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

特許第3810486号

(P3810486)

(45)発行日　平成18年8月16日(2006.8.16)　(24)登録日　平成18年6月2日(2006.6.2)

(51)Int.Cl.		F I	
B29C 47/08	(2006.01)	B29C	47/08
B29C 33/72	(2006.01)	B29C	33/72
C08L 23/00	(2006.01)	C08L	23/00
C08L 23/08	(2006.01)	C08L	23/08
C08L 29/00	(2006.01)	C08L	29/00

請求項の数 5　(全 10 頁)　最終頁に続く

(21)出願番号　特願平8-218155
(22)出願日　平成8年6月26日(1996.6.26)
(65)公開番号　特開平10-16023
(43)公開日　平成10年1月20日(1998.1.20)
審査請求日　平成15年4月1日(2003.4.1)

(73)特許権者　000004101
日本合成化学工業株式会社
大阪府大阪市北区大淀中一丁目１番８８号

(72)発明者　山本　友之
大阪府茨木市室山２丁目１３番１号
日本合成化学工業　中央研究所内

(72)発明者　豊住　政彦
大阪府茨木市室山２丁目１３番１号
日本合成化学工業　中央研究所内

審査官　有田　恭子

最終頁に続く

(54)【発明の名称】パージング剤

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）、親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）及び水（Ｃ）とからなり、その配合重量比（Ａ）／（Ｂ）が９９／１～３０／７０で、かつ（Ａ＋Ｂ）１００重量部に対して（Ｃ）を０．１～２０重量部含有してなり、さらに疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）のメルトインデックス（１９０℃、２１６０ｇ荷重）よりも親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）のメルトインデックス（２１０℃、２１６０ｇ荷重）を小さくすることを特徴とするパージング剤。

【請求項２】

水（Ｃ）を含有した親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）と疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）のブレンド物であることを特徴とする請求項１記載のパージング剤。

【請求項３】

疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）がポリオレフィン系樹脂であることを特徴とする請求項１または２記載のパージング剤。

【請求項４】

親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）がエチレン－酢酸ビニル共重合体ケン化物、ポリビニルアルコール、ポリアミド系樹脂のいずれか１種以上であることを特徴とする請求項１～３いずれか記載のパージング剤。

【請求項５】

被パージ樹脂（Ｄ）がエチレン－酢酸ビニル共重合体ケン化物、ポリビニルアルコール

系樹脂、ポリアミド系樹脂のいずれか１種以上であることを特徴とする請求項１～４いずれか記載のパージング剤。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】

本発明は，押出成形機内におけるエチレン－酢酸ビニル共重合体ケン化物（以下、ＥＶＯＨと略記する）、ポリビニルアルコール系樹脂（以下、ＰＶＡと略記する）、ポリアミド系樹脂（以下、ＰＡと略記する）等の樹脂のパージング剤に関し、更に詳しくは、押出機内において溶融流路内に残存する該樹脂を速やかに押出し、かつ再度該樹脂を流路内に導入した時、パージング剤の残存による異物，筋等の製品不良が大幅に改善されたパージング剤に関する。

【０００２】

【従来の技術】

従来より、ＥＶＯＨ、ＰＶＡ、ＰＡ等の樹脂は、ガスバリヤー性に優れているため、食品等の包装用フィルムや容器などに成形されて使用されている。

しかしながら、かかる成形時において、該樹脂を長時間にわたって溶融押出成形を行う場合、該樹脂が樹脂流路内に滞留して、ゲル化，劣化，分解などが生じて製品中にスジが発生したり、ゲル，ブツの混入が起こり製品不良を生じたり、更には、溶融押出装置の運転を停止した後再起動する場合、樹脂流路内に存在する該樹脂のゲルおよび分解物が長時間にわたり排出されるために、正常な製品を得るのに膨大な時間と製品ロスをもたらす結果となる。

【０００３】

これらの問題点を解決する為に、長時間運転中にゲル、スジ、ブツなどの異常が発生した場合や運転を停止する場合に、高密度ポリエチレン（ＨＤＰＥ）、低密度ポリエチレン（ＬＤＰＥ）、直鎖状低密度ポリエチレン（ＬＬＤＰＥ）、ポリスチレン（ＰＳ）、ポリプロピレン（ＰＰ）などをパージング剤（パージ樹脂）として用いて、樹脂流路内をかかるパージング剤で置換（パージ）する方法がとられている。

【０００４】

更に、パージの時間を短縮する為に、ＥＶＯＨ、ＰＶＡ、ＰＡ等の被パージ樹脂よりも粘度の高いパージング剤を使用したり、押出温度を下げたり、吐出量を増やすなどの方法が採られているが、多量のパージング剤を要したり、操作が繁雑である等の問題を抱えている。被パージ樹脂よりも粘度の高いパージング剤を使用すると被パージ樹脂からパージング剤への置換時間は短縮されるが、逆にパージング剤から被パージ樹脂へ置換する時にパージング剤を原因とするゲル、ブツの発生が長期間にわたり続き製品ロスを大きくしている。これを改善する為に、パージング剤から被パージ樹脂への置換時に、段階的に粘度の低いパージング剤に切替えていく手法や、押出温度を変える等の操作が行われているが、操作が繁雑であり、時間の損失も大きいという問題があった。

【０００５】

そこで、ＥＶＯＨ用のパージング剤として、パージング剤から被パージ樹脂に置換した時や溶融押出装置の停止後再起動した時に、ゲル、ブツ、スジが短時間に無くなり製品化時間の短縮目的として、特開平１－１７８５４５号公報にはＥＶＯＨにポリアミド／ポリエーテル共重合体，ポリエステル／ポリエーテル共重合体，ポリアミド／ポリエステル／ポリエーテル共重合体等をブレンドしたパージング剤が、また特開平５－２７９５１８号公報にはポリオレフィンあるいはポリオレフィン（／ＥＶＯＨブレンド物）に２族金属塩を配合したパージング剤が、更に特開平５－２６９７５４号公報にはある特定の溶融粘性指数（メルトインデックス）を満たすＥＶＯＨ等の樹脂からなるパージング剤が、又、特開昭６２－１１７７１２号公報には高溶融粘度のポリエステル樹脂に水を混合したパージング剤が、特開平４－１８７４１０号公報には高粘度樹脂と発泡剤含有低粘度樹脂の混合物に水を配合したパージング剤がそれぞれ開示されている。

【０００６】

【発明が解決しようとする課題】
しかしながら、上記の特開平１－１７８５４５号公報開示のパージング剤は、ＥＶＯＨとポリアミド系エラストマーを用いているためパージング剤そのものの安定性が悪くパージング中においてもゲルやブツ等の異物が発生する恐れがあり、また特開平５－２７９５１８号公報開示のパージング剤は、本発明者が詳細に検討したところ、パージング後の押出機内（金属表面）に僅かながらもパージング剤の残留が認められ、上記同様異物発生につながる恐れがあり、更に特開平５－２６９７５４号公報開示のパージング剤は加熱時の粘度が低い（３００分加熱後に非常に低粘度となる）ため異臭発生の原因となり製品に臭いが付く恐れがあり好ましくないという問題点を有しており、又、特開昭６２－１１７７１２号公報及び特開平４－１８７４１０号公報開示のパージング剤は、高溶融粘度のためパージング剤からの樹脂切り替えに際して、パージング剤の排出性が悪いという欠点を有している。

【０００７】
【課題を解決するための手段】
そこで、本発明者はかかる問題を解決するため鋭意研究を重ねた結果、疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）、親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）及び水（Ｃ）とからなり、その配合重量比（Ａ）／（Ｂ）が９９／１～３０／７０で、かつ（Ａ＋Ｂ）１００重量部に対して（Ｃ）を０．１～２０重量部含有してなり、さらに疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）のメルトインデックス（１９０℃、２１６０ｇ荷重）よりも親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）のメルトインデックス（２１０℃、２１６０ｇ荷重）を小さくするパージング剤が、パージング時間の短縮と製品ロスの低減をすることができ、更には熱安定性も良好で異臭発生の恐れもなく、より効果的なパージを行えることを見いだして本発明を完成するに至った。

【０００８】
【発明の実施の形態】
以下、本発明について具体的に説明する。
本発明に使用される疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）としては、ポリオレフィン系樹脂、ポリスチレン系樹脂等が挙げられ、好適にはポリオレフィン系樹脂が用いられる。
かかるポリオレフィン系樹脂としては、高密度ポリエチレン、中密度ポリエチレン、（直鎖状）低密度ポリエチレン、超低密度ポリエチレン、酢酸ビニルやアクリル酸エステル或いはブテン，ヘキセン，４－メチル－１－ペンテンなどのα－オレフィン類を共重合したポリエチレン、ポリプロピレンホモポリマー、エチレンをグラフト共重合したポリプロピレン、４－メチル－１－ペンテンなどのα－オレフィン類を共重合したポリプロピレン、ポリ－１－ブテン、ポリ－４－メチル－１－ペンテン及び上記ポリオレフィンに不飽和カルボン酸やその酸無水物，ビニルシラン系化合物，エポキシ基含有化合物等を共重合或いはグラフト重合してなる変性ポリオレフィン系樹脂などが挙げられ、直鎖状低密度ポリエチレン、低密度ポリエチレン、ポリプロピレン類が好適に用いられ、かかるポリオレフィン系樹脂のＭＩ（メルトインデックス、１９０℃，２１６０ｇ荷重時の測定値）は被パージ樹脂のＭＩ（同上、以下同様）との関係で一概に断言できないが、０．１～８０ｇ／１０分が好ましく、更には０．２～７０ｇ／１０分で、かかるＭＩが０．１ｇ／１０分未満では溶融押出成形性が不充分となり、逆に８０ｇ／分を越えると被パージ樹脂を排出する性能が低下して好ましくない。なお、疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）のＭＩを親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）のＭＩよりも大きくなるようにすることが必要である。

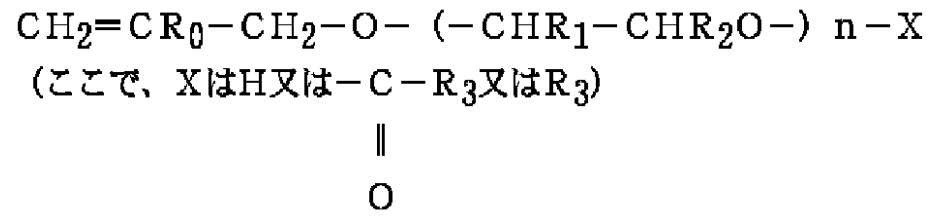
【０００９】
また、親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）としては、ＥＶＯＨ、ＰＶＡ、ＰＡ等が用いられる。
かかるＥＶＯＨはエチレン含有量１５～７０モル％、好適には２０～６０モル％、ケン化度は９０％以上、好適には９５％以上のものが用いられ、エチレン含有量が１５モル％未満では溶融押出成形が困難となり、逆に７０モル％を越えると水（Ｃ）を保持する性能が低下して好ましくない。又ケン化度が９０％未満ではＥＶＯＨの熱安定性が悪くなり好ましくない。かかるＥＶＯＨは更に少量のプロピレン、イソブテン、α－オクテン、α－ドデセン、α－オクタデセン等のα－オレフィン、不飽和カルボン酸又はその塩・部分アル

キルエステル・完全アルキルエステル・ニトリル・アミド・無水物、不飽和スルホン酸又はその塩等のコモノマーを含んでいても差支えない。

【００１０】

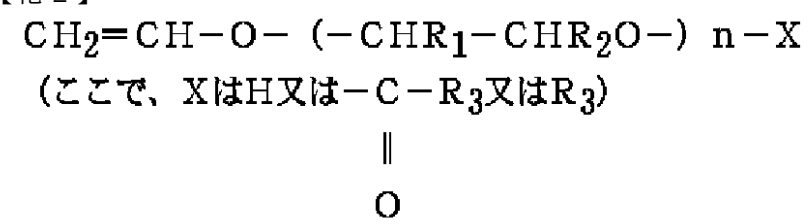
また、ＰＶＡは、溶融押出成形可能なものであれば特に限定されず、変性ＰＶＡや特定の添加剤を含有するＰＶＡ等を挙げることができ、変性ＰＶＡの例としては、オキシアルキレン基含有ＰＶＡ系樹脂が挙げられる。かかるオキシアルキレン基含有ＰＶＡ系樹脂のオキシアルキレン基含有量は１～６０重量％、好ましくは２～５０重量％、特に好ましくは３～４０重量％であり、１重量％未満であると押出成形性の低下等の問題があり、逆に６０重量％を越えると熱安定性が悪くなり好ましくない。ポリオキシアルキレン基の平均縮合度は３～１００であり、平均縮合度が３未満のものは、押出成形性の点で劣り、又オキシアルキレン基を導入する際の工業的生産性の低下等の問題点があり、平均縮合度が１００より多くなると押出成形性の低下等の問題点が生じ、好ましくは３～５０、持に好ましくは５～３０である。尚、ここで言う平均縮合度とは、下記化１、化２で示される化学式中のｎを示す。

【化１】



但し、R_0，R_1，R_2，R_3は水素又はアルキル基を示す。

【化２】



但し、R_0，R_1，R_2，R_3は水素又はアルキル基を示す。

【００１１】

オキシアルキレン基含有ＰＶＡ系樹脂における脂肪酸ビニルエステル単位のケン化度は６０～１００モル％であり、６０モル％未満では熱安定性の低下がみられ好ましくない。

また、添加剤を含有するＰＶＡの例として、多価アルコール（エチレングリコール、１，２－プロパンジオール、１，３－プロパンジオール、１，２－ブタンジオール、１－３－ブタンジオール、１－４－ブタンジオール、グリセリン、プロピレングリコール、ポリエチレンオキサイド等）などの添加剤が含有されたＰＶＡを挙げることができ、その含有量としては０．１～５０重量％が好ましく、更には０．２～４０重量％が好ましい。かかる含有量が０．１重量％未満では溶融押出成形が不可能であり、逆に５０重量％を越えると粘度低下が著しくなって好ましくない。

【００１２】

これらの変性ＰＶＡならびに添加剤を含有するＰＶＡに用いられるＰＶＡの平均重合度は１００～３０００が好ましく、更には３００～２０００が好ましい。又ケン化度は８０～１００モル％が好ましく、更には９０～１００モル％が好ましい。またこれらのＰＶＡは共重合成分としてα－オレフィン（エチレン、プロピレン、長鎖α－オレフィン等）、エチレン性不飽和カルボン酸系モノマー（アクリレート、メタクリレート、アクリロニトリル、塩化ビニル、ビニルエーテル等）を３０モル％程度以下であれば含んでもよい。

【００１３】

更に、ＰＡとしては、ポリカプラミド（ナイロン－６）、ポリ－ω－アミノヘプタン酸（ナイロン－７）、ポリウンデカンアミド（ナイロン１１）、ポリラウリンラクタム（ナイ

ロン－１２）、ポリエチレンジアミンアジパミド（ナイロン－２，６）、ポリテトラメチレンアジパミド（ナイロン－４，６）、ポリヘキサメチレンアジパミド（ナイロン－６，６）、ポリヘキサメチレンセバカミド（ナイロン－２，１０）、ポリヘキサメチレンドデカミド（ナイロン－６，１２）、ポリオクタメチレンアジパミド（ナイロン－８，６）、ポリデカノメチレンアジパミド（ナイロン－１０，６）、ポリドデカメチレンセバカミド（ナイロン－１０，８）、あるいは、カプロラクタム／ラウリンラクタム共重合体（ナイロン－６／１２）、カプロラクタム／ω－アミノノナン酸共重合体（ナイロン－６／９）、カプロラクタム／ヘキサメチレンジアミンアジペート共重合体（ナイロン－６／６，６）、ラウリンラクタム／ヘキサメチレンジアミンアジペート共重合体（ナイロン－１２／６，６）、ヘキサメチレンジアミンアジペート／ヘキサメチレンジアミンセバケート共重合体（ナイロン－６，６／６，１０）、エチレンジアミンアジペート／ヘキサメチレンジアミンアジペート共重合体（ナイロン－２，６／６，６）、カプロラクタム／ヘキサメチレンジアミンアジペート／ヘキサメチレンジアミンセバケート共重合体（ナイロン－６，６／６，１０）などが挙げられ、更には、非晶質ポリアミド、重縮合体も用いられる。

【００１４】

また、脂肪族ジアミンと芳香族ジカルボン酸の重縮合により得られるＰＡも用いることができ、かかる脂肪族ジアミンとしては、たとえばヘキサメチレンジアミン、２，２，４－トリメチルヘキサメチレンジアミン、２，４，４－トリメチルヘキサメチレンジアミン、２－メチルペンタメチレンジアミン、ビス－（４－アミノヘキシル）－メタン、２，２－ビス－（４－アミノヘキシル）－イソプロピリジン、１，４－（１，３）－ジアミノシクロヘキサン、１，５－ジアミノペン夕ン、１，４－ジアミノブ夕ン、１，３－ジアミノプロパン、および２－エチルジアノブタンなどが挙げられ、これらのジアミンは、一種またはそれ以上を同時に用いることができる。また、芳香族ジカルボン酸としては、たとえばイソフタール酸、テレフタール酸、アルキル置換イソフタール酸、アルキル置換テレフタール酸、ナフタレンジカルボン酸、ジフェニルエーテルジカルボン酸などが挙げられる。これらのジカルボン酸は、一種またはそれ以上を同時に用いることができる。

【００１５】

上記の疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）と親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）との配合重量比は疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）／親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）＝９９／１～３０／７０で、好ましくは９９／１～３５／６５、更に好ましくは９９／１～４０／６０である。かかる（Ａ）／（Ｂ）が３０／７０を越えると該混合樹脂組成物が樹脂流路内に付着して好ましくない。

本発明においては、上記の疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）と親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）に、更に水（Ｃ）を含有させることを最大の特徴とするもので、かかる水（Ｃ）の含有量は（Ａ）と（Ｂ）の合計１００重量部に対して０．１～２０重量部、好ましくは０．２～１８重量部、更に好ましくは０．３～１５重量部で、かかる水（Ｃ）の含有量が０．１重量部未満であると樹脂流路内に付着した被パージ樹脂を排出する効果がなく実用的でなく、また２０重量部を越えるとパージング剤の溶融粘度が下がりすぎて樹脂流路内の被パージ樹脂を排出できず不適である。

【００１６】

かかる水（Ｃ）を含有させる方法としては、▲１▼直接水あるいは水蒸気等を上記（Ａ）、（Ｂ）に含有させる方法、▲２▼金属水酸化物を上記（Ａ）、（Ｂ）に溶融混合させてその熱により水分を発生させる方法等があり、▲１▼の方法を実施するに当たっては、（Ａ）～（Ｃ）各成分の配合（混合）順序は特に限定されず、任意に行うことができ、上記の（Ａ）～（Ｃ）成分を溶融成形して本発明のパージング剤とすることも可能であるが、水（Ｃ）の含有量をコントロールすることが難しいため、特に、含水させた親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）と疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）の混合物とすることが好ましく、具体的には親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）を０～９０℃程度の冷水又は温水に０．１～１０時間程度浸漬させて、本発明の含水量となるようにした後、疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）と混合する方法、親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）の製造時の乾燥工程において含水量の調整を行って疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）と混合する方法等が挙げられる。

また、含水させた親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）と疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）のブレンドに当たっては、タンブラー、ヘンシェルミキサー、リボンブレンダー等の公知の撹拌機によってブレンドされる。

【００１７】

一方▲２▼の方法を実施するに当たっては、上記の如き水含有量になるように（Ａ）および／または（Ｂ）、あるいは（Ａ）と（Ｂ）の混合物に金属水酸化物を１５０～２５０℃で溶融混合するこにより実施することができ、かかる金属水酸化物の混合量はその種類により一概に言えないが、通常は（Ａ＋Ｂ）１００重量部に対して１～６０重量部程度であり、かかる金属水酸化物としてはＡｌ（ＯＨ）$_3$、Ｍｇ（ＯＨ）$_2$等が挙げられる。

また、本発明においては、一度パージングに用いたパージング剤を上記の（Ａ）～（Ｃ）の配合比に再調整して再度利用することも可能で、更には（Ａ）と（Ｂ）からなる樹脂組成物の成形物のスクラップ等を用いて（Ａ）と（Ｂ）の配合比や（Ｃ）の含有量等を調整して本発明のパージング剤とすることも可能である。

【００１８】

本発明のパージング剤には、必要に応じて、ヒンダードフェノール、あるいはヒンダードアミン類等の熱安定剤、酢酸カルシウム、酢酸マグネシウム、シリカ、酸化チタン、炭酸カルシウム等の金属塩、無機物の粉末類、金属セッケン、シリコン系、弗素系脂肪酸エステル、アミド系滑剤、顔料、発泡剤、界面活性剤、可塑剤などを本発明の効果を阻害しない範囲内で添加することができる。

本発明のパージング剤でパージされる被パージ樹脂（Ｄ）としてはＥＶＯＨ、ＰＶＡ、ＰＡの何れであってもよく、かかるＥＶＯＨは上記の親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）に記載のＥＶＯＨの中から選ばれるが、使用にあたっては、同一のエチレン含量、ケン化度のＥＶＯＨを使用してもよいし、異なるものを使用してもよい。更にＰＶＡ及びＰＡについても同様である。

【００１９】

かかる被パージ樹脂（Ｄ）と親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）は同一の種類の方が短時間でパージを行うことができる点では好ましい。すなわち、被パージ樹脂（Ｄ）がＥＶＯＨなら親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）もＥＶＯＨ、被パージ樹脂（Ｄ）がＰＶＡなら親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）もＰＶＡ、被パージ樹脂（Ｄ）がＰＡなら親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）もＰＡを用いることが好ましい。

本発明のパージング剤が使用される溶融押出装置に関しては特に限定されるものでなく、一軸押出機、二軸押出機が使用され、また単層フィルム押出機、単層インフレ押出機、射出成形機、多層押出機、多層インフレ押出機、多層ブロー成形機、共押出射出成形機なども使用される。

【００２０】

パージング剤の使用方法に関しては、通常被パージ樹脂（Ｄ）が押出機ホッパー内から無くなった後パージング剤を投入する。投入量は被パージ樹脂（Ｄ）の滞留量の６～３０倍程度投入する。このとき、スクリュー回転数を増加させたり、押出温度を変更してもよい。パージ終了後、被パージ樹脂（Ｄ）に直接切替えたり、ポリオレフィン、ポリスチレン、ポリエステル、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン等の他の樹脂に切替えることもできる。また、パージ終了後、押出機を降温停止し、引き続き被パージ樹脂（Ｄ）で再起動する場合、パージング剤がホッパー内から無くなったあと被パージ樹脂（Ｄ）を投入する。このときも、スクリュー回転数を増加させたり、押出温度を変更してもよい。再起動の時、元の被パージ樹脂（Ｄ）以外にも、ポリオレフィン、ポリスチレン、ポリエステル、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン等の他の樹脂に切替えることもできる。

【００２１】

【実施例】

以下に、実施例を挙げて本発明を具体的に説明する。

なお、以下「％」とあるのは、特にことわりのない限り、重量基準を意味する。

実施例１

親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）としてはＥＶＯＨ（エチレン含有量３２モル％、ケン化度９９．６モル％、２１０℃、２１６０ｇでのＭＩ＝３ｇ／１０分、円柱ペレット）を用いて、かかるＥＶＯＨを９０℃の熱水に５時間浸漬させて含水量約２０％のＥＶＯＨを得た。
次に上記の含水ＥＶＯＨと疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）として直鎖状低密度ポリエチレン（出光ポリエチレン－Ｌ　０４３４Ｎ、１９０℃、２１６０ｇでのＭＩ＝４ｇ／１０分）を（Ａ）／（Ｂ）＝７５／２５（重量比）になるようにドライブレンドして本発明のパージング剤［（Ａ＋Ｂ）１００重量部に対する水（Ｃ）の含有量は６重量部］を得た。

【００２２】

かかるパージング剤の評価を以下の要領で行った。
被パージ樹脂（Ｄ）として黒色に着色したＥＶＯＨ（上記と同じ）を単軸押出機（Ｌ／Ｄ＝２８）とダイ幅１００ｍｍのフィッシュテールダイを取り付けたブラベンダー社製プラスチコーダー（ＰＬＥ３３１）を用いて、供給部＝２００℃、圧縮部＝２３０℃、計量部＝２３０℃、ダイ温度＝２３０℃で３０分時間押出した。その後、同じ条件で上記のパージング剤を３０分間流した後ダイを解体し、ダイ内の金属表面への被パージ樹脂の付着状況（I）を目視観察した。
別途上記と同じ条件でＥＶＯＨを３０分時間押出した後、同じ条件でパージング剤を３０分間流した後、押出機を停止し、半日後に同一条件で再起動を行い、パージング剤から被パージ樹脂へと切替えを行い、被パージ樹脂のフィルム外観の評価として再起動後３０分経過した時のフィルムを採取し、５×１０ｃｍの大きさのフィルム中に存在するゲルの数（II）を数えた。更にフィッシュテールダイ表面へのパージング剤の付着状況（III）についても目視観察を行った。

【００２３】

尚、評価基準は以下の通り。
［ダイ内の金属表面の樹脂付着状況（I）］
◎　－－－　殆ど被パージ樹脂の付着が見られない。
○　－－－　僅かではあるが、被パージ樹脂の付着が見られる。
×　－－－　かなりの被パージ樹脂の付着が見られる。
［フィルム中に存在するゲルの数（II）］
◎　－－－　０～１個
○　－－－　２～４個
△　－－－　５～９個
×　－－－　１０個以上
［フィッシュテールダイ表面への樹脂付着状況（III）］
◎　－－－　殆どパージング剤の付着が見られない。
○　－－－　僅かではあるが、パージング剤の付着が見られる。
×　－－－　かなりのパージング剤の付着が見られる。

【００２４】

実施例２
実施例１において、（Ａ）／（Ｂ）＝９０／１０（重量比）になるようにドライブレンドした［（Ａ＋Ｂ）１００重量部に対する水（Ｃ）の含有量は２．５重量部］以外は同様に行って評価をした。

【００２５】

実施例３
実施例１において、被パージ樹脂（Ｄ）をエチレン含有量４４モル％、ケン化度９９．６モル％、２１０℃、２１６０ｇでのＭＩ＝１２ｇ／１０分のＥＶＯＨに変更した以外は同様に行って、同様に評価をした。

【００２６】

実施例４
実施例１において、ＥＶＯＨの含水量を２５％にした［（Ａ＋Ｂ）１００重量部に対する水（Ｃ）の含有量は８重量部］以外は実施例１と同様に行って、同様に評価をした。

【００２８】
実施例５
実施例１において疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）を低密度ポリエチレン（三菱化学(株)製、ＬＦ６２５Ｈ、１９０℃、２１６０ｇでのＭＩ＝６ｇ／１０分）にした以外は実施例１と同様に行って、同様に評価をした。
【００２９】
実施例６
実施例１において、親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）及び被パージ樹脂（Ｄ）をオキシアルキレン基含有ＰＶＡ系樹脂（オキシアルキレン基含有量２５重量％、ＰＶＡの重合度５００，ケン化度９５モル％、２１０℃、２１６０ｇでのＭＩ＝３ｇ／１０分）に変更し、約１０℃の冷水中に１時間浸漬させて含水ペレットを調整した以外は実施例１と同様に行って、同様に評価をした。
【００３０】
実施例７
親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）としてＥＶＯＨ（エチレン含有量３２モル％、ケン化度９９．６モル％、２１０℃、２１６０ｇでのＭＩ＝３ｇ／１０分）を用い、かかるＥＶＯＨの製造時の乾燥工程においてＥＶＯＨの含水量を２０％として得られた含水ＥＶＯＨを用いた［（Ａ＋Ｂ）１００重量部に対する水（Ｃ）の含有量は６重量部］以外は実施例１と同様に行って、同様に評価をした。
【００３１】
実施例８
実施例１の直鎖状低密度ポリエチレン及びＥＶＯＨを用いて、直鎖状低密度ポリエチレン９０重量部、ＥＶＯＨ１０重量部及び$Al(OH)_3$ １６重量部を２００℃で溶融混合して、含水率４．７％のパージング剤を得て、実施例１と同様に評価をした。
【００３２】
比較例１
実施例１において、（Ａ）／（Ｂ）の配合重量比を２０／８０とした以外は実施例１と同様に行って、同様に評価をした。
【００３３】
比較例２
実施例１において、疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）を無添加とした以外は実施例１と同様に行って、同様に評価をした。
【００３４】
比較例３
実施例１において、ＥＶＯＨの含水量を５５％にした［（Ａ＋Ｂ）１００重量部に対する水（Ｃ）の含有量は３０重量部］以外は実施例１と同様に行って、同様に評価をした。
【００３５】
比較例４
実施例１において、水（Ｃ）を無添加（ＥＶＯＨを熱乾燥させて含水量を０．１％未満とした）とした以外は実施例１と同様に行って、同様に評価をした。
【００３６】
比較例５
パージング剤として、低密度ポリエチレン（出光ポリエチレン－Ｌ　０１３４、１９０℃、２１６０ｇでのメルトインデックス＝１ｇ／１０分）のみを使用して実施例１と同様に行って、同様に評価をした。
実施例及び比較例の評価結果を表１に示す。
【表１】

	評価（I）	評価（II）	評価（III）
実施例１	◎	◎	◎
〃　２	◎	◎	◎

〃 3	◎	◎	◎
〃 4	◎	◎	◎
〃 5	◎	◎	◎
〃 6	◎	◎	◎
〃 7	◎	◎	◎
〃 8	◎	◎	◎
比較例1	×	×	◎
〃 2	×	×	○
〃 3	×	○	○
〃 4	×	×	×
〃 5	○	×	×

註）評価（I）～（III）は実施例１中の評価項目（I）～（III）を意味する。

【００３７】

【発明の効果】

本発明のパージング剤は、疎水性熱可塑性樹脂（Ａ）、親水性熱可塑性樹脂（Ｂ）及び水（Ｃ）を特定量配合し、かつ（Ａ）と（Ｂ）のＭＩの関係も特定しているため、ＥＶＯＨ、ＰＶＡ、ＰＡのような親水性熱可塑剤樹脂を溶融成形する装置において樹脂流路内の金属表面に密着した残存樹脂を速やかに排出でき、しかもＥＶＯＨ、ＰＶＡ、ＰＡを再度流路内に投入した場合でも、パージング剤の残存が無く、製品ロスを大幅に少なくすることができる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.			FI	
C08L	***77/00***	***(2006.01)***	C08L	77/00
B29K	*23/00*	*(2006.01)*	B29K	23:00
B29K	*29/00*	*(2006.01)*	B29K	29:00
B29K	*77/00*	*(2006.01)*	B29K	77:00

(56)参考文献 特開平１０－０６７０４０（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)

B29C 47/00-47/96
B29C 33/72
C08L 1/00-101/14