

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 880588 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **880588**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
**C08L 23/08
C08K 5/20
C08L 33/06
C08F210/02**

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **09.02.1988**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **09.02.1988**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **03.01.1989**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(32) (33) (31) Etuokeus - Prioritet - Priority

02.07.1987 US 069471

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Dow Global Technologies Inc., Washington Street, 1790 Building, Midland, MI 48674, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •McKinney, Osborne K., Lake Jackson, TX 77566, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

2 •Rowland, Michael E., USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

3 •Castello, Alfred F., USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

**Eteeni-akryylihapotyyppisiä interpolymeerikoostumuksia ja kalvoja, joilla on parannettu luistavuus ja pienennetty tarttuvuus
Interpolymerkompositioner och membraner av eten-akrylsyratyp, vilka har förbättrad glidbarhet och förminskad fästförmåga**

Eteeni-akryylihapppyypiksiä interpolymeerikoostumuksia ja kalvoja, joilla on parannettu luistavuus ja pienennetty tarttuvuus

5 Tämä keksintö koskee koostumuksia, jotka sisältävät akryylihapon, metakryylihapon ja niiden ionomeerien kanssa interpolymeroitua eteeniä ja lisäaineita, jotka oleellisesti vähentävät koostumuksesta valmistettujen kalvojen ja päällysteiden tarttuvuutta ja/tai parantavat niiden
10 luistavuusominaisuuksia.

Erilaisista eteeni-interpolymeereistä, nimittäin eteeni-akryylihaposta, eteeni-metakryylihaposta ja niiden ionomeereistä valmistetut kalvot ovat hyvin tunnettuja. Tällaisia interpolymeerejä valmistetaan kaupallisesti
15 suurpainereaktoreissa korotetuissa lämpötiloissa vapaa radikaali -katalyysaattoreiden läsnä ollessa. Synteesiolosuhteiden mukaan interpolymeeri voi olla koostumukseltaan yhtenäistä ja joko sattumanvaraista tai ei-sattumanvaraista tai se voi olla koostumukseltaan epäyhtenäistä.

20 Kuten US-patenttijulkaisussa 4 248 990 kuvataan, koostumukseltaan yhtenäisellä tarkoitetaan sitä, että suurin piirtein kaikilla polymeerimolekyyleillä on sama kemiallinen koostumus, kun taas niiden molekyyliaino saat-
taa vaihdella. Sattumanvaraisuuden mittana käytetään vie-
25 rekkäisesti interpolymeroituneen hapon prosenttiosuuden suhdetta interpolymeroituneen hapon kokonaisprosenttiosuuteen interpolymeerissä. Kun tämä suhde on yli 0,44 interpolymeeriä pidetään ei-sattumanvaraisena, kun taas suh-
teen ollessa alle 0,44 interpolymeeriä pidetään sattuman-
30 varaisena.

Kuten samoin kuvataan US-patenttijulkaisussa 4 248 990, synteesiolosuhteet määräävät, onko interpolymeraatio yksifaasioperaatio vai kaksifaasioperaatio. Kun reaktorissa vallitsevaa painetta ja lämpötilaa alennetaan,
35 tapahtuu yleensä siirtyminen yksifaasioperaatiosta kaksifaasioperaatioon, mistä on osoituksena initiaattorin

kulutuksen kasvu, huomattavan lämpötilaeron kehittyminen reaktorissa ja sekoittimen vakionopeuden ylläpidon vaatiman energiamäärän kasvu, samalla kun interpolymeerituotteen molekyylipainojakautuma kapenee, sulatteen leikkauksen nopeus-leikkausjännityskäyrän kulmakerroin pienenee, ympäristörasituksen kesto paranee, kalvon tai filamentin maksimivetonopeus kasvaa ja vieressä olevan hapon prosenttiosuuden suhde hapon kokonaisprosenttiosuuteen kasvaa. Kaksifaasioperaatiossa tuotettu interpolymeeri on koostumukseltaan epäyhtenäistä, kun taas yksifaasioperaatiossa tuotettu on koostumukseltaan yhtenäistä. Juuri siirtymävyöhykkeen yläpuolella tehtävän yksifaasi-interpolymeraation interpolymeerituote on ei-sattumanvaraista, mutta sattumanvaraisuus lisääntyy paineen ja lämpötilan kohotessa siirtymävyöhykkeen yläpuolella. Kun paine on enemmän kuin 3,3 MPa ja lämpötila enemmän kuin 15°C siirtymävyöhykkeen yläpuolella, interpolymeeri on suurin piirtein sattumanvaraista. Kun synteesiolosuhteet ovat vähintään 26,7 MPa ja 20°C siirtymävyöhykkeen yläpuolella, interpolymeerituotteella on erinomaiset fysikaaliset ominaisuudet ja yllättävän erinomaiset optiset ominaisuudet. Näitä erinomaisia sattumanvaraisia eteeni-interpolymeerejä ja niiden valmistusmenetelmää kuvataan US-patenttijulkaisussa 4 599 392.

On tunnettu erilaisia lisäaineita akryylihappoa, metakryylihappoa ja niiden ionomeerejä sisältävien eteeni-interpolymeerien luistavuus- ja tarttumattomuusominaisuuksien parantamiseksi. Olosuhteiden edellä mainittu vaikutus interpolymeerin ominaisuuksiin tuli tunnetuksi. US-patenttijulkaisussa 3 597 382 kuvataan esimerkiksi eteeni-kopolymeerejä, jotka sisältävät 2 - 25 paino-% α,β -etyleenisesti tyydyttymätöntä karboksyylihappoa kopolymeroituna ja joiden sulaindeksi on 0,01 - 50 dg/min tai niiden epäorgaanisia suoloja, joiden luistavuusominaisuuksia on parannettu sisällyttämällä niihin 0,02 - 1,0 paino-% sekundaarista rasvahappoamidia, jonka kaava on $R_1\text{-CO-NH-R}_2$,

jossa R_1 on mono-olefiinisesti tyydyttymätön hiilivetyryhmä, jossa on 20 - 24 hiiliatomia ja R_2 on tyydyttynyt alkyyliiryhmä, jossa on 14 - 26 hiiliatomia. Sekundaaristen rasvahappoamidien, joissa R_1 on tyydyttynyt ja R_2 mono-olefiinisesti tyydyttymätön, on ilmoitettu olevan tehottomia eteeni-interpolymeerien, joihin sitä oli sisällytetty, luistavuusominaisuuksien parantamisessa.

US-patenttijulkaisussa 3 595 827 on samoin kuvattu eteeni-interpolymeerikoostumuksia, jotka sisältävät US-patenttijulkaisun 3 597 382 mukaisen sekundaarisen rasvahappoamidin lisäksi 0,01 - 2 paino-% synteettistä amorfista piidioksidia, jonka pinta-ala on 175 - 400 m²/g, huokoskoko 80 - 250 Å ja keskimääräinen hiukkaskoko 0,5 - 8 µm ja joka synergistisesti paransi eteeni-interpolymeerien luistavuusominaisuuksia ja paransi myös niiden tarttumattomuusominaisuuksia.

Mainittuun aikaan vallitsevan tekniikan tilan vuoksi otaksutaan, että US-patenttijulkaisujen 3 597 382 ja 3 595 827 mukaiset eteeni-interpolymeerit olivat koostumukseltaan epäyhtenäisiä, kaksifaasioperaatiossa valmistettuja.

Keksinnön eräänä puolena on havainto, että polaarisen eteeni-interpolymeerin luistavuus- ja/tai tarttumattomuusominaisuudet paranevat synergistisesti niiden synteesiolosuhteista riippumatta, kun siihen seostetaan tyydyttynyttä sekundaarista rasvahappoamidia, jonka kaava on $R_1\text{-CO-NH-R}_2$, jossa sekä R_1 että R_2 ovat tyydyttyneitä alkyyliiryhmiä ja tyydyttymätöntä tai osaksi tyydyttymätöntä sekundaarista rasvahappoamidia, jonka kaava on $R_3\text{-CO-NH-R}_4$, jossa R_3 ja R_4 ovat alkyyliiryhmiä, joista ainakin toinen on mono-olefiinisesti tyydyttymätön. Eteeni-interpolymeerin luistavuus- ja/tai tarttumattomuusominaisuudet paranevat lisäksi edelleen, kun siihen saostetaan hienojakoista epäorgaanista ainetta.

Keksinnön eräänä puolena on havainto, että eteeni-interpolymeerin käsiteltävyysominaisuudet paranevat sen

synteesiolosuhteista riippumatta, kun interpolymeeriin seostetaan tyydyttymätöntä sekundaarista rasvahappoamidia, jonka kaava on $R_5\text{-CO-NH-R}_6$, jossa R_5 ja R_6 ovat monoolefiinisesti tyydyttymättömiä alkyyliryhmiä.

- 5 Keksinnön eräänä puolena on myös se havainto, että kaksivaihesiirtymävyöhykkeen yläpuolella valmistetun polaarisen eteeni-interpolymeerin käsiteltävyysominaisuudet paranevat, kun interpolymeeriin seostetaan osaksi tyydyttymätöntä sekundaarista rasvahappoamidia, jonka kaava on
- 10 $R_7\text{-CO-NHR}_8$, jossa R_7 on tyydyttynyt alkyyliryhmä ja R_8 on monoolefiinisesti tyydyttymätön alkyyliryhmä. Koostumukseltaan yhtenäisen eteeni-interpolymeerin luistavuus- ja/tai tarttumattomuusominaisuudet paranevat lisäksi, kun siihen seostetaan hienojakoista epäorgaanista ainetta.
- 15 Eteeni-interpolymeerityyppejä, joita voidaan käyttää tämän keksinnön mukaisessa koostumuksessa, ovat koostumukseltaan yhtenäiset interpolymeerit mukaan luettuina ei-sattumanvaraiset, sattumanvaraiset ja erittäin sattumanvaraiset interpolymeerit sekä myös koostumukseltaan
- 20 epäyhtenäiset interpolymeerit erittäin sattumanvaraisten eteeni-interpolymeerien ollessa edullisia. Termiä "koostumukseltaan epäyhtenäinen" käytetään tässä eteeni-interpolymeereistä, jotka valmistetaan kaksifaasisiirtymävyöhykkeen alapuolella. Termiä "ei-sattumanvarainen" käytetään
- 25 koostumukseltaanyhtenäisistä eteeni-interpolymeereistä, jotka valmistetaan juuri, ts. $0 - 3,3 \text{ MPa}$ ja $0 - 15^\circ\text{C}$, kaksifaasisiirtymävyöhykkeen yläpuolella ja joissa vierekkäisesti interpolymeroituneen hapon prosenttiosuuden suhde interpolymeroituneen hapon kokonaisprosenttiosuuteen
- 30 on $0,44 - 1,0$. Termiä "erittäin sattumanvarainen" käytetään koostumukseltaan yhtenäisistä eteeni-interpolymeereistä, jotka on valmistettu selvästi, ts. vähintään $26,7$ ja 20°C , kaksifaasisiirtymävyöhykkeen yläpuolella ja joissa vierekkäisesti interpolymeroituneen hapon prosenttiosuuden suhde interpolymeroituneen hapon kokonaisprosent-
- 35 tiosuuteen on alle $0,44$. Termiä "sattumanvarainen" käyte-

tään koostumukseltaan yhtenäisistä eteeni-interpolymeereistä erittäin sattumanvaraisia interpolymeerejä lukuun ottamatta, jotka on valmistettu kaksifaasisiirtymävyöhykkeen yläpuolella, ts. 3,3 - 26,7 MPa tai 15 - 20°C sen yläpuolella ja joissa vierekkäisesti interpolymeroituneen hapon prosenttiosuuden suhde interpolymeroituneen hapon kokonaisprosenttiosuuteen on alle 0,44. Termiä "koostumukseltaan yhtenäinen" käytetään kaikista kaksifaasisiirtymävyöhykkeen yläpuolella valmistetuista ei-sattumanvaraisista, sattumanvaraisista ja erittäin sattumanvaraisista eteeni-interpolymeereistä.

Käytettävän eteeni-interpolymeerin tyypistä riippumatta se sisältää interpolymeroituna akryylihappoa tai metakryylihappoa. Koostumuksessa käytettäviin eteeni-akryylihapo- tai -metakryylihappointerpolymeereihin interpolymeroituneen akryylihapon tai metakryylihapon määrä voi olla 2 - 35 paino-% interpolymeeristä, edullisesti 5 - 20 paino-% interpolymeeristä.

Tämän keksinnön mukaiseen koostumukseen soveltuvat myös eteeni-akryylihappointerpolymeerien ja eteeni-metakryylihappointerpolymeerien epäorgaaniset suolat eli "ionomeerit", joissa happosisältö on edellä kuvattu ja joissa 5 - 95 paino-% karboksyyliyhdistä on neutraloitu metallikationeilla, jolloin muodostuu ionisesti silloitetuista tuotteita. Tyypillisiä metallikationeja ovat esimerkiksi sinkki-, natrium-, magnesium-, kalium-, litium-, kalsium-, barium- tms. kationit. Kätevyyden vuoksi näistä epäorgaanisista suoloista käytetään jäljempänä yhteisnimitystä ionomeerit.

Käytettävien eteeni-interpolymeerien sulaindeksi voi olla 0,01 - 50 dg/min, edullisesti 0,5 - 25 dg/min. Tässä yhteydessä sulaindeksi mitataan standardin ASTM D-1238, condition E (190°C/2,160 kg) mukaisesti ellei toisin mainita.

Sekundaarisilla rasvahappoamideilla, joita voidaan käyttää keksinnön mukaisissa koostumuksissa, on yleinen kaava

RCONHR'

jossa R on tyydyttynyt alkyyliryhmä, jossa on 13 - 25 hiiliatomia tai mono-olefiinisesti tyydyttymätön alkyyliryhmä, jossa on 17 - 23 hiiliatomia ja R' on tyydyttynyt alkyyliryhmä, jossa on 14 - 26 hiiliatomia tai mono-olefiinisesti tyydyttymätön alkyyliryhmä, jossa on 18 - 24 hiiliatomia. Tässä sekundaaristen rasvahappoamidien yksityiskohtaisessa kuvauksessa käytetään ellei toisin mainita, termiä "tyydyttynyt" sekundaarisista rasvahappoamideista, joissa sekä R ja R' ovat molemmat tyydyttyneitä; termiä "tyydyttynyt" sekundaarisista rasvahappoamideista, joissa sekä R että R' ovat mono-olefiinisesti tyydyttymättömiä; ja termiä "osittain tyydyttymätön" sekundaarisista rasvahappoamideista, joissa joko R tai R' on mono-olefiinisesti tyydyttymätön ja toinen ryhmistä R ja R' on tyydyttynyt.

Tyypillisiä erityisesimerkkejä amidiryhmistä, jotka sisältävät sekundaaristen rasvahappoamidien ryhmää R vastaavan tyydyttyneen alkyyliryhmän, ovat lauramidi, palmitamidi, stearamidi, arakidamidi, behenamidi, lignoseramidi ja serotamidi.

Tyypillisiä erityisesimerkkejä amidiryhmistä, jotka sisältävät sekundaaristen rasvahappoamidien ryhmää R vastaavan tyydyttymättömän alkyyliryhmän, ovat oleamidi, elaidamidi, vaksenamidi ja erukamidi.

Tyypillisiä erityisesimerkkejä sekundaaristen rasvahappoamidien ryhmää R' vastaavista tyydyttyneistä alkyyliryhmistä ovat lauryyli-, palmityyli-, stearyyli-, arakidyli-, behenyli-, lignoseryyli- ja serotyyliryhmät.

Tyypillisiä erityisesimerkkejä sekundaaristen rasvahappoamidien ryhmää R' vastaavista tyydyttymättömistä alkyyliryhmistä ovat oleyyli-, elaidyyli-, vaksenyli- ja erukyyli-

Hienojakoisia epäorgaanisia aineita, joita voidaan käyttää keksinnön mukaisessa koostumuksessa, ovat esimerkiksi luonnonsavet, alumiinisilikaatti, piimaa, piidiok-

sidi, talkki, kalkkikivi, höyrystetty piidioksidi, magnesiumsulfaatti, magnesiumsilikaatti, alumiinioksiditrihydraatti, magnesiumoksidi ja sinkkioksidi piipitoisten materiaalien ollessa edullisia. Hienojakoisen epäorgaanisen
 5 aineen pinta-ala on edullisesti $0,7 - 7,5 \text{ m}^2/\text{g}$, öljyn imevyys $21 - 175 \text{ g}$ öljyä 100 g kohden epäorgaanista ainetta ja massakeskimääräinen hiukkaskoko $0,02 - 30 \text{ }\mu\text{m}$, jolloin vähintään 60 %:lla epäorgaanisista hiukkasista hiukkaskoko on korkeintaan massakeskimääräinen hiukkaskoko.

10 Tämän keksinnön mukaisesti yhtä tai useampaa sekundaarista rasvahappoamidia käytetään koostumuksessa $0,05 - 2$ paino-% koostumuksesta. Tyydyttyneet sekundaariset rasvahappamidit pienentävät yksinään käytettyinä pääasiassa interpolymeerin tarttuvuusominaisuuksia (ts. parantavat
 15 tarttumattomuusominaisuuksia), kun taas tyydyttymättömät ja osaksi tyydyttymättömät sekundaariset rasvahappamidit vaikuttavat pääasiassa luistavuusominaisuuksia parantavasti.

Koostumukseltaan epäyhtenäisten, ei-sattumanvaraisten, 20
 ten, sattumanvaraisten ja erittäin sattumanvaraisten eteeni-interpolymeerien luistavuus- ja/tai tarttumattomuusominaisuudet paranevat synergistisesti, kun koostumuksessa käytetään tyydyttynyttä sekundaarista rasvahappoamidia, jonka osuus on $0,025 - 1$ paino-% koostumuksesta, yhdistet-
 25 tynä joko tyydyttymättömään tai osaksi tyydyttymättömään sekundaariseen rasvahappoamidiin, jonka osuus on edullisesti $0,025 - 1$ paino-% koostumuksesta. Tämä tulos on synergistinen siinä mielessä, että lisäaineiden kokonaispiitoisuuden ollessa sama tämä sekundaaristen rasvahappamidien yhdistelmä johtaa parempiin luistavuus- ja/tai tart-
 30 tumattomuusominaisuuksiin kuin minkä tahansa tyyppisen sekundaarisen rasvahappamidin käyttäminen yksinään.

Koostumuksen luistavuus- ja/tai tarttumattomuusominaisuudet paranevat edelleen, kun käytetään hienoja-
 35 koista epäorgaanista ainetta, edullisesti $0,025 - 1,5$ paino-% koostumuksesta, yhdistettynä tyydyttyneen ja joko

tyyydyttymättömän ja osaksi tyydyttymättömän sekundaarisen rasvahappoamidin yhdistelmään. Synergistinen paraneminen havaitaan myös käytettäessä epäorgaanista ainetta pelkkien tyydyttyneiden rasvahappoamidien kanssa, mutta
 5 tuloksena olevat luistavuusominaisuudet eivät yleensä ole kaupallisesti hyväksyttäviä, ellei läsnä ole myös tyydyttymätöntä tai osaksi tyydyttymätöntä sekundaarista rasvahappoamidia.

Tämän koostumuksen optiset ominaisuudet eivät li-
 10 säksi eroa oleellisesti lisääaineita sisältämättömän eteeni-interpolymeerin vastaavista ominaisuuksista.

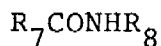
Toisin kuin koostumukseltaan epäyhtenäisten eteeni-interpolymeerien yhteydessä, joissa US-patenttijulkaisun 3 597 382 mukaan vain osaksi tyydyttymättömät sekun-
 15 daariset rasvahappoamidit, joilla on edellä mainittu kaava, jossa R on tyydyttymätön ja R' tyydyttynyt, pystyvät parantamaan luistavuutta, on havaittu, että tietyt tyydyttymättömät sekundaariset rasvahappoamidit parantavat tehokkaasti edellä kuvattujen eteeni-interpolymeerien luistavuusominaisuuksia. Koostumukseltaan yhtenäisten inter-
 20 polymeerien ollessa kyseessä tyydyttymättömällä sekundaarisella rasvahappoamidilla on kaava



25 jossa R_5 on mono-olefiinisesti tyydyttymätön alkyyliryhmä, jossa on 17 - 23 hiiliatomia, edullisesti 19 - 23 hiiliatomia ja erityisesti 21 hiiliatomia ja R_6 on mono-olefiinisesti tyydyttymätön alkyyliryhmä, jossa on 18 - 24 hiili-
 30 liatomia, edullisesti 20 - 24 hiiliatomia ja erityisesti 22 hiiliatomia. Koostumukseltaan epäyhtenäisten interpolymeerien ollessa kyseessä tulisi edellä olevassa kaavassa R_5 :n olla 19 - 23 hiiliatomia, edullisesti 21 hiiliatomia sisältävä tyydyttymätön alkyyliryhmä ja R_6 :n tulisi olla
 35 20 - 24 hiiliatomia, edullisesti 22 hiiliatomia sisältävä tyydyttymätön alkyyliryhmä.

Samoin toisin kuin US-patenttijulkaisussa 3 597 382 on havaittu, että osaksi tyydyttymättömät sekundaariset rasvahappoamidit, joilla on kaava

5



jossa R_7 on tyydyttynyt alkyyliryhmä, jossa on 13 - 25 hiiliatomia, edullisesti 17 - 25 hiiliatomia ja R_8 on mono-olefiinisesti tyydyttymätön alkyyliryhmä, jossa on 18 -
 10 24 hiiliatomia, edullisesti 20 - 24 hiiliatomia ja erityisesti 22 hiiliatomia, parantavat koostumuksellisesti yhtenäisten eteeni-interpolymeerien luistavuusominaisuuksia kaupallisesti hyväksyttävässä määrin.

Käytettäessä yhtä lisäainetta sekundaariset rasvahappoamidit, joilla on suurempi molekyylimassa, näyttävät olevan tehokkaampia kuin vastaavat molekyylimassaltaan pienet lisäaineet. Yleisesti ilmaistuna, mitä sattumanvaraisempi eteeni-interpolymeeri on, sitä polaaraisempi se on ja sitä vähemmän molekyylimassaltaan suurehkoa lisäainetta ja erityisesti lisäaineen suurehkomolekyylistä amidisubstituenttia (R_5) siten "liukenee". Mitä niukkaliukoisempi lisäaine on, sitä paremmin se "nousee pinnalle" ja sitä paremmat ovat siten luistavuusominaisuudet. Molekyylimassaltaan suurehkot lisäaineet, kuten erukyylistearamidi, ovat siten yleensä tehokkaita kaikissa koostumukseltaan yhtenäisissä eteeni-interpolymeereissä, kun taas molekyylimassaltaan pienehköt lisäaineet, kuten oleyyli-palmitamidi, ovat yleensä tehokkaita vain erittäin sattumanvaraisissa eteeni-interpolymeereissä. Erukyylierukamidi on vastaavasti yleensä tehokas koostumukseltaan yhtenäisissä ja epäyhtenäisissä interpolymeereissä, kun taas oleyylioleamidi on yleensä tehokas erittäin sattumanvaraisissa interpolymeereissä, mutta yleensä tehoton koostumukseltaan epäyhtenäisissä interpolymeereissä.

35

Tämän keksinnön mukaisia koostumuksia on helppo valmistaa sekoittamalla hyvin keskenään eteeni-interpoly-

meeri ja sekundaariset rasvahappoamidit ja mahdolliset epäorgaaniset aineet. Tarvittavien komponenttien sekoitus on helppo tehdä tavanomaisessa sekoituslaitteessa, kuten Banbury-sekoittimessa tai ruuvityyppisessä suulakepuristimessa.

Tämän keksinnön mukaisia kalvoja on helppo valmistaa suulakepuristamalla tuloksena oleva seos kirkkaan, taipuisan puhalletun letkun muotoon, joka sitten jäähdetetään ja painetaan kasaan keloille tai paientaan kasaan ja kuljetetaan sopivien lämpösulatuslaitteiden ja leikkureiden läpi pakkauksien valmistamiseksi, joissa eteeni-interpolymeerikoostumusta käytetään 0,0025 - 0,3 mm:n paksuisina kalvoina. Näitä koostumuksia voidaan käyttää myös rinnakkais- ja monikerrosekstruusiotuotteissa ja -päällysteissä.

Eräässä suoritusmuodossa, jossa sekoituslaite on ruuvityyppinen suulakepuristin, lisäaineet syötetään suulakepuristimen sylinteriin. Suulakepuristettuun seokseen voidaan sekoittaa yhtä tai useampaa muuta interpolymeeriä ennen lopullista suulakepuristusta tai se voidaan syöttää suoraan rengasmaisella suukappaleella varustettuun suulakepuristimeen ja suulakepuristaa litistetyin kuplan tai ohutseinäisen letkun muotoon. Eräässä edullisessa suoritusmuodossa sekoitus- ja suulakepuristusvaiheet toteutetaan yhdessä laitteessa, joka on tyypillinen ruuvityyppinen suulakepuristin, joka on varustettu rengasmaisella suukappaleella ja syöttölaitteilla, jotka on sijoitettu suulakepuristimen ruuviin tai ruuvit sisältävälle sylinterille. Sekundaariset rasvahappoamidit ja mahdolliset epäorgaaniset aineet syötetään polymeerin suulakepuristuksen aikana sellaisella nopeudella, että seoksen koostumus pysyy vakiona. Peruslähtöaineeseen voidaan samoin lisätä tiivisteoksia ruuvityyppisessä suulakepuristimessa.

Koostumuksen luistavuus- ja tarttuvuusominaisuudet testataan seostamalla lisäaineita eteeni-interpolymeeriin

ja suulakepuristamalla seos kalvoksi puhalluskalvomenetelmällä.

Luistavuusominaisuuksia kuvaa kitkakerroin, joka mitataan tasaisella, kirkkaaksi kiillotetulla vaakasuoralla metallitasolla käyttämällä "näytekelkkaa", jännityselementtiä, jonka alue on 0 - 300 g ja joka on kytketty 10 mV:n rekisteröintilaitteeseen ja liikutusvoimaa ja siirtää tasoa nopeudella 2,54 cm/10 s. Kelkka on 200 g:n painoinen ruostumattomasta teräksestä valmistettu tasainen laatta, jonka mitat ovat 6,35 x 6,35 x 0,635 cm ja jonka pohja on peitetty vaahtokumilevyllä. Näytekalvoa, jonka mitat ovat 10,2 x 10,2 cm ilmastoidaan ensin lämpötilassa 23°C ja 50-%:isessa suhteellisessa kosteudessa kahdeksan tuntia ennen testaamista ja kiinnitetään se sitten kelkan vaahtokumipintaa vasten. Kelkka, johon näyte on kiinnitetty, kytketään jännityselementtiin siten, että näyte on kosketuksessa tason kanssa. Kalvo-kalvo-mittaukset tehdään peittämällä taso samalla kalvolla kuin se, josta näytteet otettiin; kalvo-metalli-mittaukset tehdään asettamalla kelkkaan kiinnitetty näyte suoraan tason metallipinnalle. Liikuttava voima siirtää tasoa vaakasuorassa ja kelkkaa pidetään paikallaan jännityselementin avulla. Jännityselementtiin kohdistuva vetävä voima, jonka aiheuttaa kelkan ja tason välinen kitka, rekisteröidään. Ensimmäistä maksimipiikkiä vastaava lukema katsotaan staattiseksi voimaksi, jolla suhteellinen liike kalvon ja kalvon tai kalvon ja metallin välillä alkaa. Kineettinen voima, voima, joka tarvitaan suhteellisen liikkeen ylläpitoon sen alettua, mitataan 2,54 cm:n välein otetun seitsemän arvon keskiarvona. Staattinen ja kineettinen kitkakerroin lasketaan seuraavista yhtälöistä:

Staattinen kitkakerroin = (staattinen voima, g) / (200 g); ja

Kineettinen kitkakerroin = (liikettä ylläpitävä voima, g) / (200 g).

Kalvojen välinen kitkakerroin, joka on pienempi kuin 0,30 ja kalvon ja metallin välinen kitkakerroin, joka on pienempi kuin 0,40, mahdollistavat yleensä hyvän käsiteltävyyden pakkausprosesseissa.

- 5 Tarttuvuus mitataan käyttämällä tasapainotettua palkkia, joka on varustettu tyhjällä vesisäiliöllä, joka riippuu toisesta päästä ja kappaleella, jonka mitat ovat $9,525 \times 9,525 \times 2,54$ cm (pinta-ala noin 91 cm^2) ja joka riippuu toisesta päästä. Heti 91 cm^2 :n kappaleen alla on
- 10 samanlainen 91 cm^2 :n kappale, niin että mainitut kaksi ta-
saista pintaa, joiden pinta-alat ovat 91 cm^2 , juuri ja
juuri koskettavat toisiaan, kun tasapainopalkin kumpaan-
kaa päätä ei kuormiteta. Alempi kappale on kiinnitetty
paikalleen. Tasapainopalkki lepää teräväreunaisella tuel-
15 la ja on hyvin herkkä pienille painoille. Kaksi kalvonäy-
tettä, joiden kummankin mitat ovat $15,2 \times 15,2$ cm saate-
taan yhteen sillä tavalla, että niiden pinnat ovat koko-
naan vastakkain. Siten muodostettu kaksikerroksinen näyte
sijoitetaan samankeskisesti kahden 91 cm^2 :n kappaleen vä-
20 liin, niin että kyseiset kaksi kappaletta koskettavat
kaksikerroksisen näytteen ylä- ja vastaavasti alapintaa.
Kaksikerroksisen näytteen ulkopuolelle jäävät reunat ero-
tetaan toisistaan käsin ja ylemmän kerroksen irrotetut
reunat kiinnitetään ylemmän kappaleen ulkoreunoihin ja
25 alemman kerroksen reunat vastaavasti alempaan kappaleeseen
esimerkiksi kuminauhalla tai liimalla, jolloin 91 cm^2 :n
osa kaksikerroksista näytettä jää kerrosten ollessa edel-
leen kiinni toisissaan kappaleiden väliin. Kun näyte on
valmis testattavaksi, palkin pidätin poistetaan ja tipu-
30 tetaan nopeasti palkin toisessa päässä olevaan säiliöön.
Testien välisen yhtenäisyyden aikaansaamiseksi veden ti-
putusnopeus pidetään suurin piirtein vakiona sillä taval-
la, että pisarat putoavat liian tiheään ollakseen helposti
laskettavissa. Kun kaksi kalvokerrosta irtoavat toisis-
35 taan, veden lisääminen lopetetaan ja määritetään säiliös-
sä olevan veden massa grammoina. Kukin tarttuvuustesti

toistetaan useaan kertaan ja lasketaan tulosten keskiarvo. Tässä ilmoitetut tarttuvuusarvot ovat neljän näytteen keskiarvoja ellei toisin mainita.

Kokemuksen perusteella seuraavilla tarttuvuusarvo-
5 alueilla voidaan katsoa olevan suurin piirtein seuraava
suhteellinen vaikutus käsiteltävyyteen ja käsittelyyn;
nämä alueet voivat tosin vaihdella kulloinkin käytettävän
laitteen ja kalvokoostumuksen mukaan:

	Tarttuvuusarvoalue (g),	Suhteellinen vaikutus
10	suunnilleen	
	Noin 40 - 100	Hyvänä pidettävä alue, joka ei yleensä johda käsittely- eikä kelaltapurkuongelmiin.
	Noin 100 - 150	Suuren tarttuvuuden alue, jolla voi esiintyä jonkin verran käsittely- ja suuntausongelmia sekä hitaampaa ja näkyvää aukikelautumista.
15		
	Yli 150	Liiallisen tarttuvuuden alue, jolla käsittelyongelmat ovat hyvin huomattavia ja aukikelautuminen pahasti estynyttä; hyvin paksujen kalvojen kohdalla voi tapahtua tuhoisaa tarttumista, jolloin aukikelaus aiheuttaa repeytymiä tai venymistä ja rullattu tuote voi muuttua kokonaan yhdeksi kappaleeksi.
20		
25		
30	Kalvon kiilto ja sameusprosentti määritetään standardien ASTM D-1746 ja vastaavasti ASTM D-1003-52 mukaisesti.	

Seuraavat esimerkit annetaan keksinnön valaisemiseksi. Koko tässä hakemuksessa kaikki osuudet ja prosent-
35 tiosuudet ovat massaosia ja -prosentteja ellei toisin mainita.

Koe I

Puhalluskalvonäyte valmistettiin sekoittamalla ensinlämpötilassa 177°C sekoitussuulakepuristimessa (6,35 cm, pituus/läpimitta 10/1), joka oli varustettu annostelu-, pu-

5 ristus- ja sekoitusvyöhykkeellä, seuraavat aineosat:

0,3 osaa oleyylipalmitamia

0,2 osaa stearyylis-tearamidia

0,1 osaa piimaata (Celite 455) ja

49,4 osaa eteeni-akryylihappointerpolymeeriä

10 (noin 9 paino-% akryylihappoa, sulaindeksi 1,5; valmistettu yksifaasisynteesiolosuhteissa noin 26,7 MPa ja noin 20°C vastaavan kaksifaasisiirtymävyöhykkeen yläpuolella).

Suulakepuristimesta saatu pelletoitu tuote käsiteltiin kalvoksi, jonka leveys litteänä oli 61 cm, tavanomaisella puhallusmenetelmällä Gloucester-puhalluskalvoyksiköllä (5,08 cm) muovin lämpötilan ollessa 204°C . Tuloksena olevan kalvonäytteen kalvojen välinen kineettinen ja staattinen kitkakerroin olivat 0,15 ja vastaavasti 0,18, 20 kalvon kiilto 20° :n kulmassa oli 23,7, kalvon sameus 5,70 % ja tarttuvuus 43 g.

Vertailun vuoksi toistettiin edellä kuvattu menettely käyttämällä samaa eteeni-akryylihappointerpolymeeriä, johon ei sisällytetty amideja eikä piimaata. Tuloksena olevan kalvon yhteydessä esiintyi pahoja käsittelyongelmia 25 (ts. kalvojen välinen kineettinen ja staattinen kitkakerroin olivat 1,16 ja vastaavasti 0,97 ja kalvon tarttuvuus oli 169 g) optisten ominaisuuksien ollessa suurin piirtein samanlaiset (ts. kalvon kiilto 20° :n kulmassa 2,16 ja kalvon sameus 5,5 %).

Koe II

Kokeen I mukaista menettelyä käytettiin osoittaessa koostumuksen sisältämien amidien ja epäorgaanisen aineen synergistinen vaikutus. Kalvojen valmistukseen käytettiin samanlaista eteeni-interpolymeeriä (9 paino-% akryylihappoa, sulaindeksi 3,0, synteesi 26,7 MPa ja 20°C 35

vastaavan kaksifaasisiirtymävyöhykkeen yläpuolella), johon lisättiin amideja ja/tai epäorgaanista ainetta erilaisina yhdistelminä lisääaineiden kokonaispitoisuuden ollessa aina sama. Koostumuksista ja niiden käsittely- ja optisista ominaisuuksista esitetään yhteenveto taulukossa I.

5 Kuten on havaittavissa, yhdistettäessä mitkä tahansa kaksi käytettävissä olevista kolmesta lisääaineesta (oleyyli-palmitamidi, stearyylistearamidi ja epäorgaaninen aine) saadaan aikaan parannetut luistavuusominaisuudet verrattu-

10 na kalvoon, joka sisältää jompaakumpaa lisääainetta yksinään; ainoastaan tyydyttyneen amidin ja osaksi tyydyttyneen amidin yhdistelmät ja tyydyttyneen amidin, osaksi tyydyttyneen amidin ja epäorgaanisen aineen yhdistelmät johtivat kuitenkin kalvoihin, joilla oli hyväksyttävät

15 tarttuvuus- ja optiset samoin kuin luistavuusominaisuudet.

Taulukko I

Koe ¹	Amidia, ppm	Epäorgaanista ainetta ⁴	Kitkakerroin ⁵						Tarttuvuus ⁶	Kiilto ⁷	
			Kalvo-kalvo		Kalvo-metalli		20°	45°			
			Staatt.	Kineett.	Staatt.	Kineett.					
			Op ²	SS ³	ppm ⁴	1,26	1,16	0,30		1,17	279,3
3*	Ei	Ei	0,20	0,17	0,26	0,39	139,4	22,5	59,3		
4	8000	Ei	0,60	0,80	0,27	0,35	66,2	32,5	67,3		
5*	Ei	8000	0,75	0,79	0,25	0,20	63,3	21,2	55,4		
6*	Ei	Ei	0,17	0,16	0,26	0,22	123,3	23,3	58,0		
7	4000	Ei	0,36	0,39	0,18	0,28	86,7	24,9	59,6		
8*	Ei	4000	0,15	0,25	0,13	0,38	86,8	22,8	65,5		
9	4000	Ei	0,15	0,23	0,12	0,21	89,4	25,9	61,9		
10	3500	1000									

16

Huomautuksia taulukkoon I:

1. Kalvot valmistettiin eteeni-akryylihappointerpolymeeristä, joka sisälsi n. 9 paino-% akryylihappoa, jonka sulaindeksi oli n. 3 ja joka valmistettiin 26,7 MPa vastaavan kaksifaasisiirtymävyöhykkeen yläpuolella olevassa paineessa.
2. Oleyylipalmitamidi.
3. Stearyylistearamidi.
4. Piimaa, myydään nimellä Celite 455.
5. Kitkakerroinmittauksia kuvataan edellä.
6. Tarttuvuusmittauksia kuvataan edellä.
7. ASTM D-1746.
8. ASTM D-1003-52.

*Tämä koostumus ei kuulu tämän keksinnön piiriin; tiedot annetaan vertailua varten.

Koe III

Kokeen I mukaista menettelyä käytettiin edelleen sen osoittamiseksi, että tyydyttymätön amidi (erukyyliamidi) yhdistettynä tyydyttyneeseen amidiin (stearyylistear-
5 amidi) on samalla tavoin tehokas kuin osittain tyydyttymätön amidi, jossa R on tyydyttynyt ja R' tyydyttymätön (oleyyliplamitamidi taulukossa I tai erukyylistearamidi taulukossa II), yhdistettynä samaan tyydyttyneeseen amidiin (stearyylistearamidi). Taulukossa II esitetään yhteen-
10 veto koostumuksista ja käsiteltävyydestä ja optisista ominaisuuksista.

Taulukko II

Koe ¹	SS ²	Amidia, ppm		Epäorgaanista ainetta ppm ⁵	Kitkakerroin ⁸				Tarttu- vuus ⁷	Kiilto ⁸	
		ES ³	EE ⁴		Kalvo-kalvo		Kalvo-metalli			20°	45°
					Staatt.	Kineett.	Staatt.	Kineett.			
11*	0	0	0	0	1,26	1,16	0,30	1,17	279,3	29,0	65,0
12*	8000	0	0	0	0,60	0,80	0,27	0,35	66,2	32,5	67,3
13	0	8000	0	0	0,23	0,22	0,24	0,34	183,0	26,9	62,6
14	0	0	8000	0	0,20	0,15	0,24	0,40	214,9	28,1	64,3
15*	0	0	0	8000	0,75	0,79	0,25	0,20	63,3	21,2	55,4
16	3500	3500	0	1000	0,14	0,19	0,22	0,41	58,3	24,6	61,5
17	3500	0	3500	1000	0,08	0,11	0,14	0,28	97,4	24,5	59,8

Huomautuksia taulukkoon II:

1. Kalvot valmistettiin eteeni-akryylihappointerpolymeeristä, joka sisälsi n. 9 paino-% akryylihappoa, jonka sulaindeksi oli n. 3 ja joka valmistettiin 26,7 MPa vastaavan kaksifaasisiirtymävyöhykkeen > liittävissä paineessa.
2. Stearyylistearamidi.
3. Erukyylistearamidi.
4. Erokyylierukamidi.
5. Piimaa, myydään nimellä Celite 455.
6. Kitkakerroinmittauksia kuvataan edellä.
7. Tarttuvuusmittauksia kuvataan edellä.
8. ASTM D-1746.
9. ASTM D-1746.

*Tämä koostumus ei kuulu tämän keksinnön piiriin; tiedot annetaan vertailua varten.

Koe IV

Lisätuloksia, jotka vahvistavat kokeiden I, II ja III tulokset, saatiin käyttämällä muuten samanlaisia kalvoja ja menettelyjä kuin kokeissa I, II ja III, mutta

5 eteeni-akryylihappointerpolymeerin sulaindeksi oli 2,5, se sisälsi 6,5 paino-% akryylihappoa ja valmistettiin 31,0 MPa ja 25°C vastaavan kaksivaihesiirtymävyöhykkeen yläpuolella ja interpolymeeristä valmistettiin kalvo, jonka

10 leveys oli 12,7 cm litteänä, Killion-puhalluskalvoköissä (1,27 cm) muovin lämpötilan ollessa 204°C. Taulukossa III esitettävät tulokset osoittavat lisäksi taulukoista I ja II havaitun synergistisen vaikutuksen, joka on tyydyttyneellä sekundaarisella rasvahappoamidilla yhdistettynä tyydyttymättömään tai osittain tyydyttymättömään

15 rasvahappoamidiin, jossa R on mono-olefiinisesti tyydyttymättömän alkyyliiryhmä ja R' on tyydyttynyt alkyyliiryhmä (stearyylistearamidi), koostumuksen sisältäessä tai ollessa sisältämättä hienojakoista epäorgaanista ainetta. Tulisi huomata, että tämän nimenomaisen laitteiston yhteydessä ha-

20 vaittiin, että alhaisen tarttuvuuden alue on suunnilleen 20 - 75, suuren tarttuvuuden alue noin 75 - 125 ja liiallisen tarttuvuuden alue yli noin 125.

Taulukko III

Kitkakerroin⁶

Epäorgaanista ainetta	Amidia, ppm	Kalvo-kalvo		Kalvo-metalli		Tarttu- vuus, g ⁷	Kiilto 8			
		Kineett.		Kineett.			20°	45°		
		Staat.	Kineett.	Staat.	Kineett.					
Koel	SS ²	EE ³	SE ⁴	ppm ⁵	>1,00	>1,00	>1,00	155,8	49,1	61,2
18*	0	0	0	0	0,65	0,67	0,34	0,43	32,5	58,7
19*	5000	0	0	0	0,24	0,24	0,32	0,48	77,8	52,0
20*	0	0	5000	0	0,80	0,76	0,26	0,26	32,5	50,0
21*	0	0	0	5000	0,43	0,40	0,24	0,26	50,0	49,9
22*	2500	0	0	2500	0,18	0,13	0,23	0,19	66,5	47,1
23	0	2500	0	2500	0,19	0,15	0,40	0,54	67,5	53,0
24	2500	2500	0	0	0,18	0,14	0,26	0,32	41,5	50,3
25	2000	0	2000	1000	0,26	0,27	0,31	0,33	45,0	51,2
26	2000	2000	0	1000						

Huomautuksia taulukkoon III:

1. Kalvot valmistettiin eteeni-akryylihappointerpolymeeristä, joka sisälsi n. 6,5 paino-% akryylihappoa, jonka sulaindeksi oli n. 2,5 ja joka valmistettiin 31 MPa ja 250°C vastaavan kaksifaasisivöhykkeen yläpuolella.
2. Stearyylistearamidi.
3. Erukyyllierukamidi.
4. Stearyyllierukamidi.
5. Piimaa, jota myydään nimellä Celite 455.
6. Kitkakerroinmittauksia kuvataan edellä.
7. Tarttuvuusmittauksia kuvataan edellä.
8. ASTM D-1746
9. ASTM D-1003-52.

*Tämä koostumus ei kuulu tämän keksinnön piiriin; tiedot annetaan vertailun vuoksi.

Koe V

Kokeen I mukaista menettelyä käytettiin osoittamaan tiettyjen amidien teho, kun niitä käytetään yksinään lisäaineina erittäin sattumanvaraiselle eteeni-interpolymeerille (9 paino-% akryylihappoa, sulaindeksi 3,0, valmistettu 26,7 MPa ja 20°C vastaavan kaksifaasisiirtymävyöhykkeen yläpuolella) ja myös sattumanvaraiselle eteeni-interpolymeerille (9 paino-% akryylihappoa, sulaindeksi 3,0, valmistettu 3,3 MPa ja 15°C vastaavan siirtymävyöhykkeen yläpuolella). Taulukossa IV esitetään yhteenveto koostumuksista ja luistavuusominaisuuksista. Huomaa, että erukyylierukamidi ja erukyylistearamidi, toisin kuin pienimolekyyllisemmät oleyylioleamidi ja oleyyliplamitamidi, jotka olivat tehottomia US-patenttijulkaisun 3 597 382 mukaisissa koostumuksissa, ovat tehokkaita tämän keksinnön mukaisessa sattumanvaraisessa eteeni-interpolymeerikoostumuksessa. Nämä tulokset ovat sangen yllättäviä siinä mielessä, että koska koostumukseltaan yhtenäiset interpolymeerit yleensä johtavat sileämpiin kalvon pintoihin, jolloin kitkakertoimet myös ovat suurempia, voitaisiin odottaa, että erittäin sattumanvaraisen interpolymeerin johtaessa vielä sileämpiin kalvopintoihin kuin sattumanvaraiset interpolymeerit, olisi tällaisten koostumusten käsittelyominaisuuksia vaikeampi parantaa.

Taulukko IV

Koe	Interpolymeeri	Amidi		Kitkakerroin ⁶			
		Tyyppi	ppm	Kalvo-kalvo		Kalvo-metalli	
				Staatt.	Kineett.	Staatt.	Kineett.
27*	A ¹	--	0	1,40	1,40	0,60	
28	A ¹	EE ³	2000	0,22	0,22	0,29	
29	A ¹	ES ⁴	2000	0,18	0,17	0,30	
30*	B ²	--	0	1,26	1,16	0,30	

Huomautuksia taulukkoon IV:

1. Kalvo valmistettiin sattumanvaraisesta etyleeni-akryylihappointerpolymeeristä, joka sisälsi n. 9 paino-% akryylihappoa, jonka sulaindeksi oli n. 3 ja joka valmistettiin 3,3 MPa ja 150°C vastaavan kaksifaasisivöhykkeen yläpuolella.
2. Kalvo valmistettiin erittäin sattumanvaraisesta eteeni-akryylihappointerpolymeeristä, joka sisälsi n. 9 paino-% akryylihappoa, jonka sulaindeksi oli n. 3 ja joka valmistettiin 26,7 MPa ja 200°C vastaavan kaksifaasisiirtymävyöhykkeen yläpuolella.
3. Erukyyliserukamidi.
4. Erukyylisteraramidi.
5. Kitkakerroinmittauksia kuvataan edellä.

*Tämä koostumus ei kuulu tämän keksinnön piiriin; tiedot annetaan vertailua varten.

Koe VI

Lisätuloksia, jotka vahvistavat kokeen V tulokst, saatiin valmistamalla erilaisista interpolymeereistä, jotka sisälsivät yhtä amidilisiäainetta, kalvoa, jonka leveys
5 litteänä oli 30,5 cm, tavanomaisella puhallusmenetelmällä Egan-puhalluskalvovyksiköllä (3,81 cm) muovin lämpötilan ollessa 204°C. Sekä erittäin sattumanvaraiset että koostumukseltaan epäyhtenäiset interpolymeerit, joita käytettiin, sisälsivät 6,5 paino-% akryylihappoa ja niiden sula-
10 indeksi oli 2,5 dg/min. Erittäin sattumanvarainen interpolymeeri valmistettiin kuitenkin 31,0 MPa ja 15°C vastaavan kaksifaasisiirtymävyöhykkeen yläpuolella, kun taas epäyhtenäinen interpolymeeri valmistettiin vastaavan faasisiirtymävyöhykkeen alapuolella. Tulokset esitetään tau-
15 lukossa V.

Taulukko V

Koe	Interpolymeeri	Amidi		Kitkakerroin	
		Tyyppi	ppm	Kalvo-kalvo	
				Staatt.	Kineett.
31*	A ¹	--	0	>1,00	>1,00
32*	B ²	--	0	>1,00	>1,00
33	A ¹	EE ³	2000	0,19	0,13
34	B ²	EE	2000	0,14	0,10
35*	A ¹	SE ⁴	2000	0,40	0,23
36*	B ²	SE	2000	0,36	0,32
37*	A ¹	SS ⁵	2000	>1,00	>1,00
38*	B ²	SS	2000	>1,00	>1,00

Huomautuksia taulukkoon V:

1. Kalvo valmistettiin erittäin sattumanvaraisesta eteeni-akryylihappo-pöinterpolymeeristä, joka sisälsi n. 6,5 paino-% akryylihappoa, jonka sulaindeksi oli n. 2,5 ja joka valmistettiin 31 MPa ja 150°C vastaavan kaksivaihesiirtymävyöhykkeen yläpuolella
2. Kalvo valmistettiin koostumukseltaan epäyhtenäisestä eteeni-akryyli-happointerpolymeeristä, joka sisälsi n. 6,5 paino-% akryylihappoa, jonka sulaindeksi oli n. 2,5 ja joka valmistettiin vastaavan kaksivaihesiirtymävyöhykkeen alapuolella.
3. Erukyyllierukamidi.
4. Stearyyllierukamidi.
5. Stearyyllistearamidi.
6. Kitkakerroinmittauksia kuvataan edellä.

* Tämä koostumus ei kuulu tämän keksinnön piiriin; tiedot annetaan vertailua varten.

Patenttivaatimukset

1. Koostumus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää hyvin toisiinsa sekoitettuna

5 (a) vähintään yhtä kopolymeeriä, joka sisältää 2 - 35 paino-% akryylihappoa tai metakryylihappoa ja 98 - 65 paino-% eteeniä ja jonka sulaindeksi on 0,01 - 50 dg/min ja joka on valmistettu sekapolymeroimalla reaktorin paineessa, joka on vähintään 3,3 MPa kaksifaasisiirtymävyöhykkeen yläpuolella, ja reaktorin lämpötilassa, joka on vähintään 10 15 °C:tta edellä mainitun vyöhykkeen yläpuolella, ja

(b) 0,05 - 2 paino-% koostumuksesta vähintään yhtä sekundääristä rasvahappoamidia, jolla on kaava $R-CO-NH-R'$, jossa R on tyydyttynyt alkyyliryhmä, jossa on 13 - 25 hiiliatomia, tai mono-olefiinisesti tyydyttymätön alkyyliryhmä, jossa on 17 - 23 hiiliatomia, ja R' on mono-olefiinisesti tyydyttymätön alkyyliryhmä, jossa on 18 - 24 hiiliatomia.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että 5 - 95 % kopolymeerissä olevista karboksyyli ryhmistä on neutraloitu metallikationeilla.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että eteenisekapolymerin sulaindeksi on 0,5 - 20 dg/min.

25 4. Minkä tahansa patenttivaatimuksen 1 - 3 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että kopolymeeri sisältää polymeroituna 5 - 20 paino-% happomonomeeriä.

5. Minkä tahansa patenttivaatimuksen 1 - 4 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että metallikationit 30 ovat sinkki-, natrium-, magnesium-, kalium-, litium-, kalium- tai bariumkationeja.

6. Minkä tahansa patenttivaatimuksen 1 - 5 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää lisäksi 0,025 - 1,5 paino-% koostumuksesta vähintään yhtä hienojakoista epäorgaanista ainetta.

7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että hienojakoisen epäorgaanisen aineen pinta-ala on $0,7 - 75 \text{ m}^2/\text{g}$, öljynimevyys $21 - 175 \text{ g}$ öljyä/100 g epäorgaanista ainetta ja massakeskimääräinen
 5 hiukkaskoko $0,02 - 30 \mu\text{m}$, jolloin vähintään 60 %:lla hiukkasista hiukkaskoko on korkeintaan keksimääräinen hiukkaskoko.

8. Minkä tahansa patenttivaatimuksen 1 - 7 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että eteenikopolymeeri
 10 on valmistettu polymeroimalla reaktorin paineessa ja lämpötilassa, jotka ovat vähintään $26,7 \text{ MPa}$ ja $20 \text{ }^\circ\text{C}$:tta kaksifaasisiirtymävyöhykkeen yläpuolella, ja että vierekkäin polymeroituneiden polaaristen monomeeriryhmien suhde polymeroituneiden polaaristen monomeerien kokonaismäärään on
 15 kopolymeerissä alle 0,44.

9. Minkä tahansa patenttivaatimuksen 1 - 8 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että R on lauramidi, palamitamidi, stearamidi, arakidamidi, behenamidi, lignoseramidi, serotamidi, oleamidi, elaidamidi, vaksenamidi
 20 tai erukamidi.

10. Patenttivaatimuksen 9 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että R' on oleyyli, elaidyyli, vaksenyyli tai erukyyli.

TUTKIMUSRAPORTTI

[illegible]

