



PATENTDIREKTORATET
TAASTRUP

(21) Patentansøgning nr.: 0047/80

(51) Int.Cl.⁵

C 08 J 7/04

(22) Indleveringsdag: 04 jan 1980

C 08 J 5/18

(41) Alm. tilgængelig: 06 jul 1980

(44) Fremlagt: 11 nov 1991

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 05 jan 1979 US 001328 31 jan 1979 US 008012

(71) Ansøger: *Hoechst Celanese Corporation; route 202-206 North; Somerville; N.J. 08876, US

(72) Opfinder: John M. *Heberger; US

(74) Fuldmægtig: Hofman-Bang & Boutard A/S

(54) Biaksialt strakt polyesterfolie med antistatisk belægning samt fremgangsmåde til fremstilling af en sådan folie

(56) Fremdragne publikationer

(57) Sammendrag:

47-80

Den antistatiske belægning påføres på basis af en vandig dispersion, der indeholder

- a) 2,75 til 3,2 vægtprocent stearamido-propyl-dimethyl- β -hydroxyethyl-ammonium-nitrat og
- b) 0,75 til 1,25 vægtprocent tværbindelig methyl-methacrylat/ethyl-acrylat/methylacrylamid-terpolymer med en glasovergangstemperatur på 40 til 50° C,

hvorved forholdet a:b ligger mellem 2,75:1 og 3,20:1. Polyesterfolien har ved siden af gode antistatiske egenskaber samtidigt en høj transparens og en god glideevne. Den anvendte dispersion er yderligere stabil. Fremgangsmåden er i det væsentlige ejendommelig ved, at overtræksmidlet påføres efter det første stræktrætn. Overtrækket tørres ved 90-110°C, før man strækker folien i den retning, der står vinkelret på den første strækkeretning.

Opfindelsen angår en biaksialt strakt polyesterfolie af den i indledningen til krav 1 angivne art. En sådan folie udviser udmærkede antistatiske egenskaber og gode glideegenskaber og god transparens. Endvidere angår opfindelsen en fremgangsmåde til fremstilling af folien.

Væksten af mikrofilm- og magnetbåndsmarkedet har forøget anvendelsen af polyesterfolier som bærefolier på disse områder.

Polyesterfolier oplades dog elektrostatisk, især ved lave relative luftfugtighed, på grund af gnidning. Ved denne elektrostatiske opladning tiltrækkes ikke blot støv og andre forureninger, men polyesterfolier tiltrækker hinanden indbyrdes. På grund af elektrostatisk opladning vanskeliggøres f.eks. samordning, sortering og fremkaldelse af mikrofilm-kort, som er fremstillet af polyesterfolier, fordi kortene klæber til hinanden.

For at overvinde dette alvorlige problem har man allerede udviklet antistatiske polyesterfolier.

Antistatiske polyesterfolier fremstilles sædvanligvis ved påføring af et antistatisk overtræk på overfladen af polyesterfolien. Mange af disse overtræk har med godt resultat reduceret de elektrostatiske egenskaber af polyesterfolierne på tilfredsstillende måde. Mange af disse overtræk forårsager dog såkaldt blokering, dvs. at den med et antistatisk lag forsynede polyesterfolie har en så høj gnidningskoefficient, at et lag af folien ikke glider over et andet lag eller over ruller eller lignende organer, som folien skal bevæge sig forbi under en arbejds-gang.

Et andet problem, der fremkommer i forbindelse med overtrækning af overfladen af en polyesterfolie med et antistatisk lag, består i den deraf følgende mangel på trans-

parens. Transparens spiller jo en væsentlig rolle i anvendelsen af mikrofilm. Mikrofilm skal være godt læsbare. Herved projiceres lys gennem folien, således at læseren kan læse den information, der er påtrykt folien. En ringe
5 transparens af folien fører til uklarhed og læsevanskeligheder, fordi lyset taber i intensitet.

Det er således vigtigt, at polyesterfolien både har gode antistatiske egenskaber og god glideevne, samt god for-
10 arbejdssevne og transparens. Det er derfor afgørende, at det antistatiske overtræk har alle nævnte egenskaber.

Selvom teknikken kendte stadiet også omfatter metoder, der har relation til den antistatiske overtrækning af polyesterfolier, man dog ikke på kendt måde kunnet opnå folier,
15 der udviser en kombination af gode antistatiske egenskaber, glideegenskaber og transparenssegenskaber.

US patent nr. 4 089 997 angår anvendelsen af et stearamido-propyl-dimethyl- β -hydroxyethyl-ammonium-nitrat i et overtræk til en folie. I sammenligning hermed har folien ifølge opfindelsen forbedrede antistatiske egenskaber, glideegenskaber og transparenssegenskaber på grund af den særlige kombination af bestanddele som indgår i overtræket.
20
25

Ikke blot bestanddelene af det antistatiske overtræk er af stor betydning for de antistatiske egenskaber, glideegenskaberne og transparenssegenskaberne af folien. Også
30 koncentrationen af disse bestanddele spiller en væsentlig rolle.

Således beskrives f.eks. i US patentskrift nr. 3 264 136 et overtræk, der indeholder 0,2 volumen-% stearamido-propyl-dimethyl- β -hydroxyethyl-ammonium-nitrat i kombination med polymethyl-methacrylat. Denne kombination giver dog
35 ikke folien samme fordelagtige antistatiske egenskaber og

glideegenskaber, som er nødvendige ved mikrofilm og magnetbånd på basis af polyesterfolier.

5 En yderligere betingelse ved fremstillingen af antistatiske folier, der ikke har relation til folieegenskaberne, ligger i selve overtræksmidler. Det er nødvendigt, at et latexovertræksmiddel ikke kun udviser de angivne vigtige egenskaber. Latexovertræksmidlet må også være bestandigt, dvs. at overtræksmidlet ikke separeres i et to-
10 fasesystem, hvis det ikke anvendes i mindst en uge. Denne egenskab, nemlig en tilstrækkelig forarbejdningsvarighed, er en uomgængelig betingelse for en økonomisk udnyttelse af en overtræksmetode. Et antistatisk overtræksmiddel, der ganske vist frembyder udmærkede antistatiske egenskaber,
15 glideegenskaber og transparenssegenskaber, men som dog ikke foreligger længe nok som emulsion til at kunne overtrække en passende folielængde, er værdiløs.

Det er således opfindelsens formål at tilvejebringe en
20 overtrukken polyesterfolie, der udviser gode antistatiske egenskaber, lille gnidningskoefficient, dvs. gode slip-egenskaber og høj transparens. Latexovertræksmidlet udviser samtidigt en udmærket forarbejdningsvarighed.

25 Opfindelsens formål opfyldes ved en folie, der er ejendommelig ved det i krav 1's kendetegnende del anførte.

Polyesterfolien ifølge opfindelsen, der er orienteret langs to akser, forsynes på en af siderne med et latex-
30 overtræk.

Latexovertræksmidlet består af stearamido-propyl-dimethyl- β -hydroxyethyl-ammonium-nitrat i en koncentration fra 2,75 til 3,20 vægt-%, beregnet i forhold til den totale vægt af overtræksmidlet. Yderligere indeholder latexovertræksmidlet en tværbindelig methyl-methacrylat/-ethyl-acrylat/methylacrylamid-terpolymer, der udviser en
35

glasovergangstemperatur på 40 °C til 50 °C, og som fore-
ligger i en koncentration af 0,75 til 1,25 vægt-%, bereg-
net i forhold til den totale vægt af overtræksmidlet.
Vægtforholdet mellem de to bestanddele af overtrækket,
5 dvs. forholdet mellem nitrat og terpolymer, ligger mellem
2,75:1 og 3,20:1.

Folien fremstilles ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen,
der er ejendommelig ved det i krav 10's kendetegnende del
10 anførte. Således overtrækkes en langs en akse strakt
polyesterfolie med latexovertræksmidlet, sådan som dette
er defineret i det foregående og i krav 10. Den langs en
akse strakte polyesterfolie opvarmes til forhøjede tempe-
raturer, hvorved vandet uddrives fra overtræksmidlet,
15 dvs. det fordamper. Den tørrede, overtrukne folie stræk-
kes derpå i en retning, der står vinkelret på den første
strækkeretning, hvorved den antistatiske, langs to akser
strakte polyesterfolie opstår.

20 Den polyesterfolie, på hvilken det antistatiske lag er
påført, kan bestå af enhver polyester, der danner termo-
plastiske folier. Disse polyestere fremstilles ved kon-
densation af en dicarboxylsyre eller af en fra en sådan
syre resulterende lavere alkyldiester med en glycol. Som
25 dicarboxylsyrer eller disses lavere alkyldiestere kan man
anvende: terephthalsyre; isophthalsyre; phthalsyre; 2,5-;
2,6- eller 2,7-napthalen-dicarboxylsyre; ravsyre; seba-
cinsyre; adipinsyre; azelainsyre; bibenzoinsyre; hexa-
hydro-terephthalsyre samt bis-p-carboxylethan.

30 En eller flere af disse carboxylsyrer eller deres lavere
alkyldiestere reagerer med en eller flere glycoler,
f.eks. ethylenglycol, 1,3-propandiol, 1,4-butandiol, neo-
pentylglycol eller 1,4-cyclohexandimethanol. Da man kan
35 bringe en eller flere diestere til reaktion med en eller
flere glycoler, er polyesterbærefolien ikke begrænset til
homopolyestere, men omfatter også copolyestere.

Blandt de foliedannende polyestere foretrækkes ifølge opfindelsen polyethylenterephthalat. Polyethylenterephthalat-folie fremstilles af en polymer, der fremstilles ved polymerisation af bis-(2-hydroxyethyl)-terephthalat.

5

Bis-(2-hydroxyethyl)-terephthalat selv fremstilles som mellemprodukt ved to forskellige metoder. Den ene metode til fremstilling af bis-(2-hydroxyethyl)-terephthalat består i en direkte forestring af terephthalatsyre og ethylglycol, som angivet i US patentskrift nr. 3 050 533. Ved denne metode bliver det som biprodukt fremkomne vand afdestilleret fra reaktionsproduktet. Den anden metode til fremstilling af bis-(2-hydroxyethyl)-terephthalat består i omestringen af en dialkylester af en terephthalatsyre, fortrinsvis dimethylterephthalat, med ethylglycol. Fortrinsvis bringes to mol ethylglycol til reaktion med et mol dialkylterephthalat. Endnu bedre er dog anvendelsen af mere end to mol ethylglycol pr. mol dialkylterephthalat, da starten af omesterificeringsreaktionen under disse betingelser forløber hurtigere og fuldstændigere. Omesterificeringen gennemføres ved forhøjet temperatur. Fortrinsvis ligger temperaturen omtrent mellem kogetemperaturen for reaktionsblandingen og 250 °C. Reaktionen kan foregå under atmosfærisk, forøget eller meget højt tryk. Biproduktet ved omesterificeringsreaktionen er en alkohol. Anvendes f.eks. dimethyl-terephthalat, opstår der methanol. Alkoholen fjernes fra reaktionsproduktet. Til forøgelse af reaktionshastigheden kan man anvende talrige kendte katalysatorer ved omesterificeringsreaktionen.

30

Efter fremstillingen bliver bis(2-hydroxyethyl)-terephthalatet omdannet til polyethylen-terephthalat ved opvarmning ved en temperatur, der ligger over kogepunktet af ethylenglycol eller af reaktionsblandingen, under betingelser, som fremmer fjernelsen af glycolen eller vandet. Opvarmningen kan efter ønske foretages indtil en

35

temperatur af 325 °C. Under opvarmningen nedsættes tryk-
ket, for at den overskydende glycol eller det overskyden-
de vand hurtigere kan afdestillere. Det færdige polyethy-
lenterephthalat har et grænseviskositetstal på over 0,3
5 dl/g, målt i o-chlor-phenol ved 25 °C. Fortrinsvis ligger
grænseviskositetstallet af den polymere mellem 0,4 og 1,0
dl/g. Endnu bedre er det ganske vist, hvis polyethylen-
terephthalatet udviser et grænseviskositetstal på mellem
0,5 og 0,7 dl/g.

10

Ved en foretrukken udførelsesform smeltes den polymere,
der danner polyesterfolien, og derpå ekstruderes den på en
poleret, roterende støbetromle, hvorved der dannes en
forfolie. Derpå strækkes forfolien langs to akser, dvs.
15 den strækkes i længde- og tværretningen. Den første
strækkeproces af forfolien kan efter frit valg foretages
i en af de ortogonale retninger. Strækkegraden, der med-
deler folien styrke og sejhed, kan i begge retninger være
3,0 til 5,0 gange større end forfoliens dimensioner. For-
20 trinsvis ligger strækkegraden ved 3,2:1 til 4,2:1. Stræk-
ningen gennemføres ved temperaturer, der ligger mellem
omdannelsespunktet af anden orden og under smeltepunktet.

Eventuelt termobehandler man folien efter strækningen i
25 så lang tid, at den krystalliserer.

Ved den foretrukne udførelsesform, hvor man anvender po-
lyethylenterephthalat, stabiliserer man folien ved kry-
stalliseringen. Hvis en polyethylenterephthalatfilm ter-
30 mobehandles, udsættes den for en temperatur, der ligger
mellem 190 og 240 °C, fortrinsvis mellem 215 og 235 °C.

Latexovertræksmidlet, der meddeler folien antistatiske
egenskaber, gode forarbejdningsforhold og stor transpa-
35 rens, påføres først, efter at folien er strakt i retning
af en akse. Fortrinsvis strækker man før overtrækningen
først polyesterfolien i længderetningen. Ved denne fore-

trukne udførelsesform overtrækkes folien efter længdestrækningen på i og for sig kendt måde.

5 Overtrækningen kan f.eks. foretages ved hjælp af valse-, sprøjte-, spalte- og nedsænkingsapparater. Fortrinsvis overtrækkes polyesterfolien med latexovertrækket ved valsepåføring.

10 Fortrinsvis forbehandles den langs en akse strakte folie før overtrækningen ved coronaudladning, idet folien før overtrækningen udsættes for en coronaudladning i et coronaudladningsapparat. Coronabehandlingen nedsætter den hydrofobe karakter af polyesterfoliens overflade. Derved kan det vandige latexovertræksmiddel bedre befugte overfladen, hvorved adhæsionen mellem overtræk og overflade forbedres.

20 Det på polyesterfolien påførte latexovertræksmiddel er en dispersion af 2,75 til 3,20 vægt-% stearamido-propyl-dimethyl- β -hydroxyethyl-ammonium-nitrat, beregnet på latexovertræksmidlets totalvægt. Fortrinsvis ligger koncentrationen af denne ammonium-nitrat-forbindelse mellem ca. 2,9 og 3,1 vægt-%, beregnet på totalvægten. Ved en endnu mere foretrukken udførelsesform andrager koncentrationen af ammonium-nitrat-forbindelsen ca. 3,0 vægt-%, beregnet i forhold til den totale vægt.

30 Overtræksmidlet indeholder yderligere en tværbindelig methyl-methacrylat/ethyl-acrylat/methacrylamid-terpolymer i en koncentration på 0,75 til 1,25 vægt-%, beregnet på totalvægten af latexovertrækket. Den terpolymere har en glasovergangstemperatur på 40 °C til 50 °C. Fortrinsvis anvendes den terpolymere i en koncentration på 0,9 til 1,1 vægt-%, beregnet på totalvægten. Ved en endnu mere foretrukken udførelsesform foreligger den terpolymere i 35 en koncentration på 1,0 vægt-%, beregnet på den totale vægt. Glasovergangstemperaturen af den terpolymere ligger

i en foretrukken udførelsesform mellem ca. 43 °C og 47 °C; ved en endnu mere foretrukken udførelsesform udviser den en glasovergangstemperatur på ca. 45 °C.

- 5 De to bestanddele af latexovertrækket, stearamido-propyl-dimethyl- β -hydroxyethylen-ammonium-nitratet og den methyl-methacrylat/ethyl-acrylat-methacrylamid-terpolymere, foreligger i et indbyrdes vægtforhold på 2,75:1 til 3,20:1. Ved en foretrukken udførelsesform andrager vægtforholdet mellem nitrat og terpolymer 2,75:1 til 3,0:1.
- 10

Efter overtrækningen og før den anden strækning tørres folien ved opvarmning ved en temperatur på 90 til 110 °C. Fortrinsvis ligger temperaturen mellem 95 og 105 °C.

15

Ved en foretrukken udførelsesform andrager tykkelsen af overtrækket på den biaksialt strakte polyesterfolie efter tørringen mindst 14,6 mg/m². Fortrinsvis andrager tørvægten 14,6 til 32,0 mg pr. m² af overtrukken folie.

20

- Ved en anden foretrukken udførelsesform forsynes den antistatisk overtrukne folie på den anden side med et tværbindeligt acryl-polymerlag. Acryl-polymerlaget er i en foretrukken udførelsesform en tværbindelig ethyl-acrylat/methyl-methacrylat/methacrylamid-terpolymer. Overtrækket tværbindes med melamin-formaldehyd. Fortrinsvis påføres overtræksmidlet et valseapparat på den langs en akse strakte polyesterfolie. Fortrinsvis påfører man et latexovertræksmiddel, hvori de faste bestanddele udgør mellem 3 og 4 vægt-%, idet resten omfattende 96 til 97 vægt-% består af vand. Overtrækket på den anden side tjener som forankring for acryl- og cellulose-lakovertræk, sådan som disse sædvanligvis anvendes i den reprografiske industri.
- 25
- 30

35

De følgende eksempler anføres for at anskueliggøre opfindelsen.

EKSEMPEL 1

En polyethylen-terephthalat-polymer blev smeltet og ekstruderet gennem en spaltedyse på en støbetromle, der havde en temperatur på ca. 20 °C. Smelten afkølede og dannede en forfolie. Folien blev strakt i længderetningen med et strækforhold på 3,6:1 ved en temperatur på 80 °C.

Den i længderetningen strakte folie blev coronabehandlet i et coronaudladningsapparat og blev derpå overtrukket med et latexovertræksmiddel ved hjælp af en vendedybtryk-overtræksmaskine. Det på polyesterfolieoverfladen påførte latexovertræksmiddel indeholdt 3 vægt-% stearamido-propyl-dimethyl- β -hydroxyethyl-ammonium-nitrat, beregnet på den totale vægt af overtræksmidlet, og 1 vægt-% methylmethacrylat/ethyl-acrylat/methacrylamid-terpolymer, beregnet på den totale vægt. Den terpolymere er tværbindinge på grund af tilstedeværelsen af hexa-methoxy-methylmelamin, en tværbindingende melamin-formaldehyd-substans, og den kan karakteriseres ved en glasovergangstemperatur på 45 °C. Den forblivende bestanddel, vand, har i latexovertræksmiddel en vægtandel på 96 %.

Overtræksmidlet fremstilledes i et første trin ved blanding af stearamido-propyl-dimethyl- β -hydroxyethyl-ammonium-nitrat og vand. Denne blanding blandedes derpå med den terpolymere. De faste bestanddele blandedes ved de sædvanlige blandingsteknikker med vandet og dannede en ensartet blanding.

Den med en coronaudladning behandlede, i længderetningen strakte, overtrukne folie tørredes ved en temperatur på 100 °C. Derpå blev folien strakt i tværretningen med et strækforhold på 3,6:1. Den langs to akser strakte folie opvarmedes til 230 °C. Vægten af det sluttelige, antistatiske overtræk ligger mellem 14,6 og 32,0 mg pr. m². Den totale tykkelse af folien andrager ca. 76,2 μ m.

SAMMENLIGNINGSEKSEMPEL 2

Med undtagelse af sammensætningen af latexovertræksmidlet gennemførtes et sammenligningseksempel på nøjagtigt samme
5 måde som i eksempel 1 til fremstilling af 76,2 μm tyk, overtrukken folie af polyethylenterephthalat (i det følgende kaldet PET), der er rettet ud langs to akser. I dette eksempel bestod overtrækket af 1 vægt-% stearamido-propyl-dimethyl- β -hydroxyethyl-ammonium-nitrat (i det
10 følgende kaldet nitrat), beregnet på den totale vægt af overtræksmidlet (i det følgende kaldet procent) og desuden af 1 % tværbindelig methyl-methacrylat/ethyl-acrylat/methacrylamid-terpolymer (i det følgende kaldet terpolymer) med en glasovergangstemperatur på 45 °C, og af
15 97 % vand.

SAMMENLIGNINGSEKSEMPEL 3

Et andet sammenligningseksempel gennemførtes som angivet
20 i eksempel 1 med undtagelse af, at latexovertrækket bestod af 3 % nitrat, 3 % terpolymer og 94 % vand.

Prøver af de PET-overtrukne folier, der var fremstillet i henhold til eksempel 1 til 3, undersøgtes for deres anti-
25 statiske egenskaber, deres gnidningskoefficient og deres turbiditetsegenskaber.

De antistatiske egenskaber målttes ved en kvalitativ prøve. Denne prøve, den såkaldte "akseoptagelsesprøve", består i, at man fra folien udskærer strimler med samme di-
30 mensioner, at man gnider folien 6 gange over et bomuldsklæde, og at man holder den gnedne side af folien 2,54 cm over et med cigaretaske fyldt askebæger.

35 Folier med særlig tilfredsstillende antistatiske egenskaber bevæger ikke asken.

Hvis asken i askebægeret bevæger sig, men hvis den dog ikke tilstrækkes til folieoverfladen, karakteriseres folien som god.

- 5 En folie, der betegnes som tilstrækkelig, bevirker, at asken bevæger sig, nærmer sig til folieoverfladen og adhæderer dertil i ringe omfang.

- 10 En folie betegnes som dårlig, når store mængder af aske tiltrækkes til folieoverfladen og bliver hængende der.

- 15 Prøvningen gennemføres endnu en gang på den overfor liggende folieside. Den sluttelige klassifikation foretages på grundlag af den dårligste af prøverne, når prøvningsresultaterne er forskellige.

- 20 Prøvningen af gnidningskoefficienten (COF), der tjener til fastlæggelse af glideevnen af folien, gennemførtes i overensstemmelse med standardmetoden ifølge ASTM D 1894-68. Alle folieprøver, der blev foretaget i henhold til denne prøve, præpareredes i henhold til ASTM D 618, metode A.

- 25 En god glideevne (eller forarbejdningsevne) har folier, hvis statiske og kinetiske gnidningskoefficient ligger mellem 0,3 og 0,5. Under 0,2 er glideevnen for stor; folier med en sådan gnidningskoefficient har tilbøjelighed til at teleskopere. De lader sig kun vanskeligt udvikle og bedømmes derfor som mindre tilfredsstillende. Folier
30 med en højere gnidningskoefficient end 0,5 har tendens til at blokere. I så tilfælde glider folien kun vanskeligt over en overflade hvormed den er i berøring.

- 35 Turbiditetsprøven, den bedste angivelse i forbindelse med foliens transparens, fastlægges ved hjælp af ASTM prøvemethoden D 1003-61, metode A, afsnit 7.

En turbiditet for 76,2 μ tyk med PET overtrukken folie, der har en værdi på 1,2 % eller en endnu lavere værdi, kan betegnes som acceptabel. Jo lavere turbiditetsprocenten er, desto klarere er folien. En turbiditet på over
5 1,2 % er uacceptabel.

Yderligere skelnede man mellem bestandigt og ikke-bestandigt latexovertræksmiddel. Et bestandigt latexovertræksmiddel er et overtræksmiddel, der i mindste én uge bevarer sin emulsionstilstand. Et ikke bestandigt latexovertræksmiddel er et overtræksmiddel, der opdeler sig i et tofasesystem.
10

Desværre viste det sig, at den i eksempel 1 til 3 anvendte polyethylenterephthalat-polymer blev forurennet. Derfor er angivelserne i forbindelse med turbiditeten for disse eksempler ikke ubetinget pålidelige, medens de øvrige egenskaber ikke er berørt.
15

Prøvningerne af folierne i henhold til eksempel 1 til 3 er sammenfattet i tabel I.
20

25

30

35

TABEL I

Eksempel nr.	Turbiditet %	COF		Antistatistiske forhold ved			Latexbestan- dighed
		Statisk	COF	Kinetisk	50% RH	N% RH	
1	2,5	C/C 0,21 C/U 0,23		0,23 0,27	god	god	N=40 bestandig
2	2,5	C/C 0,33 C/U 0,36		0,35 0,37	god	god	N=45 bestandig
3	2,3	C/C 0,65 C/U 0,87		0,43 0,45	god	dårlig	N=42 bestandig

Anmærkning 1: C = Antistatisk overtrukken side

U = ikke-overtrukken side

Anmærkning 2: Nummeret i denne og de følgende tabeller refererer til den folie, der blev fremstillet i henhold til eksempel nummeret i denne beskrivelse.

De ovenfor angivne resultater viser, at eksempel 1, dvs. den i henhold til opfindelsen fremstillede folie, udviste udmærkede antistatiske egenskaber, selv ved 40 % relativ luftfugtighed, en endnu acceptabel glideevne og en god latexbestandighed.

Den i henhold til eksempel 3 fremstillede folie, hvori nitratet forelå i mængde på 3 % og den terpolymere i mængde på 3 % i overtræksmidlet havde utilstrækkelige antistatiske egenskaber. Det må derfor i denne sammenhæng konstateres, at den samme prøve ved en ringere relativ luftfugtighed, nemlig ved 42 %, viser utilstrækkeligheden af dette overtræk, skønt askeoptagerprøven endnu var god ved 50 % relativ luftfugtighed.

Den i henhold til eksempel 2 fremstillede folie havde kun gode antistatiske egenskaber ved en relativ luftfugtighed på indtil 45%.

Jo lavere den relative luftfugtighed er, jo mere udpræget er polyesterfoliens tendens til at oplades statisk, og desto strengere må kontrollen af aktiviteten af det antistatiske overtræk gennemføres. Hver måling af den relative luftfugtighed blev gennemført ved temperaturer på mellem 22 °C og 23 °C.

EKSEMPEL 4

Man gentog eksempel 1 med den ændring, at siden over for den antistatisk overtrukne folieside blev forsynet med et latexovertræk, der bestod af 3 % methyl-methacrylat/-ethyl-acrylat/methacrylat-terpolymer, der var tværbundet med hexa-methoxy-methyl-melamin, og 97 % vand. Overtrækket påførtes på den i længderetningen strakte PET-overtrukne folie ved hjælp af en vendedybtrykvalse og blev samtidigt tørret på den anden side på samme måde som det antistatiske overtræk. Det derved fremkomne produkt var

en langs to akser strakt, 76,2 μm tyk, PET-overtrukken folie, der på denne side var overtrukket med det i eksempel 1 beskrevne, antistatiske overtræk, og som på den anden side var overtrukket med det ovenfor beskrevne, 5 tværbundne acrylovertræk. Tørvægten af det tværbundne acrylovertræk lå mellem 14,6 og 32,0 mg pr. m^2 .

SAMMENLIGNINGSEKSEMPLER 5 og 6

10 To sammenligningseksempler gennemførtes på samme måde som eksempel 4, men med den ændring, at det antistatiske overtræk hidrørte fra forskellige latexovertræksmidler. I eksempel 5 bestod latexovertrækket af 2 % nitrat, 1 % 15 terpolymer og 97 % vand. I eksempel 6 bestod latexovertrækket af 3 % nitrat, 2 % terpolymer og 95 % vand. Der fremkom overtrukne, langs to akser strakte folier, der kun adskiller sig fra folien i henhold til eksempel 4 ved de forskellige koncentrationer af bestanddelene i det antistatiske overtræk.

20 De folier, der var fremstillet i henhold til eksempel 4 til 6, undersøgtes for deres antistatiske egenskaber og glide- og transparensmetoder under anvendelse af de samme prøvningsegenskaber som allerede beskrevet. Resultaterne 25 er sammenstillet i tabel II.

30

35

TABEL II

Eksempel nr.	Turbiditet %	COF		Antistatiske forhold ved		Latexbestandig- hed	
		Statisk	Kinetisk	50% RH	41% RH	50% RH	41% RH
4 *)	1,2	A/A 0,43	0,44	god	god	god	god
		B/B 0,23	0,25				
		A/B 0,29	0,32				
5 **)	ikke målt	ikke målt	ikke målt	tilstræk- dårlig		god	
				kelig			
6 **)	1,2	A/A 0,48	0,48				
		B/B 0,23	0,27	god	god	dårlig	dårlig
		A/B 0,31	0,35				

Anmærkning A= Acrylovertrukken side

B= Antistatisk overtrukken side

*) Ifølge opfindelsen

**) Sammenligningseksempler

Man kan konstatere, at den i henhold til opfindelsen fremstillede folie er acceptabel i alle henseender. Den i eksempel 5 fremstillede folie, der udviste et nitrat-spejl, havde ikke acceptable antistatiske egenskaber og blev derfor ikke undersøgt for sin transparens og glideevne. Den i henhold til eksempel 6 fremstillede folie var ganske vist helt igennem acceptabel, men latexovertræksmidlet udviste ingen bestandighed, da der var gået en uge.

10

EKSEMPEL 7

En 76,2 μ m tyk, langs to akser strakt, PET overtrukken folie fremstilledes nøjagtigt i henhold til den fremgangsmåde og de overtræk, der blev anvendt i eksempel 4, dvs. det antistatiske latexovertræksmiddel bestod af 3 % nitrat, 1 % terpolymer og 96 % vand.

15

SAMMENLIGNINGSEKSEMPLER 8 og 9

20

To yderligere sammenligningseksempler udførtes på samme måde som ved fremgangsmåden i eksempel 7, med ændret sammensætning af det antistatiske latexovertræksmiddel. Den folie, der blev fremstillet i henhold til eksempel 8, indeholdt 3 % nitrat og 2 % terpolymer (som i eksempel 6). Den folie, der blev fremstillet i henhold til eksempel 9, indeholdt 4 % nitrat og 1% terpolymer.

25

De i henhold til eksempel 7 og 9 fremstillede folier undersøgt ved alle de beskrevne metoder.

30

Desuden gennemførtes en prøvning, der var endnu mere kvantitativt præget, til fastlæggelse af de antistatiske egenskaber af folien. Denne prøvning bestod i måling af den specifikke overflademodstand af folien. Den til måling af denne værdi anvendte fremgangsmåde er beskrevet i ASTM-test D 257-66.

35

En specifik overflademodstand på $10^{10} \Omega$ eller mindre repræsenterer en folie med gode antistatiske egenskaber. En specifik overflademodstand, der er større end $10^{11} \Omega$ klassificeres som utilstrækkelig.

5

Resultaterne af denne prøvning anføres i den følgende tabel III:

10

15

20

25

30

35

TABEL III

Eksempel nr.	Turbiditet %	COF		COF kinetisk	Askeoptagelse		Specifik overflade- modstand Ω	Latexbestandig- hed
		Statisk			36,5% RH	50% RH		
7 *)	0,94	A/A 0,45 B/B 0,36 A/B 0,31		0,48 0,40 0,42	udmærket	udmærket $4,7 \times 10^{10}$		ikke undersøgt
8 **)	1,04	A/A 0,47 B/B 0,29 A/B 0,33		0,47 0,31 0,33	dårlig	udmærket $1,2 \times 10^{11}$		god
9 **)	1,10	A/A 0,48 B/B Blok A/B 0,38		0,48 Blok 0,71	udmærket god	$4,2 \times 10^{10}$		god

Anmærkning 1: A = Acrylovertrukken side

B = Antistatiskovertrukken side

Anmærkning 2: Det i eksempel 7 anvendte latexovertræksmiddel gik tabt og kunne derfor ikke undersøges.

Anmærkning 3: Alle askeoptagelsesforsøg gennemførtes ved 23 °C.

Anmærkning 4*) Ifølge opfindelsen

Anmærkning 5**) Sammenligningseksempler.

Anmærkning 6: Den specifikke overflademodstand målt i et rum ved 25 °C og ved en relativ luftfugtighed på mellem 32 og 36 %.

- 5 Anmærkning 7: Den bestemte specifikke overflademodstand er gennemsnitsværdien af to målinger af den antistatisk overtrukne side.

10 De ovenfor anførte resultater bekræfter de udmærkede resultater for den i henhold til eksempel 7 ifølge opfindelsen fremstillede folie.

15 Den i henhold til eksempel 8 fremstillede sammenligningsfolie udviste uacceptable antistatiske karakteristika. Askeoptagelsen ved 36,5 % relativ luftfugtighed var dog uacceptabel på den acrylovertrukne side. Det kan konstateres, at angivelserne i forbindelse med den specifikke overflademodstand bekræfter den konklusion, der fremkom på basis af askeoptagelsesprøven. Det må konstateres, at
20 askeoptagelsesprøven ved 36,5 % relativ luftfugtighed på den antistatisk overtrukne side blev klassificert som god. Som angivet i det foregående er foreliggende klassifikation den nedre af de to værdier af målingerne ved de to sider af folien.

25 Den i henhold til eksempel 9 fremstillede folie var uacceptabel på grund af dens utilstrækkelige glideegenskaber.

30 EKSEMPEL 10 til 12

35 Man gennemførte en forsøgsrække for at fastlægge aktiviteten af et overtræk, der ligner det overtræk, der er beskrevet i US patent nr. 3 264 136. I dette patentskrift anføres som eksempel en med PET-folie, der er overtrukket med en overtrækningsdispersion på begge sider af folien, der indeholder 0,14 vægt-% polymethyl-methacrylat og 0,2

volumen-% stearamido-propyl-dimethyl- β -hydroxyethyl-ammonium-nitrat, dvs. den samme komponent som den, der anvendes i denne opfindelse, og som i eksemplerne betegnes "nitrat". En volumenkoncentration på 0,2 % svarer til en
5 omtrentlig vægtkonzentration, der ligger mellem 0,2 og 0,3 %, fordi massefylden af nitrattet næsten er lig 1.

Til fastlæggelse af aktiviteten af sammensætningen af den ovenfor beskrevne overtrækning gennemførtes eksempel 10
10 ved samme metode, som blev beskrevet i eksempel 1.

Samtidigt anvendtes et andet latexovertræk, der bestod af 0,5 vægt-% polymethyl-methacrylat, beregnet i forhold til den totale vægt af blandingen, og 0,5 % nitrat, til fremstilling af en langs to akser strakt 76,2 μ m tyk PET
15 overtrukket folie. Eksempel 11 adskiller sig kun fra eksempel 3 ved, at der blev valgt et andet overtræksmiddel.

Man anvendte en tredje overtrækssammensætning til fremstilling af en yderligere, med PET overtrukket folie. Man fremstillede en folie i henhold til eksempel 12 ved den samme metode som benyttet i eksempel 10 og 12, dog med undtagelse af, at latexovertræksmidlet bestod af 1 %
20 polymethyl-methacrylat, 3 % nitrat og 96 % vand.

25 De folier, der blev fremstillet i henhold til eksempel 10 til 12, undersøgte både for deres antistatiske egenskaber, glideegenskaber og turbiditetsegenskaber som for bestandighed af overtræksmidlet. Resultatet af disse prøvemeter
30 metoder er sammenfattet i tabel IV:

TABEL IV

Eksempel nr.	Turbiditet %	COF		Antistatiske forhold ved askeoptagelse 40% RH, 25-26°C		Latexbestandig- hed
		Statisk	Kinetisk	god	dårlig	
10*)	0,94	C/C 0,73	0,58	god		god
		C/U blok	0,27			
11*)	0,74	C/C 0,37	0,40	dårlig		dårlig
		C/U 0,34	0,39			
12*)	1,62	C/C 0,28	0,82	god		dårlig
		C/U 0,24	0,45			

Anmærkning: C = Antistatisk overtrukken side

U = ikke-overtrukken side

*) Sammenligningseksempel

Som det fremgår af tabellens resultater, udviste folien i eksempel 10 dårlige glideegenskaber. I alle andre henseender var folien og bestandigheden af overtræksmidlet acceptabel.

5

Eksempel 11 viser, at et latexovertræk med en nitratvægtandel på kun 0,5 % er uacceptabelt, selv når man som anden komponent anvender polymethyl-methacrylat. Som askeoptagelsesprøven viser, er de antistatiske egenskaber af dette overtræk uacceptabel, selv ved anvendelse af en højere nitratkoncentration end den, der foreslås i US patent nr. 3 264 136. Dette er også tilfældet, hvis man ville forøge koncentrationen af polymethyl-methacrylatet på lignende måde som den anvendes i henhold til den foreliggende opfindelse for den terpolymere.

10
15

Eksempel 12 viser, at anvendelsen af polymethyl-methacrylat i stedet for den terpolymere ikke er tilstrækkelig. Transparensen og glideegenskaberne af denne folie er uacceptabel.

20

Det må også understreges, at det latexovertræksmiddel, hvori man anvender polymethyl-methacrylat, på grund af ubestandigheden af overtræksmidlet er uanvendelig. Latexovertrækningerne fra eksempel 11 (0,5 % polymethyl-methacrylat) og eksempel 12 (1,0 % polymethyl-methacrylat) udviste begge fraseparation inden for en uge.

25

EKSEMPLER 13 til 18

30

Man gennemførte seks forsøg for at bestemme indflydelsen af vægtforholdet af nitratet i sammenligning med den terpolymere. Man fremstillede på tilsvarende måde langs to akser strakt overtrukne folier ved den i eksempel 1 angivne metode, hvorved dog sammensætningen af det antistatiske latexovertræk var forskellige. I hvert af de seks eksempler indeholdt overtræksmidlet 1 vægt-% terpo-

35

lymer, men forskellige nitratkoncentrationer. Latexovertrækket i eksempel 13 indeholdt 2 vægt-% nitrat; i ethvert yderligere eksempel forøgedes nitratkoncentrationen med 0,25 %, således at overtrækket i eksempel 18 indeholdt 3,25 % nitrat. Dermed ændredes forholdet mellem nitrat og terpolymer fra 2,00 i eksempel 13 til 3,25 % i eksempel 18. Herved skal det bemærkes, at den side, der ligger over for den overtrukne side, forblev uovertrukket.

10

De i henhold til eksemplerne 13 til 18 fremstillede prøver blev undersøgt for at konstatere de antistatiske egenskaber, glideegenskaberne og transparensens egenskaberne af den på en af siderne overtrukne, 76,2 μ tykke, langs to akser strakte PET-folie. Turbiditetsværdierne af alle folier var i alle tilfælde acceptable.

15

Askeoptagelsesforsøget gennemførtes for alle prøver ved 37 % relativ luftfugtighed og ved 25 til 26 °C, og den bedømtes som værende god. Desuden var latexbestandigheden tilfredsstillende for alle overtræksprøver, der blev anvendt ved denne prøvningsmetode. De resterende resultater, der bestod i en gentagelse af askeoptagelsesprøven ved ringere luftfugtighed, er opført i den følgende tabel V:

20

25

30

35

TABEL V

Eksempel nr.	Forhold Nitrat/terpolymer	Antistatiske forhold ved askeoptagelse	ved %RH	COF Statisk	COF kinetisk
13**)	2,00	dårlig	31,5	C/C 0,30 C/U 0,33	0,26 0,42
14**)	2,25	dårlig	31,5	C/C 0,25 C/U 0,33	0,27 0,44
15**)	2,50	god dårlig	31,5 31,0	C/C 0,27 C/U 0,35	0,32 0,44
16*)	2,75	god god	31,5 31,0	C/C 0,31 C/U 0,33	0,37 1,24
17*)	3,00	god god	31,5 31,0	C/C 0,37 C/U 0,30	0,48 0,80
18**)	3,25	god god	31,5 31,0	C/C blok C/U blok	blok blok

Anmærkning 1: Askeoptagelse ved 24 °C

Anmærkning 2: C = antistatisk overtrukket side

U = uovertrukket side

*) ifølge opfindelsen

5 **) sammenligningseksempler

De ved 31,0 eller 31,5 relativ luftfugtighed gennemførte målinger ved askeoptagelsesprøven viste, at man opnåede acceptable resultater for folien hvad angår de antistatiske egenskaber, når vægtforholdet mellem nitrattet og terpolymer lå mellem 2,75 og 3,20. Lavere andele førte til uacceptable antistatiske egenskaber.

15 Glideegenskaberne af alle folier, der blev fremstillet i henhold til eksempel 13 til 17, var acceptable, medens folien ifølge eksempel 18 havde utilfredsstillende glideegenskaber.

EKSEMPLER 19 til 24

20 Den i forbindelse med folierne fra eksemplerne 13 til 18 beskrevne prøvning blev gentaget i henhold til den ovenfor beskrevne metode med en let modifikation. Nærmere bestemt blev prøvningen af folierne i henhold til eksempel 25 13 til 18 gentaget i det tilfælde, hvor den side, der ligger over for den antistatisk overtrukne side, blev overtrukket med det i eksempel 4 beskrevne, tværbundne acrylovertræk. Overtrækskoncentrationen af det tværbundne acrylovertræk androg dog 3,2 vægt-%, beregnet på latexblandingens totalvægt.

35 De i henhold til eksemplerne 19 til 24 anvendte folier undersøgtes på samme måde som i eksemplerne 13 til 18. I alle eksempler opnåedes acceptable turbiditetsværdier. Yderligere bedømtes latexbestandigheden som værende god. Nøjagtigt på samme måde som i eksemplerne 13 til 18 var askeoptagelsesprøven ved 37 % relativt luftfugtighed og

25 °C i alle tilfælde acceptabel, på samme måde som ved en relativ luftfugtighed på 31 %.

Resultaterne er sammenstillet i tabel VI:

5

10

15

20

25

30

35

TABEL VI

Eksempel nr.	vægtforhold nitrat/terpolymer	Antistatiske forhold ved askeoptagelse	COF	
			Statisk	kinetisk
19**)	2,00	dårlig	A/A 0,41	0,43
			B/B 0,24	0,28
			A/B 0,33	0,38
20**)	2,25	dårlig	A/A 0,41	0,41
			B/B 0,27	0,31
			A/B 0,28	0,33
21**)	2,50	dårlig	A/A 0,45	0,47
			B/B 0,29	0,33
			A/B 0,28	0,46
22*)	2,75	god	A/A 0,43	0,44
			B/B 0,30	0,38
			A/B 0,30	0,40
23*)	3,00	god	A/A 0,43	0,48
			B/B 0,41	0,46
			A/B 0,26	0,64

TABEL VI (fortsat)

Eksempel nr.	Vægtforhold nitrat/terpolymer	Antistatiske forhold ved		COF	
		askeoptagelse	Statisk	Statisk	kinetisk
24 **)	3,25	god	A/A 0,44	0,48	
			B/B 0,68	0,78	
			A/B 0,32	0,86	

Anmærkning 1: Askeoptagelsen blev gennemført ved 31 % relativ luftfugtighed og 24 °C.

Anmærkning 2: I alle tilfælde androg terpolymerkoncentrationen i overtræksmidlet, beregnet i forhold til totalvægten, 1 vægt-%.

Anmærkning 3: A = acrylovertrukket side

Anmærkning 4: B = antistatisk overtrukket side

Anmærkning 5: *) Ifølge opfindelsen

**) Sammenligningseksempel

De ovenfor angivne resultater stemmer overens med resultaterne i eksemplerne 13 til 18 hvad angår de antistatiske egenskaber (askeoptagelse). Glideegenskaberne af alle prøver var acceptable, med undtagelse af eksempel 24.

5

10

15

20

25

30

35

P a t e n t k r a v:

1. Biaksialt strakt polyesterfolie, der på den ene side
5 har et antistatisk overtræk, der indeholder stearamido-
propyl-dimethyl- β -hydroxyethyl-ammonium-nitrat og en po-
lymer, og eventuelt på den anden side har et polymert
overtræk, k e n d e t e g n e t ved, at det antistatiske
overtræk er påført fra et latexovertræksmiddel, der inde-
10 holder
- a) 2,75 til 3,20 vægt-% stearamido-propyl-dimethyl- β -hy-
droxyethyl-ammonium-nitrat, og
- 15 b) 0,75 til 1,25 vægt-% tværbindelig methyl-methacrylat/-
ethyl-acrylat/methacrylamid-terpolymer med en glasover-
gangstemperatur på 40 til 50 °C,
- hvorved vægtforholdet a:b ligger mellem 2,75:1 og 3,20:1.
20
2. Folie ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at
overtræksvægten mindst andrager $14,6 \text{ mg/m}^2$.
3. Folie ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at
25 overtræksvægten ligger mellem $14,6$ og $32,0 \text{ mg/m}^2$.
4. Folie ifølge krav 1 til 3, k e n d e t e g n e t ved,
at vægtforholdet a:b ligger mellem 2,75:1 og 3,0:1.
- 30 5. Folie ifølge krav 1 til 4, k e n d e t e g n e t ved,
at polyesterfolien består af polyethylenterephthalat.
6. Folie ifølge krav 1 til 5, k e n d e t e g n e t ved,
at komponent a) i overtræksmidlet foreligger i en mængde
35 på mellem 2,9 og 3,1 vægt-%, fortrinsvis i en mængde på
3,0 vægt-%.

7. Folie ifølge krav 1 til 6, k e n d e t e g n e t ved, at komponent b) i overtræksmidlet foreligger i en mængde på mellem 0,9 og 1,1 vægt-%, fortrinsvis i en mængde på 1,0 vægt-%.
- 5
8. Folie ifølge krav 1 til 7, k e n d e t e g n e t ved, at den terpolymere angivet under b) udviser en glasovergangstemperatur på 43 til 47 °C, fortrinsvis 45 °C.
- 10
9. Folie ifølge krav 1 til 8, k e n d e t e g n e t ved, at den på den anden side er forsynet med et polymert overtræk, som er påført fra et latexovertræksmiddel, der indeholder 3,0 til 4,0 vægt-% af den under b) anførte terpolymere.
- 15
10. Fremgangsmåde til fremstilling af en biaksialt strakt polyesterfolie ifølge krav 1 til 9, hvilken folie på den ene side har et antistatisk overtræk, der indeholder stearamido-propyl-dimethyl- β -hydroxyethyl-ammonium-nitrat og en polymer, og eventuelt på den anden side har et polymert overtræk, k e n d e t e g n e t ved, at man foretager et første strækkeskridt af en polyesterfolie, eventuelt underkaster folien en coronaudladning, påfører på den ene side et latexovertræksmiddel, der indeholder
- 20
- 25
- a) 2,75 til 3,20 vægt-% stearamido-propyl-dimethyl- β -hydroxyethyl-ammonium-nitrat, og
- b) 0,75 til 1,25 vægt-% tværbindelig methyl-methacrylat/ethyl-acrylat/methacrylamid-terpolymer med en glasovergangstemperatur på 40 til 50 °C,
- 30
- hvorved vægtforholdet a:b ligger mellem 2,75:1 og 3,20:1,
- 35
- bringer foliens temperatur op på en værdi mellem 90 og 110 °C og tørrer latexovertrækket, og at man derpå strækker folien i den retning, der står vinkelret på den før-

ste strækkeretning, idet man eventuelt før eller efter påføring af latexovertræksmidlet, påfører den anden side et tværbindeligt acrylpolymerovertræksmiddel, og eventuelt herefter opvarmer den biaksialt strakte folie til
5 190-240 °C.

11. Fremgangsmåde ifølge krav 10, k e n d e t e g n e t ved, at man overtrækker en polyethylenterephthalatfolie.

10 12. Fremgangsmåde ifølge krav 10 eller 11, k e n d e t e g n e t ved, at man opvarmer den biaksialt strakte folie til 190 til 240 °C.

13. Fremgangsmåde ifølge krav 10 til 12, k e n d e t e g n e t ved, at man påfører latexovertræksmidlet indeholdende bestanddelene a) og b) ved hjælp af valsemetoden.
15

14. Fremgangsmåde ifølge krav 13, k e n d e t e g n e t ved, at man påfører latexovertræksmidlet indeholdende bestanddelene a) og b) ved hjælp af vendedybtrykmetoden.
20

15. Fremgangsmåde ifølge krav 10 til 14, k e n d e t e g n e t ved, at man overtrækker en i længderetningen strakt folie.
25

16. Fremgangsmåde ifølge krav 10 til 15, k e n d e t e g n e t ved, at man overtrækker folien på den anden side med et latexovertræksmiddel, der indeholder 3,0 til 4,0 vægt-% methylmethacrylat/ethylacrylat/methacrylamid-terpolymer med en glasovergangstemperatur på 40 til 50 °C.
30

17. Fremgangsmåde ifølge krav 10 til 16, k e n d e t e g n e t ved, at man underkaster den langs en akse strakte folie en corona-udladning før overtrækningen.
35

18. Fremgangsmåde ifølge krav 17, k e n d e t e g n e t
ved, at man underkaster en i længderetningen strakt folie
en corona-udladning.

5

10

15

20

25

30

35