

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4885652号
(P4885652)

(45) 発行日 平成24年2月29日 (2012. 2. 29)

(24) 登録日 平成23年12月16日 (2011. 12. 16)

(51) Int. Cl.

F I

GO 1 N 15/08 (2006. 01)

GO 1 N 15/08

C

請求項の数 11 (全 20 頁)

(21) 出願番号 特願2006-226881 (P2006-226881)
 (22) 出願日 平成18年8月23日 (2006. 8. 23)
 (65) 公開番号 特開2007-86062 (P2007-86062A)
 (43) 公開日 平成19年4月5日 (2007. 4. 5)
 審査請求日 平成20年9月25日 (2008. 9. 25)
 (31) 優先権主張番号 特願2005-246300 (P2005-246300)
 (32) 優先日 平成17年8月26日 (2005. 8. 26)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000001959
 株式会社 資生堂
 東京都中央区銀座7丁目5番5号
 (73) 特許権者 000004503
 ユニチカ株式会社
 兵庫県尼崎市東本町1丁目50番地
 (74) 代理人 100070150
 弁理士 伊東 忠彦
 (72) 発明者 高橋 俊
 神奈川県横浜市都筑区早渕2-2-1 株
 式会社資生堂 リサーチセンター (新横浜
) 内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法、生分解性樹脂を含む材料の処理方法、生分解性樹脂を含む材料、及び生分解性樹脂成形体

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

樹脂を含む材料の動的粘弾性測定による損失正接を用いて、該樹脂を含む材料を透過する流体の透過性を評価することを特徴とする、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法。

【請求項 2】

前記樹脂を含む材料の動的粘弾性測定による損失正接は、前記樹脂を含む材料の相転移点における前記樹脂を含む材料の動的粘弾性測定による損失正接であることを特徴とする請求項 1 に記載の樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法。

【請求項 3】

前記樹脂を含む材料の相転移点における前記樹脂を含む材料の動的粘弾性測定による損失正接は、前記樹脂を含む材料の α 転移点における前記樹脂を含む材料の動的粘弾性測定による損失正接であることを特徴とする請求項 2 に記載の樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法。

【請求項 4】

前記樹脂を含む材料の α 転移点における前記樹脂を含む材料の動的粘弾性測定による損失正接が、0.2 以下であるか否かを判別することを含むことを特徴とする、請求項 3 に記載の樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法。

【請求項 5】

前記樹脂を含む材料の α 転移点における前記樹脂を含む材料の動的粘弾性測定による損失

10

20

正接が、0.16以下であるか否かを判別することを含むことを特徴とする、請求項4に記載の樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法。

【請求項6】

前記樹脂を含む材料は、生分解性樹脂を含むことを特徴とする、請求項1乃至5のいずれか一項に記載の樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法。

【請求項7】

前記生分解性樹脂は、ポリ乳酸を含むことを特徴とする、請求項6に記載の樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法。

【請求項8】

前記生分解性樹脂を含む材料は、90 以上140 以下の温度で5分以上加熱処理されたものである、請求項6又は7に記載の樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法。

10

【請求項9】

前記生分解性樹脂を含む材料は120 以上140 以下の温度で5分以上加熱処理されたものである、請求項8に記載の樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法。

【請求項10】

前記生分解性樹脂を含む材料は90 以上140 以下の温度で30分以上加熱処理されたものである、請求項6又は7に記載の樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法。

【請求項11】

20

前記生分解性樹脂を含む材料は120 以上140 以下の温度で30分以上加熱処理されたものである、請求項8に記載の樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法、生分解性樹脂を含む材料の処理方法、生分解性樹脂を含む材料、及び生分解性樹脂成形体に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、環境保護の観点から、化粧品用の容器などの生活消費財には、微生物によって分解され得る生分解性樹脂を利用することが、提案されている。一方、容器の材料及び包装用の材料などについては、容器に収容される物質及び包装される物質が、空気中の酸素によって酸化されることによって、及び、空気中の水分を吸収又は吸着することによって、変質することを低減することが、要求される。このため、容器の材料及び包装用の材料は、空気中の酸素及び水分が、容器中に透過することを遮断する性能（ガス・水分バリア性）を備えた材料であることが、望まれる。しかしながら、従来の生分解性樹脂における、空気中の酸素及び水分の透過を遮断する性能が低く、従来の生分解性樹脂を、容器及び包装に用いることは、好ましくない。

30

【0003】

そこで、生分解性樹脂を含む材料のガス・水分バリア性を向上させるために、生分解性樹脂に微小な添加物を分散させたナノコンポジットが、提案されている。例えば、特許文献1には、乳酸を主たる繰り返し単位とするポリエステル及び膨潤性層状珪酸塩からなる生分解性ガスバリア材料が開示されている。このような分解性樹脂に微小な添加物を分散させたナノコンポジットにおいては、生分解性樹脂に分散した微小な添加物が、空気中の酸素及び水分が生分解性樹脂を透過することを、阻害する。このようにして、生分解性樹脂中に分散した微小な添加物の空気中の酸素及び水分の透過を遮断する性能によって、分解性樹脂に微小な添加物を分散させたナノコンポジットのガス・水分バリア性を向上させることができる。

40

【0004】

しかしながら、生分解性樹脂に微小な添加物を分散させたナノコンポジットにおいては

50

、生分解性樹脂に分散した微小な添加物によって、空気中の酸素及び水分が生分解性樹脂を透過することを阻害するのであって、生分解性樹脂それ自体のガス・水分バリア性は、改善されてない。

【0005】

なお、非特許文献1には、ナイロン-6にモンモリロナイトを配合したナイロン/クレイコンポジットの試験品を用いて、加熱温度100、加熱時間が最大240時間の加熱老化試験を実施し、加熱老齢試験を終えた試験品に対して行った動的粘弾性として $\tan \delta_{max}$ の測定の結果が開示されている。

【0006】

また、生分解性樹脂のガス・水分バリア性を向上させるために、生分解性樹脂を熱処理することによって生分解性樹脂の結晶化度を調整した生分解性樹脂も、提案されている。ここで、生分解性樹脂の結晶化度とは、生分解性樹脂の全体に対する結晶部の割合を意味する。すなわち、生分解性樹脂を、生分解性樹脂の結晶化温度より高い温度まで加熱し、その後冷却すると、生分解性樹脂は、結晶化する。そして、空気中の酸素及び水分は、生分解性樹脂の非晶部を相対的に容易に透過するが、分子が密に且つ規則的に配列した結晶部を容易に透過することはできない。このようにして、生分解性樹脂を熱処理することによって、生分解性樹脂における結晶部の割合を増加させ、生分解性樹脂のガス・水分バリア性を向上させることができる。

【0007】

しかしながら、生分解性樹脂の結晶化度を調整することによって改善される生分解性樹脂のガス・水分バリア性は、生分解性樹脂を結晶化させる結晶化処理の条件に大きく依存し、生分解性樹脂の結晶化度と生分解性樹脂のガス・水分バリア性との間の相関は、高くない。すなわち、生分解性樹脂が、同様の結晶化度を有していても、生分解性樹脂のガス・水分バリア性が、大きく異なることがある。よって、実際には、生分解性樹脂のガス・水分バリア性を、生分解性樹脂の結晶化度によって評価することは、不十分である。

【0008】

さらに、特許文献2には、メタキシリレンアジパミド単位、メタキシリレンイソフタリミド単位およびメタキシリレンテレフタリミド単位からなる群より選ばれたアミド繰り返し単位の少なくとも1つを樹脂全体に対して少なくとも20モル%以上含むポリアミド樹脂からなり、25、相対湿度100%における非晶部の吸水率が8重量%以下であり、かつ、周波数10Hzおよびひずみ0.05%の条件下に引張りモードで測定した動的粘弾性の温度分散スペクトルにおける β 緩和の活性化エネルギーが18kJ/mol以下であることを特徴とするガスバリア性に優れたポリアミド樹脂が開示されている。

【0009】

しかしながら、特許文献2に開示される先行技術は、ガスバリア性に優れたポリアミド樹脂を提供するものであり、一般的な生分解性樹脂を含む材料のガス・水分バリア性を向上させる技術を開示するものではなく、一般的な生分解性樹脂を含む材料のガス・水分バリア性を評価する技術も開示していない。特に、ポリ乳酸のような生分解性樹脂を含む材料のガス・水分バリア性を向上させる又は評価する技術は、開示も示唆もされていない。

【特許文献1】特開2002-338796号公報

【特許文献2】特開平9-95532号公報

【非特許文献1】Polymer Preprints, Japan Vol. 53, No. 2 (2004) 第3652頁 - 第3653頁

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

本発明の目的の一つは、樹脂を含む材料を透過する流体の透過性をより適切に評価することが可能な、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法を提供することである。

【0011】

本発明の別の目的は、生分解性樹脂を含む材料を透過する流体の透過性をより適切に低

10

20

30

40

50

減することが可能な、生分解性樹脂を含む材料の処理方法を提供することである。

【0012】

本発明のさらに別の目的は、透過する流体の透過性がより適切に低減された、生分解性樹脂を含む材料を提供することである。

【0013】

本発明のさらに別の目的は、透過する流体の透過性がより適切に低減された、生分解性樹脂成形体を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0014】

本発明の第一の態様は、樹脂を含む材料の動的粘弾性測定による損失正接を用いて、該樹脂を含む材料を透過する流体の透過性を評価することを特徴とする、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法である。

10

【0015】

参考例は、生分解性樹脂を含む材料を、90 以上140 以下の温度で5分以上、好ましくは30分以上加熱することを特徴とする、生分解性樹脂を含む材料の処理方法である。

【0016】

本発明の第二の態様は、生分解性樹脂を含む材料であって、当該生分解性樹脂を含む材料の α 転移点における当該生分解性樹脂を含む材料の動的粘弾性測定による損失正接が、0.2以下であることを特徴とする、生分解性樹脂を含む材料である。

20

【0017】

本発明の第三の態様は、生分解性樹脂を含む材料であって、当該生分解性樹脂を含む材料の α 転移点における当該生分解性樹脂を含む材料の動的粘弾性測定による損失正接が、0.2以下であることを特徴とする、生分解性樹脂を含む材料である。

【0018】

本発明の第四の態様は、本発明の第二の態様又は本発明の第三の態様である生分解性樹脂を含む材料を成形して得られることを特徴とする生分解性樹脂成形体である。

【発明の効果】

【0019】

本発明の第一の態様によれば、樹脂を含む材料を透過する流体の透過性をより適切に評価することが可能な、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法を提供することができる。

30

【0020】

参考例によれば、生分解性樹脂を含む材料を透過する流体の透過性をより適切に低減することが可能な、生分解性樹脂を含む材料の処理方法を提供することができる。

【0021】

本発明の第二又は第三の態様によれば、透過する流体の透過性がより適切に低減された、生分解性樹脂を含む材料を提供することができる。

【0022】

本発明の第四の態様によれば、透過する流体の透過性がより適切に低減された、生分解性樹脂成形体を提供することができる。

40

【発明を実施するための最良の形態】

【0023】

次に、本発明の実施の形態を図面と共に説明する。

【0024】

本発明の第一の実施形態は、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法において、樹脂を含む材料の損失正接を用いて、樹脂を含む材料を透過する流体の透過性を評価することを特徴とする。

【0025】

50

ここで、樹脂を含む材料は、樹脂のみからなる材料であってもよく、樹脂及び樹脂以外の添加物を含む組成物であってもよい。樹脂は、単一の樹脂であってもよく、複数の樹脂の組み合わせであってもよい。樹脂は、特に限定されず、生分解性樹脂であってもよく、非生分解性樹脂であってもよい。生分解性樹脂としては、ポリ乳酸のようなポリエステル系樹脂、ポリエステルアミド系樹脂、ポリエステルカーボネート系樹脂、多糖類（ポリサッカリド）、ポリペプチド、リグニン、及びこれらの誘導体が挙げられる。また、添加物としては、例えば、公知の有機変性粘土鉱物、添加剤、酸化防止剤、熱安定剤、紫外線吸収剤、滑剤、帯電防止剤、難燃剤、結晶化促進剤、末端封鎖剤、及び充填剤などが挙げられる。公知の有機変性粘土鉱物は、粘土鉱物の無機陽イオンの少なくとも一つを有機陽イオンで置換したものであり、樹脂を含む材料に有機変性粘土鉱物を分散させることによって、樹脂を含む材料を通じた流体の透過度を低減することができる。

10

【0026】

樹脂を透過する流体は、気体又は液体であって、特に限定されないが、例えば、空気中の酸素及び水分などが挙げられる。

【0027】

樹脂を含む材料の損失正接は、公知の動的粘弾性測定装置を使用して、例えば、日本工業標準調査会 T R K 0 0 0 5 「プラスチック - 動的機械特性による転移温度の求め方」に記載されるような公知の測定方法によって測定される。すなわち、樹脂を含む材料の損失正接は、動的粘弾性測定装置において、樹脂を含む材料の試験片をクランプで保持し、樹脂を含む材料の試験片に正弦的なひずみを与えたとき、試験片に生じる応力を測定し、試験片に生じる応力と試験片に与えた正弦的なひずみとの位相差 δ の正接 $\tan \delta$ である。

20

【0028】

樹脂を含む材料の損失正接 $\tan \delta$ は、樹脂を含む材料に生じる応力の弾性成分に対する樹脂を含む材料に生じる応力の粘性成分を表す。よって、樹脂を含む材料に生じる応力の弾性成分が増加すると、樹脂を含む材料の損失正接 $\tan \delta$ の値は小さくなり、樹脂を含む材料に生じる応力の粘性成分が増加すると、樹脂を含む材料の損失正接 $\tan \delta$ の値は大きくなる。

【0029】

一方、樹脂を含む材料を構成する分子の運動性が低下すると、樹脂を含む材料を構成する分子が、密に配列し、樹脂を含む材料に生じる応力の弾性成分が増加して、樹脂を含む材料の損失正接 $\tan \delta$ の値は小さくなると予想される。逆に、樹脂を含む材料を構成する分子の運動性が向上すると、樹脂を含む材料を構成する分子が、疎に配列し、樹脂を含む材料に生じる応力の粘性成分が増加して、樹脂を含む材料の損失正接 $\tan \delta$ の値は大きくなると予想される。

30

【0030】

また、樹脂を含む材料を構成する分子の運動性が低下すると、樹脂を含む材料を構成する分子が、密に配列し、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性は、減少すると考えられる。逆に、樹脂を含む材料を構成する分子の運動性が向上すると、樹脂を含む材料を構成する分子が、疎に配列し、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性は、増加すると考えられる。

40

【0031】

よって、樹脂を含む材料の損失正接 $\tan \delta$ の値が小さいとき、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性は、減少し、樹脂を含む材料の損失正接 $\tan \delta$ の値が大きいとき、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性は、増加すると期待される。

【0032】

そして、本発明者は、樹脂を含む材料の損失正接と樹脂を含む材料を通じた流体の透過性との相関が、樹脂を含む材料の結晶化度と樹脂を含む材料を通じた流体の透過性との相関よりも高いことを、発見した。なお、樹脂を含む材料の結晶化度とは、結晶部及び非晶部からなる、樹脂を含む材料の全体における結晶部の割合であり、公知の X 線構造解析によって得られる、結晶部に対応する幅の狭いピークの面積と非晶部に対応する幅の狭いピ

50

ークの面積から、

結晶部 = (幅の狭いピークの面積) / { (幅の狭いピークの面積) + (幅の広いピークの面積) }

に従って算出される値である。言い換えれば、本発明者は、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性は、樹脂を含む材料の全体における結晶部の割合を反映する、樹脂を含む材料の結晶化度よりも、樹脂を含む材料を構成する分子の運動性を反映する、樹脂を含む材料の損失正接を用いることによって、適切に評価されることを発見した。

【 0 0 3 3 】

従って、本発明の第一の実施形態によれば、樹脂を含む材料の損失正接を用いて、樹脂を含む材料を透過する流体の透過性を評価するので、樹脂を含む材料を透過する流体の透過性をより適切に評価することが可能な、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法を提供することができる。

10

【 0 0 3 4 】

本発明の第一の実施形態である、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法において、好ましくは、樹脂を含む材料の損失正接は、樹脂を含む材料の相転移点における樹脂を含む材料の損失正接である。

【 0 0 3 5 】

樹脂を含む材料の損失正接 $\tan \delta$ は、樹脂を含む材料の温度に依存して変動する。すなわち、樹脂を含む材料を構成する分子の運動性は、樹脂を含む材料の温度に依存して変動するため、樹脂を含む材料を構成する分子の運動性を反映する、樹脂を含む材料の損失正接 $\tan \delta$ もまた、樹脂を含む材料の温度に依存して変動する。

20

【 0 0 3 6 】

特に、樹脂を含む材料の温度を変動させると、樹脂を含む材料において、ガラス転移、結晶化、軟化、溶融などの相転移が起こることがある。樹脂を含む材料において、ガラス転移などの相転移が起こると、樹脂を含む材料を構成する分子の運動性は、大きく変化するため、樹脂を含む材料を構成する分子の配列も大きく変化する。その結果、樹脂を含む材料に生じる応力の弾性成分及び粘性成分の割合が、急激に変化して、樹脂を含む材料の損失正接 $\tan \delta$ の値も、大きく変動する。

【 0 0 3 7 】

本発明者は、驚くべきことに、樹脂を含む材料の相転移点における樹脂を含む材料の損失正接 $\tan \delta_{max}$ が、樹脂を含む材料の結晶化度と樹脂を含む材料を通じた流体の透過性との相関よりも高くなることを、発見した。なお、樹脂を含む材料の相転移点は、樹脂を含む材料において相転移が起こる温度である。本発明者は、常温で測定される樹脂を含む材料の結晶化度よりも、相転移が起こる温度における樹脂を含む材料の損失正接 $\tan \delta_{max}$ が、常温における樹脂を含む材料を通じた流体の透過性と高い相関を有することがあることを発見した。

30

【 0 0 3 8 】

この発明者の発見に基づいて、樹脂を含む材料の損失正接として、樹脂を含む材料の相転移点における樹脂を含む材料の損失正接を用いることによって、樹脂を含む材料を透過する流体の透過性を、より適切に評価することができることがある。

40

【 0 0 3 9 】

特に、樹脂を含む材料の相転移点における樹脂を含む材料の損失正接は、樹脂を含む材料の温度に対する樹脂を含む材料の損失正接の極値であるため、より容易に、且つ、より高い精度で得られる。すなわち、樹脂を含む材料の損失正接として、樹脂を含む材料の相転移点における樹脂を含む材料の損失正接を用いることによって、樹脂を含む材料を透過する流体の透過性を、より容易に且つより高い精度で評価することができることがある。

【 0 0 4 0 】

本発明の第一の実施形態である、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法において、好ましくは、樹脂を含む材料の相転移点における樹脂を含む材料の損失正接は、樹脂を含む材料の α 転移点における樹脂を含む材料の損失正接である。

50

【0041】

樹脂を含む材料の温度を変動させると、樹脂を含む材料にガラス転移が起こる温度である（樹脂を含む材料を構成する樹脂の分子の主鎖が運動する） α 転移点で、樹脂を含む材料の損失正接 $\tan \delta$ の値は、極値になる。例えば、樹脂を含む材料の温度を増加させると、 α 転移点で、樹脂を含む材料の損失正接 $\tan \delta$ の値は、極大値 $\tan \delta_{max}$ になる。

【0042】

本発明者は、驚くべきことに、樹脂を含む材料の α 転移点における樹脂を含む材料の損失正接が、樹脂を含む材料の結晶化度と樹脂を含む材料を通じた流体の透過性との相関よりも高いことを、発見した。すなわち、本発明者は、常温で測定される樹脂を含む材料の結晶化度よりも、ガラス転移が起こる温度における樹脂を含む材料の損失正接が、常温における樹脂を含む材料を通じた流体の透過性と高い相関を有することを発見した。

10

【0043】

この発明者の発見に基づいて、樹脂を含む材料の損失正接として、樹脂を含む材料の α 転移点における樹脂を含む材料の損失正接を用いることによって、樹脂を含む材料を透過する流体の透過性をより適切に評価することができる。

【0044】

特に、樹脂を含む材料の α 転移点における樹脂を含む材料の損失正接は、樹脂を含む材料の温度に対する樹脂を含む材料の損失正接の極値であるため、より容易に、且つ、より高い精度で得られる。すなわち、樹脂を含む材料の損失正接として、樹脂を含む材料の α 転移点における樹脂を含む材料の損失正接を用いることによって、樹脂を含む材料を透過する流体の透過性を、より容易に且つより高い精度で評価することができる。

20

【0045】

本発明の第一の実施形態である、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法において、好ましくは、樹脂を含む材料の α 転移点における樹脂を含む材料の損失正接が、0.2以下であるか否かを判別することを含む。ここで、樹脂を含む材料の α 転移点における樹脂を含む材料の損失正接は、一般的に、0より大きい。樹脂を含む材料の α 転移点は、樹脂を含む材料のガラス転移点であるため、樹脂を含む材料の α 転移点においては、樹脂を含む材料に生じる応力は、一般に、その弾性成分のみならず、その粘性成分をも含む。よって、樹脂を含む材料の α 転移点における樹脂を含む材料の損失正接は、一般には、0にはならない。

30

【0046】

樹脂を含む材料の α 転移点における樹脂を含む材料の損失正接が、0.2以下であるか否かを判別することによって、樹脂を含む材料を透過する流体の透過性が、許容範囲にあるか否かを評価することができることが多い。すなわち、樹脂を含む材料の α 転移点における樹脂を含む材料の損失正接が、0.2を超える場合には、樹脂を含む材料を透過する流体の透過性が高すぎて、樹脂を含む材料を透過する流体の透過を抑制することが困難であることが多い。一方、樹脂を含む材料の α 転移点における樹脂を含む材料の損失正接が、0.2以下である場合には、樹脂を含む材料を透過する流体の透過性が、許容範囲にあり、樹脂を含む材料による、樹脂を含む材料を透過する流体の透過の抑制も、適切であることが多い。

40

【0047】

本発明の第一の実施形態である、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法において、好ましくは、樹脂を含む材料の α 転移点における樹脂を含む材料の損失正接が、0.16以下であるか否かを判別することを含む。樹脂を含む材料の α 転移点における樹脂を含む材料の損失正接が、0.16以下であるか否かを判別することによって、樹脂を含む材料を透過する流体の透過が、十分に抑制されているか否かを評価することができることが多い。すなわち、樹脂を含む材料の α 転移点における樹脂を含む材料の損失正接が、0.16以下である場合には、樹脂を含む材料を透過する流体の透過性が、低く、樹脂を含む材料による、樹脂を含む材料を透過する流体の透過の抑制も、十分であることが多い

50

。

【0048】

本発明の第一の実施形態である、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法において、好ましくは、樹脂を含む材料は、生分解性樹脂を含む。この場合には、生分解性樹脂を含む材料の損失正接を用いて、生分解性樹脂を含む材料を透過する流体の透過性をより適切に評価することができる。

【0049】

本発明の第一の実施形態である、樹脂を含む材料を通じた流体の透過性の評価方法において、好ましくは、生分解性樹脂は、ポリ乳酸を含む。この場合には、ポリ乳酸を含む材料の損失正接を用いて、ポリ乳酸を含む材料を透過する流体の透過性をより適切に評価す

10

【0050】

特に、ポリ乳酸を含む材料の α 転移点におけるポリ乳酸を含む材料の損失正接が、0.2以下であるか否かを判別することによって、ポリ乳酸を含む材料を透過する流体の透過性が、許容範囲にあるか否かを評価することができる。例えば、ポリ乳酸を含む材料を透過する酸素の透過度が、概ね $120\text{ ml} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$ 以下であるか否か、及び、ポリ乳酸を含む材料を透過する水分の透過率が、3年換算で18%以下であるか否かを評価することができる。また、ポリ乳酸を含む材料の α 転移点におけるポリ乳酸を含む材料の損失正接が、0.16以下であるか否かを判別することによって、ポリ乳酸を含む材料を透過する流体の透過が、十分に抑制されているか否かを評価すること

20

【0051】

本発明の第二の実施形態は、生分解性樹脂を含む材料の処理方法において、生分解性樹脂を含む材料を、90 以上140 以下の温度で5分以上、好ましくは30分以上加熱することを特徴とする。

30

【0052】

生分解性樹脂を含む材料を、90 以上140 以下の温度で5分以上、好ましくは30分以上加熱することによって、加熱された生分解性樹脂を含む材料の α 転移点における加熱された生分解性樹脂を含む材料の損失正接を、0.2以下であるようにすることが可能となる。その結果、加熱された生分解性樹脂を含む材料を透過する流体の透過性を、許容範囲にあるようにし、加熱された生分解性樹脂を含む材料を透過する流体の透過を、加熱された生分解性樹脂を含む材料によって、より適切に抑制することが可能となる。

【0053】

よって、本発明の第二の実施形態によれば、生分解性樹脂を含む材料を、90 以上140 以下の温度で5分以上、好ましくは30分以上加熱するので、生分解性樹脂を含む材料を透過する流体の透過性をより適切に低減することが可能な、生分解性樹脂を含む材料の処理方法を提供することができる。

40

【0054】

なお、生分解性樹脂を含む材料を加熱する処理を行わない場合には、生分解性樹脂を含む材料の α 転移点における生分解性樹脂を含む材料の損失正接は、概ね1以上である。また、例えば、加熱処理がなされていない生分解性樹脂を含む材料の酸素の透過度は、 $200\text{ ml} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$ 程度である。

【0055】

50

本発明の第二の実施形態である生分解性樹脂を含む材料の処理方法において、好ましくは、生分解性樹脂を含む材料を、120 以上140 以下の温度で5分以上、好ましくは30分以上加熱する。

【0056】

生分解性樹脂を含む材料を、120 以上140 以下の温度で5分以上、好ましくは30分以上加熱することによって、加熱された生分解性樹脂を含む材料の α 転移点における加熱された生分解性樹脂を含む材料の損失正接を、0.16以下であるようにすることが可能となる。その結果、加熱された生分解性樹脂を含む材料を透過する流体の透過性を、低くし、加熱された生分解性樹脂を含む材料を透過する流体の透過を、加熱された生分解性樹脂を含む材料によって、十分に抑制することが可能となる。

10

【0057】

本発明の第二の実施形態である生分解性樹脂を含む材料の処理方法において、好ましくは、生分解性樹脂は、ポリ乳酸を含む。この場合には、ポリ乳酸を含む材料を、90 以上140 以下の温度で5分以上、好ましくは30分以上加熱することによって、加熱されたポリ乳酸を含む材料の α 転移点における加熱されたポリ乳酸を含む材料の損失正接を、0.2以下であるようにすることができる。また、ポリ乳酸を含む材料を透過する酸素の透過度を、概ね $120\text{ ml} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$ 以下、及び、ポリ乳酸を含む材料を透過する水分の透過率を3年換算で18%以下にすることができる。さらに、ポリ乳酸を含む材料を、120 以上140 以下の温度で5分以上、好ましくは30分以上加熱することによって、加熱されたポリ乳酸を含む材料の α 転移点における加熱されたポリ乳酸を含む材料の損失正接を、0.16以下であるようにすることができる。また、ポリ乳酸を含む材料を透過する酸素の透過度を、概ね $40\text{ ml} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$ 以下、及び、ポリ乳酸を含む材料を透過する水分の透過率を3年換算で10%以下にすることができる。

20

【0058】

本発明の第三の実施形態は、生分解性樹脂を含む材料であって、生分解性樹脂を含む材料の α 転移点における生分解性樹脂を含む材料の損失正接が、0.2以下であることを特徴とする。

【0059】

本発明の第三の実施形態によれば、生分解性樹脂を含む材料の α 転移点における生分解性樹脂を含む材料の損失正接が、0.2以下であるので、透過する流体の透過性がより適切に低減された、生分解性樹脂を含む材料を提供することができる。

30

【0060】

本発明の第三の実施形態である生分解性樹脂を含む材料において、好ましくは、生分解性樹脂を含む材料の α 転移点における生分解性樹脂を含む材料の損失正接が、0.16以下である。この場合には、透過する流体の透過性がより効果的に低減された、生分解性樹脂を含む材料を提供することができる。

【0061】

本発明の第三の実施形態である生分解性樹脂を含む材料において、好ましくは、生分解性樹脂は、ポリ乳酸を含む。この場合には、透過する流体の透過性がより適切に低減された、ポリ乳酸を含む材料を、より確実に、提供することができる。例えば、ポリ乳酸を含む材料の α 転移点におけるポリ乳酸を含む材料の損失正接が、0.2以下であるとき、ポリ乳酸を含む材料を透過する酸素の透過度は、概ね $120\text{ ml} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$ 以下であるか、及び、ポリ乳酸を含む材料を透過する水分の透過率は、3年換算で18%以下であり得る。さらに、ポリ乳酸を含む材料の α 転移点におけるポリ乳酸を含む材料の損失正接が、0.16以下であるとき、ポリ乳酸を含む材料を透過する酸素の透過度は、概ね $40\text{ ml} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$ 以下であるか、及び、ポリ乳酸を含む材料を透過する水分の透過率は、3年換算で10%以下であり得る。

40

【0062】

本発明の第四の実施形態は、生分解性樹脂を含む材料において、生分解性樹脂を含む材

50

料を、90 以上140 以下の温度で5分以上、好ましくは30分以上加熱することによって得られることを特徴とする。

【0063】

本発明の第四の実施形態によれば、生分解性樹脂を含む材料が、生分解性樹脂を含む材料を、90 以上140 以下の温度で5分以上、好ましくは30分以上加熱することによって得られるので、透過する流体の透過性がより適切に低減された、生分解性樹脂を含む材料を提供することができる。

【0064】

本発明の第四の実施形態である生分解性樹脂を含む材料において、好ましくは、生分解性樹脂を含む材料は、生分解性樹脂を含む材料を、120 以上140 以下の温度で5分以上、好ましくは30分以上加熱することによって得られる。この場合には、透過する流体の透過性がより効果的に低減された、生分解性樹脂を含む材料を提供することができる。

10

【0065】

本発明の第四の実施形態である生分解性樹脂を含む材料において、好ましくは、生分解性樹脂は、ポリ乳酸を含む。この場合には、透過する流体の透過性がより適切に低減された、ポリ乳酸を含む材料を、より確実に、提供することができる。例えば、ポリ乳酸を含む材料が、ポリ乳酸を含む材料を、90 以上140 以下の温度で5分以上、好ましくは30分以上加熱することによって得られるとき、ポリ乳酸を含む材料を透過する酸素の透過度は、概ね $120\text{ ml} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$ 以下であるか、及び、ポリ乳酸を含む材料を透過する水分の透過率は、3年換算で18%以下であり得る。さらに、ポリ乳酸を含む材料が、ポリ乳酸を含む材料を、120 以上140 以下の温度で5分以上加熱することによって得られるとき、ポリ乳酸を含む材料を透過する酸素の透過度は、概ね $40\text{ ml} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$ 以下であるか、及び、ポリ乳酸を含む材料を透過する水分の透過率は、3年換算で10%以下であり得る。

20

【0066】

本発明の第五の実施形態は、生分解性樹脂成形体において、本発明の第三の態様又は本発明の第四の実施形態である生分解性樹脂を含む材料を成形して得られることを特徴とする。生分解性樹脂を含む材料は、公知の射出成形、ブロー成形、押出成形、真空成形、圧空成形、及びインフレーション成形などの成形方法によって成形される。生分解性樹脂成形体は、特に限定されず、化粧品用の容器を含む生活消費財として広く使用することができる。

30

【0067】

本発明の第五の実施形態によれば、生分解性樹脂成形体が、本発明の第三の態様又は本発明の第四の実施形態である生分解性樹脂を含む材料を成形して得られるので、透過する流体の透過性がより適切に低減された、生分解性樹脂成形体を提供することができる。

【実施例1】

【0068】

(1) ポリ乳酸樹脂組成物の調製

表1に示すように、ポリ乳酸(平均分子量:160,000、融点170、ネイチャーワークス4032DK)に有機変性粘土鉱物を分散させて得られた組成物を、195の温度及び10MPaの圧力の条件下で、プレス成形し、シートを得た。このシートの寸法は、5mm(幅)×35mm(長さ)×1.0mm(厚み)であった。上記のポリ乳酸組成物から作製したシートを、3MPaの圧力、及び、90の温度の条件下で、5分間、30分間、90分間加熱し、それぞれ、試料1、2、3を得た。3MPaの圧力、及び、120の温度の条件下で、5分間、30分間、90分間加熱し、それぞれ、試料4、5、6を得た。また、3MPaの圧力、及び、140の温度の条件下で、5分間、30分間、90分間加熱し、それぞれ、試料7、8、9を得た。なお、ポリ乳酸を通じた酸素の透過を防止するポリ乳酸のガスバリア性を向上させるために、ポリ乳酸に分散させた有機変性粘土鉱物は、合成フッ素マイカ(コープケミカル製ME-100)に対して、ドデ

40

50

シルメチルジヒドロキシエチルアンモニウムを 2.5 重量% 付加した有機変性粘土鉱物であった。

【0069】

【表1】

試料	有機変性 粘度鉱物	熱処理条件		
		温度 (°C)	加熱時間 (分)	圧力 (MPa)
1	有り	90	5	3
2	有り	90	30	3
3	有り	90	90	3
4	有り	120	5	3
5	有り	120	30	3
6	有り	120	90	3
7	有り	140	5	3
8	有り	140	30	3
9	有り	140	90	3

10

20

(2) 試料の酸素透過度の測定

上記のようにして得られた試料 1 ~ 9 のシートについての酸素透過度を測定した。試料 1 ~ 9 のシートについての酸素透過度の測定には、MOCON社製の酸素ガス透過度測定装置 OX-TRAN 2/20 を使用した。なお、試料 1 ~ 9 のシートの酸素透過度は、25 の温度、50% の相対湿度、及び 1 MPa の圧力の条件下で、試料 1 ~ 9 のシートに酸素を 1 日間適用して、測定した。ここで、試料のシートの酸素透過度は、試料のシートに 1 日間 1 MPa の圧力で酸素を適用したとき、単位面積 (1 m^2) 及び単位厚さ (1 mm) 当たりの試料のシートを透過する酸素の体積 (ml) を表す。得られた試料 1 ~ 9 のシートの酸素透過度 ($\text{ml} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$) を表 2 に示す。

【0070】

30

【表 2】

試料	酸素透過度 ($\text{ml} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$)
1	88
2	100
3	119
4	55
5	46
6	34
7	21
8	17
9	8

10

20

表 2 に示すように、ポリ乳酸組成物から作製したシートを加熱する温度及び時間によって、試料 1 ～ 9 のシートの酸素透過度が異なることがわかった。

【0071】

(3) 試料の α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ の測定

上記のようにして得られた試料 1 ～ 9 のシートについての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ を測定した。試料 1 ～ 9 のシートについての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ の測定には、粘弾性測定器 (T A インスツルメント社製, A R E S) を使用した。なお、試料 1 ～ 9 のシートにつての損失正接 $\tan \delta_{\max}$ の測定においては、試料 1 ～ 9 のシートに $\pm 0.05\%$ の範囲におけるねじりのひずみを、1 Hz の周波数で与えた。また、試料 1 ～ 9 のシートの温度を、 -50 から 150 まで 5 毎に増加させた。このようにして、各温度における試料 1 ～ 9 のシートについての損失正接 $\tan \delta$ を測定し、試料 1 ～ 9 のシートについての損失正接 $\tan \delta$ の温度依存性曲線を測定した。そして、得られた試料 1 ～ 9 のシートについての損失正接 $\tan \delta$ の温度依存性曲線が極大になる温度を、 α 転移点とし、得られた試料 1 ～ 9 のシートについての損失正接 $\tan \delta$ の温度依存性曲線における極大値を、 α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ とした。得られた試料 1 ～ 9 のシートについての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ を表 3 に示す。

30

【0072】

40

【表 3】

試料	$\tan \delta_{\max}$
1	0.2089
2	0.1930
3	0.1965
4	0.1739
5	0.1631
6	0.1696
7	0.1866
8	0.1500
9	0.1563

10

20

図 1 は、試料のシート 1 ～ 9 についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ 及び酸素透過度の関係を示す図である。図 1 の横軸は、試料のシート 1 ～ 9 についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ を表し、図 1 の縦軸は、試料のシート 1 ～ 9 についての酸素透過度 ($\text{ml} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$) の値を示す。

【0073】

図 1 に示すように、試料のシート 1 ～ 9 についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ が小さいほど、試料のシート 1 ～ 9 についての酸素透過度も小さい傾向がある。また、試料のシート 1 ～ 9 についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ と酸素透過度との相関係数の二乗 R^2 は、0.63 であり、試料のシート 1 ～ 9 についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ と酸素透過度との相関は、高かった。よって、ポリ乳酸を含む材料の α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ によって、ポリ乳酸を含む材料の酸素の透過性を適切に評価することができることが、確認された。

30

【0074】

また、図 1 に示すように、試料のシート 1 ～ 9 についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ が 0.2 以下であるとき、試料のシート 1 ～ 9 についての酸素透過度が、 $120 \text{ ml} \cdot \text{mm} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$ 以下である。すなわち、ポリ乳酸を含む材料についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ が 0.2 以下であるとき、ポリ乳酸を含む材料の酸素透過度が、 $120 \text{ ml} \cdot \text{mm} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$ 以下であることが、確認された。

【0075】

40

さらに、図 1 に示すように、試料のシート 1 ～ 9 についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ が 0.16 以下であるとき、試料のシート 1 ～ 9 についての酸素透過度が、概ね $40 \text{ ml} \cdot \text{mm} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$ 以下である。すなわち、ポリ乳酸を含む材料についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ が 0.16 以下であるとき、ポリ乳酸を含む材料の酸素透過度が、概ね $40 \text{ ml} \cdot \text{mm} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$ 以下であることが、確認された。

【0076】

(4) 試料の結晶化度の測定

上記のようにして得られた試料 1 ～ 9 のシートについての結晶化度を測定した。試料 1 ～ 9 のシートについての結晶化度の測定には、CuK α 線を使用する X 線回折装置 (JD

50

X - 350, JOEL)を用いた。試料1～9のシートについて、試料に入射するX線
 の方向と試料によって回折されるX線の角度の方向との間の角度が5°～30°の範囲にお
 けるX線回折パターンを得た。試料1～9のシートのX線回折パターンにおいて、試料に
 入射するX線の方向と試料によって回折されるX線の角度の方向との間の角度が16°付
 近に、互いに重なり合った狭い幅のピーク及び広い幅のピークが、得られた。これらの互
 いに重なり合った狭い幅のピーク及び広い幅のピークを、公知のピーク分離法によって分
 離し、狭い幅のピークを、試料における結晶部からの回折X線のピークと指定し、広い幅
 のピークを、試料における非晶部からの回折X線のピークと指定した。そして、互いに分
 離された狭い幅のピーク及び広い幅のピークの面積を算出し、その試料における結晶化度
 を、

10

結晶化度 = (狭い幅のピークの面積) / {(狭い幅のピークの面積) + (広い幅のピー
 クの面積)} × 100

の式に従って、算出した。得られた試料1～9のシートについての結晶化度を表4に示す
 。

【0077】

【表4】

試料	結晶化度
1	18
2	39
3	45
4	28
5	21
6	33
7	35
8	20
9	32

20

30

図2は、試料のシート1～9についての結晶化度及び酸素透過度の関係を示す図である
 。図2の横軸は、試料のシート1～9についての結晶化度を表し、図2の縦軸は、試料の
 シート1～9についての酸素透過度 ($\text{ml} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{日}^{-1}$) の
 値を示す。

【0078】

40

図2における試料のシート1～9についての結晶化度と酸素透過度との相関は、殆ど認
 められなかった。よって、ポリ乳酸を含む材料の結晶化度によって、ポリ乳酸を含む材料
 の酸素の透過性を評価することは、不適切であることが、確認された。

【実施例2】

【0079】

(1) ポリ乳酸樹脂組成物の調製

ポリ乳酸(平均分子量: 160,000、融点170℃、ネイチャーワークス4032
 DK)に有機変性粘土鉱物を分散させて得られた組成物を、射出ブロー形成機(日精AS
 B機械社製、ASB-50TH)を用いて、シリンダ設定温度200℃で熔融して、10
 の金型に充填し、10秒間冷却して5mm厚の予備成形体(有底バリソン)を得た。こ

50

の予備成形体を 120 の温風で加熱した後、40 の温度に設定された金型に入れ、圧力空気 3.5 MPa の条件下でブロー成形し、内容積 130 ml、厚み 1.1 mm の試料となるボトルを作製した。

【0080】

表 5 に示すように、上記のボトルを、90 の温度の条件下で、3 時間、16 時間、48 時間加熱し、それぞれ、試料 10、11、12 を得た。同じく試料となるボトルを、120 の温度の条件下で、3 時間、16 時間、48 時間加熱し、それぞれ、試料 13、14、15 を得た。また、試料となるボトルを、140 の温度の条件下で、3 時間、16 時間、48 時間加熱し、それぞれ、試料 16、17、18 を得た。

【0081】

【表 5】

試料	熱処理条件	
	温度 (°C)	加熱時間 (時間)
10	90	3
11	90	16
12	90	48
13	120	3
14	120	16
15	120	48
16	140	3
17	140	16
18	140	48

(2) 試料の水分透過率の測定

上記のようにして得られた試料 10～18 のボトルについての水分透過率を測定した。試料 10～18 のボトルにそれぞれ水を充填し、試料 10～18 のボトルの重量を測定した後、温度 25 及び相対湿度 50 % の恒温槽内で 28 日間静置し、静置後に再度試料 10～18 のボトルの重量を測定することにより、試料 10～18 のボトルの重量減少率を求めた。ここで、試料のボトルの水分透過率は、試料のボトルの 28 日間の重量減少率を 39.1 倍 (365 日×3 年/28 日) することにより、3 年換算水分透過率 (%) として算出した。得られた試料 10～18 のボトルの 3 年換算水分透過率 (%) を表 6 に示す。

【0082】

【表 6】

試料	3年換算水分透過率 (%)
10	15.859
11	15.090
12	14.600
13	13.778
14	12.638
15	12.244
16	9.574
17	9.430
18	8.395

10

20

表 6 に示すように、ポリ乳酸を加熱する温度及び時間によって、熱処理されたポリ乳酸の水分透過率が異なることがわかった。

【0083】

(3) 試料の α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ の測定

上記のようにして得られた試料 10 ~ 18 のボトルについての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ を測定した。測定は、上述した実施例 1 の方法で行った。得られた試料 10 ~ 18 のボトルについての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ を表 7 に示す。

【0084】

【表 7】

30

試料	$\tan \delta_{\max}$
10	0.1948
11	0.1641
12	0.1655
13	0.1652
14	0.1384
15	0.1548
16	0.1244
17	0.1102
18	0.1005

40

図 3 は、試料のボトル 10 ~ 18 についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$

50

及び3年換算水分透過率の関係を示す図である。図3の横軸は、試料のボトル10～18についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{m a x}$ を表し、図3の縦軸は、試料のボトル10～18についての3年換算水分透過率(%)の値を示す。

【0085】

図3に示すように、試料のボトル10～18についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{m a x}$ が小さいほど、試料のボトル10～18についての3年換算水分透過率も小さい傾向がある。また、試料のボトル10～18についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{m a x}$ と3年換算水分透過率との相関係数の二乗 R^2 は、0.92であり、試料のボトル10～18についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{m a x}$ と3年換算水分透過率との相関は、非常に高かった。よって、ポリ乳酸を含む材料の α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{m a x}$ によって、ポリ乳酸を含む材料の水分の透過性を適切に評価することができることが、確認された。

10

【0086】

また、図3に示すように、試料のボトル10～18についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{m a x}$ が0.2以下であるとき、試料のボトル10～18についての3年換算水分透過率が、18%以下である。すなわち、ポリ乳酸を含む材料についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{m a x}$ が0.2以下であるとき、ポリ乳酸を含む材料の3年換算水分透過率が、18%以下であることが、確認された。

【0087】

さらに、図3に示すように、試料のボトル10～18についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{m a x}$ が0.16以下であるとき、試料のボトル10～18についての3年水分透過率が、10%以下である。すなわち、ポリ乳酸を含む材料についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{m a x}$ が0.16以下であるとき、ポリ乳酸を含む材料の酸素透過度が、10%以下であることが、確認された。

20

【0088】

(4) 試料の結晶化度の測定

上記のようにして得られた試料10～18のボトルについての結晶化度を測定した。測定は、上述した実施例1の方法で行った。得られた試料10～18のボトルについての結晶化度を表8に示す。

【0089】

30

【表8】

試料	結晶化度
10	73
11	67
12	75
13	71
14	74
15	72
16	75
17	81
18	92

40

50

図4は、試料のボトル10～18についての結晶化度及び3年換算水分透過率の関係を
示す図である。図4の横軸は、試料のボトル10～18についての結晶化度を表し、図4
の縦軸は、試料のボトル10～18についての3年換算水分透過率(%)の値を示す。

【0090】

図4における試料のボトル12～30についての結晶化度と3年換算水分透過率との相
関係数の二乗 R^2 は、0.58であり、試料のボトル10～18についての結晶化度と3
年換算水分透過率との相関はある程度認められたが、図3で示した、試料のボトル12～
30についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{max}$ と3年換算水分透過率との相関
係数よりは低かった。よって、ポリ乳酸を含む材料の結晶化度によって、ポリ乳酸を含む
材料の水分の透過性を評価するよりも、ポリ乳酸を含む材料の α 転移点における損失正接
 $\tan \delta_{max}$ によってポリ乳酸を含む材料の水分の透過性を評価する方がより適切であ
ることが、確認された。

10

【0091】

以上、本発明の実施の形態及び実施例を具体的に説明してきたが、本発明は、これらの
実施の形態及び実施例に限定されるものではなく、これら本発明の実施の形態及び実施例
を、本発明の主旨及び範囲を逸脱することなく、変更又は変形することができる。

【図面の簡単な説明】

【0092】

【図1】試料のシート1～9についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{max}$ 及び酸
素透過度の関係を示す図である。

20

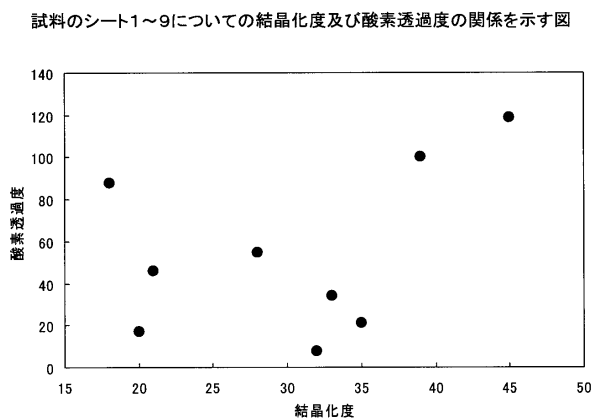
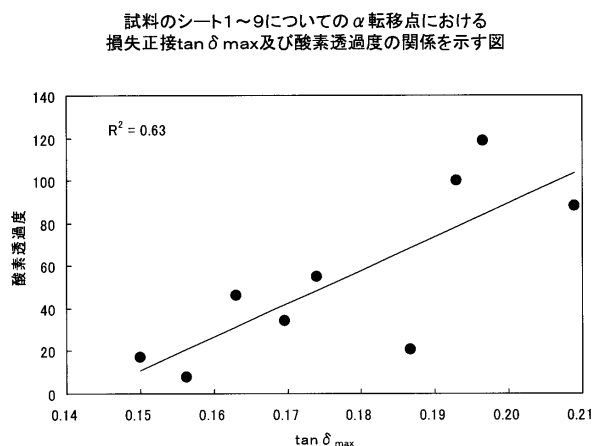
【図2】試料のシート1～9についての結晶化度及び酸素透過度の関係を示す図である。

【図3】試料のボトル10～18についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{max}$ 及
び水分透過率の関係を示す図である。

【図4】試料のボトル10～18についての結晶化度及び水分透過率の関係を示す図であ
る。

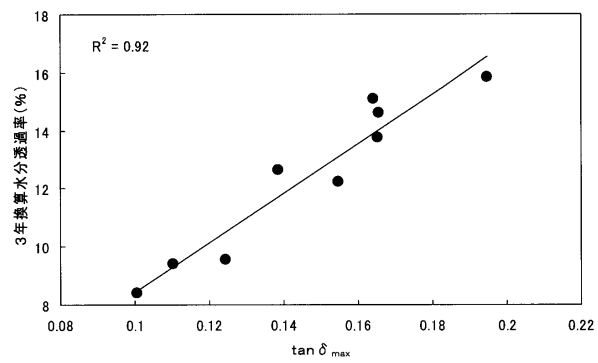
【図1】

【図2】



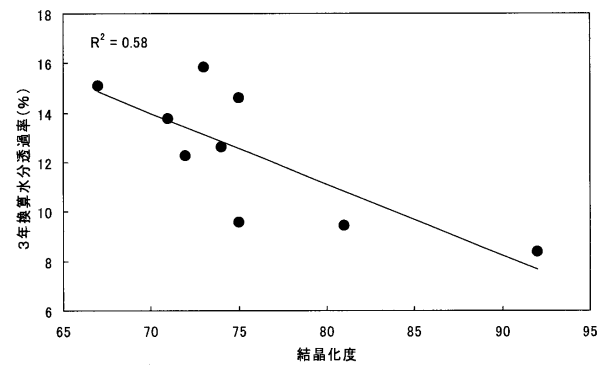
【図 3】

試料のボトル10～18についての α 転移点における損失正接 $\tan \delta_{\max}$ 及び水分透過率の関係を示す図



【図 4】

試料のボトル10～18についての結晶化度及び水分透過率の関係を示す図



フロントページの続き

- (72)発明者 楠本 高寛
神奈川県横浜市都筑区早渕2 - 2 - 1 株式会社資生堂 リサーチセンター(新横浜)内
- (72)発明者 田中 幹也
神奈川県横浜市都筑区早渕2 - 2 - 1 株式会社資生堂 リサーチセンター(新横浜)内
- (72)発明者 川原 光博
京都府宇治市宇治小桜2 3 番地 ユニチカ株式会社中央研究所内
- (72)発明者 中井 美穂
京都府宇治市宇治小桜2 3 番地 ユニチカ株式会社中央研究所内
- (72)発明者 小上 明信
京都府宇治市宇治小桜2 3 番地 ユニチカ株式会社中央研究所内
- (72)発明者 上田 一恵
京都府宇治市宇治小桜2 3 番地 ユニチカ株式会社中央研究所内

審査官 河野 隆一朗

- (56)参考文献 特開平10 - 282088(JP, A)
特開平09 - 224488(JP, A)
国際公開第03 / 022927(WO, A1)
国際公開第2005 / 082981(WO, A1)
大橋 俊彦, ポリ乳酸の結晶構造と物性に関する研究, 高分子学会予稿集, 1999年 9月20日, Vol.48, No.14, P.4269-4270
H.Tsuji, and Y.Ikada, Stereocomplex formation between enantiomeric poly(lactic acid)s. XI. Mechanical properties and morphology of solution-cast films, Polymer, 1999年 11月, Vol.40, No.24, P.6699-6708
Sergio Nuno-Donlucas, Jorge Puig, and Issa Katime, Hydrogen Bonding and Miscibility Behavior in Poly[ethylene-co-(acrylic acid)] and Poly(N-vinylpyrrolidone) Mixtures, Macromolecular Chemistry and Physics, 2001年11月 7日, Vol.202, No.16, P.3106-3111

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 15 / 00 - 15 / 14
G01N 19 / 00
G01N 3 / 32
JSTPlus(JDreamII)
JST7580(JDreamII)