

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4926839号  
(P4926839)

(45) 発行日 平成24年5月9日(2012.5.9)

(24) 登録日 平成24年2月17日(2012.2.17)

(51) Int. Cl. F 1  
**CO8L 23/00 (2006.01)** CO8L 23/00  
**CO8K 5/20 (2006.01)** CO8K 5/20  
**CO8K 5/103 (2006.01)** CO8K 5/103

請求項の数 4 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2007-150535 (P2007-150535)	(73) 特許権者	000000918
(22) 出願日	平成19年6月6日(2007.6.6)		花王株式会社
(65) 公開番号	特開2008-303272 (P2008-303272A)		東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1
(43) 公開日	平成20年12月18日(2008.12.18)		〇号
審査請求日	平成22年3月12日(2010.3.12)	(74) 代理人	100087642
			弁理士 古谷 聡
		(74) 代理人	100076680
			弁理士 溝部 孝彦
		(74) 代理人	100091845
			弁理士 持田 信二
		(74) 代理人	100098408
			弁理士 義経 和昌
		(72) 発明者	後藤 伸也
			和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会
			社研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリオレフィン樹脂組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ポリオレフィン樹脂 100重量部に対して、ジグリセリン脂肪酸エステル 0.06 ~ 0.5重量部と、アルキルジエタノールアミド 0.05 ~ 0.5重量部を含有してなるポリオレフィン樹脂組成物であって、組成物中のグリセリン脂肪酸エステル含有量が 100 ppm以下であるポリオレフィン樹脂組成物。

【請求項 2】

ジグリセリン脂肪酸エステルが、ジグリセリン含有量が 90重量%以上のジグリセリン 1モルに対し、炭素数 8 ~ 22の脂肪酸 1.2 ~ 2.0モルを反応させて得られるエステルである請求項 1記載のポリオレフィン樹脂組成物。

【請求項 3】

アルキルジエタノールアミドが炭素数 8 ~ 22のアシル基を有するものである請求項 1又は 2記載のポリオレフィン樹脂組成物。

【請求項 4】

ジグリセリン脂肪酸エステルとアルキルジエタノールアミドとの重量比が、ジグリセリン脂肪酸エステル / アルキルジエタノールアミド = 30 / 70 ~ 75 / 25である請求項 1 ~ 3いずれかに記載のポリオレフィン樹脂組成物

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、帯電防止性、耐ブリード性及び耐滑り性に優れるポリオレフィン樹脂組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

ポリオレフィン樹脂は、フィルム、成形品、繊維などの成形材料として広く用いられているが、静電気が発生、蓄積し易く、ほこりが表面に付着したり、汚染されやすく商品価値を低下させる等の問題がある。

【0003】

このような問題を解決するために、例えば特許文献1には、ジグリセリンモノ脂肪酸エステルを主成分とする帯電防止剤組成物が開示されており、グリセリンモノ脂肪酸エステルやアルキルジエタノールアミド等を併用することが好ましいと記載されている。ポリオレフィン樹脂において成形後早期に良好な帯電防止効果を得ようとするとき、グリセリン脂肪酸エステルの併用が有効であるが、グリセリン脂肪酸エステルの配合物は、その凝集力が強いが故の欠点も有しており、長期の保管などでは、表面にブリードした帯電防止剤が白化し(ブルーム現象)、外観不良を起こしたり、滑り性の増加によりポリオレフィン樹脂製の袋等が荷崩れするなどの問題があった。

【特許文献1】特開平9-3273号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明の課題は、帯電防止性能を確保しつつ、耐ブリード性及び耐滑り性に優れるポリオレフィン樹脂組成物を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明は、ジグリセリン脂肪酸エステルと、アルキルジエタノールアミドを含有するポリオレフィン樹脂組成物であって、組成物中のグリセリン脂肪酸エステル含有量が100ppm以下であるポリオレフィン樹脂組成物を提供する。

【発明の効果】

【0006】

本発明のポリオレフィン樹脂組成物は、良好な帯電防止効果を有し、更に耐ブリード性に優れ表面状態の悪化も無く、且つ耐滑り性に優れ荷崩れ等を抑えることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0007】

[ポリオレフィン樹脂]

本発明に用いられるポリオレフィン樹脂とは、オレフィンが主たる構成単位である重合体を指し、エチレン、プロピレン等のオレフィンのそれぞれ単独重合体、或いはエチレン-プロピレンのブロック共重合体、ランダム共重合体、あるいはエチレン及び/又はプロピレンと、ブテン、ペンテン、ヘキセン等の他のオレフィンとの共重合体、更には、エチレン及び/又はプロピレンと、酢酸ビニル等の他の単量体との共重合体等が挙げられる。

【0008】

これらの中でもプロピレン単独重合体、プロピレン-エチレンランダム共重合体及びプロピレン-エチレンブロック共重合体等のポリプロピレン樹脂が好ましい。ポリプロピレン樹脂の重量平均分子量は、10万~65万が好ましい。なお重量平均分子量は、ゲル・パーミエーションクロマトグラフィー(GPC)により次の条件で測定した値である。

装置：ウォーターズ社製GPC 150C型

カラム：昭和電工社製AD80M/S 3本

測定温度：140

濃度：20mg/10ml

溶媒：オルソジクロロベンゼン

また、ポリプロピレン樹脂のメルトフローレート(MFR)(JIS K6921、温度230、

10

20

30

40

50

荷重21.18N)は0.5~100g/10分が好ましい。

【0009】

[ポリオレフィン樹脂組成物]

本発明のポリオレフィン樹脂組成物は、ポリオレフィン樹脂と、ジグリセリン脂肪酸エステルと、アルキルジエタノールアミドを含有し、組成物中のグリセリン脂肪酸エステル含有量が100ppm以下のものである。

【0010】

本発明に用いられるジグリセリン脂肪酸エステルは、ジグリセリンと脂肪酸とを反応させて得られるが、原料のジグリセリンは、グリセリン脂肪酸エステルの生成を抑えて優れた耐滑り性を得、更に優れた帯電防止効果を得る観点から、ジグリセリン含有量が90重量%以上のものが好ましく、95重量%以上のものがより好ましい。また脂肪酸の炭素数は、優れた帯電防止性を得る観点から、8~22が好ましく、12~22がより好ましく、12~18が更に好ましい。

10

【0011】

なお、原料ジグリセリン中のジグリセリン含有量は以下の方法で測定した値である。

【0012】

ガラス製サンプル瓶に、原料ジグリセリン2mgとトリメチルシリル化剤(「シリル化剤TH」、関東化学製)1.0mLとを加え、密栓した後、60で10分間加熱した。これにイオン交換水5.0mL、ヘキサン1.0mLを加えて混合後、ヘキサン層を下記条件のガスクロマトグラフィー(GLC)のFID検出器によるエリア比により定量した。

20

【0013】

<GLC条件>

装置; Agilent Technologies製 6890N型

カラム; DB-1HT(J&W Scientific製)30m

カラム温度; initial = 100、final = 350

昇温速度 = 10 /分、350にて10分間保持

検出器; FID、温度 = 330

注入部; スプリット比 = 50 : 1、温度 = 330

サンプル注入量; 1 μL

キャリアガス; ヘリウム、流量 = 1.0 mL /分。

30

【0014】

ジグリセリンと脂肪酸の反応モル比は、優れた帯電防止効果を得る観点から、ジグリセリン1モルに対し、脂肪酸1.2~2.0モルが好ましく、1.3~1.8モルがより好ましい。

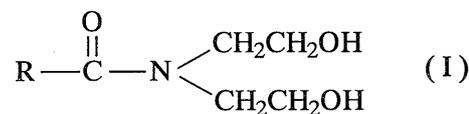
【0015】

本発明に用いられるアルキルジエタノールアミドは、下記式(I)で表されるものであり、脂肪酸又はそのエステルとジエタノールアミンとを反応させることによって得ることができる。

【0016】

【化1】

40



【0017】

(式中、Rは脂肪族炭化水素基を示す。)

本発明に用いられるアルキルジエタノールアミドとしては、炭素数8~22、更に12~22、特に12~18のアシル基を有するものが好ましい。具体的にはラウロイルジエ

50

タノールアミド、ステアロイルジエタノールアミド等が挙げられる。

【0018】

本発明の組成物中のジグリセリン脂肪酸エステルとアルキルジエタノールアミドとの重量比は、優れた帯電防止性及び耐ブリード性を得る観点から、ジグリセリン脂肪酸エステル/アルキルジエタノールアミド = 30/70 ~ 75/25 が好ましく、50/50 ~ 70/30 がより好ましい。

【0019】

本発明の組成物中のジグリセリン脂肪酸エステルの含有量は、優れた帯電防止効果を得る観点から、ポリオレフィン樹脂100重量部に対して、0.06重量部以上が好ましく、0.1重量部以上がより好ましい。またブルーミング等による外観不良を防止する観点から、0.5重量部以下が好ましく、0.3重量部以下がより好ましい。かかる観点から、0.06 ~ 0.5重量部が好ましく、0.1 ~ 0.3重量部がより好ましい。

10

【0020】

本発明の組成物中のアルキルジエタノールアミドの含有量は、優れた帯電防止効果を得る観点から、ポリオレフィン樹脂100重量部に対して、0.05重量部以上が好ましく、0.1重量部以上がより好ましい。またブルーミング等による外観不良を防止する観点から、0.5重量部以下が好ましく、0.3重量部以下がより好ましい。かかる観点から、0.05 ~ 0.5重量部が好ましく、0.1 ~ 0.3重量部がより好ましい。

【0021】

本発明の組成物中のグリセリン脂肪酸エステル含有量は、優れた耐滑り性を得る観点から、100 ppm以下であり、80 ppm以下が好ましく、60 ppm以下がより好ましい。

20

【0022】

尚、本発明において、組成物中のグリセリン脂肪酸エステル含有量は、グリセリンモノエステル、ジエステル及びトリエステルの合計含有量であり、以下の方法により測定した値である。

【0023】

ガラス製サンプル瓶に、本発明の組成物15 mgとトリメチルシリル化剤(「シリル化剤TH」、関東化学製)1.0 mLとを加え、密栓した後、60 で10分間加熱した。これにイオン交換水5.0 mL、ヘキサン1.0 mLを加えて混合後、ヘキサン層を下記条件のガスクロマトグラフィー(GLC)のFID検出器によるエリア比により定量した。

30

【0024】

<GLC条件>

装置; Agilent Technologies製 6890N型

カラム; DB-1HT(J&W Scientific製)30m

カラム温度; initial = 100、final = 380

昇温速度 = 10 /分、380 にて27分間保持

検出器; FID、温度 = 330

注入部; スプリット比 = 50 : 1、温度 = 330

サンプル注入量; 1 μL

キャリアガス; ヘリウム、流量 = 1.0 mL /分。

40

【0025】

本発明の組成物には、上記成分以外に、本発明の効果を著しく損なわない範囲で他の付加的成分を含有することができる。他の付加的成分としては、例えば、タルク、マイカ、炭酸カルシウム、ガラス繊維、シリカ、ケイ酸カルシウム、硫酸マグネシウム、硫酸バリウム、チタン酸カリウム等の無機充填剤; 縮合アゾ系、イソインドリノン系、キナクリドン系、ペリレン系、ペリノン系、キノフタロン系、アンスラキノロン系、フタロシアニン系等の有機系顔料; チタンホワイト(酸化チタン)、チタンイエロー、亜鉛華、鉄黒、カーボンブラック、弁柄、群青等の無機系顔料; フェノール系、イオウ系、リン系等の酸化防

50

止剤；アミン系、トリアゾール系、ベンゾフェノン系、ベンゾエート系、ニッケル系、サリチル酸系等の光安定剤；ジベンジリデンソルビトール等の有機核剤；他の帯電防止剤；高級アルコール、脂肪酸アמיד等の滑剤；難燃剤；金属不活性化剤；分子量調整剤；防菌剤；蛍光増白剤；ブロッキング防止剤等が挙げられる。

【0026】

本発明の樹脂組成物を成形体とする場合は、通常の方法により、ポリオレフィン樹脂に、ジグリセリン脂肪酸エステル及びアルキルジエタノールアミドを配合して製造することができ、更に他の付加的成分を配合しても良い。例えば、パウダー状のポリオレフィン樹脂に、ジグリセリン脂肪酸エステル及びアルキルジエタノールアミド、必要により他の付加的成分を配合し、ヘンシェルミキサー等にて混合後、一軸又は二軸の混練押出機で溶融混練してペレット化する。この様にして得たペレットを射出成形やシート成形等の成形機にかけて成形体に加工する。

10

【0027】

又、本発明のジグリセリン脂肪酸エステル及びアルキルジエタノールアミドはあらかじめマスターバッチを作成しておいてからポリオレフィン樹脂に添加しても同様の優れた帯電防止効果を得ることができる。マスターバッチは、ジグリセリン脂肪酸エステル及びアルキルジエタノールアミドの2種が配合されたものでも、いずれか一方が配合された樹脂組成物に、他方のマスターバッチを追添加したものでも同様の効果を得ることができる。

【0028】

本発明のポリオレフィン樹脂組成物は、フィルム成形、繊維成形、押出成形、中空成形、射出成形、射出圧縮成形、発泡成形等により成形される、あらゆる成形体に使用することができる。

20

【実施例】

【0029】

以下の例中の%及び部は、特記しない限りそれぞれ重量%及び重量部である。

【0030】

製造例1

ジグリセリン含有量96%の高純度ジグリセリン1.0モルと、ステアリン酸1.5モルを用い、230で脱水・エステル化反応を行い、酸価が3になった時点で終了し冷却してジグリセリンステアリン酸エステル(エステル-1という)を得た。反応に要した時間は6時間であった。なお、反応生成物中のグリセリン脂肪酸エステルの濃度をガスクロマトグラフィーを用いて分析したところ、3.5%(エリア比)であった。

30

【0031】

製造例2

ジグリセリン含有量97%の高純度ジグリセリン1.0モルと、ラウリン酸1.8モルを用い、230で脱水・エステル化反応を行い、酸価が3になった時点で終了し冷却してジグリセリンラウリン酸エステル(エステル-2という)を得た。反応に要した時間は7.5時間であった。なお、反応生成物中のグリセリン脂肪酸エステルの濃度をガスクロマトグラフィーを用いて分析したところ、3.2%(エリア比)であった。

40

【0032】

製造例3

ジグリセリン含有量45%のジグリセリン1.0モルと、ステアリン酸1.5モルを用い、230で脱水・エステル化反応を行い、酸価が3になった時点で終了し冷却してジグリセリンステアリン酸エステル(エステル-3という)を得た。反応に要した時間は8時間であった。反応生成物中のグリセリン脂肪酸エステルの濃度をガスクロマトグラフィーを用いて分析したところ、45.3%(エリア比)であった。

【0033】

製造例4

ジグリセリン含有量35%のジグリセリン1.0モルと、ベヘニン酸1.6モルを用い、230で脱水・エステル化反応を行い、酸価が3になった時点で終了し冷却してジグ

50

リセリンベヘニン酸エステル（エステル - 4 という）を得た。反応に要した時間は 8 時間であった。反応生成物中のグリセリン脂肪酸エステルの濃度をガスクロマトグラフィーを用いて分析したところ、54.7%（エリア比）であった。

【0034】

実施例 1～3 及び比較例 1～3

ポリオレフィン樹脂として、メルトフローレート（MFR）が 1.9 の低密度ポリエチレン（LD-PE）の樹脂（ウルトゼックス 3021F、（株）プライムポリマー社製）を用い、このポリオレフィン樹脂に、製造例 1～4 で得られたジグリセリン脂肪酸エステル（エステル - 1～エステル - 4）、下記のアルキルジエタノールアミド及びその他の成分を、表 1 に示す割合で添加し、95 で加温したスーパーミキサーを用いて混合して、ポリオレフィン樹脂組成物を得た。この組成物を 210 に設定した二軸押出機を用いてペレット化の後、T-ダイ成形機により 100 μm のフィルムを作成した。

10

【0035】

得られたフィルムについて、下記方法で帯電防止性、外観及び耐滑り性を評価した。結果を表 1 に示す。

【0036】

<アルキルジエタノールアミド>

アミド - 1：アミゾール SDHE（川研ファインケミカル（株）製、アシル基の炭素数 18, 16）

アミド - 2：アミゾール SDE（川研ファインケミカル（株）製、アシル基の炭素数 18, 16）

アミド - 3：アミノール L-02（花王（株）製、アシル基の炭素数 12）

<その他成分>

GMS：グリセリンモノステアリン酸エステル（エレクトロストリッパー TS-5、花王（株）製）

<帯電防止性の評価法>

成形後のフィルムを 25、50%RH のコントロールされた室内に成形直後より保管し、3 日後に 4329A 型ハイレジスタンスメーター（横河ヒューレットパッカー社製）により、表面固有抵抗値を測定した。

20

【0037】

<外観の観察>

25、50%RH の室内に保管したフィルムを 14 日後に目視観察し、下記基準で評価した。

：目視では表面へのブリード、白化が全く識別できない。

：白化（ブルーム現象）の程度は小さいが、観察できる。

×：白化（ブルーム現象）の程度が大きく、容易に観察できる。

30

【0038】

<耐滑り性の評価法>

25、50%RH の室内に保管したフィルムを 14 日後に、JIS K-7125 の方法に従い静摩擦係数を測定した。

40

【0039】

【表 1】

		実施例			比較例			
		1	2	3	1	2	3	
ポリオレフィン樹脂組成物 (重量部)	低密度ポリエチレン樹脂 (LD-PE樹脂)	100	100	100	100	100	100	
	ジグリセリン 脂肪酸エステル	エステル-1	0.10	—	0.12	—	—	—
		エステル-2	—	0.14	—	0.08	—	—
		エステル-3	—	—	—	—	0.14	—
		エステル-4	—	—	—	—	—	0.20
	アルキルジ エタノールアミド	アミド-1	0.10	—	—	0.10	—	0.20
		アミド-2	—	0.06	—	—	0.06	—
		アミド-3	—	—	0.28	—	—	—
	その他成分	GMS	—	—	—	0.02	—	—
	組成物中のグリセリン脂肪酸 エステルの含有量 (ppm)		40	42	48	224	700	1000
評価結果	表面固有抵抗値 ( $\Omega$ )	$4 \times 10^{11}$	$5 \times 10^{11}$	$6 \times 10^{11}$	$2 \times 10^{11}$	$6 \times 10^{11}$	$8 \times 10^{11}$	
	外観 (目視評価)	◎	◎	◎	×	△	△	
	静摩擦係数	0.52	0.54	0.55	0.44	0.46	0.40	

10

20

30

---

フロントページの続き

審査官 牧野 晃久

- (56)参考文献 特開2002-212353(JP,A)  
特開2006-161012(JP,A)  
特開2000-230084(JP,A)  
特開平09-003273(JP,A)  
特開昭61-028537(JP,A)  
特開平03-212435(JP,A)  
特開2003-236910(JP,A)  
特開2003-003021(JP,A)  
特開2003-176384(JP,A)  
特開平10-211682(JP,A)  
特開2003-041241(JP,A)  
特開平11-021547(JP,A)  
特開2004-115600(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08L 1/00 - 101/16  
CA/REGISTRY(STN)