した場合、前記の多糖の各糖単位に関して3分子まで、好ましくは2分子まで更に好ましくは約1分子の水を含む。

【0048】

本発明のガラス状多糖の好ましいファミリーは、それぞれ以下の：

- $1649 \pm 5 \text{ cm}^{-1}$ 、
- $3446 \pm 5 \text{ cm}^{-1}$ 、および
- $3504 \pm 5 \text{ cm}^{-1}$

の3つの強赤外帯域を有するガラス状多糖により構成され、これらの帯域は、ポリマー構造中の水の存在の特性を示す。

【0049】

このような図は、図1および2に示されている。

【0050】

本発明の粒状吸収剤は、極性液体または生理学的流体に対する強い吸収性を、特に水性流体による強い吸収性を、特に水、水と少なくとも水溶性の溶媒、例えばアルコールまたはケトンとの混合物、尿素および血清で構成される群から選択される流体に対するより強い吸収性を示す。

【0051】

本発明の粒状吸収剤は、極性液体および2 ~ 11の範囲のpHを有する生理学的水性流体に対して特に効率的である。

【0052】

水性溶液のpHが2未満である場合、粒状吸収剤の粒子を構成する高分子構造は加水分解される。

【0053】

水滞留の特性が、方法8の滞留プロトコールにより、2 ~ 11の範囲の異なるpHに関して検査された。15分間の期間中の滞留特性に関しては、変化は認められなかった。2 ~ 11のpHによる安定性検定は、考え得る用途に関する極限検定として低領され得る。

【0054】

適切な水性溶液は、エタノールおよび/またはアセトンを含む水性溶液である。

【0055】

その内部構造中に界面活性剤を含まない本発明のガラス状多糖はゼラチン化により製造され得るが、これは一般に、ネイティブデンプン顆粒の水性混合物を顆粒が分解し、個々のデンプン分子が溶液中に分散する温度に加熱することから成る。次に、それにより得られたゼラチン化デンプンは乾燥され、粉碎される。このようなゼラチン化進行は、中でも特に米国特許第5,360,903号および米国特許第3,706,598号に記載されている(これらの記載内容を、参照することによりここに取り込む)。

【0056】

ガラス状多糖がそれらの内部高分子構造中に張力活性特性を有する物質を吸蔵する本発明の第一の目的の流体用粒状吸収剤は、本発明の第二の目的を構成する以下の方法により製造され得る。

## 【0057】

更に一般的には、それらの内部構造中に少なくとも1つの界面活性剤を吸蔵するガラス状多糖の粒子の製造方法であって、前記の粒子が：

- 620  $\mu$ mまでのサイズを有し、および
- ガラス状型構造の少なくとも70%である

方法であって、以下の：

(1) 温ゼラチン化多糖を生成するよう、水の存在下で、70～97 の範囲の温度で0.5～2.5時間、多糖を加熱し、

(2) ガラス状多糖を生成するよう、ステップ(1)で得られた温ゼラチン化多糖を乾燥し、および

(3) ステップ(2)で得られた乾燥ガラス状多糖を粒子に粉碎して、620  $\mu$ mまでのサイズに粒子をスクリーニングすることにより回収する

ステップを包含し、

- 少なくとも1つの界面活性剤がステップ(1)で付加され、
- 水中の多糖の重量%が3.2～50、好ましくは4.8～16.5重量%の範囲であり、更に好ましくは約9.1重量%であり、および
- 多糖中の界面活性剤の重量%が6～10の範囲であり、好ましくは約8である

ことを包含する。

## 【0058】

ステップ(1)では、多糖は水の存在下で、好ましくは75～95 の範囲の温度で、好ましくは2時間、加熱され得る。

## 【0059】

ステップ(2)では、ゼラチン化多糖は、好ましくは40～50 のおんどで、好ましくは対流炉中で乾燥される。

## 【0060】

ステップ(3)では、ステップ(2)で得られたガラス状多糖は、任意の型の粉碎機で粉碎される。

## 【0061】

本発明の第三の目的は、以下の：

- 77～83重量%の前記の本発明の第一の目的に記載したような液体用粒状吸収剤、
- 15～17重量%の不溶性カルボキシメチルセルロース、および
- 2～6重量%の高粘度カルボキシメチルセルロース

を含む吸収組成物である。

## 【0062】

本発明の意味では、「不溶性」とは、いかなる溶解性も有さないか、または特定条件下で低溶解性を有し、したがって非常に高い粘性を有するカルボキシメチルセルロースを意味する。

## 【0063】

適切な不溶性カルボキシメチルセルロースは、ASTMD-1439にしたがって、0.65～0.9の範囲の、好ましくは約0.78のD.S.を有し、および7000～12000の範囲の、好ましくは約7500 mPasの粘度を有し得る(1%水溶液により、30rpmで、No.4スピンドルを用いて)。

## 【0064】

適切な高粘性カルボキシメチルセルロースは、ASTMD-1439にしたがって、0.8～0.95の範囲の、好ましくは約0.9のD.S.を有し、および1500～2500の範囲の、好ましくは約2000 mPasの粘度を有し得る(25 での1%水溶液により、Brookfield LVFスピンドルNo.3を用いて、30rpmで、)

。

## 【0065】

このような組成物は、生分解性、非吸湿性、低アレルギー原性で、および広pH範囲で安

10

20

30

40

50

定である。

【0066】

本発明の第四の目的は、以下の：

- 79 ~ 92 重量%の前記の本発明の第一の目的に定義したような液体用粒状吸収剤、
- 4 ~ 10 . 5 重量%のキサンタンガム、および
- 4 ~ 10 . 5 重量%のグアーガム

を含む吸収組成物である。

【0067】

このような特定濃度下では、吸収のための共働的作用が達成される。

【0068】

本発明の更に好ましい実施態様によれば、

- キサンタンガムが1%のKClを含有する水中に1%の濃度で1400 ~ 1650 mPa · s (cps)の範囲の粘度を、1%のKClを含有する水中に0.2%の濃度で130 ~ 180 mPa · s (cps)の範囲の粘度を有し、低ピッチプロペラ型攪拌機を用いて800 rpmで攪拌しながら3.0gの生成物および3.0gの塩化カリウムの乾燥配合物を400 mlビーカー中の250 mlの蒸留水に徐々に加え、更に44 mlの蒸留水を加え、ビーカーの壁をすすぎ、および800 rpmで2時間連続攪拌し、この期間の終了時に垂直運動で手で激しく攪拌することにより25 に温度を調整して任意のチキソトロピー作用または層化を排除することにより生成物の1%塩溶液を調製し、第3番スピンドルで60 rpmでLVモデルのブロックフィールド粘度計を用いて直ぐに粘度を測定することにより粘度が測定され、

グアーガムが24時間後に少なくとも3500 mPa · s (cps)の、30分後に2800 mPa · s (cps)の粘度を有する。

【0069】

ある種の種子の胚乳から通常は抽出されるグアーガムは、(1 - 4)結合により一緒に結合されるマンノース単位から成る。これらの単位は、ガラクトース単位が結合される主鎖を形成する。後者の単位は、(1 - 6)型の結合によりマンノースに結合される。2つのマンノースに対して1つのガラクトースが存在する。グアーガムは、冷水中での水和を改良する能力のために粘性溶液に用いられる。

【0070】

酵母菌Xanthomonas campestrisにより糖の好気性発酵中に一般に生成されるキサンタンガムは、マンノース単位との1つのグルコン酸の結合により(1 - 4)で結合される主D - グルコース鎖を有する。DSは0.33である。

【0071】

特に適合されるグアーおよびキサンタンガムは、食品産業に一般に用いられるものである。

【0072】

このような組成物は生分解性であり、良好な非吸湿性および低アレルギー原性を示す。

【0073】

本発明の第五の目的は、予定量の前記の第一の目的に定義したような液体用粒状吸収剤および/または予定量の前記の第三および第四の目的に定義したような担体を含有する吸収性組成物の吸収剤組合せである。

【0074】

担体は、エアレイド、化学結合ティッシュ、不織ウエットレイド、水素錯雑化ファブリック、溶融吹込体および積層構造であり得る。

【0075】

エアレイド担体は、好ましくはエアレイドラテックス、エアレイド熱結合または乾燥レイド(梳毛処理)である。

【0076】

10

20

30

40

50

本発明の第六の目的は、以下の：

- 胸用パッド（看護用パッド）、
- 食品用パッド、
- おむつ（使い捨ておよび非使い捨て幼児用おむつ、トレーニングパンツ）、
- 成人用失禁製品（身体用パッド、ベッドパッド、ブリーフ）、
- 女性用衛生製品（タンポン、生理用ナプキン）、および
- 手術用および外科用パッドまたは包帯

により構成されるが、この場合、本発明の第一の目的の粒状吸収剤および／または本発明の第三および／または第四の目的の吸収性組成物が組み入れられている。

【0077】

本発明の好ましい実施態様によれば、好ましい吸収剤組合せは、おむつ（例えば、生理用ナプキン、乳児用おむつ、成人用失禁用品、栄養吸い取り紙、医療用吸い取り紙）により構成される群から選択される。特に好ましいのは、生分解性おむつである。

【0078】

本発明のおむつの例は、以下の：

- 生理学的流体に透過性である第一外層、
- 本質的に吸収物質から作製される中心マトリックスおよび
- 生理学的流体に、ならびに前記の生理学的流体と両外層間に閉じ込められる中心マトリックス中に存在する吸収物質とにより形成される集塊に不透性である第二外層を包含し、中心マトリックス中の吸収物質が、2～27%、好ましくは3～17%（マトリックス中に存在する吸収物質の総重量に対して重量で）の少なくとも1つの液体用粒状吸収剤および／または本発明の少なくとも1つの吸収剤組成物から成り、前記の中心マトリックス中の吸収物質の残余部分が天然繊維、半合成繊維、合成繊維、木材パルプ、セルロース繊維、綿、ビートモスおよびそれらの混合物により構成される群中で選択されることを特徴とする。

【0079】

本発明の粒状吸収剤および／または吸収性組成物が組み入れられ得る吸収剤パッドの例は、米国特許第6,015,608号（この記載内容を、参照することによりここに取り込む）である。

【0080】

例

予備的レファレンス

以下の方法を用いて、被験試料の性能を評価した：

1．吸収剤の粒度測定：ASTM D2862-92法の変法により、600μm、425μm、300μm、150μm、90μmの、および90μmより小さいサイズの篩を用いて実施した。

【0081】

2．水溶性率：FSC 7930法により測定した。

【0082】

3．水吸収速度：CAN/CGS-183, 2-94、第9.1.2条の変法により測定した。30秒、1分、2分、5分、15分、30分および720分の吸収時間を用いた。

【0083】

4．容積質量：ガラス製メスシリンダー中の吸収剤の見掛けの確定容積を測定することから成る方法で測定した。

【0084】

5．水の存在下での吸収剤の容積の変化：ASTM F716第11.2.1条の変法により、試験用の2mlの固体吸収剤の代わりに、ライソルブ（Lysorb；登録商標）に関しては1gの吸収剤を、その他の吸収剤に関しては0.1～0.2gを用いて測定した。

【0085】

6．吸収剤中の水の量（重量の損失）：105で24時間の乾燥試料により測定した。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 8 6 】

7．吸収剤中の水拡散の能力の評価：A S T M F 7 1 6 第 1 1 . 4 条の変法により、本方法で用いられるガラス製の規定管の代わりにガラス製の 5 0 m l ビュレットを用いた。吸収剤中の液体の浸透の最大深度を書き留めた。

## 【 0 0 8 7 】

8．水保持能力

1 0 0 ~ 2 0 0 m g の吸収剤を、1 5 m l の遠心用の予備計量管中で計量する。1 0 m l の水を加え、すぐに棒で 1 分間攪拌する。

## 【 0 0 8 8 】

混合物を 1 5 分間放置し、次に 2 0 0 0 r p m で 5 分間遠心分離する。上清を捨て、ペー  
スト（ゲルと同様）の形態で保持される吸収剤および水で構成される残渣を計量する。吸  
収剤のグラム数に対する保持水の比 = グラムを確定する。

10

## 【 0 0 8 9 】

9．荷重下での吸収：E D A N E 4 4 2 . 1 . 9 9 により、吸収性回復圧を測定した。

## 【 0 0 9 0 】

1 0 . 自由膨潤能力：E D A N E 4 4 0 . 1 - 9 9 により、測定した。

## 【 0 0 9 1 】

例 1

化学的作用物質を用いなかった以外は米国特許第 5 0 3 6 0 , 9 0 3 号の例 4 に記載され  
た押出法を用いて、添付の図 1 に示した I R 図を有する小麦グレード A デンプンから、ガ  
ラス状デンプンを生成した。その結果生じた生成物は非発泡性完全ゼラチン性で、淡褐黄  
色を有したが、ペレットの形態である。

20

## 【 0 0 9 2 】

冷却させ、2 4 時間硬化させた後にペレットを粉砕して粒子を形成した。冷却硬化ペレ  
ットを次に Raymond Laboratory ハンマーミルで加工処理し、3 0 メッシュ米国標準篩でスク  
リーニングした。篩上に保持された分画を粉砕機に再循環させた。約 2 0 ポンド / 時間で  
ペレットをミルに供給した。

## 【 0 0 9 3 】

それにより得られた粒子の結果的に生じた混合物は、以下の組成を有する：

## 【 0 0 9 4 】

30

## 【表 2】

保持%	米国標準メッシュ
0.5	30
40	40
32	60
12	70
10	100
4	170
1.5	170およびそれ以上

40

## 【 0 0 9 5 】

この混合物は添付の図 2 に報告された I R 図により更に特性化され、本明細書中では以後  
ライソルブ（登録商標）と呼ばれる。

## 【 0 0 9 6 】

ライソルブ（登録商標）は Lysac Technology Inc. の商標である。

## 【 0 0 9 7 】

50

例 2 - その内部構造中に界面活性剤を吸蔵するガラス状デンプン

#### 第一部 - アルキル硫酸ナトリウムの吸蔵

1 部のグレード A デンプンに対して 9 % ( デンプンの重量ベースで算定 ) のアルキル硫酸ナトリウムを加えた 10 部の水との混合物中にガラス状デンプンを調製するために例 1 で用いられたグレード A デンプンを、95 の温度で 90 分間ゼラチン化する。

【 0 0 9 8 】

ゼラチン化終了時に、その温度が約 25 に達するまで混合物を室温で放置し、次に混合物を乾燥する。

【 0 0 9 9 】

この段階で、乾燥前に、ゲルは以下の粘度特徴を示す ( 第 4 番スピンドルを装備したブルックフィールド装置で測定 )。それを以下の表 I I に要約する：

【 0 1 0 0 】

【表 3】

RPM	剪断 (1/sec)	粘度 (Pa. sec)
0.3	0.065	112.721
0.6	0.129	112.725
1.5	0.323	103.033
3	0.647	86.116
6	1.293	60.001
12	2.587	39.838
30	6.467	21.917

表 I I

【 0 1 0 1 】

粘度プロファイルは、添付の図 3 に示されている。

【 0 1 0 2 】

このような行動は、「剪断減粘性」として定量される ( 19.4 Pa の降伏応力を用いる )。これは、ゲルを流動化するには 19.4 Pa の最小応力が必要であることを意味する。

【 0 1 0 3 】

次に、前記の方法 6 により最終湿度 % が約 0 % に達するように、40 ~ 50 の温度で 24 時間、「トレー乾燥型」の乾燥を実行する。乾燥後、乾燥ケーキが残留する。このケーキを粉碎して、吸収剤粒子を得る。

【 0 1 0 4 】

#### 第二部 - ステアリン酸ナトリウムの吸蔵

例 1 に記載したデンプンと 1 部のデンプンに対する 20 部の水との混合物を、6 % ( デンプンの重量ベースで算定 ) のステアリン酸ナトリウムとともに付加する。

【 0 1 0 5 】

後者の混合物を 95 の温度で 20 分間加熱し、それにより得られるゼラチン化デンプンを冷却した後、周囲温度で、約 25 の温度に達するまで乾燥する。

【 0 1 0 6 】

この段階で、ゲルは 15 Pa の降伏応力を有するが、これは剪断減粘性行動型の特徴を示すブルックフィールド L V モデルにより測定下ゲルの粘度は、1 s<sup>-1</sup> で約 24.7 Pa・秒である。

【 0 1 0 7 】

次に、前記の方法 6 により最終湿度 % が約 0 % に達するように、40 ~ 50 の温度で 24 時間、(トレー乾燥型)の乾燥を実行する。

【0108】

乾燥後、乾燥ケーキが残留する。

【0109】

ケーキを、0 ~ 620  $\mu\text{m}$  の範囲の粒子サイズを有し、以下の粒子プロフィールを有する吸収剤粒子に粉碎する。

【0110】

#### 比較例 3

例 1 に記載したガラス状デンプンの試験は、その特性が選定粒度測定によることを示す。微粒子は、強い且つ迅速な吸収を示すが、しかし、圧力下での膨潤中は低効率である。微粒子は塩イオンに対しても感受性である。粒子が粗いほど圧力に対して良好な耐性を示し、塩イオンに対して低感受性である。しかしながら、吸収はより遅く、および低重要性である。

【0111】

粒度測定プロフィールを添付の図 4 に示し、対応する測定値を以下の表 I I I に要約する：

【0112】

【表 4】

%NaCl	吸収度			保持力			AAP
	0	0.2	0.9	0	0.2	0.9	0
平均210ミクロン	8.2	8.8	6.1	9	8.7	7.5	2.9
平均290ミクロン	7.9	8.8	7.5	8.4	8.4	8	4.5

表 I I I

【0113】

E D A N A 442.1-99 法にしたがって、圧力に対する吸収度 (A A P) を測定した。E D A N A とは、欧州使い捨ておよび不織協会 European Disposable and Nonwovens を意味する。

【0114】

前記の方法 8 にしたがって、保持を測定した。

【0115】

E D A N A 440.1-99 法にしたがって、吸収を測定した。

【0116】

#### 比較例 4

以下の吸収特性を比較した：

- アルキルスルホン酸ナトリウム (S A S) を吸蔵する例 2 のパート 1 で得られたガラス状グレード A デンプン、
- ステアリン酸ナトリウム (S S) を吸蔵する例 2 のパート 2 で得られたガラス状デンプン、および
- ゼラチン化中に界面活性剤を加えなかった以外は、例 2 に記載したゼラチン化法にしたがって、例 1 に記載したグレード A デンプン进行处理することにより得られたガラス状グレード A デンプン。

【0117】

保持能力の評価のために用いた方法は、予備参照の前記の方法 8 である。対応する結果を、以下の表 I V に報告する：

【 0 1 1 8 】

【表 5】

吸収剤：ガラス様多糖	蒸留水中のR (g/g) 値
SAS誘導体	21.3
ステアリン酸塩誘導体	60
A等級デンプン	4.6

表IV

10

【 0 1 1 9 】

界面活性剤が吸蔵されていないグレードAガラス状デンプンと比較した場合、吸収どの有意の改良は、SASおよびSS誘導体に関して出現する。

【 0 1 2 0 】

例 5

例1で調製したガラス状デンプンと100%キサンタンガムとの混合物は、コード91の名称で、グアーガムはコードA-200の名称で市販されている。Company Harold T Griffinにより市販されている両ガムを、それらの保持力に関して評価した。この評価の結果を以下の表Vに報告する：

20

【 0 1 2 1 】

【表 6】

三元性混合物の保持力

試験番号	グアーゴム %	キサンタンゴムHT %	ライソルブ® %	総%	保持力 (H <sup>2</sup> O)
T1	0	10	90	100	14
T2	0	20	80	100	26
T3	10	0	90	100	12
T4	20	0	80	100	15
T12	5	15	80	100	27.5
T13	3	10	87	100	16
T14	4	9	87	100	16
T17	5	5	90	100	15
T18	6	6	88	100	20.6
T19	7	7	86	100	25
T0	0	0	100	100	7.8

30

40

表V

【 0 1 2 2 】

結果は、混合物の各構成成分の保持力の和と比較した場合の第三混合物に関して得られた共働作用を示す。

【 0 1 2 3 】

例1のガラス状デンプンが7.8の保持力に達した場合、混合物T18は20.6の保持

50

力を示し、混合物 T 1 9 は 2 5 の保持力を示す。

【 0 1 2 4 】

特性

ガラス状グレード A デンプンの粒子、不溶性カルボキシメチルセルロースおよび高粘性カルボキシメチルセルロースを含む本発明のリスピル (LYSPILL; 登録商標) 2 1 5 組成物を、微生物に及ぼすそれらの毒性に関して、ならびにそれらの生分解性に関して、“Organisation de cooperation et de developpement economique (O C D E)” の 3 1 0 E 法を用いて試験した。

【 0 1 2 5 】

分解に関する実験条件を以下の表 V I に要約する：

【 0 1 2 6 】

【表 7】

参照物質	安息香酸ナトリウム
参照物質の理論的出発濃度	20mg/l
被験製品	ライスピル® TM215serie
接種物	活性化マッド、Valcartier
接種濃度	0.5ml/l
インキュベーション温度	20°C
攪拌	175rpm
炭素分析機	Technicon

表VI

【 0 1 2 7 】

生分解性試験の予備的なものである毒性試験 (O C D E 試験に含まれない) は、試験組成物が活性化泥の試料の微生物を抑制しないことを明示する。

【 0 1 2 8 】

対応する生分解試験は、2 週間後の少なくとも 4 6 % の生分解能力を明示する。

【 0 1 2 9 】

本発明の粒状吸収剤、ならびにカルボキシメチルセルロース (C M C) および / またはキサンタンおよびグアーガムとの特定の混合物は生分解性であり、したがって使い捨て構造中に混入された場合でも、環境に対して危険性はない。これは、生分解性でなく、環境中に蓄積する使い捨て吸収剤構造中に一般に用いられるポリアクリルアミドおよびその他の化学的超吸収剤より優れた決定的利点を構成する。

【 0 1 3 0 】

2 % (本症例においては実際には 1 0 0 %) より多くの症例に刺激を生じないし、アレルギーも生じない本発明の粒状吸収剤、ならびに C M C とのおよび / またはキサンタンおよびグアーガムとの特定の混合物は、消費者製品試験 Consumer Product Testing の結果により確立されているように、低アレルギーと分類され得る。

【 0 1 3 1 】

吸収性身体ケア用製品中に通常存在する化学吸収剤に対して陰性応答を有したのは少数であった。

【 0 1 3 2 】

消費者製品試験 Consumer Product Testing によるアレルギー試験

本試験の目的は、反復皮膚拙著区により、一次または累積刺激および / またはアレルギー性接触感作あるいは累積刺激および / またはアレルギー性接触感作を誘導する被験物質の能力を確定することである。

## 【 0 1 3 3 】

年齢 17 ～ 79 歳の男女 60 名の定性化被験者を、評価のために選定した。58 名の被験者がこの試験を完了した。残りの被験者は、種々の理由のために酸化を中断したが、被験物質の適用に関連した理由はなかった。

## 【 0 1 3 4 】

試験に含まれた判定規準を以下に示す：

- 年齢 16 歳以上の男女被験者、
- 被験物質による皮膚反応と混同され得るいかなる可視的皮膚疾患も存在しない、
- 試験開始前少なくとも 7 日間の局所的または全身性ステロイドおよび / または抗ヒスタミン薬の使用の抑制
- 病歴書の記入完了およびインフォームドコンセント書の理解および署名、
- 指示後の考え得る信頼可能および実行可能性。

10

## 【 0 1 3 5 】

排除判定規準は以下の通りであった：

- 健康でない、
- 試験結果に影響を及ぼし得る医師の看護または薬剤（単数または複数）摂取下にある、
- 女性は妊娠または育児中でない、
- 化粧品またはその他の身体ケア製品に対する副作用の病歴。

## 【 0 1 3 6 】

試験した物質は、例 1 に記載したガラス状デンプンライソルブ（登録商標）単独であった。

20

## 【 0 1 3 7 】

ライソルブ（登録商標）の試験のために、以下の方法を用いた：

肩胛骨間の上背部を処置領域として供した。約 0.2 g の被験物質または接触表面を覆うのに十分な量の被験物質を、TruMed Technologies, Inc, Burnsville, MN 製造の透明接着包帯の 1" × 1" 吸収剤パッド部分に適用した。

## 【 0 1 3 8 】

このパッドを数滴の蒸留水で湿らせて、被験物質の接着を保証した。次にこれを適切な処置部位に適用して、半吸蔵化パッチを形成した。

## 【 0 1 3 9 】

30

導入期

合計 9 回の適用のために、週 3 回パッチを適用した（例えば、月、水、金曜日）。部位に印を付け、パッチ適用の連続性を保証した。指示除去および一次誘導パッチの採点後、参加者にその後の誘導パッチは適用後 24 時間目に家で除去するよう指導した。

## 【 0 1 4 0 】

再適用の直前に、この部位の評価をおこなった。参加者が指定試験日に関して報告できなかった場合、1 日の再試験日が許された。この日を誘導期間に加えた。

## 【 0 1 4 1 】

一次指示誘導パッチ読み取りを除いて、導入期中にすべての試験部位が中等度の（2 - レベル）の反応を示した場合、適用を隣接領域に移した。中等度（2 - レベル）の反応がこの新試験部位で観察された場合には、残りのこの試験期の間は適用を中断した。顕著な（3 - レベル）または重度（4 - レベル）の反応性が認められた場合にも、適用は中断される。

40

## 【 0 1 4 2 】

残りの期間は各火曜日および木曜日除去後の 24 時間、ならびに各土曜日除去後の 48 時間から成った。

## 【 0 1 4 3 】

試験期

最終導入パッチ適用の約 2 週間後、誘導に関して記載したのと同様の手法にしたがって、最初の導入パッチ部位に隣接する新たな試験部位に試験パッチを適用した。パッチを除去

50

し、臨床的 2 4 および 7 2 時間適用後にこの部位を採点した。

【 0 1 4 4 】

#### 評価のキー

0 = 可視的皮膚反応なし

+ = わずかに認知可能なまたは斑点状の紅斑、

1 = 被験部位の大半を覆う軽症紅斑、

2 = 中等度紅斑。軽症水腫の存在も考え得る、

3 = 顕著な紅斑。水腫も可能性あり、

4 = 重症紅斑。水腫、小胞発生、水疱および / または潰瘍の可能性あり。

【 0 1 4 5 】

10

#### 結果

試験を完全に実施した症例すべてにおいて、可視的皮膚反応は検出されなかった。したがって、試験条件下では、被験物質ライソルブ（登録商標）は皮膚刺激またはアレルギー性接触感作の可能性を示さなかった。

【 0 1 4 6 】

#### コンポスタブルおむつ

硝子様多糖およびそれらの内部構造中に少なくとも界面活性剤を吸蔵する硝子様多糖、ならびに後者吸収剤と特定のセルロースまたはガムの特定の組合せから成る群から選択される粒子を含む本発明の粒状吸収剤は、米国特許第 5 , 0 2 6 , 3 6 3 号または米国特許第 5 , 7 4 3 , 8 9 5 号に開示されたもの（ともにRMED International, Inc. 名）（これらの記載内容を、参照することによりここに取り込む）と同様のコンポスタブルおむつの吸収性構成成分として特に適している。

20

【 0 1 4 7 】

米国特許第 5 , 0 2 6 , 3 6 3 号は、薄い、透湿性の生分解性物質で作製された 3 層併合構造を組合せて包含する、フラッシュ可能おむつを特に記載するが、この場合、前記の三層化併合構造の中間層は、薄い、高吸湿性、通気性生分解性物質で作製される。

【 0 1 4 8 】

生分解性粒状吸収剤、ならびに本発明の特定の組合せは、例えばこれも中間層の生分解性構成素子である木材パルプ型物質と組合せて、前記のフラッシュ可能おむつの中間層中に有益に存在し得る。

30

【 0 1 4 9 】

底面が完全にまたは実質的に生分解性と分類されるこのようなフラッシュ可能おむつは、環境目的に特に適合される。

【 0 1 5 0 】

米国特許第 5 , 7 4 3 , 8 9 5 号は、その構造中に本発明の吸収剤がさらなる生分解性構成成分として有益に組み入れられ得る使い捨ておむつを記載する。

【 0 1 5 1 】

本発明の粒状吸収剤は、生分解性、非吸湿性、低アレルギーであり、および考えられる用途に適合可能なほぼ理想的な獲得プロファイルを示す再生可能な天然供給源から得られる。

40

【 0 1 5 2 】

更に、粒状吸収剤、ならびに C M C とのおよび / またはキサンタンおよびグアーガムとの特定の混合物は、それらがその吸収促成のために混入されるマトリックスをすり減らさない。したがって、対応するおむつは、取扱いまたは運搬により分解しない。吸収剤の顆粒により生じるおむつの機械的分解も、製造中に発生しない。

【 0 1 5 3 】

この場合、吸収性構造の産業に通常組み入れられる吸収剤は、超薄型構造中のシート（裏面シート）で観察される（しかしこれに限定されない）穿孔（通常、ピンホールと呼ばれる）の原因にならない。

【 0 1 5 4 】

50

概要：

本発明の粒状吸収剤および吸収性組成物は、以下の定義にしたがって、低アレルゲンと、生分解性と、非吸湿性と、ならびに広pH範囲で安定であると分類される：

- 低アレルゲンとは、前記の消費者製品試験Consumer Product testingのプロトコール# 1.01にしたがって、50名に適用した場合に、以下のようなことを意味する：
- 誰も刺激グレード4を示さない、
- 誰も刺激グレード3を示さない、
- 誰も刺激グレード2を示さない、
- 最大で1名の被験者が刺激グレード1を示す、
- 最大で2名が刺激グレード+を示す、および
- ともかく最大2名が0以外の刺激グレードを示すが、

この場合、

0 = 可視的皮膚反応なし

+ = わずかに認知可能なまたは斑点状の紅斑、

1 = 被験部位の大半を覆う軽症紅斑、

2 = 中等度紅斑。軽症水腫の存在も考え得る、

3 = 顕著な紅斑。水腫も可能性あり、

4 = 重症紅斑。水腫、小胞発生、水疱および/または潰瘍の可能性あり

(これらの定義により、ライソルブ(登録商標)製品は低アレルゲン性である)。

**【0155】**

- 生分解性とは、OCDE 310-E法にしたがって、少なくとも50%の被験粒状吸収剤または被験吸収性組成物が分解されることを意味する(本方法にしたがって試験された215製品は、14日で46%が分解され、したがって生分解性であると分類され得る。同じことがガラス状多糖ライソルブ(登録商標)に当てはまる)。

**【0156】**

- 非吸湿性とは、ライソルブ(登録商標)を用いて実行した以下の例示試験により測定した場合、60分後に湿度の滞留が起こらないことを意味する。密閉試験室中に5時間、1gの吸収剤を含むカップおよび20mlの水を含むカップを置くことにより、吸収剤の水分保持を評価した。試験室の出口に接する湿度間隙は相対的に低く、約6重量%で、この湿度は、60分後に周囲温度で完全に環境中に放出されるため、強く保持されない。

**【0157】**

- 本発明の吸収剤に関して広pH範囲に亘って安定であるとは、2~11の範囲の異なるpHに関して、5分間、方法8にしたがって試験した場合の保持能力の100%安定性を意味する(2という低い、ならびに11という高いpHによるこのような安定性試験は、極限試験として定性化され得る)。

**【0158】**

本発明をその特定の実施態様と結びつけて説明してきたが、概して、本発明の原理にしたがい、および本発明が属する業界で既知のまたは慣例の常習手段になるような、および前記の本質的特徴に適用され得るような、および本発明の範囲内であるような本発明の開示を逸脱しない限り、さらなる修正が可能であると理解されるべきであり、および本出願は、本発明のあらゆる変更、使用または適合を網羅し得るよう意図される。

**【0159】**

図5は、模式的横断面で、その中心部分に本明細書中に記載したような粒状吸収剤を組み入れ得る吸収剤構造の一例を説明する：

- 図5では、種々の素子は以下の参照番号を有する：

(1) 液体に透過性の第一外層を表す。

**【0160】**

(2) 所望により分配され得る空気層を表す。

**【0161】**

( 3 ) 吸収性物質で作製される中心マトリックスを表す。

【 0 1 6 2 】

( 4 ) 所望により分配され得る空気層を表す。

【 0 1 6 3 】

( 5 ) 液体に不透過性である第二外層を表す。

【 0 1 6 4 】

液体 ( 0 ) は第一外層 ( 1 ) を通り抜形質転換、空気層 ( 2 ) を通り抜け、マトリックス ( 3 ) の内側の吸収性物質 ( 6 ) に捕獲される。

【 0 1 6 5 】

外層 ( 5 ) は、マトリックス ( 3 ) 中の吸収物質 ( 6 ) に捕獲されないあらゆる液体を停止させるための防護層を表す。

【 0 1 6 6 】

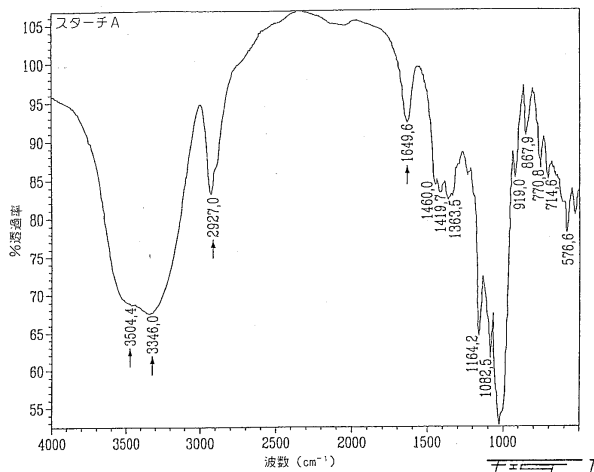
吸収性構造に関連して、粒子は、吸収剤の機能に留意した任意の既知の適切な方法で担体に保持され得る。

【 0 1 6 7 】

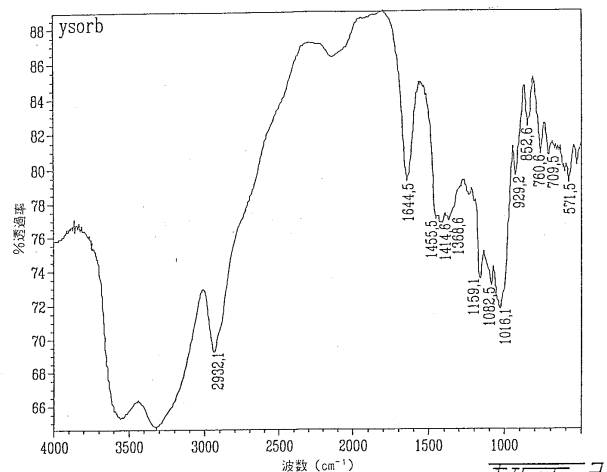
排他的特性または特権を請求する本発明の実施態様を「特許請求の範囲」に定義する：

10

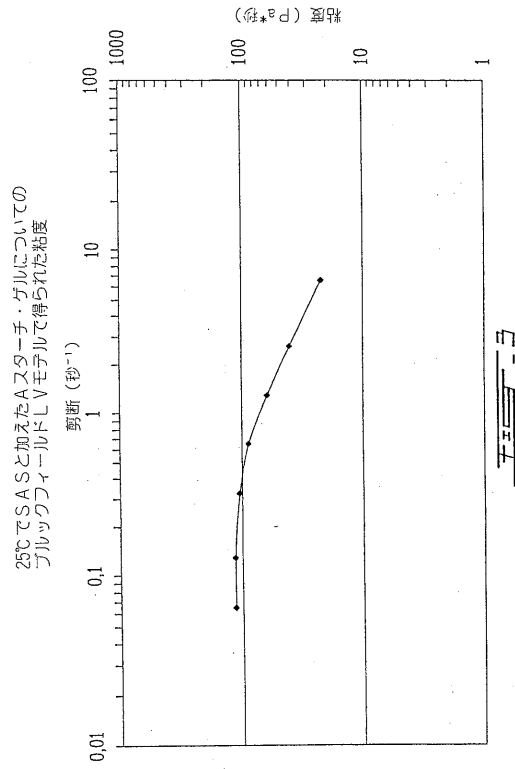
【 図 1 】



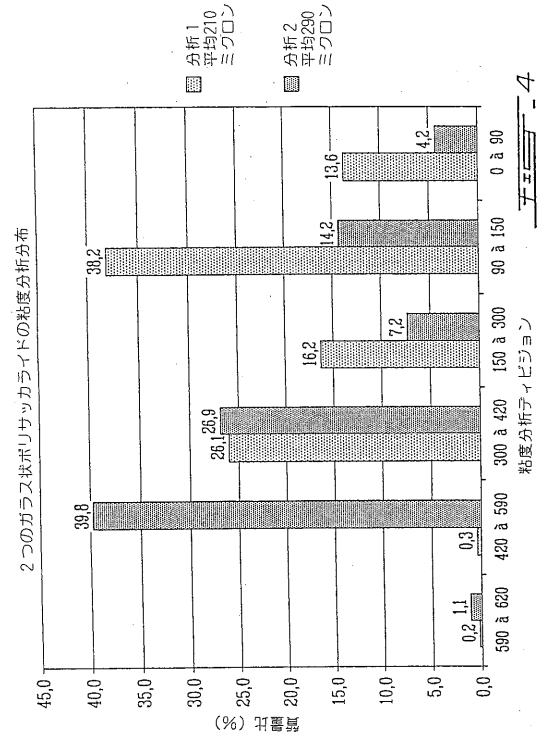
【 図 2 】



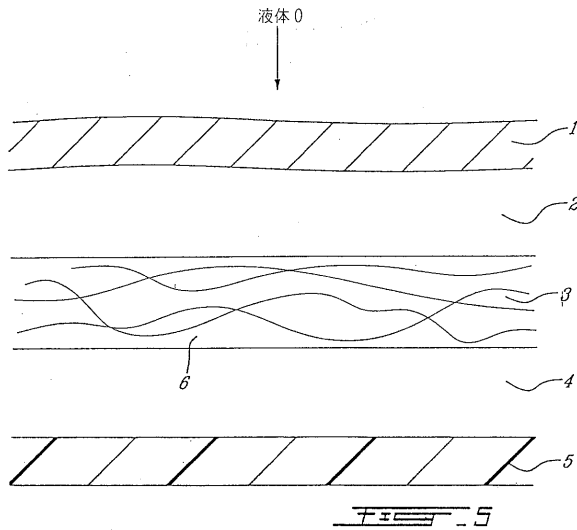
【図 3】



【図 4】



【図 5】



## フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	
A 6 1 L 31/00 (2006.01)		B 0 1 J 20/28	Z
B 0 1 J 20/28 (2006.01)		B 0 1 J 20/30	
B 0 1 J 20/30 (2006.01)		A 6 1 F 5/44	H
A 6 1 F 5/44 (2006.01)			

(72)発明者 ウップ, セルジュ  
 カナダ国, ケベック ジ4ベ 8ア5, ブーシェルビル, ドゥ モンタルビル 1270-19

(72)発明者 マウー, マリー-エリス  
 カナダ国, ケベック ジ4エル 4テ4 ロンギューイユ, カンボー 3724

(72)発明者 シェビニ, ステファーン  
 カナダ国, ケベック ジ3イクス 1エル4, バレンヌ, フェリー-メスナル 121

(72)発明者 キリオン, フランソワ  
 カナダ国, ケベック ジ2エス 8セ2, サン-ヤサントゥ, ラリベール 252

審査官 小川 知宏

(56)参考文献 特開平08-059891(JP, A)  
 特開昭56-005137(JP, A)  
 特開平07-096181(JP, A)  
 特開平02-291292(JP, A)  
 特開平11-028355(JP, A)  
 特開昭58-032641(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B01J 20/24  
 A61F 13/15  
 A61F 13/49  
 A61F 13/53  
 A61L 15/00  
 A61L 31/00  
 B01J 20/28  
 B01J 20/30  
 A61F 5/44