



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109648966 B

(45) 授权公告日 2020.11.13

(21) 申请号 201811613280.8 *B32B 27/36* (2006.01)
(22) 申请日 2018.12.27 *C08G 63/672* (2006.01)
(65) 同一申请的已公布的文献号 *C08G 63/86* (2006.01)
申请公布号 CN 109648966 A *C08J 5/18* (2006.01)
(43) 申请公布日 2019.04.19 *C08L 67/02* (2006.01)
(73) 专利权人 合肥乐凯科技产业有限公司 *C08K 3/36* (2006.01)
地址 230041 安徽省合肥市新站区新站工
业园A区乐凯工业园 审查员 宋佳
(72) 发明人 王钦 高青 鲍时萍 杜坤
(74) 专利代理机构 石家庄冀科专利商标事务所
有限公司 13108
代理人 李羨民 郭绍华
(51) Int. Cl.
B32B 27/06 (2006.01)
B32B 27/18 (2006.01)

权利要求书1页 说明书10页

(54) 发明名称

一种高阻隔聚酯薄膜

(57) 摘要

本发明公开了一种高阻隔聚酯薄膜,所述薄膜包括A层或B层的至少一种,其中A层或/和B层包含由2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸改性的聚酯;采用单层A、双层A/B、三层A/B/A共挤的双向拉伸聚酯薄膜;薄膜厚度为9 μm ~ 350 μm。本发明的聚酯薄膜具有高阻隔性,大大提高了聚酯薄膜的水氧阻隔性,有效简化了产品生产工艺,也大幅度降低了生产成本,提升了产品质量。本发明产品可广泛用于量子点膜封装、光伏产业、包装业等领域。

1. 一种高阻隔聚酯薄膜,包括A层或B层的至少一种组成,其特征在于,所述A层或/和B层包含由2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸改性的聚酯;

所述改性聚酯所用酸为对苯二甲酸、2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸,其中,对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者之间的含量,其摩尔比为1:1~4:1。

2. 根据权利要求1所述的高阻隔聚酯薄膜,其特征在于,所述2,5-呋喃二甲酸与2,6-萘二甲酸与1,4-萘二甲酸的摩尔比为1~6:1~5:1~3。

3. 根据权利要求1所述的高阻隔聚酯薄膜,其特征在于,所述高阻隔聚酯薄膜的厚度为 $9\mu\text{m}\sim 350\mu\text{m}$ 。

4. 根据权利要求1所述的高阻隔聚酯薄膜,其特征在于,所述高阻隔聚酯薄膜为采用单层A、双层A/B或三层A/B/A共挤的双向拉伸聚酯薄膜。

5. 根据权利要求1所述的高阻隔聚酯薄膜,其特征在于,所述单层结构A的厚度为 $9\mu\text{m}\sim 350\mu\text{m}$ 。

6. 根据权利要求1所述的高阻隔聚酯薄膜,其特征在于,所述高阻隔聚酯薄膜采用双层结构A/B时,A层与B层的厚度比为1:10~9:20。

7. 根据权利要求1所述的高阻隔聚酯薄膜,其特征在于,所述高阻隔聚酯薄膜采用三层结构A/B/A时,A层与B层的厚度比为1:20~7:25。

8. 根据权利要求1-7中任一项所述的高阻隔聚酯薄膜,其特征在于,所述高阻隔聚酯薄膜由模头共挤,经铸片、纵拉、横拉、定型、牵引和收卷制得。

一种高阻隔聚酯薄膜

技术领域

[0001] 本发明涉及薄膜技术领域,特别是一种由合成树脂制备的层状薄膜。

背景技术

[0002] 二十一世纪以来,人们利用自己的智慧,引领着科技飞速发展。伴随着科技的飞速发展,聚酯薄膜的生产技术也在日趋完善,其使用范围也在逐步扩大,聚酯薄膜以其机械强度高、耐寒耐热性好、收缩性稳定及优良的电绝缘性等性能,被广泛用于包装、电子、电气、磁性、感光等领域。

[0003] 随着科技的飞速发展,人们的生活水平也在不断提高,生活水平不断提高的同时,人们对物质生活的要求也越来越高。比如量子点显示技术渐渐进入人们视野,而量子点显示技术中的核心—量子点膜,以其窄的半峰宽(15nm~25nm)、极高的荧光量子效率(90%)及更广的色域(150%NTSC)等优势,使量子点显示技术在显示行业中占据鳌头。光伏产业等绿色能源也日益受到人们关注。无论是量子点显示技术的核心—量子点膜,还是绿色能源中的光伏产业的核心—太阳能电池,或是包装业中的特定包装,都需要使用聚酯薄膜对其本身进行封装,以便对水汽进行阻隔,保证其使用寿命。而单纯的聚酯薄膜容易发生降解,水汽透过率高,因此需要采用高阻隔聚酯薄膜,使其满足水汽透过率等性能要求。现有的解决的技术方案是:1、用等离子体增强化学气象沉积法、真空溅射或者蒸发在塑料基材上沉积某种无机物镀层;2、用PVDC配制成乳液,在聚酯薄膜基材上进行涂布;3、用PVDC、EVOH进行与聚酯薄膜进行多层复合。

[0004] 虽然技术人员对阻隔膜进行了大量研究,但是现有的阻隔膜技术还存在很多问题:1、沉积无机物镀层的时候,容易导致沉积的无机物镀层表面粗糙、不平整、不密实,并且容易出现真空、裂缝等弊病,导致生产的无机物镀层阻隔性下降,最终导致高阻隔聚酯薄膜质量下降;2、使用PVDC乳液涂布生产阻隔膜,恶劣环境下容易出现涂层粘连、脱落,直接影响聚酯薄膜使用寿命;3、采用PVDC、EVOH进行与聚酯薄膜进行多层复合,不仅生产工艺复杂,而且增加了生产时间和原材料消耗,从而增加了其生产成本。

发明内容

[0005] 本发明的目的旨在克服现有技术中的不足,提供一种高阻隔聚酯薄膜,它能有效解决现有量子点膜封装、光伏产业、包装业用高阻隔聚酯薄膜生产加工复杂、生产成本高等问题,其产品特别适用于量子点膜封装、光伏产业、包装业等领域。

[0006] 为实现发明目的,本发明采用如下技术方案:

[0007] 一种高阻隔聚酯薄膜,包括A层或B层的至少一种组成,所述A层或/和B层包含由2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸改性的聚酯。

[0008] 上述高阻隔聚酯薄膜,所述改性聚酯所用酸为对苯二甲酸、2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸,其中对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者,摩尔比为1:1~4:1。

[0009] 上述高阻隔聚酯薄膜,所述2,5-呋喃二甲酸与2,6-萘二甲酸与1,4-萘二甲酸的摩尔比为1~6:1~5:1~3。

[0010] 上述高阻隔聚酯薄膜,所述高阻隔聚酯薄膜的厚度为9 μm ~350 μm 。

[0011] 上述高阻隔聚酯薄膜,所述高阻隔聚酯薄膜为采用单层A、双层A/B或三层A/B/A共挤的双向拉伸聚酯薄膜。

[0012] 上述高阻隔聚酯薄膜,所述高阻隔聚酯薄膜采用单层结构A,单层结构A的厚度为9 μm ~350 μm 。

[0013] 上述高阻隔聚酯薄膜,所述高阻隔聚酯薄膜采用双层结构A/B,A层与B层的厚度比为1:10~9:20。

[0014] 上述高阻隔聚酯薄膜,所述高阻隔聚酯薄膜采用三层结构A/B/A,A层与B层的厚度比为1:20~7:25。

[0015] 上述高阻隔聚酯薄膜,所述高阻隔聚酯薄膜由模头共挤,经铸片、纵拉、横拉、定型、牵引和收卷制得。

[0016] 本发明的有益效果在于:

[0017] 1、本发明通过A层或/和B层包含由2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸改性的聚酯,然后直接熔融挤出、拉伸成膜,制得高阻隔聚酯薄膜,工艺简单、成本低,而且聚酯薄膜使用寿命长,性价比高。

[0018] 2、本发明从微观结构出发,对聚酯进行改性,提高聚酯薄膜阻隔性。完全避免了一些现有技术提升聚酯薄膜阻隔性而带来的负面效果。

[0019] 3、本发明大大提高了聚酯薄膜阻隔性,赋予了聚酯薄膜本身高性能。

[0020] 4、本发明对聚酯进行改性时,所采用的2,5-呋喃二甲酸源自秸秆、稻壳等植物残渣中,可以实现废弃物再利用的效果。

具体实施方式

[0021] 本发明给出的高阻隔聚酯薄膜,包括A层或B层的至少一种组成,所述A层或/和B层包含由2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸改性的聚酯。改性聚酯所用酸为对苯二甲酸、2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸,其中对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者,摩尔比为1:1~4:1。2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸的摩尔比为1~6:1~5:1~3。其中,2,5-呋喃二甲酸中为含氧五元环结构,键能、氢键、范德华力等极大,大大增加了分子内能;2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸含有萘环结构,萘环结构使分子排列更加紧固;对聚酯改性过程中,三者相互配合,使改性聚酯大分子紧密排列、萘环结构晶区非晶区相互填充,大大提升了改性聚酯的阻隔性。因此,加入2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸改性的聚酯后,聚酯薄膜阻隔性得到大大提升。其中,改性聚酯的制备方法如下:

[0022] 1、在聚酯反应釜中加入所需二元酸、二元醇、催化剂、稳定剂,进行打浆15分钟,并通入氮气保护,在225 $^{\circ}\text{C}$ ~265 $^{\circ}\text{C}$ 、250KPa条件下进行酯化3h~5h。

[0023] 2、根据出水量判定酯化终点,待酯化完全后,开启抽真空,在265 $^{\circ}\text{C}$ ~280 $^{\circ}\text{C}$ 、20Pa~60Pa条件下,缩聚反应2h~4h,经造丝、冷却、切粒、干燥,制得本发明中所述改性聚酯。

[0024] 改性聚酯制备过程中的二元酸为对苯二甲酸、间苯二甲酸、乙二酸、己二酸、2,5-

呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸一种或几种组合,优选对苯二甲酸、2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸组合。

[0025] 改性聚酯制备过程中的二元醇为乙二醇、丙二醇、丁二醇、1,4-环己烷二醇一种或几种组合,优选乙二醇、丁二醇组合。

[0026] 改性聚酯制备过程中的催化剂为乙二醇锑、三氧化二锑、三氧化二铝、二氧化锗、钛酸四乙酯一种或几种组合,优选乙二醇锑、钛酸四乙酯组合,其中乙二醇锑的添加量为50ppm~180ppm、钛酸四乙酯的添加量为40ppm~150ppm。

[0027] 改性聚酯制备过程中的稳定剂为磷酸三甲酯、磷酸三乙酯、磷酸三苯酯、磷酸一种或几种组合,优选磷酸三乙酯,其中磷酸三乙酯的添加量为10ppm~150ppm。

[0028] 本发明的高阻隔聚酯薄膜采用单层A、双层A/B、三层A/B/A共挤的双向拉伸聚酯薄膜,膜的厚度为9 μ m~350 μ m。

[0029] 采用单层结构A,单层结构A的厚度为9 μ m~350 μ m。

[0030] 采用双层结构A/B,A层与B层的厚度比为1:10~9:20。

[0031] 采用三层结构A/B/A,A层与B层的厚度比为1:20~7:25。

[0032] 通常,为了增加聚酯薄膜爽滑性,提升聚酯薄膜收卷及分切性能,常在表层(A层)中添加一定浓度的微米级爽滑粒子,如二氧化硅、碳酸钙、高岭土等。

[0033] 然后,由模头共挤,经铸片、纵拉、横拉、定型、牵引和收卷制得。本发明中高阻隔聚酯薄膜的具体制备方法如下:

[0034] 1、将本发明制得的改性聚酯作为A层或/和B层的聚酯原料,和常规聚酯作为A层或/和B层的聚酯原料,以及含有微米级爽滑粒子的聚酯母料作为A层的聚酯原料,一并加入到相应的挤出系统中,进行熔融挤出。

[0035] 2、熔体经模头共挤,流延到铸片辊上,形成单层或多层共挤铸片,铸片辊温度为18 $^{\circ}$ C~30 $^{\circ}$ C。

[0036] 3、将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为65 $^{\circ}$ C~85 $^{\circ}$ C,纵拉比为2.7~4.0。

[0037] 4、将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为110 $^{\circ}$ C~125 $^{\circ}$ C,横拉比为3.4~4.7。

[0038] 5、将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为225 $^{\circ}$ C~240 $^{\circ}$ C,冷却温度为45 $^{\circ}$ C~60 $^{\circ}$ C。

[0039] 6、将冷却后的薄膜进行牵引、收卷即可。

[0040] 高阻隔聚酯薄膜制备过程中的改性聚酯为本发明制得的改性聚酯。

[0041] 高阻隔聚酯薄膜制备过程中的常规聚酯为对苯二甲酸乙二醇酯。

[0042] 高阻隔聚酯薄膜制备过程中的聚酯母料为含有微米级爽滑粒子的对苯二甲酸乙二醇酯。

[0043] 下面结合实施例对本发明做进一步说明,但本发明的实施及保护范围并不局限于这些实施例。

[0044] 实施例1

[0045] 改性聚酯的制备:

[0046] 按照二元酸与二元醇摩尔比为1:1.2,其中二元酸中对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者,摩尔比为1:1,2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸的摩尔比为1:1:1,二元醇中乙二醇与丁二醇的摩尔比为2:1的比例;乙二醇锑添

加量为50ppm,钛酸四乙酯添加量为40ppm,磷酸三乙酯添加量为10ppm,混合均匀后,加入到聚酯合成反应釜中,进行打浆15分钟,并通入氮气保护,在225℃~265℃、250KPa条件下进行酯化3h;酯化结束后,开启抽真空,在265℃~280℃、35Pa条件下,缩聚反应4h,经造丝、冷却、切粒、干燥,制得改性聚酯。

[0047] 将本发明的改性聚酯及含有平均粒径为2.0μm的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为2.0μm的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为300ppm,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头挤出,流延到铸片辊上,形成单层A挤出铸片,铸片辊温度为25℃;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为65℃~85℃,纵拉比为4.0;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为110℃~125℃,横拉比为4.7;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为225℃,冷却温度为50℃,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为9μm高阻隔聚酯薄膜。

[0048] 实施例2

[0049] 改性聚酯的制备:

[0050] 按照二元酸与二元醇摩尔比为1:1.3,其中二元酸中对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者,摩尔比为2:1,2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸的摩尔比为1:2:1,二元醇中乙二醇与丁二醇的摩尔比为3:1的比例;乙二醇梯添加量为50ppm,钛酸四乙酯添加量为100ppm,磷酸三乙酯添加量为15ppm,混合均匀后,加入到聚酯合成反应釜中,进行打浆15分钟,并通入氮气保护,在225℃~265℃、250KPa条件下进行酯化3h;酯化结束后,开启抽真空,在265℃~280℃、30Pa条件下,缩聚反应3h,经造丝、冷却、切粒、干燥,制得改性聚酯。

[0051] 将制得的改性聚酯及含有平均粒径为2.0μm的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为2.0μm的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为300ppm,作为A层的聚酯原料和常规聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成AB层共挤铸片,铸片辊温度为30℃;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为65℃~85℃,纵拉比为4.0;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为110℃~125℃,横拉比为4.5;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为225℃,冷却温度为55℃,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为23μm高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为1:10。

[0052] 实施例3

[0053] 改性聚酯的制备:

[0054] 按照二元酸与二元醇摩尔比为1:1.35,其中二元酸中对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者,摩尔比为2:1,2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸的摩尔比为2:3:1,二元醇中乙二醇与丁二醇的摩尔比为3:1的比例;乙二醇梯添加量为50ppm,钛酸四乙酯添加量为100ppm,磷酸三乙酯添加量为30ppm,混合均匀后,加入到聚酯合成反应釜中,进行打浆15分钟,并通入氮气保护,在225℃~265℃、250KPa条件下进行酯化3h;酯化结束后,开启抽真空,在265℃~280℃、40Pa条件下,缩聚反应3.5h,经造丝、冷却、切粒、干燥,制得改性聚酯。

[0055] 将制得的改性聚酯及含有平均粒径为2.0μm的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为2.0μm的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为200ppm,作为A层的聚酯原料和常规聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成AB层共挤铸片,铸片辊温度为23℃;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为65

℃~85℃,纵拉比为3.8;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为110℃~125℃,横拉比为4.3;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为230℃,冷却温度为50℃,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为50μm高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为3:10。

[0056] 实施例4

[0057] 改性聚酯的制备:

[0058] 按照二元酸与二元醇摩尔比为1:1.35,其中二元酸中对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者,摩尔比为3:1,2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸的摩尔比为3:2:2,二元醇中乙二醇与丁二醇的摩尔比为2:1的比例;乙二醇锑添加量为100ppm,钛酸四乙酯添加量为100ppm,磷酸三乙酯添加量为50ppm,混合均匀后,加入到聚酯合成反应釜中,进行打浆15分钟,并通入氮气保护,在225℃~265℃、250KPa条件下进行酯化3.5h;酯化结束后,开启抽真空,在265℃~280℃、25Pa条件下,缩聚反应3h,经造丝、冷却、切粒、干燥,制得改性聚酯。

[0059] 将常规聚酯及含有平均粒径为2.0μm的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为2.0μm的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为220ppm,作为A层的聚酯原料和制得的改性聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成AB层共挤铸片,铸片辊温度为23℃;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为65℃~85℃,纵拉比为3.7;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为110℃~125℃,横拉比为4.0;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为235℃,冷却温度为45℃,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为100μm高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为7:20。

[0060] 实施例5

[0061] 改性聚酯的制备:

[0062] 按照二元酸与二元醇摩尔比为1:1.4,其中二元酸中对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者,摩尔比为2:1,2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸的摩尔比为3:2:1,二元醇中乙二醇与丁二醇的摩尔比为4:1的比例;乙二醇锑添加量为100ppm,钛酸四乙酯添加量为100ppm,磷酸三乙酯添加量为70ppm,混合均匀后,加入到聚酯合成反应釜中,进行打浆15分钟,并通入氮气保护,在225℃~265℃、250KPa条件下进行酯化4h;酯化结束后,开启抽真空,在265℃~280℃、40Pa条件下,缩聚反应3.5h,经造丝、冷却、切粒、干燥,制得改性聚酯。

[0063] 将常规聚酯及含有平均粒径为2.0μm的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为2.0μm的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为220ppm,作为A层的聚酯原料和制得的改性聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成AB层共挤铸片,铸片辊温度为23℃;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为65℃~85℃,纵拉比为3.7;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为110℃~125℃,横拉比为4.0;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为235℃,冷却温度为45℃,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为100μm高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为9:20。

[0064] 实施例6

[0065] 改性聚酯的制备:

[0066] 按照二元酸与二元醇摩尔比为1:1.4,其中二元酸中对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者,摩尔比为3:1,2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-

萘二甲酸的摩尔比为1:2:3,二元醇中乙二醇与丁二醇的摩尔比为5:1的比例;乙二醇锑添加量为150ppm,钛酸四乙酯添加量为100ppm,磷酸三乙酯添加量为100ppm,混合均匀后,加入到聚酯合成反应釜中,进行打浆15分钟,并通入氮气保护,在225℃~265℃、250KPa条件下进行酯化4h;酯化结束后,开启抽真空,在265℃~280℃、20Pa条件下,缩聚反应3h,经造丝、冷却、切粒、干燥,制得改性聚酯。

[0067] 将制得的改性聚酯及含有平均粒径为2.0μm的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为2.0μm的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为300ppm,作为A层的聚酯原料和常规聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成ABA层共挤铸片,铸片辊温度为24℃;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为65℃~85℃,纵拉比为3.8;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为110℃~125℃,横拉比为4.3;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为230℃,冷却温度为50℃,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为50μm高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为1:20。

[0068] 实施例7

[0069] 改性聚酯的制备:

[0070] 按照二元酸与二元醇摩尔比为1:1.45,其中二元酸中对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者,摩尔比为2:1,2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸的摩尔比为4:3:1,二元醇中乙二醇与丁二醇的摩尔比为1:1的比例;乙二醇锑添加量为150ppm,钛酸四乙酯添加量为150ppm,磷酸三乙酯添加量为150ppm,混合均匀后,加入到聚酯合成反应釜中,进行打浆15分钟,并通入氮气保护,在225℃~265℃、250KPa条件下进行酯化4.5h;酯化结束后,开启抽真空,在265℃~280℃、45Pa条件下,缩聚反应3.5h,经造丝、冷却、切粒、干燥,制得改性聚酯。

[0071] 将制得的改性聚酯及含有平均粒径为2.0μm的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为2.0μm的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为280ppm,作为A层的聚酯原料和常规聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成ABA层共挤铸片,铸片辊温度为23℃;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为65℃~85℃,纵拉比为3.5;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为110℃~125℃,横拉比为3.8;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为235℃,冷却温度为55℃,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为125μm高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为1:10。

[0072] 实施例8

[0073] 改性聚酯的制备:

[0074] 按照二元酸与二元醇摩尔比为1:1.45,其中二元酸中对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者,摩尔比为2:1,2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸的摩尔比为4:3:1,二元醇中乙二醇与丁二醇的摩尔比为1:1的比例;乙二醇锑添加量为150ppm,钛酸四乙酯添加量为150ppm,磷酸三乙酯添加量为150ppm,混合均匀后,加入到聚酯合成反应釜中,进行打浆15分钟,并通入氮气保护,在225℃~265℃、250KPa条件下进行酯化4.5h;酯化结束后,开启抽真空,在265℃~280℃、45Pa条件下,缩聚反应3.5h,经造丝、冷却、切粒、干燥,制得改性聚酯。

[0075] 将常规聚酯及含有平均粒径为2.0μm的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为2.0μm的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为280ppm,作为A层的聚酯原料和制得的改性聚

酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成ABA层共挤铸片,铸片辊温度为23℃;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为65℃~85℃,纵拉比为3.5;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为110℃~125℃,横拉比为3.8;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为235℃,冷却温度为55℃,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为125μm高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为1:10。

[0076] 实施例9

[0077] 改性聚酯的制备:

[0078] 按照二元酸与二元醇摩尔比为1:1.25,其中二元酸中对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者,摩尔比为4:1,2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸的摩尔比为3:1:2,二元醇中乙二醇与丁二醇的摩尔比为5:1的比例;乙二醇锑添加量为110ppm,钛酸四乙酯添加量为90ppm,磷酸三乙酯添加量为35ppm,混合均匀后,加入到聚酯合成反应釜中,进行打浆15分钟,并通入氮气保护,在225℃~265℃、250KPa条件下进行酯化3h;酯化结束后,开启抽真空,在265℃~280℃、50Pa条件下,缩聚反应3.5h,经造丝、冷却、切粒、干燥,制得改性聚酯。

[0079] 将制得的改性聚酯及含有平均粒径为2.0μm的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为2.0μm的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为300ppm,作为A层的聚酯原料和常规聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成ABA层共挤铸片,铸片辊温度为23℃;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为65℃~85℃,纵拉比为3.1;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为110℃~125℃,横拉比为3.6;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为235℃,冷却温度为55℃,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为188μm高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为3:20。

[0080] 实施例10

[0081] 改性聚酯的制备:

[0082] 按照二元酸与二元醇摩尔比为1:1.3,其中二元酸中对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者,摩尔比为3:1,2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸的摩尔比为3:5:2,二元醇中乙二醇与丁二醇的摩尔比为3:2的比例;乙二醇锑添加量为150ppm,钛酸四乙酯添加量为100ppm,磷酸三乙酯添加量为20ppm,混合均匀后,加入到聚酯合成反应釜中,进行打浆15分钟,并通入氮气保护,在225℃~265℃、250KPa条件下进行酯化3h;酯化结束后,开启抽真空,在265℃~280℃、35Pa条件下,缩聚反应2.5h,经造丝、冷却、切粒、干燥,制得改性聚酯。

[0083] 将制得的改性聚酯及含有平均粒径为2.0μm的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为2.0μm的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为350ppm,作为A层的聚酯原料和常规聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成ABA层共挤铸片,铸片辊温度为22℃;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为65℃~85℃,纵拉比为3.0;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为110℃~125℃,横拉比为3.5;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为240℃,冷却温度为55℃,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为250μm高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为1:5。

[0084] 实施例11

[0085] 改性聚酯的制备:

[0086] 按照二元酸与二元醇摩尔比为1:1.25,其中二元酸中对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者,摩尔比为4:1,2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸的摩尔比为6:5:3,二元醇中乙二醇与丁二醇的摩尔比为5:1的比例;乙二醇锑添加量为180ppm,钛酸四乙酯添加量为90ppm,磷酸三乙酯添加量为50ppm,混合均匀后,加入到聚酯合成反应釜中,进行打浆15分钟,并通入氮气保护,在225℃~265℃、250KPa条件下进行酯化3h;酯化结束后,开启抽真空,在265℃~280℃、30Pa条件下,缩聚反应3h,经造丝、冷却、切粒、干燥,制得改性聚酯。

[0087] 将制得的改性聚酯及含有平均粒径为2.0μm的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为2.0μm的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为350ppm,作为A层的聚酯原料和常规聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成ABA层共挤铸片,铸片辊温度为21℃;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为65℃~85℃,纵拉比为2.9;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为110℃~125℃,横拉比为3.41;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为240℃,冷却温度为55℃,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为350μm高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为7:25。

[0088] 实施例12

[0089] 改性聚酯的制备:

[0090] 按照二元酸与二元醇摩尔比为1:1.25,其中二元酸中对苯二甲酸与2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸三者,摩尔比为4:1,2,5-呋喃二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,4-萘二甲酸的摩尔比为6:5:3,二元醇中乙二醇与丁二醇的摩尔比为5:1的比例;乙二醇锑添加量为180ppm,钛酸四乙酯添加量为90ppm,磷酸三乙酯添加量为50ppm,混合均匀后,加入到聚酯合成反应釜中,进行打浆15分钟,并通入氮气保护,在225℃~265℃、250KPa条件下进行酯化3h;酯化结束后,开启抽真空,在265℃~280℃、30Pa条件下,缩聚反应3h,经造丝、冷却、切粒、干燥,制得改性聚酯。

[0091] 将制得的改性聚酯及含有平均粒径为2.0μm的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为2.0μm的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为350ppm,作为A层的聚酯原料和制得的改性聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成ABA层共挤铸片,铸片辊温度为21℃;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为65℃~85℃,纵拉比为2.9;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为110℃~125℃,横拉比为3.41;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为240℃,冷却温度为55℃,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为350μm高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为7:25。

[0092] 对比例1

[0093] 将常规聚酯及含有平均粒径为2.0μm的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为2.0μm的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为300ppm,作为A层的聚酯原料和常规聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成ABA层共挤铸片,铸片辊温度为24℃;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为65℃~85℃,纵拉比为3.8;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为110℃~125℃,横拉比为4.3;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为230℃,冷却温度为50℃,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为50μm高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为1:20。

[0094] 对比例2

[0095] 将常规聚酯及含有平均粒径为 $2.0\mu\text{m}$ 的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为 $2.0\mu\text{m}$ 的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为 280ppm ,作为A层的聚酯原料和常规聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成ABA层共挤铸片,铸片辊温度为 23°C ;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为 $65^\circ\text{C}\sim 85^\circ\text{C}$,纵拉比为 3.5 ;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为 $110^\circ\text{C}\sim 125^\circ\text{C}$,横拉比为 3.8 ;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为 235°C ,冷却温度为 55°C ,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为 $125\mu\text{m}$ 高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为 $1:10$ 。

[0096] 对比例3

[0097] 将常规聚酯及含有平均粒径为 $2.0\mu\text{m}$ 的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为 $2.0\mu\text{m}$ 的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为 300ppm ,作为A层的聚酯原料和常规聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成ABA层共挤铸片,铸片辊温度为 23°C ;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为 $65^\circ\text{C}\sim 85^\circ\text{C}$,纵拉比为 3.1 ;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为 $110^\circ\text{C}\sim 125^\circ\text{C}$,横拉比为 3.6 ;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为 235°C ,冷却温度为 55°C ,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为 $188\mu\text{m}$ 高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为 $3:20$ 。

[0098] 对比例4

[0099] 将常规聚酯及含有平均粒径为 $2.0\mu\text{m}$ 的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为 $2.0\mu\text{m}$ 的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为 350ppm ,作为A层的聚酯原料和常规聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成ABA层共挤铸片,铸片辊温度为 22°C ;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为 $65^\circ\text{C}\sim 85^\circ\text{C}$,纵拉比为 3.0 ;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为 $110^\circ\text{C}\sim 125^\circ\text{C}$,横拉比为 3.5 ;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为 240°C ,冷却温度为 55°C ,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为 $250\mu\text{m}$ 高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为 $1:5$ 。

[0100] 对比例5

[0101] 将常规聚酯及含有平均粒径为 $2.0\mu\text{m}$ 的二氧化硅爽滑聚酯母料,其中平均粒径为 $2.0\mu\text{m}$ 的二氧化硅粒子在总的聚酯中的含量为 350ppm ,作为A层的聚酯原料和常规聚酯作为B层的聚酯原料的混合料,一并加入到相应的挤出系统,进行熔融经模头共挤,流延到铸片辊上,形成ABA层共挤铸片,铸片辊温度为 21°C ;将铸片进行纵向拉伸,纵拉温度为 $65^\circ\text{C}\sim 85^\circ\text{C}$,纵拉比为 2.9 ;将纵拉片进行横向拉伸,横拉温度为 $110^\circ\text{C}\sim 125^\circ\text{C}$,横拉比为 3.41 ;将拉伸后的薄膜进行定型、冷却,定型温度为 240°C ,冷却温度为 55°C ,将冷却后的薄膜进行牵引、收卷制得厚度为 $350\mu\text{m}$ 高阻隔聚酯薄膜,其中A层与B层的厚度比为 $7:25$ 。

[0102] 具体实施效果

项目 名称	膜厚 (μm)	层间结构	水蒸气透过率 ($\text{g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{h}$)	氧气透过率 ($\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot \text{atm}$)
[0103]				

	实施例 1	9	A	1.6271	2.8731
	实施例 2	23	AB	2.9824	4.9355
	实施例 3	50	AB	1.1125	1.9953
	实施例 4	100	AB	0.8977	1.2674
	实施例 5	100	AB	0.9142	1.3551
	实施例 6	50	ABA	2.4762	4.4832
	实施例 7	125	ABA	1.2052	2.0311
	实施例 8	125	ABA	0.3733	0.5736
[0104]	实施例 9	188	ABA	0.9208	1.4649
	实施例 10	250	ABA	0.6915	0.9622
	实施例 11	350	ABA	0.4131	0.6512
	实施例 12	350	ABA	0.1637	0.2215
	对比例 1	50	ABA	8.6742	13.1103
	对比例 2	125	ABA	7.2158	11.9921
	对比例 3	188	ABA	5.2794	10.5314
	对比例 4	250	ABA	4.1167	9.6132
	对比例 5	350	ABA	2.8712	8.3256

[0105] 厚度测试方法:GB/T 33399-2016

[0106] 水蒸气透过率测试方法:GB/T 21529-2008

[0107] 氧气透过率测试方法:GB/T 1038-2000

[0108] 由于水蒸气透过率和氧气透过率值越小,说明聚酯薄膜的水氧阻隔性越好,所以通过分别比较实施例6与对比例1、实施例7.8与对比例2、实施例9与对比例3、实施例10与对比例4、实施例11.12与对比例5可知,在相同的聚酯薄膜厚度、制膜工艺条件下,本发明的一种高阻隔聚酯薄膜的水氧阻隔性远远优于普通聚酯薄膜的水氧阻隔性。