

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7009485号
(P7009485)

(45)発行日 令和4年1月25日(2022.1.25)

(24)登録日 令和4年1月14日(2022.1.14)

(51)国際特許分類	F I			
B 0 5 D 7/24 (2006.01)	B 0 5 D 7/24	3 0 3 G		
B 0 5 D 1/38 (2006.01)	B 0 5 D 7/24	3 0 3 E		
B 3 2 B 5/02 (2006.01)	B 0 5 D 1/38			
B 6 5 D 81/24 (2006.01)	B 3 2 B 5/02	A		
	B 6 5 D 81/24	D		
請求項の数 13 (全11頁)				

(21)出願番号	特願2019-540533(P2019-540533)	(73)特許権者	501239516
(86)(22)出願日	平成30年1月30日(2018.1.30)		ストラ エンソ オーワイジェイ
(65)公表番号	特表2020-511297(P2020-511297 A)		フィンランド国 0 0 1 0 1 ヘルシンキ ピーオー ボックス 3 0 9
(43)公表日	令和2年4月16日(2020.4.16)	(74)代理人	110000855 特許業務法人浅村特許事務所
(86)国際出願番号	PCT/IB2018/050551	(72)発明者	アクスラップ、ラース スウェーデン国、ハンマレ、レブネスベ ーゲン 1 2
(87)国際公開番号	WO2018/138702	(72)発明者	クネース、イザベル スウェーデン国、セフレ、スタフトルブ エルグブローテン
(87)国際公開日	平成30年8月2日(2018.8.2)	(72)発明者	アウリン、クリスチャン スウェーデン国、ストックホルム、シク ラ カナルガタ 1 0 1
審査請求日	令和3年1月7日(2021.1.7)		
(31)優先権主張番号	1750069-5		
(32)優先日	平成29年1月30日(2017.1.30)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	スウェーデン(SE)		
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ミクロフィブリル化セルロースを含むフィルムの製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

繊維性酸素バリアフィルムの製造方法であって、
ミクロフィブリル化セルロース(MFC)をそれぞれ含む第1及び第2の懸濁液を、前記懸濁液の全固形分に対して計算された少なくとも50重量%の量で提供するステップと、前記第1の懸濁液を非多孔質キャスト基材上に塗布して、第1のウェブを形成するステップと、
中間乾燥ステップにおいて、前記第1ウェブを少なくとも50重量%の固形分に乾燥するステップと、
ミクロフィブリル化セルロース(MFC)を含む前記第2の懸濁液を、前記乾燥した第1のウェブの前記表面に塗布して第2のウェブを形成するステップと、
最終乾燥ステップにおいて、前記第1及び第2のウェブを含む前記ウェブを乾燥させて、40g/m²未満の坪量と、50%RHで24時間当たり10ml/m²未満の酸素透過率(OTR)値とを有するフィルムを形成するステップと
を含む、方法。

【請求項2】

最終乾燥ステップの前に、第2の中間乾燥ステップにおいて前記第2のウェブを乾燥させるステップと、前記懸濁液の前記全固形分に対して計算された少なくとも50重量%の量のミクロフィブリル化セルロース(MFC)を含む第3の懸濁液を、前記乾燥した第2のウェブ上に塗布するステップとをさらに含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

前記方法が、前記最終乾燥ステップの前に、少なくとも6つの後続のステップで、基材上に少なくとも50重量%の量でマイクロフィブリル化セルロースを含む所定数の懸濁液を塗布することを、中間乾燥ステップを伴って含む、請求項1又は2に記載の方法。

【請求項 4】

前記ウェブ上への後続の懸濁液の前記塗布ステップの前の前記中間乾燥ステップにおいて、ウェブは、50～95重量%、好ましくは50～75重量%、最も好ましくは60～70重量%の固形分に乾燥される、請求項1～3のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 5】

総乾燥時間は、5分未満、好ましくは3分未満である、請求項1～4のいずれか一項に記載の方法。 10

【請求項 6】

各懸濁液が少なくとも5重量%、好ましくは少なくとも15重量%の固形分を有する、請求項1～5のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 7】

各懸濁液が、15～30重量%、好ましくは15～25重量%の固形分を有する、請求項1～6のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 8】

前記懸濁液が、スプレー塗布又はカーテン塗布などの非衝撃塗布技術を用いて塗布される、請求項1～7のいずれか一項に記載の方法。 20

【請求項 9】

前記懸濁液の少なくとも1つが、30重量%未満、好ましくは15重量%未満、最も好ましくは10重量%未満の量の可塑剤を含み、全ての割合は前記懸濁液中の全固形分に対して計算される、請求項1～8のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

前記懸濁液の少なくとも1つが、マイクロフィブリル化セルロース誘導体又は酸化マイクロフィブリル化セルロースなどの化学的に変性されたマイクロフィブリル化セルロースを含む、請求項1～9のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 11】

前記フィルムが、前記最終乾燥ステップでの乾燥により形成されるフィルムの全重量に対して計算されて、10重量%未満、好ましくは5重量%未満の量の可塑剤を含み、前記フィルムが、 30

40 g / m² 未満の坪量と、

50% RHで24時間当たり10 ml / m² 未満の酸素透過率(OTR)値と、

少なくとも3.5%、好ましくは少なくとも4%の破壊歪み値と

を示す、請求項1～10のいずれか一項に記載の方法によって製造された繊維ベースの酸素バリアフィルム。

【請求項 12】

フィルムの全固形分に対して計算して、少なくとも50重量%のマイクロフィブリル化セルロース(MFC)を含む繊維ベースの酸素バリアフィルムであって、前記フィルムが10%未満、好ましくは5%未満の量の可塑剤を含み、 40

40 g / m² 未満の坪量と、

50% RHで24時間当たり10 ml / m² 未満の酸素透過率(OTR)値と、

少なくとも3.5%、好ましくは少なくとも4%の破壊歪みと

を示す、繊維ベースの酸素バリアフィルム。

【請求項 13】

食品又は液体包装用途における請求項11～12のいずれか一項に記載のフィルムの使用。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】 50

本発明は、繊維ベースの酸素バリアフィルムの製造方法に関する。本発明は、その方法によって製造されたフィルム及びその使用法をさらに包含する。

【背景技術】

【0002】

包装業界では、酸素に敏感な製品をシールドして、それによってそれらの保管期限を延ばすために有効なガス及び/又は香気バリア、特に酸素バリアが必要とされる。これらには、多くの食品が含まれるが、特に、医薬品や電子工業製品にも含まれる。酸素バリア性を有する既知のパッケージ材料は、通常多層塗布構造の一部として、1つ又は複数のポリマーフィルムから、あるいは1つ又は複数層の酸素バリアポリマーを塗布された繊維紙又は繊維板からなってもよい。

10

【0003】

ごく最近では、デフィブリル化セルロースフィブリルが例えば水中に懸濁されているマイクロフィブリル化セルロース(MFC)フィルムが再組織化され、再結合されて、主に連続的で良好なガスバリア性が開発されたフィルムが形成された。

【0004】

このようなフィルムは、ウェブを形成する多孔質基材上にMFC懸濁液を塗布し、続いてフィルムを形成するために基材を通して水を排水することによってウェブを脱水することによって製造することができる。これは例えば、紙又は板紙の機械タイプのプロセスを使用することによって達成することができる。米国特許第2012298319号明細書は、MFCを含む完成紙料を多孔質基材上に直接塗布することによってMFCフィルムを製造し、それによってMFCを脱水及び濾過することを可能にする方法を教示している。

20

【0005】

あるいは、フィルムは、ポリマー又は金属基材などの非多孔質キャスト基材上にMFC分散液を塗布すること、及び蒸発によって前記フィルムを乾燥させることを含むキャスト技術の使用によって製造することができる。この技術の利点には、フィルムの均一な厚さ分布とより滑らかな表面が含まれる。欧州特許出願公開第2771390(A4)号明細書には、水性セルロースナノ繊維分散液が紙又はポリマー基材上に塗布され、乾燥され、そして最後にナノ繊維フィルムシートとして剥離されるMFCフィルムの調製が記載されている。

【0006】

キャストプロセスに関連する1つの問題は、乾燥ステップにおいてフィルムが形成されているとき、水のゆっくりとした拡散が乾燥速度を制限することである。フィルムを通る水蒸気の拡散はゆっくりとしたプロセスであり、プロセス効率に悪影響を及ぼす。乾燥速度が速くなるとフィルムにポイドや亀裂でさえ形成され、フィルムの特性を劣化させることがある。キャスト法に関するさらなる問題は、形成されたフィルムに収縮張力が形成されることであり、これは、破壊歪み又は引張強度などの強度特性に悪影響を及ぼし得る。

30

【0007】

MFCから製造されたフィルムはさらに、必要なストレッチ性を示すためにかなり大量の可塑剤を含む必要がある。特に食品包装に関連して使用されるフィルムでは、規定された法律及び規制に準拠するために可塑剤の量を制限する必要がある。さらに、多量の可塑剤はフィルムの機械的性質及びバリア性を低下させることがある。

40

【発明の概要】

【0008】

本開示の目的は、フィルムの乾燥及び大量の可塑剤の使用に関連する前述の問題を回避しながら、高い強度及びバリア特性及び改善されたストレッチ性を有する薄いMFCフィルムの製造を可能にすることである。本発明のさらなる目的は、そのような薄いMFCフィルムを製造するためのより費用効率の良い方法を提供することである。

【0009】

これらの目的及びさらなる利点は、添付の独立請求項による提案された方法、フィルム及びその使用によって全体的又は部分的に達成される。実施形態は、添付の従属請求項及び

50

以下の説明に記載されている。

【0010】

本発明の方法は、次のステップを含む繊維性酸素バリアフィルムの製造方法に関し、

- ミクロフィブリル化セルロース(MFC)をそれぞれ含む第1及び第2の懸濁液を、前記懸濁液の全固形分に対して計算された少なくとも50重量%(wt%)の量で提供するステップと、

- 前記第1の懸濁液を非多孔質基材上に塗布して、第1のウェブを形成するステップと、

- 中間乾燥ステップにおいて、前記第1ウェブを少なくとも50重量%(前記ウェブの前記総重量に基づいて計算される)の固形分に乾燥するステップと、

- ミクロフィブリル化セルロース(MFC)を含む前記第2の懸濁液を、前記乾燥した第1のウェブの表面に塗布して第2のウェブを形成するステップと、

- 最終乾燥ステップにおいて、前記第1及び第2のウェブを含むウェブを乾燥させて、40g/m²未満の坪量と、50%RHで24時間当たり10ml/m²未満の酸素透過率(OTR)値、好ましくは、50%RHで24時間当たり5ml/m²未満、又は50%RHで24時間当たり2ml/m²未満の酸素透過率(OTR)値とを有するフィルムを形成するステップと

を含む方法。

【0011】

本発明は、フィルム内に形成される亀裂又はポイドの問題なしにキャスト技術によってMFCフィルムを製造するための効率的な方法を可能にする。中間は乾燥させて、MFCを数層に塗布することによって、水がフィルムを通過して拡散しなければならない距離がより短くなり、それによって蒸発がより効率的になり、フィルム特性が乾燥プロセスによって悪影響を受けない。これにより、乾燥速度を速めることができ、生産効率をさらに向上させることができる。この方法は、最終乾燥ステップの前に、第2の中間乾燥ステップにおいて第2のウェブを乾燥させるステップと、前記懸濁液の全固形分に対して計算された少なくとも50重量%の量のミクロフィブリル化セルロース(MFC)を含む第3の懸濁液を、前記乾燥した第2のウェブ上に塗布するステップとをさらに含み得る。この方法は、最終乾燥ステップの前に、少なくとも4つ、又は少なくとも5つ、又は少なくとも6つの後続のステップ、好ましくは少なくとも8つの後続のステップで、基材上に少なくとも50重量%の量でミクロフィブリル化セルロースを含む所定数の懸濁液を塗布することを、中間乾燥ステップを伴って含み得る。所望の厚さを構築するために塗布される層の数が多ければ、フィルムの厚さはより均一になるであろう。これはフィルムのバリア性に良い影響を与える。

【0012】

一実施形態では、ウェブ上への後続の懸濁液の塗布ステップの前の中間乾燥ステップにおいて、ウェブは、50~95重量%、好ましくは50~75重量%、最も好ましくは60~70重量%の固形分に乾燥される。したがって、第2のウェブの塗布の前に第1のウェブをそのような固形分に乾燥し、第3のウェブの塗布前に潜在的な第1及び第2のウェブをそのような固形分に乾燥する。

【0013】

後続のウェブの塗布前の、例えば第1のウェブの中間乾燥ステップでのウェブの乾燥は、当技術分野で周知の乾燥方法を使用すること、例えば、熱風、赤外線、マイクロ波、ロール乾燥を使用することによって、又は基材の加熱を使用することによって実施することができる。

【0014】

中間及び最終乾燥ステップを含む総乾燥時間は、好ましくは5分未満、より好ましくは3分未満であり、これは方法を効率的にする。

【0015】

懸濁液、すなわち第1及び第2の懸濁液、又は所定数の懸濁液は、好ましくは少なくとも3.5重量%、より好ましくは少なくとも5重量%、又は少なくとも15重量%、最も好

10

20

30

40

50

ましくは15～30重量%又は15～25重量%の乾燥含量を有する。本発明の方法は、そのような高い乾燥含量を使用することを可能にし、それはエネルギー消費の観点で節約を意味し、さらに高い乾燥速度を可能にする。

【0016】

懸濁液、すなわち第1及び第2の懸濁液又は所定数の懸濁液は、スプレー又はカーテン塗布などの非衝撃塗布技術を用いて基材上に塗布するのが好ましい。しかしながら、最も好適な塗布方法はスプレー塗布であり、その理由は、この塗布方法は前に形成された層の破壊を効率的に避け、高乾燥含量の使用を可能にするためである。

【0017】

本発明の1つの好適な実施形態では、少なくとも1つの懸濁液、すなわち第1及び/又は第2の懸濁液又は1つ又は複数の懸濁液は、30重量%未満、好ましくは15重量%未満、又は、10重量%未満、5重量%未満、1重量%未満、さらには0.1重量%未満の量の可塑剤を含み、全ての割合は懸濁液中の固形分の総量に対して計算される。一実施形態では、フィルムを形成する全ての懸濁液は、30重量%未満、好ましくは15重量%未満、又は10重量%未満、5重量%未満、1重量%未満、さらには0.1重量%未満の量の可塑剤を含み、全ての割合は懸濁液中の固形分の総量に対して計算される。フィルムを形成する懸濁液は可塑剤を全く含まなくてもよい。

10

【0018】

一実施形態では、懸濁液の少なくとも1つは、化学的に変性されたマイクロフィブリル化セルロースを含む。

20

【0019】

第2の態様では、本発明は、好ましくは本発明による方法によって製造された繊維ベースの酸素バリアフィルムに関し、フィルムは10重量%未満、好ましくは5重量%未満又は0.1重量%未満の量の可塑剤を含み、全ての重量%は前記乾燥フィルムの全重量に対して計算される。前記フィルムは、

- 40 g / m² 未満、好ましくは35 g / m² 未満の坪量と、
- 50%RHで24時間当たり10 ml / m² 未満、好ましくは5 ml / m² 未満、又はさらには2 ml / m² 未満の酸素透過率(OTR)値と、
- 少なくとも3.5%、好ましくは少なくとも4%の破壊歪み値と

をさらに示す。

30

【0020】

前記フィルムは、並外れた酸素バリア及び強度特性を提供する。

【0021】

フィルムは、第1の態様に関する実施形態に現れる特徴によってさらに特徴付けることができる。

【0022】

第3の態様では、本発明は食品又は液体包装用途におけるフィルムの使用に関する。

【図面の簡単な説明】

【0023】

【図1】図1は、各フィルムについての水の蒸発速度対温度を示す。

40

【図2】図2は、層数の増加と破壊歪みとの関係を示す。

【図3】図3は、本発明によりフィルムを約95重量%の最終乾燥含量に乾燥した後の1kgのフィルムから蒸発した水の量を示す。

【図4】図4は、第1、第2及び第3のMFCフィルムについての破壊歪みを示す。

【発明を実施するための形態】

【0024】

マイクロフィブリル化セルロース(MFC)は、特許出願の文脈においては、100nm未満の少なくとも1つの寸法を有するナノスケールのセルロース粒子繊維又はフィブリルを意味するものとする。MFCは、部分的又は全体的にフィブリル化されたセルロース又はリグノセルロース繊維を含む。遊離されたフィブリルは100nm未満の直径を有するが

50

、実際のフィブリルの直径又は粒度分布及び/又はアスペクト比(長さ/幅)は供給源及び製造方法に依存する。最小のフィブリルは、基本フィブリルと呼ばれ、約2~4nmの直径を有し(例えば、Chinga-Carrasco, G., 「Cellulose fibres, nanofibrils and microfibrils, : The morphological sequence of MFC components from a plant physiology and fibre technology point of view」, Nanoscale research letters, 2011年, 6: 417参照)、一方で、マイクロフィブリルとしても定義される基本フィブリルの凝集形態(Fengel, D., 「Ultrastructural behavior of cell wall polysaccharides」, Tappi J., 1970年3月, 第53巻, 第3号)は、例えば、拡張精練プロセス又は圧力降下分解プロセスを使用することによって、MFCを製造する際に得られる主要生成物であることが一般的である。供給源及び製造プロセスに依存して、フィブリルの長さは、約1から10マイクロメートル超まで変化し得る。粗いMFCグレードは、フィブリル化された繊維、すなわち仮導管(セルロース繊維)から突出したフィブリルのかなりの部分、及び仮導管(セルロース繊維)から遊離した一定量のフィブリルを含むことがある。

【0025】

MFCには、セルロースマイクロフィブリル、フィブリル化セルロース、ナノフィブリル化セルロース、フィブリル凝集体、ナノスケールセルロースフィブリル、セルロースナノ繊維、セルロースナノフィブリル、セルロースマイクロ繊維、セルロースフィブリル、マイクロフィブリル状セルロース、マイクロフィブリル凝集体及びセルロースマイクロフィブリル凝集体などの、異なる頭字語がある。MFCは、様々な物理的又は物理化学的特性によっても特徴付けることができ、例えば、広い表面積や、水に分散したときに低固形分(1~5重量%)でゲル状材料を形成する能力などで特徴付けることができる。

【0026】

セルロース繊維は、フィブリル化されていることが好ましく、その程度は、形成されたMFCの最終比表面積が、BET法を用いて凍結乾燥した材料について測定した場合、約1~約300m²/g、例えば1~200m²/g、より好ましくは50~200m²/gである。

【0027】

MFCを製造するには、様々な方法が存在し、例えば、単一又は複数回通過精練、予備加水分解、その後の精製又は高剪断崩壊又はフィブリルの遊離などの方法が存在する。MFCの製造にエネルギー効率と持続可能性の両方をもたらすためには、通常、1つ又は複数の前処理ステップが必要である。このように、供給するパルプのセルロース繊維を、酵素的又は化学的に前処理してもよい。セルロース繊維を、フィブリル化の前に化学的に変性してもよく、その場合、セルロース分子は、元のセルロースに見られる以外の官能基(又はそれ以上)を含む。そのような基には、とりわけ、カルボキシメチル(CMC)、アルデヒド及び/又はカルボキシル基(例えば、「TEMPO」などのN-オキシル媒介酸化によって得られるセルロース)あるいは第4級アンモニウム(カチオン性セルロース)が含まれる。上記の方法の1つで変性又は酸化した後に、繊維をMFC又はナノフィブリルサイズもしくはNFCの繊維に崩壊することは、より容易である。

【0028】

ナノフィブリル状セルロースは、幾つかのヘミセルロースを含み得、その量は植物源に依存する。前処理された繊維(例えば、加水分解された、予め膨潤された、又は酸化されたセルロース原料)の機械的崩壊は、適切な装置(例えば、リファイナー、粉碎機、ホモジナイザー、コロイダー、摩擦粉碎機、超音波ソニケーター、フルイダイザー(マイクロフルイダイザー、マクロフルイダイザー、又はフルイダイザー型ホモジナイザーなど))を用いて行われる。MFC製造方法に依存して、生成物は、微粉、又はナノ結晶セルロース、又は例えば、木材繊維又は製紙プロセス中に存在する他の化学物質も含み得る。生成物はまた、効率的にフィブリル化されていない様々な量のマイクロサイズの繊維粒子を含む

10

20

30

40

50

ことができる。

【0029】

MFCは、木材セルロース繊維から、硬材又は軟材繊維の両方から製造される。それは、微生物源、農業繊維、例えば、小麦ストローパルプ、竹、バガス、又は他の非木材繊維源から作ることもできる。それは、好ましくは、未使用の繊維からのパルプ、例えば、機械的、化学的及び/又は熱機械的パルプを含むパルプから作られる。それは、破損した紙や再生紙から作ることもできる。

【0030】

上記のMFCの定義には、これに限定されるものではないが、セルロースナノフィブリル(CNF)における新たに提案されたTAPPI標準W13021が含まれ、ここでは、結晶性領域と非晶質領域の両方を有する複数の基本フィブリルを含むセルロースナノ繊維材料を定義している。5~30nmの幅を有する高アスペクト比を有し、アスペクト比は通常50より大きい。

10

【0031】

特許請求の範囲及び明細書で使用されている酸素透過率(OTR)は、(ASTM D 3985-05)に従って、23%、50%RHで24時間測定される。

【0032】

MFCフィルムの引張試験は、Teststar IISコントローラ(MTS、米国)を備えたMTS引張試験機を用いて行った。引張試験機は500Nロードセルを備えていた。試験時には、クロスヘッド速度は5mm/分であった。試験の少なくとも48時間前に調整したフィルムについて23%及び50%RHで測定を行った。各フィルムから少なくとも7つのサンプルを切り出して試験した。試験中、サンプル把持長さ及び幅はそれぞれ30mm及び6.1mmであった。試験中にサンプルがクランプに滑り込まないように特別な注意を払った。強度指数、剛性指数及び破壊歪みなどの機械的性質(明細書及び特許請求の範囲を通して使用されるように)は、測定された応力-歪み曲線から決定された。

20

【0033】

本明細書で使用される「可塑剤」という用語は、フィルムの可塑性を高める添加剤を意味する。本発明のプロセスで使用される可塑剤は、例えば、ソルビトールなどの糖アルコール、グリセロールなどのポリオール、ポリエチレングリコール(PEG)などのポリエーテル、カルボキシメチルセルロース(CMC)などのセルロース誘導体、又はこれらの任意の組み合わせの群から選択できる。

30

【0034】

本発明は、続いてマイクロフィブリル化セルロースを主成分として含む複数の懸濁液を非多孔質基材上に塗布することによるMFCフィルムの製造方法を開示する。このように、フィルムはMFCの幾つかのウェブ/層によって構成されている。懸濁液は、懸濁液の全固形分に対して計算された少なくとも50重量%のMFCを含み、残りは、従来の添加剤、例えば長繊維、フィラー(粘土など)、PVOHやPVAcなどのバインダー、分散剤又は柔軟剤などである。フィルムを構築する懸濁液は、好ましくは少なくとも5重量%、好ましくは少なくとも15重量%、好ましくは少なくとも20重量%、又は15~30重量%又は15~25重量%の濃度で塗布される。各懸濁液は、3~6gsm、好ましくは4~5gsmのウェブを形成する量で好ましくは塗布される。フィルムがその上に形成される非多孔質基材は、滑らかな表面を有し、例えば、金属ベルト又はポリマー基材であってもよい。この方法はさらに、次のウェブの塗布前に、塗布された各ウェブを乾燥させることを含む。各ウェブは、次のウェブを塗布する前に、少なくとも50重量%、好ましくは50~95重量%、又は50~75重量%、最も好ましくは60~70重量%の乾燥含量に乾燥される。最終層/ウェブを適用した後、ウェブは、好ましくは0.1~20重量%の最終水分含有量まで乾燥されて前記フィルムを形成する。フィルムの乾燥は、次のウェブの塗布と最終の乾燥との間の両方で、例えば、熱風、赤外線又はマイクロ波を使用した非接触乾燥によって達成することができる。

40

50

【 0 0 3 5 】

本発明は、先行技術の方法に関連して、フィルム内に形成される亀裂又はボイドによる問題なくキャスト塗布技術によってMFCフィルムを製造するための効率的な方法を提供する。さらに、驚くべきことに、必要なストレッチ性を有するMFCフィルムは、限られた量（例えば、全固形分量に対して10重量%未満）で、又は可塑剤を添加せずに形成できることが見出された。

【 0 0 3 6 】

本発明の方法は、異なる層に異なる種類の繊維を使用することを可能にし、最適化されたバリア構造を構築する可能性を開く。一実施形態では、懸濁液の少なくとも1つは、化学的に変性されたマイクロフィブリル化セルロースを含む。フィルムは、例えば、ある種類の変性MFCを含む少なくとも1つの層（例えば第1のウェブ）と、別の種類又は非変性MFCを含む別の層（例えば第2のウェブ）とによって構築されてもよい。

10

【 0 0 3 7 】

記載された方法によって形成されたMFCフィルムは、好ましくは $10 \sim 40 \text{ g/m}^2$ 、又は $20 \sim 40 \text{ g/m}^2$ 、又は $20 \sim 30 \text{ g/m}^2$ の坪量と、好ましくは $50 \mu\text{m}$ 未満又は $40 \mu\text{m}$ 未満、好ましくは $20 \mu\text{m} \sim 40 \mu\text{m}$ の範囲の厚さとを有する。1つの好適な実施形態では、フィルムの坪量は $10 \sim 20 \text{ g/m}^2$ である。本発明の方法を使用することによって、このような薄いフィルムを製造することができ、このフィルムは依然として高い酸素バリア性を示すことが示された。

【 0 0 3 8 】

本発明の一実施形態によれば、フィルムの密度は $750 \text{ kg/m}^3 \sim 1550 \text{ kg/m}^3$ の範囲であり得る。一実施形態によれば、密度は 750 kg/m^3 よりも高く、代替形態によれば密度は 950 kg/m^3 よりも高く、さらに別の実施形態によれば密度は 1050 kg/m^3 よりも高い。従って、フィルムはいわゆる緻密フィルムであり得る。

20

【 0 0 3 9 】

上記のフィルムは、そのまま食品又は液体を包装するのに有用である。

【 0 0 4 0 】

あるいは、フィルムを多層積層体のMFCフィルム層として使用してもよい。したがって、フィルムは、化学パルプ又は（化学）機械的パルプで作製された紙、板紙又は厚紙などの繊維ベースの基材上に塗布することができる。好ましくは、繊維ベースの基材は、 $130 \sim 250 \text{ g/m}^2$ 、好ましくは $200 \sim 250 \text{ g/m}^2$ の板紙、又は $40 \sim 130 \text{ g/m}^2$ の紙である。積層体はポリエチレンのポリマー層又はさらなるバリア層をさらに含んでもよい。このような積層体は例えば食品や液体のヒートシール可能な包装用として有用である。

30

【 0 0 4 1 】

例

一連の第1の試験では、それぞれが10の層を含む4つのMFCフィルムを製造した。前記フィルムは水性懸濁液からエアレススプレー技術により形成され、それぞれ前記懸濁液の全固形分に対して計算して100重量%のMFCを含んでいた。各水性懸濁液中の全固形分は3.5重量%であった。前記懸濁液は、その後の10ステップにおいて、非多孔質ステンレス鋼基材上へのエアレススプレーの使用により流延した。各ステップにおいて、層が形成され、その後、次の層が前記乾燥された前の層の表面上に塗布される前に、前記層を蒸発により約90重量%の乾燥含量まで乾燥させた。最終層を塗布した後、ウェブを95重量%の最終乾燥含量まで乾燥させた。さらに、前記非多孔質基材上に単一のステップで3.5重量%固形分のMFCの1層のみを流延し、続いて95重量%の最終乾燥含量まで乾燥することによって3つの基準フィルムが形成された。生成された7つのフィルムのそれぞれの坪量は乾燥後 30 gsm であった。

40

【 0 0 4 2 】

図1は、各フィルムについての水の蒸発速度対温度を示す。その図に見られるように、1層の代わりに10の層を塗布する場合、総蒸発速度は劇的に増加し、乾燥後に合計 30 g

50

s mの坪量が達成される。

【0043】

さらに、本発明の方法に従って幾つかの層を流延する場合、破壊歪みが大きく改善された。

【0044】

第2の試験を実施し、ここでフィルムは、40 g s mの総坪量に、異なる厚さの4 ~ 19の複数の層によって形成された。この第2の試験は、一連の第1の試験に関して上記した方法に従って実施したが、各水性懸濁液の固形分は5 . 4重量%であった。図2に示すように、層数の増加は、破壊歪みを著しく増加させた。

【0045】

第3の試験では、第1、第2及び第3のMFCフィルムを一連の第1の試験に関連して記載した方法に従って生成したが、フィルムを形成するのに使用した懸濁液の固形分を変えた。第1のフィルムを形成するための懸濁液の固形分は1 . 6重量%であり、第2のフィルムを形成するための懸濁液の固形分は3 . 20重量%であり、第3のフィルムを形成するための懸濁液の固形分は5 . 30重量%であった。

10

【0046】

図3は、本発明によりフィルムを約95重量%の最終乾燥含量に乾燥した後の1 k gのフィルムから蒸発した水の量を示す。図に見られるように、より高い固形分の懸濁液から製造されたフィルムは、最終的な固形分を達成するためにはるかに少ない乾燥（より少ない量の蒸発した水）を必要とする。図4は、前記第1、第2及び第3のMFCフィルムについての破壊歪みを示す。図4に見られるように、破壊歪みは、フィルムを形成するのに使用された懸濁液の固形分によって驚くほど影響されない。

20

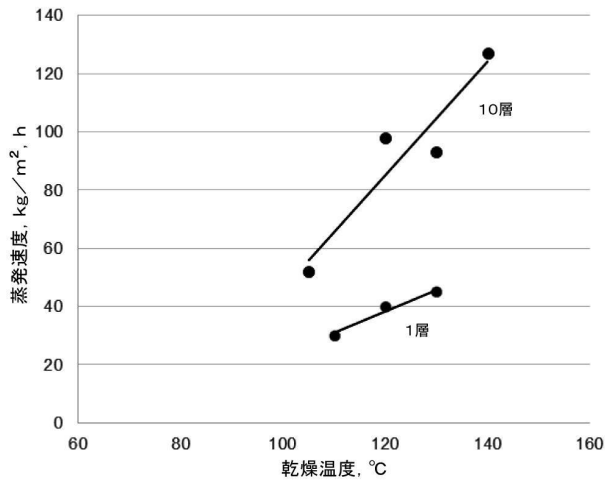
30

40

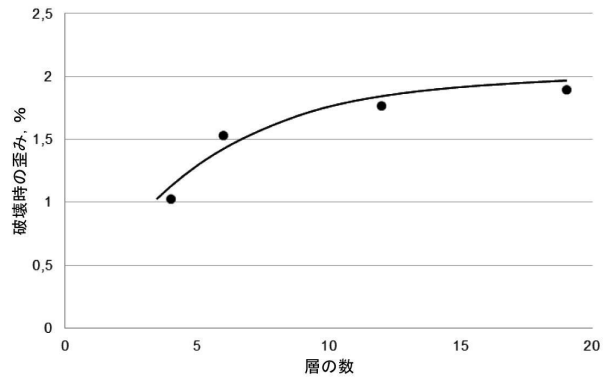
50

【図面】

【図 1】

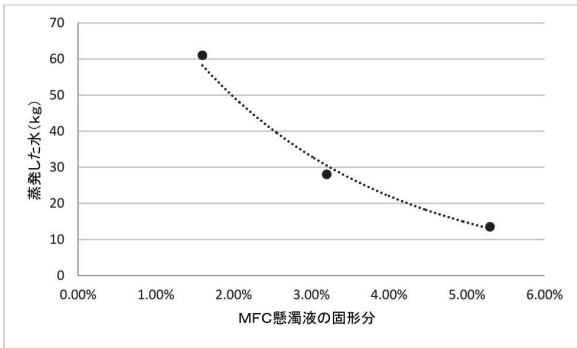


【図 2】

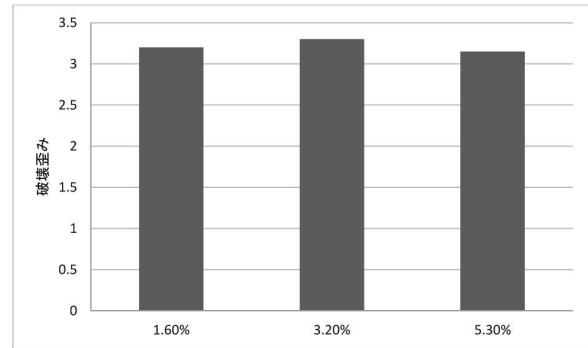


10

【図 3】



【図 4】



20

30

40

50

フロントページの続き

- (72)発明者 ヒラーグレン、マグヌス
スウェーデン国、ソルナ、フーブドスタルンドスベーゲン 8
- (72)発明者 リンドストレム、トム
スウェーデン国、ソルレツナ、オルガニストグレンド 8
- (72)発明者 ストレム、ゲラン
スウェーデン国、ストックホルム、リッラ ベスターブロン 6
- 審査官 塩屋 雅弘
- (56)参考文献 特表2018-527476(JP,A)
特開2016-159576(JP,A)
特表2015-502835(JP,A)
特表2010-513741(JP,A)
特表2013-533899(JP,A)
特開2007-023218(JP,A)
米国特許出願公開第2015/0315747(US,A1)
中国特許出願公開第105492689(CN,A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
- B05D 1/00 - 7/26
B32B 1/00 - 43/00
B65D 67/00 - 79/02
81/18 - 81/30
81/38
85/88
C09D 1/00 - 10/00
101/00 - 201/10
D21B 1/00 - 1/38
D21C 1/00 - 11/14
D21D 1/00 - 99/00
D21F 1/00 - 13/12
D21G 1/00 - 9/00
D21H 11/00 - 27/42
D21J 1/00 - 7/00