



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 602 25 771 T2** 2009.04.16

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 291 155 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **602 25 771.9**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **02 019 441.1**

(96) Europäischer Anmeldetag: **30.08.2002**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **12.03.2003**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **26.03.2008**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **16.04.2009**

(51) Int Cl.⁸: **B29C 55/02** (2006.01)

B32B 27/36 (2006.01)

C08J 7/04 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

317765 P **06.09.2001** **US**

348422 P **24.10.2001** **US**

87689 **01.03.2002** **US**

206453 **26.07.2002** **US**

(73) Patentinhaber:

**Toray Plastics (America), Inc., North Kingstown,
R.I., US**

(74) Vertreter:

Glawe, Delfs, Moll, Patentanwälte, 80538 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:

DE, FR, GB

(72) Erfinder:

**Fitch, John, Middletown, RI 02840, US; Moritz, Jan,
Bristol, RI 02809, US; Chicarella, Gianfranco Jr.,
Providence, RI 02904-4547, US; Shimizu, Yuji,
Saunderstown, RI 02874, US; Nishigaki, Yasuo,
Saunderstown, RI 02874, US; Adams, Bonnie,
Charlestown, RI 02813, US; Fatica, Michael G.,
Warwick, RI 02818, US; Sargeant, Steven J.,
Kingston, RI 02881, US**

(54) Bezeichnung: **Prägbare thermoplastische Polyesterfolie und Verfahren zu ihrer Herstellung**

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

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

Beschreibung

Technisches Gebiet der Erfindung

[0001] Diese Erfindung betrifft eine beschichtete Folie mit außergewöhnlichen Prägeeigenschaften sowie ein Verfahren zum Herstellen der Folie.

Hintergrund

[0002] Hologramme und Beugungsgitter sind lichtbrechende Bilder, die durch Texturieren eines Substrats unter Hitze und Druck erzeugt werden. Solche Bilder werden verwendet, um dekorative Verpackungen und Sicherheitsprodukte zu schaffen, sowie für eine Vielzahl anderer Verwendungen. Die geprägten Substrate sind häufig metallisiert, um einen starken Kontrast zu erzeugen. Solche metallisierten Substrate finden sich auf Kreditkarten, Mitgliedsmaterialien, laminierten Karten, Etiketten, Spielzeugen, Verpackungsmaterialien und vielen Gebrauchsgütern.

[0003] Gegenwärtig ist es im Stand der Technik gut bekannt, Hologramme herzustellen durch Prägen von Polyvinylchlorid (PVC), Polyethylenterephthalat (PET), zweiachsig ausgerichtetem Polypropylen (BOPP), Polystyrol (PS), Polyamiden (PA) wie Nylon oder anderen Kunststoffmaterialien. Wenn die Substrate aus BOPP oder PET sind, ist es im Stand der Technik ferner bekannt, holografische Substrate dadurch zu erzeugen, dass das Substrat in einem Beschichtungsprozess mit einer vergleichsweise dicken Lage aus Acryl beschichtet wird. Im Fall von PET-Substraten wird die Beschichtung mittels eines Off-line-Verfahrens hergestellt, wie es auch bei Hologrammherstellern am Punkt der Verwendung des Netzsubstrats der Fall ist. Es ist jedoch wünschenswert, eine vorbeschichtete und prägbare PET-Schicht vom Hersteller des Substrats zur Verfügung zu haben, die die holografische Textur unmittelbar aufnehmen kann. Ein solches Material würde das Erfordernis, dass die Hologrammhersteller das Basismaterial beschichten müssen, beseitigen und die Gesamtkosten der Herstellung vermindern.

[0004] Um eine unmittelbar geprägte Schicht am Ort der Schichtherstellung fertigen zu können, wird es leider für notwendig erachtet, eine dicke prägbare Oberfläche auf die PET-Schicht aufzubringen. Eine solche Oberfläche kann entweder durch ein Coextrusions-Verfahren oder möglicherweise durch ein Inline-Beschichtungsverfahren bereitgestellt werden. Im Falle einer Coextrusion ist es notwendig, eine Oberflächenlage zu fertigen, die in vielen Aspekten dieselbe Charakteristik aufweist wie PET. Daher sind IV, Schmelzstärke, Schmelzviskosität und ähnliches wichtige Parameter, die erforderlich sind, um die coextrudierte Lage durch das Verfahren der PET-Schicht-Herstellung hindurch zu bekommen. Typische Materialien, die dieses Verfahren überstehen, sind häufig Analoge von PET selbst. Diese Materialien haben das Problem einer niedrigen Kristallinität und sind daher geeignet für Heißklebung. Ein heißklebbares Material wird häufig an der Prägeplatte kleben, wodurch die geprägte Textur eine verminderte kommerzielle Qualität erhält.

[0005] Im Fall des Inline-Beschichtens einer PET-Schicht sind die Dicken, die für erforderlich gehalten werden, um prägbare holografische Substrate zu erhalten in der Praxis unmöglich mittels eines Schichtherstellungsverfahrens zu erreichen. Eine dick-beschichtete Lage erfordert eine verminderte Geschwindigkeit der PET-Schicht-Herstellungslinie, um die hohen Wasserlasten in einem Tenter-Ofen aufzunehmen. Ferner wird die Anwesenheit einer dicken Beschichtung auf der PET-Schicht das Recyceln von Abfall der beschichteten PET-Schicht zurück in den Herstellungsprozess schwierig oder in vielen Fällen sogar unmöglich machen.

Beschreibung des Standes der Technik

[0006] US 3922416 offenbart ein transparentes Polymersubstrat mit einer klebenden Beschichtung auf einem prägbaren thermoplastischen Harz darauf.

[0007] US 4913858 beschreibt die Anforderungen an eine Off-line-Beschichtung für die Verwendung zum holografischen Prägen.

[0008] US 3758649 beschreibt das Prägen unmittelbar in ein thermoplastisches Blatt.

[0009] Andere bekannte Veröffentlichungen umfassen:

Schaffen von Interferenzfarben auf thermoplastischen Schichten ohne Farbstoffe, Trudy Bryson, Coburn Corporation, 1982, Dimension, design and printability, James Coburn Holografische Fortschritte eröffnen neue Dimensionen für Umwandler, S. F. Mann, Dennison Mfg. Co. 1986 Optical Embossing, James River Products.

Zusammenfassung der Erfindung

[0010] Die Erfindung betrifft eine prägbare, beschichtete Polyethylenterephthalat (PET)-Schicht, wie sie in Anspruch 1 definiert ist, umfassend eine einachsig ausgerichtete PET-Basissschicht, und eine auf die PET-Basissschicht aufgebrachte Beschichtung, wobei die Beschichtung und die PET-Basissschicht als Verbund quer gedehnt worden sind, wobei das Beschichtungsharz einem Oberflächenanteil der PET-Basissschicht nach dem Dehnen in Querrichtung imprägniert und wobei die erzeugte Beschichtung eine Dicke zwischen 0,1 µm und 0,4 µm hat, so dass der Oberflächenanteil der Schicht empfänglich für eine Imprägnierung ist.

[0011] Die Erfindung betrifft ferner ein Verfahren, wie es in Anspruch 14 definiert ist, mit dem eine unmittelbar prägbare Polyethylenterephthalat(PET)-Schicht hergestellt wird, umfassend denen einer PET-Schicht, um eine einachsig ausgerichtete PET-Schicht zu bilden, beschichten zumindest einer Oberfläche der einachsig ausgerichteten PET-Schicht mit einer wässrigen Lösung eines organischen Materials, und empfänglich machen zumindest einer Oberfläche einer sich ergebenden beschichteten einachsig ausgerichteten PET-Schicht mit zumindest für ein unmittelbares Prägen durch Imprägnieren der Oberfläche der einachsig ausgerichteten PET-Schicht in Querrichtung, wobei die sich ergebende Beschichtung eine Dicke zwischen 0,1 µm und 0,4 µm hat.

Kurze Beschreibung der Zeichnung

[0012] Die Zeichnung zeigt schematisch ein Beispiel einer Vorrichtung, die geeignet ist, um Schichten gemäß Gesichtspunkten der Erfindung herzustellen.

Detaillierte Beschreibung

[0013] Wir haben ein Verfahren entdeckt, mit dem das PET prägbar gemacht wird durch Einschluss einer einzigartigen Oberflächenbeschichtung. Diese Beschichtung kann während des Schichtherstellungsprozesses auf die PET-Schicht aufgebracht werden und macht die PET-Schicht selbst prägbar, indem das PET imprägniert wird und die obere Lage der Schichtstruktur weich gemacht wird. Die Verbundstruktur ist dann prägbar, ohne dass ein zweiter Beschichtungsschritt erforderlich ist. Ferner behält dieses Material seine Prägbarkeit, ohne dass es zugleich ein leicht heißklebbares Material ist. Diese Eigenschaften sind von Vorteil für eine kostengünstige Herstellung von holografischen Bildern.

[0014] Wir haben ferner entdeckt, dass die Prägbarkeit, einer Inline-beschichteten-Polyester-Schicht verbessert wird durch die Verwendung eines glatten Oberflächenmaterials und/oder optionales Coextrudieren einer Co-Polyester-Oberflächenlage als Beschichtungsoberfläche. Ein solcher Basisbogen aus Polyester kann mit den im Stand der Technik wohl bekannten Ausstattung und Materialien bereitgestellt werden. Durch die Kombination einer coextrudierten Schichtstruktur und die Verwendung der Inline-Beschichtung der prägbaren Schicht, ist ein thermoplastischer Bogen entdeckt worden, der die Bildeigenschaften verbessert und insbesondere die Granularität oder Körnigkeit des geprägten Bildes vermindert.

[0015] Mit Bezug auf die Zeichnung wird nun ein bevorzugtes Verfahren zum Herstellen einer Schicht gemäß Gesichtspunkten der Erfindung beschrieben.

[0016] Der Polyester Basisbogen kann unter Anwendung einer Vorrichtung zum Coextrudieren, Abformen und anschließendem Dehnen hergestellt werden. Ein Extruder **2** kann verwendet werden, um den Hauptteil des Polyesterbogens, der teilweise als Kernlage bezeichnet wird, herzustellen. Auf die Oberfläche der Kernlage kann eine andere Lage unter Verwendung eines sekundären Extruders **1** aufgebracht werden. Diese Extruder fördern vorzugsweise ein Schmelze-Pump-System **3** und **4**, um den Ausstoß der Lagen konstant und im Wesentlichen unbeeinflusst durch Änderungen der Viskosität des geschmolzenen Polymers zu halten. Ferner wird das geschmolzene Polymer, vorzugsweise vor dem Laminieren des Schmelze-Stroms, durch den Fritte-Filter-Stahl **5** gefiltert. Die geschmolzenen Polymerströme werden durch diesen Teil des Verfahrens voneinander getrennt.

[0017] Nach dem Filtern werden die geschmolzenen Polymerströme zusammen laminiert, um einen kontinuierlichen Strom geschmolzenen Polymers in eine Förderblock-Einrichtung und eine Pressform **6** zu bilden. Das nun zwei Lagen umfassende geschmolzene Polymer wird nun auf eine gekühlte rotierende Stahlwalze **7**, die häufig als Giestrommel oder Kühltrommel bezeichnet wird, aufgebracht, um einen festen amorphen Bogen herzustellen. Dieser Bogen wird dann in der Vorwärts- oder Maschinen-Richtung ausgerichtet durch einen Satz von geheizten Rollen oder Stenter **8**. Nach dem Dehnen in Vorwärtsrichtung kann die Schichtoberfläche falls

gewünscht auf einer oder auf beiden Oberflächen mittels einer Corona-Vorbehandlungsanlage **9** behandelt werden. Im Fall einer In-line-Beschichtung der Schicht wird die PET-Schicht vorzugsweise behandelt, um das Anhaften von Beschichtungen auf dem/den PET-Substraten) umfassend die PET-Schicht zu verbessern.

[0018] Es existiert eine Vielzahl von Verfahren, um die einachsige ausgerichtete Polyester-Schicht auf ihrer Oberfläche zu beschichten. Solche Verfahren wie das Rollenbeschichten, Gravurbeschichten, Luftmesser-Beschichten und Stab-Beschichten sind dem Fachmann neben anderen wohl bekannt. Bevorzugte Methode umfassen das Gravur- und Stab-Beschichten. Im Falle von Stab-Beschichten werden dicke Variationen der Beschichtung ohne weiteres erreicht durch einfaches und kostengünstiges Austauschen der Beschichtungsstäbe. Ist ferner eine beidseitige Beschichtung der Schicht gewünscht, beispielsweise um einen auf einer Seite prägbaren und auf der anderen Seite druckanhaftend beschichtete Polyester-Schicht zu erzeugen, wird ein zweiseitiger Stab-Beschichter wegen seines vergleichsweise einfachen Betriebs bevorzugt. Wie es in der Zeichnung gezeigt ist, kann entweder die Nicht-Walzen-Oberfläche an der Station **10** beschichtet werden oder die der Walze zugewendete Oberfläche kann an der Beschichtungsstation **11** beschichtet werden abhängig von der Ausrichtung der coextrudierten Oberfläche auf der Abformwalze **7**.

[0019] Nach dem Beschichten der coextrudierten Schicht in der Beschichtungsstation **11** wird die Schicht in dem Stenter getrocknet, bevor sie in Abschnitt **12** gedehnt wird. Die zuvor einachsige ausgerichtete und beschichtete Schicht wird in Abschnitt **13** in Lateralrichtung, seitliche Richtung oder Querrichtung zur Maschinenrichtung gezogen, um einen zweiachsigen ausgerichteten beschichteten Film zu erzeugen. Die Schicht wird dann nach der zweiachsigen Ausrichtung an der Station **14** nach Defekten untersucht und bei **15** auf große Spulen oder Rollen aufgerollt.

[0020] Wie oben aufgeführt kann während des Herstellungsprozesses der Schicht eine einachsige ausgerichtete PET-Schicht beschichtet werden. Diese Beschichtung wird anschließend getrocknet und in Querrichtung gedehnt. Wir stellten fest, dass bestimmte Beschichtungen die obere Oberfläche der Polyesterschicht während des Dehnvorgangs in Querrichtung imprägnieren. Dies führt zu einer veränderten oberen Polyester-Oberfläche. Wir stellten fest, dass bestimmte Beschichtungen, die die obere Oberfläche der Polyesterschicht nachgiebig, jedoch nicht heißklebbar machen, so dass diese Veränderung der Polyesterschicht die Schicht-Verbundstruktur dazu geeignet macht, unter Hitze und Druck geprägt zu werden. Dadurch kann die Verbund-PET-Schicht verarbeitbar für die Verwendung als holografische Schicht gemacht werden, ohne das Erfordernis eines sekundären Beschichtungsschritts.

[0021] Darüber hinaus haben wir entdeckt, dass die Nachgiebigkeit der oberen Oberfläche der PET-Schicht verändert werden kann, um die Bilderscheingung des Hologramms weiter zu verbessern. Coextrusion eines Copolyesters oder eines glatten Oberflächenmaterials führt zu einem Anstieg der Gesamtqualität des Hologramms. Entsprechend ist es vorteilhaft, eine PET-Basissschicht zu verwenden, die coextrudiert ist und zumindest zwei Lagen bildet. Ferner kann die PET-Basissschicht vorteilhafterweise Partikel umfassen, die ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Silicat, Aluminiumoxid, Calciumkarbonat und Mischungen daraus, sowie andere. Solche Partikel sind vorzugsweise in einer Menge von ungefähr 0,005 Gewichtsprozent bis ungefähr 0,6 Gewichtsprozent auf der Basis des Gewichts der PET-Schicht vorhanden.

[0022] Die PET-Schicht hat vorzugsweise eine Dicke von ungefähr 4,5 µm bis ungefähr 60 µm.

[0023] Die PET-Basissschicht ist vorzugsweise um einen Faktor von ungefähr 3,4 bis ungefähr 5,4 gedehnt und die beschichtete PET- ist als Verbund vorzugsweise um einen Faktor zwischen ungefähr 3,3 und ungefähr 4,6 in Querrichtung gedehnt.

[0024] Wie oben erwähnt ist das Beschichtungsmaterial besonders bevorzugt ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus nicht quer vernetzter Acryl-Polystyrol-Immulsion und nicht quer vernetzter Polyester-Dispersion, wobei jedoch andere Beschichtungen verwendet werden können. Die Beschichtung hat eine Dicke zwischen ungefähr 0,1 µm und ungefähr 0,4 µm.

[0025] Die coextrudierten Lagen umfassen vorzugsweise eine Polyesterlage und eine Copolyesterlage. Die Copolyesterlage kann aus einer isophthalischen Säure oder aus einem Derivat von Cyclohexan-Dimethanol sowie anderen Komponenten gebildet sein. Die Copolyesterlage hat vorzugsweise eine Dicke zwischen ungefähr 0,1 µm und 3,0 µm. Die Copolyesterlage hat ferner vorzugsweise eine Oberfläche, die mit der Beschichtung in Kontakt steht und eine Rauigkeit Ra von weniger als 40 nm hat.

[0026] Die Trägebrauswertung der beschichteten Filme wurde wie folgt durchgeführt:

Eine 12 Tonnen-Carver-heiß-Hydraulikpresse mit der Modellnummer 3912 und heißen Platten von 6 × 6 Inch wurde verwendet, um die Prägefähigkeit des beschichteten Schichtmaterials auszuwerten. Eine Prägescheibe aus Nickel von 4 × 4 Inch wurde auf eine Probe von 4 × 4 Inch angeordnet. Beide Platten wurden auf 220°Fahrenheit erhitzt. Die Schichtprobe und die Scheibe wurden für 10 Sekunden bei 27,6 bar (400 psi) zusammengepresst. Die Probe wurde entfernt und zum Kühlen auf eine Bankoberfläche gelegt. Der Film wurde dann langsam unter einem Winkel von 45 Grad von der Scheibe abgezogen. Die Probe wurde dann auf einen schwarzen Hintergrund gelegt, um die Sichtbarkeit des geprägten Bilds zu verbessern und folgendermaßen eingestuft:

Exzellent=Helle Farben sichtbar unter vielen Winkeln ohne nicht geprägte Bereiche.

Gut=Farben unter unterschiedlichen Winkeln nicht so kräftig.

Brauchbar=Farben weniger hell.

Mangelhaft=Farben matt mit nicht geprägten Bereichen.

[0027] Die Erfindung wird nun unter Bezugnahme auf Beispiele, die die Erfindung erläutern sollen ohne sie in irgendeiner Weise zu beschränken, beschrieben. Beispiele:

Vorbereitung einer glatten Basisschicht für die Beispiele 1 bis 3.

[0028] Eine Polyester-Basisschicht wurde auf folgender Weise vorbereitet:

Polyethylen-Terephthalat wurde nach einem bekannten Verfahren polymerisiert: Eine geschmolzene Masse aus Ethylen-Glycol und Terephthalsäure wurde erhitzt in der Anwesenheit eines Veresterungs-Katalysators und Wasser sowie überschüssiges Ethylen-Glycol wurden unter Vakuum entfernt, so dass eine verbleibende Schmelze von Polyester übrig blieb. Diese Schmelze wurde über eine Strangform in eine Kühlwanne ausgeführt, pelletiert und anschließend weiter getrocknet um die Restfeuchtigkeit bis auf weniger als 50 ppm zu entfernen. Trimethylphosphat von 0,032 Gewichtsprozent, Magnesium-Acetat von 0,060 Gewichtsprozent, Antimon-Trioxid von 0,026 Gewichtsprozent und Tetraethyl-Ammonium-Hydroxid von 0,252 Gewichtsprozent wurden ferner verwendet, um ein Polyester A vorzubereiten. Externe Partikel wurden dem Polyester A nicht hinzugefügt.

[0029] Polyethylenterephthalat wurde nach einem bekannten Verfahren polymerisiert: Eine Schmelzmasse von Ethylen-Glycol und gereinigter Terephthalatsäure wurde erhitzt in der Anwesenheit eines Veresterungs-Katalysators, und Wasser sowie überschüssiges Ethylen-Glycol wurden unter Vakuum entfernt, so dass eine verbleibende Polyester-Schmelze übrig bleibt. Diese Schmelze wurde über eine Strangform in eine Kühlwanne ausgelassen, pelletiert, und dann weiter getrocknet, um die Restfeuchtigkeit bis auf weniger als 50 ppm zu entfernen. Lithium-Acetat-Dihydrat von 0,226%, Trimethylphosphat von 0,181 Gewichtsprozent, Phosphorsäure von 0,020 Gewichtsprozent, Antimon-Trioxid von 0,04 Gewichtsprozent und Calciumacetat von 0,119 Gewichtsprozent wurden verwendet, um ein Polyester B zu erzeugen.

[0030] Partikel (A), die SiO₂-Partikel einer mittleren Partikelgröße von 2,6 µm sind, wurden in das Polyethylenterephthalat, das nach einem bekannten Verfahren polymerisiert ist, hinzugemischt: Eine Schmelzmasse von Ethylen-Glycol und gereinigter Terephthalsäure wurden erhitzt, in der Anwesenheit eines Veresterungs-Katalysators und Wasser sowie überschüssiges Ethylen-Glycol wurden unter Vakuum entfernt, so dass eine Restschmelze von Polyester übrig blieb. Diese Schmelze wurde über eine Strangform in eine Kühlwanne abgeführt, pelletiert und dann weiter getrocknet, um die Restfeuchtigkeit auf weniger als 50 ppm zu reduzieren. Tetraethyl-Ammonium-Hydroxid von 0,049 Gewichtsprozent, Lithium-Acetat von 0,042 Gewichtsprozent wurden ferner verwendet, um ein Polyester C zu erzeugen. Der Gehalt an Partikeln (A) in den Polyester-Pellets (C) betrug 2,0%.

[0031] Anschließend wurden 48,5 Gewichtsteile von Pellets (A), 48,5 Gewichtsteile (B) und 3,0 Gewichtsteile von Pellets (C) gemischt. Die gemischten Pellets wurden extrudiert unter Verwendung eines Zwei-Schrauben-Extruders vom Durchlasstyp, um einen Schmelzestrom (I) zu erzeugen. Anschließend wurden 48,5 Gewichtsteile von Pellets (A), 48,5 Gewichtsteile von Pellets (B) und 3,0 Gewichtsteile von Pellets (C) gemischt. Bis zu 55% Material, das aus fertiger Schicht recycelt worden ist, kann gleiche Anteile von Polymer A und Polymer B ersetzen. Die gemischten Pellets wurden unter Vakuum bei 150 EC für drei Stunden getrocknet und extrudiert, um einen Schmelzestrom (II) zu erzeugen. Der Schmelzestrom (I) wurde durch eine rechteckige Verbindungszone geführt, wo er mit einem Schmelzestrom von Polyester (II) laminiert wurde. Das Laminat erzeugte eine dreilagige coextrudierte I/II/I-Struktur, in der das Polymer (I) und das Polymer (II) im Wesentlichen gleich waren. Das extrudierte Polymer wurde durch eine Form von der Art eines geschmolzenen Vorhangs geführt. Der erzeugte Schmelzvorhang wurde auf eine Formtrommel geführt und dann mittels nachfolgender Dehnschritte auf einem Walzenzug und einer kettengetriebenen Quer-Dehneinrichtung zweiaxsig ausgerichtet (wie es im Stand der Technik gut bekannt ist).

[0032] Die Gesamtdicke der Schicht ist nicht von besonderer Bedeutung. Typische Bedingungen für die Endverwendung liegen zwischen ungefähr 4,5 µm und ungefähr 60 µm, und beträgt in einer typischen Ausführungsform bei dieser Erfindung üblicherweise ungefähr 12 µm.

[0033] Während des Prozesses der Schicht-Herstellung kann die einachsige ausgerichtet coextrudierte PET-Schicht beschichtet werden. Diese Beschichtung wird dann getrocknet und in Querrichtung gedehnt. Ein solcher Vorgang ist im Stand der Technik gut bekannt. Wir haben die vorteilhafte Verwendung einer glatten und/oder amorphen Basisschicht entdeckt, die mit einer prägbaren Oberflächenbeschichtung verbunden ist, um ein helles geprägtes PET-Schichtmaterial zu erzeugen.

Beschreibung der Körnigkeit

[0034] Die Einschätzung der Qualität des Prägens ist subjektiv, abhängig von der Seeschärfe des Beobachters und von dem Beobachtungswinkel sowie ferner auch von der Stimmung des Beobachters. Ein Verfahren wurde erdacht, das dazu verwendet werden kann, die Qualität des Prägens durch den Glanzgrad einzuschätzen, um die Körnigkeit und damit die Prägequalität besser quantifizieren zu können.

Ausrüstung

BYK Chemie-Glanzmesser

Schichthalter

Vorgang

[0035] Eine Scheibe mit Regenbogenmuster (ein standardmäßig gut bekanntes Prägemuster in der Industrie) wurde verwendet, um ein Bild in eine Probe zu prägen.

[0036] Die Probe wurde in einem Glasglocken-Metallisierer mit Aluminium metallisiert oder wenn die Probe als weites Netz gefertigt wurde, in einem Rolle-auf-Rolle-Metallisierer wurde die geprägte und metallisierte Probe in einem Schichthalter stramm gespannt.

[0037] Ein Beleuchtungswinkel von 85 Grad wurde verwendet.

[0038] Drei Aufnahmen wurden in Querrichtung der Schicht aufgenommen und gemittelt.

[0039] Die Glanzaufnahmen wurden dann mit einer subjektiven visuellen Einschätzung des Prägens verglichen. Beispiele:

Beispiele:

[0040]

Beispiel 1

Beschichtungslösung Nr. 1

Styren-Acryl-Emulsion (1)	49,0 Teile
---------------------------	------------

Acetylen-Netzmittel (2)	0,01 Teile
-------------------------	------------

Propylen-Glycol-Phenyl-Ether (3)	1,2 Teile
----------------------------------	-----------

Endionisiertes Wasser	49,0 Teile
-----------------------	------------

Setalux 37-3372 verkauft durch Akzo Nobel Surfynol 440 verkauft durch Air Products Dowanol PPH, Dow Chemical Inc.

[0041] Die Beschichtungslösung Nr. 1 wurde unter Verwendung eines Nr. 4-drahtgewickelten Bügels auf das einachsige ausgerichtete PET beschichtet. Diese Beschichtung wurde getrocknet und anschließend die PET-Schicht um einen Faktor von ungefähr 3,8 in Querrichtung gezogen, um eine Verbund-PET-Schicht mit einer Oberflächenbeschichtung von einer Dicke von ungefähr 0,4 µm zu erzeugen. Eine sehr gute Prägung wurde unter diesen Testbedingungen erreicht.

Beispiel 2

[0042] Die Basisschicht wie oben beschrieben wurde mit den folgenden Oberflächenlagen zwischen den ersten und zweiten Dehnvorgängen beschichtet:

Beschichtungslösung Nr. 2	
Sulphopolyester-Dispersion (4)	mehr als 20 Teile
Sulphopolyester-Dispersion (5)	40 Teile
Acetylen-Netzmittel (2)	0,01 Teile
Endionisiertes Wasser	40 Teile
Eastek 1200-10 verkauft durch Lawter International Eastek 1000 verkauft durch Lawter International	

[0043] Die Beschichtungslösung Nr. 2 wurde unter Verwendung eines Nr. 4-drahtgewickelten Bügels auf einachsrig ausgerichtetes PET beschichtet. Diese Beschichtung wurde getrocknet und anschließend die PET-Schicht in Querrichtung gezogen, um eine Verbund-PET-Schicht mit einer Oberflächenbeschichtung von mit einer Dicke von ungefähr 0,4 µm zu erzeugen. Diese beschichtete PET-Schicht wurde dann in Querrichtung gezogen. Eine sehr gute Prägung wurde unter diesen Testbedingungen erhalten.

Beispiel 3

[0044] Die Basisschicht wurde wie beschrieben beschichtet mit den folgenden Oberflächenlagen zwischen dem ersten und dem zweiten Dehnvorgang:

Beschichtungslösung Nr. 3	
Styren-Acryl-Emulsion (1)	50,0 Teile
Acetylen-Netzmittel (2)	0,01 Teile
Endionisiertes Wasser	50,0 Teile

[0045] Die Beschichtungslösung Nr. 3 wurde unter Verwendung eines Nr. 3-drahtgewickelten Stabs auf einachsrig ausgerichtetes PET beschichtet. Diese Beschichtung wurde getrocknet und die PET-Schicht anschließend in Querrichtung gezogen, um eine Verbund-PET-Schicht mit einer Oberflächenbeschichtung mit einer Dicke von ungefähr 0,10 µm zu erzeugen. Diese beschichtete PET-Schicht wurde dann in Querrichtung gezogen. Eine sehr gute Prägung wurde unter diesen Testbedingungen erhalten.

Vergleichsbeispiel 1

Beschichtungslösung Nr. 4	
Styren-Acryl-Emulsion (1)	6 Teile
Fluor-Netzmittel (6)	0,01 Teile
Endionisiertes Wasser	94 Teile

Zoyl FSO verkauft durch Dupont

[0046] Die Beschichtungslösung Nr. 4 wurde unter Verwendung eines mit Nr. 4-drahtgewickelten Stabs auf einachsrig ausgerichtetes PET beschichtet. Diese Beschichtung wurde getrocknet und dann die PET-Schicht in Querrichtung gezogen, um eine Verbund-PET-Schicht mit einer Oberflächenbeschichtung mit einer Dicke von ungefähr 0,10 µm zu erzeugen. Diese beschichtete PET-Schicht wurde dann in Querrichtung gezogen. Ein geprägtes Bild wurde unter diesen Testbedingungen erhalten. Das Bild litt jedoch unter Körnigkeit.

Coextrudierte Copolyester-Basislage für die Beispiele 4 bis 5:

[0047] Eine amorphe coextrudierte Oberflächenlage für die thermoplastische Polyesterschicht wurde wie folgt vorbereitet:

Eine isophtalische Säure co-terephthalische Säure zufällig Copolyester Copolymer mit einem IV von ungefähr 0,65 und einem Mol-Verhältnis von ungefähr 18% isophtalische Säure 82% terephthalisch, im Handel von Dupont erhältlich als Sellar 8306 wurde auf einem Basisbogen von Polyethylenterephthalat coextrudiert. Der Basisbogen von Polyethylenterephthalat kann wie oben beschrieben als Kernlage vorbereitet werden. Alternativ kann ein Polyester bestehend aus einem beliebigen Copolymer von Cyclohexan-Dimethanol-Resten, im Handel erhältlich von Eastman Chemical, mit einem IV von ungefähr 0,70 als amorphe Lage verwendet werden. Die Dicke der amorphen Lage wurde variiert.

[0048] Nach dem Vorwärtsziehen der A/B-coextrudierten Schicht wurde die amorphe Copolyester-Oberfläche wie unten beschrieben beschichtet. Die beschichtete Schicht wurde dann getrocknet und in Querrichtung gedehnt, um die endgültige Schichtstruktur zu erzeugen.

Beispiel 4

Beschichtungslösung Nr. 1	
Styrol-Acryl-Emulsion (1)	49,0 Teile
Acetylen-Netzmittel (2)	0,01 Teile
Propylen-Glycol-Phenyl-Ether	(3) 1,2 Teile
Endionisiertes Wasser	49,0 Teile

[0049] Die Beschichtungslösung Nr. 1 wurde unter Verwendung eines mit Nr. 4-drahtaufgewickelten Stabs auf einachsrig ausgerichtetes Co-Polyester-PET beschichtet. Die Oberflächenschicht von I-PET war ungefähr 0,6 µm. Diese Beschichtung wurde getrocknet und dann die PET-Schicht um einen Faktor von ungefähr 3,8 in Querrichtung gezogen, um eine Verbund-PET-Schicht mit einer Oberflächenbeschichtungsdicke von ungefähr 0,4 µm zu erzeugen. Eine exzellente Prägung wurde unter diesen Testbedingungen erreicht.

Beispiel 5

[0050] Die in Beispiel 4 gezeigte Basislage wurde mit der folgenden Oberflächenlage beschichtet:

Beschichtungslösung Nr. 2	
Sulphopolyester-Dispersion (3)	mehr als 20 Teile
Sulphopolyester-Dispersion (4)	40 Teile
Acetylen-Netzmittel (2)	0,01 Teile
Endionisiertes Wasser	40 Teile

[0051] Die Beschichtungslösung Nr. 2 wurde unter Verwendung eines mit Nr. 4-drahtgewickelten Bügels auf einachsrig ausgerichtetes PET beschichtet. Diese Beschichtung wurde getrocknet und anschließend die PET-Schicht in Querrichtung gezogen, um eine Verbund-PET-Schicht mit einer Oberflächenbeschichtungsdicke von ungefähr 0,4 µm zu erzeugen. Diese beschichtete PET-Schicht wurde dann in Querrichtung gezogen. Eine exzellente Prägung wurde unter diesen Testbedingungen erhalten.

Referenzbeispiel 1

[0052] Eine im Handel erhältliche Probe von A-Boss von AET von prägbarem Polypropylen wurde unter den Testbedingungen geprägt. Die Probe zeigte gute Prägeeigenschaften mit niedriger Körnigkeit.

Vergleichsbeispiel 2

[0053] Die coextrudierte Copolyester-Basislage wie in den Beispielen 4 und 5 beschrieben wurde ohne eine Oberflächenbeschichtung vorbereitet. Die Schicht wurde unter typischen Prägebedingungen gemäß den anderen Beispielen geprägt. Die Probe zeigte marginale Prägeeigenschaften.

Vergleichsbeispiel 3

[0054] Eine im Handel erhältliche Lebensmittelverpackung aus einer PET-Schicht, die als 10.41 bekannt ist wurde von Toray Plastics Europe erworben. Die Schicht wird mit einer Acrylbeschichtung auf einer Seite und einem coextrudierten CHDM Copolyester auf der Rückseite gefertigt. Die Copolyester-Oberfläche wurde unter den Bedingungen, wie sie hier für die anderen Beispiele beschrieben wurden, geprägt. Die Probe hatte marginale Prägeeigenschaften.

Probe	Basis- schicht-Ober- fläche	Beschichtung	Helligkeit des Bilts	Körnigkeit des Bilts	Glanzaufnah- me
Beispiel 1	Niedrige Rau- higkeit	Nr. 1	Exzellent	Exzellent	144
Beispiel 2	Niedrige Rau- higkeit	Nr. 2	Exzellent	Exzellent	142
Beispiel 3	Niedrige Rau- higkeit	Nr. 3	Exzellent	Exzellent	140
Vergleichs-Bei- spiel 1	Hohe Rauhig- keit	Nr. 4	Exzellent	Marginal	100
Referenz-Bei- spiel 1	Niedrige Rau- higkeit	-	Exzellent	Exzellent	142
Beispiel 4	Niedrige Rau- higkeit	Nr. 1	Exzellent	Exzellent	137
Beispiel 5	Niedrige Rau- higkeit	Nr. 2	Exzellent	Exzellent	135
Vergleichsbei- spiel 2	Niedrige Rau- higkeit	Keine	Marginal	Marginal	132
Vergleichsbei- spiel 3	Niedrige Rau- higkeit	Keine	Marginal	Marginal	130

Patentansprüche

1. Prägbare, beschichtete Polyethylenterephthalat(PET)-Schicht umfassend:
eine einachsig ausgerichtete PET-Basissschicht; und eine auf die PET-Basissschicht aufgebraute Beschichtung,
dadurch gekennzeichnet, dass die Beschichtung und die PET-Basissschicht als Verbund quer gedehnt worden sind,
wobei das Beschichtungsharz einen Oberflächenanteil der PET-Basissschicht nach dem Dehnen in Querrichtung imprägniert und wobei die erzeugte Beschichtung eine Dicke zwischen 0,1 µm und 0,4 µm hat, so dass der Oberflächenanteil der Schicht empfänglich für eine Prägung ist.
2. Schicht gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die PET-Basissschicht koextrudiert ist und zumindest zwei Lagen bildet.
3. Schicht gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die PET-Schicht eine Dicke von ungefähr 4,5 µm bis ungefähr 60 µm hat.
4. Schicht gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die PET-Basissschicht Partikel umfasst.
5. Schicht gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Partikel ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Silica, Aluminiumoxid, Kalziumcarbonat und Mischungen daraus.
6. Schicht gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Partikel in einer Menge von ungefähr 0,005 Gew.-% bis ungefähr 0,6 Gew.-% bezogen auf das Gewicht der PET-Schicht vorhanden sind.
7. Schicht gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die PET-Basissschicht um einen Faktor zwischen 3,4 und 5,4 gedehnt worden ist.
8. Schicht gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die beschichtete PET-Schicht als Verbund um einen Faktor zwischen ungefähr 3,3 und ungefähr 4,6 in Querrichtung gedehnt worden ist.
9. Schicht gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Beschichtung aus einem Material gebildet ist, das ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus nicht-quervernetzter Acryl-Polystyrol-Emulsion und

nicht-quervernetzter Polyester-Dispersion.

10. Schicht gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die koextrudierten Lagen eine Polyester-Lage und eine Ko-Polyester-Lage umfassen.

11. Schicht gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Ko-Polyester-Lage aus einer isophtalischen Säure oder aus einem Derivat von Cyclohexan-Dimethanol gebildet ist.

12. Schicht gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Ko-Polyester-Lage eine Dicke zwischen ungefähr 0,1 µm und 3,0 µm hat.

13. Schicht gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Ko-Polyester-Lage eine obere Oberfläche aufweist, die in Kontakt mit der Beschichtung steht und eine Rauigkeit Ra von weniger als ungefähr 40 nm hat.

14. Verfahren zum Herstellen einer beschichteten, unmittelbar prägbaren Polyethylenterephthalat(PET)-Schicht gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1–13 umfassend:

Dehnen einer PET-Schicht, um eine einachsige ausgerichtete PET-Schicht zu bilden;

Beschichten zumindest einer Oberfläche der einachsige ausgerichteten PET-Schicht mit einer wässrigen Lösung eines organischen Materials; und

Empfänglichmachen zumindest einer Oberfläche einer sich ergebenden beschichteten einachsige ausgerichteten PET-Schicht für ein unmittelbares Prägen durch Imprägnieren der Oberfläche der einachsige ausgerichteten PET-Schicht mit zumindest einem Anteil der Beschichtung durch Dehnen der beschichteten einachsige ausgerichteten PET-Schicht in Querrichtung, wobei die sich ergebende Beschichtung eine Dicke von 0,1 µm bis 0,4 µm hat.

15. Verfahren gemäß Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die PET-Basissschicht koextrudiert wird und zumindest zwei Lagen bildet.

16. Verfahren gemäß Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die PET-Schicht eine Dicke zwischen ungefähr 4,5 µm und ungefähr 60 µm hat.

17. Verfahren gemäß Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die PET-Schicht Partikel umfasst.

18. Verfahren gemäß Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Partikel ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Silica, Aluminiumoxid, Kalziumkarbonat und Mischungen daraus.

19. Verfahren gemäß Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Partikel in einer Menge zwischen ungefähr 0,005 Gew.-% und ungefähr 0,6 Gew.-% bezogen auf das Gewicht der PET-Schicht vorhanden sind.

20. Verfahren gemäß Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die PET-Schicht um einen Faktor zwischen ungefähr 3,4 und ungefähr 5,4 gedehnt wird.

21. Verfahren gemäß Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die beschichtete PET-Schicht um einen Faktor zwischen ungefähr 3,3 und ungefähr 4,6 in Querrichtung gedehnt wird.

22. Verfahren gemäß Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Beschichtung gebildet ist aus einem Material, das ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus nicht-quervernetzter Acryl-Polystyrol-Emulsion und nicht-quervernetzter Polyester-Dispersion.

23. Verfahren gemäß Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die koextrudierten Lagen eine Polyester-Lage und eine Ko-Polyester-Lage umfassen.

24. Verfahren gemäß Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Ko-Polyester-Lage gebildet ist aus einer isophtalischen Säure oder einem Derivat von Cyclohexan-Dimethanol.

25. Verfahren gemäß Anspruch 14, ferner umfassend Prägen von ausgewählten Oberflächenanteilen der PET-Schicht unter Druck.

26. Verfahren gemäß Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Ko-Polyester-Lage eine Dicke zwi-

schen ungefähr 0,1 μm und 3,0 μm hat.

27. Verfahren gemäß Anspruch 26, dadurch gekennzeichnet, dass die Ko-Polyester-Lage eine obere Oberfläche aufweist, die in Kontakt mit der Beschichtung steht, und eine Rauigkeit R_a von weniger als ungefähr 40 nm hat.

28. Verfahren gemäß Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass das Beschichten ein Inline-Beschichten umfasst und dass die Beschichtungslösung eine nicht-quervernetzte Acryl-Polystyrol-Emulsion oder eine nicht-quervernetzte Polyester-Dispersion umfasst; und dass das Verfahren ferner Trocknen der Beschichtung umfasst, bevor die beschichtete einachsig ausgerichtete PET-Schicht in Querrichtung gedehnt wird.

29. Verwenden eines unmittelbar prägbaren Substrats, das gemäß Anspruch 28 hergestellt ist, für holographische Zwecke, wobei die Schicht erzeugt ist durch Inline-Beschichten einer einachsig ausgerichteten PET-Schicht, Trocknen und anschließendes Dehnen in Querrichtung der Beschichtung und der Schicht, um eine Verbundschicht zu erzeugen.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

