

(19)日本国特許庁(JP)

## (12)特許公報(B2)

(11)特許番号  
特許第7023232号  
(P7023232)

(45)発行日 令和4年2月21日(2022.2.21)

(24)登録日 令和4年2月10日(2022.2.10)

(51)国際特許分類	F I		
B 3 2 B 27/36 (2006.01)	B 3 2 B 27/36	Z B P	
B 3 2 B 27/22 (2006.01)	B 3 2 B 27/22		
B 6 5 D 65/40 (2006.01)	B 6 5 D 65/40	D	

請求項の数 4 (全11頁)

(21)出願番号	特願2018-536095(P2018-536095)	(73)特許権者	505005049
(86)(22)出願日	平成28年9月29日(2016.9.29)		スリーエム イノベイティブ プロパティ
(65)公表番号	特表2018-535132(P2018-535132 A)		ズ カンパニー
(43)公表日	平成30年11月29日(2018.11.29)		アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3
(86)国際出願番号	PCT/US2016/054548		3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト
(87)国際公開番号	WO2017/059138		オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリー
(87)国際公開日	平成29年4月6日(2017.4.6)	(74)代理人	100110803
審査請求日	令和1年9月26日(2019.9.26)		弁理士 赤澤 太朗
(31)優先権主張番号	62/234,114	(74)代理人	100135909
(32)優先日	平成27年9月29日(2015.9.29)		弁理士 野村 和歌子
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)	(74)代理人	100133042
			弁理士 佃 誠玄
		(74)代理人	100171701
			弁理士 浅村 敬一

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 乳酸ポリマーフィルム

## (57)【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

(a) 乳酸ポリマーを含む2つ以上の非可塑化層と、  
(b) 乳酸ポリマー及び可塑剤を含む、2つ以上の乳酸ポリマー層の間に挟まれた1又は複数の可塑化層と、  
を含む多層フィルムであって、  
前記1又は複数の可塑化層の厚さが前記多層フィルムの総厚の6.5%～6.8%である、多層フィルム。

## 【請求項2】

前記可塑剤がバイオベース可塑剤である、請求項1に記載の多層フィルム。

## 【請求項3】

前記多層フィルムに含まれるポリマーがバイオベースポリマーのみである、請求項1に記載の多層フィルム。

## 【請求項4】

前記多層フィルムが生分解性である、請求項1に記載の多層フィルム。

## 【発明の詳細な説明】

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## [分野]

本発明は、乳酸ポリマーフィルム及びそれから製造された物品に関する。

## 【 0 0 0 2 】

## [ 背景 ]

従来、包装及び梱包材料は、化石原料をベースとするフィルムから製造されてきた。近年、バイオプラスチック及び分解性ポリマーへの注目が高まっている。バイオプラスチックをベースとする包装及び梱包材料は、一般的に、弱いフィルム強度及びその他の問題に悩まされる。

## 【 0 0 0 3 】

## [ 概要 ]

上記に鑑み、本発明者らは、当該技術分野において、包装及び梱包用途に十分に適した、再生可能で含有量が高い生分解性フィルムが必要とされていると認識している。

10

## 【 0 0 0 4 】

本発明は、可塑化及び非可塑化乳酸ポリマー層のフィルムを提供する。多層フィルムは、例えば、エンベロープ、ギフトバッグ、空隙充填材、フリーザーペーパー、包装充填紙、ごみ袋等の包装及び梱包用途に十分に適している。フィルムは、生分解性であり、例えば、剛性、可撓性、耐水性、透明性、耐引裂性、耐穿刺性、紙の感触、筆記性/印刷性、及び/又は柔軟性等の特性を、所望の包装又は梱包用途に応じて示すこともできる。

## 【 0 0 0 5 】

簡単に述べると、一態様において、本発明は、( a ) 乳酸ポリマーを含む 2 つ以上の非可塑化層と、( b ) 乳酸ポリマー及び可塑剤を含む、2 つ以上の乳酸ポリマー層の間に挟まれた 1 又は複数の可塑化層と、を含む多層フィルムであって、1 又は複数の可塑化層の厚さが多層フィルムの総厚の約 6 0 % ~ 約 7 0 % である、多層フィルムを提供する。

20

## 【 0 0 0 6 】

別の態様において、本発明は、( a ) 乳酸ポリマーを含む 2 つ以上の非可塑化層と、( b ) 乳酸ポリマー及び可塑剤を含む、2 つ以上の乳酸ポリマー層の間に挟まれた 1 又は複数の可塑化層と、を含む多層フィルムであって、1 又は複数の可塑化層が約 2 2 . 5 重量% ~ 約 2 5 重量%の可塑剤を含む、多層フィルムを提供する。

## 【 0 0 0 7 】

更に別の態様において、本発明は、( a ) 乳酸ポリマー及びデンプンを含む、1 又は複数の非可塑化層と、( b ) 乳酸ポリマー及び可塑剤を含む、1 又は複数の可塑化層と、を含む多層フィルムを提供する。

30

## 【 0 0 0 8 】

更に別の態様において、本発明は、( a ) 乳酸ポリマーを含む 2 つ以上の非可塑化層と、( b ) 乳酸ポリマー及び可塑剤を含む、2 つ以上の乳酸ポリマー層の間に挟まれた 1 又は複数の可塑化層と、を含む屈曲多層フィルムを含む空隙充填物品を提供する。

## 【 0 0 0 9 】

## [ 詳細な説明 ]

本発明の多層フィルムは、可塑化及び非可塑化乳酸ポリマー層を含む。本明細書で使用する時、「乳酸ポリマー」は、主構造単位(すなわち、モノマー)が乳酸である任意のポリマーである。有用なポリラクチド(PLA)ポリマーとしては、例えば、PLA Nature Works (商標) 4032D 及び PLA 4060D が挙げられる。いくつかの実施形態において、乳酸ポリマーは、約 110,000 g / モル ~ 約 250,000 g / モル又は約 150,000 g / モル ~ 約 180,000 g / モルの重量平均分子量を有する。

40

## 【 0 0 1 0 】

本発明のいくつかの 2 層実施形態において、1 層は主に結晶質であってもよく、もう 1 層は主に非晶質であってもよい。本発明のいくつかの 3 層実施形態において、主に結晶質の層は、2 つの主非晶質の層の間に挟まれていてもよい。

## 【 0 0 1 1 】

本発明のいくつかの 2 層実施形態において、1 層は可塑剤を含んでもよく(「可塑化層」)、もう 1 層は可塑剤を含まないか、又は例えば約 2 重量%未満等のごく少量の可塑剤を

50

含む(「非可塑化層」)。本発明のいくつかの3層実施形態において、可塑化層は、2つの非可塑化層の間に挟まれていてもよい。他の多層構成も可能である。好ましくは、1又は複数の可塑化層が非可塑化層の間に挟まれている。

#### 【0012】

可塑化層は、例えば、増大した可撓性並びに耐穿刺性及び耐引裂性等の所望の特性を提供し得る。任意の有用な可塑剤を使用できる。好ましくは、バイオベース可塑剤が使用される。本明細書で使用するとき、用語「バイオベース」は、全体又は大部分が再生可能な材料をベースとすることを意味する。有用なバイオベース可塑剤の例としては、Segetis (Golden Valley, MN)からのSGP9300D可塑剤及びVertellus Specialties (Indianapolis, IN)からのCitroflex (商標) A-4 (アセチルトリブチルシトレート)が挙げられる。いくつかの実施形態において、可塑化層は、約22.5重量%~約30重量%の可塑剤、約23重量%~約25%の可塑剤、又は約24重量%~約25重量%の可塑剤を含む。最大で約25重量%の可塑剤で、他層への可塑剤の移動がほとんどないことが発見された。

10

#### 【0013】

本発明のいくつかの3層実施形態において、層厚比(すなわち、非可塑化層の厚さ:可塑化層の厚さ:非可塑化層の厚さ)は、約1:1:1~約1:4.5:1である。ただし、好ましい層厚比は、フィルムの所望の特性及び最終用途に応じて変わるであろう。例えば、エンベロープ又は可撓性が望ましい用途にフィルムを使用する場合、約1:3:1~約1:4.5:1、又は約1:4:1の層厚比が好ましくなり得る。例えば、ギフトバッグ、空隙充填物品、又は折り畳むためにいくらかの可撓性が必要であるが重さを支持するために剛性も必要とされるその他の用途にフィルムを使用する場合、約1:1:1~約1:3:1、又は約1:2:1の層厚比が好ましくなり得る。

20

#### 【0014】

1又は複数の可塑化層が2つ以上の乳酸ポリマー層に挟まれている本発明のいくつかの実施形態において、1又は複数の可塑化層の厚さは、多層フィルムの総厚の約30%~約70%である。例えば、可撓性が望ましい用途にフィルムを使用する場合、1又は複数の可塑化層の厚さは、多層フィルムの総厚の約60%~約70%であることが好ましくなり得る。例えば、折り畳むためにいくらかの可撓性が必要であるが重さを支持するための剛性も必要な用途にフィルムを使用する場合、1又は複数の可塑化層の厚さは、多層フィルムの総厚の約30%~約50%であることが好ましくなり得る。

30

#### 【0015】

いくつかの実施形態において、本発明の多層フィルムは、バイオベースポリマーのみを含む。いくつかの実施形態において、本発明の多層フィルムは生分解性かつ堆肥化可能である。本明細書で使用するとき、「生分解性」は、フィルムがASTM D6400-12の要件に適合することを意味する。

#### 【0016】

本発明のPLA多層フィルムは、透明に製造することも、カーボンブラック、二酸化チタン等の着色剤又は顔料を用いて製造することもできる。

#### 【0017】

上記のように、本発明のPLA多層フィルムを使用して、空隙充填物品を製造することができる。本発明のPLA多層フィルムを、所望の三次元形状に曲げるか又は折り畳んで、梱包箱に空隙充填材を提供することができる。本発明の多層フィルムから製造された空隙充填物品は、従来の空隙充填材料より優れるいくつかの利点をもたらす。例えば、本発明の空隙充填物品は、生分解性かつ耐水性である。当該物品は、箱に詰められた物が内部の空隙充填材を通して見えるように、透明であることもできる。本明細書で使用するとき、「透明」は、多層フィルムが光を通し、背後の物体を直接見ることができることを意味する。

40

#### 【0018】

紙様の外観及び感触のPLA多層フィルムが望ましい場合、非可塑化外層にデンプンを添

50

加することができる。デンプンは、テープへの接着及び筆記性／印刷性にも有用である。これらの特性が望ましい1つの用途は、フリーザーペーパーである。いくつかの実施形態において、フィルムの1つ又は両方の外層は、層の総重量に対して約5重量％～約20重量％のデンプンを含む。好適なデンプンの例としては、天然デンプン、再生デンプン、蠟様デンプン、加工デンプン、プレゼラチン化デンプン、又はこれらの組み合わせが挙げられる。加工デンプンとしては、酸処理デンプン、アルカリ処理デンプン、漂白デンプン、酸化デンプン、酵素処理デンプン、リン酸化デンプン、リン酸架橋デンプン、リン酸モノエステル化リン酸架橋デンプン、アセチル化リン酸架橋デンプン、酢酸デンプン、アセチル化アジピン酸架橋デンプン、デキストリン、シクロデキストリン、ヒドロキシプロピルデンプン、ヒドロキシプロピル化リン酸架橋デンプン (hydroxypropyl 15 distarch phosphate)、ヒドロキシプロピル化エピ架橋デンプン、オクテニルコハク酸デンプンナトリウム、アセチル化酸化デンプン及びこれらの組み合わせが挙げられる。

10

## 【実施例】

## 【0019】

以下の実施例によって、本発明の目的及び利点を更に例示するが、これらの実施例で列挙される特定の材料及びその量、並びに他の条件及び詳細は、本発明を不当に限定するものと解釈されるべきではない。

## 【0020】

以下の実施例において、試料は、フィルムの厚さ及び意図する用途によって識別され、ここで1milは1000分の1インチ、すなわち25.4マイクロメートルに等しい。

20

## 【表1】

## 実施例の概要

実施例番号	説明	ライン速度、 フィート／分 (fpm)	層厚比	ダイ又はフィードブロック (FB)
1	2mil エンベロープ	101	[1:4:1]	3層 ダイ
2A	4mil ギフトバッグ	112	[1:2:1]	単層 ダイ／FB
2B	5mil ギフトバッグ	90	[1:2:1]	単層 ダイ／FB
3A	8mil 空隙充填フィルム	56	[1:2:1]	単層 ダイ／FB
3B	10mil 空隙充填フィルム	43	[1:2:1]	単層 ダイ／FB
4	5mil フリーザーペーパー	13.5	[1:2:1]	単層 ダイ／T FB
4の比較	5mil PLA-4032 (3層)	13.5	[1:2:1]	単層 ダイ／T FB

30

40

50

【表 2】

## 使用材料

材料	商品名	一般的記述	供給元	供給元の 本社	使用した層
PLA-4032	Ingeo Bioplastics 4032D	生分解性 ポリ乳酸樹脂	NatureWorks	Minnetonka, MN	中間及び スキン層、 実施例1~3B
PLA-4060	Ingeo Bioplastics 4060D	生分解性 ポリ乳酸樹脂	NatureWorks	Minnetonka, MN	中間、実施例1、 中間及び スキン層、 実施例4
白色マスターバッチ、 PLA-4032/ TiO <sub>2</sub> (60/40)	PLA WHITE MASTERBATCH	二酸化チタン 顔料と配合した 生分解性ポリ 乳酸樹脂	Clariant	Minneapolis, MN	中間及び スキン層、 実施例1
黒色マスターバッチ、 PLA-4032/ カーボンブラック (85/15)	PLA BLACK MASTERBATCH	カーボンブラック 顔料と配合した 生分解性ポリ 乳酸樹脂	Clariant	Minneapolis, MN	スキン層、 実施例1
加工デンプン	SR-088	デンプン	Glycan BioTechnology Co.	Taoyuan, Taiwan	スキン層、 実施例4
Citroflex A4	Citroflex (登録商標) A-4可塑剤	バイオベース 可塑剤	Vertellus	Indianapolis, IN	中間層、 実施例1、4
Segetis	SGP9300D	バイオベース 可塑剤	Segetis Inc.	Golden Valley, MN	中間層、 実施例2A、2B、 3A、3B

10

20

## 【0021】

対称 ( A B A ) 又は非対称 ( A B C ) 3層フィルムを、表 A に示す外側スキン ( A ) 層、コア ( B ) 層、及び内側スキン ( A 又は C ) 層組成の組成物を使用して、以下に記載のプロセスによって製造した。

【表 3】

## 表 A

実施例	説明	外側スキン				コア					内側スキン					層比	
		% PLA-4032	% PLA-4060	% 白色マスターバッチ	加工デンプン	% PLA 4032	% PLA 4060	% Citroflex A4	% Segetis	% 白色マスターバッチ	% PLA-4032	% PLA-4060	% 白色マスターバッチ	% 黒色マスターバッチ	加工デンプン		キャリバ、mil
1	2mil エンベロープ	75	0	25	0	37	28	25	0	10	84	0	12	4	0	2	[1:4:1]
2A	4mil ギフトバッグ	100	0	0	0	75	0	0	25	0	100	0	0	0	0	4	[1:2:1]
2B	5mil ギフトバッグ	100	0	0	0	75	0	0	25	0	100	0	0	0	0	5	[1:2:1]
3A	8mil 空隙充填材	100	0	0	0	75	0	0	25	0	100	0	0	0	0	8	[1:2:1]
3B	10mil 空隙充填材	100	0	0	0	75	0	0	25	0	100	0	0	0	0	10	[1:2:1]
4	5mil フリーザー ペーパー	0	70	0	30	0	80	20	0	0	0	70	0	0	30	5	[1:2:1]
	比較例	100	0	0	0	100	0	0	0	0	100	0	0	0	0	5	[1:2:1]

30

40

## 【0022】

## 実施例 1

実施例 1 に記載の 3 層フィルム ( A B C ) の試料は、次の 3 種の押出機を使用して、所望の成分を表 A に記載の比で配合することによって調製した：層「 B 」に供給する 50 mm

50

同方向回転2軸押出機 (Coperion (Weingarten, Germany))、層「A」に供給する40mm同方向回転2軸押出機 (Coperion (Weingarten, Germany)) 及び層「C」に供給する40mm同方向回転2軸押出機。可塑剤を、DynaMelt (商標) SR2027GD2 (ITW DynaTech (Hendersonville, TN)) を使用して50mmの同方向回転2軸のゾーン3に注入した。最終フィルム構成体の層は、参照により本明細書に援用する共有米国特許出願公開第2011/0272849号、FEEDBLOCK FOR MANUFACTURING MULTILAYER POLYMERIC FILMS 及び同第2011/0272832号、APPARATUS FOR MANUFACTURING MULTILAYER POLYMERIC FILMS に記載されているものに類似したマルチマニホールドダイで形成される。各材料は、その材料に固有の独立した入口及びフィードフローチャンネルを通してダイに入る。これらのチャンネルは入口と層を広げるマニホールドとの間に導管を形成する。各マニホールドはその特定の材料をダイの全幅まで広げる。各マニホールドの下流部分はスロット様のチャンネルに供給する。マニホールド及びスロット部分の形状は、実質的に各層のクロスウェブ均一性に寄与する。3層システムの場合、独立した流れを、層が組み合わされる合流点まで運ぶ3つのスロットが存在した。組み合わされた流れは層構造を形成し、その各層は、ダイの幅方向を横切る平面と概ね平行であった。この組み合わされた層構造に、その後、ダイの全幅を横切って流れてダイの出口まで延びる共通チャンネルを通して供給した。この共通チャンネルは、典型的には高さが様々であり、合流点ではチャンネルがより大きく、ダイ出口に近づくにつれて狭くなる。

10

20

## 【0023】

実施例2A、2B、3A、及び3B

実施例2A、2B、3A、及び3Bに記載の3層フィルム (ABA) の試料を、次の3種の押出機を使用して、所望の成分を表Aに記載の比で配合することによって調製した：層「B」に供給する58mm同方向回転2軸押出機 (Davis Standard (Pawcatuck, CT))；層「A」に供給する2.5インチ (6.35cm) 単軸押出機 (Davis Standard (Pawcatuck, CT)) 及び層「C」 (これは層「A」の複製である) に供給する別の2.5インチ単軸押出機 (Davis Standard (Pawcatuck, CT))。可塑剤を、DynaMelt M35シリーズ (ITW DynaTech (Hendersonville, TN)) を使用した58mm同方向回転2軸のゾーン3に注入した。3層フィルム製造プロセス、例えば、実施例2、3、及び4は、層をフィードブロックと組み合わせ、その後ユニットとして、シングルマニホールドダイの全幅に広げたことを除いて、実施例1のプロセスと同様であった。

30

## 【0024】

実施例4

実施例4に記載の3層フィルム (ABA) の試料を、次の2種の押出機を使用して、所望の成分を表Aに記載の比で配合することによって調製した：層「A」に供給する25mm同方向回転Berstoffs 2軸押出機 (KraussMaffei Technologies GmbH (Munich, Germany)) 及び層「B」に供給する27mm同方向回転Leistritz 2軸押出機 (LEISTRITZ AG (Nuremberg, Germany))。可塑剤を、DynaMelt SR5N2ZES12-A (ITW DynaTech (Hendersonville, TN)) を使用して27mm同方向回転2軸のゾーン3に注入した。3層フィルム製造プロセス、例えば、実施例4は、層をフィードブロックと組み合わせ、その後ユニットとして、シングルマニホールドダイ中で全幅に広げたことを除いて、実施例1のプロセスと同様であった。得られた3層ABAフィルムを、80°Fに保たれ、かつ13.5フィート毎分 (4.11メートル/分) で走行する8インチ幅キャストリングホイール上にキャストした。

40

## 【0025】

比較例

50

純 P L A - 4 0 3 2 の比較例は、2種の押出機のそれぞれに純 P L A - 4 0 3 2 を供給したことを除き、実施例 4 と全く同じ方法によって調製した。下表の押出機のスループットは、ポンド毎時 ( l b / 時 ) 単位で表され、1 l b / 時は 0 . 4 5 k g / 時に等しい。

【表 4】

## プロセス条件

実施例番号	説明	層比	外側スキンスループット、 lb/時	スループット、コア、 lb/時	内側スキンスループット、 lb/時	外側スキシン融解温度、 。F	コア融解温度、。F	内側スキシン融解温度、 。F	ダイ温度、。F	ライン速度、fpm	ダイ又はフィードブロック (FB)
1	2mil エンベロープ	[1:4:1]	15	60	15	405	365	405	420	101	3層 ダイ
2A	4mil ギフトバッグ	[1:2:1]	100	200	100	430	407	473	430	112	単層 ダイ/FB
2B	5mil ギフトバッグ	[1:2:1]	100	200	100	430	407	473	430	90	単層 ダイ/FB
3A	8mil 空隙充填材	[1:2:1]	100	200	100	430	407	473	430	56	単層 ダイ/FB
3B	10mil 空隙充填材	[1:2:1]	100	200	100	430	407	473	430	43	単層 ダイ/FB
4	5mil フリーザー ペーパー	[1:2:1]	5	10	5	435	410	435	420	13.5	単層 ダイ/T FB
	比較例	[1:2:1]	5	10	5	435	410	435	420	13.5	単層 ダイ/T FB

【表 5】

## 試験結果

特許実施例#	試験方法 (ASTM #):	ASTM D1922 -09	ASTM D1922 -09	ASTM D3763- 14	ASTM D3763-14
	公称 キャリパ、 mil	MD エルメンドルフ 引裂、N	CW エルメンドルフ 引裂、N	落槍衝撃、 エネルギー散逸、 J	落槍衝撃、 ピーク力、 N
1	2	7.9	14.1	0.5372	63.204
2A	4.5	2.8/6.1	3.1/6.6	0.19206	60.44
2B	5.3	2.7	5.1	N/A	N/A
3A	8	4.7/5.9	6.9/10.0	0.13883	120.92
3B	10	7.4	10.4	0.12343	163.45
4	5	2.1	2.2	0.16835	50.544
比較例	5	1.5	1.5	0.10395	41.6
PLA-4032	5	0.83	0.69		

## 【0026】

上の表は、実施例 2 A 及び 3 A の機械方向 ( M D ) 及びクロスウェブ方向 ( C W ) の両方のエルメンドルフ引裂に関する 2 つの試験の結果を含む。落槍衝撃試験 ( A S T M D 3 7 6 3 - 1 4 ) に利用できるフィルム 2 B の試料はなかった。5 m i l ( 1 2 7 μ m ) 厚の P L A - 4 0 3 2 フィルムのエルメンドルフ引裂強度の値は、下記の Nature Works Ingio ( 商標 ) ウェブサイトデータから計算される。

エルメンドルフ引裂強度、M D 0 . 6 6 9 g / ミクロン A S T M D 1 9 2 2

エルメンドルフ引裂強度、T D 0 . 5 5 1 g / ミクロン A S T M D 1 9 2 2

## 【 0 0 2 7 】

落槍衝撃試験、ASTM D3763 - 14

5種のフィルム試料について、衝撃穿孔特性を、ASTM D3763 - 14に従って測定した。ピーク力及びピーク力で散逸するエネルギーの両方を評価した。実施例1は、最も高いエネルギー散逸を示し、一方で実施例3Bは最も高いピーク力を示した。実施例3Bは、最も低いエネルギー散逸の1つも示し、より適合性のあるシステムがより高いレベルの靱性を示し得ることを示す。

## 【 0 0 2 8 】

試料の説明：

フィルムロール：

- ・ 比較例
- ・ 実施例1
- ・ 実施例2A
- ・ 実施例3A
- ・ 実施例3B
- ・ 実施例4

10

## 【 0 0 2 9 】

データ：

## 【表6】

表1：各フィルム試料で散逸されたエネルギーの要約

20

試料	N	平均(J)	標準偏差	95% CI	
比較例	5	0.10395	0.0146	0.09025	0.11766
実施例1	5	0.5372	0.0264	0.5235	0.5509
実施例2A	5	0.19206	0.01766	0.17835	0.20576
実施例3A	5	0.13883	0.00295	0.12513	0.15254
実施例3B	5	0.12343	0.00343	0.10973	0.13714
実施例4	5	0.16835	0.00889	0.15465	0.18206

## 【表7】

表2：エネルギー散逸データのANOVA検定は、試料間の差異は統計的に有意であることを示す。

30

供給元	DF	調整平方和	調整平均平方	F値	p値
試料	5	0.664598	0.13292	602.69	0
誤差	24	0.005293	0.000221		
合計	29	0.669891			

## 【表8】

表3：平均エネルギー散逸の事後比較。事後分析を、Tukey-Kramer法を用いて実施した。統計的に異なる試料は、グループ化の文字を共有しない（例えば、AとA Bとは文字Aを共有していることから統計的に異なっていない）。

40

試料	N	平均(J)	グループ化
実施例1	5	0.5372	A
実施例2A	5	0.19206	B
実施例4	5	0.16835	B
実施例3A	5	0.13883	C
実施例3B	5	0.12343	C D
比較例	5	0.10395	D

50

## 【表 9】

表 4：各フィルム試料のピーク力の要約

試料	N	平均(N)	標準偏差	95% CI	
比較例	5	41.63	3.24	37.34	45.92
実施例1	5	63.204	2.061	58.913	67.494
実施例2A	5	60.44	2.64	56.15	64.73
実施例3A	5	120.92	6.06	116.63	125.21
実施例3B	5	163.45	8.36	159.16	167.74
実施例4	5	50.544	1.118	46.253	54.834

10

## 【表 10】

表 5：ピーク力データの ANOVA 検定は、試料間の違いが統計的に有意であることを示す。

供給元	DF	調整平方和	調整平均平方	F値	P値
試料	5	57872	11574.4	535.67	0
誤差	24	518.6	21.6		
合計	29	58390.6			

## 【表 11】

表 6：平均ピーク力の事後比較。事後分析を、Tukey-Kramer 法を用いて実施した。統計的に異なる試料は、グループ化の文字を共有しない（例えば、A と AB とは文字 A を共有していることから統計的に異なっていない）。

20

試料	N	平均(N)	グループ化
実施例3B	5	163.45	A
実施例3A	5	120.92	B
実施例1	5	63.204	C
実施例2A	5	60.44	C
実施例4	5	50.544	D
比較例	5	41.63	D

## 【0030】

30

結果の説明：

提供されたフィルム試料の衝撃穿刺特性を、ASTM D3763-14 のガイドラインに従って測定した。この試験は、落槍衝撃試験を説明しており、この試験から、ピーク衝撃力及びフィルムによってインパクトになされる仕事（フィルムが吸収する衝撃エネルギーの大きさの指標）を計算できる。この試験の概念は、衝撃がインパクトを有意に減速しない（20%未満の減速）十分なエネルギー質量でフィルムに衝撃を与えることである。この基準に適合するように、7.095 kg のインパクト及び 200 m/分の衝撃速度を選択した。

## 【0031】

散逸される衝撃エネルギーの差を試料間で観察した（表 1）結果、実施例 1 が最も高レベルの散逸を示した。差は統計的に有意であり（表 2）、特定の試料の対の間の差も統計的に有意であった（表 3）。散逸のエネルギーがより高いことは、そのフィルムが損傷前により多くのエネルギーを吸収できることを示す。損傷を、最大力の点として推定した。

40

## 【0032】

より高レベルのエネルギーを吸収できることは、衝撃によるピーク力がより大きくなることを示すわけではない。ピーク衝撃力は、インパクトエネルギー及びインパクトと被験材料との複合剛性との組み合わせによって決定される。より高いピーク負荷は、剛性はより高いが靱性はより低い材料によるものである場合がある。このような状況では、最大変形がより低くなり、その結果、損傷前にプローブになされる機械的仕事の量が全体的に低下する。この現象は、ここで試験した試料で観察された。

50

## 【 0 0 3 3 】

試料間でピーク力の差が観察され（表 4）、実施例 3 B が最大のピーク力を生じた。これらの差は統計的に有意であり（表 5）、個別の試料の対の間の差も統計的に有意であった（表 6）。実施例 3 B は、衝撃エネルギー散逸が最も低いものの 1 つでもあった。したがって、実施例 3 B は、最も強い試料であるが、最も靱性の低い試料の 1 つである。逆に、実施例 1 は、最も靱性が高い試料であるが、実施例 3 B と比較して中程度の強度しか示さない。

## 【 0 0 3 4 】

フィルムから所望される特性に応じて、耐穿孔性のいずれの測定基準もより望ましくなり得る。衝撃強度が大きいと、より大きい負荷に耐えることができるが、靱性が高いと、任意の穿孔物体が引裂きを生じるためにフィルムを更に押し込む必要があることから、概ね穿孔に対する靱性が大きくなる。

## 【 0 0 3 5 】

標準試験方法の変更 / 試料調製方法：

衝撃穿孔特性は、ASTM D 3763 - 14 に従って評価した。この方法は、 $76.0 \pm 3.0$  mm の穴の上に一様に挟持されたフィルムに衝突する  $12.70 \pm 0.13$  mm の半球形プローブを有する落槍落下塔を説明している。プローブには、落下プローブの衝撃力を記録するための十分に高いサンプリング速度及び固有振動数を有するロードセルが装備されている（具体的な計器については表 7 参照）。

## 【 表 1 2 】

表 7：試験に使用した具体的な計器

構成要素	値
ロードセル	Kistler 9212 チャージモード圧電型
電荷増幅器	Kistler 5010
データ獲得システム	National Instruments 9234 & LabVIEW
落下塔	Instron Dynatup 8200
インパクト質量	7.095kg
標的衝撃速度	200m/分

## 【 0 0 3 6 】

落下プローブの力及び質量から、時間にもなうフィルムの変位を計算することができる（規格に記載されている手順）。力変位曲線よりも下の部分の積分は、フィルムによってプローブになされた仕事であり、衝撃のエネルギーのうちのどれだけがフィルムに吸収されたかを表す。規格によると、仕事は荷重履歴の特定の点において計算される必要がある。この仕事の目的で、荷重の最初の瞬間からピーク力までの積分をとった。積分は、Microsoft（商標）Excel でトラペゾイダル法実行を使用して計算した。

## 【 0 0 3 7 】

本発明の範囲及び趣旨を逸脱することなく、本発明に対する様々な修正及び改変が当業者には明らかとなるであろう。本発明は、本明細書に記載された例示的な実施形態及び実施例によって不当に限定されることを意図するものではなく、そのような実施例及び実施形態は、例としてのみ提示されており、本発明の範囲は、本明細書で以下の通り記載される特許請求の範囲によってのみ限定されることが意図されている点を理解されたい。

10

20

30

40

50

## フロントページの続き

- (72)発明者 カドマ, イグネシマス エー.  
アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427, ス  
リーエム センター
- (72)発明者 キャンベル, ステュワート ダブリュー.  
アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427, ス  
リーエム センター
- (72)発明者 ピーターソン, デーヴィッド エム.  
アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427, ス  
リーエム センター

審査官 石塚 寛和

- (56)参考文献 特開2008-265118(JP,A)  
特開2004-143432(JP,A)  
特開2014-005330(JP,A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)  
B32B 1/00-43/00  
B65D 65/00-65/46