(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3886708号
(P3886708)
(45)発行日　平成19年2月28日(2007.2.28)　(24)登録日　平成18年12月1日(2006.12.1)

(51)Int.Cl.		F I		
C09K 3/10	(2006.01)	C09K	3/10	E
B65D 41/04	(2006.01)	B65D	41/04	A
C08K 5/10	(2006.01)	C08K	5/10	
C08K 5/20	(2006.01)	C08K	5/20	
C08L 33/00	(2006.01)	C08L	33/00	

請求項の数 4　(全 14 頁)

(21)出願番号　特願2000-244515(P2000-244515)
(22)出願日　平成12年8月11日(2000.8.11)
(65)公開番号　特開2002-60728(P2002-60728A)
(43)公開日　平成14年2月26日(2002.2.26)
審査請求日　平成15年1月17日(2003.1.17)

(73)特許権者　000208455
大和製罐株式会社
東京都中央区日本橋２丁目１番１０号
(73)特許権者　595044661
株式会社日本化学研究所
東京都板橋区中台一丁目５６番２０号
(74)代理人　100094466
弁理士　友松　英爾
(72)発明者　増山　忠弘
神奈川県相模原市西橋本５丁目５番１号
大和製罐株式会社　総合研究所内
(72)発明者　坂下　正和
大阪府茨木市南耳原１丁目２番１号　大和
製罐株式会社　大阪工場内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】ねじキャップシール用プラスチゾル組成物、それを用いたねじキャップおよびその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

（Ａ）（ａ）ガラス転移点が７０～１００℃で平均粒子径が０．３～１０μｍのアクリル系樹脂微粒子６０～９０重量％および（ｂ）ガラス転移点が１０５～１２０℃で平均粒子径が０．３～１０μｍのアクリル系樹脂微粒子４０～１０重量％よりなるアクリル系樹脂微粒子成分１００重量部

（Ｂ）（ａ）クエン酸エステル系可塑剤６０～９５重量％および（ｂ）グリセリンエステル系可塑剤４０～５重量％よりなる可塑剤成分５５～１１０重量部

（Ｃ）（ａ）脂肪酸アミドワックス潤滑剤５０～１００重量％および（ｂ）その他の潤滑剤５０～０重量％よりなる潤滑剤成分０．５～４重量部

よりなることを特徴とするねじキャップシール用プラスチゾル組成物。

【請求項２】

前記（Ａ）（ａ）のアクリル系樹脂が、アルキル基の炭素数が１～２の（メタ）アクリレート単量体とアルキル基の炭素数が３～１２の（メタ）アクリレート単量体との共重合体であり、前記（Ａ）（ｂ）のアクリル系樹脂が、アルキル基の炭素数が１～２の（メタ）アクリレート単量体とグリシジル（メタ）アクリレート単量体との共重合体である請求項１記載のねじキャップシール用プラスチゾル組成物。

【請求項３】

請求項１または２記載のねじキャップシール用プラスチゾル組成物をキャップ内に所定厚の層に形成した後、１５０～２５０℃で加熱することを特徴とするねじキャップの製造

方法。
【請求項４】
請求項１または２記載のねじキャップシール用プラスチゾル組成物を用い、５℃～３８℃保存１ヶ月後の開栓トルクがＤ×０．０６５Ｎ・ｍ以下〔ただしＤはキャップ径（ｍｍ）〕であることを特徴とするねじキャップ。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、スクリューキャップやラグキャップのようなねじキャップをシールするためのプラスチゾル組成物、それを用いて得られた密封性、開栓性に優れたねじキャップおよびその製造方法に関する。
【０００２】
【従来の技術】
従来のねじキャップ方式飲食品容器用キャップのシール用組成物は、塩化ビニル系のプラスチゾルが主に使用され、可塑剤としてはフタル酸エステル系のものが多用されてきた。塩化ビニル系プラスチゾルはキャップシール材として、密封性、フレーバー性、作業性、コスト等をはじめ優れた性能をもつ材料であるため広く使用されてきたが、焼却時における塩化水素の放出、特定環境でのダイオキシンの生成、環境ホルモン等の環境衛生問題が懸念されるようになった。非塩化ビニル系プラスチゾルとしては、特公昭５５－１６１７７号公報記載のアクリル系プラスチゾル等が古くから知られている。その後、特開平７－１８８３９０号公報では食品容器用のキャップシール用アクリルプラスチゾルが紹介されている。しかし、前記アクリルプラスチゾルの場合、耐クリープ性は確かに良好であるが、常温ではキャップシールとしては、柔軟性、弾性に乏しく、その結果、蓋と容器の嵌合性が十分でなく、その結果密封不良になりやすい。
【０００３】
【発明が解決しようとする課題】
そこで、本発明の目的は、柔軟性、弾性があり、かつ密封性および開栓性が良好なねじキャップ方式飲食品容器などの容器のキャップに適したプラスチゾル組成物、それを用いたキャップおよびその製造方法を提供する点にある。
【０００４】
【課題を解決するための手段】
本発明の第一は、
（Ａ）（ａ）ガラス転移点が７０～１００℃で平均粒子径が０．３～１０μｍのアクリル系樹脂微粒子６０～９０重量％および（ｂ）ガラス転移点が１０５～１２０℃で平均粒子径が０．３～１０μｍのアクリル系樹脂微粒子４０～１０重量％よりなるアクリル系樹脂微粒子成分１００重量部
（Ｂ）（ａ）クエン酸エステル系可塑剤６０～９５重量％および（ｂ）グリセリンエステル系可塑剤４０～５重量％よりなる可塑剤成分５５～１１０重量部
（Ｃ）（ａ）脂肪酸アミドワックス潤滑剤５０～１００重量％および（ｂ）その他の潤滑剤５０～０重量％よりなる潤滑剤成分０．５～４重量部
よりなることを特徴とするねじキャップシール用プラスチゾル組成物に関する。
本発明の第二は、
前記（Ａ）（ａ）のアクリル系樹脂が、アルキル基の炭素数が１～２の（メタ）アクリレート単量体とアルキル基の炭素数が３～１２の（メタ）アクリレート単量体との共重合体であり、前記（Ａ）（ｂ）のアクリル系樹脂が、アルキル基の炭素数が１～２の（メタ）アクリレート単量体とグリシジル（メタ）アクリレート単量体との共重合体である請求項１記載のねじキャップシール用プラスチゾル組成物に関する。
【０００５】
本発明の第三は、請求項１または２記載のねじキャップシール用プラスチゾル組成物をキャップ内に所定厚の層に形成した後、１５０～２５０℃で加熱することを特徴とするね

じキャップの製造方法に関する。

【０００６】

本発明の第四は、請求項１または２記載のねじキャップシール用プラスチゾル組成物を用い、５℃～３８℃保存１ヶ月後の開栓トルクがＤ×０．０６５Ｎ・ｍ以下〔ただしＤはキャップ径（ｍｍ）〕であることを特徴とするねじキャップに関する。

【０００７】

本発明に用いられるアクリル系樹脂は、ガラス転移点（Ｔｇ）が７０～１００℃のものと１０５～１２０℃のものとの混合物が良く、Ｔｇが７０～１００℃の樹脂と１０５～１２０℃の樹脂の混合比が９０／１０～６０／４０重量％の範囲にあることが重要である。Ｔｇが７０～１００℃の樹脂は、常温で適度な柔軟性があるので、キャップと容器の嵌合性は良好であるが耐熱性が劣る。一方、Ｔｇが１０５～１２０℃の樹脂は高温での物性が優れているので、耐熱性が良好であるが、常温での柔軟性は十分でなく、キャップと容器の嵌合性はやや劣る。そこで、この２つの樹脂を併用することにより、キャップと容器の嵌合性と耐熱性が良好なキャップシールが得られることを本発明で見出した。Ｔｇが７０～１００℃の樹脂が９０重量％より多いと、キャップシールが柔軟になりすぎて殺菌時に破断したりして耐熱性が劣る。６０重量％より少ないとキャップシールの柔軟性が低下し、キャップと容器の嵌合性が十分でなく、キャップシールとしての密封機能が劣る。

【０００８】

可塑剤は、クエン酸エステル系とグリセリンエステル系の混合物であって、クエン酸エステル系とグリセリンエステル系の混合重量比が９５／５～６０／４０、好ましくは９０／１０～６０／４０の範囲にあることが重要である。グリセリンエステル系の割合が５重量％より少ないとアクリルゾルの貯蔵安定性が悪く、４０重量％より多いと可塑剤がブリードし、内容物を汚染して好ましくない。

【０００９】

前記可塑剤の量は、アクリル系樹脂１００重量部に対して５５～１１０重量部、好ましくは６５～１００重量部であり、可塑剤が５５重量部より少ないとゾル粘度が高すぎて、キャップに塗布することが困難である。また硬度が上がり、キャップと容器の嵌合性が十分でないために密封性が劣ってくる。一方、可塑剤量が１１０重量部より多いと硬度が低下し、キャップシールが柔軟になりすぎて殺菌時に破断したりして耐熱性が劣る。

【００１０】

前記クエン酸エステル系可塑剤として好ましい化合物としては、クエン酸トリエチル、クエン酸トリブチル、アセチルクエン酸トリエチル、アセチルクエン酸トリブチル、アセチルクエン酸トリ２エチルヘキシル等が挙げられる。

【００１１】

前記グリセリンエステル系可塑剤として好ましい化合物としては、グリセリンジアセトモノラウレート、グリセリンジアセトモノステアレート、グリセリンジアセトモノオレエート、グリセリンモノアセトモノステアレート等のアセチル化モノグリセライド、炭素数７から１１の脂肪酸トリグリセライド等が挙げられる。

【００１２】

前記の可塑剤の中で特に有用なものは、クエン酸エステル系がアセチルクエン酸トリエチル、アセチルクエン酸トリブチル、グリセリンエステル系がグリセリンジアセトラウレート、グリセリンジアセトモノオレエート、炭素数８から１０の脂肪酸トリグリセライド等である。

【００１３】

潤滑剤として、脂肪酸アミドワックスと必要に応じてこれにその他潤滑剤を混合して用いることができる。潤滑剤はアクリル系樹脂１００重量部に対して、０．５～４重量部、好ましくは０．８～３．５重量部であることが重要である。潤滑剤が０．５重量部より少ない場合は十分な潤滑性が得られず、開栓トルクが大きくなる。また、潤滑剤が４重量部より多い場合は、潤滑剤が内容物中に落ち込んだり、開栓トルクが小さくなり好ましくない。

【００１４】
前記脂肪酸アミドワックスの適当な例としては、ステアロアミド、オキシステアロアミド、オレイルアミド、エルシドアミド、ラウリルアミド、エチレンビスステアロアミド、エチレンビスオレイルアミド、エチレンビスラウリルアミド等が挙げられる。
【００１５】
本発明においては、本発明の組成物に脂肪酸アミドワックス以外の潤滑剤を併用しても良い。ただし、併用する量は脂肪酸アミドワックスの重量の５０％以下であることが重要である。５０重量％を超えると十分な潤滑性が得られず、開栓トルクが大きくなるかもしくは潤滑剤が内容物に落ち込んで好ましくはない。
【００１６】
併用する潤滑剤の適当な例としては、流動パラフィン、合成パラフィン、石油系ワックス、石油炭化水素、シリコーン油、グリセリン脂肪酸トリエステルワックス、レシチン等が挙げられる。
【００１７】
本発明においては、必要に応じ発泡剤を加えることにより、発泡タイプにすることもできる。発泡剤は、アゾジカーボンアミド系が良く、アクリル系樹脂１００重量部に対し、０．０５～１．０重量部が適当である。
【００１８】
発泡剤としては、分解性発泡剤と揮発性発泡剤があるが、分解性発泡剤としては、（ａ）アゾ化合物；アゾジカーボンアミド（ＡＤＣＡ）、アゾビスホルムアミド（ＡＢＦＡ）、アゾビスイソブチロニトリル（ＡＺＤＮ）、アゾジカルボン酸バリウム、ジアゾアミノベンゼン（ＤＡＢ）、バリウムアゾジカルボキシレート、トリヒドラジノトリアジン、（ｂ）ニトロソ化合物；Ｎ－Ｎ′ジニトロペンタメチレンテトラミン（ＤＰＴ）、Ｎ－Ｎ′ジメチルＮ，Ｎ′－ジニトロテレフタロアミド（ＤＭＤＮＴＫ）、（ｃ）スルホニルヒドラジッド化合物；ベンゼンスルホニルヒドラジッド（ＢＳＨ）、ｐ－トルエンスルホニルヒドラジッド（ＴＳＨ）、ｐ－ｐ′オキシビスベンゼンスルホニルヒドラジッド（ＯＢＳＨ）、（ｄ）スルホニルセミカルバジッド化合物；ｐ－トルエンスルホニルセミカルバジッド（ＴＳＳＣ）などの有機化合物があるが、とくにアゾジカーボンアミド系化合物が好適である。また、揮発性発泡剤としては、C_5～C_7の脂肪族炭化水素、アルコール類、ケトン類などがあるが、具体例にはペンタン、メチレンクロライド、石油エーテル、アセトン、イソヘキサン、ヘキサン、ベンゼンなどを挙げることができる。
【００１９】
ねじキャップシール用プラスチゾル組成物をキャップ内に所定厚の層に形成した後１５０～２５０℃に加熱することも重要である。加熱温度が１５０℃より低いとキャップとシール材との接着性が十分でなく、シール材が剥離したりして好ましくない。また、２５０℃より高いとアクリル樹脂が分解し、キャップシールとしての性能が劣化するので好ましくない。加熱処理条件によりキャップシールとしての性能が左右されるので、十分な管理が必要である。
【００２０】
本発明に用いられるアクリル系樹脂（Ａ）のうちの（ａ）成分としては、ガラス転移点（Ｔｇ）が７０～１００℃のものであることが重要である。通常のアクリル系樹脂たとえばポリメチルメタクリレートはＴｇが１１０℃前後であるから、Ｔｇを下げるためにはメチル（メタ）アクリレートのようにアルキル基の炭素数が１～２の（メタ）アクリレート単量体にアルキル基の炭素数が３～１２の（メタ）アクリレート単量体を共重合した共重合体を用いる。
【００２１】
本発明に用いるアクリル系樹脂（Ａ）のうちの（ｂ）成分としては、ガラス転移点（Ｔｇ）が１０５～１２０℃のものであることが重要である。このようなＴｇをもつ樹脂としては、メチル（メタ）アクリレートのようにアルキル基の炭素数が１～２の単一重合体やこれを主要成分とした（メタ）アクリレート系単量体、グリシジル（メタ）アクリレート系

単量体などとの共重合体を用いることができる。

【００２２】

前記アクリル系樹脂（Ａ）を得るための共重合成分としては、前記共重合成分のほかに必要に応じて少量の他の種々の単量体を共重合させることができる。このような単量体としては、アクリル酸、メタクリル酸、アクリル酸アミド、メタクリル酸アミド、酢酸ビニル、酢酸アリルなどを例示することができる。これら第３のグループの単量体の使用量は、共重合体の物性が特許請求の範囲の条件を満すものであれば、とくに制限はないが、通常、全単量体に対して１０重量％以下、好ましくは５重量％以下の範囲で使用することができる。

【００２３】

本発明のアクリル系樹脂を得るための重合方法には特に制限はないが、本発明のプラスチゾル形成に用いるためアクリル系樹脂は微粒子であることが必要である。平均粒子径としては０．３～１０μｍであることが望ましい。

【００２４】

本発明のアクリル系樹脂の分子量は、通常２０万以上、好ましくは５０万～５００万である。その理由は、所望する十分な機械的強度を得るためで、前述の分子量未満では引張強度等の物性が不充分になる恐れがあるためである。

【００２５】

本発明においては、アクリル系樹脂に可塑剤、潤滑剤のほか、必要に応じて抗菌剤、防かび剤、酸化防止剤、紫外線安定剤、充填剤、着色剤などの添加剤を配合することができる。

【００２６】

本発明のキャップに用いる金属は、通常のスクリューキャップ、ラグキャップ、ピルファープルーフキャップに用いられる金属なら何れでもよく、とくに表面処理鋼板やアルミニウム合金板が用いられることが多い。

【００２７】

本発明のねじキャップにかかる５℃～３８℃保存１ヶ月後の開栓トルクは、Ｄ×０．０６５Ｎ・ｍ以下〔ただしＤはキャップ径（ｍｍ）〕であることが必要であるが、好ましくはＤ×０．０３３Ｎ・ｍ～Ｄ×０．０６５Ｎ・ｍであることがのぞましい。

【００２８】

【実施例】

以下に、実施例を挙げて本発明を説明するが、本発明はこれにより何ら限定されるものではない。

【００２９】

合成例１

〔ガラス転移点（Ｔｇ）が７０～１００℃のアクリル系樹脂（ａ）の合成〕

ステンレス容器にメタクリレート系単量体としてメチルメタクリレート６５重量部、ｎ－ブチルメタクリレート３３重量部、メタクリル酸２重量部；乳化剤としてドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ１．０重量部；分散剤として炭素数１８の高級アルコール１．５重量部及び重合開始剤としてベンゾイルパーオキサイド０．３重量部と脱イオン水１５０重量部を添加し、室温下で３０分間撹拌混合した後、ホモミキサーの高剪断下での均一処理を通し、ステンレス製重合容器に移送して油相の液滴径が０．１～５μｍの微細懸濁液として撹拌調整した。続いて重合温度６５℃で５時間撹拌下にて重合を行い、少量サンプリングした反応液の固形分濃度により重合率９５％以上を確認してから反応を終了させ、水酸化カリウム水溶液で中和処理してラテックスを得た。同ラテックスを１７０℃の窒素気流の噴霧乾燥機にて乾燥し、さらに窒素シールした粉砕機を通して微粉末とした。このようにして得られた重合体樹脂粒子の平均粒子径は１．５μｍ、ガラス転移点は８４℃、分子量は２５０万であった。

【００３０】

合成例２

〔ガラス転移点（Ｔｇ）が１０５～１２０℃のアクリル系樹脂（ｂ）の合成〕
ステンレス容器にメタクリレート系単量体としてメチルメタクリレート９４重量部、グリシジルメタクリレート６重量部；乳化剤としてドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ１．０重量部；分散剤として炭素数１８の高級アルコール１．５重量部及び重合開始剤としてベンゾイルパーオキサイド０．３重量部と脱イオン水１５０重量部を添加し、室温下で３０分間撹拌混合した後、ホモミキサーの高剪断下での均質処理を通し、ステンレス製重合容器に移送して油相の液滴径が０．１～４μｍの微細懸濁液として調整した。続いて重合温度６５℃で５時間撹拌下にて重合を行い、少量サンプリングした反応液の固形分濃度により重合率９７％以上を確認してから反応を終了させた。得られたラテックスを１７０℃の窒素気流の噴霧乾燥機にて乾燥し、更に窒素シールした粉砕機を通して微粉末とした。このようにして得られた重合体樹脂粒子の平均粒子径は１．８μｍ、ガラス転移点は１１０℃、テトラヒドロフラン（ＴＨＦ）不溶解分は６３．５％であった。

【００３１】
実施例１
合成例１のアクリル樹脂（ａ）８０ｇ、合成例２のアクリル樹脂（ｂ）２０ｇ、アセチルクエン酸トリブチル６０ｇ、グリセリンジアセトモノラウレート２０ｇ、オレイルアミド１ｇ、エルシドアミド１ｇを石川式らい潰機で６０分間混練する。これを真空脱泡してアクリルゾルを調製し、後述の各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表１のとおりである。

【００３２】
実施例２
前記アクリル系樹脂（ａ）６０ｇ、前記アクリル系樹脂（ｂ）４０ｇ、アセチルクエン酸トリブチル７０ｇ、グリセリンジアセトモノラウレート１０ｇ、ステアロアミド１ｇ、エルシドアミド１ｇを使用する以外は、実施例１と同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表１のとおりである。

【００３３】
実施例３
前記アクリル系樹脂（ａ）を９０ｇ、前記アクリル系樹脂（ｂ）を１０ｇ、エルシドアミド２ｇ、シリコーンオイル１ｇを潤滑剤として使用する以外は、実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表１のとおりである。

【００３４】
実施例４
実施例１の組成における可塑剤のかわりにアセチルクエン酸トリブチル６０ｇ、グリセリンジアセトモノオレエート２０ｇの可塑剤を使用する以外は、実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表１のとおりである。

【００３５】
実施例５
実施例１の組成における特定の潤滑剤のかわりに、潤滑剤としてオレイルアミド２ｇ、大豆レシチン０．５ｇおよびアゾジカーボンアミド系発泡剤０．３ｇを使用する以外は、実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表１のとおりである。

【００３６】
実施例６
アクリル系樹脂は実施例１と同じであるが、それ以外の成分は、可塑剤としてアセチルクエン酸トリブチルを６５ｇ、グリセリンジアセトモノオレエートを２５ｇ、潤滑剤としてエルシドアミド１ｇ、シリコーンオイル０．５ｇを使用し、実施例１と同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表２のとおりである。

【００３７】
実施例７
可塑剤として、アセチルクエン酸トリブチル４０ｇとグリセリンジアセトモノラウレート２５ｇを使用する以外は実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表２のとおりである。
【００３８】
実施例８
可塑剤として、アセチルクエン酸トリブチル９０ｇ、グリセリンジアセトモノラウレート１０ｇを使用する以外は実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表２のとおりである。
【００３９】
実施例９
潤滑剤としてオレイルアミド０．２ｇ、エルシドアミド０．６ｇを使用する以外は実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表２のとおりである。
【００４０】
実施例１０
潤滑剤としてオレイルアミド０．５ｇ、エルシドアミド２ｇ、シリコーンオイル１ｇを使用する以外は実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表２のとおりである。
【００４１】
比較例１
アクリル系樹脂として前記アクリル系樹脂（ａ）のみ１００ｇ使用する以外は、実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表３のとおりである。
【００４２】
比較例２
アクリル系樹脂として、前記アクリル系樹脂（ａ）５０ｇ、前記アクリル系樹脂Ｂ５０ｇを使用する以外は、実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表３のとおりである。
【００４３】
比較例３
可塑剤としてアセチルクエン酸トリブチル６０ｇ、グリセリンジアセトモノオレエート２０ｇ、潤滑剤としてシリコーンオイル２ｇを使用する以外は、実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表３のとおりである。
【００４４】
比較例４
潤滑剤としてオレイルアミド０．３ｇを単独使用する以外は、実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表３のとおりである。
【００４５】
比較例５
可塑剤としてアセチルクエン酸トリブチル９０ｇ単独使用する以外は、実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表３のとおりである。
【００４６】
比較例６
可塑剤としてアセチルクエン酸トリブチルを４５ｇ、グリセリンジアセトモノラウレートを３５ｇ使用する以外は、実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製

し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表４のとおりである。

【００４７】

比較例７

可塑剤としてアセチルクエン酸トリブチル９０ｇ、グリセリンジアセトモノオレエート３０ｇ使用する以外は、実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表４のとおりである。

【００４８】

比較例８

可塑剤としてアセチルクエン酸トリブチル４０ｇ、グリセリンジアセトモノオレエートを１０ｇ使用する以外は、実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表４のとおりである。

【００４９】

比較例９

可塑剤としてアセチルクエン酸トリブチル７０ｇ、グリセリンジアセトモノオレエート２０ｇ、潤滑剤としてオレイルアミド２ｇ、エルシドアミド３ｇを使用する以外は、実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表４のとおりである。

【００５０】

比較例１０

潤滑剤としてオレイルアミド０．４ｇ、エルシドアミド０．４ｇ、シリコーンオイル１．２ｇを使用する以外は、実施例１と同一の処方でかつ同様の方法でアクリルゾルを調製し、各試験を行った。ゾルの組成、各種物性、試験結果は下記表４のとおりである。

【００５１】

＜各試験方法について＞

（１）初期粘度

初期粘度は調製したアクリルゾルを液温４０℃にしＢＨ型粘度計で測定した。（２）引張強度と伸び率

ゾル２０ｇをテフロンシート上にうすく伸ばし、２１０℃×３分間加熱処理を行い、シートを作製した。これをダンベル３号で打ち抜き試料を作製した。この試料を（株）東洋精機製作所製の引張試験機（ストログラフＲ型）で、ＪＩＳ　Ｋ６２５１により、試験温度２３℃、引張速度５００ｍｍ／ｍｉｎ．で引張試験を行い、引張強度、伸び率を測定した。

（３）硬度

硬度は、ＪＩＳ　Ｋ６２５３によりタイプＡデュロメータを用い、試験温度２３℃で測定した。

（４）可塑剤等のブリードの有無

作成したシートを室温で１週間保存し、評価結果を下記表中に示した。表中、○は可塑剤のブリードがない場合であり、×は可塑剤のブリードがある場合である。

【００５２】

（５）衝撃密封性試験および開栓トルク試験

（ａ）試験キャップの作成

直径６３ｍｍφのラグキャップの内面側頂面外周縁部に調製したアクリルゾルを１．４ｇ環状に塗布し、２１０℃×２分加熱して作製した。作製した試験キャップを用いて以下の方法で充填し、密封性、開栓トルク試験の試料とした。１８５ｃｃのガラス瓶に９０℃の温水を１３０ｃｃ充填し、試験キャップを３．４Ｎ・ｍで閉栓した後、１００℃×４０分間湯没殺菌する。その後、５０℃の温水で２０分冷却、常温水で２０分冷却した後、各保存条件で保存し、以下の方法で各試験を行った。

（ｂ）衝撃密封性試験

充填後、室温で１日間保存した試験瓶のキャップ側面に先端が直径１２．７ｍｍの半球状のポンチをあて、デュポン式衝撃試験機を用い、５００ｇの荷重を１０ｃｍの高さから落

下させ衝撃を加える。一晩静置保存した後、保存後の瓶に対してバキュームゲージを用いて真空度を測定することにより、漏洩の有無を調べた（調査本数は１０本とした：ｎ＝１０）。

（ｃ）開栓トルク試験

充填した試験瓶を、５℃、室温、３８℃の各条件で１ヶ月間保存し、トルクメーターで開栓トルクを測定した。下記表中の開栓トルクの評価は、キャップ径（本試験ではＤ＝６３）の１／３～２／３の数値に０．０９８を乗じた値（単位はＮ・ｍ）が２．１Ｎ・ｍ～４．１Ｎ・ｍである場合を○とし、それ以外を×と表示した。

開栓トルクがキャップ径の（１／３）×０．０９８Ｎ・ｍ即ちＤ×０．０３３Ｎ・ｍ（本試験では２．１Ｎ・ｍ）より小さいと衝撃によるキャップのゆるみにより漏洩が発生することがあり、また開栓トルクがキャップ径の（２／３）×０．０９８Ｎ・ｍ即ちＤ×０．０６５Ｎ・ｍ（本試験では４．１Ｎ・ｍ）より大きいと開けづらくなる。下記表中の潤滑剤の落ち込みの評価は、開栓トルク試験時に内容物を目視して調べた。潤滑剤の落ち込みがなく良好なものを○とし、潤滑剤の落ち込みが見られたものを×と表示した。

【００５３】

（６）キャップシールの耐熱性

キャップシールの耐熱性試験は、開栓トルク試験の試験キャップの状態を観察することにより評価した。キャップシールに異常が見られず、良好な状態のものを○とし、キャップシールが瓶口に沿って破断しているなどの異常がみられるものを×として表示した。

【００５４】

（７）ゾル粘度の貯蔵安定性

２５℃で１ヶ月間保存した後アクリルゾルを液温４０℃で粘度を測定し、１ヶ月後の粘度を初期粘度で割り算した粘度経時変化指数を算出して判断した。この指数が１．５未満の場合は粘度安定性が良好であり、２．５以上の場合は粘度安定性が悪く、塗布作業に支障をきたすことがある。これらの結果を表中に示すが、表中の○、△、×の表示は下記の通りである。

○　：　粘度経時変化指数＜１．５

△　：　１．５≦粘度経時変化指数＜２．５

×　：　粘度経時変化指数≧２．５

【００５５】

【表１】

＜ 組 成 ＞	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5
アクリル樹脂(a)	80	60	90	80	80
アクリル樹脂(b)	20	40	10	20	20
アセチルクエン酸トリブチル	60	70	60	60	60
グリセリンジアセトモノラウレート	20	10	20		20
グリセリンジアセトモノオレエート				20	
ステアロアミド		1			
オレイルアミド	1			1	2
エルシドアミド	1	1	2	1	
シリコーンオイル			1		
大豆レシチン					0.5
アゾジカーボン系発泡剤					0.3
〈物性〉					
引張強度 (Mpa)	3.63	4.73	3.32	3.51	3.10
伸び率 (%)	290	187	328	286	256
硬度 (度)	53	62	48	51	47
試料の発泡比重					0.90
〈密封性試験〉					
衝撃密封性試験(10本中の漏洩数)	0	0	0	0	0
〈開栓トルク試験〉					
5℃保存1ヶ月後(N・m)	2.5	2.7	2.4	2.3	2.5
室温保存1ヶ月後(N・m)	2.7	3.1	2.5	2.6	2.8
38℃保存1ヶ月後(N・m)	3.2	3.6	3.1	3.1	3.3
開栓性の評価	○	○	○	○	○
キャップシールの耐熱性	○	○	○	○	○
滑剤の内容物への落ち込み	○	○	○	○	○
〈その他の性状〉					
粘度経時変化指数	1.4	1.3	1.2	1.3	1.2
ゾル粘度の貯蔵安定性	○	○	○	○	○
可塑剤のブリード	○	○	○	○	○

【００５６】
【表２】

＜ 組 成 ＞	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10
アクリル樹脂(a)	80	80	80	80	80
アクリル樹脂(b)	20	20	20	20	20
アセチルクエン酸トリブチル	65	40	90	60	60
グリセリンジアセトモノラウレート		25	10	20	20
グリセリンジアセトモノオレエート	25				
ステアロアミド					
オレイルアミド		1	1	0.2	0.5
エルシドアミド	1	1	1	0.6	2
シリコーンオイル	0.5				1
アゾジカーボン系発泡剤					
〈物性〉					
引張強度 (Mpa)	3.36	4.63	2.72	3.60	3.67
伸び率 (%)	241	189	375	304	287
硬度 (度)	51	59	43	55	53
試料の発泡比重					
〈密封性試験〉					
衝撃密封性試験(10本中の漏洩数)	0	0	0	0	0
〈開栓トルク試験〉					
5℃保存1ヶ月後(N・m)	2.6	2.2	2.7	2.9	2.1
室温保存1ヶ月後(N・m)	3.3	2.7	3.2	3.6	2.5
38℃保存1ヶ月後(N・m)	3.7	3.2	3.7	4.0	2.9
開栓性の評価	○	○	○	○	○
キャップシールの耐熱性	○	○	○	○	○
滑剤の内容物への落ち込み	○	○	○	○	○
〈その他の性状〉					
粘度経時変化指数	1.2	1.4	1.2	1.3	1.1
ゾル粘度の貯蔵安定性	○	○	○	○	○
可塑剤のブリード	○	○	○	○	○

【００５７】
【表３】

＜ 組 成 ＞	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5
アクリル樹脂(a)	100	50	80	80	80
アクリル樹脂(b)		50	20	20	20
アセチルクエン酸トリブチル	60	60	60	60	90
グリセリンジアセトモノラウレート	20	20		20	
グリセリンジアセトモノオレエート			20		
ステアロアミド					
オレイルアミド	1	1		0.3	1
エルシドアミド	1	1			1
シリコーンオイル			2		
アゾジカーボン系発泡剤					
〈物性〉					
引張強度 (Mpa)	2.85	5.28	3.21	3.08	3.23
伸び率 (%)	423	157	274	266	291
硬度 (度)	33	74	54	53	52
試料の発泡比重					
〈密封性試験〉					
衝撃密封性試験(10本中の漏洩数)	0	4	0	0	0
〈開栓トルク試験〉					
5℃保存1ヶ月後(N・m)	2.6	2.7	3.2	3.9	2.7
室温保存1ヶ月後(N・m)	3.2	3.4	4.6	4.8	3.1
38℃保存1ヶ月後(N・m)	3.7	3.9	5.7	6.7	3.6
開栓性の評価	○	○	×	×	○
キャップシールの耐熱性	×	○	○	○	○
滑剤の内容物への落ち込み	○	○	○	○	○
〈その他の性状〉					
粘度経時変化指数	1.4	1.2	1.3	1.4	3.1
ゾル粘度の貯蔵安定性	○	○	○	○	×
可塑剤のブリード	○	○	○	○	○

【００５８】
【表４】

＜ 組 成 ＞	比較例6	比較例7	比較例8	比較例9	比較例10
アクリル樹脂(a)	80	80	80	80	80
アクリル樹脂(b)	20	20	20	20	20
アセチルクエン酸トリブチル	45	90	40	70	60
グリセリンジアセトモノラウレート	35				20
グリセリンジアセトモノオレエート		30	10	20	
ステアロアミド					
オレイルアミド	1	1	1	2	0.4
エルシドアミド	1	1	1	3	0.4
シリコーンオイル					1.2
アゾジカーボン系発泡剤					
〈物性〉					
引張強度 (Mpa)	3.46	2.49	6.26	3.08	3.49
伸び率 (%)	236	375	211	281	266
硬度 (度)	56	38	67	48	54
試料の発泡比重					
〈密封性試験〉					
衝撃密封性試験(10本中の漏洩数)	0	1	3	0	0
〈開栓トルク試験〉					
5℃保存1ヶ月後(N・m)	2.1	2.1	2.3	2.1	3.2
室温保存1ヶ月後(N・m)	2.5	2.4	2.5	2.5	3.9
38℃保存1ヶ月後(N・m)	2.8	2.9	3.0	2.7	4.9
開栓性の評価	○	○	○	○	×
キャップシールの耐熱性	○	×	○	○	○
滑剤の内容物への落ち込み	○	○	○	×	○
〈その他の性状〉					
粘度経時変化指数	1.1	1.1	2.9	1.3	1.2
ゾル粘度の貯蔵安定性	○	○	×	○	○
可塑剤のブリード	×	×	○	○	○

【００５９】

【発明の効果】

本発明により、柔軟性、弾性があり、かつ密封性および開栓性が良好なねじキャップ方式の飲食品容器などの容器のキャップに適したプラスチゾル組成物、それを用いたねじキャップおよびその製造方法が提供できた。

フロントページの続き

(72)発明者 渡辺 克己
神奈川県海老名市中新田１２１２－１ 株式会社日本化学研究所内
(72)発明者 山田 光俊
神奈川県海老名市中新田１２１２－１ 株式会社日本化学研究所内

審査官 中村 浩

(56)参考文献 特開平０４－３２７９２６（ＪＰ，Ａ）
特開平０７－１８８３９０（ＪＰ，Ａ）
特表平１１－５０８９１７（ＪＰ，Ａ）
特許第３７５９３７３（ＪＰ，Ｂ２）
特開平１－２２６５６４（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
C09K 3/10
C08K 3/00- 13/08
C08L 1/00-101/00
B65D41/00- 41/62