



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 697 30 896 T2** 2005.10.13

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 803 341 B1**

(51) Int Cl.⁷: **B29K 23/00**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **697 30 896.0**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **97 302 897.0**

(96) Europäischer Anmeldetag: **28.04.1997**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **29.10.1997**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **29.09.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **13.10.2005**

(30) Unionspriorität:

10822796	26.04.1996	JP
538997	16.01.1997	JP

(84) Benannte Vertragsstaaten:

DE, FR, GB, IT, NL

(73) Patentinhaber:

Mitsui Chemicals, Inc., Tokio/Tokyo, JP

(72) Erfinder:

**Hashimoto, Akinao, Waki-cho, Yamaguchi, JP;
Yagi, Kazuo, Waki-cho, Yamaguchi, JP; Mantoku,
Hitoshi, Waki-cho, Yamaguchi, JP**

(74) Vertreter:

**WUESTHOFF & WUESTHOFF Patent- und
Rechtsanwälte, 81541 München**

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung einer porösen Polypropylenfolie mit hoher Zugfestigkeit**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer porösen Folie aus Polypropylen mit hoher Festigkeit. Insbesondere betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur Herstellung einer porösen Folie aus Polypropylen mit hervorragender Feuchtigkeitsdurchlässigkeit und Zugfestigkeit, die durch Herstellung einer nicht-porösen Folie aus Polypropylen ohne wesentliche Zugabe eines Weichmachers oder eines Lösungsmittels zu dem Ausgangspolypropylen und Unterwerfen der Folie einer Streckung und gegebenenfalls einer Wärmebehandlung zur Verstärkung der Kristallinität erhalten worden ist, sowie ein Verfahren zur Herstellung derselben.

[0002] Als Mittel zum Herstellen einer porösen Folie kann ein Verfahren genannt werden, worin eine biaxial gestreckte Folie oder eine Blasfolie aus Polypropylen uniaxial oder biaxial gestreckt wird, um sie porös zu machen, sowie ein Verfahren, worin das vorstehend genannte uniaxiale Strecken in Gegenwart einer ersten Flüssigkeit durchgeführt wird, die im wesentlichen zur Auflösung einer Polypropylenfolie untauglich ist, oder ein Verfahren, worin die vorstehend genannte Wärmebehandlung oder Streckbehandlung der Polypropylenfolie in der ersten Flüssigkeit, welche im wesentlichen zur Auflösung von Polypropylen untauglich ist, durchgeführt wird, anschließend die Polypropylenfolie in eine zweite Flüssigkeit eingetaucht wird, die mit der ersten Flüssigkeit kompatibel ist, aber einen niedrigeren Siedepunkt als die erste Flüssigkeit besitzt und eine schlechtere Affinität zu Polypropylen hat, und danach die Folie getrocknet wird.

[0003] Die Polypropylenfolie, die nach dem Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung hergestellt wird, ist dadurch gekennzeichnet, dass sie die folgenden physikalischen Eigenschaften besitzt:

- (1) eine Zugfestigkeit von wenigstens 35 MPa in Maschinenrichtung (MD) und Querrichtung (TD);
- (2) eine Porosität von nicht mehr als 80%, und
- (3) eine Feuchtigkeitsdurchlässigkeit von mindestens 20 g/m² Tag

und erhältlich ist durch Porösmachen durch Strecken und gegebenenfalls Wärmebehandeln einer luftundurchlässigen und biaxial gestreckten Polypropylenfolie, die ohne Verwendung eines Weichmachers oder eines Lösungsmittels erhalten worden ist.

HINTERGRUND DER ERFINDUNG

[0004] In der Vergangenheit sind eine Reihe von Verfahren zum Formen von porösem Polypropylen vorgeschlagen worden.

[0005] Eine allgemeine Methode zur Herstellung einer Folie umfasst eine Blasfolien-Formmethode und eine T-Düsen-Film-Formmethode. In dem Fall, dass ein Polyolefin nach solch einer Methode porös gemacht werden soll, wird im allgemeinen eine Methode angewendet, worin das Polyolefin mit einem inkompatiblen organischen oder anorganischen Mittel imprägniert wird und anschließend die Oberfläche zwischen dem Polyolefin und dem inkompatiblen Mittel mittels äußerer Kraft wie Strecken zerstört wird, oder es wird eine Methode angewendet, worin eine mit dem Polyolefin inkompatible Komponente mit einem organischen Lösungsmittel, einer Säure oder einem Alkali behandelt wird, die fähig sind, die Komponente aufzulösen. Es ist folglich relativ selten, dass ein Einzelkomponentenpolyolefinfilm, der aus einem Folienformapparat erhalten wird, direkt als Originalfolie zur Herstellung einer porösen Folie eingesetzt wird.

[0006] Als Beispiel für eine poröse Folie, die aus einer Einzelkomponentenfolie hergestellt wird, kann eine Folie genannt werden, die nach einer Extrusionskaltstreckmethode hergestellt wird, wie in der offiziellen Veröffentlichung der japanischen Offenlegungsschrift Patentanmeldung Nr. Sho. 62-121737 offenbart.

[0007] Das Kaltstrecken ist in diesem Fall im Prinzip uniaxial und daher ist ein Gleichgewicht der Zugfestigkeit der Folie extrem gering, so dass die Zugfestigkeit der Folie in der Richtung senkrecht zur Maschinenrichtung 20 MPa oder niedriger ist, wodurch ihre industrielle Anwendung beschränkt ist.

[0008] Im Hinblick auf eine Verbesserung der Festigkeit in der Richtung senkrecht zu der Maschinenrichtung in dieser Erfindung offenbart die japanische Offenlegungsschrift der Patentanmeldung Nr. Sho. 55-161830 eine Lösungsmittel-Streckmethode für eine mikroporöse Folie.

[0009] Diese Methode erlaubt das Strecken der Folie in Querrichtung bis etwa 300% nach dem Strecken in die Maschinenrichtung, so dass ein Gleichgewicht der Zugfestigkeiten anscheinend verbessert wurde. Jedoch sind die Zugfestigkeiten selbst sehr niedrig, so dass die Festigkeit der gestreckten Folie nahezu gleich ist von

jener einer ungestreckten Folie oder niedriger als diese und höchstens 30 MPa beträgt.

[0010] Ein Polyolefin hohen Molekulargewichts besitzt hervorragende Eigenschaften wie Schlagbeständigkeitseigenschaft, Kratzbeständigkeitseigenschaft, Eigenschaften der Beständigkeit gegenüber Chemikalien und ähnlichem, im Vergleich mit einem häufig eingesetzten Polyolefin, und wird zur Zeit in Bezug auf dessen Formen zu Folien oder Filmen untersucht.

[0011] Da Polyolefin mit hohem Molekulargewicht eine sehr viel höhere Schmelzviskosität als das häufig eingesetzte Polyolefin besitzt, kann jedoch das erstere nicht mittels einem normalen Extruder wie das häufig eingesetzte Polyolefin zu Folien oder Filmen geformt werden.

[0012] Für den Fall, dass eine Folie oder ein Film mit hervorragender Zugfestigkeit aus dem Polyolefin mit hohem Molekulargewicht erhalten werden soll, ist es üblich, dass das Polyolefin mit hohem Molekulargewicht mit einem Lösungsmittel oder einem Weichmacher imprägniert wird, die mit diesem kompatibel sind, um dessen Schmelzviskosität vor dem Formen zu einer Folie oder einem Film mittels einem konventionellen Extruder zu verringern, und es wird anschließend gestreckt oder weiterbehandelt zur Entfernung des Lösungsmittels oder Weichmachers.

[0013] Diese Lösungsmittelverfahren und Weichmacherverfahren verwenden eine große Menge eines Lösungsmittels oder Weichmachers, die mit dem Polyolefin mit hohem Molekulargewicht kompatibel sind, und eine noch viel größere Menge eines weiteren Lösungsmittels, das mit dem vorstehend genannten Lösungsmittel oder Weichmacher kompatibel ist, um das erste Lösungsmittel oder den Weichmacher zu entfernen, um die resultierende Folie porös zu machen.

[0014] Die GB-A-2251205 offenbart ein Verfahren zur Herstellung einer mikroporösen Polypropylenfolie ohne die Verwendung von Lösungsmitteln oder Weichmachern durch biaxiales Strecken einer gleichförmigen Polypropylenausgangsfolie, die durch Schlitzgießen erhalten wird.

ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

[0015] In den letzten Jahren stieg die Nachfrage nach einer porösen Folie aus Polyolefin. Bei der Verwendung eines Filtermaterials z. B. wird nach der porösen Folie im Bereich der Nahrungsmittelindustrie im Hinblick auf ihre Eigenschaften von Säurebeständigkeit und Alkalibeständigkeit und Hygiene Ausschau gehalten. Als Separator für Sekundärbatterien, die seit kurzem öffentliche Beachtung erfahren, wird die poröse Folie aufgrund ihrer chemischen Stabilität und Sicherheit erwartet. Es bestehen jedoch eine Reihe von Problemen bei der Erfüllung dieser Erwartungen. In dem vorstehend beschriebenen Extrusions- und Kaltstreckverfahren kann eine poröse Folie mit zufriedenstellender mechanischer Festigkeit nicht erhalten werden. In dem technischen Gebiet, bei dem das Polyolefin mit hohem Molekulargewicht eingesetzt wird, sind technisch oder wirtschaftlich hohe Kosten erforderlich, um der Umwelthygiene bei der Herstellung, der Sicherheit und der hygienischen und mentalen Belastung von Arbeitern gewachsen zu sein.

[0016] Es ist folglich eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung, die mechanische Festigkeit einer porösen Polypropylenfolie zu verbessern, die nach einem Extrusions- und Kaltstreckverfahren erhalten wird durch Verwendung einer biaxial gestreckten Folie oder einer Blasfolie aus Polypropylen mit einem normalen Molekulargewichtsbereich als Ausgangsfolie zur Herstellung einer porösen Folie und Unterwerfen der Ausgangsfolie einem Strecken und gegebenenfalls einer Wärmebehandlung unter einer bestimmten Bedingung.

[0017] Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines Verfahrens zur Herstellung einer porösen Folie aus Polypropylen mit hervorragender mechanischer Festigkeit und unabhängig in ihren Eigenschaften als poröse Folie wie Porengröße, Luftdurchlässigkeit und Porosität, worin eine Polypropylenfolie mit einem normalen Molekulargewicht als Ausgangsmaterial eingesetzt wird und einer Wärmebehandlung und/oder einer Streckbehandlung unter einer bestimmten Bedingung unterzogen wird, wodurch ineffiziente Schritte, denen man in einem Aspekt der Herstellung nach einem Stand der Technik unter Verwendung von Polyolefin mit hohem Molekulargewicht begegnete, sowie im Hinblick auf die Umwelthygiene und Sicherheit besorgniserregende Schritte eliminiert werden.

KURZE BESCHREIBUNG DER FIGUR

[0018] Die [Fig. 1](#) zeigt einen Metallrahmen zum Fixieren des Umfangs einer Folie zur Durchführung einer Wärmebehandlung der Folie in den experimentellen Beispielen 2–11, worin **11** für eine Schraube steht, **12** für

eine Folie vor der Behandlung und **13** für den Metallrahmen steht.

AUSFÜHRLICHE BESCHREIBUNG DER BEVORZUGTEN AUSFÜHRUNGSFORMEN DER ERFINDUNG

[0019] Die vorliegende Erfindung wurde vorgeschlagen, um die vorliegende Aufgabe zu lösen, und dessen wichtiges Kennzeichen liegt in dem Kernpunkt, dass Polypropylen mit einem normalen Molekulargewichtsbe-
reich als Ausgangsmaterial eingesetzt wird und zu einer biaxial gestreckten Folie oder Blasfolie ohne wesent-
liche Zugabe eines Weichmachers oder Lösungsmittels geformt wird und schließlich einer speziellen Behand-
lung unterzogen wird. Dabei ist bemerkenswert, dass keine wesentliche Zugabe eines Weichmachers oder Lö-
sungsmittels zu dem Ausgangspolypropylen bedeutet, dass das Polypropylen kein Additiv enthält, das die phy-
sikalischen Eigenschaften des Polypropylens verändern kann. Es ist jedoch darauf hinzuweisen, dass dies
nicht den Ausschluss von Spuren Mengen an Additiv wie einem Stabilisator bedeutet.

[0020] Gemäß einem Aspekt der vorliegenden Erfindung wird ein Verfahren, wie in Anspruch 1 offenbart, be-
reitgestellt, zur Herstellung einer porösen Folie aus Polypropylen, welches das Strecken einer biaxial gestreck-
ten Folie oder Blasfolie aus Polypropylen in uniaxialer oder biaxialer Richtung zum Porösmachen der Folie um-
fasst.

[0021] Gemäß der vorliegenden Erfindung wird ferner ein Verfahren zur Herstellung einer porösen Folie aus
Polypropylen bereitgestellt, umfassend das Unterziehen einer biaxial gestreckten Folie oder Blasfolie aus Po-
lypropylen einer Wärmebehandlung zum Verstärken von deren Kristallinität und anschließend Strecken der
Folie in wenigstens eine Richtung, um den Film porös zu machen.

[0022] Gemäß der vorliegenden Erfindung wird ferner ein Verfahren zur Herstellung der porösen Folie aus
Polypropylen bereitgestellt, worin das Ausgangspolypropylenharz eine Grenzviskosität $[\eta]$ von nicht mehr als
4 besitzt.

[0023] Gemäß der vorliegenden Erfindung wird ferner ein Verfahren zur Herstellung der porösen Folie aus
Polypropylen bereitgestellt, worin die Wärmebehandlung zur Erhöhung der Kristallinität in Gegenwart einer
ersten Flüssigkeit durchgeführt wird, die im wesentlichen nicht in der Lage ist, die biaxial gestreckte Folie oder
Blasfolie aus Polypropylen aufzulösen.

[0024] Gemäß der vorliegenden Erfindung wird ferner ein Verfahren zur Herstellung der porösen Folie aus
Polypropylen bereitgestellt, worin das Strecken von Polypropylen in uniaxialer oder biaxialer Richtung in Ge-
genwart einer ersten Flüssigkeit, welche im wesentlichen untauglich ist zur Auflösung der Polypropylenfolie,
durchgeführt wird.

[0025] Gemäß der vorliegenden Erfindung wird ferner ein Verfahren zur Herstellung der porösen Folie aus
Polypropylen bereitgestellt, worin es sich bei der ersten Flüssigkeit um einen Kohlenwasserstoff mit einem hö-
heren Siedepunkt als die Behandlungstemperatur während der Wärmebehandlung oder dem Strecken zum
Porösmachen der Folie handelt.

[0026] Gemäß der vorliegenden Erfindung wird des weiteren ein Verfahren zur Herstellung der porösen Folie
aus Polypropylen bereitgestellt, worin die Wärmebehandlung oder die Streckbehandlung in Gegenwart der
ersten Flüssigkeit durchgeführt wird, welche im wesentlichen zur Auflösung von Polypropylen untauglich ist,
die Polypropylenfolie anschließend in eine zweite Flüssigkeit eingetaucht wird, die mit der ersten Flüssigkeit
kompatibel ist, jedoch einen niedrigeren Siedepunkt als die erste Flüssigkeit besitzt und eine schlechtere Affi-
nität zu Polypropylen aufweist, und anschließend die Folie getrocknet wird.

[0027] Gemäß der vorliegenden Erfindung wird ferner ein Verfahren zur Herstellung der porösen Folie aus
Polypropylen bereitgestellt, worin die biaxial gestreckte Folie oder Blasfolie aus Polypropylen ohne Verwen-
dung eines Weichmachers oder Lösungsmittels hergestellt wird.

[0028] Im folgenden werden das Ausgangsmaterial, ein Verfahren zur Herstellung der originalen (Vorläufer-)
Folie, ein Verfahren für die Wärmebehandlung, ein Verfahren zum Strecken und die charakteristischen Eigen-
schaften der erhaltenen Folie im Hinblick auf das Verfahren zur Herstellung einer porösen Folie aus Polypro-
pylen gemäß der vorliegenden Erfindung beschrieben.

Ausgangsmaterial

[0029] Das in der vorliegenden Erfindung eingesetzte Polypropylen wird durch Polymerisieren von Polypropylen allein oder zusammen mit einem oder einer Kombination von mehreren α -Olefinen mit 4–8 Kohlenstoffatomen, z. B. durch Aufschlammungspolymerisation mittels einem Ziegler-Katalysator oder Gasphasenpolymerisation mittels einem Metallocen-Katalysator hergestellt.

[0030] Bei dem Polypropylen handelt es sich bevorzugt um ein Homopolymer von Propylen und im Fall eines Polypropylenopolymers beträgt die Menge eines solchen Copolymers 5 Mol-% oder weniger.

[0031] Im Hinblick auf das Molekulargewicht des Polymers bestehen keine Beschränkungen, solange keine Schwierigkeiten zum Zeitpunkt des Formens auftreten. Um die Formfähigkeit mit einer hohen Festigkeit kompatibel zu machen, beträgt die Grenzviskosität $[\eta]$ vorzugsweise mindestens 1 dl/g, bevorzugt mindestens 2 dl/g, jedoch nicht mehr als 4 dl/g.

[0032] Wenn die Grenzviskosität $[\eta]$ weniger als 1 dl/g beträgt, so kann der Vorgang zur Porösmachung der Folie erschwert werden.

[0033] Das Polypropylen, das in der vorliegenden Erfindung eingesetzt wird, kann mit verschiedenen Additiven, die üblicherweise für Polypropylen verwendet werden, versehen werden, wie einem Wärmebeständigkeitsstabilisator, einem Witterungsbeständigkeitsstabilisator, einem Schmiermittel, einem Anti-Blocking-Mittel, einem Gleitmittel, einem Pigment usw., in Mengen, die nicht dem Verwendungszweck der vorliegenden Erfindung beschädigen.

Original (Vorläufer-) Folie

[0034] Von den Polypropylenfolien können jene mit einer Grenzviskosität $[\eta]$ von mindestens 1 dl/g nach einem gewöhnlichen Folienformverfahren wie einem biaxialen Streckverfahren oder Blasfilmformverfahren erhalten werden.

[0035] Als Streckverfahren kann ein beliebiges der im allgemeinen verwendeten Verfahren angewendet werden, wie z. B. ein sequenzielles biaxiales Streckverfahren, worin ein üblicherweise verwendeter T-Düsen-Film nach dem Formen in einer Maschinenrichtung mittels einer Walze oder ähnlichem gestreckt wird und anschließend in Querrichtung dazu mittels einem Spannrahmen gestreckt wird, und nach einem simultanen biaxialen Streckverfahren, worin der Film simultan mittels einer Spannrahmenklammer biaxial gestreckt wird. Die Blasfolien-Formmethode kann mit Hilfe einer konventionellen Formvorrichtung durchgeführt werden, indem ein Ausweitungsverhältnis und ein Ziehverhältnis geeignet gewählt werden (ein Verhältnis einer Folienaufnahme-rate zu einer Harzextrusionsrate in der Düse).

[0036] Bei der so erhaltenen Folie handelt es sich um eine nichtporöse Folie vorzugsweise mit einer Grenzviskosität $[\eta]$ von mindestens 1 dl/g, noch bevorzugter von mindestens 2 dl/g, jedoch nicht mehr als 4 dl/g, einer Zugfestigkeit von mindestens 50 MPa in Maschinenrichtung (maschine direction, MD), einer Zugfestigkeit von mindestens 50 MPa in Querrichtung (transverse direction, TD) und einem Feuchtigkeitsdurchlässigkeitskoeffizienten von nicht mehr als 10 g·mm/m²·Tag. Im Hinblick auf die Dicke der erhaltenen Folie bestehen keine Beschränkungen, solange die resultierende poröse Folie die Feuchtigkeitsdurchlässigkeitsbedingung erfüllt, jedoch liegt die Dicke vorzugsweise bei 1–100 μ m, noch bevorzugter bei 10–50 μ m für eine gute Handhabbarkeit bei dem folgenden Streckschritt.

[0037] Die Kristallinität der Folie, bestimmt aus der Kristallfusionswärme, die mittels einem Differentialscanningkalorimeter (DSC) gemessen wird, beträgt mindestens 40%, vorzugsweise mindestens 45%. Eine Folie, die nach dem vorstehend beschriebenen Formverfahren erhalten wird und eine Kristallinität von nicht mehr als 40% aufweist, neigt dazu, ihre Porosität zu verringern und ist daher nicht bevorzugt beim Strecken zur Erstellung der Porosität.

Verfahren zur Wärmebehandlung

[0038] Eine Wärmebehandlung der Folie, die nach dem vorstehend genannten Formverfahren erhalten wird, kann gemäß einem Behandlungsverfahren und unter Bedingungen durchgeführt werden, unter denen die Kristallinität der behandelten Folie 50% übersteigen kann, z. B. innerhalb eines Temperaturbereichs von 100°C bis zum Schmelzpunkt oder der Auflösungstemperatur von Polypropylen und über einen Zeitraum von mehr als 1

Minute. In diesem Fall wird die ungestreckte Folie vorzugsweise in wenigstens einer Richtung gespannt oder fixiert, bevorzugt in orthogonale Richtungen, um das Schrumpfen zu verhindern.

[0039] Es ist selbstverständlich, dass eine weitere Wärmebehandlung für die nach der vorstehend beschriebenen Formbehandlung erhaltene Folie mit einer Kristallinität von mindestens 40% im Hinblick auf eine weitere Erhöhung der Kristallinität bevorzugt ist, um eine hohe Porosität beizubehalten, wenn der Film porös gemacht wird.

[0040] Die Wärmebehandlung der Folie vor dem Strecken wird unter Spannung der Folie durchgeführt, oder in anderen Worten, durch Fixieren der Folie in wenigstens eine Richtung, bevorzugt orthogonale Richtungen.

[0041] In dem Fall, dass eine Blasfolie als Ausgangsfolie eingesetzt wird, kann der Porendurchmesser der erhaltenen porösen Folie über ihr Ziehverhältnis eingestellt werden. Wenn das Ziehverhältnis niedrig ist, neigen die Porendurchmesser der Folie dazu, größer zu werden. Im Gegensatz dazu wird der Porendurchmesser geringer, wenn das Ziehverhältnis größer wird.

[0042] In dem Fall, dass die Ausgangsfolie vor der Wärmebehandlung in zwei Richtungen fixiert wird, führt die Auswahl einer optimalen Bedingung der vorstehend genannten Behandlung dazu, dass die anschließende Streckbehandlung weggelassen werden kann, und dass die Folie in diesem Stadium porös gemacht wird. Wenn ein bestimmtes, im folgenden genanntes Lösungsmittel eingesetzt wird, lässt man die behandelte Folie unter der Fixierbedingungen trocknen, um dadurch eine poröse Folie zu erhalten.

[0043] Bei der Atmosphäre für die Wärmebehandlung kann es sich um Luft handeln, jedoch kann die Wärmebehandlung auch in einer ersten Flüssigkeit durchgeführt werden, die zur Auflösung von Polypropylen im wesentlichen untauglich ist. Unter dem Ausdruck "im wesentlichen untauglich zur Auflösung" versteht man, dass wenigstens ein Teil des Polypropylens bei der Behandlungstemperatur aufquillt oder sich löst, es jedoch insgesamt in Form einer Folie erhalten bleibt. Folglich ist ein Lösungsmittel, das fähig ist, das gesamte Polypropylen aufzulösen, von der ersten Flüssigkeit ausgeschlossen.

[0044] Die Kristallinität von Polypropylen kann verstärkt werden, wenn die hergestellte Polypropylenvorläuferfolie in wenigstens eine Richtung gespannt wird und in die erste Flüssigkeit eingetaucht wird, die Polypropylen bei der Behandlungstemperatur im wesentlichen nicht auflöst.

[0045] Beispielhaft für diese erste Flüssigkeit sind niedere aliphatische Alkohole wie z. B. Ethanol, Propanol, Butylalkohol und Amylalkohol; niedere aliphatische Ketone wie z. B. Aceton, Methylethylketon und Cyclohexanon; niedere aliphatische Ester wie z. B. Ethylformat oder Butylacetat; halogenierte Kohlenwasserstoffe wie z. B. Tetrachlorkohlenstoff, Trichlorethylen, Perchlorethylen und Chlorbenzol; Kohlenwasserstoffe wie z. B. Heptan, Cyclohexan, Octan, Decan und Dodecan; Stickstoff enthaltende organische Verbindungen wie z. B. Pyridin, Formamid und Dimethylformamid und Ether wie z. B. Methylether, Ethylether und Dioxan. Glycole wie z. B. Monoethylenglycol, Diethylenglycol und Triethylenglycol wie auch Siliconöle, die im allgemeinen als Wärmeheizmedium eingesetzt werden können, sind ebenfalls bevorzugte erste Flüssigkeiten.

[0046] Diese Flüssigkeiten können als eine Mischung von zweien oder mehreren eingesetzt werden. Warmes oder heißes Wasser, das einen grenzflächenaktiven Stoff enthält, ist ebenfalls als erste Flüssigkeit wirksam, jedoch sind Benzol, Xylol und Tetralin nicht bevorzugt, da diese Lösungsmittel Polypropylen bei der Behandlungstemperatur auflösen. Die ersten Flüssigkeiten, die für Polypropylen bevorzugt sind, sind n-Decan und n-Dodecan.

Eintauchen in eine Flüssigkeit mit niederem Siedepunkt und Trocknen

[0047] Die Folie, die der Wärmebehandlung in der ersten Flüssigkeit unterworfen worden ist, wird anschließend einer Trocknungsbehandlung unterworfen. Je nach Art der für die Behandlung eingesetzten Flüssigkeit kann die Flüssigkeit mittels direktem Trocknen mit warmem oder heißem Gebläse verdampft werden, wenn der Film in zwei Richtungen zur Verhinderung von Schrumpfung fixiert ist. In dem Fall einer ersten Flüssigkeit, die eine relativ langsame Trocknungsgeschwindigkeit besitzt, ist es bevorzugt, dass die behandelte Folie in eine zweite Flüssigkeit eingetaucht wird, die mit der ersten Flüssigkeit kompatibel ist und einen niedrigeren Siedepunkt als die erste Flüssigkeit besitzt, jedoch eine schlechtere Affinität zu Polypropylen aufweist, und anschließend getrocknet wird. Beim Trocknen wird die behandelte Folie vorzugsweise in wenigstens einer Richtung fixiert, noch bevorzugter in zwei Richtungen.

[0048] Beispielhaft für die verwendbare zweite Flüssigkeit sind Kohlenwasserstoffe mit niederem Siedepunkt wie z. B. Hexan und Heptan, chlosubstituierte Kohlenwasserstoffe mit niederem Siedepunkt wie z. B. Methylchlorid und chlor- oder fluorsubstituierte Kohlenwasserstoffe mit niederem Siedepunkt wie z. B. 1,2-Dichlor-2,2,2-trifluorethan, 1,1-Dichlor-1-fluorethan, 1,3-Dichlor-1,1,2,2,3-pentafluorpropan und 2,2,3,3,3-Pentafluorpropanol. Im Hinblick auf die Eintauchtemperatur und die Eintauchdauer werden eine minimale Temperatur und ein kürzester Zeitraum gewählt, solange ein Austausch der Flüssigkeiten unterhalb der Wärmebehandlungstemperatur vollständig durchgeführt ist.

[0049] Die so erhaltene poröse Folie kann einer Wärmefixierungsbehandlung unterworfen werden, um Falten auf der Folie zu entfernen, um die Porosität und die Dicke der Folie einzustellen, und um den Oberflächenabriebkoeffizienten der Folie zu minimieren. Als Bedingungen für die Wärmefixierungsbehandlung werden Temperatur, Behandlungszeit und ähnliches geeigneterweise in einer gasförmigen Atmosphäre (Luft) gewählt.

Streckverfahren

[0050] Das Strecken wird bei einer Temperatur unterhalb des Schmelzpunktes der Vorläuferfolie durchgeführt. Die untere Grenze der Strecktemperatur ist vorzugsweise 150°C bis 168°C, noch bevorzugter 160°C bis 168°C, auch wenn sie von der Art des Polypropylens und dem Schmelzpunkt der Vorläuferfolie abhängt. Ein Streckverhältnis ist in diesem Fall nicht bestimmt und variiert je nach Vorläuferfolie, jedoch ist ein höheres Streckverhältnis im Hinblick auf die Festigkeit und Durchlässigkeit bevorzugt.

[0051] Die Streckbehandlung kann in einer Atmosphäre von Luft oder in Kontakt mit der ersten Flüssigkeit, wie vorstehend bei der Wärmebehandlung beschrieben, durchgeführt werden, die im wesentlichen untauglich ist, die Folie vor dem Strecken bei einer Streckbehandlungstemperatur aufzulösen.

[0052] Eine Methode zum Strecken der Folie kann ein beliebiges uniaxiales Strecken sein, bei dem die Schrumpfung in Querrichtung (Breitenverlust) minimiert wird, das uniaxiale Strecken, worin die Schrumpfung in Querrichtung mittels Spannrahmenklammern verhindert wird, das sequentielle oder simultane biaxiale Strecken, worin ein Gesamt-Spannrahmenklammer-System verwendet wird, wie bei einem normalen biaxialen Strecktestapparat, das kontinuierliche und sequentielle biaxiale Strecken, worin ein erster Streckschritt mittels einem Paar von Walzen und ein zweiter Streckschritt anschließend mittels Spannrahmenklammern (tenter clips) in Querrichtung durchgeführt werden und das kontinuierliche und simultane biaxiale Strecken, worin ein kontinuierliches Spannrahmenklammer-System eingesetzt wird.

[0053] Nach Beendigung der Streckbehandlung oder der Wärmebehandlung und Streckung kann die Folie einer Wärmebehandlung unterzogen werden, unter der Bedingung der Fixierung der Folienenden an der Luft im Hinblick auf die Verhinderung von Schrumpfen oder Faltenbildung in der Folie.

Poröse Polypropylenfolie

[0054] Die nach der vorliegenden Erfindung hergestellte Folie ist eine poröse Folie, worin Mikrofibrillen gleichmäßig dispergiert worden sind und die eine geeignete Porosität als poröse Folie, eine darauf beruhende Feuchtigkeitsdurchlässigkeit wie auch eine hervorragende Zugfestigkeit besitzt.

[0055] Die Zugfestigkeit der porösen Folie aus Polypropylen, die nach der vorliegenden Erfindung erhalten wird, liegt bei mindestens 35 MPa, bevorzugt mindestens 50 MPa, noch bevorzugter bei mindestens 70 MPa in Maschinenrichtung und Querrichtung, berechnet auf der Basis der aktuellen Querschnittsfläche der Folie.

[0056] Die Porosität der so erhaltenen Folie beträgt nicht mehr als 80%, vorzugsweise nicht mehr als 60%, noch bevorzugter nicht mehr als 50% und besonders bevorzugt innerhalb des Bereichs von 10 bis 50% durch geeignetes Auswählen der Wärmebehandlungs- und der Streckbedingungen der Ausgangsfolie aus den vorstehend genannten Bereichen.

[0057] Die Feuchtigkeitsdurchlässigkeit der porösen Folie gemäß der vorliegenden Erfindung ist vorzugsweise mindestens 20 g/m² Tag, vorzugsweise mindestens 40 g/m² Tag. Bei der Streckbehandlung und der Wärmebehandlung der Folie gemäß der vorliegenden Erfindung sind Änderungen der Grenzviskosität $[\eta]$ innerhalb der Messfehler und somit gering.

[0058] Die vorstehend genannten Charakteristiken der vorliegenden Erfindung wurden nach den folgenden Verfahren gemessen:

Dicke der Folie

[0059] Die Dicke der Folie wurde mittels einem Foliendickenmessgerät namens MiniAx (Model DH-150), hergestellt von Tokyo Seimitsu KK, gemessen.

Porosität

[0060] Eine Folienprobe wurde abgewogen und die Dicke als eine dichte Folie wurde durch Berechnung bestimmt, unter der Annahme einer Dichte der Folie von 0,91 g/cc. Die Porosität wurde unter Verwendung der folgenden Gleichung bestimmt, im Vergleich zu dem Wert, der mittels dem vorgenannten Foliendickenmessapparat bestimmt wurde:

$$\text{Porosität (Vol.-%)} = \frac{T_0 - T_w}{T_0} \times 100$$

worin T_0 für die Dicke der aktuellen Folie steht, gemessen mittels dem Foliendickenmessapparat und T_w für die Dicke einer dichten Folie mit 0% Porosität steht, berechnet durch Berechnung aus dem Gewicht.

(Zugfestigkeit) und (Dehnung beim Bruch)

[0061] Diese Faktoren wurden gemessen und berechnet bei Raumtemperatur (23°C) mittels einem Zugfestigkeitstestgerät namens Tensilon (Model RTM 100), hergestellt von Orientec Sha, in Übereinstimmung mit der ASTM D882, Methode A (Breite der Testproben: 15 mm).

(Feuchtigkeitsdurchlässigkeit) und (Feuchtigkeitsdurchlässigkeitskoeffizient)

[0062] Calciumchlorid wurde in einen feuchtigkeitsdurchlässigen Becher eingeführt und mit einer Testprobe fest verschlossen. Das Calciumchlorid wurde durch die Testprobe hygroskopisch und veränderte sein Gewicht. Das veränderte Gewicht wurde mit einer Präzisionswaage gemessen und die Feuchtigkeitsdurchlässigkeit wurde nach der folgenden Gleichung berechnet:

$$\text{Feuchtigkeitsdurchlässigkeit (g/m}^2 \cdot \text{Tag)} = \frac{P}{Q}$$

worin P für ein verändertes Gewicht der Testprobe pro Tag ausgedrückt in g steht und Q für eine feuchtigkeitsdurchlässige Fläche der Testprobe ausgedrückt in m^2 steht.

[0063] Der Feuchtigkeitsdurchlässigkeitskoeffizient wurde nach der folgenden Gleichung berechnet.

$$\text{Feuchtigkeitspermeabilitätskoeffizient (g} \cdot \text{mm/m}^2 \cdot \text{Tag)} = X \cdot Y \text{ (mm)}$$

worin X für den Wert der wie vorstehend berechneten Feuchtigkeitsdurchlässigkeit steht und Y für eine Dicke der Testprobe steht.

[0064] Es sei noch angemerkt, dass der Test unter den folgenden Bedingungen durchgeführt wurde: Temperatur 40°C und Feuchtigkeit 90%, und eine zylindrische Kappe mit einem Durchmesser von 60 mm wurde als Kappe verwendet.

Luftdurchlässigkeit

[0065] Die Luftdurchlässigkeit der Folie wurde in Übereinstimmung mit der ASTM D726 mittels einem Standard Gurley Densometer gemessen (Toyo Seiki Seisakusho: Gurley Densometer Typ B) zum Messen der Gurley-Sekunden.

Kristallinität

[0066] Die Kristallinität, auf die in der vorliegenden Erfindung Bezug genommen wird, wurde durch Berech-

nung als Verhältnis einer Fusionswärme zu einer theoretischen Wärme der Kristallfusion bestimmt, wobei die Fusionswärme simultan zum Zeitpunkt der Messung des Schmelzpunktes gemäß der ASTM D 3417 mittels einem Differentialscanningkalorimeter (DSC) gemessen wurde.

BEISPIELE

[0067] Die vorliegende Erfindung wird im folgenden ausführlich mit Hilfe von Beispielen beschrieben, diese Beispiele sind jedoch nur als Erklärung für bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung angegeben und sind nicht als Beschränkung der Erfindung auf diese Beispiele auszulegen, außer sie überschreiten den wie in den Ansprüchen definierten Bereich.

Experimentelles Beispiel 1

[0068] Eine biaxial gestreckte Folie aus Polypropylen (hergestellt von Tocco Brand (OP U-O), Nr. 20, Grenzviskosität 2,9 dl/g (gemessen in Übereinstimmung mit der ASTM D4020)) wurde als Vorläuferfolie eingesetzt.

[0069] Die Tabelle 1 zeigt ein Ergebnis der Messung, die für die physikalischen Eigenschaften der verwendeten Folie durchgeführt wurde.

Tabelle 1

Exp. Nr.	Dicke (μm)	Zugfestigkeit		Dehnung		Kristallinität (%)	Feuchtigkeitsdurchlässigkeit ($\text{g/m}^2\cdot\text{Tag}$)	Feuchtigkeit P. C* ($\text{gmm/m}^2\cdot\text{Tag}$)
		MPA		(%)				
		MD	TD	MD	TD			
1	19,9	141	291	179	31	50,3	11,5	0,23

Bemerkung

MD: Maschinenrichtung

TD: Querrichtung

P. C.: Durchlässigkeitskoeffizient

Experimentelle Beispiele 2 bis 11 – (keine Beispiele gemäß der vorliegenden Erfindung)

Porösmachen durch Wärmebehandlung

[0070] Unter Verwendung der Folie aus dem experimentellen Beispiel 1 wurde eine Wärmebehandlung wie folgt durchgeführt: Wie aus der [Fig. 1](#) hervorgeht, wurde die Vorläuferfolie (12) zwischen ein Paar Metallrahmen (13) aus Edelstahl gehalten und in allen Richtungen durch Fixieren der oberen und unteren Rahmen (up-and-down frames) mit einer Schraube (i) fixiert. Die Vorläuferfolie in diesem Zustand wurde in einen Tank eingetaucht, der mit einem Behandlungsmedium gefüllt war und man ließ sie für einen gegebenen Zeitraum stehen. Die mit dem Metallrahmen fixierte Folie wurde als solche in einen Behälter eingetaucht, der mit Hexan gefüllt war und bei Raumtemperatur (23°C) gehalten wurde, und man ließ sie für 10 Minuten stehen, um dadurch das Behandlungsmedium auszutauschen. Der Metallrahmen wurde anschließend aus dem Hexan entfernt und bei Raumtemperatur (23°C) luftgetrocknet. Die Folie wurde anschließend aus dem Metallrahmen entnommen und als Testprobe für Messungen verwendet. Die Tabellen 2 und 3 zeigen die Behandlungsbedingungen und deren Ergebnisse.

[0071] In den experimentellen Beispielen 5 und 9 war die Behandlungstemperatur so überhöht, dass das Polypropylen aufgelöst wurde.

[0072] In den experimentellen Beispielen 10 und 11, worin ein Siliconöl als Behandlungsmedium eingesetzt wurde, war die Feuchtigkeitsdurchlässigkeit der Folie nicht zufriedenstellend, wenn die Folie lediglich in das Lösungsmittel eingetaucht wurde.

Tabelle 2

Exp. Nr.	Behandlungsmedium	Behandlungstemperatur (°C)	Behandlungszeit (Min.)
2	flüssiges Paraffin *	140	1
3	flüssiges Paraffin *	152	1
4	flüssiges Paraffin *	154	1
5	flüssiges Paraffin *	156	1
6	flüssiges Paraffin *	152	5
7	n-Decan	120	1
8	n-Decan	132	1
9	n-Decan	140	1
10	Siliconöl **	160	1
11	Siliconöl **	168	1

Bemerkungen

* hergestellt von Witco: Carnation (Viskositätsindex: cSt/40°C = 11–14)

** hergestellt von Toshiba Silicone KK, Siliconöl TSF 451-200

Tabelle 3

Exp. Nr.	Zustand der Folie	Dicke (µm)	Porosität (%)	T. S. (MPa)		Dehnung (%)		Luftdurchlässigkeit (Sek./10 ml)	Feuchtigkeitsdurchlässigkeit (g/m²·Tag)	Kristallinität (%)
				MD	TD	MD	TD			
2	leicht blau-weiß	22,1	2,3	133	292	224	37	*	27	52,9
3	blau-weiß	24,6	18,5	118	241	270	43	892	108	55,9
4	weiß	23,1	21,5	95	152	254	26	417	367	55,6
5	aufgelöst	-	-	-	-	-	-	-	-	-
6	blau-weiß	25,2	18,5	115	233	265	41	1472	85	55,8
7	leicht blau-weiß	22,8	4,8	130	296	223	40	*	42	54,7
8	blau-weiß	25,0	13,9	107	221	243	48	1054	61	55,8
9	aufgelöst	-	-	-	-	-	-	-	-	-
10	transparent	20,0	-	133	290	165	35	*	13	53,5
11	transparent	20,1	-	135	285	160	32	*	15	53,7

Bemerkungen

T. S.: Zugfestigkeit

MD: Maschinenrichtung

TD: Querrichtung

* wenigstens 2000 Sek./10 ml

Strecken zur Porösmachung der Folie

[0073] Die Folie, die in dem experimentellen Beispiel 1 erhalten worden war, wurde einem breitendefinierten uniaxialen Strecken oder einem sequentiellen biaxialen Strecken unter den in der Tabelle 4 dargestellten Bedingungen in Gegenwart eines Siliconöls (Toshiba Silicone KK, Marke: TSF 451-200) unterworfen, mit Hilfe einer biaxialen Streckvorrichtung vom Typ Spannrahmenklammer, um die Folie porös zu machen. Der Streckvorgang wurde 1 Minute, nachdem die Folie in einen Streckbehälter, der bei einer vorbestimmten Temperatur gehalten wurde, eingeführt wurde, gestartet. Eine Streckgeschwindigkeit war konstant, wobei die Anfangsgeschwindigkeit bei 500% pro Minute in Distortionsgeschwindigkeit für die Länge der Testprobe lag.

[0074] Die Tabelle 4 zeigt die Streckbedingungen für die Folie, während die Tabelle 5 die Eigenschaften der gestreckten Folie zeigt.

Tabelle 4

Exp. Nr.	Strecktemperatur (°C)	Streckverhältnis	
		MD	TD
12	160	1,5	1,0
13	160	2,0	1,0
14	168	1,5	1,0
15	160	1,2	1,2

Bemerkungen

MD: Maschinenrichtung

TD: Querrichtung

Tabelle 5

Exp. Nr.	Zustand der Folie	Dicke (µm)	Porosität (%)	T. S. (MPa)		Dehnung (%)		Luftdurchlässigkeit (Sek./10 ml)	Feuchtdurchlässigkeitsdurchlässigkeit (g/m ² ·Tag)	Kristallinität (%)
				MD	TD	MD	TD			
12	blau-weiß	17,8	20,8	167	218	91	36	57	2460	52,1
13	blau-weiß	16,5	32,2	148	144	41	30	17	6530	53,3
14	weiß	17,4	24,8	167	174	92	25	32	3250	54,7
15	blau-weiß	19,5	30,1	123	159	63	39	21	5320	52,8

Bemerkungen

T. S.: Zugfestigkeit

MD: Maschinenrichtung

TD: Querrichtung

Experimentelles Beispiel 16

Wärmebehandlung, gefolgt von Strecken zur Porösmachung der Folie

[0075] Eine Wärmebehandlung wurde auf gleiche Art und Weise wie im Experiment Nr. 8 beschrieben in n-Decan als Behandlungsmedium durchgeführt. Vor dem Eintauchen in Hexan wurde eine breitenfixierte uniaxiale Streckbehandlung in n-Decan durchgeführt, das bei der gleichen Temperatur (132°C) wie die Behand-

lungstemperatur gehalten wurde. Die Streckbehandlung wurde auf gleiche Art und Weise wie in den experimentellen Beispielen 12 bis 15 durchgeführt, wobei die Streckgeschwindigkeit zweimal schneller in Maschinenrichtung war.

[0076] Die Tabelle 6 zeigt die Eigenschaften der gestreckten Folie.

Tabelle 6

Exp. Nr.	Zustand der Folie	Dicke (μm)	Porosität (%)	T. S. (MPa)		Dehnung (%)		Luftdurchlässigkeit (Sek./10 ml)	Feuchtigkeitsdurchlässigkeit (g/m ² ·Tag)	Kristallinität (%)
				MD	TD	MD	TD			
16	blau-weiß	23,5	35,0	141	137	42	31	14	7230	54,3

Bemerkungen

T. S.: Zugfestigkeit
MD: Maschinenrichtung
TD: Querrichtung

Experimentelle Beispiele 17 bis 19

[0077] Unter Verwendung eines üblichen Blasfolienapparates (hergestellt von Thermoplastics, Extruder: 30 mm $\varnothing$, L/D = 25, Aufnahmemaschine Modell 4-18) wurde eine Folie unter den folgenden Bedingungen hergestellt:

[0078] Unter Verwendung von Polypropylen (hergestellt von Mitsui Petrochemical Industries, Ltd., Markenname: B200, MFR = 0,5 g/10 Min., Grenzviskosität: 3,5 dl/g) als Ausgangsmaterial, wurde eine Blasfolie mit einer gefalteten Breite von 200 mm durch Einstellung der vorbestimmten Temperaturen von Extruder, Adapter und Düsentteilen auf jeweils 230°C, 230°C und 230°C, einem Verhältnis der Folieneinlaufgeschwindigkeit zur Harzextrusionsgeschwindigkeit am Düsenteil (Ziehverhältnis) von 10 und einem Ausweitungsverhältnis von 2 hergestellt. Die Grenzviskosität [μ] der resultierenden Folie betrug 3,3 dl/g. Die Tabelle 7 zeigt die Eigenschaften der resultierenden Folie.

Tabelle 7

Exp. Nr.	Dicke (μm)	Zugfestigkeit (MPa)		Dehnung (%)		Kristallinität (%)	Feuchtigkeitsdurchlässigkeit (g/m ² ·Tag)	Feuchtigkeit P. C (gmm/m ² ·Tag)
		MD	TD	MD	TD			
17	62,0	67	63	947	950	46,5	10	0,62

Bemerkungen

MD: Maschinenrichtung
TD: Querrichtung
und P. C.: Permeabilitätskoeffizient

[0079] Die Blasfolie wurde einer Wärmebehandlung für 3 Minuten in einem Umluftofen, der bei 160°C gehalten wurde, unterzogen und anschließend einer breitenfixierten uniaxialen Streckbehandlung oder einer sequentiellen biaxialen Streckbehandlung in einem Siliconöl (hergestellt von Toshiba Silicone KK, TSF-451-200) unterworfen. Da die Streckbehandlung nicht gleichmäßig bei einer höheren Temperatur durchgeführt werden konnte, wurde sie unter einer relativ niedrigen Temperaturbedingung ausgeführt. Die Streckbehandlung wurde eine Minute, nachdem der Film in einen Streckbehälter eingetaucht wurde, der bei einer vorbestimmten Temperatur eingestellt war, initiiert. Das Streckverhältnis war konstant, wobei die Anfangsgeschwindigkeit 500%/Min. in Distorsionsgeschwindigkeit für die Länge der Probe betrug.

[0080] Die Tabelle 8 zeigt die Streckbedingungen, während die Tabelle 9 die Charakteristiken der gestreckten Folie zeigt.

Tabelle 8

Exp. Nr.	Strecktemperatur (°C)	Streckverhältnis	
		MD	TD
18	80	2,0	1,0
13 (19)	80	2,0	2,0

Bemerkungen

MD: Maschinenrichtung

TD: Querrichtung

Tabelle 9

Exp. Nr.	Zustand der Folie	Dicke (µm)	Porosität (%)	T. S. (MPa)		Dehnung (%)		Luftdurchlässigkeit (Sek./10 ml)	Feuchtigkeitsdurchlässigkeit (g/m²·Tag)	Kristallinität (%)
				MD	TD	MD	TD			
18	blau-weiß	45,1	48,1	103	38	970	130	27	4510	52,4
19	blau-weiß	42,1	54,3	52	51	430	600	10	8540	52,7

Bemerkungen

MD: Maschinenrichtung

TD: Querrichtung

Experimentelles Beispiel 20

[0081] Eine Blasfolie wurde auf gleiche Art und Weise wie im experimentellen Beispiel 17 beschrieben hergestellt, außer dass das Ziehverhältnis auf 18 abgeändert wurde. Die Tabelle 10 zeigt die Eigenschaften der erhaltenen Folie.

Tabelle 10

Exp. Nr.	Dicke des Films (µm)	Zugfestigkeit (MPa)		Dehnung (%)		Kristallinität (%)
		MD	TD	MD	TD	
20	34,7	76	60	720	780	44,9

Bemerkungen

MD: Maschinenrichtung

TD: Querrichtung

Wärmebehandlung zum Porösmachen der Folie und Wärmebehandlung, gefolgt von Strecken zum Porösmachen der Folie

[0082] Unter Verwendung der Folie aus Beispiel Nr. 20 wurde eine Wärmebehandlung auf gleiche Art und Weise wie in den experimentellen Beispielen 2 bis 11 dargestellt durchgeführt. Ein Teil der Folie, die der Wärmebehandlung unterzogen wurde, wurde weiter mit einer biaxialen Streckvorrichtung vom Typ Spannrahmenklammer behandelt, um die Folie biaxial zu Strecken. Die Tabellen 11 und 12 zeigen die Bedingungen für die Wärmebehandlung und die optionale Streckbehandlung und ein Ergebnis der jeweiligen Behandlungen.

Tabelle 11

Exp. Nr.	Behandlungs- medium	Behandlungs- temperatur (°C)	Behandlungszeit (Min.)	Streckbehandlung	Streckverhältnis	
					MD	TD
21	flüssiges Paraffin	140	1	Keine	-	-
22	flüssiges Paraffin	154	1	Ja	2	2

Bemerkungen

MD: Maschinenrichtung

TD: Querrichtung

Tabelle 12

Exp. Nr.	Zustand der Folie	Dicke (µm)	Porosität (%)	T. S. (MPa)		Dehnung (%)		Luftdurchlässigkeit (Sek./10 ml)	Kristallinität (%)
				MD	TD	MD	TD		
21	weiß	34,2	18,3	45	18	313	112	161,0	50,5
22	weiß	14,5	47,0	52	51	430	600	9,1	52,1

Bemerkungen

T. S.: Zugfestigkeit

MD: Maschinenrichtung

TD: Querrichtung

[0083] Es konnte gefunden werden, dass eine zufriedenstellende Festigkeit im Experiment Beispiel 21 nicht erzielt werden konnte, bei dem lediglich die Wärmebehandlung durchgeführt wurde. Nebenbei sei angemerkt, dass die Feuchtheitsdurchlässigkeit dieser Folie mindestens 20 g/m²-Tag im Hinblick auf ihre Luftdurchlässigkeit betragen würde.

Wirkung der Erfindung

[0084] Mit dem Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung wird eine poröse Folie aus Polypropylen mit hervorragender Zugfestigkeit bereitgestellt, erhalten durch Unterwerfen einer luftundurchlässigen Polypropylenfolie, die ohne wesentliche Verwendung eines Weichmachers und eines Lösungsmittels erhalten worden ist, einer Streckbehandlung und/oder Wärmebehandlung. Diese Folie ist vorzugsweise für zahlreiche industrielle Bereiche einsetzbar, wie z. B. als Verpackungsmaterialien für Nahrungsmittel, Filtermaterialien für Präzisionsfiltration und Separatoren für Batterien, insbesondere als Folie für Druckanwendungen, Basisfolie zum Kleben, luftdurchlässige Folie und ähnliches.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer porösen Folie aus Polypropylen, welches das Unterwerfen einer biaxial gestreckten Folie oder Blasfolie aus Polypropylen einer uniaxialen oder biaxialen Streckung umfasst.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, worin die biaxial gestreckte Folie oder Blasfolie vor der uniaxialen oder biaxialen Streckung einer Wärmebehandlung unterzogen wurde.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1 oder Anspruch 2, worin die Ausgangs-Polypropylenfolie eine Grenzviskosität $[\eta]$ von nicht mehr als 4 hat.
4. Verfahren gemäß Anspruch 2 oder Anspruch 3, umfassend das Durchführen der Wärmebehandlung in Gegenwart einer Flüssigkeit, welche im Wesentlichen untauglich zur Auflösung der biaxial gestreckten Folie oder Blasfolie aus Polypropylen ist.

5. Verfahren gemäß einem beliebigen der Ansprüche 1 bis 4, worin das Strecken in uniaxialer oder biaxialer Richtung in Gegenwart einer im Wesentlichen zur Auflösung von Polypropylenfolie untauglichen Flüssigkeit ausgeführt wird.

6. Verfahren gemäß Anspruch 4 oder 5, worin die Flüssigkeit ein Kohlenwasserstoff mit einem höheren Siedepunkt als die Behandlungstemperatur während der Wärme- oder Streckbehandlung ist.

7. Verfahren gemäß irgendeinem der Ansprüche 2 bis 6, umfassend das Durchführen der Wärmebehandlung oder des Streckens in Anwesenheit einer ersten Flüssigkeit, welche im Wesentlichen zur Auflösung von Polypropylen untauglich ist, dann das Eintauchen der Polypropylenfolie in eine zweite Flüssigkeit, welche mit der ersten Flüssigkeit kompatibel ist, aber einen niedrigeren Siedepunkt als die erste Flüssigkeit hat und eine schlechte Affinität zu Polypropylen hat und danach das Trocknen der Folie.

8. Verfahren gemäß irgendeinem der vorhergehenden Ansprüche, worin die biaxial gestreckte Folie oder Blasfolie ohne Verwendung eines Weichmachers oder Lösungsmittels erhalten wird.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

FIG. 1

