

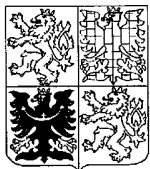
PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2001 - 441

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **16.08.1999**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **14.08.1998**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **1998/19836800**

(33) Země priority: **DE**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **17.10.2001**
(Věstník č. 10/2001)

(86) PCT číslo: **PCT/EP99/05996**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO00/09592**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

C 08 J 5/18

B 29 C 47/88

//(C 08 L 69:00)

(71) Přihlašovatel:

RÖHM GMBH & CO. KG, Darmstadt, DE;

(72) Původce:

Numrich Uwe, Weiterstadt, DE;

Hofmann Klaus, Griesheim, DE;

Emerson Roger Hugh, Milton Keynes, GB;

Pfaff Thomas, Hemsbach, DE;

Meier-Kaiser Michael, Alsbach-Hähnlein, DE;

(74) Zástupce:

Čermák Karel Dr., Národní třída 32, Praha 1, 11000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Opticky izotropní polykarbonátové fólie jakož i způsob jejich výroby

(57) Anotace:

Při způsobu výroby opticky téměř izotropní plastové fólie z lineárního nebo rozvětveného polykarbonátu se polykarbonátová tavenina odlévá procesem Chill-Roll. Opticky izotropní fólie se používají jako krycí fólie chránící nosiče dat (CD.roms) proti poškrábání, nebo se samy používají jako materiály nosičů pro informační vrstvu.

CZ 2001 - 441 A3

Opticky izotropní polykarbonátové fólie jakož i způsob jejich výroby

Oblast techniky

Vynález se týká oboustranných vysoce lesklých opticky izotropních polykarbonátových fólií vysoce čistých stejně tak jako hospodárného vytlačování při jejich výrobě a použití fólií podle vynálezu jako krycích fólií pro optické nosiče dat jako například pro kompaktní disky nebo DVD disky.

Fólie podle vynálezu mohou také sloužit jako materiály nosičů pro vrstvu nesoucí informace, čímž se dají vyrobit extrémně tenké optické nosiče dat.

Dosavadní stav techniky

Požadavky, které jsou kladeny na desky a fólie z plastů, aby se hodily pro výrobu nebo zakrývání opticky čitelných datových pamětí, jsou obecně známy, srovnej J. Hennig, Polymere als Substrate für optische Datenspeicher, Angew. Makromolekulare Chemie, Band 145/146, 1986 / strana 391 až 409/.

Dále nesmí desky a fólie obsahovat žádné cizí částice větší než 10 mikrometrů a při zpracování se nesmí tvořit žádné bubliny a sraženiny. Při tvarování má dojít k co možná nejmenšímu dvojlomu.

Optické nosiče dat ve formě kompaktních disků se až dosud v největší míře vyráběly lisováním. Jiné způsoby, pomocí nichž se mohou vyrábět i optické nosiče dat větších rozměrů, vycházejí z plochých desek z plastu, které se dodatečně opatřují vrstvou nesoucí infor-

mace.

EP 461 485 /Röhm GmbH/ popisuje vytlačenou plochou desku nebo fólii a způsob její výroby. Tavenina polykarbonátu se vylisuje vytlačením asi při 290 °C ze širokoštěrbinové trysky vytlačovacího lisu a kalandruje se ve válcové stolici, sestávající z vysoce lesklého ocelového válce a vatovaného gumového válce. Tímto způsobem se získá polykarbonátová fólie, která je na jedné straně vysoce lesklá a na druhé straně matná a má tloušťku 450 μm .

EP 351 886 /Bayer AG/ popisuje způsob lití pro výrobu polykarbonátových fólií. Polykarbonát se střední molekulovou hmotností 98 000 se rozpustí v methylenchloridu a roztok se nanese na pomalu se otáčející vyhřívaný a leštěný válec pomocí stíracího zařízení. Získá se tak čirý průhledný film s tloušťkou 200 μm . Dochází k velkému dvojlomu s rozdílem optických drah

$\Delta G = 74 \text{ nm}$. Takto získané polykarbonátové fólie, které nejsou bez dvojlomu se upnou a vyhřívají se pomocí křemenného zářiče po dobu 5 až 60 sekund. Tím se dosáhne redukce nežádoucího dvojlomu na hodnoty, které již neruší.

JP 07 12 63 75 /Teijin Kasei Ltd/ popisuje výrobu fólie z polykarbonátu s malým dvojlomem. Malý specifický dvojlom polykarbonátové fólie se dosáhne použitím ochranné vrstvy z polyolefinů.

Obvyklé způsoby výroby tenkých opticky izotropních polykarbonátových fólií pracují buď na bázi nákladných způsobů odlévání, při kterých se musí provádět nákladná aparativní opatření pro zabránění emisí jedovatých

organických rozpouštědel, nebo se na bázi nákladných způsobů vytlačování, při kterých se vyrábí v prvním kroku buď na jedné straně matová polykarbonátová fólie nebo opticky anizotropní polykarbonátová fólie.

Tyto naposledy jmenované opticky anizotropní vytlačované fólie se musí při následujících krocích přeměnit na oboustranně se lesknoucí opticky izotropní vytlačené fólie. Dvoustupňový způsob vytlačování je extrémně nákladný. Fólie nejsou, ačkoliv jsou opticky do určité míry izotropní, opatřeny optimálními povrchovými vlastnostmi.

Vynález si proto uložil za základní úlohu vyrobiti oboustranně se lesknoucí opticky izotropní polykarbonátové fólie za vyhnutí se ve stavu techniky vylíčeným výrobnětechnickým a ekonomickým nevýhodám. Fólie mají být opticky a mechanicky izotropní, mají mít vysokou kvalitu povrchu a mají být co možná nejčistší.

Podstata vynálezu

S překvapením se dají opticky vysoce hodnotné polykarbonátové vytlačované fólie s rozmezím tloušťek $< 200 \mu\text{m}$, s výhodou 15 až 150, nejvýhodněji 30 až 100, a úplně nejvýhodněji 60 až 90 μm , vyrobit způsobem odlévání taveniny Chill-Roll / s chladícím válcem/ s požadovaným profilem vlastností. Pro dosažení vysoké úrovně optické čistoty se s výhodou používá relativně nízkomolekulární polykarbonátová vstřikovací hmota, jaká se používá pro výrobu vstřikovým litím vyráběných nosičů dat ve velkém měřítku.

Molekulová hmotnost M_w používané polykarbonátové

formířské hmoty se pohybuje mezi 10.000 až 40.000, s výhodou mezi asi 15.000 až asi 20.000 /vstřikovací hmota/. Zejména vstřikovací hmota, která není určena pro lisování vytlačováním, se dá za pomoci Chill-Roll způsobu vytlačovat velice hospodárně a za vyvazování se použití jedovatých rozpouštědel na fólie s požadovaným profilem vlastností /viz obr. 1/.

Podstatné je pro vynález použití způsobu odlévání taveniny, která se také nazývá Chill-Roll-způsob. Při tom se film taveniny vystupující z trysky vede na chladicí válec /Chill-Roll válec/ a při tom se ochladí. tím se umožní výroba extrémně tenkých folií / až pod 15,um/ s malou optickou anizotropií /téměř izotropní fólie/.

Pod pojmem téměř izotropní je třeba rozumět, že světelný paprsek pronikající médiem folií vyvolává jen nepatrné vychýlení, například rozdíl optických drah maximálně 50 nm, s výhodou maximálně 35 nm, nejvýhodněji 25 nm.

Teplota zpracování polykarbonátové formířské hmoty se pohybuje mezi 210 až 260, s výhodou mezi 220 až 240 °C.

Pro zabránění usazování krystallů v trysce je příznivé, když se vytlačovací zařízení startuje při teplotě zpracování 250 až 260 °C. Pro dosažení co možná nejmenšího vytvoření gelových těles se teplota zpracování po fázi rozjezdu může snížit během asi 10 minut až asi 1 hodiny sukcesivně na 220 až 240 °C.

Pro zabránění čar trysek popřípadě vytlačovacích pruhů na vytlačované fólii se doporučuje, aby se vnitř-

ní povrch vytlačovacích trysek, který je s výhodou pochromovaný, zejména oblast vstupu trysek, vyleštil. Pro oblast vstupu vytlačovacích trysek má hloubka drsnosti R_A podle DIN 4768 být 0,025 až 0,002, s výhodou 0,015 až 0,002, nejvýhodněji 0,01 až 0,002. Drsnost rozdělovacího kanálu má být s výhodou maximálně 0,1.

Další zlepšení kvality, zejména zabránění tvorbě čar trysek, popřípadě vytlačovacích pruhů, se u vytlačované fólie může dosáhnout tím, když se vnitřní povrch vytlačovací trysky opatří činidlem odpuzujícím taveninu polykarbonátu. To se může stát natřením vyčištěné vnitřní plochy trysek takovýmto činidlem, například silikonovým olejem. Činidlo nemá zvýšit drsnost povrchu nebo ji má zvýšit jen nepodstatně, s výhodou ji ale má snížit.

Dalším faktorem, který může ovlivnit kvalitu vytlačené polykarbonátové fólie, jsou malé nečistoty taveniny polykarbonátu. Je proto výhodné, když se mezi vytlačovací válec a vytlačovací trysku umístí filtr taveniny. Velikost ok filtrační vložky má být 5 až 50 μm .

Dalším opatřením, které může přispívat k vysoké kvalitě polykarbonátové fólie, je příměs kluzného prostředku k formířské hmotě, formulace. Obvyklá množství jsou mezi 0,01 až 1 % hmotn. vztazeno na formířskou hmotu. Příklady vhodných kluzných prostředků jsou parciálně oxidovaný polyethylen, pentaerythritstearát nebo estery C_{10} až C_{20} karboxylových kyselin.

vysoká optická čistota stejně tak jako optická izotropie jsou podstatné základní požadavky na použití fólií při uvedených použitích.

romocí způsobu podle vynálezu se dají vyrobti opticky vysoce kvalitní polykarbonátové fólie. Pod pojmem

vysoce kvalitní lze rozumět zejména: malý dvojlom, velkou transmisí, malé vytvoření vytlačovacích pruhů po případě čar trysek /měřitelné pomocí malého vychýlení lineárně polarizovaného světla/, stejně tak jako malý počet gelových těles na jednotku plochy.

S výhodou nemá fólie podle vynálezu v žádné oblasti povrchu vychýlení lineárně polarizovaného světla větší než 2 uhlové minuty.

Měření se provádí pomocí registrace úhlu vychýlení laserového paprsku, který proniká folií.

A tomu se používá tak zvaná metoda deflektace laserového paprsku. Po celé šíři vytlačování se měří úhel vychýlení pomocí posuvného stolu poháněného krokovým motorem, které dozná laserový paprsek 632,8 nm při kolmém prozařování fólie napříč směru vytlačování. Transmitovaný paprsek prochází potom pro zvětšení úhlu vychýlení dalekohledem a dopadá na digitální optický sensor citlivý vůči poloze. Tento určuje místo centra na něj dopadajícího světelného bodu a uvádí ho přes seriové rozhraní v x a y souřadnicích. Pro vyhodnocení čar trysek je z toho relevantní pouze y - složka.

Možná použití folií podle vynálezu jsou ochranná fólie proti poškrabání pro nosiče dat, jako materiály nosičů pro optické nosiče dat, jako základní materiály pro výrobu horních vrstev folií pro displeje a obrazovky.

Příklady provedení vynálezu

Výroba fólie podle vynálezu pomocí Chill-Roll-vytlačování polykarbonátové formířské hmoty pro optická použi-

tí vstřikového lití.

Tavenina, vyrobená pomocí vytlačovacího lisu s jedním šnekem nebo dvojšnekového vytlačovacího lisu/ pro zabezpečení stálosti proudu taveniny se může s výhodou používat čerpadlo pro taveninu/ se přivádí přes automaticky regulovatelnou trysku Chill-Roll- válce, dimenzovanou pro vytlačování fólie /hloubka drsnosti R_A 0,002 až 0,006, $R_T=$ 0,02 až 0,004, měřeno podle DIN 4768/. Hloubka drsnosti R_A oblasti vstupu vytlačovacích trysek je 0,002. Vnitřní povrch trysek byl natřen silikonovým olejem odpuzujícím taveninu polykarbonátu. Teplota proudu taveniny je $235\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$. Film taveniny se ukládá tangenciálně na povrch válců a obepíná válec asi okolo 180 ° . Po obklopení dalších válců se zjišťuje tloušťka pásu fólií pomocí napříč uspořádaného bezdotykového měrného systému a pomocí elektronicky zpracovaných informací se řídí rozdělení taveniny pomocí systému pružného svorníku regulujícího šířku trysky. Vznikající fólie mají vysokou optickou a rovněž mechanickou izotropii. Tato poslední je obzvláště důležitá pro chování při zpracování, například vysekávání na velikost CD, neboť hmoty pro lití PC vstřikem jsou na základě jejich malé molekulové hmotnosti podstatně křehčí než hmoty pro vytlačování PC.

Srovnávací příklad 1

polykarbonátové fólie vyrobené při procesu hlazení, tloušťka 0,13 mm

Tavenina vyrobená pomocí vytlačovacího lisu s jedním šnekem nebo dvojšnekového vytlačovacího lisu /pro zabezpečení stálosti proudu taveniny se může používat optimálně čerpadla pro taveninu/ se přivádí pomocí trysky dimenzované pro vytlačování fólií na hladící stolici. Tavenina se dimenzuje v definované štěrbině válců a hladí se povrchem temperovaných, do zrcadlového lesku vyleštěných

válců /hloubka drsnosti R_A 0,002 až 0,006, $R_T = 0,02$ až 0,04, měřeno podle DIN 4766/ a ochladí se. Při tom je geometrický tvar jednoho nebo obou válců vypoukle vybroušen, odlišně od tvaru válce. Bombírování odpovídá 0,1 až 0,2 mm, vztaženo na průměr válce. Bombírování má rozhodující význam pro rovnoměrné rozdělení tlouštěk po šířce pásu fólie.

Na základě pro tento způsob typických velkých sil mezer mezi válci se molekuly polymeru ve vytlačovacím zařízení pouelne protahnou. vznikající orientace vede k výrazné, značně vysoké optické anizotropii.

Srovnávací příklad 2

Výroba lité polykarbonátové fólie a tloušťkou 0,08 mm prováděná následujícím způsobem:

Polykarbonát se rozpustí v v mísící nádrži opatřené míchadlem ve směsi rozpouštědla sestávajícího z acetonu a methylenchloridu.

Hrubé nečistoty se potom odstraní z polykarbonátového roztoku pomocí lisu s membránovým filtrem s jemností 2 μ m. Polykarbonátový roztok se potom zpracuje v licím stroji, který sestává z 48 m dlouhého ocelového pásu, poháněného 2 \emptyset 3 m bubny, na 80 μ m tlustou fólii. Rozpouštědlo odpařené během následujícího procesu sušení se opět vrací do procesu.

Vznikající lité PC folie mají sice dostatečně malou optickou anizotropii, nejsou ale prosté rušících optických defektů, jako gelových částic a pásů.

Při výrobě litých folií z organického roztoku se jedná o velice nákladný proces, který ovlivňuje také vysoké požadavky kladené na bezpečnostní techniku. Vzní-

kající folie nejsou prosté vysoce jedovatých rozpouštědel a tím se na ně pohlíží jako na toxikologicky závažné.

velkoplochý ocelový pás se dá značně obtížněji vyrobit s opticky vysoce kvalitním stavem popřípadě se dá značně obtížněji v takovémto stavu získat než značně menší povrch Chill-Roll-válce, který se používá při způsobu odlévání slitiny podle vynálezu. v důsledku toho dojde ke vzniku nepřijatelně velkého počtu pruhů na povrchu folie. Přes použití lisů s membránovými filtry s jemností 2 um se nepodaří vyhnout se agregátům gelových těles, zmenšujících velikost signálu laseru. V protikladu ke zpracování taveniny ve vytlačovacích zařízeních nepřikládá se při "lití roztoku" stříhové pole, čímž těžko rozložitelné vysokomolekulární podíly polykarbonátu agregují na základě možnosti "mikrobrownova pohybu", to znamená stavu vyžadujícího co možná nejmenší energii rozmezí.

Gelová tělesa a tažné pruhy snižují sílu signálu laseru na nepřijatelně nízkou hladinu, čímž dochází ke vzniku spolehlivého počtu hlášení závad při přehrávání takto chráněných CD-systémů.

vztahové značky

10	film taveniny
15	folie, vytvořená z filmu taveniny
20	Chill-roll-válec
30	tryska

vlastnost	smrštění	zákal /%/	rozdíl optických	dvojlon	zkouška
	190 °C/30 min	ASTM-D 1003	drah /nm/	n	tahem ISO
	/%/				527-3
	MD*/TD*				prodloužení
					při přetrže
					ní /%/
					MD*/TD*

příklad

fólie podle vynálezu
 Chill-Roll-vytlačování
 PC-formířská hmota pro
 odlévání vstřikem opt.
 nosiče dat
 tloušťka 0,08 mm

<1/4 0,5 31 4. 10⁻⁴ 39/35

srovnávací příklad 1
 * PC-fólie formířská
 hmota pro vytlačování
 vyrobena v hledícím
 procesu tloušťka 0,13 mm

31/-7 0,3 360 3. 10⁻³ 145/99

srovnávací příklad 2
 * PC-fólie, odlitá z roztoku
 /komerční název Pokalon/
 tloušťka 0,08 mm

1,2 29 4.10⁻⁴ neměřeno



*MD: Machine-direction /řízení stroje/

*TD Traverse-direction /řízení posuvu/

Poznámka: smrštění odlišuje vynález od srovnávacího příkladu
zákal odlišuje vynález od srovnávacího příkladu,
dvojlom a rozdíl optických drah odlišují vynález od srovnávacího příkladu l
prodloužení při přetržení odlišuje vynález od srovnávacího příkladu l ab.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob výroby opticky téměř izotropní plastové fólie z lineárního nebo rozvětveného polykarbonátu, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se polykarbonátová tavenina odlévá procesem Chill-Roll.

2. způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že střední molekulová hmotnost použitého polykarbonátu je mezi 10.000 až 40.000.

3. způsob podle nároku 1 nebo 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, že vnitřní povrch vytlačovací trysky má v oblasti vstupu hloubku drsnosti podle DIN 4768 R_A 0,025 až 0,002.

4. způsob podle jednoho nebo několika nároků 1 až 3, v y z n a č u j í c í s e t í m, že vnitřní povrch vytlačovací trysky je opatřen činidlem odpuzujícím taveninu polykarbonátu.

5. polykarbonátová fólie, získatelná podle jednoho nebo několika nároků 1 až 4.

6. Polykarbonátová fólie podle nároku 5, v y z n a č u j í c í s e t í m, že tloušťka folie je menší než 200 μm .

7. Použití polykarbonátových fólií podle nároku 5 nebo 6 jako folie chránících proti poškrábání pro optické nosiče dat.

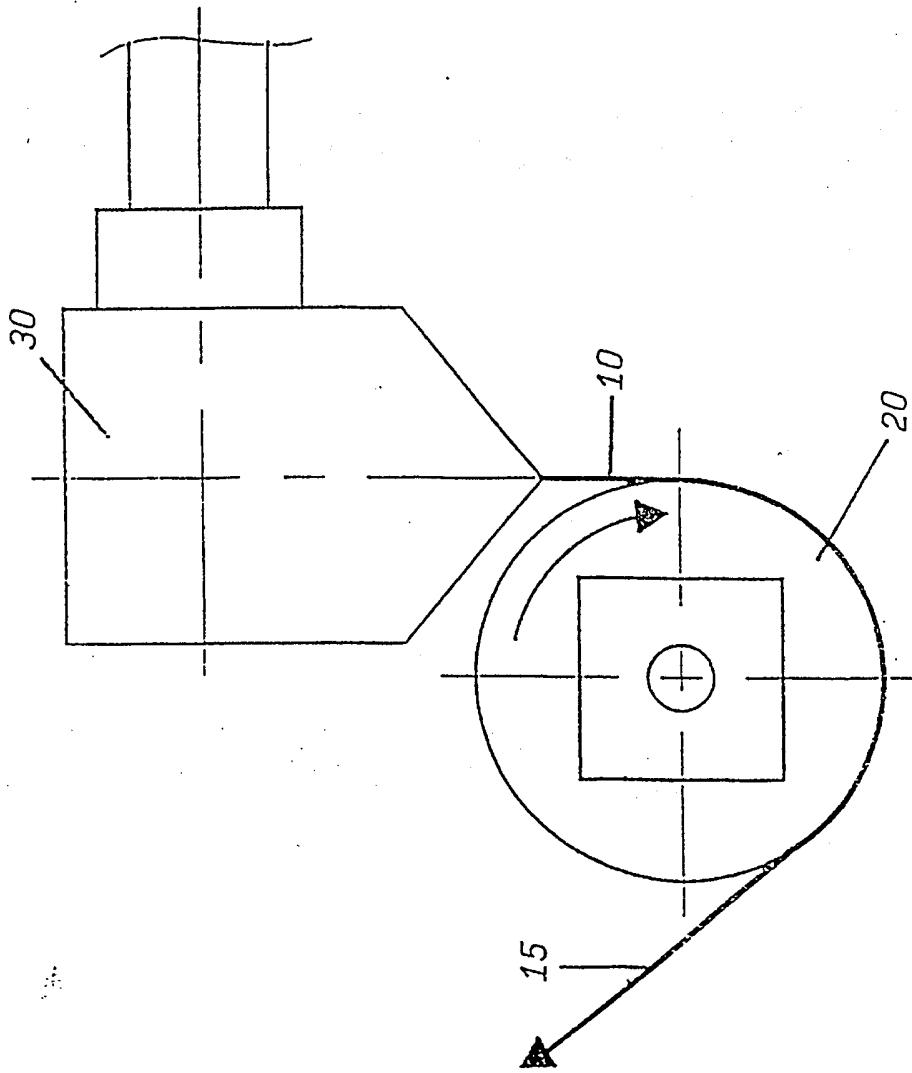
8. Použití polykarbonátových fólií podle nároku 5 nebo 6 jako materiálů nosičů pro optické nosiče dat.

9. Použití polykarbonátových fólií podle nároku

05.02.01

-13-

5 nebo 6 jako materiálů bází pro výrobu overlay folií
pro displeje a obrazovky.



Figur 1