

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2008-512518

(P2008-512518A)

(43) 公表日 平成20年4月24日 (2008.4.24)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 0 8 L 77/00 (2006.01)	C 0 8 L 77/00	3 E 0 6 4
C 0 8 K 3/34 (2006.01)	C 0 8 K 3/34	3 E 0 8 6
B 6 5 D 30/02 (2006.01)	B 6 5 D 30/02	4 H 0 0 3
B 6 5 D 65/46 (2006.01)	B 6 5 D 65/46	4 H 0 1 1
C 1 1 D 17/04 (2006.01)	C 1 1 D 17/04	4 J 0 0 1
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 11 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2007-530470 (P2007-530470)	(71) 出願人	390023674
(86) (22) 出願日	平成17年9月2日 (2005.9.2)		イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・
(85) 翻訳文提出日	平成19年5月7日 (2007.5.7)		アンド・カンパニー
(86) 国際出願番号	PCT/US2005/031671		E. I. DU PONT DE NEMO
(87) 国際公開番号	W02006/029138		URS AND COMPANY
(87) 国際公開日	平成18年3月16日 (2006.3.16)		アメリカ合衆国、デラウェア州、ウイルミ
(31) 優先権主張番号	60/607, 014		ントン、マーケット・ストリート 100
(32) 優先日	平成16年9月3日 (2004.9.3)		7
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100077481
			弁理士 谷 義一
		(74) 代理人	100088915
			弁理士 阿部 和夫
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 水溶性ポリアミド組成物、その溶液、それからのフィルムおよびシート、ならびにそれからフィルムおよびシートを製造する方法

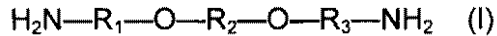
(57) 【要約】

少なくとも1つのポリアミドおよび少なくとも1つのナノクレイの新規の水溶性組成物が提供され、これは、フィルム、シート、包装材料などへのキャストニングに好適である。このような物品の製造方法および種々の最終用途もまた開示される。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(a) アジピン酸と、148～396の分子量を有する一般式(I)および/または(I I)
【化 1】



10

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、および R_5 は、独立して、 $(\text{CH}_2-\text{CH}_2)$ または $(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2)$ のいずれかであり、そして x は、2～6の間(両端を含む)の整数である)

の少なくとも1つのエーテルジアミンとを含むモノマーから誘導され、および23の水に少なくとも1重量%の溶解度を有する、約70～約99.5重量%の少なくとも1つのポリアミド、ならびに

(b) 約0.5～約30重量%の少なくとも1つのナノクレイ、を含むことを特徴とする、水溶性ポリアミド組成物。

【請求項 2】

20

前記ナノクレイがスメクタイトナノクレイであることを特徴とする、請求項1に記載の組成物。

【請求項 3】

前記ナノクレイが処理されていないことを特徴とする、請求項1に記載の組成物。

【請求項 4】

前記モノマーが、1つまたは複数の、ラクタム、脂肪族ジアミン、アジピン酸以外の脂肪族ジカルボン酸、および/またはポリエーテルジカルボン酸をさらに含むことを特徴とする、請求項1に記載の組成物。

【請求項 5】

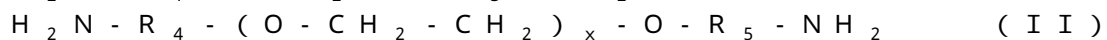
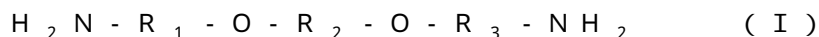
前記モノマーがカプロラクタムをさらに含むことを特徴とする、請求項1に記載の組成物。

30

【請求項 6】

(a) 約80～100重量%の水および0～約20重量%の1つまたは複数のアルコールを含む、約40～約99重量%の溶媒、

(b) アジピン酸と、148～396の分子量を有する一般式(I)および/または(I I)



(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、および R_5 は、独立して、 $(\text{CH}_2-\text{CH}_2)$ または $(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2)$ のいずれかであり、そして x は、2～6の間(両端を含む)の整数である)

40

の少なくとも1つのエーテルジアミンとを含むモノマーから誘導され、および23の水に少なくとも1重量%の溶解度を有する、約1～約60重量%の少なくとも1つのポリアミド、ならびに

(c) 前記水溶性ポリアミドの重量に基づいて約0.5～約30重量%の少なくとも1つのナノクレイ、を含み、

前記ポリアミドは前記溶媒中に溶解されており、および前記ナノクレイは前記溶媒中に分散されていることを特徴とする、フィルムキャストに使用するための溶液。

【請求項 7】

50

前記ナノクレイがスメクタイトナノクレイであることを特徴とする、請求項 6 に記載の溶液。

【請求項 8】

前記ナノクレイが処理されていないことを特徴とする、請求項 6 に記載の溶液。

【請求項 9】

前記モノマーが、1 つまたは複数の、ラクタム、脂肪族ジアミン、アジピン酸以外の脂肪族ジカルボン酸、および / またはポリエーテルジカルボン酸をさらに含むことを特徴とする、請求項 6 に記載の溶液。

【請求項 10】

前記モノマーがカプロラクタムをさらに含むことを特徴とする、請求項 6 に記載の溶液。

10

【請求項 11】

請求項 6 に記載の溶液を溶液キャストすることを含むことを特徴とする、フィルムまたはシートを製造する方法。

【請求項 12】

請求項 11 に記載の方法によって製造されることを特徴とする、シートまたはフィルム。

【請求項 13】

請求項 1 に記載の組成物を含むことを特徴とする、シートまたはフィルム。

【請求項 14】

請求項 1 に記載の組成物を含むことを特徴とする、多層シートまたはフィルム。

20

【請求項 15】

請求項 12 に記載のシートまたはフィルムを含むことを特徴とする、包装材料。

【請求項 16】

請求項 1 に記載の組成物から製造されることを特徴とする、パウチまたはバッグの形態の物品。

【請求項 17】

洗濯洗剤および食器洗剤からなる群から選択される洗剤をその中にさらに含むことを特徴とする、請求項 16 に記載の物品。

【請求項 18】

殺虫剤および除草剤からなる群から選択される農薬をその中にさらに含むことを特徴とする、請求項 16 に記載の物品。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、水溶性ポリアミドおよびナノクレイの組成物に関する。より詳細には、本発明は、さらに、溶媒キャスト法により水溶性ポリアミドフィルムおよびシート製造における使用に好適な水溶液、ならびに水溶性ポリアミドフィルムおよびシートを製造する方法に関する。得られるフィルムおよびシートは、水溶性包装材として使用され得る。

【背景技術】

40

【0002】

労働者および消費者によって使用される化学薬品について便利な包装を提供する要望が存在する。使用される 1 つのアプローチは、使用者が各用量を測定することを要求することなく、使用条件下で化学薬品を溶解するかまたはそうでなければ放出する包装材料において便利で予め計量された単位用量でこのような化学薬品を供給することである。これは、特定の化学薬品への労働者および消費者の暴露を制限するというさらなる利点を有する。なぜならば、使用者が、それらと直接接触することなく、都合良く化学薬品を扱うことを可能にするからである。しばしば、水溶性包装材が使用される。例えば、洗濯、食器、または他の洗剤；殺虫剤；除草剤、農薬；漂白剤；などは、好適な大きさの単位用量で水溶性材料中に包装され得る。水と接触して使用される際に（例えば、洗濯洗剤の場合にお

50

いて洗濯機へ投入される際に)、水溶性包装材は溶解し、そして内容物が放出される。

【0003】

現在、ポリ(ビニルアルコール)コポリマー(PVA)が、これらの用途の多くに使用されている。しかし、PVAは、限定的な耐薬品性および熱安定性を有し、そして湿気および高温の組み合わせあるいは酸および/または塩基の存在は、ポリマー鎖に存在し得る任意の酢酸基または他の基の加水分解を触媒し得、これは、冷水中におけるその溶解度を減少させ得る。その水中溶解度が保管時間および条件によって悪影響が与えられるので、これらの特性はPVAの貯蔵寿命を短くする。

【0004】

ポリアミドは、それらの強度、韌性、耐摩耗性、潤滑性および耐薬品性について周知であり、そしてこれらの特性のために、それらは基礎的な包装用途において広く使用されてきた。一般的には、(非特許文献1)を参照のこと。しかし、ポリアミドは、水溶性が要求される用途について広く採用されてきていない。

【0005】

特許文献は、水溶性ナイロンに関する種々の技術を含む。米国特許公報(特許文献1)は、膜、コーティングおよび接着剤に使用される多価金属とイオン架橋されている水溶性スルホン化芳香族ポリアミドおよびポリウレアを記載する。特許文献2は、印刷版用途のための、スルホン酸ナトリウム基を含む水溶性ポリアミド、重合性不飽和化合物、および増感剤を含む、感光性組成物を記載する。特許文献3は、ブレードの性能および耐久性を改善するためのワイパーブレードコーティングとしての、30水溶性メトキシメチル化ポリアミドおよびチオシアン酸塩との、PA66、PA46、PA6、およびPA12として一般的に知られるポリアミドのアルコール-水溶液の使用を特許請求する。米国特許公報(特許文献4)および米国特許公報(特許文献5)は両方とも、150~1500分子量のポリエーテルセグメントを含む水溶性コポリアミドに関する。ポリアミドは、ポリエーテルジアミンおよび脂肪族ジカルボン酸から得られる。これらの水溶性ポリアミドは、印刷版用途のために光開始剤および光重合性化合物と組み合わせて使用される。米国特許公報(特許文献6)は、アジピン酸およびエーテルジアミンから誘導される水溶性ポリアミドを含む包装材料を開示する。水溶性ポリアミドは、分子量が増加するにつれて、減少された溶解度を有する。

【0006】

しかし、上述の教示はいずれも、溶液の濃度またはポリアミドの分子量を調節することなく、ポリアミド溶液の粘度を制御する方法を提供しない。ポリアミド分子量および濃度とは無関係に溶液粘度を制御する能力は、溶液キャスト法によるフィルムおよびシートの製造において重要である。

【0007】

包装材を作製するためのフィルムおよびシートは、溶媒キャスト法によって形成され得る。キャストフィルムの厚みは、それがキャストイングベルト上に堆積される際の、溶液床の厚みを変化させることによって制御され得る。溶液の粘度が低い場合、フィルム厚を制御することは遥かにより困難となり、比較的高い粘度を有する溶液を使用することを望ましくする。次に、粘度は、溶液中のポリマーの濃度および分子量によって制御される。より高い分子量を有するポリアミドは、一般的に、より低い分子量を有するポリアミドよりも、より高い粘度を有する溶液を形成する。しかし、大抵のポリアミドは、分子量が増加するにつれ溶解度は減少し、これは、より低濃度の溶液へと導く。

【0008】

【特許文献1】米国特許第4,895,660号明細書

【特許文献2】特開昭56-93704号公報

【特許文献3】特開平10-第007903号公報

【特許文献4】米国特許第4,323,639号明細書

【特許文献5】米国特許第5,688,632号明細書

【特許文献6】米国公開特許第2003-0232159号明細書

10

20

30

40

50

【非特許文献 1】コーハン (K o h a n) , M . I . ナイロンプラスチックハンドブック (N y l o n P l a s t i c s H a n d b o o k) 、ハンサー / ガードナー出版 (H a n s e r / G a r d n e r P u b l i c a t i o n s) 、I n c . , 1 9 9 5 年 , 第 5 1 4 、 5 4 0 、 および 5 6 8 - 5 6 9 頁

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

水溶性包装材を作製するために使用され得、かつ都合良く溶液キャストされるに十分に高い粘度を有する、ポリアミド組成物を得ることが望ましい。本発明の特徴は、溶液キャストされると、種々の用途に適合するパウチ、バッグなどへと容易に形成され得る、水溶性ポリアミドベースの包装材料を提供することである。本発明の組成物の利点は、それらの汎用性である。なぜならば、それらは、それらの性能を害することなく、安定剤、可塑剤、着色剤などの追加の成分を組み込み得るためである。本発明の組成物のさらなる利点は、それらが、現在の材料に対して改善された貯蔵寿命を示す包装材料を製造するために使用され得ることである。本発明のこれらおよび他の目的、特徴および利点は、本明細書中の発明の詳細な説明を参照して、よりよく理解されるものとなる。

10

【課題を解決するための手段】

【0010】

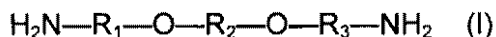
本明細書中において、

(a) アジピン酸と、148 ~ 396 の分子量を有する一般式 (I) および / または (I I)

20

【0011】

【化 1】



【0012】

30

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、および R_5 は、独立して、 $(\text{CH}_2 - \text{CH}_2)$ または $(\text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2)$ のいずれかであり、そして x は、2 ~ 6 の間 (両端を含む) の整数である) の少なくとも 1 つのエーテルジアミンとを含むモノマーから誘導され、および 23 の水中に少なくとも 1 重量 % の溶解度を有する、約 70 ~ 約 99.5 重量 % の少なくとも 1 つのポリアミド、ならびに

(b) 約 0.5 ~ 約 30 重量 % の少なくとも 1 つのナノクレイを含む水溶性ポリアミド組成物が、開示および特許請求される。

【0013】

さらに、フィルムキャストニングに使用するために好適な水溶性ポリアミドの溶液もまた開示および特許請求され、ここで、約 80 ~ 100 重量 % の水および 0 ~ 約 20 重量 % の 1 つまたは複数のアルコールを含む約 40 ~ 約 99 重量 % の溶媒が、約 1 ~ 約 60 重量 % の上述の少なくとも 1 つのポリアミド、およびポリアミドの重量に基づいて約 0.5 ~ 約 30 重量 % の上述の少なくとも 1 つのナノクレイと組み合わせられており、そしてここで、ポリアミドは溶解されており、そしてナノクレイは分散されている。

40

【0014】

シートおよびフィルムとしての、そしてより詳細には包装材料としてのこれらの組成物の使用もまた、開示および特許請求される。溶液キャストニングは、これらの目的のための好ましい製造方法と考えられる。洗濯洗剤および食器洗剤などの洗剤の包装 ; ならびに殺虫剤および除草剤などの農薬の包装は、本発明の範囲内として意図される異なる用途の 2 つのグループである。

50

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

本発明のポリアミド組成物は、少なくとも1つのナノクレイが少なくとも1つの水溶性ポリアミド中に実質的に均一に分散されている混合物を含む。ポリアミドは、23の水に少なくとも1重量%の溶解度を有する。それは、アジピン酸および少なくとも1つのエーテルジアミンモノマーから誘導され、その基本的な詳細は、上記に記載される。

【0016】

好ましいエーテルジアミンとしては、トリエチレングリコールジアミン $[H_2N - CH_2 - CH_2 - O - CH_2 - CH_2 - O - CH_2 - CH_2 - NH_2]$; 1,2-ビス(ガンマ-アミノプロポキシ)エタン $[H_2N - CH_2 - CH_2 - CH_2 - O - CH_2 - CH_2 - O - CH_2 - CH_2 - CH_2 - NH_2]$; ならびに R_4 および R_5 が $(CH_2 - CH_2 - CH_2)$ でありそして x が2である、式(II)のジアミン $[H_2N - CH_2 - CH_2 - CH_2 - (O - CH_2 - CH_2)_2 - O - CH_2 - CH_2 - CH_2 - NH_2]$ が挙げられる。

10

【0017】

アジピン酸ならびに上記一般式(I)および/または(II)によって表される1つまたは複数のエーテルジアミンモノマーに加えて、ポリアミドは、ポリアミドの水溶性に悪影響が与えられない限り、脂肪族ジアミン、ポリエーテルジアミン、ラクタム、ポリエーテルジカルボン酸、アジピン酸以外の脂肪族ジカルボン酸などのような追加のモノマーから誘導され得る。好ましいアルキレンジアミンとしては、1,6-ヘキサレンジアミン、2-メチル-1,5-ペンタンジアミンおよび1,4-ブタンジアミンが挙げられる。好ましいラクタムとしては、カプロラクタムが挙げられる。

20

【0018】

ポリアミドは、好ましくは、ASTM D789に従って25での90%ギ酸中で測定した場合、約60未満、そしてより好ましくは約15~約45の相対粘度を有する。

【0019】

本発明において使用されるナノクレイは、層状シリケート、好ましくはケイ酸アルミニウムまたはケイ酸マグネシウムである。ナノクレイは、一般的に、血小板形状であり、そして約10~約5000nmの範囲の直径を有する。層厚みは約2nm未満である。ナノクレイは、好ましくは膨潤性クレイであり、これは、クレイが、層間に水、あるいはメタノールおよびエタノールなどの他の極性有機溶媒を吸収する能力を有することを意味する。液体が吸収されると、ナノクレイは膨潤する。ナノクレイ粒子の少なくとも1つの寸法は、約20nm未満、そして好ましくは約5nm未満となる。ナノクレイは、アルカリおよびアルカリ土類金属カチオンのような層間カチオンを含有する。好ましいカチオンとしては、ナトリウムイオンおよびカルシウムイオンが挙げられる。ナノクレイは、処理されていない形態で使用され、これは、層間に存在する金属カチオンを、アンモニウムまたは他のオニウムイオンなどの有機カチオンと交換するために、界面活性剤などの薬剤で処理されていないことを意味する。

30

【0020】

好ましいナノクレイとしては、モンモリロナイト、ヘクトライト、サボナイト、バイデライト、ノントロナイト、ベントナイト、サボナイトなどのスメクタイトクレイが挙げられる。天然ナノクレイおよび合成ナノクレイの両方が使用され得る。クロイサイト(Cloisite)(登録商標)Na+などの天然ナノクレイおよびラポナイト(Laponite)(登録商標)などの合成スメクタイトクレイは、サウザーンクレイプロダクツ(Southern Clay Products)から入手可能である。

40

【0021】

水溶性ポリアミドは、組成物の総重量に基づいて、約70~約99重量%、またはより好ましくは約92~約99重量%で組成物中に存在する。ナノクレイは、水溶性ポリアミドの重量に基づいて、約0.5~約30重量%、またはより好ましくは約0.5~約8重量%で組成物中に存在する。

50

【 0 0 2 2 】

本発明の組成物、溶液、およびフィルムは、離型剤、可塑剤、安定剤（例えば、熱安定剤、酸化安定剤、光安定剤など）、潤滑剤、消泡剤、および着色剤などの追加の成分をさらに含んでもよい。本発明が属する技術における当業者によって理解されるように、これらの追加の成分は、得られる組成物の水溶性性能に悪影響を与えずに目的の効果を達成するように、従来の量で添加され得る。

【 0 0 2 3 】

本発明の組成物は、水性溶媒中において水溶性ポリアミドおよびナノクレイを従来のように混合し、水溶液を得ることによって作製される。水溶液において、約 20 重量 % 以下の水が、メタノール、エタノール、i - プロパノール等などの 1 つまたは複数のアルコールで置換され得る。本発明の水溶液において、ポリアミドは溶媒中に溶解されており、そしてナノクレイは、溶媒中に、十分に分散されており、しかし溶解されていない。懸濁液は、実質的に透明であり、しかし少しの濁りを示すかもしれない。

【 0 0 2 4 】

溶液は、ナノアレイを水中に静置しそして分散させることによって調製され得る。あるいは、ミキサー、好ましくは高せん断ミキサーが、ナノクレイの水への分散を促進するために使用され得る。超音波もまた、ナノクレイの分散を促進するために使用され得る。ナノクレイ分散液およびポリアミド水溶液は、組み合わせられそして十分に混合され得る。あるいは、ナノクレイは水溶性ポリアミドの溶液へ直接添加されてもよく、またはポリアミドはナノクレイの分散液へ直接添加されてもよく、あるいは水溶性ポリアミドおよびナノクレイの両方が、同時に水へ添加されてもよい。しかし、これらの代替法は、ナノクレイの分散を達成するために、より多くの時間およびより高いせん断応力を必要とし得る。追加の添加剤が、水、1 つまたは複数のアルコール、あるいは 1 つまたは複数のアルコールを含有する水溶液中に添加および溶解され得る。次いで、溶媒を除去して、水溶性ポリアミドとナノクレイとの混合物を得る。

【 0 0 2 5 】

分散されたナノクレイを含有するポリアミドの溶液は、従来の溶媒キャスト技術によってフィルムまたはシートへと形成され得る。フィルムは、好ましくは、約 3 mm 以下の厚みを有する。フィルムまたはシートは、単層を含み得、または 2 つ以上の層を含み得る。多層フィルムまたはシートにおいて、追加の層は他のポリマーを含み得る。

【 0 0 2 6 】

フィルムおよびシートは、水溶性包装材料へと形成され得る。包装材料は、フィルム、パウチ、バックなどの形態であり得る。

【 実施例 】

【 0 0 2 7 】

（トリエチレングリコール / アジピン酸 / カプロラクタムポリマー（1 : 1 : 1 モル比）の調製）

421 ppm（乾燥塩の量に対して算出）の次亜リン酸ナトリウム水和物を含み、そしてトリエチレングリコールジアミンおよびアジピン酸から調製された、7.29 の pH を有する、トリエチレングリコールジアミンモニウムアジピン酸塩溶液（水中に 49.1 重量 % ; 48.6 lb）をオートクレーブへ入れた。次いで、カプロラクタム溶液（水中に 83.59 重量 % ; 11.0 lb）を添加した。容器を窒素ガスでパージした。次いで、混合物を攪拌し、そして自己圧力が 250 psi に達するまで加熱した。次いで、圧力を 250 psi に維持するような速度で、蒸気を放出した。反応混合物の温度が 230 °C に達したら、60 分で大気圧が達成されるような速度でより多くの蒸気を放出させることによって、圧力を徐々に減少させた。次いで、真空を適用し、そして圧力を 50 分間 500 mmHg で維持した。次いで、溶融ポリアミドを、ドライアイスの床へ取り出した。固体ポリアミドを、ドライアイスから除去し、そして室温まで暖めた。ポリアミドを、本明細書以下において「ポリアミド A」と呼ぶ。

【 0 0 2 8 】

ポリマーのRVは、ASTM D789に従って25で90%ギ酸中において測定した場合、17.7であった。

【0029】

(比較例A)

50.0重量%の溶液を、先ず、100.0gのポリアミドAおよび100.0gの脱塩水を混合することによって調製した。ポリマーが完全に溶解されるまで、混合物を静置した。追加の22.0gの脱塩水を溶液へ添加した。得られた溶液は、45.0重量%のポリマーの濃度を有した。ブルックフィールド粘度計を使用して測定した25での溶液粘度は、2775センチポアズであった。

【0030】

(実施例1)

ポリアミドAの50.0重量%溶液を、比較例Aにおけるように調製した。クロイサイト(Cloisite)(登録商標)Na+モンモリロナイトナノクレイ(テキサス州ゴンザレスのサウザンクレイプロダクツ(Southern Clay Products, Gonzalez, TX)製)(3.0g)を、22.0gの脱塩水へ添加し、そして2日間静置し、その後、目視検査は、モンモリロナイトが水中に十分に分散されていることを示した。ポリアミドA溶液およびモンモリロナイト分散液を組み合わせ、そしてスパチュラで十分に混合した。目視検査は、モンモリロナイトが混合物中に十分に分散されていることを示した。ブルックフィールド粘度計を使用して測定した25での懸濁液の粘度は、12,800センチポアズであった。

【0031】

(実施例2)

クロイサイト(Cloisite)(登録商標)Na+モンモリロナイト(13.0g)を脱塩水(227.0g)へ添加することによって、ナノクレイ分散液を調製した。混合物を24時間静置し、そして次いで、4の振幅設定でミソニックスソニケータ(Misonix Sonicator)モデルXL2020を使用して60分間超音波処理した。次いで、クレイ分散液を、ポリアミドA(比較例Aにおけるように調製され、そして18.0の相対粘度を有する)の42.5重量%水溶液1000.0gへ添加した。分散液が視覚的に均一となるまで、混合物をスパチュラで手動により混合した。次いで、混合物を、4の振幅設定で30分間超音波処理した。

【0032】

ポリアミドAとクロイサイト(Cloisite)(登録商標)Na+モンモリロナイトとの混合物、およびポリアミドAのみの42.5重量%水溶液を、メタルブレードを使用してポリエチレンの0.5インチスラブ上に広げることによって、フィルムサンプルを調製した。フィルムを24時間空気乾燥させ、そして次いで12~14時間、室温および15インチのHgに設定された真空オープン中に配置した。オープン中の温度を徐々に70へ上昇させ、そしてサンプルを少なくとも48時間乾燥させた。得られたフィルムは、約16~21ミルの厚みを有した。

【0033】

5%歪みでの引張係数を、ASTM D1708-2aに従ってフィルムについて測定した。ポリアミドAのみの溶液から作製したフィルムは、37.8 Mpsiの引張係数を有し、そしてポリアミドAとクロイサイト(Cloisite)(登録商標)Na+モンモリロナイトとの混合物から作製したフィルムは、50.5 Mpsiの引張係数を有し、モンモリロナイトナノクレイの混合によって提供される係数の実質的な改善を実証した。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International Application No. PCT/US2005/031671												
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C08K3/34 C11D3/37														
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC														
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C08K C11D														
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched														
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data														
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT <table border="1"> <thead> <tr> <th>Category *</th> <th>Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th>Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>A</td> <td>US 2003/232159 A1 (PAGILAGAN ROLANDO U) 18 December 2003 (2003-12-18) cited in the application paragraphs '0003!', '0008!', '0012! - '0014!', '0016!', '0017!; claims</td> <td>1-18</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>US 5 571 851 A (FREEMAN ET AL) 5 November 1996 (1996-11-05) column 1, lines 26-31; claims 1,2,10; examples</td> <td>1-18</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>EP 1 312 582 A (EASTMAN KODAK COMPANY) 21 May 2003 (2003-05-21) paragraphs '0007! - '0011!, '0023!, '0024!, '0027!, '0031! - '0036!, '0062!; examples</td> <td>1-18</td> </tr> </tbody> </table>			Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	A	US 2003/232159 A1 (PAGILAGAN ROLANDO U) 18 December 2003 (2003-12-18) cited in the application paragraphs '0003!', '0008!', '0012! - '0014!', '0016!', '0017!; claims	1-18	Y	US 5 571 851 A (FREEMAN ET AL) 5 November 1996 (1996-11-05) column 1, lines 26-31; claims 1,2,10; examples	1-18	Y	EP 1 312 582 A (EASTMAN KODAK COMPANY) 21 May 2003 (2003-05-21) paragraphs '0007! - '0011!, '0023!, '0024!, '0027!, '0031! - '0036!, '0062!; examples	1-18
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.												
A	US 2003/232159 A1 (PAGILAGAN ROLANDO U) 18 December 2003 (2003-12-18) cited in the application paragraphs '0003!', '0008!', '0012! - '0014!', '0016!', '0017!; claims	1-18												
Y	US 5 571 851 A (FREEMAN ET AL) 5 November 1996 (1996-11-05) column 1, lines 26-31; claims 1,2,10; examples	1-18												
Y	EP 1 312 582 A (EASTMAN KODAK COMPANY) 21 May 2003 (2003-05-21) paragraphs '0007! - '0011!, '0023!, '0024!, '0027!, '0031! - '0036!, '0062!; examples	1-18												
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.														
* Special categories of cited documents: *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art *Z* document member of the same patent family														
Date of the actual completion of the international search 6 December 2005		Date of mailing of the international search report 13/12/2005												
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2260 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Frison, C												

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/US2005/031671

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2003232159	A1	18-12-2003	NONE	
US 5571851	A	05-11-1996	CA 2128803 A1 GB 2285918 A US 5425149 A	29-07-1995 02-08-1995 20-06-1995
EP 1312582	A	21-05-2003	CN 1418917 A JP 2003192335 A US 2003100656 A1	21-05-2003 09-07-2003 29-05-2003

フロントページの続き

(51) Int.Cl.			F I		テーマコード (参考)	
A 0 1 N	25/34	(2006.01)	A 0 1 N	25/34	Z	4 J 0 0 2
A 0 1 N	25/10	(2006.01)	A 0 1 N	25/10		
A 0 1 P	13/00	(2006.01)	A 0 1 P	13/00		
A 0 1 P	7/04	(2006.01)	A 0 1 P	7/04		
C 0 8 G	69/40	(2006.01)	C 0 8 G	69/40		

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

(72) 発明者 ローランド ウマリ バジラガン

アメリカ合衆国 2 6 1 0 4 ウェストバージニア州 パークスバーク マスタング エーカーズ 2 0

F ターム(参考) 3E064 AA13 AB23 BA22 BC18 EA18 FA04
 3E086 AD01 AD13 BA02 BA04 BA15 BA35 BB72 CA29 CA35 DA08
 4H003 BA21 DA01 DA17
 4H011 AB01 AC01 BC19 BC20 DA11 DH03 DH25
 4J001 DA02 DB01 DB04 DC05 EA06 EB08 EC24 EE82E JA12 JA13
 4J002 CL031 CL051 CL071 DJ006 FD016 GG02