

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6797359号
(P6797359)

(45) 発行日 令和2年12月9日(2020.12.9)

(24) 登録日 令和2年11月20日(2020.11.20)

(51) Int.Cl.

F 1

B65D 65/40 (2006.01)
B32B 27/40 (2006.01)
C09J 175/08 (2006.01)B 65 D 65/40
B 32 B 27/40
C 09 J 175/08

D

請求項の数 5 (全 16 頁)

(21) 出願番号 特願2016-180529 (P2016-180529)
 (22) 出願日 平成28年9月15日 (2016.9.15)
 (65) 公開番号 特開2018-43771 (P2018-43771A)
 (43) 公開日 平成30年3月22日 (2018.3.22)
 審査請求日 令和1年7月19日 (2019.7.19)

(73) 特許権者 000002886
 D I C 株式会社
 東京都板橋区坂下3丁目35番58号
 (74) 代理人 100177471
 弁理士 小川 真治
 (74) 代理人 100163290
 弁理士 岩本 明洋
 (74) 代理人 100149445
 弁理士 大野 孝幸
 (72) 発明者 大原 伸一
 東京都板橋区坂下3丁目35番58号 D
 I C 株式会社 東京工場内
 (72) 発明者 木村 竜二
 東京都板橋区坂下3丁目35番58号 D
 I C 株式会社 東京工場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 包装体

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

第一のプラスチックフィルムと第二のプラスチックフィルムの間に接着剤層を積層してなる積層フィルムを袋状に成形してなる包装体であって、

前記接着剤層が、ポリイソシアネート成分 (A) と、ひまし油又は水酸基含有ひまし油誘導体 (b 1) と、数平均分子量 2,500 ~ 7,000 のポリアルキレングリコール (b 2) とを含有するポリオール成分 (B) とを必須成分とする無溶剤型ラミネート接着剤であることを特徴とする包装体。

【請求項 2】

前記ポリオール成分 (B) が、前記ひまし油又は水酸基含有ひまし油誘導体 (b 1) と前記ポリアルキレングリコール (b 2) との質量比 [(b 1) / (b 2)] が 75 / 25 ~ 25 / 75 となる割合で含むものである請求項 1 記載の包装体。

【請求項 3】

前記ポリイソシアネート成分 (A) が、芳香族ポリイソシアネートと、ポリアルキレングリコール及び / 又はポリエステルポリオールとの反応物である請求項 1 ~ 2 のいずれかに記載の包装体。

【請求項 4】

前記ポリイソシアネート成分 (A) が、芳香族ポリイソシアネートと、数平均分子量 200 ~ 6,000 の範囲にあるポリアルキレングリコール及び / 又は数平均分子量 200 ~ 3,000 の範囲にあるポリエステルポリオールとの反応物である請求項 1 ~ 3 のいずれ

かに記載の包装体。

【請求項 5】

前記ポリイソシアネート成分(A)中のイソシアネート基と前記ポリオール成分(B)中の水酸基との当量比[イソシアネート基/水酸基]が、1.0~5.0である請求項1~4のいずれかに記載の包装体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は第一のプラスチックフィルムと第二のプラスチックフィルムの間に接着剤層を積層してなる積層フィルムを袋状に成形してなる包装体に関する。

10

【背景技術】

【0002】

各種包装材、ラベル等に用いられる積層フィルム(ラミネートフィルムとも称する場合がある)は、各種多種多様なプラスチックフィルム、金属箔、紙等のラミネートにより、意匠性、機能性、保存性、利便性、輸送性が付与され、特に該積層フィルムを袋状に成形してなる包装体は、食品、医薬品、洗剤等の包装体として使用されている。

【0003】

従来ラミネートフィルムには、揮発性の有機溶剤に溶解した接着剤(溶剤型ラミネート接着剤と称される場合がある)をフィルムに塗工し、オーブンを通過する過程で有機溶剤を揮発させ、別のフィルムを貼り合わせるドライラミネーション方式により得るものが主流であったが、近年、環境負荷の低減および作業環境の改善の観点から、揮発性の有機溶剤を含有しない、反応型2液タイプのラミネート接着剤(無溶剤型ラミネート接着剤と称される場合がある)の需要が高まりつつある。(例えば特許文献1参照)

20

【0004】

前記特許文献1記載の無溶剤型ラミネート接着剤は、無溶剤型接着剤における接着強度とエージング時間短縮に効果があるものの、芳香族イソシアネートとポリエステルジオールとを組み合わせることから、無溶剤型接着剤用の樹脂としては比較的粘度が高くなってしまうものであった。そのため、金属蒸着フィルムを用いた場合において200m/min以上の高速条件にて貼り合わせを行った場合には、塗工表面が荒れた状態で第二給紙とラミネートされることにより、空気の嗜み込みによる気泡混入を招きやすいものであった。更に、硬化剤としてポリエステルジオールとジエチレングリコール等の低分子量ジオールとを併用することから、接着剤自体の弾性率が低くなってしまい、ラミネート加工後の気泡の移動・集合によって気泡の拡大化を招きやすく、特に高速ラミネート加工時のラミネート物の外観不良やミスティングによる作業性悪化や作業者の健康被害の原因となっていた。

30

【0005】

更に、無溶剤型ラミネート接着剤は、原料として、溶剤型ラミネート接着剤よりも若干低分子の反応性モノマーを使用することから、ラミネート後包装材になった際にフィルムを通して内容物に溶出(移行)する可能性があった。特に近年では、欧州を始め、プラスチック容器から化学物質の溶出(移行)する成分の規制が細かく定義されるようになり、容器からの化学物質の溶出成分が少ない製品が求められている。一般に接着剤に使用される化学物質の溶出では、SML(Specific migration limit)が規定されており、溶出物は容易に特定ができる、制御が可能であるが、合成等で生成する非意図的添加物質(NIAS)の溶出は簡単にはクリアできない問題となっている。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献1】特開2014-159548号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

50

本発明が解決しようとする課題は、ラミネート後のラミネート物の外観が良好であり、且つラミネート後のフィルムを通して内容物に溶出する非意図的物質の非常に少ない包装体を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者等は、前記課題を解決すべく鋭意研究した結果、ポリイソシアネート成分(A)と、ひまし油又は水酸基含有ひまし油誘導体(b1)と、数平均分子量 2 , 500 ~ 7 , 000 のポリアルキレングリコール(b2)とを含有するポリオール成分(B)とを必須成分とする、揮発性の有機溶剤を使用しない反応型ラミネート接着剤を使用した包装体が、前記課題を解決することを見いだした。

10

【0009】

即ち本発明は、第一のプラスチックフィルムと第二のプラスチックフィルムの間に接着剤層を積層してなる積層フィルムを袋状に成形してなる包装体であって、前記接着剤層が、ポリイソシアネート成分(A)と、ひまし油又は水酸基含有ひまし油誘導体(b1)と、数平均分子量 2 , 500 ~ 7 , 000 のポリアルキレングリコール(b2)とを含有するポリオール成分(B)とを必須成分とするラミネート接着剤である包装体を提供する。

【発明の効果】

【0010】

本発明によれば、ラミネート後のラミネート物の外観が良好であり、且つラミネート後のフィルムを通して内容物に溶出する非意図的物質の非常に少ない包装体を提供することができる。また洗剤や薬剤などの内容物の充填時、充填後の時間経過後も、デラミネーション等のラミネート構成体の剥離を発生させず、優れた接着性、内容物耐性を有する。

20

【発明を実施するための形態】

【0011】

本発明の包装体は、第一のプラスチックフィルムと第二のプラスチックフィルムの間に接着剤層を積層してなる積層フィルムを袋状に成形してなる包装体であり、前記積層フィルムに使用する接着剤層として、ポリイソシアネート成分(A)と、ひまし油又は水酸基含有ひまし油誘導体(b1)と、数平均分子量 2 , 500 ~ 7 , 000 のポリアルキレングリコール(b2)とを含有するポリオール成分(B)とを必須成分とするラミネート接着剤を使用することが特徴である。

30

【0012】

(溶剤)

本発明で使用する接着剤は、前述の通り反応型 2 液タイプのラミネート接着剤であり、従来の揮発性の有機溶剤を使用しないことから無溶剤型ラミネート接着剤とも称される。

本発明では、イソシアネート基と水酸基との化学反応によって硬化する接着剤を使用する。なお本発明でいう無溶剤型の接着剤の「溶剤」とは、本発明で使用するポリイソシアネートやポリオールを溶解することの可能な、溶解性が高く揮発性の有機溶剤を指し、「無溶剤」とは、これらの溶解性の高い有機溶剤を含まないことを指す。溶解性の高い有機溶剤とは、具体的には、トルエン、キシレン、塩化メチレン、テトラヒドロフラン、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸 n - プロピル、酢酸 n - ブチル、アセトン、メチルエチルケトン(M E K)、シクロヘキサン、トルオール、キシロール、 n - ヘキサン、シクロヘキサン等が挙げられる。中でもトルエン、キシレン、塩化メチレン、テトラヒドロフラン、酢酸メチル、酢酸エチルは特に溶解性の高い有機溶剤として知られている。

40

一方本発明の接着剤は、低粘度等の要求がある場合には、所望の粘度に応じて適宜前記溶解性の高い有機溶剤で希釈して使用してもよい。その場合は、ポリイソシアネート組成物(X)またはポリオール組成物(Y)のいずれか 1 つを希釈してもよいし両方を希釈してもよい。このような場合に使用する有機溶剤としては、例えば酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸 n - プロピル、酢酸 n - ブチル、アセトン、メチルエチルケトン(M E K)、シクロヘキサン、トルオール、キシロール、 n - ヘキサン、シクロヘキサン等が挙げられる。

50

これらの中でも溶解性の点から酢酸エチルやメチルエチルケトン（M E K）が好ましく、特に酢酸エチルが好ましい。有機溶剤の使用量は所要される粘度によるが概ね0.1~10質量%の範囲で使用することが多い。

また、本発明の接着剤の低粘度化を達成するために、トリアセチン、プロピレンカーボネート等の水酸基を有さないカルボニル基を有する沸点200以上の中の溶剤も使用してよい。これら高沸点の有機溶剤の使用量は所要される粘度と塗膜物性によるが概ね0.1~10質量%の範囲で使用することが多い。

【0013】

（接着剤層 ポリオール成分（B））

本発明で使用する接着剤層のうちポリオール成分（B）は、ひまし油又は水酸基含有ひまし油誘導体と、数平均分子量2,500~7,000のポリアルキレングリコールとを併用する。これにより接着剤自体が低粘度かつ高弾性率なものとなり、ラミネート物の外観が良好なものとなる他、接着剤としての基本的な性能である長いポットライフと、ラミネート物の高い耐熱性を得ることができる。

【0014】

ここで、ひまし油は、市販されているものを使用することができる。また、水酸基含有ひまし油誘導体としては、ひまし油の脂肪酸エステル交換体、ひまし油の水素添加物であるヒマシ硬化油、ひまし油のエチレンオキサイド5~50モル付加体等が挙げられる。これらの中でも特にひまし油が接着剤粘度を低減できる点から好ましい。

【0015】

一方、数平均分子量2,500~7,000のポリアルキレングリコールは、例えば、エチレンオキサイドの重合物であるポリエチレングリコール、プロピレンオキシドの重合物であるポリプロピレングリコール、ブチレンオキサイドの重合物であるポリブチレングリコール等が挙げられる。これらのポリアルキレングリコールは、水又はアルコールを開始剤として各アルキレングリコールを重合させることによって製造することができる。

【0016】

数平均分子量2,500以上のポリアルキレングリコールを使用することにより、ポリアルキレングリコールの低分子量の部分が非意図的添加物として内容物に溶出することを防ぐことが可能になる。

【0017】

ここで開始剤として用いることのできる、アルコールとしては、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、2-メチル-1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、3-メチル-1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、メチルペンタンジオール、ジメチルブタンジオール、ブチルエチルプロパンジオール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、ビスヒドロキシエトキシベンゼン、1,4-シクロヘキサンジオール、1,4-シクロヘキサンジメタノール、トリエチレングリコール等のグリコール；およびグリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール、及びソルビトールといった3官能以上の多官能アルコールが挙げられる。

【0018】

本発明では、上記ポリアルキレングリコールは数平均分子量（M_n）2,500~7,000の範囲にあることを特徴としている。数平均分子量（M_n）が2,500以上のものを選択することにより、接着剤の弾性率が高まり、ラミネート時に接着剤に入り込んだ気泡の移動や集合を効果的に抑止することができる。他方、数平均分子量（M_n）を7,000以下とすることにより、接着剤の粘度が過度に高くなることを防止でき、無溶剤型ラミネート接着剤として加工性に優れたものとなる。これらのなかでも、特に、高速ラミネート加工時におけるラミネート物外観が良好なものとなる点から、数平均分子量（M_n）は28,000~6,000の範囲であることが好ましい。

【0019】

10

20

30

40

50

本発明で使用する無溶剤型ラミネート接着剤における硬化剤であるポリオール成分(B)は、ひまし油又は水酸基含有ひまし油誘導体(b 1)と、数平均分子量(M w) 2 , 8 0 0 ~ 7 , 0 0 0 のポリアルキレンジリコール(b 2)とを含有することを特徴とするものであるが、その組成比率は、質量比 [(b 1) / (b 2)] が 9 0 / 1 0 ~ 2 0 / 8 0 となる割合であることが、最終的に得られるラミネート物の外観、及びミスティング防止の点から好ましい。これらの中でもラミネート物の生産性を高めるべく、高速ラミネート加工する場合であっても良好なラミネート物外観が得られる点から、ポリアルキレンジリコール(b 2)の数平均分子量(M n)は 2 , 8 0 0 ~ 6 , 0 0 0 の範囲であって、かつ、ひまし油又は水酸基含有ひまし油誘導体(b 1)とポリアルキレンジリコール(b 2)との質量比 [(b 1) / (b 2)] が 7 5 / 2 5 ~ 2 5 / 7 5 となる割合であることが好ましい。
10

【 0 0 2 0 】

本発明では、前記ひまし油又は水酸基含有ひまし油誘導体、及び数平均分子量 2 , 5 0 0 ~ 7 , 0 0 0 のポリアルキレンジリコールの他のポリオール成分を、本発明の効果を損なわない範囲で使用してもよい。他のポリオール成分としては、エチレンジリコール、プロピレンジリコール、1 , 3 - プロパンジオール、2 - メチル - 1 , 3 - プロパンジオール、1 , 4 - ブタンジオール、1 , 5 - ペンタンジオール、3 - メチル - 1 , 5 - ペンタンジオール、1 , 6 - ヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、メチルペンタンジオール、ジメチルブタンジオール、ブチルエチルプロパンジオール、ジエチレンジリコール、トリエチレンジリコール、テトラエチレンジリコール、ジプロピレンジリコール、トリブロピレンジリコール、ビスヒドロキシエトキシベンゼン、1 , 4 - シクロヘキサンジオール、1 , 4 - シクロヘキサンジメタノール、トリエチレンジリコール等のグリコール；ビスフェノール A 、ビスフェノール F 、水素添加ビスフェノール A 、水素添加ビスフェノール F 等のビスフェノール；ダイマージオール；前記グリコール等の重合開始剤の存在下にエチレンオキサイド、プロピレンオキサイド、ブチレンオキサイド、エピクロルヒドリン、テトラヒドロフラン、シクロヘキシレン等のアルキレンオキシドを付加重合したポリアルキレンジリコール；該ポリアルキレンジリコールを更に前記芳香族又は脂肪族ポリイソシアネートで高分子量化したウレタン結合含有ポリエーテルポリオール；プロピオラクトン、ブチロラクトン、 - カプロラクトン、 - バレロラクトン、 - メチル - - バレロラクトン等の環状エステル化合物の開環重合反応によって得られるポリエステルと前記グリコール、グリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール等の多価アルコールとの反応物であるポリエステルポリオール等が挙げられる。これらのその他のポリオール成分は、ポリオール成分(B)中 1 0 質量% 以下であることが望ましい。
20

【 0 0 2 1 】

(接着剤層 ポリイソシアネート成分(A))

次に、本発明において主剤として用いるポリイソシアネート成分(A)は、例えば、トリレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、1 , 5 - ナフタレンジイソシアネート、トリフェニルメタントリイソシアネートなどの芳香族ポリイソシアネート；1 , 6 - ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、4 , 4 ' - メチレンビス(シクロヘキシルイソシアネート)、リジンジイソシアネート、トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、1 , 3 - (イソシアネートメチル) シクロヘキサン等の脂肪族ポリイソシアネート；これらの芳香族又は脂肪族ポリイソシアネートと、ポリオールとの反応生成物であるポリイソシアネート、これらの芳香族又は脂肪族ポリイソシアネートのビウレット体、または、これらの芳香族又は脂肪族ポリイソシアネートのイソシアヌレート体などのポリイソシアネートの誘導体(变性物)、これらの芳香族又は脂肪族ポリイソシアネートをトリメチロールプロパン变性したアダクト体などが挙げられる。
30

【 0 0 2 2 】

ここで芳香族又は脂肪族ポリイソシアネートとの反応に用いるポリオールとしては、具体的には、エチレンジリコール、プロピレンジリコール、1 , 3 - プロパンジオール、1
40

10

20

30

40

50

, 4 - プタンジオール、1 , 5 - ペンタンジオール、3 - メチル - 1 , 5 - ペンタンジオール、1 , 6 - ヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、メチルペンタンジオール、ジメチルブタンジオール、ブチルエチルプロパンジオール、1 , 4 - シクロヘキサンジオール、1 , 4 - シクロヘキサンジメタノール等のアルキレンジグリコール；ビスフェノールA、ビスフェノールF等のアルキレンジグリコールエーテル、水素添加ビスフェノールA、水素添加ビスフェノールF等のビスフェノール；ダイマージオール；ビスヒドロキシエトキシベンゼン；ジエチレンジグリコール、トリエチレンジグリコール、その他のポリエチレンジグリコール、ポリブロピレンジグリコール、ポリブチレンジグリコール等のポリアルキレンジグリコール；該ポリアルキレンジグリコールを更に前記芳香族又は脂肪族ポリイソシアネートで高分子量化したウレタン結合含有ポリエーテルポリオール；前記アルキレンジグリコール又はポリアルキレンジグリコールと、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、フマル酸、マレイン酸、スペリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ウンデカン二酸、ドデカン二酸、トリデカン二酸等の炭素原子数が2～13の範囲である脂肪族ジカルボン酸を反応させて得られるポリエステルポリオール；プロピオラクトン、ブチロラクトン、-カプロラクトン、-バレロラクトン、-メチル-バレロラクトン等の環状エステル化合物の開環重合反応によって得られるポリエステルと、前記グリコール、グリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール等の多価アルコールとの反応物であるポリエステルポリオール等が挙げられる。
10

【0023】

芳香族又は脂肪族ポリイソシアネートとの反応に用いるポリオールとしては、これらのうち、接着剤自体の低粘度化を図りつつ、接着強度を高めることができる点から、ポリアルキレンジグリコール、又はポリエステルポリオールが好ましく、ポリアルキレンジグリコールとしては、数平均分子量(M_n)200～6,000の範囲にあるものが好ましい。他方、ポリエステルポリオールは、前記アルキレンジグリコール又は分子量300以下のポリアルキレンジグリコールと炭素原子数2～30の脂肪族多価カルボン酸とを反応させて得られるものが好ましい。また、後者のポリエステルポリオールはその原料アルコール成分として、グリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール等の3官能以上のアルコールを該ポリオール成分中10質量%以下となる割合で用いてもよい。
20

【0024】

以上詳述したポリイソシアネート成分(A)の中でも、軟包装基材用としては芳香族ポリイソシアネートと数平均分子量200～6,000の範囲にあるポリアルキレンジグリコールとを反応させて得られるポリイソシアネート、芳香族ポリイソシアネートと数平均分子量200～3,000の範囲にあるポリエステルポリオールとを反応させて得られるポリイソシアネートが硬化物に適度な柔軟性を付与できる点から好ましく、具体的には、滴定法(ジ-n-ブチルアミン使用)によるイソシアネート含有率が5～20質量%のものが適正な樹脂粘度となって塗工性に優れる点から好ましい。
30

【0025】

一方、無溶剤型ラミネート接着剤の硬質基材用では芳香族ポリイソシアネートと数平均分子量200～3,000の範囲にあるポリエステルポリオールとを反応させて得られるポリイソシアネート；芳香族ポリイソシアネートと、数平均分子量200～3,000の範囲にあるポリエステルポリオール及び数平均分子量200～6,000の範囲にあるポリアルキレンジグリコールの混合物とを反応させて得られるポリイソシアネートが接着強度に優れる点から好ましく、具体的には、滴定法(ジ-n-ブチルアミン使用)によるイソシアネート含有率が5～20質量%のものが、やはり適正な樹脂粘度となって塗工性に優れる点から好ましい。
40

【0026】

ここで、芳香族ポリイソシアネートと、ポリアルキレンジグリコール又はポリエステルポリオールとの混合物との反応割合は、芳香族ポリイソシアネート中のイソシアネート基とポリオール中の水酸基との当量比[イソシアネート基/水酸基]が1.5～5.0の範囲であることが、接着剤の粘度が適正範囲となって塗工性が良好となる点から好ましい。
50

【0027】

尚、本願発明において、ポリイソシアネート成分（A）の原料となるポリアルキレングリコール及びポリエステルポリオール、及びポリオール成分（B）を構成するポリアルキレングリコールの数平均分子量（M_n）は、下記条件のゲルパーミエーションクロマトグラフィー（G P C）により測定される値である。

【0028】

測定装置；東ソー株式会社製 HLC-8220 G P C
 カラム；東ソー株式会社製 TSK-GUARD COLUMN SuperHZ-L
 + 東ソー株式会社製 TSK-GEL SuperHZM-M × 4 10
 検出器；R I（示差屈折計）
 データ処理；東ソー株式会社製 マルチステーション G P C - 8020 model II
 測定条件；カラム温度 40
 溶媒 テトラヒドロフラン
 流速 0.35 ml / 分
 標準；単分散ポリスチレン
 試料；樹脂固体分換算で 0.2 質量 % のテトラヒドロフラン溶液をマイクロフィルターでろ過したもの（100 μl）

【0029】

また、本発明で使用する無溶剤型ラミネート接着剤は、前記ポリイソシアネート成分（A）と、前記ポリオール成分（B）との使用割合は、前記ポリイソシアネート成分（A）中のイソシアネート基と、前記ポリオール成分（B）中の水酸基との当量比 [イソシアネート基 / 水酸基] は、イソシアネート基が水分や印刷インキ中の活性水素によって消費されることを考慮し、通常、イソシアネート基過剰となる範囲で適宜選択され、例えば、1.0 ~ 5.0 となる割合であることが好ましく、特に 1.5 ~ 3.5 となる割合であることが、適度な架橋度となり耐熱性が良好なものとなる点から好ましい。 20

【0030】

本発明で使用する無溶剤型ラミネート接着剤は、詳述した通り、ポリイソシアネート成分（A）とポリオール成分（B）とを必須成分とするものであるが、更に、脂肪族環状アミド化合物を、ポリイソシアネート成分（A）とポリオール成分（B）のどちらか一方の成分に混合させるか、或いは、第3成分として塗工時に配合することにより、ラミネート包装体において芳香族アミンに代表される有害な低分子化学物質の内容物への溶出が効果的に抑制できる。 30

【0031】

ここで用いる脂肪族環状アミド化合物は、例えば、-バレロラクタム、-カプロラクタム、-エナントールラクタム、-カプリルラクタム、-プロピオラクタム等が挙げられる。これらの中でも低分子化学物質の溶出量低減の効果に優れる点から -カプロラクタムが好ましい。また、その配合量は、ポリオール成分（B）100 質量部あたり、脂肪族環状アミド化合物を 0.1 ~ 5 質量部の範囲で混合させることが好ましい。 40

【0032】

本発明で使用する無溶剤型ラミネート接着剤は、必要に応じて、顔料を併用してもよい。この場合使用可能な顔料としては、特に限定されるものではなく、例えば、塗料原料便覧 1970 年度版（日本塗料工業会編）に記載されている体质顔料、白顔料、黒顔料、灰色顔料、赤色顔料、茶色顔料、緑色顔料、青顔料、金属粉顔料、発光顔料、真珠色顔料等の有機顔料や無機顔料、さらにはプラスチック顔料などが挙げられる。これら着色剤の具体例としては種々のものが挙げられ、有機顔料としては、例えば、ベンチジンエロー、ハンザエロー、レーキッド 4 R 等の、各種の不溶性アゾ顔料；レーキッド C、カーミン 6 B、ボルドー 10 等の溶性アゾ顔料；フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン等の各種（銅）フタロシアニン系顔料；ローダミンレーキ、メチルバイオレットレーキ等の各種の塩素性染め付けレーキ；キノリンレーキ、ファストスカイブルー等の各種の媒染染料 50

系顔料；アンスラキノン系顔料、チオインジゴ系顔料、ペリノン系顔料等の各種の建染染料系顔料；シンカシアレッドB等の各種のキナクリドン系顔料；デオキサジンバイオレット等の各種のデオキサジン系顔料；クロモフタール等の各種の縮合アゾ顔料；アニリンブラックなどが挙げられる。

【0033】

無機顔料としては、例えば、黄鉛、ジンククロメート、モリブデートオレンジ等の如き、各種のクロム酸塩；紺青等の各種のフェロシアン化合物；酸化チタン、亜鉛華、マピコ工ロー、酸化鉄、ベンガラ、酸化クロームグリーン、酸化ジルコニウム等の各種の金属酸化物；カドミウムエロー、カドミウムレッド、硫化水銀等の各種の硫化物ないしはセレン化物；硫酸バリウム、硫酸鉛等の各種の硫酸塩；ケイ酸カルシウム、群青等の各種のケイ酸塩；炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム等の各種の炭酸塩；コバルトバイオレット、マンガン紫等の各種の燐酸塩；アルミニウム粉、金粉、銀粉、銅粉、プロンズ粉、真鍮粉等の各種の金属粉末顔料；これら金属のフレーク顔料、マイカ・フレーク顔料；金属酸化物を被覆した形のマイカ・フレーク顔料、雲母状酸化鉄顔料等のメタリック顔料やパール顔料；黒鉛、カーボンブラック等が挙げられる。

【0034】

体質顔料としては、例えば、沈降性硫酸バリウム、ご粉、沈降炭酸カルシウム、重炭酸カルシウム、寒水石、アルミナ白、シリカ、含水微粉シリカ（ホワイトカーボン）、超微粉無水シリカ（アエロジル）、珪砂（シリカサンド）、タルク、沈降性炭酸マグネシウム、ベントナイト、クレー、カオリン、黄土などが挙げられる。

【0035】

さらに、プラスチック顔料としては、例えば、D I C（株）製「グランドールPP-1000」、「PP-2000S」等が挙げられる。

【0036】

本発明で用いる顔料としては、耐久性、耐侯性、意匠性に優れることから、白色顔料としての酸化チタン、亜鉛華等の無機酸化物、黒色顔料としてのカーボンブラックがより好みしい。

【0037】

本発明で用いる顔料の質量割合は、ポリイソシアネート成分（A）とポリオール成分（B）の合計100質量部に対して、1～400質量部、中でも10～300質量部することが、接着性、耐ブロッキング性などに優れることからより好みしい。

【0038】

また本発明で使用する無溶剤型ラミネート接着剤には接着促進剤を用いることもできる。接着促進剤にはシランカップリング剤、チタネート系カップリング剤、アルミニウム系等のカップリング剤、エポキシ樹脂が挙げられる。

【0039】

シランカップリング剤としては、例えば、-アミノプロピルトリエトキシシラン、-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-（アミノエチル）-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-（アミノエチル）-アミノプロピルトリメチルジメトキシシラン、N-フェニル-アミノプロピルトリメトキシシラン等のアミノシラン；-（3,4-エポキシシクロヘキシル）エチルトリメトキシシラン、-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、-グリシドキシプロピルトリエトキシシラン等のエポキシシラン；ビニルトリス（-メトキシエトキシ）シラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン等のビニルシラン；ヘキサメチルジシラザン、-メルカブトプロピルトリメトキシシラン等を挙げることが出来る。

【0040】

チタネート系カップリング剤としては、例えば、テトライソプロポキシチタン、テトラ-n-ブトキシチタン、ブチルチタネートダイマー、テトラステアリルチタネート、チタンアセチルアセトネート、チタンラクテート、テトラオクチレングリコールチタネート、

10

20

30

40

50

チタンラクテート、テトラステアロキシチタン等を挙げることが出来る。

【0041】

また、アルミニウム系カップリング剤としては、例えば、アセトアルコキアルミニウムジイソプロピレート等が挙げることが出来る。

【0042】

エポキシ樹脂としては、一般的に市販されているビスフェノール型エポキシ樹脂、ノボラック型エポキシ樹脂、ビスフェノールの-メチルグリシジルエーテル、ノボラック樹脂の-メチルグリシジルエーテル、環状オキシラン型エポキシ樹脂、レゾルシン型エポキシ樹脂等の各種エポキシ樹脂が挙げられる。

【0043】

本発明で使用する無溶剤型ラミネート接着剤には、必要であれば、前記以外のその他の添加剤を含有させてもよい。添加剤としては、例えば、レベリング剤；コロイド状シリカ、アルミナゾルなどの無機微粒子；ポリメチルメタクリレート系の有機微粒子；消泡剤；タレ性防止剤；湿潤分散剤；粘性調整剤；紫外線吸収剤；金属不活性化剤；過酸化物分解剤；難燃剤；補強剤；可塑剤；潤滑剤；防錆剤；蛍光性増白剤；無機系熱線吸収剤；防炎剤；帯電防止剤；脱水剤などが挙げられる。

10

【0044】

これらの顔料、接着促進剤、添加剤は、ポリイソシアネート成分(A)又はポリオール成分(B)のどちらか一方の成分に混合させるか、或いは、第3成分として塗工時に配合して使用することができる。これらのなかでも、顔料、接着促進剤、及び添加剤をポリオール成分(B)に予め配合したプレミックスを本発明のラミネート接着剤用ポリオール組成物として調整し、2液型接着剤として使用することが、作業性の点から好ましい。

20

【0045】

(積層フィルム)

本発明で使用する積層フィルムは、第一のプラスチックフィルムと第二のプラスチックフィルムの間に前記無溶剤型ラミネート接着剤からなる接着剤層を積層してなる。具体的には、前記無溶剤型ラミネート接着剤を第一のプラスチックフィルムに塗布、次いで塗布面に第二のプラスチックフィルムを積層し、該接着剤層を硬化させて得られるものである。例えば前記無溶剤型ラミネート接着剤を、ロールコーテー塗工方式で第一のプラスチックフィルムに塗布し、次いで、乾燥工程を経ることなく、他の基材を貼り合わせる方法が挙げられる。塗工条件は、通常のロールコーテーでは、30 ~ 90 まで加熱した状態で、接着剤の配合液粘度が40 で300 ~ 3000 mPa · s 程度が好ましい。また塗布量は、0.5 ~ 5 g / m² が好ましく、より好ましくは、0.5 ~ 3 g / m² 程度で使用するのがよい。

30

【0046】

また、前記第一のプラスチックフィルム上に、印刷インキをグラビア又はフレキソ印刷したものを用いてもよく、この場合であっても良好なラミネート外観を呈することができる。前述の印刷インキは溶剤型、水性型又は活性エネルギー線硬化型インキを使用することがきる。

【0047】

本発明で使用する無溶剤型ラミネート接着剤を用いた場合、ラミネートした後、常温または加温下で、12 ~ 72 時間で接着剤が硬化し、実用物性を発現する。

40

【0048】

ここで用いる、第一のプラスチックフィルムとしては、P E T (ポリエチレンテレフタレート)フィルム、ナイロンフィルム、O P P (2軸延伸ポリプロピレン)フィルム、ポリ塩化ビニリデン等のKコートフィルム、各種蒸着フィルム等のベースフィルムやアルミ箔等が挙げられ、第二のプラスチックフィルムとしては、前記他の基材としては、C P P (無延伸ポリプロピレン)フィルム、V M C P P (アルミ蒸着無延伸ポリプロピレンフィルム)、L L D P E (直鎖状低密度ポリエチレン)、L D P E (低密度ポリエチレン)、H D P E (高密度ポリエチレン)、V M L D P E (アルミ蒸着無低密度ポリエチレンフィ

50

ルム) フィルム等のシーラントフィルムが挙げられる。

【0049】

本発明においては、無溶剤型ラミネート機で高速ラミネート加工しても優れた積層フィルム外観が得られるが、例えば、P E T (ポリエチレンテレフタレート) フィルム / V M C P P (アルミ蒸着無延伸ポリプロピレンフィルム) のフィルム構成の場合 200 m / 分以上、O P P / C P P のフィルム構成の場合 350 m / 分以上の高速加工であっても良好な外観を呈することできる。

【0050】

(包装体)

本発明の包装体は、前記積層フィルムをヒートシールすることにより包装体の形態となる。また、包装体としての用途、必要な性能(易引裂性やハンドカット性)、包装体として要求される剛性や耐久性(例えば、耐衝撃性や耐ピンホール性など)などを考慮した場合、必要に応じて他の層を積層することもできる。通常は基材層、紙層、第2のシーラント層、不織布層などを伴って使用される。他の層を積層する方法としては、公知の方法を用いることができる。たとえば、他の層との層間に接着剤層を設けてドライラミネート法、熱ラミネート法、ヒートシール法、押出しラミネート法などにより積層すればよい。接着剤としては、前記無溶剤型ラミネート接着剤を使用してもよいし、他の1液タイプのウレタン系接着剤、エポキシ系接着剤、酸変性ポリオレフィンの水性分散体などを用いてもよい。

【0051】

具体的な積層体構成としては、一般的の包装体や蓋材、詰め替え容器などに好適に用いることが可能な、第一のプラスチックフィルム層 / 接着層 / 第二のプラスチック層、第一のプラスチック層をバリア層にした、基材層 / 接着層 / 第一のプラスチックフィルム層 / 接着層 / 第二のプラスチック層や紙容器、紙カップなどに好適に用いることが可能な、第二のプラスチック層 / 紙層 / 接着層 / 第一のプラスチックフィルム層 / 接着層 / 第二のプラスチック、第二のプラスチック層 / 紙層 / ポリオレフィン樹脂層 / 基材層 / 第一のプラスチック層 / 接着層 / 第二のプラスチック層、紙層 / 第一のプラスチックフィルム層 / 接着層 / シーラント層やチューブ容器などに好適に用いることが可能な、第二のプラスチック層 / 接着層 / 第一のプラスチック層 / 接着層 / 第二のプラスチック層などが挙げられる。これら積層体は、必要に応じて、印刷層やトップコート層などを有していても構わない。

【0052】

第一のプラスチックフィルム層は、例えば、ポリエチレンテレフタレート(P E T)、ポリエチレンナフタレート(P E N)、ポリ乳酸(P L A)などのポリエステル樹脂フィルム；ポリプロピレンなどのポリオレフィン樹脂フィルム；ポリスチレン樹脂フィルム；ナイロン6、ポリ-p-キシリレンアジパミド(M X D 6 ナイロン)などのポリアミド樹脂フィルム；ポリカーボネート樹脂フィルム；ポリアクリルニトリル樹脂フィルム；ポリイミド樹脂フィルム；これらの複層体(例えば、ナイロン6 / M X D 6 / ナイロン6、ナイロン6 / エチレン-ビニルアルコール共重合体 / ナイロン6)や混合体などが用いられる。なかでも、機械的強度や寸法安定性を有するものが好ましい。特に、これらの中で二軸方向に任意に延伸されたフィルムが好ましく用いられる。

【0053】

また、第一のプラスチックフィルム層は、バリア機能を付与するためにアルミニウム箔などの軟質金属箔の他、アルミ蒸着、シリカ蒸着、アルミナ蒸着、シリカアルミナ2元蒸着などの蒸着層；塩化ビニリデン系樹脂、変性ポリビニルアルコール、エチレンビニルアルコール共重合体、M X D ナイロンなどからなる有機バリア層などを採用できる。

【0054】

第二のプラスチックフィルム層としては、従来から知られたシーラント樹脂を使用できる。例えば、低密度ポリエチレン(L D P E)や直鎖状低密度ポリエチレン(L L D P E)や高密度ポリエチレン(H D P E)などのポリエチレン、酸変性ポリエチレン、ポリブ

10

20

30

40

50

ロピレン(PP)、酸変性ポリプロピレン、共重合ポリプロピレン、エチレン-ビニルアセテート共重合体、エチレン-(メタ)アクリル酸エステル共重合体、エチレン-(メタ)アクリル酸共重合体、アイオノマーなどのポリオレフィン樹脂などがあげられる。なかでも低温シール性の観点からポリエチレン系樹脂が好ましく、安価であることからポリエチレンが特に好ましい。シーラント層の厚みは、特に限定されないが、包装材料への加工性やヒートシール性などを考慮して10~60μmの範囲が好ましく、15~40μmの範囲がより好ましい。また、シーラント層に高低差5~20μmの凸凹を設けることで、シーラント層に滑り性や包装材料の引き裂き性を付与することが可能である。

【0055】

紙層としては、天然紙や合成紙などが挙げられる。第1および第2のシーラント層は、上述のシーラント層と同様の材料で形成することができる。基材層および紙層の外表面または内面側には、必要に応じて印刷層を設けてもよい。

10

【0056】

「他の層」は、公知の添加剤や安定剤、例えば帯電防止剤、易接着コート剤、可塑剤、滑剤、酸化防止剤などを含んでいてもよい。また「他の層」は、その他の材料と積層する場合の密着性を向上させるために、前処理としてフィルムの表面をコロナ処理、プラズマ処理、オゾン処理、薬品処理、溶剤処理などしたものであってもよい。

【0057】

本発明の包装体の態様としては、三方シール袋、四方シール袋、ガセット包装袋、ピロー包装袋、ゲーベルトップ型の有底容器、テトラクラッシュ、ブリュックタイプ、チューブ容器、紙カップ、蓋材、など種々ある。また、本発明の包装体に易開封処理や再封性手段を適宜設けてあってもよい。

20

【0058】

本発明の包装体は、主に食品、洗剤、薬剤を充填する包装体として工業的に使用することができる。具体的な用途としては、洗剤、薬剤として、洗濯用液体洗剤、台所用液体洗剤、浴用液体洗剤、浴用液体石鹼、液体シャンプー、液体コンディショナー、医薬用タブレット等が挙げられる。また、上記の容器を包装する2次包装体にも使用できる。特に前記無溶剤型ラミネート接着剤を用いているため、溶出が問題となるような食品、医薬品用途の包装体として好適に使用することができる。

【実施例】

30

【0059】

以下に、本発明の内容および効果を実施例により更に詳細に説明する。尚、例中「部」とあるのは「質量部」を示す。また、各製造例、実施例及び比較例にて示す数平均分子量(Mn)は、下記条件のゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)により測定される値である。

【0060】

測定装置；東ソー株式会社製 HLC-8220 GPC
カラム；東ソー株式会社製 TSK-GUARD COLUMN SuperHZ-L

+ 東ソー株式会社製 TSK-GEL SuperHZM-M×4

40

検出器；RI(示差屈折計)

データ処理；東ソー株式会社製 マルチステーション GPC-8020 model II

測定条件；カラム温度 40

溶媒 テトラヒドロフラン

流速 0.35 ml / 分

標準；单分散ポリスチレン

試料；樹脂固形分換算で0.2質量%のテトラヒドロフラン溶液をマイクロフィルターでろ過したもの(100μl)

【0061】

製造例1 [ポリイソシアネート(A-1)の合成]

50

攪拌機、温度計、窒素ガス導入管を備えたフラスコに、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート44部、アロファネート型4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート11部を反応容器内に仕込み、窒素ガス下で攪拌し、60まで加熱する。数平均分子量400のポリプロピレングリコール(以下PPG)を10部、数平均分子量1000のPPGを23部、数平均分子量2000のPPG11部を数回に分けて滴下し、5~6時間攪拌しウレタン化反応を終了させる。得られたポリイソシアネートのNCO基含有率は、14.0%であった。以下このポリイソシアネートを(A-1)と記する。

【0062】

製造例2 [ポリイソシアネート(A-2)の合成]

攪拌機、温度計、窒素ガス導入管、精留管、水分分離器等を備えたポリエステル反応容器に、アジピン酸の60.7部、エチレングリコール11.7部、ジエチレングリコールの39.7部を仕込み、精留管上部温度が100を越えないように徐々に加熱して内温を220に保持した。酸価が3.0mgKOH/g以下となったところでエステル化反応を終了しポリエステルポリオールを得た。得られたポリエステルポリオール中間体PEとする。攪拌機、温度計、窒素ガス導入管を備えたフラスコに、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート38部、アロファネート型4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート12部を反応容器内に仕込み、窒素ガス下で攪拌し、60まで加熱する。中間体PEを数回に分けて滴下し、5~6時間攪拌しウレタン化反応を終了させる。得られたポリイソシアネートのNCO基含有率は、14.5%であった。以下このポリイソシアネートを(A-2)と記する。

【0063】

製造例3 [ポリエステル(PE-1)の合成]

攪拌機、温度計、窒素ガス導入管、精留管、水分分離器等を備えたポリエステル反応容器に、アジピン酸56.0部、ジエチレングリコールの55.8部を仕込み、精留管上部温度が100を越えないように徐々に加熱して内温を220に保持した。酸価が2.0mgKOH/g以下となったところでエステル化反応を終了しポリエステルポリオール(PE-1)を得た。水酸基価186(mgKOH/g)、数平均分子量約600である。

【0064】

(実施例1及び比較例1)

表1及び表2の配合に従い、主剤及び硬化剤を調整し、これらを配合して各種評価を行った。

【0065】

(接着剤外観評価)

接着剤配合時の液の外観を下記基準にて評価した。

：透明 : 微濁 x : 白濁

【0066】

(ポットライフ)

主剤と硬化剤とを配合した後40、30分後の粘度を測定した。

：6000mPa.s未満(40) x : 6000mPa.s以上(40)

30

【0067】

(ラミネート外観評価)

主剤と硬化剤とを配合した後、白色印刷インキ(DIC製「フィナートR794白」)でベタ状にグラビア印刷されたポリエチレンテレフタレートフィルム(以下、「PETフィルム」と略記する。)に、塗布量が固形分1.8g/m²程度となるように塗布し、ラミネーターでこのフィルムの塗布面とアルミ蒸着無延伸ポリプロピレン(以下、「VMCPPフィルム」と略記する)とを貼合し、ラミネートフィルムを作製した。

この際、ラミネート速度を150m/minでラミネート加工したものと、200m/minでラミネート加工したものとを、エージング後巻き外10m部分の白インキ部分の外観を下記の基準にて評価した。

40

50

次に、白色印刷インキ（D I C 製「フィナート R 7 9 4 白」でベタ状にグラビア印刷された二軸延伸ポリプロピレンフィルム（以下、「O P P フィルム」と略記する。）に、接着剤を塗布量が固形分 1.8 g / m^2 程度となるように塗布し、ラミネーターでこのフィルムの塗布面と無延伸ポリプロピレンフィルム（以下、「C P P」と略記する）とを貼合し、ラミネートフィルムを作製した。

この際、ラミネート速度を 300 m / 分 でラミネート加工したものと、 350 m / 分 でラミネート加工したものとを、エージング後巻き外 10 m 部分の白インキ部分の外観を下記の基準にて評価した。

【0068】

スケールルーペを使用して、 1 cm^2 スケール内の気泡の数で評価

10

- ：気泡数 0 個
- ：気泡数 1 ~ 4 個
- ：気泡数 5 ~ 16 個
- ×：気泡数：17 個以上

【0069】

（ミスティング評価法）

無溶剤型ラミネート機を使用し、O P P / C P P 構成のラミネート物を高速加工によって製造する際、塗工ロール付近の状態を目視でチェックした。

- 400 m / 分までミスト無し
- 300 m / 分までミスト無し
- 250 m / 分までミスト無し
- × 250 m / 分までにミスト発生

20

【0070】

（耐熱性の評価方法）

テストラミネーター（テスター産業製）を用いて、塗布量 1.8 g / m^2 となるように白色印刷インキ（D I C 製「フィナート R 7 9 4 白」でベタ状にグラビア印刷された二軸延伸ナイロン（ユニチカ（株）製「エンブレム」 $15 \mu\text{m}$ 。以下、「O N y」と略記する。）フィルムに塗布し、直鎖状低密度ポリエチレン（東セロ（株）製「T U X - H C」 $60 \mu\text{m}$ 、以下、「L L D P E フィルム」と略記する。）とをラミネートし、ラミネート物を作製した。

30

次いで、このラミネート物を 40×3 日間のエージングを行い、接着剤塗膜を硬化させ、O N y フィルム / 接着剤組成物 / L L D P E フィルムの 2 層の複合フィルムを得た。

エージング後のこの複合フィルムを用いて、 $120 \text{ mm} \times 120 \text{ mm}$ の大きさのパウチを作製し、内容物として、食酢、サラダ油、ミートソースを質量比で $1 : 1 : 1$ に配合した疑似食品 70 g を充填した。作製したパウチについては 98 度 60 分間のボイル殺菌処理をした後、白インキ部の外観を目視で評価した。

【0071】

- ：外観に変化なし
- ×：デラミネーションあり

40

【0072】

前記評価の結果を表 1 に示す。

【0073】

【表1】

表1			実施例1	比較例1	
組成	ポリイソシアネート成分(A)	A-1	100		
		A-2		100	
	ポリオール成分(B)	ひまし油	50		
		PPG-2500	30		
		PE-1		40	
	NCO/OH		2.0	2.0	
評価	接着剤外観			10	
	ラミネート外観	PET/VMCPP	150 m/分	○	
			200 m/分	○	
		OPP/CPP	300 m/分	○	
			350 m/分	○	
	ミスチック評価			20	
	ボットライフ(40°C、30分後)				
耐熱性			○	○	

【0074】

表1中の略号は以下の通りである。

PPG-2500：数平均分子量2,500のポリプロピレングリコール

PET/VMCPP：ポリエチレンテレフタレートフィルム及びアルミ蒸着未延伸ポリプロピレンフィルムのフィルム構成

OPP/CPP：二軸延伸ポリプロピレンフィルム及び未延伸ポリプロピレンフィルムのフィルム構成

【0075】

(溶出試験)

主剤と硬化剤とを配合した後、PETフィルムに、塗布量が固形分3.0 g / m²程度となるように塗布し、ラミネーターで該フィルムの塗布面と直鎖状低密度ポリエチレンフィルム(LLDPE)と貼合し、ラミネートフィルムを作製した。得られたラミネートフィルムを40°の恒温槽に3日間保存した後、120 mm × 220 mmで切り取り、直鎖状低密度ポリエチレン(LLDPE)が内側になるように折り曲げ、3方方向を10 mm幅で0.1 MPa、160°、1秒間でヒートシールして、内容物が2 dm²接触するパウチを作製した。内容物は95%エタノールを100 mlとした。

充填したパウチを60°-10日保存した後、ガスクロマトグラフィーにてエタノール中の溶出物の存在を分析した。

【0076】

(ガスクロマトグラフィーの分析方法)

溶出試験後のエタノール100 mlを5 mlに濃縮後、濃縮液に標準物質、試料溶液中5 ppmの1-クロロノナン(1S-1)及び飽和量のn-ヘキサトリアコタン(1S-2)を添加して島津製作所製GC/MS(GP2010P)にて測定した。溶出量は1-クロロノナン換算でEU 10/2011の基準で算出した。

昇温条件：80°-300° 10°/min + 300° - 24分保持

カラム：DB-5MS(アジリエント・テクノロジー社製)

【0077】

10

20

30

40

50

この結果、比較例1の接着剤は、接着剤由来の成分であるポリエステル由来の各々のサイクリックモノマーが、アジピン酸／ジエチレングリコールサイクリクエステル、0.37 mg / kg - food 2モルのアジピン酸／2モルのエチレングリコールからなるサイクリックオリゴマー、0.05 mg / kg - food、2 molのアジピン酸／エチレングリコール／ジエチレングリコールからなるサイクリックオリゴマー、0.11 mg / kg - food 及び2モルのアジピン酸／2モルのジエチレングリコールからなるサイクリックオリゴマー、0.15 mg / kg - food であったが、実施例1の接着剤は、0.01 mg / kg - food 以上の物質が検出されなかった。

【0078】

【表2】

10

No.	保持時間(min)	成分名	溶出物の由来
1	5.2	1-Chlorononane	IS-1
2	5.6	n-Dodecane	LLDPE
3	8.2	n-Tetradecane	LLDPE
4	10.7	n-Hexadecane	LLDPE
5	11.2	Cyclic ester-DEG/AA	接着剤
6	12.9	n-Octadecane	LLDPE
7	15.0	n-Eicosane	LLDPE
8	16.9	n-Docosane	LLDPE
9	18.1	酸化防止剤Cの分解物	LLDPE
10	18.3	Oleyl amide	LLDPE
11	18.6	Eicosane	LLDPE
12	19.4	Cyclic ester-EG/AA/EG/AA	接着剤
13	20.2	Heneicosane	LLDPE
14	21.5	Erucyl amide	LLDPE
15	21.6	cyc-EG/AA/DEG/AA	接着剤
16	21.9	酸化防止剤Cの分解物	LLDPE
17	23.1	Triacontane	LLDPE
18	23.9	Cyclic ester-DEG/AA/DEG/AA	接着剤
19	27.7	酸化防止剤A	LLDPE
20	31.1	酸化防止剤Aの分解物	LLDPE
21	31.7	酸化防止剤B	LLDPE
22	31.8	n-Hexatriacontane	IS-1
23	37.6	酸化防止剤C	LLDPE

20

30

【0079】

40

表2の略号は以下の通りである。

L L D P E : 直鎖状低密度ポリエチレン

フロントページの続き

(72)発明者 藤井 正

東京都板橋区坂下三丁目35番58号 DIC株式会社 東京工場内

(72)発明者 高橋 茂和

東京都板橋区坂下三丁目35番58号 DIC株式会社 東京工場内

審査官 武内 大志

(56)参考文献 特許第6098914(JP, B2)

特開2003-129024(JP, A)

特開2009-221423(JP, A)

特開2014-101422(JP, A)

特開2016-121270(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B65D 65/40

B32B 27/40

C09J 175/08