

# ペースト塩ビシートの表面光沢

木 村 正 歳  
高 木 憲 夫

## Surface Gloss of Paste PVC Sheets

Masatoshi KIMURA  
Norio TAKAGI

The effects of several properties of paste resins and processing conditions employed on the surface gloss of PVC sheets formed from plastisols have been investigated using a Mathis laboratory coating and curing apparatus.

This paper reports the results obtained in the studies concerning topcoat resins for the foam flooring constructions. From the results, it has been found that the surface gloss of the sheets is mainly dependent on the degree of morphological irregularities during the gelation and fusion processes.

The practical solutions for decreasing the surface gloss of paste resin sheets may be summarized as follows:

- a) adding blending resin
- b) increasing polymerization degree of paste resin
- c) blending two paste resins having largely different polymerization degrees
- d) decreasing fusion temperature

The quantitative relations between these factors and surface gloss have also been investigated.

### 1. はじめに

ペースト用塩ビレジジン（以下ペーストレジンと略す。）の主用途の中に、家屋内装用クッションフロアーや壁材がある。これらの分野では、製品にファッション性や機能性を付与することによって、需要の開拓が図られている。たとえば、クッションフロアーであれば、斬新なデザインや色彩、又は表面に凹凸（ケミカル又はメカニカルエンボス）をつけたパターン等外観の工夫が、製品の性能向上と共になされている。このような最終製品では、外観が商品価値を決める大切な要因の1つとなっている。その外観評価の中に表面光沢度がある。製品に要求される表面光沢度は、使用する側の好みや使い途によって高光沢から低光沢までまちまちであるが、クッションフロアーやペースト壁紙分野では、一般に低光沢のものが望まれることが多い。

Sarvetnick<sup>1)</sup> は、ペースト製品の表面光沢は、溶融の

程度、レジジンおよび固形ファイラーの粒径、金型表面の平滑さに関係すると述べている。彼によれば、高光沢表面を得るには、

- a. より完全な溶融
- b. 最小粒径のレジジンおよびファイラーの使用
- c. 粗大ブレンディングレジジンの除去
- d. 金型表面の研磨

等が必要であり、逆に光沢を下げるには、a～dの逆の作業をするか、エンボスロールを使用する必要がある。

表面光沢は、レジジンのゲル化溶融挙動に深く関係するものである。ペーストレジンのゲル化溶融性については、府川ら<sup>2)</sup>、中島ら<sup>3)</sup>によって報告されている。特に、K.L.Hoy<sup>4)</sup> は表面光沢の変化から溶融挙動を検討しており非常に興味を持たれる。しかし、ペースト塩ビシートの表面光沢に関するより実際的な研究報告はあまり見当たらない。

本報では、ペースト塩ビシートの表面光沢、特にクッ

シオンフロア-用表面層の表面光沢に対する成形条件、ペーストレジンの重合度、ブレンドイングレジン、ペーストレジン中の粗大粒子量等の影響を検討した。

## 2. 試料および試験方法

### 〔1〕 試料および装置

本報で使用したペーストレジンの性質を **Table 1** に示す。これらのレジンの中には、いくつかの上市レジンのも含まれているが、ほとんどが重合度や粉末粒径を変化させたサンプルレジンを、マイクロサスペンション法で特別に試作したものである。

ブレンドイングレジンについては **Table 5** にまとめた。

**Table 2** に表面層用および発泡層用のプラスチック配合例を示す。

さらに、用いた試験装置は次のとおりである。

ゾル調製：特殊機化工業製ホモディスパー (Type SL)

粒径測定：Coulter Counter (Type TAI), 20  $\mu$ , 200  $\mu$ , 560  $\mu$  アパチャーチューブ使用

シート成形：Werner Mathis 社製 Laboratory Coating and Curing Apparatus (**Fig. 1** 参照)

表面光沢度測定：日本電色製グロスメーター  
JIS Z8741

平均重合度測定：柴山科学製 (Type SS-250- LP-1 Ch)  
JIS K6721

シート作成基材：離型紙 (創研化工 EV130TB)

アスベスト紙 (オリエンタルアスベスト  
OA-TB, No. 1)

### 〔2〕 試験法および試験条件

#### (1) ゾル調製

配合A~Eに従って、300 ml のビーカーにそれぞれの成分を秤り採り、ミキサーで混練 (50 mm  $\phi$  タービン羽根, 3000 rpm  $\times$  2 min) したのち、真空脱泡して、シート成形に供した。真空脱泡は破泡後 30~45 min 行った。

**Table 1** Properties of paste resin used for topcoat evaluations

Sample resin code	Polymerization degree	Averaged particle size ( $\mu$ )	Content of coarse particles* (%)	Supplier	Remarks
703-1	1350	5.5	0.1	TSK	Test resin :
-2	1627	—	—	//	//
-3	1650	3.4	1.6	//	//
-4	1705	4.5	1.3	//	//
-5	1715	5.1	1.4	//	Commercial resin
-6	1730	6.2	0.8	//	Test resin
-7	1730	12.4	1.8	//	// (Ungrounded)
-8	1830	6.0	1.6	//	//
-9	2195	6.6	0.8	//	//
-10	2195	8.8	1.5	//	//
-11	2195	15.5	8.6	//	// (Ungrounded)
761-1	1750	2.6	1.3	//	Test resin
-2	2080	2.7	1.1	//	Commercial resin
725-1	1050	2.6	0.5	//	Test resin
-2	1050	6.2	1.2	//	//
-3	1050	9.7	2.8	//	//
-4	1050	18.2	7.2	//	//
720 B-1	1200	20.3	18.1	//	Test resin
-2	1200	28.0	38.2	//	// (Ungrounded)
710	870	8.4	0.7	//	Commercial resin
PR-A	1665	2.9	0.5	M	Commercial resin
PR-B	3085	2.3	0.3	M	//
PR-C	1840	13.0	6.1	C	//
PR-D	2060	7.8	14.6	C	//

Polymerization degree: JISK6721

\* larger than 32 $\mu$

Particle size measurement: Coulter Counter (Type TA II)

Table 2 Plastisol formulations

a. Topcoat			
	A	B	C
Paste resin	100	70	100-X
Blending resin	0	30	X
DOP	60	60	60
AC-118	3	3	3
O-130P	2	2	2

b. Foam layer		
	D	E
Paste resin	70	70
Blending resin	30	30
DOP	60	60
Whiton H	20	20
AC-3M	2.5	2.5
TiO <sub>2</sub>	4	4
ZnO	1.25	0.3
BAP-2	0	0.5

(2) シート成形

1) 表面層単独シートの成形

ゾル化したペーストレジン、実際の成形加工では可燃紙、発泡シート、布、金属板、ガラス織物等に塗布された後加熱熔融により製品化される。もちろん基材を用いないで金型による成形もある。このような場合、それらの製品表面の光沢は、基材や金型表面の影響を受け易い。そこで、なるべく基材の影響をなくし、レジンそのものの特性としての光沢を求めめるために、離型紙上でシートを作成した。得られたシートは離型紙から剥して表面光沢を測定した。配合A~Cで得られるシートは透明であるので、離型紙に貼ったままで表面光沢度を測定すると、シート成形時の加熱によって生じた離型紙の変色度も同時に測りとりてしまい、正しい光沢度が得られない。

2) 表面層/発泡層複合シートの成形

本報の主目的は、クッションフロアの表面層用レジンについての表面光沢性を検討することであるので、離型紙上での成形時の表面光沢挙動に加えて、実際に発泡層上に塗布して成形したときの挙動も検討した。

3) 成形方法

シート成形は、Fig. 1に示される Mathis 社のオープン試験機で行った。簡単に操作を述べると、まずオープン前面で水平に張られた離型紙（または発泡層用セミゲルシート）上に、評価用レジンのプラスチゾルを所定厚みにコートし、そのコーティングゾルを水平状態のまま

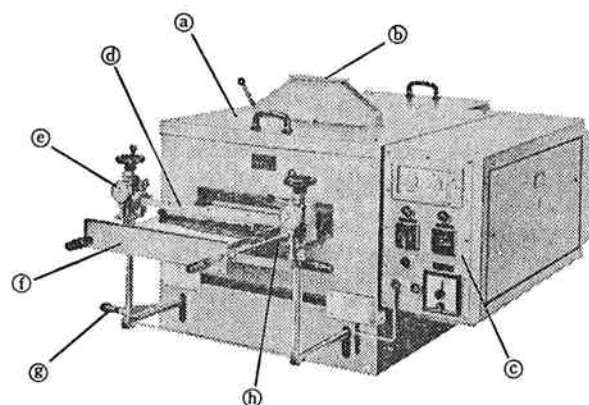


Fig. 1 Mathis laboratory coating and curing apparatus  
 (a) Oven (b) Exhaust channel (c) Control panel (d) Doctor knife (e) Gauge (f) Paper frame (g) Lever for lifting/lowering the coating head (h) Counter roll for doctor knife

Table 3 Conditions for sheet preparation

	F	G	H
Temperature	200°C	206°C	196°C
Hot air, Volume	15 mmH <sub>2</sub> O	5 mmH <sub>2</sub> O	5 mmH <sub>2</sub> O
Blowing side	Both side	Upside	Upside
Heating time	2 min	80 sec	120 sec
Coating thickness (as plastisol)	0.45 mm	0.30 mm	0.30 mm

オープン中に挿入してゲル化熔融し、所定時間後に取り出す。オープン内の熱風の風量および風向きはコントロールでき、シートの上下両面への、または上下どちらかの片面への熱風吹き出しが可能である。

シート成形条件を Table 3 に示す。発泡シートとの複合系による検討のときは、あらかじめ配合DまたはEの発泡層用プラスチゾルでセミゲルシートを作成した。その上に表面光沢検討のための表面層用プラスチゾルを塗布し、セミゲルシートの本発泡と表面層の熔融化を同時に行った。セミゲルシートの作成条件は次のとおりである。

- 配 合：DまたはE
- 基 材：アスベスト紙
- 塗 布 厚：0.5 mm (プラスチゾル)
- セミゲル化：180°C×20 sec.

[3] 表面光沢度の測定

JIS Z8741 に従い、60°反射での表面光沢度（以下表面グロスという。）を測定した。グロス値は下記の式で求められるので、値が大きくなると共に光沢度が増すことを意味している。

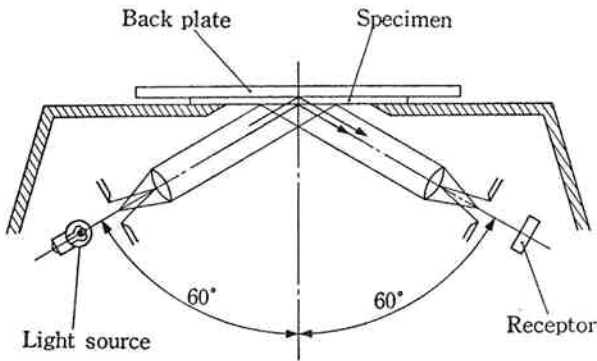


Fig. 2 Gloss meter

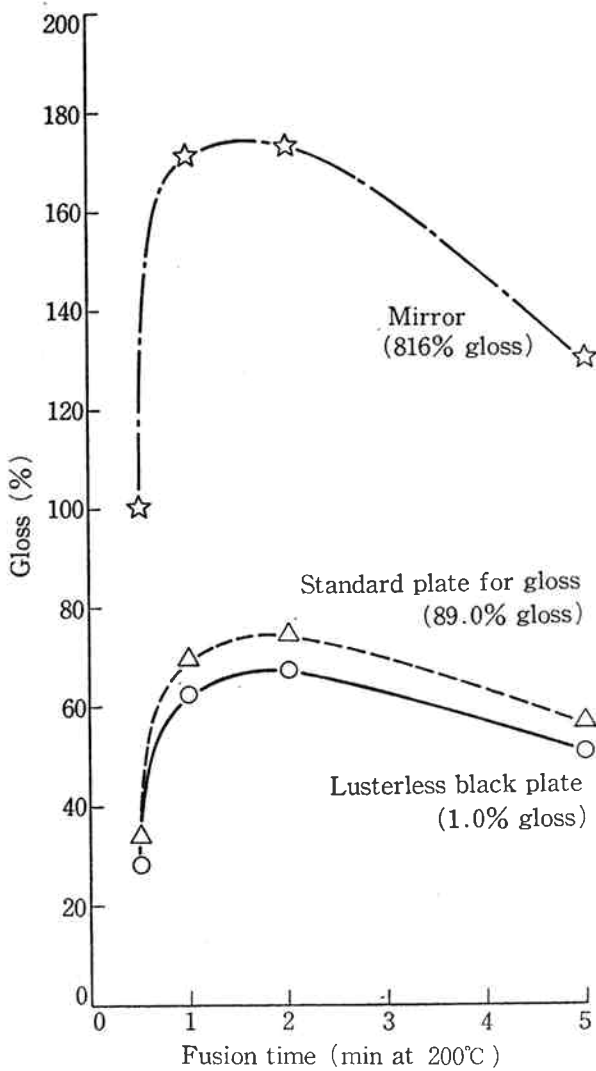


Fig. 3 Effect of back plate in gloss measurement  
Resin: 703-5, Formulation: B,  
Fusion: Condition F on release paper

$$G(60^\circ) = (\varphi_s / \varphi_{0s}) \times 100(\%)$$

$\varphi_{0s}$ : 屈折率1,567の黑色ガラス面の正反射光 ( $\equiv 100$ )

$\varphi_s$ : 試料面の正反射光

ただし、入射光一定

またグロス値は正反射の度合いを測定するものなので、測定シート面はフラットでなければならず、シートがカールしたり、シワになっていたりしては正しい値は得られない。そのために、Fig. 2のようにシートを押えるためのバックプレートを使用した。

透明シートの場合、表面反射だけでなく、シートを通り抜けた光が裏面でも反射を起す。したがって、シートの裏面の状態およびバックプレート表面の光沢度等により測定値が変動することがある。そのようなことから、本格的な測定を始める前に、グロス測定についての2, 3の予備試験を行った。

バックプレートの影響:

まずバックプレートとして、鏡(グロス値816%), グロス用黑色ガラス標準板(グロス値89%) および自製の無光沢プレート(銅の平板に無光沢黑色ペンを塗ったもの、グロス値1%)の3種類を使用して、同一シートのグロスを測定し、それらの影響を比較した。Fig. 3がその結果であり、鏡を置いたときは当然ながら非常に高いグロス値を示した。しかし、グロス値のレベルは3者間でそれぞれ異なるものの、熔融時間と共にシートの表面グロスの変化する傾向はどれもほぼ同じであった。したがって、本報で得られた種々のグロス変化挙動は、表

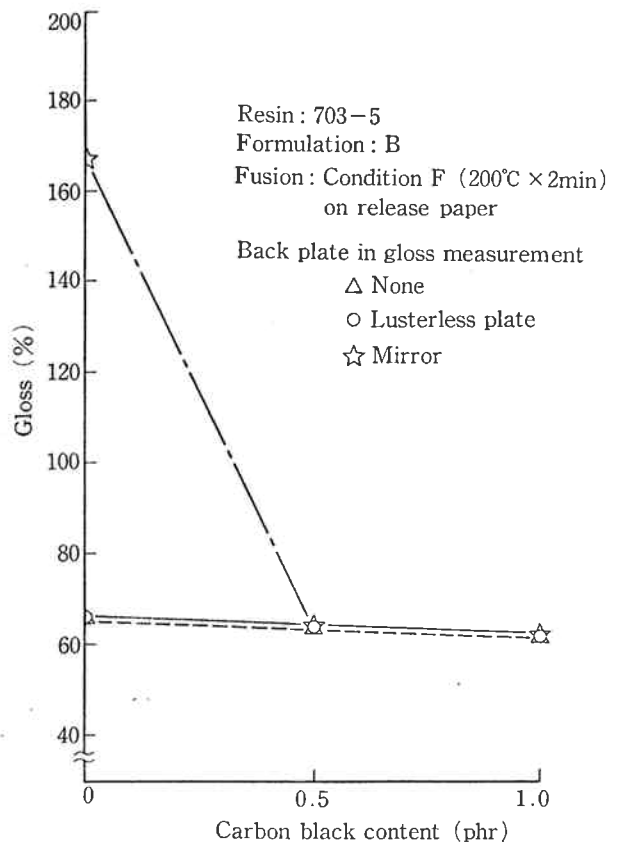


Fig. 4 Effect of transparency of sheet on surface gloss

面光沢の測定の条件によって大幅に変わるものではなく、ある程度不偏的なものといえる。

シートの透明性の影響：

次にシートそのものの透明性がグロス値にどう影響するかを調べるため、プラスチック配合に少量のカーボンブラックを添加し、一定条件で成形したシートの表面グロスと比較した。Fig. 4 に示されるように、シートの透明性をなくすほど、バックプレートの影響はなくなる。そして、自製の無光沢プレートを使用した場合は、バックプレートとして何も置かないときとほとんど同じグロス値が得られていることから、この無光沢プレートがシートの透過光を完全にカットしていることがわかる。

以上のことにより、本報でのグロス測定には、バックプレートとして常にこの無光沢プレートを使用した。これを使うかぎり、測定グロス値へのシートの透明性の影響を考慮しなくてよいので、カーボンブラック等の着色剤は配合しなかった。

### 3. 試験結果および考察

#### [1] 表面層単独シートでの検討

##### (1) 成形条件の影響

加熱条件の影響：

ペーストレジン単品系（配合A）およびブレンドイングレジン添加系（配合B）での表面グロスの変化を Fig. 5 に示す。単品系では、180~200°C の加熱温度範囲において、高温になるほど高い光沢度を与えた。しかも、約 1.5 min の加熱時間で表面グロス値は平衡に達し、それ以後はほとんど変化しなかった。ただし、加熱時間が長すぎるとシートの熱劣化に伴う変色が起り始め、グロス値の低下が始まる。単品系では morphological にも均質に近いので、比較的短時間でレジンが平衡熔融状態に達するものと考えられる。ところが、ブレンドイングレジン添加系の表面グロスは、単品系のと違って複雑な挙動を示す。Fig. 5 で明らかなように、ブレンドイングレジンを加えると、非常につや消し効果があるが、加熱熔融温度だけでなく、時間によっても大きく表面グロスが変化する。したがってブレンドイング添加系で一定の表面グロスを有する製品を得ようとする場合、加熱温度と時間のコントロールに十分注意する必要がある。

加熱温度の影響：

Fig. 6 は加熱時間を 2 min に固定したときの、加熱温度とシートの表面グロスの関係を示したものである。単品系ではどの温度域でも一定傾向でグロスが変化しているのに対して、ブレンドイングレジン添加系では、塩ビポリマーの熔融温度域において変曲点があられた。複数の種類のレジン混在により、膨潤速度や熔融速度に

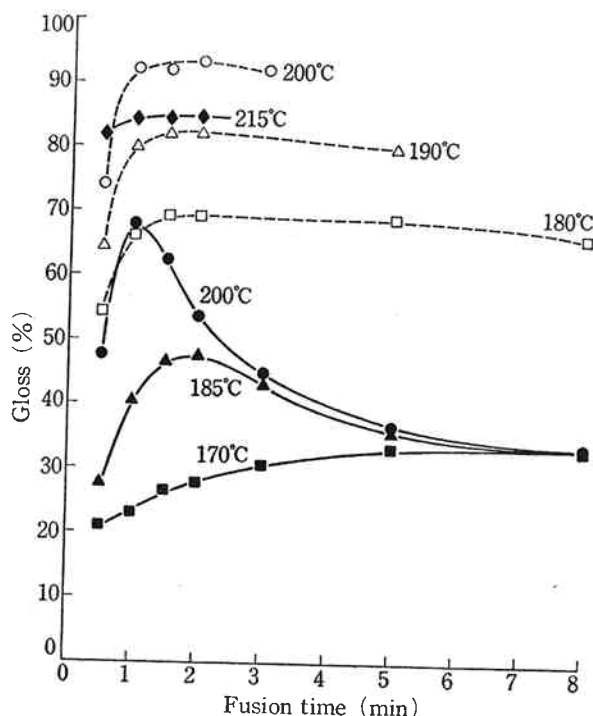


Fig. 5 Change of surface gloss in fusion process  
Resin: 703-5  
Formulation: A (Open marks) and B (solid marks)

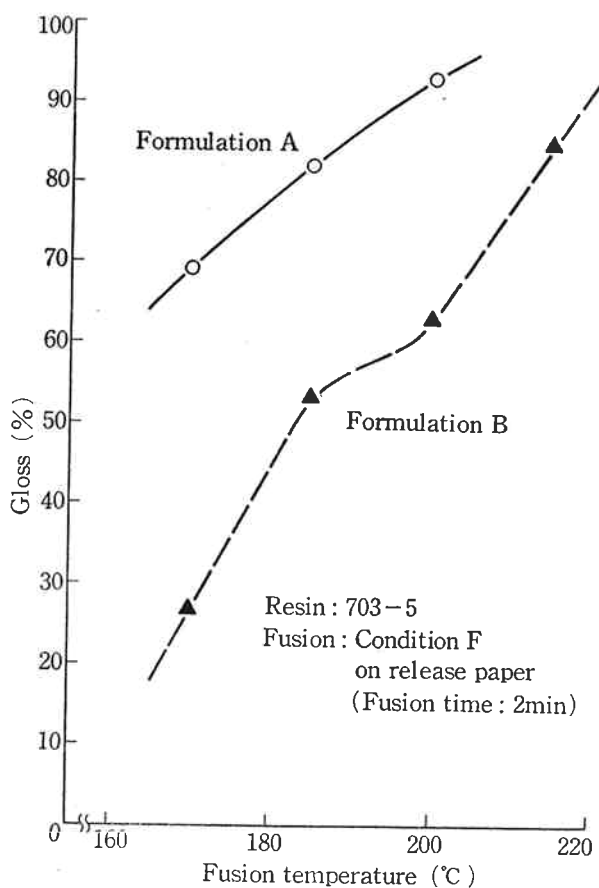
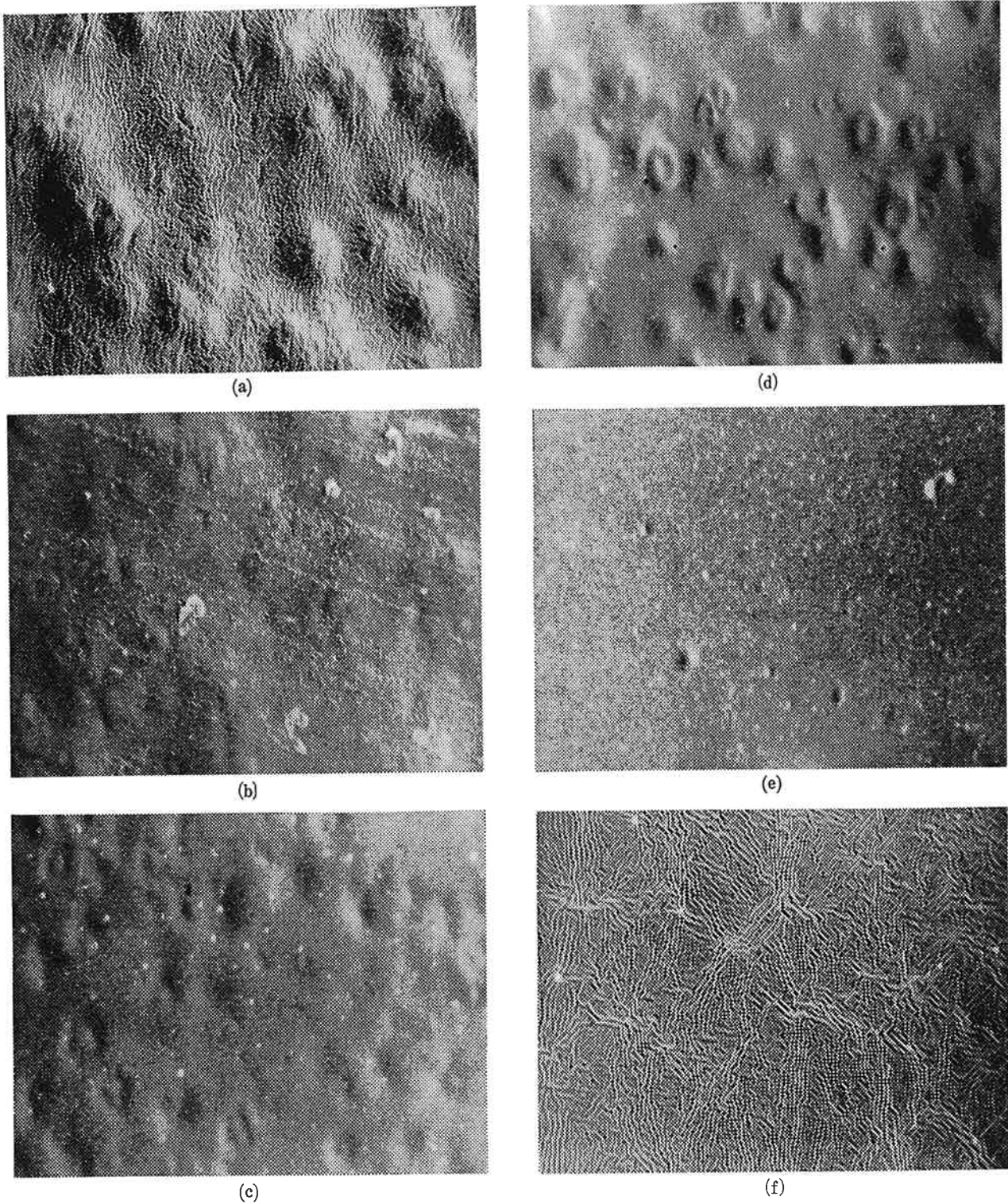
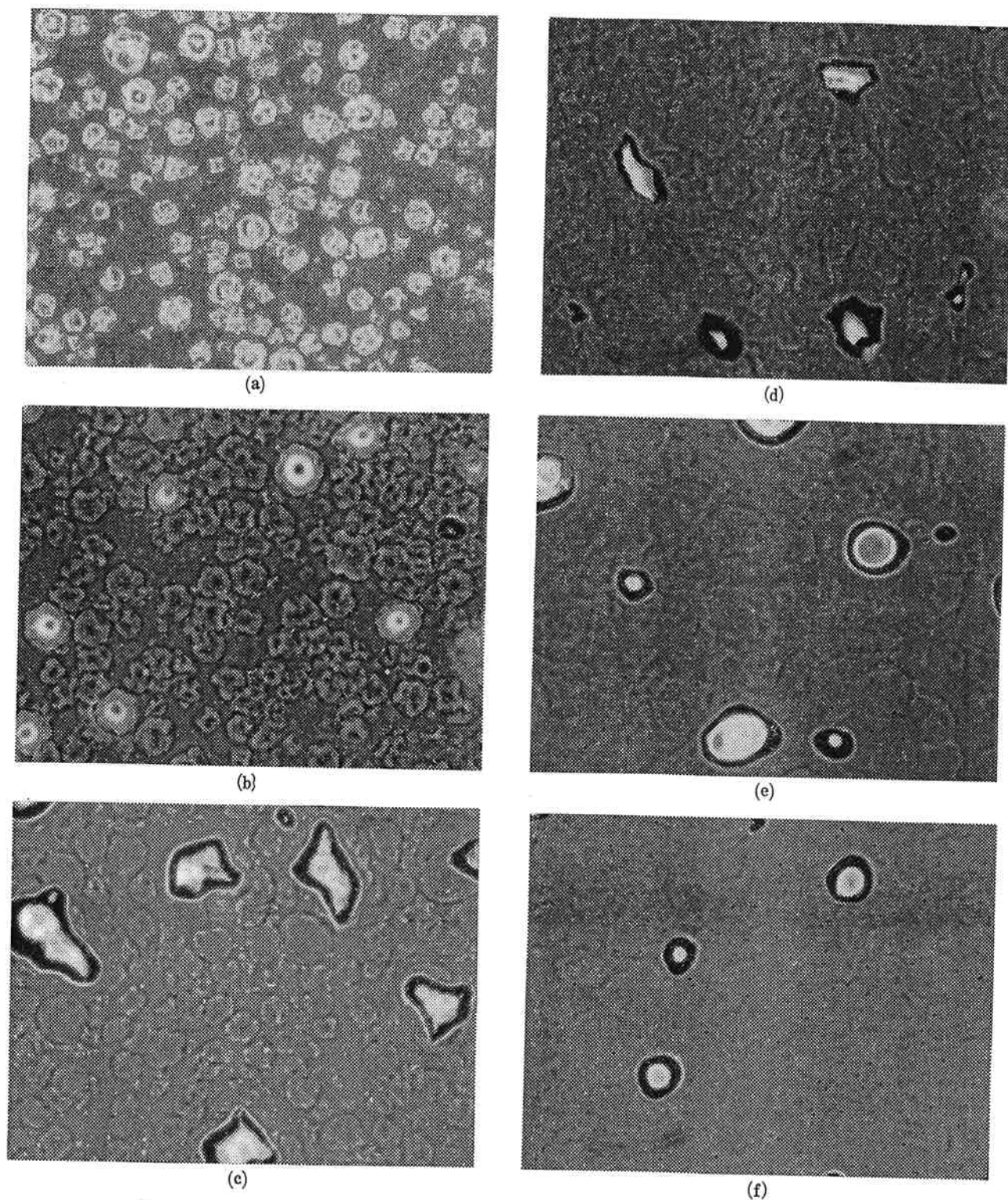


Fig. 6 Relation between fusion temperature and surface gloss



**Fig. 7** Microscopic observations of surface roughness in fusion process of topcoat resin  
(Scanning electron micrographs: 300×)

Formulation	Fusion time			Fusion temp 200°C
	(a)~(d)	(e)	(f)	
703-5	70	100	0	(a) 0.5 min (d) 5 min
BR-S	30	0	100	(b) 1 min (e) 2 min
DOP	60	60	60	(c) 2 min (f) 2 min
AC-118	3	3	3	
O-130P	2	2	2	



**Fig. 8** Microscopic observations of plastisol fusion (Optical micrographs: 150×)

Formulation

703-8	70
BR-S	30
DOP	60
AC-118	3
O-130P	2

Fusion temp 200°C

Fusion time (a) 10 sec	(d) 2 min
(b) 30 sec	(e) 5 min
(c) 60 sec	(f) 10 min