(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第6064008号
(P6064008)
(45)発行日　平成29年1月18日(2017.1.18)　(24)登録日　平成28年12月22日(2016.12.22)

(51)Int.Cl.		F I		
A43B 23/17	(2006.01)	A43B	23/17	
C08J 5/04	(2006.01)	C08J	5/04	CER
D06M 15/227	(2006.01)	D06M	15/227	

請求項の数 16　外国語出願　(全 22 頁)

(21)出願番号	特願2015-163129 (P2015-163129)
(22)出願日	平成27年8月20日 (2015.8.20)
(62)分割の表示	特願2013-217317 (P2013-217317)の分割
原出願日	平成18年12月4日 (2006.12.4)
(65)公開番号	特開2016-35061 (P2016-35061A)
(43)公開日	平成28年3月17日 (2016.3.17)
審査請求日	平成27年9月15日 (2015.9.15)
(31)優先権主張番号	11/300,993
(32)優先日	平成17年12月15日 (2005.12.15)
(33)優先権主張国	米国(US)

(73)特許権者　502141050
ダウ　グローバル　テクノロジーズ　エルエルシー
アメリカ合衆国　ミシガン州　４８６７４，ミッドランド，ダウ　センター　２０４０
(74)代理人　100092783
弁理士　小林　浩
(74)代理人　100120134
弁理士　大森　規雄
(74)代理人　100110663
弁理士　杉山　共永
(74)代理人　100104282
弁理士　鈴木　康仁

最終頁に続く

(54)【発明の名称】生地含浸用の水性ポリオレフィン分散物

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
含浸生地を含む靴補強材の形成方法であって、下記の工程：
生地に水性分散物を含浸させる工程であって、前記水性分散物が下記の物質を含む工程、
（ａ）エチレン基剤熱可塑性ポリマー、プロピレン基剤熱可塑性ポリマー、およびそれらの混合物からなる群より選択される少なくとも１つのポリマー、ここで該少なくとも１つのポリマーが、前記水性分散物の３５～５５重量％を占める；
（ｂ）少なくとも１つの高分子量安定剤、ここで該高分子量安定剤は、少なくとも１つの極性ポリマーを含む；および、
（ｃ）水；
エチレン基剤熱可塑性ポリマー、プロピレン基剤熱可塑性ポリマー、およびそれらの混合物からなる群より選択される前記ポリマーの融点またはそれ以上の範囲の温度のもとで、前記含浸生地から少なくとも一部の水を除去する工程；および
それによって連続基剤ポリマー相および該連続基剤ポリマー相に分散した不連続安定剤相を含むフィルムを形成する工程；を有し、
前記含浸生地が、前記少なくとも１つのポリマーおよび前記高分子量安定剤の合計量を、前記含浸生地１００重量部につき１５～７５重量部の範囲で有する、前記方法。
【請求項２】
前記エチレン基剤熱可塑性ポリマーが、エチレン－α－オレフィンインターポリマーで

ある、請求項１に記載の方法。
【請求項３】
前記プロピレン基剤熱可塑性ポリマーが、プロピレン－α－オレフィンインターポリマーである、請求項１に記載の方法。
【請求項４】
前記水性分散物が、少なくとも１つの充填剤をさらに含み、前記充填剤が、前記少なくとも１つのポリマーおよび前記高分子量安定剤の合計量１００重量部につき、０重量部より大きく２００重量部までを含む、請求項１から３のいずれかに記載の方法。
【請求項５】
前記少なくとも１つの極性ポリマーが、極性ポリオレフィンを含む、請求項１から４のいずれかに記載の方法。
【請求項６】
前記極性ポリオレフィンが、部分的または完全に中和されたエチレン－酸コポリマーを含む、請求項５に記載の方法。
【請求項７】
前記極性ポリオレフィンが、エチレン－アクリル酸ポリマー、エチレン－メタクリル酸ポリマー、およびそれらの組合せからなる群より選択される少なくとも１つを含む、請求項５に記載の方法。
【請求項８】
前記少なくとも１つのポリマーおよび前記少なくとも１つの高分子量安定剤の合計量が、前記水性分散物の５～７０ｖｏｌ％を含む、請求項１から７のいずれかに記載の方法。
【請求項９】
前記水性分散物が、ｐＨ６～１４を有する、請求項１から８のいずれかに記載の方法。
【請求項１０】
前記水性分散物が、ｐＨ８～１１を有する、請求項９に記載の方法。
【請求項１１】
前記水性分散物が、平均粒度０．３～３．０ミクロンを有する、請求項１から１０のいずれかに記載の方法。
【請求項１２】
前記水性分散物が、平均粒度０．５～２．７ミクロンを有する、請求項１１に記載の方法。
【請求項１３】
前記含浸生地が、織物、編物、不織布およびジオテキスタイルから選択される少なくとも１つを含む、請求項１から１２のいずれかに記載の方法。
【請求項１４】
前記含浸生地が、亜麻、麻、セルロース、パルプおよび木材からなる群より選択される天然繊維を含む、請求項１から１２のいずれかに記載の方法。
【請求項１５】
前記含浸生地が、綿、ウール、合成ウール、セルロース系材料；ポリアミド、ポリアクリロニトリル、ポリビニルクロライド、ポリビニリデンクロライド、ポリプロピレン、ポリエステルの合成繊維、およびそれらの組合せの少なくとも１つを含む、請求項１から１２のいずれかに記載の方法。
【請求項１６】
前記水性分散物が、湿潤剤、界面活性剤、帯電防止剤、顔料、中和剤、増粘剤、流動調節剤(rheology modifier)、殺生物剤、殺真菌剤およびそれらの組合せから選択される少なくとも１つをさらに含む、請求項１から１５のいずれかに記載の方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、一般に、充填剤を任意に含有する水性分散物および分散化合物に関する。本

発明は、特に、靴工業に有用な分散物に関する。

【０００２】

関連出願の相互参照

本出願は、２００５年１２月１５日に出願された発明の名称「ＡＱＵＥＯＵＳ　ＰＯＬＹＯＬＥＦＩＮ　ＤＩＳＰＥＲＳＩＯＮＳ　ＦＯＲ　ＴＥＸＴＩＬＥ　ＩＭＰＲＥＧＮＡＴＩＯＮ」の米国特許出願第１１／３３００，９９３号の優先権を主張する通常出願であり、その開示は全て、以下に再現されるように、参照により本明細書に組み込まれる。

【背景技術】

【０００３】

多くの靴は、補強材、例えば、先芯（先皮、先心とも呼ばれる）および腰裏(counters)を組み込んで、靴の有効寿命を通して靴の形を維持している。腰裏は、靴の後部における上部の外側とライニングとの間に挿入されるヘビーレザーまたは他の補強材料の要素(piece)である。腰裏の目的は、靴の後部を強化し、それがたるむのを防止し、その形が損なわれるのを防止することである。先芯は、靴のつま先の形を維持し、靴の中のつま先空間を維持し、着用者の足に適切な保護を与えるために使用される補強材である。

【０００４】

補強材製造用のベースシートの製造に使用される方法は、フィルム法、含浸法、および焼結法である。使用するのが好ましい方法は、多くの場合、最終製品の所望の剛性に依存する。例えば、３種類の先芯が存在する。硬質、可撓性(flexible)、軟質。硬質つま先は、安全靴を包含する。可撓性つま先は、拇指の圧力によって曲がり、しかも半硬質壁を有する。軟質つま先は、つま先の形を維持するにすぎず、着用者に最大の快適性を与えることを目的としたつま先を包含する。フィルム法によって製造された材料は、含浸された材料と比較して、より高い弾性(resilient)であることが多いので、フィルム法が硬質安全靴に好ましい。

【０００５】

フィルム法において、熱可塑性シートを、押出し、低重量生地（一般に２０ｇ／m^2）に貼り合わせ、次に、ポリウレタンまたはポリアミド接着剤のホットメルトコーティングを行うことができる。生地(fabric)の機能は、押出シートと接着剤層の間の適合層を与えることである。例えば、米国特許第４８１４０３７号において、靴補強材を、多層同時押出プラスチックから形成している。

【０００６】

焼結法において、熱可塑性粉末、例えばポリカプロラクトンまたはＰＶＣ－ポリカプロラクトン（例えば、ＴＯＮＥ(商標)、Ｔｈｅ　Ｄｏｗ　Ｃｈｅｍｉｃａｌ　Ｃｏｍｐａｎｙから入手可能な線状ポリカプロラクトンポリエステル）を生地に適用し、オーブンで焼結する。例えば、ドイツ特許第２６２１１９５号は、プラスチックと充填剤との粉末混合物を、織物(textile fabrics)上に溶融させることによって製造される補強材を開示している。次に、接着剤を使用して、補強材を、靴の他の部分に結合させている。米国特許第４７１７４９６号において、補強組成物に使用されるポリエステルが、結合特性および接着特性の両方を有している。

【０００７】

含浸法において、生地に、エマルジョンまたはポリマー溶液を含浸させる。含浸系は、水性または溶剤型であることができ、ＳＢＲ、天然ポリクロロプレンラテックス、およびスチレンポリマーを包含する。靴製造中に使用される補強材、生地および任意の接着剤の適合性は、補強材および靴のレジリエンス（耐久性）、剛性および保形性に作用しうる。例えば、ＧＢ９３５００１において、溶剤または１００℃の温度への暴露後に剛化し(stiffens)、しかも軟化性を維持し、それによって材料を必要に応じて再付形しうるようにするＰＳ、ＰＶＣ、ＰＶＡまたはＳＢコポリマー樹脂を、繊維基材として形成された熱活性化靴補強材ブランクに、添加するか(loaded)または含浸させている。米国特許第４５０７３５７号は、補強組成物に、可塑剤およびアミノプラストをさらに添加する。これらの両特許において、製造中に靴の他の部分を損傷から保護するために、低温加工性が必要とさ

れた。米国特許第６３９１３８０号は、ラテックス形成樹脂および粉末接着性ポリエステル樹脂を含有する補強材組成物を開示している。貯蔵および中温への暴露の間に軟化するのを防ぐために、米国特許第３９６１１２４号は、架橋性樹脂および過酸化物開始剤を有する補強組成物を使用し、靴製造中に補強材を熱硬化させている。

【０００８】

前記方法の組合せも使用しうる。例えば、米国特許第３７０８３３２号において、生地に、ポリスチレンおよびスチレン－ブタジエンコポリマーを含有する混合物を含浸させ、ポリカプロラクトンでコーティングして、靴補強材シートを形成している。

【０００９】

補強組成物および靴補強材に関連する他の特許は、特に、米国特許第３２８４８７２号、第３７７８２５１号および第３９６１１２４号、英国特許第ＧＢ２１０２８５１号、第２０９１７６８号、第２０２４２７９号、第１０６５４１８号、第１０６２４９８号および第１０３６７９０号、ならびにＷＯ２００３／０００８１０号を包含する。

【００１０】

前記のように、ＳＢＲ、ＳＢ、ポリクロロプレン、またはポリクロロプレンと天然ラテックスとのブレンドを組み込んでいる含浸系が一般的である。これらの各系は、欠点、例えば、劣ったレジリエンス、弾性、コスト、硬化条件、およびアレルギー性、ならびに、恐らくは、靴構造物における他の成分との低い適合性を有する。これらの欠点を考慮して、従来のラテックス補強組成物の好適な置換物または代替物が必要とされている。

【発明の開示】

【００１１】

１つの態様において、本発明は、繊維構造物に含浸させるのに好適な水性分散物として形成される、熱可塑性ポリオレフィンを含有する補強組成物に関する。他の態様において、そのような補強組成物を含浸させた繊維構造物は、靴補強材、例えば、先芯、腰裏などに使用するために、適切な剛性、弾性、レジリエンス、付着性および保形性を付与することができる。熱可塑性ポリオレフィン補強組成物の使用は、それが靴構造物の他の構成要素との向上した適合性もさらに付与するので有利である。

【００１２】

本発明は、繊維構造物に、水性分散物を含有する化合物を含浸させ、後に、含浸繊維構造物から少なくとも一部の水を除去することによって形成される物品を提供する。水性分散物は、以下の物質を含有しうる。（ａ）エチレン基剤熱可塑性ポリマー、プロピレン基剤熱可塑性ポリマー、およびそれらの混合物からなる群より選択される少なくとも１つのポリマー；（ｂ）少なくとも１つの高分子量安定剤；および、（ｃ）水。

【００１３】

本発明は、以下の工程を含む補強生地製品の製造法も提供する。化合物を形成する工程であって、該化合物が、エチレン基剤熱可塑性ポリマー、プロピレン基剤熱可塑性ポリマーおよびそれらの混合物からなる群より選択される少なくとも１つのポリマーを含有する水性分散物を含有する工程；次に、好適な生地に化合物を含浸させ、含浸生地構造物から少なくとも一部の水を除去することによって、含浸生地を剛化する工程。該方法は、以下の工程を含んでいてもよい。化合物を形成する工程であって、該化合物が、（ａ）エチレン基剤熱可塑性ポリマー、プロピレン基剤ポリマー、およびそれらの混合物からなる群より選択される少なくとも１つのポリマー、（ｂ）少なくとも１つの高分子量安定剤、および（ｃ）水を有する水性分散物を含有する工程；生地に化合物を含浸させる工程；および、含浸生地を剛化する工程。含浸工程および剛化工程は、当業者に公知の好適な方法によって行ってよい。

【００１４】

本発明の他の態様および利点は、以下の記載および添付の特許請求の範囲から明らかである。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１５】

本発明の実施形態は、基剤ポリマーおよび安定剤を含有する分散物を、繊維構造物に含浸させることによって製造される物品に関する。このように形成された組成物は、製靴業において特に有用である。本発明の実施形態は、靴補強材、例えば、先芯、腰裏などの製造に有用である。

【００１６】

特定の実施形態において、充填剤を分散物に添加して、分散化合物を形成することができる。簡略明瞭にするために、分散物および分散化合物は、本明細書において一般に分散物と称す。

【００１７】

本明細書において使用される「コポリマー」は、２またはそれ以上のコモノマーから形成されたポリマーを意味する。本明細書において使用される「インターポリマー」は、モノマー単位（２またはそれ以上）が、ポリマー分子において極めて均質に分布して、物質が化学組成において本質的に均質であるコポリマーを意味する。

【００１８】

基剤ポリマー

【００１９】

本発明の実施形態は、エチレン基剤ポリマー、プロピレン基剤ポリマー、およびプロピレン－エチレンコポリマーを、組成物の１成分として使用する。

【００２０】

選択された実施形態において、１成分は、エチレン－α－オレフィンコポリマー、またはプロピレン－α－オレフィンコポリマーから形成される。特に、好ましい実施形態において、基剤ポリマーは、１またはそれ以上の非極性ポリオレフィンを含む。

【００２１】

特定の実施形態において、ポリオレフィン、例えば、ポリプロピレン、ポリエチレン、およびそれらのコポリマー、およびそれらのブレンド、ならびにエチレン－プロピレン－ジエンターポリマーも使用しうる。いくつかの実施形態において、好ましいオレフィンポリマーは、下記のポリマーを包含する。Ｅｌｓｔｏｎの米国特許第３６４５９９２号に記載されている均質ポリマー；Ａｎｄｅｒｓｏｎの米国特許第４０７６６９８号に記載されている高密度ポリエチレン（ＨＤＰＥ）；不均質分岐線状低密度ポリエチレン（ＬＬＤＰＥ）；不均質分岐線状超低密度ポリエチレン（ＵＬＤＰＥ）；均質分岐線状エチレン／α－オレフィンコポリマー；均質分岐、実質的線状エチレン／α－オレフィンポリマー（これは、例えば、米国特許第５２７２２３６号および第５２７８２７２号に開示されている方法によって製造でき、それらの開示は参照により本明細書に組み込まれる）；および、高圧ラジカル重合エチレンポリマーおよびコポリマー、例えば、低密度ポリエチレン（ＬＤＰＥ）またはエチレンビニルアセテートポリマー（ＥＶＡ）。

【００２２】

米国特許第６５６６４４６号、第６５３８０７０号、第６４４８３４１号、第６３１６５４９号、第６１１１０２３号、第５８６９５７５号、第５８４４０４５号または第５６７７３８３号（それぞれ、参照により、全体として本明細書に組み込まれる）に記載されているポリマー組成物も、いくつかの実施形態において好適である。当然、ポリマーのブレンドも使用することができる。いくつかの実施形態において、ブレンドは、２種類のチーグラー・ナッタポリマーを含有する。他の実施形態において、ブレンドは、チーグラー・ナッタおよびメタロセンポリマーのブレンドを包含しうる。さらに他の実施形態において、本発明に使用されるポリマーは、２種類の異なるメタロセンポリマーのブレンドである。他の実施形態において、単一部位触媒を使用しうる。

【００２３】

いくつかの特定の実施形態において、ポリマーは、プロピレン基剤コポリマーまたはインターポリマーである。いくつかの実施形態において、プロピレン／エチレンコポリマーまたはインターポリマーは、実質的にアイソタクチックのプロピレン配列を有することを特徴とする。「実質的にアイソタクチックのプロピレン配列」という用語および類似用語

は、配列が、^{13}Ｃ ＮＭＲによって測定されるアイソタクチックトライアド(isotactic triad)（ｍｍ）約０．８５より大きい、好ましくは約０．９０より大きい、より好ましくは約０．９２より大きい、最も好ましくは約０．９３より大きいことを意味する。アイソタクチックトライアドは、当分野において周知であり、例えば、米国特許第５５０４１７２号およびＷＯ００／０１７４５に記載されており、それは、^{13}Ｃ ＮＭＲスペクトルによって測定されるコポリマー分子鎖におけるトライアド単位に関するアイソタクチック配列を意味する。

【００２４】

他の特定の実施形態において、基剤ポリマーは、エチレンビニルアセテート（ＥＶＡ）基剤ポリマーであってよい。

【００２５】

他の選択された実施形態において、オレフィンブロックコポリマー、例えばエチレンマルチブロックコポリマー、例えば、国際公開第ＷＯ２００５／０９０４２７号および米国特許出願第１１／３７６８３５号に記載されているポリマーを、基剤ポリマーとして使用しうる。そのようなオレフィンブロックコポリマーは、下記のようなエチレン／α－オレフィンインターポリマーであってよい。

（ａ）約１．７～約３．５のＭｗ／Ｍｎ、少なくとも１つの融点Ｔｍ（℃）、および密度ｄ（ｇ／ｃｍ^3）を有し、ここで、Ｔｍおよびｄの数値が以下の関係式に対応する。

Ｔｍ＞－２００２．９＋４５３８．５（ｄ）－２４２２．２（ｄ）^{2}；または

（ｂ）約１．７～約３．５のＭｗ／Ｍｎを有し、融解熱ΔＨ（Ｊ／ｇ）、およびデルタ量ΔＴ（最高ＤＳＣピークと最高ＣＲＹＳＴＡＦピークとの温度差として定義される℃）を特徴とし、ここで、ΔＴおよびΔＨの数値が以下の関係を有する。

０より大きく、および１３０Ｊ／ｇまでのΔＨに関して、ΔＴ＞－０．１２９９（ΔＨ）＋６２．８１

１３０Ｊ／ｇより大きいΔＨに関して、ΔＴ＞４８℃

ここで、ＣＲＹＳＴＡＦピークは累積ポリマーの少なくとも５％を使用して測定され、ポリマーの５％未満が同定可能なＣＲＹＳＴＡＦピークを有する場合、ＣＲＹＳＴＡＦ温度は３０℃である；または

（ｃ） エチレン／α－オレフィンインターポリマーの圧縮成形フィルムを用いて測定される３００％歪および１サイクルにおける弾性回復率Ｒｅ（％）を特徴とし、密度ｄ（ｇ／ｃｍ^3）を有し、ここで、Ｒｅおよびｄの数値は、エチレン／α－オレフィンインターポリマーが架橋相を実質的に有さない場合に、下記の関係式を満たす。

Ｒｅ＞１４８１－１６２９（ｄ）；または

（ｄ） ＴＲＥＦを使用して分別した場合に、４０℃～１３０℃で溶離する分子画分を有し、該画分が、同じ温度範囲で溶離する比較可能なランダムエチレンインターポリマー画分より少なくとも５％高いモルコモノマー量(molar comonomer content)を有することを特徴とし、該比較可能なランダムエチレンインターポリマーは、同じコモノマーを有し、エチレン／α－オレフィンインターポリマーの１０％以内の、メルトインデックス、密度およびモルコモノマー量（全ポリマーに基づく）を有する；または

（ｅ） ２５℃における貯蔵弾性率Ｇ’（２５℃）、および１００℃における貯蔵弾性率Ｇ’（１００℃）を有し、Ｇ’（２５℃）／Ｇ’（１００℃）の比率が約１：１～約９：１である。

エチレン／α－オレフィンインターポリマーは、下記であってもよい。

（ａ） ＴＲＥＦを使用して分別した場合に、４０℃～１３０℃で溶離する分子画分を有し、該画分が、少なくとも０．５～約１までのブロックインデックスを有し、約１．３より大きい分子量分布Ｍｗ／Ｍｎを有することを特徴とする；または

（ｂ） ０より大きい、および約１．０までの平均ブロックインデックス、および約１．３より大きい分子量分布Ｍｗ／Ｍｎを有する。

【００２６】

当業者は、上述した列記が好適なポリマーの非包括的列挙であることを認識する。本発

明の範囲は特許請求の範囲によってのみ限定されることが理解される。

【００２７】

安定剤

【００２８】

本発明の実施形態は、安定な分散物またはエマルジョンの形成を促進する安定剤を使用する。選択された実施形態において、安定剤は、界面活性剤、ポリマー（上に詳述した基剤ポリマーと異なる）、またはそれらの混合物であってよい。特定の実施形態において、安定剤は、極性基をコモノマーまたはグラフトモノマーとして有する極性ポリマーである。好ましい実施形態において、安定剤は、極性基をコモノマーまたはグラフトモノマーとして有する１またはそれ以上の極性ポリオレフィンを含む。一般的なポリマーは、エチレン－アクリル酸（ＥＡＡ）およびエチレン－メタクリル酸コポリマー、例えば、商品名ＰＲＩＭＡＣＯＲ(商標)、ＮＵＣＲＥＬ（商標）およびＥＳＣＯＲ（商標）として入手可能な、および米国特許第４５９９３９２号、第４９８８７８１号および第５９３８４３７号（それぞれ、参照により、全体として本明細書に組み込まれる）に記載されているポリマーを包含する。他のポリマーは、エチレンエチルアクリレート（ＥＥＡ）コポリマー、エチレンメチルメタクリレート（ＥＭＭＡ）、およびエチレンブチルアクリレート（ＥＢＡ）を包含する。当業者は、他の多くの有用なポリマーも使用しうることを認識する。

【００２９】

ポリマーの極性基が、性質上、酸性または塩基性である場合、安定化ポリマーは、中和剤で部分的にまたは完全に中和されて、対応する塩を形成しうる。例えば、ＥＡＡの場合、中和剤は塩基、例えば、水酸化アンモニウムまたは水酸化カリウムである。他の選択において、中和剤は、例えば任意のアミン、例えば、モノエタノールアミン、または２－アミノ－２－メチル－１－プロパノール（ＡＭＰ）であってよい。当業者は、適切な中和剤の選択が、配合された特定の組成物に依存し、その選択が当業者の知識の範囲内であることを認識する。

【００３０】

本発明の実施に有用な付加的界面活性剤は、カチオン界面活性剤、アニオン界面活性剤またはノニオン界面活性剤を包含する。アニオン界面活性剤の例は、スルホネート、カルボキシレートおよびホスフェートである。カチオン界面活性剤の例は、第四級アミンである。ノニオン界面活性剤の例は、エチレンオキシドを含有するブロックコポリマー、およびシリコーン界面活性剤である。本発明の実施に有用な界面活性剤は、外部界面活性剤または内部界面活性剤であることができる。外部界面活性剤は、分散物製造の間にポリマーに化学的に反応しない界面活性剤である。本発明に有用な外部界面活性剤の例は、ドデシルベンゼンスルホン酸の塩、およびラウリルスルホン酸塩である。内部界面活性剤は、分散物製造の間に、ポリマーに化学的に反応する界面活性剤である。本発明に有用な内部界面活性剤の例は、２，２－ジメチロールプロピオン酸およびその塩である。

【００３１】

充填剤

【００３２】

本発明の実施形態は、充填剤を、組成物の一部として使用する。本発明の実施において、ポリオレフィン分散物における好適な充填剤荷重は、ポリオレフィン１００部につき、約０～約６００部の充填剤であることができる。特定の実施態様において、分散物における充填剤荷重は、ポリオレフィンおよびポリマー安定剤の合計量１００部につき、約０～約２００部の充填剤であることができる。充填剤材料は、従来の充填剤、例えば、ミルドグラス、カルシウムカーボネート、アルミニウムトリハイドレート、タルク、アンチモニートリオキシド、フライアッシュ、クレー（例えば、ベントナイトまたはカオリンクレー）、または他の公知の充填剤を包含しうる。

【００３３】

配合物

【００３４】

従って、好ましい配合物において、本発明による分散物は、少なくとも１つの非極性ポリオレフィンを含む基剤ポリマー、少なくとも１つの極性ポリオレフィンを含む安定剤、および任意に充填剤を含有しうる。基剤ポリマーおよび安定剤に関して、好ましい実施形態において、少なくとも１つの非極性ポリオレフィンが、組成物中の基剤ポリマーおよび安定剤の合計量の約３０％～９９％（重量による）を含む。より好ましくは、少なくとも１つの非極性ポリオレフィンが、約５０％～約８０％を含む。さらに好ましくは、１つまたはそれ以上の非極性ポリオレフィンが、約７０％を含む。

【００３５】

充填剤に関して、ポリマー（ここで、ポリマーは、安定剤と組み合わせた非極性ポリオレフィンを意味する）１００部につき、約０部より大きく約１０００部までの量が一般に使用される。選択された実施形態において、１００部につき約５０～２５０部が使用される。選択された実施形態において、１００部につき約１０～５００部が使用される。さらに他の実施形態において、１００部につき約２０～４００部が使用される。他の実施形態において、１００部につき約０～約２００部が使用される。

【００３６】

これらの固体材料は、好ましくは、液体媒質（好ましい実施形態において、水である）に分散される。好ましい実施形態において、得られた分散物を中和してｐＨ範囲約６～約１４にするために充分な塩基が添加される。好ましい実施形態において、ｐＨ約９～約１２を維持するために充分な塩基が添加される。分散物の水分は、好ましくは、固形分が約１％～約７４％（容量による）になるように調節される。他の実施形態において、固形分は約２５％～約７４％（容量による）である。特に好ましい実施形態において、固形分範囲は、約３０％～約５０％である（充填剤を含まず、重量による）。

【００３７】

特定の実施形態において、化合物を含浸させた繊維構造物または生地は、生地１００重量部につき約１０～約１５０部の範囲の、少なくとも１つのポリマーおよび高分子量安定剤の合計量を有しうる。他の実施形態において、化合物を含浸させた繊維構造物または生地は、生地１００重量部につき約１０～約６００部の範囲の、充填剤、少なくとも１つのポリマーおよび高分子量安定剤の合計量を有し；他の実施形態においては約１０～約３００部の範囲である。

【００３８】

本発明の実施形態に従って形成された分散物は、平均粒度約０．３～約３．０ミクロンを有することを特徴とする。他の実施形態において、分散物は、平均粒度約０．５μｍ～約２．７μｍを有する。他の実施形態においては、約０．８μｍ～約１．２μｍを有する。「平均粒度」は、本発明において、容積平均粒度(volume-mean particle size)を意味する。粒度を測定するために、例えばレーザー回折法を使用しうる。本開示における粒度は、分散物中のポリマーの直径を意味する。球形でないポリマー粒子の場合は、粒子の直径は、粒子の短軸および長軸の平均である。粒度は、Ｂｅｃｋｍａｎ－Ｃｏｕｌｔｅｒ ＬＳ２３０レーザー回折粒度分析器または他の好適な装置で測定することができる。

【００３９】

例えば、本発明の配合物は、界面活性剤、起泡剤、分散剤、増粘剤、難燃剤、顔料、帯電防止剤、強化用繊維、酸化防止剤、中和剤、流動調節剤（rheology modifier）、防腐剤、殺生物剤、酸掃去剤、湿潤剤などを含有しうる。本発明の目的に任意であるが、他の成分が製造工程中または製造工程後の製品安定性に極めて有益になりうる。

【００４０】

さらに、本発明の実施形態は、充填剤湿潤剤を任意に含有する。充填剤湿潤剤は、一般に、充填剤およびポリオレフィン分散物をより相溶性にするのを助けうる。有用な湿潤剤は、燐酸塩、例えば、ナトリウムヘキサメタホスフェートを包含する。充填剤湿潤剤は、充填剤１００重量部につき少なくとも約０．５重量部の濃度において、本発明の組成物に含有させることができる。

【００４１】

さらに、本発明の実施形態は、増粘剤を任意に含有しうる。増粘剤は、低粘度分散物の粘度を増加させるために、本発明に有用でありうる。本発明の実施において使用するのに好適な増粘剤は、当分野で公知の任意の増粘剤、例えば、ポリアクリレート型または会合(associate)ノニオン増粘剤、例えば改質セルロースエーテルであってよい。例えば、好適な増粘剤は、下記の増粘剤を含有する。ＡＬＣＯＧＵＭ（商標）ＶＥＰ－ＩＩ（Ａｌｃｏ　Ｃｈｅｍｉｃａｌ　Ｃｏｒｐｏｒａｔｉｏｎの商品名）、ＲＨＥＯＶＩＳ（商標）およびＶＩＳＣＡＬＥＸ(商標)（Ｃｉｂａ　Ｃｅｉｇｙの商品名）、ＵＣＡＲ(登録商標)Ｔｉｃｋｅｎｅｒ　１４６、またはＥＴＨＯＣＥＬ(商標)またはＭＥＴＨＯＣＥｌ(商標)（Ｄｏｗ　Ｃｈｅｍｉｃａｌ　Ｃｏｍｐａｎｙの商品名）およびＰＡＲＡＧＵＭ(商標)２４１（Ｐａｒａ－Ｃｈｅｍ　Ｓｏｕｔｈｅｒｎ，　Ｉｎｃ．の商品名）、またはＢＥＲＭＡＣＯＬ(商標)（Ａｋｚｏ　Ｎｏｂｅｌの商標）またはＡＱＵＡＬＯＮ(商標)（Ｈｅｒｃｕｌｅｓの商標）またはＡＣＵＳＯＬ(登録商標)（Ｒｏｈｍ　ａｎｄ　Ｈａａｓの商標）。増粘剤は、所望の粘度の分散物を製造するのに必要な任意の量で使用することができる。

【００４２】

従って、分散物の最終粘度は、調節可能である。前記の量の充填剤を含有する分散物への増粘剤の添加を、従来手段で行って、必要とされる粘度を得ることができる。このような分散物の粘度は、中度の増粘剤投与（１００ｐｈｒのポリマー分散物に基づいて４％まで、好ましくは３％未満）を用いて、＋３０００ｃＰ（ブルックフィールドスピンドル４、２０ｒｐｍ）に達することができる。記載した出発ポリマー分散物は、充填剤および添加剤との配合前に、２０～１０００ｃＰの初期粘度（室温において、スピンドルＲＶ３を用いて５０ｒｐｍで測定されるブルックフィールド粘度）を有する。さらにより好ましくは、分散物の初期粘度は、約１００～約６００ｃＰであってよい。

【００４３】

さらに、本発明の実施形態は、充填剤をポリマー／安定剤に添加した場合の、それらの安定性を特徴とする。これに関して、安定性は、得られた水性ポリオレフィン分散物の粘度の安定性を意味する。安定性を試験するために、粘度をある期間にわたって測定する。好ましくは、２０℃で測定される粘度は、周囲温度で保存した場合に、２４時間にわたって元の粘度の±１０％を維持すべきである。

【００４４】

特定の実施形態において、基剤ポリマー、安定剤および充填剤を、水および中和剤、例えば、アンモニア、水酸化カリウム、またはそれら２つの組合せと共に、押出器で溶融混練して、分散化合物を形成する。当業者は、他の多くの中和剤を使用しうることを認識する。いくつかの実施形態において、基剤ポリマーおよび安定剤をブレンドした後に、充填剤を添加しうる。他の好ましい実施形態において、分散物を形成した後に、充填剤を添加しうる。

【００４５】

当分野において公知の任意の溶融混練手段を使用しうる。いくつかの実施形態において、ニーダー、ＢＡＮＢＵＲＹ(登録商標)ミキサー、一軸スクリュー押出器または多軸スクリュー押出器を使用する。本発明による分散物を製造する方法は、特に限定されない。１つの好ましい方法は、例えば、米国特許第５７５６６５９号および米国特許第６４５５６３６号に従って、前記の成分を溶融混練することを含む方法である。

【００４６】

図１は、本発明の実施形態に使用しうる押出装置を模式図的に示す。押出器２０、特定の実施形態において二軸スクリュー押出器は、背圧調節器、メルトポンプまたはギヤポンプ３０に連結されている。実施形態は、基剤リザーバ４０および初期水リザーバ５０も与え、それらはそれぞれポンプ（図示せず）を有する。所望量の基剤および初期水が、それぞれ、基剤リザーバ４０および初期水リザーバ５０から供給される。任意の好適なポンプを使用しうるが、いくつかの実施形態において、２４０バールの圧力において約１５０ｃｃ／分の流量を供給するポンプを使用して、基剤および初期水を押出器２０に供給する。他の実施形態において、液体注入ポンプは、２００バールにおいて３００ｃｃ／分、また

は１３３バールにおいて６００ｃｃ／分の流量を供給する。いくつかの実施形態において、基剤および初期水は予熱器で予熱される。

【００４７】

ペレット、粉末またはフレークの形態の樹脂が、フィーダ８０から、押出器２０の導入口９０に供給され、該押出器において、樹脂が溶融されるかまたは配合される。いくつかの実施形態において、分散剤を、樹脂を通っておよび樹脂と共に、樹脂に添加し、他の実施形態においては、分散剤を別に、二軸スクリュー押出器２０に供給する。次に、樹脂メルトを、混合および輸送ゾーンから、押出器の乳化ゾーンに送り、該乳化ゾーンにおいて、リザーバ４０および５０からの初期量の水および基剤を、導入口５５から添加する。いくつかの実施形態において、分散剤を、付加的にまたは排他的に、水の流れに添加しうる。いくつかの実施形態において、乳化混合物を、押出器２０の希釈および冷却ゾーンにおいて、リザーバ６０からの追加水導入９５によって、さらに希釈する。一般に、分散物は、冷却ゾーンにおいて、少なくとも３０ｗｔ％水に希釈される。さらに、希釈混合物を、所望の希釈レベルに達するまで、任意の回数で希釈しうる。いくつかの実施形態において、水を、二軸スクリュー押出器２０に添加せずに、メルトが押出器から出た後に樹脂メルトを含有する流れに添加する。この方法において、押出器２０における蒸気圧発生が除かれる。

【００４８】

好都合には、特定の実態形態において押出器を使用することによって、基剤ポリマーおよび安定剤を、単一工程でブレンドして分散物を形成しうる。さらに、好都合には、１またはそれ以上の前記安定剤を使用することによって、分散物は、充填剤および他の添加剤に対して安定である。ポリオレフィン基剤ポリマーを含有する以前の配合物は、充填剤に対して不安定であった。

【００４９】

好都合には、本明細書に開示する実施形態に従って形成されたポリオレフィン分散物は、フィルム、シート、生地または繊維に、分散物を適用するかまたは分散物を含浸させ、優れた付着特性を達成し、可撓性ラミネートを維持することを可能にする。特定の実施形態において、本発明者らは、本明細書に開示する分散物が、極性支持体に優れた付着性を有することも見出した。

【００５０】

いくつかの実施形態において、ポリオレフィン分散物または分散化合物を、当業者に公知の任意の適用法を用いて繊維構造物に適用しうる。他の実施形態において、繊維構造物に、ポリオレフィン分散物または分散化合物を含浸させうる。特定の実施形態において、繊維構造物は、生地、ジオテキスタイルおよび天然繊維を包含しうる。特定の実施形態において、繊維構造物は、綿、ウール、合成ウール、レーヨンを包含するセルロース系材料、ポリアミド、ポリアクリロニトリル、ポリビニルクロライド、ポリビニリデンクロライド、ポリプロピレン、ポリエステルの合成繊維、またはそれらの組合せであってよい。他の実施形態において、繊維構造物は、亜麻、麻、セルロース、パルプ、木材またはそれらの組合せであってよい。

【００５１】

フォームを製造する場合、分散物を泡立たせるのが好ましいことが多い。本発明の実施において、ガスを起泡剤として使用するのが好ましい。好適な起泡剤の例は、ガスおよび／またはガス混合物、例えば、空気、二酸化炭素、窒素、アルゴン、ヘリウムなどである。空気を起泡剤として使用するのが特に好ましい。起泡剤は、泡を形成するためにガスを液体に機械的導入することによって、一般に導入される。この方法は、機械的起泡として公知である。気泡ポリオレフィン裏材料の製造において、全ての成分を混合し、次に、装置、例えば、ＯＡＫＥＳ、ＭＯＮＤＯまたはＦＩＲＥＳＴＯＮＥフローサーを使用して、空気またはガスを混合物にブレンドするのが好ましい。

【００５２】

安定な気泡を形成するのに有用な界面活性剤は、本明細書において、気泡安定剤と称さ

れる。気泡安定剤は、本発明の実施において有用である。当業者は、多くの気泡安定剤を使用しうることを認識する。気泡安定剤は、例えば、スルフェート、スクシンナメートおよびスルホスクシンナメートを包含しうる。

【００５３】

図２に工程図形式で示されている本発明の１つの実施形態において、ポリオレフィン分散物が形成される（ＳＴ　１００）。次に、分散物を泡立たせ（ＳＴ　１１０）、それは、例えば、空気との機械的混合によって行いうる。次に、生地、繊維、シートまたはフィルムを、泡に接触させる（ＳＴ　１２０）。例えば、泡を生地にコーティングするかまたは塗布するか、または生地を泡に浸すことができる。選択された実施形態において、ポリオレフィン分散物を、約６５℃～約１２５℃で適用する。他の実施形態において、ポリオレフィン分散物を約７０℃～約１２０℃で適用する。好ましい実施形態において、ポリオレフィン分散物を約８５℃～約９５℃で適用する。

【００５４】

支持体、例えば前記の繊維構造物に、含浸させた分散物を、任意の従来乾燥法によって乾燥しうる。そのような従来乾燥法は、空気乾燥、熱対流炉乾燥、熱風乾燥、電子オーブン乾燥、および／または赤外炉乾燥を包含するが、それらに限定されない。支持体、例えば前記の繊維構造物に、含浸させた分散物を、任意の温度で乾燥してよく；例えば、基剤ポリマーの融点またはそれ以上の温度で乾燥してもよく；または、他の選択において、基剤ポリマーの融点未満の温度で乾燥してもよい。支持体、例えば前記の繊維構造物に、含浸させた分散物を、約６０°Ｆ（１５．５℃）～約７００°Ｆ（３７１℃）の温度で乾燥してよい。約６０°Ｆ（１５．５℃）～約７００°Ｆ（３７１℃）の全ての各数値および部分範囲が、本明細書に含まれ、本明細書に開示され；例えば、支持体、例えば前記の繊維構造物に、含浸させた分散物を、約６０°Ｆ（１５．５℃）～約５００°Ｆ（２６０℃）の温度で乾燥してもよく、または他の選択において、支持体、例えば前記の繊維構造物に、含浸させた分散物を、約６０°Ｆ（１５．５℃）～約４５０°Ｆ（２３２．２℃）の温度で乾燥してもよい。支持体、例えば前記の繊維構造物に、含浸させた分散物の温度を、約４０分未満の時間にわたって、基剤ポリマーの融点またはそれ以上の温度に上げてよい。約４０分未満の全ての各数値および部分範囲が、本明細書に含まれ、本明細書に開示され；例えば、支持体、例えば前記の繊維構造物に、含浸させた分散物の温度を、約２０分未満の時間にわたって、基剤ポリマーの融点またはそれ以上の温度に上げてもよく、または他の選択において、支持体、例えば前記の繊維構造物に、含浸させた分散物の温度を、約１０分未満の時間にわたって、基剤ポリマーの融点またはそれ以上の温度に上げてもよく、または他の選択において、支持体、例えば前記の繊維構造物に、含浸させた分散物の温度を、約０．５～６００秒の時間にわたって、基剤ポリマーの融点またはそれ以上の温度に上げてもよい。他の選択において、支持体、例えば前記の繊維構造物に、含浸させた分散物の温度を、４０分未満の時間にわたって、基剤ポリマーの融点未満の温度に上げてもよい。約４０分未満の全ての各数値および部分範囲は、本明細書に含まれ、本明細書に開示され；例えば、支持体、例えば前記の繊維構造物に、含浸させた分散物の温度を、約２０分未満の時間にわたって、基剤ポリマーの融点未満の温度に上げてもよく、または他の選択において、支持体、例えば前記の繊維構造物に、含浸させた分散物の温度を、約１０分未満の時間にわたって、基剤ポリマーの融点未満の温度に上げてもよく、または他の選択において、支持体、例えば前記の繊維構造物に、含浸させた分散物の温度を、約０．５～６００秒の時間にわたって、基剤ポリマーの融点未満の温度に上げてもよい。

【００５５】

支持体、例えば前記の繊維構造物に、含浸させた分散物を、基剤ポリマーの融点またはそれ以上の温度で乾燥させることが重要であり、なぜなら、それは、不連続安定剤相がその中に分散された連続基剤ポリマー相を有するフィルムの形成を促進し、それによって、連続基剤ポリマー相が油およびグリース耐性を向上させ、かつ湿分および蒸気透過に対するバリヤーを与えるからである。

【００５６】

含浸調節

【００５７】

繊維構造物に化合物または分散化合物を含浸させる量または程度は、調節することができる。例えば、カレンダーの間で生地をプレスし、過剰材料を除去することによって、含浸を調節することができる。例えば、化合物の粘度、水性分散物中の組み合わされたポリマーおよび安定剤の濃度、化合物中の充填剤の濃度、または水性分散物の極性の１つまたはそれ以上を調節することによって、含浸を付加的に調節することができる。

【００５８】

特定の実施形態において、含浸生地は、少なくとも１つのポリマーおよび高分子量安定剤の合計量を、含浸生地１００重量部につき約１５～約７５部の範囲で有することができる。所望の程度の含浸を維持するために、例えば、特定の実施形態において、ポリオレフィンを、水性分散物の約３５～約５５ｗｔ％の範囲に調節することができる。他の実施形態において、ポリオレフィンを、水性分散物の約４０～約５０ｖｏｌ％の範囲に調節することができる。他の実施形態において、化合物の粘度を、約２０～約３０００ｃＰの範囲に調節することができる。

【００５９】

当業者は、望ましい程度または量の含浸が、繊維構造物の部分飽和から繊維構造物の完全飽和に亘りうることを認識する。所望の程度の含浸は、例えば、含浸される繊維の種類および含浸剤の種類を包含する可変要素に依存しうる。当業者は、含浸構造物の意図する最終特性が、特定の成分（例えば、繊維および分散物）および工程パラメータの選択に影響することも理解する。

【００６０】

特定の実施形態において、ポリオレフィン分散物を含浸させた繊維構造物を、靴における補強材として使用することができる。例えば、繊維構造物を、含浸し、成形し、乾燥することができ、該成形は上部組み立て補強材、例えば腰裏または先心（先芯）を生じ、これを、靴に組み込んで、靴の各部分を所望形状に保持するのを助けることができる。

【実施例】

【００６１】

ポリマー分散物。

２つのポリオレフィン分散物を、以下の実施例全体を通して使用し、該分散物は、基剤ポリマー／安定剤混合物を含んでいた。第一分散物は、ＶＥＲＳＩＦＹ(商標)ＤＰ４２００／ＰＲＩＭＡＣＯＲ(商標)５９８０Ｉ混合物を使用して形成し、第二分散物は、ＥＮＧＡＧＥ(商標)８２００／ＰＲＩＭＡＣＯＲ(商標)５９８０Ｉ混合物を使用して形成し、それらは、それぞれ、Ｄｏｗ　Ｃｈｅｍｉｃａｌ　Ｃｏｍｐａｎｙ（Ｍｉｄｌａｎｄ，　ＭＩ）から入手可能である。ＰＲＩＭＡＣＯＲ(商標)５９８０Ｉは、エチレンアクリル酸コポリマーであり（２０．５ｗｔ％アクリル酸；１３．８のＭＦＲ、１２５℃で２．１６ｋｇ重量を使用；０．９５８ｇ／ｃｃ）；ＶＥＲＳＩＦＹ(商標)ＤＰ４２００は、プロピレン基剤エラストマーであり（９ｍｏｌ％エチレン；２５　ＭＦＲ、２３０℃で２．１６ｋｇ重量を使用）；ＥＮＧＡＧＥ(商標)８２００は、エチレン基剤エラストマーである（エチレン－オクテンコポリマー；５　ＭＩ；０．８７０ｇ／ｃｃ）。

【００６２】

ＶＥＲＳＩＦＹ(商標)ＤＰ４２００／ＰＲＩＭＡＣＯＲ(商標)５９８０Ｉ分散物は、１３．９　ｌｂ／時におけるＤＰ４２００ペレットおよび２．９　ｌｂ／時における５９８０Ｉペレットを押出機供給漏斗に同時供給することによって製造された。脱イオン水、および水酸化カリウムの２５％（ｗ／ｗ）水溶液を、それぞれ、１９および８．３ｃｃ／分でポンプ注入し、合わし、約１６０℃に加熱し、乳化ゾーンにおいて押出機バレルに注入し、そこで、バレルを約１５０℃で操作した。脱イオン水を９０ｃｃ／分でポンプ注入し、約１１０℃に加熱し、希釈セクションにおいて押出機バレルに注入し、そこで、バレルを約８０℃で操作した。生成物希釈を約３００ｐｓｉｇの圧力において調節した。得られたＶＥＲＳＩＦＹ(商標)ＤＰ４２００／ＰＲＩＭＡＣＯＲ(商標)５９８０Ｉ分散物は、固

形分５１．６ｗｔ％、ｐＨ約１０．０、Ｂｅｃｋｍａｎ Ｃｏｕｌｔｅｒ ＬＳ ２３０によって測定される容積平均粒度約１．０ミクロン、および多分散度（容積平均粒度を数平均粒度で割ったものとして定義される）２未満を有していた。

【００６３】

ＥＮＧＡＧＥ(商標)８２００／ＰＲＩＭＡＣＯＲ(商標)５９８０Ｉ分散物は、８２００ペレットおよび５９８０Ｉペレットを７０／３０の比率で先ずプレブレンドすることによって製造した。そのブレンドを、周囲(ambient)ペレットとして、押出機供給漏斗に１５ｌｂ／時で供給した。脱イオン水、および水酸化カリウムの２５％（ｗ／ｗ）水溶液を、それぞれ、１４．６および１５．３ｃｃ／分でポンプ注入し、合わし、約１３０℃に加熱し、乳化ゾーンにおいて押出機バレルに注入し、そこで、バレルを約１３０℃で操作した。脱イオン水を８５ｃｃ／分でポンプ注入し、約７５℃に加熱し、希釈セクションにおいて押出機バレルに注入し、そこで、バレルを約７０℃で操作した。希釈生成物を、約３００ＰＳＩＧに設定した背圧調節器に通し、約７０℃で工程から出し、収集した。得られたＥＮＧＡＧＥ(商標)８２００／ＰＲＩＭＡＣＯＲ(商標)５９８０Ｉ分散物は、固形分４４．９ｗｔ％、ｐＨ１０．２、Ｂｅｃｋｍａｎ Ｃｏｕｌｔｅｒ ＬＳ ２３０によって測定される容積平均粒度約１ミクロン、および多分散度２未満を有していた。

【００６４】

織物シート。生地含浸試験用に、２つの綿－ポリエステル生地がＦｏｒｅｓｔａｌｉ Ｓｒｌ．によって供給された。生地「Ａ」は、平方メートル当たりの重さ３２１．７７ｇ／m^2を有し、生地「Ｂ」は２２８．８５ｇ／m^2を有していた。

【００６５】

分散配合物。前記のポリマー分散物を使用して、カルシウムカーボネート充填剤（Ｈｙｄｒｏｃａｒｂ ９０ ＧＤスラリー；６２．５ｗｔ％固形分；Ｏｍｙａから入手可能）を含有する２つの分散化合物を形成した。評価した分散配合物を、下記の表１に示す。

【表１】

表1. ポリオレフィン分散配合物

分散物	ポリマー分散物		充填剤	pH	固形分	粘度
	種類	wt.%	wt.%		wt.%	mPas
A	DP4200/Primacor 5980i	66.5	32.5	9.94	54.39	110
B	Engage 8200/Primacor 5980i	66.5	32.5	10.05	49.81	90

【００６６】

ポリマー分散物および充填剤スラリーを、計量し、標準ペーパーラテックスＨｅｉｄｏｌｐｈベンチスターラーで１０００ｒｐｍにおいて１０分間混合した。粘度をブルックフィールド粘度計（スピンドルＲ３、１００ＲＰＭにて）で測定した。ｐＨをＫｎｉｃｋ Ｐｏｒｔａｍｅｓｓ ｐＨメーターで測定した。固形分をＣＥＭ Ｓｍａｒｔ Ｓｙｓｔｅｍ ５で測定した。

【００６７】

生地含浸。シートを、実験用含浸ユニット（Ｍａｔｈｉｓ Ｌａｂ Ｐａｄｄｅｒ、Ｗｅｒｎｅｒ Ｍａｔｈｉｓ ＡＧ, Ｔｅｘｔｉｌｅ ｍａｃｈｉｎｅｒｙ, Ｌａｂｏｒａｔｏｒｙ ｅｑｕｉｐｍｅｎｔ, Ｚｕｒｉｃｈによって製造）で含浸した。含浸工程を、２段階で行った。先ず、生地シートを、前記の表１に記載した分散物に、室温で２分間浸漬した。次に、シートを、カレンダーロール間において室温でプレスして、過剰の液体を除去した。所望の平方メートル当たりの重量を、ロール間の圧力の調整によって調節した。次に、含浸シートを熱対流炉で１３０℃において７分間乾燥した。４つの試料が、このように含浸され、表２に示されている。

【表２】

表2. 含浸条件

含浸試料	生地種類	分散配合物	プレス条件、方法	乾燥重量(g)	湿潤重量(g)	乾燥後重量(g)	比率	含浸生地 (g/m^2)	含浸前 (g/m^2)	比率
1	A	B	3m／分、1．5バールにて	10.2	27.92	17.36	1.71	556.41	321.77	1.73
2	A	A	3m／分、1．0バールにて	10.2	37.2	23.37	2.3	749.04	321.77	2.33
3	B	B	3m／分、1．5バールにて	6.91	17.22	11.65	1.69	373.4	228.85	1.63
4	B	A	3m／分、1．0バールにて	6.89	21.85	14.58	2.12	467.31	228.85	2.04

【００６８】

試料の試験結果。補強材の加工性および性能を試験した。加工性は、ＶＩＣＡＴおよび開放時間に関係している。性能特性は、ＳＡＴＲＡ　ＴＭ８３に従って測定し、硬度、面積保形性(area shape retention)およびレジリエンスを包含する。これらの特性を測定するために、図３、４および５に示す装置において、ドーム(dome)を９０℃で熱成形した。

【００６９】

図３に関して、クランプリング２１４、金属円筒２１６およびピストン２１８を含む成形用具２１２において、試験片２１０を固定した。次に、アセンブリをオーブンにおいて９５℃で８．５分間加熱することによって、試験片２１０を熱活性化した。熱活性化アセンブリをオーブンから取り出し、図４に示すようにピストン２１８を引き出すことによって、試験片２１０を迅速にドーム形に成形した（約１分以内）。次に、成形試験片２１０を、少なくとも１．５時間にわたって、ファンの前で２０℃および６５％相対湿度の標準制御環境に置いた。

【００７０】

成形ドームの圧縮強度と一般に呼ばれる硬度は、着用性能条件に対応するように、補強材強度の測度を与える。引張試験機において、レベル下降面(level lower surface)を有する円筒形プランジャを使用して、成形ドームの上部を、へこむ(collapses)まで定速で圧縮した。最大値を初期硬度として記録した。この操作を繰返し、９回の追加へこみ後に、第１０回目のへこみの荷重を測定し、最終硬度として記録した。ドーム形試験片の圧縮強度は、ＳＡＴＲＡ　ＴＭ８３に従って測定された。硬度は、ファッションシューズの１０Ｎから軍用履物の１８０Ｎに亘りうる。

【００７１】

面積保形性を、ＳＡＴＲＡ　ＴＭ８３に従って測定した。ドーム形試験片を形成し、試験片の保形性を、ドームの高さの測定によって判定した。２回の測定を行った。第一へこみ後（ドームの初期圧縮）、および１０回のへこみ後（最終保形性）。面積保形性は下記のように定義される。

$$ＡＳＲ＝１００（Ｈ１／Ｈ２）^{2}$$

ここで、図５に示されるように、Ｈ１は、関連成形用具（金型のドーム）の高さであり、Ｈ２は、第１または第１０回目のへこみ後の成形ドームの内部高さである。補強剤が硬いほど、靴の変形を防ぐ保形性がより優れている。

【００７２】

レジリエンスは、ＳＡＴＲＡ　ＴＭ８３に従って算出され、最終硬度（１０回の荷重へこみ後）／初期硬度の比率として定義される。レジリエンスは、着用中の小さいおよび大きい変形に対する耐性の測度である。

【００７３】

標準ＣＲＹＳＴＡＦ法

【００７４】
分岐分布は、ＰｏｌｙｍｅｒＣｈａｒ，　Ｖａｌｅｎｃｉａ，　Ｓｐａｉｎから商業的に入手可能なＣＲＹＳＴＡＦ　２００ユニットを使用して、結晶化分析分別（ＣＲＹＳＴＡＦ）によって測定される。試料を１６０℃の１，２，４－トリクロロベンゼン（０．６６ｍｇ／ｍＬ）に１時間溶解させ、９５℃で４５分間安定化させる。試料採取温度は、冷却速度０．２℃／分で９５℃～３０℃に亘る。赤外線検出器を使用して、ポリマー溶液濃度を測定する。温度が低下する間にポリマーが結晶化すると共に、累積可溶濃度を測定する。累積特性の分析導関数(the analytical derivative of the cumulative profile)は、ポリマーの短鎖分岐分布を反映している。
【００７５】
ＣＲＹＳＴＡＦピーク温度および面積は、ＳＲＹＳＴＡＦ　Ｓｏｆｔｗａｒｅ（バージョン２００１．ｂ、Ｐｏｌｙｍｅｒｃｈａｒ，　Ｖａｌｅｎｃｉａ，　Ｓｐａｉｎ）に含まれているピーク分析モジュールによって同定される。ＣＲＹＳＴＡＦピーク検出ルーチン(peak finding routine)は、ｄＷ／ｄＴ曲線における極大としてのピーク温度、および導関数曲線(derivative curve)における同定ピークの両側の最大正変曲(largest positive infections)の間の面積を同定する。ＣＲＹＳＴＡＦ曲線を算出するために、好ましい処理パラメータは、７０℃の温度限界であり、平滑化パラメータは０．１の温度限界より以上、および０．３の温度限界未満である。
【００７６】
曲げ／割線弾性率／貯蔵弾性率
【００７７】
ＡＳＴＭ　Ｄ　１９２８を使用して、試料を圧縮成形する。曲げおよび２％割線弾性率をＡＳＴＭ　Ｄ－７９０に従って測定する。貯蔵弾性率は、ＡＳＴＭ　Ｄ　５０２６－０１または同等の技術によって測定する。
【００７８】
ＤＳＣ標準法
【００７９】
示差走査熱量測定の結果を、ＲＣＳ冷却アクセサリーおよびオートサンプラーを備えたＴＡＩモデルＱ１０００　ＤＳＣを使用して確認する。５０ｍＬ／分の窒素パージガス流を使用する。試料を薄膜にプレスし、約１７５℃でのプレスにおいて溶融させ、次に、室温（２５℃）に空冷する。次に、３～１０ｍｇの材料を直径６ｍｍの円板にカットし、正確に計量し、軽アルミニウムパン（約５０ｍｇ）に入れ、次に、クリンプシャットする(crimped shut)。試料の熱挙動を、下記の温度プロフィールで調査する。試料を迅速に１８０℃に加熱し、３分間等温に維持して、あらゆる熱前歴を除去する。次に、試料を１０℃／分の冷却速度で－４０℃に冷却し、－４０℃に３分間維持する。次に、試料を、１０℃／分の加熱速度で１５０℃に加熱する。冷却および第二加熱曲線を記録する。
【００８０】
ＤＳＣ溶融ピークを、－３０℃と溶融終了との間に引いた直線状基準線に対して、熱流量（Ｗ／ｇ）における極大として測定する。直線状基準線を使用して、融解熱を、－３０℃と溶融終了との間の溶融曲線下の面積として測定する。
【００８１】
ＤＳＣの較正を下記のように行う。先ず、アルミニウムＤＳＣパン中にどのような試料も含有せずに、－９０℃からＤＳＣをランさせることによって、基準線を得る。次に、７ｍｇの新しいインジウム試料を下記のように分析する。試料を１８０℃に加熱し、試料を１０℃／分の冷却速度で１４０℃に冷却し、次に、試料を１４０℃で１分間にわたって等温に維持し、次に、試料を１０℃／分の加熱速度で１４０℃から１８０℃に加熱する。インジウム試料の融解熱および溶融開始を測定し、溶融の開始について１５６．６℃から０．５℃以内であり、融解について２８．７１Ｊ／ｇから０．５Ｊ／ｇ以内であることを確認する。次に、脱イオン水を下記のように分析する。ＤＳＣパン中の少量の新しい試料を、１０℃／分の冷却速度で２５℃から－３０℃に冷却する。試料を－３０℃で２分間にわ

たって等温に維持し、１０℃／分の加熱速度で３０℃に加熱する。溶融の開始を測定し、０℃から０．５℃以内であることを確認する。

【００８２】

ＧＰＣ法

【００８３】

ゲル透過クロマトグラフィーシステムは、Ｐｏｌｙｍｅｒ Ｌａｂｏｒａｔｏｒｉｅｓ Ｍｏｄｅｌ ＰＬ－２１０またはＰｏｌｙｍｅｒ Ｌａｂｏｒａｔｏｒｉｅｓ Ｍｏｄｅｌ ＰＬ－２２０器具から成る。カラムおよびカルーセルコンパートメント(carousel compartments)を１４０℃で操作する。３つのＰｏｌｙｍｅｒ Ｌａｂｏｒａｔｏｒｉｅｓ １０ミクロン Ｍｉｘｅｄ－Ｂカラムを使用する。溶媒は１，２，４－トリクロロベンゼンである。試料を、２００ｐｐｍのブチル化ヒドロキシトルエン（ＢＨＴ）を含有する５０ｍＬの溶媒中０．１ｇのポリマーの濃度で調製する。試料を、１６０℃で２時間ゆるやかに攪拌することによって調製する。使用した注入量は１００μＬであり、流速は１．０ｍＬ／分である。

【００８４】

個々の分子量間に少なくとも１０の間隔を有する６つの「カクテル」混合物において準備された、５８０～８，４００，０００の分子量を有する２１の狭い分子量分布ポリスチレン標準を用いて、ＧＰＣカラムセットの較正を行う。該標準は、Ｐｏｌｙｍｅｒ Ｌａｂｏｒａｔｏｒｉｅｓ（Ｓｈｒｏｐｓｈｉｒｅ，　ＵＫ）から購入される。ポリスチレン標準を、１，０００，０００またはそれ以上の分子量の場合は５０ｍＬの溶媒中０．０２５ｇで調製し、１，０００，０００未満の分子量の場合は５０ｍＬの溶媒中０．０５ｇで調製する。ポリスチレン標準を、ゆるやかに攪拌しながら８０℃で３０分間溶解させる。狭標準混合物を、初めに、かつ最高分子量成分を減少させる順序で(in order of decreasing highest molecular weight component)流して、分解(degradation)を最小限にする。ポリスチレン標準ピーク分子量を、下記の式（Williams and Ward, J. Polym. Sci., Polym, Let., 6, 621(1968)に記載)を用いてポリエチレン分子量に変換する。

Ｍホ゜リエチレン＝０．４３１（Ｍホ゜リスチレン）

【００８５】

ポリエチレン当量分子量の算出を、Ｖｉｓｃｏｔｅｋ ＴｒｉＳＥＣソフトウエア、バージョン３．０を使用して行う。

【００８６】

密度

【００８７】

密度測定用の試料を、ＡＳＴＭ Ｄ １９２８に従って調製する。測定は、ＡＳＴＭ Ｄ７９２、方法Ｂを使用して、試料プレスの１時間以内に行う。

【００８８】

ＡＴＲＥＦ

【００８９】

分析的昇温溶離分別（ＡＴＲＥＦ）分析を、米国特許第４７９８０８１号、およびWilde, L.;Ryle, T.R.;Knobeloch, D.C.;Peat, I.R.;Determination of Branching Distributions in Polyethylene and Ethylene Copolymers, J. Polym. Sci., 20, 441-455(1982)（それらは、参照により、全体として本明細書に組み込まれる）に記載されている方法によって行う。分析される組成物を、トリクロロベンゼンに溶解し、冷却速度０．１℃／分で温度を２０℃にゆっくり下げることによって、不活性支持体（ステンレス鋼ショット）を含有するカラムにおいて結晶化させる。カラムに赤外線検出器を取り付ける。次に、溶離液（トリクロロベンゼン）の温度を１．５℃／分の速度で２０℃～１２０℃にゆっくり上げることによって、カラムから結晶化ポリマー試料を溶離することによって、ＡＴＲＥＦクロマトグラム曲線を得る。

【００９０】

^{13}Ｃ ＮＭＲ分析

【００９１】
１０ｍｍ ＮＭＲ試験管において、約３ｇのテトラクロロエタン－ｄ^2／オルトジクロロベンゼンの５０／５０混合物を、０．４ｇの試料に添加することによって、試料を準備する。試験管およびその含有物を１５０℃に加熱することによって、試料を溶解し、均質化する。^{13}Ｃ共鳴周波数１００．５ＭＨｚに対応する、ＪＥＯＬ Ｅｃｌｉｐｓｅ(商標)４００ＭＨｚ分光器、またはＶａｒｉａｎ Ｕｎｉｔｙ Ｐｌｕｓ(商標)４００ＭＨｚ分光器を使用して、データを収集する。６秒パルス繰り返し遅延で４０００トランジェント(transients)／データファイルを使用して、データを得る。定量分析のための最少信号対雑音を達成するために、複数データファイルを共に付加する。スペクトル幅は、２３Ｋデータ点の最少ファイルサイズを有する２５，０００Ｈｚである。試料を、１０ｍｍ広帯域プローブにおいて１３０℃で分析する。Ｒａｎｄａｌｌトライアド法（Randall, J.C.;JMS-Rev. Macromol. Chem. Phys., C29, 201-317(1989)；これは参照により全体として本明細書に組みれられる）を使用して、コモノマー組み込みを測定する。

【００９２】
ブロックインデックス

【００９３】
エチレン／α－オレフィンインターポリマーは、平均ブロック指数、ＡＢＩ、０より大および約１．０まで、ならびに分子量分布、M_w／M_n、約１．３より大によって特徴付けられる。平均ブロック指数、ＡＢＩは、増分５℃（他の温度増分、例えば、１℃、２℃、１０℃も使用できる）での２０℃から１１０℃への分取ＴＲＥＦ（即ち、昇温溶離分別によるポリマーの分別）において得られる各ポリマー画分のブロック指数（「ＢＩ」）の重量平均である。

【００９４】
$ABI = \Sigma (w_i BI_i)$

【００９５】
式中、BI_iは、分取ＴＲＥＦで得られた本発明のエチレン／α－オレフィンインターポリマーの第i画分(the ith fraction)のブロック指数であり、w_iは、第i画分の重量パーセントである。同様に、平均値についてのセカンドモーメントの平方根(the square root of the second moment about the mean)（以下に、セカンドモーメント重量平均ブロック指数と称す）は下記のように定義できる。

【００９６】
【数１】

$$2^{nd}\text{モーメント重量平均}BI = \sqrt{\frac{\sum (w_i (BI_i - ABI)^2)}{\frac{(N-1)\sum w_i}{N}}}$$

【００９７】
式中、Nは画分の数として定義され、BI_iは０より大である。図９に関して、各ポリマー画分について、ＢＩは下記の等式の１つによって定義される（両方とも同じＢＩ値を与える）。

【００９８】
【数２】

$$BI = \frac{1/T_X - 1/T_{XO}}{1/T_A - 1/T_{AB}} \text{ or } BI = -\frac{LnP_X - LnP_{XO}}{LnP_A - LnP_{AB}}$$

【００９９】
式中、T_xは、第i画分についてのＡＴＲＥＦ（即ち、分析ＴＲＥＦ）溶離温度（好ましくはケルビンで表される）であり、P_xは、第i画分についてのエチレンモル分率であり、これは、下記のようにＮＭＲまたはＩＲによって測定できる。P_{AB}は、全エチレン／α－

オレフィンインターポリマー（分別前）のエチレンモル分率であり、これもＮＭＲまたはＩＲによって測定できる。T_AおよびP_Aは、純粋「硬質セグメント」（これはインターポリマーの結晶質セグメントを意味する）についてのＡＴＲＥＦ溶離温度およびエチレンモル分率である。近似値として、または「硬質セグメント」組成が未知のポリマーに関して、T_AおよびP_A値は、高密度ポリエチレンホモポリマーに関する数値に設定される。

【０１００】

T_{AB}は、本発明のコポリマーと同じ組成（P_{AB}のエチレンモル分率を有する）および分子量のランダムコポリマーについてのＡＴＲＥＦ溶離温度である。T_{AB}は、下記の等式を用いて、エチレンのモル分率（ＮＭＲによって測定）から計算できる。

【０１０１】

$$Ln\ P_{AB} = \alpha / T_{AB} + \beta$$

【０１０２】

式中、αおよびβは、多くの、広組成ランダムコポリマーの充分に特性決定された分取ＴＲＥＦ画分および／または狭組成を有する充分に特性決定されたランダムエチレンコポリマーを使用する較正によって決定することができる２つの定数である。αおよびβは、機器ごとに変動しうることに留意すべきである。さらに、較正曲線を形成するために使用される分取ＴＲＥＦ画分および／またはランダムコポリマーについて適切な分子量範囲およびコモノマー種類を使用して、関心対象のポリマー組成物を用いて適切な較正曲線を形成する必要がある。少しの分子量作用が存在する。較正曲線を同様の分子量範囲から得た場合、そのような作用は本質的に無視しうる。図８に示すいくつかの実施形態において、ランダムエチレンコポリマーおよび／またはランダムコポリマーの分取ＴＲＥＦ画分は、下記の関係式を満たす。

【０１０３】

$$Ln\ P = -237.83 / T_{ATREF} + 0.639$$

【０１０４】

前記の較正等式は、狭組成ランダムコポリマーおよび／または広組成ランダムコポリマーの分取ＴＲＥＦ画分に関して、エチレンのモル分率、Pを、分析ＴＲＥＦ溶離温度、T_{ATREF}に関連付けている。T_{XO}は、同じ組成物（即ち、同じコモノマー種類および含有量）および同じ分子量を有し、かつP_Xのエチレンモル分率を有するランダムコポリマーについてのＡＴＲＥＦ温度である。T_{XO}は、測定されたP_Xモル分率を使用して、$LnPX = \alpha / T_{XO} + \beta$から算出できる。逆に言えば、$P_{XO}$は、同じ組成物（即ち、同じコモノマー種類および含有量）および同じ分子量を有し、かつT_XのＡＴＲＥＦ温度を有するランダムコポリマーについてのエチレンモル分率であり、これは、T_Xの測定値を使用して、$LnP_{XO} = \alpha / T_X + \beta$から算出できる。

【０１０５】

各分取ＴＲＥＦ画分のブロック指数（ＢＩ）が得られたら、全ポリマーについての重量平均ブロック指数、ＡＢＩを算出することができる。

【０１０６】

機械的特性－引張、ヒステリシスおよび引裂

【０１０７】

ＡＳＴＭ　Ｄ　１７０８ミクロテンシル試験片を使用して、一軸引張における応力－歪挙動を測定する。試料を、Ｉｎｓｔｒｏｎで５００％min^{-1}において２１℃で引っ張る。引張強度および破断点伸びを、５つの試験片の平均で記録する。

【０１０８】

ＡＳＴＭ　Ｄ　１７０８ミクロテンシル試験片を使用して、Ｉｎｓｔｒｏｎ(商標)計測器によって、１００％および３００％歪への繰返し荷重から、１００％および３００％ヒステリシスを測定する。試料を、２１℃で３サイクルにわたって２６７％min^{-1}において荷重および非荷重に付す。環境室を使用して、３００％および８０℃における繰返し試験を行う。８０℃試験において、試験前に、試料を４５分間にわたって試験温度で平衡させる。２１℃、３００％歪の繰返し試験において、第一非荷重サイクルからの１５０％歪

における収縮応力を記録する。荷重がベースラインに戻った際の歪を使用して、第一非荷重サイクルから、全ての試験についてのパーセント回復を算出する。パーセント回復は、下記のように定義される。

【０１０９】

【数３】

$$\%回復 = \frac{\varepsilon_f - \varepsilon_s}{\varepsilon_f} \times 100$$

【０１１０】

式中、ε_fは、繰返し荷重から受けた歪であり、ε_sは、第一非荷重サイクルの間に荷重がベースラインに戻った際の歪である。

【０１１１】

前記のように作製し試験した試料を、それぞれＦｏｒｅｓｔａｌｉ　Ｓｒｌによって市販されている２つの市販の靴補強材、Ｅｌａｓｔｏｆｏｒｍ　１７２／ＯＮ（一般に先心に使用されているラテックスを含浸させた起毛綿織物）およびＦｅｎｉｓｅ　１３０／ＮＬ（一般に腰裏に使用されているラテックスを含浸させた起毛綿織物）と比較した。圧縮力および保形性の測定の結果を表３に示す。

【表３】

表3. 含浸繊物試料の特性試験結果の比較

試料		1	2	3	4	Elastoform 172/ON	Fenise 130 NL
試験法 Satra TM83							
特性	単位						
試料厚さ	mm	0.89	1.08	0.73	0.79	0.73	1.23
初期高さ	mm	8.91	9.00	9.05	9.26	8.76	8.84
最終高さ	mm	8.88	8.98	8.96	9.10	8.84	8.62
初期保形	%	91.20	93.05	94.09	98.40	88.15	89.67
最終保形	%	90.48	92.53	92.12	95.13	89.77	85.36
第一へこみ荷重硬度	N	18.55	42.35	7.72	16.64	16.43	81.17
第10へこみ荷重硬度	N	13.76	31.97	5.37	10.83	11.06	48.00
レジリエンス	%	74.20	75.50	69.60	65.05	67.32	59.14

【０１１２】

前記の結果は、本発明の靴補強材が、レジリエンス、保形性および硬度の望ましいバランスを与えることを示す。約５～約３２の種々の硬度範囲に亘って、ポリオレフィン含浸試料１～４は、Ｆｅｎｉｓｅ試料（レジリエンス約５９および保形性８５～９０を有する）より、高いレジリエンス（約６５より大）および高い保形性（約９０より大）を示した。ポリオレフィン含浸繊物は、Ｅｌａｓｔｏｆｏｒｍ比較試料と比較して、同様のおよびより高いレジリエンスおよび保形性も示した。

【０１１３】

ＶＥＲＳＩＦＹ(商標)ポリオレフィン分散物を含浸させた試料４は、Ｅｌａｓｔｏｆｏｒｍ試料と比較して同様の硬度に関して、同様のレジリエンスおよびより優れた保形性を有する。ＥＮＧＡＧＥ(商標)８２００分散物（試料Ａによって表される）を含浸させた繊物は、同様の硬度のＥｌａｓｔｏｆｏｒｍ銘柄と比較して、同様の保形性およびより優れたレジリエンスを有する。

【０１１４】

含浸調節。前記のように、含浸の量は、カレンダーの間で生地をプレスし、過剰の材料を除去することによって、調節できる。含浸は、例えば、化合物の粘度、水性分散物中の

組み合わしたポリマーおよび安定剤の濃度、化合物中の充填剤の濃度、または水性分散物の極性の１つまたはそれ以上を調節することによって、さらに調節できる。

【０１１５】

含浸調節の例として、２０ｗｔ％含浸を目標として、種々の分散物固形分濃度で得られた含浸の量を測定する実験を行い、その結果を表４に示す。使用した分散物は、初期固形分濃度４１．４ｗｔ％を有するＤＰ４２００／ＰＲＩＭＡＣＯＲ　５９８０Ｉ分散物であった。使用した生地試料は、Ｂｏｅｒｅｎ　Ｂｏｎｄ　ｇｅｏｐｈｙｓｉｃａｌ　ｔｅｘｔｉｌｅ、およびＤｏｎ　＆　Ｌｏｗ　ｓｒ－ＰＰ　ｆａｂｒｉｃであった。

【０１１６】

生地を分散物に先ず浸漬することによって、含浸生地試料を得た。湿潤後、生地を分散物から出し、過剰の分散物を生地から滴り落とした。湿潤生地を鉛直に吊り下げ、オーブンで乾燥し、さらに、前記のように空気乾燥させた。試料７の場合は、中間のシートだけが浸漬された３シート複合材料を形成し、次に、シートの乾燥および団結を行った。

【表４】

表4．試料条件および結果

試料	5	6	7	8	9	10	11
生地種類	D&L	D&L	D&L	BBG	BBG	BBG	BBG
初期重量(g)	13.7	13.7	41.1 (13.5,13.9, 13.7)	9.1	9.2	9.3	9.5
分散物濃度	原濃度	原濃度	原濃度	原濃度の62%に希釈	原濃度の62%に希釈	原濃度の30%に希釈	原濃度の30%に希釈
乾燥条件	80℃、6分	80℃、6分	80℃、6分	100℃、4分	100℃、8分	100℃、4分	100℃、4分
乾燥重量(g)	33.5	29.8	77.0	12.5	12.7	10.3	10.4
パーセント含浸	59.1	54.0	58.3	27.2	27.6	9.7	8.7
団結条件		150C、350kN、3分	150C、350kN、3分				
団結重量(g)		29.5	61.6				
パーセント含浸		53.0	33.3				

【０１１７】

試料５～７に使用した分散物の濃度／粘度は高すぎて、乾燥前にシートからふき取らずに有意に低い含浸パーセントに達することができなかった。分散物は粘性が高すぎて、２０ｗｔ％含浸を有するシートを形成することができなかったが、分散物は極めてよく生地に付着していることが分かった。

【０１１８】

分散物を５０％の水で希釈した後に、分散物は、よく付着し、より低い程度の生地含浸を生じたが、やはり２０ｗｔ％の目標を超えなかった。７５％水／２５％原分散物にさらに希釈した場合に、溶液は極性が高くなりすぎると考えられ、分散物の流れが磁区に存在するのが観察され、生地表面に不均質湿潤を生じた。前記の実施例は、分散物の粘度または濃度を使用して、含浸の程度に影響を与えうることを示している。

【０１１９】

実験的観察。試料６は、団結後に高明澄度シートを生じた。これに対して、試料７、サンドイッチ複合材料は、団結後に高明澄度を有していなかった。さらに、団結の間に複合材料から水が沸き出るのが観察された。４分間の乾燥時間で充分であると考えられた。試料９の乾燥時間は長かったが、４分後にさらなる重量減少は観察されなかった。

【０１２０】

好都合にも、１またはそれ以上の本発明の実施形態は、意図する用途において優れた性能を有する組成物、方法および物品を提供する。１つの用途において、例えば、１またはそれ以上の本発明の実施形態を、靴における補強材、例えば、先心または腰裏として使用しうる。さらに、１またはそれ以上の本発明の実施形態は、向上した剛性、弾性、レジリエンス、付着性、保形性または適合性を有する補強組成物を含浸させた繊維構造物を提供する。

【０１２１】

本発明を、限定数の実施形態に関して記載したが、本開示から便益を得る当業者は、本明細書に開示されている本発明の範囲を逸脱せずに他の実施形態も考案しうることを理解する。従って、本発明の範囲は、特許請求の範囲によってのみ限定されるべきである。

【図面の簡単な説明】

【０１２２】

【図１】本発明の実施形態による分散物を配合するのに使用しうる押出器を示す。

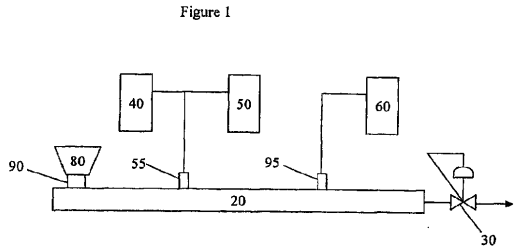
【図２】本発明の実施形態による方法を示す工程図を示す。

【図３】本発明の実施形態を試験するのに使用される形成工具器具の略図である。

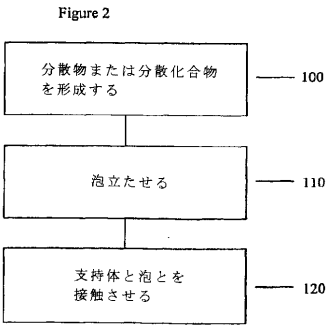
【図４】本発明の実施形態から試験片を形成するために組み立てられ操作される、図3の形成工具器具の略図である。

【図５】図３の形成工具器具から得た測定値、および本発明の実施形態から形成された試験片を示す。

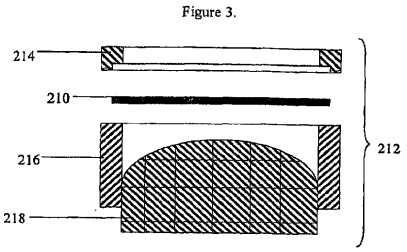
【図１】



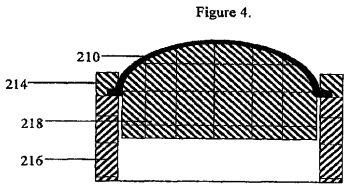
【図２】



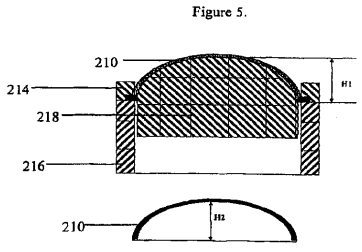
【図３】



【図４】



【図５】



フロントページの続き

(72)発明者 ウィーバース, ロナルド
オランダ国, エヌエル－４５３２ エイチエル ターネウゼン, ジェロエン ボッシュストラット 5
(72)発明者 ケネディー, ジェームズ, ジー.
イギリス国, エヌアール２４２エルキュー, ノーフォーク, ブリストン, ホール ストリート １１０
(72)発明者 ブジナウスキー, アーロン, エム.
アメリカ合衆国, テキサス州 ７５０３４, フリスコ, シール リッジ ドライブ ３６２９
(72)発明者 モンクラ, ブラッド, エム.
アメリカ合衆国, テキサス州 ７７５６６, レイク ジャックソン, ナンディナ コート ５６
(72)発明者 プリエト ゴウバート, ミグエル, エイ.
スイス国, ツェーハー－８８０５ リッチターズウィル, バッチテルシュトラーセ ２０
(72)発明者 リャング, ウェンビン
アメリカ合衆国, テキサス州 ７７４７９, シュガー ランド, アスペン コウブ コート ６３１９

審査官 平井 裕彰

(56)参考文献 国際公開第２００５／０８５３３１（WO, A1）
特許第５４６５４３３（JP, B2）

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B29B11／16
15／08～ 15／14
C08J 5／04～ 5／10
5／24
B29C70／00～ 70／88
D06M13／00～ 15／715
A43B 1／00～ 23／30
A43C 1／00～ 19／00
A43D 1／00～999／00
B29D35／00～ 35／14
CAplus（STN）