

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6516739号  
(P6516739)

(45) 発行日 令和1年5月22日(2019.5.22)

(24) 登録日 平成31年4月26日(2019.4.26)

(51) Int.Cl.	F 1
CO8F 2/22	(2006.01) CO8F 2/22
CO8F 220/28	(2006.01) CO8F 220/28
CO8F 220/12	(2006.01) CO8F 220/12
CO8F 220/06	(2006.01) CO8F 220/06

請求項の数 20 (全 70 頁)

(21) 出願番号	特願2016-526275 (P2016-526275)
(86) (22) 出願日	平成26年10月29日(2014.10.29)
(65) 公表番号	特表2016-536395 (P2016-536395A)
(43) 公表日	平成28年11月24日(2016.11.24)
(86) 国際出願番号	PCT/US2014/062984
(87) 国際公開番号	W02015/066227
(87) 国際公開日	平成27年5月7日(2015.5.7)
審査請求日	平成29年10月30日(2017.10.30)
(31) 優先権主張番号	61/896,733
(32) 優先日	平成25年10月29日(2013.10.29)
(33) 優先権主張国	米国(US)

(73) 特許権者	397037834 アレジアンス、コーポレイション アメリカ合衆国 60085 イリノイ、 ウォーキーガン、ウォーキーガンロード 1500
(74) 代理人	100083806 弁理士 三好 秀和
(74) 代理人	100095500 弁理士 伊藤 正和
(74) 代理人	100111235 弁理士 原 裕子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】親水性／疎水性ポリマー水性エマルジョン並びにそれらに関連する製品及び方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

コポリマーエマルジョンの調製のための方法であって、前記方法が、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードを同時に混合することによりエマルジョンを生成するステップを含み、ここで、モノマーフィードは、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に対して、少なくとも 50 重量 % の水溶性モノマーを含み、プレエマルジョンフィードは、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に対して、少なくとも 10 重量 % の水不溶性モノマーを含み、

前記水不溶性モノマーが、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸ブチル、アクリル酸プロピル、アクリル酸 2 - エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸 2 - エチルヘキシル、メタクリル酸トリフルオロエチル、アクリル酸イソオクチル、アクリル酸イソデシル、又はメタクリル酸ジメチルアミノエチルを含む、

方法。

## 【請求項 2】

前記水溶性モノマーが、全モノマー重量の 50 % から 97 % を占める、請求項 1 に記載の方法。

## 【請求項 3】

前記水溶性モノマーが、全モノマー重量の少なくとも 60 % を占める、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 4】**

前記水溶性モノマーが、全モノマー重量の少なくとも 75 % を占める、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 5】**

前記水不溶性モノマーが、全モノマー重量の少なくとも 15 % を占める、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 6】**

前記水不溶性モノマーが、全モノマー重量の少なくとも 25 % を占める、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 7】**

前記水溶性モノマーが、メタクリル酸 2 - ヒドロキシエチル及びアクリル酸 4 - ヒドロキシブチルからなる群から選択される、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。 10

**【請求項 8】**

前記水不溶性モノマーが、アクリル酸 2 - エチルヘキシル及びメタクリル酸メチルを含む、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

**【請求項 9】**

モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードから構成されるモノマー混合物が、 5  
0 から 60 の間の温度に保たれる、請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

**【請求項 10】**

モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードから構成されるモノマー混合物が、 6  
.0 以上の pH に保たれる、請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載の方法。 20

**【請求項 11】**

前記モノマーフィードが脱イオン水をさらに含み、プレエマルジョンフィードが、脱イオン水、界面活性剤、及び安定化剤をさらに含む、請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 項に記載の方法。

**【請求項 12】**

前記界面活性剤が、ラウリルエーテル硫酸ナトリウムであり、安定化剤がポリビニアルコールである、請求項 11 に記載の方法。

**【請求項 13】**

前記モノマーフィードの前記水溶性モノマーがメタクリル酸 2 - ヒドロキシエチルを含む、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。 30

**【請求項 14】**

前記プレエマルジョンフィードの水不溶性モノマーがアクリル酸 2 - エチルヘキシルを含む、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

**【請求項 15】**

前記プレエマルジョンフィードが、アクリル酸 2 - エチルヘキシル及びメタクリル酸を含む、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

**【請求項 16】**

メタクリル酸が、前記方法において用いられるモノマーの全重量の 3 % である、請求項 15 に記載の方法。 40

**【請求項 17】**

安定化剤、界面活性剤、開始剤、及び脱イオン水を含む初期投入物を、反応器に導入し、攪拌するステップと、

反応器内容物を、 55 の温度、及び 6.0 を超える pH に保つステップと、

全モノマー重量に対して 6 重量% のモノマーフィード及び全モノマー重量に対して 6 重量% のプレエマルジョンフィードを、反応器に導入し、反応器における前記温度及び pH を 10 分間保つステップと、

活性剤フィードの内容物がモノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの枯渇と同時に又はその後で枯渇するような速度で、活性剤フィードを反応器に導入するステップであって、活性剤フィードは脱イオン水及びヒドロキシメタンスルフィン酸ナトリウムを含 50

む、ステップと、

モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードを、4.5時間にわたって、一定の速度で反応器に導入するステップと、

モノマーフィード、プレエマルジョンフィード、及び活性剤フィードが反応器に完全に導入された後、第2開始剤を含むフィードを反応器に導入し、反応器における前記温度及びpHを1時間保って、重合を完了させるステップ

とをさらに含む、請求項1～16のいずれか1項に記載の方法。

#### 【請求項18】

前記プレエマルジョンフィードが、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸及びメタクリル酸メチルを含む、請求項17に記載の方法。 10

#### 【請求項19】

コポリマー-エマルジョンの調製のための方法であって、

モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードを同時に混合することによりエマルジョンを生成するステップを含み、ここで、モノマーフィードは、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に対して、75重量%の水溶性モノマーを含み、プレエマルジョンフィードは、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に対して、少なくとも3重量%の水不溶性モノマーを含み、

プレエマルジョンフィードは、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸、及びメタクリル酸メチルを含む、方法。

#### 【請求項20】

プレエマルジョンフィードが、9重量%から19重量%の間のアクリル酸2-エチルヘキシル、1.5重量%から6重量%の間のメタクリル酸、及び3重量%から12重量%の間のメタクリル酸メチルを含み、ここで、前記パーセンテージが、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に対するものである、請求項19に記載の方法。 20

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【技術分野】

##### 【0001】

(関連出願の相互参照)

本出願は、2013年10月29日に出願された米国特許仮出願第61/896,733号の利益を主張し、この仮出願は、その全体が参考として本明細書に組み込まれる。 30

##### 【0002】

物品をコーティングするために使用され、ポリマー-エマルジョンから製造されるコーティング配合物、並びにこのような物品の製造及びコーティングのための方法。

##### 【背景技術】

##### 【0003】

医療用物品、例えば手袋及び他のエラストマー物品は、それらの使用中、しばしば液体及び流体と接触する。このような物品は、使用者の皮膚と外部環境との間のバリアをなす。医療用手袋、例えば検査用手袋及び手術用手袋は、医療現場で使用される物品の例であり、それらは、伝染性疾患の広がりを最小限に抑えるのに重要な役割を果たす。このような物品は、医療専門家によって頻繁に用いられる。したがって、手袋のような医療用物品が、使用者に適切なレベルの快適さを与えるながら、有効なバリアとなることは重要である。特に、コーティングされた物品は、理想的には、滑らかで、非粘着性(non-tacky)であり、それらは、好ましくは、フレーキング剥がれがないコーティングを有する。このような物品、及びこのような物品の製造方法が、当技術分野において求められている。 40

##### 【0004】

コーティングは、例えば、ゴム手袋の望ましい特徴を高めるために、製品に用いられている。米国特許第4,548,844号、米国特許第4,575,476号、米国特許第6,242,042号、米国特許第6,706,313号、米国特許第7,179,4150

5号、米国特許第6,772,443号、米国特許第7,032,251号、米国特許第6,706,836号、米国特許第6,743,880号、米国特許第7,019,067号、米国特許第6,653,427号、米国特許第6,828,399号、米国特許第6,284,856号、及び米国特許第5,993,923号に開示されているもののような、先行するコーティングが開発されており、これらの特許の各々は、本明細書に完全に記載されているかのごとくに、その全体が組み込まれる。本明細書に引用されている全ての参考文献は、それらの全体が参照によって組み込まれる。

#### 【発明の概要】

##### 【0005】

コポリマーエマルジョンの新規で有用な調製物が提供される。一実施形態において、少なくとも1種の水溶性モノマー及び少なくとも1種の水不溶性モノマーを混合して重合することによる、コポリマーエマルジョンを生成するための方法が提供され、ここで、この方法において使用されるモノマーは、全モノマー重量に対して、少なくとも50重量%の水溶性モノマー及び少なくとも10重量%の水不溶性モノマーを含む。10

##### 【0006】

別の実施形態において、エマルジョンを生成するために、モノマーフィードとプレエマルジョンフィードを同時に混合することを含む、コポリマーエマルジョンの調製のための方法が提供され、ここで、モノマーフィードは、モノマーフィードとプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に対して、少なくとも50重量%の水溶性モノマーを含み、プレエマルジョンフィードは、モノマーフィードとプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に対して、少なくとも10重量%の水不溶性モノマーを含む。20

##### 【0007】

さらに別の実施形態において、モノマー混合物を生成するために、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードを同時に混合することによる、コポリマーエマルジョンの調製のための方法が提供され、ここで、モノマーフィードは、少なくとも50重量%の水溶性モノマーを含み、プレエマルジョンフィードは、少なくとも10重量%の水不溶性モノマーを含み、これらのパーセンテージはモノマーフィードとプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に基づく。前記方法は、安定化剤、界面活性剤、開始剤、及び脱イオン水を含む初期投入物を反応器に導入し、攪拌すること、並びに反応器内容物を、約55°、及び約6.0を超えるpHに保つことをさらに必要とする。方法は、また、約6%のモノマーフィード及び約6%のプレエマルジョンフィードを反応器導入すること、並びに、前記温度及びpHを約10分間保つこと、その後、活性剤フィードを反応器に導入することも含む。活性剤フィードは、脱イオン水及びヒドロキシメタンスルフィン酸ナトリウムを含むが、活性剤フィードの内容物が、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの枯渇と同時に又はその後で枯渇するような速度で導入される。残りのモノマーフィード及びプレエマルジョンフィードは、約4.5時間にわたって、残りの内容物を完全にフィードするように、一定の速度で反応器に導入される。次いで、モノマーフィード、プレエマルジョンフィード、及び活性剤フィードが、反応器に完全に導入された後、第2開始剤を含むポストフィードが、反応器に導入され、重合を完了させるために前記温度及びpHが約1時間保たれる。3040

##### 【0008】

さらに別の実施形態において、少なくとも1種の水溶性モノマー及び少なくとも1種の水不溶性モノマーを含むコーティングを備えた物品、及びコーティングの製造方法が提供される。このような物品の製造方法もまた提供される。

#### 【図面の簡単な説明】

##### 【0009】

添付の図面は、本明細書に組み込まれ、その一部を構成するが、説明と一緒にになって、1つ又は複数の実施形態を例示し、コポリマーエマルジョンの原理、並びに製造及び使用の関連する方法を説明するのに役立つ。

##### 【0010】

50

実施可能にする十分な開示が、当業者に向けられたその最善の形態を含めて、明細書において記載され、それは添付の図面を参照する。

【0011】

【図1A】図1Aは、架橋剤なしで比較の水溶性コーティングによりコーティングされた手術用手袋の、500倍での走査電子顕微鏡写真である。

【0012】

【図1B】図1Bは、図1Aの手袋の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。

【0013】

【図2A】図2Aは、架橋剤を用いて塗布された、比較の水溶性コーティングによりコーティングされた第2の手術用手袋の、500倍での走査電子顕微鏡写真である。 10

【0014】

【図2B】図2Bは、図2Aの手袋の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。

【0015】

【図3A】図3Aは、架橋剤を用いて塗布された、本明細書に開示されているエマルジョンコーティングの一実施形態によりコーティングされた手術用手袋の、500倍での走査電子顕微鏡写真である。

【0016】

【図3B】図3Bは、図3Aの手袋の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。

【0017】

【図4A】図4Aは、架橋剤を用いて塗布された、比較の溶剤系コーティングによりコーティングされた手術用手袋の、200倍での走査電子顕微鏡写真である。 20

【0018】

【図4B】図4Bは、図4Aの手袋の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。

【0019】

【図5】図5は、架橋剤を用いて塗布された、比較の溶剤系コーティングによりコーティングされた第2の手術用手袋の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。

【0020】

【図6】図6は、架橋剤を用いて塗布された、本明細書に開示されているエマルジョンコーティングの第2の実施形態によりコーティングされた第2の手術用手袋の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。 30

【0021】

【図7】図7は、架橋剤を用いて塗布された、本明細書に開示されているエマルジョンコーティングによりコーティングされた第3の手術用手袋の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。

【0022】

【図8A】図8Aは、酸プライミングを用いず、架橋剤を用いて塗布された、本明細書に開示されているエマルジョンコーティングの別の実施形態によりコーティングされた第4の手術用手袋の患者側（すなわち、着けられた時の手袋の外側）の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。

【0023】

【図8B】図8Bは、酸プライミングを用い、架橋剤を用いて塗布された、本明細書に開示されているエマルジョンコーティングの別の実施形態によりコーティングされた第5の手術用手袋の患者側の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。 40

【0024】

【図9A】図9Aは、図8Aの手袋の接触角データのグラフである。

【0025】

【図9B】図9Bは、図8Bの手袋の接触角データのグラフである。

【0026】

【図10A】図10Aは、手袋裏返し工程を用い、高塩素を用いた、図8Bの手袋の着用側（すなわち、着けられた時に使用者の皮膚に接触するであろう側）の、1000倍での 50

走査電子顕微鏡写真である。

【0027】

【図10B】図10Bは、手袋裏返し工程を用い、高塩素を用いた、図8Aの手袋の着用側の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。

【0028】

【図11A】図11Aは、図10Aの手袋の接触角データのグラフである。

【0029】

【図11B】図11Bは、図10Bの手袋の接触角データのグラフである。

【0030】

【図12A】図12Aは、酸プライミングを用いず、架橋剤を用いて塗布された、本明細書に開示されているエマルジョンコーティングの別の実施形態によりコーティングされた第6の手袋の患者側の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。 10

【0031】

【図12B】図12Bは、酸プライミングを用い、架橋剤を用いて塗布された、本明細書に開示されているエマルジョンコーティングによりコーティングされた第7の手袋の患者側の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。

【0032】

【図12C】図12Cは、酸プライミングを用いずにコーティングされた、図12Aの手袋の着用側の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。

【0033】

【図13A】図13Aは、酸プライミングを用いず、架橋剤を用いて塗布された、本明細書に開示されているエマルジョンコーティングによりコーティングされた第8の手袋の患者側の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。 20

【0034】

【図13B】図13Bは、酸プライミングを用いず、架橋剤を用いて塗布された、本明細書に開示されているエマルジョンコーティングによりコーティングされた、図13Aの手袋の患者側の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。

【0035】

【図14】図14は、酸プライミングを用いず、架橋剤を用いて塗布された、比較の溶剤系コーティングによりコーティングされた手袋の患者側の、1000倍での走査電子顕微鏡写真である。 30

【0036】

【図15A】図15Aは、架橋剤を用いて塗布された、本明細書に開示されているエマルジョンコーティングによりコーティングされたフィルムの患者側の走査電子顕微鏡写真である。

【0037】

【図15B】図15Bは、架橋剤を用いて塗布された、本明細書に開示されているエマルジョンコーティングによりコーティングされたフィルムの患者側の走査電子顕微鏡写真である。

【0038】

【図15C】図15Cは、架橋剤を用いずに塗布された、比較の溶剤系コーティングによりコーティングされたフィルムの患者側の走査電子顕微鏡写真である。 40

【0039】

本明細書及び図面における参照記号の繰返し使用は、同じ若しくは類似の特徴又は要素を示そうとするものである。

【発明を実施するための形態】

【0040】

(詳細な説明)

ここで、現時点でおましい実施形態が詳細に参照され、それらの1つ又は複数の例は、添付の図面に例示されている。各例は、コポリマーエマルジョン並びに製造及び使用の方 50

法の説明として記載されており、それらの限定ではない。実際に、変更及び変形形態が、それらの範囲又は精神から逸脱することなくなされ得ることは、当業者には明らかであろう。例えば、一実施形態の一部として例示又は記載されている特徴は、別の実施形態で用いられて、さらなる実施形態を生じ得る。こうして、本明細書における開示は、このような変更及び変形形態を、添付の特許請求の範囲及びそれらの等価物の範囲内に入るとして包含するものとする。

#### 【0041】

本明細書において記載されるポリマーエマルジョンは、モノマー混合物の反応生成物であるアクリルエマルジョンコポリマーである。本明細書で用いられる場合、用語「モノマー」は、所望のコポリマーを構築するのに使用されるモノマー及びオリゴマーを包含する、広い意味を与えられるものとする。前記ポリマーエマルジョンは、少なくとも1種の親水性水溶性モノマーを少なくとも1種の疎水性水不溶性モノマーと一緒に共重合することによって調製される。本明細書で用いられる場合、モノマーのパーセンテージは、全(可溶性及び不溶性)モノマー重量の重量パーセントに基づいている。10

#### 【0042】

エマルジョンは、水溶性モノマー混合物(これは「モノマーフィード」と呼ばれる)と、水不溶性モノマー混合物(これは、「ブレエマルジョンフィード」と呼ばれる)を共重合することによって調製され得る。本明細書において詳細に記載されるように、これらのフィードは、任意選択で界面活性剤及び安定化剤のような他の成分と共に、ポリマーエマルジョンを生じるために、混合され得る。20

#### 【0043】

エマルジョンを生成するために使用されるモノマーフィードは、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸4-ヒドロキシブチル、アクリル酸2-ヒドロキシブチル、又はこれらの混合物を含み得る。これらの特定のモノマーは、水不溶性ポリマーを生成する水溶性モノマーである。メタクリル酸2-ヒドロキシエチルは、Mitsubishi Rayon (Tokyo, Japan) から入手でき、いくつかの実施形態では、メタクリル酸2-ヒドロキシエチルは、約97%以上の純度を有し得る。いくつかの実施形態において、エマルジョンは、少なくとも約40%の水溶性モノマーを含むモノマーを共重合することによって調製され得る。別の実施形態では、エマルジョンは、少なくとも約50%の水溶性モノマーを含むモノマーを共重合することによって調製され得る。いくつかの実施形態では、約50%から約90%(75%を含めて、その中の断続値(intermittent value)の各々が含まれる)の水溶性モノマーが、使用され得る。いくつかの実施形態では、約60%から約80%の水溶性モノマーが、使用され、別の実施形態では、約72%から約80%の水溶性モノマーが使用され得る。さらなる実施形態において、約30%から約90%の水溶性モノマーが使用され得る。特定の例示的実施形態が、下の例に記載される。モノマーフィードは、また、脱イオン水も含み得る。30

#### 【0044】

さらなる実施形態において、モノマーフィードは、第4級アミン(メタ)アクリル酸エステルモノマー、他のヒドロキシ-アルキル(メタ)アクリル酸エステルモノマー、N-ビニルラクタムモノマー、エチレン性不飽和カルボン酸モノマー、及びこれらの混合物を含めて、他の水溶性モノマーを(制限なく)含み得る。いくつかの実施形態において、水溶性ポリマーを生じる付加的な水溶性モノマーが、柔軟性、極性、架橋、溶解性、接着性、又は他の所望の特性を付与するために、モノマーフィードに添加され得る。いくつかの実施形態において、このような水溶性モノマーには、アクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸ヒドロキシプロピル、メタクリル酸ヒドロキシプロピル(これは限られた水溶性を有する)、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、N-ビニルピロリドン、N-ビニルカプロラクタム、1-ビニル-2-ピペリドン、1-ビニル-5-メチル-2-ピロリドン、アクリルアミド、メタクリルアミド、N-イソブトキシメチルアクリルアミドが含まれ得る。平均10個のエチレンオキシド単位を有するエトキシ化(メタ)アクリル酸エステルモノマー、例えばエトキシ化メタクリル酸ヒドロキシエチルは、MA-100A4050

の製品名称で Nippon Nyukazai Co., Ltd. (Chuo-ku, Tokyo) から入手可能である。第4級アミン(メタ)アクリル酸エステル、例えば、アクリル酸ジメチルアミノエチル塩化メチル第4級塩は、Ageflex FA1Q80 MC の製品名称で、CPS Chemical Co. (Old Bridge, N.J.) から入手可能である。例として、これらの他のモノマーは、モノマーフィードに、いくつかの実施形態において、モノマーフィードにおける水溶性モノマーの約25重量%まで存在し得る。いくつかの他の実施形態において、これらの他のモノマーは、全エマルジョン(モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードを含む)の約25重量%までの量で存在し得る。

## 【0045】

10

プレエマルジョンフィードは、少なくとも1種の水不溶性モノマーを含み得る。例として、プレエマルジョンフィードに使用され得る水不溶性モノマーには、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸ブチル、アクリル酸プロピル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸ステアリル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸トリフルオロエチル、アクリル酸イソオクチル、アクリル酸イソデシル、アクリル酸イソボルニル、メタクリル酸ジメチルアミノエチル、スチレン、ビニルエステル(例えば、酢酸ビニル、酪酸ビニル、プロピオン酸ビニル、イソ酪酸ビニル、吉草酸ビニル、及びバーサチック酸ビニル(vinyl versitate))、ジカルボン酸のジエステル(例えば、マレイン酸ジ-2-エチルヘキシル、マレイン酸ジ-オクチル、フマル酸ジ-エチルヘキシル、フマル酸ジ-エチル、及びフマル酸ジ-ブチル)、アクリル酸イソボルニル、アクリル酸シクロヘキシル、並びに類似のモノマーが(制限なく)含まれる。例として、実施形態において使用され得る1つの水不溶性モノマー、すなわち、フタル酸2-メタクリロイルオキシエチル(2-methacryloylxyethyl)は、Acryester PA の製品名称で、Mitsubishi Rayon Co., Ltd. から入手可能である。いくつかの実施形態において、エマルジョンは、少なくとも約10%から約50%の水不溶性モノマーを含むモノマーを共重合することによって調製され得る。別の実施形態において、エマルジョンは、少なくとも約10%から約60%又は約70%の水不溶性モノマーを含むモノマーを共重合することによって調製され得る。

## 【0046】

20

さらに、プレエマルジョンフィードは、2種以上の水不溶性モノマー、例えば、上記不溶性モノマーの混合物を含んでいてもよい。例えば、一実施形態において、アクリル酸2-エチルヘキシルとメタクリル酸メチルの両方が、それぞれ約11%でプレエマルジョンフィードに含まれ得る。別の実施形態では、これらの量は変えられてもよい。

## 【0047】

いくつかの実施形態において、プレエマルジョンフィードは、また、モノマーとしてメタクリル酸を含んでいてもよいが、メタクリル酸は水溶性モノマーである。いくつかの実施形態において、水溶性モノマー、例えば、アクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸ヒドロキシプロピル、メタクリル酸ヒドロキシプロピル(限られた水溶性)、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、N-ビニルピロリドン、N-ビニルカプロラクタム、1-ビニル-2-ペリドン、1-ビニル-5-メチル-2-ピロリドン、アクリルアミド、メタクリルアミド、N-イソブトキシメチルアクリルアミドが、プレエマルジョンフィードに添加され得る。上で示されたように、平均で10個のエチレンオキシド単位を有するエトキシ化(メタ)アクリル酸エステル、例えば、エトキシ化メタクリル酸ヒドロキシエチルが、MA-100A の製品名称で、Nippon Nyukazai Co., Ltd. (Chuo-ku, Tokyo) から入手され得る。さらに、第4級アミン(メタ)アクリル酸エステル、例えば、アクリル酸ジメチルアミノエチル塩化メチル第4級塩が、Ageflex FA1Q80 MC の製品名称で、CPS Chemical Co. (Old Bridge, New Jersey) から入手可能である。

## 【0048】

50

メタクリル酸、又は他の水溶性モノマーの量は、それぞれのエマルジョン及びそれぞれの用途で変わり得るが、例示的な量（全（可溶性及び不溶性）モノマー重量の重量パーセントに基づいて）は、その中の各区間を含めて、約0%から約25%を含み、別の実施形態では、その量は、その中の各区間を含めて、約0%から約15%であり得る。いくつかの実施形態において、この量は、その中の各区間を含めて、約0%から約10%、又は約1%から約10%であり得る。別の実施形態では、この量は、全モノマー重量の約10%であり得る。さらに別の実施形態において、この量は、その中の各断続値を含めて、約1から5%であり得る。

#### 【0049】

プレエマルジョンフィードは、また、内部架橋剤を含んでいてもよく、これは、得られるポリマーのゲル含有量を増加させ得る。いくつかの実施形態において、内部架橋剤は、少なくとも1種の多官能性アクリレートモノマーを含み得る。このような多官能性アクリレートモノマーには、例として、ポリエチレングリコールジアクリレート、ヘキサンジオールジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、及びプロピレングリコールジアクリレートが含まれ得る。内部架橋剤は、プレエマルジョンフィードの約0.1から約1.0重量部で添加され得る。

#### 【0050】

例として、エマルジョンは、モノマーフィードとプレエマルジョンフィードを、反応器において混合することによって調製され得る。いくつかの実施形態において、逐次重合が用いられてもよく、この重合では、第1モノマー混合物が反応器に添加され、少なくとも部分的に反応させられ、次いで、第2モノマー混合物が、ゆっくりと導入され、反応させられ得る。いくつかの実施形態において、逐次重合は、第1モノマーフィードから形成されるコアと次のモノマーフィードから形成されるシェルとを有するポリマーを生じ得る。逐次重合の例及びさらなる開示は、米国特許第6,706,836号（例26及び27を含む）、米国特許第6,465,591号、及び米国特許第6,828,399号、並びに、米国特許出願公開第2003/0144446号に見出すことができ、これらの各々は、本明細書に完全に記載されているかのごとくに、その全体が組み込まれる。

#### 【0051】

別の実施形態において、第1モノマー混合物及び第2モノマー混合物が、反応器に同時に導入され、反応させられる、同時フィードが用いられてもよい。同時フィードを用いるいくつかの実施形態において、第1モノマー混合物の一部及び第2モノマー混合物の一部が、反応器に最初に供給され得る。しかし、このような出発材料が、続いて同時に反応器に導入されるモノマーフィードと同じである場合、得られるポリマーエマルジョンは、コア及びシェルを有するとは考えられず、むしろ、均一な構造を有する。本明細書に記載されている例は、同時フィードを用いる特定の実施形態において用いられ得るパラメータを提供する。前記工程は、2つのモノマー混合物だけを用いて説明されたが、当業者は、追加の混合物及びフィードが、いくつかの実施形態において使用され得ることを容易に理解するであろう。

#### 【0052】

開始剤、例えば、解離性開始剤、レドックス開始剤、又は油溶性開始剤もまた、工程中に添加され得る。例として、このような開始剤には、過硫酸アンモニウム、過硫酸カリウム及び過硫酸ナトリウムのような過硫酸塩、過酸化水素、tert-ブチルヒドロペルオキシド、並びに4,4'-アゾビス(4-シアノ吉草酸)のようなアゾ化合物が（それだけに限らない）含まれ得る。レドックス開始剤には、過硫酸塩と硫酸水素塩、例えば、過硫酸ナトリウムとメタ重亜硫酸ナトリウム、過酸化水素と第1鉄イオン、亜硫酸イオン、亜硫酸水素イオン又はアスコルビン酸、並びに、ヒドロペルオキシドとスルホキシル酸塩、例えば、tert-ブチルヒドロペルオキシドとホルムアルデヒドスルホキシル酸ナトリウムが（それだけに限らない）含まれる。例として、このような油溶性開始剤には、2,2'-アゾビス(イソブチロニトリル)、2,2'-アゾビス(2-メチルブチロニトリル)、過酸化ベンゾイル、及びラウロイルペルオキシドが（それだけに限らない）

10

20

30

40

50

含まれ得る。本明細書における開示に基づいて、本発明に使用されるのに適すると思われる他の開始剤が、当業者に知られている。

#### 【0053】

ポリマーEマルジョンを調製するのに、界面活性剤もまた、本明細書に開示されている方法において利用され得る。いくつかの実施形態において、界面活性剤は、ラウリルエーテル硫酸ナトリウム、例えば、Cognis ( BASF グループの一部) ( Cincinnati, OH ) から入手可能な Disp on i l F E S 77 ( 32 % ) であってよい。界面活性剤は、本明細書における例に示されるように、初期投入混合物中に含めてもよい。いくつかの実施形態において、界面活性剤は、モノマーの重量に対する界面活性剤の乾燥重量に基づいて、約 0 . 5 % から約 5 % の量で添加され得る。別の実施形態において、界面活性剤は、モノマーの重量に対する界面活性剤の乾燥重量に基づいて、約 0 . 1 % から約 10 % の量で添加され得る。さらに別の実施形態において、この界面活性剤の量は、約 0 . 2 % から約 5 % であってよく、別の実施形態では、界面活性剤の量は、約 0 . 5 % から約 2 % であり得る。本明細書における開示に基づいて、本発明に使用されるのに適すると思われる他の界面活性剤が、当業者に知られている。10

#### 【0054】

さらなる例として（制限なく）、本明細書において開示されている実施形態で用いられるのに適切であり得る他の陰イオン界面活性剤には、ジオクチルスルホコハク酸ナトリウム、ラウリル硫酸塩、オクチル硫酸塩、2 - エチルヘキシル硫酸塩、ラウラミンオキシド、デシル硫酸塩、トリデシル硫酸塩、ヤシ油脂肪酸塩、ラウロイルサルコシン塩、ラウリルスルホコハク酸塩、直鎖 C<sub>10</sub>ジフェニルオキシドジスルホン酸塩、ラウリルスルホコハク酸塩、ラウリルエーテル硫酸塩（1 及び 2 モルのエチレンオキシド）、ミリスチル（myristyl）硫酸塩、オレイン酸塩、ステアリン酸塩、トール油酸塩（tallate）、リシノール酸塩、セチル硫酸塩が含まれる。20

#### 【0055】

いくつかの実施形態において、非イオン界面活性剤が、陰イオン界面活性剤と共に使用され得る。例として（制限なく）、本明細書に開示されている実施形態で使用され得る非イオン界面活性剤には、メチルグルセス - 10、ジステアリン酸 PEG - 20 メチルグルコース、セスキステアリン酸 PEG - 20 メチルグルコース、C<sub>11~15</sub>パレス - 20、セテス - 12、ドドキシノール - 12、ラウレス - 15、PEG - 20 ヒマシ油、ポリソルベート 20、ステアレス - 20、ポリオキシエチレン - 10 セチルエーテル、ポリオキシエチレン - 10 ステアリルエーテル、ポリオキシエチレン - 20 セチルエーテル、ポリオキシエチレン - 10 オレイルエーテル、ポリオキシエチレン - 20 オレイルエーテル、エトキシ化ノニルフェノール、エトキシ化オクチルフェノール、エトキシ化ドデシルフェノール、又はエトキシ化脂肪 ( C<sub>6</sub> - C<sub>22</sub> ) アルコール、3 から 20 個のエチレンオキシド部分を含む、ポリオキシエチレン - 20 イソヘキサデシルエーテル、ラウリン酸ポリオキシエチレン - 23 グリセロール、ステアリン酸ポリオキシエチレン - 20 グリセリル、PPG - 10 メチルグルコースエーテル、PPG - 20 メチルグルコースエーテル、ポリオキシエチレン - 20 ソルビタンモノエステル、ポリオキシエチレン - 80 ヒマシ油、ポリオキシエチレン - 15 トリデシルエーテル、ポリオキシエチレン - 6 トリデシルエーテル、ラウレス - 2、ラウレス - 3、ラウレス - 4、PEG - 3 ヒマシ油、ジオレイン酸 PEG 600、ジオレイン酸 PEG 400、オキシエタノール、2,6,8 - トリメチル - 4 - ノニルオキシポリエチレン、オキシエタノール：オクチルフェノキシポリエトキシエタノール、ノニルフェノキシポリエトキシエタノール、及び 2,6,8 - トリメチル - 4 - ノニルオキシポリエチレンアルキレンオキシポリエチレンオキシエタノール (alkyleneoxypropoxyethoxyethanol) が含まれる。30

#### 【0056】

さらに、安定化剤もまた、エマルジョンを生成するための工程において使用され得る。いくつかの実施形態において、適切な安定化剤には、ポリビニルアルコール、例えば、Chang Chun Per to chemic al Co., Ltd. ( Taipei )40

、 Taiwan) による BP - 04 (15%) グレード、又は、 Kuraray America, Inc. (Houston, TX) による Mowiol 4 - 88 が含まれる。いくつかの実施形態において、 Dupont Chemical (Wilmington, Delaware) による Elvanol 51 - 03、及び / 又は、 Sekisui Specialty Chemical Co., Ltd. (Osaka, Japan) による Selvol 203 が、安定化剤として使用され得る。安定化剤は、初期投入混合物及び / 又はプレエマルジョン混合物に含めてよい。いくつかの実施形態において、安定化剤は、モノマーの重量に対する安定化剤の乾燥重量に基づいて、約 1% から約 10% の量で添加され得る。本明細書における開示に基づいて、本発明に使用されるのに適すると思われる他の安定化剤が、当業者に知られている。

10

#### 【0057】

最後に、架橋剤が、エマルジョンの調製において、任意選択で使用され得る。いくつかの実施形態において、架橋剤は、コポリマーの乾燥重量に対する架橋剤の乾燥重量に基づいて、その中の各断続値を含めて、約 0 から約 15% の量でコポリマーに添加され得る。いくつかの実施形態において、架橋剤は、コポリマーの乾燥重量に対して、約 0 から約 10% の量で添加され得る。別の実施形態では、コポリマーの乾燥重量に対して、約 1、2、3、4、5、6、7、8、9 又は 10% である。適切な架橋剤には、ホルムアルデヒド、メラミンホルムアルデヒド、金属塩、アジリジン、イソシアネート、重クロム酸塩、及び類似の架橋剤が（それらだけに限らない）含まれる。さらなる架橋剤には、多官能性アジリジン、ポリアミド - エピクロロヒドリン型樹脂、又はカルボジイミド化合物が含まれ得る。いくつかの実施形態において架橋剤として使用され得る例示的な金属塩には、炭酸ジルコニウムアンモニウム、炭酸亜鉛アンモニウム、酢酸アルミニウム、酢酸カルシウム、酢酸クロム、酢酸亜鉛、酢酸ジルコニウムが（制限なく）含まれる。別の実施形態において、架橋剤は、エマルジョンの調製に使用されない。本明細書において特に断らなければ、架橋剤に関連して用いられるパーセンテージは、コポリマーの乾燥重量に対する架橋剤の乾燥重量を示す。いくつかの実施形態において、架橋剤は、メラミンホルムアルデヒド、又はメラミンホルムアルデヒドを含む混合物を含む。いくつかの実施形態において、架橋剤は、約 1% から約 10%、より好ましくは 2% から 5%、最も好ましくは 3% から 4% のパーセント重量で存在し得る。

20

#### 【0058】

上で示されたように、エマルジョンは、モノマーフィード中の 1 種又は複数の水溶性モノマーと、プレエマルジョンフィード中の 1 種又は複数の不溶性モノマーとを共重合することによって調製され得る。例示的な一実施形態において、調製工程は、製造工程の間に、反応器に、初期投入物（「反応器投入物」とも呼ばれる）触媒フィード、活性剤フィード、及びポストアド (post add) フィードを導入することによってもまた、実施され得る。

30

#### 【0059】

エマルジョンを調製するための例示的な工程は、初期投入物を反応器に導入することによって開始され得る。いくつかの実施形態において、初期投入物は、脱イオン水及び 1 種又は複数の界面活性剤を含み得る。界面活性剤は、共重合されようとするモノマー又はモノマー群の混和性を向上させるように選択され得る。いくつかの実施形態において、ラウリルエーテル硫酸ナトリウムが、初期投入物における界面活性剤として使用され得る。

40

#### 【0060】

初期投入物は、また、安定化剤、例えばポリビニルアルコール、界面活性剤、例えばラウリルエーテル硫酸ナトリウム、開始剤、例えば tert - ブチルヒドロペルオキシド、活性剤、例えばヒドロキシメタンスルフィン酸ナトリウム (Bruggolite E 01 の名称で、 Bruggemann Chemical (Newton Square, Pennsylvania) から入手可能)、及び酸素捕捉剤、例えばエチレンジアミン四酢酸ナトリウム鉄（「NaFeEDTA」）(Supreme Resources, Inc. (Suwanee, Georgia) から入手可能) を含み得る。この初期投

50

入物は反応器に入れられ、攪拌が、適切な速度、例えば80回転／分で開始されて、調製工程が始まり得る。反応器内容物は、また、約50から約60の範囲の温度に加熱され得る。いくつかの実施形態において、反応器内容物は、約53から約55の範囲に加熱され得る。別の実施形態では、反応器内容物は、約55に加熱され得る。

#### 【0061】

反応器の内容物が、所望の温度に加熱された後、モノマーフィードの一部及びプレエマルジョンフィードの一部が、反応器に添加され得る。いくつかの実施形態において、この段階で反応器に添加されるモノマーフィードとプレエマルジョンフィードの比は、約2.5:1から約3.5:1の間であってよく、いくつかの実施形態では、その比は約3:1であり得る。さらに、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの各々の約5~7重量%であるフィードの初期量が、添加され得る。10

#### 【0062】

これらの初期モノマー混合物の反応器への添加の後、活性剤フィードの反応器への添加が開始され得る。活性剤フィードは、ヒドロキシメタンスルфин酸ナトリウム、例えば、Bruggemann Chemical (Newton Square, PA) から入手可能なBruggolite E01を含み得る。いくつかの実施形態において、活性剤フィードは、次に開始されるモノマー及びプレエマルジョンフィードが枯渇した状態になると同時に、又はその後で、内容物が枯渇するように、一定の割合で供給され得る。いくつかの実施形態において、活性剤フィードは、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードが枯渇した後、約30分以内に、例えば、その後20分で、枯渇し得る。20

#### 【0063】

活性剤フィードを開始した後、短時間、例えば10分間、追加の内容物が添加されることなく、反応器内容物の攪拌が継続され得る。次いで、適切な時間の後、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードが、反応器に供給され得る。これらのフィードは、それらの内容物が、予め決められた時間の最後に、反応器に完全に添加されるように、それぞれの添加速度で添加され得る。例えば、いくつかの実施形態において、これらのフィードの内容物は、約4.5時間の経過にわたって、絶えず添加され得る。上で示されたように、活性剤フィードは、また、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードが使い果たされると同時に、使い果たされるような速度で供給される。30

#### 【0064】

モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの内容物が反応器に全て添加された後、反応器は、上で論じられた所望の温度に保たれ得る。反応器環境は、約30分間保たれ、次いで、ポストアドフィードが反応器に添加され得る。ポストアドフィードは、開始剤、例えば、tert-ブチルヒドロペルオキシド、又は殺生物剤、例えば、Thor Specialties, Inc. (Trumbull, CT) から入手可能なActicide GA(これは、塩素化及び非塩素化イソチアゾリノンと2-ブロモ-2-ニトロ-1,3-プロパンジオールとの水性ブレンドである)を含み得る。ポストアドフィードが導入された後、反応環境は約1時間保たれ得る。30

#### 【0065】

範囲を限定しようとするものではなく、例として、1つのエマルジョンの例が、表1に記載された成分を用い、次のステップ(これらは、いくつかの実施形態において、挙げられた順序で行われ得る)を行うことによって、生成され得る。40

1. 初期投入物を反応器に入れ、攪拌を80 RPMに設定する；
2. 反応器内容物を55に加熱し、保つ；
3. モノマー、触媒及び活性剤のフィードを準備する；
4. 存在する反応器内容物が55に達したら、次の内容物：

モノマーフィード：13.7ポンド

プレエマルジョンフィード：4.7ポンド

を反応器に加える；

5. 活性剤フィードを開始する(t = 0)；

50

6 . 10 分後 (  $t = 10$  ) に、プレエマルジョンフィード、モノマーフィード、及び触媒フィードを 270 分間にわたって導入することを始める。

7 . 反応器内容物を 55 に保つ ;

8 . フィードからプレエマルジョンの供給が枯渇した後、槽及びラインをリンス脱イオン水によりフラッシングする ;

9 . 活性剤フィードが完全に添加された後 (  $t = \text{約} 300$  ) 、攪拌しながら環境を 30 分間保つ ; 及び

10 . 前記の 30 分間の後 (  $t = \text{約} 330$  ) 、ポストアドフィードを加え、反応器内容物を 55 で 1 時間保つ (  $t = \text{約} 390$  まで ) 。

【 0066 】

10

【表1】

表1

バッチサイズ			<b>600 lbs</b>
<u>初期投入物</u>	部数	全量に 対する%	バッチ
BP-04 (15%) ポリビニルアルコール	8.12	0.0203	12.2
Disponil FES 77 (32%)	0.08	0.0002	0.12
NaFe EDTA	0.01	0.0000	0.01
t-ブチルヒドロペルオキシド	0.10	0.0002	0.14
DI水	56.16	0.1402	84.1
<u>反応器投入物合計</u>	<b>64.46</b>		<b>96.55</b>
<u>モノマーフィード</u>			
DI水	140.09	0.3497	209.8
メタアクリル酸2-ヒドロキシエチル	75.00	0.1872	112.3
<u>フィード合計</u>	<b>215.09</b>		<b>322.2</b>
<u>プレエマルジョン(初期槽)</u>			
DI水	7.92	0.0198	11.9
Disponil FES 77 (32%)	3.56	0.0089	5.3
ポリビニルアルコール (BP-04 (15%))	8.12	0.0203	12.2
アクリル酸2-エチルヘキシル	11.00	0.0275	16.5
メタクリル酸メチル	11.00	0.0275	16.5
メタクリル酸	3.00	0.0075	4.5
水酸化アンモニウム (19%)	2.25	0.0056	3.37
<u>プレエマルジョン合計</u>	<b>46.84</b>		<b>70.2</b>
<u>触媒フィード</u>			
DI水	16.28	0.0406	24.4
t-ブチルヒドロペルオキシド	0.38	0.0009	0.57
<u>触媒合計</u>	<b>16.66</b>		<b>25.0</b>
<u>活性剤フィード</u>			
DI水	14.05	0.0351	21.0
Bruggolite E01	0.28	0.0007	0.42
<u>活性剤合計</u>	<b>14.32</b>		<b>21.5</b>
<u>ポストアドフィード</u>			
t-ブチルヒドロペルオキシド	0.20	0.0005	0.30
殺生物剤 (Acticide GA)	0.11	0.0003	0.17
DI水	1.98	0.0049	2.97
<u>リンス水</u>			
DI水	4.21	0.0105	6.3
<u>希釀</u>			
DI水	36.69	0.0916	55.0
<u>全量</u>	<b>400.56</b>	<b>1.000</b>	<b>600.0</b>

【0067】

表1の成分を用いる前記手順に基づいて、フィード速度の情報は、次の通り要約することができます。

10

20

30

40

50

【0068】

【表2】

モノマー	速度 1	速度 2
重量 (lbs)	13.7	308.5
時間 (分)		270
速度 (lbs/分)		1.14

プレ エマルジョン	速度 1	速度 2
重量 (lbs)	4.7	65.5
時間 (分)		270
速度 (lbs/分)		0.24

触媒	速度 1
重量 (lbs)	25.0
時間 (分)	270
速度 (lbs/分)	0.09

活性剤	速度 1
重量 (lbs)	21.5
時間 (分)	300
速度 (lbs/ 分)	0.07

10

【0069】

第2の例として、下の表2に記載された成分を用い、次のステップを行うことによってもまた、エマルジョンが調製された：

1. 反応器投入物を反応器に入れること；反応器内容物を攪拌し、55 の浴により 5 20  
3 ~ 55 に加熱すること；
2. 35.2 g のモノマーフィード及び 11.1 g のプレエマルジョンフィードを反応器に添加すること；
3. 活性剤フィード (51.0 g) を、300 分間で枯渇するような速度で、すなわち、0.17 g / 分で開始すること；
4. 系を 10 分間保ち、次いで、モノマーフィード (512.8 g) 及びプレエマルジョンフィード (154.7 g) を、270 分間で枯渇するように、すなわち、それぞれ、1.90 g / 分、及び 0.57 g / 分で、開始すること；
5. 系における反応環境を 30 分間保つこと；
6. 活性剤フィードの内容物が完全に添加された後、ポストアドフィードを添加すること；及び 30
7. 反応環境を約 1 時間保ち、次いで冷却すること。

【0070】

【表3】

表2

反応器投入物	Wt (g)
Mowiol 4-88 (15%)	28.9
Disponyl FES 77(32%)	0.28
NaFe EDTA	0.02
TBHP 70	0.28
DI 水	197.3
反応器投入物合計	226.8
#1 モノマーフィード	
DI 水	279.6
メタクリル酸 2-ヒドロキシエチル	267.0
TBHP 70	1.41
モノマーフィード合計	548.0
#2 プレエマルジョンフィード	
DI 水	28.2
Disponyl FES 77 (32%)	12.7
Mowiol 4/88 (15%)	28.9
NH <sub>3</sub> (30%)	7.0
アクリル酸 2-エチルヘキシル	78.3
メタクリル酸	10.7
エマルジョンフィード合計	165.8
#3 活性剤フィード	
DI 水	50.0
Buggolite E01	0.99
活性剤フィード合計	51.0
ポストアドフィード	
TBHP 70	0.71
Acticide GA	0.40
DI 水	7.05
希釈	
DI 水	425.00
全量	1424.8

10

20

30

40

## 【0071】

前記の説明及び例によって明白に示されるように、50%を超える水溶性モノマー及び少なくとも10%の水不溶性モノマーを含む全モノマー量により調製される水性エマルジョンが提供され得る。いくつかの実施形態において、水溶性モノマーは、その中の各断続値を含めて、工程で使用される全モノマーの約50%から約90%の間を占め得る。別の実施形態において、水溶性モノマーは、全モノマー内容物の約75%を占め得る。さらに、エマルジョンは、約10%以上の水不溶性モノマーを用いて生成され得る。いくつかの実施形態において、1種又は複数の水不溶性モノマーは、その中の各断続値を含めて、工

50

程で使用される全モノマーの約 10 % から約 50 % を占め得る。いくつかの実施形態において、複数の異なる可溶性及び / 又は不溶性モノマーが、モノマー内容物の一部として使用され得る。エマルジョンがコーティングとして用いられる実施形態において、水溶性モノマーは、コーティングにヒドロゲルの特質を付与し得るが、これは、望ましい着用特性を付与し、水不溶性モノマーは、他の望ましい性質及び性能特性をコーティングに持たせ得る。したがって、水溶性及び水不溶性モノマーの比率は、特定の用途に所望の特性を生じるように変えられ得る。

【 0072 】

試験が、水溶性コポリマーコーティング、溶剤系コポリマーコーティング、及びコポリマーエマルジョンコーティングの試料で行われ、ここで、ポリマーエマルジョンは、本明細書に開示されている手順に従って調製された。試料は、示されているモノマー比を用いて調製された。エマルジョン試料は、下で特定されるように、各試料で、成分が変更された以外は、表 2 の成分で、上で記載された手順を用いて調製された。

【 0073 】

【表4】

表3

試料参考番号	ポリマーベース	HEMA/EHA/MAA
1	水	60/30(HBA)/10
2	水	60/30(HBA)/10
3	水	90/0/10
4	水	90/0/10
5	水	97/0/3
6 (90%試料3 - 10%試料2)	水	87/3(HBA)/10
7 (90%試料3 - 10%試料2)	水	87/3(HBA)/10
8	溶剤	68/23/9
9	溶剤	93/5/2
10	溶剤	95/5/0
11	溶剤	75/25/0
12	エマルジョン	75/22/3
13	エマルジョン	75/22/3
14	エマルジョン	75/22/3
15	エマルジョン	75/22(EHMA)/3
16	エマルジョン	75/22(EHMA)/3
17	エマルジョン	75/22(LM)/3
18	エマルジョン	75/22(LM)/3, シリカあり
19	エマルジョン	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/11/11/3)
20	エマルジョン	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/14/8/3)
21	エマルジョン	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/17/6/3)
22	エマルジョン	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/19/3/3)
23	エマルジョン	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75:11.8:11.8:1.5)
24	エマルジョン	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/10.3/10.3/4.5)
25	エマルジョン	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/9.5/9.5/6.0)

## 【0074】

上及び本明細書で用いられる場合、HEMAという用語は、メタクリル酸2-ヒドロキシエチルを表し、EHAはアクリル酸2-エチルヘキシルを表し、HBAはアクリル酸4

- ヒドロキシブチルを表し、M A Aはメタクリル酸を表し、E H M Aはメタクリル酸2-エチルヘキシルを表し、L Mはメタクリル酸ラウリルを表し、またM M Aはメタクリル酸メチルを表す。さらに、上で挙げられた架橋剤は、2%のX C 1 1 3（これは多官能性アジリジンである、Shanghai Zealchen Co. Ltd. (Shanghai, China) から入手可能）、0.5%のTyzor AA（これはチタニウムアセチルアセトネートである、DuPont (Wilmington, Delaware) から入手可能）、2%のPoly cup 172（これは水溶性ポリアミド-エピクロロヒドリン型樹脂である、Ashland (Columbus, OH) から入手可能）、及び2%のCarbodilite E-02（これはカルボジイミド(carbodiimide)化合物である、Nissinbo Chemical Inc. (Chiba, Japan) から入手可能）である。架橋剤の量は、コポリマーの乾燥重量に対する架橋剤の乾燥重量に基づく。  
10

## 【0075】

評価された比較試料は、次の一般的手順に従って、下に示されるおおよそのパラメータを用いて調製された。

## 【0076】

## 【表5】

表4

試料1および2		
反応器投入物	グラム 数	手順
DI水	485.0	1. 反応器投入物を入れ、N <sub>2</sub> ページをしながら約74～75℃に加熱する。約15から30分間待つ。
初期開始剤		2. 加熱された反応器投入物に、初期開始剤を添加する。
DI水	15.0	3. 10分後に、モノマーフィードを、3.33g／分で開始する（3時間）。
過硫酸ナトリウム (モノマーに対して1.0%)	3.0	4. モノマーフィードの後、30分間待ち、次いで、クックオフ#1を、0.84g／分で開始する（1時間）。
モノマーフィード		5. クックオフ#1添加後約30分後に、クックオフ#2を、0.84g／分で開始する（1時間）。
メタクリル酸 2-ヒドロキシメチル	180.0	6. 必要に応じて希釈水を加える。
アクリル酸 4-ヒドロキシブチル	90.0	7. クックオフ#2が完全に添加された後、約30分間待ち、次いで、4%に希釈し、冷却を開始し、排出する。
メタクリル酸	30.0	
DI水	285.0	
水酸化アンモニウム	14.0	
クックオフ#1		
DI水	50.0	
過硫酸ナトリウム	0.30	
クックオフ#2		
DI水	50.0	
メタ重亜硫酸ナトリウム	0.30	
全量	1202.6	

## 【0077】

【表6】

表5

試料3および4		
反応器投入物	グラム数	手順
DI水	727.5	1. 反応器投入物を入れ、N <sub>2</sub> ページをしながら約74～75℃に加熱する。約15から30分間待つ。 2. 加熱された反応器投入物に、初期開始剤を添加する。 3. 10分後に、モノマーフィードを、5.27g/分で開始する(3時間)。 4. モノマーフィードの後、30分間待ち、次いで、クックオフ#1を添加する。 5. 1時間後に、クックオフ#2を添加する。 6. 1時間後に、4%に希釈し、冷却を開始し、排出する。
初期開始剤		
DI水	22.5	
過硫酸ナトリウム (モノマーに対して0.5%)	2.25	
モノマーフィード		
メタクリル酸 2-ヒドロキシメチル	405	
メタクリル酸	45.0	
DI水	477.5	
水酸化アンモニウム	21.0	
クックオフ#1		
DI水	50.0	
過硫酸ナトリウム	0.5	
クックオフ#2		
DI水	50.0	
メタ重亜硫酸ナトリウム	0.5	
全量	1801.7	

10

20

30

【0078】

【表7】

表6

試料5		
反応器投入物	グラム 数	手順
DI 水	565.0	
初期開始剤		
DI 水	15.0	1. 反応器投入物を入れ、N <sub>2</sub> ページをしながら約74～75℃に加熱する。約15から30分間待つ。
過硫酸ナトリウム	3.0	2. 加熱された反応器に、初期開始剤を添加する。
モノマーフィード		3. 初期開始剤添加後10分間待ち、次いで、モノマーフィード(592g)を、3.29g/分(3時間)で開始し、N <sub>2</sub> を止める。
2-HEMA (San Esters)	291.0	
メタクリル酸	9.0	
DI 水	283.0	4. モノマーフィード添加後、1時間待ち、次いで、クックオフ#1を添加する。
水酸化アンモニウム(19%)	12.0	
クックオフ #1		5. クックオフ#1添加後、1時間待ち、次いで、クックオフ#2を添加する。
DI 水	10.00	
過硫酸ナトリウム	0.30	6. クックオフ#2添加後1時間で、4%に希釈し、冷却を開始し、排出する。
クックオフ #2		
DI 水	10.00	
メタ重亜硫酸ナトリウム	.30	
Acticide GA	1.40	
全量	1200.0	

【0079】

10

20

30

【表8】

表7

試料8		
モノマー混合物	グラム 数	手順
メタクリル酸 2-ヒドロキシエチル (San Esters)	204.0	1. 反応器投入物を入れ、N <sub>2</sub> ページをしながら74～75℃に加熱する。(試料8では、反応温度は、約70℃から約76℃まで絶えず変化したが、示された74～75℃の範囲内におおむね保たれた。) 約15から30分間待つ。
アクリル酸 2-エチルヘキシル	69.0	2. 加熱された反応器投入物に、初期開始剤を添加する。添加後にN <sub>2</sub> を除く。
メタクリル酸	27.0	3. 「キックオフ」後、10分間待ち、モノマーフィード(599g)を、3.33g/分(3時間)で開始する。試料8では、モノマーフィードは、初期開始剤添加後、約30分で開始された。
エタノール	204.0	4. 必要に応じて、溶剤フィードを開始する:(2時間)=2.28g/分(273g)。試料8では、溶剤フィードは、モノマーフィード開始後、約2.5時間で開始され、約45分間継続され、次いで、約15分後に再度開始された。
酢酸エチル	69.0	5. モノマーフィードの後、約15～30分間待ち、次いで、クックオフフィード(41g)を、0.34g/分で開始する。1時間待ち、次いで、4%に希釈し、冷却を開始し、排出する。
メタノール	27.0	
反応器投入物		
モノマー混合物	150.0	
初期開始剤		
Vazo 64 (0.1% BOM)	0.08	
エタノール	10.00	
モノマーフィード		
モノマー混合物	450.0	
Vazo 64 (0.1% BOM)	0.23	
溶剤 フィード		
エタノール	204	
酢酸エチル	69	
クックオフ フィード		
Vazo 64	1.0	
エタノール	40.00	
最終希釈		本明細書で用いられる場合、「キックオフ」は、反応又は重合が始まった時を示し、反応が急に激しくなり始める時の反応器における反応温度若しくは泡の増加、又は粘度及び捕捉空気の増加により気づかれる。
イソプロピルアルコール	75.70	
全量	1000.0	

注意: Vazo 64 は、2, 2'-アゾビス(2-メチルプロピオニトリル)であり、  
Dupont (Wilmington, Delaware)から入手可能である。

【0080】

10

20

30

40

【表9】

表 8

試料9		
モノマー混合物	グラム 数	手順
メタクリル酸 2-ヒドロキシエチル (San Esters)	279.0	1. 反応器投入物を入れ、N <sub>2</sub> ページをしながら約74～75℃に加熱する。約15から30分間待つ。 2. 加熱された反応器投入物に、初期開始剤を添加する。
アクリル酸 2-エチルヘキシル	15.0	
メタクリル酸	6.0	
メタノール	231.0	
酢酸エチル	69.0	
反応器投入物		
モノマー混合物	150.0	
初期開始剤		
Vazo 64 (0.1% BOM)	0.08	
酢酸エチル	10.0	
モノマーフィード		
モノマー混合物	450.0	
Vazo 64 (0.1% BOM)	0.23	
溶剤 フィード		
エタノール	204	
酢酸エチル	69	
クックオフ フィード		
Vazo 64	1.0	5. モノマーフィードの後、30分間待ち（試料9では、待ち時間は約1時間であった）、次いで、クックオフフィード（41g）を、0.34g/分（2時間）で開始する。クックオフフィード添加後1時間（試料9では、約30分間）待ち、次いで、4%に希釈し、冷却を開始し、排出する。
酢酸エチル	20.0	
エタノール	20.0	
最終希釈		
イソプロピルアルコール	75.70	
エタノール	200.0	
全量	1200	

10

20

30

40

【0081】

【表 10】

表 9

試料 10		
モノマー混合物	グラム数	手順
メタクリル酸 2-ヒドロキシエチル	285.0	1. 反応器投入物を入れ、N <sub>2</sub> ページをしながら68～70℃に加熱する。約15から30分間待つ。 2. 加熱された反応器投入物に、初期開始剤を添加する。 3. クックオフ後、10分間待ち、次いで、モノマーフィード(713.2g)を(N <sub>2</sub> あり)、3.96g/分(3時間)で開始する。 4. モノマーフィード添加後、30分間待ち、次いで、クックオフフィード(41g)を、0.34g/分(2時間)で開始する。 5. クックオフフィード添加後、1時間状態を保ち、次いで、4%に希釈し、冷却を開始し、排出する。
アクリル酸 2-エチルヘキシル EHA	15.0	
メタノール	240.0	
エタノール	270.0	
酢酸エチル	140.0	
反応器投入物		
モノマー混合物 (モノマー75g)	240.0	
初期開始剤		
Vazo 64 (0.1% BOM)	0.08	
酢酸エチル	10.00	
モノマーフィード		20
モノマー混合物	710.0	
Vazo 64 (0.1% BOM)	0.22	
クックオフ フィード		
Vazo 64	1.0	
酢酸エチル	20.0	30
エタノール	20.0	
全量	1001.3	

【0082】

【表 11】

表 10

試料 11		
モノマー混合物	グラム 数	手順
メタクリル酸 2-ヒドロキシエチル	225.0	1. 反応器投入物を入れ、N <sub>2</sub> ページをしながら 68～70℃に加熱する。約15から30分間 待つ。 10
アクリル酸 2-エチルヘキシル	75.0	2. 加熱された反応器投入物に、初期開始剤を 添加する。
メタノール	240.0	3. キックオフ後、10分間待ち、次いで、モノ マーフィード(713.2g)を(N <sub>2</sub> あ り)、3.96g/分(3時間)で開始する。
エタノール	270.0	
酢酸エチル	140.0	4. モノマーフィード添加後、30分間待ち、 次いで、クックオフフィード(41g)を、 0.34g/分(2時間)で開始する。
反応器投入物		5. 4%に希釈し、冷却を開始し、排出する。 20
モノマー混合物 (モノマー75g)	240.0	
初期開始剤		
Vazo 64 (0.1% BOM)	0.08	
酢酸エチル	10.00	
モノマーフィード		
モノマー混合物	710.0	
Vazo 64 (0.1% BOM)	0.22	
クックオフ フィード		
Vazo 64	1.0	
酢酸エチル	20.0	
エタノール	20.0	
全量	1001.3	

【0083】

【表 12】

表 11

試料 12, 13, および 14		
反応器投入物	グラム 数	手順
Mowiol 4/88 (15%)	28.9	1. 反応器投入物を入れ、55℃の浴を用い、53～55℃に加熱する。約15から30分間待つ。  2. 35.2gのモノマーフィード及び11.1gのプレエマルジョンを添加する。約15から30分間待つ。  3. 活性剤フィード(51.0g)を開始する。0.17g/分(300分間)。  4. 15分後に、モノマーフィード及びプレエマルジョンを開始する。モノマーフィード(512.89g)は、1.90g/分(270分間)で、プレエマルジョン(154.7g)は、0.57g/分(270分間)。
Disponyl FES 77(32%)	0.28	
NaFe EDTA	0.02	
TBHP 70	0.28	
DI 水	197.3	
モノマーフィード		
DI 水	279.6	
HEMA	267.0	
TBHP 70	1.41	
プレエマルジョン		
DI 水	28.2	5. 活性剤フィード添加後、30分間待ち、次いで、ポストアドを添加する。次に、4%に希釈し、冷却を開始し、排出する。
Disponyl FES 77 (32%)	12.7	
Mowiol 4/88 (15%)	28.9	
NH <sub>3</sub> (30%)	7.0	
アクリル酸エチルヘキシル	78.3	
メタクリル酸	10.7	
活性剤 フィード		
DI 水	50.0	
Buggolite E01	0.99	
ポストアド		
TBHP 70	0.71	30
Acticide GA	2 滴	
DI 水	7.05	
DI 水	425	
全量	1425	

【0084】

【表13】

表12

試料 15 および 16		
反応器投入物	グラム 数	手順
Mowiol 4/88 (15%)	28.9	1. 反応器投入物を入れ、55℃の浴を用い、53～55℃に加熱する。約15から30分間待つ。  2. 35.2gのモノマーフィード及び11.1gのプレエマルジョンを添加する。  3. 活性剤フィード(51.0g)を0.17g/分(300分間)で開始する。  4. 10分後に、モノマーフィード及びプレエマルジョンを開始する。モノマーフィード(792.4g)は、2.93g/分(270分間)で、プレエマルジョン(154.7g)は、0.57g/分(270分間)。モノマーフィード及びプレエマルジョン添加後、10gの脱イオン水を希釀分から添加する。
Disponyl FES 77(32%)	0.28	
NaFe EDTA	0.02	
TBHP 70	0.28	
DI 水	197.3	
モノマーフィード		
DI 水	559.2	
メタクリル酸	267.0	
2-ヒドロキシエチル		
TBHP 70	1.4	
プレエマルジョン		5. 活性剤フィード添加後、30分間待ち、次いで、ポストアドを添加する。ポストアド添加後、1時間待ち、次いで、4%に希釀し、冷却を開始し、排出する。
DI 水	28.2	
Disponyl FES 77 (32%)	12.7	
Mowiol 4/88 (15%)	28.9	
NH <sub>3</sub> (19%)	7.0	
メタクリル酸	78.3	
2-エチルヘキシル		
メタクリル酸	10.7	
活性剤 フィード		30
DI 水	50.0	
Buggolite E01	1.0	
ポストアド		
TBHP 70	0.71	40
Acticide GA	0.40	
DI 水	7.05	
希釀		
DI 水	135.6	
全量	1425.0	

【0085】

【表 14】

表 13

試料 17 および 18		
反応器投入物	グラム 数	手順
Mowiol 4/88 (15%)	28.9	1. 反応器投入物を入れ、55°Cの浴を用い、53~55°Cに加熱する。約15から30分間待つ。 2. 35.2gのモノマーフィード及び11.1gのプレエマルジョンを添加する。 3. 活性剤フィード(51.0g)を0.17g/分(300分間)で開始する。 4. 10分後に、モノマーフィード及びプレエマルジョンを開始する。モノマーフィード(792.4g)は、2.93g/分(270分間)で、プレエマルジョン(154.7g)は、0.57g/分(270分間)。
Disponyl FES 77(32%)	0.28	
NaFe EDTA	0.02	
TBHP 70	0.28	
DI 水	197.3	
モノマーフィード		
DI 水	559.2	
メタクリル酸 2-ヒドロキシエチル	267.0	
TBHP 70	1.41	
プレエマルジョン		
DI 水	28.2	5. 活性剤フィード添加後、30分間待ち、次いで、ポストアドを添加する。ポストアド添加後、1時間待ち、次いで、4%に希釀し、冷却を開始し、排出する。
Disponyl FES 77 (32%)	12.7	
Mowiol 4/88 (15%)	28.9	
NH <sub>3</sub> (19%)	7.0	
メタクリル酸ラウリル(LM)	78.3	
メタクリル酸	10.7	
活性剤 フィード		
DI 水	50.0	
Buggolite E01	0.99	
ポストアド		
TBHP 70	0.71	30
Acticide GA	0.40	
DI 水	7.05	
希釀		
DI 水	135.6	
全量	1425.0	

【0086】

40

## 【表 15】

表 14

試料 19

反応器投入物	グラム 数	手順
Mowiol 4/88 (15%)	28.9	1. 反応器投入物を入れ、55℃の浴を用い、53～55℃に加熱する。約15から30分間待つ。 2. 35.2 g のモノマーフィード及び11.1 g のプレエマルジョンを添加する。 3. 活性剤フィード (51.0 g) を0.17 g／分 (300分間) で開始する。 4. 10分後に、モノマーフィード及びプレエマルジョンを開始する。モノマーフィード (792.4 g) は、2.93 g／分 (270分間) で、プレエマルジョン (154.7 g) は、0.57 g／分 (270分間)。 5. 活性剤フィード添加後、30分間待ち、次いで、ポストアドを添加する。1時間待ち、次いで、4%に希釀し、冷却を開始し、排出する。
Disponyl FES 77(32%)	0.28	
NaFe EDTA	0.02	
TBHP 70	0.28	
DI 水	197.3	
モノマーフィード		
DI 水	559.2	
メタクリル酸 2-ヒドロキシエチル	267.0	
TBHP 70	1.41	
プレエマルジョン		
DI 水	28.2	20
Disponyl FES 77 (32%)	12.7	
Mowiol 4/88 (15%)	28.9	
NH <sub>3</sub> (19%)	7.0	
2-EHA	39.2	
メタクリル酸メチル	39.2	
メタクリル酸	10.7	
活性剤 フィード		
DI 水	50.0	
Buggolite E01	0.99	
ポストアド		30
TBHP 70	0.71	
Acticide GA	0.40	
DI 水	7.05	
リンス水		
DI 水	15.00	
希釀		
DI 水	130.60	
全量	1425.0	

## 【0087】

評価されたエマルジョン試料 20、21 及び 22 は、次の一般手順に従い、下の表 15 に示されたおおよそのパラメータを用いて調製された：

1. 反応器初期投入物を入れ、バッチを 55 に加熱する；
2. 1.1 グラムのプレエマルジョン及び 68.8 グラムのモノマーフィードを反応器に加える；
3. バッチ温度が 55 で平衡に達するようにバッチの状態を保つ；

- 4 . 活性剤フィードを、 0 . 17 g / 分 ( 15 分間 ) で開始する ;
- 5 . モノマーフィードとプレエマルジョンフィードを 270 分間、 共フィードする ;
- 6 . 活性剤フィード後、 30 分間バッチをクックする ;
- 7 . ポストアドを添加し、 さらに 60 分間、 状態を保つ ;
- 8 . バッチを冷まし、 殺生物剤、 リンス及び希釈を加える。

【0088】

【表16】

表 15

	試料 20	試料 21	試料 22
反応器初期投入物	投入物(g)	投入物(g)	投入物(g)
BP-04 (15%)	34.3	34.3	34.3
NaFe EDTA	0.02	0.02	0.02
t-BHP, 70%	0.20	0.20	0.20
DI 水	190.5	190.5	190.5
モノマーフィード			
DI 水	547.0	547.0	547.0
メタクリル酸			
2-ヒドロキシエチル	262.0	262.0	262.0
t-BHP, 70%	0.83	0.83	0.83
プレエマルジョン			
DI 水	21.5	21.5	21.5
Disponil FES 77 (32%)	15.2	15.2	15.2
BP-04 (15%)	34.3	34.3	34.3
アンモニア, 19%	16.0	16.0	16.0
アクリル酸			
2-エチルヘキシル	48.1	57.8	67.4
メタクリル酸メチル	28.9	19.3	9.6
メタクリル酸	10.5	10.5	10.5
活性剤 フィード, 固体			
DI 水	49.6	49.6	49.6
Bruggolite E01	1.00	1.00	1.00
ポストアド			
t-BHP, 70%	0.20	0.20	0.20
DI 水	2.00	2.00	2.00
Bruggolite E01	0.19	0.19	0.19
NaFe EDTA	0.01	0.01	0.01
DI 水	5.00	5.00	5.00
殺生物剤			
Acticide GA	0.40	0.40	0.40
DI 水	6.90	6.90	6.90
リンス水			
DI 水	14.70	14.70	14.70
希釈			
DI 水	110.70	110.70	110.70
全量	<b>1400.1</b>	<b>1400.2</b>	<b>1400.1</b>

10

20

30

40

## 【0089】

さらに、いくつかの実施形態において、コーティングのドライ着用性能が、モノマーフィード及び／又はプレマルジョンフィード中の酸性モノマー、例えばメタクリル酸によって、さらに改善できる。例として、評価されたエマルジョン試料23、24及び25が、下の表16に基づいて、次の一般手順に従い、下に示されたおおよそのパラメータを用いて調製された：

1. 反応器初期投入物を入れ、バッチを55℃に加熱する；
2. 1.1グラムのプレマルジョン及び68.8グラムのモノマーフィードを反応器に加える；
3. バッチ温度が55℃で平衡に達するようにバッチの状態を保つ；
4. 活性剤フィードを、0.17g／分(15分間)で開始する；
5. モノマーフィードとプレマルジョンフィードを270分間、共フィードする；
6. 活性剤フィード後、30分間バッチをクックする；
7. ポストアドを添加し、さらに60分間バッチの状態を保つ；
8. バッチを冷まし、殺生物剤、リンス及び希釈を加える。

## 【0090】

【表17】

表 16

	試料 23	試料 24	試料 25
<u>反応器初期投入物</u>	投入物(g)	投入物(g)	投入物(g)
BP-04 (15%)	33.7	33.7	33.7
NaFe EDTA	0.02	0.02	0.02
t-BHP, 70%	0.20	0.20	0.20
DI 水	191.1	191.1	191.1
<u>モノマーフィード</u>			
DI 水	547.0	547.0	547.0
メタクリル酸			
2-ヒドロキシエチル	262.0	262.0	262.0
t-BHP, 70%	0.83	0.83	0.83
<u>プレエマルジョン</u>			
DI 水	34.1	18.0	10.0
Disponil FES 77 (32%)	15.2	15.2	15.2
BP-04 (15%)	33.7	33.7	33.7
アンモニア, 19%	8.0	24.0	32.0
アクリル酸			
2-エチルヘキシル	41.1	35.9	33.3
メタクリル酸メチル	41.1	35.9	33.3
メタクリル酸	5.3	15.8	21.0
<u>活性剤 フィード</u>			
DI 水	49.6	49.6	49.6
Bruggolite E01	1.00	1.00	1.00
<u>ポストアド</u>			
t-BHP, 70%	0.40	0.40	0.40
DI 水	1.80	1.80	1.80
Bruggolite E01	0.19	0.19	0.19
NaFe EDTA	0.01	0.01	0.01
DI 水	5.00	5.00	5.00
<u>殺生物剤</u>			
Acticide GA	0.40	0.40	0.40
DI 水	6.90	6.90	6.90
<u>リンス水</u>			
DI 水	10.60	10.60	10.60
<u>希釈</u>			
DI 水	180.70	180.70	180.70
<b>全量</b>	<b>1470.0</b>	<b>1470.0</b>	<b>1400.1</b>

【0091】

ゴム又はラテックス手袋での実施形態では、手袋は、着用できること、すなわち、最低限の摩擦で、手袋を滑らせて皮膚の表面で着脱が必要であり得る。このため、手袋の内側に塗布された可撓性のある非粘着性の手袋コーティングは、ウェット若しくは

10

20

30

40

50

ドライでの手袋の着用を、最低限のプロッキングで、不都合な摩擦又はくつ付きなしに、可能にするのに有用であり得る。こうして、これら及び／又は他の考察に対して、上の前述のコーティング試料の比較試験が、ラテックスフィルムを、試料コーティングによりコーティングすることによって行われ、ここで、1つの試料コーティングが、各々のフィルムに塗布された。フィルムに塗布する前に、溶剤系コーティング試料は、メタノールと酢酸エチルの混合物を用い、約4%の全固形分濃度に希釈され、エマルジョン及び水溶性コーティングは、脱イオン水により約4%の全固形分濃度に希釈された。次いで、架橋剤を含むと指示された試料では、示された架橋剤がコポリマーに添加された。次いで、ポリマー溶液が、標準的なディッピング手法を用い、ラテックスフィルムにコーティングされた。次に、コーティングされたフィルムは、粉末を除去し、表面粘着性を低下させるために、約100百万分率の塩素強度(chlorine strength)により塩素化された。

10

#### 【0092】

試料は、それらのドライでの静的及び動的摩擦係数('COF')を求め、また、それらのべとつき(stickiness)及び滑らかさのレベルを求めるために、試験された。結果は、溶剤系ポリマーコーティングについて表17に、水溶性ポリマーコーティングについて表18に、またポリマーエマルジョンについて表19に、下記で報告されている。

#### 【0093】

【表18】

表 17

	試料8 溶剤	試料9 溶剤	試料10 溶剤	試料11 溶剤
メタクリル酸 2-ヒドロキシエチル	68	93	95	75
アクリル酸 2-エチルヘキシル	23	5	5	25
メタクリル酸	9	2		
アクリル酸 4-ヒドロキシブチル				
メタクリル酸 2-エチルヘキシル				
メタクリル酸ラウリル				
メタクリル酸メチル				
合計	100	100	100	100
添加する架橋剤	2% XC113	2% XC113	0.5% TyzorAA	0.5% TyzorAA
試験データ				
COF-静的	0.09	0.10	0.03	0.08
COF-動的	0.07	0.09	0.03	0.07
粘着性-形成後	非粘着性	非粘着性	非粘着性	非粘着性
粘着性-塩素化後	非粘着性	非粘着性	非粘着性	非粘着性
滑らかさ-形成後	滑らか	滑らか	滑らか	滑らか
滑らかさ-塩素化後	滑らか	滑らか	滑らか	滑らか

【0094】

【表 19】

表 18

	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	試料 7
	水溶性	水溶性	水溶性	水溶性	水溶性	水溶性	水溶性
メタクリル酸 2-ヒドロキシエチル	60	60	90	90	97	87	87
アクリル酸 2-エチルヘキシル							
メタクリル酸	10	10	10	10	3	10	10
アクリル酸 4-ヒドロキシブチル	30	30				3	3
メタクリル酸 2-エチルヘキシル							
メタクリル酸メチル							
合計	100	100	100	100	100	100	100
添加する架橋剤	N/A	2% Polycup 172	N/A	2% Polycup 172	2% Polycup 172	2% Polycup 172	2% XC113
試験データ							
COF-静的	2.23	N/R	2.18	N/R	0.18	N/R	0.62
COF-動的	0.69	N/R	0.6	N/R	0.48	N/R	0.46
粘着性-形成後	粘着性 あり	粘着性 あり	粘着性 あり	粘着性 あり	非粘着性	粘着性 あり	非粘着性
粘着性-塩素化後	粘着性 あり	粘着性 あり	粘着性 あり	粘着性 あり	非粘着性	粘着性 あり	非粘着性
滑らかさ-形成後	引っ張る 必要あり (draggy)	引っ張る 必要あり (draggy)	引っ張る 必要あり (draggy)	引っ張る 必要あり (draggy)	少し 引っ張る 必要あり	引っ張る 必要あり (draggy)	少し 引っ張る 必要あり
滑らかさ-塩素化後	引っ張る 必要あり (draggy)	引っ張る 必要あり (draggy)	引っ張る 必要あり (draggy)	引っ張る 必要あり (draggy)	少し 引っ張る 必要あり	引っ張る 必要あり (draggy)	少し 引っ張る 必要あり

【0095】

10

20

30

【表 20】

表 19

	試料 12 エマルジ ヨン	試料 13 エマルジ ヨン	試料 14 エマルジ ヨン	試料 15 エマルジ ヨン	試料 16 エマルジ ヨン	試料 17 エマルジ ヨン	試料 19 エマルジ ヨン	試料 18 エマルジ ヨン
メタクリル酸 2-ヒドロキシエチル	75	75	75	75	75	75	75	75
アクリル酸 2-エチルヘキシル	22	22	22				11	
メタクリル酸	3	3	3	3	3	3	3	3
アクリル酸 4-ヒドロキシブチル								
メタクリル酸 2-エチルヘキシル				22	22			
メタクリル酸ラウリル						22		22
メタクリル酸メチル							11	
合計	100	100	100	100	100	100	100	100
添加する架橋剤	N/A	2% Polycup 172	2% Carb. E-02	2% Polycup 172	2% Carb. E-02	2% Polycup 172	2% Carb. E-02	2% Polycup 172
試験データ								
COF-静的	0.97	0.39	1.5	0.69	0.74	形成後 段階で 粘着性	0.05	0.74
COF-動的	0.95	0.45	1.45	1.02	0.82		0.12	0.5
粘着性-形成後	非粘着性	非粘着性	非粘着性	非粘着性	非粘着性	粘着性 あり	非粘着性	非粘着性
粘着性-塩素化後	非粘着性	非粘着性	非粘着性	非粘着性	非粘着性		非粘着性	非粘着性
滑らかさ-形成後	少し 引っ張る 必要あり	少し 引っ張る 必要あり	少し 引っ張る 必要あり	少し 引っ張る 必要あり	少し 引っ張る 必要あり		少し 引っ張る 必要あり	少し 引っ張る 必要あり
滑らかさ-塩素化後	少し 引っ張る 必要あり	少し 引っ張る 必要あり	少し 引っ張る 必要あり	少し 引っ張る 必要あり	少し 引っ張る 必要あり		少し 引っ張る 必要あり	少し 引っ張る 必要あり

## 【0096】

以下の表 20 ~ 23 は、試料 A ~ G (これらは、HEMA / EHA / MMA / MAA (75 / 11 / 11 / 3) を含むポリマー-エマルジョンである) について摩擦係数 (「COF」) を試験する追加の実験の結果を示す。コーティングは全固形分含量 (TSC) % を表し、CYMEL (登録商標) 373 は、Cytect Industries (Woodland Park, New Jersey) から入手可能なメチル化メラミンホルムアルデヒド架橋剤を表す。

## 【0097】

10

20

30

40

## 【表 21】

表 20

試料	A				B			
コーティング TSC (%)	4.0				4.0			
CYTEL® 373 (%)	4.0				3.5			
酸プライミング(HCl%)	0				0			
摩擦係数(COF)	着用	手のひら	着用	指	着用	手のひら	着用	指
試料	静的	動的	静的	動的	静的	動的	静的	動的
平均	0.04	0.04	0.08	0.09	0.04	0.06	0.08	0.09
標準偏差	0.01	0.01	0.07	0.09	0.01	0.01	0.00	0.01
塩素化手袋の物理的性質 (エージングなし)								
引張り強さ(kg/cm <sup>2</sup> )	280				281			
応力 300 % (kg/cm <sup>2</sup> )	17				15			
応力 500 % (kg/cm <sup>2</sup> )	49				38			
極限伸び%	845				885			
粉末含有量								
粉末含有量(mg/手袋)	試験せず				1.22			
観察								
コーティングの平滑性	可				可			
*コーティングの フレーリング度合い	4				4			

## 【0098】

## 【表 22】

表 21

試料	C				D			
コーティング TSC (%)	4.0				4.0			
CYTEL® 373 (%)	3.5				3.5			
酸プライミング(HCl%)	0.03				1.5			
摩擦係数(COF)	着用	手のひら	着用	指	着用	手のひら	着用	指
試料	静的	動的	静的	動的	静的	動的	静的	動的
平均	0.03	0.04	0.06	0.08	0.02	0.03	0.04	0.08
標準偏差	0.01	0.01	0.02	0.02	0.01	0.01	0.00	0.01
塩素化手袋の物理的性質 (エージングなし)								
引張り強さ(kg/cm <sup>2</sup> )	254				243			
応力 300 % (kg/cm <sup>2</sup> )	14				15			
応力 500 % (kg/cm <sup>2</sup> )	32				34			
極限伸び%	845				924			
粉末含有量								
粉末含有量(mg/手袋)	試験せず				0.86			
観察								
コーティングの平滑性	良好				良好			
*コーティングの フレーリング度合い	3				2			

## 【0099】

10

20

30

40

50

【表 2 3】

表 22

試料	E				F			
コーティング TSC (%)	3.5				3.5			
CYMEL® 373 (%)	3.5				3.5			
酸プライミング(HCl%)	0				1.5			
摩擦係数(COF)	着用	手のひら	着用	指	着用	手のひら	着用	指
試料	静的	動的	静的	動的	静的	動的	静的	動的
平均	0.08	0.08	0.04	0.05	0.03	0.04	0.07	0.07
標準偏差	0.08	0.07	0.04	0.04	0.02	0.02	0.03	0.03
塩素化手袋の物理的性質 (エージングなし)								
引張り強さ( kg/cm <sup>2</sup> )	273				236			
応力 300 % ( kg/cm <sup>2</sup> )	15				11			
応力 500 % ( kg/cm <sup>2</sup> )	37				28			
極限伸び%	845				924			
粉末含有量								
粉末含有量(mg/手袋)	1.56				試験せず			
観察								
コーティングの平滑性	良好				優秀			
*コーティングの フレーキング度合い	3				2			

【 0 1 0 0 】

10

20

【表 24】

表 23

試料	G			
コーティング TSC (%)	3.5			
CYTEL® 373 (%)	3.5			
酸プライミング(HCl%)	1.0			
摩擦係数(COF)	着用 手のひら		着用 指	
試料	静的	動的	静的	動的
平均	0.05	0.05	0.04	0.05
標準偏差	0.02	0.00	0.00	0.00
塩素化手袋の物理的性質 (エージングなし)				
引張り強さ( kg/cm <sup>2</sup> )	223			
応力 300 % ( kg/cm <sup>2</sup> )	11			
応力 500 % ( kg/cm <sup>2</sup> )	20			
極限伸び%	963			
粉末含有量				
粉末含有量(mg/手袋)	0.78			
観察				
コーティングの平滑性	優秀			
*コーティングの フレーキング度合い	2			

## 【0101】

試験で観察されたべとつき及び滑らかさは、基準として、手袋で適切な性能を有する、知られている溶剤系製品を用い、記録された。表 17, 18、及び 19 における結果によつて示されるように、いくつかの例示的エマルジョンは、通常、同等の、又は、より低い摩擦係数の結果をもたらす。例示的エマルジョンコーティングは、また、水系コーティングに比べて、改善されたべとつき及び滑らかさの結果をもたらす。試料 19 は、また、溶剤系コーティングに比べて、同等の摩擦の結果をもたらす。さらに、いくつかのエマルジョン試料は、溶剤系コーティングに比べた場合、同等の摩擦係数の結果をもたらした。粗さ又はモルフォロジーは、材料と使用者の皮膚との間の接触を、より少なくして、望ましい着用特性をもたらし得るという理由で、コーティングの表面のいくらかの粗さは、特定の実施形態では、例えば、手袋及び他の着用材に塗布されるコーティングでは、望ましいことであり得ることが特筆されるべきである。

## 【0102】

添付の図面に示されているように、走査電子顕微鏡写真が、試料のいくつかについて得られた。図 3 A 及び 3 B は、75% のメタクリル酸 2 - ヒドロキシエチル、22% のアクリル酸 2 - エチルヘキシル、及び 3% のメタクリル酸を用いて調製されたエマルジョンによりコーティングされたフィルムの写真である。図 6 は、75% のメタクリル酸 2 - ヒドロキシエチル、22% のメタクリル酸ラウリル、及び 3% のメタクリル酸を用いて調製されたエマルジョンによりコーティングされたフィルムの写真であり、図 7 は、75% のメタクリル酸 2 - ヒドロキシエチル、22% のメタクリル酸ラウリル、及び 3% のメタクリル酸を用いて調製されたエマルジョンによりコーティングされたフィルムの写真である。

## 【0103】

挙げられた写真に示されるように、本明細書に開示されたエマルジョンを用いる、フィ

10

20

30

40

50

ルム上のコーティングは、クラックをほとんど示さず、比較的滑らかな塗布をもたらす。特に、これらのエマルジョンコーティングは、図1A、1B、2A、及び2Bに示された水系コーティングを用いた試料より、少ないクラック、及びフィルムへのより滑らかな塗布を示す。さらに、エマルジョンコーティングはまた、有利には、図4A及び4Bに示された溶剤系コーティングを有するフィルムに比べて、より少ないクラック、及びより少ない深刻なクラックを示す。エマルジョンコーティングは、また、図5の溶剤系コーティングを有するフィルムに比べて、より滑らかな塗布、及びより少ない深刻なクラックを明白に示す。これらの結果は、また、図12A、12B、及び12Cに示されたエマルジョンコーティングによっても示されており、これらは、下記で詳細に論じられる。

## 【0104】

10

追加の物理的性質が、また、特定の試験試料について求められた。また、対照の溶剤系コーティングが、比較試験のために用いられ、ここで、この対照は、手袋コーティング用途において望ましい結果を生じることが知られている。これらの物理的性質は、次の表に記録されており、挙げられた架橋剤のいずれも、コポリマーの乾燥重量に対する架橋剤の乾燥重量に基づいて、2%で添加された。これらの結果によって示されるように、本明細書における開示に従って生成されたエマルジョンは、溶剤系及び水系コーティングに比べた場合、同等の又は有利な、伸長及び強度特性をもたらす。これらのエマルジョンは、また、溶剤系コーティングに比べて、コスト節減及び汚染物質低減ももたらす。

## 【0105】

## 【表25】

20

表24

ポリマーベース	溶剤	水			エマルジョン		溶剤	
		試料 1 (ソフト)	試料 3 (ハード)	試料7	試料 12	試料 13	試料 8	試料 9
コーティングの種類	対照							
架橋剤	添加せず	添加せず		XC113	添加せず	Polycup 173	XC113	XC113
形成後段階								
引張り強さ(kg/cm <sup>2</sup> )	271	215	216	試験せず	280	264	試験せず	試験せず
モデュラス@300%(kg/cm <sup>2</sup> )	12	18	20	試験せず	19	18	試験せず	試験せず
モデュラス@500%(kg/cm <sup>2</sup> )	31	51	62	試験せず	50	46	試験せず	試験せず
極限伸び(%)	904	845	766	試験せず	845	845	試験せず	試験せず
塩素化後段階								
引張り強さ(kg/cm <sup>2</sup> )	317	288	282	256	328	290	255	267
モデュラス@300%(kg/cm <sup>2</sup> )	13	15	14	21	18	16	17	20
モデュラス@500%(kg/cm <sup>2</sup> )	36	40	37	51	42	38	43	45
極限伸び(%)	884	845	845	865	845	884	825	825

## 【0106】

30

ナノ硬度及び換算モデュラス(reduced modulus)もまた、ナノインデンション試験によって、上記の試料のいくつかについて測定され、表25に示されるように、以下の結果を与えた。

## 【0107】

40

【表 26】

表 25

ポリマーベース	硬度(GPa)	換算モデュラス(GPa)
エマルジョン 試料 13 (2% Polycup 172)	0.072	1.969
エマルジョン 試料 17 (2% Polycup 172)	0.069	1.861
エマルジョン 試料 18 (2% Polycup 172)	0.055	1.977
溶剤 試料 11	0.023	0.611

## 【0108】

フレーキングの観察を含む試験が、次の手順を用い、試料 19、20、21 及び 22 によりコーティングされたラテックスフィルムについて、1 % の HCl 溶液を含む酸プライミングステップを用いて、行われた。  
10

1. エマルジョン系コポリマーが、脱イオン（「D I」）水により、3.5 ~ 4.0 % の全固形分含量（「T S C」）に希釈された。

2. コポリマーの乾燥重量に対する架橋剤の乾燥重量に基づいて、3.5 ~ 4.0 % の架橋剤 Cy m e l 373 が、試料 19、20、21 及び 22 エマルジョンに添加された。

3. ポリマー溶液は、冷却され、約 34 に保たれた。

4. ポリマーコーティングの塗布の前に、手袋試料は、HCl 酸プライミング溶液に浸漬することによって前処理され、オープン中、100 から 150 で 1 から 2 分間乾燥された。  
20

5. 次いで、ポリマー溶液が、前処理されたラテックスフィルム上にコーティングされたが、ラテックスフィルムは、コーティング工程の前に、約 40 ~ 45 の温度まで加熱された。

6. コーティングの後、フィルムが付いた型が、フィルム上で的一様なコーティングを保証するために、オープン中で回転された。

7. 次いで、コーティングされたフィルムは、140 で 30 分間硬化された。

8. 次いで、コーティングされたフィルムは、粉末を除去するために、約 80 ppm の塩素強度により、着用側及び / 又は患者側で塩素化された。

9. 次に、コーティングされたフィルムは、下の表に示された通りに試験された。エージングした試料は、ASTM D-412 法に指定された加熱促進エージング法（エージングされた手袋は、約 70 で 7 日間、オープン中に置かれた）を用い、エージングされた。エージングされていない試料は、このような熱処理工序を行うことなく、試験された。  
40

## 【0109】

上の試験手順に基づいて、下の表 26 に示される通り、次の結果が得られ、ここで、コーティングのフレーキングの度合いは、1 から 5 の尺度で評価され、1 は、最少のフレーキングを示し、5 は最大のフレーキングを示す。理解されるように、コーティングのフレーキングの度合い及び性能特性は、「ハード」モノマーと「ソフト」モノマーの比によって制御できる。

## 【0110】

10

20

30

40

50

【表 27】

表 26

	試料 19	試料 20	試料 21	試料 22
コーティング				
コーティング	3.5	3.5	3.5	3.5
TSC (%)	3.5	3.5	3.5	3.5
Cymel 373 (%)				
セラミック （% HCl）	1	1	1	1
摩擦係数(COF)	着用 手のひら	着用 手のひら	着用 手のひら	着用 手のひら
試料	静的 動的	静的 動的	静的 動的	静的 動的
平均	0.11 0.09	0.05 0.06	0.27 0.30	0.21 0.19
標準偏差	0.03 0.02	0.02 0.04	0.15 0.17	0.18 0.15
滅菌手袋の物理的性質 (エージングなし)				
引張り強さ (kg/cm <sup>2</sup> )	261	256	260	252
応力 300 % (kg/cm <sup>2</sup> )	11	11	14	12
応力 500 % (kg/cm <sup>2</sup> )	24	27	32	30
極限伸び %	884	924	924	924
滅菌手袋の物理的性質 (エージング後)				
引張り強さ (kg/cm <sup>2</sup> )	198	195	220	194
応力 300 % (kg/cm <sup>2</sup> )	10	8	11	12
応力 500 % (kg/cm <sup>2</sup> )	21	14	30	27
極限伸び %	884	884	884	884
観察				
コーティングの 沈降	試験せず	なし	なし	なし
加工中の内部粘 着	試験せず	わざわざにあり	なし	わざわざにあり
ドライ着用	良好	良好	不一致ながら良好	不一致ながら良好
*コーティングの フレーリング度 合い	1	1	2	1

【0 1 1 1】

フレーリングの観察を吟めて、試験が、試料 19、23、24 及び 25 によりコーティ

50

40

20

10

ングされたラテックスフィルムで、次の手順を用いて行われた。

1. エマルジョン系コポリマーが、脱イオン（「D I」）水により、3.5～4.0%の全固形分含量（「T S C」）に希釀された。

2. コポリマーの乾燥重量に対する架橋剤の乾燥重量に基づいて、3.5～4.0%の架橋剤 C y m e l 373 が、試料 19、23、24 及び 25 エマルジョンに添加された。

3. ポリマー溶液は、冷却され、約 34 に保たれた。

4. ポリマーコーティングの塗布の前に、手袋試料は、硫酸アルミニウムプライミング溶液に浸漬することによって前処理され、オープン中、100 から 150 で 1 から 2 分間乾燥された。  
10

5. ポリマー溶液が、前処理されたラテックスフィルム上にコーティングされたが、ラテックスフィルムは、コーティング工程の前に約 40～45 の温度まで加熱された。

6. コーティングの後、フィルムが付いた型が、フィルム上での一様なコーティングを保証するために、オープン中で回転された。

7. 次いで、コーティングされたフィルムは、140 で 30 分間硬化された。

8. 次いで、コーティングされたフィルムは、粉末を除去するために、約 80 ppm の塩素強度により、着用側及び / 又は患者側で塩素化された。

9. 次に、コーティングされたフィルムは、下の表に示された通り、試験された。エージングした試料は、ASTM D-412 法に指定された加熱促進エージング法を用い、エージングされた。通常、エージングされた手袋は、約 70 で 7 日間、オープン中に置かれた。エージングされていない試料は、このような熱処理エージング法を行うことなく、試験された。  
20

#### 【0112】

上の試験手順に基づいて、下の表 27 に示される通り、次の結果が得られ、ここで、コーティングのフレーキングの度合いは、1 から 5 の尺度で評価され、1 は、最少のフレーキングを示し、5 は最大のフレーキングを示す。理解されるように、最良のドライ着用性能は、試料 23 で示されるように、1.5% (wt / wt) のレベルのメタクリル酸 (M A A) で達成された。全体として、エージング後とエージングなしの両方で示された最良の物理的性質は、試料 23 で観察された。

#### 【0113】

【表28】

表27

コーティング		試料19		試料23		試料24		試料25	
コーティング TSC (%)	3.5			3.5		3.5		3.5	
Cymel 373 (%)	3.5			3.5		3.5		3.5	
硫酸アルミニウム プライミング	1.5%			1.5%		1.5%		1.5%	
摩擦係数(COF)	着用 手のひら 着用 指								
試料	静的 動的 静的 動的								
平均	0.16 0.17 0.34 0.33	0.13 0.14 0.03 0.04	0.14 0.03 0.04 0.08	0.14 0.03 0.04 0.08	0.14 0.03 0.04 0.08	0.14 0.03 0.04 0.08	0.14 0.03 0.04 0.08	0.14 0.03 0.04 0.08	0.14 0.03 0.04 0.08
標準偏差	0.04 0.04 0.33 0.33	0.00 0.00 0.00 0.00	0.00 0.00 0.00 0.00	0.00 0.00 0.00 0.00	0.00 0.00 0.00 0.00	0.00 0.00 0.00 0.00	0.00 0.00 0.00 0.00	0.00 0.00 0.00 0.00	0.00 0.00 0.00 0.00
滅菌手袋の物理的性質 (エージングなし)									
引張り強さ (kg/cm <sup>2</sup> )	289		274		280		268		
応力 300 % (kg/cm <sup>2</sup> )	11		12		11		12		
応力 500 % (kg/cm <sup>2</sup> )	25		24		24		29		
極限伸び%	924		924		943		924		
滅菌手袋の物理的性質 (エージング後)									
引張り強さ (kg/cm <sup>2</sup> )	287		280		302		277		
応力 300 % (kg/cm <sup>2</sup> )	12		11		12		12		
応力 500 % (kg/cm <sup>2</sup> )	29		24		27		26		
極限伸び%	943		943		924		924		
粉末含有量(mg/手袋)	1.82		1.46		1.42		1.40		
観察									
コーティングの沈降	なし		なし		あり		あり		
加工中の内部粘着	わざかにあり		なし		あり		あり		
ドライ着用	可		試料の中で最良		可		可		
*コーティングのフレー ーキング度合い	2		2		2		2		

【0114】

50

40  
30

10

20

いくつかの実施形態において、エマルジョンコーティングは、物品、例えばラテックス又はゴム手袋に塗布され得る。物品は、当技術分野において知られている任意の方法、例えば、米国特許第4,548,844号、米国特許第6,673,404号、米国特許第6,828,387号、及び米国特許第8,110,266号（これらの各々は、その全体が参照によって組み込まれる）に記載されているものよって形成され得る。物品が手袋であるいくつかの実施形態において、手袋は、当技術分野において知られている浸漬法によつて形成され得る。これらの手袋の製造の間、手の型（「手袋型」又はマンドレルとも呼ばれる）が、浸漬のために使用され得る。マンドレルは、手の形の磁器の型であり得る。本明細書において上及び追加データで参照される場合、「形成後段階（formed level）」は、型が、型に直接塗布される離型コーティングを最初に有し、その後、ラテックスに浸漬されて、手袋が形成される物品生産工程を表す。その時に、コーティング、例えば、溶剤系、水系、又は本明細書において論じられたエマルジョンコポリマーが、ラテックスに、例えば手袋の着用側に塗布され得る。

#### 【0115】

手袋が型の周りに形成されるいくつかの実施形態において、型は、最初に、ある材料、例えばクエン酸により洗浄され得る。次いで、型は、凝固剤材料に浸漬され、乾燥され、次に、ラテックスのような液体ゴム材料にさらに浸漬され得る。次いで、ゴムでコーティングされた型は、乾燥され、次に、浸出（leaching）溶液に浸漬され得る。浸出溶液により、凝固剤塩は溶解する、及び／又は洗い取られ得る。

#### 【0116】

手袋は、患者側が型に接触し、着用側が外側である状態で成型され得る。手袋が型から外される時に、手袋は、今度は、着用側が手袋の内側であり、患者側が外側であるよう、普通、裏返しにされる。

#### 【0117】

いくつかの実施形態において、ゴムでコーティングされた型を浸出溶液に浸漬した後、ゴムでコーティングされた型は、例えば、空気乾燥によつて、又は乾燥機の使用によつて、乾燥され得、次いで、酸プライミング工程にかけられる。酸プライミング工程は、手袋のいずれかの側、好ましくは、コーティングが塗布される側への、酸の塗布を含み得る。酸プライミング工程は、ゴムでコーティングされた型（すなわち、型上の手袋）を、酸、例えば硫酸又は塩酸を含む液体組成物に浸漬することを含み得る。この場合、酸は希釈され得るが、いくつかの実施形態において、酸を含む液体組成物は、20%まで、より好ましくは約5%まで、より一層好ましくは1%から約4.5%（w/w）の酸溶液を含み得る。別の実施形態において、1重量%から約3重量%を含む酸溶液を供用することが好ましい。別の一実施形態において、手袋は、酸プライミング溶液として、硫酸アルミニウムの溶液を含む液体組成物中に浸漬されてもよい。この実施形態における液体組成物は、約10%（w/w）まで、より好ましくは約7%まで、より一層好ましくは0.5%から約3%の量で硫酸アルミニウムを含むことができる。別の実施形態において、硫酸アルミニウムの量は、0.5%から約1.5%にすることが好ましい。

#### 【0118】

ゴムでコーティングされた型を液体組成物に浸漬した後、ゴムでコーティングされた型は、浴に、例えば、アルカリ溶液、又は好ましくは水溶液に浸漬される、又はリノスされ得る。当技術分野における他の方法と異なり、本明細書に開示されている方法では、ゴムでコーティングされた型を、アルカリ溶液に、例えばアンモニア若しくは水酸化アンモニウムを含む溶液に、浸漬すること又はリノスすることは必要でない。これは、当技術分野における他のコーティング方法に優る利点をもたらす。アルカリ溶液を用いる方法では、アルカリ浸漬を円滑にするために、追加の浸漬槽が、通常必要とされ、それは、実際の連続浸漬工程の間、アルカリ溶液に必要とされる濃度pHを管理するための追加の労力を必要とする。本明細書に開示されている方法は、水浴でリノスすることで達成でき、より費用効率が高く、同時に、ゴムでコーティングされた型の過剰の酸は適切にリノスされる。

#### 【0119】

10

20

30

40

50

成形物品の、例えば手袋の、コーティングは、コーティング材料の、例えば前記コボリマーエマルジョンを含む配合物の、塗布を含み得る。いくつかの実施形態において、手袋型の温度は、コーティング材料の塗布の前に調節され得る。いくつかの実施形態において、手袋型は、好ましくは約20から60、より好ましくは約30から50、最も好ましくは約35から45の温度にされる。いくつかの実施形態において、手袋型は、コーティング材料の塗布の直前に、これらの温度にされる。いくつかの実施形態において、コーティング材料は、型（この上に手袋がある）をコーティング材料に浸漬することによって、手袋型上の手袋に塗布される。代わりに、コーティング材料は、手袋型上の手袋にスプレーされてもよい。いくつかの実施形態において、手袋は、ある時間、コーティング材料に浸漬される。いくつかの実施形態において、その時間は、好ましくは約2から120秒間、より好ましくは約5から90秒間、より一層好ましくは約10から60秒間、最も好ましくは約15から25秒間である。いくつかの実施形態において、コーティング材料は、塗布の間、好ましくは約15から75の間、より好ましくは約20から60の間、より一層好ましくは約25から50の間、最も好ましくは約30から40の間の温度範囲に保たれる。型上の手袋は、ポリマーエマルジョンを用いる浸漬又はコーティングの前に加熱されるので、手袋の温度は、かなり高温になり得る。これは、コーティング組成物の温度上昇を引き起こし得るので、浸漬の間、コーティング組成物の温度上昇を防ぐか、又は最小限に抑えるために、コーティング組成物を冷却することが必要であり得る。

## 【0120】

10

コーティング材料の塗布の後、エマルジョンコーティング手袋は、例えば、オープン中で加熱することによって、硬化され得る。いくつかの実施形態において、硬化は、予め設定された加熱パラメータにより、ある時間で、好ましくは約5分間から120分間、より好ましくは約10分間から90分間、より一層好ましくは約15から60分間、最も好ましくは約20から40分間で、起こる。いくつかの実施形態において、オープン中の空気の流れは、例えば過度の湿気を除くように、管理される。当技術分野において知られている方法（これらの方法では、硬化ステップは、より低い温度で行われることを必要とする）と異なり、本明細書に開示されている方法は、より高い温度で行われる硬化ステップを含み得る。これは、硬化工程における、より高い温度の使用のため、より短い硬化時間が用いられ得るので、利点をもたらす。さらに、いくつかの実施形態において、より高い温度の使用により、物品、例えばラテックス手袋と、コーティング材料との両方の架橋が向上し、最適化され、これは、望ましい物理的性質及び接着をもたらすことができる。いくつかの実施形態において、硬化工程は、約100から160、より好ましくは約120から150、最も好ましくは約135から145の間の温度で行われる。好ましい実施形態において、硬化工程は、約135から145で行われ、硬化時間は約20から40分間である。これは、当技術分野における他の方法（これらの方法では、硬化時間は、ずっと長いこともあり得る、典型的には、2倍以上長い）に優る改善である。

## 【0121】

30

硬化ステップに続いて、エマルジョンコーティング手袋は、当技術分野において知られている方法のいずれかによって、さらに処理され得る。例えば、いくつかの実施形態において、エマルジョンコーティング手袋は、硬化後浸出工程にかけてもよく、この工程では、エマルジョンコーティング手袋を含む型が、浸出溶液に浸漬され、リヌスされる。いくつかの実施形態において、エマルジョンコーティング手袋は、次いで、さらなる液体に、例えばシリコーン及び／又は炭酸カルシウムを含むスラリーに、浸漬され得る。いくつかの方法において、コーティングされた手袋が塩素水で洗われ得る塩素化が、行われ得る。着用側（これは、通常、手袋が型から取り外された後、手袋の内側であり得る）を塩素化するために、着用側が外側であり、患者側が内側であるように、手袋が裏返しにされる、手袋裏返し工程が必要とされる。着用側及び患者側の一方又は両方が塩素化され得る。塩素化ステップは、型からの手袋の取り外しを助けるために、ラテックスを成型する前に、塗布され得る、いずれの浸漬離型コーティングも、例えば炭酸カルシウムも除去し得る。

40

50

さらに、塩素化工程は、いくつかの場合に、手袋に粗い表面を作り出す、及び／又はラテックスを硬くし得る。手袋は、滑剤のような、さらなる処理にかけてもよい。滑剤の例には、シリコーン及びアルキルホスフェートのアンモニウム塩及びセチルピリジウムクロリド（CPC）が含まれる。

#### 【0122】

例示的な実施形態において、手袋は、次のステップを行うことによって調製され、このいくつかの実施形態において、ステップは、記載されている例示的な順序で行われ得る：

- ・適切な酸で手袋型を洗浄すること（その後、任意選択でリンスすること）；
- ・約52から約59の温度で、凝固剤（例えば、硝酸カルシウム）への浸漬； 10
- ・約133から約205の温度で、オープン乾燥（高温空気による）；
- ・ラテックスへの浸漬；
- ・約139から約163の温度で、オープン乾燥（高温空気による）；
- ・約55から約73の温度で、硬化前の高温浸出；
- ・空気乾燥；
- ・酸プライミング；
- ・水によるリンス；
- ・コポリマーエマルジョンコーティングへの浸漬；
- ・100から160で硬化すること；
- ・51から75での硬化後浸出、及びリンス； 20
- ・炭酸カルシウム又はシリコーン（0.2から0.8%）を含むスラリーへの浸漬；
- ・約108から118での最終乾燥；
- ・手袋の取り外し（型から手袋を取り外すこと）；
- ・ドライ裏返し；
- ・塩素化（例えば、約100ppmの塩素強度）；
- ・適切な滑剤、例えば、シリコーン、アルキルホスフェートのアンモニウム塩及びセチルピリジウムクロリド（CPC）を用いる滑性化；
- ・第1乾燥；
- ・ウェット裏返し；及び
- ・最終乾燥。 30

#### 【0123】

上記方法は、例示的実施形態を記載し、当業者は、いくつかのステップが省かれ得るか、並びに／或いは、追加及び／又は代替ステップが別の実施形態において採用され得ることを理解するであろう。例として、（制限なく）、手袋型を酸で洗浄し、リンスした後、型は、また、酸を中和するためにアルカリ浴に浸漬され、次いで、水でリンスされてもよい。いくつかの実施形態において、手袋型は、手袋型の滑らかな表面を保証するために、磨かれてもよい。さらに、品質試験、例えば、空気試験（この試験では、手袋が空気で膨らませる）及び／又は水試験（この試験では、手袋が水で満たされる）が、あり得る欠陥を検出するために、製造された手袋で行われ得る。

#### 【0124】

基材に、例えば手袋に、塗布されるコーティングの量は、基材の特性、基材に付与されることが所望の特性、及び用いられる特定のコーティングに応じて変わり得る。いくつかの実施形態において、所望の結果を得るために必要な最小量のコーティングを塗布することが望ましいことであり得る。いくつかの実施形態において、塗布されるコーティングの重量は、コーティング及び意図される用途に応じて、約0.1から約100g/m<sup>2</sup>の範囲にあり得る。圧力に注意を要するいくつかの実施形態では、その量は、いくつかの実施形態において、約15g/m<sup>2</sup>から約45g/m<sup>2</sup>の範囲にあり得る。別のコーティング量が、特定の工程及び製造される物品に所望の特性に応じて、適切であり得る。

#### 【0125】

次の表に記載されているように、追加のデータが、手袋製造工程の間に塗布された特定

の試料について集められた。先のデータと同様、このデータもまた、本明細書に開示されているエマルジョンが、一般に、水系コーティングに比べて、特性の改善をもたらすことを示す。これらのエマルジョンコーティングは、また、溶剤系コーティングに優る環境上の利点をもたらす。

【 0 1 2 6 】

【表 29】

表 28

試料	ポリマー ベース	モノマー 成分	Cymel 373 [%]	Carbodilite [%]	手袋コーティン グ状態 形成後段階	手袋コーティン グ状態 塩素化後段階	COF [Dry]			
							着用側に 塩素化／滑剤		患者側に 塩素化／滑剤	
							静的	動的	静的	動的
試料 19 〔プレート 浸漬〕 〔酸プライ ミング なし〕	エマルジ ョン	75 HEMA 11 EHA 11 MMA 3 MAA	2	-	粘着性なし 取り外し容易	コーティング はフレーキン グ剥がれなし	0.22	0.11	0.32	0.18
			5	-	粘着性なし 取り外し容易	コーティング はフレーキン グ剥がれなし	0.17	0.06	0.20	0.09
			8	-	粘着性なし 取り外し容易	僅かに フレーキング 剥がれあり	0.13	0.06	0.17	0.04
			-	2	粘着性なし 取り外し容易	粘着性あり コーティング はフレーキン グ剥がれなし	0.64	0.29	0.52	0.13
			-	5	粘着性なし 取り外し容易	粘着性あり コーティング はフレーキン グ剥がれなし	1.13	0.61	0.91	0.37
			-	8	粘着性なし 取り外し容易	粘着性あり コーティング はフレーキン グ剥がれなし	0.73	0.28	1.15	0.44
試料 19 〔型浸漬〕	エマルジ ョン	75 HEMA 11 EHA 11 MMA 3 MAA	5 〔酸なし〕	-	粘着性なし 取り外し容易	フレーキング 剥がれあり	0.33	0.16	0.17	0.16
			5 〔酸あり〕	-	粘着性なし 取り外し容易	フレーキング 剥がれあり	0.23	0.08	0.04	0.05
試料 5 〔型浸漬〕	水	97 HEMA 3 MA	2	-	粘着性あり	塩素化を続行できない				
			5	-	粘着性なし 取り外し困難	コーティング はフレーキン グ剥がれなし	0.83	0.37		塩素化後、 非常に粘着性 あり
試料 17 〔型浸漬〕	エマルジ ョン	75 HEMA 22 LM 3 MAA	2	-	粘着性あり	塩素化を続行できない				
			5	-	粘着性なし 取り外し困難	コーティング はフレーキン グ剥がれなし	0.29	0.20	0.32	0.32
			8 〔酸なし〕	-	粘着性なし 取り外し可能	コーティング はフレーキン グ剥がれなし	0.31	0.22	0.12	0.08
			8 〔酸あり〕	-	粘着性なし 取り外し可能	コーティング はフレーキン グ剥がれなし	-	-	0.11	0.12

【0127】

物理的性質もまた、表29及び30において下で示されるように、型浸漬を用い、5%のCymel 373（これは、Cytac Industries (Woodland Park, New Jersey)から入手可能な、水溶性メラミン・ホルムアルデヒ

ド樹脂架橋剤である)を用い、フィルムに塗布された試料19について得られた。

【0128】

【表30】

表 29

工程	着用側に塩素化／滑剤		患者側に塩素化／滑剤	
	酸なし	酸あり	酸なし	酸あり
<b>エージングなし</b>				
引張り強さ [kg/cm <sup>2</sup> ]	283	250	252	280
モデュラス300% [kg/cm <sup>2</sup> ]	17	14	15	16
モデュラス500% [kg/cm <sup>2</sup> ]	47	31	31	36
極限伸び [%]	845	924	806	845
<b>エージング(70°Cで7日間)</b>				
引張り強さ [kg/cm <sup>2</sup> ]	227	131	275	212
モデュラス300% [kg/cm <sup>2</sup> ]	10	7	12	8
モデュラス500% [kg/cm <sup>2</sup> ]	18	13	24	17
極限伸び [%]	1022	1002	924	1042

【0129】

【表31】

表 30

試料19		
架橋剤	硬度 [GPa]	換算モデュラス [GPa]
Polycup - 2%	0.099	2.712
Carbodilite E02 - 2%	0.077	2.097
Carbodilite E02 - 5%	0.064	1.932
Carbodilite E02 - 8%	0.081	2.954
Cymel 373 - 2%	0.074	2.133
Cymel 373 - 5%	0.080	2.349
Cymel 373 - 8%	0.075	2.199

【0130】

走査電子顕微鏡写真及び接触角データもまた、架橋剤として5%のCymel 737を用い、型浸漬を行い、手袋の着用側にだけ塗布された試料19(エマルジョン)について得られた。詳細には、図8Aは、酸プライミングなしで、塩素化の間に低塩素が適用され、滑性化なしの手袋の患者側の写真を示し、図9Aは、接触角データのグラフを示す。

10

20

30

40

50

図 8 B は、酸プライミングを用いたこと以外は同じパラメータによる手袋の写真を示し、図 9 B は、図 8 B の手袋の接触角データを示す。図 10 A 及び 11 A は、それぞれ、手袋を裏返した後、今度は塩素化の間に着用側に高塩素が適用された、図 8 A 及び 9 A の手袋の着用側の写真及び接触角データを示す。同様に、図 10 B 及び 11 B は、それぞれ、手袋を裏返し、着用側に高塩素を適用した後の、それぞれ図 8 B 及び 9 B の手袋の着用側の写真及び接触角データを示す。

### 【0131】

上記の接触角データは、硬い非多孔質表面にフィルムをキャストし、次いで、キャストフィルムに水滴を置くことによって集められた。その時に、水滴の接触角が測定されたが、これは、フィルム表面から液滴の外部表面への内弧 (interior arc) である。一般に、より低い接触角は、フィルムのより大きな濡れ性を表す。  
10

### 【0132】

8 % の Cymel 373 及び型浸漬工程を用い、手袋に塗布された試料 17 (エマルジョン) についての走査電子顕微鏡写真が、図 12 A (低塩素を用い、滑性化を用いず、手袋裏返しなしで、酸プライミングなしである患者側を示す)、図 12 B (低塩素を用い、滑性化を用いず、手袋裏返しなしで、酸プライミングを用いた患者側を示す)、及び図 12 C (高塩素を用い、滑性化を用いず、手袋裏返しなしで、酸プライミングなしである着用側を示す) に示されている。さらに、5 % の Cymel 373 及び型浸漬工程を用い、手袋に塗布された試料 17 についての写真が、図 13 A (低塩素を用い、滑性化を用いず、手袋裏返しなしで、酸プライミングなしである患者側を示す)、及び図 13 B (高塩素を用い、滑性化を用いず、手袋を裏返し、酸プライミングなしである着用側を示す) に示されている。最後に、5 % の Cymel 373 及び型浸漬工程を用い、手袋に塗布された試料 5 (水系) の写真が、図 14 (低塩素を用い、滑性化を用いず、手袋裏返しなしで、酸プライミングなしである患者側を示す) に示されている。これらの図もまた、水系コーティングに比べた場合の、本明細書に開示されているエマルジョンの、改善されてないとしても、同等の性能を示し、これらは、最少のクラックを有する概ね滑らかな塗布をもたらす。  
20

### 【0133】

物品へのコーティング塗布において、コーティングの望ましくないフレーキングが起こり得る。いくつかの実施形態において、フレーキングは、「よりソフトな」モノマーを、モノマーフィード及び / 又はプレエマルジョンフィードに含めることによって低減され得るが、ここで、よりソフトなモノマーは、フィードに存在する少なくとも 1 種の他のモノマーより、相対的に低いガラス転移温度 ('Tg') を有する。例えば、モノマーフィードは、相対的に高いガラス転移温度 ('Tg') を有する 1 種又は複数のモノマー、及び相対的に低い Tg を有する 1 種又は複数の他のモノマーを含み得る。例として、いくつかの実施形態におけるモノマーフィードは、メタクリル酸 2 - ヒドロキシエチル (これは、約 50 から約 80 の範囲の Tg を有する)、及び「よりソフトな」アクリル酸 4 - ヒドロキシブチル (これは、約 -30 の Tg を有する) を含み得る。「よりソフトな」モノマー、例えばアクリル酸 4 - ヒドロキシブチルを含めることは、いくつかのコーティングにおけるフレーキングを低減する助けとなり得る。加えて、又は代わりに、コーティングを「よりソフトにし」、起こり得るフレーキングを低減する努力において、プレエマルジョンフィードは、1 種又は複数の他のモノマーより低い Tg を有するモノマーを含み得る。例えば、プレエマルジョンフィードは、相対的に高いガラス転移温度 ('Tg') を有する 1 種又は複数のモノマー、及び相対的に低い Tg を有する 1 種又は複数の他のモノマーを含み得る。例として、いくつかの実施形態におけるプレエマルジョンフィードは、アクリル酸 2 - エチルヘキシルを含んでいてもよく、これは、約 -50 の領域の Tg を有する。「よりソフトな」モノマー、例えばアクリル酸 2 - エチルヘキシルを含めることは、いくつかのコーティングにおけるフレーキングを低減する助けとなり得る。さらなる例として、プレエマルジョンフィードは、メタクリル酸メチル (これは、約 100 の領域の Tg を有する)、及び「よりソフトな」モノマーのアクリル酸 2 - エチルヘキシル (40  
50

これは、約 - 50 から約 - 70 の範囲の  $T_g$  を有する) を含み得る。このようなモノマーの比率は、コーティングに所望の特性を得るように調節できる。

#### 【0134】

フレーリングの観察を含めて、さらなる試験が、試料 19 によりコーティングされたラテックスフィルムで行われた。比較試験は、前述の対照を用いて行われ、これは、手袋コーティング用途に適する特性を有することが知られている溶剤系コーティングである。さらなる試験は、次の手順を用いて行われた。

1. 試料 19 のエマルジョン系コポリマーが、3.5 ~ 4.0 % の全固形分含量(「TSC」)に脱イオン(「DI」)水で希釈された。

2. コポリマーの乾燥重量に対する架橋剤の乾燥重量に基づいて、3.5 ~ 4.0 % の架橋剤 Cymel 373 が、試料 19 のエマルジョンに添加された。 10

3. ポリマー溶液は、約 34 の温度にされた。

4. ポリマー溶液が、ラテックスフィルムにコーティングされたが、ラテックスフィルムは、コーティング工程の前で浸出後に、約 40 ~ 45 の温度まで加熱された。

5. コーティング後、フィルムが付いた型は、フィルム上で的一様なコーティングを保証するために、オープン中で回転された。

6. 次いで、コーティングされたフィルムは、140 で 30 分間硬化された。

7. 次いで、コーティングされたフィルムは、粉末を除去するために、約 80 ppm の塩素強度により、着用側及び / 又は患者側で塩素化された。

#### 【0135】

20

上の試験手順に基づいて、次の結果が得られたが、ここで、コーティングのフレーリング度合いは、1 から 5 の尺度で評価され、1 は、最少のフレーリングを示し、5 は最大のフレーリングを示す。

#### 【0136】

【表32】

表31

試料	試料19			試料19			試料19			試料19		
コーティング	4.0			4.0			3.5			3.5		
TSC [%]	4.0			3.5			3.5			NA		
Cymel 373 [%]	4.0			NA			NA			NA		
摩擦係数 [COF]	着用 手のひら	着用 指	着用 手のひら	着用 手のひら	動的 静的	動的 静的	動的 静的	動的 静的	動的 静的	着用 手のひら	着用 指	着用 手のひら
試料	静的	動的	静的	静的	0.04	0.08	0.09	0.04	0.06	0.08	0.09	0.08
平均	0.04	0.04	0.08	0.08	0.09	0.04	0.09	0.06	0.08	0.08	0.09	0.08
標準偏差	0.01	0.01	0.07	0.09	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.08	0.07	0.04
塩素化された手袋の 物理的性質 (エーシングなし)												
引張り強さ [kg/cm <sup>2</sup> ]	280			281			273			267		
応力300% [kg/cm <sup>2</sup> ]	17			15			15			17		
応力500% [kg/cm <sup>2</sup> ]	49			38			37			46		
極限伸び%	845			885			845			845		
粉末含有量												
粉末含有量 [mg/フィルム]	試験されず			1.22			1.56			0.60		
観察												
コーティングの 一様性	可			可			良好			優秀		
*コーティングの フレーリング度合い	4			4			3			1		

【0137】

上で試験された試料に関する再検討で、低減されたフレーキング及び改善されたコーティングの一様性が、より低い全固形分含量／濃度、及び低下した C y m e l 含有量を有するコーティングにより観察された。さらに、コーティング及びフィルムの温度を上昇させること、及び一定温度の下で型を回転させることもまた、コーティングの一様性を向上させ、フレーキングを低減させることが観察された。図 15 A は、3 . 5 % の全固形分含量及び 3 . 5 % の C y m e l を有する試料 19 でコーティングされたフィルムの走査電子顕微鏡写真を示し、図 15 B は、4 % の全固形分含量及び 3 . 5 % の C y m e l を有する試料 19 でコーティングされたフィルムの走査電子顕微鏡写真を示す。図 15 C は、対照試料でコーティングされたフィルムの走査電子顕微鏡写真を示す。これらの写真の各々は、フィルムの患者側のものであり、試験は、低い塩素化、滑性化なし、及びコーティング工程の間の裏返し工程なしが用いられた。

#### 【 0 1 3 8 】

次の表は、HEMA / EHA / MMA / MAA ( 75 / 11 / 11 / 3 ) を含むポリマー-エマルジョンで行われた試料 H ~ J についての追加の実験の結果を示すが、但し、エマルジョンによるコーティングの前に前処理された手袋が用いられた。これらの例において、前処理は、HCl プライミングステップ又は硫酸アルミニウムプライミングステップのいずれかを含む酸プライミングステップを含み、ここで、手袋は、ポリマー-エマルジョンによりコーティングの前にそれぞれの溶液に浸漬され、乾燥された。追加の試験は、次の手順を用いて行われた。

1 . 試料 19 のエマルジョン系コポリマーが、脱イオン（「DI」）水により、3 . 5 ~ 4 . 0 % の全固形分含量（「TSC」）に希釈された。

2 . コポリマーの乾燥重量に対する架橋剤の乾燥重量に基づいて、約 3 . 5 % の架橋剤 C y m e l 373 が、試料 19 のエマルジョンに添加された。

3 . ポリマー溶液が冷却され、約 34 に保たれた。

4 . ポリマーコーティングの塗布の前に、ラテックスフィルム、すなわち、手袋試料は、下の表に示されるように、HCl 酸プライミング溶液若しくは硫酸アルミニウム溶液のいずれかに浸漬されたか、又は全く浸漬されず、オープン中、100 から 150 で 1 から 2 分間乾燥された。試料 H は、硫酸アルミニウムで前処理され、試料 I は、HCl プライミング溶液で前処理され、また試料 J は前処理されなかった。

5 . 次いで、ポリマー溶液が、浸漬工程を用いてラテックスフィルム上にコーティングされたが、コーティング工程の前に、ラテックスフィルムは、約 40 ~ 45 の温度まで加熱された。

6 . コーティングの後、フィルムが付いた型は、フィルム上での一様なコーティングを保証するために、オープン中で回転された。

7 . 次いで、コーティングされたフィルムは、140 で 30 分間硬化された。

8 . 次いで、コーティングされたフィルムは、粉末を除去するために、約 80 ppm の塩素強度により、着用側及び / 又は患者側で塩素化された。

9 . 次に、手袋は、下の表に示されるように試験された。エージング試料は、ASTM D - 412 法に指定された加熱促進エージング法を用い、エージングされ、この方法では、エージングされた手袋は、約 70 で 7 日間、オープン中に置かれた。エージングされなかった試料は、このような熱処理エージング法を行うことなく、試験された。

#### 【 0 1 3 9 】

表 32 に下で示されるように、次の試験結果が得られた。

#### 【 0 1 4 0 】

【表 3 3】

表 32

コーティング タイプ	H	I	J
前処理のタイプ	硫酸アルミニウム	HCl	なし
前処理の濃度(%)	3	4.5	N/A
滅菌手袋の物理的性質 (エージングなし)			
引張り強さ (kg/cm <sup>2</sup> )	289	250	283
応力 300% (kg/cm <sup>2</sup> )	11	14	17
応力 500% (kg/cm <sup>2</sup> )	25	31	47
極限伸び%	924	924	845
滅菌手袋の物理的性質 (エージング後)			
引張り強さ (kg/cm <sup>2</sup> )	287	131	227
応力 300% (kg/cm <sup>2</sup> )	12	7	10
応力 500% (kg/cm <sup>2</sup> )	29	13	18
極限伸び%	943	1002	1022

## 【0141】

表32の上の結果から、試料H及びIのどちらも、エージングなし手袋で満足のいく結果を示し、試料H（硫酸アルミニウム前処理手袋）は、僅かに一層良好な引張り強さの結果を示した。しかし、硫酸アルミニウムで処理された手袋である試料Hは、エージングで、酸プライミング処理手袋（試料I）及び前処理されなかつた試料（試料J）より良好な引張り強さの値を維持した。ASTM D-412規格によれば、手袋でのエージング後の引張り強さの必要条件は、少なくとも185 kg/cm<sup>2</sup>である。このため、エージング後のHCL前処理手袋は、この値未満であった。エージング後の硫酸アルミニウム前処理手袋（試料H）は、一般に、より大きな引張り強さ値及び応力値を有する、より良好な値を全般に示した。

## 【0142】

下の表33において、試料19で、エマルジョンによるコーティングの前に、硫酸アルミニウムプライミングステップにおいて前処理された手袋を用いて、さらなる実験が行われた。これらの試料は、試料K～Lと称する。さらなる試験は、次の手順を用いて行われた。

1. エマルジョン系コポリマー試料が、脱イオン（「DI」）水により、約3.5%の全固形分含量（「TSC」）に希釈された。試料KとLのどちらも、HEMA/EHA/MMA/MAAを75/11/11/3の濃度を含むが、これらの2つの試料の間の違いは、エマルジョン系コポリマーコーティングが如何にして安定化されたかである。試料Kは、コーティングを安定化させるために、KOHを用いたのに対して、試料Lは、コーティングを安定化させるために、水酸化アンモニウムを用いた。

2. コポリマーの乾燥重量に対する架橋剤の乾燥重量に基づいて、約3.5%の架橋剤Cymel 373が、試料K～Lの各々に添加された。

3. ポリマー溶液が冷却され、約34℃に保たれた。

4. ポリマーコーティングの塗布の前に、ラテックスフィルム、すなわち、手袋試料は、下の表に示されるように、硫酸アルミニウム溶液に浸漬され、オープン中、100℃か

10

20

30

40

50

ら 150 度で 1 から 2 分間乾燥された。

5. 次いで、ポリマー溶液は、ラテックスフィルム上にコーティングされたが、コーティング工程の前に、ラテックスフィルムは、約 40 ~ 45 の温度まで加熱された。

6. コーティングの後、フィルムが付いた型は、フィルム上での一様なコーティングを保証するために、オープン中で回転された。

7. 次いで、コーティングされたフィルムは、140 度で 30 分間硬化された。

8. 次いで、コーティングされたフィルムは、粉末を除去するために、約 80 ppm の塩素強度により、着用側及び / 又は患者側で塩素化された。

#### 【0143】

【表 34】

10

表 33

コーティング	試料 K	試料 L
HEMA	75	75
EHA	11	11
MMA	11	11
MAA	3	3
コーティング TSC (%)	3.5	3.5
Cymel 373 (%)	3.5	3.5
プライミング剤	硫酸アルミニウム	硫酸アルミニウム
プライマー濃度(%)	1.5	1.5
滅菌手袋の物理的性質 (エージングなし)		
引張り強さ(kg/cm <sup>2</sup> )	289	296
応力 300 % (kg/cm <sup>2</sup> )	11	11
応力 500 % (kg/cm <sup>2</sup> )	25	30
極限伸び%	924	884
滅菌手袋の物理的性質 (エージング後)		
引張り強さ(kg/cm <sup>2</sup> )	287	290
応力 300 % (kg/cm <sup>2</sup> )	12	13
応力 500 % (kg/cm <sup>2</sup> )	29	25
極限伸び%	943	924
粉末含有量 (mg/手袋)	1.82	1.90
観察		
コーティングの沈降	なし	なし
加工中の内部粘着	わずかにあり	あり
ドライ着用	可	可

20

30

40

#### 【0144】

全般に、試料 K と L のどちらも、類似の結果を有し、両方とも、エージング後とエージングなしの手袋のどちらでも、好ましい結果を有していたが、着用性は可であった。1つの違いが加工中に観察され、試料 K は僅かな粘着性が観察されたのに対して、試料 L は、より大きな粘着性が観察された。

#### 【0145】

本明細書において開示されている組成物及び方法は、本明細書において記載されている

50

タイプのポリマーエマルジョンによりコーティングされた物品、及びこのような物品を製造するための方法をさらに含むことができる。いくつかの例において、このような物品には、天然ゴム、合成ゴム、又はラテックスの、例えば、(制限なく)、手術用手袋、医師検査用手袋、産業用手袋、予防用具、カテーテル、バルーン、チューブ、シート、他のエラストマー物品、及び類似の物品が含まれる。上で示されたように、ゴム又はラテックス手袋は、着用できること、すなわち、最低限の摩擦で、手袋を滑らせて皮膚の表面で着脱できることが必要であり得る。このため、手袋の内側に塗布された可撓性のある非粘着性の手袋コーティングは、ウェット若しくはドライでの手袋の着用を、最低限のプロッキングで、不都合な摩擦又はくつ付きなしに、可能にするのに有用であり得る。上記の例は、これらの目的に対する、本明細書に開示されたエマルジョンの適合性を示す。

10

## 【0146】

さらに、本明細書に示された試験結果によって示されるように、本明細書に開示されている特定のエマルジョンは、水溶性コーティングに比べて、ドライでの静的及び動的摩擦係数を低下させた。このような摩擦係数の低下は、多くの用途において、例えば、着用できることを必要とする手術用及び検査用手袋では、望ましい。さらに、本明細書において示されたエマルジョンの例は、特に水系コーティングに比べて、粘着性及び/又はべとつきを低下させた。低下した粘着性及びべとつきは、また、手袋の用途にとって望ましい特徴である。参考までに、粘着性は、物品の、それ自体又は同じ物品への付着を表すために使用され得るのに対して、べとつきは、他の材料への物品の付着を表すために使用され得る。本明細書に開示されている実施形態によって提供されたこれらの特徴は、手袋に粉末又は他の滑性材料を用いる必要を、有益にも、軽減し得る。

20

## 【0147】

さらなる例として、本明細書に開示されている方法に従って調製されるエマルジョンコーティングは、エラストマーフィルム、感圧接着剤、コーティング、ヒドロゲル、並びに皮膚への局所投与のための組成物、例えば、クリーム、ローション、軟膏、ゲル、エアロゾル、スプレー、化粧品組成物、デオドラント、及び防虫剤の調製に、並びにこれらとしての使用に(制限なく)適切であり得る。このような使用には、医療用のエラストマーフィルム、包帯、テープ、外傷手当て用品、手術用掛け布、造孔箇所手当て用品、経皮ドラッグデリバリーシステムのための担体、粘膜ドラッグデリバリーシステムのための担体が含まれ得る。

30

## 【0148】

当業者は、本明細書に開示されているエマルジョンコーティングは、通常の何らかの方法又は工程によって物品に塗布できることを、容易に理解するであろう。これらの塗布方法には、例えば、浸漬、ダイコーティング、ロールコーティング、リバースロールコーティング、グラビアコーティング、リバースグラビアコーティング、オフセットグラビアコーティング、マイヤーロッド(Mayer rod)又はワイヤ巻きロッドコーティング、スプレー法、ブラシ法などが含まれ得る。本明細書に開示されているポリマー及びコポリマーは、コーティング工程を容易にするために、また基材への深さ又は浸透を変えるために、加熱又は冷却されてもよい。

## 【0149】

40

これら及び他の変更及び変形形態が、本明細書に開示されている組成物及び方法の精神及び範囲(これは、より詳細に添付の特許請求の範囲に記載されている)から逸脱することなく、当業者によって実施され得る。さらに、様々な実施形態の態様は、全体として、又は部分的に、交換され得ることが理解されるべきである。さらに、当業者は、上記の説明が、単に例としてあって、このような添付の特許請求の範囲にさらに記載される、本明細書における開示を限定することは意図されていないことを、理解するであろう。したがって、添付の特許請求の範囲の精神及び範囲は、本明細書に含まれる説明の例示的記述に限定されるべきではない。

## &lt;付記&gt;

コポリマーエマルジョンの調製のための方法であって、

少なくとも 1 種の水溶性モノマー及び少なくとも 1 種の水不溶性モノマーを混合して、モノマー混合物を生成するステップであって、モノマー混合物は、全モノマー混合物重量の重量パーセンテージで測定して、少なくとも 50 % の水溶性モノマー及び少なくとも 10 % の水不溶性モノマーを含む、ステップと、

モノマー混合物を共重合してコポリマーエマルジョンを生成するステップとを含む、方法。

項 2

水溶性モノマーが、全モノマー重量の約 50 % から約 97 % を占める、項 1 に記載の方法。

10

項 3

水溶性モノマーが、全モノマー重量の少なくとも 60 % を占める、項 1 に記載の方法。

項 4

水溶性モノマーが、全モノマー重量の少なくとも 75 % を占める、項 1 に記載の方法。

項 5

水不溶性モノマーが、全モノマー重量の少なくとも 15 % を占める、項 1 に記載の方法。

項 6

水不溶性モノマーが、全モノマー重量の少なくとも 25 % を占める、項 1 に記載の方法。

20

項 7

水溶性モノマーが、メタクリル酸 2 - ヒドロキシエチル及びアクリル酸 4 - ヒドロキシエチルからなる群から選択される、項 1、2、3、4、5 又は 6 に記載の方法。

項 8

水溶性モノマーがメタクリル酸 2 - ヒドロキシエチルを含む、項 1、2、3、4、5、又は 6 に記載の方法。

項 9

水溶性モノマーがメタクリル酸 2 - ヒドロキシエチルを含む、項 1 に記載の方法。

項 10

水溶性モノマーが、約 97 % の純度レベルを有するメタクリル酸 2 - ヒドロキシエチルを含む、項 1、2、3、4、5、6、又は 9 に記載の方法。

30

項 11

水不溶性モノマーが、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸ブチル、アクリル酸プロピル、アクリル酸 2 - エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸 2 - エチルヘキシル、メタクリル酸トリフルオロエチル、アクリル酸イソオクチル、アクリル酸イソデシル、メタクリル酸ジメチルアミノエチルからなる群から選択される 1 種又は複数の水不溶性モノマーを含む、項 1、2、3、4、5、6、又は 9 に記載の方法。

項 12

水不溶性モノマーが、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸ブチル、アクリル酸プロピル、アクリル酸 2 - エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸 2 - エチルヘキシル、メタクリル酸トリフルオロエチル、アクリル酸イソオクチル、アクリル酸イソデシル、メタクリル酸ジメチルアミノエチルからなる群から選択される少なくとも 2 種以上の不溶性モノマーの混合物を含む、項 1、2、3、4、5、6、又は 9 に記載の方法。

40

項 13

水不溶性モノマーがアクリル酸 2 - エチルヘキシルを含む、項 1、2、3、4、5、6、又は 9 に記載の方法。

項 14

水不溶性モノマーがアクリル酸 2 - エチルヘキシルを含む、項 9 に記載の方法。

50

項 1 5

水不溶性モノマーが、アクリル酸2-エチルヘキシル及びメタクリル酸2-エチルヘキシルを含む、項1、2、3、4、5、6、又は9に記載の方法。

項 1 6

水不溶性モノマーが、アクリル酸2-エチルヘキシル及びメタクリル酸ラウリルを含む、項1、2、3、4、5、6、又は9に記載の方法。

項 1 7

水不溶性モノマーが、アクリル酸2-エチルヘキシル及びメタクリル酸メチルを含む、項1、2、3、4、5、6、又は9に記載の方法。

項 1 8

水不溶性モノマーがアクリル酸2-エチルヘキシルからなる、項1、2、3、4、5、6、又は9に記載の方法。

10

項 1 9

モノマー混合物にメタクリル酸を加えるステップをさらに含む、項1に記載の方法

。

項 2 0

メタクリル酸が、前記方法において用いられるモノマーの全重量の約1%から5%である、項19に記載の方法。

項 2 1

メタクリル酸が、前記方法において用いられるモノマーの全重量の約3%である、項19に記載の方法。

20

項 2 2

コポリマー-エマルジョンに架橋剤を導入するステップをさらに含む、項1に記載の方法

。

項 2 3

架橋剤が、ホルムアルデヒド、メラミンホルムアルデヒド、金属塩、アジリジン、イソシアネート、重クロム酸塩からなる群から選択される、項22に記載の方法。

項 2 4

架橋剤が多官能性アジリジン液を含む、項22に記載の方法。

項 2 5

架橋剤がカルボジイミド化合物を含む、項22に記載の方法。

30

項 2 6

架橋剤がメラミンホルムアルデヒドを含む、項22に記載の方法。

項 2 7

架橋剤がポリアミド-エピクロロヒドリン型樹脂を含む、項22に記載の方法。

項 2 8

モノマー混合物に活性剤を導入するステップを含む、項1に記載の方法。

項 2 9

モノマー混合物に界面活性剤を導入するステップをさらに含む、項1に記載の方法。

項 3 0

界面活性剤がラウリルエーテル硫酸ナトリウムである、項29に記載の方法。

40

項 3 1

モノマー混合物に開始剤を導入するステップをさらに含む、項1に記載の方法。

項 3 2

開始剤が、過硫酸アンモニウム、過硫酸カリウム、過硫酸ナトリウム、過酸化水素、tert-ブチルヒドロペルオキシド、アゾ化合物、過硫酸ナトリウムとメタ重亜硫酸ナトリウム、過酸化水素と第1鉄イオン、亜硫酸イオン、亜硫酸水素イオン又はアスコルビン酸、ヒドロペルオキシドとスルホキシル酸塩、及びtert-ブチルヒドロペルオキシドとホルムアルデヒドスルホキシル酸ナトリウムからなる群から選択される、項31に記載の方法。

50

項 3 3

開始剤が tert - プチルヒドロペルオキシドである、項 3 2 に記載の方法。

項 3 4

モノマー混合物に安定化剤を導入するステップをさらに含む、項 1 に記載の方法。

項 3 5

安定化剤がポリビニルアルコールである、項 3 4 に記載の方法。

項 3 6

モノマー混合物に、界面活性剤、開始剤、及び安定化剤を導入するステップをさらに含む、項 1 に記載の方法。

項 3 7

最初に、界面活性剤、開始剤、及び安定化剤を水不溶性モノマーと混合することによって、界面活性剤、開始剤、及び安定化剤がモノマー混合物に導入される、項 3 6 に記載の方法。

項 3 8

モノマー混合物が、約 50 から約 60 の間の温度に保たれる、項 1 に記載の方法。

項 3 9

モノマー混合物の温度が、約 55 の温度に保たれる、項 1 に記載の方法。

項 4 0

モノマー混合物が、約 6.0 以上の pH に保たれる、項 1 に記載の方法。

項 4 1

モノマー混合物が、約 6.0 から約 7.0 の間の pH に保たれる、項 1 に記載の方法。

項 4 2

前記方法が、水溶性モノマー及び不溶性モノマーを同時に混合することによって行われる、項 1 に記載の方法。

項 4 3

コポリマーエマルジョンの調製のための方法であって、

モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードを同時に混合することによりエマルジョンを生成するステップを含み、ここで、モノマーフィードは、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に対して、少なくとも 50 重量 % の水溶性モノマーを含み、プレエマルジョンフィードは、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に対して、少なくとも 10 重量 % の水不溶性モノマーを含む、方法。

項 4 4

モノマーフィードが脱イオン水をさらに含み、プレエマルジョンフィードが、脱イオン水、界面活性剤、及び安定化剤をさらに含む、項 4 3 に記載の方法。

項 4 5

界面活性剤が、ラウリルエーテル硫酸ナトリウムであり、安定化剤がポリビニルアルコールである、項 4 4 に記載の方法。

項 4 6

モノマーフィードの水溶性モノマーがメタクリル酸 2 - ヒドロキシエチルを含む、項 4 3、4 4、又は 4 5 に記載の方法。

項 4 7

モノマーフィードの水溶性モノマーがメタクリル酸 2 - ヒドロキシエチルからなる、項 4 3、4 4、又は 4 5 に記載の方法。

項 4 8

モノマーフィードの水溶性モノマーがメタクリル酸 2 - ヒドロキシエチルからなる、項 4 5 に記載の方法。

項 4 9

プレエマルジョンフィードの水不溶性モノマーが、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸ブチル、アクリル酸プロピル、アクリル酸 2 - エチルヘキシル、メタクリ

10

20

30

40

50

ル酸メチル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸 2 - エチルヘキシル、メタクリル酸トリフルオロエチル、アクリル酸イソオクチル、アクリル酸イソデシル、又はメタクリル酸ジメチルアミノエチルを含む、項 4 3、4 4、4 5、又は 4 8 に記載の方法。

項 5 0

プレエマルジョンフィードの水不溶性モノマーがアクリル酸 2 - エチルヘキシルを含む、項 4 3、4 4、4 5、又は 4 8 に記載の方法。

項 5 1

プレエマルジョンフィードの水不溶性モノマーがアクリル酸 2 - エチルヘキシルを含む、項 4 8 に記載の方法。

項 5 2

プレエマルジョンフィードが、アクリル酸 2 - エチルヘキシル及びメタクリル酸を含む、項 4 8 に記載の方法。

項 5 3

メタクリル酸が、前記方法において用いられるモノマーの全重量の約 3 % である、項 5 2 に記載の方法。

項 5 4

安定化剤、界面活性剤、開始剤、及び脱イオン水を含む初期投入物を、反応器に導入し、攪拌するステップと、

反応器内容物を、約 5 5 の温度、及び約 6 . 0 を超える pH に保つステップと、  
約 6 % のモノマーフィード及び約 6 % のプレエマルジョンフィードを、反応器に導入し、反応器における前記温度及び pH を約 1 0 分間保つステップと、

活性剤フィードの内容物がモノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの枯渇と同時に又はその後で枯渇するような速度で、活性剤フィードを反応器に導入するステップであって、活性剤フィードは脱イオン水及びヒドロキシメタンスルフィン酸ナトリウムを含む、ステップと、

モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードを、約 4 . 5 時間にわたって、一定の速度で反応器に導入するステップと、

モノマーフィード、プレエマルジョンフィード、及び活性剤フィードが反応器に完全に導入された後、第 2 開始剤を含むフィードを反応器に導入し、反応器における前記温度及び pH を約 1 時間保って、重合を完了させるステップ

とをさらに含む、項 4 3 に記載の方法。

項 5 5

モノマーフィードがメタクリル酸 2 - ヒドロキシエチルを含み、界面活性剤がラウリルエーテル硫酸ナトリウムであり、安定化剤がポリビニルアルコールであり、開始剤が t e r t - プチルヒドロペルオキシドである、項 5 4 に記載の方法。

項 5 6

開始剤が、殺生物剤をさらに含む、項 5 5 に記載の方法。

項 5 7

プレエマルジョンフィードが、アクリル酸 2 - エチルヘキシル及びメタクリル酸を含む、項 5 5 に記載の方法。

項 5 8

プレエマルジョンフィードが、メタクリル酸 2 - エチルヘキシル及びメタクリル酸を含む、項 5 5 に記載の方法。

項 5 9

プレエマルジョンフィードが、アクリル酸 2 - エチルヘキシル、メタクリル酸及びメタクリル酸メチルを含む、項 5 5 に記載の方法。

項 6 0

エマルジョンに架橋剤を添加するステップをさらに含む、項 5 5 に記載の方法。

項 6 1

架橋剤が、多官能性アジリジン液、カルボジイミド化合物、チタニウムアセチルアセト

10

20

30

40

50

ネット、ポリアミド - エピクロロヒドリン型樹脂、及びメラミン - ホルミアルデヒド樹脂からなる群から選択される、項 6 0 に記載の方法。

項 6 2

コポリマー・エマルジョンの調製のための方法であって、

モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードを同時に混合することによりエマルジョンを生成するステップを含み、ここで、モノマーフィードは、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に対して、少なくとも 50 重量 % の水溶性モノマーを含み、プレエマルジョンフィードは、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に対して、少なくとも 10 重量 % の水不溶性モノマーを含み、前記方法が、

10

安定化剤、界面活性剤、開始剤、及び脱イオン水を含む初期投入物を、反応器に導入し、攪拌するステップと、

反応器内容物を、約 55 の温度、及び約 6.0 を超える pH に保つステップと、  
約 6 % のモノマーフィード及び約 6 % のプレエマルジョンフィードを、反応器に導入し、反応器における前記温度及び pH を約 10 分間保つステップと、

活性剤フィードの内容物がモノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの枯渇とともに又はその後で枯渇するような速度で、活性剤フィードを反応器に導入するステップであって、活性剤フィードは脱イオン水及びヒドロキシメタンスルフィン酸ナトリウムを含む、ステップと、

モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードを、約 4.5 時間にわたって、一定の速度で反応器に導入するステップと、

20

モノマーフィード、プレエマルジョンフィード、及び活性剤フィードが反応器に完全に導入された後、第 2 開始剤を含むフィードを反応器に導入し、反応器における前記温度及び pH を約 1 時間保って、重合を完了させるステップ

とをさらに含む方法。

項 6 3

モノマーフィードがメタクリル酸 2 - ヒドロキシエチルを含み、界面活性剤がラウリルエーテル硫酸ナトリウムであり、安定化剤がポリビニルアルコールであり、開始剤が t e r t - プチルヒドロペルオキシドであり、プレエマルジョンフィードが、アクリル酸 2 - エチルヘキシル及びメタクリル酸を含む、項 6 2 に記載の方法。

30

項 6 4

モノマーフィードがメタクリル酸 2 - ヒドロキシエチルを含み、界面活性剤がラウリルエーテル硫酸ナトリウムであり、安定化剤がポリビニルアルコールであり、開始剤が t e r t - プチルヒドロペルオキシドであり、プレエマルジョンフィードが、アクリル酸 2 - エチルヘキシル、メタクリル酸、及びメタクリル酸メチルを含む、項 6 2 に記載の方法。

項 6 5

エマルジョンに架橋剤を添加するステップをさらに含み、架橋剤が、多官能性アジリジン液、カルボジイミド化合物、及びポリアミド - エピクロロヒドリン型樹脂からなる群から選択される、項 6 3 又は 6 4 に記載の方法。

項 6 6

40

エマルジョンに架橋剤を添加するステップをさらに含み、架橋剤がメラミン - ホルムアルデヒド樹脂を含む、項 6 2 に記載の方法。

項 6 7

コポリマー・エマルジョンの調製のための方法であって、

モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードを同時に混合することによりエマルジョンを生成するステップを含み、ここで、モノマーフィードは、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に対して、約 75 重量 % の水溶性モノマーを含み、プレエマルジョンフィードは、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に対して、少なくとも約 3 重量 % の水不溶性モノマーを含む、方法。

項 6 8

50

水溶性モノマーがメタクリル酸2-ヒドロキシエチルである、項67に記載の方法。

項69

プレエマルジョンフィードが、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸、及びメタクリル酸メチルを含む、項67又は68に記載の方法。

項70

プレエマルジョンフィードが、約9重量%から約19重量%の間のアクリル酸2-エチルヘキシル、約1.5重量%から約6重量%の間のメタクリル酸、及び約3重量%から約12重量%の間のメタクリル酸メチルを含み、ここで、前記パーセンテージが、モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量に対するものである、項69に記載の方法。

10

項71

メタクリル酸2-ヒドロキシエチルが全モノマー重量の約75%を占め、アクリル酸2-エチルヘキシルが全モノマー重量の約14%を占め、メタクリル酸メチルが全モノマー重量の約8%を占め、メタクリル酸が全モノマー重量の約3%を占め、ここで、全モノマー重量がモノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量を示す、項67に記載の方法。

項72

メタクリル酸2-ヒドロキシエチルが全モノマー重量の約75%を占め、アクリル酸2-エチルヘキシルが全モノマー重量の約19%を占め、メタクリル酸メチルが全モノマー重量の約3%を占め、メタクリル酸が全モノマー重量の約3%を占め、ここで、全モノマー重量がモノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量を示す、項67に記載の方法。

20

項73

メタクリル酸2-ヒドロキシエチルが全モノマー重量の約75%を占め、アクリル酸2-エチルヘキシルが全モノマー重量の約11.75%を占め、メタクリル酸メチルが全モノマー重量の約11.75%を占め、メタクリル酸が全モノマー重量の約1.5%を占め、ここで、全モノマー重量がモノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量を示す、項67に記載の方法。

項74

メタクリル酸2-ヒドロキシエチルが全モノマー重量の約75%を占め、アクリル酸2-エチルヘキシルが全モノマー重量の約10.3%を占め、メタクリル酸メチルが全モノマー重量の約10.3%を占め、メタクリル酸が全モノマー重量の約4.5%を占め、ここで、全モノマー重量がモノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量を示す、項67に記載の方法。

30

項75

メタクリル酸2-ヒドロキシエチルが全モノマー重量の約75%を占め、アクリル酸2-エチルヘキシルが全モノマー重量の約9.5%を占め、メタクリル酸メチルが全モノマー重量の約9.5%を占め、メタクリル酸が全モノマー重量の約6%を占め、ここで、全モノマー重量がモノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの全モノマー重量を示す、項41に記載の方法。

40

項76

安定化剤、界面活性剤、開始剤、及び脱イオン水を含む初期投入物を、反応器に導入し、攪拌し、約55の温度に加熱するステップと、

モノマーフィードの一部及びプレエマルジョンフィードの一部を、反応器に導入し、温度が約55で平衡を保つようにするステップと、

活性剤フィードの内容物がモノマーフィード及びプレエマルジョンフィードの枯渇とほぼ同時に又はその後で枯渇するような緩やかな速度で、活性剤フィードを反応器に導入するステップであって、活性剤フィードは、脱イオン水及びヒドロキシメタンスルフィン酸ナトリウムを含む、ステップと、

モノマーフィード及びプレエマルジョンフィードを、約4.5時間にわたって、一定の

50

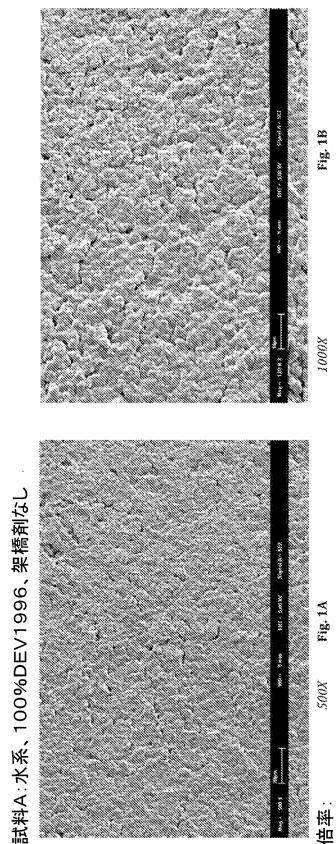
速度で反応器に導入するステップと、

活性剤フィードの導入に際して、約30分間加熱するステップと、

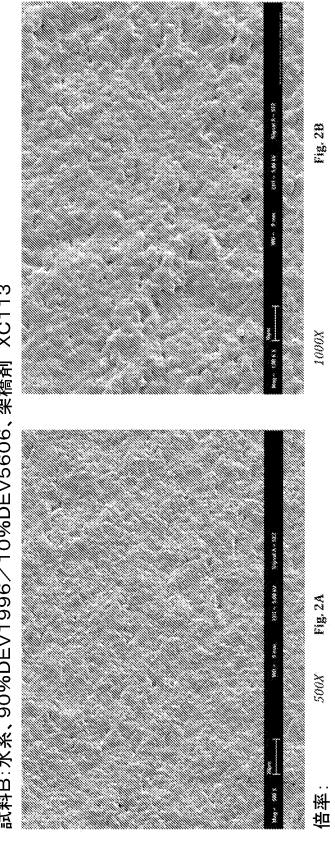
モノマーフィード、プレエマルジョンフィード、及び活性剤フィードが反応器に完全に導入された後、第2開始剤を含むフィードを反応器に導入し、前記温度を約1時間保って、重合を完了させるステップと、

温度を下げ、1種又は複数の殺生物剤を添加するステップ  
とをさらに含む、項67から75のいずれか1項に記載の方法。

【図1】



【図2】

Fig. 1B  
1000XFig. 2B  
1000X

【図3】

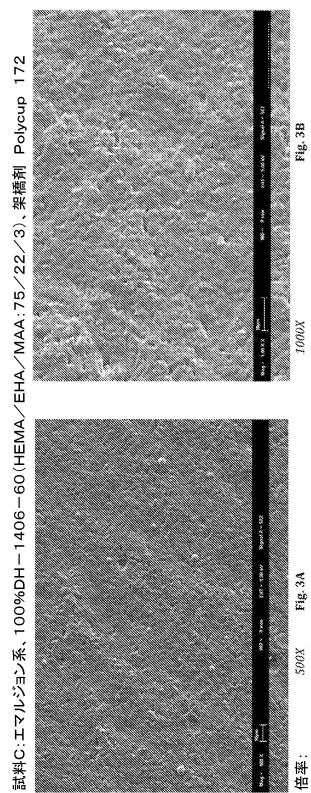


Fig. 3A

1000X

Fig. 3B

【図4】

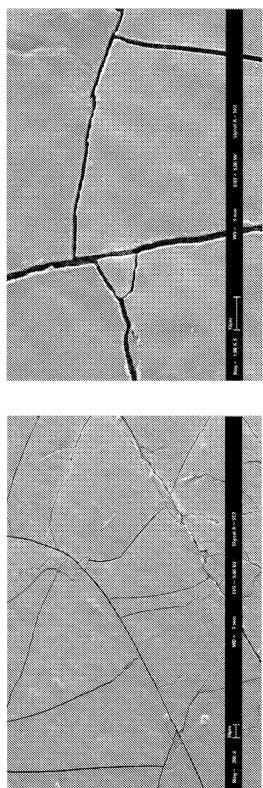


Fig. 4A

1000X

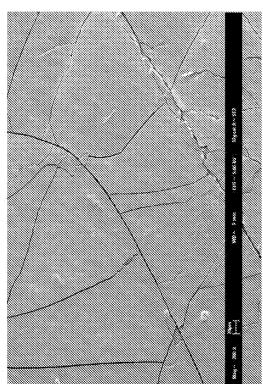


Fig. 4B

【図5】

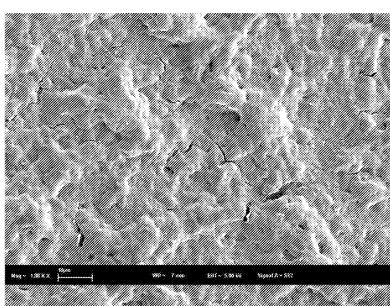


Fig. 5

【図7】

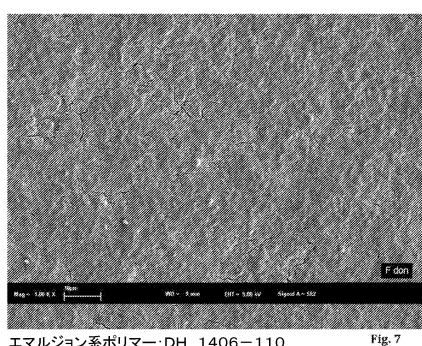


Fig. 7

【図6】

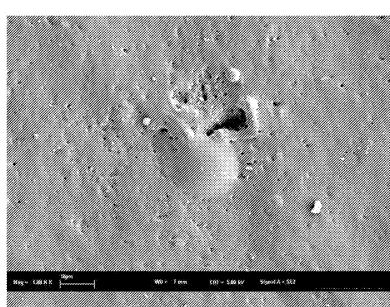


Fig. 6

【図 8 A】

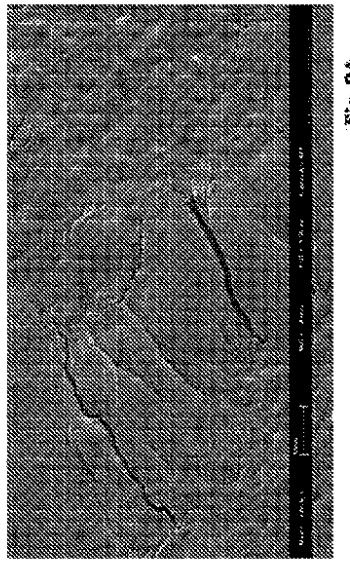


Fig. 8A

【図 8 B】

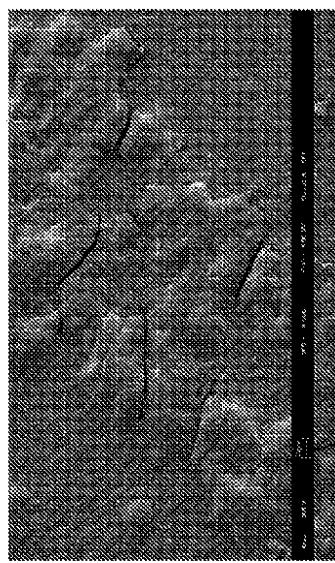


Fig. 8B

【図 9】

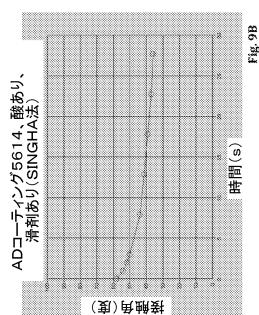


Fig. 9B

【図 10 A】

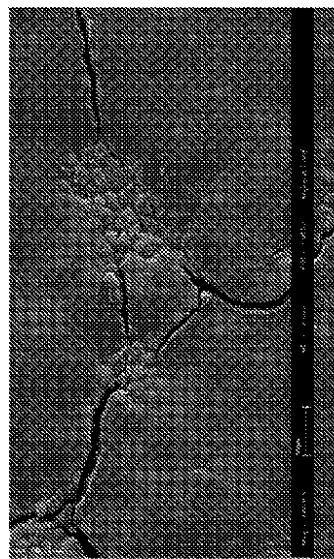


Fig. 10A

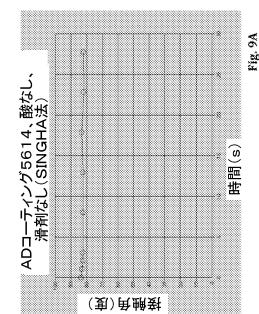


Fig. 9A

【図10B】

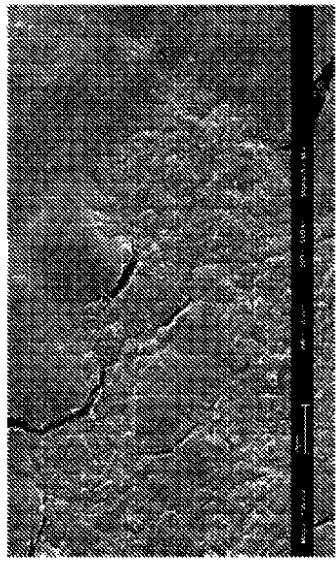


Fig. 10B

【図11】

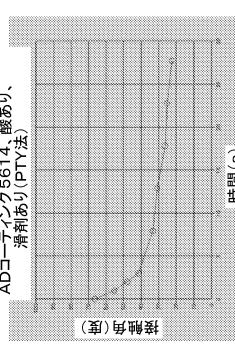


Fig. 11B

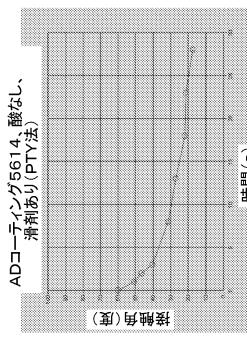


Fig. 11A

【図12A】

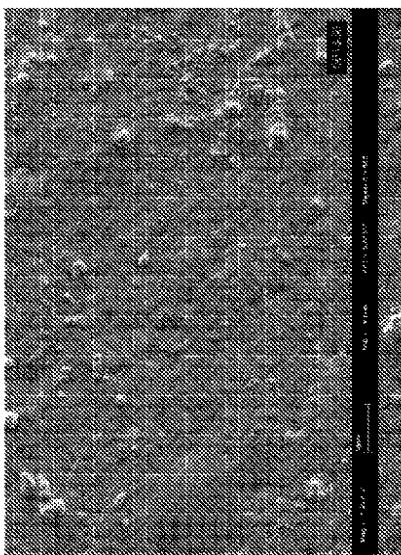


Fig. 12A

【図12B】

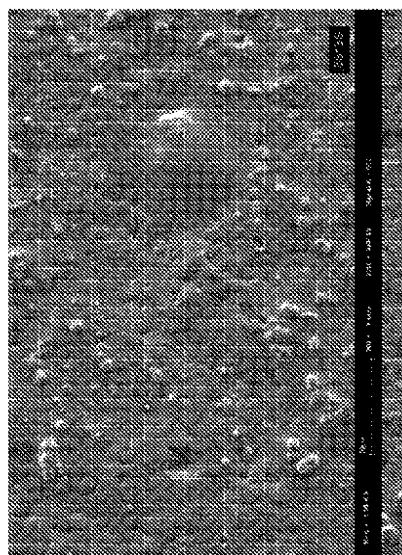


Fig. 12B

【図12C】

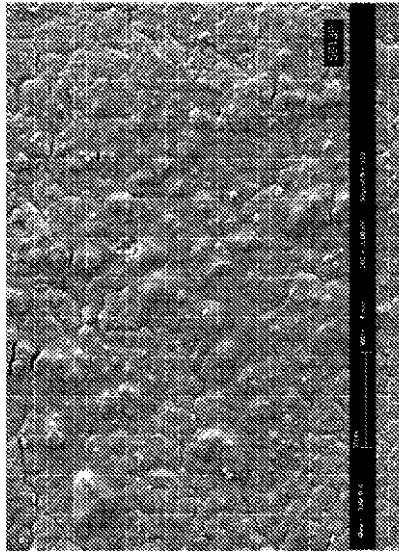


Fig. 12C

【図13A】

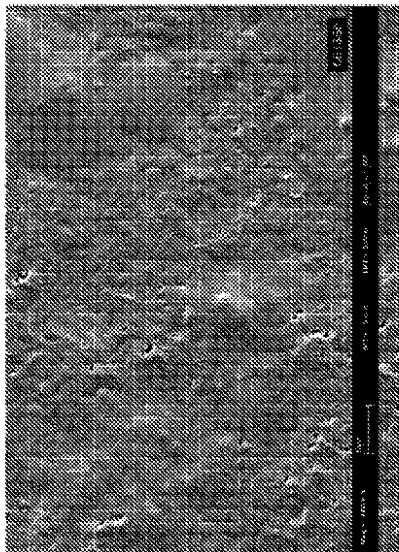


Fig. 13A

【図13B】

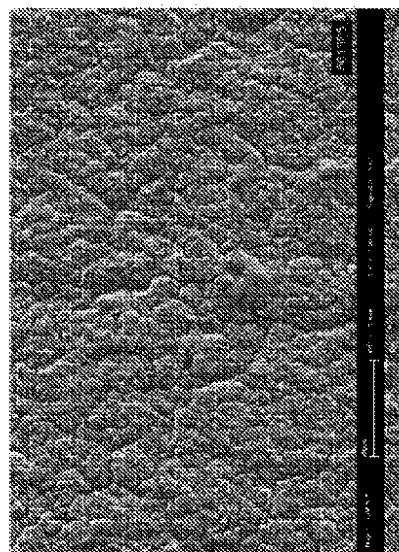


Fig. 13B

【図14】

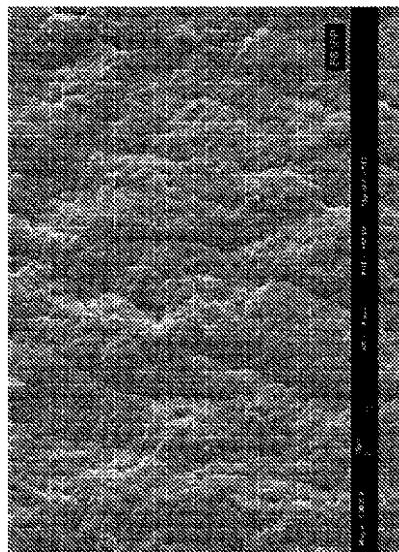
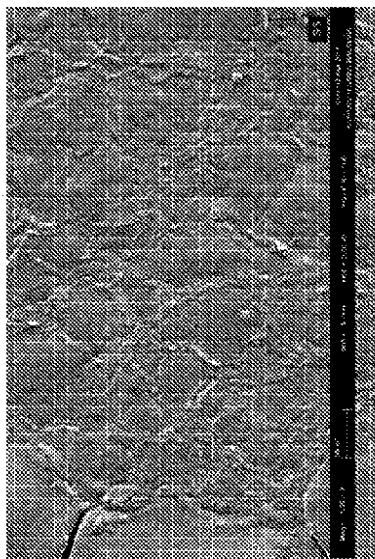
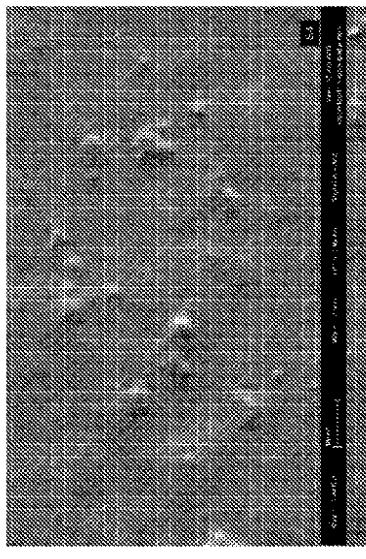


Fig. 14

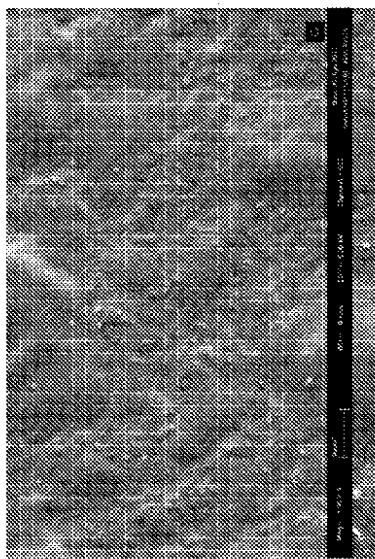
【図 15 A】



【図 15 B】



【図 15 C】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 オルギン、 ダニエル エル .  
アメリカ合衆国 91203 カリフォルニア州 グレンデール グッド アベニュー 207  
エイブリー デニソン コーポレイション 気付
- (72)発明者 メイエ、 アンドレ  
アメリカ合衆国 91203 カリフォルニア州 グレンデール グッド アベニュー 207  
エイブリー デニソン コーポレイション 気付
- (72)発明者 イ、 ス ポン  
アメリカ合衆国 91203 カリフォルニア州 グレンデール グッド アベニュー 207  
エイブリー デニソン コーポレイション 気付
- (72)発明者 マイヤース、 マイケル  
アメリカ合衆国 91203 カリフォルニア州 グレンデール グッド アベニュー 207  
エイブリー デニソン コーポレイション 気付
- (72)発明者 コップ、 デニス  
アメリカ合衆国 91203 カリフォルニア州 グレンデール グッド アベニュー 207  
エイブリー デニソン コーポレイション 気付
- (72)発明者 ワン、 ウィ チョン  
アメリカ合衆国 60085 イリノイ州 ウォーキーガン ウォーキーガン ロード 1500  
カーディナル ヘルス インコーポレイテッド 気付
- (72)発明者 ロ、 チー イ  
アメリカ合衆国 60085 イリノイ州 ウォーキーガン ウォーキーガン ロード 1500  
カーディナル ヘルス インコーポレイテッド 気付
- (72)発明者 ワン、 シーピン  
アメリカ合衆国 60085 イリノイ州 ウォーキーガン ウォーキーガン ロード 1500  
カーディナル ヘルス インコーポレイテッド 気付
- (72)発明者 フー、 シャオチョアン  
アメリカ合衆国 91203 カリフォルニア州 グレンデール グッド アベニュー 207  
エイブリー デニソン コーポレイション 気付
- (72)発明者 チョン、 チョアン シム  
アメリカ合衆国 60085 イリノイ州 ウォーキーガン ウォーキーガン ロード 1500  
カーディナル ヘルス インコーポレイテッド 気付

審査官 松元 洋

- (56)参考文献 特表2003-529648(JP,A)  
特開昭58-129065(JP,A)  
国際公開第2012/014761(WO,A1)  
特開昭60-203603(JP,A)  
特表2003-531268(JP,A)  
特開2006-299260(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 8 F	2 / 0 0	-	2 / 6 0
C 0 8 F	2 2 0 / 0 0	-	2 2 0 / 7 0
C A / R E G I S T R Y ( S T N )			