

K I V O N A T

**Biaxiálisan orientált és hőrögzített, többrétegű
termoplasztikus fólia csomagolásra**

A találmány tárgyát biaxiálisan orientált, hőrögzített, többrétegű termoplasztikus fólia képezi csomagolási célra.

A találmány szerinti fólia gépirányban $\geq 3,0:1$ nyújtási aránnyal és transzverzális irányban $\geq 6,0:1$ nyújtási aránnyal van orientálva. A fólia áll egy a) rétegből, amely legalább 50 % kristályos vagy részben kristályos kopoliamidot tartalmaz, amelynek üvegesedési pontja $T_g \leq 100^\circ\text{C}$, és legalább egy külső, hőzáró b) rétegből, amely poliolefint tartalmaz. A fólia szabad zsugorodása $100^\circ\text{C-on} \leq 3$ minden irányban.

Hath.

258/03

S. B. G. & K.
Szabadalmi Ügyvivői Iroda
H-1062 Budapest, Andrássy út 113.
Telefon: 461-1000, Fax: 461-1099

75:409/BE

A1

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

Biaxiálisan orientált és hőrögztített, többrétegű termoplasztikus fólia csomagolásra

A találmány erősen orientált (nyújtott) hőrögztített, többrétegű termoplasztikus (hőre lágyuló) fóliára vonatkozik, amely tartalmaz egy poliamidból álló réteget, és egy külső, hőzáró, poliolefin réteget, továbbá vonatkozik ennek előállítására, és a fólia alkalmazására csomagolóanyagként.

A többrétegű termoplasztikus fóliákat tipikusan élelmiszer- és nem élelmiszer-termékek csomagolására alkalmazzák.

Az egyik módszer termékek csomagolására flexibilis, hőre lágyuló fóliával, biztosítja az előre gyártott, megfelelő méretű zacskók és tasakok alkalmazását, ahol a csomagolni kívánt terméket manuálisan vagy automatikusan töltjük be. A megtöltött zacskókat vagy tasakokat adott esetben vákuumozzuk és/vagy gázzal átöblítjük, és azután nyitott részüket összekapcsoljuk vagy lezárjuk.

Egy másik módszer a termékek csomagolása formázó-töltő-záró gépekkel történik, ilyen a horizontális formázó-töltő-záró (HFFS) gép és a vertikális formázó-töltő-záró (VFFS) gép. Egy FFS (form-fill-seal) gép akár horizontális, akár vertikális, tipikusan magába foglal egy formázót, egy flexibilis fólia lapos szövedékének csőalakú konfigurációba való formázásához, egy hosszirányú fóliahegesztőt a fólia hosszirányú széleinek a lezárására csőalakú konfigurációba, átlapoló vagy borda-hegesztéssel, egy szállítóberendezést a termékek betáplálására a csőalakú fóliába, egyiket a másik után, megfelelő térközös konfiguráció-

ban, vagy egy betápláló csövet VFFS gép esetében; és egy transzverzális fóliahegesztőt a csőalakú fólia keresztirányú lezárására, hogy a különálló csomagokban lévő termékeket elválasszák.

Egy harmadik módszer a csomagolásra, magába foglalja az igen különböző alakú és anyagú formázott konténerek alkalmazását, ilyenek a tálcák, a konténer peremeihez hegesztett lapos fedéllel lezárva.

A kereskedelmi felhasználás, a csomagolási eljárás jellege, és a csomagok állapota miatt, aminek a tárolási és elosztási ciklusok alatt alá vannak vetve, az ilyen típusú alkalmazásokra szolgáló fóliáknak a teljesítményi tulajdonságok optimális egyensúlyával kell rendelkezni, amelyek a következők:

- jó mechanikai tulajdonságok, elsősorban nagy modulusz, ami biztosítja a fólia kielégítő megmunkálhatóságát, főképpen nagysebességű csomagolási eljárásokban, és ugyanakkor jó ellenállás kilyukadással szemben, ami biztosítja a csomagolt termék védelmét nem kívánatos anyagok, így por és piszok behatolása ellen;
- jó hegeszthetési tulajdonságok, elsősorban alacsony hőmérsékletű hegeszthetőség, kombinálva tartós hegesztési erővel, főképpen ha a fóliát saját magához hegesztjük;
- jó optikai tulajdonságok, főképpen csekély homályosság, és nagy felületi fény;
- nem zsugorodik még magas hőmérsékleteken sem, mivel bizonyos alkalmazásoknál forró termékeket csomagolunk; és gyakran
- oxigénzáró tulajdonságok.

Az ilyen típusú alkalmazásokra jelenleg használt csomagoló-

anyagok nagy vastagságú, öntött, koextrudált ívek, amelyek poliolefin külső rétegeket és egy belső oxigénzáró réteget tartalmaznak, mely utóbbi poliamid és/vagy etilén-vinilalkohol réteg. A kívánt mechanikai tulajdonságok eléréséhez ezeknek az öntött, koextrudált szerkezeteknek a vastagsága elég nagy, és általában legalább 60 - körülbelül 250 μm vastagságú íveket alkalmaznak a specifikus felhasználástól függően. Alternative, alkalmazhatók biaxiálisan orientált és hőrögzített gyanták (így a BO-PET, BO-PP vagy BO-PA laminátumai is), ragasztással laminálva egy hegesztéssel lezárt és adott esetben védőfóliához. Ez utóbbi esetben a szükséges vastagság kisebb lehet, mivel egy orientált réteg jelenléte javítja a fólia mechanikai tulajdonságait. A körülbelül 40 - körülbelül 100 μm vastag laminátumok valójában általában megfelelnek ezekhez az alkalmazásokhoz. A laminálás azonban egy kiegészítő művelet a gyártási eljárásban, ami növeli a végtermékek előállítási költségét, s ezért gazdasági okokból igen gyakran előnyben részesítik a vastag, öntött, koextrudált szerkezeteket.

Azt találtuk, hogy lehetséges előállítani olyan fóliát, amely rendelkezik a tulajdonságok kívánt egyensúlyával, beleértve a jó mechanikai tulajdonságokat igen kis vastagságnál, olyan gyártási eljárással, amelynél nincs szükség laminálási műveletre.

Azt találtuk, hogy valójában orientálni lehet egy olyan szerkezetet, amelynek legalább egy külső, hőzáró poliolefin rétege és egy poliamid rétege van, igen nagy nyújtási aránynál, megfelelően kiválasztva a poliamidot a $T_g \leq 100^\circ\text{C}$ üvegesedési

ponttal rendelkező ko-poliamidok közül, és, hogy az orientálás (nyújtás) ilyen nagy nyújtási arányokkal a fóliának jelentős mechanikai és oxigénvédő tulajdonságokat ad.

A nyújtás (orientálás) olyan eljárás, amellyel egy műanyag fóliát vagy ívet megnyújtunk oly módon, hogy a műanyag polimer láncait az alkalmazott erő irányába orientáljuk. Ismeretes, hogy az orientálás növeli a polimer rendszer szilárdságát és merevségét, és így a fólia szakítási tulajdonságait.

A poliamidokat széles körben alkalmazzák orientált fóliák gyártásában.

A poliamidok alkalmazhatók többek között egy hőzáró poliolefin réteggel rendelkező többrétegű fóliák magrétegeiként, gázvédő tulajdonságaik miatt. Ténylegesen lehetséges modulálni a végső fóliák gázátereszthetőségét, megfelelően megválasztva a magréteg poliamid típusát.

Poliamid réteget és egy külső hőzáró poliolefin réteget tartalmazó orientált fóliákat általában csöves orientációs eljárással állítanak elő. Ennél az eljárásnál először egy vastag, többrétegű csövet extrudálnak egy kerek szerszámon keresztül, lehűtik, olyan gyorsan ahogy csak lehetséges, hogy a kristályosodást megakadályozzák vagy lassítsák, a csövet újra felmelegítik, például úgy, hogy forró vízfürdőbe és/vagy IR vagy forró levegő kemencébe teszik, és ezután transzverzális irányban (TD) megnyújtják, a csőbe levegőnyomást bevezetve, ami kitágítja a cső átmérőjét tömlő módjára, és gépirányban (MD), a feszítőhengerek két készletét futtatva, amelyek a fóliatömlőt eltérő sebességen tartják.

A csöves nyújtási eljárásokkal alkalmazható orientációs arányok azonban korlátozottak és tipikusan legfeljebb körülbelül 3,5:1 arányok alkalmazhatók.

Nagyobb nyújtási arányok alkalmazhatók elvileg lapos sajtolással és lapos nyújtással. A lapos nyújtások egymás után végezhetők, vagyis az extrudált szalagot először megnyújtják gépirányban, aztán transzverzális irányban, vagy egyidejűleg. Az egymás utáni lapos nyújtásnál, a nyújtást a gépirányban úgy végzik, hogy a felmelegített ívet áthúzzák felhevített hengerek sorai között, ahol az áramlásirányú hengersor nagyobb sebességgel halad, és a transzverzális nyújtás végezhető egy feszítőkerettel, egy géppel, ami áll két folytonos láncból, amelyekre befogóelemek vannak szerelve, ezek megfogják a fólia két végét és viszik magukkal, amint a lánc halad előre. Az egyidejűleg végzett nyújtásnál az extrudált öntött ívet betáplálják a szimultán feszítő berendezés előremelegítő zónájába, ahol a fóliát rögzítik, de még nem nyújtják, és a hőmérsékletet a biaxiális nyújtáshoz szükséges hőfokra beállítják, és a fóliát szimultán nyújtják a gép- és transzverzális irányban.

Egyrétegű szerkezetek esetében, ahol a gyantára specifikus nyújtási hőmérsékletet alkalmaznak, a lapos, feszítőkeretes orientálási eljárásnál alkalmazhatók legfeljebb körülbelül 7:1 MD és körülbelül 12:1 TD nyújtási arányok.

A szabadalmi irodalomban ismertette vannak poliamid réteget és poliolefin külső réteget tartalmazó orientált fóliák, amelyeket feszítőkeretes nyújtással állítanak elő, ezek azonban csak korlátozott nyújtási arányig lettek nyújtva, így < 2,2:1 gép-

irányban és $\geq 4:1$ transzverzális irányban [79/15981 számú japán szabadalmi irat (Derwent AN 79-20793 B)] vagy $3:1$ gépirányban és $4:1$ transzverzális irányban [92/52137 számú japán szabadalmi irat (Derwent AN 92-117943)]}.

Magas nyújtási hőmérséklet alkalmazása, főképpen a transzverzális nyújtáshoz, segít növelni a nyújtási arányokat, de ezek a magas hőmérsékletek nem kompatibilisak a külső réteg poliolefin gyantájának a jelenlétével.

Azt találtuk, hogy lehetséges előállítani olyan többrétegű fóliát, amely tartalmaz egy poliamidból álló réteget, és egy poliolefinből álló, külső hőzáró réteget, ez a fólia körülbelül $\geq 3,0:1$ nyújtási aránnyal lett orientálva gépirányban, és körülbelül $\geq 6,0:1$ nyújtási aránnyal transzverzális irányban, ha a poliamid kristályos vagy részben kristályos kopoliamid, amelynek üvegesedési hőmérséklete $T_g \leq 100^\circ\text{C}$.

Azt találtuk, hogy ha a biaxiális nyújtást egy hőrögzítési művelet követi, akkor az így kapott, erősen nyújtott többrétegű fóliát a tulajdonságok következő kombinációja jellemzi, ami kiváltképpen alkalmassá teszi a fent jelzett csomagolási alkalmazásokhoz:

- jó mechanikai tulajdonságok, elsősorban igen nagy kilyukadási ellenállás, összehasonlítva egy vastagabb, koextrudált fóliával, amely még poliamidokat tartalmaz;
- jó hegeszthetőség;
- jó optikai tulajdonságok;
- a jótól az igen jóig terjedő oxigénzáró tulajdonságok, az alkalmazott speciális kopoliamidtól függően; és

- nincs zsugorodás magas hőmérsékleten ($\leq 3 \% 100^\circ\text{C}$ -on minden irányban).

A találmány célja tehát többrétegű, termoplasztikus fólia előállítására, amely $\geq$ körülbelül 3,0:1 nyújtási aránnyal van orientálva a gépirányban, és $\geq$ körülbelül 6,0:1 nyújtási aránnyal a transzverzális irányban; a fólia áll:

egy a) rétegből, amely legalább 50 tömeg % kristályos vagy részben kristályos kopoliamidot tartalmaz, ennek üvegesedési pontja $T_g \leq 100^\circ\text{C}$; és legalább egy külső

b) hőzáró poliolefin rétegből;

a fóliára jellemző továbbá, hogy százalékos szabad zsugorodása 100°C -on ≤ 3 minden irányban.

A találmány egy másik célja eljárás kidolgozása ilyen fólia előállítására, oly módon, hogy megnyújtunk egy extrudált szalagot, ami áll egy

a) rétegből, amely legalább 50 tömeg % kristályos vagy részben kristályos kopoliamidot tartalmaz, ennek üvegesedési pontja $T_g \leq 100^\circ\text{C}$; és

legalább egy külső

b) legalább egy külső hőzáró poliolefin rétegből;

gépirányban $\geq 3,0:1$ nyújtási aránnyal és transzverzális irányban $\geq 6,0:1$ nyújtási aránnyal, egymás után vagy egyidejűleg, megfelelően megválasztott nyújtási hőmérsékleten, és ezután a fóliát hőrögzítésnek vetjük alá a nyújtási hőmérsékletnél körülbelül 15°C -kal alacsonyabb hőmérséklet és az alkalmazott nyújtási hőmérséklet vagy ennél magasabb hőmérséklet közötti hőfokon.

Definíciók

A leírásban alkalmazott "fólia" kifejezést eredeti értelmében használjuk, ami magába foglal egy műanyag, flexibilis szövetet, tekintet nélkül arra, hogy az fólia vagy ív. A találmány szerint alkalmazott fóliák vastagsága előnyösen 100 μm vagy kevesebb, előnyösebben a vastagság körülbelül 10 - körülbelül 90 μm , és még előnyösebben körülbelül 12 - körülbelül 80 μm .

Az "orientált" kifejezés olyan szerkezetet jelez, amit megnyújtottunk egy olyan hőmérsékleten - "orientációs hőmérsékletnek" jelölve - ami magasabb mint a szerkezetet felépítő valamennyi gyanta T_g üvegesedési hőmérséklete, és alacsonyabb mint legalább az egyik gyanta olvadáspontja. A leírásban használt "orientált" kifejezés biaxiálisan orientált anyagokat jelez, vagyis olyan anyagokat, amelyeknél a nyújtást két merőleges irányban végezzük, vagyis a gépirányban vagy hosszirányban (MD), valamint a transzverzális (vagy kereszt) irányban (TD).

A leírásban használt "homopolimer" kifejezés egyetlen monomer polimerizációjából származó polimerre vonatkozik, vagyis a polimer lényegileg az ismétlődő egységek egyetlen típusából áll.

A leírásban használt "kopolimer" kifejezés legalább két különböző monomer polimerizációs reakciójából képződött polimerekre vonatkozik.

A leírásban használt "polimer" kifejezés vonatkozik mind a fenti definíciójú homopolimerekre, mind a kopolimerekre.

A leírásban használt "poliamid" kifejezés vonatkozik a homopolimer poliamidokra és a kopolimer poliamidokra is, mely utóbbiakat kopoliamidoknak is nevezzük.

A leírásban használt "kopoliamid" kifejezéssel másrészt

olyan poliamid terméket azonosítunk, amely legalább két különböző kiindulási anyagból van felépítve, vagyis laktámokból, aminosavakból, diaminok és dikarbonsavak ekvimolekuláris mennyiségeiből bármely arányban; ez a kifejezés ezért magába foglalja a ter-poliamidokat és általában a multi-poliamidokat is.

A "poliolefin" kifejezés a leírásban használva minden polymerizált olefinre vonatkozik, ami lehet lineáris, elágazó, ciklusos, aromás, szubsztituált vagy szubsztituálatlan. Specifikusan, a poliolefin kifejezés magába foglalja az olefinek homopolimereit, az olefinek kopolimereit, olefin és egy olefinnel kopolimerizálható nem-olefines komonomer kopolimereit, ilyenek a vinil-monomerek, ezek módosított polimerei és hasonlóak. Specifikus példák az etilén-homopolimerek, etilén- α -olefin kopolimerek és terpolimerek, propilén homopolimerek, propilén- α -olefin kopolimerek és terpolimerek, butén-homopolimerek, butén- α -olefin kopolimerek, etilén-vinilacetát kopolimerek, etilén-etil-akrilát kopolimerek, etilén-butil-akrilát kopolimerek, etilén-metil-akrilát kopolimerek, ionomer gyanták és módosított poliolefinek.

A leírásban használt "etilén homopolimerek", "propilén homopolimerek" vagy "butén-homopolimerek" olyan polimereket jelentenek, amelyek lényegileg az etilén, propilén, illetve butén ismétlődő egységeiből állnak.

A leírásban használt "etilén- α -olefin kopolimer", valamint "etilén- α -olefin terpolimer" kifejezések olyan heterogén anyagokra vonatkoznak mint a lineáris kis sűrűségű polietilén (LLDPE), lineáris közepes sűrűségű polietilén (LDMDPE) és az

igen kis sűrűségű és ultra kis sűrűségű polietilén (VVLDPPE és ULDPPE); és homogén polimerekre, mint a metallocén-katalizált polimerek, így például az EXACT™ anyagok, amelyek az Exxon cég termékei, az AFFINITY™ és ENGAGE™ ANYAGOK A Dow cégtől, a LUFLEXEN™ anyagok, a BASF termékei, és a TAFMER™ anyagok a Mitsui Petrochemical Corporation gyártmányai. Ezek az anyagok általában az etilén kopolimerei egy vagy több komonomerrel, amelyek 4-10 szénatomos α -olefinek, így 1-butén, 1-hexén, 1-oktén, stb.

A leírásban használt "módosított poliolefin" kifejezés, valamint a még specifikusabb "módosított etilén-vinilacetát kopolimer" vagy "módosított etilén- α -olefin kopolimer" kifejezések olyan polimerekre vonatkoznak, amelyek egy sav- vagy előnyösen anhidrid-funkcióval rendelkeznek, ilyen a malein- vagy a fumársav vagy -anhidrid, ezekre ojtva, és/vagy ezekkel kopolimerizálva, és/vagy ezekkel keverve. Ezek a módosított polimerek előnyösen anhidrid-funkcióval rendelkeznek, ráojtva vagy polymerizálva, vagy csupán keverve ezekkel.

A leírásban használt "közvetlenül hozzátapasztva" kifejezés a fóliarétegekre alkalmazva, úgy definiálható, mint egy fóliaréteg adhéziója a másik fóliaréteghez, kötőréteg, ragasztó vagy más réteg nélkül közöttük. Ezzel ellentétben, a leírásban használt "közöttük" szó egy fóliarétegre alkalmazva, azt fejezi ki, hogy ez két más meghatározott réteg között van, és magába foglalja mind az illető réteg közvetlen adhézióját a két másik réteghez, amelyek között van, mind pedig a közvetlen adhézió hiányát a két másik réteg egyikéhez vagy mindkettőhöz, amelyek között az illető réteg van, vagyis egy vagy több járulékos réteg

lehet elhelyezve az illető réteg és egy vagy több réteg között, amelyek között az illető réteg elhelyezkedik.

A leírásban használt "belső réteg" vagy "belül lévő réteg" kifejezések olyan fóliarétegre vonatkoznak, amelynek mindkét főfelülete közvetlenül tapad a fólia egy másik rétegéhez.

A leírásban használt "külső réteg" kifejezés minden olyan rétegre vonatkozik, amelynek csak egyik főfelülete tapad közvetlenül a fólia egy másik rétegéhez.

A leírásban használt "mag" és "magréteg" kifejezés olyan belső fóliarétegre vonatkozik, amelynek primer funkciója más, mint az, hogy mint kötőanyag vagy az összeillesztést elősegítő anyag szolgáljon két réteg egymáshoz tapasztásához.

A "védőréteg" kifejezés a leírásban használva egy többrétegű fólia egy rétegét jelenti, amely olyan anyagból áll, hogy úgy hat mind fizikai védelem a gázalakú oxigénmolekulák ellen. A poliamid védőréteg jelenléte a találmány szerinti fóliában, tipikusan csökkenti a fólia oxigén-áteresztőképességét, kevesebb mint $700 \text{ ml/m}^2/\text{nap.bar}$ értékre, 23°C -on és 0% relatív nedveségnél. Az oxigén-áteresztőképesség értékét az ASTM D 3985-81 szerint állapítottuk meg.

További "védőrétegek" lehetnek jelen, így PVDC, etilén-vinilalkohol kopolimer poliamid rétegek, etilén-vinilalkohol kopolimerek és poliamidok keverékeiből álló rétegek, stb.

A leírásban használt "PVDC" kifejezés vinilidén-klorid kopolimerre vonatkozik, amelyben a kopolimer nagyobb része vinilidén-klorid, és a kisebb része egy vagy több telítetlen, ezzel kopolimerizálható monomer, tipikusan vinil-klorid, és

alkil-akrilátok vagy -metakrilátok (például metil-akrilát vagy metakrilát), vagy ezek különböző arányú keverékeire vonatkozik. A PVDC általában tartalmaz lágyítókat és/vagy stabilizátorokat, ahogy az a technika állásából ismeretes.

A leírásban használt "tömbreteg" ("bulk layer") kifejezés olyan rétegre vonatkozik, amely azért van jelen, hogy javítsa a fólia rongálással szembeni ellenállásait, a szilárdságát, a moduluszát, stb. Ezek a tömbretegek általában olyan polimerekből állnak, amelyek viszonylag olcsók a fóliában lévő többi polimerhez viszonyítva, amelyek bizonyos specifikus célt szolgálnak, ami nem kapcsolatos a rongálással szembeni ellenállással, a modulusszal, stb.

A leírásban használt "kötőréteg" valamely belső rétegre vonatkozik, amelynek elsődleges célja két réteg egymáshoz erősítése.

A leírásban használt "kristályos vagy legalább részben kristályos kopoliamid" kifejezést arra használjuk, hogy megkülönböztessük a kopoliamidot, amire hivatkozunk, az amorf poliamidoktól, mivel az amorf poliamidokat az jellemzi, hogy nincs mérhető olvadáspontjuk (és ennek megfelelően hővel vagy ömlesztéssel kevesebb mint 2,1 J/g), DSC-vel (differential scanning calorimeter) mérve az ASTM 3417 szerint.

A leírásban használt "poliészter" kifejezéssel utalunk hőre lágyuló fóliát képező poliészterekre és kopolieszterekre, amelyek alkilén-tereftalátok vagy alkilén-naftalinátok, mint a polimer lánc fő ismétlődő egységei.

Mint a polimer lánc fő ismétlődő egységei azonban előnyösek

az alkilén-tereftalátból álló poliészterek. Ezeket a poliésztereket főképpen tereftálsav vagy ennek egy észterképző származéka és egy alkilén-dihidroxivegyület polikondenzációjával állítják elő. Ilyen alkilén-dihidroxivegyületek például az etilén-glikol, propilén-glikol, butándiol, neopentil-glikol és ezek észterképző származékai.

A kopoliészterek ezeket a polialkilén-tereftalát csoportokat mint fő alkotóegységeket tartalmazzák, és 30 mól % vagy kevesebb, előnyösen 20 mól % vagy kevesebb más komonomert. Alkalmazható komonomerek például a dikarbonsavak, így az izoftálsav, naftalin-dikarbonsav, ciklohexán-dikarbonsav, adipinsav, szebacinsav, valamint ezek szubsztituált származékai. Ezek a dikarbonsavak alkalmazhatók észterképző származékaik, így kevés szénatomos alkohol-észterek formájában is. Dihidroxivegyületek a kopoliészterek képzéséhez például egy vagy több következő vegyület: hidrokinon, dihidroxifenil, ciklohexándiol, polioxialkilén-glikolok és ezek szubsztituált származékai.

A találmány első célja többrétegű, hőre lágyuló fólia, orientálva $\geq$ körülbelül 3,0:1 nyújtási aránnyal a gépirányban és $\geq$ körülbelül 6,0:1 nyújtási aránnyal a transzverzális irányban; a fólia áll:

egy a) rétegből, amely tartalmaz legalább 50 tömeg % kristályos vagy részben kristályos kopoliamidot, amelynek T_g -értéke $\leq 100^\circ\text{C}$, és

legalább egy külső, hőzáró b) réteget, amely poliolefinből áll, és

a fóliát jellemzi még, hogy százalékos szabad zsugorodása

100 °C-on ≤ 3 minden irányban.

A találmány egy előnyös kivitelezésében a fólia $\geq$ körülbelül 3,5:1, előnyösebben $\geq$ körülbelül 3,8:1, még előnyösebben $\geq$ körülbelül 4,0:1 nyújtási aránnyal van orientálva a gépirányban, és $\geq$ körülbelül 6,2:1, előnyösebben $\geq$ körülbelül 6,5:1 nyújtási aránnyal a transzverzális irányban.

A kristályos vagy részben kristályos kopoliamidok, amelyek Tg-értéke $\leq 100^\circ\text{C}$, és amelyek megfelelően alkalmazhatók az a) rétegben, bizonyos poliamid-alifás kopolimerek, amelyeket ϵ -kaprolaktám és ω -laurolaktám kopolimerizációjával állítanak elő (6/12 poliamidok, így a Grilon[™] CF65, amely a kereskedelemben az EMS cégtől kapható), bizonyos alifás kopolimerek, amelyeket ϵ -kaprolaktám, hexametilén-diamin és azelainsav kopolimerizációjával állítanak elő (6/69 poliamidok, így a Grilon[™] CF62BS, amely a kereskedelemben az EMS cégtől kapható), a meta-xililén-diaminból, adipinsavból és izoftálsavból előállított poliamid-kopolimerek (MDX6/MDXI, így a Grilon[™] FE 4581, amely a kereskedelemben az EMS cégtől kapható), bizonyos multi-poliamidok, előállítva hexametilén-diaminból, meta-xililén-diaminból, adipinsavból és szebacinsavból (például a Grilon[™] XE 3569, amely a kereskedelemben az EMS cégtől kapható).

Az a) réteg kopoliamidjai alkalmazhatók magukban vagy bármely más, velük kompatábilis gyantával keverve, feltéve, hogy ezek nem rontják a globális szerkezet orientálhatóságát; így keverhetők kevesebb mint körülbelül 50 tömeg %, előnyösen kevesebb mint körülbelül 40 tömeg %, és még előnyösebben kevesebb mint körülbelül 30 tömeg % amorf poliamidokkal, etilén-vinilalkohol

kopolimerekkel, poliészterekkel, kopoliészterekkel, vagy még olyan kristályos vagy részben kristályos poliamidokkal is, amelyek T_g -értéke $> 100^\circ\text{C}$, stb.

A kopoliamid a) réteg vastagsága tipikusan $1,5\text{--}25\text{ }\mu\text{m}$. Az $1,5\text{ }\mu\text{m}$ -nél vékonyabb rétegek nem biztosítják a kívánt mechanikai és védő tulajdonságokkal rendelkező fóliát, míg a $25\text{ }\mu\text{m}$ -nél vastagabb rétegek feleslegesen növelnék a fólia költségét, mivel az előny, ami a kopoliamid tömeg % mennyiségének a további növelése jelentene a globális fóliában, nem jelentős. A kopoliamid a) réteg vastagsága előnyösen körülbelül $2,5\text{--}15\text{ }\mu\text{m}$, és még előnyösebben körülbelül $3,0\text{--}10\text{ }\mu\text{m}$.

A találmány szerinti fóliákban a külső hőzáró b) réteg állhat egyetlen polimerből vagy két vagy több polimer keverékéből, amint az a szakirodalomból ismeretes. A külső, hőzáró b) réteget képező poliolefin gyanta (gyanták) olvadáspontja előnyösen $< 150^\circ\text{C}$ előnyösebben $< 140^\circ\text{C}$. Egy még előnyösebb kivitelezésben az olvadáspont körülbelül 80°C és körülbelül 135°C között van, és egy még előnyösebb kivitelezésben körülbelül 90°C és körülbelül 128°C között.

Egy ilyen réteg állhat például egy vagy több heterogén vagy homogén etilén- $(\text{C}_4\text{--D}_8)$ - α -olefin kopolimerből, amelynek sűrűsége $\leq 0,925\text{ g/ml}$; ezek keverékeiből kisebb mennyiségű polietilén homopolimerekkel vagy heterogén vagy homogén etilén- (C_4C_8) - α -olefin kopolimerekkel, amelyek sűrűsége $> 0,925\text{ g/ml}$; etilénvinilacetát kopolimerekből; etilén-akril- vagy metakrilsav kopolimerekből, beleértve az ionomereket; heterogén vagy homogén etilén- $(\text{C}_4\text{--C}_8)$ - α -olefin kopolimerek - amelyek sűrűsége körülbelül

0,915 g/ml - körülbelül 0,935 g/ml - keverékeiből etilén-vinilacetát kopolimerekkel vagy etilén-alkil-(met)akrilát kopolimerekkel; etilén-propilén kopolimerekből; etilén-propilén-butén terpolimerekből; etilén-alkil-akrilát-maleinsavanhidrid terpolimerekből és hasonló polimerekből.

A találmány egy előnyös kivitelezésében a hűző b) réteg heterogén vagy homogén etilén-(C₄-C₈)- α -olefin kopolimerből áll, amelynek sűrűsége $\leq 0,925$ g/ml, és még előnyösebben olyan heterogén vagy homogén etilén-(C₄C₈)- α -olefin kopolimerből, amelynek sűrűsége körülbelül 0,900 g/ml és körülbelül 0,922 g/ml között van. Ennek a heterogén vagy homogén etilén-(C₄-C₈)- α -olefin kopolimernek az olvadási indexe (melt index) körülbelül 0,1 és körülbelül 15 g/10' között van (az ASTM D-1238, Condition E szerint mérve). Az előnyös értékek azonban 0,5-10 g/10', és a még előnyösebb értékek 1,0-7,0 g/10' tartományúak.

A külső, hűző b) réteg vastagsága általában több mint 2 μ m, és előnyösen több mint 3 μ m.

Bizonyos esetekben, a külső, hűző b) réteghez alkalmazott poliolefintől függően, szükséges vagy tanácsos lehet egy c) kötőréteget elhelyezni a kopoliamidot tartalmazó réteg és a külső, hűző poliolefin-réteg közé, abból a célból, hogy kielégítő kötést kapjunk a fóliarétegek között. Egy ilyen kötőréteghez az előnyös gyanták például a módosított etilén- α -olefin kopolimerek, vagy etilén és egy etilénesen telítetlen észter, tipikusan módosított etilén-vinilacetát módosított kopolimerei.

A találmány egy előnyös kivitelezésében az a) kopoliamid réteg egy belső réteg, és a fóliának van egy kiegészítő d) külső

rétege.

Ez a második külső d) réteg állhat egy vagy több poliolefinből, módosított poliolefinből, poliamidból és poliészterből.

A d) külső réteg vastagsága nem kritikus vonás, és optimalizált értéke függ a szerkezet globális vastagságától, az ehhez alkalmazott gyanta típusától, és a funkciótól, amire a d) külső réteg szolgál. A külső d) réteg vastagsága tipikusan körülbelül 1 és körülbelül 30 μm között van.

A találmány egy előnyös kiviteli alakjában a d) külső réteg poliolefin.

Előnyösen, de nem szükségszerűen, ha a d) külső réteg összetétele ugyanaz mint a b) hőzáró külső rétegé, szimmetrikus szerkezetet biztosítanak.

Egy szimmetrikus szerkezet alkalmazása igen előnyös, ha a fóliákat (körülbelül 10 - körülbelül 40 μm) nagysebességű HFFS (Horizontal-Form-Fill-Seal) gépeken kívánjuk alkalmazni. A szimmetrikus szerkezet nem csavarodik, és ha a modulusz elég nagy, akkor jól megmunkálható. A szimmetrikus szerkezet továbbá lehet átlapolva lezárt kívánt esetben, ami erős lezárásokat ad.

Bizonyos esetekben azonban, például ha a fóliát olyan tasakok gyártásához használjuk, amelyeknek könnyen nyithatónak kell lenni, akkor a d) második külső réteg összetétele eltérhet a b) rétegetől, és például egy úgynevezett "lefejthető" elegyből állhat, ahogy ez a szakirodalomból ismeretes. Ilyen esetben lehetséges olyan tasakot gyártani, például HFFS vagy VFFS gép segítségével, amelyen a transzverzális bordahegesztései igen erős lezárások, és a hosszirányú átlapoló lezárás lefejthető. Ez bizto-

sítja a csomagolás integritását a szokásos tárolási és kezelési körülmények között, és a könnyen nyithatóságot, kívánt esetben lefejtő mechanizmussal.

Ha könnyen nyitható tasakra van szükség, akkor a külső d) réteg állhat legalább két termoplasztikus polimer keverékéből is, amelyről ismert, hogy a réteg kohéziós gyengüléseit okozza, és a tasak transzverzális bordahegesztéseit, és a hosszirányú, könnyen nyitható, átlapoló lezárását tartalmazza. Polimerkeverékek, amelyek kohéziós gyengülést mutatnak, például egy etilén terpolimer keverékei egy ionomerrel, amelyek az US-A 4,469,754 számú szabadalmi iratban vannak ismertetve, vagy egy etilén polimer és egy propilén polimer keverékei, amelyeket az US-A 5,160,767 számú szabadalmi irat ismertet; vagy akrilsav vagy metakrilsav, módosított etilén-vinilacetát és polibutilén kopolimerek termer keverékei, amelyek a PCT/EP99/02411 számú nemzetközi szabadalmi bejelentésben vannak ismeretve; és hasonló keverékek.

Ha könnyen nyitható tasakra van szükség, akkor alternative a d) külső rétegnek ugyanaz lehet az összetétele mint a b) hőzáró rétegnek, de a vastagsága kevesebb mint 10 μm , és egy e) közti-réteg, amely a kohéziót gyengítő keveréket tartalmaz, lehet közvetlenül hozzáerősítve.

Ha a találmány szerinti fóliát zacskók vagy tasakok gyártására alkalmazzuk, például összehajtván a lapos fóliát és transzverzális (kereszt) irányban hegesztve, akkor egy vastagabb szerkezetet (körülbelül 20 - körülbelül 80 μm) előnyben részesítünk, és a d) külső réteget megfelelően választjuk meg, függetlenül a

külső b) hőzáró rétegtől, azzal a céllal, hogy a zacskót rongálással szemben nagy ellenállással lássuk el. Ebben az esetben az előnyös gyanták a d) külső réteghez a poliamidok, poliészterek és bizonyos poliolefinek, így heterogén vagy homogén etilén-(C₄-C₈)- α -olefin-kopolimerek, amelyek sűrűsége körülbelül 0,915 g/ml - körülbelül 0,935 g/ml, esetleg keverve polietilén homopolimerekkel, etilén-vinilacetát-kopolimerekkel vagy etilén-alkil-(met)akrilát-kopolimerekkel; és etilén-propilén-kopolimerek.

Poliamidok és poliészterek alkalmazása a külső d) rétegben előnyös más okokból is, ilyen a fólia nyomtathatósága, a fóliából készített zacskók/tasakok tömítőképessége, ellenállás UV sugárzásnak és hasonlóknak.

Szükséges vagy tanácsos lehet egy c') kötőréteget elhelyezni az a) kopoliamid réteg és a külső d) réteg között. A c' kötőréteg úgy definiálható mint a fenti c) kötőréteg, és a c) réteggel azonos vagy attól eltérő lehet.

A találmány legelőnyösebb kivitelezésében a fólia legalább öt réteget tartalmaz, ahol a c) és c') kötőrétegek az a) belső kopoliamid réteg és a b) és d) külső rétegek között helyezkednek el.

További rétegek is lehetnek jelen a globális szerkezetben, ennek jellemzőinek a javítására.

Az ezekben az esetleges, járulékos rétegekben alkalmazott hőre lágyuló gyantáknak azonban igen orientálhatónak kell lenni olyan hőmérsékleteken, amelyek kompatibilisak a szerkezet többi részével, és a végtermék fóliától megkívánt mechanikai tulajdon-

ságokkal.

Megfelelő gyanták például a poliolefinek, és elsősorban a heterogén etilén- α -olefin-kopolimerek, homogén etilén- α -olefin-kopolimerek etilén-vinilacetát-kopoli-merek, etilén-(met)akrilsav-kopolimerek, etilén-alkil(met)akrilát-kopolimerek, ionomerek, propilén-polimerek, módosított poliolefinek, és ezek keverékei. Ezek a gyanták használhatók például a belső rétegekben, a kívánt tömeg biztosítására.

A PVDC szintén egy megfelelő gyanta, ami alkalmazható egy magrétegben, ha erős védőtulajdonságok (oxigén áteresztőképesség kisebb mint 50 ml/m².nap.bar, 23 °C-on és 0 % vagy 100 % relatív nedvességnél) szükségesek.

A találmány szerinti fóliák gyártásában alkalmazott gyanták megfelelően adagolhatók - amint az a szakirodalomból ismeretes - abból a célból, hogy javítsuk a fólia tulajdonságait, vagy megkönnyítsük ennek gyártását.

A gyanták tartalmazhatnak például stabilizátorokat, antioxidánsokat, pigmenteket, UV abszorbereket, a térhálósítást elősegítő vagy a térhálósítást gátló anyagokat, fátyolosodást gátló szereket vagy készítményeket, síkosító és blokkolásgátló anyagokat, stb. amelyek ezen a területen hagyományosan használtak.

Elsősorban a külső rétegek tartalmazhatnak síkosító és blokkolásgátló anyagokat, amelyeket hagyományosan használnak ezen a területen, ilyen anyagok a szilícium-dioxid, természetes vagy szintetikus, a kalcium-sztearát, amidok vagy biszamidok, stb. A rétegek tartalmazhatnak továbbá kis mennyiségű fluorozott szénhidrogén gyantát, a feldolgozhatóság javítására, és elsősorban

az extrudálhatóság javítására, és a gyanta eloszlására a lapos extrudáló szerszámon át.

A vastagsági arány a végső fólia különböző rétegei között nem kritikus, és függ a végtermék fóliához megkívánt globális vastagságtól, a rétegek számától a szerkezetben, és a szerkezet-hez megkívánt OTR értéktől (oxygen transmission rate).

A találmány szerinti fóliát egy primer vastag szalag extrudálásával állítjuk elő, és azután ezt nyújtjuk egymás után vagy egyidejűleg, feszítőkeretet használva.

A primer szalag előállítható bármely ismert extrudálási eljárással, és - ha kerek szerszámot alkalmazunk - a csőalakú szalag felnyitásával, ami laposan nyújtható ívet ad.

Alkalmazható ugyan a forró fúvásos, valamint az öntéses extrudálás is egy kerek szerszámon át, a primer szalagot azonban előnyösen lapos szerszámon át extrudáljuk.

A szalagot előnyösen koextrudáljuk, de lehetséges az extrudálásos bevonási eljárás is a primer szalag előállításához.

Így, egy előnyös kivitelezésben a lapos többrétegű szalagot egy hűtött hengerre extrudáljuk, és lehűtjük, ahogy az a szakterületen ismeretes. Ezután a szalagot újra felmelegítjük, és megnyújtjuk gépirányban és keresztirányban.

Amint azt a fentiekben említettük, az orientálást gépirányban és keresztirányban elvégezhetjük külön, ilyenkor előnyösen először a gépirányban végezzük a nyújtást.

Ahhoz, hogy a szalagot a gépirányban megnyújtsuk, a szalagot átvezetjük legalább két készlet fűtött henger között, amelyek eltérő sebességgel forognak, az áramlásirányú készlet mozog na-

gyobb sebességgel. A hőmérséklet, amelyen a gépirányú nyújtást elvégezzük, tipikusan körülbelül 85°C - körülbelül 140°C tartományú. Az előmelegítési hőmérséklet (vagyis a fűtött hengerek hőmérséklete, amelyeken a szalagot átvezetjük, mielőtt a nyújtási műveletet elkezdjük), és a relaxációs hőmérséklet (vagyis a fűtött hengerek hőmérséklete, amelyeken a szalagot átvezetjük, miután a nyújtási műveletet a gépirányban befejeztük) általában $10-20^{\circ}\text{C}$ -kal magasabb.

A nyújtási arány a gépirányban legalább $3,0:1$, de nagyobb nyújtási arányok, $5,0:1$, $6,0:1$ vagy $7,0:1$ értékekig is alkalmazhatók.

A keresztirányban a nyújtást feszítőkeretes kemence segítségével végezzük, amely bizonyos számú melegítő zónát és megfelelő nyújtó eszközt foglal magába.

A nyújtási hőmérséklet tipikusan körülbelül 120 és körülbelül 150°C között van, az előmelegítési hőmérséklet $5-15^{\circ}\text{C}$ -kal magasabb.

A nyújtási arány keresztirányban legalább $6,0:1$, de nagyobb nyújtási arányok, például $8,0:1$, $9,0:1$, sőt ennél magasabb értékek is alkalmazhatók.

A keresztirányú nyújtást hőrögzítési művelet követi, amit úgy végzünk, hogy a fóliát még befogva de már nem nyújtva olyan hőmérsékletnek vetjük alá, mint amit a keresztirányú nyújtáshoz használtunk. A nyújtási vezetősínt a feszítőkeret utolsó szakaszában előnyösen nem tartjuk párhuzamosan, hanem hagyjuk kissé összetartani.

A nyújtást végezhetjük egyidejűleg a két merőleges irányban

is. A szimultán nyújtást előnyösen egy olyan rendszerrel végezzük, amelyben a befogó elemeket a feszítőkeret ellentétes kampói által egy lineáris szinkronmotor segítségével mozgatjuk. Egy megfelelő irányvonalat a szimultán nyújtáshoz lineáris motor technológiával a Brueckner GmbH tervezett, és ezt mint LISIM® line-t értékesíti.

A szimultán nyújtásnál az orientációs hőmérséklet tipikusan körülbelül 120 és körülbelül 150°C között van, az előmelegítési hőmérséklet 5-15 °C-kal magasabb, és a hűtési hőmérséklet közel van az első orientáláséhoz.

A találmány szerinti fólia részben vagy teljesen térhálósítva lehet. A térhálósítás létesítésére egy extrudátumot nagy energiájú elektronok megfelelő sugárzási dóziséval kezelünk, előnyösen egy elektron gyorsítót alkalmazva, a dózisszintet standard dozimetriás eljárásokkal meghatározva. Más gyorsítók, így egy Van der Graaf generátor vagy rezonáló transzformátor is alkalmazhatók. A sugárzás nincs korlátozva elektronokra egy gyorsítóból, mivel bármely ionizáló besugárzás használható. A besugárzási dózisokra kGreys kifejezéssel hivatkozunk a leírásban. Nagy energiájú elektronok megfelelő sugárzási dózisa 140 kGreys legfeljebb, tipikusan körülbelül 10 - körülbelül 120 kGreys, előnyösen körülbelül 20 - körülbelül 100, és még előnyösebben körülbelül 30 - körülbelül 80 kGreys.

A besugárzást a legelőnyösebben az orientálás előtt végezzük, de végezhetjük az orientálás alatt és/vagy után is.

A fólia nyomtatható. A legegyszerűbb esetben fekete betűkkel a termék azonosítására és instrukciókkal a termék helyes tárolá-

sára vagy használatára, vagy komplexebb esetekben a jelöléseket különböző színekkel végezzük, reklámozva a terméket és a gyártót. A nyomtatás tapadásának javítására a találmány szerinti fólia alapozó bevonattal látható el, gyantabevonatot használva, amely javítja az elkövetkező nyomtatás adhézióját, fényét vagy tartósságát, vagy alternatíve, a fólia felületét, amire nyomtatni akarunk, érzékenyebbé tehetjük a festékre, alávetve ezt koronakisüléses kezelésnek, vagy bármely más kezelésnek, amelyről ismert, hogy növeli a felületi energiát, mint amilyen a lángkezelés.

A találmányt az alábbi példákra hivatkozva ismertetjük, amelyek a termoplasztikus fóliák egyes előnyös kivitelezéseit szemléltetik.

A példák nem értelmezhetők úgy, mint amelyek korlátozzák a találmány tárgyát.

Az olvadék folyékonysági indexeket (melt flow indexes = MFI's) ha másképpen nem írjuk elő, az ASTM D-1238 szabvány szerint (Condition E, 190°C/2,16 kg) mérjük, és gram/10 perc értékben adjuk meg. A sűrűségeket az ASTM D 792 szerint mérjük.

Amennyiben másképpen nem írjuk elő, valamennyi százalékot tömegben adjuk meg.

Az olvadáspontokat - ha másképpen nem írjuk elő - DSC vizsgálattal határozzuk meg, az ASTM D-3418 (2. melegítés - 10 °C/perc) szerint.

A Tg üvegesedési pontokat szintén DSC vizsgálattal határoztuk meg, az ASTM D-3418 szerint.

1. példa:

Ötrétegű fólia a következő szerkezettel: A/B/C/B/A, amelyben

"A" 49 % lineáris kis sűrűségű polietilén, sűrűsége, $d = 0,920$ g/ml, és $MFI = 1$ g/10' (DowlexTM 2045E, a kereskedelemben a Dow cégtől kapható), 24 % etilén-vinilacetát-kopolimer 4,5 % vinil-acetáttal, $MFI = 2,0$ g/10' (EscoreneTM LD362BW, a kereskedelemben az Exxon cégtől kapható), 24 % lineáris közepes sűrűségű polietilén, $d = 0,935$ g/ml, és $MFI = 2,6$ g/10' (DowlexTM SC 2102.00, a kereskedelemben a Dow cégtől kapható), amely körülbelül 0,1 % szilícium-dioxidot, körülbelül 0,3 % erukamidot és 3 %, LDPE alapú előkeveréket tartalmaz, amely feldolgozási segédanyagként fluorozott szénhidrogén-gyantákat tartalmaz (SarmawaxTM LLT, a kereskedelemben a Clariant cégtől kapható) keveréke;

B módosított, igen kis sűrűségű lineáris polietilén (AdmerTM AT1094E, a kereskedelemben a Mitsui cégtől kapható); és

C multi-poliamid, amit a következő monomerekből állítunk elő: hexametilén-diamin, meta-xililén-diamin, adipinsav és szecbacinsav; üvegesedési pontja 57°C, és olvadáspontja 181°C (GrilonTM XE3569, a kereskedelemben az EMS cégtől kapható);

a fóliában a különböző rétegek vastagsága: 12/4/3,5/4/12 μ m. A fóliát koextrudálással állítjuk elő, lapos szerszámon keresztül, körülbelül 230°C szerszám-hőmérsékleten.

A szalagot, amely 920 μ m vastag és 575 mm széles, lehűtjük, 20 °C-on tartott hűtőhenger segítségével. A lehűtött szalag lineáris sebessége 20 m/perc. A szalagot 60 kGreys dózissal térhálósítjuk, majd olajfűtésű hengereken körülbelül 110 °C-ra előmelegítjük, és gépirányban megnyújtjuk körülbelül 90 °C-on körülbelül 4,0:1 nyújtási aránnyal. A gépirányban orientált szalagot átve-

zetjük egy másik hengerkészleten, amely körülbelül 110 °C-ra van felfűtve, relaxáció céljából, és azután átvisszük egy feszítőkeretes kemencébe, amelynek négy fűtési zónája van, ezekben a hőmérséklet (az előmelegítési hőmérséklet) körülbelül 135°C. Ezután elvégezzük a keresztirányú nyújtást, körülbelül 6,5:1 nyújtási aránnyal, körülbelül 125 °C-on, és végül hőregzítést végzünk körülbelül 125°C - körülbelül 130°C hőmérsékleten. Végül a fóliát lehűtjük és feltekercseljük. Az így előállított, biaxiálisan orientált fólia végső vastagsága körülbelül 35 µm.

2. példa:

Ötrétegű fóliát készítünk a következő szerkezettel: A/B/C'/B/A, amelyben

A és B az 1. példa szerintiek és C' egy MXD6/MXDI kopoliamid, amelynek üvegesedési pontja 96°C, és olvadáspontja 213°C (Grilon™ FE 4581, a kereskedelemben az EMS cégtől kapható). A fóliát lényegileg ugyanazzal az eljárással állítjuk elő, mint az előző példában.

A különböző rétegek vastagsága 7,5/3,5/3,0/3,5/7,5 µm, a teljes vastagság 25 µm.

3. példa:

Ötrétegű fóliát készítünk a következő szerkezettel: A/B/C''/B/A, amelyben

A és B az 1. példa szerintiek és C'' amely keverék, 60 tömeg % kopoliamid 6/12-ből, amelynek üvegesedési pontja 25°C és olvadáspontja 130°C (Grilon™ CF6S, a kereskedelemben az EMS cégtől kapható) és 40 tömeg % etilén-vinilalkohol-kopolimerből, amely 44 mól % etilént tartalmaz (EVAL EP-E151B, a kereskedelemben a

Kuraray cégnél beszerezhető).

A fóliát lényegileg az 1. példa szerinti eljárással állítjuk elő.

4. példa:

Ötrétegű fóliát készítünk a következő szerkezettel: A'/B/C'/B/A', amelyben

A' keverék, 87,5 % etilén-propilén-butén terpolimerből, amelynek sűrűsége $d = 0,899$ g/ml, és MFI értéke = 5,5 g/10' (ASTM D-1238, 230°C, 2,16 kg) (Adsyl™ 5C37F, a kereskedelemben a Montell cégtől kapható) és 12,5 % polipropilén-homo-polimerből, amelynek sűrűsége $d = 0,904$ g/ml, és MFI = 3,0 g/10' (ASTM D-1238, 230°C és 2,16 kg) (Profax™ PD064, a kereskedelemben a Montell cégtől kapható), amely körülbelül 0,1 % szilícium-dioxidot és körülbelül 0,3 % erukamidot tartalmaz;

B az 1. példa szerinti, és

C' a 2. példa szerinti.

A különböző rétegek vastagsága 10/4/3,5/4/10 μm .

A fóliát koextrudálással állítjuk elő lapos szerszámon keresztül, körülbelül 230°C szerszám-hőmérsékleten, és egyidejű nyújtással (MD = 4,0:1; TD = 7,0:1).

Az előmelegítési zónában a hőmérsékletet körülbelül 130°C és 140°C között tartjuk, az orientálás hőmérséklete körülbelül 120°C és 130°C között van. A hőrogzítást körülbelül 130 °C-on végezzük.

5. példa:

Ötrétegű fóliát készítünk a következő szerkezettel: A''/B/A''/B/C''', amelyben

A'' lineáris, kis sűrűségű polietilén, $d = 0,920$ g/ml

(DowlexTM 2045E, a kereskedelemben a Dow cégtől kapható),

B az 1. példa szerinti, és

C''' MXD6/MXDI kopoliamid, amelynek üvegesedési hőmérséklete 96°C, és olvadáspontja 213°C, adalékolva magnézium-sztearáttal (GrilonTM FE5299, a kereskedelemben az EMS cégtől kapható). A különböző rétegek vastagsága 5/3/12/3/12 µm.

A fóliát koextrudálással állítjuk elő, szélhatároló rendszerrel ellátott lapos szerszámon keresztül, a szerszám hőmérséklete körülbelül 230°C, az így kapott szalagot besugározzuk (kb. 100 kGy), majd szimultán nyújtjuk (4,01 nyújtási aránnyal a gépirányban, és 7,0:1 nyújtási aránnyal a keresztirányban) 120 és 130°C közötti orientálási hőmérsékleten (az előmelegítés hőfoka 130-140°C), és végül körülbelül 130 °C-on hűtőgázításnak vetjük alá.

6. példa:

Ötrétegű fóliát készítünk a következő szerkezettel: A'''/B/A'''/B/C''', amelyben

A''' etilén-propilén-kopolimer (MoplenTM EP2C30F, a kereskedelemben a Montell cégtől kapható).

B az 1. példa szerinti, és

C''' az 5. példa szerinti, és a különböző rétegek vastagsága: 4/3/10/3/10 µm.

A fóliát koextrudálással állítjuk elő, szélhatároló rendszerrel ellátott lapos szerszámon keresztül, a szerszám hőmérséklete körülbelül 250°C, az így kapott szalagot besugározzuk (kb. 75 kGy), majd szimultán nyújtásnak vetjük alá (4,0:1 nyújtási aránnyal a gépirányban, és 6,0:1 nyújtási aránnyal a ke-

resztirányban), 130 és 140°C közötti orientálási hőmérsékleten (az előmelegítés hőfoka 140-150°C), és végül körülbelül 150 °C-on hőrögzítésnek vetjük alá.

7. példa:

Hétretegű fóliát készítünk, a következő szerkezettel:
A"/B'/A"/B'/C"/B'/D, amelyben

A" és C" az 5. példa szerintiek,

A" a 6. példa szerinti,

B' gumival módosított etilén- α -olefin-kopolimer, maleinsav-anhidriddel ojtva (Admer™ 1335 E, a kereskedelemben a Mitsui cégtől kapható), és

D polipropilén-homopolimer, $d = 0,905$ g/ml, és MFI = 3,0 g/10' (230°C és 2,16 kg) (a polipropilén KF 6100 a kereskedelemben a Montell cégtől kapható). A különböző rétegek vastagsága: 10/5/15/5/5/5/10 μ m.

A fóliát koextrudálással állítjuk elő lapos szerszámon keresztül, a szerszám hőmérséklete körülbelül 250°C, az így kapott fóliát besugározzuk (kb. 100 kGy), majd megnyújtjuk gépirányban, körülbelül 90°C nyújtási hőmérsékleten (előmelegítési hőfok körülbelül 95°C) és 5,0:1 nyújtási aránnyal, és megnyújtjuk keresztirányban, körülbelül 140°C nyújtási hőmérsékleten (az előmelegítés főfoka körülbelül 150°C) és 7,0:1 nyújtási aránnyal, és végül körülbelül 140 °C-on hőrögzítésnek vetjük alá.

8. példa:

Hétretegű fóliát készítünk a következő szerkezettel:
A"/B'/A"/B'/C"/B'/D', amelyben

A" és C" az 5. példa szerintiek,

A''' a 6. példa szerinti,

B' a 7. példa szerinti, és

D' polietilén-tereftalát egységeken alapuló kopoliészter, és 1,4-ciklohexán-diol komonomereket tartalmaz (PET_g-Eastman 6763, a kereskedelemben az Eastman Chemical cégtől kapható). A különböző rétegek vastagsága: 10/5/15/5/5/5/10 µm.

A fóliát koextrudálással állítjuk elő lapos szerszámon keresztül, körülbelül 250°C szerszám-hőmérsékleten, az így kapott szalagot besugározzuk (kb. 100 kGy), majd megnyújtjuk, először gépirányban, körülbelül 85°C nyújtási hőmérsékleten (az előmelegítés hőfoka körülbelül 90°C), 4,0:1 nyújtási aránnyal, majd kersztirányban, körülbelül 135°C nyújtási hőmérsékleten (az előmelegítés hőfoka körülbelül 145°C), 6,5:1 nyújtási aránnyal, majd a fóliát körülbelül 140 °C-on hőrogzításnak vetjük alá.

A találmány szerinti reprezentatív fóliákat a következő teszteknek alávetve értékeltük ki.

Százalékos szabad zsugorodás

A százalékos szabad zsugorodást, vagyis egy minta eredeti dimenzióinak irreverzibilis és gyors csökkenését százalékban, adott hőmérsékleten, olyan körülményeknek alávetve, amikor semmi sem korlátozza a zsugorodást, az ASTM D 2732 szerint mérjük, a vizsgálni kívánt szerkezet mintáit (10 x 10 cm) 4 másodpercre 100°C hőmérsékletű forró olajfürdőbe merítve. Az anyag jellemzőjét a gépen mérjük hosszirányban (MD), valamint transzverzális (kereszt) irányban (TD), és ezek összegét adjuk meg, vagyis a teljes szabad zsugorodást.

Oxigén áteresztési sebesség (OTR)

Az oxigén áteresztési sebességet 23 °C-on és 0 % relatív nedvességen mérjük az ASTM D-3985 szerint, a Moon-féle OX-TRAN készüléket használva, és ml/m²/nap.bar értékben kifejezve.

Zavarosság

A zavarosságot úgy definiáljuk mint az áteresztett fény százalékát, amely a mintán áthaladva eltér a beeső sugártól előre irányuló szóródással, és ezt az ASTM D 1003 (Procedure A) szerint mérjük.

Fény

A fóliák fényvisszaverését, vagyis a minta relatív fénykibocsátási reflexiós tényezőjét a tükör irányában az ASTM 2457-90 alkalmazásával mértük, a fény szöge 60° volt.

Modulusz

A modulusz a szakítófeszültség és a megfelelő alakváltozás aránya az arányossági határ alatt (kg/cm²), az ASTM D882 szerint mérve.

Nyújthatóság

A nyújthatóság a mértéke annak az erőnek, ami szükséges konstans nyújtásnál ahhoz, hogy a fólia mintája elszakadjon (%), az ASTM D 882 szerint mérve.

Húzó alakváltozás

Ez a mértéke a százalékos nyújtásnak, ami szükséges ahhoz, hogy a fólia egy mintája elszakadjon, az ASTM D 882 szerint mérve.

A vastagság változása, %

Ezt a százalékos értéket úgy kapjuk, hogy mérjük a fólia legnagyobb és legkisebb vastagságát, kiszámítjuk az átlagos vas-

tagsági értéket, és ezeket a számokat a következő képletben alkalmazzuk:

$$\text{A vastagság változása (\%)} = \frac{\text{fóliavastagság}_{(\max)} - \text{fóliavastagság}_{(\min)}}{\text{fóliavastagság}_{(\text{átl.})}} \times 100$$

A maximális és minimális vastagságot úgy határozzuk meg, hogy összesen 10 vastagságmérést végzünk szabályos távolsági intervallumokban a fóliaminta teljes keresztiránya mentén, feljegyezzük a legnagyobb és legkisebb vastagsági értékeket, mint a maximális, illetve minimális vastagsági értékeket, míg az átlagos értéket úgy határozzuk meg, hogy összeadjuk a 10 vastagságmérés eredményét, és az eredményt osztjuk tízzel. Ezután kiszámítjuk a vastagság változását (mint százalékos értéket), a fenti képletet alkalmazva. Ha a vastagság változása 0 %, ez azt jelenti, hogy a fóliában nincs mérhető különbség (ingadozás) a vastagságban. A 20 % feletti vastagság-ingadozás iparilag nem elfogadható, mivel a vastagság-ingadozás csak 10 % alatt jó érték.

Kilyukadási ellenállás

A kilyukadási ellenállás az az ellenállási erő, ami fellép, ha flexibilis fólia felülete ellenében egy lyukasztót (tűskét) nyomunk. Ennek a tulajdonságnak a mérésére nincs standard vizsgálati módszer. A jelen kiértékeléseknél alkalmazott vizsgálati módszert röviden a következőkben ismertetjük: egy fóliamintát (6,5 x 6,5 cm) rögzítünk egy mintatartóban, amit egy kompresziós cellához (1-50 kg normál érzékenység) kapcsolunk, mely utóbbi egy dinamométerre van szerelve (Instron szakítógép); amikor a dinamométert megindítjuk, egy lyukasztó (a lyukasztó köralakú, 5 mm átmérőjű, egy dugattyúhoz forrasztva) indul a fóliaminta el-

lenébe konstans sebességgel (30 cm/perc), és az erőt, ami szükséges a minta átllyukasztásához, grafikusán ábrázoljuk.

A százalékos zsugorodást, a zavarosságot, a fényt, a moduluszt, a nyújthatóságot, a húzó alakváltozást és a vastagság %-os változását bizonyos találmány szerinti reprezentatív szerkezetekre az alábbi 1. táblázatban ismertetjük.

1. táblázat

Szerkezet (példa száma)	1	2
%-os zsugorodás 100 °C-on		
MD	1	2
TD	2	3
OTR	-	86
Zavarosság	4	2,5
Fény	110	128
Modulusz		
MD	5850	5930
TD	5120	5240
Nyújthatóság		
MD	430	470
TD	660	740
Húzó alakváltozás		
MD	220	280
TD	120	130
Vastagság %-os változása	3	2

A kilyukadási ellenállási vizsgálat eredményeit egy reprezentatív találmány szerinti fóliára az alábbi 2. táblázatban ad-

juk meg. Speciálisabban, összehasonlítást végeztünk a találmány 2. példa szerinti fóliája, amelynek vastagsága 25 μm , és egy jelenleg tálcák lefedésére használatos öntött, koextrudált kereskedelmi szerkezet között, mely utóbbi 65 μm vastag, körülbelül 25 tömeg % poliamidot és körülbelül 40 tömeg % propilén alapú polimereket tartalmaz (A összehasonlító példa, és egy másik, ugyancsak öntött, koextrudált kereskedelmi szerkezet között, amit folyadék csomagolására használnak VFFS gépekkel, ez 130 μm vastag, és körülbelül 25 tömeg % poliamidot és 12 tömeg % etilén-vinilalkoholt tartalmaz (B összehasonlító példa).

2. táblázat

	2. példa	"A" összehasonlító példa	B összehasonlító példa
Lyukasztás			
(g) 30°C	3.000	1.400	3.100

Egy találmány szerinti (2. példa) fóliát vizsgáltunk fedőfóliaként való alkalmazására, standard hőformázásos Tiromat Powerpack gépen, a következő csomagolási körülmények között: hegesztési hőmérséklet: 120°C, és a hegesztés ideje 2 mp. A fólia jó tömítőképességet és jó feldolgozhatóságot mutat.

Ugyanezt a fóliát vizsgáltuk VFFS gépen is folyadékok csomagolására (Onpack[®] 2050, Orihiro gyártmányú gép), a következő csomagolási körülmények között: hegesztési hőmérséklet: 140-150°C, hegesztési idő 0,8-1 mp, a gép sebessége 20/30 ppm, jó eredményekkel a tömítőképesség és feldolgozhatóság szempontjából.

Végül a 2. példa szerinti fóliát kiértékeltek Hayssen 1800 RT gépen is 90 ppm-nél, probléma nélkül.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Többrétegű termoplasztikus fólia biaxiálisan orientálva $\geq$ körülbelül 3,0:1 nyújtási aránnyal a gépirányban és $\geq$ körülbelül 6,0:1 nyújtási aránnyal a transzverzális (kereszt) irányban; a fólia áll:

egy a) rétegből, amely legalább 50 tömeg % kristályos vagy részben kristályos kopoliamidot tartalmaz, amelynek üvegesedési pontja $T_g \leq 100^\circ\text{C}$, és

legalább egy külső hőzáró b) rétegből, amely poliolefint tartalmaz, és

a fóliát jellemzi még, hogy százalékos szabad zsugorodása $100^\circ\text{C-on} \leq 3$ minden irányban.

2. Az 1. igénypont szerinti fólia, amely biaxiálisan orientálva van $\geq$ körülbelül 3,5:1, előnyösen $\geq$ körülbelül 3,8:1, és még előnyösebben $\geq$ körülbelül 4,0:1 nyújtási aránnyal a gépirányban, és $\geq$ körülbelül 6,2:1, előnyösen $\geq$ körülbelül 6,5:1 nyújtási aránnyal a transzverzális irányban.

3. Az 1. igénypont szerinti fólia, amelyben az a) réteg $T_g \leq 100^\circ\text{C}$ -kal jellemzett, kristályos vagy részben kristályos kopoliamidja egy alifás kopolimer, előállítva ε -kaprolaktám és ω -laurolaktám kopolimerizációjával; egy alifás kopolimer, előállítva ε -kaprolaktám, hexametilén-diamin és azelainsav kopolimerizációjával; egy poliamid kopolimer, előállítva meta-xililén-diaminból, adipinsavból és izoftálsavtól; vagy egy multi-poliamid, előállítva hexametilén-diaminból, meta-xililén-diaminból, adipinsavból és szebacinsavból.

4. Az 1. igénypont szerinti fólia, amelyben az a) réteg kopoliamidja önmagában van alkalmazva, vagy keverékben, kevesebb mint körülbelül 50 tömeg %, előnyösen kevesebb mint körülbelül 40 tömeg %, és még előnyösebben kevesebb mint 30 tömeg % másik, vele kompatibilis gyantával, amely nem rontja a globális szerkezet orientálhatóságát, ilyen gyanták a kristályos vagy részben kristályos, $T_g > 100^\circ\text{C}$ üvegesedési ponttal rendelkező poliamidok, amorf poliamidok, etilén-vinilalkohol-kopolimerek, poliészterek és kopoliészterek.

5. Az 1. igénypont szerinti fólia, amelyben a külső, hőzáró b) réteg poliolefin gyantájának (gyantáinak) olvadáspontja $< 150^\circ\text{C}$, előnyösen $< 140^\circ\text{C}$.

6. Az 5. igénypont szerinti fólia, amelyben a külső, hőzáró b) réteg poliolefin gyantájának (gyantáinak) az olvadáspontja körülbelül 80°C és körülbelül 135°C között, és előnyösen körülbelül 90°C és körülbelül 128°C között van.

7. Az 1. igénypont szerinti fólia, amelyben a külső, hőzáró b) réteg egy vagy több polimerből áll, ezek heterogén vagy homogén etilén-($\text{C}_4\text{-C}_8$)- α -olefin-kopolimerek, amelyek sűrűsége $\leq 0,925 \text{ g/ml}$; ezek keverékei kisebb mennyiségű polietilén homopolimerekkel vagy heterogén vagy homogén etilén-($\text{C}_4\text{-C}_8$)- α -olefin-kopolimerekkel, amelyek sűrűsége $> 0,925 \text{ g/ml}$; etilén-vinilacetát-kopolimerek; etilén-akril- vagy metakrilsav-kopolimerek, beleértve az ionomereket; heterogén vagy homogén etilén-($\text{C}_4\text{-C}_8$)- α -olefin-kopolimerek - amelyek sűrűsége körülbelül $0,915 \text{ g/ml}$ - körülbelül $0,935 \text{ g/ml}$ - keverékei etilén-vinilacetát-kopolimerekkel vagy etilén-alkil-(met)akrilát-kopolimerek-

kel; etilén-propilén-kopolimerek; etilén-propilén-butén-terpolimerek; és etilén-alkil-akrilát-maleinsavanhidrid-terpolimerek.

8. Az 1. igénypont szerinti fólia, amelyben egy c) kötőréteg van elhelyezve a kopoliamidot tartalmazó a) réteg és a külső, hőzáró poliolefin b) réteg között, ahol a kötőréteg módosított etilén- α -olefin-kopolimerekből vagy etilén és egy etilénesen telítetlen észter módosított kopolimeréből áll.

9. Az 1. igénypont szerinti fólia, amelyben az a) kopoliamid réteg egy belső réteg, és a fólia tartalmaz még egy kiegészítő d) réteget is.

10. A 9. igénypont szerinti fólia amelyben a d) külső réteg poliolefinekből, poliamidokból vagy poliészterekből áll.ü

11. A 10. igénypont szerinti fólia, amelyben a d) külső réteg egy vagy több poliolefinből áll.

12. A 9. igénypont szerinti fólia, amely öt rétegből áll, ahol a c) és c') kötőrétegek az a) kopoliamid belső réteg, és a b), illetve d) külső rétegek között helyezkednek el.

13. Az 1. igénypont szerinti fólia, amely koextrudált.

14. Az 1. igénypont szerinti fólia, amely besugárzott.

15. eljárás az 1. igénypont szerinti fólia előállítására, azzal jellemezve, hogy az eljárást egy extrudált szalag nyújtásával végezzük, amely áll egy a) rétegből áll, ez legalább 50 tömeg % kristályos vagy részben kristályos kopoliamidot tartalmaz, és T_g -értéke $\leq 100^\circ\text{C}$, és legalább egy külső hőzáró b) rétegből, amely poliolefinből áll, a nyújtást a gépirányban $\geq 3:1$ nyújtási aránnyal, és a transzverzális irányban $\geq 6,0:1$ nyújtási aránnyal végezve, egymás után vagy egyidejűleg, megfelelően meg-

választott orientációs hőmérsékleten, majd a fóliát hűtőgázításnak vetjük alá körülbelül 15 °C-kal az alkalmazott orientálási hőmérséklet alatti hőfokon, az orientálási hőmérséklettel azonos vagy annál még magasabb hőmérsékleten.

16. A 15. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az extrudált szalagot besugározzuk.

— megj. vélsül —
Hath.

A meghatalmazott:

Bellényi László
szabványügyi igazgató
az S.B.G. és K. Szabványügyi Hivatala
H-1062 Budapest, Árpád köz 113.
Telefon: 461-1690 és 461-1699