(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第4191265号
(P4191265)

(45)発行日　平成20年12月3日(2008.12.3)　(24)登録日　平成20年9月26日(2008.9.26)

(51)Int.Cl.		F I		
C09D 183/04	(2006.01)	C09D	183/04	
A61L 17/00	(2006.01)	A61L	17/00	
C08K 5/06	(2006.01)	C08K	5/06	
C08L 83/04	(2006.01)	C08L	83/04	
A61B 17/06	(2006.01)	A61B	17/06	310

請求項の数 9　(全 13 頁)

(21)出願番号　特願平6-119752
(22)出願日　平成6年5月10日(1994.5.10)
(65)公開番号　特開平7-70517
(43)公開日　平成7年3月14日(1995.3.14)
審査請求日　平成13年5月10日(2001.5.10)
審判番号　不服2006-8719(P2006-8719/J1)
審判請求日　平成18年5月1日(2006.5.1)
(31)優先権主張番号　062355
(32)優先日　平成5年5月13日(1993.5.13)
(33)優先権主張国　米国(US)

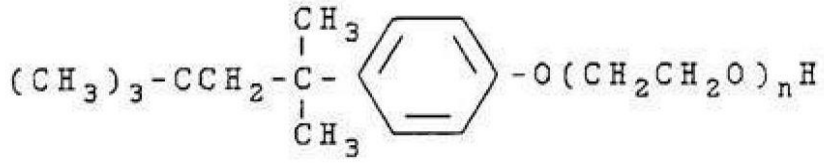
(73)特許権者　300044528
コビディエン　アーゲー
スイス国　シーエイチ　８２１２　ノイハウゼン　アム　ラインファル,　ビクトーボン　ブルーンズ－ストラッセ　１９
(74)代理人　100107489
弁理士　大塩　竹志
(72)発明者　ジヤニア・エス・プラサド
アメリカ合衆国コネチカツト州０６８５４ノーウオーク・ロウエイトンアベニユー４３５
(72)発明者　ダリオ・ビタリ
アメリカ合衆国コネチカツト州０６４６８モンロー・エルムストリート６６５

最終頁に続く

(54)【発明の名称】水性シリコーン被覆用組成物、この組成物による基材の被覆方法およびこの方法により製造した被覆された外科用針

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
ポリジメチルシロキサン；、
ジメトキシシリルジメチルアミノエチルアミノプロピルシリコーン重合体；および
共重合性シクロシロキサン
を含む水性混合物；ならびに
該シロキサンを該水性混合物全体にわたって分散させるのに効果的な量の少なくとも１種の分散剤
を含むシリコーン被覆用組成物であって、ここで、該水性混合物が、該組成物全体の０．５重量％～２０重量％の量の該シロキサンおよび該組成物全体の６５重量％～９７重量％の量の水を含有する、シリコーン被覆用組成物。
【請求項２】
請求項１に記載のシリコーン被覆用組成物であって、ここで、前記分散剤が、以下：プロピレングリコール、式：

【化１】



のオクチルフェノキシポリエトキシエタノールおよびこれらの混合物からなる群より選択され、ここで、ｎは、５～１５の範囲である、シリコーン被覆用組成物。

【請求項３】

請求項２に記載のシリコーン被覆用組成物であって、ここで、前記プロピレングリコールが、０．５重量％～２．０重量％の範囲の量であり、そして前記オクチルフェノキシポリエトキシエタノールが、０．５重量％～２．０重量％の範囲の量である、シリコーン被覆用組成物。

【請求項４】

水性シリコーン被覆用組成物であって、該組成物は、

該組成物全体の０．５重量％～１０．０重量％のジメトキシシリルジメチルアミノエチルアミノプロピルシリコーン重合体；

該組成物全体の０．５重量％～７．０重量％のジメチルシクロシロキサン；

該組成物全体の０．１重量％～２．０重量％のポリジメチルシロキサン；

ポリエチレングリコール；

オクチルフェノキシポリエトキシエタノールおよび

水性担体を含み、ここで、該ポリエチレングリコールおよびオクチルフェノキシポリエトキシエタノールが、該シロキサンを該水性担体全体にわたって分散させるのに効果的な量で、該組成物中に存在し、そしてここで、該水性担体が、該組成物全体の６５重量％～９７重量％の範囲の量の水を含む、水性シリコーン被覆用組成物。

【請求項５】

シリコーンを用いて基材を潤滑させるための方法であって、該方法は、該基材の表面に、水性シリコーン被覆用組成物を適用する工程、および該表面上のシリコーンを硬化させる工程、を包含し、ここで、該水性シリコーン被覆用組成物は、

ポリジメチルシロキサン；

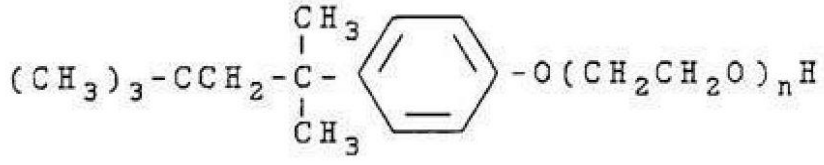
ジメトキシシリルジメチルアミノエチルアミノプロピルシリコーン重合体；および

共重合性シクロシロキサンを含む水性混合物であり、ここで、該水性混合物は、該組成物全体の０．５重量％～２０重量％の量の該シロキサンおよび該組成物全体の６５重量％～９７重量％の量の水を含有する、方法。

【請求項６】

請求項５に記載の方法であって、ここで、前記分散剤が、以下：プロピレングリコール、式：

【化２】



のオクチルフェノキシポリエトキシエタノールおよびこれらの混合物からなる群より選択され、ここで、ｎは、５～１５の範囲である、方法。

【請求項７】

請求項６に記載の方法であって、ここで、前記硬化させる工程が、８０℃～２００℃の範囲の温度で、０．５時間～６時間にわたり実施される、方法。
【請求項８】
前記基材が、外科用針である、請求項５に記載の方法。
【請求項９】
前記水性シリコーン被覆用組成物が、スプレーまたは超音波噴霧により適用される、請求項８に記載の方法。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
本発明は、基材、たとえば縫合針、皮下注射針または剃刀の刃に潤滑性を与えるための水性シリコーン被覆剤組成物を指向するものである。本発明はまた、この種の基材の水性シリコーン組成物による被覆方法および、これにより製造した被覆された外科用針をも指向する。
【０００２】
シリコーン組成物は種々の製品を被覆するために、したがってそれに潤滑性を与えるために使用されている。先行技術は、メチルシロキサンとアミノアルキルシロキサンとの共重合体による、細かな切断刃を有する物品の被覆を記載している。この引用文献は、不活性溶媒担体、たとえばイソプロピルアルコール、トルエンまたはベンゼンの使用を通ずる共重合体の適用を開示している。
【０００３】
また、先行技術は３種の異なる反応性シロキサン重合体と非反応性の潤滑用シロキサン重合体とを含むフィルム形成性組成物の使用をも開示しており、これは基材、たとえば皮下注射針上に適用してその基材の潤滑性を増加させるために適用される。これらの引用文献のフィルム形成性シロキサン組成物は不活性有機溶媒担体、たとえばクロロフルオロカーボン（たとえばデュポン社（ＤｕＰｏｎｔＣｏ．ＤＥ，ＵＳＡ）のフレオン（Ｆｒｅｏｎ^{R}）の商標で知られる物質）を用いて所望の基材に適用される。
【０００４】
先行技術はさらに、アミノアルキルシロキサンと少なくとも１種の他の共重合性のシロキサンとを含む硬化性のシリコーン組成物を外科用針に適用して製造した、被覆された外科用針をも記述している。ジメチルシクロシロキサンとジメトキシシリルジメチルアミノエチルアミノプロピルシリコーン重合体との混合物が、好ましいシリコーン組成物として開示されている。この引用文献は、シリコーン組成物を有機溶媒、たとえばヘキサン、トリクロロトリフルオロエタン、１，１，１－トリクロロエタンまたは鉱物質溶媒中の溶液として外科用針に適用することを示唆している。
【０００５】
さらに、先行技術はシリコーンと溶媒とを含有するシリコーン溶液を針上に沈積させることによる縫合針の被覆方法をも開示している。溶液の適用に続いて、この溶液被覆された針を気体雰囲気に暴露して針の外表面の近傍にシリコーンの層を形成させ、これに接着させる。残留する未接着シリコーンは、溶媒を用いて針から除去する。この引用文献は、例示的なシリコーンとしてはポリジメチルシロキサンを示唆しており、例示的な溶媒としてはアセトン、フレオン^{R}クロロフルオロカーボン、トリクロロエタンまたは塩化メチレンを挙げている。
【０００６】
これまで種々の製品、たとえば縫合針および剃刀の刃に潤滑性を与えるために使用されたシリコーン被覆用溶液は、不活性溶媒担体の存在を必要とする。
【０００７】
しかし、これらの組成物の多くに使用されている有機フルオロカーボン溶媒は大気のオゾン層に対して有害であることが知られており、その使用が世界的な協定により排除されつつある。加えて、公知の被覆用組成物に使用されている他の有機溶媒は毒性があるか、または環境的に有害である。公知のシリコーン被覆用組成物に使用されている有機溶媒はま

た、特にこれらの組成物の大きな百分率を占めるので、これらの組成物の経費も増加させる。

【０００８】

有機溶媒担体を実質的に使用することなく縫合針のような基材の効果的な潤滑に使用し得る、新規な水性シリコーン被覆用組成物を提供することが本発明の目標である。

【０００９】

水性シリコーン被覆用組成物を基材に適用し、その後、このシリコーンを基材上で硬化させることによる基材の潤滑方法を提供することが、本発明のその他の目標である。

【００１０】

針を水性シリコーン被覆用組成物で被覆し、その上でシリコーンを硬化させる方法により製造した、優れた潤滑性を有する縫合針を提供することも本発明の目標である。

【００１１】

本発明は、非反応性のポリジメチルシロキサン、反応性のシロキサン重合体および、上記のシロキサン類を水溶液の全体にわたって分散させるのに効果的な量の少なくとも１種の分散剤の水溶液を含むシリコーン被覆用組成物に関するものである。シロキサンが水には容易に溶解しないことは周知されているが、本件発明者らは、分散剤の使用を通じて水担体中に微細に分散させたシロキサンの混合物が効果的な潤滑剤組成物である水基剤のシリコーン被覆用組成物を与えることを見いだした。有意なことには、本発明記載の水性シリコーン被覆用組成物は実質的に有機溶媒担体を含有していない。実質的に含有しないとは圧倒的に大部分の担体が水であることを意味するが、少量の、すなわち組成物の全重量の約１５パーセントまでの有機溶媒は許容される。好ましくは、有機溶媒の最大量は組成物の全重量の１０パーセントである。

【００１２】

水性シリコーン被覆用組成物の反応性シロキサン重合体がアミノアルキルシロキサンと少なくとも１種の他の共重合性のシロキサン、たとえばポリアルキルシロキサンまたはシクロシロキサンとの混合物であることが好ましい。本発明記載の水性シリコーン被覆用組成物は、好ましくはシクロシロキサンを含有する。さらに、本発明記載の好ましい被覆用組成物はポリエチレングリコールと分散剤としてのオクチルフェノキシポリエトキシエタノールとの混合物を含有するであろう。

【００１３】

本発明はさらに、そのポリエチレングリコールおよびオクチルフェノキシポリエトキシエタノールがシロキサンを水性担体全体を通じて分散させるのに効果的な量、組成物中に存在する、基本的にアミノアルキルシロキサン、ジメチルシクロシロキサン、非反応性のポリジメチルシロキサン、ポリエチレングリコール、オクチルフェノキシポリエトキシエタノールおよび水性担体よりなる水性シリコーン被覆用組成物をも指向するものである。

【００１４】

本発明の他の態様は、水性シリコーン被覆用組成物を基材の表面に適用し、そこでシリコーンを硬化させることによる基材の潤滑方法に関するものである。本発明記載の潤滑方法に使用し得る水性シリコーン被覆用組成物は、少なくとも１種のシロキサン重合体とそのシロキサンを組成物の水性担体の全体にわたって基本的に分散させるのに効果的な量の少なくとも１種の分散剤とを持たなければならない。シロキサン重合体は重合性のシロキサンまたは非反応性のシロキサン、たとえばポリジメチルシロキサンであってもよい。好ましくは重合性のシロキサンの混合物を、本件方法に使用する水性シリコーン被覆用組成物に使用する。重合性のシロキサンと非反応性のシロキサンとの混合物が最も好ましい。本件組成物はスプレー、浸漬、ウィッキングのような方法で、または超音波噴霧法により適用することができる。このようにして基材の表面に適用した組成物は、組成物中に存在する反応性シロキサンの少なくとも若干を重合させて硬化させ、得られるシリコーン重合体を基材の表面に接着させることができる。

【００１５】

本発明のその他の態様は、水性シリコーン被覆用組成物を外科用針に適用し、そのシリコ

ーンをその外科用針の上で硬化させて製造した、潤滑された外科用針を指向するものである。実質的に有機溶媒担体を含有しない水性シリコーン被覆用組成物で潤滑した外科用針は優れた潤滑性を示す。本発明記載の水性シリコーン組成物で被覆した外科用針の貫通性能および引抜き性能は通常の方法により、すなわち有機溶媒担体を用いて被覆したものと同等である。その上、処理した外科用針は未被覆針、またはエチコン社（Ｅｔｈｉｃｏｎ Ｉｎｃ．，Ｎ．Ｊ．，ＵＳＡ）から市販されているシリコーン被覆ＦＳ－２針のものを超える特に改良された性能を示す。

【００１６】

【発明の記述】

本発明記載の水性シリコーン被覆用組成物は、非反応性のポリジメチルシロキサン、反応性のシロキサン重合体および少なくとも１種の分散剤を含む水溶液である。本発明記載の組成物の好ましい反応性シロキサン重合体は少なくとも２種の共重合性のシロキサン、たとえばポリアルキルシロキサンまたは、最も好ましくはシクロシロキサンの混合物である。存在するシロキサンの全量は、全組成物の重量を基準にして約０．５ないし２０重量パーセント（本件明細書中では、以後％ｗ／ｗと表記する）である。これと異なる指示のない限り、本件明細書中で述べる全ての重量百分率は水性組成物の全重量を基準にするものである。より特定的には、通常は約０．１ないし２．０％ｗ／ｗの非反応性のポリジメチルシロキサンと約０．５ないし１０．０％ｗ／ｗのアミノアルキルシロキサンとを組成物中に使用する。付加的な共重合性のシロキサン、たとえばシクロシロキサンを使用する場合には、これは好ましくは約０．５ないし７．０％ｗ／ｗの量存在する。一般には、組成物中に存在するシリコーンの全量を調節して、可能なシリコーンの最少量を使用して本件組成物を使用する特定の応用面に必要な潤滑度を与えることが望ましい。

【００１７】

本発明記載の組成物に使用し得るアミノアルキルシロキサンとポリアルキルシロキサンとの適当な混合物は先行技術に記載されている。この混合物は、（ａ）約５－２０重量パーセントの式

$$Q_2N(CH_2)_3SiY_bO_{(3-a-b)/2} \qquad I$$

（Rは式中の置換基）

式中、Ｒは６個を超えない数の炭素原子を含有する低級アルキル基であり；Ｙは－ＯＨ基およびそのＲ’が３個を超えない数の炭素原子の低級アルキル基である－ＯＲ’基よりなるグループから選択したものであり；Ｑは水素、$-CH_3$および$-CH_2CH_2NH_2$よりなるグループから選択したものであり；ａは０または１の値を有し、ｂは０または１の値を有し、ａ＋ｂの合計は０、１または２の値を有する

のアミノアルキルシロキサンと、（ｂ）約８０ないし９５重量パーセントの式

$$R''SiO_{(3-c)/2} \qquad II$$

（CH_3）

式中、Ｒ”は－ＯＨ基および$-CH_3$基よりなるグループから選択したものであり、ｃは１または２の値を有する

のメチル置換シロキサンとを含有する。

【００１８】

好ましくは、１種または２種以上のシクロシロキサンを上記の混合物のメチル置換シロキサン（ｂ）に置き換えることができる。本件組成物中に使用し得るシクロシロキサンの例は先行技術に記載されている。

【００１９】

本発明に使用するアミノアルキルシロキサンおよび付加的な共重合性シロキサン、すなわちシクロシロキサンの特に好ましい供給源は、ＭＤＸ－４－４１５９流体（“ＭＤＸ流体（ＭＤＸＦｌｕｉｄ）”）（ダウコーニング社（ＤｏｗＣｏｒｎｉｎｇＣｏｒｐｏｒａｔｉｏｎ，Ｍｉｃｈｉｇａｎ，ＵＳＡ）の商品名）である。ＭＤＸ流体は、ジメチルシクロシロキサンとジメトキシシリルジメチルアミノエチルアミノプロピルシリコーンの重合体とをストッダード溶媒（鉱物質溶媒）とイソプロピルアルコールとの混合物に溶解させた５０パーセントの活性溶液である。本明細書記載の被覆用組成物に使用するＭＤＸ流体の量は、好ましくは約１．０ないし２０％ｗ／ｗの範囲の量である。３６０医学流体（３６０ＭｅｄｉｃａｌＦｌｕｉｄ）（ダウコーニングの商品名）（３６０医学流体は非水性のポリジメチルシロキサンよりなるものである）の乳濁液である３６５医学規格乳濁液（３６５Ｍｅｄｉｃａｌ－ＧｒａｄｅＥｍｕｌｓｉｏｎ）（ダウコーニングの商品名）が本件被覆用組成物に使用する非反応性ポリジメチルシロキサンの特に好ましい供給源である。３６５医学規格乳濁液は特に、約３５％のポリジメチルシロキサン、１％のプロピレングリコール、２％のオクチルフェノキシポリエトキシエタノールおよび１％のラウリン酸ソルビタンを水中に含有する。３６５医学規格乳濁液は好ましくは水性シリコーン被覆用組成物中に約０．５ないし１５％ｗ／ｗの範囲の量存在する。

【００２０】

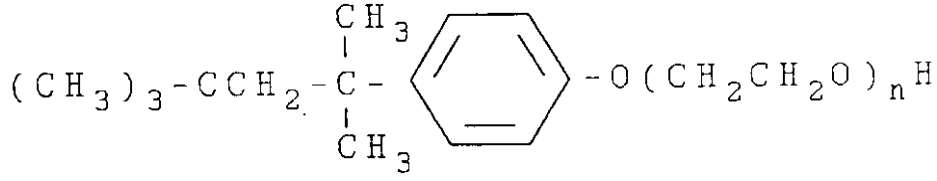
本発明記載の被覆用組成物に必要な分散剤は、水性混合物または担体の全体にわたってシロキサンを基本的に分散させる。懸濁液の形状の水性混合物の全体にわたってシロキサンの基本的に均一な分散を促進する、乳化剤を含むいかなる分散剤も本発明記載の水性組成物に使用することができる。一般的な型のアニオン性の、カチオン性の、または非イオン性の乳化剤のいかなるものも、本発明における分散剤として使用することができる。これらの分散剤には、アニオン性の界面活性剤、たとえば脂肪酸またはアルカンスルホン酸の塩、およびポリエーテル基、糖誘導体またはプロピレングリコールを基剤とする非イオン性のものが含まれる。これらの分散剤または分散剤の混合物は、本件水性混合物中でシロキサンの均一な分散を得るのに効果的な量使用しなければならない。

【００２１】

好ましくは、上記の分散剤はプロピレングリコールとオクチルフェノキシポリエトキシエタノール、たとえばＧＡＦ社（ＧＡＦＣｏ．，Ｎ．Ｊ．（またはＮ．Ｙ．），ＵＳＡ）の商品名であるイゲパール（ＩＧＥＰＡＬ^{R}）ＣＯ－６３０との混合物である。このオクチルフェノキシポリエトキシエタノール分散剤は、式中のｎが約５ないし１５の範囲である式：

【００２２】

【化２】



【００２３】

により表される。最も好ましい分散剤イゲパール^{R}ＣＯ－６３０は、そのｎが９ないし１０であるオクチルフェノキシポリエトキシエタノールである。

【００２４】

最も好ましくは、プロピレングリコールは０．５ないし２．０％ｗ／ｗの範囲の量存在し、イゲパール^{R}ＣＯ－６３０も０．５ないし２．０％ｗ／ｗの範囲の量存在する。

【００２５】

本件被覆用組成物は、シロキサンと分散剤とを水性担体中に分散させて製造する。好ましくは、この水性担体は全組成物の約６５ないし９７重量パーセントであろう。この組成物は、各成分を水溶液中にシロキサンの均一な分散が得られるようないかなる手法で混合し

ても製造することができるが、分散剤をシロキサンと混合し、ついで、このシロキサン／分散剤混合物を脱イオン水で希釈して水性シリコーン被覆用組成物を得る手法が好ましい。本件被覆用組成物のｐＨは、必要に応じて、シロキサンの分散または最終的な重合を妨害しないいずれかの酸または塩基を添加して調節することができる。

【００２６】

基剤を潤滑する本発明記載の方法は、水性シリコーン被覆用組成物をその基材に適用し、シリコーンを基材上で硬化させる段階を含む。少なくとも１種のシロキサン重合体とそのシロキサンを水性担体の全体にわたって分散させるのに効果的な量存在する少なくとも１種の分散剤を有するいかなる水性シリコーン組成物も、本件方法に使用することができる。この方法に使用する水性組成物中に存在するシロキサンは、反応性の重合性シロキサンであっても非反応性のシロキサンであってもよい。好ましくは、本件水性組成物はＭＤＸ流体中に見られるものと同様の重合性シロキサンの混合物を含有するであろう。他方、本件水性組成物は非反応性のシロキサン、たとえば３６５医学規格乳濁液に含有されている非反応性のポリジメチルシロキサンのみを含有していてもよいが、本発明記載の潤滑方法に使用する最も好ましい水性シリコーン組成物は上記の新規な水性シリコーン被覆用組成物である。

【００２７】

本件水性シリコーン被覆用組成物は、たとえばスプレー、浸漬、ウィッキング（ｗｉｃｋｉｎｇ）によるか、または超音波噴霧により基材に適用することができる。処理する基材を水性シリコーン組成物で十分に被覆するいかなる型の適用も、この方法に使用することができる。

【００２８】

処理した基材上に最終的に存在するシリコーン重合体の量は、本件水性シリコーン被覆用組成物を基材に適用する時間を変えて制御することができる。たとえば本件水性組成物を超音波噴霧により適用するならば、基材の潤滑性は噴霧雰囲気を通じて基材を多回通過させて増加させることができる。同様に、スプレー中には適用時間を、また、浸漬の場合には暴露時間を延長して潤滑性の増加を達成することができる。適用時間は、使用する適用の型および処理される基材に必要な潤滑性の度合いに応じて変化するであろう。一般には、より大きな潤滑性が必要であれば被覆を厚くする。

【００２９】

被覆用組成物に使用した反応性シロキサンの硬化は、当該技術で周知されている通常の方法により達成される。たとえば炉中の、または無線周波数の適用による熱硬化が有用な硬化方法である。被覆用組成物中のシロキサンの少なくとも若干の重合が得られるいかなる硬化方法も適用可能である。炉硬化の場合には、組成物の正確な配合に応じて、被覆された基材を約８０ないし２００℃の範囲の温度で約０．５ないし６時間の範囲の時間加熱することが好ましい。硬化の温度および時間を最適化して組成物中に存在する反応性シロキサンの重合、重合したシリコーンの基材への接着、および水性担体の除去を達成する。

【００３０】

本件潤滑方法は、金属またはプラスチックのような乾燥潤滑を必要とするいかなる基材にも使用することができる。スプレーまたは噴霧が浸漬のような方法以上に縫合保持強度を改良することが見いだされているので、特にこれらの適用方法により適用する場合に、外科用針の潤滑に特に有用であることが見いだされている。本発明記載の方法により潤滑した外科用針は、動物組織中の多回通過適用において、有機溶媒担体中のシロキサンを使用する先行の被覆技術と比較して同様の潤滑度を示す。

【００３１】

本発明はまた、水性シリコーン被覆用組成物を外科用針に適用し、そのシリコーンを針上で硬化させる方法により製造した潤滑された外科用針をも指向する。好ましくは、潤滑された外科用針は上記の新規な水性シリコーン被覆用組成物、すなわち非反応性のポリジメチルシロキサン、反応性のシロキサン重合体、およびこれらのシロキサンを水溶液の全体にわたって分散させるのに効果的な量の少なくとも１種の分散剤を含む水溶液を用いて製

造する。本件新規水溶液被覆用組成物は最も好ましくは、得られる潤滑された縫合針が強調された縫合保持強度を示すように、スプレーまたは噴霧により適用する。本発明記載の潤滑された外科用針は、有機溶媒担体中のシリコーンで潤滑された先行技術の針と同等の、被覆されていない針および市販のシリコーン被覆針（エチコン社のＦＳ－２）より優れた貫通性能と引抜き性能とを示す。

【００３２】

上記のように、本発明記載の外科用針の潤滑性は水性シリコーン被覆用組成物の適用度を変えて、または被覆用組成物のシリコーン濃度を変えて増加させることができる。たとえば、全量約１．０ないし１．５％ｗ／ｗの範囲のシリコーンを含有する水性シリコーン被覆用組成物で潤滑された心臓血管外科用針を製造することが好ましい。他方、大形の外科用針は、好ましくは全量約１０．０ないし１５．０％ｗ／ｗの範囲のシリコーンを含有する水性シリコーン被覆用組成物で被覆する。

【００３３】

以下の実施例は本発明のある種の好ましい具体例の説明として意図されたものであって、本発明の限定は意図されていない。以下の実施例においては、全ての量は全組成物に対する重量パーセントで表してある。

【００３４】

【実施例】

実施例Ｉ

以下の水性シリコーン組成物を製造した：

組成	量
３６５医学規格乳濁液＋	２．４１
ＭＤＸ４－４１５９流体＋＋	１０．８４
プロピレングリコール	１．２０
イゲパールＣＯ－６３０	１．２０
水	８４．３５
	１００．００

＋３６５医学規格乳濁液－３５％のポリジメチルシロキサン、１％のプロピレングリコール、２％のオクチルフェノキシポリエトキシエタノールおよび水中１％の一ラウリン酸ソルビタン。

【００３５】

＋＋ＭＤＸ４－４１５９流体－ストッダード溶媒（鉱物質溶媒）とイソプパノールとの混合物中の５０％のジメチルシクロシロキサンとジメトキシシリルジメチルアミノエチルアミノプロピルシリコーンの重合体。

【００３６】

プロピレングリコール（２ｇ）とイゲパールＣＯ－６３０（２ｇ）とをＭＤＸ４－４１５９流体（１８ｇ）に添加した。この混合物に、撹拌しながら３６５医学規格乳濁液（４ｇ）を添加し、続いて水（１４０ｇ）を添加して均一な乳濁液を形成させた。この水性シリコーン含有被覆用組成物は、約６．３重量％のシリコーンを含有していた。

【００３７】

比較例ＩＩ

３６０医学流体とＭＤＸ４－４１５９流体とをトリクロロトリフルオロエタンであるフレオンＴＲ^{R}に溶解させて、非水性のシリコーン被覆用組成物を製造した。得られた有機担体基剤の被覆用組成物は７．５％のシリコーンを含有していた。

【００３８】

実施例ＩＩＩ

実施例Ｉで製造した水性シリコーン被覆用組成物（水溶液＃１）を被覆用ブース中でスプレーして一群のＴ－１２針（シュルズル社（ＳｕｌｚｌｅＩｎｃ．，Ｎ．Ｙ．，ＵＳＡ）に適用した。比較例ＩＩの７．５％シリコーン／フレオン^{R}溶液（溶液＃２）を、同様にしてＴ－１２針の第２の組に適用した。双方のグループの針を炉中で同時に、約１２５℃で約２時間硬化させた。これらの針の貫通性能および引抜き性能を評価し、その結果は下の表１に概括してある。これらの結果は、本発明記載の水性シリコーン被覆用組成物で潤滑した針が、有機溶液担体を含有する先行技術の被覆用組成物で被覆した針との比較で引抜き性能において優れており、貫通力においてほぼ同等に効率的であることを示している。

【００３９】

【表１】

表１

被覆の評価（Ｔ－１２針）

		引抜き力、グラム			貫通力、グラム		
針	溶液	平均値	Ｓ.Ｄ.	範囲	平均値	Ｓ.Ｄ.	範囲
T-12	*#2	90.0	10.0	68－112	152.8	17.5	120－172
T-12	#1	83.7	6.4	68－ 96	145.3	15.2	120－172

*＃２は、比較例ＩＩの７．５％シリコーン／フレオン^{R}溶液を表す

引抜き力は５本の針、針ごとに２．４ｍｍのゴム中の１０回の貫通を基礎に置く平均値である。貫通力は５本の針、針ごとに２．４ｍｍのゴム中の３回の貫通を基礎に置く平均値である。

【００４０】

全ての針は非結合、かつ未滅菌のものである。

【００４１】

Ｓ．Ｄ．－標準偏差

実施例ＩＶ

非結合ＣＥ－４針（シュルズル社）を４個のグループに分割した。第１のグループは比較例ＩＩのシリコーン－フレオン^{R}溶液＃２で被覆した。第２のグループは超音波噴霧した実施例Ｉの溶液＃１の流れの下を１回通過させて被覆した。第３のグループは噴霧した溶液＃１に２回暴露した。水性組成物の超音波噴霧はソニック・アンド・マテリアルズ社（ＳｏｎｉｃＡｎｄＭａｔｅｒｉａｌｓＣｏｍｐａｎｙ，Ｃｏｎｎｅｃｔｉｃｕｔ，ＵＳＡ）の超音波噴霧装置の使用を通じて達成した。第４のグループの針は被覆しないままに放置した。被覆した針は全て、約１２５℃で約２時間硬化させた。被覆した針の３種のグループ、被覆しない針のグループおよび市販の針（エチコン社のＦＳ－２）のグループを貫通力および引抜き力の試験にかけた。これらの試験の結果は、下の表２および３に概括してある。

【００４２】

【表２】

表２

鋭利さの評価

		貫通力、グラム		
針	被覆用溶液／条件	平均値	Ｓ．Ｄ．	範囲
ＣＥ-4	＊＃2	180.0	26.5	90－220
ＣＥ-4	非被覆	261.0	48.3	170－340
ＣＥ-4	＃1／1回通過	194.3	56.4	140－390
ＣＥ-4	＃1／2回通過	173.0	34.7	110－250
ＦＳ-2	－－－－－	399.0	120.3	180－590

＊＃２は、比較例ＩＩの７．５％シリコーン／フレオン^{R}溶液を表す
平均値は１０本の針、針ごとに厚いウサギの皮を３回通過させた値を基礎に置いている。

【００４３】
ＦＳ－２針を除く全ての針が非結合のものである。
【００４４】
【表３】

Ｓ．Ｄ．－標準偏差

表３

引抜きの評価

		貫通力、グラム			
針	被覆用溶液／条件	平均値	Ｓ．Ｄ．	範囲	貫通比
ＣＥ-4	＊＃２	64.4	16.3	90－220	1.91
ＣＥ-4	非被覆	392.2	118.2	170－340	1.04
ＣＥ-4	＃1／1回通過	157.4	69.8	140－390	3.76
ＣＥ-4	＃1／2回通過	112.0	37.0	110－250	3.15
ＦＳ-2	－－－－－	192.3	162.3	180－590	5.57

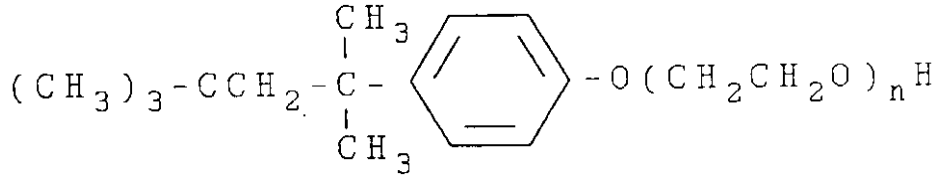
＊＃２は、比較例ＩＩの７．５％シリコーン／フレオン^{R}溶液を表す
平均値は５本の針、針ごとに２．４ｍｍのゴムを１０回通過させた値を基礎に置いている。

【００４５】
ＦＳ－２針を除く全ての針が非結合のものである。
【００４６】
Ｓ．Ｄ．－標準偏差
これらのデータは、水性シリコーン被覆用組成物で被覆した針が被覆していない針またはエチコン針と比較して優れた貫通性能と引抜き性能とを有することを示している。これらのデータはまた、本発明記載の水性シリコーン被覆用組成物で被覆した針が貫通力においてはシリコーン－フレオン^{R}組成物で被覆した針と同等であるが、引抜き性能においては後者の針と同様には効率的でないことをも示している。しかし、これらのデータはまた、噴霧された水性シリコーン被覆用組成物を通ずる針の多回通過がこれらの針の潤滑性を増加させることをも示している。
【００４７】
被覆した針と被覆していない針とのそれぞれから選択した針に関して走査電子顕微鏡法（ＳＥＭ）を実行した。ＳＥＭ分析は、フレオン^{R}－シリコーン組成物で被覆した針の表面が最大量のシリコーンを含有することを示した。水性シリコーン被覆用組成物で２回被覆した針は、より少ないが検出可能な量のシリコーンを有していた。他方、水性組成物で１回被覆したのみの針はＳＥＭによっては被覆していない針と実際に識別可能ではなかった。このＳＥＭデータは、針の貫通特性を改良するには極めて少量のシリコーンが必要であるに過ぎないが、一方では、引抜き性能を改良するにはより多量のシリコーンが必要であることを示していると考えられる。

【００４８】
実施例Ｖ
以下の水性シリコーン組成物を製造することができる：

組成	量
３６５医学規格乳濁液	３．５６
ＭＤＸ４－４１５９流体	１２．５０
プロピレングリコール	１．２５
イゲパールＣＯ－６３０	１．２５
脱イオン水	８１．４４
	１００．００

ＭＤＸ４－４１５９流体（２０．０ｇ）をプロピレングリコール（２ｇ）およびイゲパールＣＯ－６３０（２ｇ）と混合する。この混合物に３６５医学規格乳濁液（５．７ｇ）を添加する。ついで、このシロキサン／乳化剤混合物を脱イオン水（１３０．３ｇ）と混和し、磁気撹拌機を用いて水性担体中のシロキサンの微細な乳濁液が得られるまで混合する。この水性シリコーン含有被覆用組成物は７．５重量％のシリコーンを含有している。
【００４９】
本発明の他の変法および改良は当業者には明らかであろう。本発明は、請求項に示したものを除いて限定されるものではない。
【００５０】
本発明の主なる特徴および態様は以下のとおりである。
【００５１】
１．非反応性のポリジメチルシロキサン、反応性のシロキサン重合体および、上記のシロキサン類を水溶液の全体にわたって分散させるのに効果的な量の少なくとも１種の分散剤の水溶液を含むシリコーン被覆用組成物。
【００５２】
２．上記の反応性のシロキサン重合体が少なくとも１種の共重合可能なシロキサンを含むことを特徴とする１記載の被覆用組成物。
【００５３】
３．上記の被覆用組成物中の上記のシリコーンが組成物の約０．５ないし２０重量パーセントの範囲であり、かつ／または上記の水性混合物が全組成物の約６５ないし約９７重量パーセントの範囲の量の水を含有することを特徴とする１記載の被覆用組成物。
【００５４】
４．水性シリコーン被覆用組成物が水性シリコーン重合体、および上記のシロキサンを水溶液の全体にわたって分散させるのに効果的な量の少なくとも１種の分散剤であることを特徴とする、水性シリコーン被覆用組成物を基材の表面に適用し、この表面上でシリコーンを硬化させる段階を含む、シリコーンによる基材の潤滑方法。
【００５５】
５．上記のシリコーン重合体が非反応性のポリジメチルシロキサンおよび／または反応性のシロキサンの重合体であることを特徴とする４記載の方法。
【００５６】
６．上記の分散剤がプロピレングリコール、式中のｎが約５ないし１５の範囲である式：
【００５７】
【化３】



【００５８】
のオクチルフェノキシポリエトキシエタノール、およびこれらの混合物よりなるグループから選択したものであることを特徴とする１もしくは２記載の被覆用組成物または５記載の方法。

【００５９】
７．上記の硬化段階を約８０ないし２００℃の範囲の温度で約０．５ないし６時間実施することを特徴とする６記載の方法。

【００６０】
８．上記の基材が外科用針であることを特徴とする４記載の方法。

【００６１】
９．上記の水性シリコーン被覆用組成物をスプレーまたは超音波噴霧により適用することを特徴とする８記載の方法。

【００６２】
１０．上記の水性シリコーン組成物中の上記のシリコーンが組成物の約０．５ないし２０重量パーセントの範囲であることを特徴とする４記載の方法。

【００６３】
１１．４記載の方法により製造した潤滑された外科用針。

フロントページの続き

合議体
審判長　原　健司
審判官　鈴木　紀子
審判官　坂崎　恵美子

(56)参考文献　特開平０５－０７８５８４（ＪＰ，Ａ）
特開平０４－０４１７８０（ＪＰ，Ａ）
特開昭６１－００６１５２（ＪＰ，Ａ）
特開昭６０－００８３７４（ＪＰ，Ａ）
特開昭６４－０６６２７０（ＪＰ，Ａ）
特開平０４－２６６７４９（ＪＰ，Ａ）
特開昭６１－２８８６６１（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
C09D183/00-183/16,C09D5/00-5/46